

**T.C.
SİİRT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**KATKISIZ VE KATKILI NiO/AKTİF KARBON NANOPARÇACIKLARIN
FOTOKATALİTİK UYGULAMALARI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Nesrin BULUT
(183111004)**

Elektrik-Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Sabit HOROZ

**Şubat-2021
SİİRT**

TEZ KABUL VE ONAYI

Nesrin BULUT tarafından hazırlanan “Katkısız ve Katkılı NiO/Aktif Karbon Nanoparçacıkların Fotokatalitik Uygulamaları” adlı tez çalışması 16/02/2021 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile Siirt Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Elektrik-Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan

Dr. Öğr. Üyesi Osman ÜLKİR

Danışman

Doç. Dr. Sabit HOROZ

Üye

Doç. Dr. Orhan BAYTAR

İmza

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Doç. Dr. Fevzi Hansu
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Bu tez çalışması BAP tarafından 2020-SİÜMÜH-030 nolu proje ile desteklenmiştir.

ÖN SÖZ

Yüksek lisans tezimin hazırlanmasında gerek bilgisi, emeği gerekse hiç bitmeyen sabrı ve anlayışıyla her zaman yanımda olan, beni her konuda yönlendirip hiçbir zaman yalnız bırakmayan, sevgi ve anlayış ortamı içinde çalışmamı sağlayan tez danışmanım değerli hocam Doç. Dr. Sabit HOROZ'a,

Yüksek lisans eğitim dönemimin her aşamasında hep yanımda olan, desteklerini hep hissettiğim değerli hocam Doç. Dr. Fevzi HANSU ve eşi Arş. Gör. Tülin HANSU'ya,

Tez çalışmamın her aşamasında yanımda olan, desteğini esirgemeyen, güler yüzü ve neşesiyle moralimi yükselten, bana karşı tükenmeyen sabrı ve anlayışı olan saygıdeğer hocam Dr. Öğr. Üyesi Orhan BAYTAR'a

Tez çalışmamda görüş, öneri ve bilgilerini esirgemeyen saygıdeğer hocam Dr. Öğr. Üyesi Sinan KUTLUAY'a

Deneysel çalışmalarım sırasında yardımını ve sabrını benden esirgemeyen sevgili arkadaşlarım, Ebru BATUR ve Seren NAR'a

Hayatımdaki en değerli insanlar olan, her konuda varlıklarını yanımda hissettiğim, beni her konuda destekleyen, ilgilerini esirgemeyen, değerli aile fertlerime, Sonsuz sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

Nesrin BULUT
SİİRT-2021

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖN SÖZ	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER LİSTESİ	vi
KISALTMALAR VE SİMGELER LİSTESİ.....	viii
ÖZET	ix
ABSTRACT.....	x
1. GİRİŞ	1
1.1. Yarıiletkenler	2
1.1.1. N tipi katkı yarıiletkenler.....	5
1.1.2.P tipi katkı yarıiletkenler	5
1.2. Metal Oksit Nanoparçacıklar	6
1.3. Metal Oksit Nanoparçacıkların Sentez Yöntemleri	7
1.3.1. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi (CVD).....	8
1.3.2. Sol jel yöntemi	9
1.3.3. Elektrokimyasal yöntem	11
1.3.4. Hidrotermal yöntem.....	12
1.3.5. Kimyasal çöktürme yöntemi.....	13
1.4. Aktif Karbon	13
1.4.1. Aktif karbonun üretim aşamaları	14
1.5. Fotokatalitik	16
1.5.1. Aktif karbonun fotokatalitik uygulamaları	18
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	21
2.1. Nikel Oksit (NiO)	21
2.1.1. NiO ile ilgili yapılan çalışmalar	22
3. MATERYAL VE METOT.....	27
3.1. Aktif Karbon (AK) Sentezlenmesi	30
3.2. Aktif Karbon Destekli NiO Fotokatalizörlerin Sentezlenmesi (AK@NiO).....	30
3.3. Aktif Karbon Destekli Cu Katkı NiO Fotokatalizörlerin Sentezlenmesi	32
(AK@NiO_15:Cu).....	32
3.4. Aktif Karbon Destekli Fe Katkı NiO Fotokatalizörlerin Sentezlenmesi	33
(AK@NiO_15:Fe)	33
3.5. Aktif Karbon Destekli Co Katkı NiO Fotokatalizörlerin Sentezlenmesi	35
(AK@NiO_15:Co).....	35
3.6. Metilen Mavisinin Fotokatalitik Bozunması	36
3.7. Karakterizasyon İşlemleri	37
3.7.1. X-ışınları kırınımı (XRD).....	37
3.7.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	39

3.7.3. Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX)	39
3.7.4. UV-Vis spektroskopisi	40
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	41
4.1. Fotokatalitik Özellikler	41
4.1.1. Farklı NiO konsantrasyonlarında aktif karbon destekli NiO (AK@NiO) fotokatalizörlerin fotokatalitik özelliklerinin incelenmesi.....	41
4.1.2. Farklı bakır (Cu) konsantrasyonlarında aktif karbon destekli Cu katkılı NiO (AK@NiO_15:Cu) fotokatalizörlerin fotokatalitik özelliklerinin incelenmesi.....	46
4.1.3. Farklı demir (Fe) konsantrasyonlarında aktif karbon destekli Fe katkılı NiO (AK@NiO_15:Fe) fotokatalizörlerin fotokatalitik özelliklerinin incelenmesi.....	51
4.1.4. Farklı kobalt (Co) konsantrasyonlarında aktif karbon destekli Co katkılı NiO (AK@NiO_15:Co) fotokatalizörlerin fotokatalitik özelliklerinin incelenmesi.....	55
4.2. En İyi Fotokatalitik Aktiviteye Sahip Fotokatalizörlerin Karakterizasyonu	59
4.2.1. X-ışını kırınımı (XRD)	59
4.2.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	59
4.2.3. Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX).....	61
4.2.4. UV-Vis spektroskopisi	62
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	64
5.1. Sonuçlar	64
5.2. Öneriler	65
6. KAYNAKLAR	66
ÖZGEÇMİŞ	71

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1.	Katıların bant yapısı	4
Şekil 1.2.	Si atomunun donör (verici) atom ile katkılanması	5
Şekil 1.3.	Si atomunun akseptör (alıcı) atom ile katkılanması	6
Şekil 1.4.	Nano parçacıkların sentezlenme yaklaşımı	8
Şekil 1.5.	Kimyasal buhar biriktirme sistemi	9
Şekil 1.6.	Sol jel yöntemi işlem basamakları.....	11
Şekil 1.7.	Elektrokimyasal sentez düzeneği	12
Şekil 1.8.	Fiziksel aktivasyon aşamaları.....	15
Şekil 1.9.	Kimyasal aktivasyon aşamaları	16
Şekil 1.10.	Fotokatalitik oksidasyon çalışma prensibi	17
Şekil 3.1.	Hassas tartı	27
Şekil 3.2.	Manyetik karıştırıcı	27
Şekil 3.3.	Etüv cihazı.....	28
Şekil 3.4.	Kül fırını	28
Şekil 3.5.	Fotokatalitik ölçümde kullanılan deney düzeneği.....	29
Şekil 3.6a.	Santrifüj cihazı üst görüntüsü.....	29
Şekil 3.6b.	Santrifüj cihazı ön görüntüsü	29
Şekil 3.7a.	UV spektroskopisinin üst görüntüsü	30
Şekil 3.7b.	UV spektroskopisinin ön görüntüsü.....	30
Şekil 3.8.	Elektromanyetik spektrum	37
Şekil 3.9.	X-ışını kristal yüzeyindeki kırınımı	38
Şekil 3.10.	EDX'in şematik gösterimi.....	40
Şekil 4.1.	Farklı NiO konsantrasyonlarında aktif karbon destekli NiO fotokatalizörlere ait yüzde bozunma-zaman grafiği.....	41
Şekil 4.2.	Farklı pH değerlerinde AK@NiO_15 fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği.....	42
Şekil 4.3.	Farklı boyar madde konsantrasyonlarında AK@NiO_15 fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği	43
Şekil 4.4.	Farklı fotokatalizör miktarlarında AK@NiO_15 fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği.....	44
Şekil 4.5a.	AK@NiO_15 fotokatalizörü için birinci derece kinetik modeli grafiği.....	45
Şekil 4.5b.	AK@NiO_15 fotokatalizörü için ikinci derece kinetik modeli grafiği..	46
Şekil 4.6.	Farklı Cu konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Cu fotokatalizörlere ait yüzde bozunma-zaman grafiği	47
Şekil 4.7.	Farklı boyar madde konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği.....	48
Şekil 4.8.	Farklı fotokatalizör miktarı varlığında AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği.....	49
Şekil 4.9a.	AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörü için birinci derece kinetik modeli grafiği	50
Şekil 4.9b.	AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörü için ikinci derece kinetik modeli grafiği	50
Şekil 4.10.	Farklı Fe konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Fe fotokatalizörlere ait yüzde bozunma-zaman grafiği	51
Şekil 4.11.	Farklı boyar madde konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Fe(%3) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği.....	52

Şekil 4.12. Farklı fotokatalizör miktarı varlığında AK@NiO ₁₅ :Fe(%3) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği	53
Şekil 4.13a. AK@NiO ₁₅ :Fe(%3) fotokatalizörü için birinci derece kinetik modeli grafiği	54
Şekil 4.13b. AK@NiO ₁₅ :Fe(%3) fotokatalizörü için ikinci derece kinetik modeli grafiği	54
Şekil 4.14. Farklı Co konsantrasyonlarında AK@NiO ₁₅ :Co fotokatalizörlere ait yüzde bozunma-zaman grafiği	55
Şekil 4.15. Farklı boyar madde konsantrasyonlarında AK@NiO ₁₅ :Co(%7,5) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği	56
Şekil 4.16. Farklı fotokatalizör miktarı varlığında AK@NiO ₁₅ :Co(%7,5) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği	57
Şekil 4.17a. AK@NiO ₁₅ :Co(%7,5) fotokatalizörü için birinci derece kinetik modeli grafiği	58
Şekil 4.17b. AK@NiO ₁₅ :Co(%7,5) fotokatalizörü için ikinci derece kinetik modeli grafiği.....	58
Şekil 4.18. AK@NiO ₁₅ , AK@NiO ₁₅ :Cu(%5), AK@NiO ₁₅ :Fe(%3) ve AK@NiO ₁₅ :Co(%7,5) fotokatalizörlere ait XRD desenleri	59
Şekil 4.19a. AK@NiO ₁₅ SEM görüntüleri.....	60
Şekil 4.19b. AK@NiO ₁₅ :Cu(%5) SEM görüntüleri.....	60
Şekil 4.19c. AK@NiO ₁₅ :Fe(%3) SEM görüntüleri.....	60
Şekil 4.19d. AK@NiO ₁₅ :Co(%7,5) SEM görüntüleri	60
Şekil 4.20a. AK@NiO ₁₅ fotokatalizörüne ait EDX spektrumu	61
Şekil 4.20b. AK@NiO ₁₅ _Cu(%5) fotokatalizörüne ait EDX spektrumu	61
Şekil 4.20c. AK@NiO ₁₅ _Fe(%3) fotokatalizörüne ait EDX spektrumu.....	62
Şekil 4.20d. AK@NiO ₁₅ _Co(%7,5) fotokatalizörüne ait EDX spektrumu	62
Şekil 4.21. AK@NiO ₁₅ , AK@NiO ₁₅ :Cu(%5), AK@NiO ₁₅ :Fe(%3) ve AK@NiO ₁₅ :Co(%7,5) fotokatalizörlere ait yoğunluk-dalga boyu grafikleri	63

KISALTMALAR VE SİMGELER LİSTESİ

<u>Kısaltma</u>	<u>Açıklama</u>
AK	: Aktif karbon
AK@NiO	: Nikel oksit destekli aktif karbon
AK@NiO_15	: Nikel oksit(%15) destekli aktif karbon
AK@NiO_15:Co	: (Kobalt katkılı nikel oksit) destekli aktif karbon
AK@NiO_15:Cu	: (Bakır katkılı nikel oksit) destekli aktif karbon
AK@NiO_15:Fe	: (Demir katkılı nikel oksit) destekli aktif karbon
CVD	: Chemical vapor deposition (Kimyasal buhar biriktirme)
EDX	: Energy-dispersive X-ray spectrometry (Enerji dağıtımli X-ışın spektrokopisi)
FT-IR	: Fourier Transform Infrared (Fourier dönüşümü kızılötesi)
NiO	: Nikel oksit
SEM	: Scanning electron microscope (Taramalı elektron mikroskopi)
TEM	: Transmission electron microscope (Transmisyon elektron mikroskopi)
TG	: Thermogravimetric (Termogravimetrik)
UV	: Ultraviyole
UV-Vis	: Ultraviyole-görünür
XRD	: X-ray diffraction (X-ışınları kırınımı)

<u>Simge</u>	<u>Açıklama</u>
$\Omega.m$: Özdirenç birimi
λ	: X-ışını dalga boyu
E_g	: Yasak bant enerjisi
Å	: Angstrom
k	: Scherrer sabiti
β	: Radyan cinsinden pik yarı genişliği (FWHM)
T	: Mutlak sıcaklık
$h\nu$: Foton enerjisi
θ	: Saçılım açısı
θ_B	: Bragg açısı
d	: Kristal düzlemleri arası uzaklık
eV	: Elektronvolt

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KATKISIZ VE KATKILI NiO/AKTİF KARBON NANOPARÇACIKLARIN FOTOKATALİTİK UYGULAMALARI

Nesrin BULUT

Siirt Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Elektrik-Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Sabit HOROZ

2021, 71+X Sayfa

Katı maddeler elektriği iletme durumlarına göre 3'e ayrılır. Bunlar iletken, yarıiletken ve yalıtkanlar olarak incelenmektedir. Yarıiletkenler bu gruplandırılmada önemli bir yer tutmaktadır. Önemli olmasının nedeni mutlak sıcaklıkta ($T=0$ Kelvin'de) yalıtkan olan yarıiletkenler dış etkilere (sıcaklık, basınç, elektron bombardımanı vb.) maruz bırakıldığında iletkenlik potansiyellerinde değişiklik sağlanabilmesidir. 21. yüzyılda yarıiletkenler önem kazanan ve hızla gelişmekte olan teknolojiler arasında yer almaktadır. Boyutları 0-100 nm aralığında bulunan nanoyapılı maddeler, aynı maddelerin yığın halindekiyle kıyaslandığında farklı optik ve elektronik özellikler göstermektedir. Bundan dolayı nanoyapılı maddeler araştırmacıların ilgisini çekmiş ve bilimsel uygulamalarda geniş çaplı olarak kullanılmaktadır. Nanoteknoloji tekstil, sağlık, uzay ve haberleşme gibi birçok alanda kullanım imkanı bulmuştur.

Nanoyapıdaki yarıiletkenlerin bir diğer kullanım alanı, organik kirleticilerin gideriminde, yarıiletken madde fotokatalizörü olarak kullanım çalışmaları sürmektedir. Yapılan çalışmalarda yarıiletkenlerde katkılamanın maddenin optik ve elektronik özelliklerinde değişmelere sebep olduğu ortaya çıkmıştır. Bu yüzden en iyi katkılama miktarını belirleme ve ucuz üretim yöntemlerine yönelim vardır. Yarıiletken maddelerin sentezlenmesinde kullanılan çok sayıda yöntem mevcuttur. Aşağıdan yukarıya yaklaşımı altında sıralanan kimyasal çöktürme yöntemi ekonomik ve pratik bir yöntemdir. Bu nedenle bu tez çalışmasında yarıiletken madde sentezlenmesinde tercih edilmiştir. Katkılanan metallerin (Fe, Cu, Co) yanı sıra önemli bir adsorban olan aktif karbon da kullanılmıştır. Geniş çaplı kullanım alanı olan NiO (3,6-4 eV) band aralığına sahip p-tipi katkı bir yarıiletkendir. Fakat fotokatalizör olarak kullanım çalışmaları fazla mevcut değildir. Bu çalışmada katkı maddelerinin ve aktif karbon ile desteklenen NiO yarıiletkenin fotokatalitik aktivasyonunun incelenmesi amaçlanmış ve bu maddelerin yapısal, morfolojik ve boyut analizleri yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Aktif karbon, fotokatalitik, nanoteknoloji, nikel oksit, yarıiletken

ABSTRACT

MS THESIS

CHARACTERIZATION OF UNDOPED AND ADDITIVE NiO / ACTIVATED CARBON NANOPARTICLES AND ANALYSIS OF THE PHOTOCATALYTIC PROPERTIES

Nesrin BULUT

**The Graduate School of Natural and Applied Science of Siirt University
The Degree of Master of Science
In Electrical-Electronics Engineering**

Supervisor: Associate Professor Sabit HOROZ

2021, 71+X Pages

Solid materials are divided into 3 according to their electricity conduction status. These are examined as conductors, semiconductors and insulators. Semiconductors have an important place in this grouping. The reason why it is important is that when semiconductors, which are insulators at absolute temperature ($T = 0$ Kelvin), are exposed to external influences (temperature, pressure, electron bombardment, etc.), their conductivity potential can be changed. Semiconductors are among the technologies gaining importance and developing rapidly in the 21st century. Nano-structured materials with sizes in the range of 0-100 nm show different optical and electronic properties when compared to those in bulk. Therefore, nanostructured materials have attracted the attention of researchers and are widely used in scientific applications. Nanotechnology has been used in many fields such as textile, health, space and communication.

Another area of use of semiconductors in nanostructure, in the removal of organic pollutants, is being studied as a semiconductor photocatalyst. Studies have revealed that doping in semiconductors causes changes in the optical and electronic properties of matter. Therefore, there is a trend towards determining the best doping amount and inexpensive production methods. There are many methods used in the synthesis of semiconductor materials. The chemical precipitation method listed under the bottom-up approach is an economical and practical method. For this reason, it was preferred in the synthesis of semiconductor materials in this thesis study. In addition to the metals added (Fe, Cu, Co), activated carbon, an important adsorbent, was also used. It is a p-type doped semiconductor with a wide range of applications, NiO (3.6-4 eV). However, studies of its use as a photocatalyst are not available. In this study, it was aimed to investigate the photocatalytic activation of the additives and the NiO semiconductor supported by activated carbon, and the structural, morphological and dimensional analysis of these substances were made.

Keywords: Activated carbon, photocatalytic, characterization, doping, metal oxides, semiconductor.

1. GİRİŞ

Son yılların ilgi odağı olan ve umut vaat eden nanoteknoloji; nanoparçacıkların aynı yapıdaki büyük malzemelerin davranışlarından farklı özellikler göstermesini araştıran ve bu özelliklere bağlı olarak üstün nitelikli ürünlerin üretimi ile kullanım alanı genişleyen bir alandır.

Nanoteknoloji nanomalzemeler üzerine kurulu bir bilim dalıdır. Nanomalzemeler nanokristal, nanopartikül, nanotüp, nanotel, nanoçubuk, nano ince film gibi pek çok farklı morfolojide karşımıza çıkabilirler. Nanoteknoloji; 1-100 nano ölçek aralığındaki malzemelerin yapısı ile ilgilenen teknoloji alanıdır. Boyutları 100 nanometrenin altında olan parçacıklar nanoparçacık olarak adlandırılır. Bu nanoparçacıklar parçacık boyutunun değiştirilmesine bağlı olarak farklı elektronik, manyetik, optik, fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip olabilmektedir. Nanoparçacıkların özelliklerinin üstün olmasında boyutlarının yanı sıra kontrol edilebilir şekillerinin de rolü vardır. Nanoparçacıklar çarpıcı özellikleri sebebiyle mikro elektronik devre, sensör, yarıiletken cihazlar, yakıt hücreleri, bataryalar, lazer sistemleri, güneş pilleri ve optik devreler gibi pek çok alanda kullanılmaktadır (Ateş, 2015; Gürmen ve ark., 2006).

Nikel oksit (NiO) sahip olduğu kimyasal, elektronik ve optik özelliklerinden dolayı kullanım alanı geniş bir p-tipi metal oksit yarıiletkenlerden bir tanesidir. Uygulama alanları olarak alkalın piller, akıllı pencereler ve optik gaz sensörlerinde kullanılmaktadır. Stokiyometrik NiO, oda sıcaklığında $10^{13} \Omega \text{ cm}$ 'lik dirence sahip olmakla birlikte bulk (yığın) haldeki NiO antiferromanyetik bir yalıtkandır. Nanoyapılı NiO'nin bant boşluğu 3,6-4,0 eV aralığında değişmektedir (Hosny, 2011; Sato ve ark., 1993).

Teknolojik gelişmelerle birlikte insan ihtiyaçları artmış ve bu beraberinde çevre kirliliğinde de bir artışa neden olmuştur. Atık su son yılların en önemli çevre sorunlarından birisi olmakta ve tekstil ürünlerinde kullanılan suyun arıtılmadan göl ve çevre sularına boşaltılması doğal ekosisteme zarar vermektedir. Ekosistemde oluşacak zararları en aza indirmek için çeşitli arıtım prosesleri (fiziksel arıtım, kimyasal arıtım ve biyolojik arıtım yöntemleri) kullanılmış ve halen kullanımı devam etmektedir. Bu proseslerin birbirlerinden farklı avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır (Forgacs ve ark., 2004). Suların arıtımında fotokatalitik prosesler kullanılarak mikrokirleticilerin

giderimi gerçekleştirilmiştir. Fotokatalitik oksidasyon, sudaki organik kirleticilerin yarıiletken ve ultraviyole (UV) ışığına maruz bırakılarak CO₂, H₂O ve mineral asitlere parçalanması olarak ifade edilmektedir. Fotokatalitik oksidasyon, kirletici maddeleri zararsız son ürünlere dönüştüren bir tekniktir.

Bu tez kapsamında, katkısız ve katkılı NiO destekli aktif karbon(AK) nanopartiküllerinin kimyasal çöktürme yöntemiyle sentezlenmesi ve Metilen Mavisi boyalarının renginin gideriminde fotokatalitik aktivitesinin incelenmesi amaçlanmıştır. Elde edilen NiO destekli AK(AK@NiO) partiküllerinin yapısal karakterizasyonu X-ışınları Kırınımı (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) yöntemi, UV-Vis(Ultraviyole görünür) spektroskopisi ve Enerji Dağıtım X-ışını (EDX) yöntemleri kullanılarak incelenmiştir. Metilen Mavisi boyalarının renklerinin UV ışık altında gideriminde, AK@NiO nanopartikülleri fotokatalizör olarak kullanılmıştır.

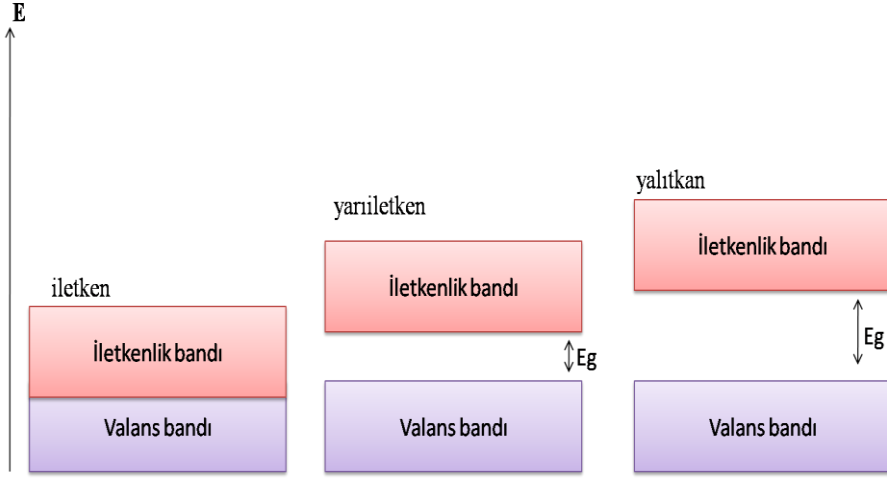
1.1. Yarıiletkenler

Hayatın her alanına nüfuz eden teknolojik cihazların üretiminde kullanılan yarıiletkenlerin üretimi ve geliştirilmeleri hayati önem taşımaktadır. Teknolojik cihazların birçoğunun üretim aşamasında yer alan yarıiletkenler, teknolojinin gelişmesine öncülük eden malzemelerdir. Yarıiletkenleri bu denli önemli kılan faktör normal koşullarda elektriksel olarak iletken olmayan bu katılar dış etkilere (sıcaklık, elektrik ve manyetik alanlar, basınç vb.) maruz kaldığında iletkenliklerinin kontrol edilebilir olmasıdır. Yarıiletkenlerin üretimi ve özelliklerinin iyileştirilmesi ile birlikte daha dayanıklı daha hafif elektronik cihaz üretimleri artacaktır.

Katı maddeler çeşitli özelliklere göre gruplandırılır. Bu maddeler elektriği iletme durumlarına göre iletken, yalıtkan ve yarıiletken olmak üzere 3 kategoride incelenmiştir. Yarıiletken maddeler elektriği iletme potansiyeli bakımından iletkenlerden daha zayıf yalıtkanlardan daha iyi iletir pozisyonadırlar. Yarıiletkenler sahip oldukları özelliklere göre (periyodik tablodaki yeri, elektronik bant yapısı, elektriği iletme durumlarına göre) sınıflandırılabilir. Yarıiletkenler elementel ve bileşik yarıiletkenler olarak da sınıflandırılmaktadır. Elementel yarıiletken olarak en iyi bilinenler Si (silisyum) ve Ge (germanyum)'dur. Bileşik yarıiletkenlerden bazılarında GaAs, GaP, InSb, InP, CdS, CdTe, ZnS, PbS, PbSe, SiC vb. bileşikler örnek verilebilir. Yarıiletkenleri anlamak için yapısal özelliklerini ve atomlar arası bağ yapısını bilmek gerekir (Taşköprü, 2016).

