

**METAL NANOPARÇACIKLARIN BTK YAPRA I
ÖZÜTLER NDE ELDES VE
KARAKTER ZASYONU**

Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi

Fizik Anabilim Dalı

Erdi B LG Ç

Danı man: Doç. Dr. Tayyar GÜNGÖR

II. Danı man: Prof. Dr. Bülent ULU

Mayıs, 2014

BURDUR



YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU

Erdi BİLGİÇ tarafından Doç. Dr. Tayyar GÜNGÖR ve Prof. Dr. Bülent ULUĞ yönetiminde hazırlanan “METAL NANOPARÇACIKLARIN BİTKİ YAPRAĞI ÖZÜTLERİNDEN ELDESİ VE KARAKTERZASYONU” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi 30/05/2014

Prof. Dr. Bülent ULUĞ

Akdeniz Üniversitesi

Başkan

Doç. Dr. Tayyar GÜNGÖR

Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi

Jüri Üyesi

Yrd. Doç. Dr. Ebru GÜNGÖR

Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi

Jüri Üyesi

Yrd. Doç. Dr. Melike B. YÜCEL

Akdeniz Üniversitesi

Jüri Üyesi

Yrd. Doç. Dr. Ahmet ÇİÇEK

Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi

Jüri Üyesi

ONAY

Bu tez, Enstitü Yönetim Kurulunun tarih ve Sayılı kararı ile kabul edilmiştir

Doç. Dr. Songül ŞEN GÜR SOY

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

Ç NDEK LER

	Sayfa
Ç NDEK LER	
ÖZET	V
ABSTRACT.....	V
TE EKKÜR.....	V
EK LLER D Z N	V
Ç ZELGELER D Z N	X
S MGELER VE KISALTMALAR D Z N	X
1. G R	1
2. KURAMSAL B LG LER.....	6
2.1. Parçacık Boyut Analizi	6
2.1.1. Mikroskopik Görüntü Analizi	7
2.1.2. Lazer I ını Kırınımı Tekni i.....	8
2.2. Yüzey Plazmon Rezonansı.....	9
2.3. Spektroskopik Teknikler	11
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	12
3.1. Metal Nanoparçacıkların Eldesi.....	12
3.1.1. Bitki Özütlerinin Hazırlanması	12
3.1.2. Nanoparçacıkların Sentezlenmesi	12
3.2. Deri imi Farklı Özüt-AgNO ₃ Karı ımlarının Yüzey Plazmonları.....	13
3.3. ndirgenme Sürelerinin Belirlenmesi	13
3.4. Görüntü Analizi.....	15
3.5. Boyut Analizi	15
4. ARA TIRMA BULGULARI.....	18
4.1. Görüntü Analizi.....	18
4.2. Parçacık Boyut Da ılımları.....	21
4.3. UV-Vis Spektrumları	25
5. TARTI MA VE SONUÇ	30
KAYNAKLAR	31

EK 1: MATLAB KAYNAK KODU	34
ÖZGEÇM	37

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

METAL NANOPARÇACIKLARIN BTK YAPRAĞI ÖZÜTLERİNDEN ELDESİ VE KARAKTERİZASYONU

Erdi B. L. Ç.
Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Bu tez çalışmasında Kekik (*Thymbra spicata*) ve incir (*Ficus carica*) yaprak özütlerinin ayrı ayrı indirgen olarak kullanılmasıyla altın ve gümüş nanoparçacıklarının kendi tuz çözeltilerinden biyosentezlenmesi amaçlanmıştır. Yaprak özütü-AgNO₃ karışımlarında gümüş nanoparçacıklarının boyut dağılımları Geçirmeli elektron mikroskobu ve parçacık boyut analizörü ile belirlenmiştir. Ek olarak, nanoparçacıkların oluşum kinetiği ultraviyole ve görünür bölgedeki absorbans spektrumları tarafından belirlenmiştir. incir-Ag, kekik-Ag ve kekik-Au karışımlarının UV-Vis spektrumları değerlendirildiğinde, uzantıları uzun dalga boyu değerlerine doğru uzanan sırasıyla 435 nm, 467 nm ve 550 nm dalga boyu değerlerinde SPR pikleri gözlemlenmiştir. Kekik-AgNO₃ karışımlarının yüzey plazmon rezonans piklerinin zamanla kırmızıya kayması, kekik-Au karışımlarının ise maviye kayması görülmüştür. Gümüş nanoparçacıkları en hızlı kekik bitkisi tarafından indirgenmekte ve kekik-AgNO₃ karışımlarının yüzey plazmonları maksimum pik şiddetine 24 saatte ulaşmaktadır. SPR pik pozisyonları Ag derisinden etkilenmektedir. incir-Ag karışımlarında maviye, kekik-Ag karışımlarında kırmızıya kaymaktadır. Ayrıca özüt derisi arttıkça, SPR pikleri kırmızıya kaymaktadır. incir-Ag nanoparçacıkları, 2-82 nm arasında; kekik-Ag nanoparçacıkları ise 5-58 nm arasında Poisson benzeri bir boyut dağılımı sergilemektedir.

Anahtar Kelimeler: nanoparçacık, gümüş nanoparçacık, altın nanoparçacık, biyosentez, plazmon piki, *Thymbra spicata*, *Ficus carica*

1.Danışman: Doç. Dr. Tayyar GÜNGÖR, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı

2.Danışman: Prof. Dr. Bülent ULU, Akdeniz Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü, Katı Hal Fiziği Anabilim Dalı

Hazırlanan bu Yüksek Lisans Tezi Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından 0155-YL-12. no'lu proje kapsamında desteklenmiştir.

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

BIO-SYNTHESIS OF METAL NANOPARTICLES WITH DIFFERENT PLANT LEAF EXTRACTS AND THEIR CHARACTERIZATION

Erdi B LG Ç
Mehmet Akif Ersoy University
Graduate School of Science and Technology
Department of Physics

In this thesis, the synthesis of Au and Ag nanoparticles was aimed from their salt solutions by means of thyme (*Thymbra spicata*) and fig (*Ficus carica*) leaf extracts as reducing agents by using biosynthesis method. In particular, we focused on the characterization of the nanoparticles samples. The size distributions of the nanoparticles were determined by using transmission electron microscopy and the particle size analyzer with the leaf extract-AgNO₃ solutions. In addition, the nanoparticles' kinetics were determined by absorption spectra in the UV-Vis wavelength region. UV-Vis spectra of the mixture of fig leaf extract-Ag, thyme extract-Ag solution and thyme-Au were recorded against time of reaction which revealed a clear surface plasmon resonance (SPR) band with a tail at long-wavelength region at 435 nm, 467 nm and 550 nm, respectively. The red-shift was observed in thyme-AgNO₃ solution and the blue shift was observed in thyme-Au solution. Silver nanoparticles were reduced fastest by the thyme and surface plasmons peak intensity reached to maximum value in 24 hours of the thyme-Ag solution. SPR peaks positions were also effected by the concentration of AgNO₃. Blue-shift for the fig-AgNO₃ solution and red shift for thyme-AgNO₃ solution were observed. Moreover, as the concentration of the extract solution increased, plasmon resonance peaks shifted to red. Poisson like size distributions were observed for fig-Ag nanoparticles (2-82 nm) and thyme-Ag nanoparticles (5-58 nm).

Keywords: Nanoparticles, gold nanoparticles, silver nanoparticles, biosynthesis, plasmon peaks, *Thymbra spicata*, *Ficus carica*

1. Advisor: Doç Dr Tayyar GÜNGÖR, Mehmet Akif Ersoy University, Graduate School of Naturel and Applied Sciences, Department of Physics

2. Advisor: Prof Dr Bülent ULU , Akdeniz University, Faculty of Science, Physics Department

The present M.Sc. thesis was supported by Mehmet Akif Ersoy University, scientific Research Projects Coordination Unit under the project no of 0155-YL-12.

TE EKKÜR

Bu tez çalı ması, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, Enerji Sistemleri Mühendisli i Anabilim Dalı Ö retim Üyesi Doç. Dr. Tayyar GÜNGÖR ve Akdeniz Üniversitesi Fizik Bölümü Katıhal Fizi i Anabilim Dalı Ö retim Üyesi Prof. Dr. Bülent ULU danı manlı nda hazırlanmı tır. Tezin laboratuvar çalı maları Akdeniz Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü Katıhal Laboratuvarlarında Prof. Dr. Bülent ULU önderli inde ve Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Elektro Optik Laboratuvarlarında Doç. Dr. Tayyar GÜNGÖR danı manlı nda gerçekleştirilmi tir. Bu çalı manın tamamlanmasında ve kar ıla ılan problemlerin a lmasında desteklerini gördü üm de erli danı man hocalarım Doç. Dr. Tayyar GÜNGÖR'e ve Prof. Dr. Bülent ULU 'a te ekkür ederim. Ayrıca, bilgi ve tecrübeleri ile desteklerini esirgemeyen Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Enerji Sistemleri Mühendisli i Bölümü Ö retim Üyesi saygıde er hocam Yrd. Doç. Dr. Ebru GÜNGÖR'e te ekkürü borç bilirim.

Ba ta UV-Vis Spektrofotometresi, Parçacık Boyut Analizörü, Santrifuj Cihazı olmak her türlü deneysel imkânlarından yararlandı mız Akdeniz Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik, Kimya ve Biyoloji Bölümlerine te ekkür ederim.

Son olarak bütün hayatım boyunca oldu u gibi bu tez çalı masında da desteklerini hissetti im babam, annem ve sevgili karde ime te ekkür ederim...

Erdi B LG Ç
Burdur, 2014

EK LLER D Z N

Sayfa

ekil 2.1. Lazer kırının tekni i ile parçacık boyut analizinin tematik gösterimi	8
ekil 2.2. ki farklı manzemenin arayüzeyindeki yüzey plazmonlarının tematik gösterimi	10
ekil 3.1. Gümü çözeltilerinin hazırlanma yöntemi (a), yaprak özüt deri imlerinin hazırlanma yöntemi (b), karı ımların her birinin Ag-özüt deri imleri (c).....	14
ekil 3.2. TEM görüntülerinden parçacık boyutlarını hesaplayan Matlab programı ve incir-AgNO ₃ karı ımlarından elde edilen gümü nanoparçacıkları.....	16
ekil 4.1. Deri imleri farklı Kekik-AgNO ₃ karı ımları; 24 saat (a), 48 saat (b) sonra.....	18
ekil 4.2. Deri imleri farklı incir-AgNO ₃ karı ımları; 24 saat (a), 48 saat (b) sonra.....	19
ekil 4.3. Deri imleri farklı incir-AgNO ₃ karı ımlarından elde edilmi olan gümü nanoparçacıklar; 8mM AgNO ₃ -x1 özüt (a),1mM AgNO ₃ -x8 özüt (b), 1mM AgNO ₃ -x1 özüt (c), 1mM AgNO ₃ -x0,125 özüt (d), 0,125 mM AgNO ₃ -x1 özüt (e)	20
ekil 4.4. ncir-Au karı ımlarından elde edilen altın nanoparçacıkların TEM görüntüsü	21
ekil 4.5. Farklı deri imlerde incir-AgNO ₃ karı ımlarından parçacık boyut analizör ile elde edilen Ag nanoparçacıklarının boyut da ılımı	22
ekil 4.6. Farklı deri imlerde incir-AgNO ₃ karı ımları için TEM+Matlab programı ile elde edilen Ag nanoparçacıkların parçacık boyut da ılımı	23
ekil 4.7. Farklı deri imlerdeki kekik-AgNO ₃ karı ımlarının parçacık boyut da ılımı	24
ekil 4.8. x1 Kekik ve 1 mM Au karı ımının absorbans spektrumunun zamanla de i imi	25
ekil 4.9. x1 Kekik ve 1 mM Ag karı ımının absorbans spektrumunun zamanla de i imi	26
ekil 4.10. x1 ncir ve 1 mM AgNO ₃ karı ımlarının absorbans spektrumlarının zamanla de i imi	27

ekil 4.11. Bitki özütü-AgNO ₃ karışımı için tepelerinin zamanla değişimi.....	28
ekil 4.12. Farklı derimlerdeki incir-AgNO ₃ karışımının absorptans spektrumu	28
ekil 4.13. Farklı derimlerdeki kekik-AgNO ₃ karışımının absorptans spektrumları.....	29

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 1.1. Biyolojik yöntemlerle bazı bitki yaprakları kullanılarak elde edilen Au ve Ag nanoparçacık boyutları	4
Çizelge 4.1. ncir-AgNO ₃ karışımlarından elde edilen gümüş nanoparçacıklarının parçacık boyutları	21
Çizelge 4.2. Kekik-AgNO ₃ karışımlarından elde edilen gümüş nanoparçacıklarının parçacık boyutları	23

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

CCD	Yük Eleme Dedektör (Charge Coupled Detector)
CVD	Kimyasal Buhar Yoğunlaştırma
ncir-AgNO₃	ncir özütü ve gümüş çözeltisi karışımı
Kekik-AgNO₃	Kekik özütü ve gümüş çözeltisi karışımı
LEEM	Düşük Enerji Elektron Mikroskobu
MBE	Molekül Demet Büyütme
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SPR	Yüzey Plazmon Rezonansı
TEM	Geçirmeli Elektron Mikroskobu (Transmission Electron Microscopy)
UV-Vis	Mor Ötesi ve Görünür Bölge
x1 özüt-1mM AgNO₃	100 ml distile suda 0,4 gr yaprak tozu çözümü özüt ve 1 mM gümüş çözeltisinin eşit hacimde karışımı
x8 özüt-1mM AgNO₃	100 ml distile suda 3,2 gr yaprak tozu çözümü özüt ve 1 mM gümüş çözeltisinin eşit hacimde karışımı

1. G R

Yunanca cüce anlamına gelen nano ile tanımlanan ifadeler herhangi bir ölçünün milyarda birini gösterir. Nanoparçacıklar ise, atomik ve moleküler boyutlarda değerlendirilebilecek, yaklaşık 100 nm'den küçük boyutlardaki parçacıklardır ve nanoteknolojinin temellerini oluşturmaktadır.

Genellikle nano ölçekte görülen, maddelerin, belli boyut aralığında hacimsel yapılarından farklı olarak olan d d i özellikler ve i levsellik sergilemeleri nanoparçacıklara olan ilgiyi arttırmaktadır (Goldstain ve di ., 1997). Kuantum boyut etkileri, elektronik yapısının boyut ba mlılı ı, yüzey atomlarının benzersiz karakterleri ve yüksek yüzey/hacim oranı gibi özellikleri ile nanoparçacıklar ilgi oda ı olmaktadır (Gürmen ve di ., b.t.).

Nanoparçacıkların ve ola andı ı özelliklerinin bilinmesi ile yüksek aktiviteli katalizörler, optik uygulamalar için özel teknolojik malzemeler, süper iletkenler, a ınmaya kar ı katkılar, yüzey aktif maddeler, ilaç ta ıyıcılar ve özel te his aletleri gibi birçok teknolojik ve farmakolojik ürünlerin hazırlanmasının yolunu açılmı tır. Bunların yanı sıra, malzemelerin nano boyut seviyesinde kontrolü ile nano ta ıyıcılar, sensörler, nano makinalar ve yüksek yo unluklu veri depolama hücreleri gibi kendine özgü i levsel e sahip minyatürle tirilmi aygıtların gerçekleştirilme imkanı bulunmu tur (Liveri ve di ., 2006). Açıkça görülmektedir ki, nano yapılı malzemelerin ve cihazların tasarlanmasını, üretimini ve i levsel olarak kullanımını kapsayan nanoteknoloji alanındaki yeni geli meler için vazgeçilemez ilk adım nanoparçacıkların üretimidir (Gürmen ve di ., b.t.).

Nanoparçacıklar geni bir kimyasal aralık ve morfolojide üretilebilirler. Günümüzde çekirdek-kabuk “core-shell” (Cao ve di ., 2001), katkılı (Santra ve di ., 2001), sandviç (Orendorff ve di ., 2005), bo luklu (Blomberg ve di ., 2002), küresel (Shankar ve di ., 2004) gibi farklı morfolojilere sahip metal, metal ala ımı, seramik ve polimer esaslı veya bunların kar ımından istenilen özelliklere sahip nanoparçacıklar hazırlanabilir (Liveri ve di ., 2006).

