



**MANYETİT NANOPARTİKÜLLERİN SENTEZİ,  
KOLLOİDAL KARARLILIĞININ ARAŞTIRILMASI  
VE NANOAKIŞKAN UYGULAMASI**

**2023  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

**Abdulgani EL MAKSUR**

**Tez Danışmanı  
Doç. Dr. Nurettin ELTUĞRAL**

**MANYETİT NANOPARTİKÜLLERİN SENTEZİ, KOLLOİDAL  
KARARLILIĞININ ARAŞTIRILMASI VE NANOAKIŞKAN UYGULAMASI**

**Abdulgani EL MAKSUR**

**Tez Danışmanı**

**Doç. Dr. Nurettin ELTUĞRAL**

**T.C.**

**Karabük Üniversitesi**

**Lisansüstü Eğitim Enstitüsü**

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında**

**Yüksek Lisans Tezi**

**Olarak Hazırlanmıştır**

**KARABÜK**

**Ağustos 2023**

Abdulgani EL MAKSUR tarafından hazırlanan “MANYETİT NANOPARTİKÜLLERİN SENTEZİ, KOLLOİDAL KARARLILIĞININ ARAŞTIRILMASI VE NANOAKIŞKAN UYGULAMASI ” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Doç. Dr. Nurettin ELTUĞRAL

.....

Tez Danışmanı, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 10.08.2023

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)

İmzası

Başkan : Prof. Dr. Fatma MEYDANERİ TEZEL (KBÜ)

.....

Üye : Doç. Dr. Ümit TAYFUN (BARÜ)

.....

Üye : Doç. Dr. Nurettin ELTUĞRAL (KBÜ)

.....

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Müslüm KUZU

.....

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

*“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”*

Abdulgani EL MAKSUR

## ÖZET

### Yüksek Lisans Tezi

## MANYETİT NANOPARTİKÜLLERİN SENTEZİ, KOLLOİDAL KARARLILIĞININ ARAŞTIRILMASI VE NANOAKIŞKAN UYGULAMASI

**Abdulgani EL MAKSUR**

**Karabük Üniversitesi**

**Lisansüstü Eğitim Enstitüsü**

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Tez Danışmanı:**

**Doç. Dr. Nurettin ELTUĞRAL**

**Ağustos 2023, 96 sayfa**

Nanoteknolojinin gelişimi dikkate alındığında, hidrotermal yöntemle metal nanopartikül sentezinin birçok yeni çalışmaya yol açacağı düşünülmektedir. Bu çalışmada, hidrotermal yöntemle manyetit nanopartiküllerin sentezlenmesi ve farklı kimyasal ajanlar kullanarak kararlı kolloidlerin elde edilmesi, kararlılıklarının kimyasal ajan tipine ve konsantrasyonuna araştırılması ve mekanik soğutma kulelerinde kullanılmasının ısı transfer özellikleri üzerindeki etkisinin araştırılması amaçlanmıştır.

Bu çalışma üç ana aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk olarak, manyetit nanopartiküller hidrotermal yöntem kullanarak ıslak kimyasal yaklaşımla sentezlenmiştir. SEM analizinde manyetit nanopartiküllerin ortalama boyutunun  $200 \pm 8$  nm olduğu görülmüştür. İkinci olarak, manyetit nanokolloidlerin ayrı ayrı saf su, jelatin ve Sodyum dodesil sülfat (SDS) ile sabitleyici olarak oda sıcaklığında karıştırılmış ve 3 hafta boyunca çökme olup olmadığı takip edilmiştir. Stabilizatör konsantrasyonu, sabit miktarda 0,1 g/L  $Fe_3O_4$  nanopartiküller içeren nanoakışkanlar için ağırlıkça %0,2 ila 5,0 arasında uygulanmıştır. Hazırlanan nanoakışkanların fiziksel görüntüsü,

jelatinin ve SDS sırasıyla %0,8 ve %5,0 konsantrasyonunda en stabil nanoakışkanları sağladığını göstermiştir. Ancak jelatinin, daha kararlı nanoakışkan elde edilmesini sağlamıştır. Son olarak, jelatin ile karıştırılan nanoakışkanlar, farklı su ve hava akışlarıyla ıslak soğutma kulesinde (WCT) ısı transfer verimliliğini incelemek için kullanıldı. Isı transfer verimliliği çalışmaları, stabilizatör konsantrasyonunun ısı transfer verimliliğiyle yakından ilişkili olduğunu gösteren umut verici sonuçlar elde edilmiştir. %0,8 jelatin konsantrasyonunda ısı transfer verimliliğinde %50'den fazla bir iyileşme sağlanmıştır.

**Anahtar Sözcükler:** Metal nanopartiküller, Manyetit nanopartiküller, Hidrotermal yöntem, nanoakışkan, Soğutma kulesi.

**Bilim Kodu:** 91520

## **ABSTRACT**

**M. Sc. Thesis**

### **SYNTHESIS OF MAGNETITE NANOPARTICLES, INVESTIGATION OF THEIR COLLOIDAL STABILITY AND NANOFLUID APPLICATION**

**Abdulgani EL MAKSUR**

**Karabük University**

**Institute of Graduate Programs**

**Department of Metallurgical and Materials Engineering**

**Thesis Advisor:**

**Assoc. Prof. Dr. Nurettin ELTUĞRAL**

**August 2023, 96 pages**

Considering the development of nanotechnology. It is thought that synthesis of metal nanoparticle through hydrothermal method will lead to many new studies. In this study, it was aimed to synthesize magnetite nanoparticles by hydrothermal method and their nano colloids by mixing nanoparticles in the liquid phase with stabilizing agents and investigate the effect of different types of stabilizers as well as their concentration on the stability of nanofluids, then investigating the effect of using nanofluids on the thermal transfer properties in a mechanical cooling tower.

This study was carried out in three main stages. First, bare magnetite nanoparticles were synthesized by wet chemical approach using hydrothermal method. In the SEM analysis, it was seen that the average dimensions of the magnetite nanoparticles were  $200 \pm 8$  nm. Secondly, different magnetite nano colloids were obtained by adding gelatin, or sodium dodecyl sulfate (SDS) as stabilizers into colloidal suspensions and they were monitored visually for three weeks. Stabilizer concentration varied from 0.2 to 5.0 wt % for nanofluids which contained a fixed amount of 0.1 g/L  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles. Visual inspection of the prepared nanofluid revealed that gelatin and

SDS assure the most stable nanofluid at a concentration of 0.8 and 5.0 wt %, respectively. However, gelatin provides the properties of stable, more permanent nanofluid. At the end, nanofluids mixed with gelatin were used to study the heat transfer efficiency on a wet cooling tower (WCT) at different water and air flows. Heat transfer efficiency studies yielded promising results indicating that the heat transfer efficiency is closely related to the concentration of the stabilizer achieving an improvement in heat transfer efficiency of more than 50% at a gelatin concentration of 0.8% by weight.

**Key Words:** Metal nanoparticles, Magnetite nanoparticles, Hydrothermal method, Nanofluid, Cooling tower.

**Science Code:** 91520



## TEŐEKKÜR

Öncelikle, arařtırmam sırasında verdiđi nimetler için her Őeye gücü yeten Allah'a Őükranlarımı sunmak istiyorum.

Bu tez çalıřmasında, rehberlikleri ve önerileriyle arařtırmanın incelenmesi ve uygulanmasında öncülük eden, engin tecrübe ve bilgileriyle her konuda yardımcı olan saygıdeđer danıřman hocam Doç. Dr. Nurettin ELTUĐRAL'a sonsuz teőekkürlerimi sunarım. Yönlendirmesi altında çalıřmak ve öđrenmek büyük bir ayrıcalık ve onurdur.

Laboratuvar ekipmanlarını kullanmamda ve deneysel çalıřmalarımı yapmamda bana yardımcı olan yüksek lisans öđrencisi Kıymet BOZKURT'a minnettarlıđımı ifade etmek isterim.

Sevgileri, duaları, ilgileri ve fedakarlıklarıyla eğitimime destek olan beni geleceđe hazırlayan deđerli anne, babama, kardeřlerime ve herkese sonsuz teőekkürlerimi sunarım.

Karabük Üniversitesi Demir ve Çelik Enstitüsü Malzeme Arařtırma ve Geliřtirme Merkezi'nin (MARGEM) laboratuvar olanaklarını kullanmama izin verdikleri için teőekkür etmek istiyorum.

Analizler için fon sađlayan Karabük Üniversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri Birimi tarafından verilen KBUBAP-22-KP-046 numaralı projeye de teőekkür etmek istiyorum.

## İÇİNDEKİLER

	<b><u>Sayfa</u></b>
ONAY .....	ii
ÖZET .....	iv
ABSTRACT .....	vi
TEŞEKKÜR .....	viii
İÇİNDEKİLER .....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	xvii
BÖLÜM 1 .....	1
GİRİŞ .....	1
BÖLÜM 2 .....	6
NANOTEKNOLOJİ VE MANYETİT NANOPARTİKÜLLER .....	6
2.1. NANOPARTİKÜLLERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ .....	6
2.1.1. Buhar Faz Sentezi .....	7
2.1.2. Sıvı Faz Sentezi .....	9
2.1.3. Katı Faz Sentezi .....	11
2.2. MANYETİT VE MANYETİT NANOPARTİKÜLLER .....	14
2.2.1. Manyetit .....	14
2.2.2. Manyetit Nanopartiküller .....	15
2.2.2.1. Manyetit Nanopartiküllerin Özellikleri .....	15
2.3. NANOPARTİKÜLLERİN KARAKTERİZASYONU .....	17
2.3.1. XRD (x-ışını difraksiyon) Analizi .....	17
2.3.2. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) .....	19
2.3.3. TEM (Geçirimli Elektron Mikroskobu) .....	20
2.3.4. Uv-Vis Spektroskopi .....	21

	<b><u>Sayfa</u></b>
BÖLÜM 3 .....	24
HİDROTERMAL YÖNTEM, KOLLOİDLER VE SOĞUTMA KULELERİ .....	24
3.1. HİDROTERMAL YÖNTEM .....	24
3.1.1. Hidrotermal Yöntemi Tarihsel Süreci .....	25
3.1.2. Hidrotermal Yöntem (HT) .....	25
3.2. KOLLOİDLER .....	27
3.2.1. Kolloid Özellikler .....	30
3.2.1.1. Kolloidlerin Optik Özellikleri .....	30
3.2.1.2. Kolloidlerin Kinetik Özellikleri .....	31
3.2.1.3. Kolloidlerin Elektriksel Özellikleri .....	32
3.2.2. Kolloidal Kararlılık .....	33
3.2.2.1. Kolloid stabilizasyon ajanları .....	36
3.2.3. Nanoakışkanlar .....	38
3.2.3.1. Nanoakışkan Uygulamaları .....	39
3.2.3.2. Nanoakışkan sentezlemesi .....	41
3.3. SOĞUTMA KULELERİ VE ISI TRANSFERİ .....	43
3.3.1. Soğutma Kulelerinin Tarihçesi .....	44
3.3.1.1. Havanın Akışını Oluşturma Yöntemleri .....	45
3.3.2. Isı Transfer Yöntemleri .....	46
BÖLÜM 4 .....	49
LİTERATÜR İNCELEMESİ .....	49
4.1. MANYETİT NANOPARTİKÜL SENTEZİ .....	49
4.1.1. Birlikte Kimyasal Çöktürme .....	49
4.1.2. Termal Ayrışma .....	50
4.1.3. Sol-Jel .....	50
4.1.4. Mikrodalga Destekli .....	50
4.1.5. Sonokimyasal .....	50
4.1.6. Biyolojik .....	51
4.1.7. Hidrotermal .....	51
4.2. SOĞUTMA KULELERİ VE MNP NANOAKIŞKAN .....	52

	<b><u>Sayfa</u></b>
BÖLÜM 5 .....	54
DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	54
5.1. DENEYSEL ÇALIŞMALARDA KULLANILAN KİMYASAL MALZEMELER VE EKİPMANLAR .....	54
5.1.1. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Kimyasal Malzemeler .....	54
5.1.2. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Ekipmanlar .....	55
5.2. MANYETİT NANOPARTİKÜLLERİN (MNP) SENTEZİ .....	55
5.2.1. İlk Sentez İşlemi: .....	55
5.2.2. İkinci Sentez İşlemi: .....	59
5.2.3. Üçüncü sentez işlemi: .....	59
5.2.4. Dördüncü Sentez İşlemi: .....	60
5.2.5. Beşinci Sentez İşlemi: .....	63
5.3. MNPs NANOAKIŞKANIN HAZIRLANMASI .....	63
5.3.1. Nanopartiküllerin SDS ile stabilizasyonu .....	64
5.3.1.1. MNP'nin SDS ile Stabilizasyon Mekanizması .....	64
5.3.1.2. Elektrostatik Stabilizasyon .....	65
5.3.1.3. Sterik Stabilizasyon .....	65
5.3.2. Nanopartiküllerin Jelatin İle Stabilizasyonu .....	66
5.3.2.1. MNP'nin Jelatin ile Stabilizasyon Mekanizması .....	67
5.3.2.2. Sterik Stabilizasyon .....	67
5.3.2.3. Elektrostatik Stabilizasyon .....	68
5.3.2.4. Biyolojik uyumluluk .....	68
5.3.3. Soğutma Kulesi İçin Nanoakışkanın Hazırlanması .....	68
5.4. SOĞUTMA KULESİ CİHAZI VE SOĞUTMA KULESİ DENEYLERİ ....	71
5.4.1. Formülasyon .....	73
5.5. KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ VE PROSEDÜRLERİ .....	74
5.5.1. MNP'lerin Karakterizasyonu .....	74
Nanoakışkanların Karakterizasyonu .....	77
BÖLÜM 6 .....	78
DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA .....	78
6.1. MNP'LERİN KARAKTERİZASYONU .....	78
6.1.1. UV-Vis Absorbans Spektrum Analizi .....	78

	<b><u>Sayfa</u></b>
6.1.2. FTIR Analizi .....	80
6.1.3. XRD Analizi .....	81
6.1.4. SEM-EDX Analizi .....	84
6.2. KOLOİDAL KARALILIK .....	88
6.2.1. SDS İle Nanopartikül Kolloidal Stabilitesi .....	88
6.2.2. Jelatin ile Nanopartikül Kolloidal Stabilitesi .....	90
6.2.2.1. Jelatinli Kolloidal UV-Vis Absorbans Spektrum Analizi .....	92
6.3. SOĞUTMA KULESİNDE ISI TRANSFERİ SONUÇLARI .....	92
SONUÇLAR .....	95
KAYNAKLAR .....	97
ÖZGEÇMİŞ .....	108