Fiziksel bir büyüklük olan iletkenlik, SI standart birimi Siemens/metre(S/m) ile ifade edilir ayrıca 1/öz direnç ile de formüle edilebilir. Literatürde yarıiletkenlerin 10^{-4} - 10^{10} Ωcm aralığında öz dirence sahip oldukları bilinmektedir. Yarıiletkenlerin elektriği iletme durumları dış etkilere bağlı olarak değişiklik gösterebilir. Örneğin sıcaklık yarıiletken maddelerin iletkenliğine etki eden önemli bir parametredir. Sıcaklık artışıyla yarıiletken maddelerdeki iletkenlik durumunda eksponansiyel olarak artış meydana gelmektedir. Bunun başlıca sebebi yarıiletken maddenin sıcaklıkla öz direncinde azalma meydana gelmesi sonucu iletkenlik artar. Metallerde sıcaklık artışıyla öz direnç artar bu durum metallerdeki iletkenliğin azalmasına sebep olmaktadır. Yarıiletkenlerin içerdikleri safsızlık durumuna göre de iletkenlikleri değişebilir. Yarıiletkenlere katılan (10^{-3} , 10^{-8}) gibi esen miktarlardaki atomlar yarıiletkenlerin iletkenliğini önemli oranda (10^8 kata kadar) değiştirebilir. Yarıiletkenleri bu denli önemli kılan neden, dış etkilerle iletkenliklerinde büyük değişiklikler meydana getirebilmektir. Ayrıca yarıiletkenler, mutlak sıfır sıcaklığında ($T=0$ K'de) iyi bir yalıtıcıdır. Bir katının yarıiletken sınıfına girebilmesi için elektriksel öz direncinin verilen değerlerde olması yeterli değildir. Ayrıca yarıiletkenlerin yasak enerji aralıkları da dikkate alınmalıdır (Çelik, 2009; Tekin, 2011).

İletken, yalıtkan ve yarıiletken maddelerin bant yapıları arasında farklılıklar vardır. İletkenlerde valans bandı (VB) ve iletkenlik bandı (CB) arasında boşluk yoktur. Bu durum söz konusu olduğundan valans bandındaki elektronların iletkenlik bandına geçişi kolaydır. Yalıtkanlarda valans bandı ve iletkenlik bandı arasında mesafe vardır. Bu mesafeye yasak bant aralığı ve mesafeyi aşmak için gerekli enerjiye yasak bant enerjisi (E_g) denir. Yalıtkanlarda elektronun bu geniş mesafeyi aşması çok zordur. Bunun sonucu olarak yalıtkanlar elektriği iletmezler. Yarıiletkenlerde yasak bant aralığı yalıtkanlardan daha azdır. Valans bandındaki elektronu iletkenlik bandına geçirebilmek için yasak bant enerjisini aşmak yeterlidir. Valans bandından iletkenlik bandına geçen elektronla valans bandında oluşan boşluklara hol (delik) denir. Oluşan bu holler ve iletkenlik bandındaki elektron iletkenliğe katkıda bulunurlar. Hollerin hareketliliği komşu elektronun boşluğu doldurması ile gerçekleşmiş olur ve hollerin hareket yönü elektronların tersi istikamette olur. Ayrıca holler pozitif yükler olarak kabul edilir. Şekil 1.1'de katıların bant yapıları gösterilmiştir.



Şekil 1.1. Katıların bant yapısı

Yarıiletkenler mutlak sıcaklıkta ($T=0$ K'de) yalıtıkandırlar ve valans bandı tam dolu iken iletkenlik bandı ise boştur. Valans bandındaki elektrona enerji kazandırılıp üst bant olan iletkenlik bandına geçişi sağlanarak yarıiletken maddeye iletkenlik kazandırılır. İletkenlik bandına geçen elektrona serbest elektron denir ve yarıiletkenlerde serbest elektron miktarının artması iletkenliği artırır.

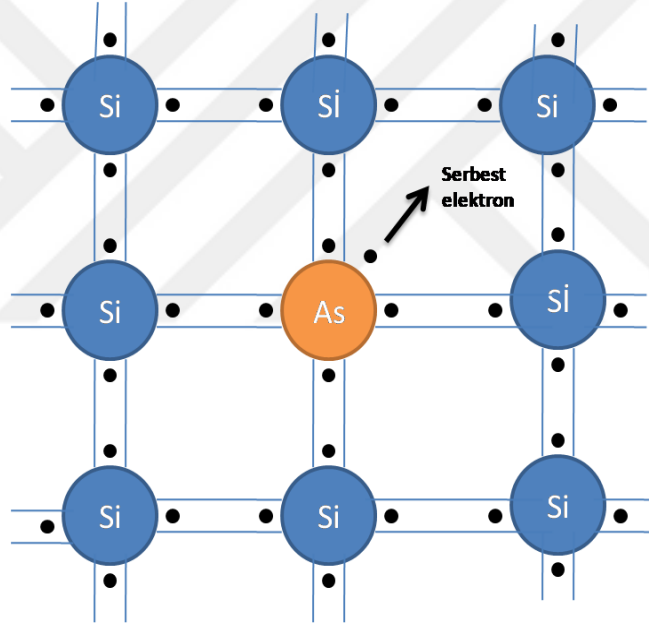
Yarıiletkenlerin iletkenliklerini artırmada kullanılan bir başka yöntemde katkı (safsızlık) atomlarıdır. Yarıiletkenler katkılı ve katkısız olarak gruplandırılır. Katkısız yarıiletkenlerde valans bandındaki hol ile iletkenlik bandına geçiş yapan elektron sayısı birbirine eşittir (Taşköprü, 2016). Valans bandındaki hol sayısının ve iletkenlik bandındaki elektron sayısının aynı olmaması durumunda bu maddelere katkılı yarıiletkenler denir.

Yarıiletkenlere esen miktarda katkı atomunun eklenmesi ile iletkenliklerinin büyük ölçüde değiştirdiğini söylemiştik. Katkı atomları yarıiletkendeki çoğunluk taşıyıcıları belirler. Bu çoğunluk taşıyıcıların holler olması durumunda p tipi, elektronlar olması durumunda ise n tipi yarıiletken olarak elde edilir.

Katkılama işlemi, yarıiletkenin sahip olması istenilen optik özellikler ve elektriksel iletkenliği için safsızlık atomlarının cinsi ve sayısına göre yapılır. Safsızlık atomları donör (verici) veya akseptör (alıcı) olarak adlandırılır. N tipi yarıiletkenlerin oluşumunda kullanılan safsızlık atomlarına donör (verici) denir. Ayrıca n tipi yarıiletkende yoğunluk taşıyıcılar elektronlardır. P tipi yarıiletkenlerin oluşumunda kullanılan safsızlık atomlarına da akseptör (alıcı) denilir ve p tipi yarıiletkende çoğunluk taşıyıcılar hollerden oluşur.

1.1.1. N tipi katkı yarıiletkenler

Şekil 1.2’de görüldüğü gibi periyodik cetvelde IV. grupta bulunan silisyum elementine V. grupta bulunan arsenik (As) atomu katkılandırılır. Si atomunun valans bandında 4 elektron, As katkı atomunun valans bandında 5 elektron bulunur. Si atomunun valans bandındaki dört elektron ile As atomunun dört elektronu, elektronları ortak kullanarak kovalent bağ yaparlar. As atomunun boşta kalan bir elektronu küçük bir enerji ile atomdan kopar. Yarıiletkene katkılanan donör atomlar sayesinde elektronlar hollerden sayıca fazla olduklarından çoğunluk taşıyıcılar elektronlar olur. Isıl enerji sonucu hollerde oluşur fakat serbest elektron sayısı hollerden fazladır. Oluşan hollere azınlık taşıyıcı denir. Azınlık taşıyıcıların hareketi sonucu sızıntı akımı meydana gelir. Bu katkılanma ile oluşan yarıiletkenler n tipi yarıiletkenleri oluşturur.

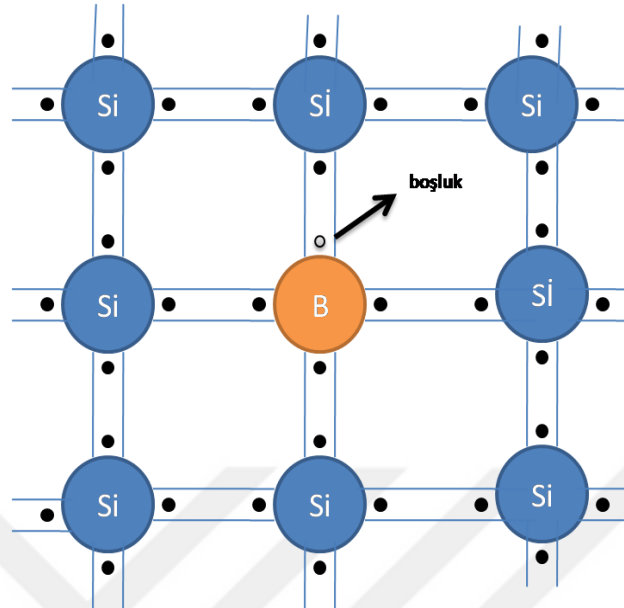


Şekil1.2. Si atomunun donör (verici) atom ile katkılanması

1.1.2.P tipi katkı yarıiletkenler

Şekil 1.3’de görüldüğü gibi periyodik cetvelde IV. grupta bulunan silisyum elementine III. grupta bulunan bor(B) atomu katkılandırılır. Si atomunun valans bandında 4 elektron, B katkı atomunun valans bandında 3 elektron bulunur. Si atomunun valans bandındaki elektron ile B atomunun üç elektronu, elektronları ortak kullanarak kovalent bağ yaparlar. B atomunun Si atomu ile bağ yapacak dördüncü bir elektronu yoktur ve B atomunda elektron eksikliğinden boşluk (hol) oluşur. Yarıiletkene katkılanan akseptör atomlar sayesinde holler elektronlardan sayıca fazla olduklarından

çoğunluk taşıyıcılar holler olur. Bu katkılanma ile oluşan yarıiletkenler p tipi yarıiletkenleri oluşturur. P tipi yarıiletkende azınlık taşıyıcılar elektronlardır.



Şekil 1.3. Si atomunun akseptör (alıcı) atom ile katkılanması

1.2. Metal Oksit Nanoparçacıklar

Doğada bulunan elementlerin oksijen ile tepmeye girmesi sonucu oluşan bileşiklere oksitler, tepkimeye giren element metal ise bunlara metal oksit bileşikler denir. Metal oksitler sahip oldukları yapısal, optik ve elektronik özelliklerinden dolayı birçok bilim alanı (fizik, malzeme bilimi gibi) için büyük öneme sahiptirler. Metaller farklı değerlik atom sayıları dolayısıyla çok fazla oksit bileşikleri oluştururlar. Bu metal oksit bileşikleri oda sıcaklığında bant yapılarından dolayı yalıtkan, yarıiletken veya iletken olabilirler. Bu oksitlerin uygulama alanı olarak yakıt hücreleri, sensörler, katalizörler, mikroelektronik devreler örnek gösterilebilir (Hu ve ark., 2014).

Metal oksitler tekstilde, kendi kendini temizleyen kaplamalarda, güneş kremlerinde ve kozmetikte kullanılan önemi büyük nanoparçacık grubudur. Ayrıca güneş pilleri, su arıtma maddeleri de diğer kullanım alanlarından bazılarıdır (Puzyn ve ark., 2011). Elektriksel iletkenlik, sertlik, kimyasal reaktivite, aktif yüzey alanı gibi özellikler nanoparçacıkların boyutlarının mikro boyutlardan nano boyutlara düşüşünde büyük oranlarda değişmektedir (Ren ve ark., 2009).

Silikonun keşfi ile elektronikte yeni imkanlar ortaya çıkmış ve bu yarıiletken maddenin ince film transistörleri için rolü büyük boyutlardadır. Fakat sahip olduğu bazı özelliklerden dolayı optik opaklık, zayıf akım taşıma kapasitesi gelişen teknolojik

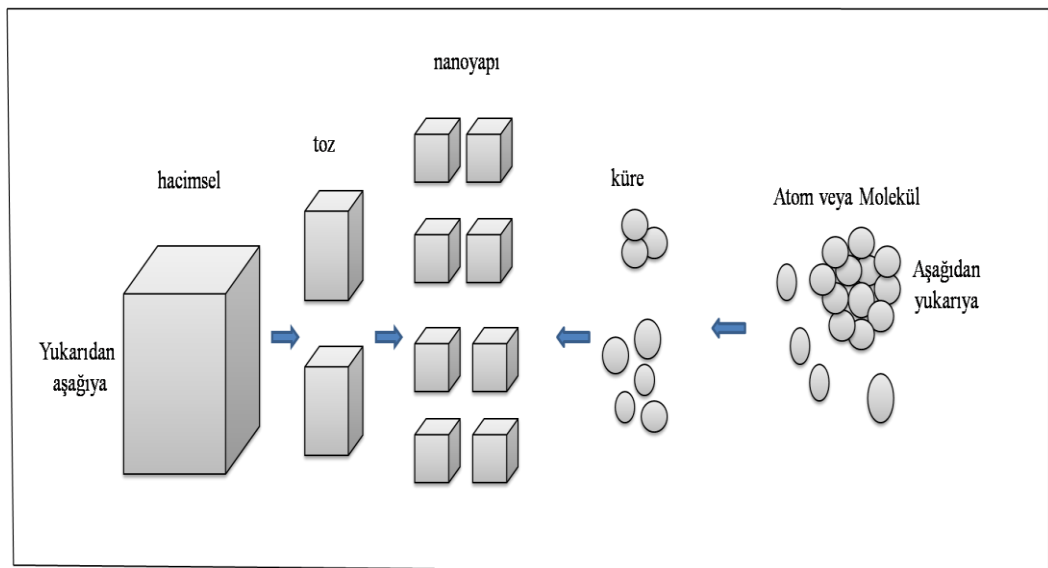
malzemeler için zorluklar yaratmaktadır. Bu olumsuzlukların bertaraf edilmesi için arařtırmacılar mükemmel taşıyıcı hareketliliđi, görünür bölgede yüksek optik geçirgenlik, organik dielektrik ve fotoaktif malzemelerle uyumluluk gibi özellikler gösteren metal oksit yarıiletkenlere yönelik çalışmalarla yönelmiştir. Birçok metal oksit yarıiletkenin band boşluğu 3 eV'den daha büyüktür bunun sonucu olarak görünür spektrumda saydamdırlar (Yu ve ark., 2016).

Metal oksit nanoparçacıkları, teknolojinin hemen hemen tüm alanlarında potansiyel uygulamalara sahip olađanüstü bir fonksiyonel malzeme sınıfı oluşturur. Son zamanlarda üretimleri aşamasında parçacık boyutu, şekli gibi parametrelerin kontrolünü sağlamak amacıyla susuz ve hidrolitik olmayan işlemler uygulanmış ve başarılar sağlanmıştır. Bu başarılarla rağmen, metal oksitlerin hazırlanması zaman ve enerji kaybına neden olmaktadır (Bilecka ve ark., 2008; Örün, 2018).

Metal oksit yarıiletkenler arasında geçiş metal oksitleri farklı elektriksel özelliklerinden dolayı artan bir ilgiye sahiptirler. Geçiş metal oksitlerin gösterdikleri elektriksel ve manyetik özellikleri yalıtkan, yarıiletken, iletken, süperiletken, ferromanyetik, antiferromanyetik gibi geniş bir yelpazede seyretmektedir. Geçiş metal oksitlerin gösterdikleri geometrik ve elektronik yapıya bađlı olarak fiziksel özellikleri farklılıklar oluşmaktadır (Taşköprü, 2016).

1.3. Metal Oksit Nanoparçacıkların Sentez Yöntemleri

Nanoyapılı malzemelerin üretiminin dayandıđı iki temel yaklaşım vardır. Bu yaklaşımlar Şekil1.4'de görüldüğü gibi yukarıdan aşağıya (top-down) yaklaşımı ve aşağıdan yukarıya (bottom-up) yaklaşımı olarak sınıflandırılmaktadır.



Şekil 1. 4. Nanoparçacıkların sentezlenme yaklaşımı

Yukarıdan aşağıya yaklaşımı maddeye enerji verilerek maddenin fiziksel olarak kesme, öğütme gibi mekanik işlemlerden geçerek nano boyutlara kadar küçük parçalara ayrılması esasına dayanır. Bu yaklaşımdaki yöntemler olarak mekanik öğütme ve aşındırma örnek verilebilir. Bu tekniklerde kullanılan enerji klasik öğütme işlemlerinden çok daha fazla enerji tükettiklerinden çok fazla tercih edilmemektedir. Aşağıdan yukarıya yaklaşımı ise atomik boyuttaki malzemeleri kimyasal tepkimelerle birleştirilerek nanopartikül elde edilmesi esasına dayanır. Bu yaklaşımında partikül boyutu istenilen boyutlarda üretimi söz konusudur. Aşağıdan yukarı yöntemi ile çalışan yöntemlere sol-jel, kimyasal buhar yoğunlaştırma ve kimyasal buhar biriktirme (CVD) gibi farklı yöntemler örnek verilebilir. Aşağıdan-yukarıya nanoparçacık sentez yöntemi, yukarıdan aşağıya nanoparçacık sentez yöntemine göre maliyeti daha uygun ve işlem basamağına ihtiyaç duyulmadığından dolayı daha çok kullanılmaktadır (Arslan ve ark., 2011; Gürmen ve Ebin, 2008).

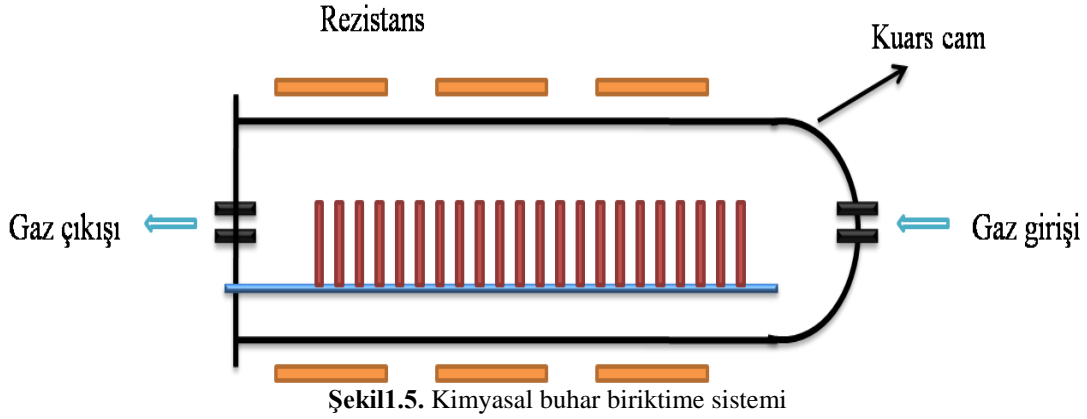
Katı, sıvı ve gaz fazlarında bulunan nanoparçacıklar birçok farklı yöntem kullanılarak sentezlenmeleri mümkündür. Asal gaz yoğunlaştırma, alev sentezi yöntemi, fiziksel ve kimyasal buhar biriktirme yöntemleri gaz fazı yöntemlerine, sol-jel, püskürtmeli dönüşüm proses yöntemleri sıvı faz yöntemlerine, mekanik aşındırma katı faz yöntemlerine dahildirler. Üretim tekniklerine bağlı olarak elde edilen nano parçacıklar farklı boyut ve morfolojide olmaktadır. Nanoparçacıkların sentezi için kullanılan yöntemlerin birçoğu metal oksit nanoparçacıklarının sentezi içinde kullanılmaktadır. Metal oksit nanopartiküllerinin sentezlenmesinde en çok kullanılan sentez yöntemlerinden bazıları aşağıda sıralanmıştır.

- ✓ Kimyasal buhar biriktirme yöntemi (Palgrave ve Parkin, 2006)
- ✓ Sol-jel yöntemi (Chen ve He, 2001)
- ✓ Elektrokimyasal yöntem (Khaydarov ve ark., 2009)
- ✓ Hidrotermal yöntem (Hayashi ve Hakuta, 2010)
- ✓ Kimyasal çöktürme yöntemi (Goswami ve Sharma, 2010)

1.3.1. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi (CVD)

Kimyasal buhar biriktirme (CVD), kapalı bir ortamda ısıtılmış metal yüzey ile ortama verilen taşıyıcı gazın kimyasal etkileşimi sonucu metal üzerinde nanoyapılı

malzeme birikmesi işlemine verilen addır. Kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile üretim yapmak için kullanılan standart sistem Şekil1.5’de gösterilmiştir.



Kimyasal buhar biriktirme yönteminin en önemli avantajları:

- ✓ Yüksek saflıkta malzeme üretimi sağlar
- ✓ Üniorm ve homojen dağılmış kaplama gerçekleşir
- ✓ Kaplamanın türüne göre sıcaklık değerleri belirlenir (genellikle 900 °C ile 1100°C aralığındadır)
- ✓ Kaplamanın kristal yapısı ve morfolojisi parametrelerin değişimi ile kontrol edilebilir
- ✓ Kaplama sonucu elde edilen tabaka kalınlığı çoğu zaman 10 ilâ 30µm aralığındadır
- ✓ Bu yöntem ile üretilen kaplama kalınlıklarına bağlı olarak işlem süresi değişebilmektedir. Genellikle 2 ile 4 saat arası işlem süresinde kaplamalar gerçekleştirilir

Kimyasal buhar biriktirme yönteminin en büyük dezavantajı ise yüksek sıcaklıklarda kaplama yapılmasından dolayı pahalı bir sistem olması ve sistem ömrünü kısaltmasıdır.

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi ince film kaplamalarında başta olmak üzere seramik esaslı kaplamalarda, kompozit malzeme üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır (Esen,2011; Saribel, 2017).

1.3.2. Sol jel yöntemi

Sol jel yöntemi organik ve inorganik bileşikler kullanılarak nano parçacık sentezlenmesinde kullanılan ucuz sentez yöntemlerinden birisidir. Sol jel yönteminde başlangıç maddesi olarak genellikle metal alkoksitler kullanılır. Metal akoksitlerin yanı

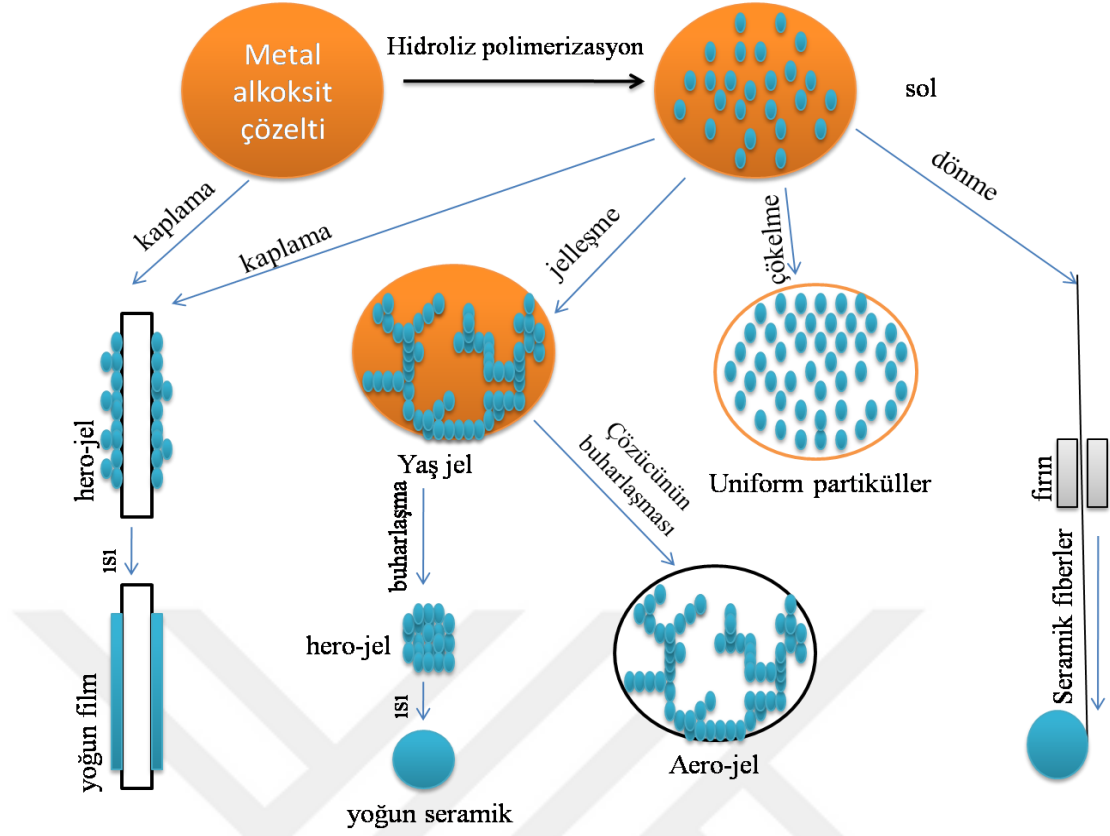
sıra oksitler, hidroksitler, metal tozları ve nitratlarda kullanılmaktadır. Sol jel yöntemi aşağıdan yukarıya (bottom- up) yaklaşımıdır. Sol jel yöntemi nanoparçacık üretiminde, yoğun film ve seramik ince film kaplamalarında, seramik fiberlerin üretiminde kullanılan büyük avantajları olan yöntemlerinden birisidir (Aydın, 2010).

Sol jel sentez yöntemi sıvı (sol) fazın kimyasal tepkimeler sonucu katı (jel) faza geçişi olarak da tanımlanabilir. Sol jel yöntemi iki aşamalı olup başlangıç malzemesinin hidrolizi ve hidroliz sonrası yoğunlaşma (jelleşme) aşamasından oluşur. Hidroliz ve jelleşme aşamalarının tepkime hızlarının son ürün özelliklerine etkileri vardır. Örneğin, başlangıç maddesinin hidroliz tepkime hızı yavaş olduğu durumda ve tepkime çok kontrollü bir şekilde gerçekleştiğinde elde edilen metal oksit partiküllerinin boyutu daha küçük olacaktır. Sol-jel sentez yönteminde kontrollü üretim sağlanabildiği için uniform yapıda ve yüksek safsızlıkta nanopartiküllerin sentezlenmesine olanak sağlamaktadır (Sarıbel, 2017).