Nano yapıların elde edilme yöntemlerinin, genel olarak iki kısımdan olu tu u kabul edilir. Bunlar yukarıdan a a ıya (top-down) ve a a ıdan yukarıya (bottom-up) üretim yaklaşımlarıdır. Yukarıdan a a ıya üretim yaklaşımlarında, hacimsel malzemeye

fiziksel ve/veya kimyasal yöntemlerle verilen enerji ile malzemenin nano boyuta kadar inebilecek parçacıklara ayrılması esas alınır. Bu yaklaşıma örnek olarak mekanik öğütme ve aındırma verilebilir.

Aaıdan yukarıya üretim yaklaşımında, malzemenin bir eriyi in içerisinde çekirdeklenmesi (nucleation) ile nanoparçacıklar elde edilir. Çekirdeklenme kimyasal yöntemlerle olabilece i gibi biyolojik yöntemlerle de olabilir. Kimyasal buhar yo unla tırma (Park ve di ., 2001), sol-jel (Brinker ve di ., 1990), sprey piroliz (Kim ve di ., 2000) yöntemleri bu yaklaşımın en bilinen yöntemleridir.

Bugün, aaıdan yukarıya yaklaşım ile çözelti içerisinde sentezlenmi birçok koloidal nanoparçacı ın elde edilme yöntemi bilinmektedir. Bu yöntemlerin ortak noktaları sentezleme i lemlerinde düzenleyici (stabilizör) kullanılmasıdır. Koloidal nanoparçacıklar genellikle kararsız yapılardır. Nanoparçacıkların sentezlenirken topak olu turmaları ve/veya çözelti içinde çökmeleri söz konusu olabilmektedir. Stabilizör, parçacıkların yüzeyleriyle ili kide olup ve nanoparçacıklar denge halindeyken onların yük veya kararlılık özelliklerini koruyarak parçacıkların topak (cluster) olmaları engellenmektedir (Doron, 1995).

Topak olu umuna etki eden faktörlerin ba ında çözelti deri imi gelmektedir. Nanoparçacık boyutları çözelti deri imi ile artarken deri imi artıkça çözeltilerde topak olu umları söz konusu olabilmekte bu durumda koloidal nanoparçacıkların boyutları topak olu umunun etkisiyle küçülmektedir. Di er taraftan nanoparçacıkların boyutlarındaki farklılıklar nanoparçacıkların ekillerinde düzensizliklere sebep olmaktadır.

Nanoyapıların sentezlenme yöntemleri, yukarıdaki anlatılanlarıda içeren fiziksel, kimyasal ve biyolojik yaklaşımları içerir. Bu yöntemler arasında biyolojik yöntemler; çevre dostu ve ekonomik olmaları nedeniyle tercih edilmeye ba lanmı tır. Buhar yo unla tırma ve molekül demet büyütme (Molecular Beam Epitaxy, MBE) (Ishikawa ve di ., 1997), kimyasal buhar yo unla tırma (Chemical Vapor Deposition, CVD) (Creighton ve di ., 2008) gibi fiziksel yöntemler son derece pahalı teknoloji ürünü araç ve gereçlere ihtiyaç duymaktayken hemen hemen hiçbirisi enerji etkin olmadığı gibi kitlesele üretime de uygun de ildir. Kimyasal yöntemler (Schmid ve di ., 2010) her ne kadar fiziksel yöntemlere göre ucuz ve parçacık da ılımı kontrolüne birçok ekilde olanak tanımakta ve kitlesele üretime elveri li olsalar da kullanılan kimyasallar çevre açısından son derece zararlıdır. Biyolojik yöntemler ise bakteri (Ahmad ve di .,

2003), maya (Kowshik ve di ., 2003) ve bitkileri (Mishra ve di ., 2010) kullandı ı için çevrecildir.

Son yıllarda, biyolojik sentezleme yöntemleri arasında yer alan bitki yaprak özütleri ile nanoparçacıkların sentezi üzerine çe itli çalı malar hız kazanmı tır. Çalı malarda, solucan otu (Dubey ve di ., 2010), *Sesbanita drummondii* (Sharma ve di ., 2007), kına (Kasthuri ve di ., 2009), *Stevia rebaudiana* (Yılmaz ve di ., 2011), Çay ve kahve (Mallikarjuna ve di ., 2008), gibi bitkiler kullanılarak gümü (Ag), altın (Au) ve paladyum (Pd) nanoparçacıkları üretilmi tir (Çizelge 1.1). Ayrıca, platin (Pt) nanoparçacıklarının üretimi benzer ekilde elde edilebilmektedir (Mallikarjuna ve di ., 2008). Bununla beraber, Lee ve di erleri (2013) yaptıkları çalı mada, CuSO₄ çözeltisi ve *Magnolia kobus* yaprak özütü karı ımlarını uygun artlarda ısıtarak (25 °C, 60 °C ve 90 °C'de) 37- 110 nm aralı ında bakır (Cu) nanoparçacıkları elde etmi lerdir. Sutradhar ve di erleri (2014), CuCl₂ çözeltisi ve mikrodalga kayna ı kullanarak bitki (kahve ve çay) özütü karı ımlarından CuO nanoparçacıkları elde etmi lerdir.

Gümü nanoparçacıklarının antibakteriyel (Morones ve di ., 2005) özellikleri incelenmi ; *Escherichia coli* (Bragg ve di ., 1974), *Staphylococcus aureus* (Feng ve di ., 2000) gibi bakteriler özerinde olumlu sonuçlar elde edilmi tir. Bununla beraber gümü nanoparçacıklarının antiviral etkileri de mevcuttur (Rogers ve di ., 2008). Lamsal ve di erleri (2011) ise Ag nanoparçacıklarının antimantaryal (antifungal) etkileri olabilece ini ortaya koymu tur. Aynı zamanda Ag nanoparçacıklarının kabak ve salatalık zararlısı olan küf tozu üzerinde de etkili oldu unu göstermi lerdir.

Gümü nanoparçacıklarının antibakteriyel etkileri, nanoparçacıkların morfolojisi ile alakalı olabilir. Changvei ve di erlerinin (2012) yaptıkları çalı mada solucan (*Eisenia fetida*) üzerinde gümü nanoparçacıklarının ekotoksitesini incelemi ler ve 10 nm boyutlarındaki gümü nanoparçacıkların 80 nm boyutlarındaki nanoparçacıklara göre daha toksik oldu unu göstermi lerdir. Buradan anla ılabilece i gibi gümü nanoparçacıklarının morfolojik özelliklerinin bilinmesi; bakteri, mantar, virüs ve di er canlılar üzerinde nanoparçacıkların olumlu/olumsuz etkilerinin belirlenmesi açısından önemlidir.

Çizelge 1.1. Biyolojik yöntemlerle bazı bitki yaprakları kullanılarak elde edilen Au ve Ag nanoparçacık boyutları ve şekilleri (Dwivedi ve diğ., 2010).

İndirgen Madde	Nanoparçacık	Parçacık Boyutu (nm)	Parçacık şekli	Kaynak
Solucan otu	Ag,Au	16,11	Küresel	Dubey ve diğ.,2010
<i>Mentha piperita</i> (yaprak özütü)	Ag	5-30	Küresel	Parashar ve diğ., 2009
<i>Sesbania drummondii</i> (tohum)	Au	6-20	Küresel	Sharma ve diğ., 2007
<i>Coriander</i>	Au	6,75-57,91		Narayanan ve diğ., 2008
<i>Jatropha curcas</i> (lateks)	Ag	10-20		Bar ve diğ., 2009
<i>Jatropha curcas</i> (tohum özütü)	Ag	15-50	Küresel	Bar ve diğ.,2009
<i>Lemon grass</i> (yaprak özütü)	Au		Küresel	Pasricha ve diğ.,2009
<i>Henna</i> (yaprak)	Au	21		Kasthuri ve diğ., 2009
<i>Henna</i> (yaprak)	Ag	39		Kasthuri ve diğ., 2009
<i>Scutellaria barbata</i> D. Don	Ag	5-30	Küresel	Wang ve diğ., 2009
<i>Parthenium</i> (yaprak özütü)	Ag	50	Düzensiz	Parashar ve diğ., 2009
<i>Tamarind</i> (yaprak özütü)	Au	20-40	Üçgensel	Ankamwar ve diğ., 2005
<i>Neem</i> (<i>Azadirachta indica</i>) yaprak	Ag-Au	50-100	Küresel	Shankar ve diğ., 2004
<i>Geranium</i> (<i>Pelargonium graveolens</i>) (yaprak özütü)	Ag	16-40		Shankar ve diğ., 2003
<i>Eucalyptus hybrida</i> (yaprak)	Ag	50-150	Kübik	Dubey ve diğ., 2009
<i>Medicago sativa</i> (alfalfa) (biomass)	Au		Düzensiz	Gardea-Torresdey ve diğ., 1999
<i>Cinnamomum zeylanicum</i> (yaprak)	Au	25	Küresel	Smithea ve diğ., 2009
Çay (yaprak özütü)	Ag, Au	20	Küresel	Begüm ve diğ., 2009
<i>Acalypha indica</i> (yaprak özütü)	Ag	20-30	Küresel	Krishnaraj ve diğ., 2010
<i>Hibiscus rosa sinensis</i>	Ag, Au	14	Küresel	Philip, 2010
Bal	Ag	4	Küresel	Philip, 2010

Bu tez çalışmasında incir ve kekik yaprakı özütleri ile sentezlenen Ag ve Au nanoparçacıkların morfolojisi üzerinde durulmuştur, ileriki çalışmalara yardımcı olması açısından; nanoparçacıkların boyutları, şekilleri ve oluşum mekanizması gibi özellikleri de incelenmiştir. Çalışmada biyolojik sentezleme yöntemleri tercih edilmiştir, indirgen olarak ilk kez kekik ve incir bitkileri kullanılmıştır. incir-AgNO₃ karışımlarından elde edilen Ag nanoparçacıkların görüntüleri geçirmeli elektron mikroskobu (transmission electron microscope, TEM) ile belirlenmiştir. Nanoparçacıklarının oluşum kinetiği, morfolojisi-görünür bölgedeki (UV-Vis) zamana bağlı optik absorbans spektrumları ile

belirlenmi tir. Farklı $AgNO_3$ ve özüt deri iminde hazırlanan karı ımların absorbens spektrumları incelenmi tir. Nanoparçacıkların boyutları parçacık boyut analizörü (Malvern Zetasizer NanoZS particle size analyzer) ile belirlenmi her bitki için parçacık boyut dağılımları elde edilmi tir. Ayrıca ncir-Altın karı ımlarından elde edilen altın nanoparçacıkları için TEM görüntüleri alınımı olup, kekik-Altın nanoparçacıklarının oluşum kinetiği zamana bağlı optik absorbens spektrumları ile belirlenmi tir.

2. KURAMSAL B LG LER

Bu bölümde parçacık boyut analizi, yüzey plazmon rezonansı ve spektroskopik teknikler hakkında temel bilgilere yer verilecektir.

2.1. Parçacık Boyut Analizi

Tez çalı masında üretilen nanoparçacıkların morfolojik açıdan tanınması için parçacık boyut analizlerine ihtiyaç duyulmu tur. Bu bölümde, parçacık boyut analizleri hakkında literatür bilgilerine yer verilmi , parçacık boyut analizleri esnasında kar ıla ılabilecek olan durumlardan ve analiz yöntemlerinden bahsedilmi tir.

Parçacıkların boyutları düzgün bir ekilde ölçebilmek için, uygun bir biçimde da ılması/da ıtılması gerekir. 100µm'den daha küçük parçacıklar da ıtma i lemine direnç gösteren yüksek çekim kuvvetine sahiptir. Dolayısı ile birbirine yap ırlar. Parçacıkların topaklanmasının nedeni yüzey nemidir (Tez çalı masında da TEM eleklerinin kaplanması sırasında kar ıla ılan bir durumdur). Topak, malzemenin mukavemetinden çok küçük kayma gerilmeleriyle yenilenebilecek zayıf kuvvetlerin bir arada tuttu u parçacıklar kümesidir. Parçacık boyutlarının ölçülmesinden önce topaklar parçalanarak da ıtılabilir. Mekanik kar ıtırma veya ultrasonik çalkalama, topaklanmayı da ıtmada çok tercih edilen yöntemlerdir. Parçacık boyut analizi çe itli tekniklerle gerçekleştirilebilir. Ancak, ölçülen parametrelerdeki farklılıklar nedeniyle, çe itli parçacık boyut analiz tekniklerinin genellikle aynı sonucu vermedi i bilinmelidir.

Parçacık boyutları belirlenirken parçacıkların ekileri çok önemlidir. Küresel bir parçacık için boyut tek bir parametre olup, çap olarak verilir. Ancak, parçacık ekli daha karma ık oldu unda, boyutu tek bir parametre ile belirlemek zordur. Yass ı veya pul eklinde bir parçacık göz önüne alınd ında boyutu tanımlamak için çap ve geni li in her ikisi de gereklidir. ekil daha düzensiz oldu unda, olası boyut parametrelerinin sayısı artar.

Parçacık boyut analizlerinde genellikle parçacık yüzey alanı, izdü ümü alanı, en büyük uzunluk, en küçük kesit alanı yada parçacık alanı gibi parametreler kullanılır. Cihazların kullandı ı parametrelerin farklı olması ve geometrik olarak

nanoparçacıkların ekillerinin kabullerden oluşması gibi nedenlerden dolayı parçacık boyutlarında cihazdan cihaza farklılıklar oluşabilmektedir. Genellikle düzensiz şekle sahip nanoparçacıklar küresel kabul etmektedirler ve boyutu belirlemede elektron çapı kullanılır. Elektron çapı; hacim, alan gibi ölçülebilen niceliklere dayandırılabilir.

Parçacık boyutları birçok yöntemle hesaplanabilmesine rağmen bazıları birkaç tanesi arasındaki gibidir.

- Mikroskopik Görüntü Analizleri,
- Elek Analizleri,
- Sedimentasyon Metodları,
- Lazer Difraksiyon Teknikleri,
- Elektriksel Alan Algılanması,
- Dinamik Işık Saçılımı,
- Adsorpsiyon Teknikleri vb.

Bu tez çalışmasında nanoparçacıkların belirlenmesi ve parçacık boyut analizi için yukarıda bahsedilen yöntemlerden mikroskopik görüntü analizleri ve lazer difraksiyon teknikleri kullanılmıştır.

2.1.1. Mikroskopik Görüntü Analizi

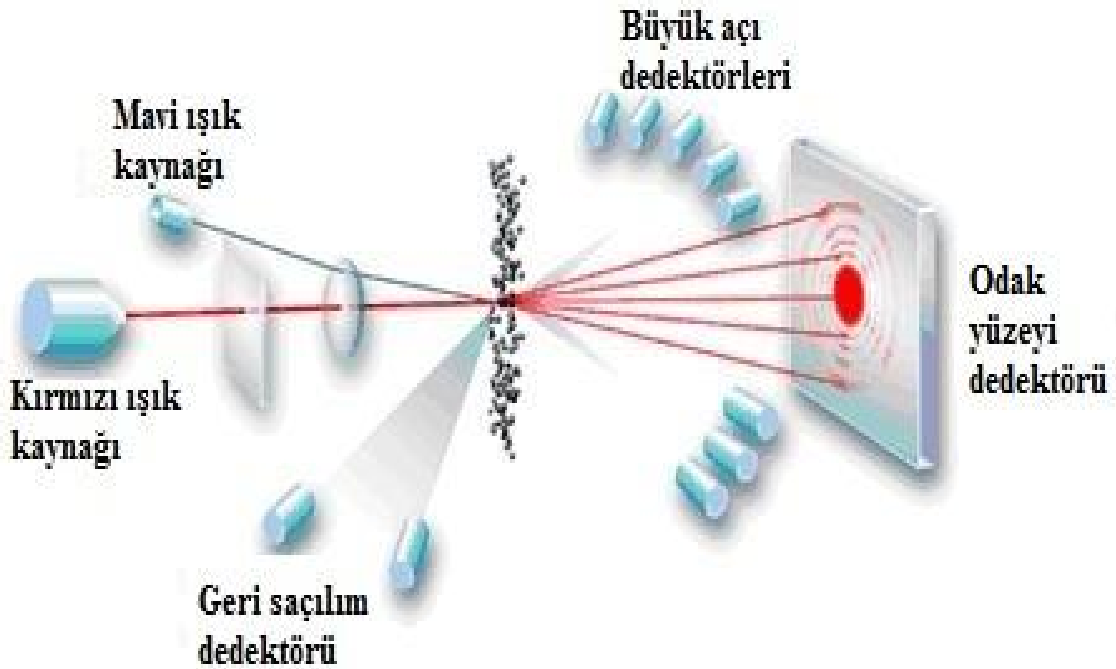
Mikroskop, gözle görülemeyecek kadar küçük objelerin görüntüsünün büyütülmesini sağlayan alettir. Başlangıçta ışık kaynağı olarak sadece görünür ışığın kullanıldığı ve birkaç mercekten oluşan bu sistem, mikro ölçekte görüntü alabilmesinden dolayı mikroskop olarak adlandırılmıştır. De Broglie hipotezi ile elektronun hem dalga hem de tanecik doğasına sahip olduğunun anlaşılmasıyla günümüzde ışık kaynağı olarak elektronların kullanıldığı elektron mikroskopları geliştirilmiştir.

