

**Ag₂S:X (X: Ni, Co, Zn ve Mn) NANOKRİSTALLERİN
SICAK BESLEME YÖNTEMİ İLE SENTEZİ VE
FOTOELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Gizem KARANFİL

Yüksek Lisans

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Doç. Dr. Faruk ÖZEL

Ağustos-2019

**T.C.
KARAMANOĐLU MEHMETBEY ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Ag₂S:X (X: Ni, Co, Zn ve Mn) NANOKRİSTALLERİN SICAK BESLEME
YÖNTEMİ İLE SENTEZİ VE FOTOELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Gizem KARANFİL**

Ana Bilim Dalı: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Faruk ÖZEL

KARAMAN-2019

TEZ ONAYI

Gizem KARANFİL tarafından hazırlanan “Ag₂S:X (X: Ni, Co, Zn Ve Mn) Nanokristallerin Sıcak Besleme Yöntemi ile Sentezi ve Fotoelektrik Özelliklerinin İncelenmesi” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman: *Doç. Dr. Faruk ÖZEL*



Jüri Üyeleri:

İmza:

Doç. Dr. Aydın RÜŞEN
(Karamanoğlu Mehmet Bey Üniversitesi Mühendislik Fak.
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği)



Dr. Öğr. Üyesi Adem YAR
(Bingöl Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi
Makine Mühendisliği)



Doç. Dr. Faruk ÖZEL
(Karamanoğlu Mehmet Bey Üniversitesi Mühendislik Fak.
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği)



Tez Savunma Tarihi:27/08/2019

Yukarıdaki sonucu onaylarım



Doç. Dr. Kamil ARI
Enstitü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduğunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezin içerdiği yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadığını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.

Gizem KARANFİL



ÖZET

Yüksek Lisans

Ag₂S:X (X: Ni, Co, Zn ve Mn) Nanokristallerin Sıcak Besleme Yöntemi ile Sentezi ve Fotoelektriksel Özelliklerinin İncelenmesi

Gizem KARANFİL

**Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı**

Danışman: Doç. Dr. Faruk ÖZEL

Ağustos, 2019, 61 sayfa

Bu çalışmada, Ni, Co, Zn ve Mn katkılı Ag₂S nanokristalleri geliştirilmiş sıcak besleme yöntemiyle sentezlenmiştir. X-ışınları kırınımı (XRD), Fourier Dönüşüm Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi, Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM), Yüksek Çözünürlüklü TEM (HRTEM), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Enerji Dağıtıcı X-Işını analizi (EDX), Ultraviyole Dağınık Yansıma Spektrofotometresi (UV-vis DRS) ve Güneş simülatörü ile sentezlenen nanokristallerin kristal yapısı, saflığı, optik özellikleri, bileşimi ve homojenliği, yüzey morfolojisi, foto-elektriksel özellikleri incelenmiştir. Analizler sonucu elde edilen parçacıkların 6-15 nm aralığında boyut dağılımına sahip oldukları, bant aralıklarının ise 2.1-2.2 eV arasında olduğu belirlenmiştir. Elde edilen nanokristallerin foto-elektriksel özellikleri incelendiğinde, en yüksek akım yoğunluğu değerleri nikel ve kobalt içeren Ag₂S nanokristallerinde gözlemlenmiştir. Bu çalışmada literatürde kısıtlı çalışmaları bulunan geçiş metali katkılı Ag₂S nanokristallerinin geliştirilmiş üretim prosedürü verilerek sonuçları yorumlanmıştır. Elde edilen sonuçlardan, geçiş metali katkılı Ag₂S nanokristallerinin fotovoltajik çalışmalarda kullanılabilir nitelikte oldukları anlaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Nanokristal, Sıcak Besleme, Fotoelektriksel Özellikler, Ag₂S:Ni, Ag₂S:Co, Ag₂S:Zn, Ag₂S:Mn

ABSTRACT

MsThesis

Synthesis of Ag₂S: X (X: Ni, Co, Zn and Mn) Nanocrystals by Hot Injection Method and Investigation of Photoelectrical Properties

Gizem KARANFİL

**Karamanoğlu Mehmetbey University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Metallurgy and Materials Engineering**

Supervisor: Associate Prof. Dr. Faruk ÖZEL

August, 2019, 61 pages

In this study, Ni, Co, Zn and Mn doped Ag₂S nanocrystals have been synthesized by generalized hot injection method. The crystal structure, purity, optical properties, composition and homogeneity, surface morphology, photo-electrical properties of synthesized nanocrystals have been examined by using X-ray diffraction (XRD), Fourier Transformation Infrared (FT-IR), Transmission Electron Microscopy (TEM), High Resolution TEM (HRTEM), Scanning Electron Microscope (SEM), Energy Dispersion X-Ray analysis (EDX), Ultraviolet Diffuse Reflection Spectrophotometer (UV-vis DRS) and Solar simulator. As a result of the analysis, it was found that the particles obtained had a size distribution in the range of 6-15 nm, and the band gaps were between 2.1-2.2 eV. When the photoelectric properties of nanoparticles have been examined, the highest current density values have been observed in Ag₂S nanocrystals containing Nickel and Cobalt. In this study, generalized production procedure of transition metal doped Ag₂S nanocrystals of limited studies in literature is given and interpreted. From the results obtained, it is understood that transition metal doped Ag₂S nanoparticles can be used in photovoltaic studies.

Keywords: Nanocrystals, Hot-Injection, Photoelectrical Properties, Ag₂S:Ni, Ag₂S:Co, Ag₂S:Zn, Ag₂S:Mn

ÖNSÖZ

Yüksek Lisans tez çalışmam boyunca benden yardımını esirgemeyen saygı değer hocam Doç. Dr. Faruk ÖZEL'e teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışmalarım sırasında bana yardımcı olan ve desteğini esirgemeyen saygı değer hocam Arş. Gör. Adem SARILMAZ'a, Enerji Maddeleri Üretim ve Atomik Dizayn Laboratuvarı (EMFAL) çalışanları başta Sultan Süleyman ÖZEL olmak üzere, Ramazan BAYAT ve Meriç KARAKIŞ'a teşekkür ederim.

Bu süreçte okul ve işyeri arasındaki geliş-gidiş sürelerimin azalmasını sağlayan ve bu durumu her zaman hoşgörüyü karşılayan, manevi desteğini her zaman hissettiğim ablam Dr. Öğr. Üyesi Gamze KARANFİL'e, hayatım boyunca her an beni destekleyen aileme can-ı gönülden teşekkür ederim.

TÜBİTAK'a 217M212 Nolu "Atomik Olarak Dizayn Edilmiş Farklı Kompozisyonlardaki Nano-Çubuksu Yapıların Sentezlenmesi Ve Enerji Uygulamaları" adlı 1001 projesine verdiği maddi desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

Gizem KARANFİL

Karaman-2019

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ÇİZELGELER DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	x
1.GİRİŞ	12
1.1. Nanokristal ve Nanoteknoloji	13
1.1.1. Nanokristallerin Üretim Yöntemleri	14
1.1.1.1. Kolloidal Sentez	16
2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI	18
2.1. Ag ₂ S Nanokristal Üretim Yöntemleri.....	18
2.1.1. Mikroemülsiyon Yöntemi	18
2.1.2. Şablon Yöntemi.....	20
2.1.3. Sonokimyasal Yöntem	22
2.1.4. Sol-Gel ve İyon İmplantasyon Yöntemi	23
2.2. Katkılı Ag ₂ S Nanokristallerin Sentezlenmesi.....	24
3. MATERYAL VE METOT	32
3.1. Materyal.....	32
3.1.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler	32
3.1.2. Kullanılan Cihazlar	32
3.2. Metot.....	32
3.2.1. Ag ₂ S:X Nanokristallerinin Sentez Yöntemi	32
3.2.2. Ag ₂ S:X İnce Filmlerin Hazırlanması	34
3.2.2.1. Altaşların Hazırlanması.....	34
3.2.2.2. Altaşların Kaplanması.....	34
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	37
4.1. Ag ₂ S:X Nanokristal Sentez Sonuçları	37
4.1.1. X-Işınlari Kırınımı (XRD) Sonuçları	37

4.1.2. Fourier Dönüşüm Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopi Sonuçları	39
4.1.3. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ve Yüksek Çözünürlü TEM (HRTEM) Analiz Sonuçları.....	40
4.1.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz Sonuçları	42
4.1.5. Enerji DağıtıcıX-Işını (EDX) Ölçümleri	43
4.1.3. Ultraviyole Dağınık Yansıma Spektroskopisi (UV-vis DRS) Analiz Sonuçları.....	44
4.1.7. Akım-Voltaj (I-V) Analizleri.....	45
5. TARTIŞMA ve SONUÇ.....	51
KAYNAKLAR.....	53
ÖZGEÇMİŞ.....	56

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
Çizelge 1-1 Yukarıdan -Aşağı ve Aşağıdan-Yukarı Üretim Yöntemleri	16
Çizelge 2-1 Co Katkılı Ag ₂ S Nanopartiküllerinin Bant Boşluğu Değerleri ve Parçacık Boyutları.	25
Çizelge 2-2 Cd Katkılı Ag ₂ S Nanopartiküllerinin Bant Boşluğu Değerleri ve Parçacık Boyutları.	26
Çizelge 2-3 Mg Katkılı Ag ₂ S Nanopartiküllerinin Bant Boşluğu Değerleri ve Parçacık Boyutları.	29
Çizelge 2-4 Ni Kkatkılı Ag ₂ S Nanopartiküllerinin Bant Boşluğu Değerleri ve Parçacık Boyutları.	29
Çizelge 4-1 Döndürme (Spin) Kaplama Yöntemi ile Hazırlanan Ag ₂ S:X Filmlerinin Karanlık-Aydınlık Akım Yoğunluğu Değerleri.	47
Çizelge 4-2 Damla (Drop) Kaplama Yöntemi ile Hazırlanan Ag ₂ S:X Filmlerinin Karanlık-Aydınlık Akım Yoğunluğu Değerleri.	49

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
Şekil 1-1 Nanokristallerin üretim yöntemleri	15
Şekil 1-2 Sıcak enjeksiyon yönteminin şematik gösterimi.	17
Şekil 2-1 a) Ag_2S kuantum noktalarının TEM görüntüsü ve elektron kırınım modeli; b) nanokristallerin HRTEM görüntüsü; c) Ag_2S kuantum noktalarının boyut dağılım histogramı	19
Şekil 2-2 a) Ag_2S ve b) Ag_2Se dendritlerin TEM görüntüleri.	21
Şekil 2-3 a) Ag_2S ve b) Ag_2Se dendritlerin UV-Vis spektrumları.....	21
Şekil 2-4 Ag_2S nanoyapılarının a) Zn (0), b) Zn (1), c) Zn (2) ve d) Zn (3) 'in FESEM görüntüleri	22
Şekil 2-5 Katkısız ve Zn katkılı Ag_2S örneklerinin XRD görüntüsü	23
Şekil 2-6 TEM görüntüleri ve histogramları, a) Katkısız Ag_2S , b) % 6 Cd katkılı Ag_2S ve c) % 6 Co katkılı Ag_2S	24
Şekil 2-7 a) Cd-katkılı Ag_2S , b) Co-katkılı Ag_2S nanopartiküllerinin PL spektrumları.	25
Şekil 2-8 Katkısız ve % 10 mol Cu katkılı Ag_2S nanopartiküllerinin TEM görüntüsü ve boyut dağılımı.....	26
Şekil 2-9 Katkılamanın, Ofloxacin antibiyotiklerinin parçalanması için farklı Ag_2S nanoparçacıklarının aktivitesi üzerine etkisi.	27
Şekil 2-10 TEM görüntüleri ve histogramları: a) saf Ag_2S , b) % 6 Mg katkılı Ag_2S ve c) % 6 Ni katkılı Ag_2S	28
Şekil 2-11 Ni'nin ağırlıkça a)%1, b) 2, c)3 ve d) 4 olduğu Ni/ Ag_2S nanoparçacıklarının TEM görüntüleri.	30

Şekil 2-12 Ag_2S ve $\text{Ni}/\text{Ag}_2\text{S}$ nanopartiküllerinin XRD görüntüsü.	31
Şekil 2-13 Ag_2S ve $\text{Ni}/\text{Ag}_2\text{S}$ nanopartiküllerinin UV spektrumları.	31
Şekil 3-1 a) Ana deney düzeneği ve b) Enjekte edilecek sülfür çözelti görüntüleri.	33
Şekil 3-2 SPS Polos SPIN150i/200i model döndürme kaplama ve ısıtım işlem sistemi. ...	35
Şekil 3-3 Havasız ortam kabine (Glove Box) yerleştirilmiş PVD cihazı ve OIA Güneş simülatörü.	36
Şekil 4-1 $\text{Ag}_2\text{S}:\text{X}$ nanokristallerine ait karşılaştırmalı XRD grafikleri ve monoklinik faza karşılık gelen üç boyutlu kristal yapı gösterimleri	38
Şekil 4-2 $\text{Ag}_2\text{S}:\text{X}$ nanokristallerine ve ODE'ye ait FTIR sonuçları.	39
Şekil 4-3 a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait TEM görüntüleri.	40
Şekil 4-4 a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait HRTEM görüntüleri.	41
Şekil 4-5 a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait SEM görüntüleri.	42
Şekil 4-6 a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait enerji dağıtıcı X-ışını elementel haritalama analizi.	43
Şekil 4-7 a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait EDX ölçümleri.	44
Şekil 4-8 a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait bant aralığı enerji grafikleri.	45
Şekil 4-9 Aydınlık ve karanlık ölçüm için hazırlanmış $\text{Ag}_2\text{S}:\text{X}$ filmleri.	46
Şekil 4-10 Döndürme (spin) kaplama yöntemi ile hazırlanan a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ ince filmlerine ait I-V grafikleri	47

Şekil 4-11 Damla (drop) kaplama yöntemi ile hazırlanan a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ ince filmlerine ait I-V grafikleri 48

Şekil 4-12 $\text{Ag}_2\text{S}:\text{X}$ nanokristalleri için aydınlıkta alınan değerlerinin karşılaştırmalı I-V grafiği..... 50



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

Açıklama

Ag₂S:X	Ag ₂ S:X (X: Ni, Co, Mn, Zn)
Ag₂S	Gümüş Sülfür
Ag	Gümüş
Co	Kobalt
Mn	Mangan
Ni	Nikel
S	Sülfür
Zn	Çinko
Å	Angstrom
cm	Santimetre
eV	Elektron volt
g	Gram
mg	Miligram
ml	Mililitre
M	Molar
rpm	Dakikada Devir Sayısı
µm	Mikrometre
°C	Santigrat Derece
µA	Mikro Amper

Kısaltmalar

Açıklama

XRD	X-ışınları difraktometresi
TEM	Geçirimli elektron mikroskobu
SAED	Seçili alan elektron kırınımı
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
UV-VIS DRS	Ultraviyole dağınık yansıma spektrofotometresi
EIS	Elektrokimyasal empedans spektroskopisi
I-V	Akım-voltaj grafiği
AOT	Sodyum diisostilsülfaksinat
DDT	1-Dodecanethiol
FTO	Flor katkılı kalay oksit
ODE	Oktadesen
OLA	Oleylamin
PL	Foto ışıldama (Fotolumünans)
RM	Ters mikro emülsiyon
PVD	Fiziksel buhar biriktirme



1. GİRİŞ

Günümüzde artan enerji ihtiyacının karşılanması amacıyla tükenbilir enerji kaynaklarının (kömür, doğalgaz, petrol) yerini daha çevreci ve yenilebilir enerji kaynakları almaktadır. Yenilenebilir enerji kaynaklarından biri olan güneş enerjisi, diğer kaynaklar göz önüne alındığında tükenmez bir kaynak olması sebebiyle en gözde araştırma konularından biridir. Güneş enerjisinin düşük maliyet ile daha yüksek verimlilik gösterebilmesi için yapılan çalışmalar her geçen gün artmaktadır. Yapılan araştırmalar yarı iletken nano yapıları maddelerin, öne çıkan elektriksel, manyeto-optik ve fotokimyasal özellikler sergilediğini ortaya çıkarmıştır ve nano boyutlu malzemelerdeki çok sayıda yüzey atomunun kuantum etkilerinden dolayı bu özelliklerin yığın malzemelerden büyük ölçüde farklı olduğu tespit edilmiştir (Hammad ve ark., 2015a; Hancock ve ark., 2015). Bu farklılıkların analiz edildiği nanoyapılı maddeler, birçok çalışmada geçiş metalleri kullanılarak elde edilmektedir.

Geçiş metal kalkojenitleri, mükemmel fotoelektron dönüşüm özelliklerine sahiptir. Bu özelliği sayesinde fizik, kimya, biyoloji, tıp, malzeme bilimi ve bunların farklı disiplinlerarası alanlarında, özellikle güneş enerjisi hücreleri, hassas algılayıcılar, foton bilgisayarları gibi daha birçok alanda yarı iletken malzemeler olarak kullanılmaktadır (Hammad ve ark., 2015b). Geçiş metal kalkojenitleri genel olarak tanımlanmış nanokristal üretim yöntemleri ile elde edilebilmektedir.

Nanokristal elde yöntemleri aşağıdan yukarıya (bottom-up) ve yukarıdan aşağıya (top-down) olmak üzere 2 temel başlık altında toplanabilir. Aşağıdan yukarıya üretim metodunda atomik ve moleküler boyuttaki yapıların kimyasal reaksiyonlar sonucu büyüterek parçacık oluşturması söz konusu iken yukarıdan aşağıya üretim metodu, yığın haldeki maddeye dışarıdan enerji verilerek malzemenin nanoboyutta küçük parçalara ayrılmasını ifade eder. Kolloidal nanokristaller aşağıdan yukarı üretim metoduyla sentezlenmektedir (Özel, 2014).

