

**FARKLI REAKTANTLAR İLE NANO BOYUTTA
CuO SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE
ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Gamze BOZKURT

**Yüksek Lisans Tezi
Nanobilim ve Nanomühendislik Ana Bilim Dalı
Prof. Dr. Abdulkadir ÖZER
2013
Her hakkı saklıdır**

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**FARKLI REAKTANTLAR İLE NANO BOYUTTA CuO SENTEZİ,
KARAKTERİZASYONU VE ELEKTROKİMYASAL
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Gamze BOZKURT

NANOBİLİM VE NANOMÜHENDİSLİK ANA BİLİM DALI

**ERZURUM
2013**

Her hakkı saklıdır



TEZ ONAY FORMU

**FARKLI REAKTANTLAR İLE NANO BOYUTTA CuO SENTEZİ,
KARAKTERİZASYONU VE
ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Prof. Dr. Abdulkadir ÖZER danışmanlığında, Gamze BOZKURT tarafından hazırlanan bu çalışma 17/07/2013 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Nanobilim ve Nanomühendislik Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak ~~oybirliği/oy çokluğu~~ (3./3.) ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Abdulkadir ÖZER

İmza :

Üye : Yrd. Doç. Dr. Ayşe BAYRAKÇEKEN

İmza :

Üye : Yrd. Doç. Dr. Tuba ÖZNÜLÜER

İmza :

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum

Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU
Enstitü Müdürü

Bu çalışma Bilimsel Araştırma Projeleri kapsamında desteklenmiştir
Proje No: 2012/114

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

FARKLI REAKTANTLAR İLE NANO BOYUTTA CuO SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Gamze BOZKURT

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Nanobilim ve Nanomühendislik Ana Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Abdulkadir ÖZER

Nano CuO birçok alanda ileriye dönük uygulamalar için kapsamlı araştırmalara konu olmuştur. Bu yüzden nano ölçekteki CuO sentezi için birçok metot geliştirilmiştir. Pek çok avantaja sahip kimyasal çöktürme metodu bu yöntemlerden biridir. Bu çalışmada kimyasal çöktürme metodu kullanılmış ve öncü madde olarak $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ kullanılarak her bir öncü madde için ayrı ayrı $\text{NH}_3 + \text{KOH}$, KOH ve NaOH ortamında nano CuO sentezlenmiştir. Sentez aşamasında sürfaktanların yapıya etkisini incelemek amacıyla SB12, CTAB ve SDS sürfaktanları kullanılmıştır. Ayrıca kalsinasyonun da etkisi incelenmiştir. Hazırlanan numunelerin yapısal ve elektrokimyasal karakterizasyonları yapılmıştır.

Oda sıcaklığında elde edilen tüm örneklerin XRD sonuçlarına göre genellikle ortorombik $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'in olduğu ve 500°C 'da kalsinasyon sonucunda monoklinik CuO pikleriyle uyduğu tespit edilmiştir. Elde edilen SEM görüntülerinde ise çeşitli yapılarda nano partikül, nano kayış, nano çiçek ve nano plaka gibi yapıların olduğu görülmektedir. Elektrokimyasal özellikleri açısından alınan çevrimsel voltametri sonuçlarına göre $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 'den elde edilen CuO'lerin en yüksek, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 'den elde edilen nano yapıli partiküllerin ise en düşük spesifik kapasitansa sahip olduğu tespit edilmiştir.

2013, 88 sayfa

Anahtar Kelimeler: Nano CuO, kimyasal çöktürme, sürfaktan, öncü madde

ABSTRACT

Master Thesis

SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND INVESTIGATION OF ELECTROCHEMICAL PROPERTIES OF NANO COPPER OXIDE WITH DIFFERENT REACTANTS

Gamze BOZKURT

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Nanoscience and Nanoengineering

Supervisor: Prof. Dr. Abdulkadir ÖZER

Nano-CuO has been subject to comprehensive research for future applications in many areas. So, many methods have been developed for the synthesis of CuO in nanoscale. One of the all methods is the chemical precipitation, which has many advantages. This method was used in this research. The precursor substance $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ was used as precursor substances. Nano CuO was synthesized in the environment of $\text{NH}_3 + \text{KOH}$, KOH and NaOH separately using each of precursor substances separately. In order to examine the effect of surfactants to the structure on the synthesis stage, SB12, CTAB and SDS surfactants are used. The effect of the calcination was also examined. The prepared samples were characterized structural and electrochemical.

The XRD results of all obtained samples at the room temperature provide that orthorhombic $\text{Cu}(\text{OH})_2$ usually was formed and conformed with monoclinic CuO peaks as a result of calcination at 500°C . It is seen on the obtained SEM images that the various structures of the nanoparticles, nano belt, nano flowers and nano plate formed. According to the results of cyclic voltammetry; nano CuO obtained from $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in the highest, nano structured CuO obtained from $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ was found to have the lowest specific capacitance.

2013, 88 pages

Keywords: Nano CuO, chemical precipitation, surfactant, precursor

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans tezi olarak sunduğum bu çalışma 2012/114 numaralı bir Bilimsel Araştırma Projesi olarak Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümünde gerçekleştirilmiştir.

Başta tezimin tümünde büyük bir emeği bulunan, bilgi ve tecrübelerinden daima faydalandığım danışmanım, çok değerli hocam Sayın Prof. Dr. Abdulkadir ÖZER olmak üzere,

Çalışmalarımda, bilgi ve tecrübelerini benden esirgemeyen değerli hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Ayşe BAYRAKÇEKEN'e, yardımlarından ve her daim gösterdikleri desteklerinden dolayı Sayın Dr. Hatice BAYRAKÇEKEN, Sayın Dr. Jale NAKTİYOK ve Sayın Arş. Gör. Eda KELEŞ'e, çalışmalarım sırasında alınan ölçümlerde ki katkılarından dolayı başta Atatürk Üniversitesi'nden Yüksek Kimyager Yeşim HANEDAR'a, Arş. Gör. M. Selim ÇÖĞENLİ'ye ve Orta Doğu Teknik Üniversitesi'nden Uzman Serkan YILMAZ'a

Tez çalışmalarımı aksatmadan yürütebilmem için tanıdıkları müsemmadan dolayı Ata Teknokent Yönetimi'ne ve desteklerinden dolayı tüm iş arkadaşlarıma,

Özellikle tüm çalışmalarım ve hayatım boyunca ilgisi ve desteğiyle her daim yanımda olan anneme, maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen babama, hem bilimsel hem de manevi desteklerinden dolayı ablalarım Arş. Gör. Ebru BOZKURT ve Uzman Eda BOZKURT'a, sevgili kardeşlerim Burak BOZKURT ve Buğra BOZKURT'a

Teşekkürü bir borç bilirim.

Gamze BOZKURT

Temmuz, 2013

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Nanopartiküller.....	1
1.2. Nanoteknolojinin Kullanım Alanları.....	2
1.3. Nano Bilim ve Nanoteknolojinin Stratejik Önemi	2
1.4. Yarı İletken Endüstrisinin Nanoteknolojideki Rolü.....	3
1.5. Bakır (II) Oksit Nano Partiküllerin Özellikleri ve Kullanım Alanları	4
1.6. Nano Bakır (II) Oksit Sentez Yöntemleri.....	6
1.7. Yüzey Aktif Maddeler.....	6
2. KAYNAK ÖZETLERİ	9
3.MATERYAL ve METOD	18
3.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler	18
3.2. Kullanılan Alet ve Cihazlar	18
3.3. Numunelerin Hazırlanması.....	18
3.4. NH_3+KOH Ortamında $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddesi Kullanarak Numune Hazırlanması.....	19
3.5. KOH Ortamında $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddesi Kullanarak Numune Hazırlanması.....	19
3.6. NaOH Ortamında $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddesi Kullanarak Numune Hazırlanması.....	20
3.7. Reaksiyon Sıcaklığının Etkisi	21
3.8. FTIR Çalışmaları	21
3.9. XRD Çalışmaları	22
3.10. TGA Çalışmaları	24
3.11. Elektrokimyasal Karakterizasyon.....	25

3.12. Taramalı Elektron Mikroskobu Ölçümleri	27
4. ARAŞTIRMA BULGULARI	29
4.1. $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddeleri ile hazırlanan numunelerin yapısal ve elektrokimyasal karakterizasyonu	29
4.1.1. XRD sonuçları	30
4.1.2. TGA sonuçları	31
4.1.3. FTIR sonuçları	32
4.1.4. SEM görüntüleri	33
4.1.4.a. SB12 sürfaktanının etkisi	33
4.1.4.b. CTAB sürfaktanının etkisi	36
4.1.4.c. SDS sürfaktanının etkisi	38
4.2. $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri ile Hazırlanan Kalsine Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu	40
4.2.1. XRD sonuçları	40
4.2.2. FTIR Sonuçları	41
4.2.3. SEM görüntüleri	42
4.3. KOH Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri ile Hazırlanan Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu	45
4.3.1. XRD sonuçları	46
4.3.2. TGA sonuçları	47
4.3.3. FTIR sonuçları	48
4.3.4. SEM görüntüleri	49
4.3.4.a. SB12 sürfaktanının etkisi	49
4.3.4.b. CTAB sürfaktanının etkisi	51
4.3.4.c. SDS sürfaktanının etkisi	53
4.4. KOH Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri ile Hazırlanan Kalsine Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu	54
4.4.1. XRD sonuçları	54

4.4.2. FTIR sonuçları.....	55
4.4.3. SEM görüntüleri	56
4.4.4. CV Sonuçları	59
4.5. NaOH Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri ile Oda Sıcaklığında Hazırlanan Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyon Sonuçları	60
4.5.1. XRD sonuçları.....	60
4.5.2. TGA sonuçları	61
4.5.3. FTIR sonuçları.....	62
4.5.4. SEM görüntüleri	63
4.5.4.a. SB12 sürfaktanının etkisi.....	63
4.5.4.b. CTAB sürfaktanının etkisi.....	66
4.5.4.c. SDS sürfaktanının etkisi	67
4.6. NaOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri ile Hazırlanan Kalsine Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu.....	70
4.6.1. XRD Sonuçları	70
4.6.2. FTIR sonuçları.....	71
4.6.2. SEM görüntüleri	72
4.6.4. CV sonuçları.....	76
4.7. Farklı Reaksiyon Sıcaklıklarında $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ Ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunelerin SEM görüntüleri.....	77
5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	83
KAYNAKLAR	86
ÖZGEÇMİŞ	89

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

A	Akım
μm	Mikrometre
cm^2	Santimetrekare
dk	Dakika
eV	Elektron-volt
M	Molar
m^2	Metrekare
ml	Mililitre
nm	Nanometre
°	Derece
Pa	Paskal
T	Geçirgenlik
λ	X-ışınının Dalga Boyu
V	Volt

Kısaltmalar

AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
CE	Karşıt Elektrot
CMC	Kritik misel konsantrasyonu
CuO	Bakır (II) Oksit
EDS	Enerji Dağılımlı Spektrum
ESR	Elektron Spin Rezonans
FESEM	Alan Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu
FIR	Uzak Dalga Boylu Kızıl Ötesi
FTIR	Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopisi
GC	Camsı karbon
HRTEM	Yüksek Çözünürlüklü Geçirimli Elektron Mikroskobu
IEEE	Elektrik Elektronik Mühendisleri Enstitüsü

KOH	Potasyum Hidroksit
MIR	Orta Dalga Boylu Kızıl Ötesi
NaOH	Sodyum Hidroksit
NH ₃	Amonyak
NIR	Yakın Dalga Boylu Kızıl Ötesi
PEG	Polietilenglikol
PTFE	Politetrafloroetilen
PVA	Poli Vinil Alkol
RE	Referans Elektrot
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
STM	Taramalı Tünelleme Mikroskobu
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
TGA	Termo Gravimetrik Analiz
UV	Ultraviyole
WE	Çalışma Elektrodu
XRD	X-ışınları Kırınımı
ΔB	Işının konum değişimi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Sürfaktanların yapısı	7
Şekil 3.1. Sırasıyla CuSO_4 , $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, CuCl_2 için SB12 ile A) KOH öncülüğünde B) NH_3 +KOH öncülüğünde C) NaOH öncülüğünde hazırlanan numuneler..	20
Şekil 3.2. Farklı reaksiyon sıcaklıklarında SDS kullanılarak CuCl_2 NH_3 +KOH ile hazırlanan numuneler	21
Şekil 3.3. Bragg Yasası	23
Şekil 3.4. Bir X ışını tüpü	24
Şekil 3.5. Termogravimetrik analiz sisteminin şematik diyagramı	25
Şekil 3.6. Standart üç elektrotlu elektrokimyasal hücre sistemi	26
Şekil 3.7. Taramalı elektron mikroskopunun yapısı	28
Şekil 4.1. NH_3 +KOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin...	30
Şekil 4.2. NH_3 +KOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunenin TGA sonucu.....	31
Şekil 4.3. NH_3 +KOH ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile oda sıcaklığında hazırlanan numunenin FTIR sonucu.....	32
Şekil 4.4. NH_3 +KOH ortamında SB12 ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örnekler için SEM görüntüleri.....	33
Şekil 4.5. NH_3 +KOH ortamında CTAB ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örnekler için SEM görüntüleri	36
Şekil 4.6. NH_3 +KOH ortamında SDS ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örnekler için SEM görüntüleri	38
Şekil 4.7. NH_3 +KOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen numunelerin a) (CH_3COO) ₂ .Cu.H ₂ O, b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ için XRD sonuçları	40
Şekil 4.8. NH_3 +KOH ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp kalsine edilen numunenin FTIR sonucu	41

Şekil 4.9. NH_3+KOH ortamında SB12 ile hazırlanan kalsine numunelerin a) $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ için SEM görüntüleri	42
Şekil 4.10. NH_3+KOH ortamında SB12 ile $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ için hazırlanan kalsine numunelerin CV sonuçları	45
Şekil 4.11. KOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ 'den elde edilen örnekler için XRD sonuçları	46
Şekil 4.12. KOH ortamında $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunenin TGA sonucu	47
Şekil 4.13. KOH ortamında $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunenin FTIR sonucu	48
Şekil 4.14. KOH ortamında SB12 ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları.....	51
Şekil 4.15. KOH ortamında CTAB ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları.....	52
Şekil 4.16. KOH ortamında SDS ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları	54
Şekil 4.17. KOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen numunelerin a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ c) $(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{Cu}.\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ için XRD sonuçları	55
Şekil 4.18. KOH ortamında $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp kalsine edilen numune için FTIR sonucu	56
Şekil 4.19. KOH ortamında SB12 ile hazırlanan kalsine numunelerin a) $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$, d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları	57
Şekil 4.20. KOH ortamında SB12 ile $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ için hazırlanan kalsine numunelerin CV sonuçları	59
Şekil 4.21. NaOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$, d) $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ için XRD sonuçları	61

Şekil 4.22. NaOH ortamında hazırlanan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numune için TGA sonucu.....	62
Şekil 4.23. NaOH ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile oda sıcaklığında hazırlanan numunenin FTIR sonucu	63
Şekil 4.24. NaOH ortamında SB12 ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları	64
Şekil 4.25. NaOH ortamında CTAB ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları ..	66
Şekil 4.26. NaOH ortamında SDS ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları.....	68
Şekil 4.27. NaOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen numunelerin, a) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ için XRD sonuçlar	70
Şekil 4.28. NaOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp kalsine edilen numunenin FTIR sonucu	71
Şekil 4.29. NaOH ortamında SB12 ile hazırlanan ve kalsine edilen numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları	72
Şekil 4.30. NaOH ortamında CTAB ile hazırlanan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kalsine numune için SEM sonucu	75
Şekil 4.31. NaOH ortamında SDS ile hazırlanan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kalsine numune için SEM sonucu	76
Şekil 4.32. NaOH ortamında SB12 ile $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için hazırlanan kalsine numunelerin CV sonuçları	77
Şekil 4.33. Farklı reaksiyon sıcaklıklarında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında ve SB12 sürfaktantı yardımıyla elde edilen nano boyutlu CuO numunelerinin SEM görüntüleri.....	78
Şekil 4.34. Farklı reaksiyon sıcaklıklarında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında ve CTAB sürfaktantı yardımıyla elde edilen nano boyutlu CuO numunelerinin SEM görüntüleri.....	79

Şekil 4.35. Farklı reaksiyon sıcaklıklarında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında ve SDS sürfaktantı yardımıyla elde edilen nano boyutlu CuO numunelerinin SEM görüntüleri.....81

1. GİRİŞ

Nanoteknoloji nanometre boyutunda tasarım, dizayn ve en az bir karakteristik boyut ile fonksiyonel yapıların kullanımını karşılamak için geliştirilmiş bir kavramdır (Kelsall *et al.* 2005). Nano bilim ise en basit haliyle yaklaşık 1-100 nm arasında en az bir boyuta sahip molekül ve yapıların temel ilkelerinin çalışılmasıdır (Ratner 2002).

1.1. Nanopartiküller

Nanopartiküller boyutu 100 nm'den az olan partiküller olarak tanımlanmaktadır. Nanopartiküller aynı malzemelerin büyük partikülleri ile karşılaştırıldığında boyuta bağlı olarak üstün ve yeni özellikler göstermektedirler. Nano ölçekli partiküllere olan ilgi kullanım alanlarının artmasıyla beraber her geçen gün artmaktadır. Yapılan çalışmalar metal nanopartiküllerinin boyutlarına, şekillerine, yüzey bileşenlerine ve yüzeydeki atomik düzenlenmelerine bağlı olarak üstün elektronik, manyetik, optik, kimyasal ve katalitik özelliklere sahip olduğunu göstermektedir. Örneğin titanyum dioksit ve çinko oksit ultraviyole ışığı soğurup yansıtılabilmelerine rağmen partikül boyutu nano seviyelere ulaştığında transparan özellik göstermektedirler. Bu özelliklerinden ötürü güneş kremlerinde ve güzellik ürünlerinde kullanılabilmektedirler. Partiküller nano boyuta ulaştıkça gösterdikleri üstün özelliklerden dolayı yeni kozmetik ürünlerde, tekstil malzemelerinde, boyalarda ve yağlayıcılarda kullanılmaktadır. Uzun vadede bakıldığında ise vücut içindeki hastalıklı hedef bölgeye ilaç taşıyıcısı olarak kullanılması öngörülmektedir. Bunların dışında nanopartiküller yüzey üzerine tabaka halinde sıralanabildikleri takdirde yüksek bir yüzey alanı sağlamakta ve yüzey aktivitesini artırmaktadır. Bu özelliklerinden ötürü katalitik uygulamalar gibi birçok alanda kullanılma potansiyeline sahiptirler (Gençer 2009).

1.2. Nanoteknolojinin Kullanım Alanları

Nano teknoloji elektronik ve yarı iletken teknolojisinden, biyosensörlere, nano tüplerden nano tanecik sistemlerine, katalizörden akıllı moleküllere, yüzey kaplamalardan, nano boyutta boyalara, mikro cerrahiden nano robotlara kadar birçok alanda kullanım alanı bulmuştur. Başlıca uygulamaları üç alanda toplanabilir. Bunlar;

a) Endüstriyel üretim alanı; Mikro makineler, mikro pompalar, mikro sensörler geliştirme, opto-elektronik elamanların üretimi, bir araya getirilmesi, nano boyutlu kaplamalar, monolayer katalizörler ile tepkimelerin kontrolü, nano boyutlu elemanlar arası bağlantılar, çip ve CD üretimi yaygın endüstriyel kullanım alanlarını oluşturmaktadır.

b) Tıp ve sağlık alanı; Bu alanda özellikle göz ve beyin cerrahisinde, diyagnostik kitler, hücre, doku ve moleküler (DNA gibi) hasar belirlenmesi ve onarımı biyo sensörler, flüoresans ve fosforesans nano tanecik sistemleri içeren yarı iletken maddeleri kullanarak anti kor ve DNA detektörlerinin geliştirilmesi, bu sistemleri kullanarak kan örneklerinde birçok patojenik ve hasarlı yapıların aynı anda ve paralel belirlenmesinde kullanılır.

c) Bilimsel araştırmalar; Yüzey karakterizasyonu ve modifikasyonu, yüzey işlemleri, nano litografi, akıllı moleküllerin geliştirilmesi, atom ve moleküllerin istenilen yere taşınması veya ayrıştırma-birleştirilme işlemleri, mikroorganizmaların taşınması, DNA modifikasyonu yanında, bu alanlarda nanoteknolojinin yeni kullanımının araştırılması (Altınçekiç 2007).

1.3. Nano Bilim ve Nanoteknolojinin Stratejik Önemi

Nano bilim ve nanoteknoloji birçok alanda hızla insan hayatını etkilemektedir. Bu etki bilişim ve haberleşmeden, savunma sanayi, uzay ve uçak teknolojileri, hatta biyoteknoloji, moleküler biyoloji ve gen mühendisliğine kadar uzanmaktadır.

Nanoteknoloji Amerika Birleşik Devletleri'nde (ABD) kritik alan olarak ilan edilmiş dolayısı ile ABD'nin en çok desteklenen programlarından olmuştur. Bunun sonucunda ABD'de yalnızca devlet kurumları (NASA gibi) nano bilim ve nanoteknoloji için milyon dolarlar düzeyinde bütçe ayırmıştır. ABD'yi yakından izleyen bir diğer ülke Japonya'dır. Avrupa'da, ABD'de ve Japonya'da yüzlerce nanoteknoloji araştırma merkezi, üniversitelerde bölümler kurulduğu ve uzman kadroların bu merkezlerde bir yarış ortamında, önce ulusal sonra ticari çıkarlarına yönelik olarak bilgi ve teknoloji ürettikleri gerçeği çok açık bir şekilde görülmektedir. Bu bağlamda, zamanında endüstriyel ve mikro elektronik-enformatik üretim süreçlerine geçişi yakalayamayan ülkemizde, ekonomik ve bilimsel gelişme ve refah için nanoteknoloji, önemli bir fırsat alanı olarak değerlendirilmelidir. Bu fırsatın yakalanabilmesi ancak, ulusal boyutta uzman kadronun güçlendirilmesi, eğitim ve nesilden nesile aktarılacak teknoloji birikiminin önünün açılması ile mümkün olacaktır. Bu yolların açılması ile ülkemiz, kritik olan bu uygarlık ve refah düzeyine çok daha aktif olarak katkı sağlayabilecektir. Avrupa Birliği 6. Çerçeve Programı için hazırlanan bir raporda Avrupa'da ulusal bir nanoteknoloji planı bulunmayan ülkelerin sadece Türkiye ve Malta olduğu belirtilmiştir. Nano bilim ve nanoteknoloji için ayrılacak yılda 15 milyon dolarlık bir fon birkaç sene içerisinde katlanmış olarak ülke ekonomisine geri dönecektir (Altınçekiç 2007).

1.4. Yarı İletken Endüstrisinin Nanoteknolojideki Rolü

Nanoteknoloji sanayisi bugünlerde teknolojinin en aktif ve en geleceği parlak alanlarından birisidir. Elbiselerden golf toplarına kadar her şeyde nanoteknolojinin uygulama alanları tartışılırken, yapılan araştırmaların ve yatırımların esas alanı malzeme araştırma uygulamalarında yarı iletken teknolojisinedir.

Bugün nanoteknoloji için en büyük zorluklardan biri fabrikasyondur. Yeni bir yarı iletken fabrikası kurmanın bedeli milyarlarca dolara ulaşmaktadır. Nanoteknoloji sanayisi kapsamında, zaten var olan yarı iletken teknolojisiyle ne yapılabileceğine yatırım yapmak önemli bir durumdur. İleri seviye yarı iletken prosesi, nanoteknoloji için 100 nm'nin altındaki bir eşikte yerini almaktadır.

Yarı iletken teknolojisi cihazları küçültmeye yönelmektedir. Ücretini arttırmaksızın daha küçük makineler yapmak ya da onlara aynı ebatta daha fazla özellik koymak, tasarımcılar için zordur. Daha çok fonksiyon eklemek için zorda olsa makineler küçültülmelidir. Nanoteknoloji devrimleri, makine küçültmeyle ilgili ısı problemleriyle beraber küçük minyatür şeyleri tasarlarken yüzleştığımız basit fizik bariyerlerini yıkarak, bize yardım etmeyi temin etmektedir. Cihazlar küçüldüğü zaman bu durum onları Moore'un kurallarına iter. Bu yüzden yarı iletken sanayisi yaratıcı olmak zorundadır. Şu an, bazı makinelerin ölçüleri birkaç atom kalınlığı kadar küçüktür. Örneğin; karbon nano tüp transistörler, nano teller bunlardan sadece birkaçıdır.

Nano ölçüsündeki testlerde birçok sıkıntı vardır. Örneğin; başarısız analizler ve diğer testler için makine seviyesinde derinlemesine araştırma yapmak inanılmaz derecede karmaşıktır. Bu, yeni test ekipmanları, yeni nanoteknoloji ölçüm standartları gerektirmektedir. Örnek olarak; Karbon nano tüp testi için bugün, Institute of Electrical and Electronics Engineers (IEEE) standartları henüz benimsenmemiştir. Tipik yarı iletken probing sistemleri, bugün elektronik ürünlerde nanoteknolojinin gelecek jenerasyonu derinlemesine araştırma yapabilmek için büyük revizyonlar gerektirecektir. Bu yüzden yarı iletkenler endüstrisinde nanoteknoloji önemli araştırma yatırımlarını görmekte olduğumuz bir alandır. (Rae 2006). Nanoteknoloji de önemli bir yer tutan yarı iletkenlerden biri de bakır (II) oksit (CuO)'tir.

1.5. Bakır (II) Oksit Nano Partiküllerin Özellikleri ve Kullanım Alanları

Son yıllarda, iyi tanımlanmış morfolojiye sahip inorganik nano yapıların sentezi önemli özellikleri ve potansiyel uygulamalarından dolayı oldukça ilgi görmektedir. Metal oksit nano partiküller kataliz, veri depolama, enerji teknolojisi ve kaplama alanlarındaki sayısız uygulamalarından dolayı inorganik materyaller araştırmalarının anahtar alanlarından biridir. Bu materyaller arasında CuO yoğun bir çalışma alanı oluşturmaktadır (Zhao *et al.* 2011). Son zamanlarda, yüksek sıcaklıkta süper iletkenlik, dar bant aralığı ve spin dinamikli elektron korelasyon etkileri gibi farklı fiziksel özellikler gösteren bu bileşik ailesinin en basit üyesi olduğu için nano boyutlu bakır

CuO'e ilgi giderek artmaktadır (Xu *et al.* 2008). CuO 1,4 eV'luk dar bant aralığı ile bir p-tipi yarı iletken ve aynı zamanda birim başına $0.6 \mu_B$ lokal manyetik moment ile antiferromanyetik bir malzemedir. CuO yüksek- T_c süper iletken kupratlar ile benzer özelliklere sahiptir. Fakat sadece Cu-O bağı içerir. Bu yüzden yüksek- T_c süper iletkenler için temel malzeme olarak kullanılmaktadır. Ayrıca gaz sensörleri, güneş pilleri, elektronik katot malzemeler ve katalizör olarak kullanılabilir. Bu uygulamalara dayanan çeşitli morfolojilere sahip CuO hazırlanarak geliştirilmiştir (Chen *et al.* 2008). CuO nano partiküllerin daha yaygın kullanımlarından biri de inorganik materyaller haline gelmesidir. Bu nedenle nano CuO potansiyel biyolojik etkileri tespit etmek için gereklidir. Son yapılan deneysel çalışmalar nano partiküllerin beyin-kan bariyerlerini geçebildiğini ve bu partiküllere maruz kalan hayvanların merkezi sinir sistemine (CNS) girdiğini göstermektedir (Xu *et al.* 2008). Yüksek aktivitesinin ve yükseltgenme-indirgenme reaksiyonlarındaki seçiciliğinden dolayı CuO yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Özellikle de CuO; H_2 içeren reaksiyonlarda platin, paladyum, rodyum gibi çeşitli değerli metal katalizörleri, otomobil egzoz sistemlerinde NO_x 'in indirgenmesi, CO ve hidrokarbonların oksidasyonu için alternatif olarak değerlendirilmiştir. CuO, CO ve H_2 ' den metanol sentezinde ve su-gaz dönüşüm reaksiyonunda ($CO + H_2O \rightarrow CO_2 + H_2$) kullanılmaktadır (Pike *et al.* 2006). Aynı zamanlarda gaz sensörleri ve termoelektrik malzemelerde de kullanılır (Chen *et al.* 2008).

Isı transferinin iyileştirilmesi üzerine yapılan çalışmalarda ise son yıllarda bir artış gözlemlenmektedir. Akışkanların ısı transferi performansını artırmak için akışkana nanopartiküllerin ilavesi yapılmaktadır, Bu konu ile ilgili olarak yapılan çalışmalarda CuO'in etilen glikolün termal iletkenliğini arttırmasındaki etkisi incelenmiştir. Bu çalışmalar sonucunda CuO nano akışkanının termal iletkenliğindeki artışın yaklaşık olarak nano partikülün hacmiyle lineer bir artış olduğu görülmüştür. CuO nano akışkanlarının ısı transferi uygulamaları için iyi bir potansiyel oluşturdukları yapılan çalışmalar sonucu ortaya çıkmıştır. CuO gibi geçiş metal oksit nanomalzemeler, kuantum boyut etkisi ve yüksek spesifik yüzey alanlarından ötürü özel fiziko-kimyasal

özelliklere sahiptirler. Ayrıca CuO boya maddesi ve elektronik alet üretimi için geniş bir uygulama alanına sahiptir (Gençer 2009).

1.6. Nano Bakır (II) Oksit Sentez Yöntemleri

Sol-jel, katı hal reaksiyonu, alkoksit tabanlı sentez, sonokimyasal hazırlama, mikrodalga radyasyon ve çöktürme-piroliz gibi çeşitli yöntemler bakır oksit nano parçacıkların hazırlanması için kullanılır. Ancak rapor edilen yöntemlerin çoğu organik çözücülerin kullanımı, uzun süre ve karmaşık ekipman ihtiyaçları gibi sınırlamalara sahiptir (Chen *et al.* 2008).

Direkt çöktürme (kimyasal çöktürme) metodu basit bir işlem olması, az ekipman kullanımı, yüksek saflığa sahip ürünler elde etme, daha düşük maliyet, fiili üretim miktarı ve diğer karakteristik özellikleri kolaylaştırılmasından dolayı endüstriyel alanda en umut verici yöntemdir (Zhao *et al.* 2010). Bu yöntemde çoğu kez sentez aşamasında yüzey aktif maddeler kullanılmaktadır.

1.7. Yüzey Aktif Maddeler

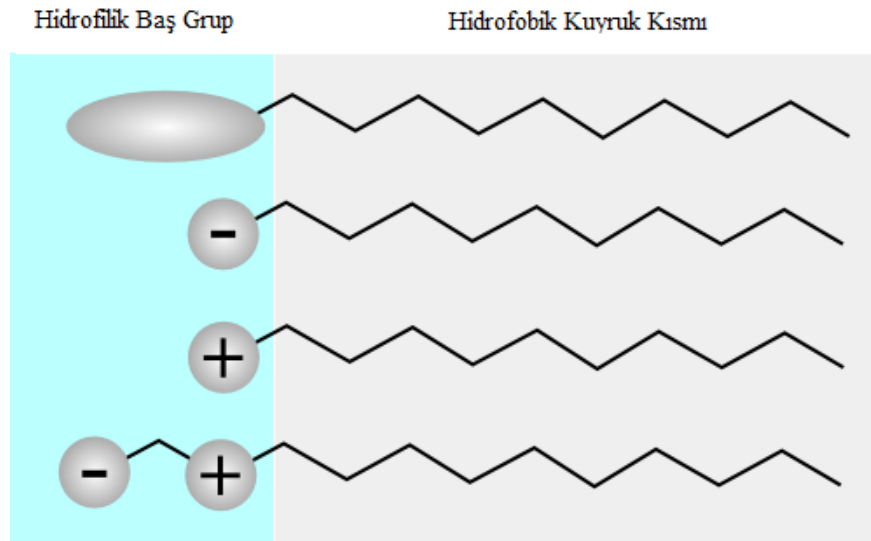
Yüzey aktif maddeler (sümfaktanlar), suyu seven (hidrofilik) polar baş kısım ve suyu sevmeyen (hidrofilik) apolar kuyruk kısmından oluşan maddelerdir. Sümfaktanların bilimsel olarak sınıflandırılmaları suda çözünme durumlarına göre belirlenir. Bu esasa göre sümfaktanlar dört grupta incelenebilir (Şekil 1.6).

1-) Anyonik Sümfaktanlar: Polar baş grubu negatif yüklü olan sümfaktanlardır. Bu sümfaktanlarda baş grubun karşıt iyonu genelde Na^+ , K^+ gibi alkali metaller ya da kuaterner amonyum tuzlarıdır. SDS, Alkilbenzen sülfonat, lauril sülfatlar, dialkil sülfosüksinat, lignosülfonatlar anyonik sümfaktantlara örnektir.

2-) Katyonik Sürfaktanlar: Polar baş grubu pozitif yüklü olan sürfaktanlardır. Bu sürfaktanlarda baş grubun karşıt iyonu çoğunlukla halojenlerdir. Doğal yağ asitlerinden gelen bir veya birkaç uzun zincirli alkil tipi yağ amin ve kuaterner amonyum tuzları gibi azotlu bileşikler bu sınıfı oluşturur. CTAB katyonik bir sürfaktandır.

3-) Amfoterik (Zwitter İyonik) Sürfaktanlar: Polar baş grubunda hem pozitif hem de negatif yükü bir arada bulunduran sürfaktanlardır. Betain ya da sülfobetain gibi sentetik ürünler, aminoasitler ve fosfolipidler gibi doğal maddeler bu sınıfta yer alır. Ayrıca SB12 bu sürfaktan grubundadır.

4-) Yüksüz Sürfaktanlar: Polar baş grubunda yük taşımayan sürfaktanlardır. Bu sürfaktanların büyük bir kısmı etilen oksit polikondenzasyonu ile elde edilen polietilen glikol zincirinin varlığı ile hidrofilik yapılıdır.



Şekil 1.1. Sürfaktanların yapısı

Bazı amfoterik surfaktantlar pH'ya duyarlı değildir. Bazıları ise düşük pH'da katyonik, yüksek pH'da anyonik davranış gösterirler. Amfoterik sürfaktanlar oldukça pahalı oldukları için kullanımları, yüksek biyolojik uyumluluk ve düşük toksisitenin önemli olduğu kozmetik gibi çok özel uygulamalarla sınırlıdır.