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa

Şekil 2.1. Fiziksel buhar biriktirmenin (PVD) şeması. ....	8
Şekil 2.2. Kimyasal buhar biriktirme (CVD) şeması. ....	9
Şekil 2.3. Sol-jel prosesinin prensibi. ....	10
Şekil 2.4. hidrotermal yöntem çalışma prensibi [34]. ....	11
Şekil 2.5. Valsli değirmen, mekanik öğütmede nanomalzemeler oluşturmak için kullanılan değirmenlerden biridir [36]. ....	12
Şekil 2.6. “Yukarıdan aşağıya (top down)” ve “aşağıdan yukarıya (bottom up)” yaklaşımının şematik gösterimi [37]. ....	13
Şekil 2.7. Nanopartikül üretim yöntemlerinin şematik gösterimi [38]. ....	13
Şekil 2.8. Manyetit kristal yapısı [43]. ....	15
Şekil 2.9. (a) Süperparamanyetik (SPM) (yeşil renk) ve ferrimanyetik (FM) (turuncu) $Fe_3 O_4$ nanopartiküller i için uygulanan alan (M–H) eğrilerine karşı mıknatıslanma ve (b) boyut, zorlayıcılık ve manyetik davranış arasındaki ilişkiler [49]. ....	17
Şekil 2.10. X-ışını kırınım ilkesi [51]. ....	18
Şekil 2.11. SEM çalışma prensibi [51]. ....	19
Şekil 2.12. Numune yüzeyi ile gelen elektron ışınının etkileşiminin şematik gösterimi [53]. ....	20
Şekil 2.13. Numune yüzeyi ile gelen elektron ışınının etkileşiminin şematik gösterimi [53]. ....	21
Şekil 2.14. Uv-Vis Spektroskopi Prensibi [54]. ....	21
Şekil 2.15. Elektromanyetik dalgaların etkisiyle metal nanopartikülün yüzey salınımının oluşumunun gösterimi [54]. ....	22
Şekil 3.1. Hidrotermal yöntemde kullanılan otoklav ve parçaları. ....	26
Şekil 3.2. Polimerin koloidal sistemlere eklenmesiyle oluşan kararlılık mekanizmaları [82]. ....	35
Şekil 3.3. Lümen iç tarafından 0,5 mm uzaklıktan (nokta 1) kaydedilen sıcaklık değişimi, nanoakışkan ve saf su ile [89]. ....	40
Şekil 3.4. Nanoakışkanların kimyasal üretiminin şeması [92]. ....	42
Şekil 3.5. İki aşamalı yöntem kullanılarak Nanoakışkanların hazırlanmasının şematik diyagramı [98]. ....	43

Şekil 3.6. Barnard'ın fanı olmayan kendi kendini soğutan kulesi (1902), doğal hava akımına ve açık yanlara dayanıyordu; soğutulacak su üstten püskürtülerek dikey tel örgü matlara (solda) serilir. İlk hiperboloid soğutma kulesi 1918 yılında yapılmıştır (sağda) [99].	45
Şekil 3.7. Doğal çekişli soğutma kulesi (ıslak tip) [102].	46
Şekil 3.8. Mekanik çekişli indüklenmiş tip (sol) ve zorlanmış tip (sağ) [102].	46
Şekil 3.9. Soğutma kulelerinde kullanılan ana ısı transfer yöntemleri [100].	47
Şekil 5.1. Soldaki resim, herhangi bir eklemenden önceki DEG'yi, sağdaki ise DEG içinde tamamen çözünmüş $FeCl_3$ 'ü göstermektedir.	56
Şekil 5.2. Yukarıdaki karışım sırasıyla $Na_3Cit$ ve $NaOAc$ eklendikten sonraki görünüşüdür.	56
Şekil 5.3. (a) Otoklav ve (b) Isıl İşlem Fırını.	57
Şekil 5.4. Fırından çıktıktan sonra teflon içindeki karışım.	57
Şekil 5.5. Nanopartikülleri toplamak ve yıkamak için kullanılan santrifüj.	58
Şekil 5.6. Yıkandıktan sonra toplanan nanopartiküller.	58
Şekil 5.7. Sentez adımlarını basitleştirilmiş bir şekilde göstermektedir.	60
Şekil 5.8. Kurutma fırını.	61
Şekil 5.9. Solda, kurutucudan çıktıktan sonra santrifüj tüpleri, sağda, MNP tozu son halinde.	62
Şekil 5.10. MNP'lerin manyetik özellik gösterdiğini gösteren resim.	62
Şekil 5.11. Ağırlıkça farklı yüzdelerde SDS içeren kolloid numunelerin hazırlandıktan sonraki görüntüleri.	64
Şekil 5.12. MNP'nin SDS ile stabilizasyon mekanizması [118].	65
Şekil 5.13. Ağırlıkça farklı jelatin yüzdelerinde hazırlanan kolloid numunelerin başlangıçtaki görüntüleri.	66
Şekil 5.14. MNP'nin jelatin ile stabilizasyon mekanizması.	67
Şekil 5.15. Jelatinin saf suda ultrasonik banyoda çözünme işlemi.	69
Şekil 5.16. Su içinde disperse edilmiş MNP.	69
Şekil 5.17. Jelatin varlığında hazırlanmış kolloid nanopartikül numunesi.	70
Şekil 5.18. 2,5 litrelik nanoakışkan şişeler.	70
Şekil 5.19. Deneysel düzeneğin şeması [santrifüj hava üfleyici (1), hava boşaltma valfi (2), hava akış deliği (3), manometre (4) ve üst su tankı (5) (6) su filtresi ile, Ek olarak, deneysel kurulum bir su pompası (7), giriş su termometresi (8), ısıtıcı (9), debimetre (10), debi kontrol valfi (11), rahatlatma valfi (12), yer seviyesinde su tankı (13), egzoz kanalı (14), ıslak termometre (15), su püskürtmeleri (16), boş ambalaj (17), kuru termometre (18) ve çıkış su termometresi (19) içerir].	71
Şekil 5.20. Laboratuvar Ölçekli Mekanik Hava Çekmeli Soğutma Kulesi.	72

## **Sayfa**

Şekil 5.21. UV Spektrofotometresi. ....	75
Şekil 5.22. X-ışını kırınım cihazı (XRD). ....	75
Şekil 5.23. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR). ....	76
Şekil 5.24. Taramalı elektron mikroskobu (FESEM). ....	76
Şekil 6.1. D3 ürünleri için UV-Vis spektroskopisi. ....	79
Şekil 6.2. MNPs (D4) UV – Vis Spektrumu. ....	80
Şekil 6.3. Sentezlenen nanopartikülün (D4) FTIR spektrumu. ....	81
Şekil 6.4. (D1) de elde edilen ürünlerin XRD analizini göstermektedir. ....	82
Şekil 6.5. (D2) de elde edilen ürünlerin XRD analizini göstermektedir. ....	83
Şekil 6.6. (D3) de elde edilen ürünlerin XRD analizini göstermektedir. ....	83
Şekil 6.7. (D4) Numunenin XRD Deseni ....	84
Şekil 6.8. (D1) ait SEM görüntüsü. ....	85
Şekil 6.9. MNPs in (D4) SEM görüntüsü. ....	86
Şekil 6.10. MNP'lerin ortalama parçacık boyutu dağılımı (histogram). ....	86
Şekil 6.11. MNPs (D4) SEM-EDX görüntüsü. ....	87
Şekil 6.12. D5a numunesine ait SEM görüntüsü. ....	87
Şekil 6.13. D5b numunesine ait SEM görüntüsü. ....	88
Şekil 6.14. D5c numunesine ait SEM görüntüsü. ....	88
Şekil 6.15. SDS ile hazırlanan Nanoakışkanların a) Başlangıçta, b) Bir gün sonra, c) Bir hafta sonra, d) İki hafta sonra, e) Üç hafta sonra. ....	89
Şekil 6.16. Jelatin ile hazırlanan Nanoakışkanların a) Başlangıçta, b) Bir gün sonra, c) Bir hafta sonra, d) İki hafta sonra, e) Üç hafta sonra. ....	91
Şekil 6.17. Nanoakışkanların UV-Vis spektrumları. ....	92
Şekil 6.18. Kütle su akışı= 0,02 0,04, 0,06, 0,08, 0,1 m <sup>3</sup> /h olduğunda kütle hava akışı ile ısı transferi verimliliği arasındaki ilişkiyi göstermektedir. ....	93



## ÇİZELGELER DİZİN

	<b><u>Sayfa</u></b>
Tablo 3. 1. Koloidal dispersiyon türleri. ....	30
Tablo 5.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasallar.....	54
Tablo 5.2. Deneysel çalışmalarda kullanılan ekipmanlar. ....	55
Tablo 5.3. Soğutma kulesi için seçilen su debisi, hava debisi ve giriş suyu sıcaklığı aralıkları. ....	73
Tablo 6.1. Her sentez için reaksiyon koşullarını gösterir.....	78
Tablo 6.2. Jelatin stabilize MNP'nin 0,1 m <sup>3</sup> /h nanoakışkan-su akışında ve 45oC giriş sıcaklığında sirkülasyon sıvısı olarak deiyonize su üzerindeki soğutma etkinliklerinin karşılaştırılması. ....	94

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

### SİMGELER

s	: saat
g	: gram
°C	: santigrat derece
°K	: Kelvin derece
L	: litre
cm	: santimetre
nm	: nanometre
µm	: mikrometre
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP	: Manyetit Nanopartiküller
MNP	: Manyetit Nanopartiküller
HT	: Hidrotermal
CVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme
UV	: Ultraviyole Görünür
XRD	: X-Işını Kırınımı
STM	: Taramalı Tünelleme Mikroskobu
AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
FTIR	: Fourier Dönüşümlü İnfrared
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDX	: Enerji Dağılımlı X-Işını

## BÖLÜM 1

### GİRİŞ

Tıbbi, endüstriyel ve araştırma alanlarının birçoğu, özellikle ilaç ve gen teslimatı alanında nanoteknolojinin yaygın kullanımından yararlanmışır. İlaçlar ve diğer biyoaktif tıbbi bileşikler, terapötik etkilerini ve uygulama kolaylıklarını artırmak ve olumsuz etkilerini en aza indirmek için nanopartiküller üzerine yüklenmiştir. Son 20 yılda, demir bazlı nanopartiküller, yeni özellikleri ve çeşitli nanoteknolojik uygulamalar için potansiyelleri nedeniyle artan interdisipliner bilimsel ilgi kazanmıştır. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanopartikülleri (MNP), biyoteknoloji, biyosensörler, kataliz, manyetik sıvılar, ayrıştırma yöntemleri, enerji depolama ve çevresel değişim gibi çeşitli sektörlerde yaygın olarak kullanılmaktadır [1,2]. Manyetik rezonans görüntüleme (MRG), biyofotonik kontrast ajanları ve hipertermi reaktifleri, ayrıca manyetik alanın yardımıyla malign hücrelerin tespiti ve tanınması gibi biyoteknolojide MNP'nin nasıl kullanıldığına dair birkaç örnek vardır. Hedeflenen ilaç/gen teslim sistemlerinde, eşsiz manyetik özellikler, son derece düşük toksisite, yüksek biyolojik uyumluluk, güçlü biyolojik ayrışabilirlik ve biyoyumlu kaplamalarla hızlı bir şekilde değiştirilebilen reaktif bir yüzey gibi özellikler özellikle faydalıdır. MNP, elektron verici olarak işlev gösterebilen Fe<sup>2+</sup> durumunun varlığı nedeniyle diğer manyetik materyallerden daha tercih edilir, Ayrıca histeresis yoktur, bu nedenle dış bir manyetik alan kaldırıldığında kalıntı manyetizasyon yoktur. Bu özellik, koagülasyonu önlemeye yardımcı olur ve dolayısıyla aglomerasyon olasılığını azaltır [3]. MNP, bir dış manyetik alan ve mikrodalga radyasyonu ile ilaç salabilir ve mikrodalga enerjisini hızla termal tedavi için ısıya dönüştürebilir. Tümör sıcaklıkları artar, bu da lipid ve protein yapısını, hücre zarı geçirgenliğini ve ilaç girişini etkiler veya sağlıklı hücrelere zarar vermeden tümör hücrelerini termal olarak bozar [4].

Tabiatta kaynaklar arasında mineraller ve metaller, ulusların sosyal ve ekonomik gelişimi için esastır. Aynı zamanda endüstri ve enerjinin temel hammadde

ihtiyalarını karřılar. Bu nedenle, maden hammaddesi kaynaklarına eriřim ve kullanımıyla bireylerin ve toplumun zenginlięi, refahı ve konforlu yařamı mmkndr. Bu oluřumlar, tm eřitleriyle, nanometreye indięinde olaęanst bir materyal, ekonomik ve endstriyel deęere sahiptir, bu da mikro boyutta imknsız olan yeni nitelikler ve kullanımlar yaratır [5].

Öte yandan, birok bu nano ölekli oluřumlar, tıbbi ve endstriyel yařamın eřitli yönlerinde günlük olarak kullanılan araçlarla iliřkilendirilmiřtir. Bu materyaller arasında nano manyetit, ancak önce normal manyetit (kimyasal bileřimi:  $Fe_3 O_4$ ), demirin ıkarıldıęı cevherlerden biridir [6]. Bu metal, kalıcı mıknatıslar yapmak için kullanılır. Bu metal, demirin oksitlerinden biridir ve manyete hızlıca ekildięi için (manyetik demir oksit) denir ve siyah renkte, parlak ve yüksek yoęunluklu bir yapıya sahiptir. Hematit ile, demirin ıkarıldıęı en önemli hammadde kaynaklarından biridir ve elik endstrisinde kullanılır [7].