Elektron mikroskopları, adından anlaşılacağı gibi yüksek enerjili elektronların örneğe gönderilmesi ve birincil elektronların ya da ikincil elektronların CCD (charge coupled detector) detektörlerle belirlenmesine dayanır. Elektron mikroskopları, Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Düşük Enerjili Elektron Mikroskobu (LEEM) vs. olmak üzere çeşitleri vardır.

Tez çalı masında nanoparçacıkların görüntülenmesi için TEM kullanılmı tır. Yüksek çözünürlükte görüntü kalitesine sahip olan cihaz, ince bir numunenin içinden geçen yüksek enerjili elektronun görüntülenmesi prensibine dayanır. Numuneden geçen elektronun numune ile etkile iminden bir görüntü olu turulur. Atomik ölçülere kadar büyütme kalitesine sahiptir.

2.1.2. Lazer I ını Kırınımı Tekni i

Bu tez çalı masında nanoparçacıkların parçacık boyut da ılımları zeta marka parçacık boyut analizör ile belirlenmi tir. Bu cihazın çalı ma prensibi lazer ı ının difraksiyonuna dayanır. Lazer ı ını nanoparçacı a çarparak kırılır. Kırılma açısı dedektör tarafından belirlenir. (ekil 2.1.) Kırılma açısı, uygun bir matematiksel model ile ölçüm sonuçları parçacık boyutlarına dönü türülür. Bu i lem için parçacık boyutuna göre uygun yakla ımlar (büyük boyutlu parçacıklar için Fraunhofer ve küçük boyutlu parçacıklar için Mie teorisi (Denklem 2.2) kullanımı) tercih edilir.



ekil 2.1. Lazer kırınım tekni i ile parçacık boyut analizinin matematik gösterimi

Denklem 2.1’de gösterildiği gibi, dalganın bir parçacık boyutuna (r) ile dalga boyunun (λ) oranı ile parametrelendirilir.

$$x = \frac{2f r}{\lambda} \quad (2.1)$$

Rayleigh dağınıması, küçük ölçüde parametre sisteminde saçılım olarak tanımlanabilir ($x \ll 1$). Daha büyük ölçüde küresel parçacıklar tarafından dağınım ise rasgele ölçüde bir x parametresinde Mie teorisi ile açıklanır. Küçük x değerleri için Mie teorisi Rayleigh tahminine indirgenir.

Bir ışık ışını için gerçekleşen Rayleigh dağınımının miktarı ışığın dalga boyuna ve parçacık boyutuna bağlıdır. Dalganın ışığın yarı uzunluğuna, parçacık boyutunun altıncı kuvveti ile doğru orantılı, dalga boyunun ise dördüncü kuvveti ile ters orantılı olarak değişir. Tek bir küçük parçacık tarafından, dalga boyu λ ve yarı uzunluğuna I_0 olan polarize olmayan bir ışından saçılan ışığın yarı uzunluğuna

$$I = I_0 \frac{1 + \cos^2 \theta}{2R^2} \left(\frac{2f r}{\lambda} \right)^4 \left(\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \right)^2 \left(\frac{d}{2} \right)^6 \quad (2.2)$$

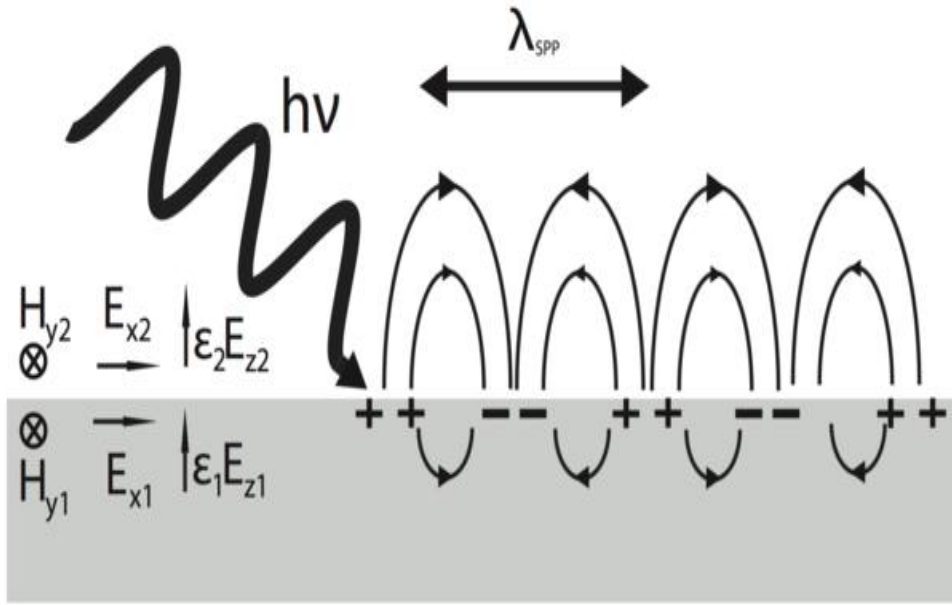
şeklinde ifade edilir (Barnett, 1942). Burada R parçacıktan uzaklığı, θ dağınım açısını, n parçacık kırıcılık endeksini, d ise parçacık çapını göstermektedir.

2.2. Yüzey Plazmon Rezonansı

Bir metalde plazma salınımı, iletkenlik elektron gazının boyuna uyarılmasıdır. Plazma salınımı kuantumuna plazmon adı verilir. Bir metalik numunenin (ince metalik film, metalik çözelti) içinden bir elektron geçtiğinde veya bir elektron ya da foton saçıldığında bir plazmon uyarılabilir (Şekil 2.2). Elektron yükü, plazma salınımların oluştuğu elektrik alan dalgalanması ile çiftlenim yapar. Yansıyan veya geçen elektron, plazmon enerjisinin tam katları kadar bir enerji kaybına uğrar (Kittel, 1986).

Yüzey plazmonları ise e⁻ fazlı elektron salınımlarıdır. Bu salınımlar etkileşime giren iki materyal arasında dielektrik fonksiyonunun reel kısmının değişiminin de etkisiyle

yerlerde bulunur. Örnek olarak, metal-dielektirik yüzeyler arasında ya da metal-bitki özütü (moleküler çorba) arasında bulunabilir. Yüzey plazmonları bulk (hacim) plazmonlarına göre daha düşük enerjiye sahiptirler. Bulk plazmonları elektron gazının (yada plazma) hacmi içinde pozitif yüklü çekirdeklerin boylamsal elektron salınımları ile kuantize olmasıdır (Wikipedia, b.t.).



ekil 2.2. ki farklı manzemenin arayüzeyindeki yüzey plazmonlarının ematik gösterimi

Yüzey plazmanonlarının uyarılması sıklıkla yüzey plazmon rezonansı (Surface plasmon resonance, SPR) olarak bilinen deneysel teknikte kullanılır. SPR’de, Yüzey plazmonlarının maksimum uyarılmasıyla dalgaboyu yada kırılma açısının bir fonksiyonu olarak prizmadan yansıyan ışık bir monitör tarafından dedekte edilir. Bu teknik ince filmlerde ve moleküler sourmada (molecular absorption) nanometre boyutlarındaki de i imleri gözlemede kullanılabilir (Wikipedia, b.t.).

Bu tez çalışmasında SPR pikleri UV-Vis spektrofotometresi ile belirlenmiştir. nanoparçacıkların boyutları, parçacık boyut da ılımları, ışık etkileimleri gibi faktörler incelenmeye çalışılmıştır.

2.3. Spektroskopik Teknikler

Spektroskopik tekniklerde ölçülen fiziksel nicelikler optik geçirgenlik, optik yansımaya ve optik soğurma olabilir. Bununla beraber örnek bağılı olmak üzere lüminesans (fotoyıl) ölçümlerinde ışık şiddeti ölçülür. Bu ölçümlerde esas olarak ışık şiddetini ölçmek için foto diyot, fototransistör, fotomultiplier tüp başkaca bir deyişle fotoço altıcı tüp veya günümüz teknolojisinin gelişmesiyle beraber CCD dedektörler kullanılabilir.

Her bir dedektörün kendine göre avantajı ve dezavantajı vardır. Fakat istenilen ışık dalgaboyundan bağımsız ışık şiddetinin ölçülebilmesidir. Genellikle fotoço altıcı tüpler ve foto diyotlar dalgaboyuna bağılı bir dalga gösterirler. Bununla beraber yarıiletken dedektörleri dalgaboyundan bağımsız ışık şiddetini ölçmede kullanılırlar.

Bu tez çalışmasına konu olan örnekler çözelti formunda olduğu için optik yolumuz olan küvetler içinde optik absorbans spektrumları incelenmiştir. Genellikle spektrofotometreler tek ışın ya da iki ışın esasına dayanır. Tek ışın kullanılanlarda, önce referans çözeltinin spektrumu alınır. Daha sonra örnek numunenin spektrumu alınır. Bir matematik işlemle absorbans spektrumu elde edilir. Çift ışın spektrofotometrelerinde ise, referans ile örnek numune aynı anda sisteme yerleştirilir. Matematiksel işlemle absorbans spektrumları elde edilir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Bu bölümde, nanoparçacık elde edilmesinde kullanılan yöntemlerden biri olan biyolojik sentezleme tekni i ile Akdeniz Bölgesinde yeti en kekik (*Thymbra spicata*), ve incir (*Ficus carica*) bitkileri kullanılmı tır. Böylece, bu bitki yaprak özütleri indirgen olarak kullanılması ile Au ve Ag nanoparçacıklarının kendi tuz çözeltilerinden elde edilmesi amaçlanmı tır. Her iki bitki için, aynı deneysel süreçler (çözelti deri imi, ortam sıcaklı ı, spektroskopik ve morfolojik inceleme) takip edilmi tır.

3.1. Metal Nanoparçacıkların Eldesi

Bu bölümde, kekik ve incir bitkilerinin indirgen olarak kullanılması ile kendi tuz çözeltilerinden, altın ve gümü nanoparçacıkların sentezlenmesine çalı ılmı tır. Bu çalı mada Bitki özütlerinin hazırlanma ve nanoparçacıkların elde edilme yöntemlerine a a ıda yer verilmektedir.

3.1.1. Bitki Özütlerinin Hazırlanması

Bitkilerinin taze, ye il yaprakları toplanılarak distile su ile temizlendi. Temizlenen yapraklar temiz bir ortamda gölgede, do al yollarla kurutuldu. Yaprakların kurutulmasının ardından fiziksel olarak ö ütölme i lemi gerçekleştirildi. Ö ütülen yapraklar yakla ık çapı 5 µm olan elekten geçirilerek elde edilen yaprak tozları kullanıma hazır hale getirildi.

3.1.2. Nanoparçacıkların Sentezlenmesi

250 ml distile su içersine 1 gram yaprak tozu konularak, manyetik karı tırıcıda 1 saat süreyle karı tıldı. Olu an karı ım filtre edildikten sonra 10.000 devir/dakika'da 15 dakika santrifüj edilerek homojen yapıda yaprak özütü elde edilmeye çalı ıldı.

Parçacıkların sentezlenmesi a amasında ise 25 ml distile suda çözünmü 2 mM'lık ilgili metal tuz çözeltileri (Ag ve/veya Au) hazırlandı. Tuz çözeltilerinin her

birinin içine 25 ml yaprak özütü ilave edilerek özüt-tuz karışımları elde edildi. Karışımların içerisinde nanoparçacıkların indirgenmesi için beklemeye bırakıldılar.

3.2. Deri İmi Farklı Özüt-AgNO₃ Karışımlarının Yüzey Plazmonları

Çalışmanın bu bölümünde farklı özüt ve tuz deri imlerine sahip karışımlar elde edildi. Elde edilen karışımların TEM görüntüleri alındı ve optik absorbans spektrumları Hitachi U-3900H ve PG Instruments T-70 model UV-Vis spektrofotometreleri kullanılarak elde edildi.

3,2 gr yaprak tozu ile 50 ml distile su manyetik karıştırıcıda 1 saat süreyle karıştırılarak x16 olarak isimlendirilen yaprak özütü elde edildi. Yaprak özütü hazırlanırken eş zamanlı olarak 16 mM AgNO₃ çözeltisi hazırlandı. Her iki çözeltiye de distile su ilave edilerek seyreltildi. Böylece 16; 8; 4; 2; 1; 0,50; 0,125 mM AgNO₃ (ekil 3.1.a) ve x16; x8; x4; x2; x1; x0,50; x0,25 özüt deri imlerine sahip çözeltiler (ekil 3.1.b) elde edildi. Bir sonraki adımda, 2mM'lık AgNO₃ çözeltisi eşit hacimlerde olmak üzere farklı deri imlerinde hazırlanmış özüt çözeltileri ile karıştırıldı. Benzer şekilde x2 (x16/8) özüt deri imine sahip çözelti ile gümüş çözeltileri karıştırıldı (ekil 3.1.c).

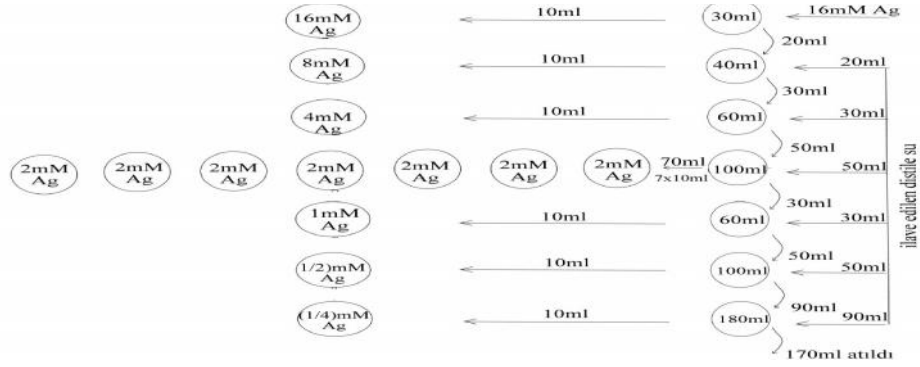
“x8” Özüt-1mM AgNO₃, “x1” özüt-1mM AgNO₃, “x1/8” özüt-1mM AgNO₃ ve “x1” özüt-1/8mM AgNO₃ deri imlerine sahip çözeltilerin parçacık boyutu da ölçümleri partikül analizör yardımı ile hesaplandı ve yüzey plazmon rezonansları incelendi. “x1” Özüt-1mM AgNO₃ çözeltisi sürekli karanlıkta bırakılarak periyodik zaman aralıklarında (15 dakikada bir incir-AgNO₃, 60 dk'da bir kekik-AgNO₃) dalgaboyuna bağlı absorbans değişimleri gözlemlendi.