Son yıllarda hidrofilik ve lipofilik karakter gösteren bir ya da birkaç makromolekölün birleşmesiyle oluşan polimerik surfaktantlar ya da yüzey aktif polimerler olarak isimlendirilen yeni bir yüzey aktif madde sınıfı oluşturulmuştur. Bu maddeler kozmetikler, boyalar, gıda ve petrol üretim katkı maddeleri gibi farklı alanlarda çok yaygın olarak kullanılır (Salager 2002).

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Bakır nitrat ve sodyum hidroksit kullanarak pH=10 ve oda sıcaklığında nano bakır (II) oksit (CuO) sentezlenmiş ve boyutun manyetik özellik üzerine etkisini anlamak için sistematik bir elektron spin çalışması gerçekleştirilmiştir. Farklı boyutlar da nano partikül elde etmek için CuO nano tozlar 200°C dan 1000°C'a kadar kalsine edilmiştir. Antiferromanyetik sıralamanın temsilcisi CuO nano partiküller için geniş bir elektron spin rezonans (ESR) sinyali meydana gelmiştir. Bu düzenleme daha yüksek kalsinasyon sıcaklıklarında da devam etmiştir. Fakat tam tersine CuO bulk tozların yüksek sıcaklıklar da dahi birleşen iki ayrı ESR sinyali gösterdiği gözlenmiştir. Bu veriler antiferromanyetik sıralamanın CuO nano malzemelerde 800°C'a kadar korunduğunu göstermiştir. Bulk CuO tozlar da, ESR sinyali düşük sıcaklıklarda antiferromanyetik sıralamadan ayrılmıştır. Tozun erken ayrışmasına yol açan durumun bulk malzemenin yüksek gizli ısının bir sonucu olarak tespit edilmiştir. Detaylı termal analizler ile elde edilen kanıtlar ile kalsinasyon sıcaklığının bir fonksiyonu olarak nano ve bulk CuO için ESR verilerinde gözlenen farklılıklar parçacık boyutu farklılığına dayanarak açıklanmıştır (Viano *et al.* 2003).

Kimyasal çöktürme yöntemiyle nano çubuk CuO üretilmiştir. Alınan Yüksek Çözünürlüklü Geçirimli Elektron Mikroskobu (HRTEM) görüntüleri düz, pürüzsüz yüzeylere ve 5-15 nm çapa, 400 nm uzunluğa sahip çubuklar oluştuğunu göstermiştir. CuO {111} düzlemine karşılık gelen düzlem içi boşluğun yaklaşık 0,237 nm ve bu sonucun nano çubukların büyüme düzleminin {111} düzlemleri olduğu belirtilmiştir. Nano çubukların oluşumunda polietilenglikolün (PEG) etkisi incelenmiş ve CuO'in üretiminde PEG'in template (ana kalıp) olarak kullanılabileceği önerilmiştir. Nano çubukların 273, 321 ve 606 cm⁻¹ de üç Raman piki gözlenmiştir. Tek bir CuO kristalinin titreşim spektrumları ile karşılaştırıldığında Raman piklerinin genişlediği ve hızının düştüğü görülmüştür. Raman piklerinin genişliği ve düşük hızı CuO nano çubukların kuantum kuşatma etkisine bağlanmıştır (Wang *et al.* 2003).

Çökelme-piroliz yöntemiyle bakır oksit monodispers nano kristaller hazırlanmıştır. Başlangıç maddelerinin reaksiyon konsantrasyonu ve kalsinasyon sıcaklığının kontrol edilmesiyle çubuk benzeri nano kristaller ya da farklı boyutlarda küresel monodispers CuO nano kristaller elde edilmiştir. Elde edilen nano kristallerin parçacık boyutunun ~7-30 nm olduğu rapor edilmiştir. Ürünler X-ışınları kırınımı (XRD), transmisyon elektron mikroskobu (TEM), HRTEM ve UV-görünür bölge absorpsiyon spektrumu ile karakterize edilmiştir. CuO nano kristallerin absorpsiyon spektrumlarının kuantum boyut etkisini açık bir şekilde gösterdiği tespit edilmiştir. Farklı termal bozunma sıcaklığına sahip farklı başlangıç maddelerinin (CuSO₄ gibi) aynı kalsinasyon sıcaklığında farklı boyutlu ürünler ürettiği bildirilmiştir. Yüksek kalsinasyon sıcaklığının (500°C üstü) üniform küresel parçacıkların stabilitesini bozduğu gözlenmiştir (Fan *et al.* 2004).

Hidrotermal yöntemle nano CuO sentezlenmiştir. Yapılan karakterizasyonlar sonucu nano iğneler şeklinde CuO olduğu gözlenmiştir. 528,4 ve 606 cm⁻¹ (CuO [-220] yönü boyunca uzanan) ve 432 cm⁻¹ de (CuO [220] yönü boyunca uzanan) monoklinik CuO içinde Cu-O bağının karakteristik gerilme titreşimi olduğu gözlenmiştir. Bu sonuçlar CuO nano iğnelerin monoklinik fazda daha fazla olduğunu doğrulamaktadır. Ayrıca 50 kOe manyetik alanlı süperiletken kuantum girişim cihazı kullanılarak CuO nano iğnelerin manyetik özellikleri incelenmiştir. Uygulama alanı fonksiyonu olarak manyetizasyon 3K'de ölçülmüş ve histeresiz çevrimin dar olduğu tespit edilmiştir. Koersivite (artık mıknatıslanım) 42 Oe iken 50 kOe uygulama alanında manyetizasyon 0,009 emu/g'dir. Bu deliller açıkça CuO nano iğnelerin mükemmel ferromanyetik davranış sergilediklerini göstermiştir. CuO nano iğnelerin sentezi için basit hidrotermal yöntemi kullanılmış ve ürün morfolojisinde sürfaktansız sentez yaklaşımıyla yüksek en boy oranı elde edilmiştir. Yapılan ölçüm ve karakterizasyonlar bu tür iğne şekilli CuO çubukların farklı alanlarda birçok uygulamalarının bulunmasının muhtemel olduğunu göstermiştir. Ürün morfolojisi yüksek bir en boy oranıyla CuO nano iğnelerin sürfaktansız hidrotermal yaklaşım ile büyütülmüş olduğu ortaya konmuştur (Dar *et al.* 2008).

Karnabahar benzeri, nano kemer şeklinde ve tüy gibi CuO nano kristalleri kimyasal biriktirme yöntemi ile sentezlenmiştir. CuO'nun mikroyapısı ve morfolojisi XRD, enerji dağılımlı spektrum (EDS) ve Alan Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) ile karakterize edilmiştir. Sonuçlar CuO morfolojisinin sistem içine ilave alkalinin özelliği tarafından etkilendiğini göstermiştir. Elektrot malzemesi olarak bakır oksidin özellikleri incelenmiş ve elektrokimyasal morfolojisinden büyük ölçüde etkilendiği gözlenmiştir. Sentezlenen nano kristallerin satın alınan CuO'den daha yüksek kapasitansa sahip olduğu gözlenmiştir. 2 mA cm^{-2} akım yoğunluğunda sentezlenen örnekler arasında en iyi spesifik kapasitansa sahip ve aynı zamanda iyi tersinirlik sergileyen örneğin karnabahar benzeri CuO olduğu rapor edilmiştir (Zhang *et al.* 2008).

Kritik misel konsantrasyonlarında CTAB, SDS ve Triton X-100 kullanarak $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve NaOH öncülüğünde CuO nano çubuklar sentezlenmiştir. TEM görüntüleri karşılaştırıldığında SDS varlığındaki çubukların daha keskin olduğu, Triton X-100 ile iyi form da kristaller oluşmadığı gözlenmiştir. SDS; CTAB ve Triton X-100 ile karşılaştırıldığı zaman daha iyi nano partiküller vermiştir. SDS, CTAB ve Triton X-100 varlığında sentezlenen nano çubukların DSC termogramları sırasıyla 278, 259, 234°C'da pik göstermiştir. Triton X-100 varlığında 28°C'da başka bir pik olması Triton X-100 sürfaktan misellerinin polydispersive yapısına bağlanmıştır. Bu durum SDS nano çubukların daha fazla termal kararlılığa sahip olduklarını göstermiştir. Anyonik SDS misellerinin varlığında CuO nano çubukların oluşumunun daha yüksek termal stabiliteye ve Cu_{2p} pik ile ilgili daha düşük bağlanma enerjisine sahip olduğu bulunmuştur. Bu durumun anyonik SDS miselleri ile katyonik Cu metalinin elektrostatik etkileşiminden kaynaklandığı belirlenmiştir. Bununla birlikte CTAB miselleri ile Cu metali arasındaki itmeler normal olarak gözlenmiştir (Fathima *et al.* 2008).

Bir sentez maddesi ile üç farklı (tel, yaprak, iğ) nano yapıda CuO sentezlenmiştir. İlk olarak $\text{Cu}(\text{OH})_2$ nano tellerin ıslak kimyasal metotla hazırlandığı ve ardından $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'in termal kurutulmasıyla çeşitli CuO nano yapıların oluştuğu rapor edilmiştir. Bu üç farklı nano yapının elektrokimyasal karakterizasyonunun elektrokimyasal

empedans spektrumu ve çevrimsel voltametri ile incelendiği belirtilmiştir. Bu üç nano yapı karşılaştırıldığında CuO nano iğlerin elektron transfer yeteneğinin nano tel ve nano yapraklara göre daha güçlü olduğu rapor edilmiştir. Bu durumun olası nedeninin nano yapıların birleşmesinden dolayı olduğu açıklanmıştır. Ayrıca H₂O₂ üzerine hazırlanan numunelerinde elektrokimyasal tepkisi incelenmiş ve elektrokimyasal olarak iyi bir glikoz algılayıcısı olduğu açıklanmıştır (Zhang *et al.* 2008).

Kimyasal çöktürme yöntemiyle CuO nanoteller sentezlenmiştir. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) sonuçlarına göre ürün 100 nm'den daha az çaplı çok uzun tel benzeri nano yapılardan oluşmuştur. TEM görüntüsüne göre ise CuO nano tellerin farklı yönlerde bazı küçük nano kristallerden oluşan polikristal mikro yapılar olduğu bildirilmiştir. Tüm difraksiyon piklerinin monoklinik fazlı CuO ile aynı olduğu gözlenmiştir. Bu CuO nano tellerin Li⁺ ekleme/çıkarma reaksiyonları dönüşümlü voltametri ile incelenmiş ve 0,2 mV/s tarama hızında CuO nano tel elektrodun çevrimsel voltametrisinde görülen 1,05 ve 0,76 V'da iki katodik pikin CuO kristaller içine Li yerleştirme reaksiyonu ile ilgili olduğu belirlenmiştir. Bununla birlikte CuO kristal yapısından Li çıkarılmasına karşılık gelen 2.55 V yakınında tek anodik pik görülmüştür. İkinci döngüde ise ilk döngünün içinde saklanmış 2,30V'da yeni bir katodik pik gözlenmiştir. CuO nano teller yüksek tersinir kapasiteli ve çok mükemmel döngüsel performans sergilemiştir. İyi döngüsel performans nano teller arasında gelişmiş elektrik teması ve CuO nano tellerin iyi elektronik iletkenliği ile açıklanmıştır. CuO nano tellerin elektronik iletkenliğinin artmasının nano tellerin içindeki Cu oluşumundan kaynaklandığı ve bu yüzden hücre empedansının azaldığı ifade edilmiştir (Chen *et al.* 2009).

Ultrason yöntemle bakır asetat ve HCl öncülüğünde CuO nano partikül sentezi yapılmıştır. Yapılan fourier transform kızılötesi spektroskopisi (FTIR) ölçümleri sonucu 535 cm⁻¹ de metal oksijen bağının pik vermesinin CuO oluşumu için bir kanıt olduğu bildirilmiştir. Yaklaşık 25-30 nm uzunluklu nano çubukların 1 nm'den daha az bir genişliğe sahip olduğu söylenmiştir. Sentezlenen nano CuO poli vinil alkolün (PVA) termal kararlılığını artırmak için kullanılmıştır. Eklenen nano boyutlu CuO'nun iki şekilde

PVA yapısını deęiřtirdięi rapor edilmiřtir. Bu deęiřikliklerin termolitik oksidasyon reaksiyonu yoluyla bir keton grubu iine ikincil alkol grubunun dnüşüm aktifleřtirmesi ve yüzey katalitik etkisi nedeniyle PVA zincirleri boyunca ift baę oluřumunun yükseltilmesi olduęu belirlenmiřtir. PVA iskeletinde ift baę oluřumunun CuO'in yüzey katalitik etkisi ile hızlandıęı rapor edilmiřtir (Gandhi *et al.* 2009).

CuCl₂.2H₂O prekürsörü kullanılarak etilen glikol ve KOH yardımıyla pürüzlü bir yüzeye sahip kirpi benzeri birleřik küreler elde edilmiřtir. Alınan XRD sonuçlarında tüm piklerin JCPDS kartı dosyalarından no:48-1548 ile karřılařtırıldıęında monoklinik CuO faz ile aynı olduęu görülmüřtür. Ürün morfolojisi TEM ve FESEM ile gözlenmiřtir. FESEM görüntüleri TEM görüntülerini teyit etmiřtir. Ortalama 3µm apa sahip büyük dikenli mikro küreler elde edilmiřtir. Ürünün absorpsiyon spektrumu referans olarak saf etanol kullanılarak ve etanol iine belli bir miktar ürün konularak UV-Vis absorpsiyon spektrofotometre ile ölçülmüřtür. 360 nm de merkezlenmiř bir absorpsiyon piki bulunmuř ve maviye kayma belirgin bir řekilde görülmüřtür. Daha önce Xu ve arkadaşları tarafından rapor edilen 375 nm deęeri ile karřılařtırılmıřtır. Su/etilen glikol oranı, KOH miktarı ve sıcaklıęın ürün üzerine etkisi incelenmiřtir. Dięer kořullar sabit tutulduęunda 10 mmol KOH kullanıldıęı zaman dendrit benzeri morfolojisi bulunan az miktarda Cu₂O ve bol CuO karıřımı olmuřtur. KOH'in orijinal miktarı 20 mmol iken ürün kirpi benzeri saf monoklinik CuO mikroküreler olmuřtur. Ayrıca KOH 30 mmol'e artırıldıęında ürün hala saf monoklinik CuO'tir ve morfolojisinin deęiřmedięi gözlenmiřtir. 0/20, 5/15, 10/10, 15/5 ve 20/0 hacimsel oranlarında su/etilen glikol hazırlanmıř ve sadece 0/20 oranında yani özücü olarak sadece etilen glikol kullanıldıęı zaman tepkimenin bařlatılamadıęı belirlenmiřtir. Sıcaklık 80°C'nin altında iken reaksiyonun bařlamadıęı 80°C'da bol miktarda nano ubuklar ile yapılanmıř iek benzeri monoklinik CuO elde edildięi gözlenmiřtir. Ayrıca sıcaklıęın 120°C'ye artırılmasıyla ürünün Cu₂O ve CuO karıřımı olduęu ifade edilmiřtir. FESEM görüntüleri düzensiz paracıkları ve kirpi benzeri mikro küreleri net bir řekilde göstermiřtir. Tüm bunlar kirpi benzeri CuO mikro yapıların hazırlanması iin optimum sıcaklıęın 100°C olması gerektięini göstermektedir (Hong *et al.* 2009).

%90'a kadar yüksek verim ile küresel nano CuO sentezlenmiş ve elektrokatalitik uygulamalarını incelenmiştir. CuO nano kürelerin boyutu sadece reaktantların konsantrasyonu ayarlanarak birkaç yüz nanometre ile birkaç mikrometre aralığı içinde kontrol edilmiştir. CuO nano küreler çok sayıda küçük nano iğnelerden oluşmuştur. Reaktantların başlangıç konsantrasyonlarının farklı boyutta küresel CuO oluşumunda önemli rol oynadığı gözlenmiştir. Küresel CuO'nun büyüme mekanizması gözlenen sonuçlar temel alınarak önerilmiştir. Çevrimsel voltametri kullanılarak nano kürelerin elektrokatalitik özellikleri incelenmiş ve CuO nano küreciklerin H_2O_2 'in oksidasyon/redüksiyonu için elektrokatalitik aktivite gösterdiğini ortaya koymuştur. Ölçümler CuO/Nafion/GC elektrot ile fosfat tamponu kullanılarak H_2O_2 varlığında ve yokluğunda yapılmıştır. Oksidasyon ve redüksiyonun sırasıyla +0,43V ve 0V'da başladığı gözlenmiştir. CuO/Nafion/GC elektrot kullanıldığı zaman potansiyel aralığında bir artış olduğu ve geniş bir alan gösterdiği, sadece Nafion/GC elektrot kullanıldığı zaman ise çok küçük bir alan gösterdiği tespit edilmiştir. Geniş bir alanın oluşması CuO nano kürelerin gelişmiş düzeyde elektron transferine bağlanmıştır. Bu çalışmada inorganik nano ve mikro materyallerin basit ve düşük maliyetli sentezi için umut verici bir yol sunulmuş ve sentezlenen CuO'nun elektrokimyasal uygulamalarda önemli bir yer tutacağı rapor edilmiştir (Jia *et al.* 2009).

Çöktürme pirolizi yöntemi kullanılarak CuO nano partiküller elde edilmiştir. TEM sonuçlarına göre parçacıkların küresel ve bir partikülün 9,8 nm'lik büyüklüğe sahip olduğu tahmin edilmiştir. Partiküllerin manyetizasyonunun sıcaklığa bağlılığı alan soğutmalı ve sıfır alan soğutmalı sistemler ile bulk-9-13-16 nm boyutlu örnekler için incelenmiştir. Başlangıçta sıcaklığın artmasıyla manyetizasyonun azaldığı ve daha sonra tüm partikül boyutları için net bir minimum göstererek sıcaklığın artışı ile manyetizasyonun arttığı gözlenmiştir. CuO nano partiküllerin manyetik özelliklerinin diğer antiferromanyetik nano partiküllerden tamamen farklı olduğu, sıfır alan soğutmalı manyetizasyon da mevcut olan pikin olmadığı rapor edilmiştir. Yine de manyetizasyon gevşemesi ve manyetik vizkozite ile ilişkili gözlenen pikin diğer nano parçacık sistemlerin gösterdiği davranışlarla benzer olduğu açıklanmıştır (Bhist *et al.* 2010).

Yapılan bir çalışmada CuO nano çiçekler sentezlenmiştir. Sentez sırasında hiçbir katkı maddesi ve sürfaktan kullanılmamıştır. Yaklaşık 1µm boyutunda aglomera halde tekdüze CuO nano çiçeklerin çok sayıda olduğu gözlenmiştir. CuO nano çiçeklerin yapısında Cu^{+2} ve NH_3 konsantrasyonunun büyük ölçüde etkili olduğu gözlenmiştir. Ayrıca CuO nano çiçekler ile modifiye edilmiş bir altın elektrot, fosfat tampon çözeltisi içinde H_2O_2 tespit etmek için kullanılmıştır. Sonuçta CuO nano çiçekler H_2O_2 tespiti için çok yüksek aktivite göstermiştir ve H_2O_2 sensörü olarak büyük bir potansiyel olacağı düşünülmüştür (Gu *et al.* 2010).

Alkali çözelti NaOH ve CuCl_2 sulu çözeltisinin indirgenmesi ile düşük maliyet yüksek verim yaklaşımıyla farklı CuO nano yapıların sentezi yapılmıştır. Sürfaktanın morfolojiyi etkilediği gözlenmiştir. Noniyonik sürfaktan polietilen glikol ve katyonik sürfaktan CTAB varlığında ve yokluğunda 75°C’de kayış, mekik ve bambu yaprağı benzeri yapıların oluştuğu rapor edilmiştir. Hazırlanan CuO nano yapıların morfolojisi, boyutu, kimyasal bileşimi, kristallenme derecesi, mikro yapısı ve Raman özellikleri XRD, TEM, HRTEM ve Raman spektroskopisi ile incelenmiştir. Raman saçılması incelemeleri sonucu nano yapıların morfoloji ve boyutunun iki fonon saçılma bandının yoğunluğu üzerine büyük bir etkiye sahip olduğu bildirilmiştir (Wang *et al.* 2010).

Nano boyutta CuO tozlar sentezlenmiş ve bu tozların karakterizasyonu yapılmıştır. Sentez maddesi olarak CuSO_4 ve NaOH kullanılmış ve kimyasal çöktürme metoduyla monoklinik hatta nano CuO elde edilmiştir. TEM görüntülerinin değerlendirilmesi sonucunda CuO nano tozların partikül boyutlarının tekdüze ve iyi dağılmış olduğu rapor edilmiştir. Optimum şartlarda sentezlenen CuO nano tozların partikül boyutunun yaklaşık 14-20 nm arasında olduğu belirtilmiştir. Verim üzerine çöktürücünün (NaOH) doz ve konsantrasyonun etkisi incelenmiş ve çöktürücü dozu arttıkça verimin arttığı, çöktürücü konsantrasyonu arttıkça verimin azaldığı belirtilmiştir. Bir diğer parametre olarak reaksiyon süresinin verime etkisine bakıldığında da doğru orantılı bir artış olduğu ve belli bir noktadan sonra kararlı bir değere ulaşıldığı tespit edilmiştir (Zhao *et al.* 2010).

$\text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{Cu(OA)}_2 \rightarrow \text{Cu(OH)}_2 \rightarrow \text{CuO}$ dizisi boyunca basit oda sıcaklığı metoduyla CuO nano kristaller sentezlenmiştir. Şekil kontrolörü (sürfaktan) olarak sodyum oleat kullanmışlardır. Numuneler SEM, XRD, diferansiyel termal analiz (DTA) ve UV görünür bölge spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. 1D Cu(OH)_2 nano teller ilk olarak oda sıcaklığında Cu(OA)_2 'den elde edilmiştir ve zayıf bazik ortam altında kısa bir süre içinde 2D CuO nano yapraklara dönüştüğü ifade edilmiştir. Reaksiyon süresinin uzatılması, 2D nano yaprakların üst kısmının dallı olduğu ve sodyum oleat sayesinde 1D çubuk benzeri nano CuO oluşturmak için uzun eksen boyunca ayrıldığı gözlemlenmiştir. Sulu çözelti oda sıcaklığında Cu(OH)_2 'e göre CuO nano yapıların olası dönüştürme mekanizması tartışılmıştır. Dönüşüm hızının pH değerinin değiştirilerek kontrol edilebileceği açıklanmıştır. Hazırlanan CuO nano yapraklar enzim içermeyen bir glikoz sensörü oluşturmak için kullanılmıştır. Sonuçta iyi tasarlanmış iyi anti-interferent yeteneği ile tasarlanan sensörün glikoza karşı iyi amperometrik tepkiler ortaya koyduğu ifade edilmiştir (Zhao *et al.* 2011).

Süperkritik hidrotermal sentez ile nano CuO elde edilmiştir. Sentez hidroliz reaksiyonlarını hızlandırmak için 500°C 'da gerçekleştirilmiştir ve bu yüzden fabrikasyon süresi kısa sürmüştür. CuO nano partiküllerin ortalama boyutu 5 nm'dir. Kristalit boyutu Scherrer denklemi kullanılarak X-ray hattı genişletme analizi ile hesaplanmıştır. Ortalama CuO kristalit boyutu 8 nm bulunmuştur. Elde ettikleri nano CuO parçacıkları granül haline getirmek için damlatma yöntemini kullanmışlardır. Bu yöntemde CuO nanopartikül çözeltisi $0,1 \text{ mol.dm}^{-3}$ kalsiyum klorit çözeltisi içine ince bir nozuldan püskürtülmüştür. Bu parçacıkların morfolojisi üzerine kalsinasyon sıcaklığının etkisi incelenmiş ve mikro kürelerin yüzey özellikleri üzerinde önemli bir rol oynadığı sonucuna varılmıştır. BET analizi sonucu CuO'nun yüzey alanının ortalama değeri $32,5 \text{ m}^2/\text{g}$ bulunmuştur. Maksimum yüzey alanının en düşük sıcaklıkta (600°C) kalsine edilen örnekte olduğu ifade edilmiştir (Ahmadi *et al.* 2012).

Kimyasal çöktürme metoduyla CuO nano partiküller sentezlenmiştir. Nano partiküllerin stabilitesini korumak için sürfaktan eklenmemiştir. Elde edilen CuO nano partiküllerden distile su yardımıyla nanosıvı elde edilmiştir. Pak ve Cho, ve Wang ve Choi yoğunluk,

etkin ısı iletkenlik, özgül ısı ve viskozite gibi nanosıvı termo fiziksel özellikleri hesaplamak için bir korelasyon önermiş ve yapılan bu çalışmada da nano sıvının termo fiziksel özelliklerini hesaplamak için bu korelasyon kullanılmıştır. CuO/su nanosıvı ile ısı transferi ve basınç düşüşü çalışmaları helezonik sargılı borulu ısı değiştirici ile türbülanslı bölgenin altında yatay ve dikey pozisyonlarda yapılmıştır. Yatay konumda suyun türbülanslı akışı ile karşılaştırıldığında

%0,1 ve %0,2 CuO/su nanosıvı da Nusselt sayısı sırasıyla %36 ve %45 olarak bulunmuştur. Dikey konumda suyun türbülanslı akışı ile karşılaştırıldığında ise %0,1 ve %0,2 CuO/su nanosıvı da Nusselt sayısı sırasıyla %37 ve %49 olarak bulunmuştur. Bu sonuç ile ısı transferi iyileştirmesinin dikey konumda yatay konuma göre daha fazla olduğu açıkça görülmüştür. Bunun nedeninin su ile karşılaştırıldığı zaman nano akışkanların ısı iletkenliğinde ki artış nedeniyle ikincil akış artırıcı ısı transferinin hızla gelişmiş olduğu belirlenmiştir. Yine yatay konumda türbülanslı akış altında su ile karşılaştırıldığında sürtünme faktörü %0,1 ve %0,2 CuO/su nanosıvı da sırasıyla %7 ve %21 olarak, dikey konumda ise %12 ve %25 olarak bulunmuştur. Bu durum türbülanslı akış şartlarında partikül hacim konsantrasyonu artarken nano sıvının sürtünme faktörünün arttığını göstermiştir (Kannadsan *et al.* 2012).

3. MATERYAL ve METOD

3.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Deneyisel çalışmalarda kullanılan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, NaOH , N-setil-N,N,N-trimetil-amonyum bromür (CTAB) MERCK, Etanol, KOH , sodyum dodesil sülfat (SDS) SIGMA ALDRICH, [3-(N,N-dimetildodesilamonyum)-propansülfonat] (SB12) FLUKA ve NH_3 TEKKİM firmalarından temin edildi.

3.2. Kullanılan Alet ve Cihazlar

Deneyisel aşamada aşağıda verilen alet ve cihazlar kullanılmıştır.

Taramalı Elektron

Mikroskobu (SEM) : FEI Nova Nanosem 430, FEI Inspect F50

Termogravimetrik

Analiz Sistemi : Netzsch STA 409 PC Luxx Thermal Analyzer

X-ışınları

Difraktometresi : Rigaku Miniflex X-ray Diffractometer $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$)

Fourier Transform

Infrared Spektrometresi : Perkin Elmer Spectrum One FT-IR Spectrometer

Çevrimsel Voltametri : Versastat 3 Potentiostat

3.3. Numunelerin Hazırlanması

4 öncü maddesi ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve 3 farklı ortam ($\text{NH}_3 + \text{KOH}$, KOH ve NaOH) olmak üzere 12 farklı durumda nano bakır (II) oksit (CuO) bileşiği kimyasal çöktürme metodu kullanılarak sentezlenmiş ve elde edilen örneklerin karakterizasyonları yapılarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca, zwitteronik

[3-(N,N-dimetildodesilamonyum)-propansülfonat] (SB12), katyonik N-setil-N,N,N-trimetil-amonyum bromür (CTAB) ve anyonik sodyum dodesil sülfat (SDS) gibi farklı sürfaktanlar kullanılarak oluşan bakır oksit yapısına sürfaktanların etkisi incelenmiştir.

Yapılan deneylerde öncü maddesinin, çöktürme ortamının ve sürfaktanların etkisinin oluşan bakır oksitlerde ne gibi farklılıklar oluşturacağını görmek için deneylerin tümü oda sıcaklığında ve aynı konsantrasyonlarda yapılmıştır.

3.4. $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddesi Kullanarak Numune Hazırlanması

Üç boyunlu balon içine 0.2M 100 ml $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ alınarak kritik misel konsantrasyonunda (CMC) SB12 sürfaktanı eklenip kısa bir süre karıştırıldı. 7M 50 ml NH_3 karışıma eklendi. Ardından 0.4M 100 ml KOH damla damla ilave edildi. KOH ilavesinin tamamlanmasının ardından çözelti 1 saat boyunca oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Elde edilen çözelti reaksiyonun tamamlanması için 24 saat boyunca oda sıcaklığında bekletildi. 24 saat sonra çözelti filtre edilip saf suyla ve sürfaktanların uzaklaştırılması için bolca etanolle yıkandı ve oda sıcaklığında 24 saat kurutuldu. Daha sonra, 500°C 'da kül fırınında 4 saat kalsine edildi. CTAB ve SDS sürfaktanları için de aynı prosedür tekrarlandı.

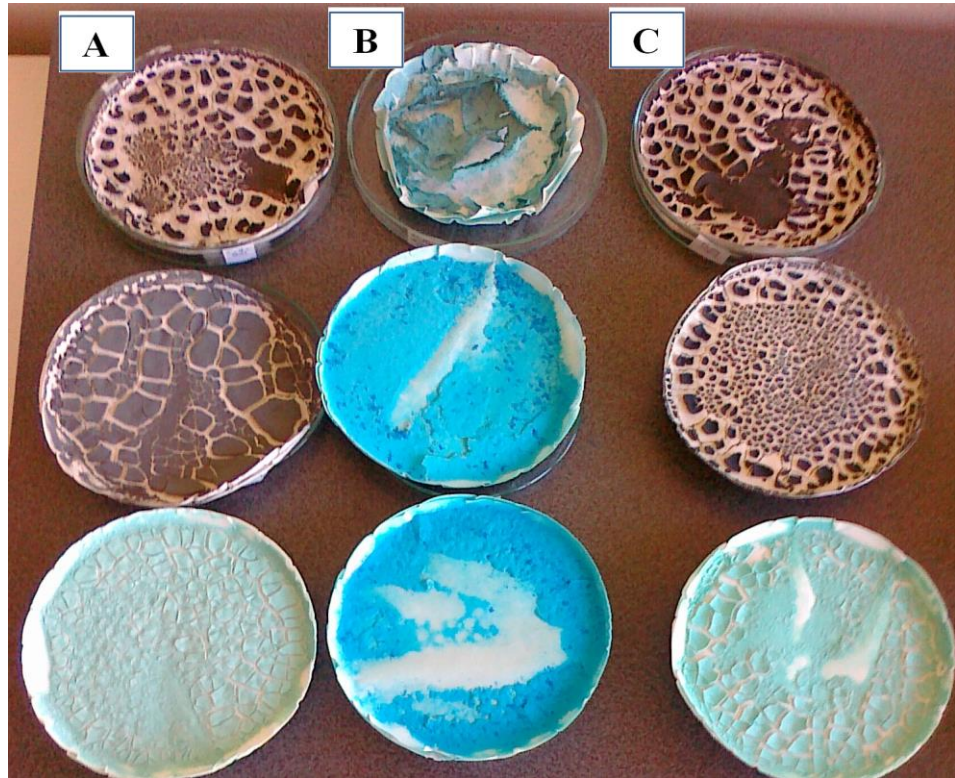
3.5. KOH Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddesi Kullanarak Numune Hazırlanması

Üç boyunlu balon içine 0.2M 100 ml $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ alınarak kritik misel konsantrasyonunda (CMC) SB12 sürfaktanı eklenip kısa bir süre karıştırıldı. Ardından çöktürücü olarak 0.4M 100 ml KOH damla damla ilave edildi. Elde edilen çözelti reaksiyonun tamamlanması için 24 saat boyunca bekletildi. 24 saat sonra çözelti filtre edilip saf suyla ve sürfaktanların uzaklaştırılması için etanolle yıkandı ve oda sıcaklığında 24 saat kurutuldu. Daha sonra, 500°C 'da kül fırınında 4 saat kalsine edildi. CTAB ve SDS sürfaktanları için de aynı prosedür tekrarlandı.

3.6. NaOH Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddesi Kullanarak Numune Hazırlanması

Üç boyunlu balon içine 0.2M 100 ml $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ alınarak kritik misel konsantrasyonunda (CMC) SB12 sürfaktanı eklenip kısa bir süre karıştırıldı. Ardından çöktürücü olarak 0.4M 100 ml NaOH damla damla ilave edildi. Elde edilen çözelti reaksiyonun tamamlanması için 24 saat boyunca bekletildi. 24 saat sonra çözelti filtre edilip saf suyla ve sürfaktanların uzaklaştırılması için bolca etanolle yıkandı ve oda sıcaklığında 24 saat kurutuldu. Daha sonra, 500°C 'da kül fırınında 4 saat kalsine edildi. CTAB ve SDS sürfaktanları için de aynı prosedür tekrarlandı.

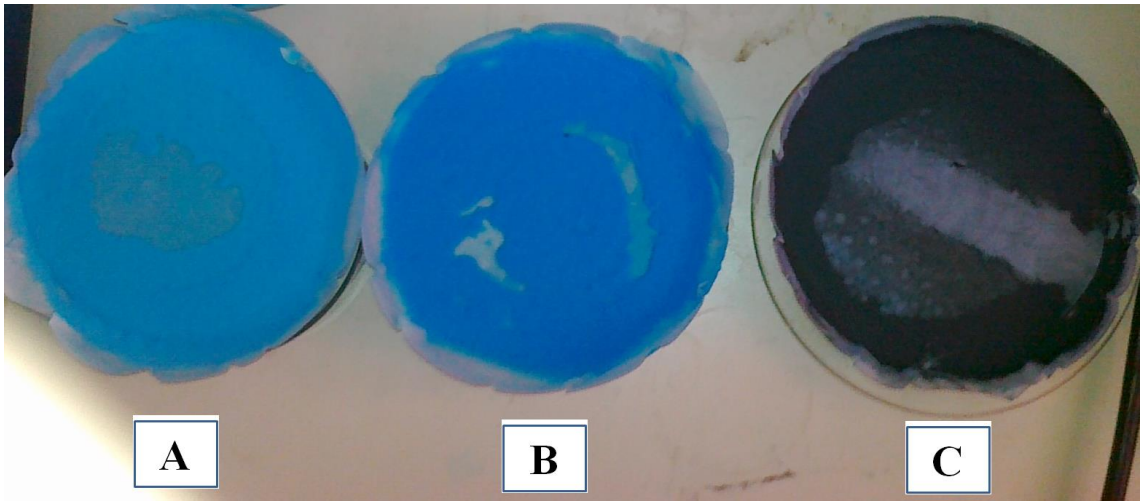
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ için yukarıda anlatılan deneysel prosedürü $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddeleri için de ayrı ayrı yapıldı. Şekil 3.1'de hazırlanan numunelerden örnekler görülmektedir.