Manyetit mikro ve nanopartikl, biyomedikal'den evresel uygulamalara kadar birok farklı alanda kullanılmaktadır. Su arıtımında kullanılan bir yöntem, yüksek gradyan manyetik ayırma kullanarak bileřięin yüksek manyetik özelliklerini suya uygulamaktır. Manyetit nanopartikl, askıda kalan partikller (katılar, bakteriler veya plankton gibi) ile kirlenmiř sulara eklenerek sıvının dibine baęlanır ve öker, böylece kirleticiler manyetit partikllerinden ayrılabilir, geri kazanılabilir ve yeniden kullanılabilir. Bu yöntem, radyoaktif ve kanserojen partikllerle de alıřır ve aęır metallerin su sistemlerine girmesi durumunda önemli bir temizlik aracıdır [8]. Bu sıvılar, birok farklı řekilde kullanılırken aynı zamanda oynamak için eęlencelidir. Manyetize edilmiř sıvılar, ilaları insan vcuduna tařımak için kullanılabilir. İla molekllerine baęlı partikllerin manyetize edilmesi, özeltinin vcudun istenen bölgesine "manyetize" edilmesine olanak tanır. Bu, vcudun sadece kk bir alanının tedavi edilmesine olanak saęlar ve kanser tedavisi gibi birok alanda ok yararlı olabilir. Ferrofluidler, manyetik rezonans görüntleme (MRI) teknolojisinde de kullanılmaktadır.

eřitli alanlarda yaygın olarak kullanılan MNP, birka yöntemle üretilebilirler. En yaygın yöntemlerden biri, ferrous ( $Fe^{+2}$ ) ve ferric ( $Fe^{+3}$ ) iyonlarının bir bazla

karıştırılarak MNPs'nin bir çökeltisi oluşturulmasıdır [9]. Diğer bir yöntem, hidrazin varlığında Fe<sup>+3</sup> şelatın alkali çözeltisinin termal ayrışmasıdır ve MNP oluşumuna neden olur [10]. Bu yöntemlere ek olarak, hidrolize edilmiş Fe (II) tuzunun son kimyasal ayrışması ardından termal işleme MNP üretmek için de kullanılabilir. Bu yöntem, hidrolize edilmiş Fe (II) tuzunun ultrasonik dalgalar kullanılarak Fe<sub>3</sub> O<sub>4</sub> nanopartikülün ayrıştırılmasını ve daha sonra özelliklerinin artırılması için termal işleme tabi tutulmasını içerir. Genel olarak, bu yöntemlerle MNPs'nin üretimi, değiştirilebilir özellikleri olan nanopartikül sentezlenmesi için çok yönlü ve verimli bir yaklaşım sunar. Sıcaklık, pH ve reaktif konsantrasyonları gibi reaksiyon parametrelerinin kontrol edilmesiyle, MNPs'nin boyutu, morfolojisi ve manyetik özellikleri, çeşitli uygulamaların özel gereksinimlerini karşılamak için özelleştirilebilir.

Ferrik klorürden Fe<sub>3</sub> O<sub>4</sub> üretimi üzerinde yapılan birçok başarılı çalışmaya rağmen, bu çalışmalarda bazı problemler rapor edilmiştir. Bu problemler arasında MNPs üretim oranının düşük olması gibi sorunlar bulunmaktadır. Ayrıca çoğu kullanılan yöntemlerin büyük miktarda enerji tüketmesi ve toksik yan ürünlerin ortaya çıkması ya da sera gazlarının oranının artması nedeniyle çevre için zararlı olarak kabul edilmesi gibi problemler de mevcuttur [11]. Bunun yanı sıra bazı yöntemlerin nispeten uzun reaksiyon süresi gerektirdiği de görülmüştür. Bu süreç, tepkime adımlarının çoğulluğundan veya sentez teorilerini kullanan teknolojilerin bir tohumdan başlayıp zamanla büyümesinden kaynaklanabilir. Bu nedenle, hidrotermal yöntem sentez yöntemi olarak tercih edilmiştir. Bu yöntem, enerji tüketimi ile ilgili olarak değerli olumlu yönleri gösterir, çünkü bazı diğer yöntemlere kıyasla nispeten yüksek olmayan sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Ek olarak, "tek adımda sentez" olarak adlandırılan yöntemde yapılan bu işlem, reaktiflerin otoklav içindeki fırına girdiği ve reaksiyon süresinin geçmesinin ardından diğer etkileşimlere gerek duymadan nanopartikül oluştuğu sentezleme yöntemleri için gereken zaman ve çabayı tasarruf ettirir. Ayrıca, bu üretim yöntemi çevre dostudur çünkü insanlara veya çevreye zararlı herhangi bir toksik madde veya gaz üretmez. Hidrotermal yöntem, Fe<sub>3</sub> O<sub>4</sub> 'ün boyutu ve manyetizmasını ısı ve süre reaksiyon koşullarını değiştirerek kontrol etme olanağı sağlar. Ancak, bu yöntemle nanomalzemelerin granüler dağılımını hassas bir şekilde kontrol etmek zor olabilir şeklinde bir görüş mevcuttur [11,12].

Çoğu imalat süreci ve endüstriyel kimyasal reaksiyonlar, normal çalışma parametrelerini sürdürebilmek için herhangi bir arıza veya duruş olmaksızın dağıtılması gereken ısı üretir. Soğutma kuleleri, güç santralleri, kimya fabrikaları ve çelik fabrikaları gibi endüstriyel tesislerin soğutmasında önemli bir rol oynar. Soğutma kuleleri genellikle bu süreçlerden kaynaklanan fazla ısı yükünü atmosfere salmak için kullanılır. Soğutma kulelerinin su buharlaşması, güç ve çelik santrallerinin sıcak ekipmanlarını önemli ölçüde soğutur. Laboratuvar ölçeğindeki birçok soğutma kulesi çalışmasında, hava sıcaklığı, nem, akış hızı, giriş suyu sıcaklığı ve soğutma kulesinin üzerindeki su dağıtıcısının tipi gibi parametreler test edilmiştir. Ayrıca, ambiyans rüzgâr hızı ve kule geometrisi de zaten test edilmiştir. Bu parametrelerin birçoğu ve bunların optimize edilmesi ya ekonomik açıdan uygun değildir ya da değişiklik için uygun değildir [13]. Bununla birlikte, başka bir akışkanla suyu değiştirerek soğutma kulesi verimliliğini artırmak mümkün olabilir [14].

1 ila 100 nm arasında değişen boyutlarda yağ, su ve etilen glikol gibi baz akışkanlarda düşük nanopartikül konsantrasyonlarının kararlı bir süspansiyonuna nano sıvı denir [15] Son zamanlarda, soğutma ve buzdolabı sistemleri, proses mühendisliği, yanma motorları, HVAC (ısıtma, havalandırma ve klima), güç üretimi, mekanik aletler ve birçok diğer uygulamada ısı transferini iyileştirmek için nano sıvıların kullanımı büyük ilgi çekmiştir. Nano sıvılar genellikle metaller, metal oksitler veya karbon nanotüplerinden oluşur [6]. Nano sıvılar, flaş noktası, viskozite, termal iletkenlik, ısı ve kütle transfer katsayıları, donma noktası ve soğutma hızı gibi geniş bir yelpazede ısı transferi ve termodinamiksel özellikleri iyileştirebilir. Küçük boyut, büyük yüzey alanı ve mükemmel ısı kapasitesi gibi önemli özelliklere sahiptirler.

Bu tez çalışması, öncelikle hidrotermal yöntemle sentezlenen MNP'nin jelatinle su içinde stabilize edildikten sonra kullanılmasının etkilerini incelemeyi ve oluşan nano sıvıların soğutma kulelerinde ısı transferini iyileştirme yeteneğini değerlendirmeyi amaçlamaktadır. Bu amaçla, nanoakışkana bir stabilizatör eklenmiş ve ardından görsel olarak izlenmiştir. Kolloidal stabilite özelliklerinde iyileşme fark edildikten sonra, en yüksek kolloidal stabiliteye sahip çözeltiler seçilmiş ve ısı transferi

iyileştirme deneyinde kullanılmıştır. Elde edilen ürünler, UV-Vis, FTIR, XRD ve SEM analizleri ile kimyasal bağlar, kristal yapı ve mikroyapı açısından karakterize edilmiştir. Daha sonra, ısı transfer verimini artırmak için soğutma kulesi deneyi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar, literatürdeki çalışmalarla karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak, bu çalışmanın avantajları, dezavantajları ve literatürdeki yeri hakkında bilgi verilmektedir.

## BÖLÜM 2

### NANOTEKNOLOJİ VE MANYETİT NANOPARTİKÜLLER

Nanoteknoloji, atomlar ve moleküller düzeyinde (1 ile 100 nm aralığında) çalışarak milyarda birim olarak geliştirilmiş ve/veya tamamen yeni fiziksel, kimyasal ve biyolojik özelliklere sahip yapıların oluşturulmasıdır [16]. Genel olarak, cihazların malzeme özellikleri ve çalışma ilkeleri, geleneksel modelleme ve teoriye (100 nm'den büyük boyutlara dayanan varsayımlar) dayanmaktadır [17]. Ancak boyutlar 100 nm'nin altına düşürüldüğünde, ortaya çıkan özellikleri açıklamak için geleneksel teoriler ve modeller yetersiz kalmaktadır. Aynı malzemelerin büyük parçacıkları ile karşılaştırıldığında, nanomalzemeler boyuta bağlı olarak üstün ve yeni özellikler sergiler. Fotokimyasal ürünler, volkanik ürünler ve egzoz dumanları gibi çok çeşitli nanomalzemeler veya parçacıklar Dünya'da doğal olarak bulunabilir. Nanoteknolojinin temel amacı daha sağlam, daha kaliteli, daha uzun ömürlü, daha ucuz, daha hafif ve daha küçük cihazlar geliştirmektir. Bu nedenle birçok türde nano ölçekli üretim yöntemi geliştirilmektedir [18,19].

#### 2.1. NANOPARTİKÜLLERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ

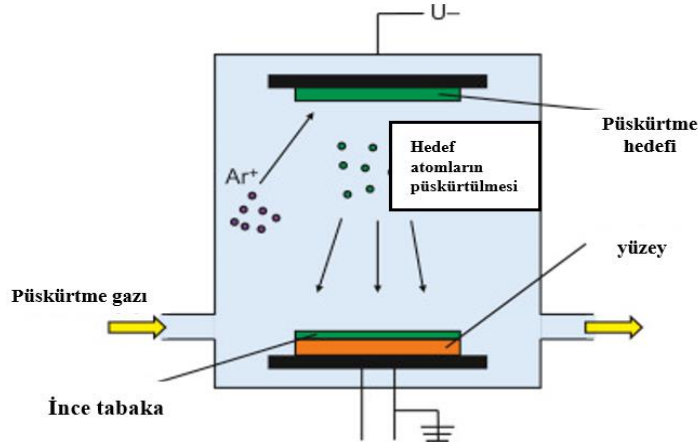
Nanomalzemelerin ve yapıların üretimine yönelik iki genel yaklaşım vardır: yukarıdan aşağıya ve aşağıdan yukarıya üretim. Yukarıdan aşağıya yaklaşım olarak adlandırılan birinci yaklaşımda, işleme tüm malzeme ile başlanır ve malzeme daha küçük parçalara bölünür [20]. Bu ana yaklaşımda mikroskobik elementlerin yapısal boyutları, litografi, son derece kusursuz yüzey şekillendirme, özel işleme ve kimyasal dağlama teknikleri ile nanometre ölçeğine indirgenmektedir. Aşağıdan yukarıya üretim yaklaşımında, kimyasal reaksiyonlar yoluyla atomların ve moleküllerin boyut olarak büyümesi sonucunda malzeme sentezlenir. Atomik ve moleküler elementler kontrollü bir şekilde bir araya getirilerek daha büyük sistemler, kümeler, organik kafesler, multimoleküler yapılar ve sentezlenmiş makromoleküller oluşturulur. Bunlar katı faz, sıvı faz ve gaz fazı sentez yöntemleri olarak üç grupta toplanabilir [20].



### 2.1.1. Buhar Faz Sentezi

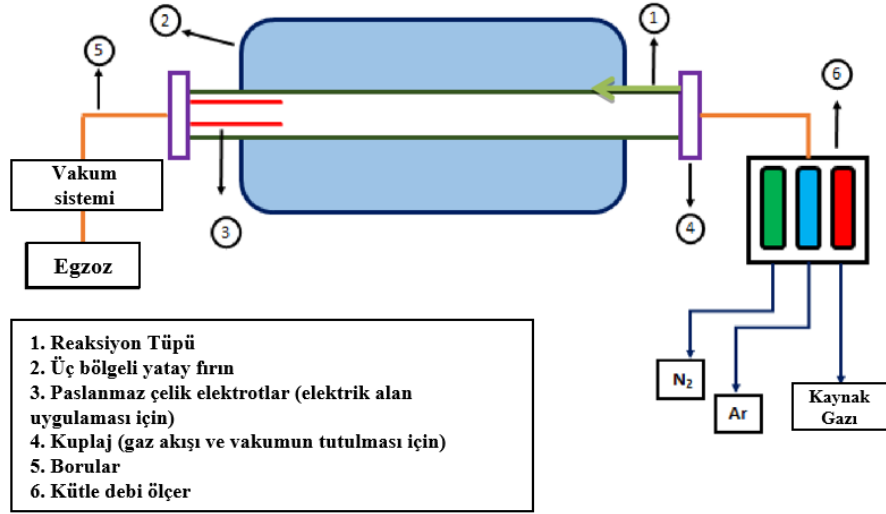
Soygaz yoğunlaştırma yöntemi, esneklik ve kontrollü malzeme üretimi sağlayabildiği için çok popüler bir nanopartikül üretim yöntemidir [21]. Yöntemin çalışma prensibi, başlangıç maddesinin temiz bir helyum atmosferinde buharlaştırılması ve helyum atmosferinde oluşan buharın soğutulması esasına dayanmaktadır. Bu işlemi atomların nano partiküllere yoğunlaşması takip eder ve ortaya çıkan nano partiküller toplayıcıda taşınır ve biriktirilir. Konveksiyon akımları (soy gazla ısıtılır, soğuk parmakla soğutulur) küçük, yoğunlaştırılmış parçacıkları toplama kabına taşır. Birikintiler kazınır ve sıkıştırma cihazına gönderilir. Üretilen partiküllerin boyutu 1-100 nm arasındadır ve bu boyutlar gaz basıncı ayarlanarak kontrol edilebilir. Ardından, istenirse, toplanan parçacıklar katı nanomalzemeler elde etmek için sintirlenebilir. Sistemi ve ürünün özelliklerini etkileyen ana parametreler gaz basıncı, inert gazın cinsi, sıcaklık ve gaz debisidir [22,23].

Fiziksel buhar biriktirme (PVD), katı veya sıvı bir kaynaktan malzemenin buhar konveksiyonu ve yoğuşması (genellikle vakum altında) ile kaplama yöntemidir. Bu yöntem çok yönlü bir üretim yöntemidir ve proses koşullarının dikkatli bir şekilde kontrol edilmesi koşuluyla atomik veya nanometre boyutunda ince filmler hazırlanabilir. PVD, buharlaşma, püskürtme, lazerle ısıtma veya iyon ışını gibi buhar fazı türlerinin oluşturulmasını içerir [24]. Buharlaşmada atomlar termal yollarla kaynaktan, püskürtmede ise iyonların etkisiyle hedef yüzeyden ayrılırlar. Ortaya çıkan buhar fazı, çarpışma ve iyonizasyon aşamalarından geçtikten sonra, substrat numune üzerinde yoğunlaşır, bunu çekirdeklenme ve büyüme süreçleri takip eder. Ek olarak, termal buharlaştırma ile üretilmesi çok zor olan refrakter metaller ve seramikler gibi yüksek erime noktalarına sahip malzeme katmanları oluşturmak için püskürtme kullanılır. Püskürterek oluşturulmuş filmler, püskürtülen atomlar buharlaşan atomlardan daha fazla enerji taşıdığından, genellikle daha yüksek bir yoğunluğa sahiptir. PVD proseslerinin başlıca avantajları, yüksek film büyüme hızları ve nispeten düşük alt tabaka sıcaklıklarında yoğun filmler oluşturabilmeleridir [25].