3.3. İndirgenme Sürelerinin Belirlenmesi

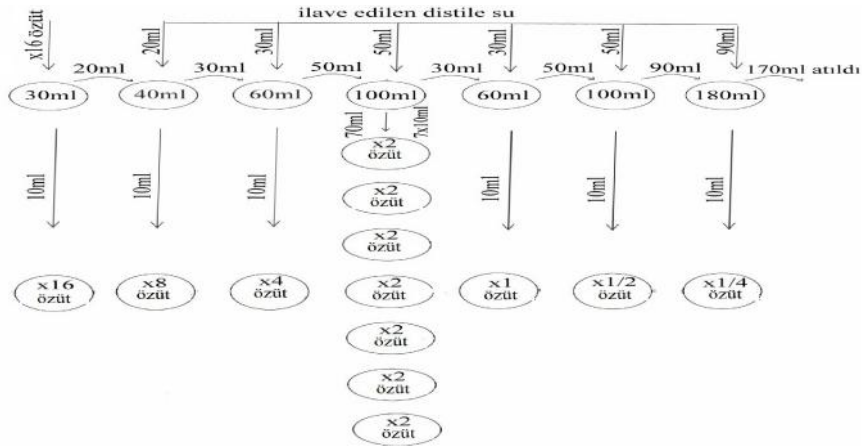
Bu bölümde, altın ve gümüş nanoparçacıklarının indirgenme süreleri belirlenmeye çalışılmaktadır. İndirgenme sürelerinin belirlenmesi için özüt-Ag ve özüt-Au karışımlarının periyodik aralıklarla UV-Vis spektrumları elde edilmiştir. Karışımlar spektrofotometre içerisinde karanlık ortamda,

1 ıktan izole olarak tutulmu dolayısıyla sadece spektrofotometrenin kayna mının etkisi altında kalmı tır.

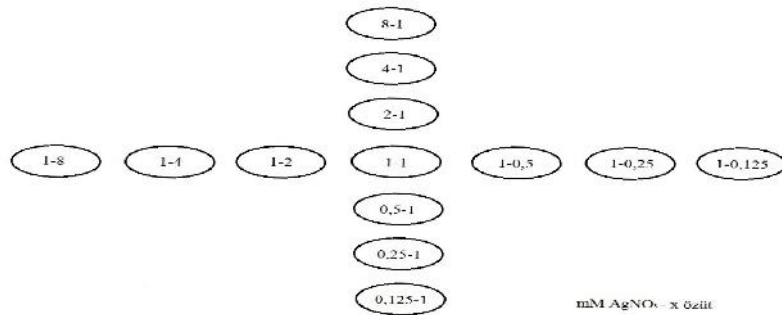
Referans çözelti olarak %50 seyreltilmi ilgili özüt çözeltisi kullanılarak 1mM AgNO₃ ve x1 ile gösterilen özüt karı ımlarının zamana ba lı absorbands spektrumları elde edilmi tır.



(a)



(b)



(c)

ekil 3.1. Gümü çözeltilerinin hazırlanma yöntemi (a), yaprak özüt deri imlerinin hazırlanma yöntemi (b), karı ımların her birinin Ag-özüt deri imleri (c)

3.4. Görüntü Analizi

Mikroskop, gözle görülemeyecek kadar küçük objelerin görüntüsünün büyütülmesini sağlayan aygıttır. Balançta ışık kaynağı olarak sadece görünür ışığın kullanıldığı ve birkaç mercekten oluşan bu sistem, mikro ölçekte görüntü alabilmesinden dolayı mikroskop olarak adlandırılmı tır. De Broglie hipotezi ile elektronun hem dalga hem de tanecik doğasına sahip olduğunun anlaşılmasıyla günümüzde ışık kaynağı olarak elektronların kullanıldığı elektron mikroskopları geliştirilmiştir.

Elektron mikroskopları, adından anlaşılacağı gibi yüksek enerjili elektronların örneğe gönderilmesi ve birincil elektronların ya da ikincil elektronların CCD (Charge Coupled Detector) dedektörlerle belirlenmesine dayanır. Elektron mikroskopları, geçirmeli elektron mikroskobu, taramalı elektron mikroskobu (scanning electron microscope, SEM) ve düşük enerjili elektron mikroskobu (low-enerji electron microscope, LEEM) olmak üzere çeşitleri vardır.

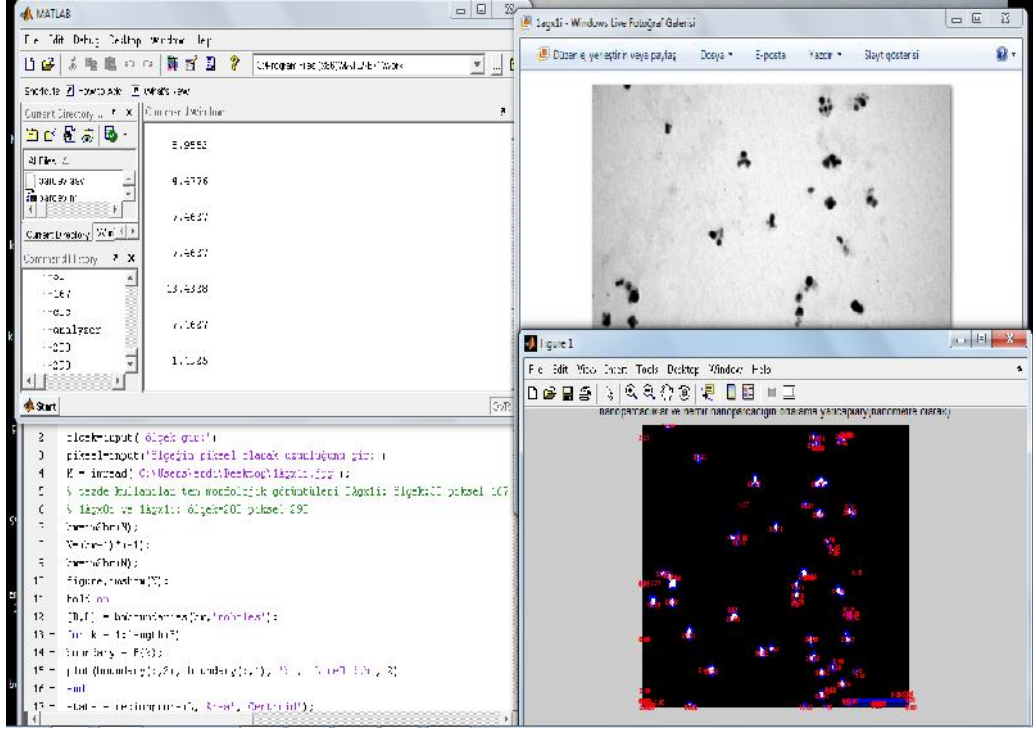
Tez çalışmasında nanoparçacıkların görüntülenmesi için LEO 906E model TEM kullanılmı tır. Yüksek çözünürlükte görüntü kalitesine sahip olan cihaz, ince bir numunenin içinden geçen yüksek enerjili elektronun görüntülenmesi prensibine dayanır.

3.5. Boyut Analizi

Parçacık boyutları belirlenirken parçacıkların şekilleri çok önemlidir. Küresel bir parçacık için boyut tek bir parametre olup çap olarak verilir. Ancak, parçacık şekli daha karmaşık oldu unda, boyutu tek bir parametre ile belirlemek zordur. Yassı veya pul şeklindeki bir parçacık göz önüne alındı ında, boyutu tanımlamak için çap bilgisinin yanında genişlik bilgisi de gereklidir. Şekil daha düzensiz oldu unda, olası boyut parametrelerinin sayısı artar.

Parçacık boyut analizlerinde genellikle parçacık yüzey alanı, izdüşüm alanı, en büyük uzunluk, en küçük kesit alanı ya da parçacık alanı gibi parametreler kullanılır. Bu parametrelerin cihazdan cihaza farklılık göstermesi ve nanoparçacıkların öngörülen şekillerinin kabullerden oluşması gibi nedenlerden dolayı parçacık boyutlarında

farklılıklar olu abilmektedir. Genellikle düzensiz ekle sahip nanoparçacıklar küresel kabul edilmektedir ve boyut belirlemede e de er çap bilgisi kullanılır. E de er çap; hacim, alan gibi ölçülebilen niceli e dayandırılabilir.



ekil 3.2. TEM görüntülerinden parçacık boyutlarını hesaplayan Matlab programı ve incir-AgNO₃ karışımlarından elde edilen gümüş nanoparçacıkları

Bu tez çalışmasında, parçacık boyut dağılımları Malvern Zetasizer NanoZS parçacık boyut analizörü ile belirlenmiştir. Bu cihazın çalışma prensibi lazer ışığının kırınımına dayanır. Lazer ışığını, nanoparçacığa çarparak kırılır. Kırılma açısı büyük parçacıkta küçük, küçük parçacıkta büyüktür, dolayısıyla ters orantılıdır. Bu şekilde kırılan ışıkların bir dedektör yardımı ile belirlenmesiyle parçacık boyutları hakkında bilgi elde edilebilir.

Parçacık boyut analizi yapan cihazlar birbirlerine göre farklı sonuçlar verebilir. Bu nedenle alternatif bir yöntem ile parçacık boyutlarının belirlenmesinde fayda vardır. Bu çalışmada alternatif yöntem olarak TEM görüntülerini girdi olarak kabul eden ve parçacıkların boyut dağılımlarını hesaplayan kendi geliştirdiğimiz Matlab tabanlı bir

bilgisayar programı (ekil 3.2) kullanılmı tır. Programın kaynak kodu Ek-1'de verilmi tir.

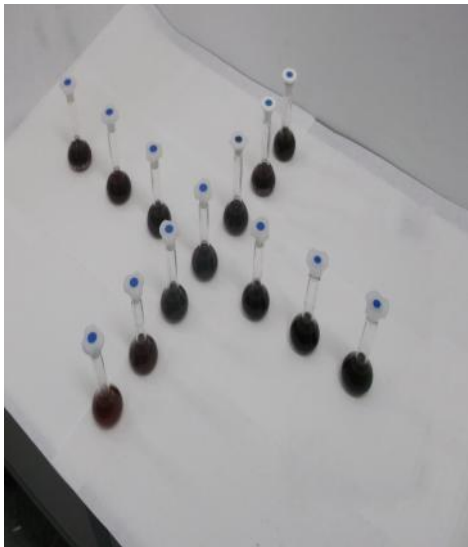
Program esas olarak TEM'den elde edilen jpg uzantılı resim dosyasını girdi olarak kabul etmektedir. Burada dikkat edilmesi gereken nokta mümkün oldu u kadar seyreltik nanoparçacıklar içeren TEM görüntüsünün seçilmesidir. Sonrasında zıtlık (kontrast) farklılıklarından yararlanarak muhtemel nanoparçacık ve nanoparçacık kümeleri için sınırları belirlenir. Bu sınırlarla uyum içerisinde olan dairesel kabul edilen nanoparçacıkların yarıçaplarını otomatik olarak belirler. Son olarak elde edilen parçacık boyut da ılımlarını bilgisayar dosyasına kaydeder.

4. ARA TIRMA BULGULARI

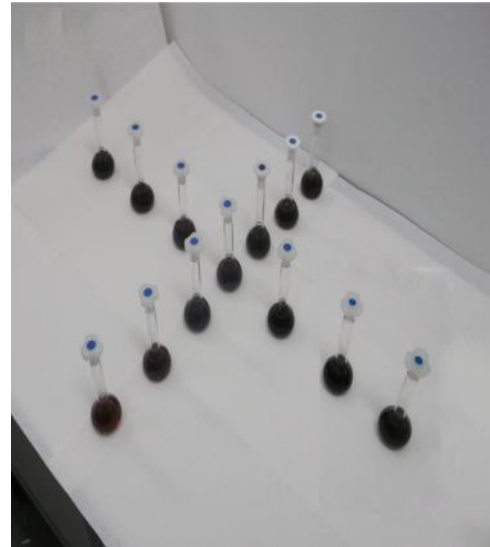
Bu bölümde ayrıntıları Bölüm 3'te verilen hazırlanma teknikleri ile hazırlanan örnekler üzerinde yapılan fiziksel ölçümlerin sonuçları değerlendirilmiştir. Nanoparçacıkların oluşum kinetiği zamana bağlı UV-Vis absorptans spektrumları ile belirlenmiştir. Deneylerde her iki bitki için de zamana bağlı absorptans spektrumları alınmıştır. Ag nanoparçacıklarının oluşum kinetiği hakkında bilgiler elde edilmiştir. Ayrıca kekik-Au nanoparçacıklarının zamana bağlı absorptans spektrumları alınarak Au nanoparçacıklarının oluşumu hakkında bilgi edinilmiştir.

4.1. Görüntü Analizi

Farklı deri imlerdeki özüt-AgNO₃ karışımlarının belirli sürelerdeki görüntüleri ekil 4.1 ve 4.2'de gösterilmiştir. Her iki bitki karışımı için de, özüt ve Ag deri imi arttıkça renk deri imlerinin de arttı ve kekik-AgNO₃ karışımlarının renk deri iminin incir-AgNO₃ karışımlarına göre daha fazla olduğu görülmüştür. Zamanla görülen renk deri imindeki artış ise nanoparçacıkların oluşum hızı ile ilgilidir.

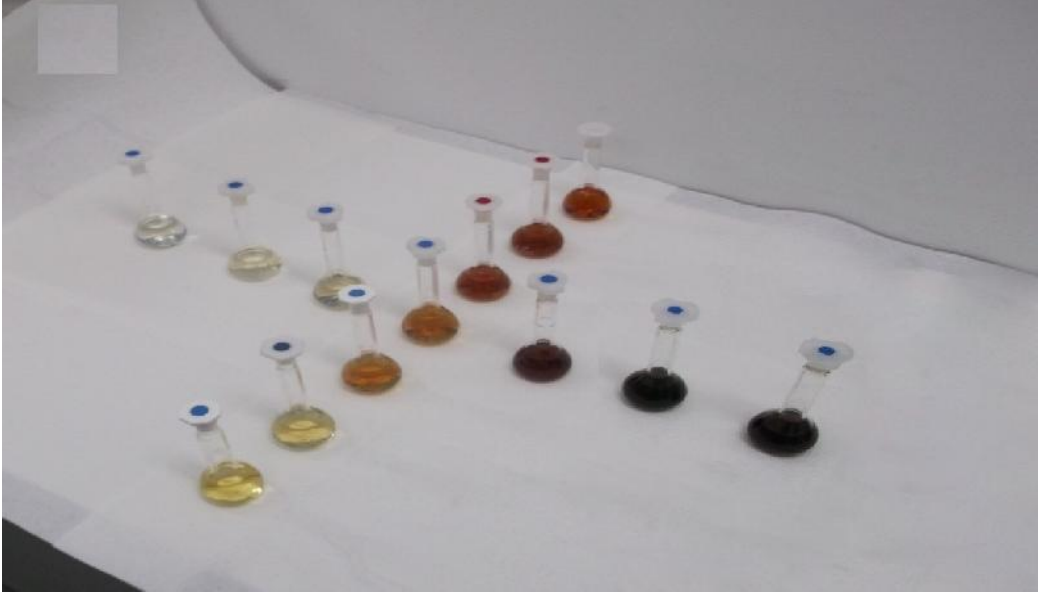


(a)

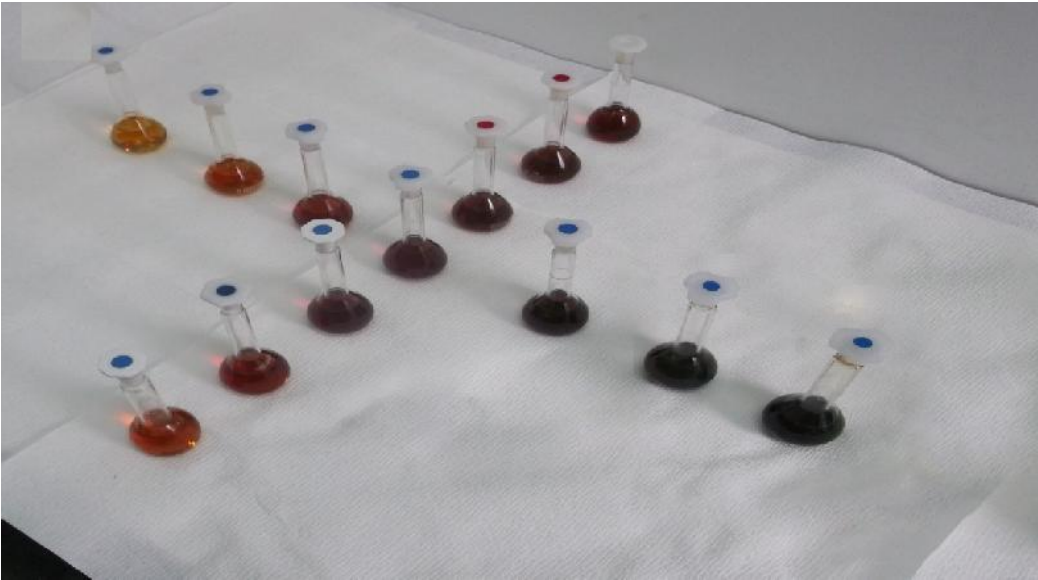


(b)

ekil 4.1. Deri imleri farklı Kekik-AgNO₃ karışımları; 24 saat (a), 48 saat (b) sonra