Şekil 3.1. Sırasıyla CuSO_4 , $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$, CuCl_2 için SB12 ile A) KOH öncülüğünde B) $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ öncülüğünde C) NaOH öncülüğünde hazırlanan numuneler

3.7. Reaksiyon Sıcaklığının Etkisi

0,2 M 100 ml $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ alınarak CMC'de SB12 eklendi ve bir süre karıştırıldı. Ardından 7M 50 ml NH_3 ilave edildi. Daha sonra 0.4M 100 ml KOH damla damla ilave edildi. KOH ilavesinin ardından çözelti 1 saat boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Reaksiyon sıcaklığının oluşan ürüne etkisini görmek için deneyler 50, 75 ve 100°C 'de yapıldı. Daha sonra çözelti 24 saat aynı sıcaklıkta bekletildi. Ardından bu çözelti süzülüp saf su ve etanolla yıkanıp 24 saat oda sıcaklığında kurutuldu. Ayrıca CTAB ve SDS sürfaktanı için de 50, 75 ve 100°C 'de yukarıda anlatılan deney prosedürü tekrarlandı. Şekil 3.2'de örnek olarak SDS sürfaktanı ile hazırlanan numuneler görülmektedir.



Şekil 3.2. Farklı reaksiyon sıcaklıklarında SDS kullanılarak $\text{CuCl}_2 \cdot \text{NH}_3 + \text{KOH}$ ile hazırlanan numuneler

A) 50°C B) 75°C C) 100°C için

3.8. FTIR Çalışmaları

FTIR matematiksel Fourier dönüşümü yöntemi ile ışığın infrared yoğunluğuna karşı dalga sayısını ölçen bir kimyasal analitik yöntemdir. Elektromanyetik ışık dizisinin kızıl ötesi bölgesi 14000 cm^{-1} ile 10 cm^{-1} arasındadır ve yakın dalga boylu kızıl ötesi (NIR; $4000\sim 14000\text{ cm}^{-1}$), orta dalga boylu kızıl ötesi (MIR; $400\sim 4000\text{ cm}^{-1}$) ve uzak dalga

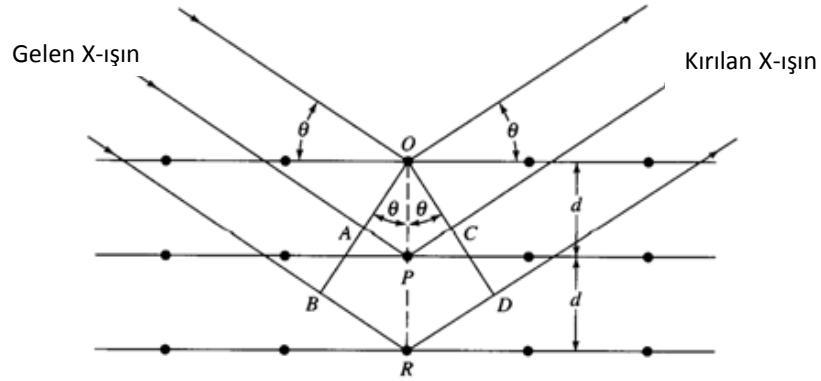
boyulu kızıl ötesi (FIR; 4~400 cm^{-1}) olmak üzere üç ana bölgeden oluşmaktadır (Kılıç 2010).

Hazırlanan numunelerin yapısının belirlenebilmesi amacıyla Fourier Transform Infrared Spektrometresi kullanılmıştır. Spektrumlar 400–4000 cm^{-1} aralığında ve oda sıcaklığında alınmıştır.

3.9. XRD Çalışmaları

X ışınları difraksiyonu cihazının çalışma prensibi Bragg yasasına dayanmaktadır. Difraksiyon bir ışık demetinin saydam olmayan katı bir engelin kenarından veya dar aralıklardan geçerek bükülüp başka doğrultulara sapması ve bir eksen üzerinde aydınlık-karanlık şeritler meydana getirmesi olayıdır. Bu olayda, X-ışınları bir kristal üzerine geldiğinde elektronlar tarafından soğrulur ve elektronlar salınım (osilasyon) yapmaya başlar. Salınan bu elektronlar bir X-ışını kaynağı gibi davranarak her yöne X-ışını fotonları yayar. Kristalin farklı bölümlerinden saçılan bu fotonlar toplanarak ölçülebilir bir X-ışını şiddeti oluştururlar. Kristalde paralel düzlem takımları olduğunu varsayan Bragg koşulunun sağlandığı bu durumda saçılan X-ışınları yapıcı girişim yaparak birbirlerini güçlendirmiş olur.

Bragg Yasası'na göre, X-ışını demeti bir kristal yüzeyine θ açısıyla çarptığında bir kısmı yüzeydeki atom tabakası tarafından saçılır. Işın demetinin saçılmayan kısmı ikinci atom tabakasına ulaşır. Bu tabakada yine bir kısmı saçılırken geriye kalan ışın üçüncü tabakaya geçer. Işının O, P ve R deki atomlarla etkileşimi sonucu saçılma olmaktadır (Şekil 3.4).



Şekil 3.3. Bragg Yasası

n ; bir tamsayı olmak üzere $AP+PC=n\lambda$ ise saçılan ışın OCD 'de aynı fazdadır ve kristal X-ışınına yansır. Kristal mesafeleri arası uzaklık “ d ” olmak üzere; $AP=PC=d\sin\theta$ 'dır. Bu durum, kristal yüzeyine θ açısı ile gelen ışın demeti için olumlu girişim şartıdır. Böylece d ve θ arasındaki ilişki;

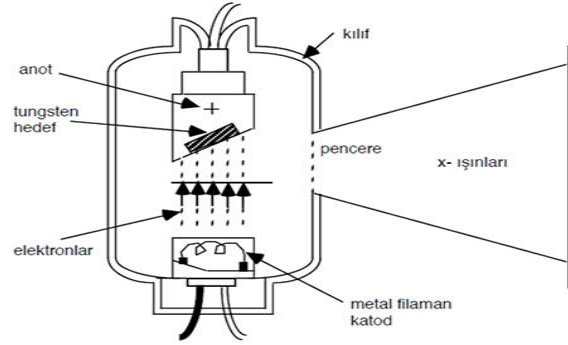
$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (3.1)$$

denklemleri ile verilir. X-ışınlarının kristalden yansıtılmış olarak gözlenebilmesi için geliş açısının Bragg eşitliğini (3.1) yerine getirmesi gerekir. Diğer bütün açılarda olumsuz girişim meydana gelir.

Ayrıca X-ışınları kırınımı için;

- 1) Atom tabakaları arasındaki mesafe yaklaşık olarak ışın dalga boyu ile aynı olmalıdır.
- 2) Saçılma yapan merkezler çok düzgün ve tekrarlanır bir düzende olmalıdır.

X-ışınları üretmek için bir x-ışını tüpüne ihtiyaç vardır. Tüp bir tarafında bir tungsten ince tel ile bir boşaltım bölümünden oluşur ki bu bölüme **katot** denir. Anotta yani tüpün diğer tarafında metal bir hedef vardır. Elektrik akımı tungsten tel arasından geçer ve telin ısınmasına sebep olur. Tipik bir X-ışını tüpü Şekil 3.4'de verilmiştir.



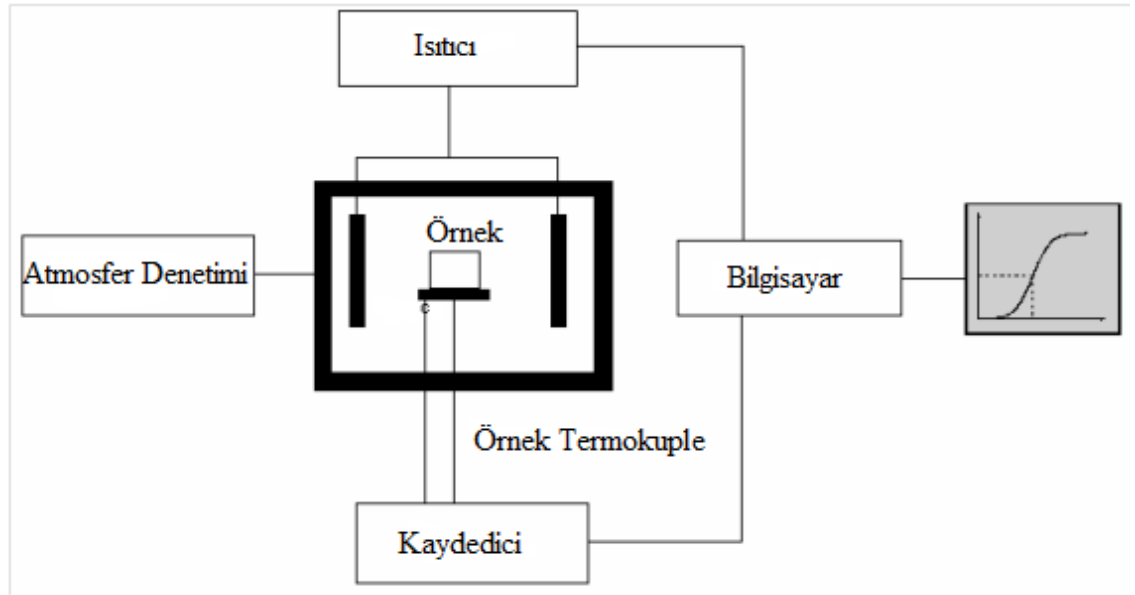
Şekil 3.4. Bir X ışını tüpü

Isınan tel elektronlar yayar. Anot ile katot arasında yüksek voltaj (kilovolt) farkı olur. Elektronlar yüksek hızla telden anot hedefe doğru hareket ederler. Hedefteki atomlara çarpan elektronlar onları yerinden çıkarır, bu elektronlar düşük enerjiye atlar. Bu elektronik geçiş, X- ışınlarının üretimi ile sonuçlanır (Cullity 2001). Bu çalışmada numunelerin X-Ray analizleri için Rigaku Miniflex X-ray difraktometre $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,5406\text{\AA}$) kullanılmıştır. Ölçümler $10^\circ \leq 2\theta \leq 90^\circ$ aralığında yapılmıştır.

3.10. TGA Çalışmaları

Numunelerin termal davranışlarının tayini için Termogravimetrik Analiz Sistemi kullanılmıştır. Analizler, $20^\circ\text{C}/\text{dak}$ ısıtma hızında $25\text{--}900^\circ\text{C}$ sıcaklık aralığında, $60\text{ ml}/\text{dak}$ akış hızıyla beslenen azot atmosferinde gerçekleştirilmiştir.

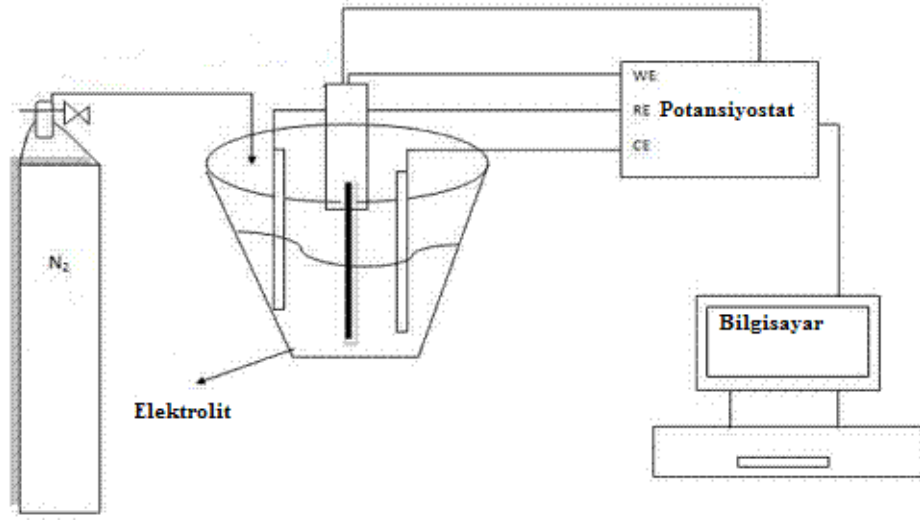
Termogravimetrik bir analizde, örnek sıcaklığı çevre koşullarından başlayarak 1200°C 'ye ulaşan sıcaklıklara kadar ısıtılırken kütlesi(ağırlığı) sürekli olarak izlenir. Kütlenin sıcaklığa karşı çizilen grafiğine **termogram** denir ve kalitatif/kantitatif tayinlerde kullanılır. Termogravimetrik analiz cihazında, hassas bir analitik terazi, bir fırın, bir fırın sıcaklığı kontrol edici ve programlayıcı ve bir kaydedici bulunur. Kaydedici, örnek kütlesinin sıcaklığa karşı grafiğini çizer. İnert bir atmosferde gerektiği hallerde bunu sağlayacak yardımcı sistemlere de gereksinim olur. TGA ile bir örneğin saflığı, bozunma davranışı ve kimyasal kinetiği incelenir (Anonim 2013).



Şekil 3.5. Termogravimetrik analiz sisteminin şematik diyagramı

3.11. Elektrokimyasal Karakterizasyon

Numunelerin elektrokimyasal karakterizasyonları çevrimsel voltametri (CV) yöntemi ile yapılmıştır. CV sistemi Pine Instrument'ten temin edilmiştir ve Versastat 3 potansiyostatla kombine edilmiştir. CV analizleri çalışma (glassy karbon; GC), referans (Ag/AgCl) ve karşı (Pt tel) elektrotlardan oluşan standart üç elektrotlu elektrokimyasal hücre sistemi ile yapılmıştır. Bu sistem Şekil 3.6'da şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.6. Standart üç elektrotlu elektrokimyasal hücre sistemi

Gerçekleştirilmek istenen reaksiyon, Çalışma Elektrotu (WE)'unda meydana gelmektedir. Deneylerde camsı (glassy) karbon disk elektrot kullanılmıştır. WE'nin ve numunenin yüzeylerindeki potansiyeli mümkün olduğunca doğru şekilde ölçmek için Referans Elektrot (RE) ve WE arasına doğru potansiyeli uygulamak için ise Karşıt Elektrot (CE) kullanılır.

WE ve RE arasındaki potansiyel farkının WE' de olması istenen potansiyele eşit olduğu kabul edilmektedir. Eğer WE'de ölçülen potansiyel WE'de olması istenilen potansiyel değilse, CE ve WE arasına potansiyel artırılarak ya da azaltılarak değiştirilebilir. Eğer WE'de yükseltgenme reaksiyonu ve daha sonra CE'de indirgenme reaksiyonu meydana gelirse CE'deki reaksiyonlar, WE'deki yük transfer reaksiyonuna eşit ve zıttır. Bu numunenin elektriksel olarak nötr kalmasını sağlamaktadır. RE, WE'ye uygulanan voltaj için bir referans sağlamaktadır. Uygulanan voltaj WE'nin yüzeyinde bulunan türün (molekül ya da iyon) indirgenmesi ya da yükseltgenmesi için yeterli olmalıdır. Gerekli voltaj araştırılan türe elektron ilave edilmesi ya da elektron çıkarılması yoluyla belirlenebilir. Çünkü voltaj haricen (potansiyostat ya da batarya vasıtasıyla) uygulandığında referans noktası sabit bir değer olarak elde edilebilmektedir. Eğer referans noktası değeri zamanla değişiyorsa harici voltajda buna bağlı olarak değiştirilmelidir. Karşıt elektrot olarak inert bir metal olduğu için çoğunlukla platin tel

kullanılır. WE’de olması istenen indirgenme ya da yükseltgenme reaksiyonları meydana gelir ve eğer indirgenme reaksiyonu WE’de olursa CE’de de yükseltgenme reaksiyonu gerçekleşmektedir. WE’de meydana gelen reaksiyona göre reaksiyonun yürümesi için gereken voltajla akım arasındaki ilişki belirlenir. WE ile RE arasındaki potansiyel farkının ölçülmesi WE’den akımın geçmesi için gerekli potansiyel değişiminin bulunmasını sağlamaktadır. Normalde RE, WE’den bir bölmeyle ayrılmakta ve RE’ye elektrolit içeren bir tuz köprüsüyle bağlanmaktadır. Bu elektrolitin yığın özelliklerinin ara yüzey özelliklerinden ayrılmasına imkan sağlamaktadır. Ek direnci mümkün olduğu kadar bertaraf etmek için ikisi WE’de akımın kesilmesine de sebep olmadan mümkün olduğu kadar yakın yerleştirilmelidir.

RE, elektrolite elektron veren ya da elektron koparan standart bir redoks reaksiyonunun gerçekleşmesini sağlamaktadır. Ag/AgCl, RE elektrodu metal bir Ag tel ile AgCl tuzundan meydana gelmektedir. Bu elektrotta meydana gelen temel reaksiyon:



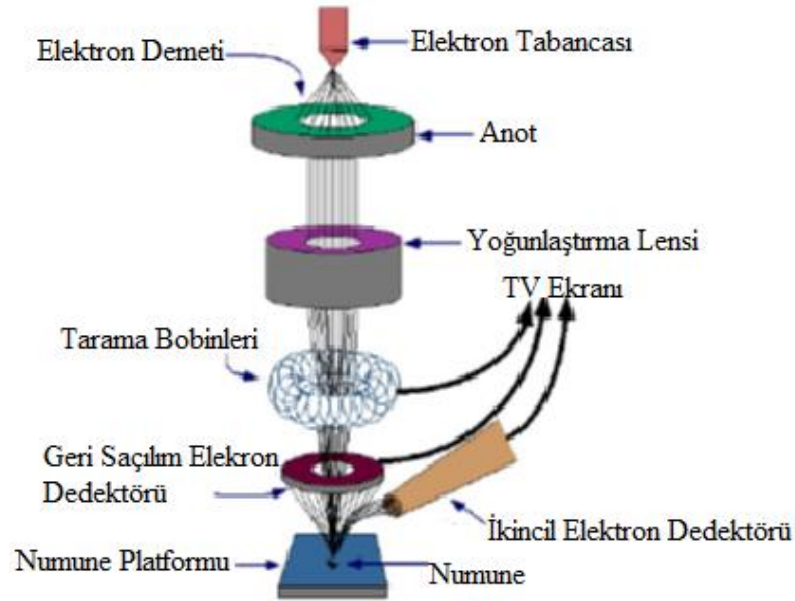
şeklindedir (Bayrakçıken 2013).

Elektrokimyasal prosedür şu şekildedir; elektrolit olarak kullanılan 0,01 M, pH=7 fosfat tamponu 30 dk azot gazına maruz bırakıldıktan sonra -0,3 V, -1 V aralığında 50 mV/s tarama hızında 50 çevrimlik ölçüm alındı.

3.12. Taramalı Elektron Mikroskobu Ölçümleri

Taramalı elektron mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital

sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir. Taramalı elektron mikroskobu optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Taramalı elektron mikroskobunun yapısı

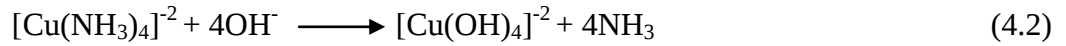
Optik kolon kısmında elektron demetinin kaynağı olan elektron tabancası, elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası, ince elektron demeti elde etmek için kondenser mercekleri, demeti numune üzerine odaklamak için objektif merceği, bu merceğe bağlı çeşitli çapta aparatürler ve elektron demetinin numune üzerini taraması için tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pa gibi bir vakumda tutulmaktadır. Görüntü sisteminde elektron demeti ile numune girişimi sonucunda oluşan çeşitli elektron ve ışınları toplayan dedektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır (Biçer 2008). SEM ölçümleri alınırken numuneler altın ile kaplandı ve ölçümler yüksek vakumda gerçekleştirildi.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI

Elde edilen farklı örneklerin yapısal karakterizasyonları için XRD, TG, FTIR ve SEM analizleri, elektrokimyasal karakterizasyon için ise CV analizleri yapıldı.

4.1. $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddeleri ile hazırlanan numunelerin yapısal ve elektrokimyasal karakterizasyonu

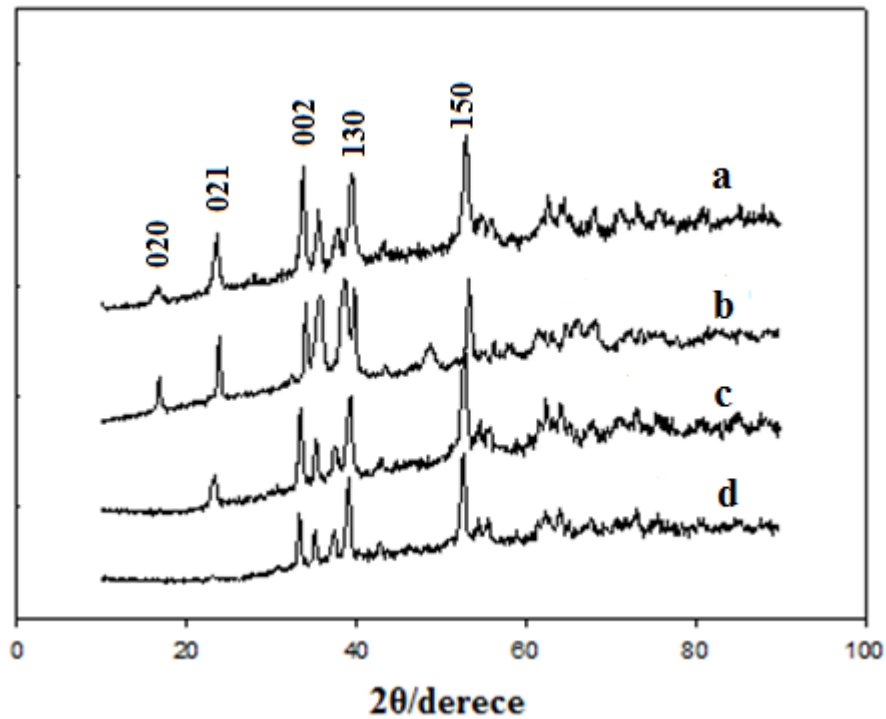
NH_3 çözeltisinde $[\text{Cu}(\text{OH})_4]^{-2}$ ve $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{-2}$ gibi iki tip bakır iyon kompleksi formu mümkündür. NH_3 mevcudiyetinde CuO oluşumunda meydana gelen kimyasal reaksiyonlar;



Yapılan çalışmada CuO partiküllerinin oluşumunda NH_3 önemli bir rol oynamıştır. NH_3 moleküllerinin mevcudiyetinde öncü maddenin yüksek konsantrasyonundan dolayı bakır kompleksi $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{-2}$ oluşmaktadır. Cu iyon komplekslerinin kararlılık sabitlerinin karşılaştırılmasında, çözeltide kompleks oluşumu için denge sabitlerine göre $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{-2}$ 'nin $[\text{Cu}(\text{OH})_4]^{-2}$ 'den daha az kararlı olduğu görülmektedir. Cu iyon komplekslerinin kararlılık sabiti 25°C 'da 12.4 ± 0.3 'dür. Halbuki $[\text{Cu}(\text{OH})_4]^{-2}$ kompleksinin değeri 20°C 'da 15.5 ± 0.1 'dir. Bu yüzden kararsız $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{-2}$ kompleksleri normal şartlar altında 3 boyutlu küreler formunda topaklanırlar (Jung *et al.*).

4.1.1. XRD sonuçları

$\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddeleri ile hazırlanan numunelerin XRD sonuçları Şekil 4.1’de görülmektedir.

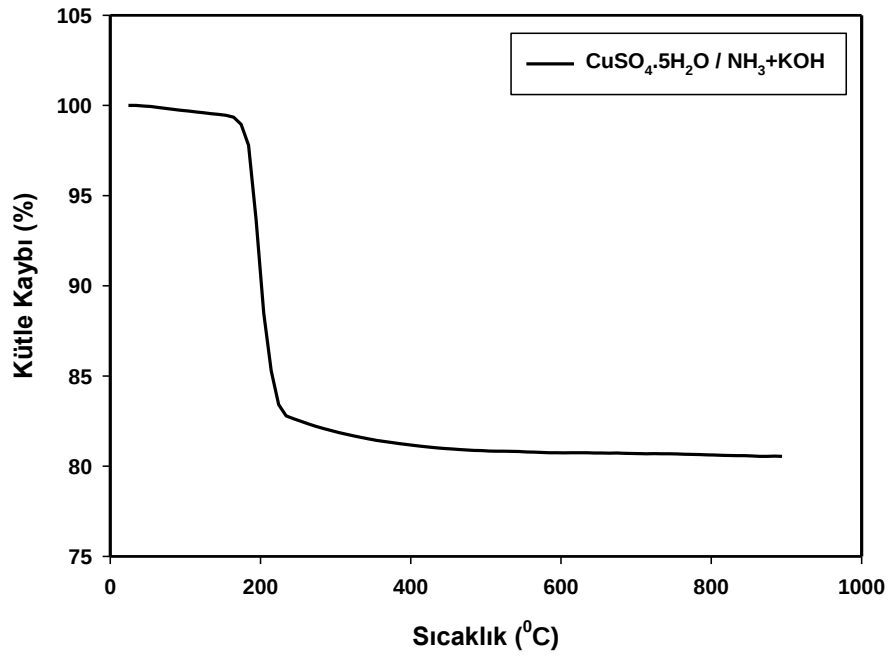


Şekil 4.1. $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ c) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ için XRD sonuçları

Dört farklı öncü madde ile $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında oda sıcaklığında elde edilen nano partiküllerin Şekil 4.1’de XRD sonuçlarından her dört ortamda da elde edilen partiküllerin ortorombik $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (JCPDS 13-0420) formunda olduğu görülmektedir. elektrokimyasal olarak sentezlenen $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (Ming *et al.*) verileriyle de tutarlı değerler elde edilmiştir.

4.1.2. TGA sonuçları

NH_3+KOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunenin TGA sonucu Şekil 4.2’de gösterilmiştir.

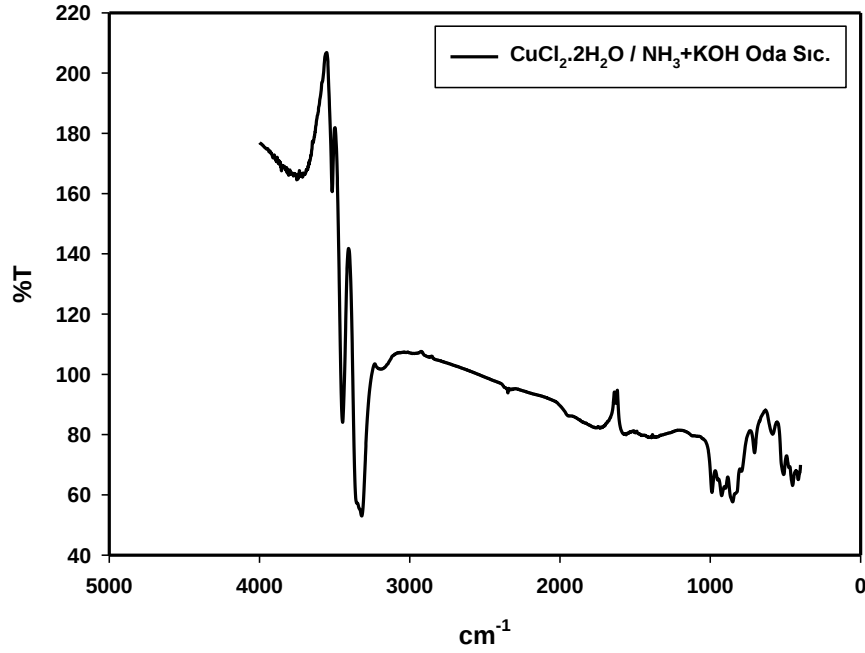


Şekil 4.2. NH_3+KOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunenin TGA sonucu

Şekil 4.2’de verilen örneğin TG eğrisinde oda sıcaklığından 180°C ’ye kadar görülen kütle kayıplarının yüzey neminden, 180°C ’den sonra meydana gelen kütle kaybının ise $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ’in CuO ’e dönüşümünden meydana geldiği görülmektedir. Toplam kütle kaybının %19-20 arasında olması bu örneklerin $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ’den CuO ’e dönüştüğünü göstermektedir ve XRD sonuçlarını desteklemektedir. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddeleri ile sentezlenen numuneler içinde benzer sonuçlar elde edilmiştir.

4.1.3. FTIR sonuçları

$\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile oda sıcaklığında hazırlanan numunenin FTIR sonucu Şekil 4.3’de verilmiştir.



Şekil 4.3. $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile oda sıcaklığında hazırlanan numunenin FTIR sonucu

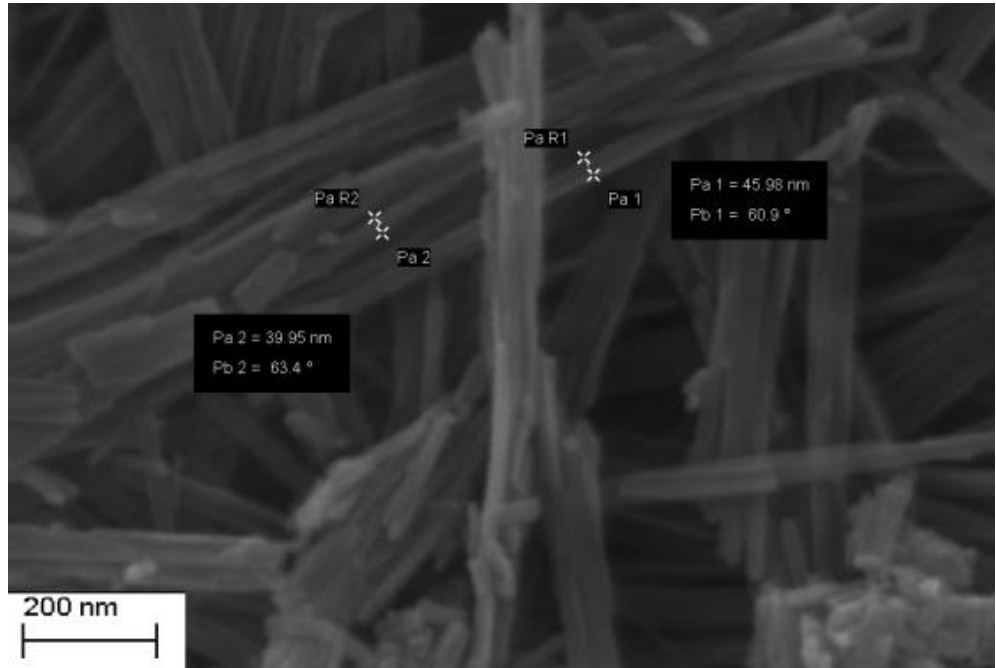
Alınan FTIR sonuçlarına göre; 3000-3700 cm^{-1} arasındaki geniş bant O-H titreşimindendir. 3488 ve 1631 cm^{-1} bantları adsorbe su hidroksillerinin germe ve bükme modlarına karşılık gelmektedir. (Zhang *et al.*) 1300-4000 cm^{-1} arasındaki absorpsiyon bantları nano yapılı CuO kristallerinin yüzeyine kimyasal ve/veya fiziksel olarak absorplanmış H_2O moleküllerinden dolayıdır (Karthik *et al.*). 528,4 ve 606 cm^{-1} ise Cu-O gerilme titreşimine uymaktadır (Dar *et al.*).

$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddeleri ile sentezlenen numuneler içinde benzer sonuçlar elde edilmiştir.

4.1.4. SEM görüntüleri

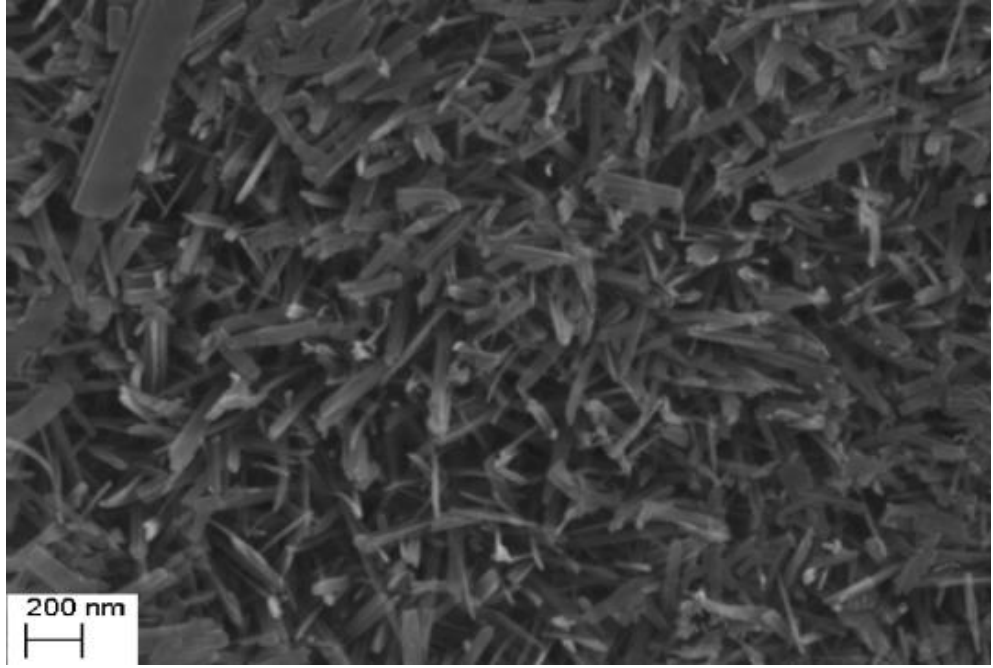
4.1.4.a. SB12 sürfaktanının etkisi

$\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında SB12 sürfaktanı ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örnekler için SEM görüntüleri Şekil 4.4’de görülmektedir.