Ag₂S nanoparçacıkları, optik ve elektronik cihazlardaki faydalı uygulamalarından dolayı geniş çapta araştırılmıştır. Ag₂S, doğrudan bir bant boşluğuna (0.9-1.05 eV), karşılıklı olarak yüksek absorpsiyona, kullanışlı optik sınırlandırmaya ve dikkate değer kimyasal stabilite özelliklerine sahiptir ve farklı yöntemlerle üretilmektedir.

(Ezenwa ve ark., 2012; Hwang ve ark.,2013).Literatürde farklı elementler katkılanarak sentezlenmiş Ag₂S nanoyapılarına ait çalışmalar ise sınırlı sayıdadır.

Sıcak besleme yöntemi diğer yöntemlerden farklı olarak bazı avantajlara sahiptir. Bu yöntemle, besleme süresinin veya reaksiyon süresinin değiştirilmesiyle farklı boyutlarda nanoyapılı malzemeler sentezlenebilmektedir. Bu özelliği kullanılarak istenilen boyutlarda nanoyapılı malzemeler elde edilebilmektedir. Sıcak besleme yönteminin bir diğer avantajı ise farklı kimyasal maddeler kullanılarak (örn. yüzey aktifleştirici malzemeler) istenilen şekillerde malzemeler sentezlenebilmektedir. Özetle, sıcak besleme yöntemi ile malzemeler kontrollü bir şekilde elde edilebilmektedir ve moleküler göstergede homojen olarak, düşük atmosfer basıncında ve kısa sürede nanokristaller elde edilmesi mümkün olmaktadır.

Bu tez çalışması kapsamında, Ag₂S:X (X: Ni, Co, Zn ve Mn) nanokristalleri sıcak besleme metodu ile sentezlenerek fotoelektriksel özelliklerinin incelenmiştir. Literatürde geçiş metal katkılı Ag₂S:X nanokristal eldesinin ayrı ayrı işlendiği çalışmalar mevcuttur. Bu çalışmaların hepsi ayrı ve birbirleriyle karşılaştırma yapılmadan yorumlanmıştır. Bu çalışmada Ni, Co, Zn ve Mn katkılı Ag₂S, genelleştirilmiş bir sentez prosedürüne göre sentezlenerek bağdaşık değerlendirilmiştir.

1.1. Nanokristal ve Nanoteknoloji

Nano kelimesi, Yunanca cüce (dwarf) kelimesinden türemiştir. Saniye veya metre gibi herhangi bir birimin ön eki olarak kullanılır ve bu, birimin milyarda biri anlamına gelir. Dolayısıyla, bir nanometre (nm) bir metrenin milyarda biri veya 10⁻⁹ metredir (Ashby ve ark, 2009).

1959 yılında, Nobel Ödülü Sahibi Richard Feynman'ın "Dipte Pek Çok Oda Var" adlı konuşmasında nano yapıların varlığından ilk kez bahsedilmiştir. Nanoteknoloji terimi, ilk kez Norio Taniguchi tarafından 1974 yılında malzemelerin işlenmesi ve son ürün için gereken kesin ve doğru toleransları ifade etmek için kullanılmıştır. 1981 yılında K. E. Drexler, daha önce Feynman ve Taniguchi tarafından tartışılan yukarıdan aşağıya yaklaşım yerine yeni bir "aşağıdan yukarıya" yaklaşımı tanımlamıştır. Aşağıdan yukarıya yaklaşım, moleküler makineleri ve atomik hassasiyetle moleküler cihazları üretmek için moleküler manipülasyon ve moleküler mühendisliği içermektedir. 1986

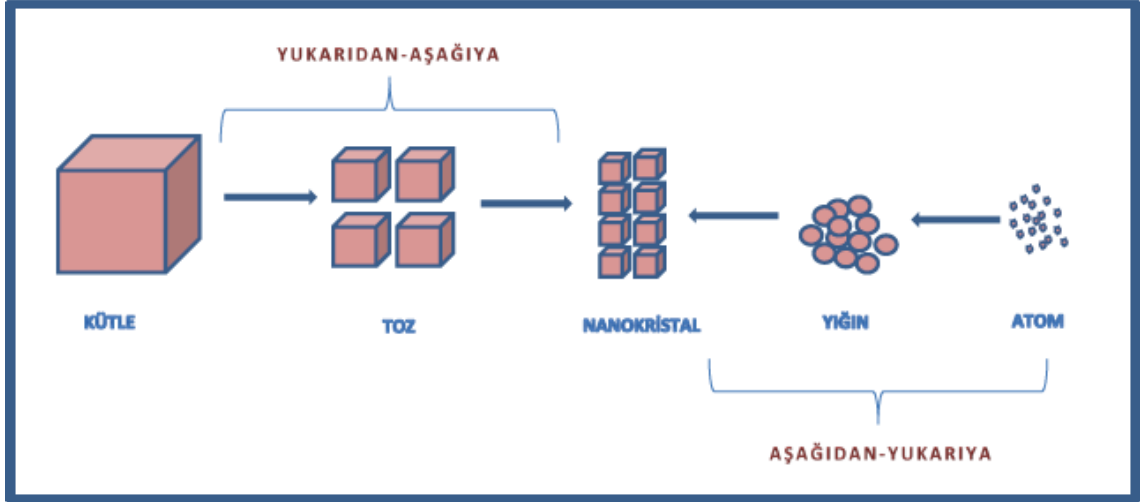
yılında, Drexler nihayetinde nanoteknoloji terimini popüler hale getiren Yaratılış Makineleri adlı bir kitap yayınlamıştır (Ashby ve ark, 2009).

Nano yapılı malzemeler hacimsel yapılı malzemelerden daha farklı ve üstün olarak kabul edilen özellikler sergilemektedirler. Nanokristallerin araştırmacılar tarafından ilgi çekmesinin nedenleri arasında kuantum boyut etkileri, elektronik yapısının boyut bağımlılığı, yüzey atomlarının benzersiz karakterleri ve yüksek yüzey/hacim oranı ön plana çıkmaktadır (Gürmen ve Ebin, 2008). Nanokristaller, üstün özellikleri sayesinde elektrik-elektronik, biyomedikal, otomotiv ve kimya sektörleri başka olmak üzere birçok endüstriyel alanda kullanılmaktadır.

Nanoteknoloji kelimesinin geniş kullanımına rağmen, terim birçok durumda yanıltıcı olmuştur. Bunun nedeni, teknolojinin sadece nanometre aralığında (1-100 nm) değil, bir kısmının mikrometre aralığındaki sistemlerle de ilgilenmesidir (Ashby ve ark, 2009). Nanomalzemeler keşfedilmemiş malzemeler değildir. Bunlar, Altın (Au), gümüş (Ag), platin (Pt), demir (Fe) ve diğerleri gibi iyi bilinen malzemelerin nano ölçekli formlarıdır.

1.1.1. Nanokristallerin Üretim Yöntemleri

Nanokristal üretiminde yukardan-aşağıya ve aşağıdan-yukarıya üretim olarak adlandırılan iki genel yaklaşım vardır (Ateş ve Bahçeci, 2015). Şekil 1.1'de verilen yukarıdan aşağı yaklaşımda makro malzemeden nanokristal, aşağıdan yukarı yaklaşımda ise atom veya molekülden nanokristal elde edilme şekilleri şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 1.1. Nano maddelerin üretim yöntemlerini temsil eden şematik gösterimi (Sarılmaz, 2016)

Mekaniksel enerji üretim yöntemi, termal üretim yöntemi, yüksek enerji ve parçacık üretim yöntemi, kimyasal üretim yöntemi, litografik üretim yöntemi ve doğal üretim yöntemleri yukarıdan aşağı üretim metoduna örnek olan yöntemlerdir. Yukarıdan aşağıya üretim yöntemleri, hacimsel malzemeye dışarıdan mekaniksel ve/veya kimyasal işlemler ile enerji verilerek nano parçalara ayrılması esasına dayanmaktadır (Sarılmaz, 2016).

Aşağıdan yukarı üretim metotlarına ise; kimyasal buhar kaplama, kimyasal buhar yoğunlaştırma, sol-jel ve sprej piroliz yöntemlerini örnek olarak verilmektedir. Aşağıdan yukarıya yaklaşımda ise, atomik veya moleküler boyuttaki parçacıklar kimyasal reaksiyonlar ile büyütülerek nano yapılar oluşturulmaktadır (Sarılmaz, 2016).

Çizelge 1.1’de yukarıdan aşağıya ve aşağıdan yukarıya yaklaşımlarına örnek olarak metotlar verilmiştir.

Çizelge 1.1. Yukarıdan -aşağı ve aşağıdan-yukarı üretim yöntemleri

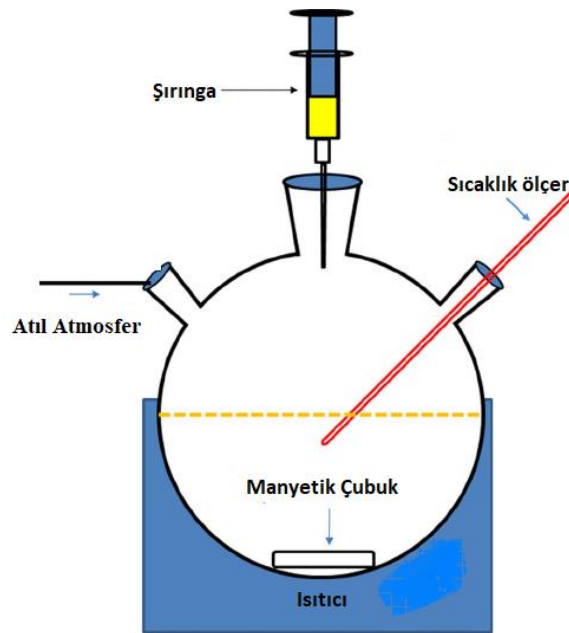
Yukarıdan Aşağı Yaklaşım	Aşağıdan Yukarı Yaklaşım
<ul style="list-style-type: none">• Mekanik Aşındırma• Elektronik Patlatma• Dağlama• Isıl(Termik Yöntem)• Yumuşak Litografi(Desenleme)• Gaz Atomizörü• Yüksek Enerji• Litografi, Aşırı Ultraviyole(EUV)• Dönen Soğuk Yüzeyde Katılaştırma	<ul style="list-style-type: none">• Asal Gaz Yoğunlaştırma• Alev Sentezi• Kimyasal Buhar Yoğunlaştırma• Moleküler Hüzme• Atom Tabaka Çökmesi• Yanma• Yaş Kimyasal Sentez• Elektro-Patlama• Lazer Ablasyonu• Sol-Jel

Kolloidal nanokristaller, aşağıdan yukarı üretim metoduyla elde edilmektedir. İstenilen çözücülerde kolloid haline getirilebilmesi, boyutlarının ve şekillerinin ayarlanabilmesi ve istenilen yüzeylere kolaylıkla kaplanabilmesi kolloidal malzemelerin en önemli özellikleridir. Bu özellikleri, kolloidal malzemelerin birçok alanda etkin olarak kullanılmasını sağlamaktadır (Özel,2014).

1.1.1.1. Kolloidal Sentez

Yeni tekniklerin hızla gelişmesiyle birlikte, kolloidal yöntemler, alternatif bir yol olmadığından bazı nanokristallerin üretimi için güvenilir ve kontrol edilebilir bir seçenek haline gelmektedir. Kolloidal sentezde kullanılan yöntemleri anlamak için nanokristaller iki temel kategoriye ayrılmakta ve buna göre incelenmektedir. Birinci grup, heksan, oktan ve toluen gibi düşük polariteye sahip solventlerde dağılabilen nanokristallerden oluşmaktadır ve kısaca çözünmeyen nanokristaller veya polar olmayan nanokristaller olarak adlandırılmaktadır. İkinci grup, suda çözünür / sulu veya polar nanokristallerdir ve bunlar su ve n-metil formamid dahil olmak üzere yüksek polariteye sahip çözücüler içinde dağılmaktadır.

Polar olmayan nanokristallerin sentezi için iki ana yöntem mevcuttur. İlk ve en yaygın kullanılanı sıcak besleme metodudur. Şekil 1.2’de şematik olarak gösterilmiş olan bu yöntemde, yüksek kaynama noktasına sahip olan bir konak ortam, ilave kimyasallar içeren veya içermeyen deney tüpüne eklenir. Deney tüpü belirli bir sıcaklığa eriştikten sonra, genellikle atıl atmosfer altında hazırlanan bir öncül çözelti, deney tüpüne hızlı bir şekilde enjekte edilir ve nanokristallerin çekirdeği oluşur. Nanokristaller istenen boyuta ulaştıktan sonra, deney tüpü oda sıcaklığına soğutulur ve elde edilen nanokristaller, yıkama ve santrifüjleme işlemleriyle saflaştırılır (Akgül, 2015).



Şekil 1.2. Sıcak-besleme yönteminin şematik gösterimi (Nguyen, 2013)

Isıtma (heat-up) yöntemi adı verilen ikinci yöntemde, tüm bileşenler sentez başlamadan önce deney tüpüne eklenir. Daha sonra, deney tüpünün sıcaklığı kontrollü bir şekilde yükseltilir. Isıtma sırasında nanokristallerin çekirdeklenmesi ve büyümesi meydana gelir. Ardından kullanılabilir bir ürün elde etmek için yıkama işlemleri yapılır (Akgül, 2015).

2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI

Elektriksel ve optik özelliklerine göre sınıflandırma yapıldığında katılar; iletkenler, yalıtkanlar ve yarıiletkenler olmak üzere üç grupta toplanmaktadır. Genel olarak; iletken, elektriği iyi ileten maddeler; yalıtkan, elektriği iyi iletemeyen maddeler olarak tanımlanmaktadır. Yarıiletkenler ise; özdirençleri sıcaklıkla hızlı bir şekilde azalan, iletken cisimlerden daha az, fakat yalıtkanlardan daha çok elektriği ileten maddelerdir (Küpeli, 2005).

Yarı iletken nanomalzemelerin, elektriksel, manyeto-optik ve fotokimyasal özellikleri incelenmiş ve nano boyutlu malzemelerdeki büyük ölçüde yüzey atomundan kaynaklanan, kuantum büyüklüğü etkilerinden dolayı bu özelliklerin yığın malzemelerde gözlenenden büyük ölçüde farklı olduğu tespit edilmiştir (Hammad ve ark., 2015a; Hancock ve ark. , 2015). Mükemmel fotoelektron dönüşüm özelliklerine sahip önemli yarı iletken malzemeler olan geçiş metal kalkojenitleri; fizik, kimya, biyoloji, tıp ve malzeme bilimi ve bunların farklı disiplinlerarası alanları için, güneş enerjisi hücreleri, hassas algılayıcı, foton bilgisayarları ve yavaş salınımlı ilaçların potansiyel uygulamalarında kullanılmaktadır (Hammad ve ark., 2015b). Geçiş metali kalkojenitlerinden biri olan Ag_2S nanoparçacıkları da, üstün özelliklerinden dolayı optik ve elektronik cihaz uygulamalarında fazlaca kullanılmakta ve farklı özellikleri araştırılmaya devam etmektedir.

2.1. Ag_2S Nanokristal Sentez Yöntemleri

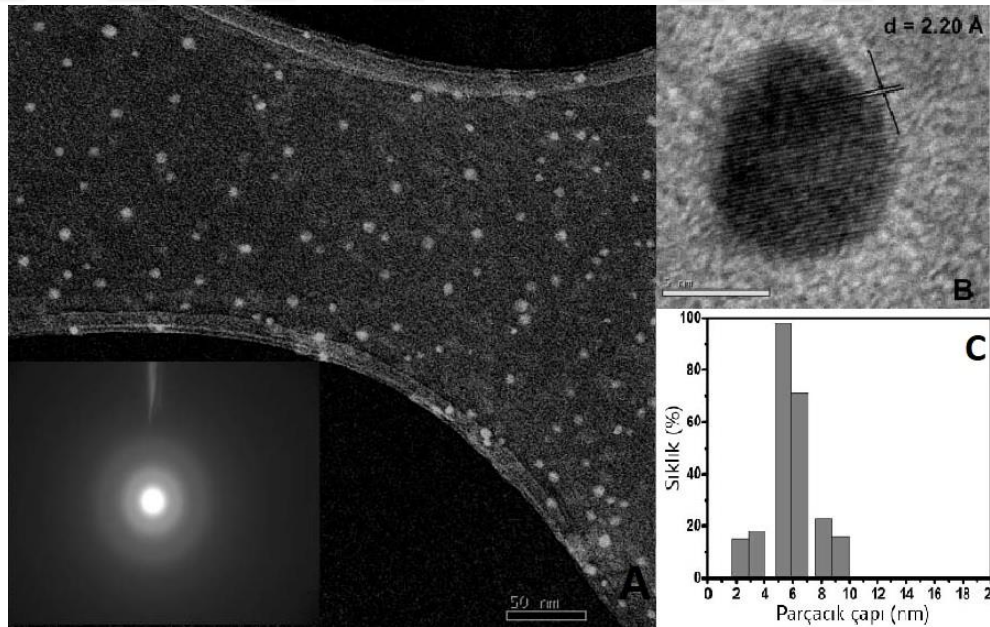
Ag_2S nanokristalleri, mikro emülsiyon (Liu ve ark., 2004), sol-gel, iyon implantasyon (Armela ve ark., 2002), şablon (Xiao ve ark., 2002) ve sonokimyasal (Geravand ve ark., 2018) gibi yöntemlerle sentezlenebilmektedir. Bu yöntemle ile yapılan çalışmalardan aşağıdaki kısımlarda bahsedilmiştir.