Sol jel yönteminin avantajları

- ✓ Yöntemde tepkime kimyasal olarak kontrol edilebilir.
- ✓ Düşük sıcaklıklar üretim yapılabilir.
- ✓ Diğer yöntemlere kıyasla ekonomik olarak avantajlıdır.
- ✓ İnce film kaplamalarında için elverişli bir metottur.
- ✓ Üretilen malzemelerde homojenlik üst seviyelerdedir (Esen, 2011; Örün, 2018)

Şekil 1.6'da sol jel yönteminin işlem basamakları görülmektedir.

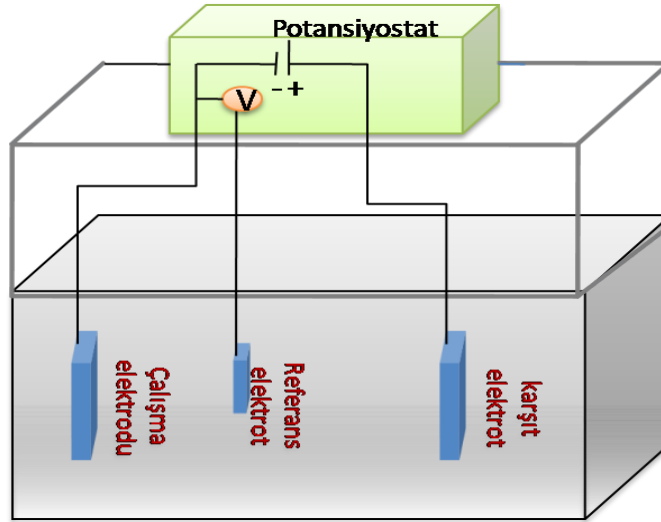


Şekil 1.6. Sol jel yöntemi işlem basamakları

1.3.3. Elektrokimyasal yöntem

Elektrokimyasal sentez diğer bir deyişle elektroliz ile kaplama, elektrik enerjisi kullanarak katı yüzeyler üzerinde inorganik temelli malzemeleri kimyasal reaksiyon sonucu kaplama işlemidir. Genellikle metal veya iletken yüzeylere ince film kaplamak amacıyla kullanılan bir yöntemdir. Elektrokimyasal sentez, kullanılan metal malzemenin yükseltgenmesi sonucu çözelti ortamında metal iyonlar oluşur. Bu iyonların katotta indirgenmesi sonucu kaplama işlemi gerçekleşmiş olur. Farklı amaçlar için kullanılan elektrokimyasal sentez yöntemi korozyona karşı dayanıklılık, ince film kaplamalarında, fiziksel özelliklerin yüzey üzerinde değiştirilmesi ve dekoratif uygulama amaçlı da kullanılmaktadır (Küyüköğlü, 2017; Sönmezoğlu ve ark., 2012).

Şekil 1.7’de elektrokimyasal yöntem için kullanılan sistem düzeneği görülmektedir.



Şekil 1. 7. Elektrokimyasal sentez düzeneği

Büyük alan kaplamaları ve arzu edilen şekillerin meydana getirilmesi elektrokimyasal sentezleme yönteminin avantajlarından bazılarıdır. Bu üretim tekniğinde denetlenen parametre, akım veya potansiyel olabilir. Denetlenen parametreye göre elektrokimyasal sentez yöntemi iki çeşittir. Akım kontrollü ve potansiyel kontrollü elektrolizler olarak adlandırılırlar. Peş peşe elektron değişimi gerektiren durumlarda potansiyel kontrollü elektrolizle toplanma tekniği avantaj sağlar. Ayrıca geleneksel analitik tekniklerin uygulamasında belirlenmek üzere yeterli miktarda reaksiyon ürünü hazırlamakta da kullanılır (Sönmezoğlu ve ark., 2012).

1.3.4. Hidrotermal yöntem

Hidrotermal terimi hidro 'su' ve termal 'ısı' kelimelerinin birleşiminden oluşur. Hidrotermal yöntemde, otoklav sistemleri kullanılarak başlangıç numunesi yüksek su buharı basıncı ve yüksek sıcaklıklara maruz bırakılarak nanoparçacık üretimi sağlanır. Kullanılan en verimli nanoparçacık üretim yöntemlerinden biridir. Çözücü olarak su kullanılması durumunda hidrotermal, su dışında alkol veya farklı organik çözücülerin kullanılması solvotermal olarak tanımlanır. Hidrotermal yöntemin sağladığı avantajlardan bazıları aşağıda sıralanmıştır.

- ✓ Üniorm nanoparçacık eldesi sağlanır.
- ✓ Düşük (200 °C gibi) sıcaklıklarda sentez işlemi gerçekleştirilir.
- ✓ Sentez sonrası mekanik öğütme ve kalsine işlemleri olmadığı için daha ekonomiktir.
- ✓ Üretim aşamasında tepkimenin kontrol edilebilirliği nano parçacıkların istenilen şekil ve boyutlarda üretiminin gerçekleştirilmesine olanak verir.

Hidrotermal yöntemin otoklav sistemleri gibi maliyetli sistemler kullanması en büyük dezavantajdır (Esen, 2011; Sarıbel, 2017).

1.3.5. Kimyasal çöktürme yöntemi

Kimyasal çöktürme yöntemi nano parçacık üretim yaklaşımlarından biri olan aşağıdan yukarıya yaklaşımı altında listelenen yöntemlerden biridir. Kimyasal çöktürme yöntemi ekonomik ve pratik bir yöntemdir. Bu yöntemde nanoparçacık boyut kontrolü, kimyasal tepkimenin yönünün kontrol edilebilmesi ile sağlanır. Bu yöntemde nanoparçacık elde etmek için çözeltiyeye kimyasal çöktürücü eklenerek, çözelti ortamının basınç ve sıcaklık kontrolü ile çöktürme işlemi sağlanır. Çöktürme işleminden sonra numune yıkanarak düşük sıcaklıklarda etüv ortamında kurutulur. Kurutma işleminden sonra numune belirlenen yüksek sıcaklıklarda tavlansak istenilen nano parçacık elde edilir (Örün, 2018).

1.4. Aktif Karbon

Karbonlu adsorbanları tanımlamada kullanılan aktif karbon amorf yapıda, büyük kristalli, geniş yüzey alanı ve gözenekli yapıya sahip olması nedeniyle sıkça kullanılan çok yönlü bir adsorbandır. Aktif karbonun bileşiminin büyük kısmı (%87-97) karbon oluşturmada geriye kalan kısmında hidrojen, kükürt, oksijen ve azot bulunabilir. Organik ve selülozik maddeler aktif karbon üretiminin başlangıç maddelerini oluşturmaktadır (Küçükgül, 2004). Aktif karbon üretiminde seçilen hammadde ve aktivasyon çeşidi, sentezi yapılan aktif karbonun gözenek yapısına, yüzey alanına etki eden parametrelerdir. Aktif karbon pahalı bir adsorban olarak düşünülse de üretiminde tarımsal ürünlerden yararlanılır bu da ekonomik olarak maliyette bir azalma sağlamaktadır. Aktif karbon sahip olduğu kimyasal ve fiziksel özelliklerden dolayı su filtrelerinde, gaz maskelerinde ve adsorpsiyon proseslerinde kullanılmaktadır. Aktif karbon üretiminde hammadde olarak çeşitli meyve çekirdekleri, odun, tarımsal atıklar gibi botanik kökenli hammaddeler ve kömür, petrol gibi karbon miktarı yüksek hammaddelerin kullanımı yaygındır (Karacan ve Karacan, 2014).

Aktif karbonlar farklı özelliklere sahip formlarda sentezlenebilirler. Bu formlar; toz, granül ve pelet haldeki aktif karbonlar olup boyut ve kullanım yerleri farklılık göstermektedir. Atık suların kirleticilerden arındırılması için kullanılan toz halindeki aktif karbonlar kimyasal aktivasyon sonucu elde edilirler. Aktif karbonun yüzey alanı önemi büyük fiziksel özelliklerden biridir. Atık sularda istenilmeyen zararlı ürünlerin gideriminin de karbon yüzey alanının 1000 m²/g civarlarında olması istenilir. Yüzey

alanının geniş olması kirletici maddelerin tutunacağı alanı artıracığından kirletici maddelerin giderimin de önemli parametrelerden biridir. Aktif karbonun diğer önemli bir fiziksel özellik ise gözenek yapısıdır. Aktif karbon üretiminde yabancı maddelerin uzaklaştırılması ile gözenekler oluşur. Aktif karbonun verimlilik ölçümünde gözenek yapısı, yüzey alanı gibi parametreler önemli rol oynar (Aydın ve ark., 2015; Gerçel ve Seydioğlu, 2015; Murat, 2007).

1.4.1. Aktif karbonun üretim aşamaları

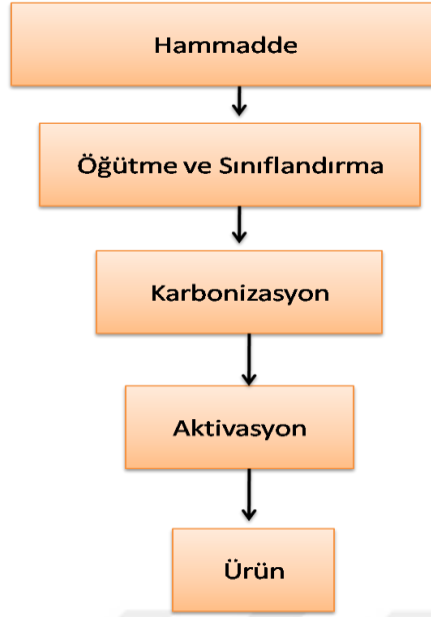
Aktif karbonun üretimi iki basamakta gerçekleşir. Birinci basamak “karbonizasyon” ikinci basamak ise “aktivasyon”dur.

Karbonizasyon, karbon içeriği yüksek maddelerin atmosferde kuru kuruya ısıtıldığı basamaktır. Karbonizasyonda kullanılan sıcaklık elde edilen ürünü etkileyen bir faktördür. Karbonizasyonlar sıcaklık değerlerine göre düşük sıcaklık karbonizasyonu (600 °C), orta sıcaklık karbonizasyonu (900 °C) ve yüksek sıcaklık karbonizasyonu (900 °C'nin üstü) olarak üç kategoride incelenebilir. Aktivasyon işlemine tabi tutulmayan, karbonizasyon sonucu oluşan maddeye char denilmektedir. Karbonizasyonun en önemli kullanım alanı aktif karbon üretimidir. Aktif karbon üretiminde çeşitli aktifleştirmeler kullanılabilir. Bu aktifleştirmeler fiziksel ve kimyasal aktivasyon olmak üzere ikiye ayrılır. Fiziksel aktivasyonda karbonizasyon işlemi aktivasyondan önce, kimyasal aktivasyonda ise aktivasyonla beraber gerçekleşir (Güngör, 2010; Murat, 2007).

1.4.1.1. Fiziksel aktivasyon

Fiziksel aktivasyon, ham maddenin karbonizasyonu (ısı bozunması) ve karbonize maddenin aktifleştirilmesi (aktivasyon) basamaklarından oluşur. Çoğunlukla meyve kabukları ve kömürün aktivasyonunda kullanılır. Karbonizasyon esnasında oksijen, azot, kükürt ve hidrojenin hammaddeden ayrıştırılması sonucu gözenek hacmi ve yüzey alanı artan mikro gözenekli karbon iskeleti sentezi gerçekleştirilir. Sonraki işlem basamağında yüksek sıcaklıkta ve bir inert gaz ortamında aktivasyon işlemi devam ettirilir. Karbonizasyon ve aktivasyonda kullanılan doğrudan ısıtmalı döner ve çok bölmeli fırınların yanı sıra akışkan yatak da kullanılmaktadır (Güngör, 2010; Şamdan, 2013; Yaşar ve Özcan, 2004).

Şekil 1.8'de fiziksel aktivasyon aşamaları gösterilmektedir.

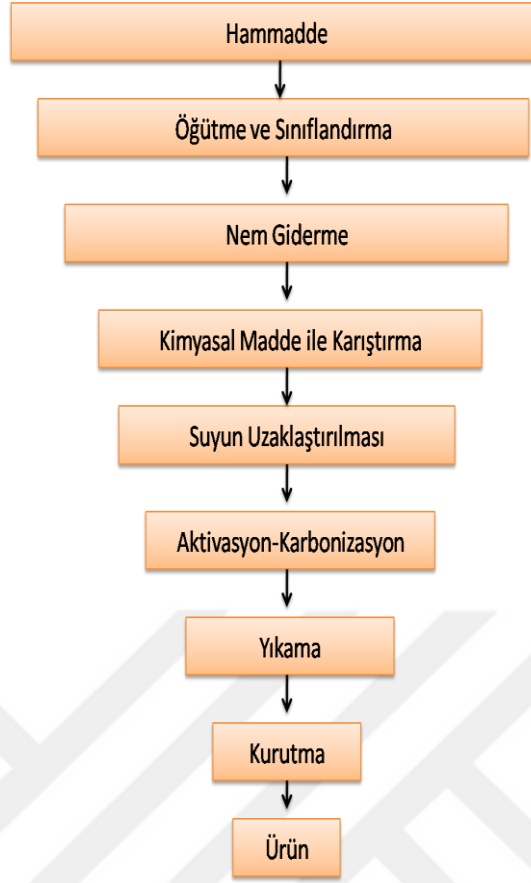


Şekil 1.8. Fiziksel aktivasyon aşamaları

1.4.1.2. Kimyasal aktivasyon

Kimyasal aktivasyon yöntemlerinde değişiklik görülebilir. Bu değişiklikler karbonizasyon ve aktivasyonun aynı anda gerçekleştirilmesi veya karbonizasyondan sonra hammaddenin kimyasal madde ile tepkimeye girmesi şeklinde olabilmektedir. Genellikle, turba ve odun temel kaynaklı ham maddelerin aktivasyonu için kullanılır. Kimyasal aktivasyonda en çok kullanılan kimyasal madde olarak çinko klorürün yanı sıra son yıllarda fosforik asitte önem kazanmıştır. Aktivasyon basamağından sonra elde edilen ürün yıkanır ve kurutulur. Kimyasal aktivasyon sonucu oluşturulan aktif karbonlar geniş gözenek yapısı sergilerler. Fiziksel aktivasyona oranla, kimyasal aktivasyon daha basit bir yöntem olup daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilebilmektedir (Güngör, 2010; Ren ve ark., 2010; Şamdan,2013).

Şekil 1.9'da kimyasal aktivasyon aşamaları gösterilmektedir.



Şekil 1. 9. Kimyasal aktivasyon aşamaları

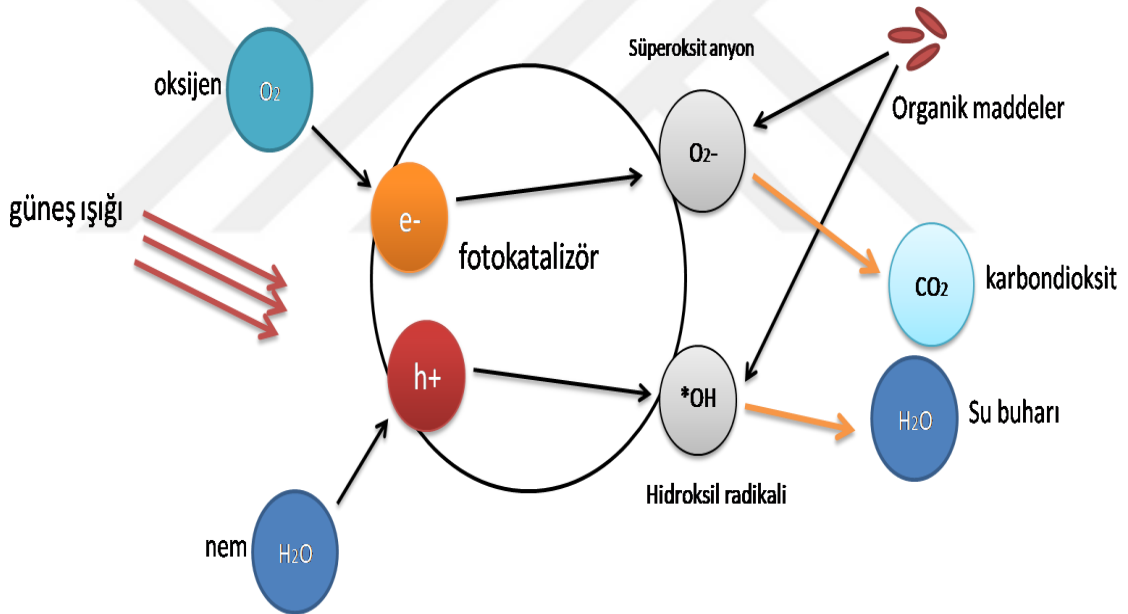
1.5. Fotokatalitik

Katalizör, reaksiyonun aktivasyon enerjisini düşürerek reaksiyonu etkileyen, reaksiyon sonucunda kimyasal yapısı değişmeyen maddelerdir. Katalizörlerin kullanıldığı foton ortamında gerçekleşen reaksiyonlara fotokatalitik denir. Fotokatalitik oksidasyon, katalizör olarak kullanılan yarıiletken ile UV ışığına maruz bırakılan organik/inorganik bileşiklerin giderimin de kullanılan bir işlemdir. Fotokatalitik oksidasyon ileri oksidasyon proseslerinden biri olup su arıtımında kullanılan yüksek verimli pratik yöntemlerden biridir. Fotokatalitik bozunma, bir yarıiletken, UV lambanın yaydığı enerji ve O_2 kullanılarak elde edilen OH radikalının kimyasal tepkimesi sonucu kirleticilerin H_2O , CO_2 ve mineral asitlere parçalanmasını sağlayan önemli bir işlemdir. Bunların yanı sıra fotokatalitik malzemeler UV ışın varlığında antibakteriyel, hidrofilik ve kendi kendini temizleme özellikleri sergilemektedirler. Fotokatalitik işlemlerde fotokatalizör seçiminde yaygın olarak metal oksit yarıiletkenler tercih edilmektedir. Metal oksitlerin yaygın olarak seçilme nedeni diğer yarıiletkenlere kıyasla valens bantlarının daha pozitif olmasından kaynaklıdır. Ayrıca yarı iletken metal oksitler kimyasal maddeleri oksitleyici özelliğe sahiptirler. Fotokatalitik sistemlerde

oksidan olan hidroksil radikali yapısındaki elektron eksikliğinden dolayı kararsız bir yapıya sahiptir. Doğadaki bütün atomların kararsız yapıdan kararlı yapıya geçme eğilimleri vardır bu durum hidroksil radikalinde (OH*) de görülür ve tepkimeye girdiği yapıdan elektron alarak kararsızlık durumunu ortadan kaldırır bu da yapının bozunmasına yol açar. Hidroksil radikallerinin oksitleme gücü 2,80 eV'dur (Gündağ, 2017; Örün, 2018; Tanyıldızı, 2016; Yiğit, 2008).

Fotokatalitik oksidasyon işleminde ilk basamak elektron-boşluk çiftleri oluşturmaktır (Ohnishi ve ark., 1989). UV ışığının enerjisi, prosesteki yarıiletkenin bant boşluğu enerjisinden yüksek olduğunda yarıiletkenin valans bandında bulunan elektron iletkenlik bandına geçer. Böylece CB'de serbest elektron ve VB'den ayrılan elektronun geride boşluk bırakması ile elektron- boşluk çiftleri meydana gelir.

Fotokatalitik degradasyon Şekil 1. 10'da görüldüğü gibi birkaç adımda ve seri kimyasal tepkimeler şeklinde sürer.



Şekil 1. 10. Fotokatalitik oksidasyon çalışma prensibi (Kumar ve ark, 2017)

Yarıiletken fotokatalizör UV lamba varlığında uyarılarak elektron-boşluk (e^-/h^+) çifti oluşturulur.



Fotokatalitik sistemde OH^* oluşumu, valans bandı boşluklarının (h^+) H_2O veya süspansiyondaki adsorplanmış OH^- iyonu ile tepkimesi sonucu oluşur.



Yüzeye adsorblanmış olan oksijen iletim bandı elektronlarıyla süperoksit iyonu (O_2^-) vermek üzere reaksiyona girer.



Oluşan hidroksil radikalleri ve süperoksit anyonu organik kirlilikleri parçalayarak zararsız son ürünlere dönüştürürler (Gündağ, 2017; Tanyıldızı,2016).

Fotokatalitik sistemlerde bozunmayı kısıtlayan faktörlerden biri elektron- boşluk çiftinin birleşmesidir. Bir elektron-boşluk (e^-/h^+) çiftinin birleşme süresi nano saniye gibi bir sürede gerçekleşir. Elektron-boşluk (e^-/h^+) çiftlerinin birleşmesi, bozundurmaya kısıtlamasının yanı sıra foton için harcanan enerjinin boşa tükenmesine de neden olur (Esen, 2011; Tanyıldızı, 2016).

Fotokatalitik sistemlerde bozunmayı etkileyen diğer bir faktör ise UV ışığının enerjisi ve süresidir. Yarıiletkenin maruz kaldığı UV ışın şiddeti yarıiletken maddenin band boşluk enerjisi ile aynı veya daha büyük olmalıdır. Fotokatalizör son yörüngesindeki elektron UV ışının etkisiyle enerji kazanır ve bir üst banda geçer ve oksijenle tepkimeye geçerek süperoksit anyon oluşur. Ortamdaki kirlilik derişimi belli oranlara kadar artırılması fotokatalitik aktiviteyi artırır. Bu kirlilik derişimi belli oranları aştığında fotokatalizörün yüzeyinin hepsini kaplayacağından UV ışının fotokatalizöre etki etmesi zorlaşır bu da OH radikallerinin oluşmasını engeller. Fotokatalitik sistemlere bozunmayı katalizör miktarı, ortamın pH değeri ve ortam sıcaklığı, gibi faktörlerde etkilemektedir (Örün, 2018; Sarıbel, 2017).

Metilen mavisini ($C_{16}H_{18}C_1N_3S.3H_2O$) (3,7-bis(dimetilamino)-fenazotiyonyum klorür) suda (4g/l), etanolde ve kloroformda kolay çözünen ve suyu kuvvetle tutma özelliği olan koyu mavi renkte bir boyar maddedir. Tekstil sektöründeki kullanımından dolayı atıksularında metilen mavisinin rastlama olasılığı mevcuttur (Yaşar ve Özcan, 2004).

1.5.1. Aktif karbonun fotokatalitik uygulamaları

Velo-Gala ve arkadaşları, aktif karbon yüzey kimyasının UV radyasyonu ve simüle güneş radyasyonu altındaki fotokatalitik aktivitesinde oynadığı rolü incelemişlerdir. Yaptıkları çalışmada, gama radyasyon tedavisinden sonra elde edilen ticari aktif karbon Witco ve beş karbon örneğini kullanmışlardır. Sodyum diatrizoat, bozunma çalışması için bir model bileşik olarak kullanılmıştır. Karbon fotokatalitik aktivitesini açıklamak için, UV/aktif karbon ve Güneş/aktif karbon sistemlerinde hidroksil radikallerinin ve süperoksit anyonunun oluşumunun yanı sıra elektron

deliğinin oluşumunu ve bunların konsantrasyonları gösterilmiştir. Daha küçük bir bant boşluğuna sahip olan aktif karbonlar, daha yüksek hidroksil radikallerinin konsantrasyonlarına izin verirken, daha büyük bir bant boşluğuna sahip olan karbonlar, süperoksit anyonlarının oluşumunu destekmiş. UV/aktif karbon ve Güneş/aktif karbon sistemleri ile kirletici maddenin bozulması, kullanılan fotokatalizör geleneksel TiO₂ olduğunda elde edilen sonuçlarla da karşılaştırılmıştır. Bir fotokatalist olarak aktif karbon verimliliği, UV radyasyonu/AK sistemlerinin kirletici modelin bozulmasında UV radyasyonu/TiO₂ sistemlerinden daha verimli olduğu görülmüştür. Bu da her iki sistemde üretilen farklı oksidan tür konsantrasyonlarından kaynaklandığı belirtilmiştir (Velo-Gala ve ark., 2017).

Sobana ve arkadaşları, AK-ZnO kompozit fotokatalizörün bozunma etkinliğini Direct blue 53 (DB53) kullanarak güneş ışığı ile değerlendirmişlerdir. Güneş radyasyonu altında gerçekleştirilen aktivite ölçümleri, DB53'ün fotodegradasyonu için iyi sonuçlar göstermiştir. DB53'ün bozulması için ZnO yüklü aktif karbonun daha yüksek fotokatalitik aktivitesi deneysel olarak kanıtlanmıştır. Güneş ışınması altında ZnO'ya ticari olarak aktifleştirilmiş bir karbon ilave edilmesinin, fotokatalizörün verimliliğinde 4,21 faktörü ile önemli bir sinerjistik etki indükleyebileceği gösterilmiştir. DB53'ün aktif karbon üzerine adsorpsiyonu ve daha sonra fotoaktif ZnO'ya kütle transferi ile açıklanmıştır. AK-ZnO karışımının öğütülmesi DB53'ün uzaklaştırılması üzerinde olumsuz bir etkiye sahip olduğu vurgulanmıştır (Sobana ve Swaminathan, 2007).

Velasco ve arkadaşları, UV ışığı altında fenol bozulmasına karşı katalizör olarak yarı iletken katkı maddelerinin yokluğunda çeşitli fizikokimyasal özelliklere sahip bir dizi aktif karbonun fotokimyasal davranışını araştırmışlardır. Şimdiye kadar, karbon malzemeler temel olarak kirleticilerin katalitik bozunmasındaki fotoaktif türlerin destekleri olarak kullanılmıştır ve karbon destekli katalizörlerde gözlenen sinerjistik etki, yarı iletken de üretilen delik/elektron çiftinin rekombinasyon oranındaki azalmaya bağlanmıştır. Bu çalışmada, Aktif karbonların kendileri katalizör olarak kullanıldığında geliştirilmiş bir fotodegradasyon verimi elde edilmiş, bu da karbon malzemelerin yarı iletken katkı maddelerinin yokluğunda organik kirleticilerin foto-oksidasyonunu artırma yeteneği olduğunu düşündürmüştür (Velasco ve ark., 2012).