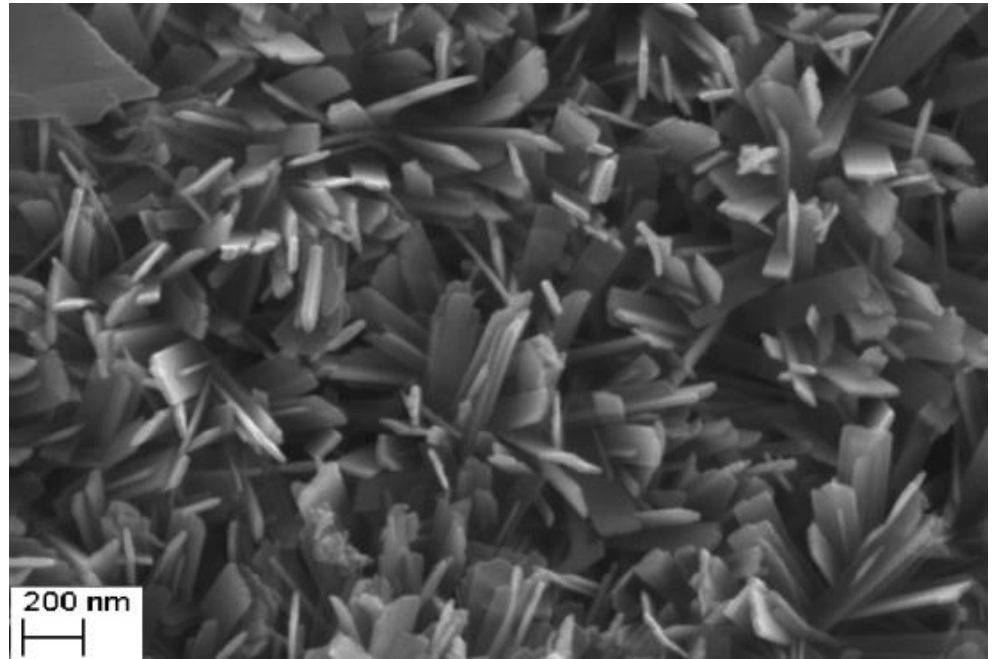


(a)

Şekil 4.4. $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında SB12 ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örnekler için SEM görüntüleri

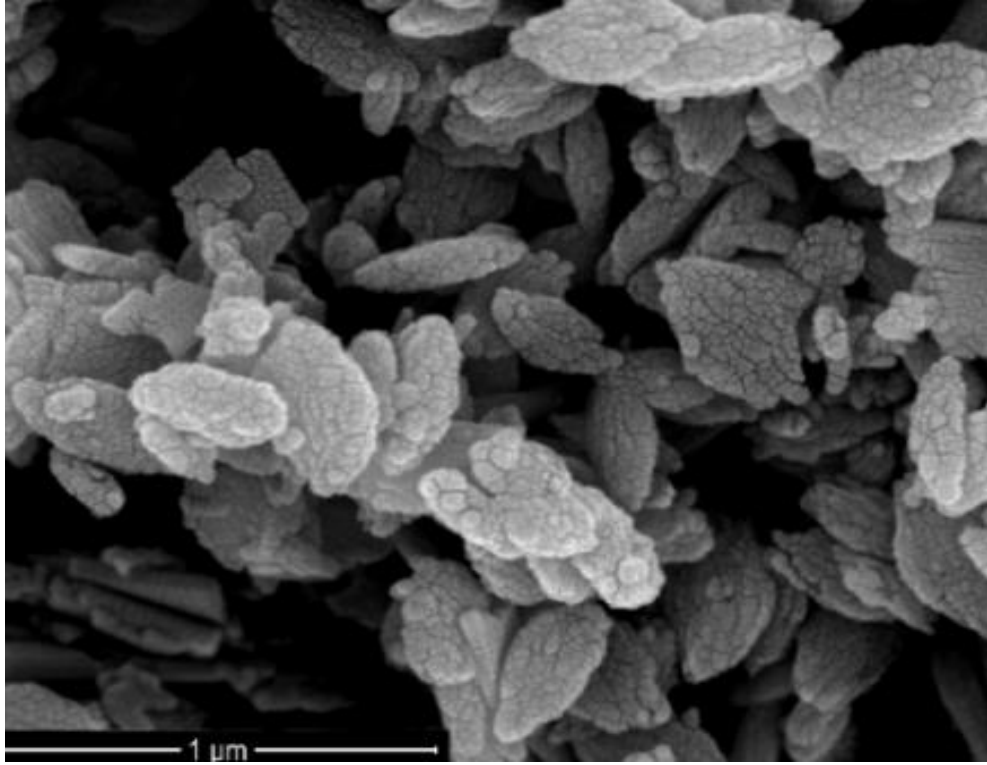


(b)



(c)

Şekil 4.4 (devamı)



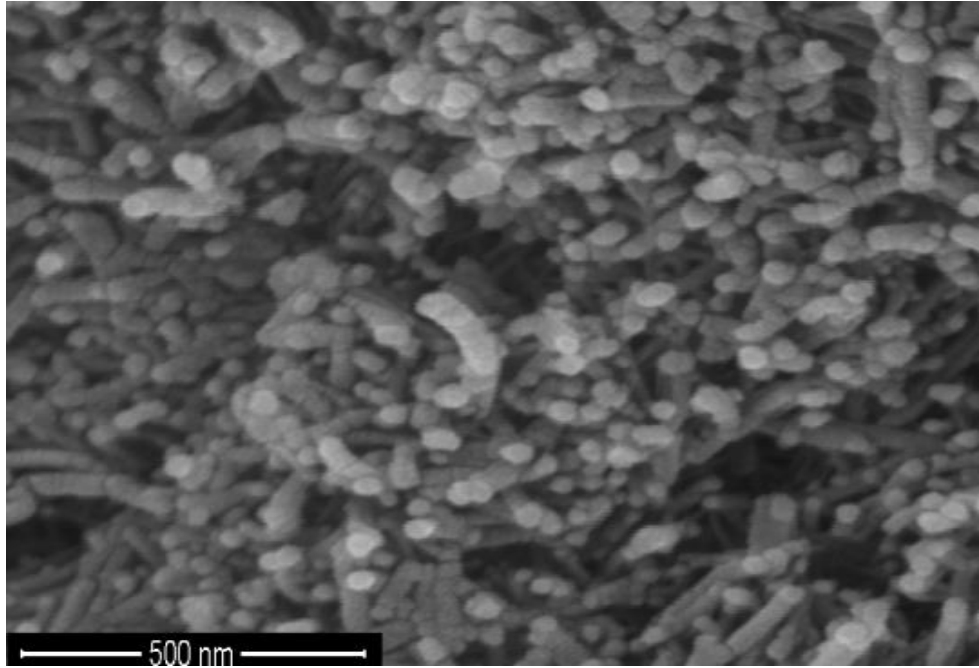
(d)

Şekil 4.4 (devamı)

Şekil 4.4'teki SEM görüntülerinde $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi kullanıldığında 40-50 nm kalınlığında kemer benzeri (belt-like), $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ortamında elde edilen örneklerde plaka şeklinde bir yapı elde edilmiştir. Bayansal ve arkadaşlarının $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi kullanarak NH_3 ortamında yaptıkları sentez sonucu oluşan plaka şeklinde ki yapılara benzer sonuçlar elde edildiği tespit edilmiştir (Bayansal *et al.*). $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ortamında elde edilen örnekte nano partiküllerin bir araya gelmesiyle yapraksı bir görünüm alan nano yapıların oluştuğu görülmektedir. Literatürde $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve sodyum oleat kullanılarak yapılan bir sentez de benzer yapraksı bir yapının olduğu gözlenmiştir (Zhao *et al.*).

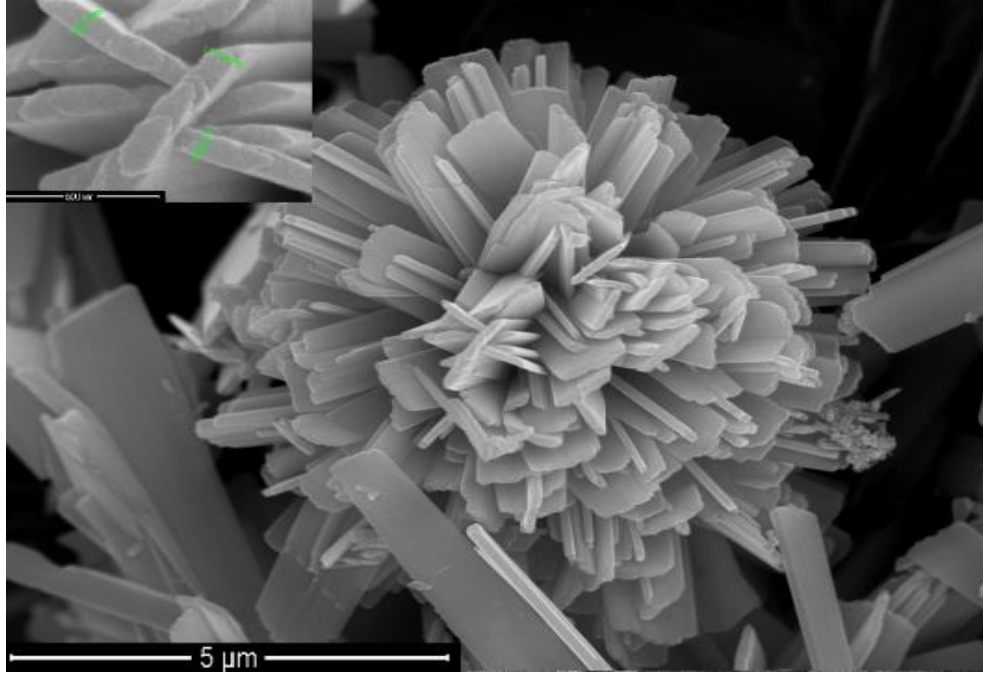
4.1.4.b. CTAB sürfaktanının etkisi

NH_3+KOH ortamında CTAB sürfaktanı ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örnekler için SEM görüntüleri Şekil 4.5’de görülmektedir.

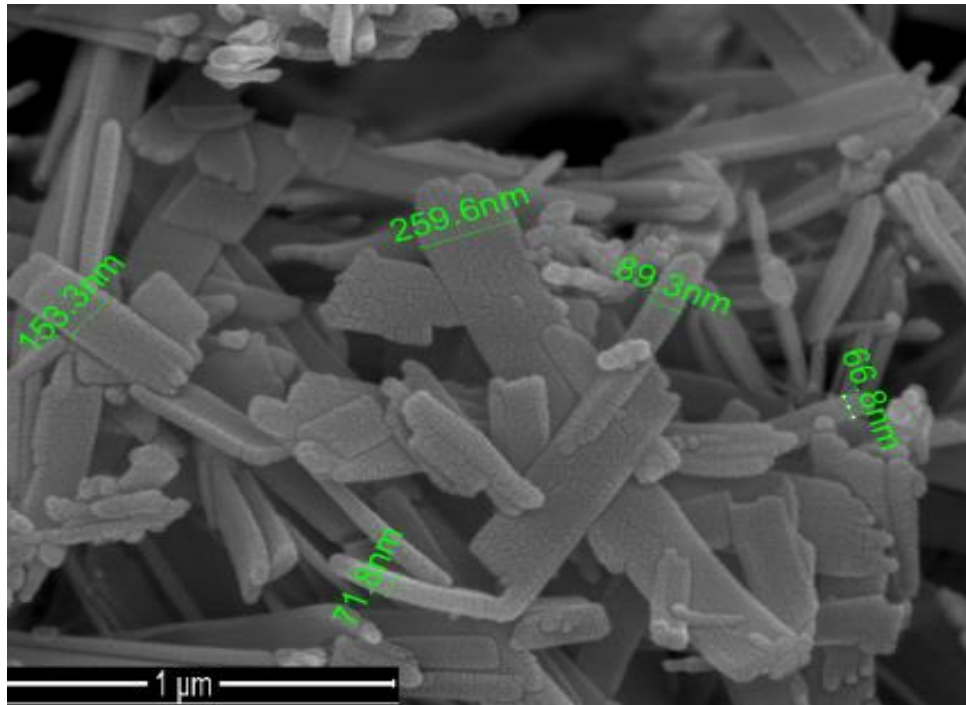


(a)

Şekil 4.5. NH_3+KOH ortamında CTAB ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örnekler için SEM görüntüleri



(b)



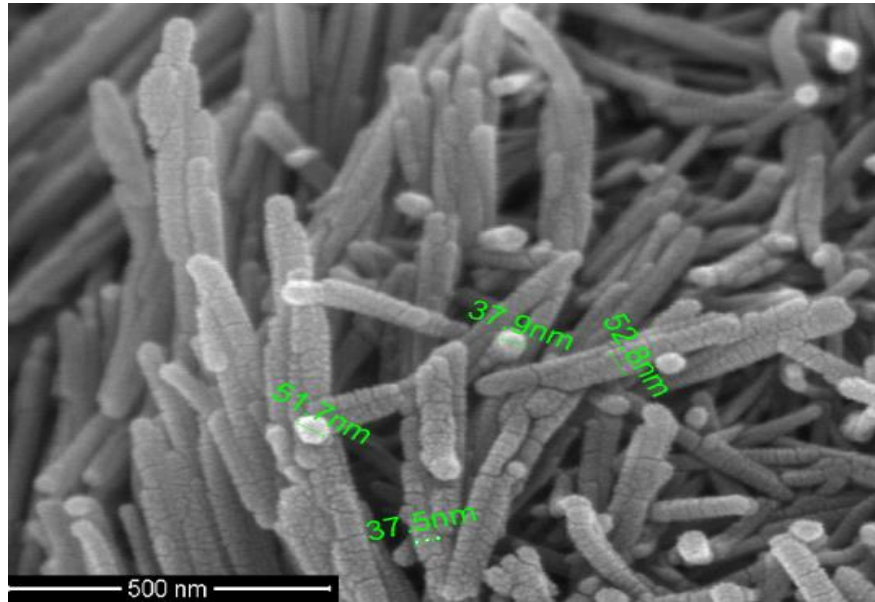
(c)

Şekil 4.5 (devamı)

CTAB sürfaktanı ile hazırlanan örneklerde $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesinden elde edilen örneklerin nano çubuk şeklinde olduğu görülmektedir. $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örneklerin nano çiçek şeklinde olduğu ve literatürde bakır folyo ile KOH kullanılarak sentezlenen yapıyla benzer bir yapı olduğu görülmüştür (Zhang X. *Et al.*). $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örneklerin ise levha şeklinde olduğu tespit edilmiştir. Literatürde $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve NaOH kullanılarak çok adımlı bir sentez aşamasıyla gerçekleştirilen bir çalışmadaki SEM sonuçlarına göre benzer levha yapıları olduğu (Yang *et al.*) tespit edilmiştir.

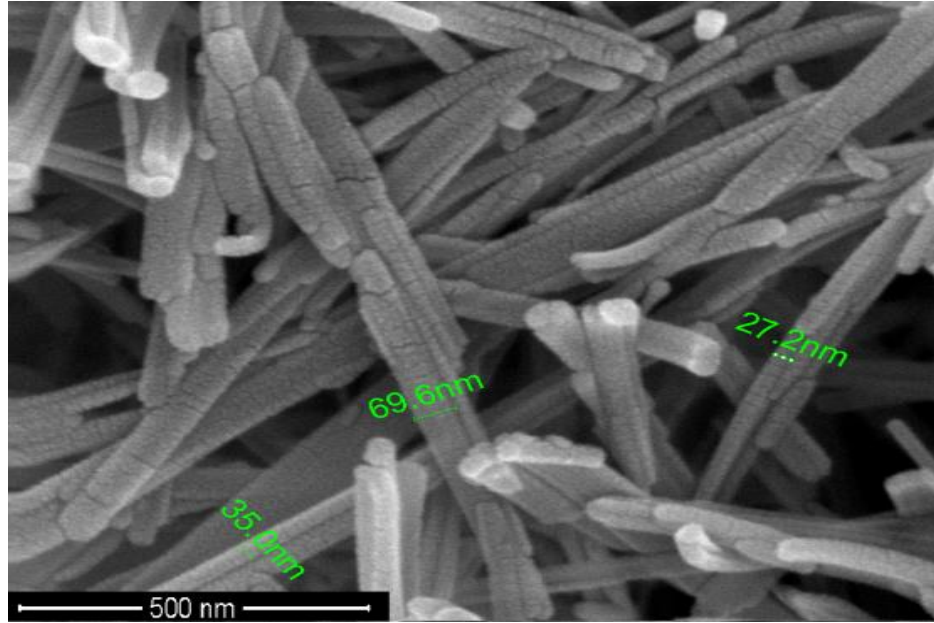
4.1.4.c. SDS sürfaktanının etkisi

$\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında SDS sürfaktanı ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örnekler için SEM görüntüleri Şekil 4.6'da görülmektedir.

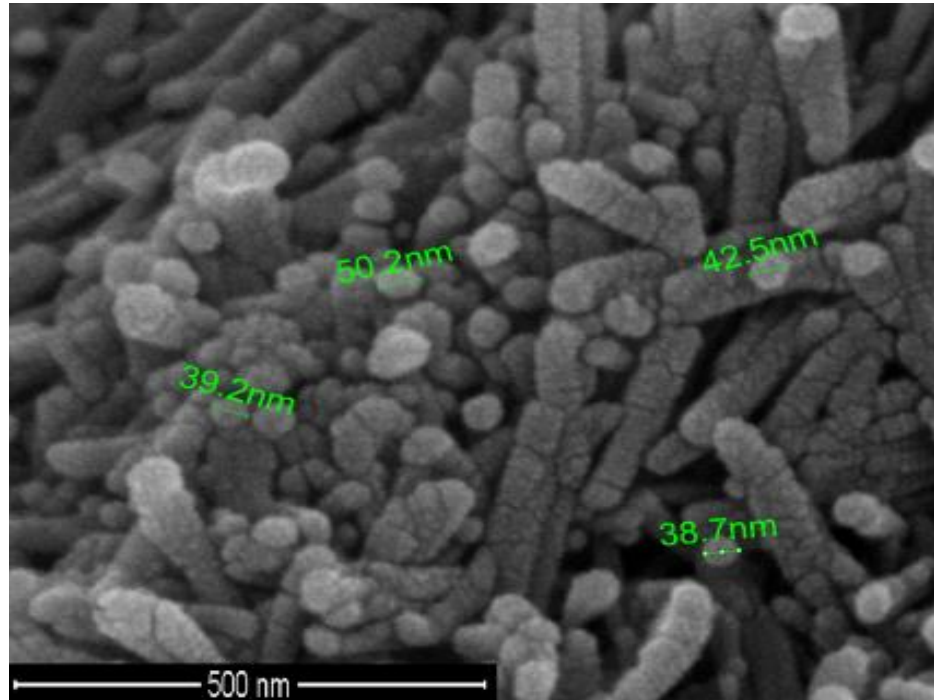


(a)

Şekil 4.6. $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında SDS ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile elde edilen örnekler için SEM görüntüleri



(b)



(c)

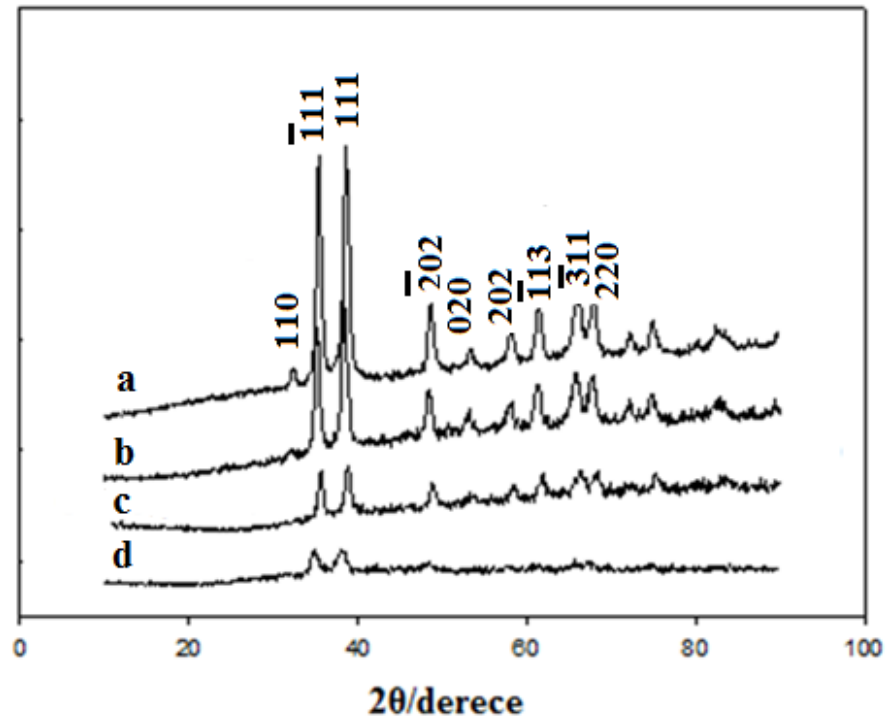
Şekil 4.6 (devamı)

SDS sürfaktanın kullanıldığı örneklerde yaklaşık 35-50 nm de oluşan nano çubukların meydana geldiği ve öncü maddelerin hepsinde aynı özelliğin olduğu görülmektedir.

4.2. NH_3+KOH Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri İle Hazırlanan Kalsine Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu

4.2.1. XRD sonuçları

NH_3+KOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddeleri ile hazırlanıp kalsine edilen örneklerin XRD sonuçları Şekil 4.7’de görülmektedir.

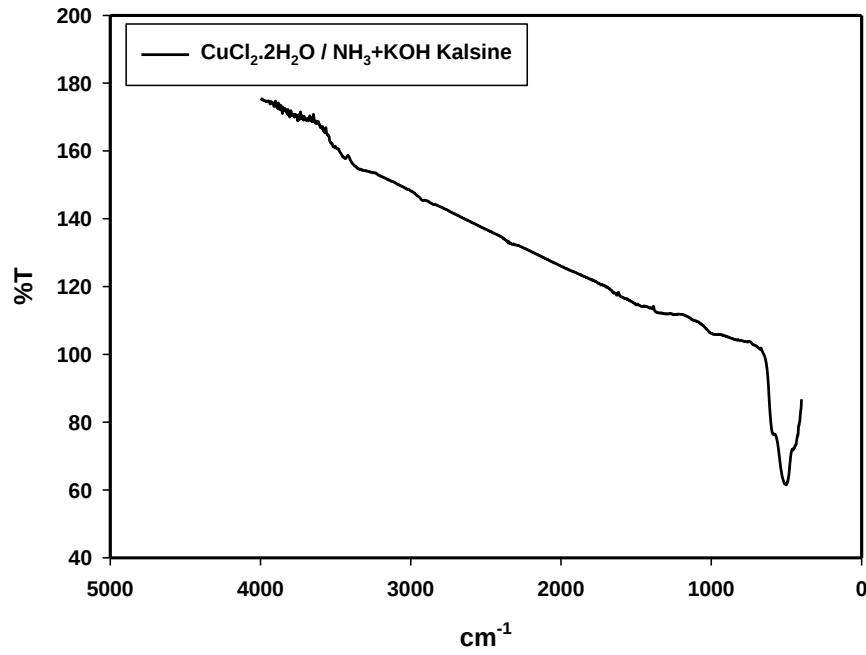


Şekil 4.7. NH_3+KOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen numunelerin a) $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{Cu} \cdot \text{H}_2\text{O}$, b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ için XRD sonuçları

$\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'lerin 500°C 'da kalsinasyonu sonucunda elde edilen örneklerin XRD sonuçlarında ortorombik $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'lerin ısı muamelesi altında dehidratasyonu ile monoklinik CuO 'e dönüştüğü (JCPDS 45-0937) ve safsızlıkların görülmediği Şekil 4.7'de görülmektedir.

4.2.2. FTIR Sonuçları

NH_3+KOH ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp kalsine edilen numunenin FTIR sonucu Şekil 4.8'de görülmektedir.

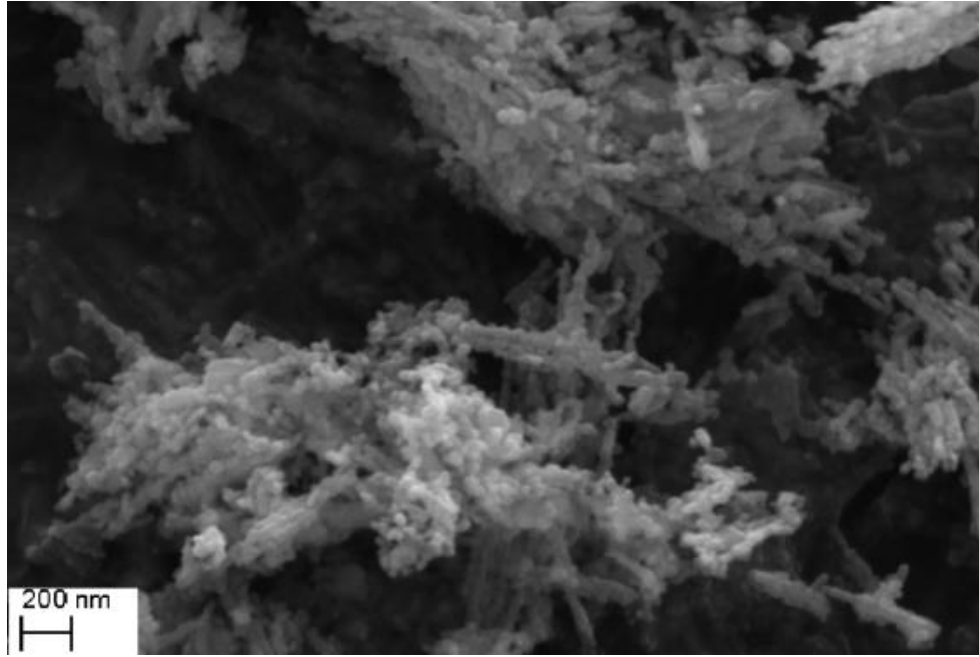


Şekil 4.8. NH_3+KOH ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp kalsine edilen numunenin FTIR sonucu

Şekil 4.8'de ki FTIR sonucuna göre (-101) yönündeki Cu-O gerilmesinden kaynaklanan 580 cm^{-1} civarındaki pik ve (101) yönündeki Cu-O gerilmesinden kaynaklanan 535 cm^{-1} de ki mod hariç $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'den kaynaklanan bütün absorpsiyon bantlarının ortadan kalkmıştır (Zhang L. et al.). Diğer öncü maddeler ile sentezlenen numunelerde de aynı sonuç elde edilmiştir.

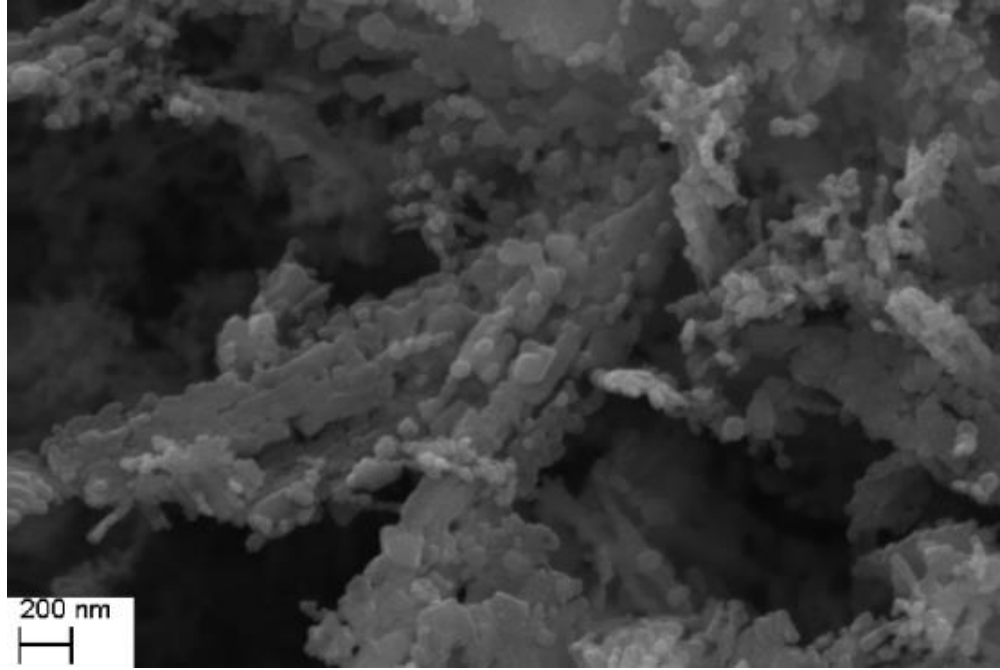
4.2.3. SEM görüntüleri

$\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddeleri ile hazırlanıp kalsine edilen örneklerin SEM görüntüleri Şekil 4.9'da görülmektedir.

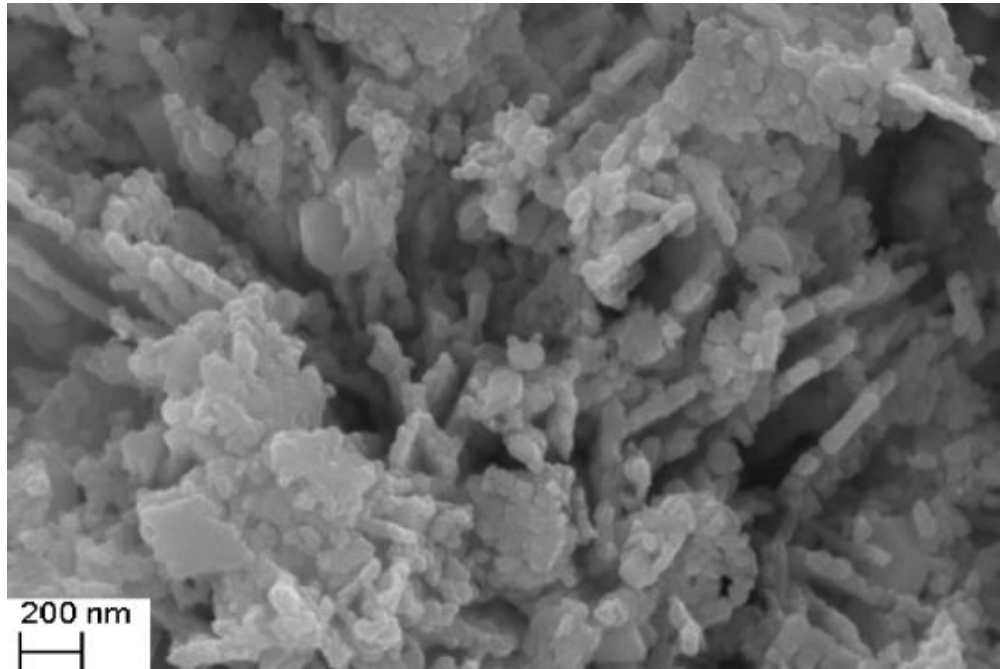


(a)

Şekil 4.9. $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında SB12 ile hazırlanan kalsine numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM görüntüleri

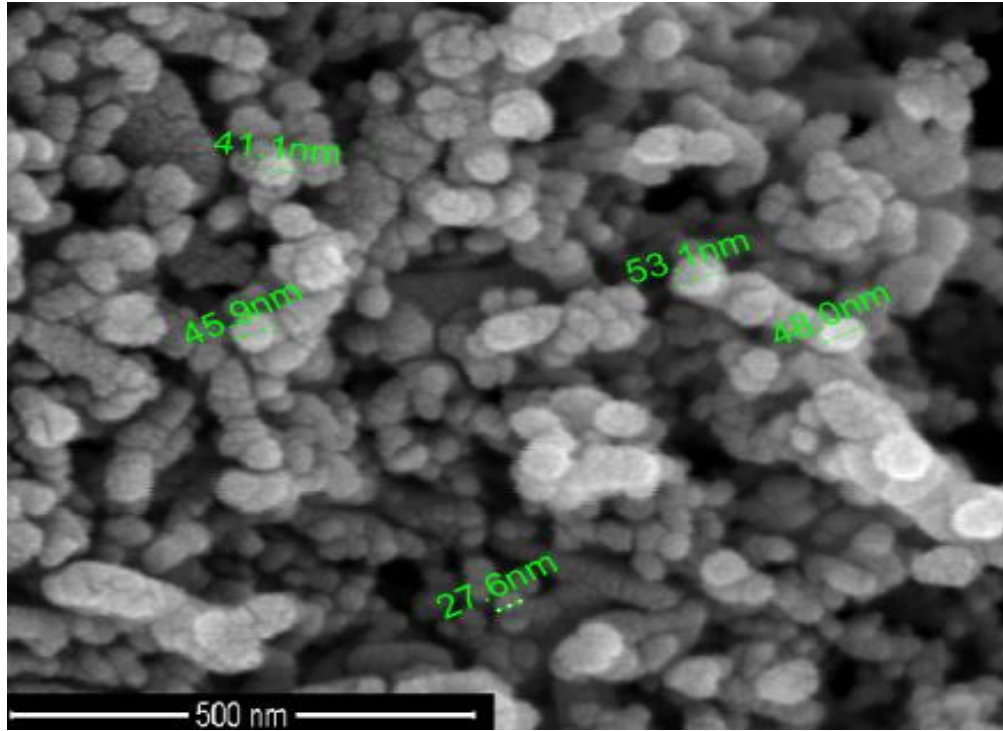


(b)



(c)

Şekil 4.9 (devamı)



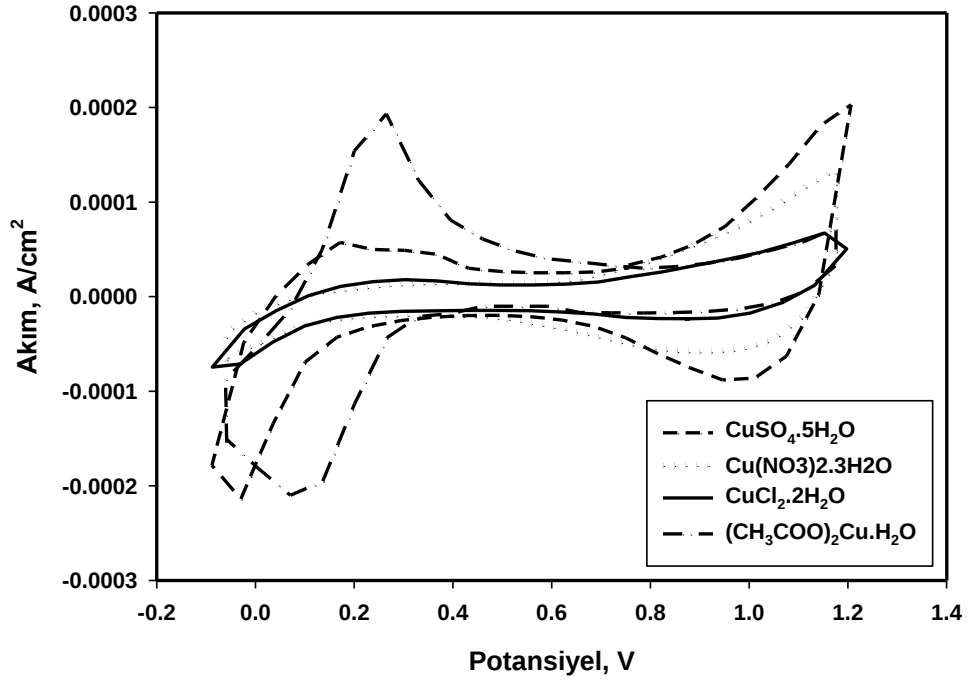
(d)

Şekil 4.9 (devamı)

Şekil 4.9 daki SEM görüntülerinden NH_3+KOH ortamında hazırlanan dört öncü madde için kalsine sonrasında sinterlenmeden dolayı nano çubuk ve nano levha yapılarının tamamen bozulduğu görülmektedir.