2.1.1. Mikro emülsiyon Yöntemi

Mikro emülsiyon yöntemi, sulu çözelti içerisindeki reaktiflerin yüzey aktif maddeler tarafından hapsedilmesi prensibine dayanmaktadır. Juncheng ve ark. Yaptıkları mikro emülsiyon yöntemini kullanarak, ortalama 5.9 nm çapa sahip Ag_2S nanokristallerini, 2,2,3,3,4,4,5,5-oktafloro-1-pentanol (F-pentanol) ve Sodyum diisostilsülfaksinat yüzey

aktif maddelerini kullanarak su ortamında sentezlemişlerdir. Bu çalışmada kolayca ayarlanabilen solvent özellikleri, düşük arayüzey gerilimi, mükemmel ıslanma davranışı ve yüksek difüzyon katsayıları, (sc) CO₂ 'yi nano ölçekli malzemelerin sentezi için üstün bir solvent ortamı haline getirdiği rapor edilmiştir. Ayrıca, ters mikro emülsiyonların (w/c RM) 'lerin kararlılığının sistem yoğunluğuna bağlı olduğu; böylece RM'lerin parçalanması sıcaklık ve CO₂ basıncını basitçe değiştirerek kolayca elde edilebilir olduğu ve sonunda nanopartikülleri herhangi bir artık çözücü olmadan doğrudan yüzeyler üzerinde biriktirmenin mümkün olabileceği de bildirilmiştir. (Juncheng ve ark., 2004).

Mikro emülsiyon yöntemiyle elde edilen Ag₂S nanokristallerin TEM görüntüsü Şekil 2.1(a)'da verilmiştir. Görüntüde çoklu dağılıma sahip küresel Ag₂S nanoparçacıkları gözlemlenmiştir. 2.20 Å'lık düzlemsel mesafe, Şekil 2.1 (b)'deki HRTEM görüntüsünde açıkça gözlenmiş ve bu sonuç Ag₂S kuantum noktalarının iyi bir kristal yapıda elde edildiğini doğrulamaktadır. Bununla beraber, Şekil 2.1 (c)'de verilen histogramdan, 3 ile 9 nm aralığında olan parçacıkların % 70'inden fazlasının 5-7 nm arasında olduğu açıkça görülmektedir (Juncheng ve ark., 2004).

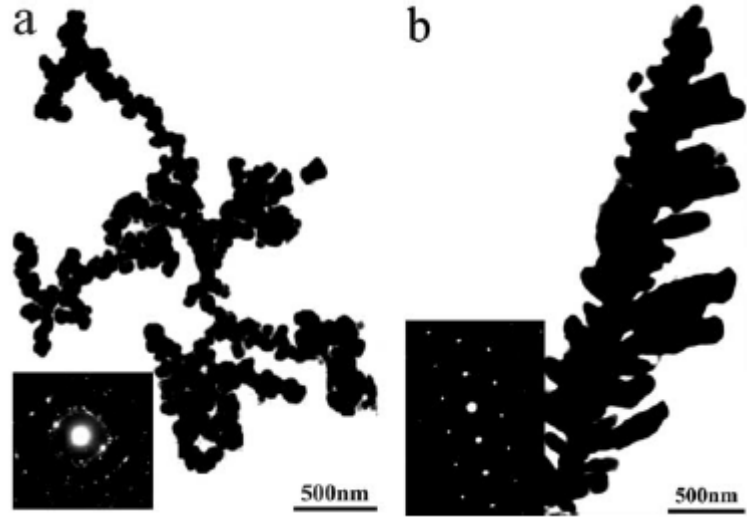


Şekil 2.1. a) Ag₂S kuantum noktalarının TEM görüntüsü ve elektron kırınım modeli; b) Nanokristallerin HRTEM görüntüsü (ölçek çubuğu 50 nm); c) Ag₂S kuantum noktalarının boyut dağılım histogramı (Juncheng ve ark., 2004)

2.1.2. Şablon Yöntemi

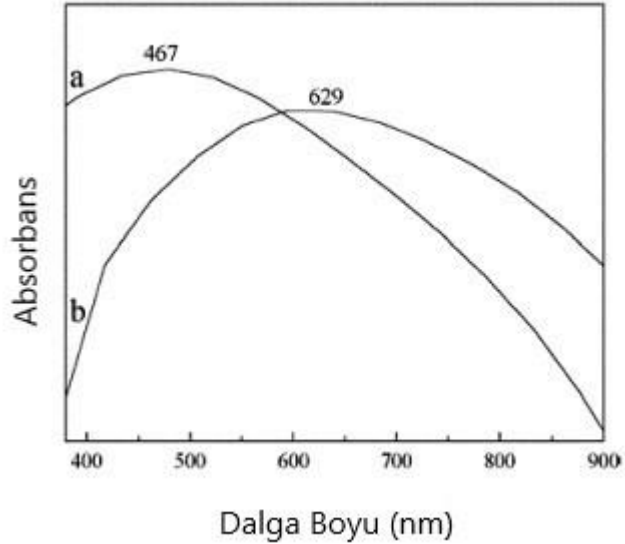
Nano ölçekli malzemeler üretmek için kullanılan metotlardan biri de şablon yöntemidir. Bu yöntem, nanoyapıların hazırlanması için bir dizi faydalı özelliğe sahiptir. Bu özelliklerden en önemlilerinden birisi, istenen malzemelerin boyutu ve şekli, iyi tanımlanmış bir şablon matrisi kullanılarak kolayca ayarlanabilir olmasıdır (Xiao ve ark.,2002).

Xiao ve ark. tarafından yapılan çalışmada, nano ölçekli Ag_2S ve Ag_2Se dendritler, oda sıcaklığında ve ortam basıncında şablon bazlı bir yöntem kullanılarak başarıyla sentezlenmiştir. Şablon olarak Raney nikel kullanılmıştır. Raney nikel, NaOH çözeltisinde alüminyum Ni-Al alaşımından ayırmak suretiyle elde edilmiştir. Raney nikel, $AgNO_3$ ve S (veya Se) tozu ile sulu bir ortamda karıştırılarak reaksiyon ortamı oluşturulmuştur. Reaksiyon, ultrasonik karıştırıcıda 2 saat boyunca devam etmiştir. Elde edilen dendritler sırasıyla HCl, etanol ve saf su ile yıkayıp kurutularak analizlere hazır hale getirilmiştir (Xiao ve ark.,2002). Elde edilen sonuçlardan, şablon ve ultrasonik dalganın iyi tanımlanmış dendritlerin oluşumunda önemli rol oynayacağı anlaşılmıştır. Ürünlerin TEM görüntüleri, (a) Ag_2S ve (b) Ag_2Se için Şekil 2.2'de gösterilmekte ve bu, iki örneğin iyi tanımlanmış nano ölçekli dendritler olduğunu göstermektedir. Ayrıca, numunelerin oldukça kristalimsi doğası, bu dendritler üzerinde yapılan SAED ölçümleriyle doğrulanmıştır. Kırınım deseni, iki ürünün tek kristalli yapıda olduğunu göstermiştir (Xiao ve ark.,2002).



Şekil 2.2. a) Ag₂S ve b) Ag₂Se dendritlerin TEM görüntüleri (Dendritler üzerinde SAED desenleri gösterilmiştir) (Xiao ve ark.,2002)

Sentezlenen maddelerin optik özellikleri Şekil 2.3’de UV-Vis absorpsiyon spektroskopisi ile analiz edilmiştir. Optik analizler, elde edilen gümüş kalkojenitlerinin farklı morfolojilerinden dolayı yarı iletken endüstrisinde potansiyel kullanıma sahip olabileceğini göstermiştir (Xiao ve ark.,2002).



Şekil 2.3. (a) Ag₂S ve (b) Ag₂Se dendritlerin UV-Vis spektrumları (Xiao ve ark.,2002)

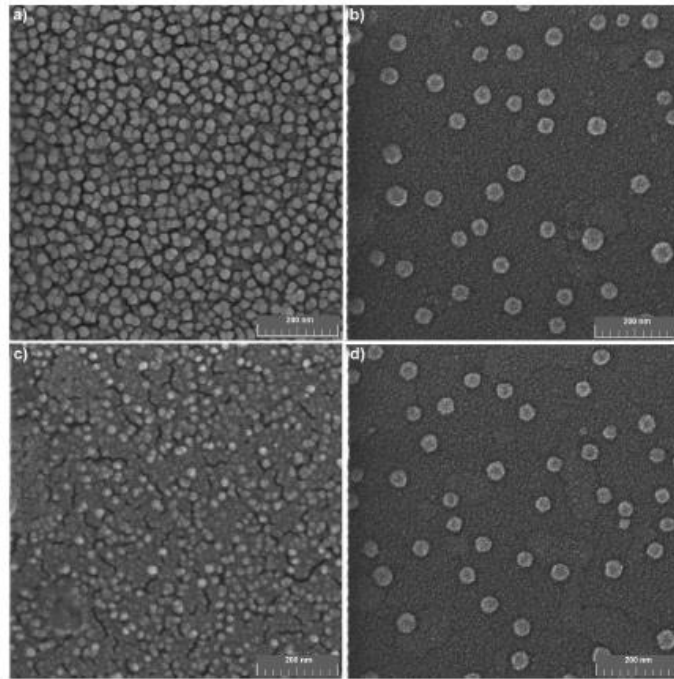
2.1.3. Sonokimyasal Yöntem

Sonokimyasal sentez yönteminde moleküler birleşme olmaksızın sıvı içinde bulunan kimyasalların ultrasonik ses dalgalarının etkisiyle parçacık şeklinde çökmesi, büyümesi ve şekillenmesi olarak tanımlanmaktadır (Bilge, 2017).

Geravand ve ark. katkılanmamış ve Zn katkılı gümüş sülfid (Ag_2S) nanoyapılarının sonokimyasal sentezi ile yapısal, morfolojik ve optik özelliklerini etkileyen parametrelerin değerlendirilmesine yönelik bir araştırma yapmışlardır. Analiz sonuçları, 200W güç ve 15 dakikalık sonikasyon uygulanarak yüksek kalitede Ag_2S kristallerinin üretilbileceğini göstermiştir. Katkılanmamış ve Zn katkılı Ag_2S nanoyapılarının FE-SEM görüntüleri Şekil 2.4'te verilmiştir. Sonuçlar, Zn katkısının nanoparçacıkların morfolojisinde bir değişikliğe sebep olmadığını ancak boyutlarında değişikliklere sebep olduğunu göstermiştir (Geravand ve ark., 2018).

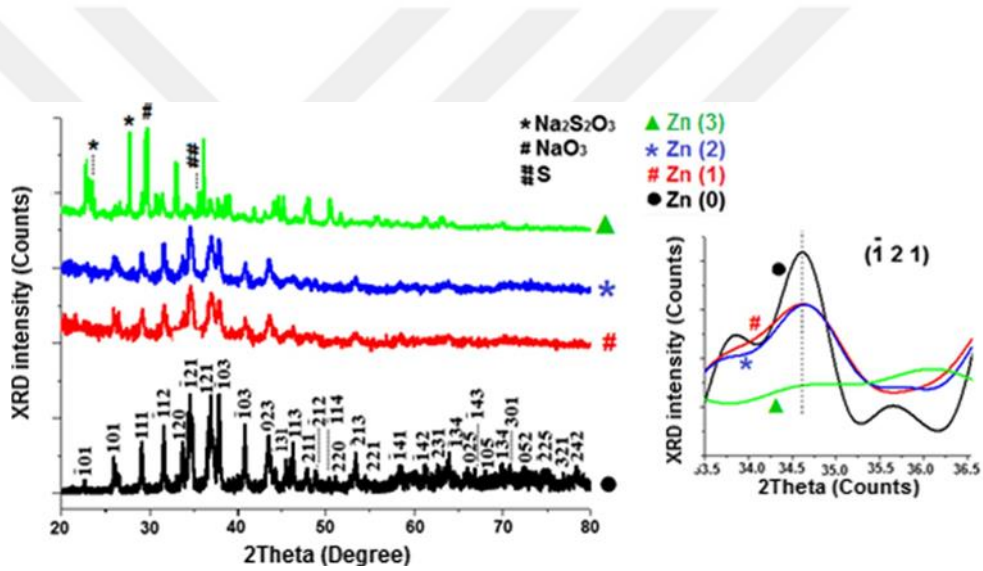
Zn (0) : Katkısız Ag_2S ; Zn (1): 1mM $ZnCl_2 \cdot 4H_2O$

Zn (2): 2mM $ZnCl_2 \cdot 4H_2O$; Zn (3): 4mM $ZnCl_2 \cdot 4H_2O$



Şekil 2.4. Ag_2S nanoyapılarının a) Zn (0), b) Zn (1), c) Zn (2) ve d) Zn (3) 'in FE-SEM görüntüleri (Geravand ve ark., 2018)

Şekil 2.5, Zn (0), Zn (1), Zn (2) ve Zn (3) numunelerinin XRD desenlerini göstermektedir. Numuneler 200 W güç kullanılarak 15 dakikalık bir sonokimyasal işlemle hazırlanmıştır. Scherrer denklemi kullanılarak Zn (1), Zn (2) ve Zn (3) parçacıklarının kristal büyüklükleri sırasıyla 18, 23 ve 36 nm olarak hesaplanmıştır. Bu değerler, 45 nm olarak hesaplanan Zn (0) numunesinin kristalit büyüklüğü ile karşılaştırılmıştır. Sonuçlar, Zn katkı maddesinin eklenmesinin katkısız Ag₂S nanopartikülüne göre kristal boyutunu küçülttüğünü aynı zamanda katkı maddesinin konsantrasyonunun artmasıyla kristal boyutunun arttığını göstermektedir. Ayrıca, Zn katkısının, Ag₂S partiküllerinin küresel şeklini değiştirmedığı halde numunelerin kristalliğini azalttığı sonucuna varılmıştır (Geravand ve ark., 2018).



Şekil 2.5. Katkısız ve Zn katkılı Ag₂S örneklerinin XRD görüntüsü (Desenlerin sağ tarafındaki ekler tepe noktalarının hareketliliğini göstermektedir) (Geravand ve ark., 2018)

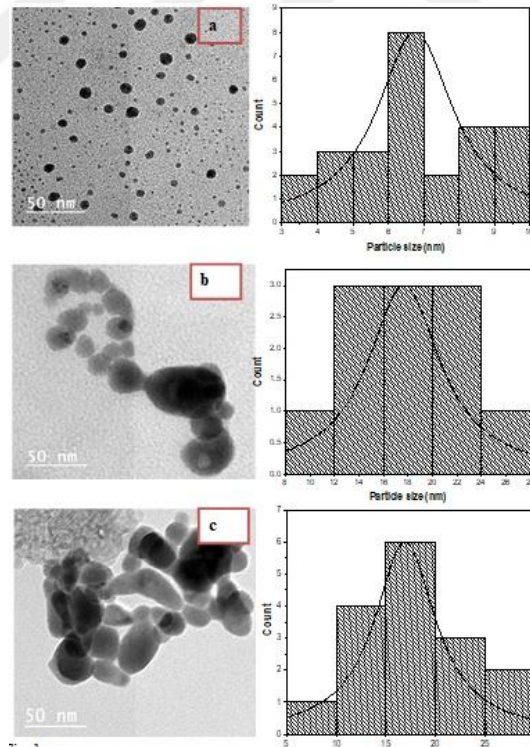
2.1.4. Sol-Gel ve İyon İmplantasyon Yöntemi

Sol-jel yönteminde bir sol ya da jeli ara basamak olarak kullanıp geleneksel malzeme metotlarından daha düşük sıcaklıklarda, çözülden katı bir materyal hazırlanma tekniğidir (Bilge, 2017). İyon implantasyonu ise malzemelere yeni atomik elementlerin girişinin gerçekleştirildiği bir yöntemdir. Bu yöntemde yöntemde boyutsal değişime sebep olmadan en dış tabakaların yapısı ve bileşimi değiştirilebilmekte ve bu sayede malzemelerin elektrik-optik-mekanik özellikleri, yarı-iletkenlik davranışı, korozyon ve aşınma direnç değerleri iyileştirilebilmektedir (Saklakoğlu, 2004).

Armelo ve ark. iyon implantasyon ve sol-jel yöntemleri kullanarak nanoboyutta gümüş ve gümüş sülfid-kristalitleri içeren silika kompozitler geliştirmişlerdir. İyon implantasyon yönteminde, katkı elementlerinin lokal konsantrasyonlarını birkaç düzine atom yüzdesine kadar elde edilebileceği rapor edilmiştir. Bununla birlikte, hem derinlemesine dağılım hem de boyut dağılımında dikkatli bir kontrol sağlanamamıştır. Sol-jel yönteminde ise, işlemin erken aşamalarında, konuk türlerinin kayda değer bir hareketlilik göstermiştir. İyon implantasyonunda (katı hedeflerde) bu hareketliliğin belirgin şekilde daha düşük olduğu rapor edilmiştir (Armelo ve ark.,2002).

2.2. Katkılı Ag₂S Nanopartiküllerin Sentezlenmesi

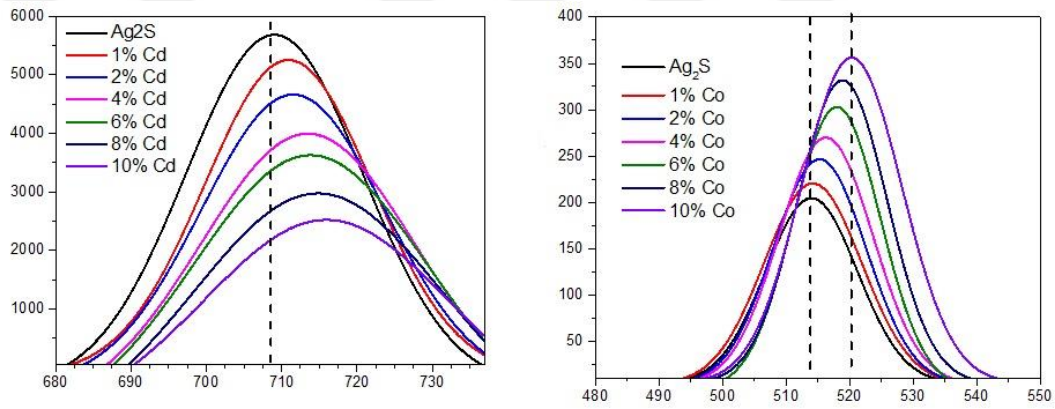
Hammad ve ark. tarafından yapılan çalışmada, Cd ve Co katkı Ag₂S nanopartiküller ıslak kimyasal yöntem kullanılarak üretilmiş ve Cd ve Co katkıların, nanopartiküllerin optik özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Yapısal karakterizasyonlar saf ve katkıli nanoparçacıkların kısmi küresel yapıda ve 5 ila 15 nm arasında değişen parçacık boyutlarına sahip olduklarını göstermiştir (Şekil 2.6).