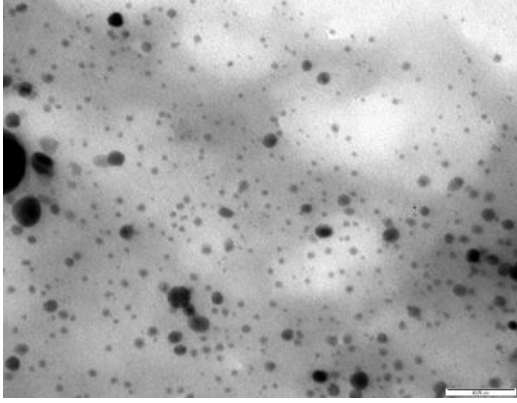
(a)



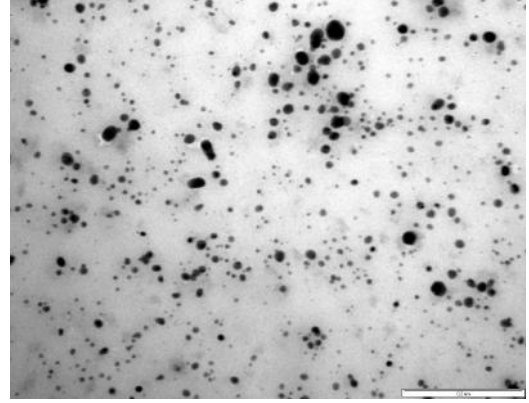
(b)

ekil 4.2. Deri imleri farklı incir- AgNO_3 karı ımları; 24 saat (a), 48 saat (b) sonra

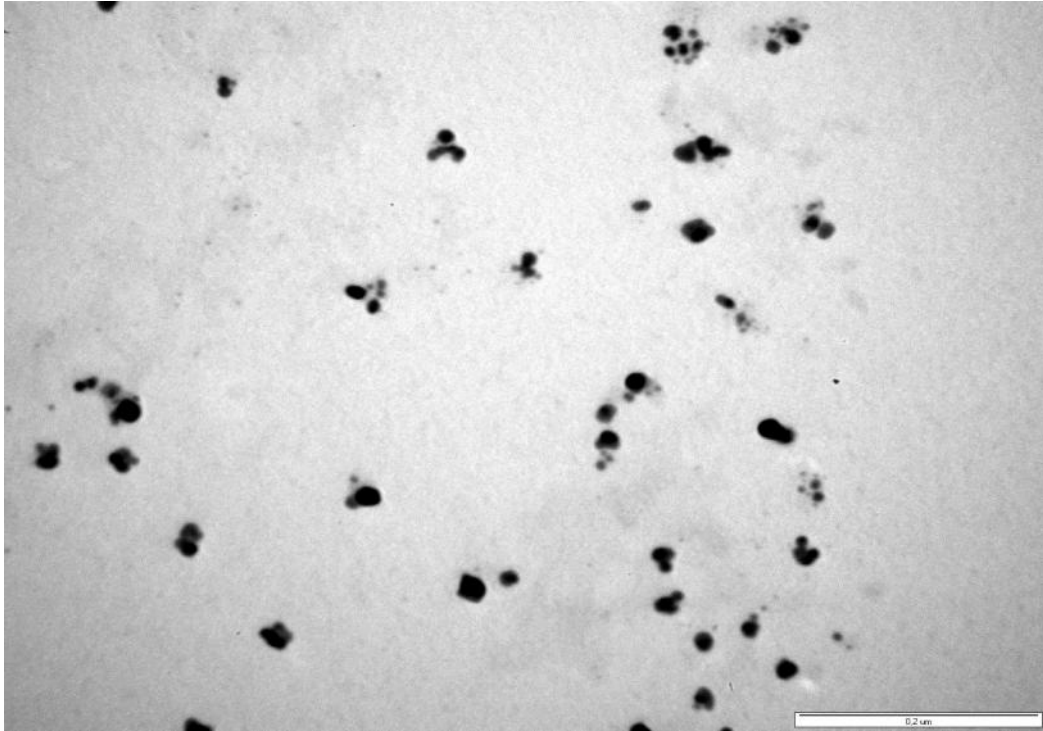
Özüt-metalik tuz karı ımları geçirmeli elektron mikroskobu ile görüntülenmi ; kekik ve incir bitkilerinin gümü ve altın nanoparçacıklarını indirgedikleri görülmü tür. Farklı deri imlerde AgNO_3 ve incir özütü karı ımlarıyla elde edilen nanoparçacıklara ait TEM görüntüleri ekil 4.3'te verilmi tir. Benzer ekilde incir-Au karı ımlarından elde edilen altın nanoparçacıklarının ait TEM görüntüleri ekil 4.4'te verilmi tir. Altın nanoparçacıkları üçgensel ve dairesel, gümü nanoparçacıkları ise daireseldir.



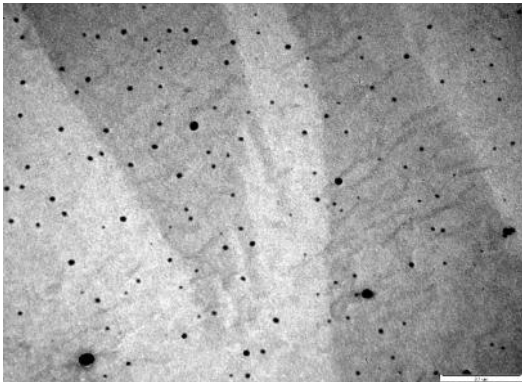
(a)



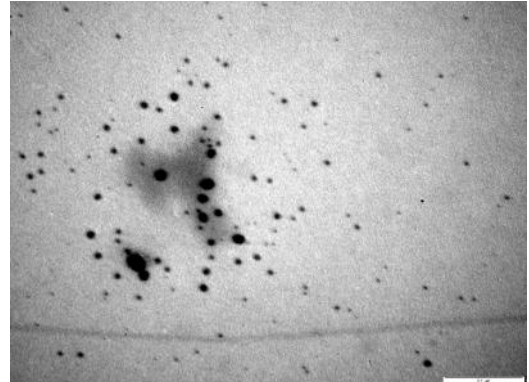
(b)



(c)

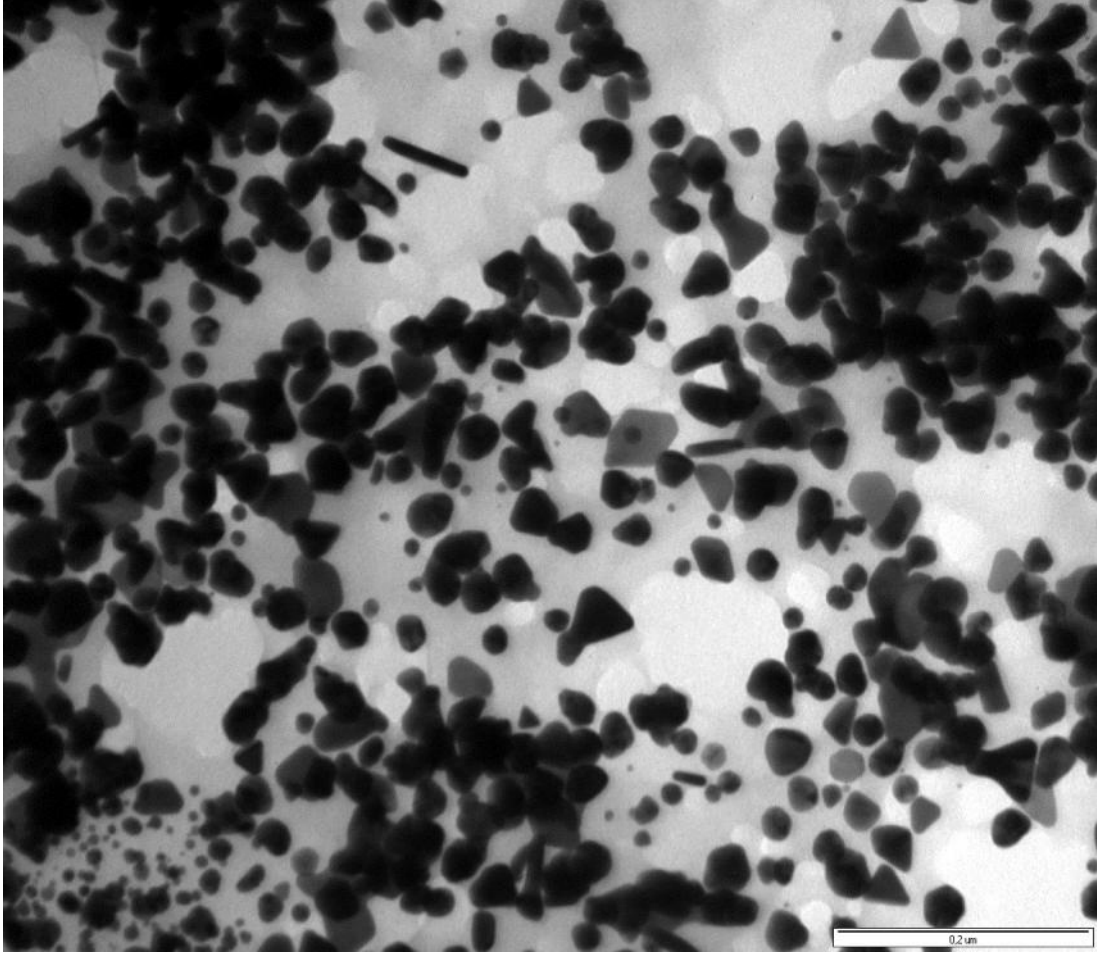


(d)



(e)

ekil 4.3. Deri imleri farklı incir-AgNO₃ karışımlarından elde edilen gümüş nanoparçacıkları; 8mM AgNO₃-x1 özüt (a), 1mM AgNO₃-x8 özüt (b), 1mM AgNO₃-x1 özüt (c), 1mM AgNO₃-x0,125 özüt (d), 0,125 mM AgNO₃-x1 özüt (e)



ekil 4.4. ncir-Au karı ımlarından elde edilen altın nanoparçacıkların TEM görüntüsü

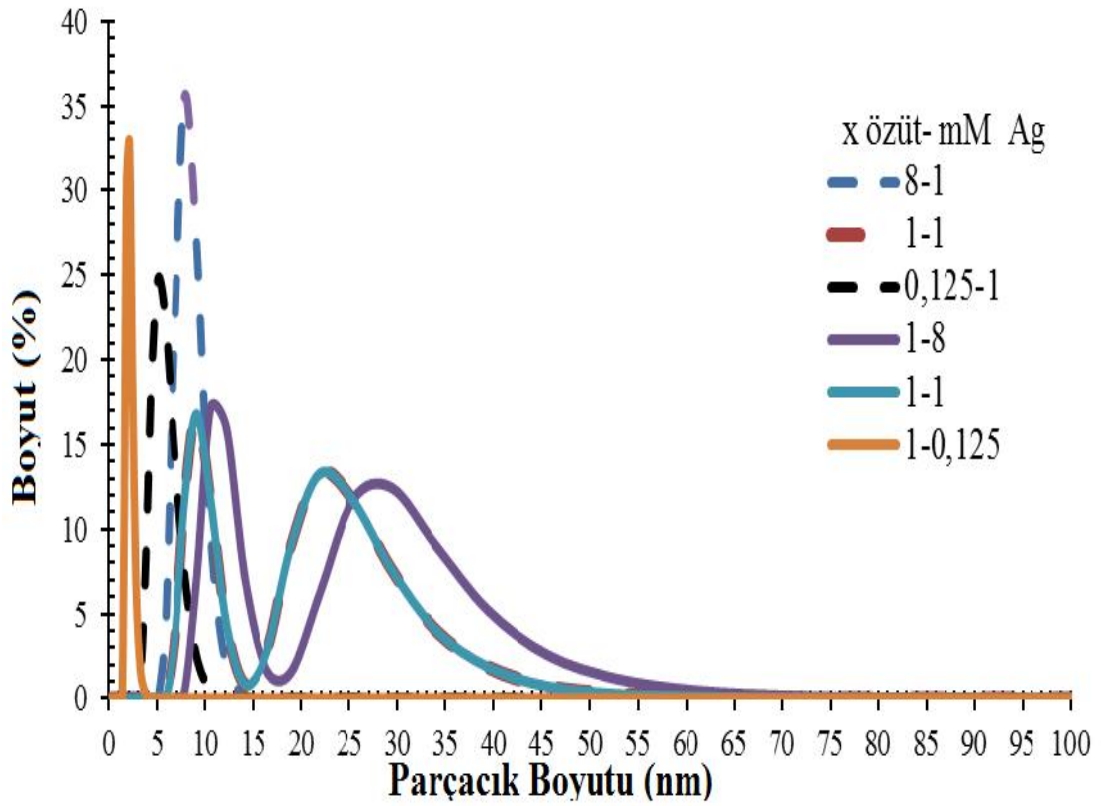
4.2. Parçacık Boyut Da ılımları

ncir yaprak özütleriyle biyosentezlenen Ag nanoparçacıkların farklı özüt ve AgNO_3 deri imleri için farklı boyut da ılımına sahip oldukları görülmü tür (ekil 4.5).

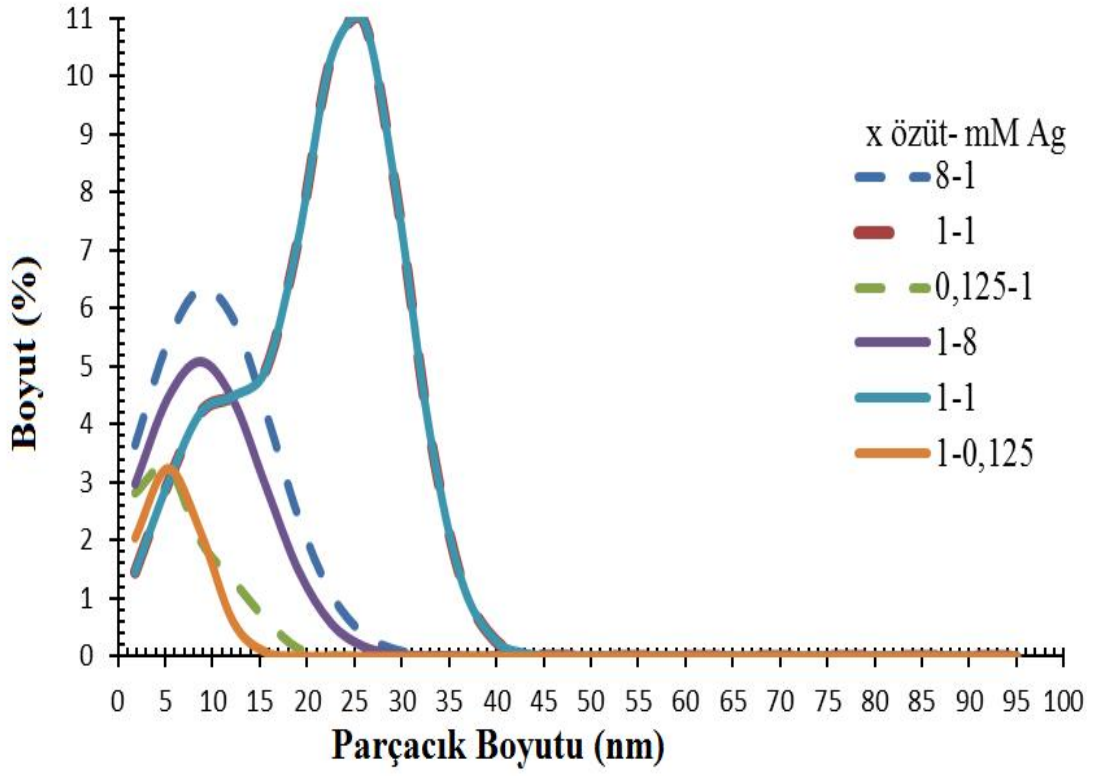
ekilde yatay eksen; nanoparçacık boyutu (nm), dü ey eksen ise belirli parçacık boyutuna sahip nanoparçacıkların toplam nanoparçacık sayısına oranını belirtmektedir. Buna göre, “x1” ile isimlendirilen incir özütü ve 8mM AgNO_3 karı ımlarından elde edilen nanoparçacıkların boyutları, 8-82 nm arasında ve tepe de eri 11 nm olarak bulunmu tur. ekil 3.1 c’de verilen kombinasyonlardaki karı ımlardan olu an nanoparçacıkların parçacık boyutları ise Çizelge 4.1’de verilmi tir. Nanoparçacıkların en küçük boyutlarda bulundu u deri im de eri ise “x1” incir ve 0,125 mM AgNO_3 deri imlerinininde, boyutları 2-4 nm arasında ve 3 nm tepe de erindedir.