4.2.4. CV sonuçları

NH_3+KOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddeleri ile hazırlanıp kalsine edilen örneklerin CV sonuçları Şekil 4.10'da verilmiştir.



Şekil 4.10. NH_3+KOH ortamında SB12 ile $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için hazırlanan kalsine numunelerin CV sonuçları

Şekil 4.10’da ki NH_3+KOH ortamında hazırlanan kalsine numunelerin CV sonuçlarına göre CV eğrilerinin alan sıralaması $\text{CuSO}_4 > (\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cu} > \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 > \text{CuCl}_2$ şeklindedir. En geniş CV alanı en yüksek spesifik kapasitansa sahip olduğunu göstermektedir (Zhang H. *et al.*). Buna göre en yüksek spesifik kapasitansa sahip $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ’dan elde edilen örnek iken en düşük spesifik kapasitansa sahip $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile hazırlanan örnektir. Geniş CV alanı gelişmiş elektron transferine bağlanabilir (Jia *et al.*).

4.3. KOH Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri ile Hazırlanan Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu

KOH ortamında CuO oluşumu için meydana gelen reaksiyonlar;

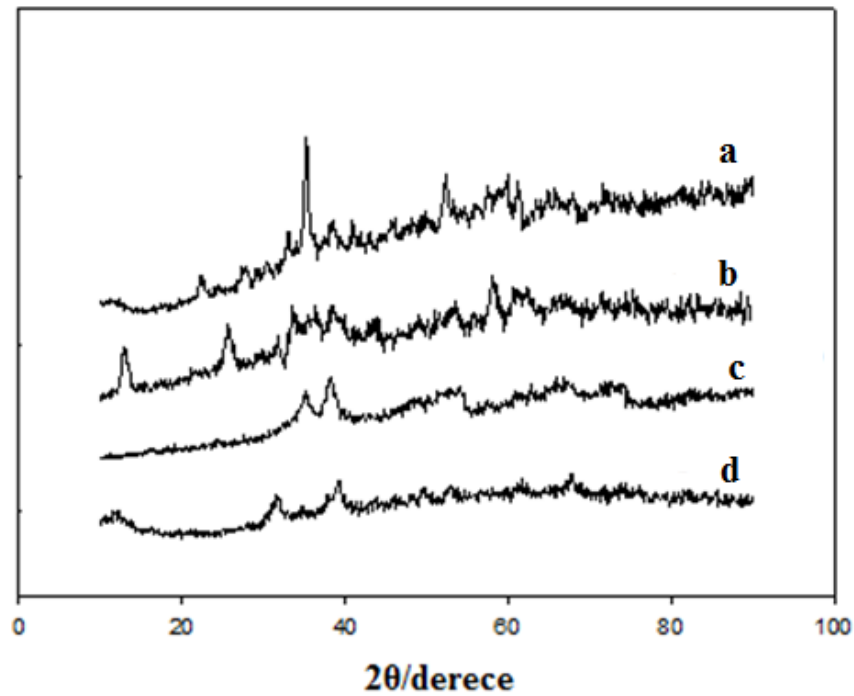




KOH sulu çözelti içinde iyonize olduğundan Cu(II) bakır kompleksi formunda olabilir ve ısı muamelesi altında Cu(OH)_2 CuO 'e dönüşür. Cu atomlarının farklı yüzey yoğunluklarından dolayı CuO kristallerinin anizotropik büyüme hızlarının bir sonucu olarak farklı yapılarda partiküller oluşmaktadır (Jung *et al.*).

4.3.1. XRD sonuçları

KOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu(CH}_3\text{COO)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 'den elde edilen örnekler için XRD sonuçları Şekil 4.11 'de verilmiştir.

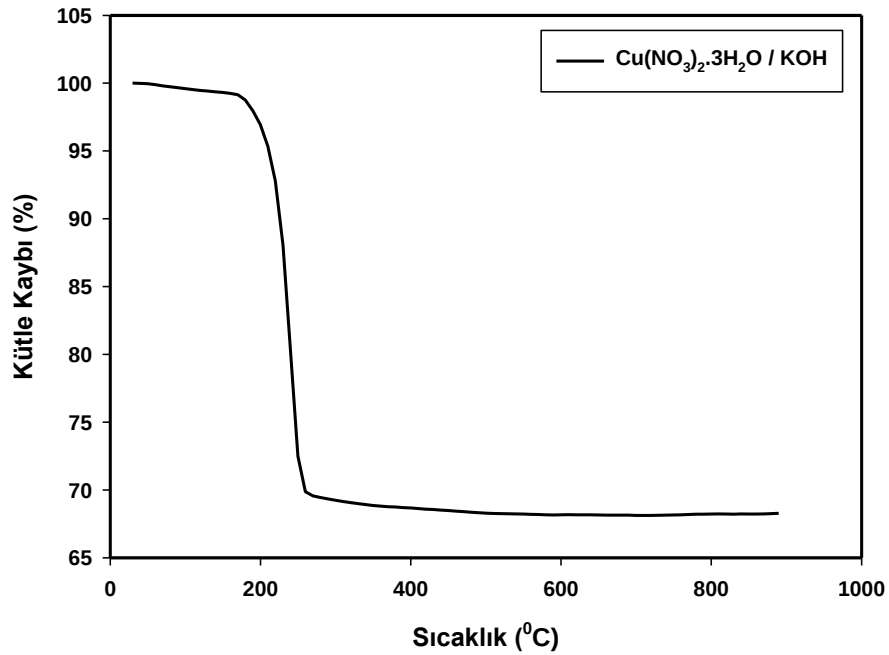


Şekil 4.11. KOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu(NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{Cu(CH}_3\text{COO)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ d) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 'den elde edilen örnekler için XRD sonuçları

KOH ortamında hazırlanıp ve oda sıcaklığında kurutulan partiküllerin Şekil 4.11'deki XRD sonuçlarından $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 'dan elde edilen örneklerin $\text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yapısında, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ortamında hazırlanan örneklerin monoklinik CuO ve diğerlerinin ortorombik $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'den oluştuğu görülmektedir.

4.3.2. TGA sonuçları

KOH ortamında hazırlanan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunenin TGA sonucu Şekil 4.12'de verilmiştir.



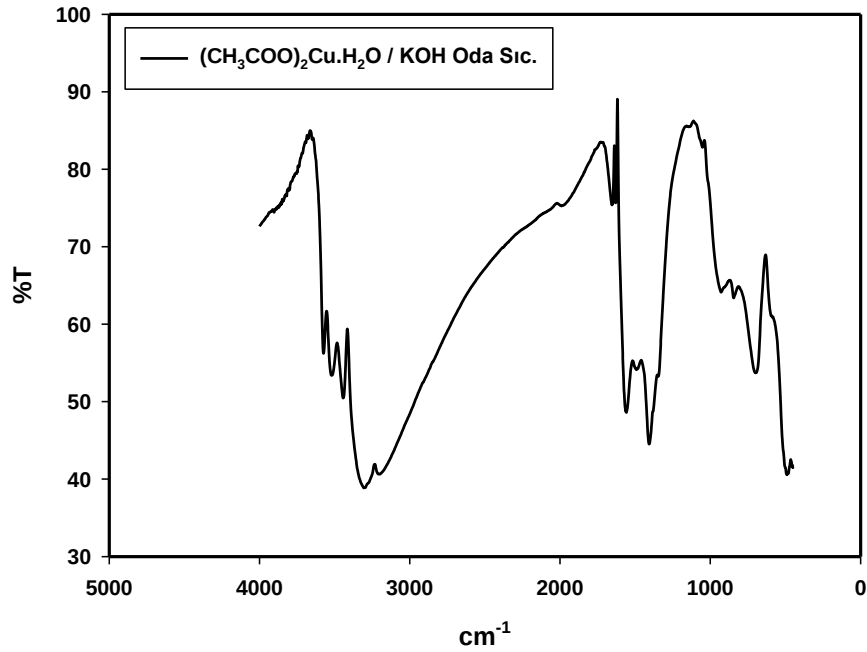
Şekil 4.12. KOH ortamında $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunenin TGA sonucu

Şekil 4.12'den görüldüğü gibi KOH ortamında elde edilen örneklerin $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında elde edilen örneklere benzer ağırlık azalması eğrisi oluşmuştur, fakat $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve KOH ortamında ağırlık azalması %31-32 civarındadır. Halbuki $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'in CuO 'e dönüşümünde ağırlık azalması %20' ler civarındadır. Bu nedenle KOH ortamında $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile elde edilen partiküllerin XRD

sonucunda da görüldüğü gibi $\text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (hidrate $\text{Cu}(\text{OH})_2$) olduğu sonucuna varılmıştır.

4.3.3. FTIR sonuçları

KOH ortamında $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunenin FTIR sonucu Şekil 4.13’de verilmiştir.



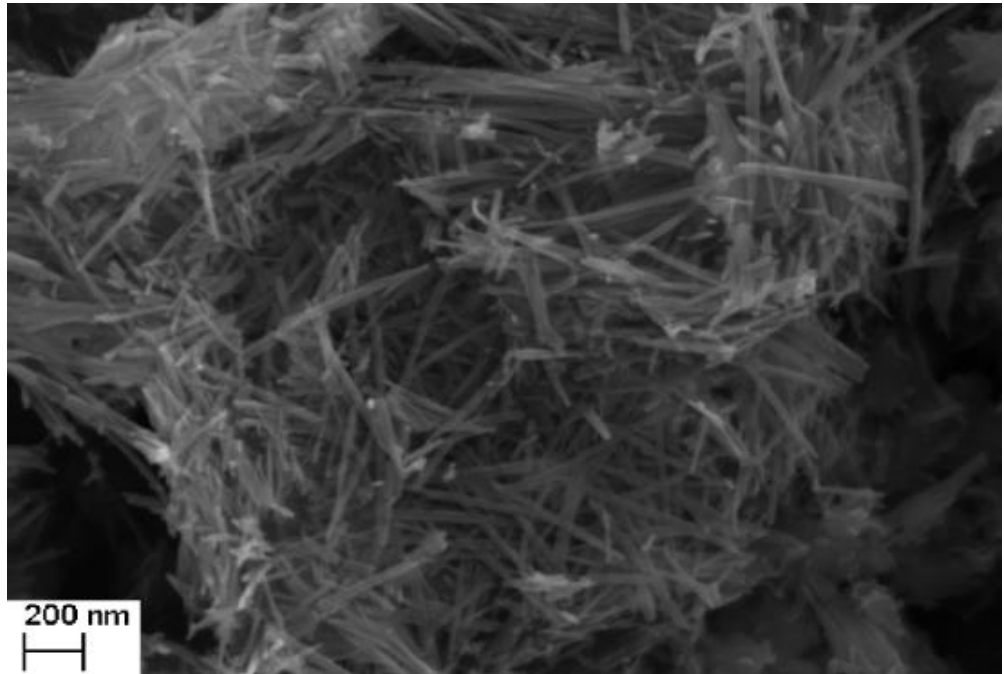
Şekil 4.13. KOH ortamında $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunenin FTIR sonucu

Şekil 4.13’de ki FTIR sonucuna göre 528,4 ve 606 cm^{-1} Cu-O gerilme titreşimine, 3000-3600 cm^{-1} O-H gerilme titreşimine uymaktadır. 1300-4000 cm^{-1} arasındaki absorpsiyon bantları nano yapılı CuO kristallerinin yüzeyine kimyasal ve/veya fiziksel olarak absorplanmış H_2O ve moleküllerinden dolayıdır.

4.3.4. SEM görüntüleri

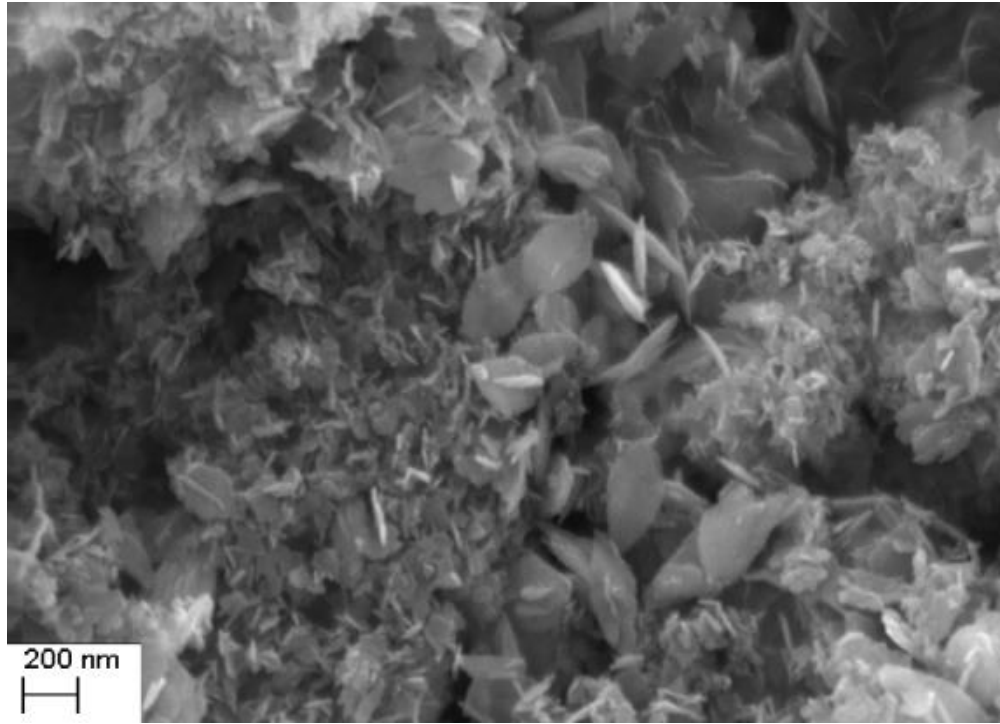
4.3.4.a. SB12 sürfaktanının etkisi

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile KOH ortamında SB12 sürfaktanı yardımıyla elde edilen nano partiküllerin SEM görüntüleri Şekil 4.14’de, görülmektedir.

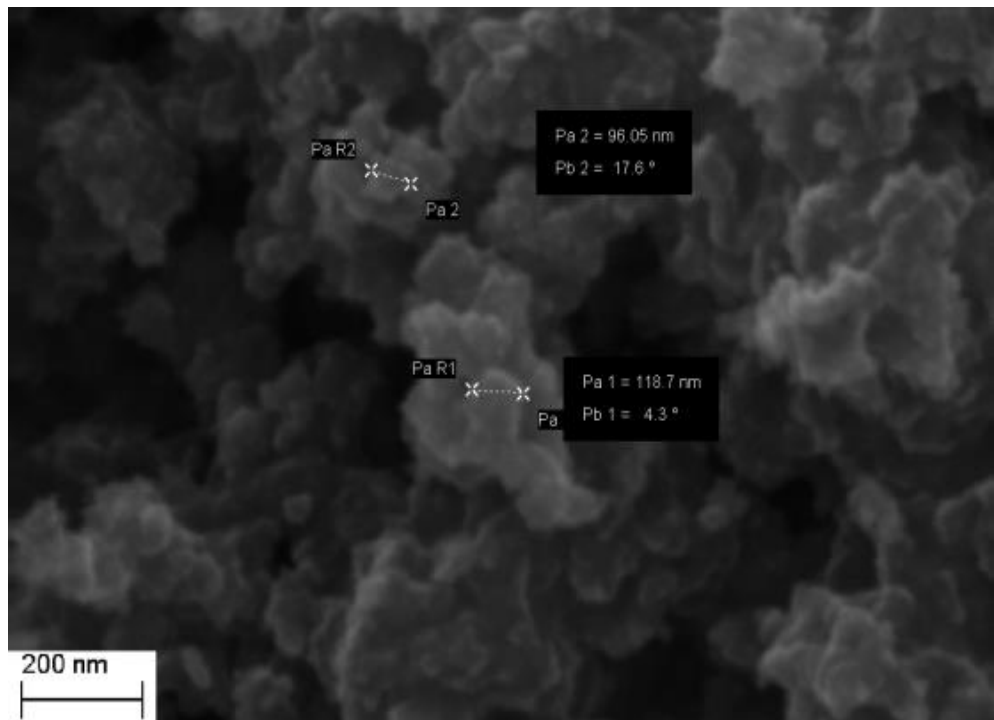


(a)

Şekil 4.14. KOH ortamında SB12 ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları

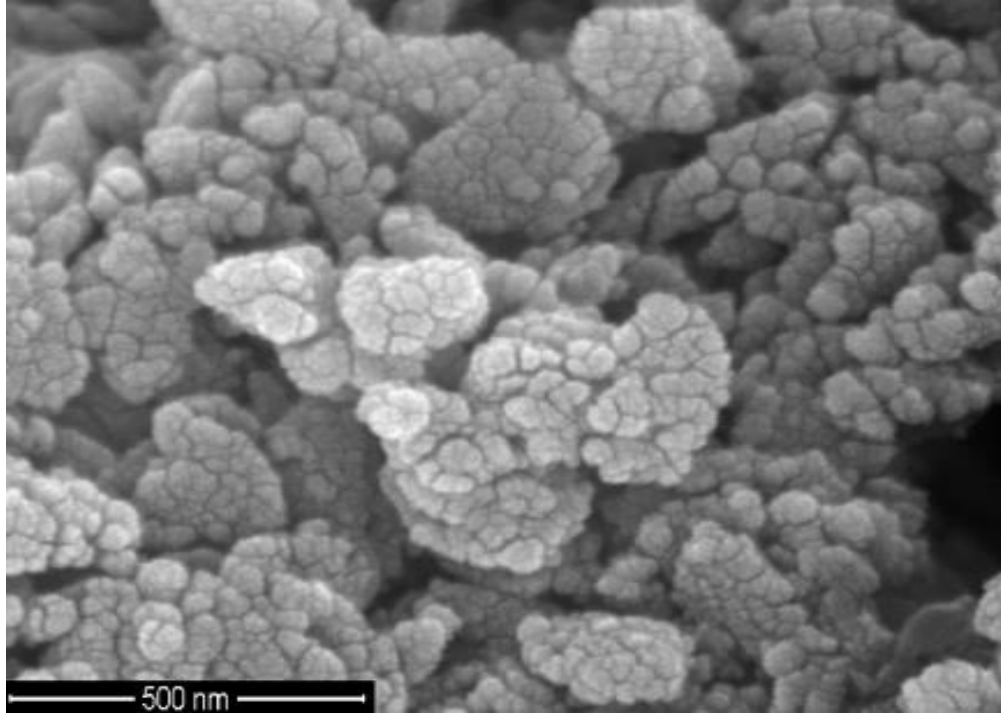


(b)



(c)

Şekil 4.14 (devamı)



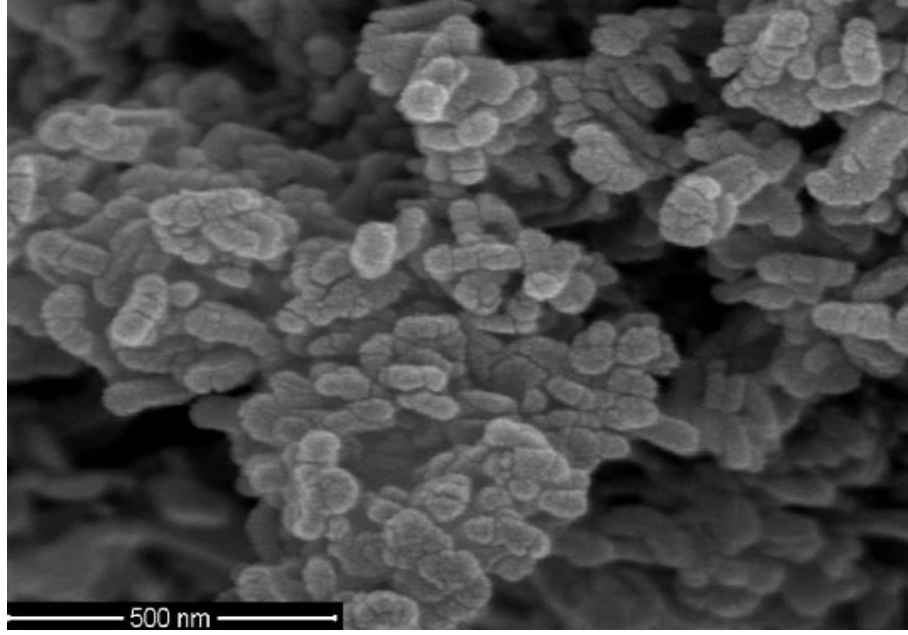
(d)

Şekil 4.14 (devamı)

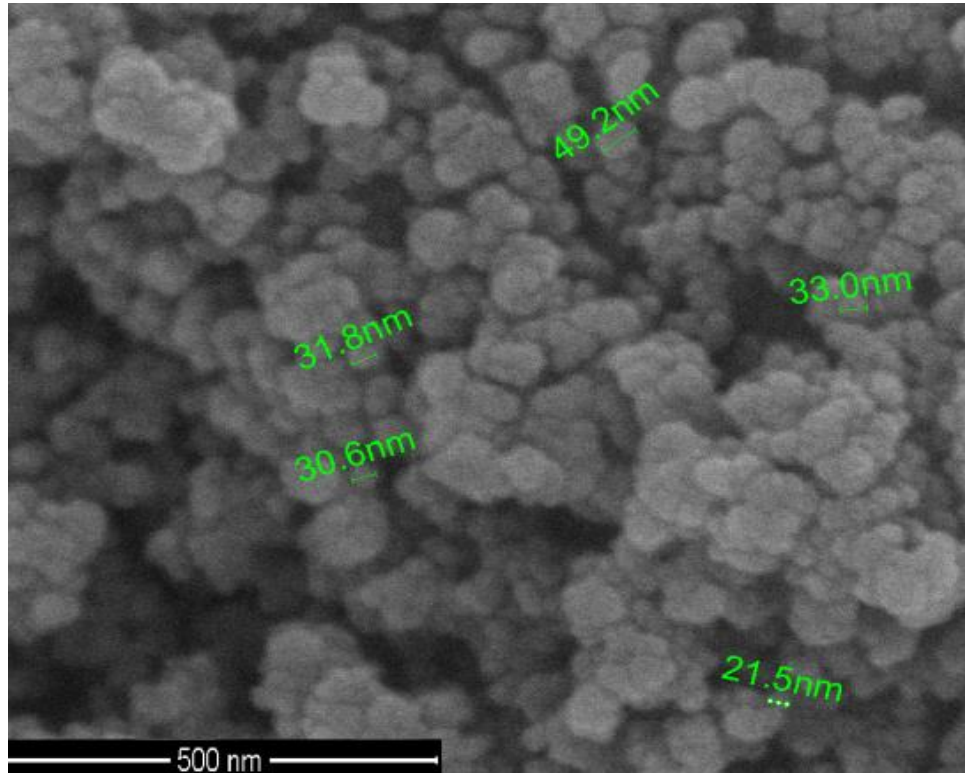
Şekil 4.14’de KOH ile hazırlana oda sıcaklığındaki numuneler için SEM görüntülerinden $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi kullanıldığında nano tel benzeri yapılar oluşmuştur. Yapılan bir çalışmada ince nano teller nedeniyle yüksek yüzey enerjisi veya van der Waals kuvvetlerinden dolayı demetlerin agrega eğiliminde olduğu ifade edilmiştir (Chen *et al.*). $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi kullanıldığında nano çiçek, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kullanıldığında yaklaşık 100 nm çapa sahip nano partiküller ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ kullanıldığında nano partiküllerin bir araya gelmesiyle oluşan kümeler elde edilmiştir. Aglomerasyon nedeniyle nano boyutlu parçacıkların oluşturduğu kümelerin kararlılığı (Midander *et al.*) gözlenmiştir.

4.3.4.b. CTAB sürfaktanının etkisi

$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile KOH ortamında CTAB sürfaktanı yardımıyla elde edilen örneklerin SEM görüntüleri Şekil 4.15’de verilmiştir.



(a)



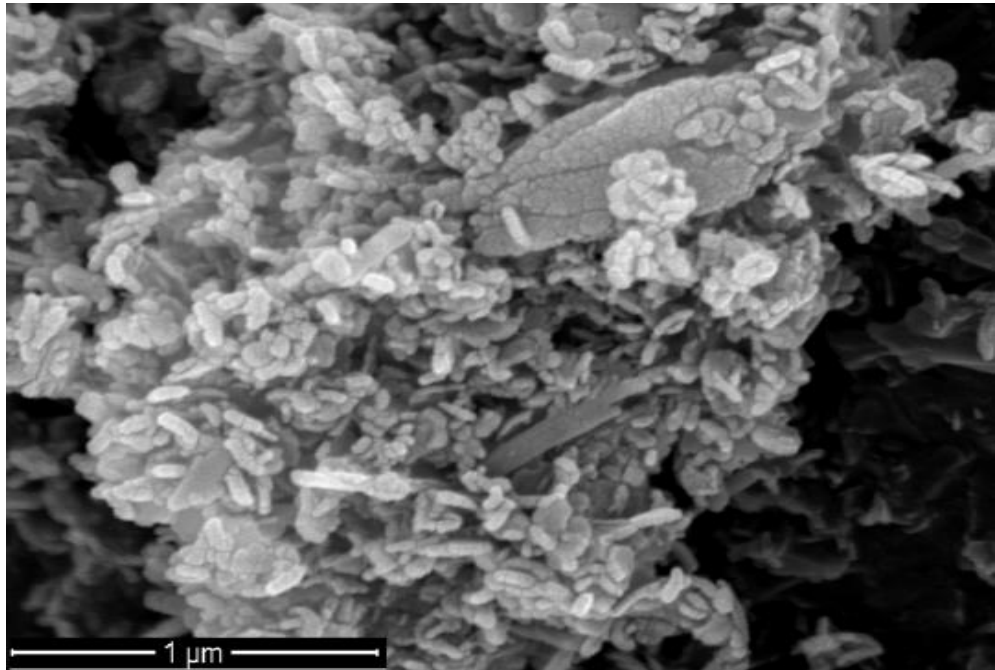
(b)

Şekil 4.15. KOH ortamında CTAB ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları

Süpfaktanın etkisine bakıldığında CTAB süpfaktanın kullanıldığı örneklerde nano partiküllerin oluştuğı gözlenmiştir.

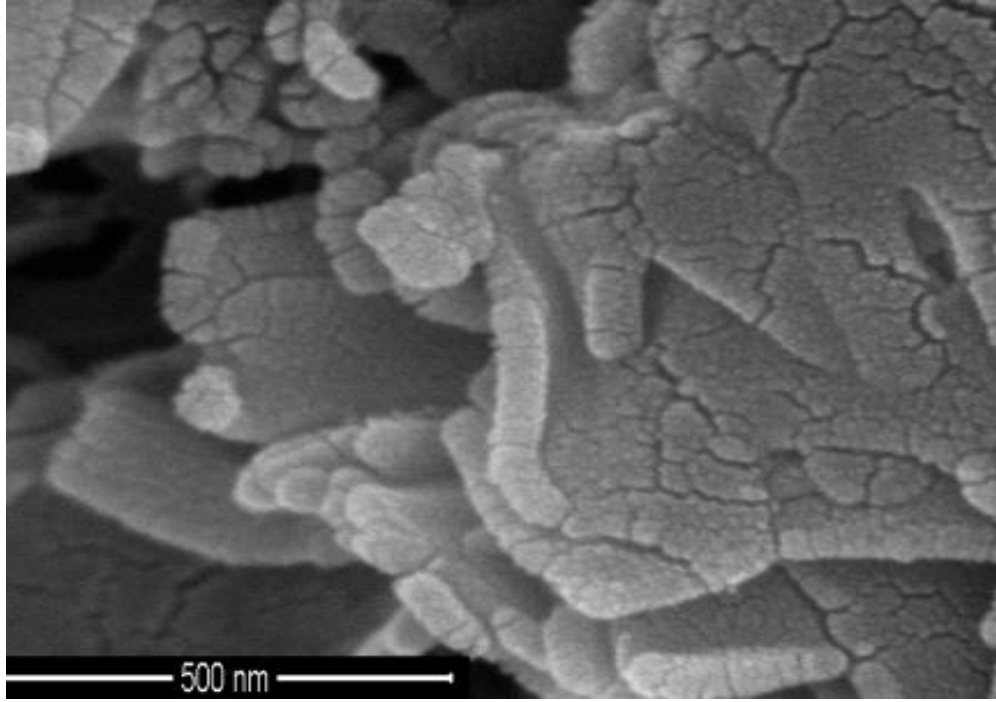
4.3.4.c. SDS süpfaktanının etkisi

$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile KOH ortamında CTAB süpfaktanı yardımıyla elde edilen örneklerin SEM görüntüleri Şekil 4.16’da verilmiştir.



(a)

Şekil 4.16. KOH ortamında SDS ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin
a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları



(b)

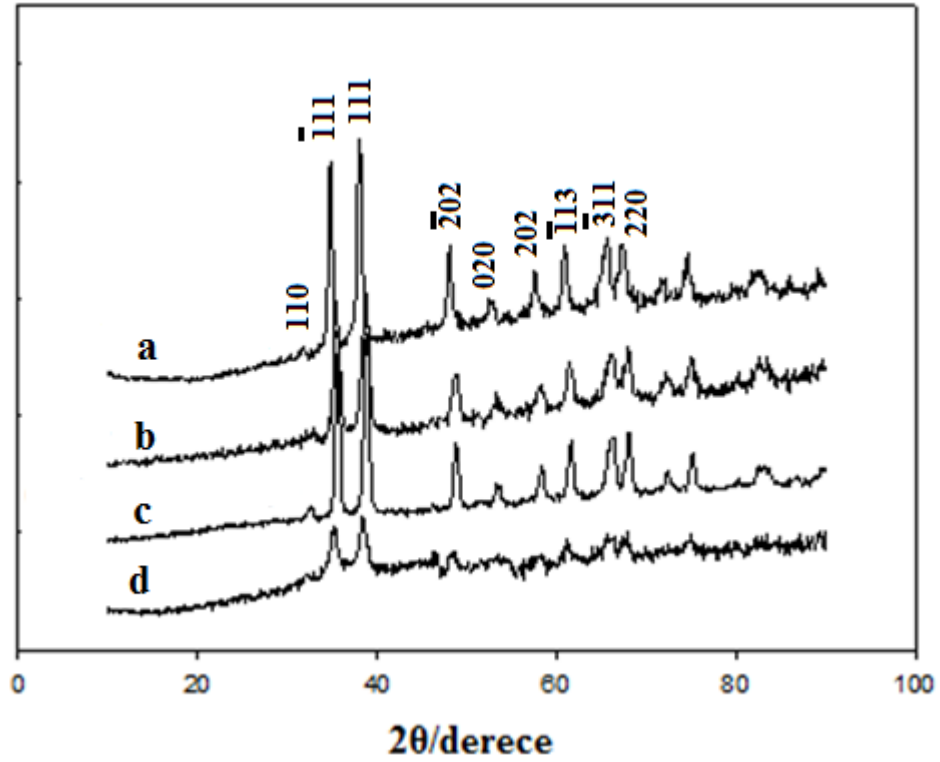
Şekil 4.16 (devamı)

SDS sürfaktanın kullanıldığı örneklerde ise $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi için nano çiçek benzeri bir yapı, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için ise aglomera nano partiküllerden oluşan bir yapı tespit edilmiştir.

4.4. KOH Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri ile Hazırlanan Kalsine Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu

4.4.1. XRD sonuçları

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile KOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen örneklerin XRD sonuçları Şekil 4.17’de verilmiştir.

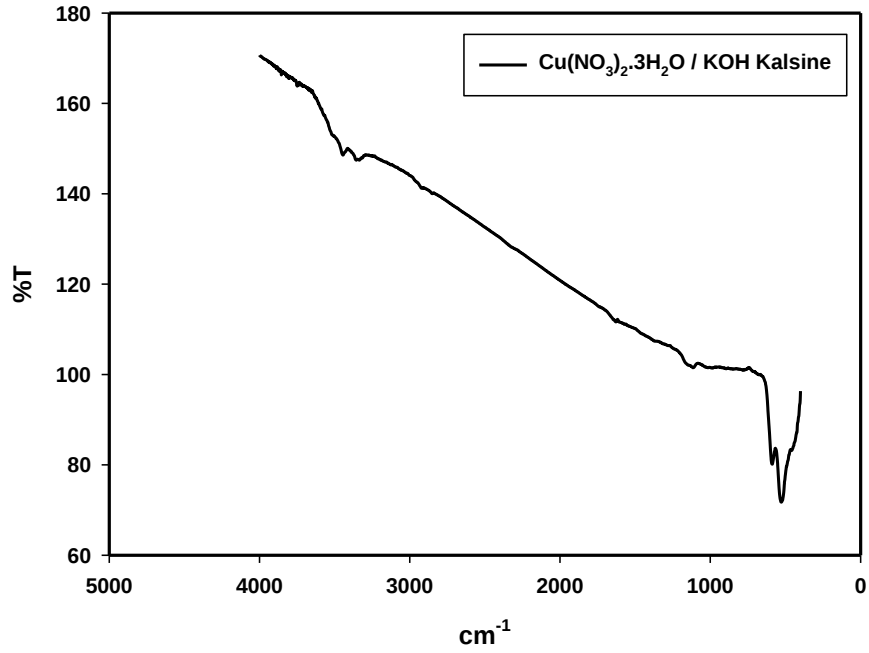


Şekil 4.17. KOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen numunelerin a) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ c) $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{Cu} \cdot \text{H}_2\text{O}$ d) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ için XRD sonuçları

KOH ortamında da elde edilmiş olan $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'lerin 500°C 'da kalsinasyonu sonucunda elde edilen örneklerin XRD sonuçlarında monoklinik CuO piklerinin oluştuğu (JCPDS 45-0937), ve safsızlıkların görülmediği Şekil 4.17'de tespit edilmiştir

4.4.2. FTIR sonuçları

KOH ortamında $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp kalsine edilen numune için FTIR sonucu Şekil 4.18'de verilmiştir.