Şekil 2.6. TEM görüntüleri ve Partikül boyut dağılımını gösteren histogramlar, a) Katkisız Ag₂S, b) % 6 Cd katkıli Ag₂S ve c) % 6 Co katkıli Ag₂S (Hammad, 2018a)

Cd katkılı Ag_2S nanopartiküllerinin fotolüminans (PL) yoğunluğu, Cd konsantrasyonu arttıkça azalmıştır. Bununla birlikte, Co katkılı Ag_2S 'nin PL yoğunluğu ise, Co konsantrasyonu arttıkça artmıştır (Şekil 2.7).

Absorpsiyon spektrumlarından hesaplanan parçacık büyüklükleri TEM'den elde edilen sonuçlarla uyumlu olduğu tespit edilmiştir. Çizelge 2.1 ve Çizelge 2.2'de sırasıyla Co ve Cd katkılı Ag_2S nanopartiküllerinin bant boşluk değerlerini ve parçacık boyutları verilmiştir. Bu değerlerden de açıkça görüleceği gibi parçacık boyutunun artması bant boşluk değerinde azalmaya sebebiyet vermiştir (Hammad, 2018a). Bu çalışmada dopant etkisinin Ag_2S nanopartiküllerin emisyonu üzerindeki önemli rolü vurgulanmıştır.



Şekil 2.7. a) Cd- katkılı Ag_2S , b) Co- katkılı Ag_2S nanopartiküllerinin PL spektrumları (Hammad, 2018a)

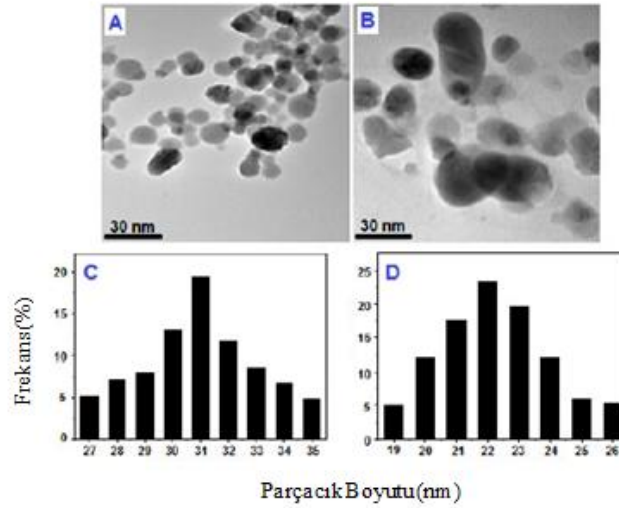
Çizelge 2.1. Co katkılı Ag_2S Nanopartiküllerinin Bant Boşluğu Değerleri ve Parçacık Boyutları (Hammad ve Shallah,2018a)

Konsantrasyon	Parçacık Boyutu (nm)	Enerji Aralığı(eV)
0.00	5,81	2,6
0.01	7,08	2,54
0.02	9,46	2,45
0.04	11,22	2,36
0.06	13,16	2,31
0.08	14,26	2,29
0.10	15,8	2,27

Çizelge 2.2. Cd katkılı Ag₂S Nanopartiküllerinin Bant Boşluğu Değerleri ve Parçacık Boyutları (Hammad ve Shallah,2018a)

Konsantrasyon	Parçacık Boyutu (nm)	Enerji Aralığı(eV)
0.00	5,81	2,6
0.01	7,08	2,54
0.02	9,46	2,45
0.04	11,22	2,36
0.06	13,16	2,31
0.08	14,26	2,29
0.10	15,8	2,27

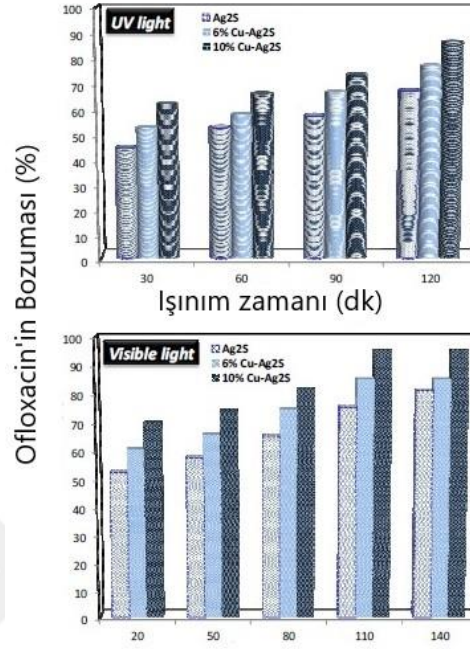
Bir diğer çalışmada, Fakhri A. ve ark. katkılı ve katkısız Ag₂S nanoparçacıklarını, kimyasal çökeltme metodu ile başarılı bir şekilde sentezlemiştir. Şekil 2.8’de verilen TEM analizi, tüm numunelerin parçacıklarının nano ölçekte olduğunu göstermiştir. UV-vis spektrum sonuçlarından, katkı miktarının artmasının bant aralığının daha yüksek dalga boylarına kaymasına sebebiyet verdiği analiz edilmiştir.



Şekil2.8. Katkısız (A, C) ve % 10 mol Cu katkılı Ag₂S nanopartiküllerinin (B, D) TEM görüntüsü ve boyut dağılımı (Fakhri ve ark.,2015)

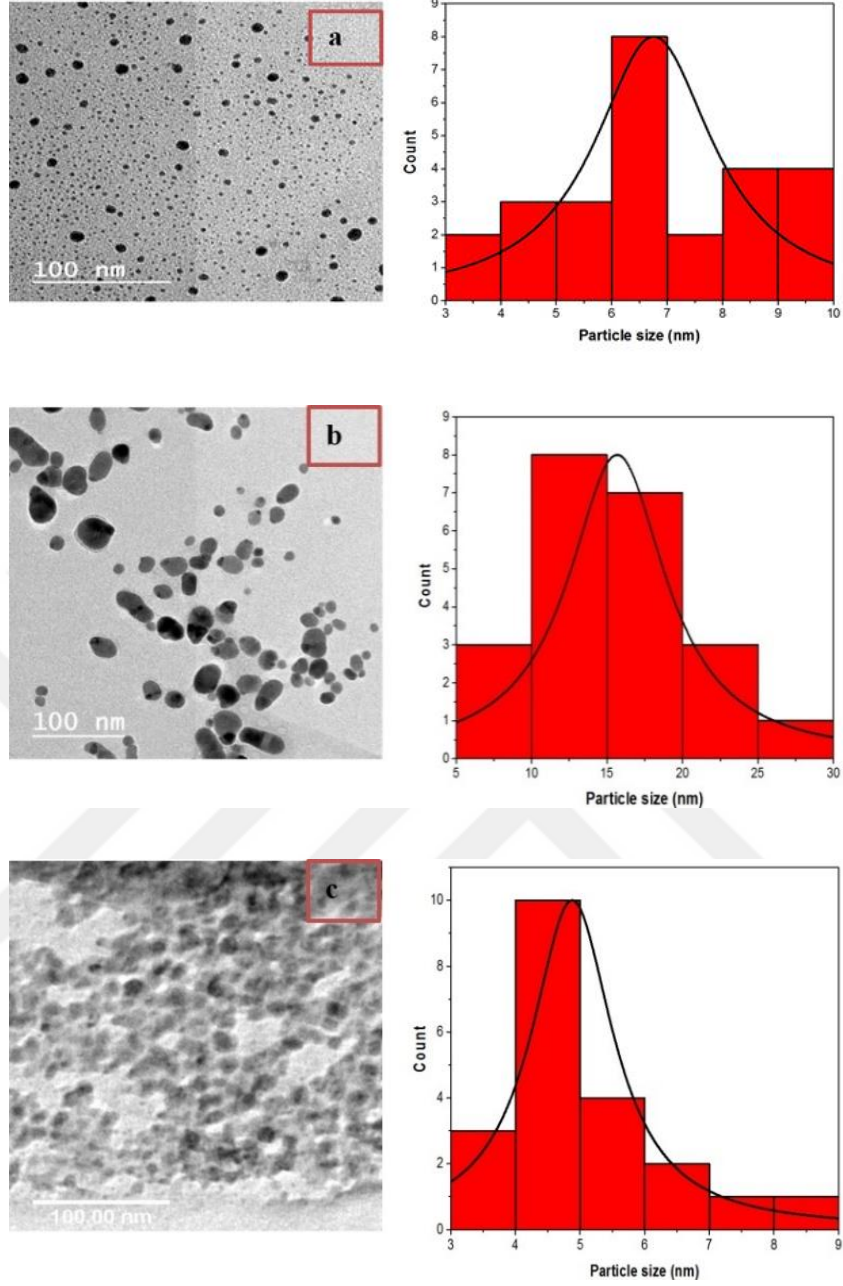
Ag₂S ve Cu katkılı Ag₂S nanopartiküllerinin fotokatalitik aktivitesi, florokinolon ailesinin bir parçası olan Ofloxacin antibiyotik ile incelenmiştir (Şekil 2.9).

Fotokatalitik sonuçlar Cu katkısının Ag₂S nanopartiküllerinin fotokatalitik etkinliğini arttırdığını göstermiştir (Fakhri ve ark.,2015).



Şekil 2.9. Ofloxacin antibiyotiklerinin parçalanmasının Ag₂S nanoparçacıklarının aktivitesi üzerine etkisi (Fakhri ve ark.,2015)

Hammad ve Shallah tarafından yapılan çalışmada, Mg ve Ni katkılı Ag₂S koloidal nanopartiküller ıslak kimyasal yöntem ile üretilmiş ve katkılanan elementlerin optik özellikler üzerine etkisi incelenmiştir. Yapısal karakterizasyonlar saf ve katkılı nanoparçacıkların kısmi küresel yapıda ve 5 ila 18 nm arasında değişen parçacık boyutlarına sahip olduklarını göstermiştir (Şekil 2.10). Mg katkılı numunelerin absorpsiyon spektrumlarından bant değerlerinin 2.42 ile 2.20 eV arasında değiştiği ve kırmızıya kaydığı, ancak Ni katkılı Ag₂S'nin bant değerlerinin ise 2.42 ile 2.60 eV arasında değiştiği maviye bir kayma analiz edilmiştir. Ni katkılı Ag₂S'de gözlenen maviye kayma, Ni'nin Ag₂S kafesine girmesi nedeniyle gözlemlenebileceği belirtilmiştir. Mg katkılı Ag₂S nanopartiküllerinin fotoluminesans yoğunluğu, Mg konsantrasyonu arttıkça artmıştır. Bununla birlikte, Ni katkılı Ag₂S'nin fotoluminesans (PL) yoğunluğu, Ni konsantrasyonu arttıkça azalmıştır (Hammad ve Shallah,2018b).



Şekil 2.10. TEM görüntüleri ve histogramları: (a) saf Ag₂S, (b) % 6 Mg katkılı Ag₂S ve (c) % 6 Ni katkılı Ag₂S (Hammad ve Shallah,2018b)

Absorpsiyon spektrumlarından hesaplanan parçacık büyüklükleri TEM'den elde edilen sonuçlarla uyumlu olduğu tespit edilmiştir. Çizelge 2.3 ve Çizelge 2.4'te sırasıyla Mg ve Ni katkılı Ag₂S nanopartiküllerinin bant boşluk değerlerini ve parçacık boyutları verilmiştir. Değerler, Mg katkılı nanoparçacıkların boyutunda oluşan büyümenin enerji bant aralıklarında azalmaya sebebiyet verdiği fakat Ni katkılı nanoparçacıkların

boyutunda oluşan büyümenin enerji bant aralıklarında artışa sebep olduğu gözlemlenmiştir (Hammad ve Shallah,2018b).

Çizelge 2.3. Mg katkılı Ag₂S Nanopartiküllerinin Bant Boşluğu Değerleri ve Parçacık Boyutları (Hammad ve Shallah,2018b)

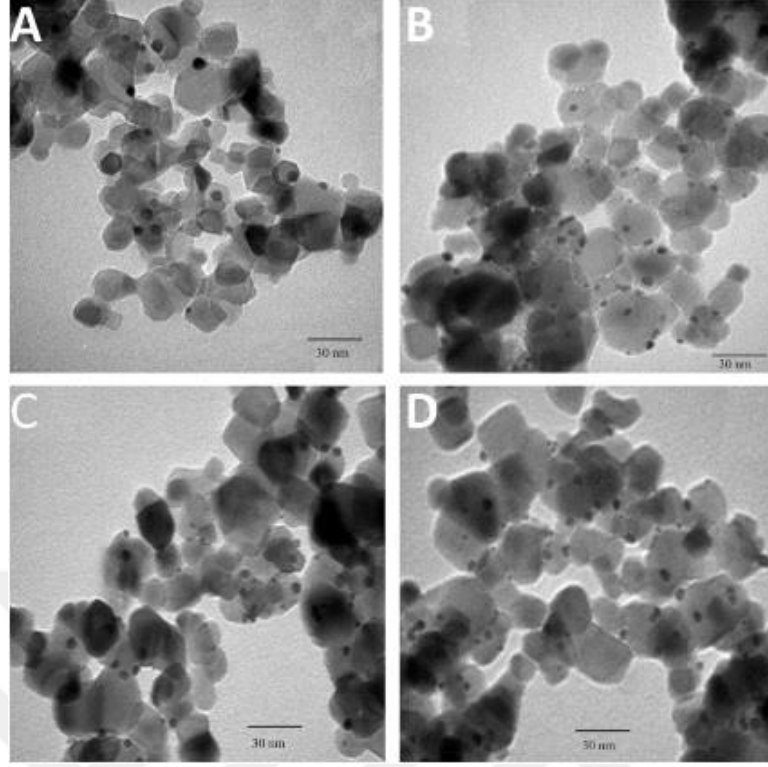
Konsantrasyon	Parçacık Boyutu (nm)	Enerji Aralığı(eV)
0.00	6,5	2,42
0.01	7,8	2,39
0.02	9	2,35
0.04	11,45	2,31
0.06	12,65	2,3
0.08	13,875	2,295
0.10	15,875	2,295

Çizelge 2.4. Ni katkılı Ag₂S Nanopartiküllerinin Bant Boşluğu Değerleri ve Parçacık Boyutları (Hammad ve Shallah,2018b)

Konsantrasyon	Parçacık Boyutu (nm)	Enerji Aralığı(eV)
0.00	7	2,42
0.01	6,68	2,44
0.02	6,48	2,46
0.04	6,1	2,5
0.06	6	2,52
0.08	5,82	2,54
0.10	5,66	2,56

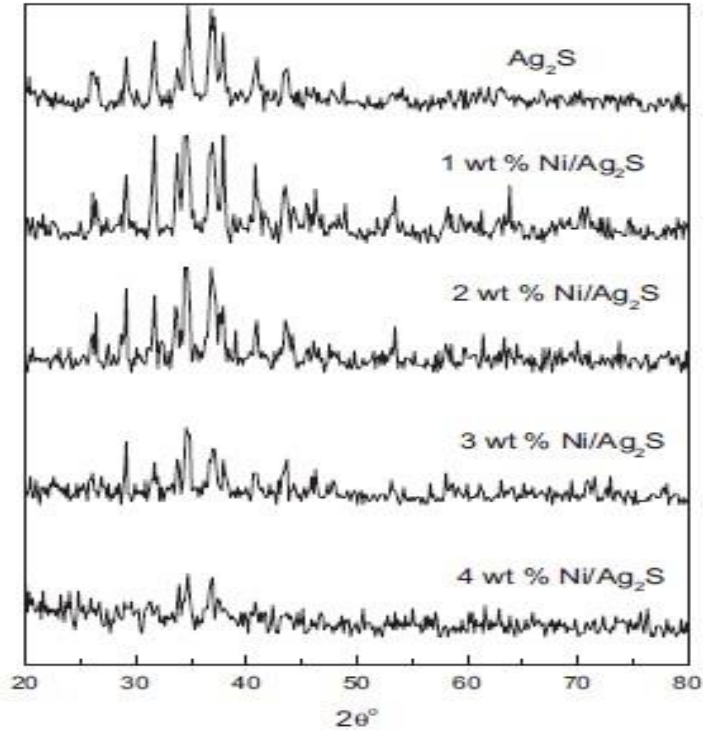
Aazam'ın çalışmasında ise,Ni katkılı Ag₂S nanoparçacıkları, hidrotermal yöntem kullanılarak üretilmiş ve ana yapı içerisine Ni, ışık destekli biriktirme yöntemi ile katkılanmıştır.Ag₂S ve Ni/Ag₂S örneklerinin katalitik performansı, görünür ışık altında metilen mavisinin parçalanmasında incelenmiştir. UV-vis spektral analizinde, Ni katkılılandıktan sonra kırmızıya kayma tespit edilmiştir. 40 dakikalık bir reaksiyon süresinden sonra, fotokatalizör olarak ağırlıkça % 3 Ni/Ag₂S ile elde edilen maksimum bozunma verimliliği % 100 olduğu gözlemlenmiştir. Katalizörün, ilk beş döngü için aktivite kaybı olmadan tekrar kullanılabilir olduğu tespit edilmiştir (Aazam, 2014).