Şekil 2.1. Fiziksel buhar biriktirmenin (PVD) şeması.

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi (CVD) ilk olarak 1994 yılında Almanya'da geliştirilmiştir ve büyük miktarlarda nanopartiküllerin üretimi için ideal bir yöntemdir. Yöntem temel olarak gaz halindeki malzemenin termal kraking ile parçacıklara dönüştürülmesine dayanmaktadır. CVD, nano ölçekte sıklıkla kullanılan bir malzeme üretim teknolojisidir. Uygulamaları arasında çoğunlukla yüzeyde ince film kaplama için kullanılmasının yanında yüksek saflıkta dökme malzeme ve tozların üretiminde de kullanılmaktadır [26]. (CVD) prosesinde, gaz halindeki veya buhar halindeki ham maddeler sıcak alt tabaka üzerine taşınır ve/veya alt tabaka üzerinde kimyasal reaksiyonlar gerçekleşir. Reaksiyonlar sıcak yüzeyler üzerinde veya yakınında meydana gelir ve katı ürünler yüzeyde ince filmler halinde biriktirilir. Bu yöntemle çok çeşitli malzemeleri sentezlemek mümkündür. (CVD) sürecinde kullanılan reaktörler çok çeşitlidir. Sıcak duvarlı, soğuk duvarlı, düşük basınçlı/atmosferik basınçlı/yüksek basınçlı, taşıyıcı gazlı veya taşıyıcısız reaktörler gibi gruplara ayrılırlar. Bu reaktörlerde 473 ile 1873 K arasındaki sıcaklıklarda biriktirme işlemleri yapılabilmektedir. Aynı zamanda (CVD) işlemleri kullanılan enerji kaynağına (plazma, foton, lazer, sıcak filament) göre farklı gruplara ayrılabilir [27]. (CVD) işleminin birçok avantajı vardır. En önemli avantajlarından biri de genellikle karmaşık şekilli parçalar üzerinde homojen kalın bir film veya kaplama tabakası oluşturmasıdır. (CVD) işleminin bir başka avantajı da çok yüksek saflıkta malzemelerin sentezine izin vermesidir. Diğer avantajlar, nispeten yüksek biriktirme hızlarıdır ve genellikle PVD yöntemi kadar yüksek bir vakum gerektirmez [28].

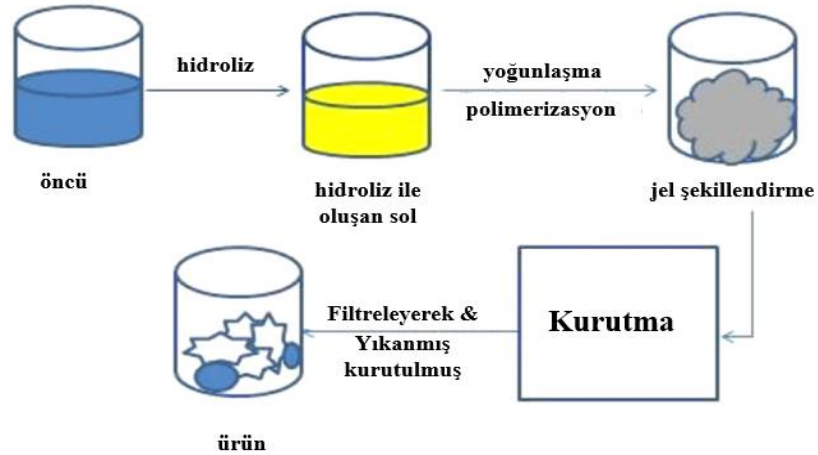


Şekil 2.2. Kimyasal buhar biriktirme (CVD) şeması.

### 2.1.2. Sıvı Faz Sentezi

Sıvı faz sentezindeki partikül oluşum mekanizması, buhar fazı işlemindeki ile aynıdır. Tipik gaz yoğuşmasında tane boyutunu ve kristal şeklini kontrol etmek kolay olmasa da sol-jel ve solvotermal sentezlerde büyümeyi sınırlayan organik ligandlar kullanılarak bu özellikler kontrol altında tutulabilir. Kimyasal çökeltme reaksiyonlarında, çekirdeklenme, büyüme ve/veya aglomerasyon süreçleri aynı anda meydana gelir. Çözünmeyen parçacıklar genellikle aşırı doyma koşulları altında oluşur. Çekirdeklenme, çok sayıda küçük parçacığın oluştuğu anahtar aşamadır [29]. Öte yandan, olgunlaşma veya agregasyon gibi ikincil işlemler, elde edilen ürünün boyutunu, morfolojisini ve özelliklerini önemli ölçüde etkiler. Çökeltmeyi kolaylaştırmak için, genellikle bir kimyasal reaksiyonun sonucu olarak ortaya çıkan aşırı doyma (doyma) gereklidir. Tipik kimyasal çöktürme yöntemleri arasında metallerin (sulu çözeltilerden, sulu olmayan çözeltilerden indirgeme, elektrokimyasal indirgeme ve metal-organik öncü maddelerin bozunması), oksitler (sulu ve susuz çözeltilerden) ve metal öncülerinin (reaksiyonlarla) üretimi yer alır. Moleküler öncüler). Ek olarak, mikrodalga/sonikasyon kimyasal çökeltme prosesleri de uygulanabilir.

Sol-jel işlemi aynı zamanda bir ıslak kimyasal tekniktir. Bu süreçte, bir kimyasal çözelti (çözünen çözelti) veya kolloidal parçacıklar (nano ölçekli parçacıklar için sol) kullanılarak bir ağ yapısı (jel) üretilir [30]. İşlemden önce çözelti içinde katı parçacıklar içeren kararlı bir sol hazırlanır ve ardından bir polikondenzasyon veya politerizasyon reaksiyonuyla jelleştirilir. Jel, içerdiği sıvı fazı uzaklaştırmak için kurutulur. Son adımda jellerin yoğunlaştırılması (yoğunlaştırılması) ve ayrışması için yüksek sıcaklık uygulanır, bu sırada jel ağ yapısındaki gözenekler şeklinde çökeler ve artık organik kirleticiler uzaklaştırılır [31]. Sol, sıvı fazda katı partiküllerin kolloidal bir süspansiyonudur, jel ise fazlar arasında oluşan birbirine bağlı ağıdır. Her iki reaksiyon da parçacıklı metalik sollar yerine polimerik sollar (1 nm'den büyük oksit parçacıkları olmadan) verir. Her iki reaksiyon da çok adımlı süreçlerdir ve sırayla gerçekleşir. Sol-jel öncülleri metal alkoksitler veya inorganik ve organik tuzlar olabilir. Metal (Si, Ti, Zr, Al, B) alkoksit öncülleri ile çeşitli çalışmalar yapılmaktadır [32].



Şekil 2.3. Sol-jel prosesinin prensibi.

Saf metal oksit nanopartikül üretmek için kullanılan en iyi yöntemlerden biri hidrotermal sentezdir. Bu yöntemle normal sıcaklık ve basınçta çözünmeyen maddeler, yüksek sıcaklık ve yüksek basınç koşullarında heterojen reaksiyonla büyütülür. Kristal büyütme, besinlerin su ile tutulduğu otoklav adı verilen çelik bir basınçlı kaptan oluşan bir aparat içinde gerçekleştirilir [33]. Katı hal reaksiyonu ile üretilmeyen malzemeler, hidrotermal sentez yoluyla sentezlenebilir. Düşük bir erime noktasına, yüksek buhar basıncına ve termal ayrışmaya sahip olma eğiliminde

olan nihai ürün elde edilir. Ara durum, meta-kararlı durum ve spesifik faz ürünleri kolayca üretilebilir, yeni meta-kararlı durum ve diğer belirli yoğun hal bileşikleri sentezlenebilir. Hidrotermal sentezin en önemli dezavantajları, pahalı otoklavlara ihtiyaç duyması, reaksiyon sürecindeki güvenlik sorunları ve reaksiyon sürecini gözlemlemenin imkansızlığıdır.

Bu çalışmada manyetit nanopartiküllerin sentezi işlemlerin hidrotermal sentez yöntemiyle gerçekleştirildiğinden Hidrotermal sentez başlığı altında ayrıntılı olarak bahsedilecektir.

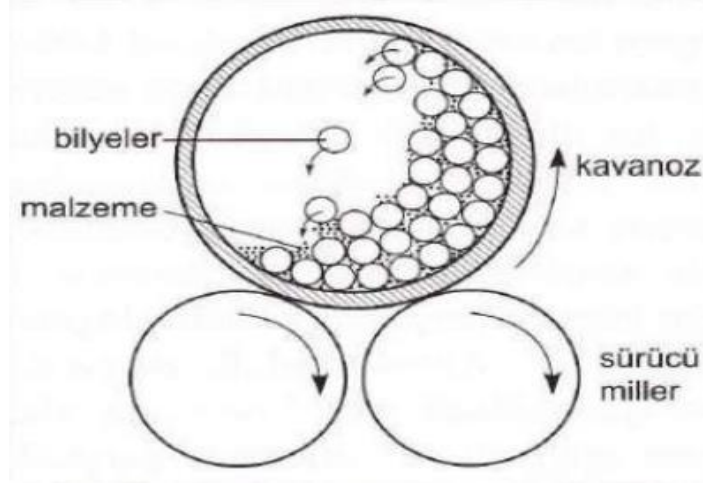


Şekil 2.4. hidrotermal yöntem çalışma prensibi [34].

### 2.1.3. Katı Faz Sentezi

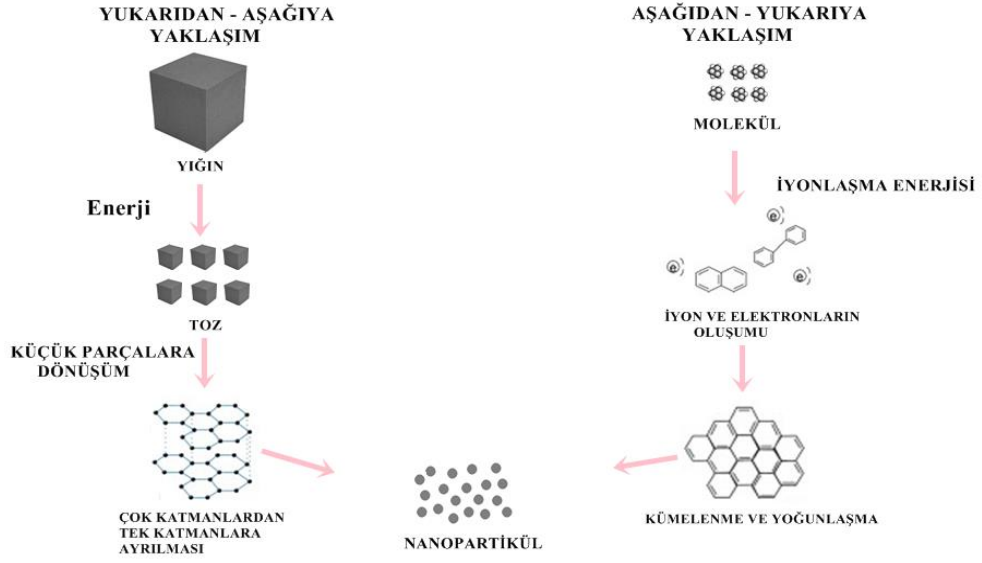
Mekanik Öğütme: Mekanik aşındırma, Nanomalzemelerin sentezinde 'yukarıdan aşağıya' yöntemin tipik bir örneğidir. Bu yöntemde nanomalzeme kümelerden değil, plastik deformasyon sonucu oluşan iri taneli partiküllerin yapısal bozunmasıyla hazırlanır. Mekanik öğütme basittir, pahalı ekipman gerektirmez ve nano kristalin malzemelerin yanı sıra tüm malzeme sınıflarını elde etmek için çok popüler bir yöntemdir. Uygulamada, öğütme ortamından veya atmosferden gelebilecek kirliliklere ve toz ürünün, nano kristal mikroyapının irileşmeden konsolidasyonuna dikkat edilmesi önemlidir. Mekanik öğütmede yüksek enerjili karıştırıcılar, küresel bilyeler veya tamburlu değirmenler kullanılır. Bilya sayısına, dönme hızına, boyutuna, bilya/toz kütlelerine, öğütme süresine ve öğütmenin yapıldığı atmosfere bağlı olarak refraktör veya bilyalardan toz malzemeye enerji aktarımı gerçekleşir. Bu

sentez yöntemi, amorf veya nano-kristal alaşım partiküllerinin, elemental veya bileşik tozların üretimi için uygundur [35].



Şekil 2.5. Valsli değirmen (mekanik öğütmede nanomalzemeler oluşturmak için kullanılan değirmenlerden biridir) [36].

Ayrıca, diğer bazı referanslara baktığında, nanomalzeme üretim tekniklerinin farklı bir bölümünü görebilir. Nanopartiküllerin üretim teknikleri kimyasal, biyolojik ve fiziksel yöntemlerin esas alındığı “aşağıdan yukarıya (bottom up)” ve “yukarıdan aşağıya (top down)” olmak üzere iki temel başlık altında toplanmıştır (Şekil 2.6) [37].



Şekil 2.6. “Yukarıdan aşağıya (top down)” ve “aşağıdan yukarıya (bottom up)” yaklaşımının şematik gösterimi [37].



Şekil 2.7. Nanopartikül üretim yöntemlerinin şematik gösterimi [38].

Yukarıdan-aşağıya yaklaşımı, bütün halde bulunan malzemelerin nano boyuta küçük parçalara ayrılması esasına dayanır. Fiziksel veya kimyasal teknikler kullanılarak malzeme parçaları oluşturulur. Bu yaklaşım, lazer yöntemi, inert gaz yoğunlaştırma, mekanik öğütme, fiziksel buhar çöktürme ve litografi yöntemleri gibi farklı yöntemleri içerir. Bu tekniklerin kullanımı, istenmeyen reaksiyonların partikülleri

etkilememesi için genellikle vakumlu ortamlar veya inert gazlar kullanımını gerektirir [39].