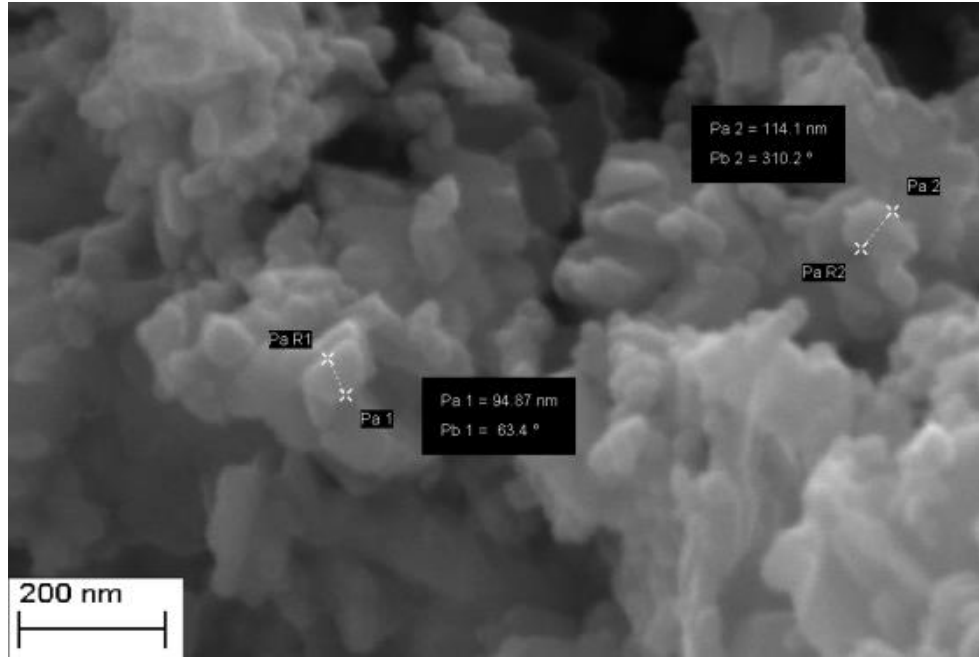


Şekil 4.18. KOH ortamında $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp kalsine edilen numune için FTIR sonucu

Kalsinasyon sonucunda elde edilen FTIR sonuçlarında sadece $528,4$ ve 606 cm^{-1} Cu-O gerilme titreşim piklerinin görüldüğü tespit edilmiştir.

4.4.3. SEM görüntüleri

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile KOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen örneklerin SEM görüntüleri Şekil 4.19’da verilmiştir.

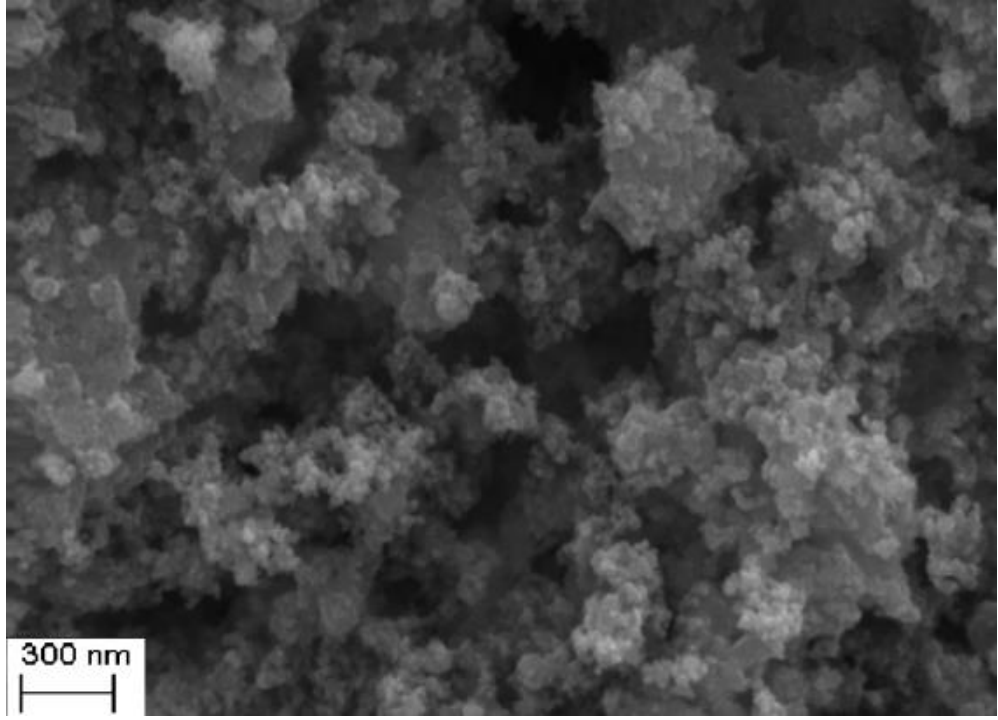


(a)

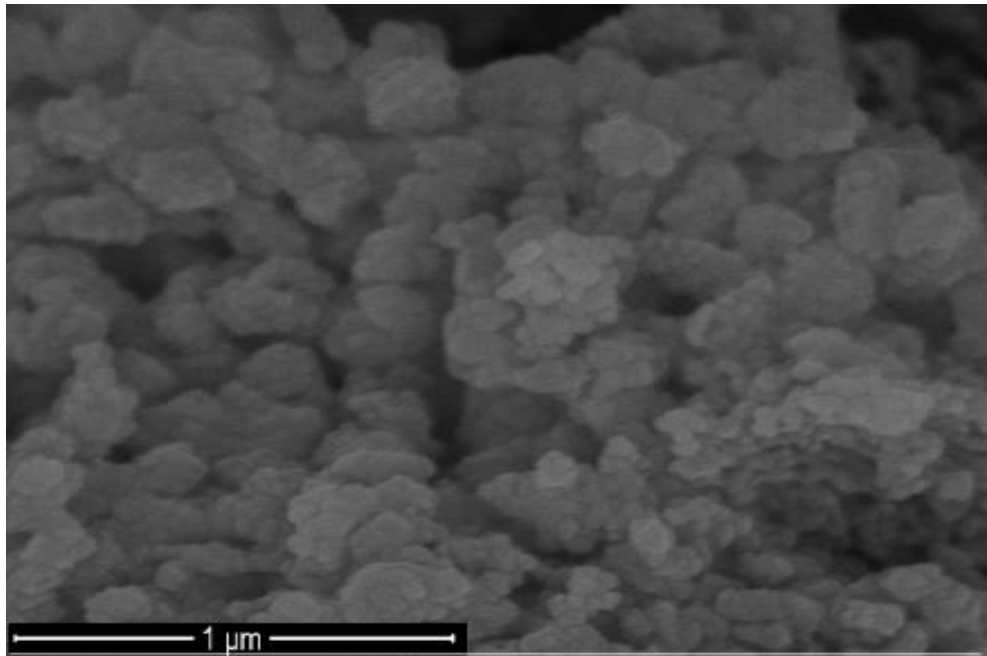


(b)

Şekil 4.19. KOH ortamında SB12 ile hazırlanan kalsine numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları



(c)



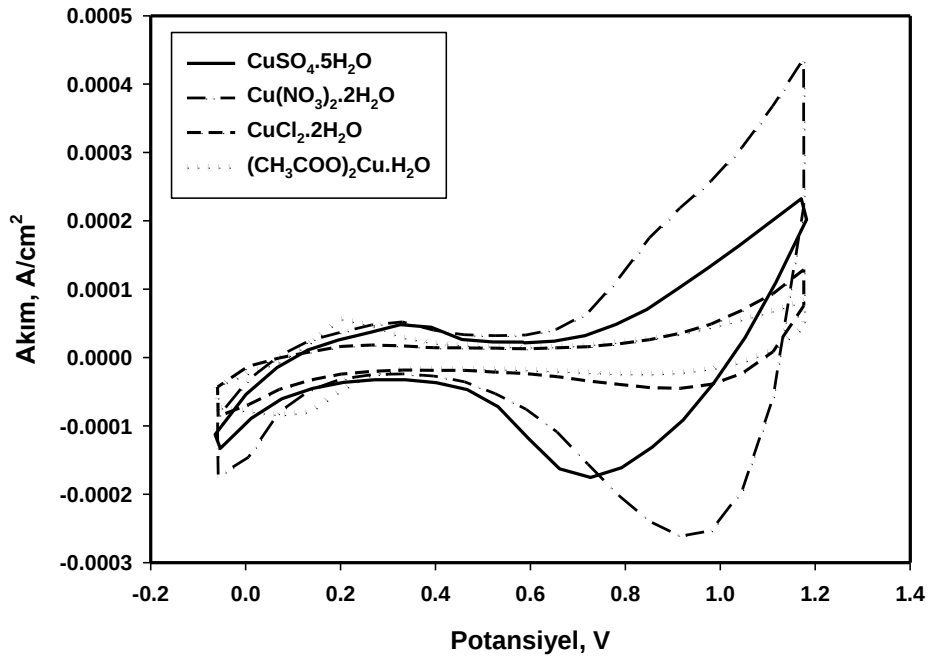
(d)

Şekil 4.19 (devamı)

Şekil 4.19’da kalsinasyonun etkisiyle yapılarda bozulmaların meydana geldiği görülmektedir. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddelerinin kullanıldığı numunelerde literatürde $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve NaOH ile sentezlenen ve spesifik bir şekli olmayan, dar boyut dağılımı ile güçlü aglomera partikülleri içeren bir yapı (Gheshlaghi *et al.*) ile benzer yapılar elde edildiği gözlenmiştir.

4.4.4. CV Sonuçları

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile KOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen örneklerin CV sonuçları Şekil 4.20’de verilmiştir.



Şekil 4.20. KOH ortamında SB12 ile $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için hazırlanan kalsine numunelerin CV sonuçları

Şekil 4.20’de ki KOH ortamında hazırlanan kalsine numunelerin CV sonuçlarına göre CV eğrilerinin alan sıralaması $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 > \text{CuSO}_4 > (\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cu} > \text{CuCl}_2$ şeklindedir. Buna göre en yüksek spesifik kapasitansa sahip örnek $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ile hazırlanan iken en düşük spesifik kapasitansa sahip $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile hazırlanan örnektir.

4.5. NaOH Ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri ile Oda Sıcaklığında Hazırlanan Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyon Sonuçları

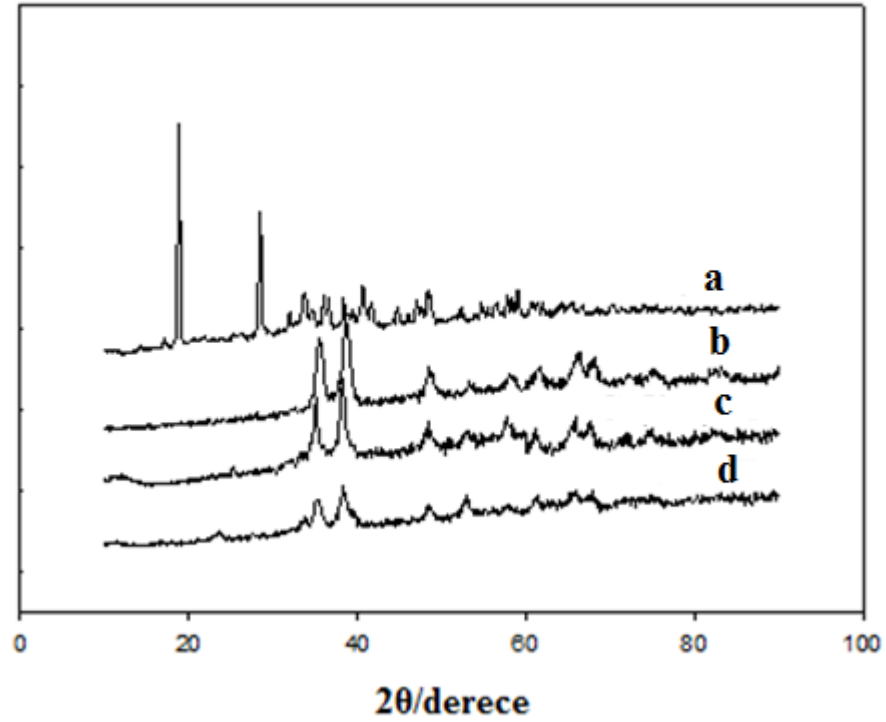
Güçlü bir baz olarak NaOH çabucak hidroksit anyonları sağlayabilir. CuO oluşumunda meydana gelen reaksiyon;



NaOH sulu çözelti içinde iyonize olduğundan Cu(II) bakır kompleksi formunda olabilir ve ısı muamelesi altında $\text{Cu}(\text{OH})_2$ CuO'e dönüşür.

4.5.1. XRD sonuçları

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile NaOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerden elde edilen örnekler için XRD sonuçları Şekil 4.21'de verilmiştir.

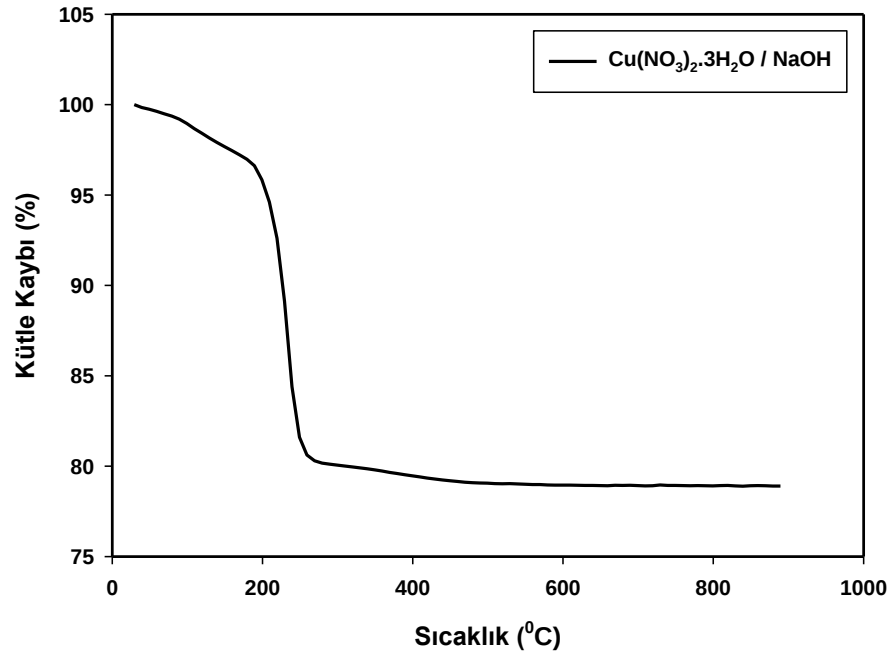


Şekil 4.21. NaOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, d) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ için XRD sonuçları

Şekil 4.21’de ki XRD sonuçlarına göre $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için oluşan piklerin $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ için oluşan piklerin ise CuO ile tutarlı olduğu tespit edilmiştir.

4.5.2. TGA sonuçları

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile NaOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerden elde edilen örnekler için TGA sonuçları Şekil 4.22’de verilmiştir.

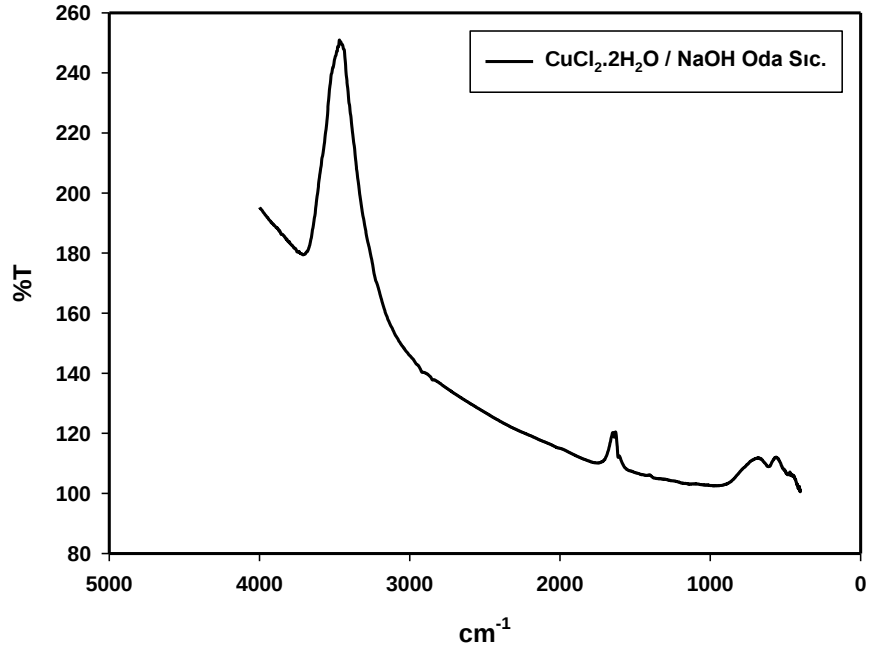


Şekil 4.22. NaOH ortamında hazırlanan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numune için TGA sonucu

Şekil 4.22 de örnek olarak verilen TG eğrisinden görüldüğü gibi NaOH ortamında da $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ve KOH ortamlarına benzer şekilde ağırlık azalması eğrileri elde edilmiştir. NaOH ortamında diğer öncü maddeleri ile hazırlanan numunelerde de benzer TG eğrileri gözlenmiştir.

4.5.3. FTIR sonuçları

NaOH ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile oda sıcaklığında hazırlanan numunenin FTIR sonucu Şekil 4.23’de verilmiştir.



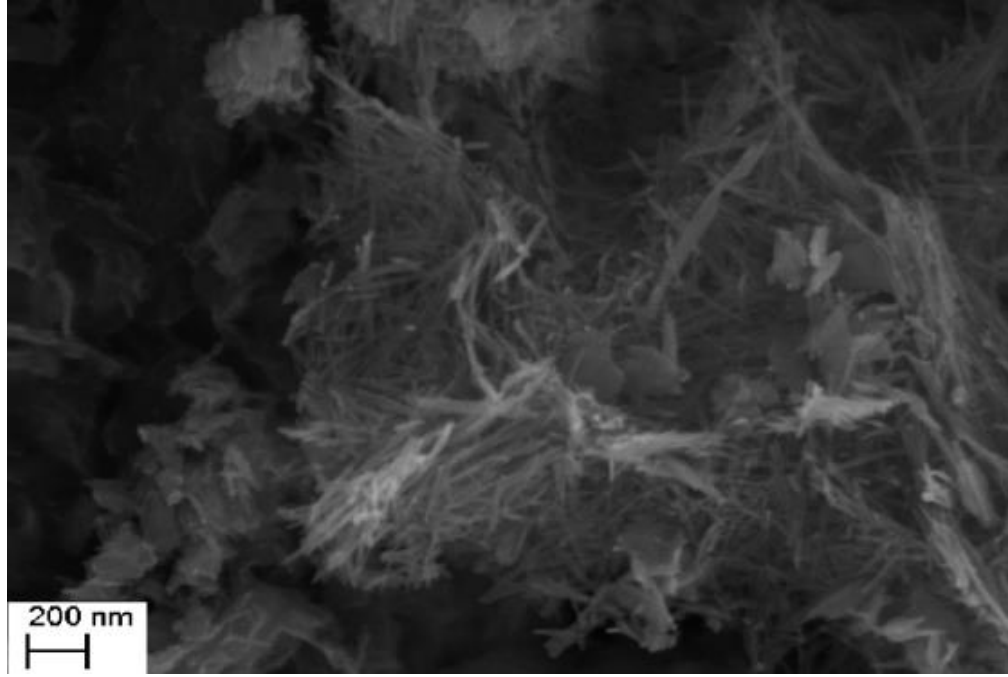
Şekil 4.23. NaOH ortamında CuCl₂.2H₂O öncü maddesi ile oda sıcaklığında hazırlanan numunenin FTIR sonucu

528,4 ve 606 cm⁻¹ Cu-O gerilme titreşimine, 3000-3600 cm⁻¹ O-H gerilme titreşimine uymaktadır. 1300-4000 cm⁻¹ arasındaki absorpsiyon bantları nano yapılı CuO kristallerinin yüzeyine kimyasal ve/veya fiziksel olarak absorplanmış H₂O ve moleküllerinden dolayıdır.

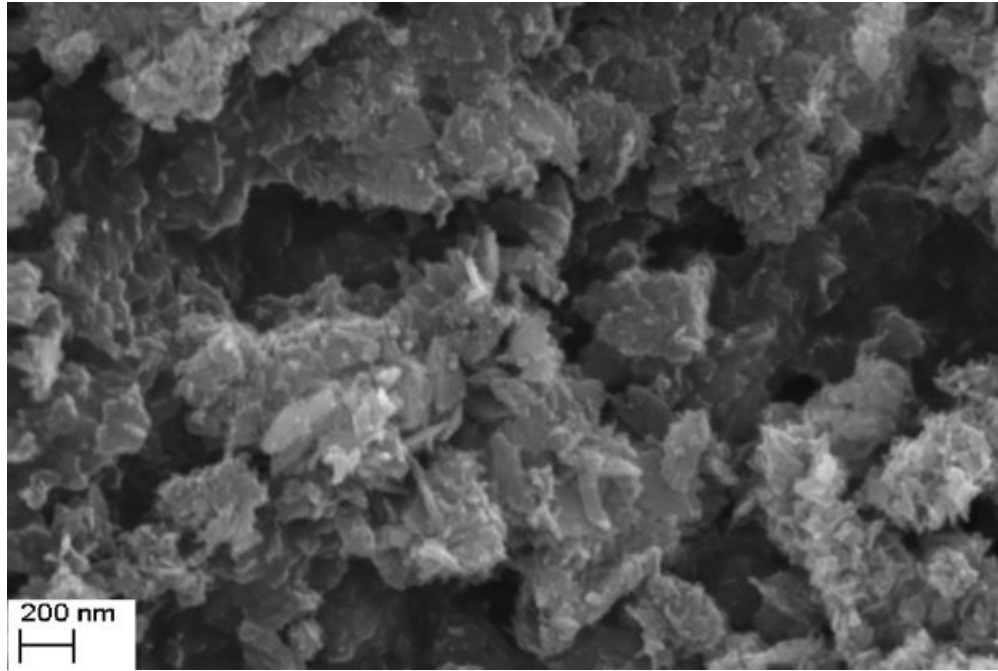
4.5.4. SEM görüntüleri

4.5.4.a. SB12 sürfaktanının etkisi

SB12 sürfaktanı yardımıyla CuSO₄.5H₂O, Cu(NO₃)₂.3H₂O, Cu(CH₃COO)₂.H₂O ve CuCl₂.2H₂O bileşikleri ile NaOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerden elde edilen örnekler için SEM görüntüleri Şekil 4.24’de verilmiştir.

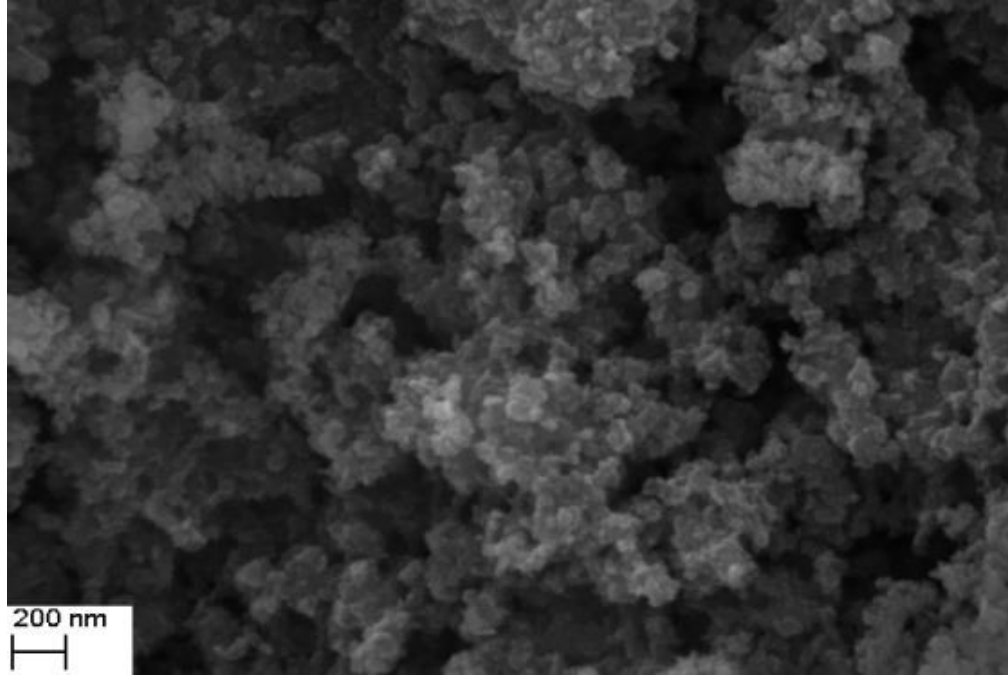


(a)

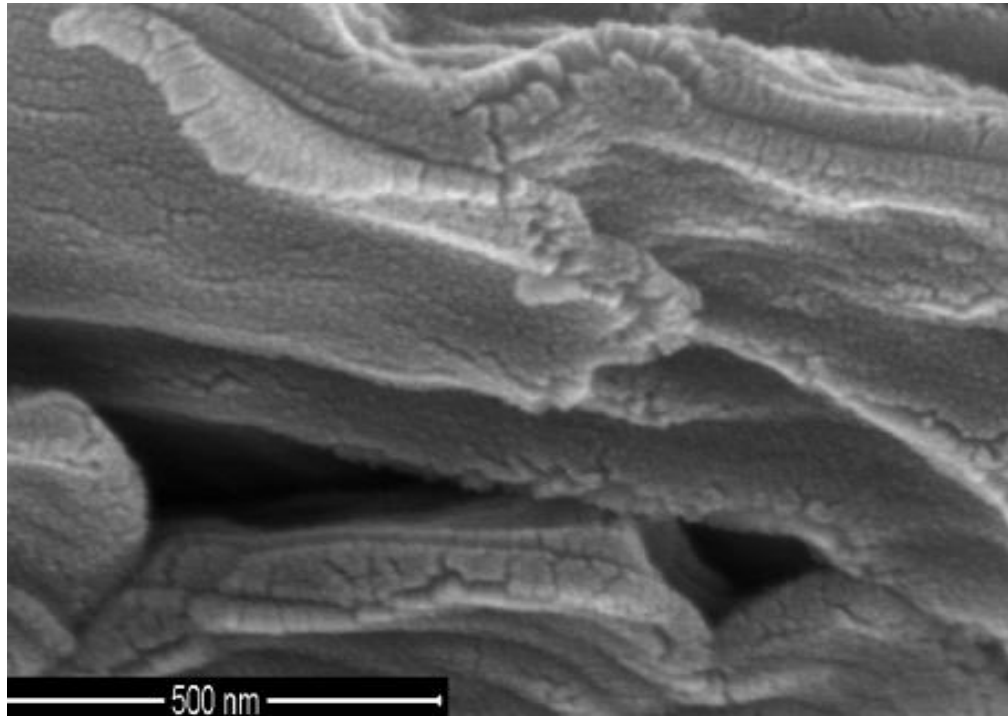


(b)

Şekil 4.24. NaOH ortamında SB12 ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin
a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları



(c)



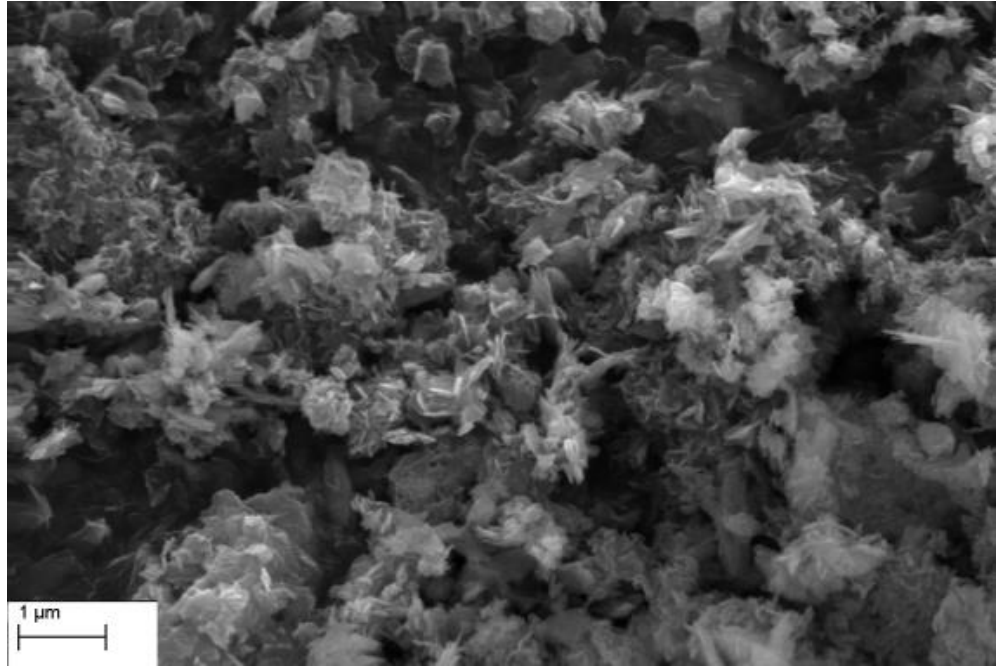
(d)

Şekil 4.24 (devamı)

Şekil 4.24'deki SEM görüntülerine göre $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kullanılarak hazırlanan numunede nano tellerden oluşan, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ kullanılarak hazırlanan numunede nano çiçek benzeri, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile hazırlanan numunede bir araya toplanmış nano partiküller ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ile hazırlanan numune için ise nano kürelerinin topaklanmasıyla oluşan tabakalar benzeri bir yapının olduğu gözlenmiştir.

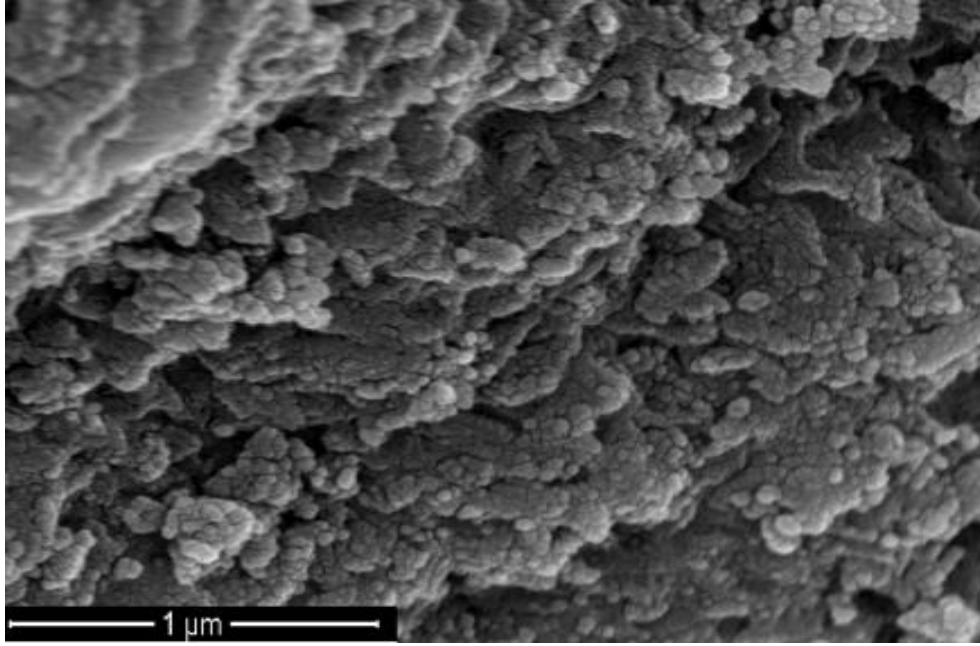
4.5.4.b. CTAB sürfaktanının etkisi

CTAB sürfaktanı yardımıyla $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile NaOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerden elde edilen örnekler için SEM görüntüleri Şekil 4.25'de verilmiştir.