Puma ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada kimyasal buhar birikimi yoluyla aktif karbon üzerinde desteklenen titanya fotokatalistinin, ucuz ve etkili bir atık su arıtma ve iyileştirme seçeneği sağlamak için çeşitli faydaları ve avantajları olduğu

görülmüştür. Yüksek yüzey alanı, geniş gözenekler (makro gözeneklilik) ve yüzey hidroksil gruplarının varlığı, aktif karbonu ideal bir fotokatalizör desteği yapar. UV ışınlanması ile birlikte ultrasonik ses dalgalarının kullanılması, opak ve gözenekli katalizör desteği ile ilgili sorunları çözerek aktif karbon destekli fotokatalizör reaksiyonunun etkinliğine katkıda bulunmuştur (Puma ve ark., 2008).

Xing ve arkadaşları, aktif karbon üzerinde nano yapıları TiO_2 parçacıkları içeren fotokatalizörleri bir sol-jel yöntemi ile hazırlamışlardır. $TiO_2/$ AK kompozitleri X ışını kırınımı, termogravimetrik (TG) analizi, azot adsorpsiyonu, taramalı elektron mikroskobu, transmisyon elektron mikroskobu ve enerji dağıtıcı X ışını ile karakterize edilmiştir. Fotokatalitik aktiviteleri, ultraviyole ışık ışınlanması altında oda sıcaklığında fotokatalitik reaktördeki Rhodamine B'nin (RhB) bozunması yoluyla incelenmiştir. Sonuçlar, kristal boyutu 10-20 nm olan anataz TiO_2 partiküllerinin 500 °C'de kalsinasyon altında AK yüzeyinde homojen olarak birikebileceğini göstermiştir. $TiO_2/$ AK kompozitlerinin UV ışınları altında fotokatalitik aktivitesi başlangıç konsantrasyonu 2×10^{-5} mol / L olan 400 mL çözeltiden RhB için % 93,2'ye kadar çıkmıştır (Xing ve ark., 2016).

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1. Nikel Oksit (NiO)

Geniş bir yüzey alanına sahip olan metal oksit nanomalzemeleri, birçok uygulamada geleneksel malzemelere göre büyük avantajlar göstermektedir. Hacim etkisi, kuantum boyut etkisi, yüzey etkisi ve makroskopik kuantum tünel etkisi nedeniyle nanokristal NiO'nun mikrometre boyutunda NiO parçacıklarından daha gelişmiş özelliklere sahip olması beklenir. Özellikle, nano yapıları nikel oksitler, belirli katalitik, benzersiz elektronik ve manyetik özelliklere dayanarak, önemli sayıda araştırma çalışmasının konusu olan bir malzemedir. Nikel oksit bir yük transfer geçiş metal oksididir. Nano-yapılandırılmış nikel oksit, büyük bir eksiton bağlama enerjisine ve geniş bant aralığına (3,6-4,0 eV) sahip yarı iletken olarak kabul edilir. Nikel oksit, nano ölçekte geniş bir teknolojik uygulama yelpazesine sahip bir antiferromanyetik malzemedir. Nikel oksit ara deliklere ve ağır elektronlara sahip bir sınıf, yani Mott-Hubbard izolatörleri ve yük aktarımı yarı iletkeni olarak incelenmiştir. Nikel oksit, kübik kafes yapıları önemli bir geçiş metali oksididir. Stokiyometrik olmayan nikel oksit, H₂ için potansiyel bir gaz sensörüdür. NiO'nun ve diğer birçok malzemenin nano parçacıkları, malzemenin boyut ölçeğine göre benzersiz davranışlar göstermektedir. Örneğin, NiO nanoparçacıkları lityum iyon piller için elektrot malzemesi olarak umut verici malzemedir. Ayrıca boyaya duyarlı fotokatodlarda da yaygın olarak kullanılabilir. NiO, mükemmel dayanıklılık ve elektrokimyasal stabilite, büyük spin optik yoğunluğu sergiler. Ayrıca iyon depolama malzemesi olarak düşük malzeme maliyeti olduğu için, NiO yarı iletkeni yeni araştırmalara yönelimi artırmaktadır.

Nikel oksit kataliz, şeffaf iletken filmler, antiferromanyetik malzemeler, elektrokromik kaplamalar, yakıt hücreleri için kompozit anotlar gibi çeşitli uygulamalarda potansiyel kullanım nedeniyle artan ilgi çekmiştir. Ayrıca optik, elektronik, katalitik ve süper paramanyetik cihazlarda kullanılabilir. Nikel oksitler saydam bir p-tipi yarı-iletken tabaka olarak kullanılabilir ve akıllı pencereler, elektrokimyasal süper kapasitör uygulamaları gibi birçok kapsamlı uygulama için güçlü bir adaydır. Metallerin nispeten karmaşık bir yöntem olan gözenekli şablonlara elektrodepozisyonu, yarı boyutlu bir metalik ve ferromanyetik nanoyapıları üretmek için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte, yüksek spesifik yüzey alanına

sahip NiO üst yapılarının fotokatalitik özelliği hakkında çok az araştırma vardır, ancak NiO nano yapılarının diğer özellikleri geniş ölçüde araştırılmıştır.

Nanoparçacıklar, nano halkalar, nano tabakalar ve nano şeritler dahil olmak üzere nano boyutlu nikel oksit hazırlamak için birçok yöntem denenmiştir. Bazı araştırmacılar NiO nanopartiküllerini sol-jel, mikrodalga destekli yanma, sürfaktan aracılı sentez, termal ayrışma, polimer-matris destekli sentez, ters-misel yolu, çökeltme yöntemi ve sprej piroliz gibi çeşitli yöntemlerle hazırladılar. Buna ek olarak, NiO nanopartiküllerinin sentezi için Anodik Ark Plazma Yöntemi (AAPM), mikroemülsiyon çökeltmesi, kimyasal buhar birikimi ve püskürtme buharlaşma, elektrodepozisyon, termal ayrışma gibi yöntemler de kullanılmıştır. Yukarıdaki yöntemlerin bazıları, boyut homojenliği ve NiO nanopartiküllerinin iyi dağılmasındaki zorluktan muzdariptir (Beach ve ark., 2009; Biju ve Khadar, 2002; Dharmaraj ve ark., 2006; El-Kemary ve ark., 2013; Gondal ve ark., 2012; Mohammadyani ve ark., 2012; Salavati-Niasari ve ark., 2010; Song ve Gao, 2008; Wang ve ark., 2005; Wu ve ark., 2005).

2.1.1. NiO ile ilgili yapılan çalışmalar

Tao ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada yeni bir prosedür kullanılarak 30 nm boyutunda homojen ve iyi dağılmış nikel oksit nanoparçacıkları sentezlemiştir. 1 gram nikel asetat ve 2 gram polivinilpirolidon (PVP) 100 ml su içinde çözdürülmüştür. Daha sonra çözelti suyunu uzaklaştırmak için 333 K sıcaklıkta su banyosunda ısıtılarak buharlaştırılmıştır. Elde edilen katı karışım 373 K'da fırında kurutulmuştur. Son olarak, kurutulmuş karışım tüp fırında 673 K'da 2 saat havada kalsine edilmiştir. Nihai ürün olan NiO elde edilmiştir (Tao ve Wei, 2004).

Ba-Abbad ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada sol jel yöntemi kullanılarak nikel oksit nano parçacıkları hazırlamışlardır. Belirli bir miktarda nikel nitrat heksahidrat (1 mol) ve sitrik asit (1-3 mol), her biri 50 ml çözücü etanol içeren iki farklı bardakta ayrı ayrı çözülmüştür. Çözelti homojenliğini sağlamak için çözeltiler, 300 rpm hızında manyetik bir karıştırıcı kullanılarak 30 dakika boyunca sürekli olarak karıştırılmış ve malzemelerin tamamen çözünmesini sağlamak için 45 °C'ye kadar yavaşça ısıtılmıştır. Bundan sonra, çözeltilere 0,5 ml etilen glikol ilave edilmiştir. Daha sonra sitrik asit ilave edilerek nikel nitrat çözeltisi bir saat ve 60 °C sıcaklıkta ısıtılmaya devam edilmiştir. Elde edilen karışım bir gece boyunca 80 °C altında fırında kurutulmuş ve kurutulan karışım 400 °C'lik bir sıcaklıkta işleminden geçirilmiştir. Sentezlenmiş olan NiO nano parçacıklarının boyutları 14,31 nm olarak hesaplanmıştır. Box-Behnken

yöntemi, zamandan ve kimyasallardan doğrudan tasarruf sağlayacak deneysel çalışma sayısını azaltmak ve böylece toplam maliyeti azaltmak amacıyla istatistiksel tahmin yöntemidir ve Ba-Abbad ve arkadaşlarının bu çalışmasındaki molar oran, çözelti pH'ı ve kalsinasyon sıcaklıkları gibi parametreler optimize edilmiştir. Optimum öngörülen koşullar, 1:1,74 mol oranında, 1,02 çözelti pH'ında ve 400,08 °C kalsinasyon sıcaklığında elde edilmiştir. Optimize edilmiş deneysel koşullardan partikül büyüklüğünün, öngörülen değer (13,74 nm) ile iyi uyum sağlayan (14,31 nm) olduğu bulunmuştur (Ba-Abbad ve ark., 2015).

Liu ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada nano boyutlu NiO / Ni kompozit filmlerin elektrokimyasal kondansatör uygulamalarında üstün elektrotlar olarak işlev gördüğü bulunmuştur. Bu filmler, 50 ila 64 F/g'lık spesifik bir kapasitans sağlamıştır. Bu filmlerin özgül enerjisi ve özgül gücü sırasıyla 25 ila 40 kJ/kg ve 4 ila 17 kW/kg olarak ölçülmüştür. Bu işlemlerin sonuçları, kızılötesi spektroskopisi (IR), x-ışını difraktometrisi ve transmisyon elektron mikroskopisi tekniklerini kullanarak kimyasal türleri, kristal fazı ve mikroyapıyı karakterize etmek için kullanılmıştır (Liu ve Anderson, 1996).

Saikia ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada nikel oksit nanopartiküllerin yeni bir inorganik antioksidan olarak biyosistemlerdeki potansiyelini araştırmışlardır. Partiküller, 650 °C'de kendi kendine çoğalan Yüksek Sıcaklık Sentezi (SHS) yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Nikel oksit nanoparçacıkları için Transmisyon elektron mikroskopu (TEM), UV-vis spektrofotometre ve X-ışını difraktometrisi (XRD) teknikleri kullanılarak karakterizasyon işlemlerini yapmışlardır (Saikia ve ark., 2010).

Salavati-Niasari ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada nikel ve nikel oksit nanoparçacıkları, yeni bir öncü olarak nikel oktanatın basit bir ısı işlemiyle (400-900 °C aralığında) başarıyla hazırlamışlardır. Kalsinasyon sıcaklığının parçacık büyüklüğü üzerindeki etkisi de araştırılmıştır. Kalsinasyonlar havada 400 ila 900 °C arasında gerçekleştirildiğinde, Ni (oktanat) önce Ni, sonra NiO olarak dönüşmüştür. Argon atmosferinde kalsine edildiğinde, Ni (oktanat), 500 °C'ye kadar düşük bir oranda doğrudan saf Ni'ye dönüşmüştür. Ürünler X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskopisi (SEM), transmisyon elektron mikroskopisi (TEM) ve Fourier dönüşümü kızılötesi (FT-IR) spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. NiO nano partikülleri yarı küresel ve boyutları yaklaşık 24 nm olarak ölçülmüştür (Salavati-Niasari ve ark., 2010).

Tadic ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada amorf bir silika matrisinde dağılmış kristal nikel oksit (NiO) nano parçacıklarını sol-jel yanma sentezi yöntemiyle

hazırlamışlardır. Numuneler, X-ışını toz kırınımı, enerji dağıtıcı X-ışını spektroskopisi, taramalı elektron mikroskopisi, transmisyon elektron mikroskopisi ve süper iletken kuantum girişim cihazı manyetometrisi kullanılarak karakterize edilmiştir. Sentezlenen nano parçacıkların NiO kristal yapısına, küresel morfolojiye, yaklaşık 5 nm'lik ortalama parçacık boyutuna ve dar bir parçacık boyut dağılımına sahip olduğu gözlenmiştir. Mıknatıslanma ölçümleri, 5 K ve 56 K'de sıfır alan soğutmalı mıknatıslanma eğrisinde iki maksimumu ortaya çıkarmıştır. DC ve AC manyetik duyarlılık ölçümlerinin analizi, daha yüksek sıcaklık maksimum değerinin, parçacıklar içindeki antiferromanyetik düzenin başlangıcına karşılık geldiğini ortaya çıkarmıştır. Bu eşsiz manyetik özellikler hem nanoparçacıkların küçültülmüş boyutlarından hem de kristal kafeslerindeki kusurlardan kaynaklandığı tespit edilmiştir (Tadic ve ark., 2015).

Hayat ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada fenolün fotokatalitik oksidasyonu, sol-jel yöntemi ile sentezlenen nikel oksit (NiO) nanoparçacıkları kullanılarak incelenmiştir. Uygun miktarda $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ve sitrik asit mono hidrat doğru şekilde tartılmış ve deiyonize su içinde çözülmüştür. Daha sonra, karıştırılmış çözelti 65 °C sıcaklıkta sürekli karıştırılarak üç gün ısıtılmıştır. Bu şekilde elde edilen yeşil jel 100 °C'de 24 saat kurutulmuştur. Numuneler 500 °C'lik bir sıcaklığa ulaşmak için 1 °C/dakika hızında programlanabilir bir fırında ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 6 saat kalmıştır. Küresel şekle, daha yüksek saflığa, iyi dağılmış ve 6 ila 10 nm arasında değişen dar boyut dağılımına sahip kübik NiO nanopartikülleri başarıyla sentezlenmiş ve nano-NiO partiküllerini karakterize etmek için XRD, FESEM ve HRTEM gibi farklı yaklaşımlar kullanılmıştır. Nano NiO ve UV lazer ışınlaması kullanılarak fenolün (% 97) fotokatalitik degradasyonu, lambalar gibi konvansiyonel düzeneklere kıyasla kısa sürede elde edilmiştir (Hayat ve ark., 2011).

Ren ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada nikel oksit, kimyasal çözelti biriktirme yoluyla gözenekli TiO_2 tabakalarına biriktirilmiştir. Bu işlemler TiO_2 tabakalarının fotokatalitik aktivitelerini geliştirmek amacıyla yapılmıştır. Farklı konsantrasyonlardaki çözeltiler, gerekli miktarda $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ 'nun 20 ml damıtılmış su içinde çözülmesi suretiyle elde edilmiş, daha sonra bir dizi sinterlenmiş TiO_2 tabakası farklı $Ni(NO_3)_2$ çözeltilerine daldırılmıştır. Gözenekli tabakaların nikel çözeltisiyle tamamen nüfuz etmesi için ıslatma süresi 2 saat tutulmuştur. Daha sonra, ıslatılmış örnekler dikkatlice çözeltilerden çıkarılmış, 80 °C'de bir fırında 2 saat kurutulmuştur. Son olarak, kurutulmuş numuneler, 2 saat boyunca farklı sıcaklıklarda fırında ısıyla işlenmiştir. Bu işlemde sonra nikel oksit oluşmuş ve gözenekli TiO_2 tabakalarına farklı

miktarda NiO birikmiştir. Numunelerin fotokatalitik aktiviteleri, metil turuncusu çözeltisinin bozulmasıyla değerlendirilmiştir. Sonuçlar, TiO₂ tabakasının fotokatalitik aktivitesinin NiO yüklemesi ile büyük ölçüde arttığını ve NiO yüklemesinin artırılmasıyla fotokatalitik etkinliğin arttığını göstermiştir. 600 °C'de tavlanan numune, 400 °C'de ve 800 °C'de tavlanan numuneden daha iyi fotokatalitik aktivite göstermiştir (Ren ve ark., 2010).

Motahari ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada nikel oksit (NiO) nano yapılar termal ayrışma yöntemi ile hazırlanmıştır. Nano yapılar, β -Ni(OH)₂'nin çeşitli sıcaklıklarda kalsinasyonu ile hazırlanmıştır. Bu çalışmada β -Ni(OH)₂ nanoyapılar, uygun maliyetli bir dengeleyici ligand kullanılarak bir hidrotermal yöntemle hazırlanmıştır. İkinci aşamada, yüksek saflıkta NiO nanoparçacıkları, atık su arıtımında Rhodamine B (RhB) boyasının fotokatalitik degradasyonu için β -Ni(OH)₂'nin 750 °C sıcaklıkta kalsinasyonu ile hazırlanmıştır. Fotokatalist özelliklerini karakterize etmek için XRD, FESEM, VSM, FTIR, UV-vis ve BET gibi farklı analiz teknikleri kullanılmıştır. Bu çalışma, RB gibi endüstriyel boyaların atık su arıtma işlemlerinde ümit vaat eden uygulamalarla, yüksek verimli fotokatalitik aktivite sergileyen NiO nanoparçacıklarının başarılı ve uygun maliyetli hazırlanması için bir temel oluşturmuştur (Motahari ve ark., 2014).

Christy ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada nikel oksit nano partikülleri yakıt olarak glisin ve sitrik asit kullanarak çözelti yanma yöntemi ile sentezlemiştir. X ışını kırınımı (XRD) sonucu, NiO'nun yüz merkezli kübik (fcc) yapısını doğrulamıştır. NiO nano partiküllerin oktahedral şekli, saha emisyon tarama elektron mikroskobu (FESEM) ve yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikroskobu (HRTEM) ile doğrulanmıştır. NiO nano partiküllerin fotokatalitik aktivitesi de hazırlanmış ve hazırlanan NiO nano partiküllerin yüksek fotokatalitik degradasyona sahip olduğu bulunmuştur (Christy ve Umadevi, 2013).

Wan ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada hidrotermal yöntem ile kalsinasyon işlemi birleştirilerek farklı morfolojilere ve boyutlara sahip nano ölçekli NiO numuneleri serisi sentezlenmiş ve karakterize edilmiştir. Farklı alkali reaktanların (yani sodyum hidroksit, amonyak çözeltisi, üre ve trietanolamin) kullanılması ve farklı sıcaklıklarda kalsine edilmesi dahil olmak üzere sentez koşullarının NiO numunelerinin karakterleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Hazırlanan NiO numunelerinin karakterleri ayrıntılı olarak incelenmiş ve katalizör karakterlerinin UV/NiO sisteminde metilen mavisinin fotokatalitik degradasyonu üzerindeki etkileri tartışılmıştır. Bu

karakterlerde, kristal yapının bütünlüğünün ve NiO'nun kristallığının, metilen mavisinin bozulmasında fotokatalitik aktiviteyi ve NiO katalizörünün işlemini etkileyen belirleyici faktörler olduğu bulunmuştur (Wan ve ark., 2013).



3. MATERYAL VE METOT

Sentezlenen fotokatalizörler için kullanılan araç-gereç resimleri aşağıda verilmiştir.

Fotokatalizörlerin sentezlenmesi sırasında gramajların belirlenmesinde kullanılan hassas tartı Şekil 3.1’de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Hassas tartı

Fotokatalizörlerin sentezlenme sürecinde kullanılan manyetik karıştırıcı Şekil 3.2’de gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Manyetik karıştırıcı

Fotokatalizörlerin kurutulması için kullanılan etüv Şekil 3.3’de gösterilmiştir.



Şekil 3.3. Etüv cihazı

Kimyasal çöktürme yöntemi gereği fotokatalizörün yapısındaki suyun uzaklaştırılmasında kullanılan kül fırını Şekil 3.4’de gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Kül fırını

Fotokatalizörlerin fotokatalitik aktivitesinin belirlenmesinde kullanılan kesikli sistem düzeneği Şekil 3.5’te gösterilmiştir.



Şekil 3.5. Fotokatalitik ölçümde kullanılan deney düzeneği

Fotokatalitik bozunma için kullanılan santrifüj Şekil 3.6a ve Şekil 3.6b’de gösterilmiştir.



Şekil 3.6a. Santrifüj cihazı üst görüntü



Şekil 3.6b. Santrifüj cihazı ön görüntüsü

Fotokatalitik bozunma için kullanılan UV cihazı Şekil 3.7a ve Şekil 3.7b’de gösterilmiştir.



Şekil 3.7a. UV spektroskopinin üst görünüşü



Şekil 3.7b. UV spektroskopinin ön görünüşü

3.1. Aktif Karbon (AK) Sentezlenmesi

İlk etapta ceviz kabukları öğütülüp elekten geçirildi. Belli bir partikül boyuta sahip ceviz kabuklarından 3 g alınıp ve 10 ml saf su içinde çözündürülmüş 3 g $ZnCl_2$ ile 24 saat muamele edildi. Daha sonra kimyasal emdirilmiş ceviz kabukları $500\text{ }^\circ\text{C}$ de 45 dakika azot ortamında aktivasyonu gerçekleştirildi. Azot varlığında ortam sıcaklığına soğutulan AK, 0,5 M'lık HCl ile yıkandıktan sonra sıcak saf su ile yıkandı. Elde edilen AK destek malzemesi olarak kullanılması için kapalı bir kapta muhafaza edildi.

3.2. Aktif Karbon Destekli NiO Fotokatalizörlerin Sentezlenmesi (AK@NiO)

%5 NiO katkılı AK (AK@NiO_%5) fotokatalizör sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,233 gr nikel nitrat heksahidrat $[(Ni_2(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)]$ 1,12 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni(Nikel) kaynağı 80 ml saf su içerisinde çözündürülüp ardından çözeltiliye aktif karbon eklenmiştir. Belli bir süre karıştırıldıktan sonra sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune $80\text{ }^\circ\text{C}$ ' de kurutulmuştur. Kurutulan numune $800\text{ }^\circ\text{C}$ ' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

%7,5 NiO katkılı AK (AK@NiO_%7,5) fotokatalizör sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,35 gr nikel nitrat hekza hidrat $[(Ni_2(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)]$ 1,12 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde çözündürülüp ardından çözeltiliye aktif karbon eklenmiştir. Belli bir süre karıştırıldıktan sonra sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti

manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C’ de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C’ de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlanaarak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

%10 NiO katkılı AK (AK@NiO_%10) fotokatalizör sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,466 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 1,12 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde çözündürülüp ardından çözeltiye aktif karbon eklenmiştir. Belli bir süre karıştırıldıktan sonra sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C’ de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C’ de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlanaarak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

%15 NiO katkılı AK (AK@NiO_%15) fotokatalizör sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,699 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 1,12 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde çözündürülüp ardından çözeltiye aktif karbon eklenmiştir. Belli bir süre karıştırıldıktan sonra sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C’ de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C’ de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlanaarak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

%20 NiO katkılı AK (AK@NiO_%20) fotokatalizör sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,932 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 1,12 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde çözündürülüp ardından çözeltiye aktif karbon eklenmiştir. Belli bir süre karıştırıldıktan sonra sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C’ de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C’ de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlanaarak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

3.3. Aktif Karbon Destekli Cu Katkılı NiO Fotokatalizörlerin Sentezlenmesi

(AK@NiO_15:Cu)

(%3 Cu katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Cu(%3)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,45 gr nikel nitrat hekza hidrat $[(Ni_2(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)]$ 0,0116 gr bakır (II) nitrat tri hidrat $[CuN_2O_6 \cdot 3H_2O]$ 0,674 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürülüp ardından çözeltiliye Cu(Bakır) kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

(%5 Cu katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Cu(%5)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,442 gr nikel nitrat hekza hidrat $[(Ni_2(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)]$ 0,02 gr bakır (II) nitrat tri hidrat $[CuN_2O_6 \cdot 3H_2O]$ 0,676 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürülüp ardından çözeltiliye Cu kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

(%7,5 Cu katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Cu(%7,5)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,43 gr nikel nitrat hekza hidrat $[(Ni_2(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)]$ 0,029 gr bakır (II) nitrat tri hidrat $[CuN_2O_6 \cdot 3H_2O]$ 0,6748 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürülüp ardından çözeltiliye Cu kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden

sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

(%10 Cu katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Cu(%10)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,418 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 0,04 gr bakır (II) nitrat tri hidrat [CuN₂O₆.3H₂O] 0,6749 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürülüp ardından çözeltiliye Cu kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

3.4. Aktif Karbon Destekli Fe Katkılı NiO Fotokatalizörlerin Sentezlenmesi

(AK@NiO_15:Fe)

(%3 Fe katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Fe(%3)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,45 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 0,0094 gr demir (II) klorür tetra hidrat [Fe(Cl)₂.4H₂O] 0,674 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürülüp ardından çözeltiliye Fe(demir) kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan

numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

(%5 Fe katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Fe(%5)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,442 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 0,016 gr demir (II) klorür tetra hidrat [Fe(CI)₂.4H₂O] 0,676 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürölüp ardından çözeltiye Fe kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzölerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

(%7,5 Fe katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Fe(%7,5)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,43 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 0,0235 gr demir (II) klorür tetra hidrat [Fe(CI)₂.4H₂O] 0,6748 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürölüp ardından çözeltiye Fe kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzölerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

(%10 Fe katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Fe(%10)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,418 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 0,032 gr demir (II) klorür tetra hidrat [Fe(CI)₂.4H₂O] 0,6749 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürölüp ardından çözeltiye Fe kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden

sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

3.5. Aktif Karbon Destekli Co Katkılı NiO Fotokatalizörlerin Sentezlenmesi

(AK@NiO_15:Co)

(%3 Co katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Co(%3)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,45 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 0,014 gr kobalt (II) nitrat hekza hidrat [Co(NO₃)₂.6H₂O] 0,674 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürülüp ardından çözeltiliye Co(Kobalt) kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

(%5 Co katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Co(%5)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,442 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 0,024 gr kobalt (II) nitrat hekza hidrat [Co(NO₃)₂.6H₂O] 0,676 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürülüp ardından çözeltiliye Co kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutmuştur. Kurutulan

numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

(%7,5 Co katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Co(%7,5)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,43 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 0,035 gr kobalt (II) nitrat hekza hidrat [Co(NO₃)₂.6H₂O] 0,6748 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürülüp ardından çözeltiliye Co kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutulmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

(%10 Co katkılı NiO) destekli AK fotokatalizörün (AK@NiO_15:Co(%10)) sentezinde kullanılan başlangıç maddeleri ve gramajları şu şekildedir: 0,418 gr nikel nitrat hekza hidrat [(Ni₂(NO₃)₂.6H₂O)] 0,048 gr kobalt (II) nitrat hekza hidrat [Co(NO₃)₂.6H₂O] 0,6749 gr aktif karbon ve 1 molar sodyum hidroksit (50 ml saf su+2 gr NaOH) çözeltisi kullanılmıştır. Ni kaynağı 80 ml saf su içerisinde manyetik karıştırma altında çözündürülüp ardından çözeltiliye Co kaynağı ilave edilmiştir. Belli bir süreden sonra aktif karbon ilave edilerek karıştırma işlemi devam ettirilmiştir. Son olarak sodyum hidroksit çözeltisi karışımın pH değeri 8 oluncaya kadar ilave edilmiştir. Çözelti manyetik karıştırma altında 24 saat karıştırılmaya bırakılmış bu karıştırma sürecinden sonra çözelti süzülerek 3 kere saf su ardından 2 kere etanol ile yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası numune 80 °C' de kurutulmuştur. Kurutulan numune 800 °C' de 4 saat boyunca azot gazı ile tavlansak fotokatalizör sentez süreci tamamlanmıştır.