Aşağıdan-yukarıya yaklaşımı, atom veya moleküllerin nano boyutta organik veya inorganik nanopartiküllerin oluşumunu kontrollü bir şekilde büyütmek için kullanılır. Bu yaklaşım, kimyasal sentez yöntemleri ve biyolojik sentez yöntemleri olarak ikiye ayrılır. Kimyasal sentez yöntemleri, geleneksel kimyasal reaksiyonlar kullanılarak nanopartiküllerin oluşumunu içerir. Bu yöntemler arasında, sol-gel yöntemi, ısı indirgeme yöntemi, hidrotermal sentez, tohumlama yöntemi, mikro emülsiyon yöntemi ve yüzey modifikasyonu yöntemleri yer almaktadır [40].

Biyolojik sentez yöntemleri ise, bitkiler, bakteriler, mantarlar ve enzimlerin kullanıldığı yöntemlerdir. Bu yöntemler sayesinde, nanopartiküllerin sentezi sırasında oluşan maliyet ve çevre sorunları minimize edilir. Biyolojik sentez yöntemleri, bitkilerde ve mikroorganizmalarda bulunan biyolojik bileşenlerin kullanılmasıyla metal nanopartiküllerin sentezlenmesi için bir alternatif oluşturmaktadır. Bu yaklaşımda, bitki özleri, mikroorganizmalar, mantarlar ve enzimler, metal iyonlarının redüksiyonunu katalizleyen organik bileşenler olarak kullanılır. Biyolojik sentez yöntemleri, geleneksel sentez yöntemleri ile karşılaştırıldığında daha az maliyetli, daha çevre dostu ve daha az enerji gerektirir [41].

## **2.2. MANYETİT VE MANYETİT NANOPARTİKÜLLER**

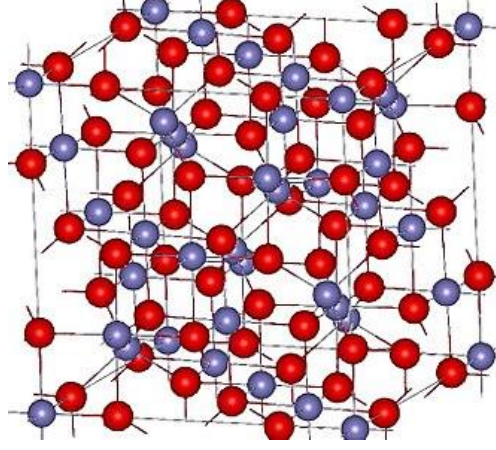
### **2.2.1. Manyetit**

Manyetit, birincil bileşeni eşit miktarda demir(II) ve demir(III) içeren bir demir oksit olan bir mineraldir. Molar kütlesi 231.53 g/mol, Ampirik formülü  $Fe_3O_4$ 'tür ve genellikle demir(II,III) oksit olarak ifade edilir. Geçmişte, demir-ferrik oksit ve tridemir tetraoksit olarak adlandırılmıştır.

Manyetit magmatik, metamorfik ve tortul kayalarda bulunur. Adından da anlaşılacağı gibi manyetiktir; o ve doğası gereği manyetik demir içeren diğer



mineraller, ferrimanyetik olarak tanımlanır. Manyetit, oktahedral kristal sınıfındadır; 3 boyutlu kristal yapıda mor atomlar demir, kırmızı atomlar oksijendir [42].



Şekil 2.8. Manyetit kristal yapısı [43].

Manyetitin en büyük kullanımı, çelik üretimi için önemli bir demir cevheridir. Diğer uygulamalar, Haber prosesinde amonyak yapmak için bir katalizör, boyalar ve seramikler için bir pigment ve çeşitli prosesler ve malzemeler için manyetik mikro ve nanopartiküller olarak sayılabilir [44].

### 2.2.2. Manyetit Nanopartiküller

Ferrit nanopartiküller veya demir oksit nanopartiküller (mahemit veya manyetitin kristal yapısındaki demir oksitler) bugüne kadar en çok araştırılan manyetik nanopartiküllerdir. Ferrit parçacıkları 128 nm'den daha küçük hale geldiğinde, manyetik davranışlarını yalnızca harici bir manyetik alan uygulandığında sergiledikleri için kendi kendine topaklanmayı önleyen süperparamanyetik hale gelirler [45].

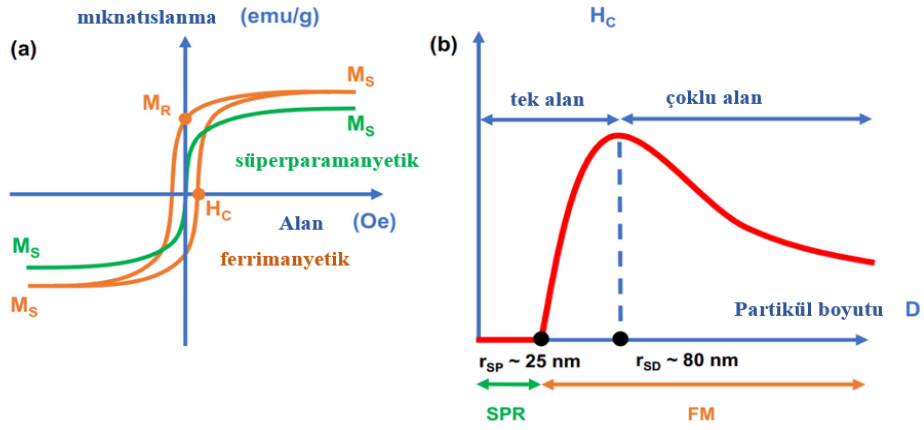
#### 2.2.2.1. Manyetit Nanopartiküllerin Özellikleri

Nanoteknoloji, son yıllarda, özellikle biyo-medikal, nanoakışkanlar ve manyetik soğutma alanlarında, gelişmiş fonksiyonel malzemelerin tasarımına yönelik muazzam umutlar yaratmıştır [46]. Manyetit nanopartikül gibi nano-boyutlu

malzemeler, gerçekten de büyüleyici fiziko-kimyasal özellikler gösterirler ve uygun şekilde ayarlanırsa, yenilikçi teknoloji metodolojilerinin yanı sıra yeni biyo-teşhis ve tedavi stratejileri tasarlamak için kullanılabilirler.

Manyetit, kübik bir yakın paketlenmiş oksijen dizilimi ile spinel ( $MgAl_2O_4$ ) Kristal yapısına ve hem dördü (tetrahedral bölgeler) hem de altı (oktahedral bölgeler) koordinasyonda demire sahiptir. Tetrahedral ve oktahedral bölgeler, sırasıyla A ve B olmak üzere iki manyetik alt örgüyü oluşturur [47].

Manyetit nanopartikül nanometre ölçeğinde oldukları için farklı manyetik özelliklere sahiptir. Bu özellikler partiküllerin boyutu, morfolojisi, kristallinitesi ve yüzey özellikleri gibi yapısal özelliklerine bağlıdır. Bu parametreler, partiküllerin sentezinde kullanılan sentetik yöntemler ve kimyasallar, örneğin demir prekürsörleri, yüzey aktif maddeler, indirgeyici ajanlar ve çözücüler tarafından güçlü bir şekilde etkilenir [42]. Bu nedenle, Manyetit nanopartikülün sentezlemek için uygun bir yöntemin seçimi, uygulamalarının başarısını sağlamak için çok önemlidir [47]. Bu derlemenin kapsamında, çeşitli teknoloji ve uygulamalarda kullanılmalarına olan özel ilgi nedeniyle, Manyetit nanopartikülün oda sıcaklığında manyetik özelliklerinin analizine odaklanıyoruz. Manyetit nanopartikülün süperparamanyetik (SPM) ve ferrimanyetik (FM) davranışları boyut, şekil, kristallinitesi ve yüzey özelliklerine bağlıdır ve hatta sentetik yöntemler tarafından bile etkilenir. Şekil b, Manyetit nanopartikül boyutu (çapı) ile manyetik davranışı ve koersivite arasındaki ilişkiyi göstermektedir. Manyetit nanopartikülün iki önemli boyut-manyetik özellik geçişi, yaklaşık ~25 nm ve ~80 nm çaplı NP'lerde bulunan süperparamanyetik boyut (rSP) ve tek alan boyutudur (rSD). Süperparamanyetik boyut (rSP), NP'lerin manyetik özelliklerinin süperparamanyetikten ferromanyetik duruma geçtiği noktadır. Özellikle, NP'lerin, rSP'den daha küçük boyutlarda, termal enerjinin blokaj sıcaklığında (TB) manyetik anizotropi enerjisini aşmasından dolayı süperparamanyetik davranış sergilediği görülür [48].



Şekil 2.9. (a) Süperparamanyetik (SPM) (yeşil renk) ve ferrimanyetik (FM) (turuncu)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanopartiküller için uygulanan alan ( $M-H$ ) eğrilerine karşı mıknatıslanma ve (b) boyut, zorlayıcılık ve manyetik davranış arasındaki ilişkiler [49].

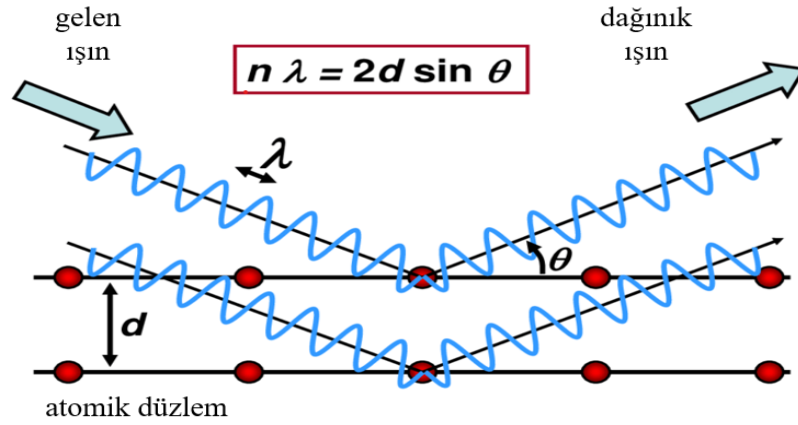
### 2.3. NANOPARTİKÜLLERİN KARAKTERİZASYONU

Metal nanopartiküllerin yüzeylerinin yapısı, bileşimi, alanı, boyutu, dağılımı ve optik ve morfolojik özelliklerinin analizi için farklı yöntemler kullanılmaktadır. Bu yöntemler arasında X-ışını difraksiyonu (XRD) analizi, metal nanopartiküllerin kristal yapılarının belirlenmesi için kullanılmaktadır. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR), partiküllerin içerdikleri fonksiyonel grupların tespit edilmesi için kullanılmaktadır. Ayrıca, metal nanopartiküllerinin boyutlarına bağlı olarak renk değişimleri, boyut dağılımı ve geometrik şekilleri hakkında yorum yapabilmek için UV-Vis spektroskopisi yöntemi kullanılır. Partiküllerin şekil ve boyut analizleri için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılırken, yapı, partikül dağılımı ve boyutu gibi parametrelerin incelenmesi için geçirimli elektron mikroskobu (TEM) tercih edilmektedir [50]. Bu yöntemler metal nanopartiküllerin farklı özelliklerini incelemek için kullanılabilir ve bu da metal nanopartiküllerin çeşitli uygulamalarında önemli bir rol oynamaktadır [51].

#### 2.3.1. XRD (x-ışını difraksiyon) Analizi

XRD analiz yöntemi, malzemelerin kristal yapılarının belirlenmesinde kullanılan önemli bir tekniktir. Bu yöntemde, X-ışınları kullanılarak kristal yapılar üzerine bir

kuvvet uygulanır. X-ışınları, ultraviyole ve gama ışınları arasında bir enerjiye sahiptir. Bu X-ışınları, kristal yapı atomları tarafından saçılır ve atom saçılmasının bir sonucu olarak kırınım oluşur. Kırınım derecesi, Bragg kanunu olarak bilinen ve denklem 2.1'de gösterilen bir denklemle hesaplanır [51].



Şekil 2.10. X-ışını kırınım ilkesi [51].

XRD analizi, malzemelerin kristal yapılarının yanı sıra, malzemelerin safiyetini ve kristal boyutunu belirlemek için de kullanılır. Bu yöntem, farklı malzemelerin farklı kristal yapılarına sahip olduğu durumlarda da kullanılır. Örneğin, grafitin farklı kristal yapıları, XRD analizi ile ayrıştırılabilir. Ayrıca, XRD analizi, bir malzemenin faz yapısının da belirlenmesine yardımcı olur.

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \theta \quad (2-1)$$

Denklemde:

n pik sayısını.

λ dalga boyunu.

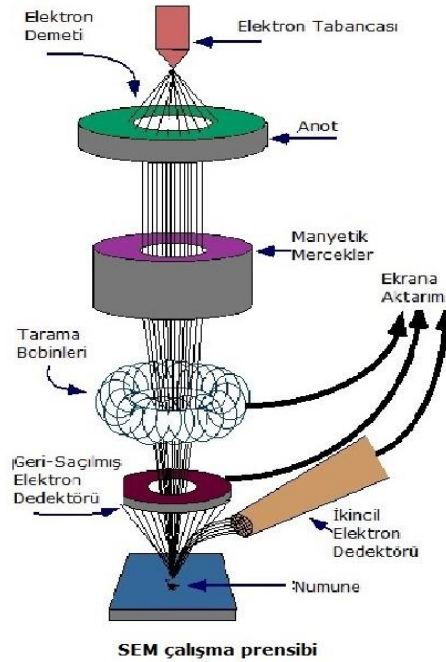
d iki tabaka arasındaki uzaklığı vermektedir.

Bu yöntem toz, sıvı ve yığın formdaki numunelerin, kristal yapısını, latis parametresini, faz miktarını belirleme de kullanılmaktadır.

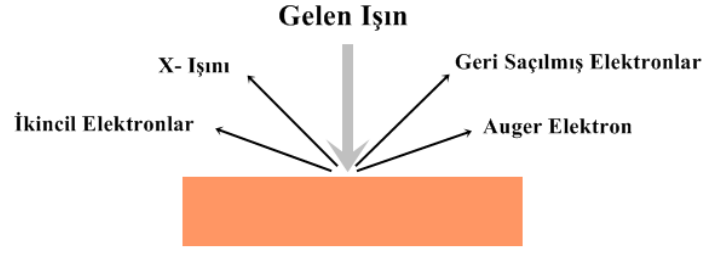
### 2.3.2. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu)

Taramalı elektron mikroskobu, yüksek çözünürlüklü görüntüleme yapabilen bir elektron mikroskop türüdür ve nanopartiküllerin görüntülenmesinde kullanılır. Bu işlem için vakumlu bir ortam ve iletken bir numune gereklidir. İletken olmayan numuneler püskürtme yöntemiyle kaplanır. Numune yüzeyine elektron demeti gönderilir ve Şekil 2.11'te gösterildiği gibi geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlar, auger elektronları, X-ışınları ve saçılmayan elektronlar oluşabilir [52].