(a)

Şekil 4.25. NaOH ortamında CTAB ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları



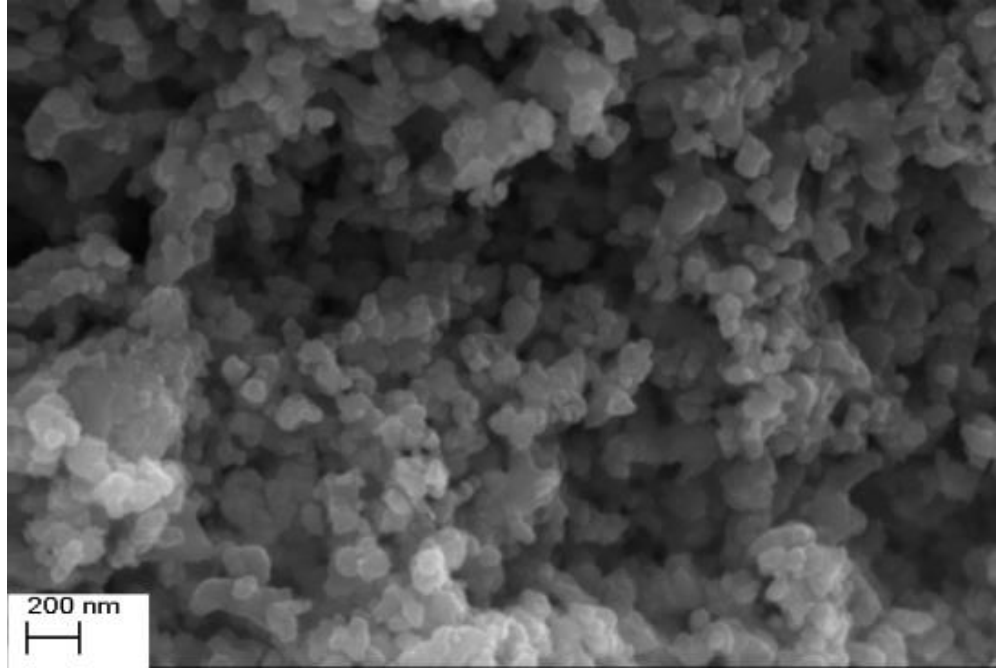
(b)

Şekil 4.25 (devamı)

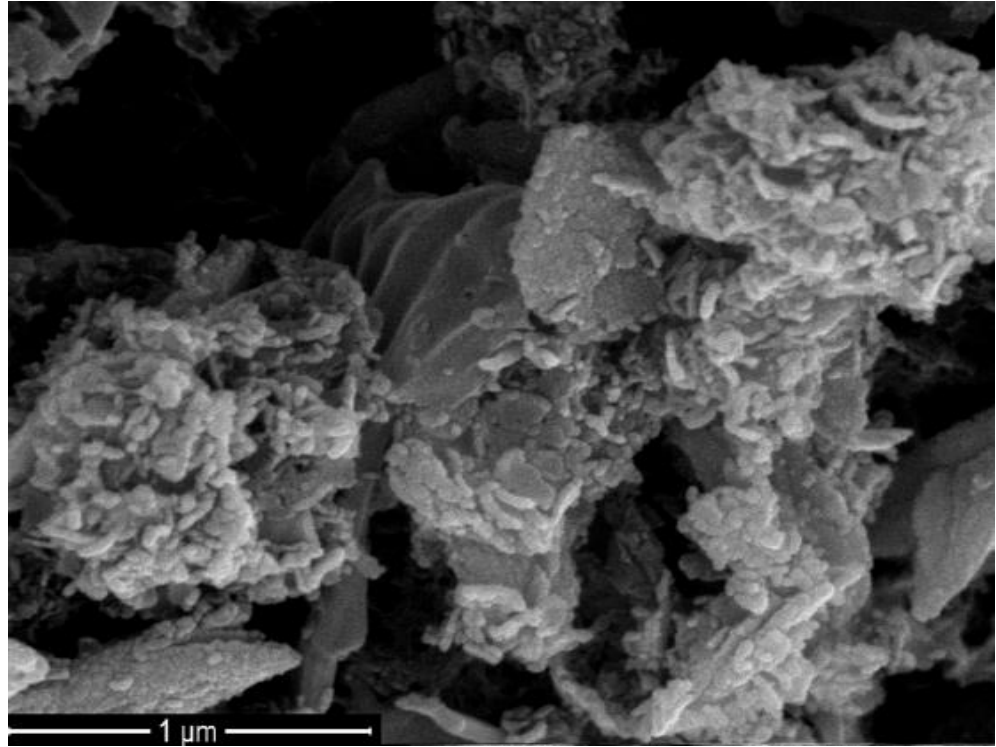
CTAB'ın etkisiyle $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ için çiçek benzeri, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için küçük parçacıklardan oluşan bir nano yapı elde edilmiştir. Literatürde $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp sensör olarak kullanılan, bir araya toplanmış küçük parçacıklardan oluşan nano CuO (Li *et al.*) ile benzer bir yapı olduğu tespit edilmiştir.

4.5.4.c. SDS sürfaktanının etkisi

SDS sürfaktanı yardımıyla $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile NaOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerden elde edilen örnekler için SEM görüntüleri Şekil 4.26'da verilmiştir.

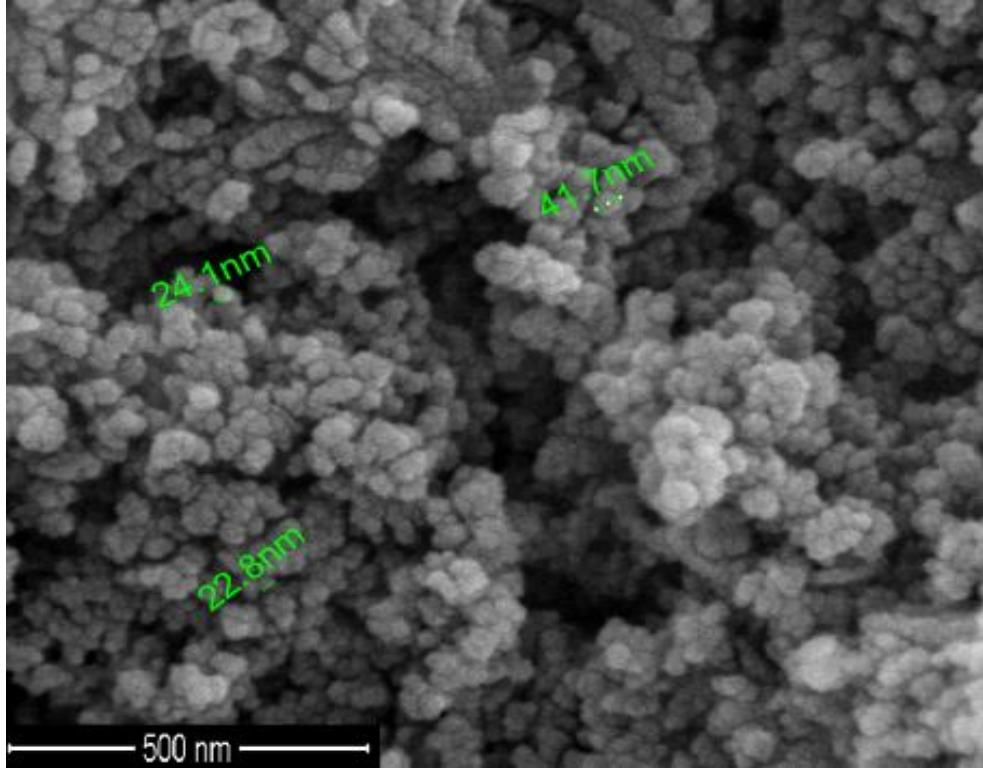


(a)

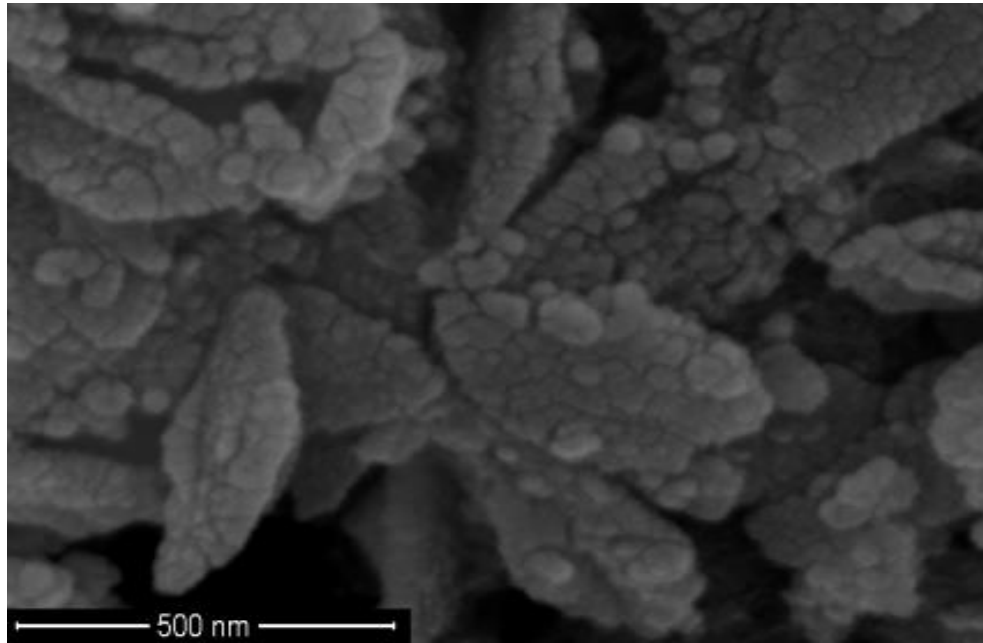


(b)

Şekil 4.26. NaOH ortamında SDS ile hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin
a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları



(c)



(d)

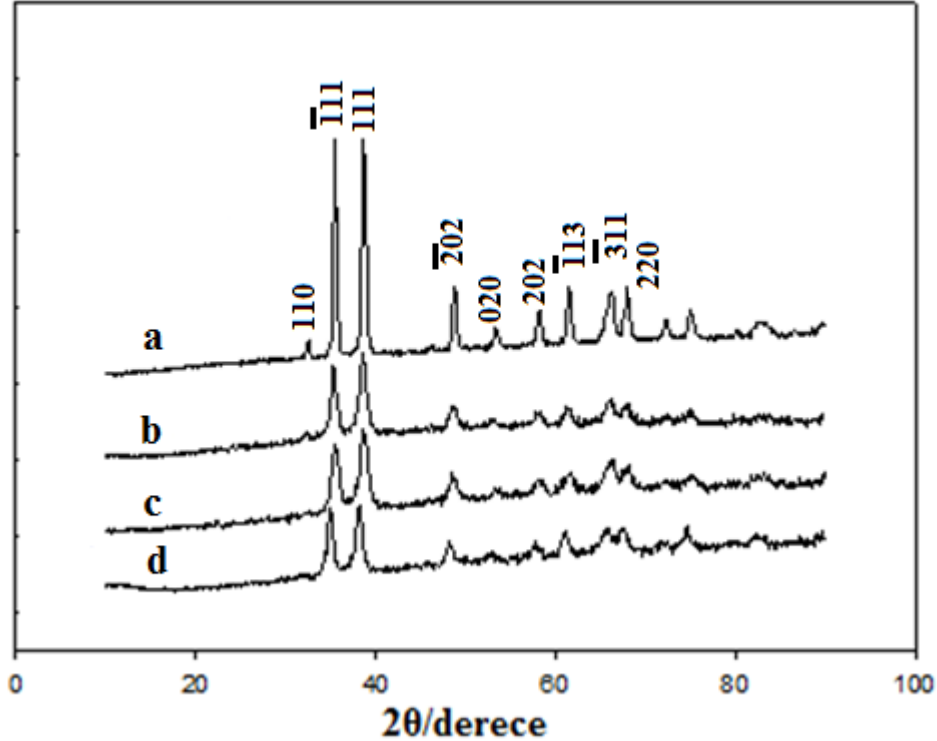
Şekil 4.26 (devamı)

SDS'nin etkisiyle ise; $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ için nano partikül $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için ise nano partiküllerin bir araya gelmesiyle meydana gelen nano yaprak benzeri bir yapı görülmektedir.

4.6. NaOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ Öncü Maddeleri ile Hazırlanan Kalsine Numunelerin Yapısal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu

4.6.1. XRD Sonuçları

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile NaOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen örnekler için XRD sonuçları Şekil 4.27'de verilmiştir.

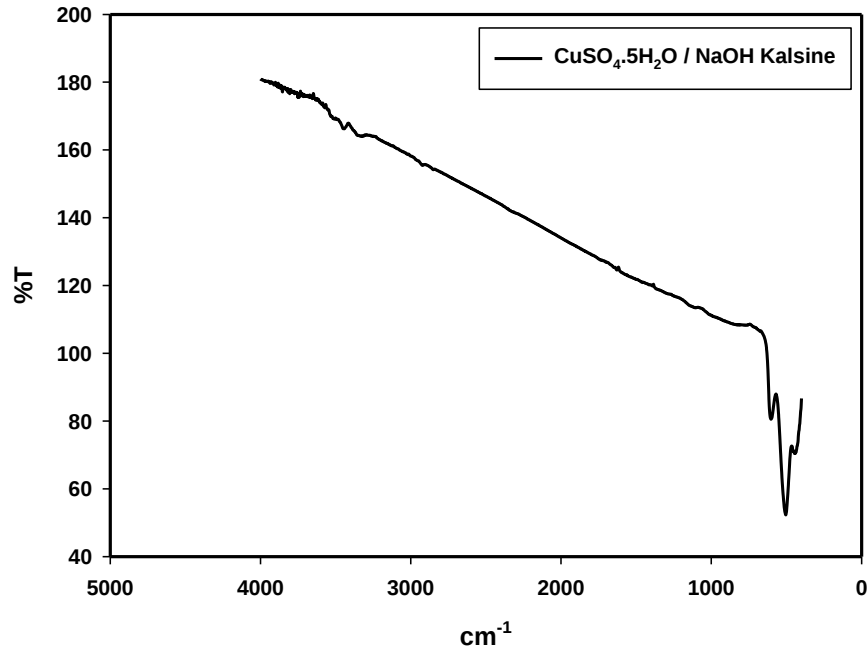


Şekil 4.27. NaOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen numunelerin, a) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, b) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ için XRD sonuçlar

NaOH ortamında hazırlanıp oda sıcaklığında kurutulan numunelerin 500°C’de kalsinasyonu ile de monoklinik yapıda CuO (JCPDS 45-0937) piklerinin elde edildiği ve safsızlık olmadığı tespit edilmiştir.

4.6.2. FTIR sonuçları

NaOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp kalsine edilen numunenin FTIR sonucu Şekil 4.28’de verilmiştir.

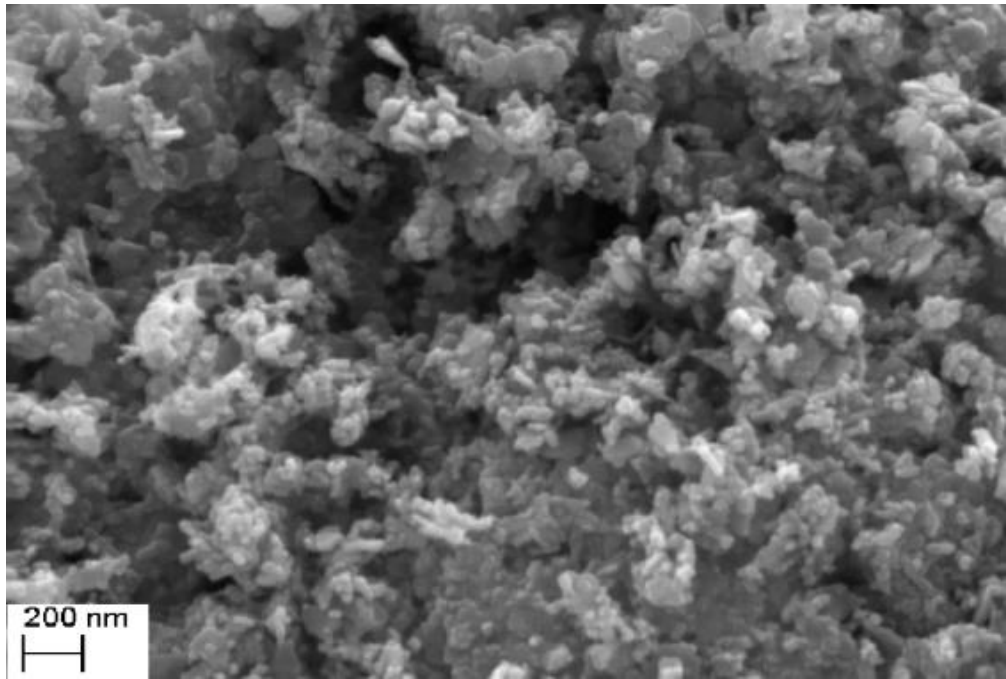


Şekil 4.28. NaOH ortamında $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanıp kalsine edilen numunenin FTIR sonucu

NaOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen numuneler için de 528,4 ve 606 cm^{-1} Cu-O gerilme titreşimine uymaktadır. Diğer öncü maddeler ile hazırlanan numuneler için benzer sonuçlar elde edilmiştir.

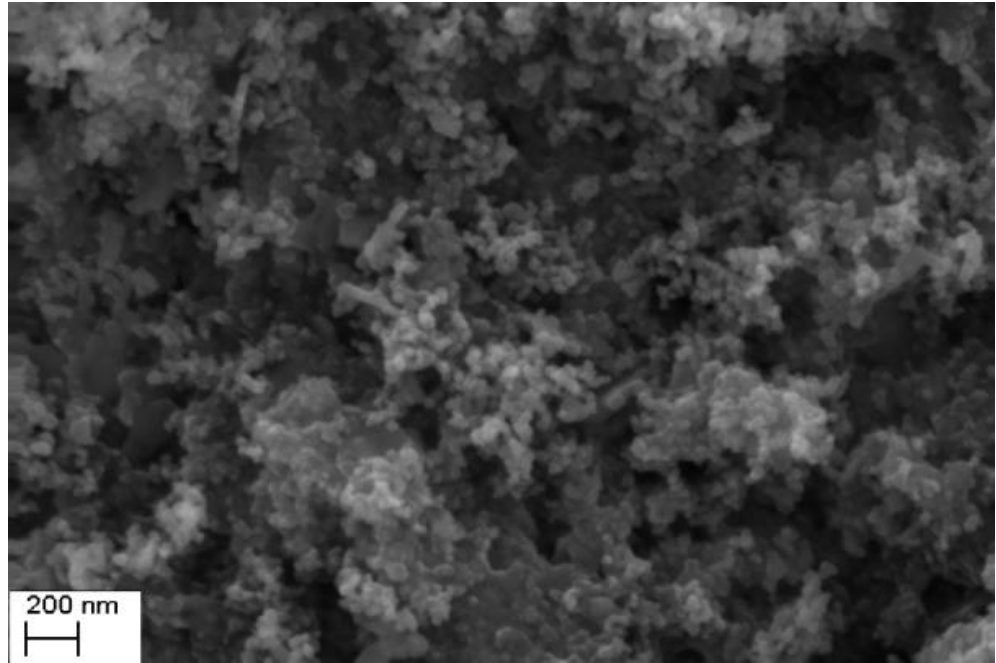
4.6.2. SEM görüntüleri

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile NaOH ortamında SB12 sürfaktanı ile hazırlanıp kalsine edilen örnekler için SEM görüntüleri Şekil 4.29’da, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve NaOH ortamında CTAB sürfaktanının etkisi Şekil 4.30’da ve SDS sürfaktanının etkisi Şekil 4.31’de gösterilmiştir.

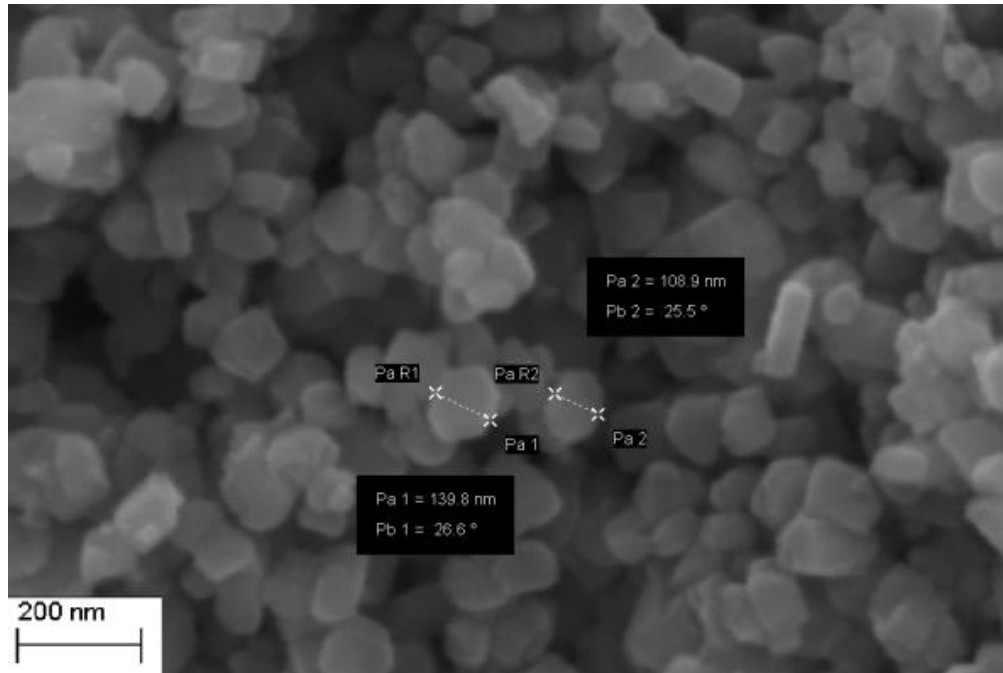


(a)

Şekil 4.29. NaOH ortamında SB12 ile hazırlanan ve kalsine edilen numunelerin a) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ b) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ c) $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ d) $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için SEM sonuçları

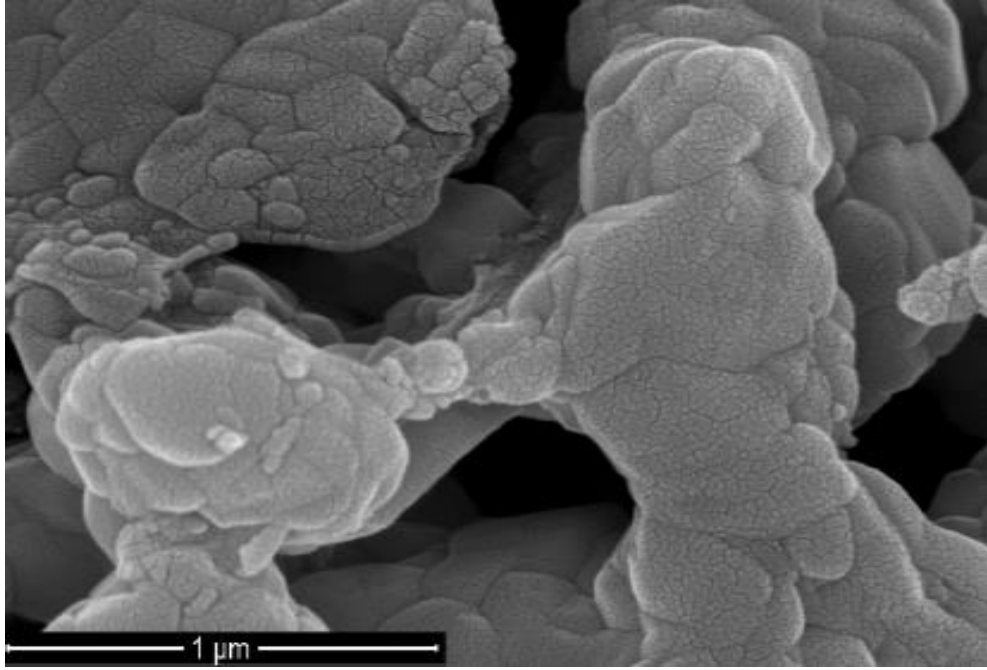


(b)



(c)

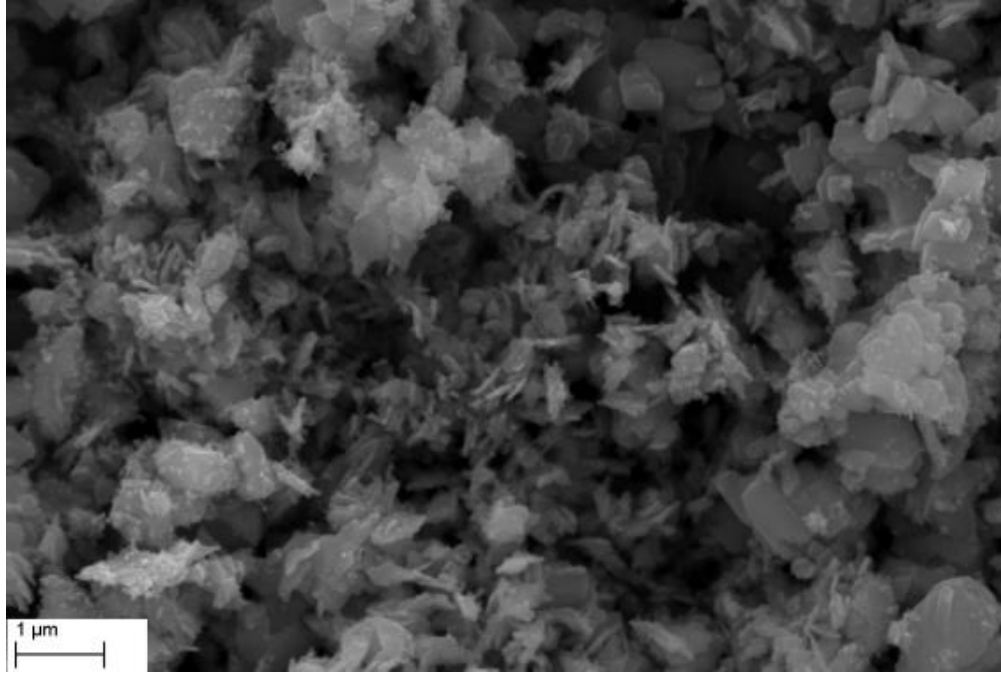
Şekil 4.29. (devamı)



(d)

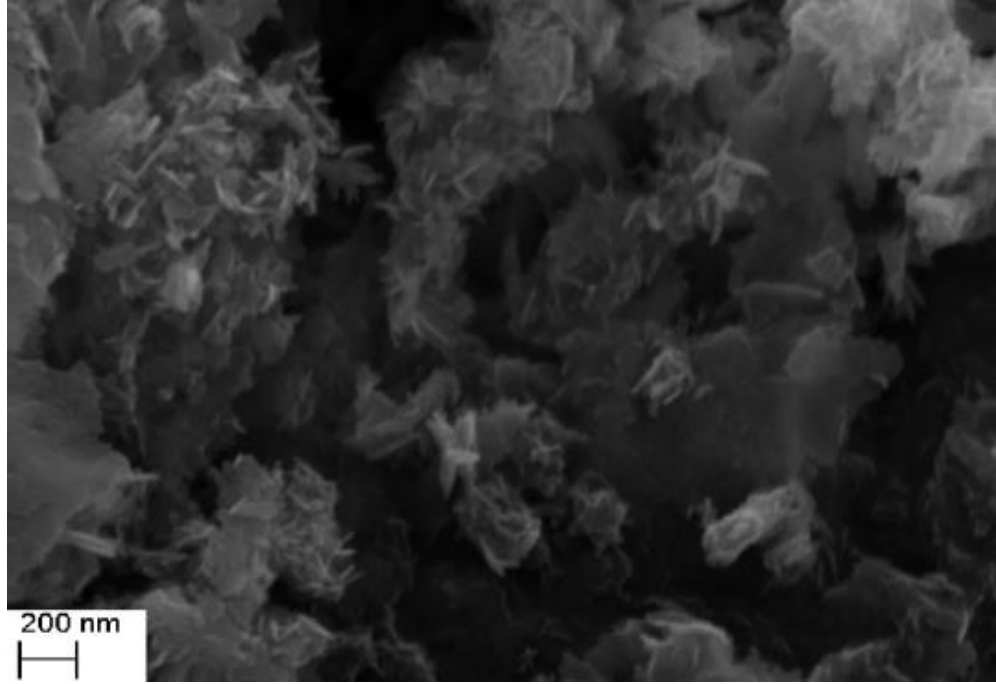
Şekil 4.29 (devamı)

Şekil 4.29'daki SEM görüntülerine göre $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ için yaklaşık 120 nm çaplı yüksek küresel şekilli nano partiküllerin olduğu görülmüştür. Karvan ve grubu tarafından ise bakır asetat öncü maddesi kullanılarak benzer nano partiküllerin elde edildiği tespit edilmiştir (Karvan *et al.*). $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ için bir araya toplanmış nano partiküllerin ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için karnabahar benzeri bir yapının olduğu görülmektedir.



Şekil 4.30. NaOH ortamında CTAB ile hazırlanan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kalsine numune için SEM sonucu

Şekil 4.30’da $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi kullanılarak sentezlenen kalsine numune de CTAB sürfaktanın etkisi incelendiğinde nano çiçek oluşumu gözlenmiştir.

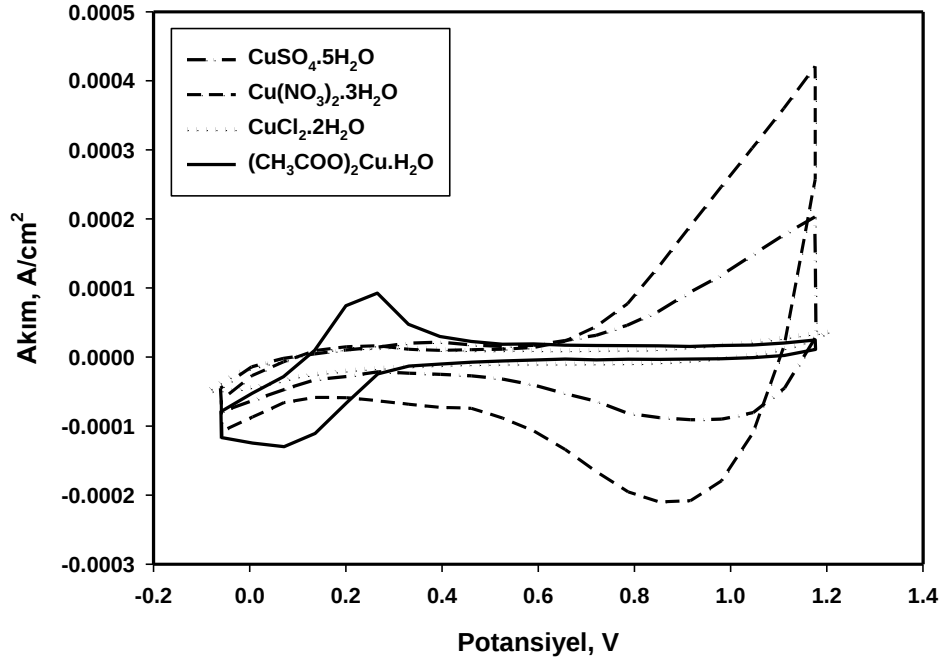


Şekil 4.31. NaOH ortamında SDS ile hazırlanan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kalsine numune için SEM sonucu

SDS sürfaktanlarının kalsine numunelerde ki etkisine bakıldığında ise yine nano çiçek benzeri yapılar oluştuğu tespit edilmiştir.

4.6.4. CV sonuçları

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri ile KOH ortamında hazırlanıp kalsine edilen örneklerin CV sonuçları Şekil 4.32’de verilmiştir.

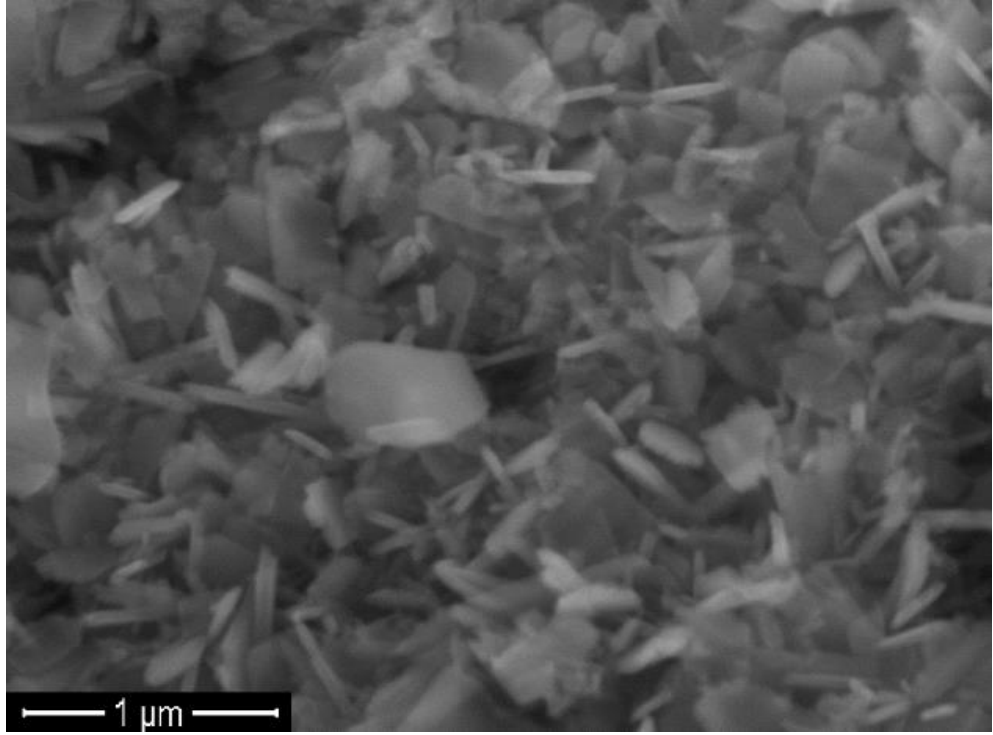


Şekil 4.32. NaOH ortamında SB12 ile $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için hazırlanan kalsine numunelerin CV sonuçları

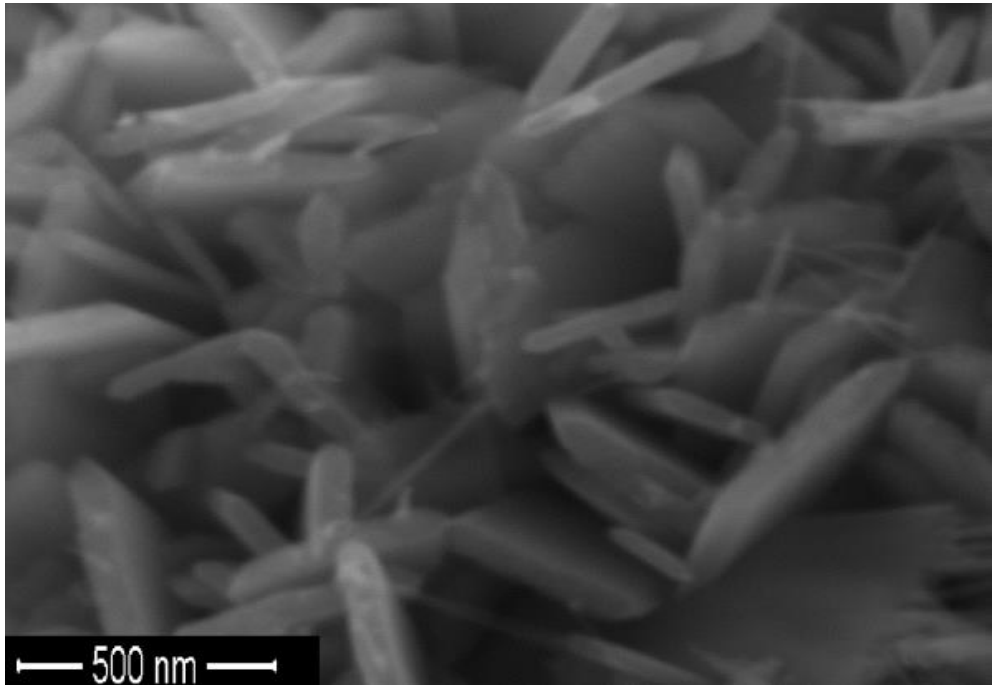
Şekil 4.32’de ki NaOH ortamında hazırlanan kalsine numunelerin CV sonuçlarına göre de CV eğrilerinin alan sıralaması $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 > \text{CuSO}_4 > (\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{Cu} > \text{CuCl}_2$ şeklindedir. Yine buna göre en yüksek spesifik kapasitansa sahip örnek $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ile hazırlanan iken en düşük spesifik kapasitansa sahip $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile hazırlanan örnektir.