Çizelge 4.1. incir-AgNO₃ karışımlarından elde edilen Ag nanoparçacıklarının parçacık boyutları

Karışım Konsantrasyonu (x özüt-mM AgNO ₃)	Parçacık çapı (nm)	Tepe değeri (nm)	
		Parçacık Analizör	TEM+Matlab Analizi
1-8	8-82	11	9
1-1	6-61	9-22	25
1-0,125	2-4	3	5
8-1	6-25	8	9
1-1	6-61	9-22	25
0,125-1	3-11	5	5



ekil 4.5. Farklı deri imlerde incir-AgNO₃ karışımlarından parçacık boyut analizör ile elde edilen Ag nanoparçacıklarının boyut dağılımı

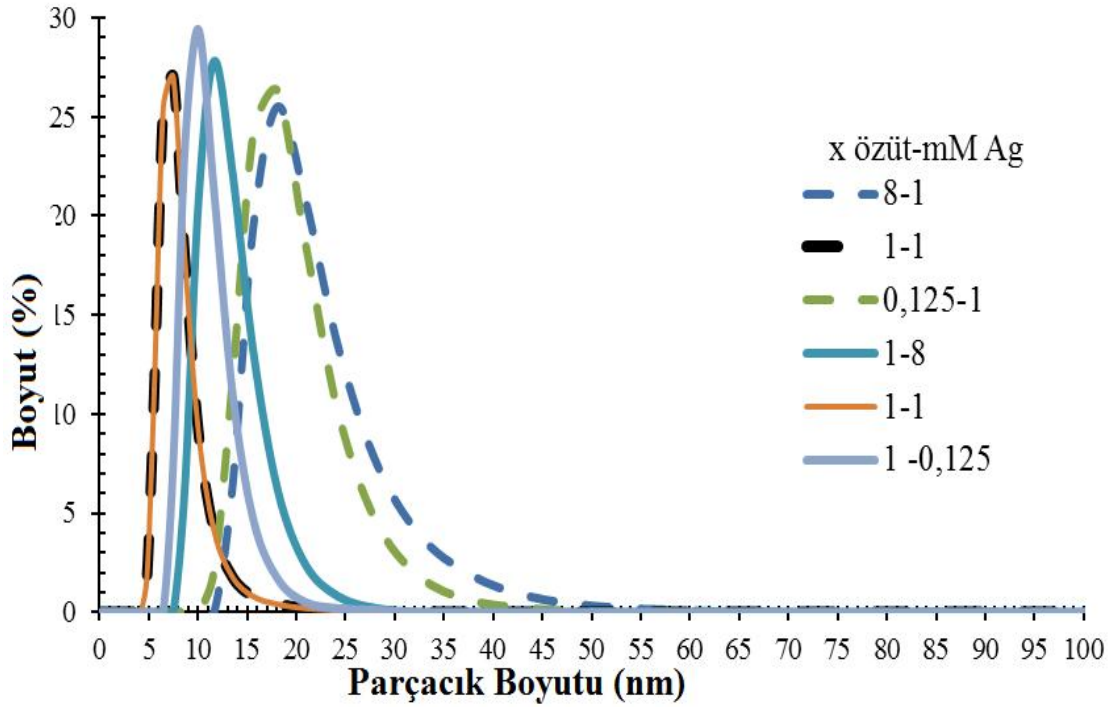


ekil 4.6. Farklı deri imlerde incir-AgNO₃ karı ımları için TEM+Matlab programı ile elde edilen Ag nanoparçacıkların parçacık boyut dağılımı

Çizelge 4.2. Kekik-AgNO₃ karı ımlarından elde edilen Ag nanoparçacıkların parçacık boyutları

Karı ım konsantrasyonu (x özüt-mM AgNO ₃)	Parçacık çapı (nm)	Tepe de eri (nm)
1 -8	7-28	12
1-1	5-24	7
1-0,125	9-28	11
8-1	14-58	8
1-1	5-24	7
0,125-1	12-44	18

ekil 4.3'te verilen incir-AgNO₃ karışımlarına ait TEM görüntüleri ve bu görüntülerin oluşturulan Matlab programında değerlendirilmesiyle elde edilen nanoparçacıkların parçacık boyut dağılımı ekil 4.6'da gösterilmiştir. Parçacık boyutları, parçacık boyut analizörü (ekil 4.5) ile benzer sonuçlar vermektedir. Bölüm 3.5'te belirtildiği gibi parçacık boyutlarında yöntemlere bağlı farklılıklar gözlenmiştir. "x1" incir-1 mM AgNO₃ karışımlarından elde edilen parçacıklar iki adet tepe noktasına sahiptir. Parçacık boyut analizöründe tepe değerine 9 nm'de ulaşırken, bu yöntemde 25 nm'de ulaşmaktadır.

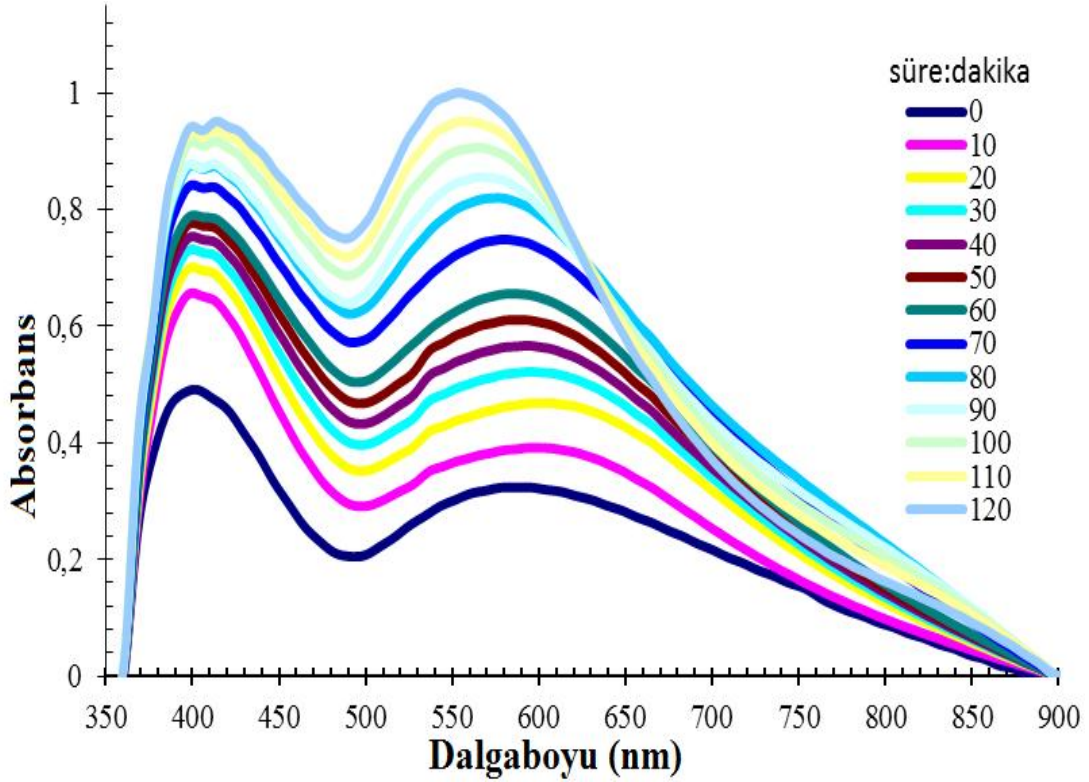


ekil 4.7. Farklı derişimlerdeki kekik-AgNO₃ karışımlarının parçacık boyut dağılımı

Kekik yaprak özütleriyle biyosentezlenen Ag nanoparçacıklarının, özüt ve AgNO₃ derişimleri ile derişim en farklı boyut dağılımına sahip oldukları görülmüştür (ekil 4.7). Karışımlarda oluşan nanoparçacıkların parçacık boyutları ise Çizelge 4.2'deki gibidir.

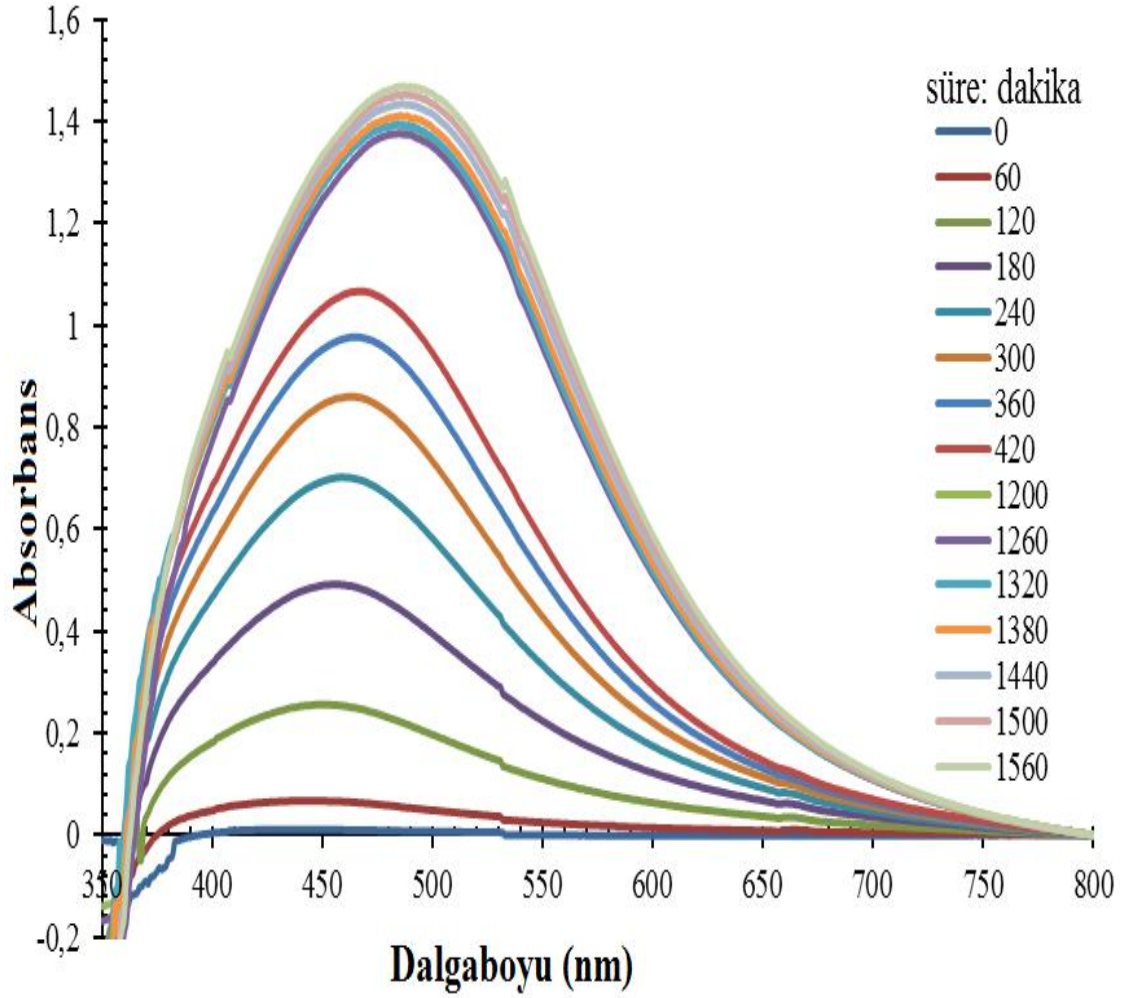
4.3. UV-Vis Spektrumları

ekil 4.8’de verildi i gibi kekik-Au karı ımlarının 10 dakikalık aralıklarla absorbands spektrumları alınmı tır. Nanoparçacık olu umunun neredeyse ba langıç anında ba ladı ı görölmektedir. Spektrofotometrenin her bir absorbands spektrumunu 3 dakika içinde tamamladı ı göz önüne alınarak, ba langıç anından itibaren 3 dakikalık hata payıyla çalı ılmı tır. Ba langıç anında pik vermi olması bu sebeptir. Absorbands spektrumları zamanla artan yüzey plazmon piklerine sahiptirler ve ayrıca ba langıçta 590 nm’de olu an pikler 2 saatin sonunda 550 nm’ye kaymı tır. Absorbands spektrumlarının yakla ık 40 nm kadar maviye kayması söz konusudur.



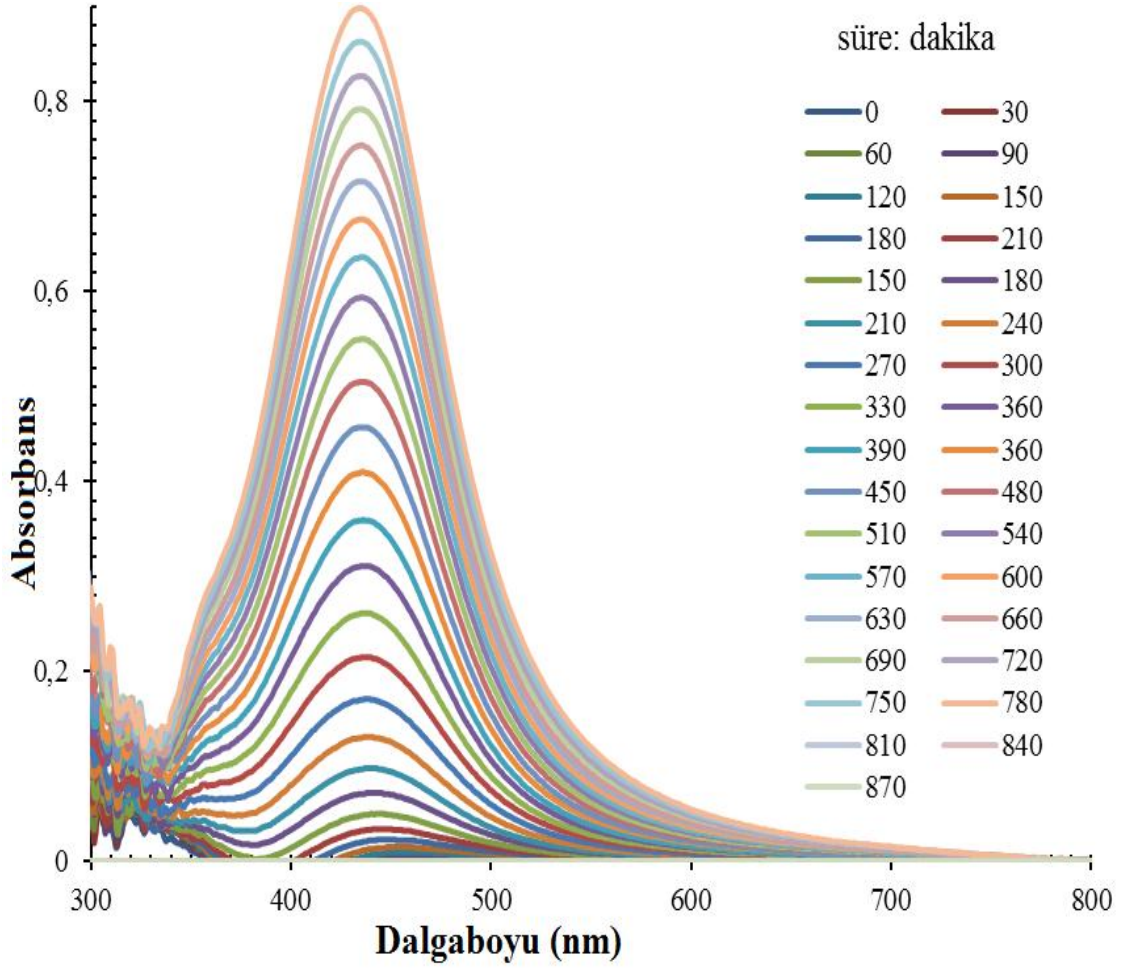
ekil 4.8. x1 Kekik ve 1 mM Au karı ımının absorbands spektrumunun zamanla de i imi

ekil 4.9’da kekik-AgNO₃ karı ımının absorbands spektrumu görölmektedir. Spektrum, periyodik zaman aralıklarında alınmı tır ve karı ımlar deney süresince karanlık ortamda tutulmu , kısa süreli ine (her 60 dakika bir 3 dakika süreyle) spektrofometre tarafından aydınlatılmı tır.