3.6. Metilen Mavisinin Fotokatalitik Bozunması

Bu aşamada, elde edilen fotokatalizörler kullanılarak kesikli sistemde metilen mavisinin fotokatalitik bozundurulması UV-C lambası varlığında incelenmiştir. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunma deneyleri 22 ml çözelti hacmi, 25 mg katalizör kütlesi, 50 ppm boyar madde başlangıç konsantrasyonu şartlarında gerçekleştirilmiştir. Çözelti

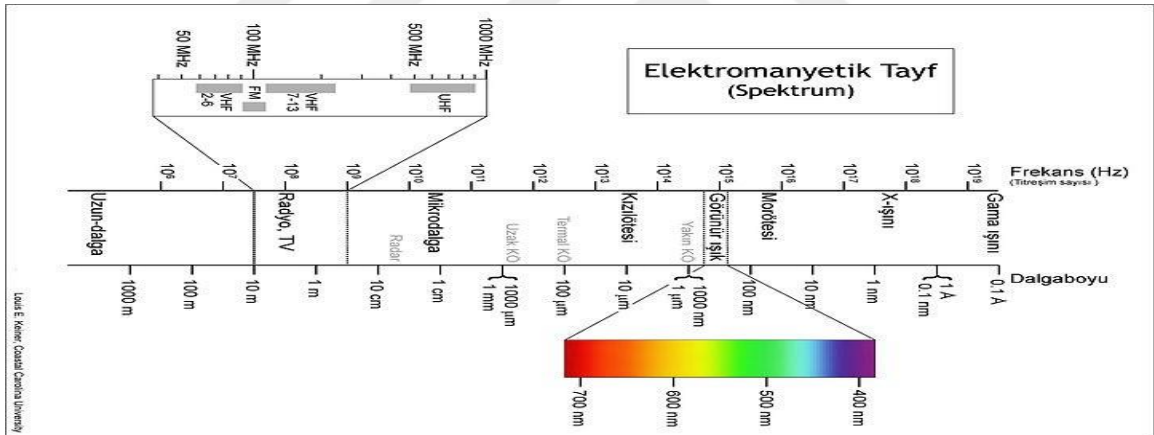
ortamında kalan metilen mavisi(dalga boyu=664 nm) boyarmaddesinin konsantrasyonu UV spektroskopisi ile belirlenmiştir. Metilen mavisinin fotokatalitik bozundurulmasında;

- Çözelti başlangıç pH değeri
- Boyarmadde başlangıç konsantrasyonu;
- Fotokatalizör miktarı gibi parametreler incelenmiştir.

3.7. Karakterizasyon İşlemleri

3.7.1. X-ışınları kırınımı (XRD)

Elektromanyetik dalga olan X-ışınları Şekil 3.8’de görüldüğü gibi mor ötesi ve gama ışınları arasında yer alır. X-ışınları 1895’de Alman Fizik Profesörü Wilhelm Conrad Röntgen tarafından keşfedilmiştir. Bu nedenle X-ışınlarına röntgen ışınları da denilmektedir. Bu ışınların sahip olduğu dalga boyu kısa ve 0,1–100 Å (angstrom) dolaylarında olabilen elektromanyetik dalgalardır. Bu ışınlar yüksek enerji ve frekans değerlerine sahiptirler.

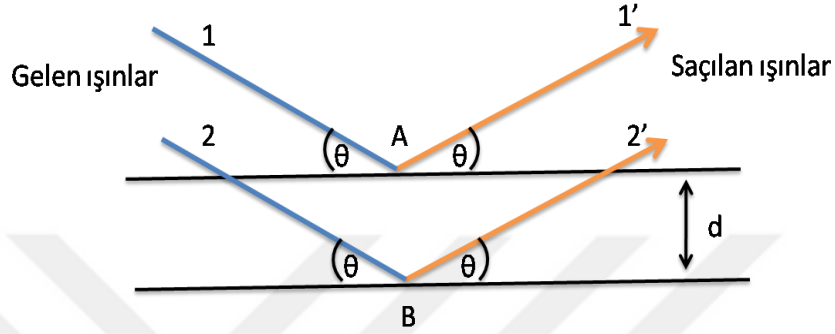


Şekil 3.8. Elektromanyetik spektrum (Karaca ve ark, 2012)

X-ışınları Kırınımı, Å mertebesinde dalga boyuna sahip olan X-ışınlarının küçük boyutlara sahip malzemelerin yapısal özelliklerini X-ışını kırınım açısı ve şiddeti ölçümü ile belirleyen yapısal analiz tekniğidir. Özellikle toz yapıdaki malzemeler olmak üzere katı kütle ve ince film gibi numune yapıları analiz edilebilir. Analizde kullanılan malzeme miktarı miligram seviyesinde olabilir. Katıların kristal yapılarının analizi için en yaygın kullanılan kırınım tekniği X-ışını kırınımıdır. X-ışını kırınımı ile malzemenin kristal dizilişe sahip olup olmadığı, kristalin kafes sabitleri, kristal yönelimleri, bilinmeyen malzemelerin tanınması, ortalama tanecik büyüklükleri gibi bilgilere

ulaşılabilir. Bu yöntem kristal bir malzemenin niteliksel ve niceliksel analizi için kullanılan çok yönlü, tahribatsız bir tekniktir (Yeşiltepe, 2012).

X-ışınları Şekil 3.9' daki gibi bir kristal yüzeyine θ açısı ile düşürüldüğünde bir kısmı yüzey atomlarından kaynaklı geliş açılarıyla yansıma yaparlar. Bu saçılmalara kırınım denilmektedir.



Şekil 3.9. X-ışını kristal yüzeyindeki kırınımı

Kristal yapıdaki X-ışınlarının kırınımı Bragg yasası sınırları içerisinde gerçekleşir. Bragg yasası aşağıdaki formül ile ifade edilir.

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (3.1)$$

- ✓ d kristal düzlemleri arası uzaklık
- ✓ θ saçılım açısı
- ✓ λ X-ışınının dalga boyu
- ✓ n pozitif tam sayı

Bragg yasası 1922 yılında Sir W.L. Bragg tarafından geliştirilmiştir.

Debye-Scherrer formülü taneciklerin kristal büyüklüğünü bulmada kullanılır.

$$d = k\lambda / \beta \cdot \cos(\theta_B) \quad (3.2)$$

Formüldeki terimler

- ✓ d kristal boyutu
- ✓ k Scherrer sabiti
- ✓ λ X ışınının dalga boyu
- ✓ β radyan cinsinden pik yarı genişliği (FWHM)
- ✓ θ_B ise pikin oluştuğu 2θ değerinin yarısı, Bragg açısını ifade etmektedir (Sarıbel, 2017).

3.7.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Yüzey taramalarında kullanılan en yaygın mikroskobik yöntemlerden biridir. Taramalı elektron mikroskobu, elektron tabancasından çıkan elektron demetinin numune yüzeyini tarayarak, numune yüzeyi ve elektron demeti arasındaki etkileşimden kaynaklı saçılan elektronların toplanması ile yüksek çözünürlüklü bir yüzey şeklinin elde edilmesi prensibine dayalı elektron mikroskoplarından birisidir. Elektron demeti ve numune atomlarının etkileşimi numunenin fiziksel ve kimyasal yapısı, morfolojisi, yüzey kusurları hakkında bilgi verir. Boyutları 30 nanometre kadar olan küçük boyutlu numuneleri gözlemlemek mümkündür. SEM elektron mikroskobunun büyütme oranı 15-1000k aralığındadır. SEM ölçümlerinde kullanılan elektronlar yüksek enerjili olup enerjileri 200eV-100keV aralığındadırlar (Akbaş, 2015; Taşköprü, 2016).

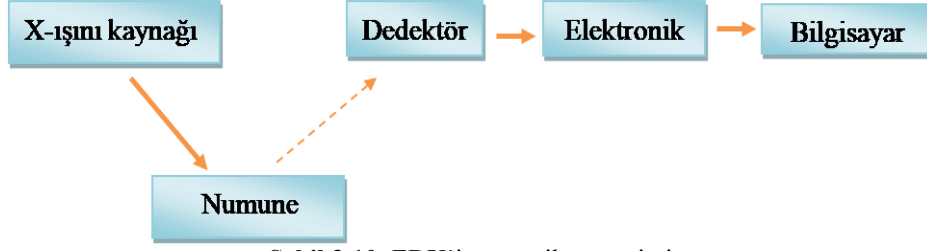
Yüksek çözünürlük, yüksek çözünürlükte büyütme ve yüksek çözme derinliği SEM tekniğini önemli kılan avantajlardır. Bakım giderlerinin pahalı olması ve vakum ortamında gerçekleşmesi ise dezavantaj sağlamaktadır (Saribel, 2017).

3.7.3. Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX)

Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX), taramalı elektron mikroskobu ile birlikte kullanılan numunelerin elemental ve kimyasal analizleri için başvurulan mikro bir analiz yöntemidir. EDX analiz yönteminde dedektörün işlevi foton enerji dağılımını sağlamaktır. Elektron bombardımanına maruz kalan numuneden elektronların ayrılması ile daha yüksek seviyedeki elektron ayrılan elektronun yerini doldurur. Enerji farkını dengelemek suretiyle yayılan enerji X-ışını olarak açığa çıkar. X-ışını enerjileri elementler için farklı karakteristiktirler. X-ışınlarının enerjisi ile numunenin kimyasal analizleri yapılır. 1 µm ve altı boyutlarda numunelerin kimyasal kompozisyon analizleri yapılabilir. EDX'nin şematik gösterimi Şekil 3.10'da gösterilmiştir.

EDX analizi yönteminin uygulama alanlarına örneklerinden bazıları:

- ✓ Faz tanımlama ve dağıtım
- ✓ Yabancı malzeme analizi
- ✓ Küçük bileşenli malzeme analizi
- ✓ Kaplama bileşimi analizi
- ✓ Korozyon değerlendirmesidir (Kuz, 2017; Yeşiltepe, 2012).



Şekil 3.10. EDX'in şematik gösterimi

3.7.4. UV-Vis spektroskopisi

Spektroskopi, bir numunedeki atom, molekül veya iyonların buldukları enerji seviyesinden bir başka enerji seviyesine geçişinde absorplanan ışımının ölçülmesi işlemidir. Ultraviyole ve görünür alan ışınlarının absorplanma işlemi şekline UV-Vis spektroskopisi denir. Bu yöntemde ışık kaynağı olarak deryum ve tungsten lambalar kullanılmaktadır. Bir ışının bir örnek üzerine gönderilmesi ile ışının bir kısmı absorplanır bir kısmı yansır bir kısmı da saçılır. Bir kısmı da şiddeti azalarak geri döner. Şiddetinin azalmış olması ışının absorplandığını kanıtlar. Absorplanan ışın örnekteki atomlarda titreşim, dönme gibi ekileşimler meydana getirir. Bu spektroskopi yönteminde fotomultipler dedektör, 200 nm'den 800 nm'e kadar ışık kaynağı dalga boyunu algılayabilmektedir. Örnek üzerine düşürülen ışının şiddeti ile örneği terk eden ışın şiddeti ilişkisi aşağıdaki gibidir.

$$\log (P_0/P) = \epsilon.l.c \quad (\text{Lambert- Beer Yasası}) \quad (3.3)$$

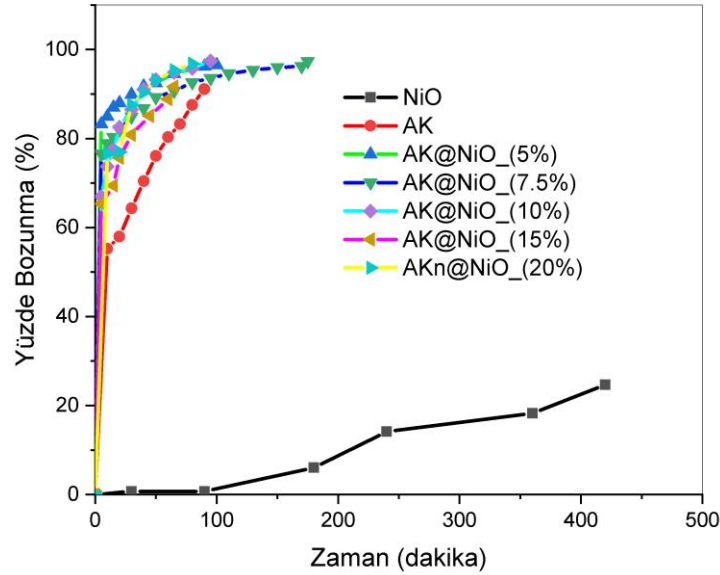
(c:çözeltinin derişimi, ϵ : Molar absorplama katsayısı, l: çözeltinin kalınlığı) (Esen, 2011; Örün, 2018).

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Fotokatalitik Özellikler

4.1.1. Farklı NiO konsantrasyonlarında aktif karbon destekli NiO (AK@NiO) fotokatalizörlerin fotokatalitik özelliklerinin incelenmesi

Endüstriyel atıklar nötr olmayabilir. Bu nedenle, pH'ın bozunma hızı üzerindeki etkisi önem arz etmektedir. Sentezlenen NiO yarı iletken fotokatalizörün fotokatalitik aktivitesini artırmak için aktif karbon destek malzemesi kullanılmıştır. NiO'in miktarının belirlenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; 50 ppm metilen mavisi başlangıç konsantrasyonu, 22 ml çözelti hacmi ve 10 mg fotokatalizör miktarı varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.1'de verilmiştir.

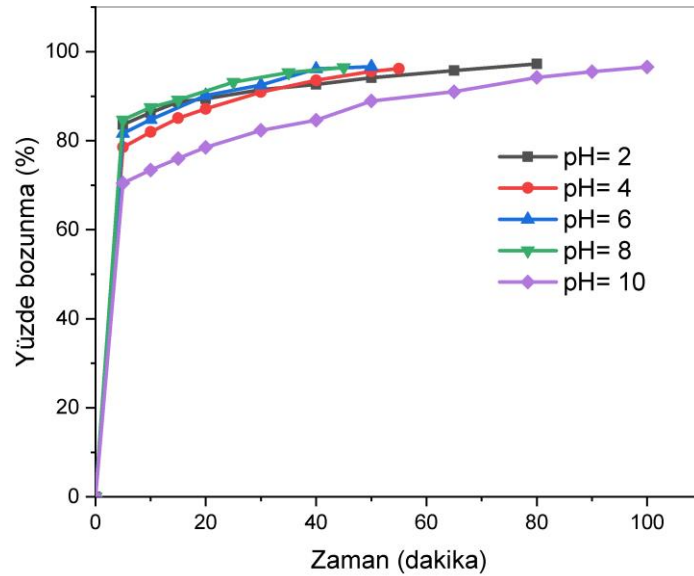


Şekil 4.1. Farklı NiO konsantrasyonlarında aktif karbon destekli NiO fotokatalizörlere ait yüzde bozunma-zaman grafiği

Şekil 4.1'de görüldüğü gibi desteksiz NiO fotokatalizörün aktivitesi çok düşüktür. Aktif karbon destek malzemesi kullanıldığında NiO fotokatalizörün aktivitesinin arttığı şekilde açıkça görülmektedir. 50 ppm metilen mavisi boyarmaddesinin NiO varlığında 420 dakikada %24,66 bozunurken, aktif karbon destekli NiO(%15 NiO) varlığında ise 65 dakikada %91 bozunmaktadır. Bu durumun

muhtemel nedeni; aktif karbonun ortamda bulunması elektron deliği rekombinasyonunu engellediği ve fotokatalitik aktiviteyi önemli ölçüde artırdığı düşünülmektedir. En iyi NiO/aktif karbon oranının %15 olduğu tespit edilmiş ve diğer parametrelerin etkisi bu konsantrasyonda incelenmiştir. Mevcut katalizör AK@NiO_15 olarak adlandırılmıştır.

AK@NiO_15 fotokatalizörü varlığında metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasında deney ortamında kullanılan parametreler; pH etkinliği 2-10 aralığında, 50 ppm metilen mavisini başlangıç konsantrasyonu, 22 ml çözelti hacmi ve 10 mg AK@NiO_15 fotokatalizör miktarı varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.2’de verilmiştir.

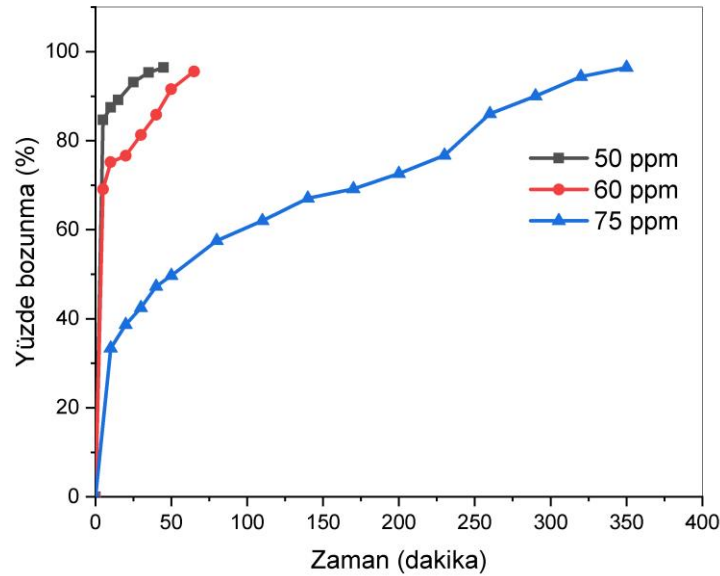


Şekil 4.2. Farklı pH değerlerinde AK@NiO_15 fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği

Şekil 4.2’den görüldüğü gibi pH değeri 2’den 8’e artırıldığında metilen mavisinin fotokatalitik bozunması artarken pH=10 olduğunda ise metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasında bir azalma gözlemlenmiştir. AK@NiO_15 fotokatalizörü varlığında 50 ppm metilen mavisinin pH=2’deki fotokatalitik bozunması 80 dakikada %97 iken pH=8 olduğunda ise 45 dakikada %96,5 ve pH=10 olduğunda ise 100 dakikada %96,5’dir. Yüksek pH değerlerinde (bazik ortam) çözelti ortamında OH⁻ iyonlarının konsantrasyonu artmaktadır. Bunun sonucunda da metilen mavisinin fotokatalitik bozunması artmaktadır. Bu durumun muhtemel nedeni; yüksek pH değerlerinde, hidroksil radikallerinin fotojenerasyonunu kolaylaştıran fazla OH⁻ anyonu olduğu düşünülmektedir. pH=10 olduğunda ise ortamda fazla miktarda bulunan OH⁻

iyonlarının, metilen mavisinin yüzeye adsorpsiyonu engelleyip fotokatalitik bozunmayı yavaşlattığı düşünülmektedir.

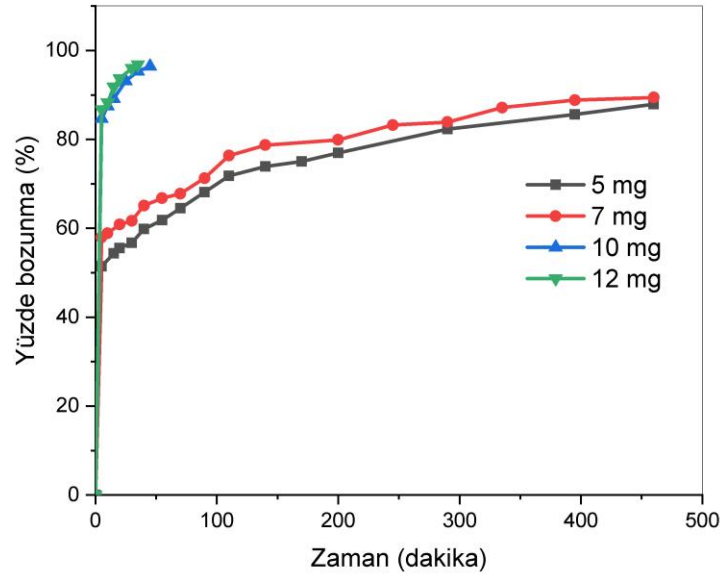
Fotokatalitik bozunmada çözelti başlangıç konsantrasyonu önemli bir faktör olduğundan dolayı metilen mavisinin başlangıç konsantrasyonunun fotokatalitik bozunma üzerindeki etkisi incelenmiştir. AK@NiO₁₅ fotokatalizörü varlığında metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasına çözelti başlangıç konsantrasyonunun etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; pH=8 ortamında, 22 ml çözelti hacmi ve 10 mg AK@NiO₁₅ fotokatalizör miktarı varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.3’de verilmiştir.



Şekil 4.3. Farklı boyar madde konsantrasyonlarında AK@NiO₁₅ fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği

Şekil 4.3’ten görüldüğü gibi metilen mavisinin başlangıç konsantrasyonu arttıkça fotokatalitik bozunma hızı azalmıştır. Başlangıç konsantrasyonu 50 ppm olduğunda fotokatalitik bozunma 45 dakikada %96,5 iken 60 ppm olduğunda ise 65 dakikada %95’dir. Boyar madde konsantrasyonu 75 ppm’e çıkarttırıldığında fotokatalitik bozunmanın 350 dakikada %79 olduğu gözlemlenmiştir. Bu durumun muhtemel nedeni; çözelti başlangıç konsantrasyonu arttıkça AK@NiO₁₅ fotokatalizörün yüzeyine ulaşacak olan foton sayısının azalmasıdır. Yeterli olmayan foton sayısı böylece metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasında bir düşüşe neden olacaktır.

Fotokatalizör miktarı da metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasını etkileyen önemli bir parametredir. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasına fotokatalizör miktarının etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; pH=8 ortamında, 50 ppm metilen mavisi başlangıç konsantrasyonu, 22 ml çözelti hacmi varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.4’de verilmiştir.



Şekil 4.4. Farklı fotokatalizör miktarlarında AK@NiO_15 fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği

Şekil 4.4'ten görüldüğü gibi metilen mavisinin fotokatalitik bozundurulmasında fotokatalizör miktarı 5 mg'den 12 mg'e artırıldığında metilen mavisini fotokatalitik bozundurulma hızı artmaktadır. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunması 5 mg katalizör varlığında 460 dakikada %86 iken 12 mg katalizör varlığında ise 35 dakikada %96,8 olduğu tespit edilmiştir. Artan fotokatalizör miktarıyla birlikte fotokatalizör yüzeyindeki aktif bölgelerin sayısı artmış ve bu da hidroksil ve süperoksit radikallerinin sayısında bir artışa neden olmuştur. Gözlemlenen bu artış, metilen mavisinin fotokatalitik bozunma süresini kısaltmaktadır.

AK@NiO_15 fotokatalizörü varlığında metilen mavisinin fotokatalitik bozunma kinetiği, birinci ve ikinci derece kinetik model ile incelenmiştir. Birinci Eşitlik (4.1) ve ikinci derece Eşitlik (4.2) kinetik model denklemleri aşağıda verilmiştir.

$$-\ln\left(\frac{C_t}{C_0}\right) = k_1 \cdot t \quad (4.1)$$

$$\frac{1}{C_t} - \frac{1}{C_0} = k_2 \cdot t \quad (4.2)$$

C_t : t anındaki çözelti derişimi (mg/l)

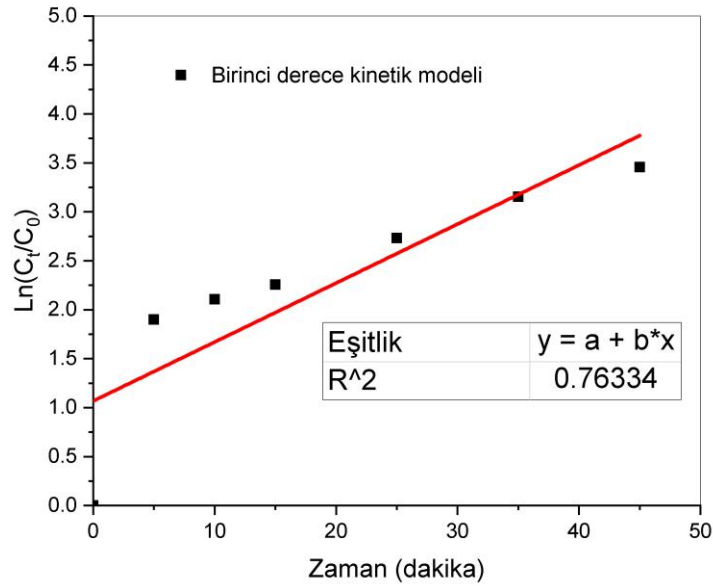
C_0 : Bařlangıç çözelti derişimi (mg/l)

k_1 : Birinci dereceden adsorpsiyon hız sabiti (dakika⁻¹)

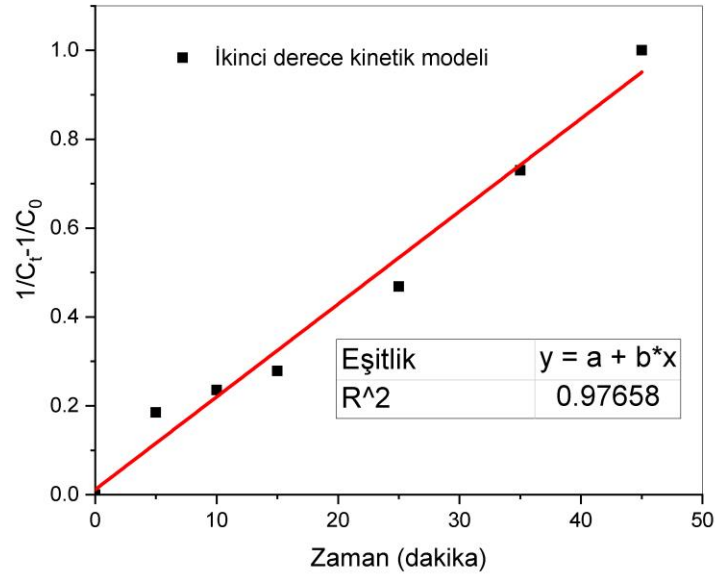
k_2 : İkinci dereceden adsorpsiyon hız sabiti (l/(mg*dakika))

t : Adsorpsiyon süresi (dakika)

Yukarıdaki eşitliklerden elde edilen grafikler sırasıyla Şekil 4.5a ve Şekil 4.5b'de verilmiştir.