4.7. Farklı Reaksiyon Sıcaklıklarında $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ Ortamında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile hazırlanan numunelerin SEM görüntüleri

50, 75 ve 100°C reaksiyon sıcaklıklarında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında ve SB12, CTAB ve SDS sürfaktantları yardımıyla elde edilen nano boyutlu CuO numunelerinin SEM görüntüleri Şekil 4.33-4.35’de gösterilmiştir.

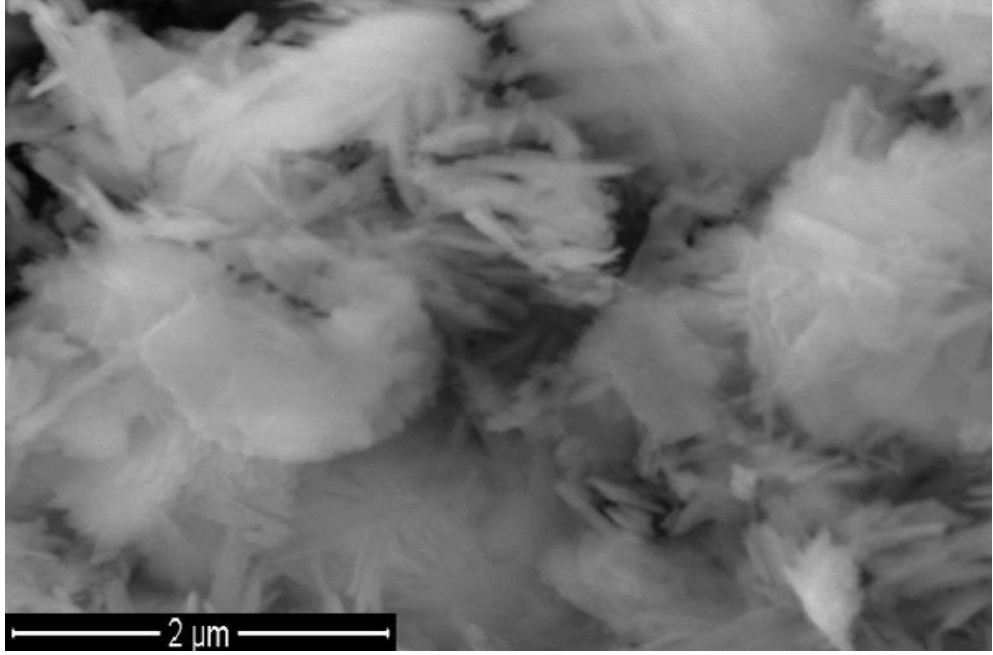


(a)



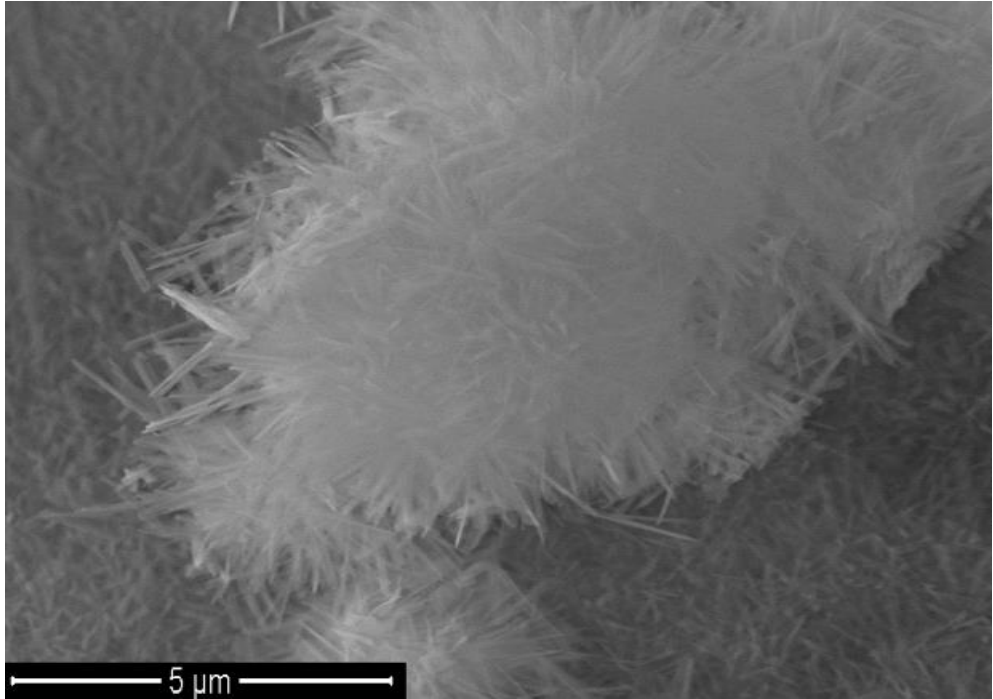
(b)

Şekil 4.33. Farklı reaksiyon sıcaklıklarında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında ve SB12 sürfaktantı yardımıyla elde edilen nano boyutlu CuO numunelerinin SEM görüntüleri
* a) 50°C b) 75°C c) 100°C



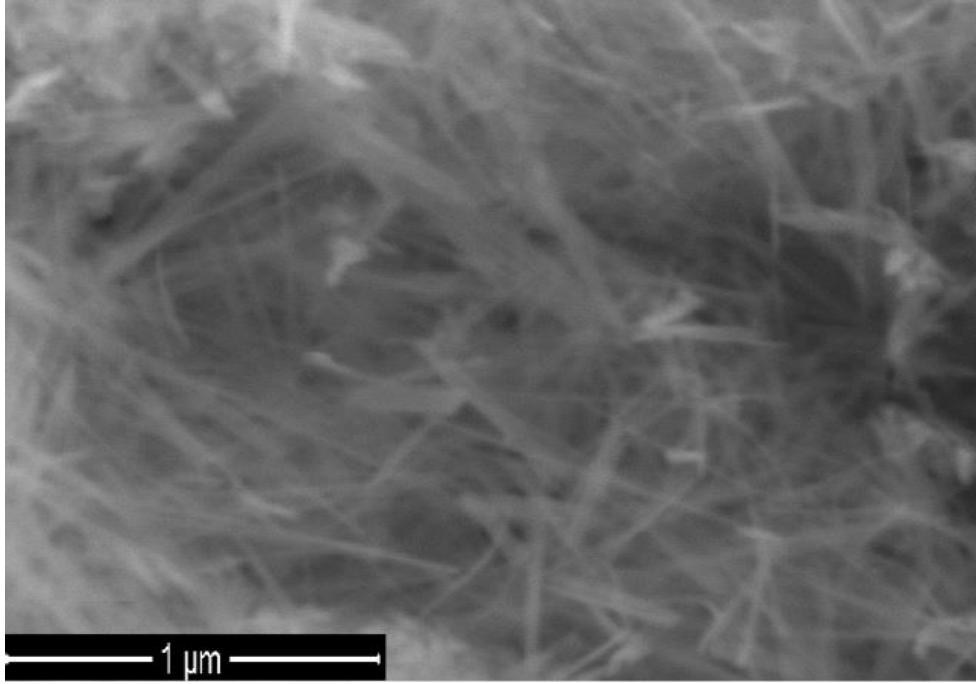
(c)

Şekil 4.33 (devamı)

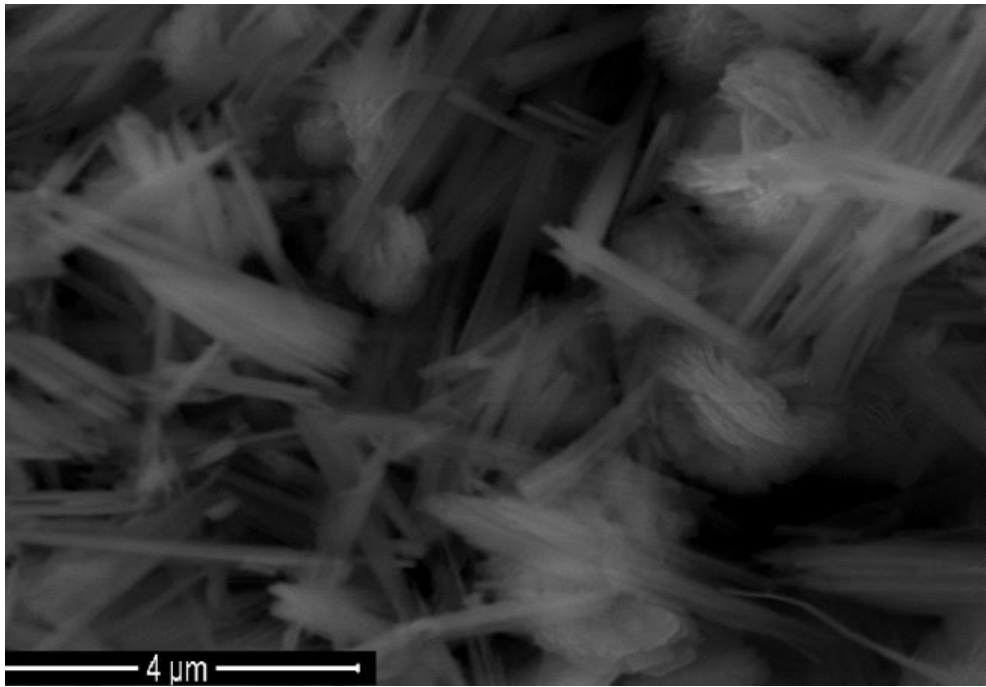


(a)

Şekil 4.34. Farklı reaksiyon sıcaklıklarında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında ve CTAB sürfaktantı yardımıyla elde edilen nano boyutlu CuO numunelerinin SEM görüntüleri
a) 50°C b) 75°C c) 100°C

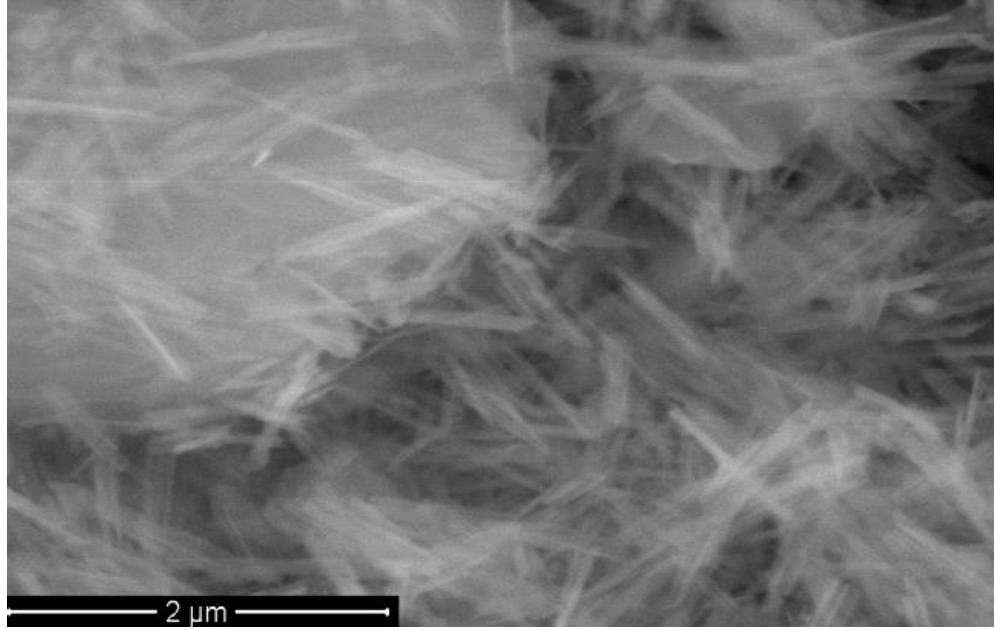


(b)

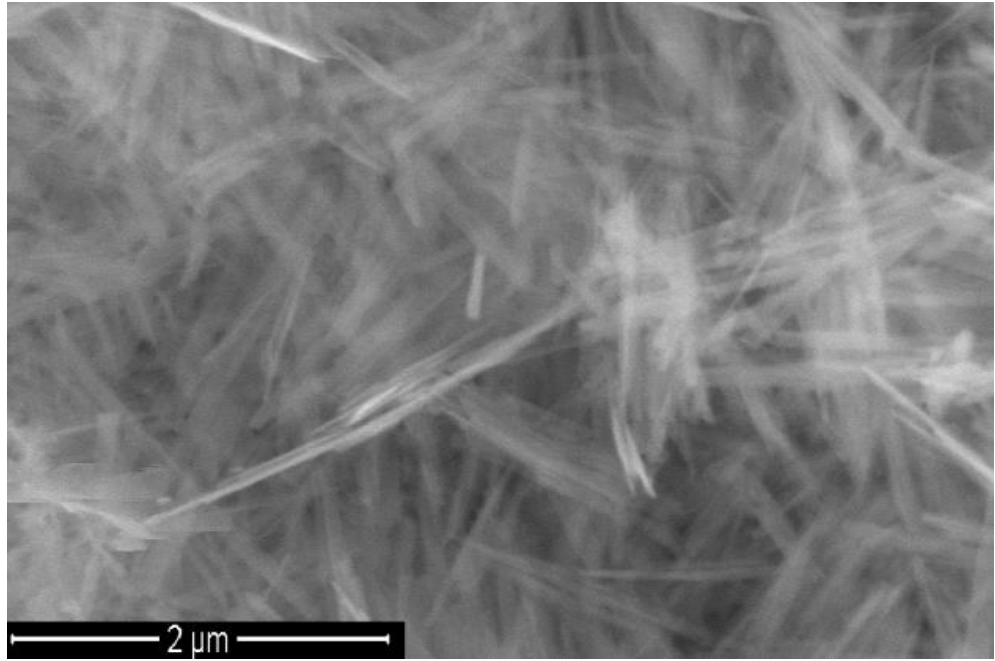


(c)

Şekil 4.34 (devamı)

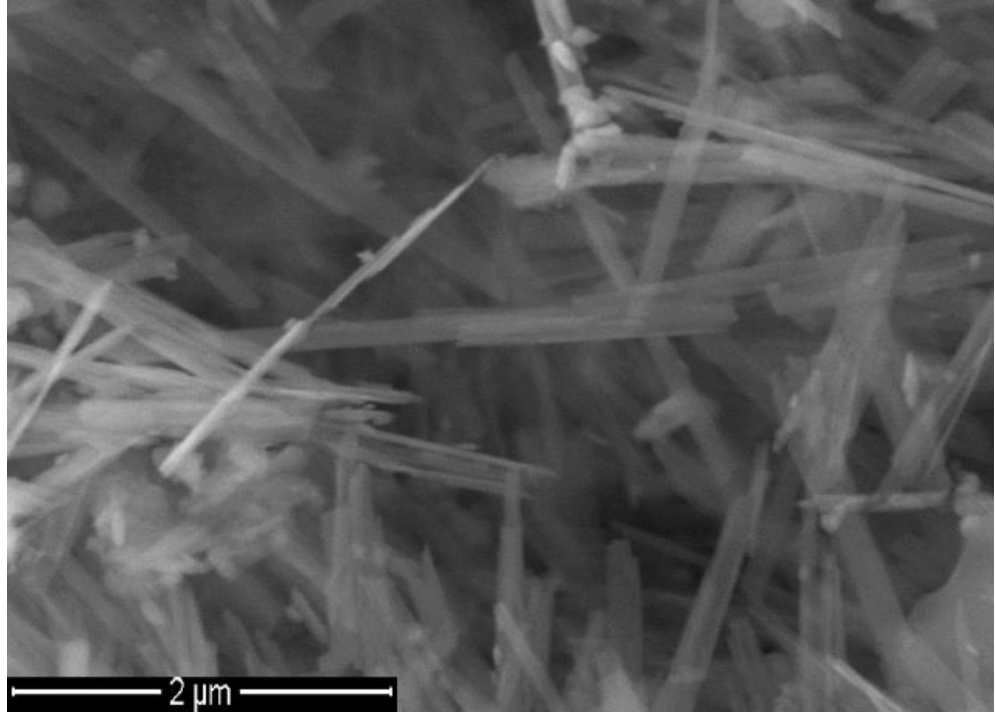


(a)



(b)

Şekil 4.35. Farklı reaksiyon sıcaklıklarında $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında ve SDS sürfaktantı yardımıyla elde edilen nano boyutlu CuO numunelerinin SEM görüntüleri
a) 50°C b) 75°C c) 100°C



(c)

Şekil 4.35 (devamı)

Farklı reaksiyon sıcaklıklarında sentezin yapıldığı numuneler için alınan SEM görüntülerinde (Şekil 4.33, 4.34 ve 4.35) kristal nano iğnemsî yapısının oluştuğu gözlenmiştir. SB12 ile hazırlanan numune için plaka şeklinde olan yapının giderek bozulduğu ve aglomera bir yapıya dönüştüğü görülmüştür. Benzer şekilde CTAB ile hazırlanan numunelerde 50°C’da daha belirgin olan nano tel yapısı 75 ve 100°C için bozulmaya başlamıştır. SDS ile hazırlanan numunelerin yapılarında ise büyük bir farklılık gözlenmemiştir.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Literatür çalışmalarında genellikle tek bir bakır tuzu ve bir çöktürücü ortam kullanılarak nano yapıları CuO elde edilmektedir. Yapılan çalışmada ise dört farklı bakır tuzu ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), üç farklı çöktürücü ortam ($\text{NH}_3 + \text{KOH}$, KOH , NaOH) ve üç farklı sürfaktan (SB12, CTAB, SDS) yardımıyla elde edilen nano boyutlu CuO'lerin yapısal ve elektrokimyasal karakterizasyonları incelenmiş ve karşılaştırılmıştır.

Elde edilen XRD sonuçlarında, $\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında tüm bakır bileşiklerinde $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'in olduğu, KOH ortamında $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 'dan elde edilen örneklerin $\text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ yapısında, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan hazırlanan örneklerin monoklinik CuO ve diğerlerinin ortorombik $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'den olduğu, NaOH ortamında ki XRD sonuçlarına göre ise $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için oluşan piklerin $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ için oluşan piklerin ise monoklinik CuO pikleri ile uyumlu olduğu tespit edilmiştir. Tüm elde edilen partiküllerin 500°C 'de kalsinasyonu sonucunda hepsinin monoklinik CuO'e dönüştüğü görülmektedir.

Örneklerden elde edilen TGA sonuçlarına göre genellikle benzer ağırlık azalması eğrileri elde edilmiştir. Oda sıcaklığından 180°C 'ye kadar görülen kütle kayıplarının yüzey neminden, 180°C 'den sonra meydana gelen ağırlık kaybının ise $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'in CuO'e dönüşümünden meydana geldiği görülmektedir. Toplam kütle kaybının %19-20 arasında olması bu örneklerin $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 'den CuO'e dönüştüğünü göstermektedir ve XRD sonuçlarını desteklemektedir. Diğerlerinden farklı olarak, KOH ortamında $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi ile elde edilen partiküllerin ağırlık azalması %31-32 civarındadır. Bu örnek de ağırlık azalmasının fazla olması, XRD sonucunda tespit edilen $\text{Cu}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ nun dehidratasyonunun bir sonucudur.

FTIR sonuçlarında tüm örneklerde kalsinasyon öncesi mevcut olan O-H bağlarının kalsinasyon sonucunda kaybolduğu ve sadece Cu-O bağlarının bulunduğu tespit edilmiştir.

Yapılan çalışmanın odak noktasını farklı ortamlarda oluşan nano partiküllerin şekilleri ve kapasitans özellikleri oluşturmaktadır.

NH_3+KOH ortamında elde edilen örneklerin SEM görüntülerinde $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ öncü maddesi kullanıldığında 40-50 nm kalınlığında kemer benzeri şekil, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ ortamında elde edilen örneklerde plaka şeklinde, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ ortamında elde edilen örnekte nano partiküllerin bir araya gelmesiyle yapraksı bir görünüm alan nano yapıların oluştuğu görülmektedir. SDS sürfaktanın etkisinde, yaklaşık 35-50 nm de oluşan nano çubukların meydana geldiği görülmektedir. CTAB sürfaktanın etkisinde, nano çubuk, nano çiçek ve levha şeklinde yapıların oluştuğu tespit edilmiştir. Kalsine edilen örneklerden alınan SEM görüntülerinde nano çubuk ve nano levha yapılarının bozulmaya başladığı görülmektedir.

KOH ortamında elde edilen örneklerin SEM görüntülerinde, $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ için nano çubuk, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ için nano çiçek, $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ için ise 100 nm çapa sahip nano partiküller ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ kullanıldığında elde edilen örnekte ise nano partiküllerin bir araya gelmesiyle karnabahar benzeri bir yapı gözlenmiştir. Sürfaktanın etkisine bakıldığında CTAB sürfaktanın kullanıldığı örneklerde nano partikül, SDS sürfaktanın kullanıldığı örneklerde ise nano çiçek ve aglomera nano partiküllerden oluştuğu tespit edilmiştir. NH_3+KOH ortamında olduğu gibi kalsine örneklerde yapıların kısmen bozunmaya başladığı görülmektedir.

NaOH ortamında elde edilen örneklerin SEM görüntülerinde, $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ kullanılarak hazırlanan numunede nano teller, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.3\text{H}_2\text{O}$ için nano çiçek benzeri, $\text{CuCl}_2.2\text{H}_2\text{O}$ için bir araya toplanmış nano partiküller ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$ ile hazırlanan numune için ise nano partiküllerin aglomere olmasından oluşan tabakalı yapı olduğu gözlenmiştir. CTAB'ın etkisinde $\text{CuSO}_4.5\text{H}_2\text{O}$ için çiçek benzeri, $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2.\text{H}_2\text{O}$

için ise bir araya toplanmış nano partiküllerden oluşan bir yapı, SDS için ise; $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ için nano partikül, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için ise nano partiküllerin bir araya gelmesiyle meydana gelen nano yaprak benzeri bir yapı görülmektedir. Kalsine edilen örneklerde $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ için yaklaşık 120 nm çaplı nano partiküllerin, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ için bir araya toplanmış nano partiküllerin ve $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ için karnabahar benzeri bir yapının oluştuğu görülmektedir. CTAB ve SDS sürfaktanlarının kalsine numunelerde ki etkisine bakıldığında ise nano çiçek benzeri yapılar oluştuğu tespit edilmiştir.

$\text{NH}_3 + \text{KOH}$ ortamında hazırlanan ve kalsine edilen örneklerin CV sonuçlarına göre CV eğrilerinin alan sıralaması $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} > \text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} > \text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} > \text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ şeklindedir. KOH ve NaOH ortamında hazırlanan ve kalsine edilen örneklerin CV sonuçlarına göre CV eğrilerinin alan sıralaması $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} > \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} > \text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O} > \text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ şeklindedir. Görüldüğü gibi her iki ortamda da en yüksek spesifik kapasitansa $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 'den elde edilen ve en düşük spesifik kapasitansa CuCl_2 'den elde edilen nano yapıları CuO partiküllerinin sahip olduğu gözlemlenmektedir.

Reaksiyon sıcaklığının etkisinde, genellikle tüm örneklerde nano iğnemi yapıların oluştuğu ve sıcaklık artışı ile bu yapıların daha ince şekle dönüştüğü görülmektedir.

Yapılan bu çalışmada farklı ortam ve reaktantlarla elde edilen örneklerin karakterizasyonu yapıldı. Gelecek çalışmalarımızda ise elde edilen farklı yapılardaki bu örneklerin yüzey alanları da ölçülüp değerlendirilerek herhangi bir CuO kullanım alanında farklı yapıların etkileri incelenecektir.

KAYNAKLAR

- Ahmadi, S. J., Sadjadi, S., Hosseinpour, M., 2012. Adsorption Behavior of Toxic Metal Ions on Nano- Structured CuO Granules. *Separation Science and Technology*. 47, 1063-1069.
- Altınçekiç, T., 2007. Nanoboyutlu Bakır İçeren İkili Katalizörlerin Hazırlanması ve Tanımlanması. Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Bayansal, F., Kahraman, S., Çankaya, G., Çetinkara, H. A., Güder, H. S., Çakmak, H. M., 2011. Growth of Homogenous CuO Nano-Structured Thin Films By a Simple Solution Method. *Journal of Alloys and Compounds*. 509, 2094–2098.
- Bayrakçeken, A., Ak, M., Öznülüer, T., 2013. PEM Yakıt Pilleri için Süperkritik Karbondioksit Depozisyon Yöntemi ile İletken Polimer Destekli Katot Katalizörü Hazırlanması. Final Raporu. TÜBİTAK, Ankara.
- Beşergil, B., 2013. Termal Analiz Yöntemleri. Celal Bayar Üniversitesi, http://www.bayar.edu.tr/besergil/23_BOLUM_6.pdf (14.06.2013).
- Bhist, V., Rajeev, K.P., Banerjee, S., 2010. Anomalous Magnetic Behavior of CuO Nanoparticles. *Solid State Communications*. 150, 884-887.
- Biçer, M., 2008. Bakır Nanopartiküllerinin Sentezi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- Chen, J.T., Zhang, F., Wang, J., Zhang, G.A., Miao, B.B., Fan, X.Y., Yan, D., Yan, P.X., 2008. CuO Nanowires Synthesized by Thermal Oxidation Route. *Journal of Alloys and Compounds*. 454, 268-273.
- Chen, L.B., Lu, N., Xu, C.M., Yu, H.C., Wang, T.H., 2009. Electrochemical Performance of Polycrystalline CuO Nanowires as Anode Material for Li-ion Batteries. *Electrochimica Acta*. 54, 4198-4201.
- Cullity, B. D., Stock, S.R., 2001. *Elements of X-Rays Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company Inc, 514p.
- Dar, M.A., Kim, Y.S., Kim, W.B., Sohn, J.M., Shin, H.S., 2008. Structural and Magnetic Properties of CuO Nanoneedles Synthesized by Hydrothermal Method. *Applied Surface Science*. 254, 7477-7481.
- Fan, H., Yang, L., Hua, W., Wu, X., Wu, Z., Xie, S., Zou, B., 2004. Controlled Synthesis of Monodispersed CuO Nanocrystals. *Nanotechnology*. 15, 37-42.
- Fathima, N. N., Rajaram, A., Sreedhar, B., Nandal, A.B., 2008. The Formation Of Copper Oxide Nanorods in the Presence of Various Surfactant Micelles. *Indian Journal of Science and Technology*. 1, 1-6.
- Fernandes, D.M., Silva, R., Winkler, A.A., Radovanovic, E., Melo, M.A., Pineda, E. A., 2009. Synthesis and Characterization of ZnO, CuO and a Mixed Zn and Cu Oxide. *Materials Chemistry and Physics*. 115, 110-115.
- Gandhi, S., Subramani, H., Ramakrishnan, T., Sivabalan, A., Dhanalakshmi, V., Gopinathan, M. R., Anbarasan, R., 2010. Ultrasound Assisted One Pot Synthesis Of Nano-Sized CuO and its Nanocomposite With Poly(Vinyl Alcohol). *Journal of Materials Science*. 45, 1688-1694.
- Gençer, Ö., 2009. Bakır Ve Bakır Oksit Nanopartiküllerinin Ultrasonik Sprey Piroliz (Usp) Yöntemi İle Üretimi. Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

- Gheshlaghi, E. A., Shaabani, B., Khodayari, A., Kalandaragh, Y. A., Rahimi, R., 2012. Investigation of the Catalytic Activity of Nano-Sized CuO, Co₃O₄ and CuCo₂O₄ Powders on Thermal Decomposition of Ammonium Perchlorate. *Powder Technology* 217, 330–339.
- Gu, A., Wang, G., Xhang, X., Fang, B., 2010. Synthesis of CuO Nanoflower and Its Application as a H₂O₂ Sensor. *Indian Academy of Sciences*. 33, 17-20.
- Hong, J., Li, J., Ni, Y., 2009. Urchin-Like CuO Microspheres: Synthesis, Characterization, and Properties. [Journal of Alloys and Compounds](#). 481, 610-615.
- Jia, W., Reitz, E., Shimpi, P., Rodriguez, G., Gao, P. X., Lei, Y., 2009. Spherical CuO Synthesized by a Simple Hydrothermal Reaction: Concentrationdependent Size and Its Electrocatalytic Application. [Materials Research Bulletin](#). 44, 1681-1686.
- Jung, A., Cho, S., Cho, W. J., Lee, K. H., 2012. Morpholgy Controlled Synthesis of CuO Nano and Micro Particles Using Microwave Irradiation. *Korean J. Chem. Eng.* 29(2), 243-248.
- Kannadasan, N., Ramanathan, K., Suresh, S., 2012. Comparison of Heat Transfer and Pressure Drop in Horizontal and Vertical Helically Coiled Heat Exchanger with CuO/Water Based Nano Fluids. [Experimental Thermal and Fluid Science](#). 42, 64-70.
- Karthik, K., Jaya, N.V., Kanagaraj, M., Arumugam, S., 2011. Temperature-Dependent Magnetic Anomalies of CuO Nanoparticles. *Solid State Communication*. 151, 564-568.
- Karvan, O., Sirkecioğlu, A., Atakül, H., 2009. Investigation of nano-CuO/mesoporous SiO₂ Materials as Hot Gas Desulphurization Sorbents. *Fuel Processing Technology*. 90, 1452–1458.
- Kelsall, R.W., Hamley, I.W., Geoghegan, M., 2005. *Nanoscale Science and Technology*. John Wiley & Sons Ltd, 473p, England.
- Kılıç, G.B., Karahan, A.G., 2010. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi ve Laktik Asit Bakterilerinin Tanısında Kullanılması. *Gıda*. 35, 445-452.
- Li, Y., Liang, J., Tao, Z., Chen, J., 2008. CuO Particles and Plates: Synthesis and Gas-Sensor Application. *Materials Research Bulletin*. 43, 2380–2385.
- Midander, K., Cronholm, P., Karlsson, L., Elihn, K., Möller, L., Leygraf, C., Wallinder, O. I., 2009. Surface Characteristics, Copper Release AND Toxicity of Nano and Micrometer-Sized Copper and Copper (II) Oxide Particles: A Cross Disciplinary Study. *Small*. 3, 389–399.
- Ming, H., Pan, K., Liu, Y., Li, H., He, X., Ming, J., Ma, Z., Kang, Z., 2011. Electrochemical fabrication of Cu(OH)₂ of CuO Nanostructures and Their Catalytic Properties. *Journal of Crystal Growth*. 327, 251-257.
- Pike, J., Chan, S.W., Zhang, F., Wang, X., Hanson, J., 2006. Formation of Stable Cu₂O from Reduction of CuO Nanoparticles. *Applied Catalysis A: General*. 303, 273-277.
- Rae, L., 2006. *The Role of Nanotechnology in the Semiconductor Industry*.
- Ratner, M., Ratner, D., 2002. *Nanotechnology: A Gentle Introduction to the Next Big Idea*. Prentice Hall, 208p, USA.
- Salager, J. L. 2002. *Surfactants types and uses*. Universidad de Los Andes, 50 p, Venezuela.

- Viano, A., Mishra, S. R., Lloyd, R., Losby, J., Gheyi, T., 2003. Thermal Effects on ESR Signal Evolution in Nano and Bulk CuO Powder. [Journal of Non-Crystalline Solids](#). 325, 16-21.
- Wang, W., Liu, Z., Liu, Y., Xu, C., Zheng C., Wang, G., 2003. A Simple Wet-Chemical Synthesis and Characterization of CuO Nanorods. *Applied Physics*. 76, 417-420.
- Wang, W., Zhou, Q., Fei, X., He, Y., Zhang, P., Zhang, G., Peng, L., Xie, W., 2010. Synthesis of CuO Nano- And Micro-Structures and Their Raman Spectroscopic Studies. *The Royal Society of Chemistry*. 12, 2232-2237.
- Xihua, Z., Min, X., 2010. Preparation of Nanoscale CuO Powders. *Advanced Materials Research*. 113-114, 1770-1773.
- Xu, L.J., Zhao, J.X., Zhang, T., Ren, G.G., Yang, Z., 2008. In Vitro Study on Influence of Nano Particles of CuO on CA1 Pyramidal Neurons of Rat Hippocampus Potassium Currents. *Environmental Toxicology*. 10, 211-217.
- Yang, X. L., Zhu, Y. J., Tong, H., Li, L., Zhang, L., 2008. Multistep Synthesis of CuO Nanorod Bundles and Interconnected Nanosheets Using Cu₂(OH)₃Cl Plates as Precursor. *Materials Chemistry and Physics* 112, 442-447.
- Zhang, H., Zhang, M., 2008. Synthesis of CuO Nanocrystalline and Their Application as Electrode Materials for Capacitors. [Materials Chemistry and Physics](#). 108, 184-187.
- Zhang, L., Lu, W., Feng, Y., Ni, J., Lü, Y., Shang, X., 2008. Facile Synthesis of Leaf-like Cu(OH)₂ and Its Conversion into CuO with Nanopores. *Acta Phys. Chim. Sin.* 24(12) 2257-2262.
- Zhang, X., Guo, Y. G., Liu, W. M., Hao, J. C., 2008. CuO Three-Dimensional Flowerlike Nanostructures: Controlled Synthesis and Characterization. 103, 114304-1.
- Zhang, X., Wang, G., Liu, X., Wu, J., Li. M., Gu. J., Li. H., Fang. B., 2008. Different CuO Nanostructures: Synthesis, Characterization, and Applications for Glucose Sensors. *The Journal of Physical Chemistry*. 112, 16845-16849.
- Zhao, Y., Zhao, J., Li, Y., Ma, D., Hou, S., Li, L., Hao, X., Wang, Z., 2011. Room Temperature Synthesis of 2D CuO Nanoleaves in Aqueous Solution. *Nanotechnology*. 22, 9p.

ÖZGEÇMİŞ

1988 yılında Erzurum’da doğdu. İlk ve orta öğrenimini Erzurum’da tamamladı. 2006 yılında girdiği Atatürk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi’nden 2010 yılında Kimya Mühendisi unvanıyla mezun oldu. 2010 yılında Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Nanobilim ve Nanomühendislik ana bilim dalında yüksek lisans eğitimine başladı.