ekil 4.9. x1 Kekik ve 1 mM Ag karı ımının absorbans spektrumunun zamanla de i imi

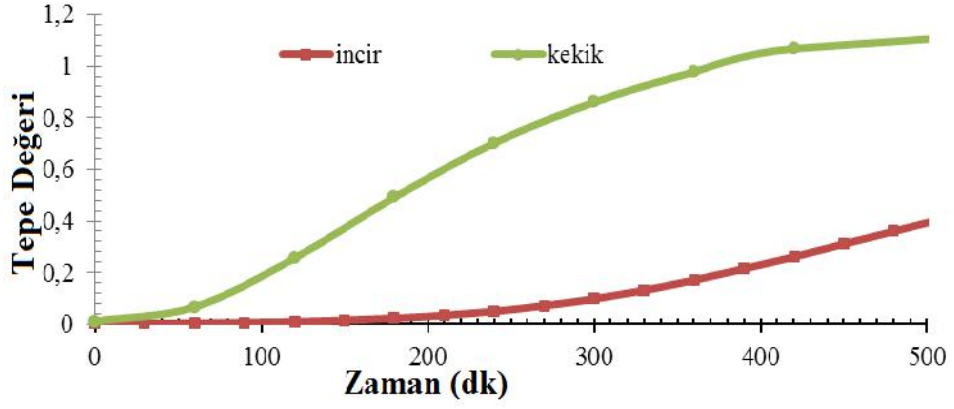
Absorbans spektrumlarına bakıldı ında iddeti zamanla artan yüzey plazmon piklerine sahip oldukları ve ayrıca piklerin kırmızıya kaydıkları görülmektedir. Kırmızıya kayma 0-420 dakika aralı ında yava , 420-1200 dakika aralı ında çok daha hızlı ve 1200-1560 nm aralı ında çok yava oldu u anlaşılmaktadır. Deney sürecinde 420-1200 dakika aralı ında spektrofotometreyle spektrum alınmamı dolayısıyla numune ı ı a maruz kalmamı tır. 0-420 dakika arasında ise 1 saatte sadece 3 dakika ık almı tır. Olu an kaymanın nedeni özüt-AgNO₃ karı ımlarının ı ı a duyarlı olmasından kaynaklanabilir. I ı a maruz kaldı ında kayma olmazken karanlık ortamda kırmızıya kaymaktadır.



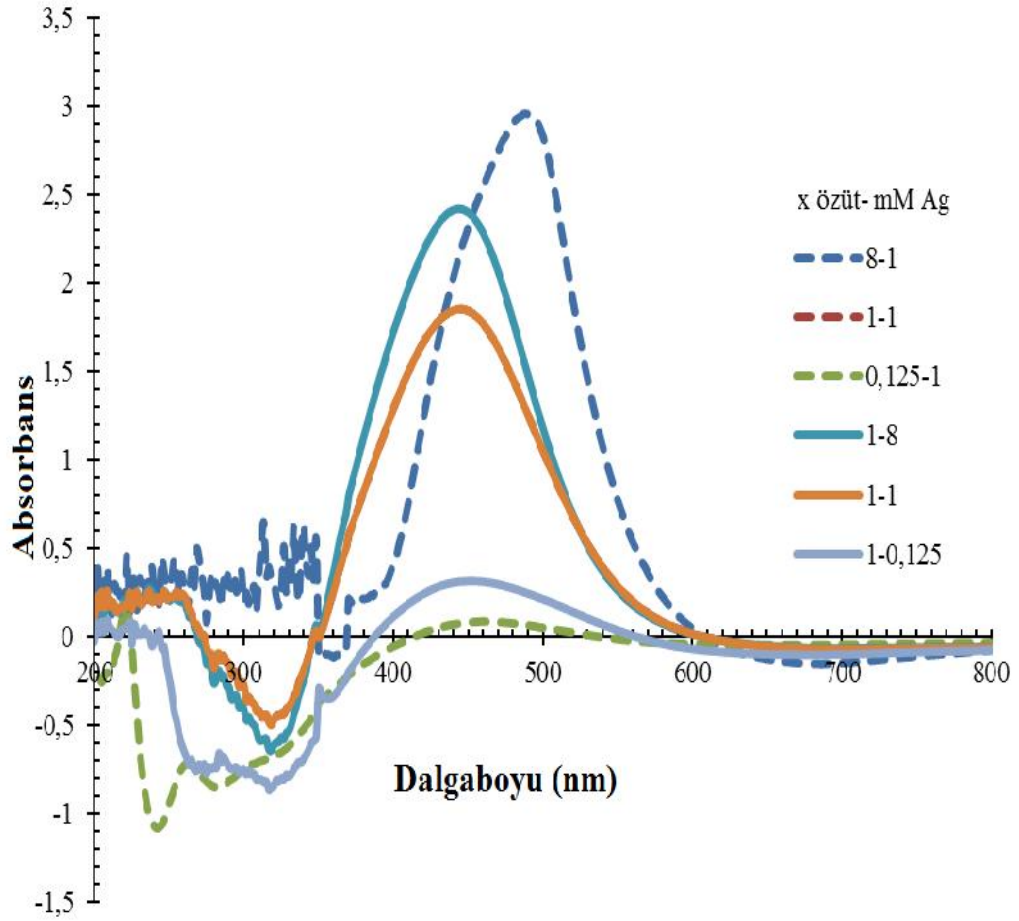
ekil 4.10. x1 incir ve 1 mM AgNO₃ karışımının absorbans spektrumlarının zamanla değişimi

ekil 4.10'da incir-AgNO₃ karışımının zamana bağlı absorbans spektrumu görülmektedir. Spektrum, 435 nm'de zamanla artan yüzey plazmon pikleri sergilemektedir.

ekil 4.11'de bitkilerin absorbans spektrumunun pik intensitesinin zamana bağlı grafiği verilmektedir. Buna göre kekik bitkisinin incir bitkisine göre çok daha hızlı şekilde nanoparçacıkları indirgediği görülmektedir.

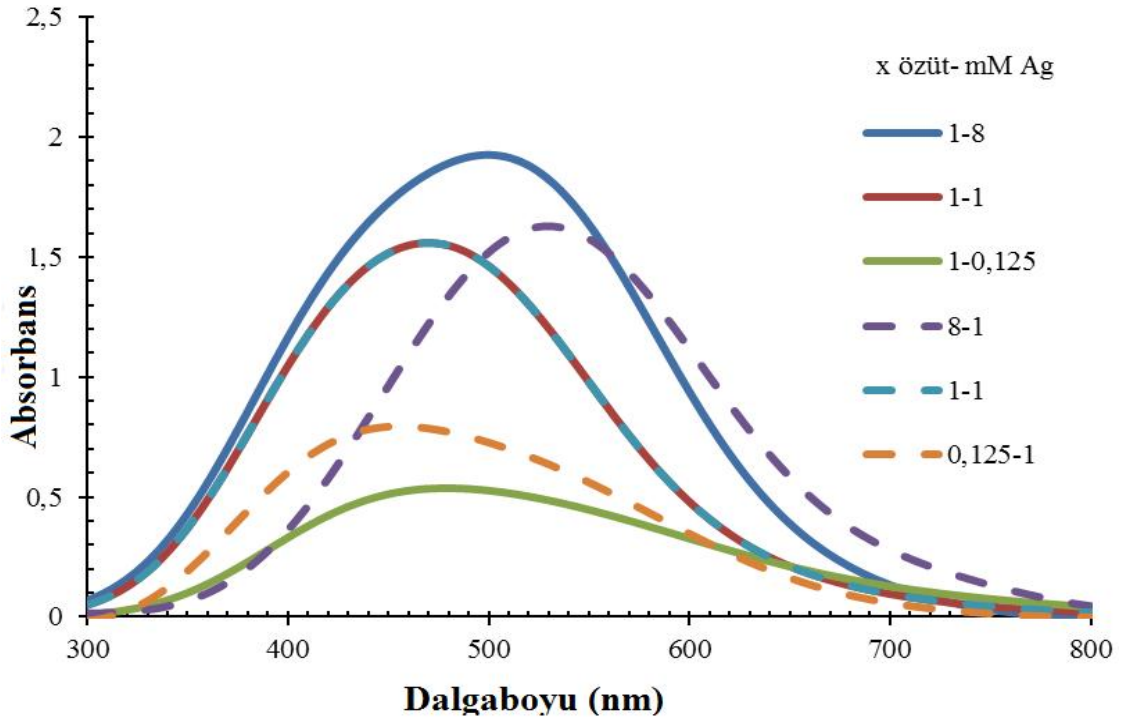


ekil 4.11. Bitki özütü-AgNO₃ karışımını için tepe değerlerinin zamanla değişimi



ekil 4.12. Farklı derişimlerdeki incir-AgNO₃ karışımının absorbans spektrumu

ncir-AgNO₃ karı ımlarından 3 gün sonra alınan UV-Vis absorbands spektrumları ekil 4.12’de verilmektedir. Absorbans spektrumları, ‘‘x8’’ incir-1mM AgNO₃ 488 nm’de, ‘‘x1’’ incir-1mM AgNO₃ 443 nm’de, ‘‘x0,125’’ incir-1mM AgNO₃ 461 nm’de, ‘‘x1’’ incir-8mM AgNO₃ 443 nm’de, ‘‘x1’’ incir-0,125mM AgNO₃ 453 nm’de, özüt ve AgNO₃ deri imi arttıkça artan yüzey plazmon rezonans pik iddetlerine sahip oldukları ve AgNO₃ deri imi arttıkça piklerin maviye kaydı ı, özüt deri imi arttıkça ise kırmızıya kaydı ı görülmü tür.



ekil 4.13. Farklı deri imlerdeki kekik-AgNO₃ karı ımlarının absorbands spektrumları

Kekik karı ımları hazırlandıktan 2 gün sonra alınan UV-Vis absorbands spektrumları ekil 4.13’te verilmektedir. Absorbans spektrumları, ‘‘x8’’ kekik -1mM AgNO₃ 500 nm’de, ‘‘x1’’ kekik -1mM AgNO₃ 470 nM’de, ‘‘x0,125’’ kekik -1mM AgNO₃ 474 nm’de, ‘‘x1’’ kekik -8mM AgNO₃ 530 nm’de, ‘‘x1’’ kekik -0,125mM AgNO₃ 454 nm’de, özüt ve AgNO₃ deri imi arttıkça artan yüzey plazmon rezonans pik iddetlerine sahip oldukları ve AgNO₃ deri imi arttıkça piklerin kırmızıya kaydıkları görülmü tür.

5. TARTI MA ve SONUÇ

Bu tez çalı masında, Türkiye’de yaygın yeti en kekik ve incir bitkileri ilk kez gümü Ag ve Au nanoparçacıklarının sentezinde kullanılmı tır. Elde edilen Ag nanoparçacıkların, bitkilerin her ikisi içinde dairesel ekle sahip oldukları görülmü tür. Au nanoparçacıkların ise üçgensel ve küresel ekle sahip oldu u görülmü tür.

Nanoparçacıkların olu um hızlarının bitkiden bitkiye de i ti i görülmü tür. Kekik bitkisi, Ag nanoparçacıklarını incir bitkisine göre daha hızlı indirgemektedir. Kekik bitkisi Ag nanoparçacıklarını ba langıç anından itibaren indirgemeye ba larken incir bitkisi 150 dakikadan sonra indirgemeye ba lamı tır. Ayrıca altın nanoparçacıkları gümü nanoparçacıklarına oranla daha hızlı indirgenmektedir.

Ag nanoparçacıkları, kekik bitkisinde 5-58 nm, incir bitkisinde ise 2-82 nm arasında Poisson benzeri boyut da ılımı sergilemektedir. Çözelti deri imi arttıkça, incir bitkisi ile elde edilen Ag nanoparçacıklarının boyutlarının da arttı ı söylenilebilir.

AgNO₃ deri imi, karı ımların yüzey plazmon rezonans piklerinin konumlarını etkilenmektedir. Öyle ki artan AgNO₃ deri imi ile incir- AgNO₃ karı ımlarında maviye, kekik- AgNO₃ karı ımlarında ise kırmızıya kayma gözlenmi tir. Ayrıca UV-Vis spektrumları zamanla ya da özüt ve AgNO₃ deri imi ile artan yüzey plazmon rezonans piklerine sahiptir.

Bu tez çalı ması, ülkemizde yaygın yeti en/yeti tirilen ba ka bitkileri de kullanarak metal nanoparçacıkların üretilmesi, Ag nanoparçacıklarının ık duyarlılı ı; ık iddetinin ve dalgaboyunun, nanoparçacıkların indirgenme sürecine olan etkisinin ara tırılması için bilgi birikimi olu umuna katkı sa layacaktır.

KAYNAKLAR

- Ankamwar, B., Chaudhary, M., Sastry, M., 2005. Gold nanotriangles biologically synthesized using tamarind leaf extract and potential application in vapor sensing. *Synthesis and Reactivity in Inorganic, Metal-Organic, and Nano-Metal Chemistry*. 35, 19-26.
- Ahmad, A., Senapati, S., Khan, M.I., Kumar, R., Sastry, M., 2003. Extracellular Biosynthesis of monodisperse gold nanoparticles by a novel extremophilic actinomycete, *Thermomonospora sp.* *Langmuir*. 19. 3550-3553.
- Bar, H., Bhui D.K., Sahoo G.P., Sarkar, P., Pyne, S., Misra, A., 2009a. Green synthesis of silver nanoparticles using seed extract of *Jatropha curcas*. *Colloids Surf. A*. 348, 212-216.
- Bar, H., Bhui, D. K., Sahoo, G. P., Sarkar, De, S. P., Misra, A., 2009b. Green synthesis of silver nanoparticles using latex of *Jatropha curcas*. *Colloids and Surfaces A*, 339, 134-139.
- Barnett, C.E., 1942. Some application of wavelength turbidimetry in the infrared. *The Journal of Physical Chemistry*, 46, 69-75.
- Blomberg, S., Ostberg, S., Harth, E., Bosman, A.W., Horn, B. V., Hawker, C.J., 2002. Production of crosslinked, hollow nanoparticles by surface-initiated living free-radical polymerization. *Journal of Polymer Science: Part A Polymer Chemistry*, 41 1309-1320.
- Bragg, P. D., Rannie, D. J., 1974. The effect of silver ions on the respiratory chain of *Escherichia coli*. *Can J Microbiol*, 883-9.
- Brinker, C.J. Scherer G.F. (1990), *Sol-gel Science: The physics and chemistry of sol-gel processing* Retrieved 2013. from http://www.google.com.tr/books?hl=tr&lr=&id=V2vRvsTaCwMC&oi=fnd&pg=PR11&dq=sol+gel&ots=WMJVfY8iFQ&sig=p8zetaOKzxnZHBvAZuKo8H8E6hg&redir_esc=y#v=onepage&q=sol%20gel&f=false
- Cao, Y.W., Jin, R., Mirkin, C. A., 2001. DNA-modified core-shell Ag/Au nanoparticles. *Journal of the American Chemical Society*, 123, 7961-7962
- Changwei, H., Mei L., Weili W., Yibin C., Jun C. Liuyan Y., 2012. Ecotoxicity of silver nanoparticles on earthworm *eisenia fetida*: responses of the antioxidant system, acid phosphatase and ATPase. *Toxicological & Environmental Chemistry*, 732-741
- Creighton, J.R., Coltrin, M.E., Figiel, J.J., 2008. Rapid biosynthesis of silver nanoparticles by exploiting the reducing potential of *trapa bispinosa* peel extract. *Application Physics. Letter*, 93 171906.
- Doron, A., Katz, E., Willner, I., 1995. Organization of Au colloids as monolayer films onto glass surfaces: application of the metal colloid films as base interfaces to construct redox-active monolayers. *American Chemical Society*. 11, 1313-1317
- Dubey, M., Bhadauria, S., Kushwah, B. S., 2009. Green synthesis of nanosilver particles from extract of *Eucalyptus hybrida* (safeda) leaf. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*. 4, 537-543
- Dubey, S. P., Lahtinen, M., Sillanpaa, M., 2010. Tansy fruit mediated greener synthesis of silver and gold nanoparticles. *Process Biochemical*. 45, 1065-1071
- Dwivedi, A.D., Gopal, K., 2010. Biosynthesis of silver and gold nanoparticles using *Chenopodium album* leaf extract. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 369, 23-37