SEM analizinde, görüntü numune yüzeyinden geri saçılan ve ikincil elektronlar kullanılarak oluşturulur. Bu yöntem metal nanopartiküllerin morfolojik yapılarını incelemek ve şekil ve boyutlarını analiz etmek için kullanılabilir. Ancak, bilimsel bir makalede kullanıma uygun olması için bu metin daha ayrıntılı ve özgün hale getirilmelidir [51].



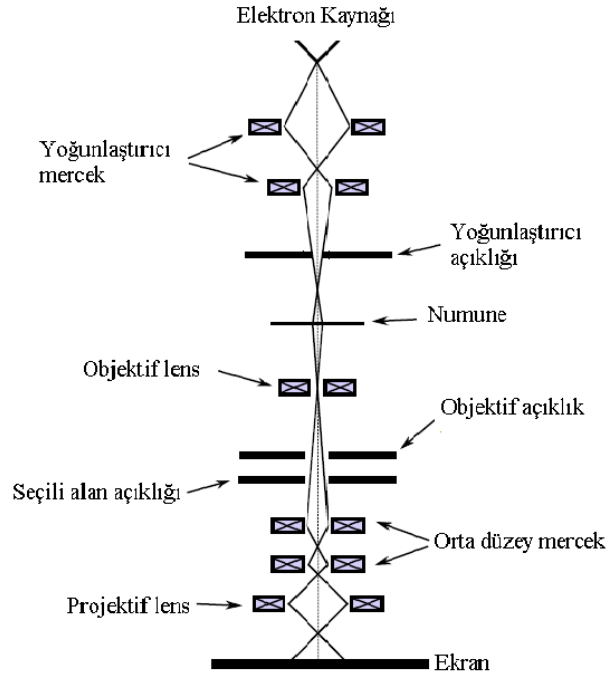
Şekil 2.11. SEM çalışma prensibi [51].



Şekil 2.12. Numune yüzeyi ile gelen elektron ışınının etkileşiminin şematik gösterimi [53].

### 2.3.3. TEM (Geçirimli Elektron Mikroskobu)

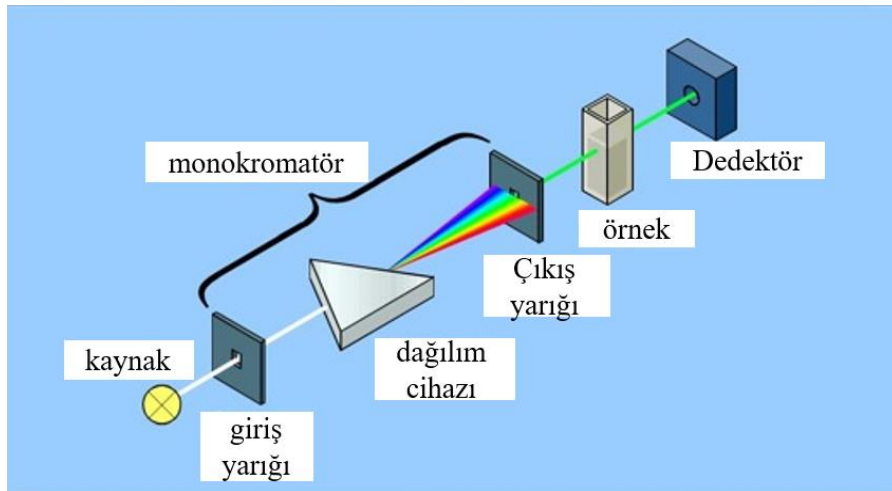
Nanopartiküllerin özelliklerini belirlemek için kullanılan yöntemlerden biri geçirimli elektron mikroskobu (TEM) analizidir. Bu yöntem sayesinde nano yapıların görüntüleri 0,3 nm çözünürlükte elde edilebilir ve yüksek çözünürlüklü görüntülerde 0,1 nm'ye kadar ulaşılabilir. TEM analizi, toz halindeki partiküllerin öncelikle uygun çözücüler yardımıyla sıvı hale getirilmesiyle başlar. Elektronlar 100-200 kV hızla hızlandırılır ve numuneye doğru gönderilir. Elektron demeti, manyetik mercekle ve metal açıklık kullanılarak inceltir ve yoğunlaştırılır. Bu sayede, elektromanyetik lens yardımıyla numune ile etkileşim sağlanır ve geçen elektronlar sayesinde görüntü elde edilir. Yüksek çözünürlüklü görüntü elde etmek için metal açıklıktan sadece saçılmış elektron geçişi sağlanır ve optik eksenden sapan elektronlar engellenir. TEM analizi, nanopartiküllerin dağılımı, içeriği, yapısı, boyutu ve kristalografisi hakkında bilgi sahibi olmamızı sağlar [52].



Şekil 2.13. Numune yüzeyi ile gelen elektron ışınının etkileşiminin şematik gösterimi [53].

### 2.3.4. Uv-Vis Spektroskopi

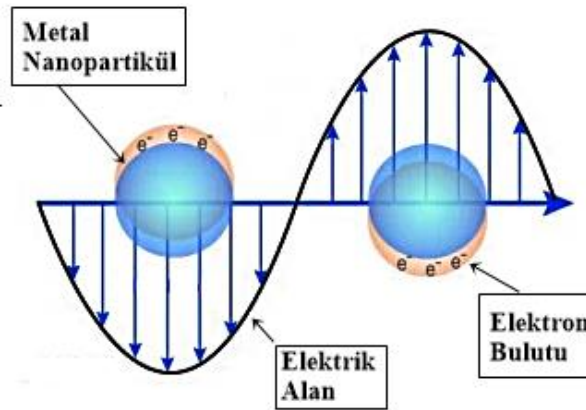
Ultraviyole-görünür spektroskopisi, materyal ve ışık arasındaki etkileşimi temel alan bir analiz yöntemidir. Ana cihaz, bir ışık kaynağı, dalga boyu seçici monokromatör, numune kuvetleri, sinyal ve dedektör cihazından oluşur. Örnek kabı genellikle kuvars malzemeden yapılmıştır ve her ölçümden sonra etanol veya aseton ile temizlenmelidir [54].



Şekil 2.14. Uv-Vis Spektroskopi Prensibi [54].

Nanopartiküller için kritik bir analiz yöntemi olan UV-görünür spektroskopisi, örnek üzerine fotonların gönderilmesi temeline dayanan bir yöntemdir [55]. Bu yöntemde, temel haldeki elektronlar, fotonları absorbe ederek uyarılmış hale geçerler. Uyarılmış elektronlar, enerjilerine bağlı olarak yüksek enerji seviyelerine atlarlar ve bu atlamalar sırasında atomların absorpsiyon spektrumları belirlenir. Daha sonra, elektronlar tekrar temel hal seviyesine (en düşük enerjili) geri dönerler ve bu süreçte, absorbe ettikleri enerjiyi yayarak atomların emisyon spektrumlarını oluştururlar.

Metal nanopartiküllerin optik özellikleri, partikül yüzeyine düşen ışığın yüzey plazmonu adı verilen bir fenomen tarafından etkilenmektedir. Bu plazmon salınımı, UV'den kızılötesi alana kadar değişen elektromanyetik dalgalar tarafından uyarılarak, metal nanopartikül yüzeyinde kolektif salınımların ortaya çıkmasına neden olur. Bu salınımlar, Şekil 2.15'da gösterildiği gibi gerçekleşir [56].



Şekil 2.15. Elektromanyetik dalgaların etkisiyle metal nanopartikülün yüzey salınımlarının oluşumunun gösterimi [54].

Yüzey plazmonlarının uyarıldığı rezonans frekansında, metal nanopartiküller ışığı güçlü bir şekilde emer. Bu nedenle, metal nanopartikülün boyutuna, şekline, dielektrik katsayısına ve metalin kimyasal yapısına bağlı olarak, plazmon absorbans bantları ortaya çıkar. Bu absorbans bantları, metal nanopartikülün optik özelliklerinin bir göstergesi olarak kabul edilir ve nanopartiküllerin optik davranışını belirler. Özetle, metal nanopartiküllerin optik özellikleri, yüzey plazmonlarının uyarılmasıyla ilişkilidir. Bu uyarılma, partikül yüzeyinde kolektif salınımlara yol açar ve



nanopartikülün boyutu, şekli, dielektrik katsayısı ve metalin kimyasal yapısı gibi faktörlere bağlı olarak plazmon absorpsiyon bantları oluşturur [56].

## BÖLÜM 3

### HİDROTERMAL YÖNTEM, KOLLOİDLER VE SOĞUTMA KULELERİ

#### 3.1. HİDROTERMAL YÖNTEM

Literatürde, hidrotermal sentez yöntemi hakkında farklı birçok tanım olduğu görülmektedir. Örneğin, Laudise 1970 yılında hidrotermal sentezi, sulu çözelti içinde büyüme şekli olarak tanımlamıştır [57]. 1973 yılında ise Lobachev, yüksek basınç ve sıcaklıklı sulu çözeltilerde gerçekleşen bir yöntem olarak adlandırmıştır [58]. 1985 yılında Rabenau, hidrotermal sentezi sulu ortamda, 100 °C ve 1 atm basınç üzerindeki heterojen reaksiyonlar olarak tanımlamıştır [59]. Yoshimura 1992 yılında hidrotermal sentezi, oda sıcaklığının üzerinde 1 atm basınçta meydana gelen heterojen reaksiyonlar olarak tanımlamıştır [60]. 1994 yılında Yoshimura, reaksiyonların kapalı bir sistem içinde yüksek sıcaklık ve basınçta gerçekleştiğini belirterek, önceki tanımlamalara eklemeler yapmıştır [61].

Hidrotermal sentez yöntemi hakkında yapılan tanımlamalar, yöntemin sıcaklığın 100 °C'nin üzerinde ve basıncın 1 atm'nin üzerinde gerçekleştiği şeklinde ortak bir kabule sahip olduğunu göstermektedir. Ancak sıcaklık ve basınç için sabit bir alt sınır bulunmamaktadır. Tüm tanımlamalar göz önüne alındığında, hidrotermal sentez yöntemi, kapalı bir ortamda, sulu veya susuz çözücüler içinde, oda sıcaklığının üzerindeki 1 atm'den yüksek basınçta gerçekleşen heterojen reaksiyonlar olarak tanımlanmaktadır. Ancak son yıllarda, hidrotermal sentezin nanoteknolojide kullanımının artmasıyla birlikte, tanımı yenileme ihtiyacı doğmuştur. Hidrotermal sentez yöntemi kullanılarak yüksek kaliteli nanomalzemelerin elde edilmesi için jel ve farklı çözeltiler kullanılmaktadır. Bu nedenle, hidrotermal sentez yöntemi, kapalı bir ortamda, sulu veya susuz çözücüler içinde, oda sıcaklığının üzerindeki 1 atm'den yüksek basınçta gerçekleşen heterojen veya homojen reaksiyonlar olarak tanımlanmaktadır [60].

### **3.1.1. Hidrotermal Yöntemi Tarihsel Süreci**

Hidrotermal, doğal yollarla su ve sıcaklığın etkisi altında oluşan bir terimdir ve kökeni jeoloji bilimine dayanmaktadır. Hidrotermal sentez yöntemiyle ilgili çalışmalar 1996'dan sonra doğrusal bir ivmeyle artış gösterse de, bu yöntemin keşfi daha öncelere dayanmaktadır. Hidrotermal sentez yöntemi, 19. yüzyılın başlarından itibaren jeolojik çalışmalarla başlamıştır ancak elektron mikroskop tekniklerinin henüz geliştirilmemiş olması nedeniyle küçük ölçekli ürünlerin karakterizasyonu mümkün olmamıştır [62]. Bergius ve arkadaşlarının 1913'teki çalışmasında hidrotermal sentez yöntemi kullanılarak selülozun kömüre benzer yapılar dönüştürülmüştür. Daha sonra Schuhmacher, Huntjen ve Kreveken hidrotermal yöntemi üzerine çalışmalar yapmış ve C/H/O oranlarındaki değişimler ile ciddi farklılıklar bulmuşlardır [62,63].

Hidrotermal sentez yöntemi, nanoteknoloji alanındaki uygulamaların artması ve nano esaslı malzemeler olan talebin artması sebebiyle 19. yüzyılın sonlarına doğru tekrar ilgi odağı haline gelmiştir. 1991 yılında yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen hidrotermal sentez yöntemi ile karbon nanotüpler keşfedilmiştir . Son yıllarda, düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen hidrotermal yöntemi ile nano küreler, kapsüllenmiş nano yapılar, nanokompozitler ve çeşitli uygulama alanlarında kullanılan çeşitli yeni karbon malzemeleri elde edilmiştir. hidrotermal yönteminin işlemiyle nano küreler, kapsüllenmiş nano yapılar, nanokompozitlerin eldesi ve çeşitli uygulama (enerji ve çevre, elektrik, kataliz vb.) alanlarında kullanılması üzerine çalışmalar yapılmaktadır [64].

### **3.1.2. Hidrotermal Yöntem (HT)**

Hidrotermal işlemi, kapalı bir reaktör içerisinde kendiliğinden oluşan bir basınç altında gerçekleşmektedir.



Şekil 3.1. Hidrotermal yöntemde kullanılan otoklav ve parçaları.

Polyoller, hidrotermal yöntemde çözücü olarak kullanılır. Polyol-aracılığıyla sentez, yüksek kaliteli, suya dayanıklı  $Fe_3 O_4$  nanopartiküller hazırlamak için çok yönlü bir kimyasal yaklaşımdır [65]. Bu yöntemde, etilen glikol (EG), dietilen glikol (DEG) gibi polialkoller, yüksek kaynama noktalı çözücü ve indirgeyici olarak hareket ederken, tanecik büyümesini kontrol etmek ve ara tanecik birikmesini önlemek için stabilizatör olarak da işlev görürler [66]. Termal ayrışma yöntemiyle karşılaştırıldığında, bu yöntemle hazırlanan  $Fe_3 O_4$  nanopartiküller, hidrofilik bir kaplama sayesinde bazı su dağılılırlığı gösterirler. Ancak, polialkol kaplaması nanopartiküllerin yüzeyinde kovalent olarak bağlı değildir ve bu nedenle polialkoller arasında görece zayıf bir etkileşim vardır. Bu nanopartiküller vücuda tanıtıldığında, genellikle polialkollerin desorpsiyonundan dolayı uzun vadeli kararlılıkları düşüktür ve makrofajlar tarafından alınmalarını kolaylaştırır. Bu faktörler göz önüne alındığında, fizyolojik koşullar altında uzun vadeli koloidal kararlılık, bu sorunları aşmak için gereklidir [67].