Şekil 2.11'de verilmiş olan TEM sonuçlarından katalizörün yüzeyinde dağılmış Ni iyonlarının ve Ni iyonlarının çapının, Ni'nin ağırlıkça artmasıyla arttığı bildirilmiştir (Aazam, 2014).



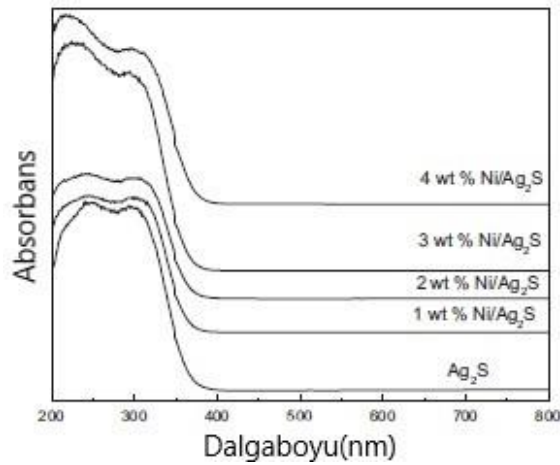
Şekil 2.11. Ni'nin ağırlıkça a) % 1, b) 2, c) 3 ve d) 4 olduğu Ni/Ag₂S nanoparçacıklarının TEM görüntüleri (Aazam, 2014)

Şekil 2.12'de verilen XRD görüntülerinden Ag₂S boyutları, en yoğun monoklinik Ag₂S pik değerlerinde Scherer denklemi kullanılarak katkısız ve % 1 Ni/Ag₂S, % 2 Ni/Ag₂S, % 3 Ni/Ag₂S ve % 4 Ni/Ag₂S katkılı Ag₂S kristalitler için sırasıyla 28, 22, 20, 16 ve 13 nm olarak hesaplanmıştır. Sonuçlardan nikel konsantrasyonu arttıkça partikül büyüklüğünün daha küçük hale geldiği gözlenmektedir (Aazam, 2014).



Şekil 2.12. Ag₂S ve Ni / Ag₂S nanopartiküllerinin XRD görüntüsü (Aazam, 2014)

Ag₂S ve Ni/Ag₂S için doğrudan bant aralığı enerjileri, yansıma spektrumlarından hesaplanmıştır (Şekil 2.13). Enerji bant aralığının Ni iyonlarındaki artışla azaldığı gözlemlenmiştir. Bant aralığı değerleri, Ag₂S, ağırlıkça % 1 Ni/Ag₂S, ağırlıkça % 2 Ni/Ag₂S, ağırlıkça % 3 Ni/Ag₂S ve ağırlıkça % 4 Ni/Ag₂S için sırasıyla 3.26, 2.98, 2.88, 2.68 ve 2.48 eV hesaplanmıştır (Aazam, 2014).



Şekil 2.13. Ag₂S ve Ni/Ag₂S nanopartiküllerinin UV spektrumları (Aazam, 2014)

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

3.1.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Gümüş asetat (%99,9) ($\text{AgC}_2\text{H}_3\text{O}_2$), çinko asetat (%99,99) ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}$), kobalt (II) asetat (%99,995) ($(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2\text{Co}$), mangan(II) asetat tetrahidrat (%99,99) ($\text{C}_4\text{H}_6\text{MnO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), sülfür toz (%99,98), oleylamin %70, oktadesen %90, DDT (1-Dodecanethiol) (%98) ve etanol (%99,8) Sigma-Aldrich'den; Nikel(II) asetat tetrahidrat (%99,999) ($\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) Alfa Aesar'dan; toluen ise VWR firmalarından temin edilmiştir.

3.1.2. Kullanılan Cihazlar

Elde edilen nanokristallerin Bruker Advance D8 model (1.5418 dalga boylu Cu kaynağı) X-ışınları kırınımı cihazı (XRD) ile kristal yapısı, enerji dağılım spektroskopisi (EDX) ile kompozisyonu, FEI marka TALOS F200S model 200 kV model geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ile kristal yapısı, Hitachi SU5000 model taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yüzey morfolojisi, SHIMADZU UV-3600 model ultraviyole ve görünür ışık dağınık yansıma spektrofotometresi (UV-vis DRS) ile elektrokimyasal özellikleri incelenmiştir. Ayrıca Keithley 4200 SCS karakterizasyon sistemi ve ışık kaynağı olarak (OIA Trisol Class AAA) 100 mWcm^{-2} standart güneş ışınımı (AM 1.5 filtreli ksenon ark lambası) ile akım voltaj karakteristiği incelenmiştir. SPS Polos SPIN150i/200i model döndürme kaplama sistemi ile de $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ ince filmleri elde edilmiştir. NANOVAK marka fiziksel buhar biriktirme cihazında $2,64 \times 10^{-6}$ torr vakum altında alüminyum bağlantı noktaları oluşturulmuştur.

3.2. Metot

3.2.1. $\text{Ag}_2\text{S}:\text{X}$ Nanokristallerinin Sentez Yöntemi

$\text{Ag}_2\text{S}:\text{X}$ nanokristalleri, farklı geçiş metalleri (X: Ni, Co, Mn, Zn) kullanılarak, sıcak besleme metoduyla sentezlenmiştir. Bu metoda göre, 1 mmol gümüş asetat, 0,25 mmol X (II) asetat (Hedeflenen kompozisyona bağlı olarak her bir element ayrı ayrı alınmıştır) bir balon içerisine alınıp 10 ml oktadesen ve 1,25 ml DDT içerisinde

çözündürülmüştür. Hazırlanan bu çözelti argon atmosferinde, manyetik karıştırıcı yardımıyla karıştırılmış ve sıcaklık 230 °C'ye ayarlanmıştır. Sentez sıcaklığı 120 °C'ye ulaştığında daha önce ayrı bir tüp içerisinde hazırlanan 1 mmol içeren 3 ml (OLA) oleylamin çözeltisi ilk hazırlanan çözelti üzerine enjekte edilmiştir. Bu şekilde karıştırılmaya devam edilen çözeltinin sıcaklığı 230 °C'ye sabitlenmiş ve bu sıcaklıkta 10 dakika boyunca sentez devam ettirilmiştir. Daha sonra sentez ortamı 80 °C'ye soğuması için beklemeğe bırakılmıştır. Soğuma işlemi gerçekleşince reaksiyon sonucu elde edilen karışım bir beher içerisinde 30 mL tolüen ve 10 mL etanol ile karıştırılarak 1 dakika boyunca 3000 rpm hızında santrifüj edilerek çöktürülmüştür. Bu şekilde elde edilen madde etanol ile yıkanıp bir süreliğine kurumaya bırakılmıştır. Sentez düzeneği aşağıdaki şekilde (Şekil 3.1) verilmiştir.



Şekil3.1.a) Ana deney düzeneği ve b) Enjekte edilecek sülfür çözelti görüntüleri

Bu sıcaklıkta ayrı olarak 3 ml (OLA) oleylamin içerisinde çözünen 1mmol toz sülfür sentez ortamına enjekte edilmiştir. Reaksiyon, sıcaklık 230 °C'ye ulaştığında 10 dakika boyunca devam etti. 10 dakika sonunda reaksiyon sıcaklığı 80 °C sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Son olarak nanokristalleri çöktürmek için reaksiyon karışımı üzerine, toluen–etanol (30 ml toluen, 10 ml etanol) karışımı eklenmiş ve 3000 rpm'de 1 dakika boyunca santrifüj edilerek çöktürme işlemi tamamlanmıştır. Nanokristallerin üzerinde fazladan kalabilecek yüzey aktif maddelerden kurtulmak için, çöktürülen nanokristaller etanol ile birkaç kez yıkanarak 40 °C'de 3 saat kurutulmuş ve bu şekilde ince film üretiminde kullanıma hazır hale getirilmiştir.

3.2.2. Ag₂S:X İnce Filmlerin Hazırlanması

3.2.2.1. Altaşların Hazırlanması

İnce filmlerin hazırlanması sırasında kullanılan altaşların temizliği oldukça önemlidir. Altaşta oluşan kirlilik, ince filmin elektriksel ve optiksel özelliklerini etkileyebilir. Bu durum hedeflenen deneysel sonuçlara ulaşmayı zorlaştırabilir. Bu nedenle altaşlar aşağıda verilen şekilde temizlik işlemine tabii tutulmuştur.

Altaş olarak FTO (flor katkılı kalay oksit) camlar 1.5cm x 1.5 cm boyutlarında kesilmiştir. Kesilen camlar ilk önce köpüklü su ile yıkamp iyice durulanmıştır. Ardından yıkanan camlar ultrasonik su banyosunda sırasıyla 15 dakika saf su, 15 dakika etanol, en son olarak da tekrar saf su ile yıkanmıştır. Yıkanan camlar kurutulup kaplamaya hazır hale getirilmiştir.

3.2.2.2. Altaşların Kaplanması

Ag₂S:X nanokristaller, 10 mg/ml (20mg Ag₂S:X; 1,5 ml toluen; 0,5 ml kloroform) oranında olacak şekilde toluen + kloroform içerisinde çözüdürülerek Ag₂S:X çözeltileri hazırlanmıştır. Çözeltiler yaklaşık 1 saat manyetik karıştırıcıda karıştırılmış ve bu sayede homojen bir çözelti hazırlanmıştır. Ardından hazırlanan bu çözeltiler aşağıda verilen iki farklı yöntemle FTO camlar üzerine kaplanmıştır.

İlk olarak Ag₂S:X çözeltileri, döndürme kaplama yöntemiyle FTO üzerine, 3000 rpm hızda ve 30 saniye süreyle kaplanmıştır. Kaplama işlemi bu şekilde 10 kez tekrarlanmıştır. Nanokristallerin yüzeye daha iyi tutunmasını ve daha düzgün film oluşturmasını sağlamak için, her kaplama sonunda film kaplı FTO'lar 150°C'de 10 dakika ısıtılma tabii tutulmuştur. Kullanılan cihazlar Şekil 3.2'de gösterilmiştir.



Şekil3.2.SPS Polos SPIN150i/200i model döndürme kaplama ve ısıl işlem sistemi

İkinci yöntemde ise, hazırlanan çözeltiler FTO üzerine damlatma kaplama (drop casting) yöntemiyle 2 katman olacak şekilde kaplanmıştır. İlk katmanda yukarıda hazırlık işlemi verilen $Ag_2S:X$ çözeltileri direk FTO yüzeyine damlatılmış ve kapalı bir atmosferde homojen bir film oluşturacak şekilde kurutulmuştur. Filmlerin homojenitesini artırmak için çözeltiler seyreltilerek ($655 \mu L Ag_2S:X + 3 \times 655 \mu L$ toluen) ilk katman üzerine aynı şekilde kaplama yapılmıştır.

FTO cam yüzeyine kaplanan nanokristal filmler üzerine alüminyum bağlantı noktaları (Anot-Katot), havasız ortam kabini (Glove box) içine yerleştirilmiş fiziksel buhar biriktirme cihazı (PVD) ile oluşturulmuştur (Şekil 3.3). Alüminyumu buharlaştırmak için dayanıklılığından dolayı molibden kaşık pota kullanılmıştır. $2,64 \times 10^{-6}$ torr vakum altında $58^\circ C$ ve 38 Watt başlangıç değerlerinde saniyede $0,05-1 \text{ \AA}$ alüminyum kaplaması başlatılmıştır. Alüminyum bağlantı noktası kalınlığı 4-5 nm olduğunda \AA/s oranı kademeli olarak 1 \AA/s 'ye kadar artırılmıştır. \AA/s oranı 1'e çıkartıldığında PVD cihazının gücü 70 Watt 'a yükselmiştir. 30 dakika boyunca \AA/s oranı değiştirilmeden buharlaştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. \AA/s oranında azalma olmaya başladığında potadaki alüminyum miktarında azalma olduğu tespit edilmiştir. 45 dk sonunda \AA/s oranı sıfırlanmıştır ve alüminyum bağlantı noktaları 820 \AA (82 nm) kalınlıkta oluşmuştur.



Şekil 3.3. Havasız ortam kabinine (Glove Box) yerleştirilmiş PVD cihazı ve OIA Güneş simülatörü

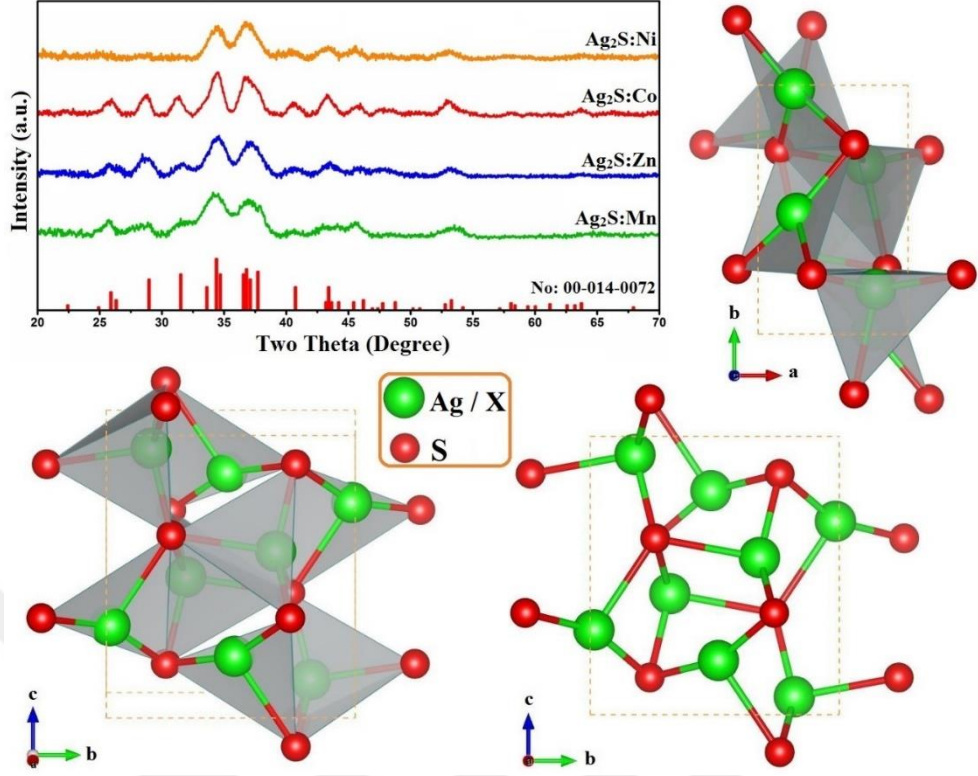
4. BULGULAR

Tez kapsamında Ni, Co, Zn ve Mn katkılı nanokristaller ile ilgili birçok çalışma yapılmış ve bu çalışmalar sonucu elde edilen veriler yorumlanmıştır. Geliştirilmiş olan nanokristaller, yapısal, optik ve foto-elektriksel özelliklerinin belirlenmesi amacıyla birçok karakterizasyon işlemine tabi tutulmuş ve bu işlemler sonucu elde edilen veriler aracılığıyla malzeme hakkında bilgi edinilmiştir. Karakterizasyon sonuçlarını gösteren şekiller ile optimizasyon çalışmalarında elde edilen veriler, bu kısımda ayrıntılı bir biçimde sunulmuştur. İlk olarak tez kapsamında üretilen nanokristallere ait yapısal karakterizasyon sonuçları aşağıda detaylı bir şekilde verilmiştir.

4.1. Ag₂S:X Nanokristal Sentez Sonuçları

4.1.1. X-Işınları Kırınımı (XRD) Sonuçları

Farklı geçiş metal katkılı Ag₂S nanokristallerinin faz ve kristalografik yapı analizleri X-ışını kırınımı (XRD) yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.1’de verilen karşılaştırmalı XRD sonuçlarından açıkça görülebileceği gibi, bütün nanokristaller monoklinik-Ag₂S yapısında oluşmuştur. Bu faz, her anyonun dört katyonla, her katyonun ise 4 anyonla birleştiği 8 AgS₄ tetrahedra'dan oluşur. Ag₂S fazı ile aynı kırınım değerlerine sahip pikler, JCPDS (No: 014 0072) dosyasında verilen P21/n uzay grubuna sahip monoklinik kristal yapı standart açılarda gözlemlenmiştir. Ancak, yapı içerisine katkılanan elementlerden dolayı XRD piklerindeki hafif kaymalar gözlemlenmiştir. Geçiş metallerinin yapıya katılması, nispeten düşük katkı oranı ve atomik yarıçapların (Ni²⁺ (0.55 Å), Co²⁺ (0.58 Å), Zn²⁺ (0.60 Å) ve Mn²⁺ (0.66 Å) birbirlerine yakınlıkları nedeniyle monoklinik kristal sisteminde bir bozulmaya neden olmamıştır.