- Feng, Q., L., Wu, J., Chen, G., Q., Cui, F., Z., Kim, T., N., Kim, J., O., 2000. A mechanistic study of the antibacterial effect of silver ions on *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. *Journal of Biomedical Materials Research*, 4, 662-668
- Gardea-Torresdey, J.L., Tiemann, B.S., Gamez, G., Dokken, K., Tehuacanero, S., Jose-Yacamán, M., 1999. Biosynthesis of silver and gold nanoparticles using *Chenopodium album* leaf extract. *Colloids and Surfaces A*, 1, 397-404
- Goldstain, A., 1997. *Handbook of Nanophase Materials*. Marcel Dekker Inc, New York.
- Gürmen, S., Ebin, B., (b.t.). Nanopartiküller ve üretim yöntemleri-1, *Metallurji Dergisi*, 150.s
- Ishikawa, Y., Shibata, N., Fukatsu, S., 1997. Highly oriented Si nanoparticles in SiO₂ created by si molecular beam epitaxy with oxygen implantation. *Thin Solid Films*, 294, 227-230.
- Kasthuri, J., Veerapadian, S., Rajendiran, N., 2009. Biological synthesis of silver and gold nanoparticles using apiin as reducing agent, *Colloids Surf. B*, 68, 55-60.
- Kim, D.S. Lee, R.Y., 2000. Synthesis and photoluminescence properties of (y,gd)bo₃ : eu phosphor prepared by ultrasonic spray. *Journal of Materials Science*, 35, 4777-4782
- Kowshik, M., Ashtaputre, S., Kharrazi, S., Vogel, W., Urban, J., Kulkarni, S.K., Paknikar, K.M., 2003. Extracellular synthesis of silver nanoparticles by a silver-tolerant yeast strain MKY3 *Nanotechnology* 14, 95.
- Krishnaraj, C., Jagan, E. G., Rajasekar, S., Selvakumar, P., Kalaichelvan, P.T., Mohan, N., 2010. Synthesis of silver nanoparticles using *Acalypha indica* leaf extracts and its antibacterial activity against water borne pathogens. *Colloids and Surfaces B*, 76, 50-56
- Lamsal, K., Kim, S., Jung, J. H., Kim, Y. S., Kim, K. S., Lee, Y.S, 2011. Inhibition effects of silver nanoparticles against powdery mildews on cucumber and pumpkin. *The Korean Society of Mycology*, 39, 26-32.
- Lee, H., Song, J., Y., Kim, B., S., 2013. Biological synthesis of copper nanoparticles using magnolia kobus leaf extract and their antibacterial activity. *Journal of Chemical Technology*, 88, 1971-1977
- Liveri, V. T., 2006. Controlled synthesis of nanoparticles in microheterogeneous systems. *Springer Science+Business Media Inc*, New York.
- Mallikarjuna, N., N., Rajender, S., V., 2008. Green synthesis of silver and palladium nanoparticles at room temperature using coffee and tea extract. *Green Chemistry*, 10, 859-862
- Narayanan, K.B., Sakhivel, N., 2008. Coriander leaf mediated biosynthesis of gold nanoparticles. *Materials Letters*, 62, 4588-4590
- Orendorff, C. J., Gole, A., Sau, T. K., Murphy, C. J., 2005. Surface-enhanced raman spectroscopy of self-assembled monolayers: sandwich architecture and nanoparticle shape dependence. *Analytical Chemistry*, 77, 3261-3266
- Parashar, V., Parashar R., Sharma, B., Pandey, A.C., 2009. Parthenium leaf extract mediated synthesis of silver nanoparticles: a novel approach towards weed utilization. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 4, 45-50
- Parashar. U. K., Saxenaa, P. S., Sirivastava, A., Bioinspired synthesis of silver nanoparticles. *Digest J. Nanomater. Biol.* 4, 159-166

- Pasricha, R., Singhe, A., Sastry, M., 2009. Shape and size selective separation of gold nanoclusters by competitive complexation with octadecylamine monolayers at the air–water interface. *Journal of Colloid and Interface Science*.333, 380-388
- Park, J.H., Sudarshan, T.S., 2001. *Surface Engineering Series Volume 2: Chemical Vapor Deposition*. Retrieved 2012. ASM international, United States of America.
- Philip, D., 2010a. Green synthesis of gold and silver nanoparticles using *Hibiscus rosa sinensis*. *Physica E*. 5, 1417-1424
- Philip, D., 2010b. Honey mediated green synthesis of silver nanoparticles. *Spectrochimica Acta Part A*. 75, 1078-1081
- Rogers, j., V., Parkinson, C., V., Choi, Y., W., Speshock, J., L., Hussain, S., M., 2008. A preliminary assessment of silver nanoparticle inhibition of monkeypox virus plaque formation. *Nanoscale Research Letter*. 3,129-133.
- Santra, S., Zhang, P., Wang , K., Tan, W., 2001. Conjugation of biomolecules with luminophore-doped silica nanoparticles for photostable biomarkers. *ACS Publications*, 4988-4993
- Schmid, G., Schmid G. (Ed.), (2010) *Nanoparticles: from theory to application* (2nd ed.), Wiley-VCH, Weinheim, 214-232.
- Shankar, S. S., Ahmad, A., Sastry, M., 2003. Geranium leaf assisted biosynthesis of silver nanoparticles. *Biotechnology Progress*. 19, 1627-1631
- Shankar, S. S., Rai, A., Ahmad, A., Sastry, M., 2004. Rapid synthesis of Au, Ag, and bimetallic Au core–Ag shell nanoparticles using Neem (*Azadirachta indica*) leaf broth. *Journal of Colloid and Interface Science*. 275, 496-502
- Sharma, N.C., Sahi S. V., Nath, S., Parsons J.G., Gardea-Torresdey, J.L., Pal,T., 2007. Synthesis of plant-mediated gold nanoparticles and catalytic role of biomatrix-embedded nanomaterials. *Environment Science Technology*. 41, 5137-5142
- Smithea S. L., Philip, D., Gopchandran, K. G., 2009. Green synthesis of gold nanoparticles using *Cinnamomum zeylanicum* leaf broth. *Spectrochimica Acta Part A*. 74, 735-739
- Sutradhar, P., Saha, M., Maiti, D., 2014. Microwave synthesis of copper oxide nanoparticles using tea leaf and coffee powder extracts and its antibacterial activity. *Journal of Nanostructure in Chemistry*, DOI 10.1007/s40097-014-0086-1.
- Wang, Y., He, X., Wang, K., Zhang, X., Tan, W., 2009. Barbated skullcup herb extract-mediated biosynthesis of gold nanoparticles and its primary application in electrochemistry. *Colloids and Surfaces B*, 73, 75-79
- Yilmaz, M.,Turkdemir, H., Kilic, M. A., Bayram, E., Cicek, A., Mete, A., Ulug, B., 2011. Biosynthesis of silver nanoparticles using leaves of *Stevia rebaudiana*. *Material Chemistry and Physics*.3, 1195-1202.

EK 1: Matlab Kaynak Kodu

Parçacık boyut da ılımının belirlenmesinde kullanılan MATLAB kaynak kodu bu bölümde verilmektedir.

```
olcek=input('ölçek gir:');
piksel=input('ölçe in piksel olarak uzunlu unu gir:');
M = imread('C:\Users\erdi\Desktop\ıncır\ı1E1Agx77500-4.jpg');
bw=im2bw(M);
N=(bw-1)*(-1);
bw=im2bw(N);
figure,imshow(N);
hold on
[B,L] = bwboundaries(bw,'noholes');
for k = 1:length(B)
boundary = B{k};
plot(boundary(:,2), boundary(:,1), 'b', 'LineWidth', 2)
end
stats = regionprops(L,'Area','Centroid');
% sınırlar üzerinde döngü
for k = 1:length(B)
    %k etiketine uyun XY sınır koordinatlarını sa lar
    boundary = B{k};
    %neselerin çevresinin tahmini olarak hesaplanması
    delta_sq = diff(boundary).^2;
    perimeter = sum(sqrt(sum(delta_sq,2)));
    cp=perimeter/(3.14);
    yaricap=(cp*olcek)/piksel;
    % sonuçları gösterir
    metric_string = sprintf('%1.2f',yaricap);
    % txt dosyası olarak kayıt yapmayı sa lar.
    diary sonuc.txt
```

```

disp(metric_string)
diary end
text(boundary(1,2)-15,boundary(1,1)+3,metric_string,'Color','r',...
FontSize',5,FontWeight','bold');
end
title(['nanoparcaciklar ve ',...
herbir nanoparcacigin ortalama yaricapları(nanometre olarak)']);
clear all,clc
n=textread('sonuc.txt');

```

```

a= n>1.800;
%dizinin terimlerini toplar.

```

```

b=sum(a);

```

% programın bu bölümünde döngü kullanılmamasının sebebi; bu programın Malvern Zetasizer NanoZS partikül boyut analizör ile benzer boyut aralıklarında çalışmasının istenmesi, bununla birlikte partikül analizörde olduğu gibi, boyut aralıklarının birbirinden farklı olmasıdır.

```

a2=n>1.808; a4=n>2.093; a6=n>2.424; a8=n>2.807; a10=n>3.251; a12=n>3.765;
a14=n>4.36; a16=n>5.05; a18=n>5.848; a20=n>6.772; a22=n>7.843; a24=n>9.083;
a26=n>10.52; a28=n>12.18; a30=n>14.11; a32=n>16.34; a34=n>18.92; a36=n>21.91;
a38=n>25.37; a40=n>29.39; a42=n>34.03; a44=n>39.41; a46=n>45.64; a48=n>52.85;
a50=n>61.21; a52=n>70.89; a54=n>82.09; a56=n>95.07; a58=n>110.1; a60=n>127.5;
a62=n>147.7; a64=n>171; a66=n>198; a68=n>229.3; a70=n>265.6; a72=n>307.6;
a74=n>356.2; a76=n>412.5; a78=n>477.7; a80=n>553.2; a82=n>640.7; a84=n>741.9;
a86=n>859.2; a88=n>995.1; a90=n>1152; a92=n>1335; a94=n>1545; a96=n>1790;
a98=n>2073; a100=n>2400;
b2=sum(a2); b4=sum(a4); b6=sum(a6); b8=sum(a8); b10=sum(a10); b12=sum(a12);
b14=sum(a14); b16=sum(a16); b18=sum(a18);
b20=sum(a20); b22=sum(a22); b24=sum(a24); b26=sum(a26); b28=sum(a28);
b30=sum(a30); b32=sum(a32); b34=sum(a34); b36=sum(a36); b38=sum(a38);

```

```

b40=sum(a40); b42=sum(a42); b44=sum(a44); b46=sum(a46); b48=sum(a48);
b50=sum(a50); b52=sum(a52); b54=sum(a54);
b56=sum(a56); b58=sum(a58); b60=sum(a60); b62=sum(a62); b64=sum(a64);
b66=sum(a66); b68=sum(a68); b70=sum(a70); b72=sum(a72); b74=sum(a74);
b76=sum(a76); b78=sum(a78); b80=sum(a80); b82=sum(a82); b84=sum(a84);
b86=sum(a86); b88=sum(a88); b90=sum(a90); b92=sum(a92); b94=sum(a94);
b96=sum(a96); b98=sum(a98); b100=sum(a100);
c2=((b-b2)*100)/b; c4=((b2-b4)*100)/b; c6=((b4-b6)*100)/b; c8=((b6-b8)*100)/b;
c10=((b8-b10)*100)/b; c12=((b10-b12)*100)/b; c14=((b12-b14)*100)/b; c16=((b14-
b16)*100)/b; c18=((b16-b18)*100)/b; c20=((b18-b20)*100)/b; c22=((b20-b22)*100)/b;
c24=((b22-b24)*100)/b; c26=((b24-b26)*100)/b; c28=((b26-b28)*100)/b; c30=((b28-
b30)*100)/b; c32=((b30-b32)*100)/b; c34=((b32-b34)*100)/b; c36=((b34-b36)*100)/b;
c38=((b36-b38)*100)/b; c40=((b38-b40)*100)/b; c42=((b40-b42)*100)/b; c44=((b42-
b44)*100)/b; c46=((b44-b46)*100)/b; c48=((b46-b48)*100)/b; c50=((b48-b50)*100)/b;
c52=((b50-b52)*100)/b; c54=((b52-b54)*100)/b; c56=((b54-b56)*100)/b; c58=((b56-
b58)*100)/b; c60=((b58-b60)*100)/b; c62=((b60-b62)*100)/b; c64=((b62-b64)*100)/b;
c66=((b64-b66)*100)/b; c68=((b66-b68)*100)/b; c70=((b68-b70)*100)/b; c72=((b70-
b72)*100)/b; c74=((b72-b74)*100)/b; c76=((b74-b76)*100)/b; c78=((b76-b78)*100)/b;
c80=((b78-b80)*100)/b; c82=((b80-b82)*100)/b; c84=((b82-b84)*100)/b; c86=((b84-
b86)*100)/b; c88=((b86-b88)*100)/b; c90=((b88-b90)*100)/b; c92=((b90-b92)*100)/b;
c94=((b92-b94)*100)/b; c96=((b94-b96)*100)/b; c98=((b96-b98)*100)/b; c100=((b98-
b100)*100)/b;

```

```
diary sonucc.txt
```

```

disp(c4); disp(c6); disp(c8); disp(c10); disp(c12); disp(c14); disp(c16);
disp(c18);disp(c20); disp(c22); disp(c24); disp(c26); disp(c28); disp(c30); disp(c32);
disp(c34); disp(c36); disp(c38); disp(c40); disp(c42); disp(c44); disp(c46); disp(c48);
disp(c50); disp(c52); disp(c54); disp(c56); disp(c58); disp(c60); disp(c62); disp(c64);
disp(c66); disp(c68); disp(c70); disp(c72); disp(c74); disp(c76); disp(c78); disp(c80);
disp(c82); disp(c84); disp(c86); disp(c88); disp(c90); disp(c92); disp(c94); disp(c96);
disp(c98); disp(c100);

```

```
diary end
```

ÖZGEÇM

Adı ve Soyadı: Erdi B LG Ç

Do um Tarihi: 22.05.1987

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili: İngilizce



E itim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise: Antalya Aksu Lisesi/2004

Lisans: Akdeniz Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü/2009

Yüksek Lisans: Akdeniz Üniversitesi Fen ve Matematik Alanlar E itimi/2010

Yüksek Lisans: Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fizik Anabilim Dalı/2011-2014

Çalı malar

1- E. Bilgiç, T. Güngör, B. Ulu , “ ncir (*Fucis carica*) Yaprak Öütlerini Kullanarak Gümü Nanoparçacıkların Eldesi ve Karakterizasyonu”, Ulusal Spektroskopi Kongresi, 2013.

2- E. Bilgiç, T. Güngör, B. Ulu , “Kekik Bitkisinin ndirgen Olarak Kullanılmasıyla, Metal Nanoparçacıklarının Üretimi ve Karakterizasyonu.”, Uluslararası Fizik Kongresi, 2013

3- E. Bilgiç, T. Güngör, B. Ulu , “Ceviz ve Ha ha Öütlerinden Gümü Nanoparçacıkların Üretimi ve Karakterizasyonu.”, Uluslararası Fizik Kongresi, 2013.