Şekil 4.5a. AK@NiO₁₅ fotokatalizörü için birinci derece kinetik modeli grafiđi



Şekil 4.5b. AK@NiO_15 fotokatalizörü için ikinci derece kinetik modeli grafiği

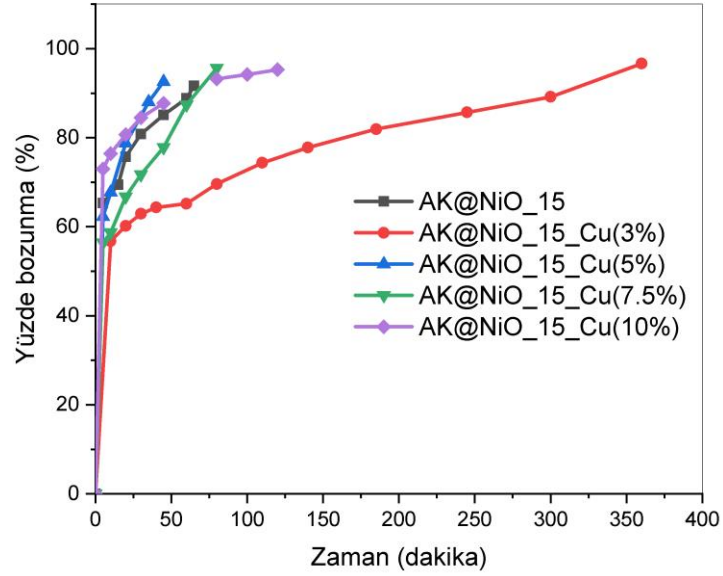
Şekil 4.5a ve Şekil 4.5b'den görüleceği gibi metilen mavisinin AK@NiO_15 katalizör varlığında fotokatalitik bozunma kinetiği ikinci derecedendir. Bu sonuç metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasının, zaman ve çözelti başlangıç konsantrasyonu kontrollü olduğu anlamına gelmektedir.

Metilen mavisinin AK@NiO_15 fotokatalizörü varlığında fotokatalitik bozunma mekanizması aşağıda verildiği gibidir. İşlemin ilk adımı, elektronun (e^-) valans bandından (VB) iletim bandına (CB) uyarılmasıdır, bu da VB'de eşit miktarda pozitif boşluk (delik, h^+) oluşturur. Burada deliklerin güçlü oksidanlar ve elektronların güçlü indirgeyici olarak işlev gördüğü bilinmektedir. İkinci adım, AK@NiO_15 yüzeylerine adsorbe edilen oksijen (O_2) veya hidroksil (OH^-) adsorpsiyonudur, sırasıyla CB üzerindeki elektronlar (e^-) veya VB üzerindeki delikler (h^+) ile etkileşime girebilir; muhtemelen hidroksil radikallerinin (OH^-) oluşumuna yol açar. Son adım OH^- radikalleri tarafından metilen mavisinin (MB) etkili bir şekilde bozunmasıdır.

4.1.2. Farklı bakır (Cu) konsantrasyonlarında aktif karbon destekli Cu katkılı NiO (AK@NiO_15:Cu) fotokatalizörlerin fotokatalitik özelliklerinin incelenmesi

Sentezlenen AK@NiO_15 fotokatalizörün aktivitesini artırmak için AK@NiO_15 fotokatalizörü farklı konsantrasyonlarda bakır (Cu) ile katkılandırılmıştır. Cu konsantrasyonu yüzdelik olarak (%) 3, 5, (7,5) ve 10 olarak belirlenmiştir. Farklı Cu konsantrasyonunun etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler;

50 ppm metilen mavisi başlangıç konsantrasyonu, 22 ml çözelti hacmi ve 10 mg katalizör miktarı varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.6'de verilmiştir.

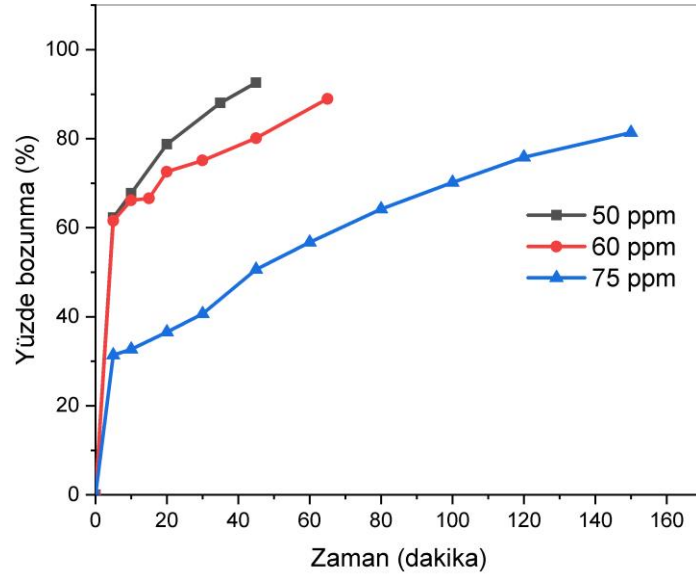


Şekil 4.6. Farklı Cu konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Cu fotokatalizörlere ait yüzde bozunma-zaman grafiği

AK@NiO_15 fotokatalizörü Cu ile katkılandırıldığında fotokatalitik aktivitesi artmıştır. Örneğin; 50 ppm metilen mavisi 10 mg AK@NiO_15 fotokatalizörü varlığında metilen mavisinin bozunması 65 dakika da % 91 iken AK@NiO_15:Cu(5%) fotokatalizörü varlığında ise 45 dakika da %92'dir. Bu durumun muhtemel nedeni; Cu'nun ortama katılmasıyla aktif bölge sayısının arttığı düşünülmektedir. Ayrıca Cu konsantrasyonu %5'den %10'a çıkarttırıldığında fotokatalitik bozunma aktivitesinin azaldığı görülmektedir. Bu durumun muhtemel nedeni; Cu konsantrasyonu %10 olduğunda Cu metalinin agregasyonu (topaklaşma) yavaş yavaş ortaya çıkması ve fotojenik yük taşıyıcılarının ayırma verimliliği düşerek fotokatalitik performansı kısıtlaması olarak düşünülmektedir. En iyi Cu konsantrasyonunun %5 (AK@NiO_15:Cu(%5)) olduğu tespit edilmiş ve diğer parametrelerin etkisi bu konsantrasyonda incelenmiştir.

Fotokatalitik bozunmada çözelti başlangıç konsantrasyonu önemli bir faktör olduğundan dolayı metilen mavisinin başlangıç konsantrasyonunun fotokatalitik bozunma üzerindeki etkisi incelenmiştir. AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörü

varlığında metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasına çözelti başlangıç konsantrasyonunun etkisini incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; 22 ml çözelti hacmi ve 10 mg katalizör miktarı varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.7’de verilmiştir.

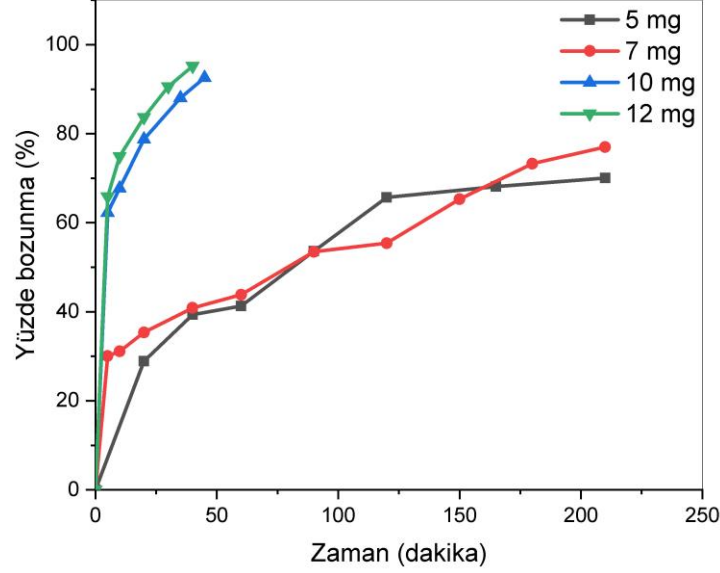


Şekil 4.7. Farklı boyar madde konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği

Metilen mavisinin başlangıç konsantrasyonu arttıkça fotokatalitik bozunma hızı azalmıştır. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunma değeri 50 ppm için 45 dakikada %92,6, 60 ppm için 65 dakikada %89 ve 75 ppm için ise 150 dakikada %81 olduğu belirlenmiştir. Metilen mavisi molekülleri ile OH⁻ radikali arasındaki reaksiyon sonucunda fotokatalitik bozunma gerçekleşmektedir. Bununla birlikte, boyar madde konsantrasyonundaki artış, fotokatalizörün aktivitesini azaltmaktadır. Bu durum, boyar madde molekülleri ve OH⁻ radikali arasındaki reaksiyonun inhibisyonundan kaynaklanmaktadır. Çünkü yüksek boyar madde konsantrasyonunda daha fazla boyar madde molekülü fotokatalizör yüzeyi üzerine adsorbe edileceğinden OH⁻ radikalinin oluşumu azalmaktadır.

Fotokatalizör miktarı da metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasını etkileyen önemli bir parametrelerinden birtanesidir. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasına katalizör miktarının etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; 50 ppm metilen mavisi başlangıç konsantrasyonu, 22 ml çözelti hacmi varlığında

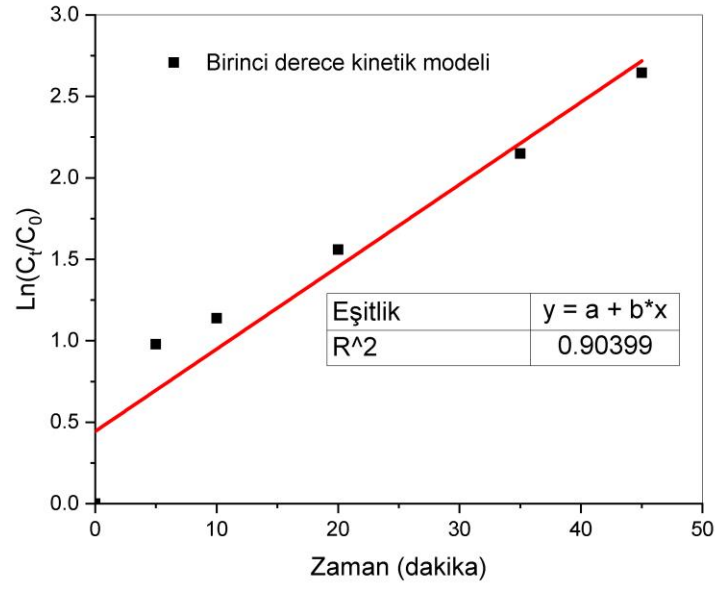
incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.8’de verilmiştir.



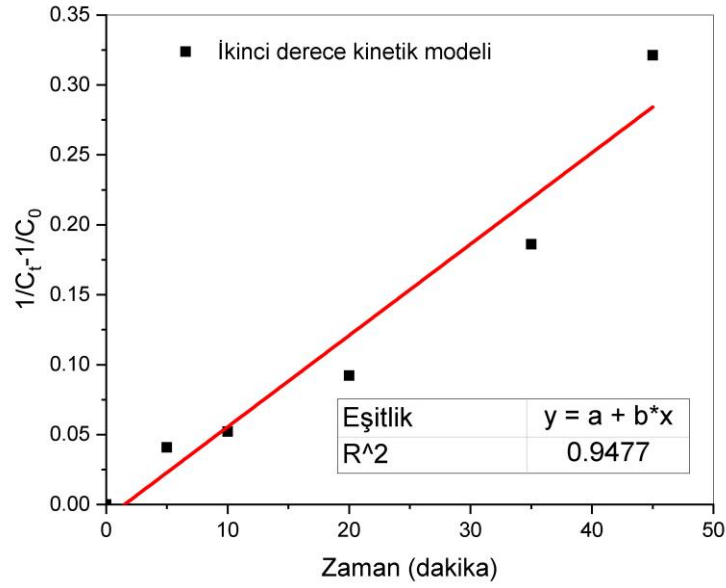
Şekil 4.8. Farklı fotokatalizör miktarı varlığında AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği

Şekil 4.8’den görüldüğü gibi metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasında fotokatalizör miktarı 5 mg’den 12 mg’e artırıldığında metilen mavisini fotokatalitik aktivite hızının arttığı gözlemlenmiştir. Örneğin, metilen mavisinin fotokatalitik bozunması 5 mg fotokatalizör için 210 dakikada %70 iken 12 mg fotokatalizör için 40 dakikada %95,2 olarak belirlenmiştir. Artan fotokatalizör miktarı sonucu hem metilen mavisini ile fotokatalizör arasındaki etkileşim teması hem de yüzey aktif bölge sayısı arttığından dolayı fotokatalitik bozunma artmıştır.

AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörü varlığında metilen mavisinin fotokatalitik bozunma kinetiği Eşitlik (4.1) ve Eşitlik (4.2)’de verilen birinci ve ikinci derece kinetik model ile incelenmiştir. Eşitlik (4.1) ve Eşitlik (4.2) kullanılarak elde edilen kinetik grafikleri sırasıyla Şekil 4.9a ve Şekil 4.9b’de gösterilmektedir.



Şekil 4.9a. AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörü için birinci derece kinetik modeli grafiği

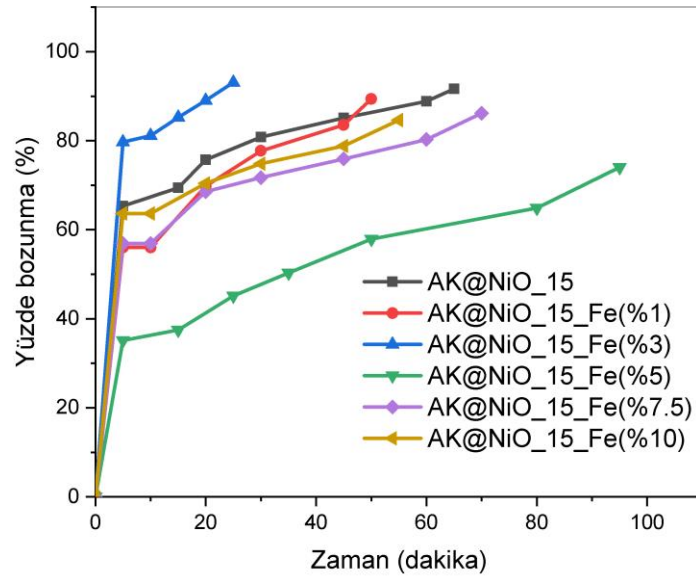


Şekil 4.9b. AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörü için ikinci derece kinetik modeli grafiği

Her iki şekilden görüldüğü gibi metilen mavisinin AK@NiO_15:Cu(%5) fotokatalizörü varlığında fotokatalitik bozunma kinetiği ikinci derecedendir. Bu sonuç metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasının zaman ve çözelti başlangıç konsantrasyonuna bağlı olduğu anlamına gelmektedir.

4.1.3. Farklı demir (Fe) konsantrasyonlarında aktif karbon destekli Fe katkı NiO (AK@NiO_15:Fe) fotokatalizörlerin fotokatalitik özelliklerinin incelenmesi

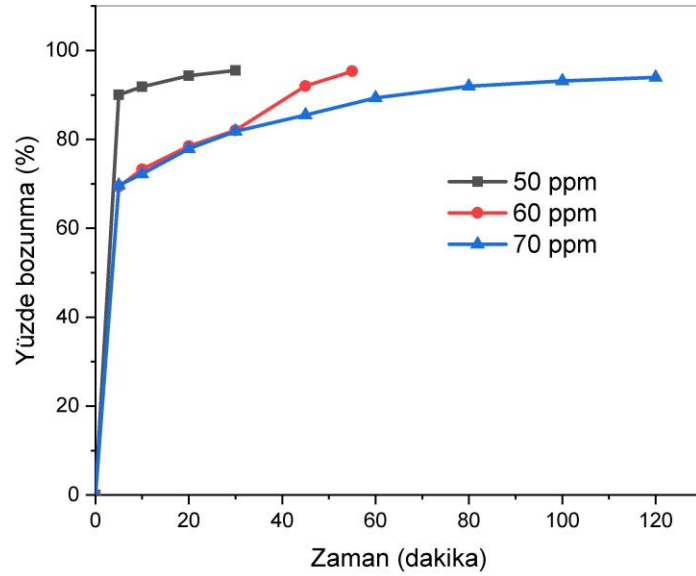
Sentezlenen AK@NiO_15 fotokatalizörün aktivitesini artırmak için AK@NiO_15 fotokatalizörü farklı konsantrasyonlarda demir (Fe) ile katkılandırılmıştır. Fe konsantrasyonu yüzdeler olarak (%) 1, 3, 5, (7,5) ve 10 olarak belirlenmiştir. Farklı Fe konsantrasyonunun etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; 50 ppm metilen mavisi başlangıç konsantrasyonu, 22 ml çözelti hacmi ve 10 mg katalizör miktarı varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.10'de verilmiştir.



Şekil 4.10. Farklı Fe konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Fe fotokatalizörlere ait yüzde bozunma-zaman grafiği

AK@NiO_15 fotokatalizörü Fe ile katkılandırıldığında fotokatalitik aktivitesi artmıştır. Örneğin; 50 ppm metilen mavisi 10 mg AK@NiO_15 fotokatalizörü varlığında metilen mavisinin bozunması 65 dakikada % 91 iken AK@NiO_15:Fe(%3) fotokatalizör varlığında ise 25 dakikada %93'dür. Bu durumun muhtemel nedeni ortamda bulunan Fe atomlarının neden olduğu kusurlardan kaynaklanmaktadır. Diğer bir nedeni ise demir metalinin fotokatalitik bozunmada hem delik hem de elektron tuzakları olarak işlev görebilmesidir. En iyi Fe konsantrasyonunun %3 (AK@NiO_15:Fe(%3)) olduğu tespit edilmiş ve diğer parametrelerin etkisi bu konsantrasyonda incelenmiştir.

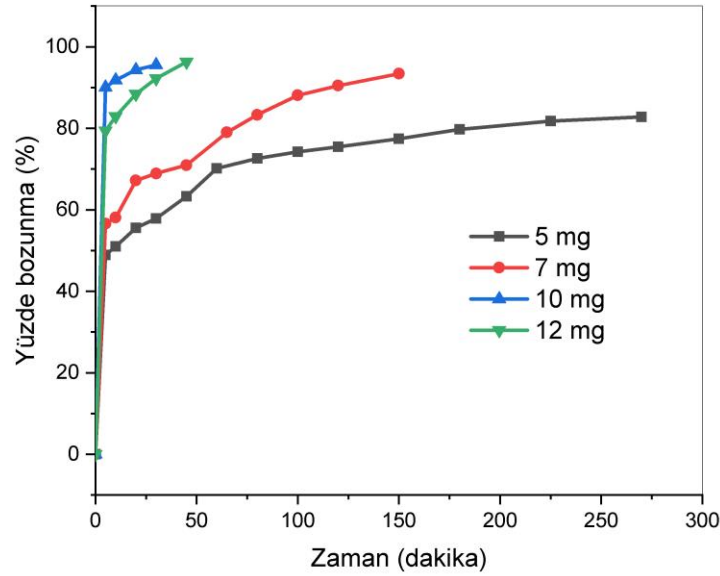
Metilen mavisinin başlangıç konsantrasyonunun fotokatalitik bozunma üzerindeki etkisi çalışmanın önemli bir yönüdür. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasına çözelti konsantrasyonunun etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; pH=8 ortamında, 22 ml çözelti hacmi ve 10 mg AK@NiO_15:Fe(%3) fotokatalizör miktarı varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.11’de verilmiştir.



Şekil 4.11. Farklı boyar madde konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Fe(%3) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği

Metilen mavisinin başlangıç konsantrasyonu arttıkça fotokatalitik bozunma hızı azalmıştır. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunması, 50 ppm için 30 dakikada %96, 60 ppm için 55 dakikada %95 ve 75 ppm için 120 dakikada %94 olduğu belirlenmiştir. Bu durumun muhtemel nedeni, çözelti başlangıç konsantrasyonu arttıkça fotonlar katalizör yüzeyine ulaşmadan önce kesilirler ve fotonların katalizör yüzeyine emilimi azalacağından dolayı metilen mavisinin fotokatalitik bozunma hızı da azalacağı düşünülmektedir. Boyar maddelerin fotodegradasyon hızı, fotokatalizör yüzeyi üzerinde OH⁻ radikalinin oluşma olasılığına bağlıdır. Böylece boyar madde konsantrasyonundaki artış, fotokatalizörün aktivitesini azaltmaktadır. Bu durumun temel nedeni ise boyar madde molekülleri ve OH⁻ radikali arasındaki reaksiyonun inhibisyonundan kaynaklanmaktadır.

Fotokatalizör miktarı da metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasını etkileyen önemli bir parametredir. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasına fotokatalizör miktarının etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; pH=8 ortamında, 50 ppm metilen mavisi başlangıç konsantrasyonu, 22 ml çözelti hacmi varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.12’de verilmiştir.

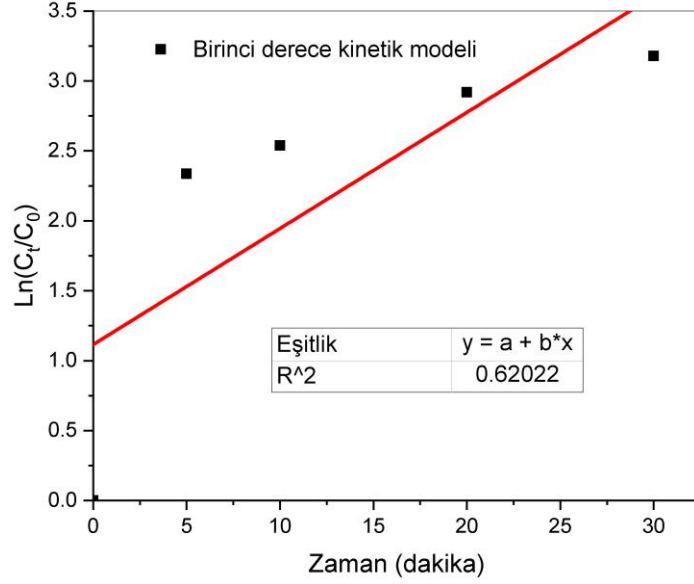


Şekil 4.12. Farklı fotokatalizör miktarı varlığında AK@NiO_15:Fe(%3) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği

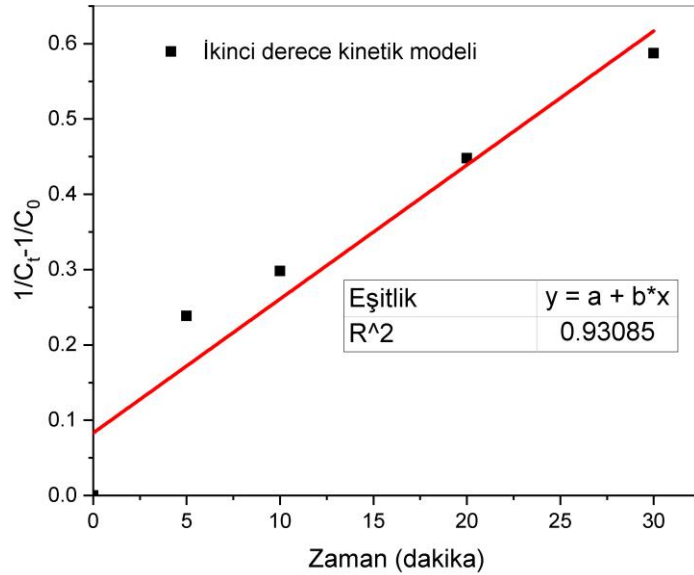
Metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasında fotokatalizör miktarı 5 mg'den 10 mg'e artırıldığında metilen mavisini fotokatalitik bozunma hızının arttığı ancak fotokatalizör miktarı 12 mg olduğunda ise fotokatalitik bozunma hızının azaldığı gözlemlenmiştir. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunması 5 mg için 270 dakikada %83, 10 mg için 30 dakikada %96 ve 12 mg için 45 dakikada %96 olduğu tespit edilmiştir. Artan fotokatalizör miktarıyla birlikte fotokatalizör yüzey alanı ve aktif bölge sayısı da arttığından dolayı metilen mavisinin fotokatalitik bozunma hızı artmaktadır. Ancak fotokatalizör miktarı çok fazla olduğunda ise UV ışığının penetrasyon derinliğini azalttığı ve gölgeleme etkisine neden olduğu bilinmektedir.