Şekil 4.1. Ag₂S:X nanokristallerine ait karşılaştırmalı XRD grafikleri ve monoklinik faza karşılık gelen üç boyutlu kristal yapı gösterimleri

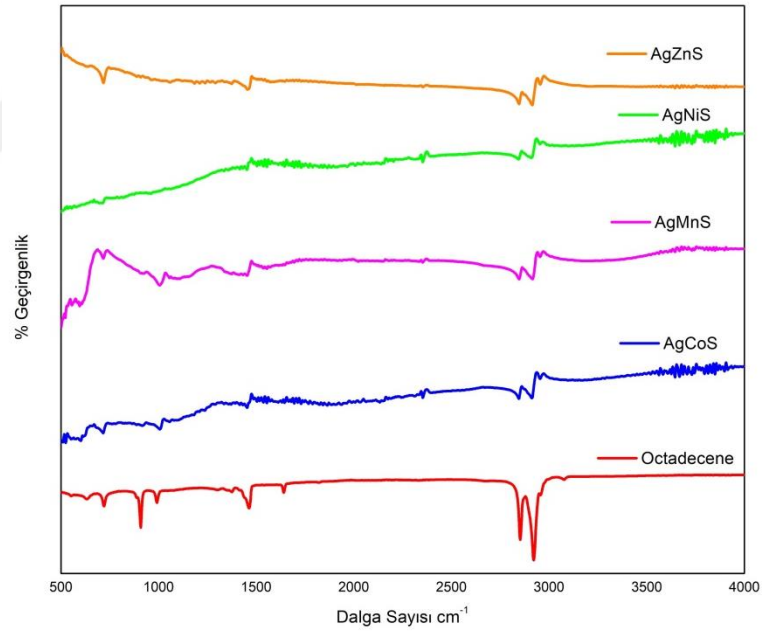
Ortalama kristal tane boyutları, aşağıda verilen Debye-Scherrer formülü ile hesaplanmıştır.

$$D_c = \frac{0,9 \times \lambda}{L(\cos\theta)} \quad (4.1)$$

Burada; D_c; kristal çapı, L; kırınım pikinin yarı yüksekliğinin genişliği, λ; X-ışını dalga boyu ve θ; kırınım pikinin açısını ifade etmektedirler. Ag₂S:Ni, Ag₂S:Co, Ag₂S:Zn ve Ag₂S:Mn nanokristallerinin kristal büyüklükleri, en şiddetli pik noktaları kullanılarak sırasıyla 6.6, 10.7, 6.12 ve 11.3 nm olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlar TEM ölçümleriyle uyumludur. Tüm XRD grafiklerinde herhangi bir safsızlık pikinin bulunmaması, elde edilen malzemelerin istenilen saflıkta olduğunu göstermektedir.

4.1.2. Fourier Dönüşüm Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopi Sonuçları

Ag₂S:X nanokristallerin yüzeyinde organik moleküllerin varlığını tespit etmek amacıyla FTIR analizi yapılmış ve sonuçlar Şekil4.6'da verilmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde ODE'ye ait 1000-650 cm⁻¹, 1650-1550 cm⁻¹ aralığındaki ve 2850-3000 cm⁻¹ aralığındaki absorpsiyon bantları, sırasıyla =C-H düzlem dışı bükülme bölgesine, C=C çift bağ gerilme bölgesine ve C-H simetrik ve asimetrik gerilme titreşim moduna karşılık geldiği görülmektedir (Merey, 2015). Bu sonuçlar üretilen nanokristallerin yüzeyinde ODE'nin bulunduğunu göstermektedir. Ayrıca tüm malzemelerde benzer FTIR sonuçları elde edilmişken, sadece Ag₂S:Ni nanokristallerinde zayıf absorpsiyon bantları elde edilmiştir. Bu da Ag₂S:Ni nano yapıların ODE ile daha zayıf bir şekilde bağ yaptığını göstermektedir.

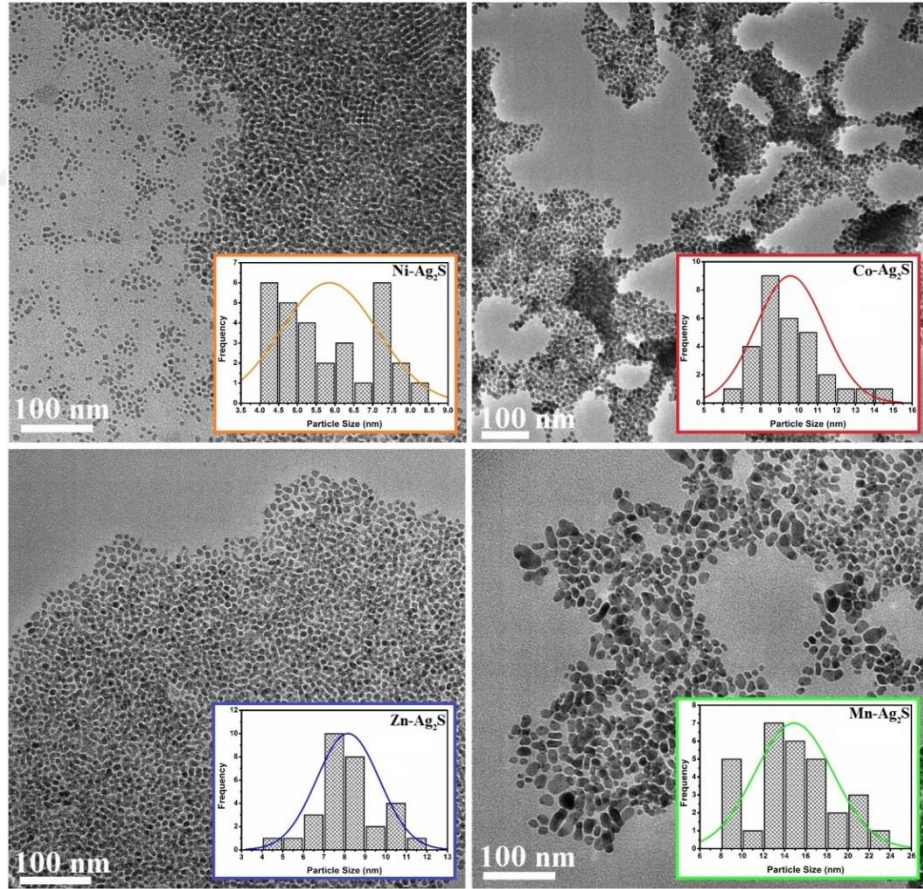


Şekil 4.2. Ag₂S:X nanokristallerine ve ODE'ye ait FTIR sonuçları

4.1.3. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ve Yüksek Çözünürlüklü TEM (HRTEM) Analiz Sonuçları

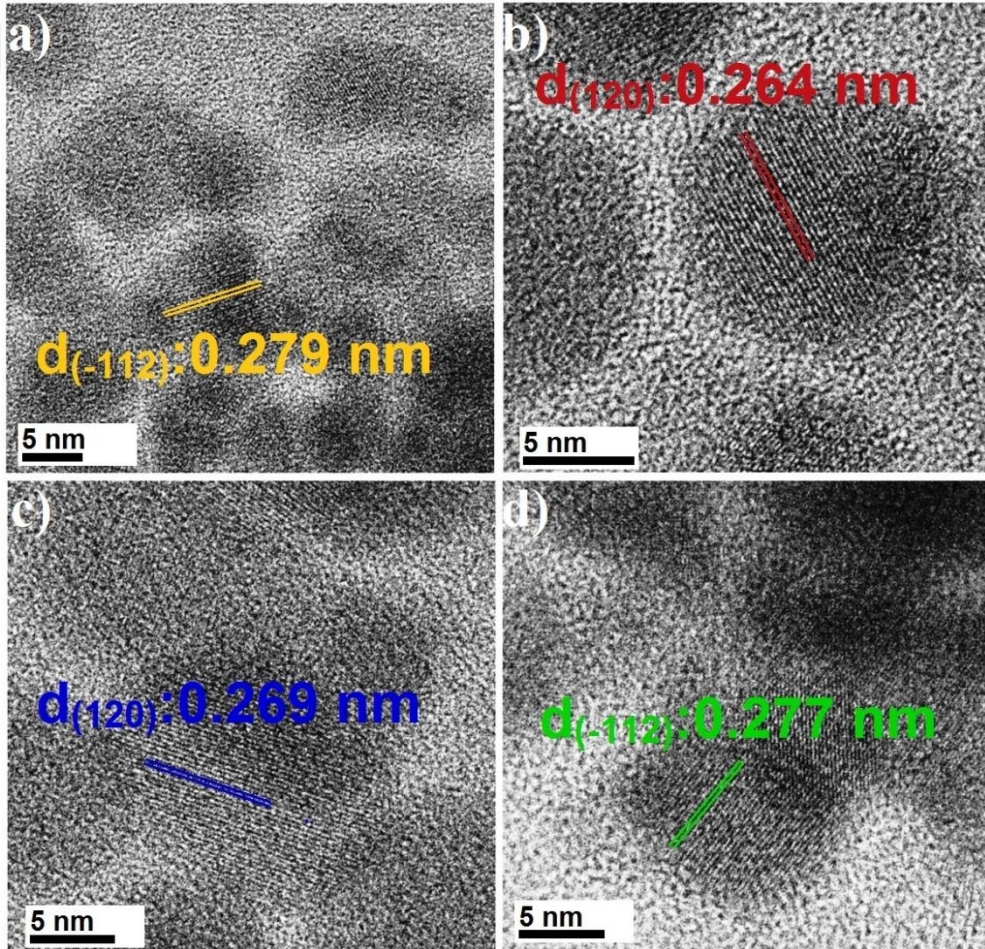
TEM ve HRTEM analiz metotları ile malzemelerin kristal şekli, büyüklüğü, atom dizilişleri ve kalitesi incelenebilmektedir. Ayrıca yine bu görüntüleme teknikleri ile varsa malzemeye ait kusurlarda net bir şekilde incelenebilmektedir. Şekil 4.3'te $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$, nanokristallerinin TEM görüntüleri, Şekil 4.4'te ise HRTEM görüntüleri gösterilmiştir.

Farklı katkılama (doping) elementlerine sahip $\text{Ag}_2\text{S}:\text{X}$ nanokristallerinin morfolojisi, TEM ile analiz edilmiştir. Şekil 4.3'ten açıkça görülebildiği gibi, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$ ve $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$ nanokristalleri çoğunlukla küresel yapılarda şekillenmiş iken, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristalleri daha düzensiz şekil almıştır ve ortalama parçacık çapları sırasıyla 6 nm, 10 nm, 8 nm ve 15 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.3. a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait TEM görüntüleri

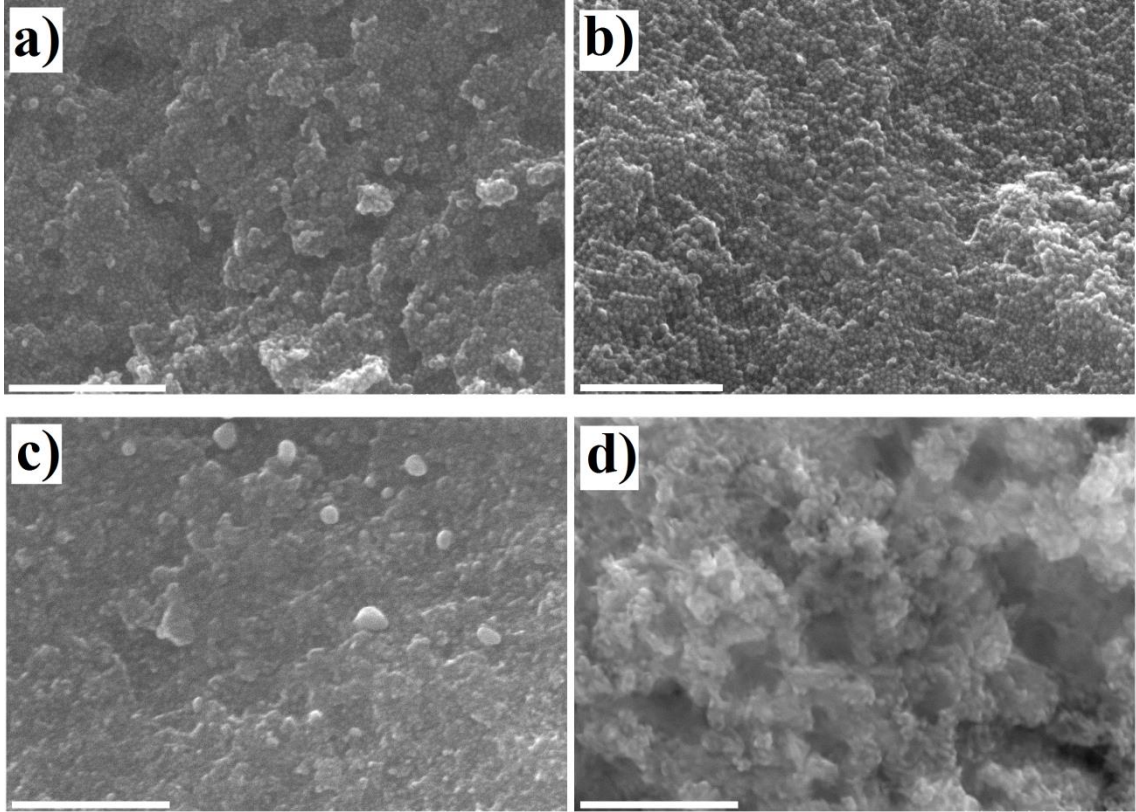
Nanokristallerin kristalliğini ve yapısını doğrulamak için yüksek çözünürlüklü TEM analizi kullanılmıştır. Yüksek çözünürlüklü gözlemler altında (Şekil 4.4) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait düzlemler arası mesafeler 2,79Å, 2,64Å, 2,69 Å ve 2.77 Å olarak ölçülmüştür. Bu atomik mesafeler akantit (doğal gümüş cevheri) kristal yapısının (-112), (120), (120) ve (-112) düzlemlerine karşılık gelmektedir. HR-TEM analizlerinde ölçümü yapılan mesafeler standart JCPDS dosyasında verilen mesafelerden kısmi farklılıklar göstermiştir. Burada analiz edilen farklı mesafeler, Ni, Co, Zn ve Mn elementlerinin varlığını ve bu katyonların rastgele dağılımını doğrulamaktadır.



Şekil 4.4. a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait HRTEM görüntüleri

4.1.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz Sonuçları

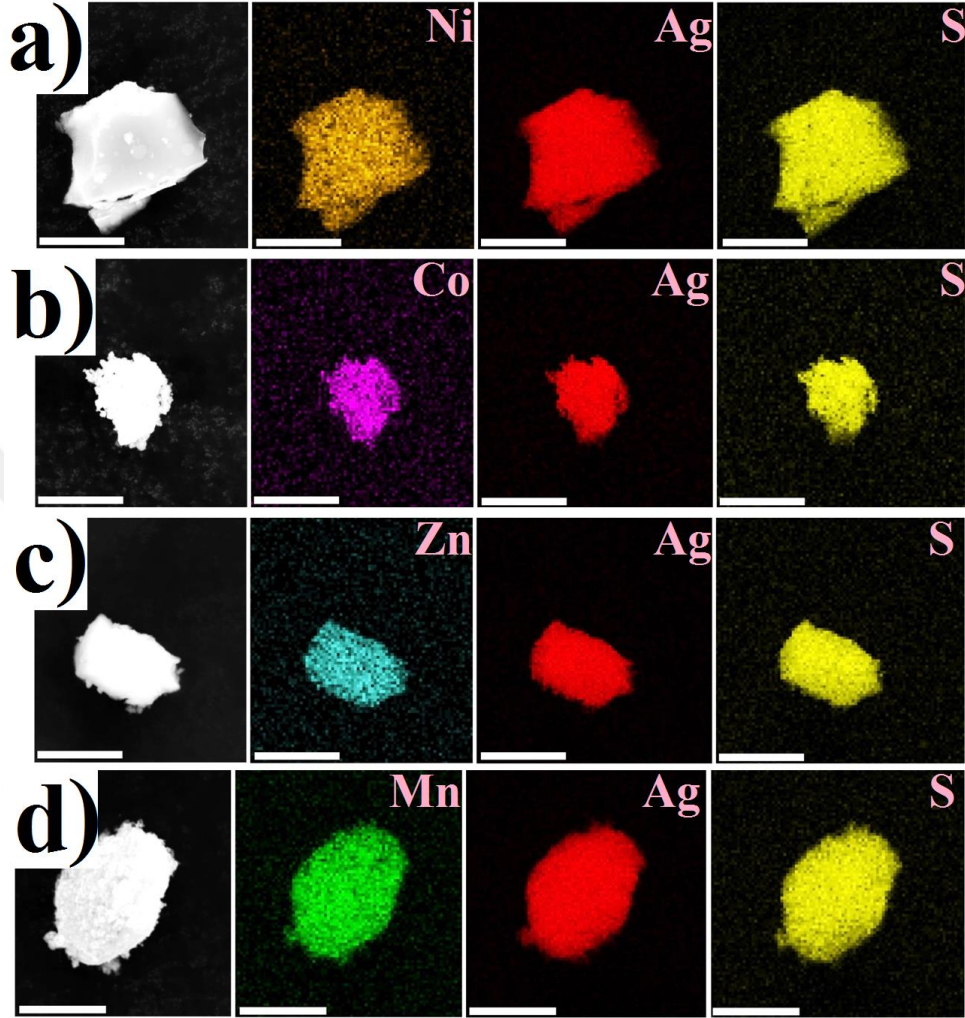
Taramalı elektron mikroskobu (SEM), incelenen malzemenin kompozisyon ve yüzey morfolojisi hakkında bilgiler verir. Şekil 4.5'te $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$, nanokristallerinin SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 4.5 (b)'de görüldüğü üzere $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$ nano parçacıklarının boyut dağılımının $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nano kristallerine göre daha homojen olduğu gözlenmiştir. Tanecik boyutlarına bakıldığında ise $\text{Mn-Ag}_2\text{S}$ nanokristalinin boyutlarının $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$ nanokristallerinin tanecik boyutlarından daha büyük olduğu görülmektedir. Şekil 4.5'te verilen SEM görüntüleri TEM analizi ile uyumludur.



Şekil 4.5. a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait SEM görüntüleri (Bütün SEM skalaları 300 nm yi ifade etmektedir.)