Hidrotermal sentez yönteminin verimliliği, kullanılan hammadde ve hidrotermal koşullara bağlı olarak %30-85 arasında değişebilmektedir [68]. Bu yöntemle elde edilen ürünlerin özellikleri ise sentez sırasındaki deney parametreleri (reaksiyon süresi, sıcaklık, ön işlemler vb.) girdi malzemesinin özelliklerine ve faz oranlarına (katı- sıvı) bağlıdır. Titirici ve arkadaşları, 2011 yılında yaptıkları bir çalışmada reaksiyon sıcaklığındaki değişikliklerin çapı, boyut dağılımı, manyetizma, iletkenlik gibi ve diğer bazı özellikler sentezlenen malzemenin özelliklerini etkilediğini bildirmişlerdir [69]. Benzer şekilde, Nizamuddin ve arkadaşları da 2017 yılında

yaptıkları bir çalışmada farklı biyokütle türlerinin ve deney parametrelerinin hidrotermal yöntem üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Bu çalışmada, reaktör içerisindeki basıncın artmasıyla hammadde bileşiminde daha hızlı bir parçalanmanın gerçekleştiği ve reaksiyon sürelerinin yüksek olması durumunda elde edilen yapıların gözenekliliği, yüzey alanı ve gözenek hacmini etkilediği bildirilmiştir. Yapılan diğer bir çalışmada ise, düşük sıcaklıklarda meydana gelen hidrotermal yöntemde hammaddenin tam olarak dönüşümünün gerçekleşememe sorunuyla karşılaşılacağı bildirilmiştir [68]. Yapılan çalışmaların analizi, hidrotermal yönteminde sıcaklığın kritik bir faktör olduğunu ve uygun verim için reaksiyon sıcaklığının doğru bir şekilde ayarlanması gerektiğini göstermektedir.

### **3.2. KOLLOİDLER**

Kolloid bilimi, hem büyük moleküllerin hem de ince bölünmüş çok fazlı sistemlerin bilimidir. Kolloid ve yüzey biliminin kesiştiği nokta çoklu faza sahip sistemlerdir. Kolloid bilimi birçok açıdan disiplinler arasıdır; ilgi alanı fizik, biyoloji, malzeme bilimi ve birkaç başka disiplinle örtüşmektedir [55]. Kimyasal bileşimi (organik veya inorganik), örnek kaynakları (örneğin biyolojik veya mineralojik) veya fiziksel durumu (örneğin bir veya iki fazlı) değil, parçacık boyutuyla ilgilidir. Kolloidal çözeltiler veya kolloidal dispersiyonlar, gerçek çözeltilerle ve süspansiyonlarla arasında yer alır. Başka bir deyişle, kolloidal bir dispersiyonda dağılmış partiküllerin çapı gerçek çözeltideki çözelti partiküllerinin çapından daha büyük ve süspansiyondakinden daha küçüktür. Kolloid kimyasının bilgisi, kimyanın çeşitli yönlerinde gereklidir. Bu alandan daha fazla şey sunan ve hala daha çok sunabilecek bir alan olduğu için, kimyagerler ve malzeme mühendisleri bu alanı çalışarak mümkün olduğunca çok kullanım elde etmek için araştırmalıdır [70]

Bir çözelti, bir çözünen ve bir çözücü olmak üzere iki bileşenden oluşur. Eğer ferrik klorür çözeltisi kaynar suya dökülürse, berrak, koyu kahverengi bir sıvı elde edilir. Renk değişimi, kimyasal bir reaksiyonun meydana geldiğini gösterir; aslında ferrik oksit oluşmuştur. Ferrik oksit, su içinde neredeyse çözünmez ve normalde çöker, ancak uygun koşullar altında oluşursa, çok küçük parçacıklar halinde sıvı içinde dağılımını sürdürebilir. Bu partiküllerin varlığı renk tarafından gösterilir, ancak

sınının bulanık görünmesine neden olacak kadar büyük deęillerdir. Bu, bir kolloidal sistem örneęidir. Olaęan gerçek çözeltide, çözünen, tek molekül veya iyon formunda çözücü içinde daęılmıştır. Öte yandan, süspansiyon, çıplak gözle veya mikroskopla görülebilecek kadar büyük parçacıklar içerir [70].

Gerçek bir çözeltide, şeker veya tuz gibi çözünen partiküller, çözücü içinde tek molekül veya iyon olarak daęılır. Bu nedenle, daęılmış partiküllerin çapı 1 Å ile 10 Å arasında deęişir. Öte yandan, suya karıştırılmış kumun bir süspansiyonunda, daęılmış partiküller milyonlarca molekülün birleşimidir. Bu partiküllerin çapı 2.000 Å veya daha fazladır. Gerçek bir çözelti ve kolloidal çözeltiler arasında net bir sınırlayıcı çizgi çekmek açıkça imkansızdır. Kolloidal davranış, boyut küçüldükçe hacme kıyasla büyük ölçüde artan yüzey alanı ile ilişkilendirilebilir. Kolloidal dispersiyonların temel özellikleri, partiküllerin yüzey alanının hacme kıyasla çok büyük olması gerçeğine dayandırılabilir. Gerçek bir çözeltide, sistem yalnızca bir fazdan oluşur ve çözünen ve çözücünün moleküler parçacıkları arasında gerçek bir ayırım yüzeyi yoktur. Kolloidal durumdaki partiküllerin boyutu 5 mµ ile 200 nm arasında deęişir [71].

1861 yılında Thomas Graham, çözülmüş maddelerin geçirgen bir membran üzerinden suya yayılma yeteneklerini inceledi. Şeker, üre ve sodyum klorür gibi kristal yapılı maddelerin membranın içinden geçtiğini, tutkal, jelatin ve arap sakızı gibi dięer maddelerin ise geçmediğini gözlemledi. İlk grubu kristalloidler, ikinci grubu ise kolloidler olarak adlandırdı (Yunanca, kolla = yapıştırıcı; eidos = benzer). Graham, 'kristalloidler' ve 'kolloidler' arasındaki farkın parçacık boyutundan kaynaklandığını düşündü. Daha sonra, doğası ne olursa olsun, herhangi bir madde, kolloidal boyuttaki parçacıklara bölünerek kolloid haline dönüştürülebileceęi anlaşıldı. Lineer boyutu (10 Å) ile (1 µm) arasında olan herhangi bir parçacık kolloid olarak kabul edilmektedir. Partiküllerin ağırlığı veya bir parçacıktaki atom sayısı yerine, lineer boyutlar kolloid boyut aralığını tanımlar [72]. Kolloid boyutta parçacıklara sahip olan materyal, kolloid halinde olduęu söylenir.

Kolloid örnekler: Kolloidal parçacıklar zorunlu olarak fiziksel şekle sahip deęildir. Aslında, bunlar çubuk şeklinde, disk şeklinde, ince filmler veya uzun iplikler olabilir.

Partiküllerin çapı, fiziksel madde formunda bir parçacık boyutu ölçüsüdür. Ancak, diğer durumlarda, malzemenin kolloid olarak sınıflandırılabilmesi için boyutlardan biri (uzunluk, genişlik ve kalınlık) kolloidal aralıkta olmalıdır. Bu nedenle, daha geniş bir bağlamda, dağılmış partiküllerin en az bir boyutunun (uzunluk, genişlik veya kalınlık) kolloid aralıkta olması durumunda, bir kolloid dispersiyonu olarak sınıflandırılır [71]. Kolloidlerin ilginç özelliklerinin birçoğu, boyutları atomik boyutlar ile toplu boyutlar arasında yer aldığı için ortaya çıkmaktadır. Kolloidal boyut aralığının iki önemli sonucu vardır:

- (i) Kolloidal malzemelerin çok büyük yüzey alanları ve "yüzey enerjileri" vardır.
- (ii) Kolloidal partiküllerin özellikleri her zaman karşılık gelen toplu madde veya karşılık gelen atom/moleküllerin özellikleri değildir. Kolloidal boyut aralığı, mikroskobik malzeme parçacıkları ile bireysel atomlar arasında yer alır [73].

Kolloidal sistemler, iki faza sahip olan heterojen karakterde kabul edilmektedir. Kolloidalde dağılanan parçacıkları disperse faz olarak adlandırılır. İkinci olarak, kolloidal partiküllerin dağıldığı sürekli faz dispersiyon ortamı olarak adlandırılır. Örneğin, su içindeki bakırın kolloidal çözeltisi için bakır parçacıkları dağılan fazı oluştururken, su dispersiyon ortamıdır. Ayrıca, dağılan faz, parçacıkları oluşturan fazı ifade etmektedir. Dispersiyon ortamı, partiküllerin dağılma işleminin gerçekleştiği ortamdır. Yukarıda belirtildiği gibi, kolloidal bir sistem, dağılan faz ve dispersiyon ortamından oluşmaktadır. Dağılan faz veya dispersiyon ortamı gaz, sıvı veya katı olabileceğinden, sekiz tür kolloidal sistem mümkündür. Bir gazın diğer bir gaz içinde kolloidal bir dispersiyonu mümkün değildir, çünkü iki gaz homojen bir moleküler karışım oluşturmaktadır. Farklı türdeki kolloidal sistemler aşağıdaki şekilde listelenmiştir [74].

Tablo 3. 1. Kolloidal dispersiyon türleri.

Tip adı	Dağınık faz	Dispersiyon ortamı
Köpük	Gaz	Sıvı
Katı köpük	Gaz	Katı
Aerosol	Sıvı	Gaz
Emülsiyon	Sıvı	Sıvı
Katı emülsiyon (jel)	Sıvı	Katı
Sigara içmek	Katı	Gaz
Sol	Katı	Sıvı
Katı sol	Katı	Katı

### 3.2.1. Kolloid Özellikler

#### 3.2.1.1. Kolloidlerin Optik Özellikleri

##### Tyndall Etkisi

Bir çözeltinin içinden güçlü bir ışın geçirildiğinde ve ona dik bir açıyla bakıldığında, ışığın yolu bulanık bir ışın veya koni olarak görünür. Bu, çözeltilerin partiküllerinin ışık enerjisini emmesi ve ardından uzayda tüm yönlere yayması nedeniyle oluşmaktadır. Buna "ışığın saçılması" denir ve kolloidal dağılımdaki ışın yolunu aydınlatır. Çözeltilerdeki parçacıklar tarafından ışığın saçılması olayına Tyndall etkisi denir. Işığın sol parçacıkları tarafından saçılmasıyla oluşan aydınlatılmış ışın veya koni, genellikle Tyndall ışını veya Tyndall konisi olarak adlandırılır [75].

Bir sinema salonundaki duman dolu film projektöründen gelen ışık ışınlarının veya tozlu bir yoldaki araba farlarının ışınlarının bulanık bir şekilde aydınlanması, Tyndall etkisinin tanıdık örnekleridir. Eğer sol parçacıkları yeterince büyükse, Tyndall saçılması sonucu sol, normal ışık altında bile bulanık görünebilir. Gerçek çözeltiler Tyndall etkisini göstermez. İyonlar ve ya çözelti molekülleri, ışığı saçmak için çok küçüktür, bu nedenle bir gerçek çözelti içinden yanından bakıldığında ışın görünmez.



Bu nedenle Tyndall etkisi, bir kolloidal çözeltiyi gerçek bir çözeltilerden ayırt etmek için kullanılabilir [76].

(i) Partiküllerin ultra mikroskopik doğası: Sol parçacıklar mikroskopla görülemez. Zsigmondy, Tyndall olayını kullanarak ultra mikroskop adı verilen bir cihaz kurmuştur. Yoğun bir ışın demeti, cam bir kap içinde bulunan bir sole odaklanmıştır. Işık odak noktası, demetle dik bir açıyla bir mikroskopla gözlenir. Bireysel sol parçacıklar, koyu bir arka plana (dispersiyon ortamı) karşı parlak noktalar şeklinde görünmüştür. Ultra mikroskop altında, aslında parçacıklar görünmez. Görülebilen şey, partiküllerin etrafındaki daha büyük dağılmış ışık halkalarıdır. Bu nedenle, bir ultra mikroskop, sol partiküllerin şekli ve boyutu hakkında herhangi bir bilgi veremez [77].

(ii) Elektron mikroskop: Bir elektron mikroskopunda, elektron demeti elektrik ve manyetik alanlar tarafından bir fotoğrafik plaka üzerine odaklanır. Bu odaklanmış demet, bir sol parçacık filminden geçirilir. Bu şekilde, boyutu yaklaşık 10,000 kat büyüklüğünde gösteren bireysel partiküllerin bir resmini elde etmek mümkündür. Bu enstrümanın yardımıyla, boya pigmentleri, virüsler ve bakteriler de dahil olmak üzere birçok sol parçacığın boyutu ve şekli hakkında bir fikir edinebiliriz. Bu partiküllerin küresel, çubuk şeklinde, disk şeklinde veya uzun iplik şeklinde olduğu bulunmuştur [76].

### **3.2.1.2. Kolloidlerin Kinetik Özellikleri**

Brown Hareketi: Bir sol, ultra mikroskopla incelendiğinde, askıya alınmış parçacıklar ışıldayan noktalar şeklinde görülür. Bir bireysel parçacığın takibiyle, parçacığın sürekli ve hızlı bir hareket geçirdiği gözlenir. Parçacık, ortamda kısa düz çizgi yollarında hareket ederken ani bir şekilde yön değiştirir [77]. Dağılma ortamındaki kolloid parçacığın sürekli hızlı zigzag hareketine Brown hareketi denir. Bu fenomen, 1827'de keşfedilmiş olan Sir Robert Brown tarafından adlandırılmıştır. Askıya alınmış parçacıklar ve gerçek çözeltiler Brown hareketini sergilemez. Brown hareketinin açıklaması, kinetik moleküler teoriye dayanan matematiksel düşüncelerle Albert Einstein tarafından yaklaşık olarak 1905 yılında ileri sürülmüştür. Ona göre,

Parçacığın hareketi, ortamın moleküllerinin zıt yönlere vurduğu eşit olmayan sayıda molekül tarafından tetiklenir. Daha fazla molekül bir taraftan parçacığa çarptığında, hareket yönü değişir [74].

Bir askıda, askıya alınan parçacıklar çok büyük olduğundan eşit olmayan çarpışmaların olasılığı azalır. Parçacığın bir tarafına çarpan moleküllerin kuvveti, diğer tarafta gerçekleşen çarpışmaların kuvveti tarafından iptal edilir. Bu nedenle, Brown hareketini sergilemezler. Brown hareketi olgusu, sıvılardaki moleküllerin varlığını ve sürekli hareketlerini kanıtlamanın mükemmel bir göstergesidir. Aynı zamanda, kolloidal partiküllerin yerleşmesine neden olması gereken yerçekimi etkisini nasıl dengelediğini açıklar. Dağılma ortamının molekülleri tarafından partiküllerin sürekli itilmesi, partiküllerin çökmesine izin vermez [74].