AK@NiO_15:Fe(%3) fotokatalizörü varlığında metilen mavisinin fotokatalitik bozunma kinetiği Eşitlik (4.1) ve Eşitlik (4.2)'de verilen birinci ve ikinci derece kinetik

model ile incelenmiştir. Eşitlik (4.1) ve Eşitlik (4.2) kullanılarak elde edilen kinetik grafikleri sırasıyla Şekil 4.13a ve Şekil 4.13b’de gösterilmektedir.



Şekil 4.13a. AK@NiO_15:Fe(%3) fotokatalizörü için birinci derece kinetik modeli grafiği



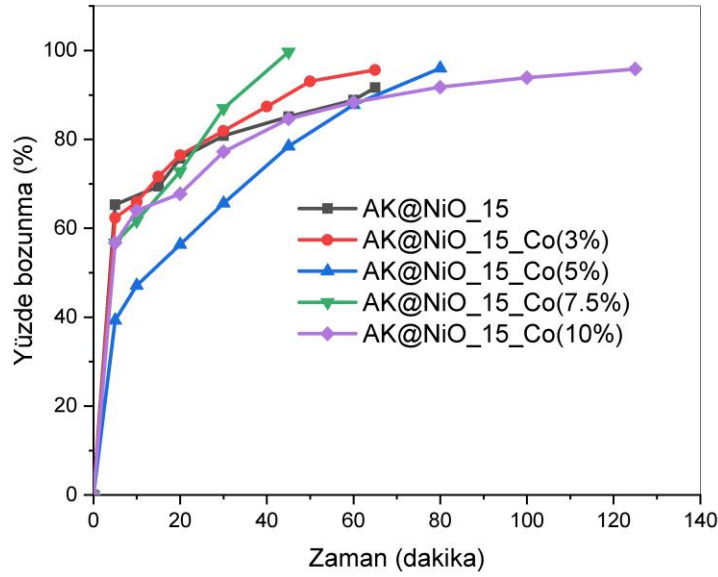
Şekil 4.13b. AK@NiO_15:Fe(%3) fotokatalizörü için ikinci derece kinetik modeli grafiği

Her iki şekilden görüldüğü gibi metilen mavisinin AK@NiO_15:Fe(%3) fotokatalizörü varlığında fotokatalitik bozunma kinetiği ikinci derecedendir. Bu sonuç

metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasının zaman ve çözelti başlangıç konsantrasyonuna bağlı olduğu anlamına gelmektedir.

4.1.4. Farklı kobalt (Co) konsantrasyonlarında aktif karbon destekli Co katkı NiO (AK@NiO_15:Co) fotokatalizörlerin fotokatalitik özelliklerinin incelenmesi

Sentezlenen AK@NiO_15 fotokatalizörün aktivitesini artırmak için AK@NiO_15 fotokatalizörü farklı konsantrasyonlarda kobalt (Co) ile katkılandırılmıştır. Co konsantrasyonu yüzdelik olarak (%) 3, 5, (7,5) ve 10 olarak belirlenmiştir. Farklı Co konsantrasyonunun etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; 50 ppm metilen mavisi başlangıç konsantrasyonu, 22 ml çözelti hacmi ve 10 mg katalizör miktarı varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.14’de verilmiştir.

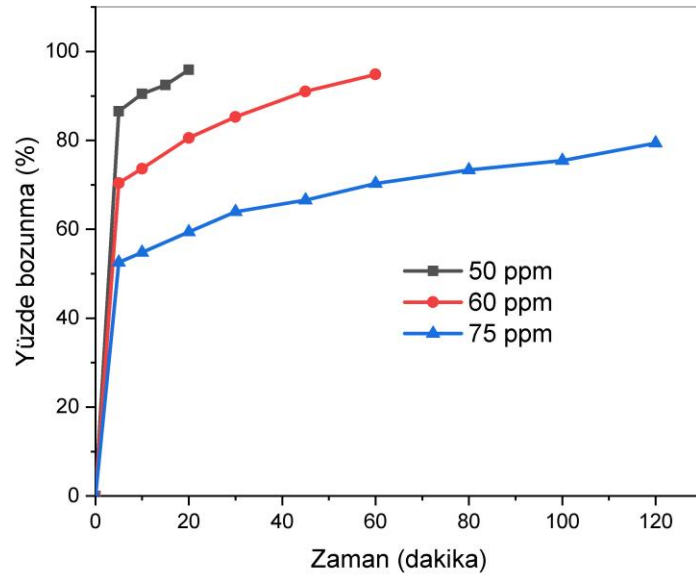


Şekil 4.14. Farklı Co konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Co fotokatalizörlere ait yüzde bozunma-zaman grafiği

Şekil 4.14’de görüldüğü gibi AK@NiO_15 fotokatalizörü Co ile katkılandırıldığında fotokatalitik aktivitesi artmıştır. Örneğin; 50 ppm metilen mavisi 10 mg AK@NiO_15 fotokatalizörü varlığında metilen mavisinin bozunması 65 dakika da % 91 iken AK@NiO_15:Co(%7,5) fotokatalizör varlığında ise 45 dakika da %99’dır. Bu durumun muhtemel nedeni; Co ortama katılmasıyla aktif bölge sayılarının artırıldığı düşünülmektedir. Şekil de görüldüğü gibi yüksek Co konsantrasyonu varlığında yüzde bozunmada bir azalış gözlemlenmiştir. Bu durumun muhtemel nedeni; Co

konsantrasyonu %10 olduğunda Co metalinin agregasyonu yavaş yavaş ortaya çıkacak ve fotojenik yük taşıyıcılarının ayırma verimliliği düşerek fotokatalitik performansı kısıtlayabileceği düşünülmektedir. En iyi Co konsantrasyonunun %7,5 olduğu tespit edilmiş ve diğer parametrelerin etkisi bu konsantrasyonda incelenmiştir.

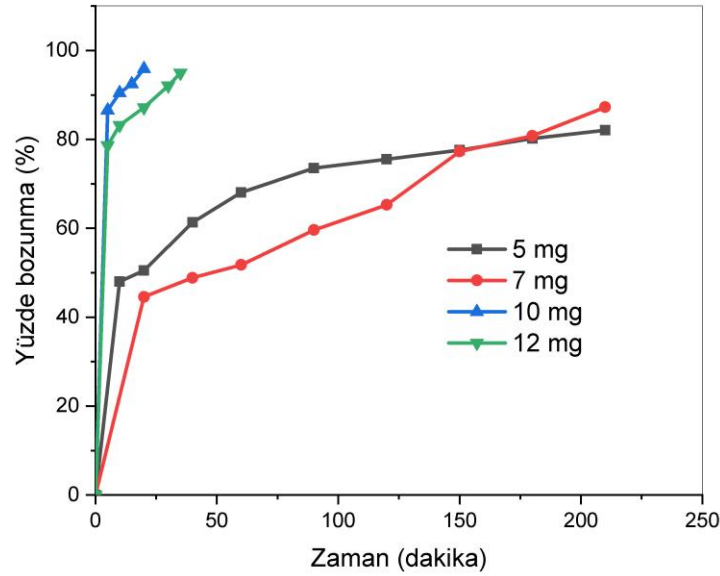
Metilen mavisinin başlangıç konsantrasyonunun fotokatalitik bozunma üzerindeki etkisi çalışmanın önemli bir yönüdür. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasına çözelti konsantrasyonunun etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; pH=8 ortamında, 22 ml çözelti hacmi ve 10 mg AK@NiO_15:Co(%7,5) fotokatalizör miktarı varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.15’de verilmiştir.



Şekil 4.15. Farklı boyar madde konsantrasyonlarında AK@NiO_15:Co(%7,5) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği

Metilen mavisinin başlangıç konsantrasyonu arttıkça fotokatalitik bozunma hızı azalmıştır. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunması; başlangıç konsantrasyonu 50 ppm için 20 dakikada %95, 60 ppm için 60 dakikada %94 ve 75 ppm için 120 dakikada %79 olduğu belirlenmiştir. Bu durumun muhtemel nedeni; çözelti başlangıç konsantrasyonu arttıkça fotonlar katalizör yüzeyine ulaşmadan önce kesilirler ve fotonların katalizör yüzeyine emilimi azalacağından dolayı metilen mavisinin fotokatalitik bozunma hızının da azalacağı düşünülmektedir.

Katalizör miktarı da metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasını etkileyen önemli bir parametredir. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasına katalizör miktarının etkisinin incelenmesinde deney ortamında kullanılan parametreler; pH=8 ortamında, 50 ppm metilen mavisi başlangıç konsantrasyonu, 22 ml çözelti hacmi varlığında incelenmiş ve metilen mavisinin yüzde bozunmasının zaman ile değişimi Şekil 4.16’de verilmiştir.

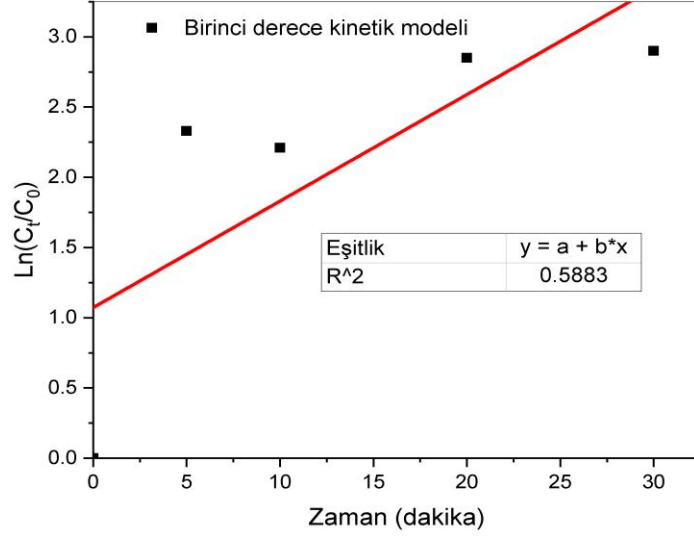


Şekil 4.16. Farklı fotokatalizör miktarı varlığında AK@NiO_15:Co(%7,5) fotokatalizörüne ait yüzde bozunma-zaman grafiği

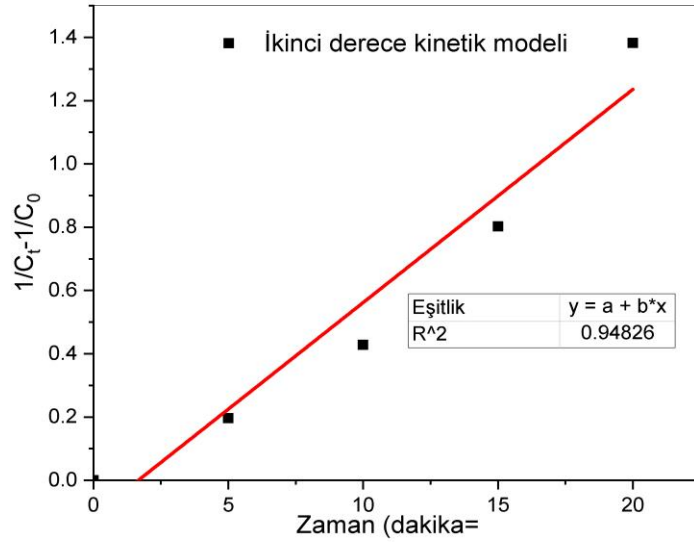
Metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasında fotokatalizör miktarı 5 mg'den 10 mg'e artırıldığında fotokatalitik bozunma hızının arttığı fakat fotokatalizör miktarı 12 mg olduğunda ise azaldığı gözlemlenmiştir. Metilen mavisinin fotokatalitik bozunması, 5 mg fotokatalizör için 210 dakikada %82, 10 mg fotokatalizör için 20 dakikada %95 ve 12 mg fotokatalizör için 35 dakikada %95 olduğu tespit edilmiştir. Artan katalizör miktarıyla birlikte katalizör yüzey alanı ve aktif bölge sayısı da arttığından dolayı metilen mavisinin fotokatalitik bozunma hızı da artmaktadır. Ancak fotokatalizör miktarının çok fazla olduğunda ise UV ışığının penetrasyon derinliğini azalttığı ve gölgeleme etkisine neden olduğu gözlemlenmiştir.

AK@NiO_15:Co(%7,5) fotokatalizörü varlığında metilen mavisinin fotokatalitik bozunma kinetiği Eşitlik (4.1) ve Eşitlik (4.2)'de verilen birinci ve ikinci

derece kinetik model ile incelenmiştir. Eşitlik (4.1) ve Eşitlik (4.2) kullanılarak elde edilen kinetik grafikleri sırasıyla Şekil 4.17a ve Şekil 4.17b’de gösterilmektedir.



Şekil 4.17a. AK@NiO₁₅:Co(%7,5) fotokatalizörü için birinci derece kinetik modeli grafiği



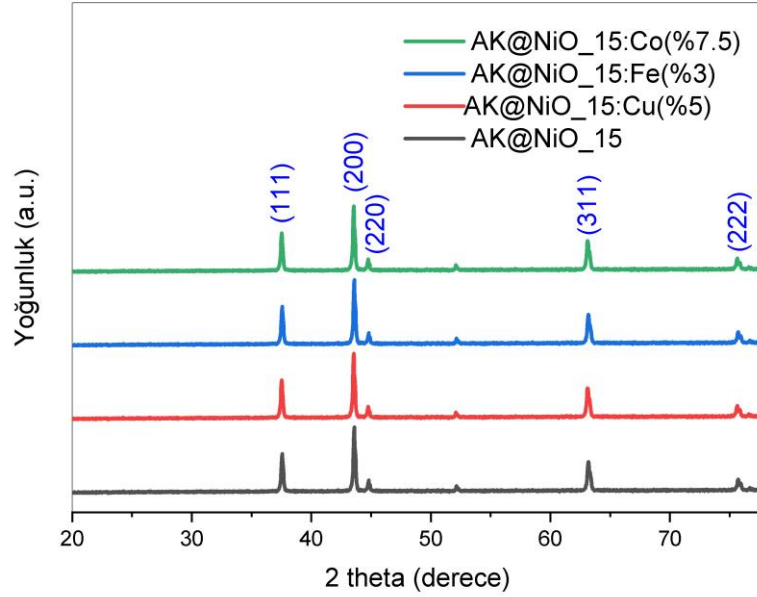
Şekil 4.17b. AK@NiO₁₅:Co(%7,5) fotokatalizörü için ikinci derece kinetik modeli grafiği

Her iki şekilden görüldüğü gibi metilen mavisinin AK@NiO₁₅:Co(%7,5) fotokatalizörü varlığında fotokatalitik bozunma kinetiği ikinci derecedendir. Bu sonuç metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasının zaman ve çözelti başlangıç konsantrasyonuna bağlı olduğu anlamına gelmektedir.

4.2. En İyi Fotokatalitik Aktiviteye Sahip Fotokatalizörlerin Karakterizasyonu

4.2.1. X-ışını kırınımı (XRD)

XRD ölçümleri yapılarak en iyi fotokatalitik aktiviteye sahip olan fotokatalizörlerin yapısal özellikleri incelenmiştir. Dört fotokatalizör için elde edilen XRD desenleri Şekil 4.18’de gösterilmektedir.

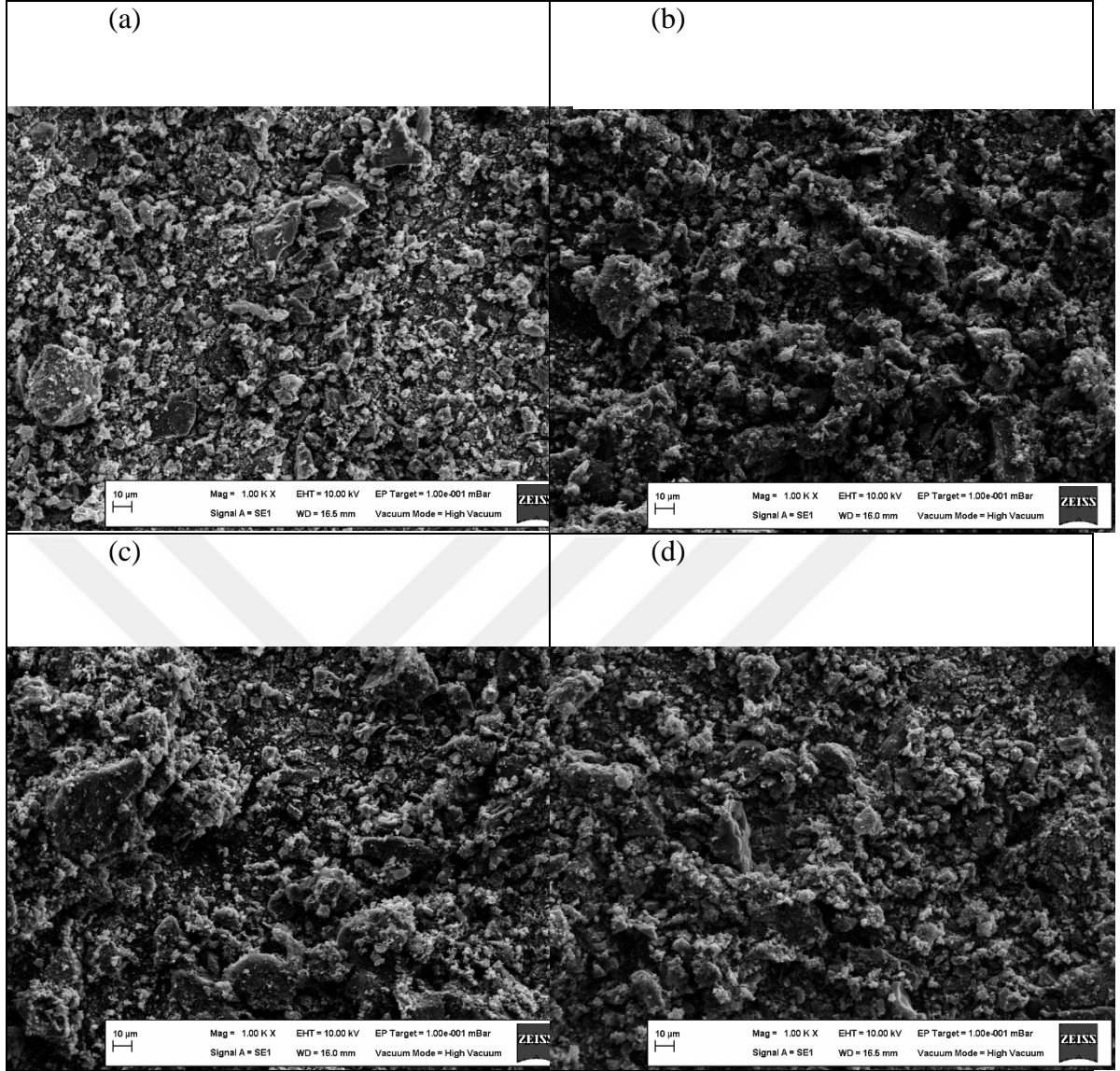


Şekil 4.18. AK@NiO₁₅, AK@NiO₁₅:Cu(%5), AK@NiO₁₅:Fe(%3) ve AK@NiO₁₅:Co(%7,5) fotokatalizörlere ait XRD desenleri

Elde edilen düzlemler ((111), (200), (220), (311) ve (222)) NiO'nun altıgen yapısıyla (uzay grubu: P63mc) ilişkilendirilebilir. Dört örneğin kırınım modellerinde istenmeyen safsızlık modeli gözlenmemiştir. Bu durum dört numunenin saf fazda sentezlendiğinin bir göstergesidir. Eşitlik (3.2)'te verilen Debye-Scherrer formülü kullanılarak sentezlenen dört fotokatalizörün kristalit boyutları yaklaşık olarak 14 nm olduğu hesaplanmıştır. Bu sayısal veri fotokatalizörlerin nanoboyutta sentezlendiğinin bir göstergesi olarak kabul edilebilir.

4.2.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

SEM ölçümleri yapılarak en iyi fotokatalitik aktiviteye sahip olan dört fotokatalizörlerin morfolojik (biçimsel) özellikleri hakkında bilgi sahibi olunmuştur. Dört fotokatalizörlere ait SEM görüntüleri Şekil 4.19 (a-d)'da gösterilmektedir.

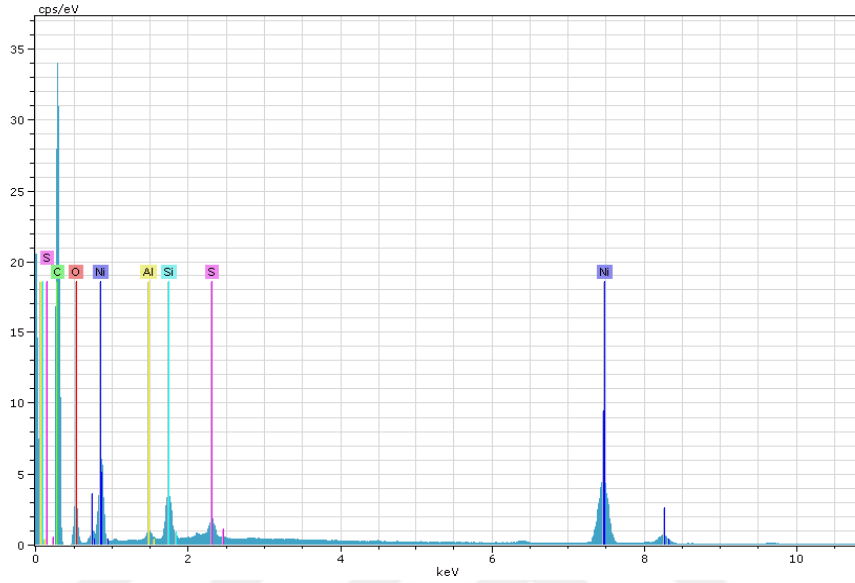


Şekil 4.19. SEM görüntüleri (a) AK@NiO₁₅, (b) AK@NiO₁₅:Cu(5), (c) AK@NiO₁₅:Fe(3), (d) AK@NiO₁₅:Co(7,5)

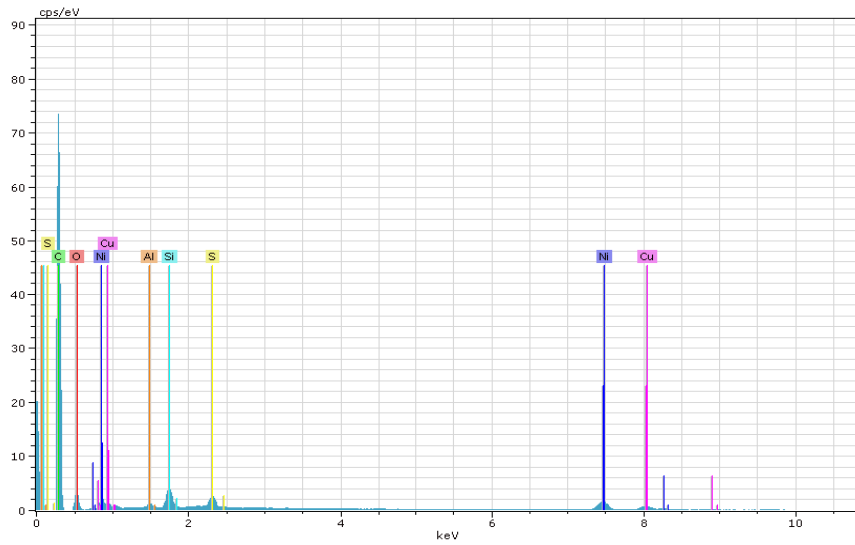
Görüntülerden, dört fotokatalizöründe yüksek oranda topaklandığı açıkça görülmektedir. Topaklanma olmasına rağmen dört görüntüde de küçük parçacıkların var olduğu gözlemlenmiştir. SEM görüntülerinde, daha küçük boyutta rastgele dağılmış taneler ve homojen küresel şekilli parçacıkların olduğu görülmektedir. Görüntülerden yola çıkarak ortalama kristal boyutunun 16,3 nm olarak olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuç XRD verileri kullanılarak hesaplanan kristalit boyut değeri hemen hemen örtüşmektedir.

4.2.3. Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX)

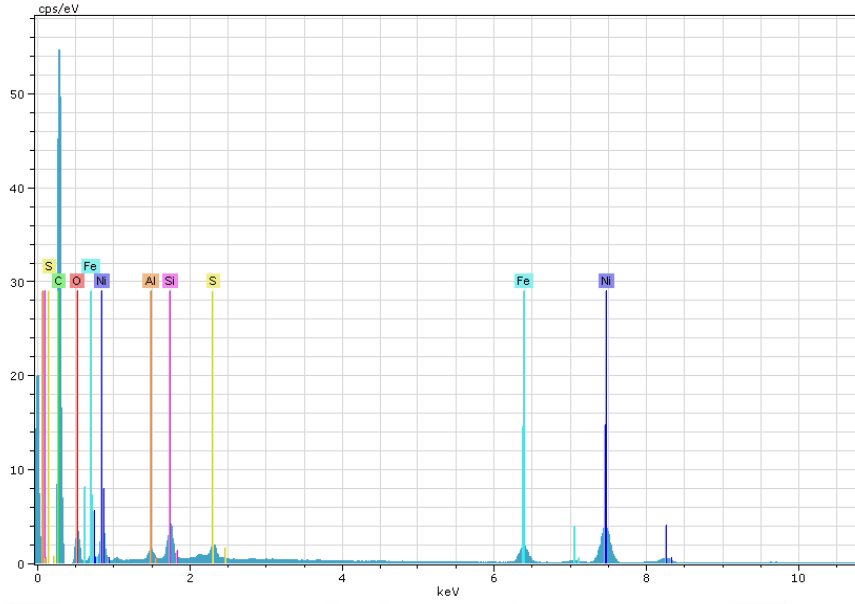
EDX ölçümleri yapılarak en iyi fotokatalitik aktiviteye sahip olan dört fotokatalizörlerin elementsel özellikleri irdelenmiştir. Dört fotokatalizörlere ait EDX spektrumları Şekil 20 (a-d)'de gösterilmektedir.