Sentezlenen nanokristallerin homojenliği, enerji dağılımlı X-ışını elementel haritalama analizi ile de doğrulanmıştır. Şekil 4.6'da, a) Nikel (Ni), b) Kobalt (Co), c) Çinko (Zn) ve d) Mangan (Mn) atomlarının, sentezlenen nanokristallerin tamamında homojen olarak dağıldığı görülmektedir. Bu sonuçlar Ag_2S kristallerine Ni, Co, Zn ve Mn

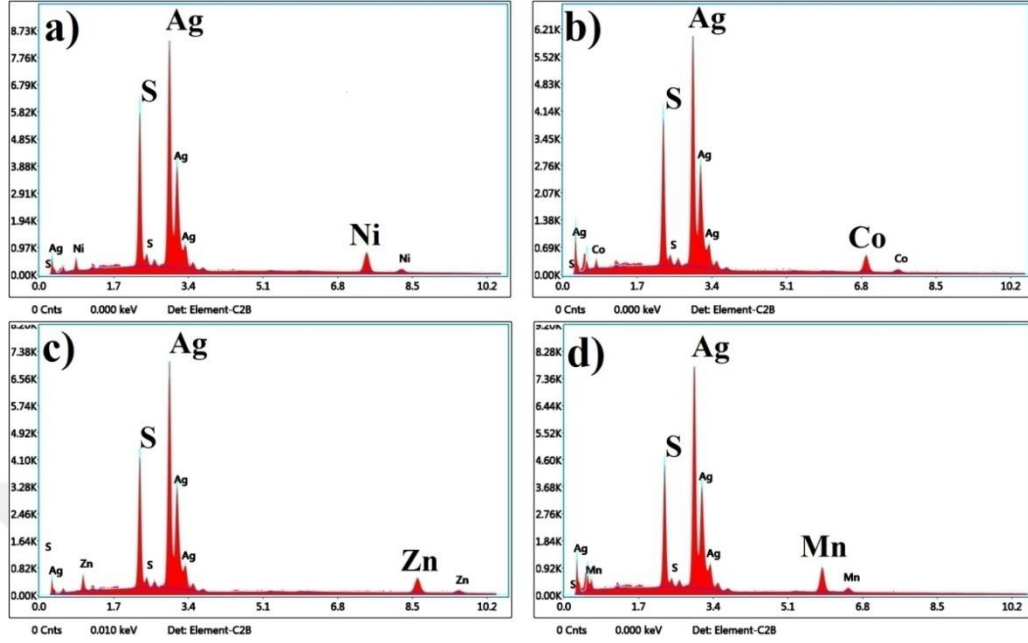
atomlarının başarılı bir şekilde katkılındığını ve homojen bir yapıda üretildiğini doğrulamaktadır.



Şekil 4.6. a) $Ag_2S:Ni$, b) $Ag_2S:Co$, c) $Ag_2S:Zn$ ve d) $Ag_2S:Mn$ nanokristallerine ait X-ışını elementel haritalama sonuçları (Bütün skalalar 5 μm yi ifade etmektedir.)

4.1.5. Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX) Analizleri

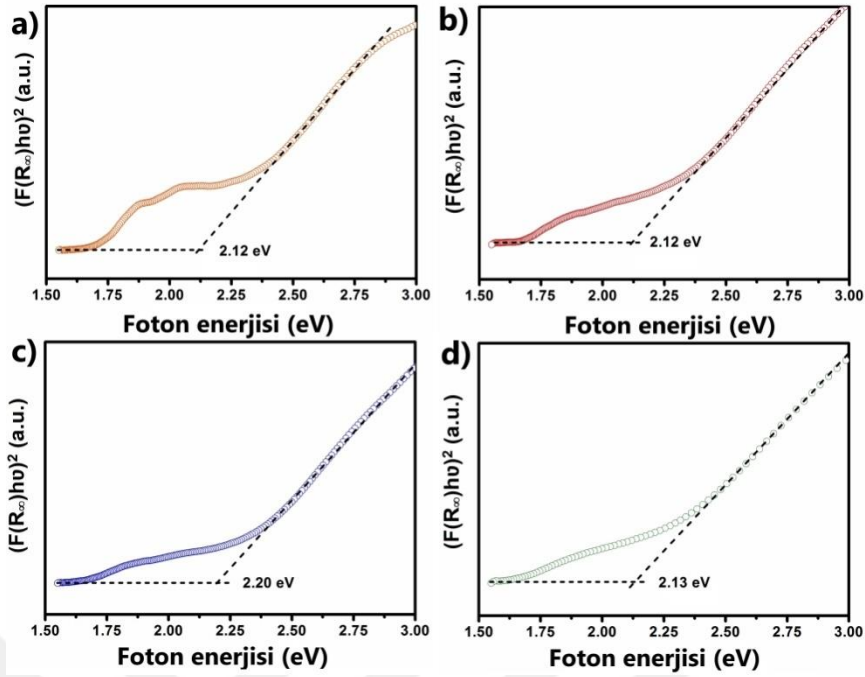
Elde edilen nanokristallerin kompozisyon ve saflığı, SEM cihazına adapte edilmiş Enerji Dağıtıcı X-ışını (EDX) analizi ile daha da doğrulanabilir. EDX sonuçlarında (Şekil 4.7) $Ag_2S:Ni$, $Ag_2S:Co$, $Ag_2S:Zn$ ve $Ag_2S:Mn$ nanokristallerini oluşturan elementlere ait pikler açıkça gözlemlenmiştir. Ayrıca nanokristalleri oluşturan elementler harici başka element piklerine rastlanmaması sentezlenen nanokristallerin saf olarak elde edildiklerini ifade etmektedir. Bununla beraber EDX analizlerinden ortalama katkı miktarlarının % 10 olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.7. a) $Ag_2S:Ni$, b) $Ag_2S:Co$; c) $Ag_2S:Zn$ ve d) $Ag_2S:Mn$ nanokristallerine ait EDX spektrumları

4.1.6. Ultraviyole Dağınık Yansımaya Spektroskopisi (UV-vis DRS) Analiz Sonuçları

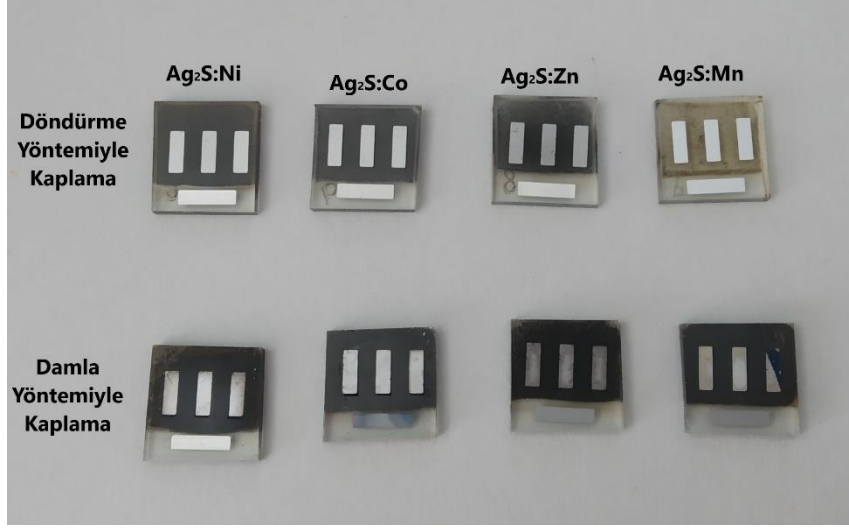
UV-vis DRS analizi, maddelerin optik özellikleri hakkında bilgi verir. Ayrıca, parçacık büyümesi ile bant aralıklarının nasıl değiştiği ve parçacıkların bant aralık değerleri bu yöntemle tespit edilebilir. Şekil 4.8’de sentezlenen $Ag_2S:X$ nanokristallerine ait UV-vis DRS (Yansıtma) ve bant aralığı grafikleri verilmiştir. Bu grafiklerde, nanokristaller mor ötesi (UV) ve kızıl ötesi (IR) bölge olmak üzere geniş bir alanda soğurma yaptığı gözlenmiştir. Yansıtma sonuçları kullanılarak $ah\nu^2$ ve foton enerjisi eV seviyesinden hesaplanan bant aralığı diyagramı çizilmiştir. $Ag_2S:Ni$, $Ag_2S:Co$, $Ag_2S:Zn$ ve $Ag_2S:Mn$ nanokristallerin bant aralıkları sırasıyla 2.12 eV, 2.12 eV, 2.20 eV ve 2.13 eV olarak hesaplanmıştır. Elde edilen bant değerleri literatürde verilen (2.27 eV ile 2.6 eV) değerlerden kısmı farklılık göstermiştir (Hammad ve Shallah, 2018a; 2018b). Bu durumun sentez yöntemi ve katkılama oranlarındaki farklılıklardan kaynaklandığı şeklinde açıklanmıştır.



Şekil 4.8. a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$; c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine ait bant aralığı enerji grafikleri

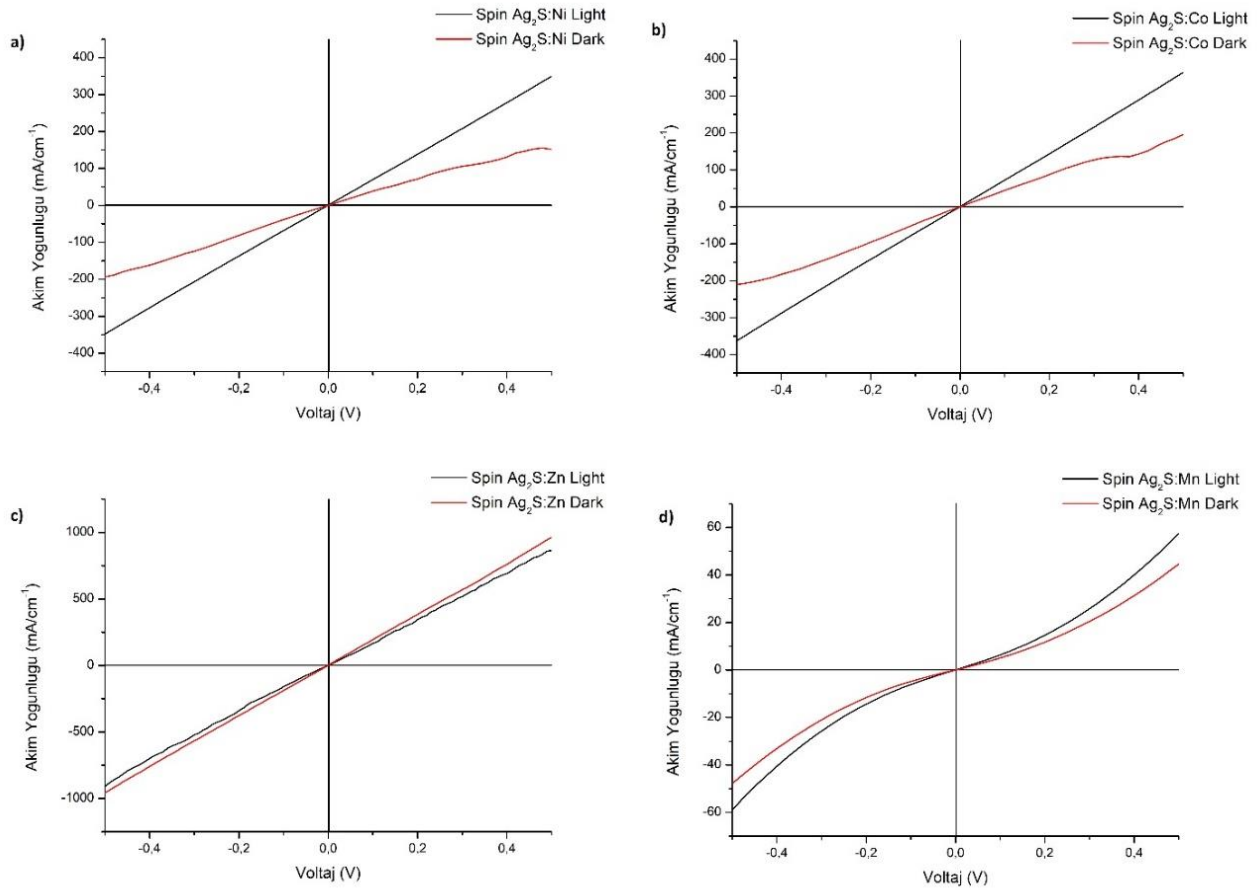
4.1.7. Akım-Voltaj (I-V) Analizleri

$\text{Ag}_2\text{S}:\text{X}$ nanokristallerinin güneş simülatöründe aydınlık ve karanlık alan I-V ölçümleri alınmıştır. Bu sistemde nanokristallerin ışığa duyarlılığı test edilmiştir. Sentezlenen $\text{Ag}_2\text{S}:\text{X}$ nanokristallerinin elektriksel özelliklerini analiz etmek için, filmler çözücü olarak toluen ve kloroform kullanılarak hazırlanmış çözeltilerinin FTO camı üzerine döndürme ve damla metodu ile kaplanması sonucu üretilmiştir. Filmlerin üzerine alüminyum buharlaştırarak bağlantı noktaları (Anot-Katot) oluşturulmuştur (Şekil 4.9).



Şekil 4.9. Aydınlık ve karanlık ölçüm için hazırlanmış Ag₂S:X filmleri

Şekil 4.10, döndürme (spin) yöntemiyle kaplama yapılan Ag₂S:X'lerin karanlıkta ve aydınlatma altında ölçülen akım-gerilim eğrisini göstermektedir. Grafikler Şekil 4.9'da gösterilen 3 adet alüminyum bağlantı noktasından alınan ölçümlerin ortalama değerleri alınarak hazırlanmıştır. Çizelge 4.1'de verilen döndürme (spin) yöntemiyle kaplama yapılan Ag₂S:Ni, Ag₂S:Co, Ag₂S:Zn ve Ag₂S:Mn filmlerinin aydınlıkta ölçülen birim alan başına düşen akım yoğunluklarının karanlık ölçümlerinden sırasıyla 2,3 kat, 1,86 kat, 0,9 kat ve 1,3 kat fazla olduğu bulunmuştur. Sonuçlardan Ag₂S:Ni, Ag₂S:Co, Ag₂S:Mn ince filmlerinin ışığa karşı tepki verdiği fakat Ag₂S:Zn ince filminin karanlıkta ölçülen birim alan başına düşen akım yoğunluğu değerleri aydınlıkta ölçülen değerler ile neredeyse aynı bulunmuştur. Elde edilen sonuçlardan Zn katkısının, döndürme yöntemiyle kaplama yapılan ince filmin fotoelektrik özelliğinin geliştirilmesinde bir katkı sağlamadığı söylenebilmektedir. Bu duruma, kaplama katmanının yetersiz olması veya ince film kaplaması için hazırlanan çözeltide Ag₂S:Zn konsantrasyonunun az olması sebebiyet verebilmektedir.



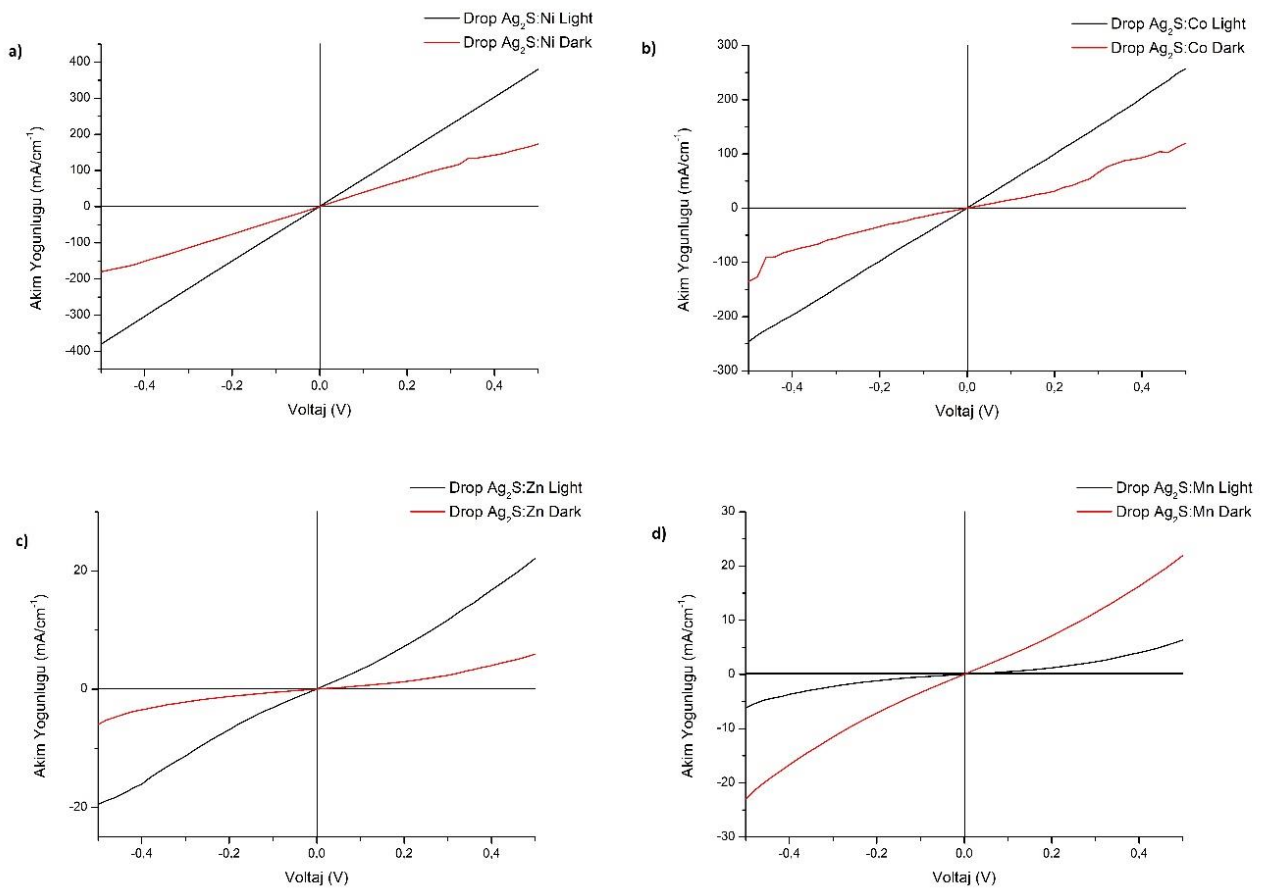
Şekil 4.10. Döndürme (spin) kaplama yöntemi ile hazırlanan a) $\text{Ag}_2\text{S:Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S:Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S:Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S:Mn}$ ince filmlerine ait I-V grafikleri

Çizelge 4.1. Döndürme (Spin) Kaplama Yöntemi ile Hazırlanan $\text{Ag}_2\text{S:X}$ Filmlerinin Karanlık-Aydınlık Akım Yoğunluğu Değerleri

Nanokristal	Karanlıkta Akım Yoğunluğu ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Aydınlatma Altında Akım Yoğunluğu ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)
Spin-$\text{Ag}_2\text{S:Ni}$	$1,5187 \times 10^{+2}$	$3,4946 \times 10^{+2}$
Spin-$\text{Ag}_2\text{S:Co}$	$1,9592 \times 10^{+2}$	$3,6412 \times 10^{+2}$
Spin-$\text{Ag}_2\text{S:Zn}$	$9,6308 \times 10^{+2}$	$8,65 \times 10^{+2}$
Spin-$\text{Ag}_2\text{S:Mn}$	$4,4603 \times 10^{+1}$	$5,7402 \times 10^{+1}$

Şekil 4.11, damla (drop) yöntemiyle kaplama yapılan $\text{Ag}_2\text{S:X}$ 'lerin karanlıkta ve aydınlatma altında ölçülen akım-gerilim eğrisini göstermektedir. Grafikler Şekil 4.9'da gösterilen 3 adet alüminyum bağlantı noktasından alınan ölçümlerin ortalama değerleri alınarak hazırlanmıştır. Çizelge 4.2'de verilen damla (drop) yöntemiyle kaplama yapılan $\text{Ag}_2\text{S:Ni}$, $\text{Ag}_2\text{S:Co}$, $\text{Ag}_2\text{S:Zn}$ ve $\text{Ag}_2\text{S:Mn}$ filmlerinin aydınlıkta ölçülen birim alan başına düşen akım yoğunluklarının karanlık ölçümlerinden sırasıyla 2,2 kat, 2,15 kat, 3,72 kat ve 0,3 kat fazla olduğu bulunmuştur. Sonuçlardan $\text{Ag}_2\text{S:Ni}$, $\text{Ag}_2\text{S:Co}$; $\text{Ag}_2\text{S:Zn}$

ince filmlerinin ışığa karşı tepki verdiği fakat $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ ince filminin karanlıkta ölçülen birim alan başına düşen akım yoğunluğu değerleri aydınlıkta ölçülen değerlerden fazla bulunmuştur. Elde edilen sonuçlardan Mn katkısının, damla yöntemiyle kaplama yapılan ince filmin fotoelektrik özelliğinin geliştirilmesinde bir katkı sağlamadığı söylenebilmektedir. Bu duruma, ince film kaplaması için hazırlanan $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ çözeltisindeki Mn konsantrasyonunun az olması veya $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ damlasının kuruma sırasında homojen olarak dağılmaması sebebiyet verebilmektedir.

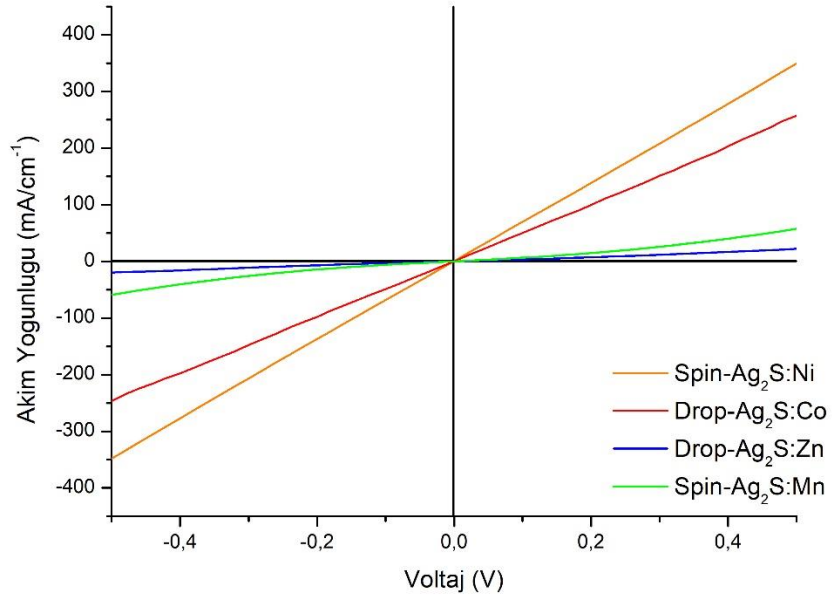


Şekil 4.11. Damla (drop) kaplama yöntemi ile hazırlanan a) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$, b) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$, c) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve d) $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ ince filmlerine ait I-V grafikleri

Çizelge 4.2. Damla (Drop) Kaplama Yöntemi ile Hazırlanan Ag₂S:X Filmlerinin Karanlık-Aydınlık Akım Yoğunluğu Değerleri

Nanokristal	Karanlıkta Akım Yoğunluğu (µA/cm ²)	Aydınlatma Altında Akım Yoğunluğu (µA/cm ²)
Drop-Ag₂S:Ni	1,7339x10 ⁺²	3,8004x10 ⁺²
Drop-Ag₂S:Co	1,1953x10 ⁺²	2,5716x10 ⁺²
Drop-Ag₂S:Zn	0,5938x10 ⁺¹	2,2119x10 ⁺¹
Drop-Ag₂S:Mn	2,1906x10 ⁺¹	0,6342x10 ⁺¹

Şekil 4.12’de Ag₂S:Ni, Ag₂S:Co; Ag₂S:Zn ve Ag₂S:Mn filmlerinin aydınlık altında alınan ölçümlerinin I-V grafiği verilmiştir. Şekilden anlaşıldığı üzere (-0,5V) - 0,5V aralığında akım yoğunlukları $I_{Ag_2S:Ni} > I_{Ag_2S:Co} > I_{Ag_2S:Mn} > I_{Ag_2S:Zn}$ şeklindedir. Ag₂S:Ni ve Ag₂S:Co filmlerinin birim alan başına düşen akım değerlerinin Ag₂S:Zn ve Ag₂S:Mn filmlerinden daha yüksek olduğu, bu da Ag₂S:Ni ve Ag₂S:Co filmlerinin Ag₂S:Zn ve Ag₂S:Mn filmlerine göre ışığa karşı daha duyarlı oldukları gözlemlenmiştir. Şekil 4.2’de verilen FTIR sonuçlarında Ag₂S:Ni ve Ag₂S:Co nanokristallerinin yüzeyinde yüzey aktif madde olarak kullanılan ODE miktarının çok az olduğu bulunmuştur. Yüzey aktif maddelerin iletken olmamasından dolayı Ag₂S:Zn ve Ag₂S:Mn nanokristallerin yüzeyinde bulunan yüzey aktif madde, nanokristallerin yarı iletken özelliklerini etkileyebilmektedir (Sekhar, 2013; Antonova, 2007).



Şekil 4.12. Ag₂S:X nanokristalleri için aydınlıkta alınan ölçümlerinin karşılaştırmalı I-V grafiği

Sonuçlar, genel olarak Ag₂S:Ni, Ag₂S:Co, Ag₂S:Zn ve Ag₂S:Mn filmlerinin aydınlatma altındaki direncinin karanlıkta olduğundan daha küçük hale geldiğini göstermektedir. Yarı iletken özellik gösteren Ag₂S:X ince filmlerde ışık altında elektron geçişleri sağlandığından verilen voltaj değerine karşılık daha düşük direnç göstererek daha yüksek akım elde edilmesi sağlanmaktadır. Bu da Ag₂S:X filmlerinin güneş enerjisi dönüşüm uygulamaları için potansiyele sahip olduğunu göstermektedir.

5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Bu tez çalışmasında yapılan çalışmalar ve elde edilen sonuçlar maddeler halinde aşağıda özetlenmiştir.

1. Bu tez çalışmasında, $Ag_2S:Ni$, $Ag_2S:Co$, $Ag_2S:Zn$ ve $Ag_2S:Mn$ nanokristalleri genelleştirilmiş sıcak-besleme yöntemiyle başarılı bir şekilde sentezlenmiştir.
2. Elde edilen nanokristallerin yapısal ve optik karakterizasyon çalışmaları tamamlanmıştır.
3. Yapısal karakterizasyonlardan, katkılanan elementlere göre homojenliklerinde farklılıklar olduğu, elde edilen parçacıkların safsızlık içermeyen düzgün kristal yapıda ve 6 ile 15 nm arasında değişen boyut dağılımına sahip oldukları anlaşılmıştır.
4. Nanokristaller iletken camlar (FTO) üzerine kaplanarak akım-voltaj grafikleri elde edilmiştir.
5. I-V sonuçları, $Ag_2S:Ni$ ve $Ag_2S:Co$ filmlerinin birim alan başına düşen akım yoğunluklarının $Ag_2S:Zn$ ve $Ag_2S:Mn$ filmlerinden daha yüksek olduğunu göstermekle birlikte nanokristallerinin tamamının ışığa karşı tepki verdiğini göstermiştir.
6. Sonuç olarak, elde edilen geçiş metali katkılı Ag_2S nanokristallerin, genelleştirilmiş sıcak-besleme yöntemi ile elde edilebileceği ve fotovoltaik çalışmalarda kullanılabileceği tespit edilmiştir.

Öneriler;

1. Elde edilen TEM ve SEM görüntülerinden $Ag_2S:Co$ nanokristalinin $Ag_2S:Ni$, $Ag_2S:Zn$ ve $Ag_2S:Mn$ nanokristallerine göre boyutsal olarak daha homojen ve düzenli bir yapıda olduğu görülmektedir. Besleme süresinde olabilecek bir gecikme nanokristallerin boyutlarında değişmelere neden olabilmektedir. Renk dönüşümü olduğunda besleme süresinin takibi yapılarak etkileri gözlemlenebilir.

2. Sentez süresinin de kristal boyutunda etkisi olabilmektedir. Farklı sentez süreleri kullanılarak, sentez süresinin boyut üzerindeki etkisi incelenebilir.
3. Aydınlatma altında $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$ ve $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$ filmlerinin birim alan başına düşen akım değerlerinin $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ filmlerinden daha yüksek olduğu bulunmuştur. FTIR sonuçlarında $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Ni}$ ve $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Co}$ nanokristallerinin yüzeyinde yüzey aktif maddenin $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Zn}$ ve $\text{Ag}_2\text{S}:\text{Mn}$ nanokristallerine göre az olması, yüzey aktif maddelerin iletken olmamasından dolayı yüzeyinde bulunan nanokristallerin yarı iletken özelliklerini etkileyebilmektedir. Yıkama işleminin tekrarı artırılarak yüzey aktif madde varlığının I-V sonuçlarına etkisi incelenebilir.



KAYNAKLAR

- Aazam E.S.,2014, Photocatalytic oxidation of methylene blue dye under visible light byNi doped Ag₂S nanoparticles. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, Saudi Arabia.
- Akgül M. Z., 2015. Colloidal Synthesis and Doping of Semiconductor Nanocrystals. *Yüksek Lisans Tezi, Bilkent Üniversitesi*, Ankara.
- Antonova I.V., Soots R.A., Seleznev V.A., Prints V.Y., 2007. Electrical Passivation of the Silicon Surface by Organic Monolayers of 1-Octadecene. *Semiconductors*, Vol. 41, No. 8, pp. 991–997.
- Armelaio L, Bertoncetto R, Cattaruzza E, et al., 2002. Chemical and Physical Routes for Composite Materials Synthesis: Ag and Ag₂S Nanoparticles in Silica Glass by Sol-Gel and Ion Implantation Techniques. *J Mater Chem.*;12:2401-7.
- Ashby Michael F., Ferreira Paulo J. and Schodek Daniel L. ,2009. *Nanomaterials, Nanotechnologies and Design*, Handbook; 560 p, China.
- Ateş H., Bahçeci E., 2015. Nano Malzemeler için Üretim Yöntemleri. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part:C, Tasarım Ve Teknoloji GU J Sci Part:C* 3(2):483-499.
- Bilge S., 2017. Nano Metal Oksit Katalizörlerin Düşük Kaliteli Linyitlerin Pirolizinden Elde Edilen Gaz Ürünlerinin Bileşimine Katalitik Etkisi. Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara.
- Chen M, Xie Y, Chen HY, et al.,2001. Qian Preparation and Characterization of Metal Sulfides in Ethylenediamine under Ambient Conditions Through a γ -irradiation Route. *J Colloid Interface Sci.*;237:47-53.
- Ezenwa IA, Okereke NA, Egwunyenga NJ,2012. Optical Properties of Chemical Bath Deposited Ag₂S Thin Films. *Int J Sci Technol.*;2:101-6.
- Fakhri A., Pourmand M., Khakpour R., Behrouz S., 2015. Structural, optical, photoluminescence and antibacterial properties of copper-doped silver sulfide nanoparticles, *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*.
- Geravand M. and Jamali-Sheini F., 2018. Synthesis and Physical Properties of un- and Zn-doped Ag₂S Nanoparticles. *Advanced Powder Technology*, December.
- Hammad TM, Shallah AM and Salem JK, 2018a. Investigation of New Optical Properties of Cd and Co-doped Ag₂S Colloidal Solution, *Material Science: An Indian Journal*, Vol 16 Iss 3.

- Hammad T. M. and Shallah A. M., 2018b. Optical Properties of Mg- and Ni- Doped Ag₂S Colloidal Nanoparticles. *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 73, No. 5, September 2018, pp. 616~621.
- Hammad TM, Salem JK, Kuhn S, et al. , 2015a. Optical Properties of Cu²⁺ and Fe²⁺ Doped ZnS Semiconductor Nanoparticles Synthesized by Co-Precipitation Method. *J Mater Sci Mater Electron.*;26:5495-501.
- Hammad TM, Salem JK, Kuhn S, et al.,2015b. Surface Morphology and Optical Properties of PVA/PbS Nanoparticles. *J Lumin.*;157:88-92.
- Hancock JM, Rankin WM, Hammad TM, et al., 2015. Optical and Magnetic Properties of ZnO Nanoparticles Doped with Co, Ni and Mn and Synthesized at Low Temperature. *J Nanosci Nanotechnol.*;15:3809-15.
- Hwang I, Yong K., 2013. Environmentally Benign and Efficient Ag₂S-ZnO Nanowires as Photoanodes for Solar Cells: Comparison with CdS-ZnO Nanowires. *Chem Phys Chem.*;14:364-8.
- Juncheng L., Poovathinthodiyil R., Zameer S. and Yutaka I., 2004. Synthesis of Ag₂S Quantum Dots in Water-in-CO₂ Microemulsions, *Chem. Commun.*, 2582–2583.
- Küpelı A. Ö., 2005. GÜNEŞ Pilleri ve Verimleri. *Osmangazi Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi*, Eskişehir.
- Lim WP, Zhang Z, Low HY, et al., 2004. Preparation of Ag₂S Nanocrystals of Predictable Shape and Size. *Angew Chem Int Ed.*;43:5685-9.
- Liu JC, Raveendran P, Shervani Z, et al., 2004. Synthesis of Ag₂S Quantum Dots in Water-in-CO₂ Microemulsions. *Chem Commun.*;47:2582-3.
- Merey G., 2015, ALETLİ ANALİZ YÖNTEMLERİ (Infrared (IR) ve Raman Spektroskopisi), Ders Notu, Hitit Üniversitesi.
- Nguyen, D.-C., Ito, S., Fukatsu, K.,Tanimoto, K., 2013. Making nanoparticle ink for compound solar cells. *SPIE Newsroom*. doi:10.1117/2.1201212.004645.
- Özel, F., 2014. Kolloidal Manyetik Nanoparçacıkların Sentezi ve Elektronik DevreUygulamaları. Doktora Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya.
- Saklakoğlu N., Saklakoğlu İ.E., 2004. İyon İmplantasyonu Prosesinin Metalurjik Yapısı, https://www.metalurji.org.tr/dergi/dergi138/d138_7277.pdf; (Erişim Tarihi: 16.09.2019)
- Sarıılmaz A., 2016. Yeni Nesil Cu₂MnSnSe_{4-x}S_x (M = Co , Fe , Zn) Nano Alaşımlarının Kolloidal Yöntemle Sentezi ve Boya Duyarlı Güneş Hücresi Uygulamaları. Yüksek Lisans Tezi, *Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Karaman.

Sekhar C. Ray, Bhunia S. K., Saha A. and Nikhil R. Jana, 2013. Electric And Ferro-Electric Behaviour Of Polymer-Coated Graphene-Oxide Thin Film. *Physics Procedia*; 46: 62 – 70.

Xiao J, Xie Y, Tang R, et al., 2002. Template-Based Synthesis of Nanoscale Ag_2E (E=S, Se) Dendrites. *J Mater Chem.*;12:1148-51.



ÖZGEÇMİŞ

Kimlik Bilgileri:

Adı Soyadı: Gizem KARANFİL

Doğum Tarihi ve Yeri: 10.11.1993 / BURSA

E-posta: gizemkaranfil93@gmail.com

GSM: 05416166478

Eğitim:

Lise: Emirsultan Lisesi- BURSA-2011

Lisans: Kimya ve Süreç Mühendisliği-Yalova Üniversitesi-2016

Yüksek Lisans: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı-Karamanoğlu Mehmet Bey Üniversitesi

Yabancı Dil ve Düzeyi: İngilizce/Orta

İş Deneyimi:

- BUSAN Kimya San. Ve Tic. A.Ş / 4 ay – AR-GE Mühendisi
- ÜÇSA Ambalaj San. Ve Tic. A.Ş./ 2017-Halen – Kimya Mühendisi

Deneyim Alanları: Tekstil Kimyasalları, ARGE, Esnek Ambalaj, Kalite Yönetim Sistemi, Proses