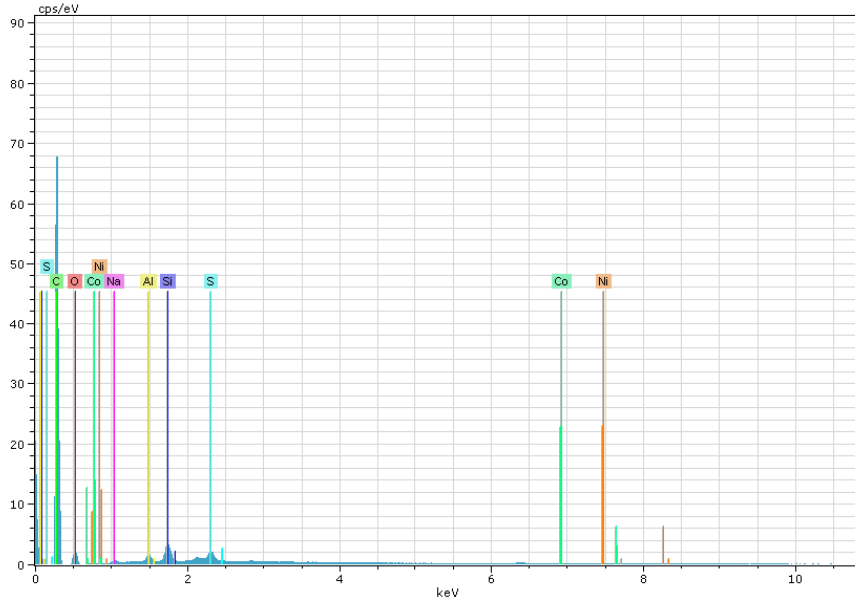
Şekil 4.20. (a) AK@NiO_15 fotokatalizörüne ait EDX spektrumu



Şekil 4.20. (b) AK@NiO_15_Cu(5%) fotokatalizörüne ait EDX spektrumu



Şekil 4.20. (c) AK@NiO₁₅_Fe(%3) fotokatalizörüne ait EDX spektrumu

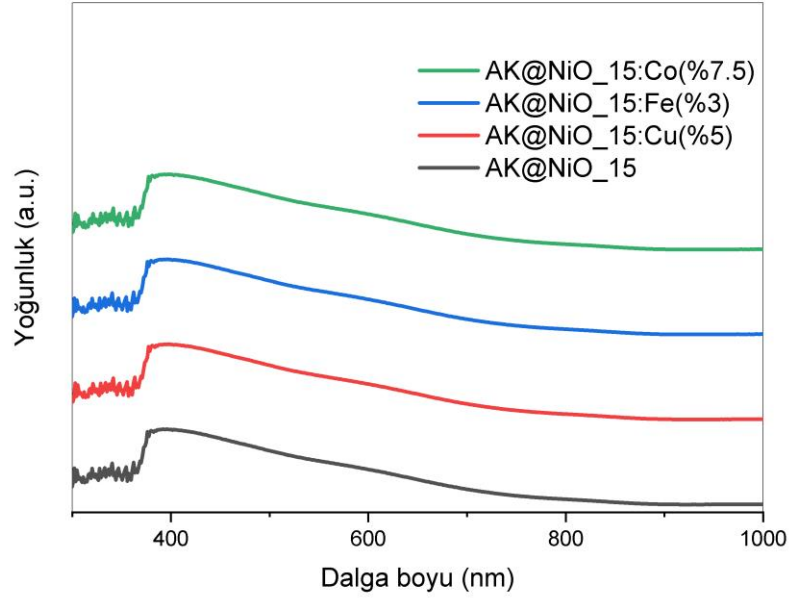


Şekil 4.20. (d) AK@NiO₁₅_Co(%7,5) fotokatalizörüne ait EDX spektrumu

Dört şekilden de görüleceği gibi C, Ni, O, Cu, Fe ve Co metallere varlığının tespit edilmesi bu fotokatalizörlerin başarılı bir şekilde sentezlendiğinin bir göstergesidir.

4.2.4. UV-Vis spektroskopisi

En iyi fotokatalitik aktiviteye sahip olan dört fotokatalizörlerin enerji bant aralığının tespit edilebilmesi için UV-Vis spektroskopisi ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Dört fotokatalizör için elde edilen yoğunluk-dalga boyu grafikleri Şekil 4.21’de gösterilmektedir.



Şekil 4.21. AK@NiO₁₅, AK@NiO₁₅:Cu(5%), AK@NiO₁₅:Fe(3%) ve AK@NiO₁₅:Co(7,5) fotokatalizörlere ait yoğunluk-dalga boyu grafikleri

Şekilden de görüleceği gibi, AK@NiO₁₅:Cu(5%), AK@NiO₁₅:Fe(3%) ve AK@NiO₁₅:Co(7,5) fotokatalizörlerin dalga boyunun AK@NiO₁₅ fotokatalizörüne kıyasla daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum katkıli fotokatalizörlerin enerji bant aralığının katkısız fotokatalizöre kıyasla daha dar olacağının bir göstergesidir. Enerji bant aralığındaki bu düşüşün temel nedeni katkıli metallerin (Cu, Fe ve Co) iyonik yarıçapının Ni metalinin yarıçapından daha küçük olmasıdır. Böylece katkı metalleri kolayca ev sahibi yarı iletken olan NiO içerisine katılana bilmektedir. AK@NiO₁₅, AK@NiO₁₅:Cu(5%), AK@NiO₁₅:Fe(3%) ve AK@NiO₁₅:Co(7,5) fotokatalizörleri için elde edilen enerji bant aralıkları sırasıyla 3,12 eV, 3,08 eV, 3,04 eV ve 3,09 eV'di.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Tezimde, katkısız ve katkılı (Cu, Fe, Co) aktif karbon destekli NiO (AK@NiO) fotokatalizörler kimyasal çöktürme tekniği kullanılarak sentezlendi. Mevcut tezimizde ilk bölümünde farklı NiO konsantrasyonlarda aktif karbon destekli NiO fotokatalizörlerin varlığında metilen mavisi boyar maddenin fotokatalitik bozunması deneyleri gerçekleştirildi. Yapılan deneyler sonucunda aktif karbon destekli NiO fotokatalizörlerin yüzdelik fotokatalitik bozunma verimliliğinin hem saf aktif karbona hem de saf NiO'ye kıyasla daha yüksek çıktığı gözlemlendi. Böylece aktif karbon destekli NiO fotokatalizörlerin metilen mavisinin fotokatalitik bozunmasında saf malzemelere kıyasla daha aktif olduğu kanısına varılmıştır. Bu deneyler sonucunda en aktif fotokatalizörün NiO konsantrasyonu %15 (AK@NiO_15) olarak belirlendi. Tezimizin diğer ikinci, üçüncü ve dördüncü bölümlerinde AK@NiO_15 fotokatalizörü farklı metallerle (Cu, Fe, Co) katkılanarak mevcut olan AK@NiO_15 fotokatalizörün fotokatalitik bozunma aktivitesi üzerindeki etkisi incelendi. Elde edilen sonuçlar gösterdi ki katkılama işlemi sonucunda hem AK@NiO_15 fotokatalizörün fotokatalitik bozunma aktivitesi arttı hem de metilen mavisinin fotokatalitik bozunma işlemi daha kısa zamanda tamamlandı. Böylece tezimizin amacına varılmış olundu. Tezimizin son bölümünde en iyi fotokatalitik bozunma aktivitesine sahip olan fotokatalizörler yapısal, morfolojik ve optiksel olarak incelendi. Yapısal olarak katkılanmaya rağmen NiO'in hegzagonal yapısının bozulmadığı gözlemlendi. Bu sonuç, herhangi bir safsızlık oluşmadan katkısız ve katkılı aktif karbon destekli NiO fotokatalizörlerin sentezlendiğini göstermektedir. Ayrıca elden XRD desenleri kullanılarak fotokatalizörlere ait ortalama kristalit boyutunun 14 nm olduğu verilen Eşitlik (3.2) yardımıyla bulundu. Morfolojik olarak fotokatalizörler incelendiğinde topaklaşmanın varlığı göze çarpmasına rağmen nanonboyutta parçacıkların da varlığı dikkat çekmiştir. SEM görüntülerden yola çıkarak fotokatalizörlerin kristalit boyutları 16,3 nm olarak bulunmuş olup bu değer XRD ölçümleri elde edilen değere yakın olduğu tespit edilmiştir. Sentezlenme işleminin başarılı bir şekilde yapılabildiğinin anlaşılması için uygulanan ölçümlerden bir tanesi olan EDX ölçümü sayesinde istenilen tüm elementlerin (C, Ni, O, Cu, Fe, Co) varlığı gözlemlenmiştir. Son olarak UV-Vis spektroskopisi yardımıyla AK@NiO_15, AK@NiO_15, AK@NiO_15:Cu(%5), AK@NiO_15:Fe(%3), ve

AK@NiO₁₅:Co(%7,5) fotokatalizörlerin enerji bant aralıkları sırasıyla 3,12 eV, 3,08 eV, 3,04 eV ve 3,09 eV olarak tespit edildi.

5.2. Öneriler

Birçok farklı çalışmada farklı yarıiletken bazlı fotokatalizörler kullanılarak metilen mavisi gibi boyar maddelerin fotokatalitik bozunması gerçekleştirilmiş bu alanda bilimsel katkılar yapılmıştır. Tezimizin temel amacı daha önce denenmemiş olan katkısız ve katkılı aktif karbon destekli NiO fotokatalizörler sentezleyerek bu fotokatalizörlerin boyar madde gideriminde etkin bir rol oynayabileceklerini göstermektir. Elde edilen sonuçlar mevcut fotokatalizörlerimizin boyar madde (özellikle metilen mavisi) gideriminde kayda değer bir fotokatalitik aktiviteye sahip olduğunu gözlemledik. Böylece, özellikle sentezlenmesi kolay ve ucuz olan aktif karbon destekli saf ve katkılı NiO yarıiletken fotokatalizörlerin boyar madde giderimde gelecekte katma değeri yüksek ve umut verici bir malzeme olabileceği kanaatindeyiz.

6. KAYNAKLAR

- Akbaş, A. M., 2015. Çinko-Oksit (Zno) İnce Filmlerin Sentezlenmesi ve Fotovoltaik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 30-31
- Arslan, D., Acaröz, U., Arif, O., Arslan, H. O., 2011. Nanotechnology and Silver Nanoparticles, *Animal Studies & Veterinary Medicine*, 1(5), 12-13.
- Ateş, H., 2015. Nano Parçacıklar ve Nano Teller, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 3(1), 437-442.
- Aydın, C., 2010. Metal Oksit Katkılı Yarı İletken Malzemelerin Üretilmesi ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Elazığ, 20-22
- Aydın, Y., Aksoy, N. D., Karataş, E., Yeşiladalı, B., 2015. Aktif Karbon-Polivinil Alkol Kompozit Kürecikleri ile Sentetik Atıksudan Cr (VI) Giderimi, *Anadolu Üniversitesi Bilim Ve Teknoloji Dergisi A-Uygulamalı Bilimler Ve Mühendislik*, 16(2), 97-105.
- Ba-Abbad, M. M., Chai, P. V., Takriff, M. S., Benamor, A., Mohammad, A. W., 2015. Optimization of Nickel Oxide Nanoparticle Synthesis Through the Sol-Gel Method Using Box-Behnken Design, *Materials & Design*, 86, 948-956.
- Beach, E. R., Shqau, K., Brown, S. E., Rozeveld, S. J., Morris, P. A., 2009. Solvothermal Synthesis of Crystalline Nickel Oxide Nanoparticle, *Materials Chemistry And Physics*, 115(1), 371-377.
- Biju, V. and Khadar, M. A., 2002. Electronic Structure of Nanostructured Nickel Oxide Using Ni 2p XPS Analysis, *Journal Of Nanoparticle Research*, 4(3), 247-253.
- Bilecka, I., Djerdj, I., Niederberger, M., 2008. One-minute Synthesis of Crystalline Binary and Ternary Metal Oxide Nanoparticles, *Chemical Communications*, 7, 886-888.
- Chen D. H. and He, X. R., 2001. Synthesis of Nickel Ferrite Nanoparticles by Sol-Gel Method, *Materials Research Bulletin*, 36(7-8), 1369-1377.
- Christy, A. J. and Umadevi, M., 2013. Novel Combustion Method to Prepare Octohedral NiO Nanoparticles and its Photocatalytic Activity, *Materials Research Bulletin*, 48(10), 4248-4254.
- Çelik, Ö., 2009. Kobalt Katkılandırılmış ZnO Yarıiletken Malzemelerin Üretimi ve Elektriksel Özelliklerinin Araştırılması, Doktora Tezi, *Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Elazığ, 11-14.
- Dharmaraj, N., Prabu, P., Nagarajan, S., Kim, C. H., Park, J. H., Kim, H. Y., 2006. Synthesis of Nickel Oxide Nanoparticles Using Nickel Acetate and Poly (Vinyl Acetate) Precursor, *Materials Science And Engineering: B*, 128(1-3), 111-114.
- El-Kemary, M., Nagy, N., El-Mehasseb, I., 2013. Nickel Oxide Nanoparticles: Synthesis and Spectral Studies of Interactions with Glucose, *Materials Science in Semiconductor Processing*, 16(6), 1747-1752.
- Esen, B., 2011. Hidrotermal Yöntemle Sentezlenen Nano Metal Oksitlerin Fookatalitik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 7-30.
- Forgacs., Cserhati, T., Oros, G., 2004. Removal Of Synthetic Dyes From Wastewaters: A Review, *Environment International*, 30(7), 953-971.

- Gerçel, Ö. ve Seydioğlu, G., 2015. Kiraz Çekirdeğinden Granül Aktif Karbon Üretimi, *Anadolu Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi A-Uygulamalı Bilimler ve Mühendislik*, 16(2), 189-193.
- Gondal, M. A., Saleh, T. A., Drmsh, Q. A., 2012. Synthesis of Nickel Oxide Nanoparticles Using Pulsed Laser Ablation in Liquids and Their Optical Characterization, *Applied Surface Science*, 258(18), 6982-6986.
- Goswami, N. and Sharma, D. K., 2010. Structural and Optical Properties of Unannealed and Annealed ZnO Nanoparticles Prepared by A Chemical Precipitation Technique, *Physica E: Low-dimensional Systems And Nanostructures*, 42(5), 1675-1682.
- Gündağ, P., 2017. Fotolitik ve İnce Film Tabanlı Fotokatalitik Yöntemler ile Parasetamol Giderimi, Yüksek Lisans Tezi, *Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekirdağ, 10-30.
- Güngör, C., 2010. Üzüm Küspesinden Aktif Karbon Üretimi ve Bakır Gideriminde Kullanılması, Yüksek Lisans Tezi, *Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Eskişehir, 3-22.
- Gürmen, S., Stopic, S., Friedrich, B., 2006. Synthesis Of Nanosized Spherical Cobalt Powder By Ultrasonic Spray Pyrolysis, *Materials Research Bulletin*, 41(10), 1882-1890.
- Gürmen, S. ve Ebin, B., 2008. Nanopartiküller ve Üretim Yöntemleri-1, *Metalurji Dergisi*, 150, 31-38.
- Hayashi, H. and Hakuta, Y., 2010. Hydrothermal Synthesis of Metal Oxide Nanoparticles in Supercritical Water, *Materials*, 3(7), 3794-3817.
- Hayat, K., Gondal, M., Khaled, M. M., Ahmed, S., 2011. Effect of Operational Key Parameters on Photocatalytic Degradation of Phenol Using Nano Nickel Oxide Synthesized By Sol-Gel Method, *Journal Of Molecular Catalysis A: Chemical*, 336(1-2), 64-71.
- Hosny, N. M., 2011. Synthesis, Characterization and Optical Band Gap of NiO Nanoparticles Derived from Anthranilic Acid Precursors via A Thermal Decomposition Route, *Polyhedron*, 30(3), 470-476.
- Hu, C., Chu, K., Zhao, Y., Teoh, W. Y., 2014. Efficient Photoelectrochemical Water Splitting Over Anodized P-Type Nio Porous Films, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 6(21), 18558-18568.
- Karaca, E., Durmaz, B., Altug, H., Yıldız, T., Guducu, C., Irgi, M., Koksall, M. G. C., Ozkinay, F., Gunduz, C., Cogulu, O., 2012. The Genotoxic Effect of Radiofrequency Waves on Mouse Brain, *Journal Of Neuro-Oncology*, 106(1), 53-58.
- Karacan, F. ve Karacan, S., 2014. KOH Ve ZnCl₂ Aktivasyonu İle Çanakkale-Çan Linyitinden Aktif Karbon Üretimi ve Karakterizasyonu, *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 20(1), 1-8.
- Khaydarov, R. A., Khaydarov, R. R., Gapurova, O., Estrin, Y., Scheper, T., 2009. Electrochemical Method for The Synthesis Of Silver Nanoparticles, *Journal Of Nanoparticle Research*, 11(5), 1193-1200.
- Kumar, A., Rajini, A., Venkatathri, N., 2017. Synthesis And Characterization Of Magnetically Separable Porous Titanium Silicate Nanocomposite Catalyst For Environmental Applications, *Materials Today : Proceedings*, 4(1), 19-24.
- Kuz, P., 2017. Nişasta Bazlı Biyoplastik Malzemeler, Yüksek Lisans Tezi, *Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekirdağ, 9-10.

- Küçükgül, E. Y., 2004. Ticari Aktif Karbon Üretimi Ve Özelliklerinin Belirlenmesi, *Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fen Ve Mühendislik Dergisi*, 6(3), 41-56.
- Küyüköğlü, M., 2017. Bazı Geçişmetal Katyonlarının Nitrat, Sülfat, Asetat ve Klorürlü Bileşiklerinin Askorbik Asit İle İndirgenerek Nano Boyutta Sentezi ve Yapısal Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, *Hitit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Çorum, 3-4.
- Liu, K. C. and Anderson, M. A., 1996. Porous Nickel Oxide/Nickel Films For Electrochemical Capacitors, *Journal Of The Electrochemical Society*, 143(1), 124-130.
- Mohammadyani, D., Hosseini, S. A., Sadrnezhad, S. K., 2012. Characterization Of Nickel Oxide Nanoparticles Synthesized Via Rapid Microwave-Assisted Route. *Paper Presented At The International Journal Of Modern Physics: Conference Series*, Osaka City University, Japan, 270-276.
- Motahari, F., Mozdianfard, M. R., Soofivand, F., Salavati-Niasari, M., 2014. NiO Nanostructures: Synthesis, Characterization And Photocatalyst Application in Dye Wastewater Treatment, *Rsc Advances*, 4(53), 27654-27660.
- Murat, S., 2007. Aktif Karbon İle Sulu Çözeltilerden Nikel Gideriminde Kolon Çalışmaları, Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 3-11.
- Ohnishi, H., Matsumura, M., Tsubomura, H., Iwasaki, M., 1989. Bleaching Of Lignin Solution By A Photocatalyzed Reaction On Semiconductor Photocatalysts, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 28(6), 719-724.
- Örün, H., 2018. MnO Nanopartiküllerinin Sentezi, Karakterizasyonu Ve Fotokatalitik Proseste Uygulaması, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya, 3-26.
- Palgrave, R. G. and Parkin, I. P., 2006. Aerosol Assisted Chemical Vapor Deposition Using Nanoparticle Precursors: A Route To Nanocomposite Thin Films, *Journal Of The American Chemical Society*, 128(5), 1587-1597.
- Puma, G. L., Bono, A., Krishnaiah, D., Collin, J. G., 2008. Preparation Of Titanium Dioxide Photocatalyst Loaded Onto Activated Carbon Support Using Chemical Vapor Deposition: A Review Paper, *Journal Of Hazardous Materials*, 157(2-3), 209-219.
- Puzyn, T., Rasulev, B., Gajewicz, A., Hu, X., Dasari, T. P., Michalkova, A., Hwang, H. M., Toropov, A., Leszczynska, D., Leszczynski, J., 2011. Using Nano-QSAR To Predict The Cytotoxicity Of Metal Oxide Nanoparticles, *Nature Nanotechnology*, 6(3), 175.
- Ren G., Hu, D., Cheng, E. W. C., Vargas-Reus, M. A., Reip, P., Allaker, R.P., 2009. Characterisation Of Copper Oxide Nanoparticles For Antimicrobial Applications, *International Journal Of Antimicrobial Agents*, 33(6), 587-590.
- Ren, L., Zeng, Y. P., Jiang, D., 2010. The Improved Photocatalytic Properties Of P-Type NiO Loaded Porous TiO₂ Sheets Prepared Via Freze Tape-Casting, *Solid State Sciences*, 12(1),138-143.
- Saikia, J. P., Paul, S., Konwar, B. K., Samdarshi, S. K., 2010. Nickel Oxide Nanoparticles: A Novel Antioxidant, *Colloids And Surfaces B: Biointerfaces*, 78(1), 146-148.
- Salavati-Niasari, M., Davar, F., Fereshteh, Z., 2010. Synthesis Nickel And Nickel Oxide Nanoparticles Via Heat-Treatment Of Simple Octanoate Precursor, *Journal Of Alloys And Compounds*, 494(1-2), 410-414.

- Sarıbel, M., 2017. SnO Nanopartiküllerinin Sentezi, Karakterizasyonu Ve Fotokatalitik Aktivitesinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya, 10-30.
- Sato, H., Minami, T., Takata, S., Yamada, T., 1993. Transparent Conducting P-Type NiO Thin Films Prepared By Magnetron Sputtering, *Thin Solid Films*, 236(1-2), 27-31.
- Sobana, N. and Swaminathan, M., 2007. Combination Effect Of ZnO And Activated Carbon For Solar Assisted Photocatalytic Degredation Of Direct Blue 53, *Solar Energy Materials And Solar Cells*, 91(8), 727-734.
- Song, X. and Gao, L., 2008. Facile Synthesis And Hierarchical Assembly Of Hollow Nickel Oxide Architectures Bearing Enhanced Photocatalytic Properties, *The Journal Of Physical Chemistry C*, 112(39), 15299-15305.
- Sönmezoğlu, S., Koç, M., Akın, S., 2012. İnce Film Üretim Teknikleri, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 28(5), 389-404.
- Şamdan, C. A., 2013. Kabak Çekirdeği Kabuğundan Kimyasal Aktivasyonla Aktif Karbon Üretimi Boya Ve Ağır Metal Gideriminde Değerlendirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Eskişehir, 14-37.
- Tadic, M., Nikolic, D., Panjan, M., Blake, G. R., 2015. Magnetic Properties Of NiO (Nickel Oxide) Nanoparticles: Blocking Temperature And Neel Temperature, *Journal Of Alloys And Compounds*, 647, 1061-1068.
- Tanyıldızı, A., 2016. Tekstil Boyar Maddelerin Fotokatalitik Degredasyon İle Giderimi, Yüksek Lisans Tezi, *Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Elazığ, 32-51.
- Tao, D. And Wei, F., 2004. New Procedure Towards Size-Homogeneous And Well-Dispersed Nickel Oxide Nanoparticles Of 30 nm, *Materials Letters*, 58(25), 3226-3228.
- Taşköprü, T., 2016. Nikel Oksit Filmlerinin Farklı Yöntemlerle Elde Edilmesi Ve Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, *Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Eskişehir, 1-22.
- Tekin, B., 2011. Katkılı Yarı İletken Alaşımların Yapısal Analizlerinin Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 3-12.
- Velasco, L. F., Fonseca, I. M., Para, J. B., Lima, J. C., Ania, C. O., 2012. Photochemical Behaviour Of Activated Carbons Under UV Irradiation, *Carbon*, 50(1), 249-258.
- Velo-Gala, I., Lopez-Penalver, J., Sanchez-Polo, M., Rivera-Utrilla, J., 2017. Role Of Activated Carbon Surface Chemistry in its Photocatalytic Activity And The Generation Of Oxidant Radicals Under UV Or Solar Radiation, *Applied Catalysis B: Environmental*, 207, 412-423.
- Wan, X., Yuan, M., Tie, S. I., Lan, S., 2013. Effects Of Catalyst Characters On The Photocatalytic Activity And Process Of NiO Nanoparticles İn The Degradation Of Methylene Blue, *Applied Surface Science*, 277, 40-46.
- Wang, C. B., Gau, G. Y., Gau S. J., Tang, C. W., Bi, J. L., 2005. Preparation And Characterization Of Nanosized Nickel Oxide, *Catalysis Letters*, 101(3-4), 241-247.
- Wu, Z., Liu, C., Guo, L., Hu, R., Abbas, M., Hu, T., Xu, H., 2005. Structural Characterization Of Nickel Oxides Nanowires By X-Ray Absorption Near-Edge Structure Spectroscopy, *The Journal Of Physical Chemistry B*, 109(7), 2512-2515.
- Xing, B., Shi, C., Zhang, C., Yi, G., Chen, L., Guo, H., Huang, G., Cao, J., 2016. Preparation Of TiO₂/Activated Carbon Composites For Photocatalytic

- Degradation Of Rhb Under UV Light Irradiation, *Journal Of Nanomaterials*, 2016, 11-20.
- Yaşar, S. B. ve Özcan, M., 2004. Metilen Mavisinin Çözücü Ekstraksiyonu İle Sulu Çözeltilerden Geri Kazanımı, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 6(2), 50-58.
- Yeşiltepe, E. T., 2012. Tantal Oksit Filmlerin Yapısal Elektriksel Ve Optik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 15-17.
- Yiğit, Z., 2008. Fotokatalitik Arıtmanın Doğal Organik Madde Karakterizasyonu Ve Dezenfeksiyon Yan Ürünlerine Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, *Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Eskişehir, 33-41.
- Yu, X., Marks, T. J., Facchetti, A., 2016. Metal Oxides For Optoelectronic Applications, *Nature Materials*, 15(4), 383.



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Nesrin BULUT

EĞİTİM

Derece	Adı, İlçe, İl	Bitirme Yılı
Lise	: Batman İMKB Anadolu Öğretmen Lisesi	2012
Üniversite	: Dicle Üniversitesi, Sur, Diyarbakır	2017
Yüksek Lisans	: Siirt Üniversitesi, Merkez, Siirt	2021

YAYINLAR

1. Synthesis of Co-doped NiO/AC photocatalysts and their use in photocatalytic - degradation
2. Synthesis ZTO nanoparticles and study of their photocatalytic properties
3. Türkiye’de güneş enerjisinin kullanım alanları ve Siirt güneş enerji potansiyel