### **3.2.1.3. Kolloidlerin Elektriksel Özellikleri**

(i) Sol türlerinin elektrostatik doğası: Kolloidal dağılımların en önemli özelliği, tüm askıya alınmış partiküllerin ya pozitif ya da negatif bir yüke sahip olmasıdır. Benzer şekilde yüklü parçacıklar arasındaki itme kuvvetleri, yerçekimi etkisi altında bir araya gelmelerini ve çökmesini engeller. Bu, sola kararlılık kazandırır. Sol parçacıkları, dağılma ortamından pozitif veya negatif iyonların tercihli adsorpsiyonu yoluyla pozitif veya negatif yük kazanır. Örneğin, ferrik hidroksit sol parçacıkları, solun hazırlanmasında kullanılan demir klorür ( $\text{FeCl}_3$ ) tarafından  $\text{Fe}^{3+}$  iyonlarını adsorbe ettiği için pozitif yüklüdür. Sol genelinde nötr olmasına rağmen, parçacıktaki yük, ortamdaki elektrolit tarafından sağlanan zıt yüklü iyonlar (bu durumda  $\text{Cl}^-$ ) tarafından dengelemiştir [77].

(ii) Elektriksel Çift Tabaka: Kolloidal parçacığın yüzeyi, etrafında seçici olarak pozitif iyonların bir tabakasının adsorpsiyonuyla pozitif bir yük kazanır. Bu tabaka, ortamdaki karşı-iyonlar çekerek ikinci bir negatif yük tabakası oluşturur. Parçacığı etrafındaki + ve - yüklerin kombinasyonuna Helmholtz Çift Tabaka denir. Helmholtz, parçacık yüzeyine bitişik olan pozitif yüklerin sabit olduğunu, negatif yüklerin ise ortamla birlikte hareketli olduğunu düşünmüştür. Daha sonraki düşünceler, çift tabakanın şu şekilde oluştuğunu göstermiştir: (a) Parçacık yüzeyine

sıkıca tutturulan pozitif ve negatif yüklerden oluşan yoğun tabaka. (b) Pozitif iyonlar içeren ortama yayılmış karşı-iyonların (negatif iyonlar) difüzyon tabakası [74].

Kompakt ve yayılmalı tabakaların birleşimi, Stern Çift Tabakası olarak adlandırılır ve bu isim, önemini ilk kez fark eden kolloidal kimyacı tarafından verilmiştir. Yayılmalı tabaka, parçacık yüzeyine zayıf bir şekilde bağlıdır ve bir elektrik alan uygulandığında ters yönde hareket eder. Parçacık etrafındaki yük dağılımı nedeniyle, kompakt tabaka ile çözeltinin yayılmalı tabakası arasında bir potansiyel farkı vardır. Buna Elektrokinetik veya Zeta potansiyel denir. Çift tabakanın varlığı, (a) Katodroz ve (b) Kolloidallerin Elektroozmozis gibi elektriksel özelliklerini açıklar. Bu özelliklerin yardımıyla Zeta potansiyelinin büyüklüğü tahmin edilebilir hale getirilmiştir [74,75].

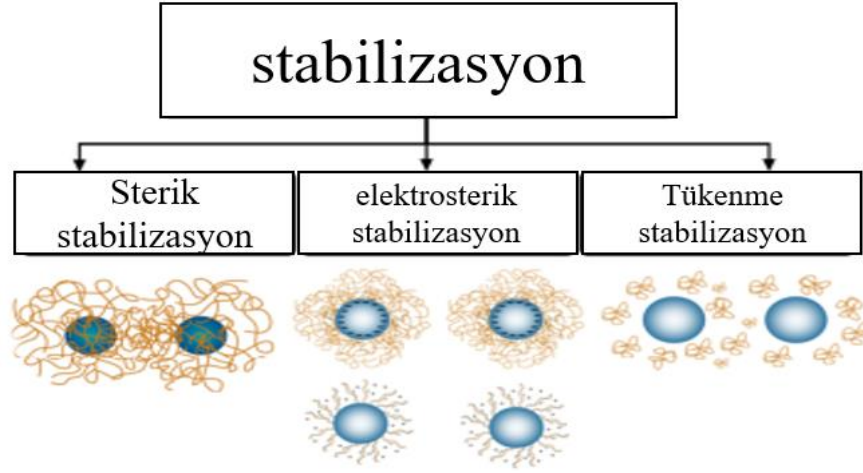
### **3.2.2. Kolloidal Kararlılık**

Kolloidal dağılım, katı, sıvı veya gaz partiküllerinin sürekli bir fazda (katı, sıvı veya gaz) dağıldığı bir sistemdir. Dar anlamda, kolloidal terimi, en az bir boyutu 1 nm ile 1 µm arasında olan parçacıklara atıfta bulunur. En sık karşılaşılan kolloidal dispersiyonlar katı-sıvı (süspansiyonlar), sıvı-sıvı (emülsiyonlar), gaz-sıvı (köpükler) ve katı-gaz (aerosoller) dispersiyonlardır [78].

Kolloidal dispersiyon, yüzey enerjisini azaltma eğiliminde olduğundan termodinamik olarak kararsız bir sistemdir. Bu nedenle, bir kolloidal sistemin kararlılığı, süreç, kullanım ve uygulamalarla ilgili bir zaman kavramına bağlıdır [79]. Kolloidal kararlılık iki kategoriye ayrılabilir: kolloidal kararlılık ve yerçekimi kararlılığı. Kolloidal kararlılık, parçacık boyutu değişikliğiyle ilgilidir (örneğin, toplama veya yığılma). Parçacıklar boyut değişikliğine tabi değilse, dispersiyon kolloidal olarak kararlı kabul edilir. Dolayısıyla, kolloidal kararlılık, Van der Waals ve elektrostatik etkileşimler (klasik Derjaguin-Landau-Verwey-Overbeek (DLVO) teorisi), sterik etkileşimler (örneğin, polimer adsorpsiyonu), hidrofobik etki vb. gibi çeşitli etkileşim türlerine bağlıdır. Bu nedenle, bir dispersiyonun kolloidal kararlılığını teorik olarak öngörmek son derece zordur [80].

Yerçekimi kararlılığı, partiküllerin parçacık göçüne (örneğin, sedimentasyon veya kremasyon) direnme yeteneğiyle ilgilidir ve yoğunlukla sürekli fazın viskozitesi ve yoğunluğu, partiküllerin boyutu ve yoğunluğu gibi kolloidal dispersiyonun akış özelliklerine bağlıdır. Seyreltik kolloidal parçacıklar için, Newtonian bir akışkan içinde bu göçüne olgusu Stokes yasası ile tanımlanabilir. Sedimentasyon bazen kolloidal kararsızlık olarak yanlışlıkla kabul edilir. Örneğin, bir çözücüdeki bir parçacık dispersiyonu kolloidal olarak kararlı olabilir (parçacık boyutunda değişiklik yoktur) ancak yerçekimi kararlı değildir [80].

Kolloidal sistemlerin kararlılığı, Derjaguin, Landau, Verwey ve Overbeek teorisi (DLVO) tarafından tanımlanabilir. Söz konusu teori, çözücüdeki parçacıklar arasındaki etkileşim enerjisini karakterize eder. Parçacıklar arasındaki etkileşimler, Van der Waals çekim kuvvetleri ve itici elektrik çift tabaka kuvvetleri olarak ikiye ayrılabilir. İtme kuvvetlerinin toplamı çekim kuvvetlerinden yüksekse, söz konusu sistem kararlı kabul edilebilir [81]. Başka bir deyişle, çekim kuvvetleri (kalıcı dipol-kalıcı dipol etkileşimleri (Keesom), kalıcı dipol-indüklenmiş dipol kuvvetleri (Debye) ve geçici dipol-geçici dipol kuvvetleri (London) tarafından oluşturulan) itme kuvvetlerinden daha güçlü olduğunda, parçacıklar birbirine yapışır ve sonuç olarak topaklanma meydana gelir. Farklı maddelerin eklenmesi ve konsantrasyon, iyonik kuvvet veya pH gibi diğer faktörler, etkileşimlerin toplam potansiyel enerjisini değiştirebilir. Makromoleküllerin eklenmesi durumunda, kolloidal süspansiyonun kararlılığı stabilizasyon mekanizmasına bağlıdır [82].



Şekil 3.2. Polimerin kolloidal sistemlere eklenmesiyle oluşan kararlılık mekanizmaları [82].

İlaç taşıma, tıbbi teşhis ve görüntüleme amaçları için incelenen nanopartiküller, yığılma önlemek için koruyucu bir organik tabaka gerektirir ve parçacık yüzeyine özel işlevsellikler ekler. Nanopartiküllerin etrafında oluşan organik tabaka (adsorpsiyon tabakası), parçacık birleşmesinden sorumlu olan çekici Van der Waals kuvvetlerine karşı dengeleyici bir sterik bariyer sağlayacak kadar yeterince kalın olmalıdır. Nanopartiküllerin etrafında adsorpsiyon tabakalarının oluşumu, biyomedikal uygulamalarda tipik olarak kullanılan seyreltilmiş sistemlerde birleşmeyi önlemek için etkili bir yaklaşımdır. Bununla birlikte, kalın adsorpsiyon tabakaları, konsantre bir sıvı süspansiyon oluşturmak için bir sıvıya dağıtılabilecek maksimum nanopartikül konsantrasyonunu sınırlar [78].

Örneğin seramik üretiminde, bant dökümü, ekran baskısı veya doğrudan montaj teknikleriyle üretilen çatlaksız inorganik filmler ve yapılar düşük katı içeriğe sahip süspansiyonlar kullanılarak zor bir şekilde üretilir. Bu nedenle, son zamanlarda birçok çalışma, nanopartiküller içeren konsantre süspansiyonların reoloji davranışını ve kolloidal kararlılığını ele almıştır.

### 3.2.2.1. Kolloid stabilizasyon ajanları

Kolloid kararlılık ajanları, dağılmış partiküllerin bir araya yapışmasını engellemek için kolloide eklenen maddelerdir. Birçok farklı türde kolloid kararlılık ajanı bulunmaktadır, bunlar şunları içerir [83]:

**Yüzeyaktif Maddeler:** Yüzeyaktif maddeler, hem hidrofilik hem de hidrofobik bölgelere sahip moleküllerdir. Hidrofilik bölge dağıtıcı ortama çekilirken, hidrofobik bölge dağıtıcı ortam tarafından itilir. Yüzeyaktif maddeler, dağılmış partiküllerin etrafında bir tabaka oluşturarak bir araya yapışmalarını engeller.

**Hidrokolloidler:** Hidrokolloidler su emen maddelerdir. Kolloide eklenildiğinde, hidrokolloidler dağılmış partiküllerin etrafında jel benzeri bir tabaka oluşturarak bir araya yapışmalarını engeller.

**Polimerler:** Polimerler, uzun molekül zincirleridir. Kolloide eklenildiğinde, polimerler dağılmış parçacıkları tuzaklayan bir ağ oluşturabilir, böylece bir araya yapışmalarını engeller.

Kullanılan kolloid stabilizasyon ajanı, kolloid türüne ve dağıtıcı ortama bağlı olacaktır. Örneğin, yüzeyaktif maddeler genellikle emülsiyonları stabilize etmek için kullanılırken, hidrokolloidler genellikle süspansiyonları stabilize etmek için kullanılır.

İşte bazı kolloid stabilizasyon ajanı örnekleri [84]:

**Yüzeyaktif Maddeler:** Sodyum lauril sülfat, Sodyum dodesilbenzensülfonat, Polisorbat 80

**Hidrokolloidler:** Jelatin, Pektin, Karahindiba

**Polimerler:** Polivinil alkol, Polietilen glikol, Nişasta

Kolloidler, kozmetikler, gıdalar, ilaçlar, boyalar, mürekkepler ve deterjanlar dahil olmak üzere birçok farklı üründe kullanılır. Kolloid stabilizasyon ajanları, kolloidleri stabil tutmaya ve dağılmış partiküllerin bir araya yapışmasını engellemeye yardımcı olarak birçok ürünün önemli bir parçasıdır [83].

Magnetit nanopartikül kolloidler için en önemli stabilizasyon ajanları yüzeyaktif maddeler ve polimerlerdir. Yüzeyaktif maddeler, magnetit nanopartikül kolloidlerini kararlı etmede özellikle etkilidir çünkü, partiküllerin birbirleriyle temasını engelleyen bir tabaka oluşturabilirler. Polimerler de magnetit nanopartikül kolloidlerini stabilize etmede etkili olabilir, ancak yüzeyaktif maddeler kadar etkili değildir.

Yüzeyaktif maddeler ve polimerlerin yanı sıra, magnetit nanopartikül kolloidler için kullanılacak diğer stabilizasyon ajanları şunlardır:

Dendrimerler: Dendrimerler, çok dallı moleküllerdir ve kolloidal partiküllerin etrafında bir ağ oluşturabilir, böylece onları ayrı tutmaya yardımcı olur.

Hidrojeller: Hidrojeller, suyu emebilen çapraz bağlı polimerlerdir. Magnetit nanopartikül kolloide eklenildiğinde, hidrojel şişebilir ve partiküllerin etrafında bir jel oluşturabilir, bu da bir araya yapışmalarını engellemeye yardımcı olur.

Katmanlı çift hidroksitler: Katmanlı çift hidroksitler, magnetit nanopartikül kolloidleri kararlı etmek için kullanılan bir tür kildir. Katmanlı çift hidroksitler, partiküllerin etrafında bir tabaka oluşturabilir ve böylece partiküllerin birbirleriyle temasını engeller [83].

Magnetit nanopartikül kolloid için bir kararlılık ajanının seçimi, belirli uygulamaya bağlı olacaktır. Örneğin, kolloid bir tıbbi uygulamada kullanılacaksa, kararlılık ajanı biyouyumlu olması gerekecektir.

### 3.2.3. Nanoakışkanlar

Nanoakışkanlar, içerisinde nano ölçekte (1-100 nm) partiküllerin bulunduğu bir temel sıvıdan oluşan, nispeten yeni bir sıvı sınıfıdır. Bu parçacıklar genellikle metal veya metal oksittir ve iletim ve konveksiyon katsayılarını artırarak soğutucudan daha fazla ısı transferine izin verir [85].

Nanoakışkanlar, termofiziksel özellikleri geliştirilmiş ısı transfer sıvıları olup daha iyi performanslar (enerji, ısı transferi ve diğer performanslar) için birçok cihazda kullanılabilirler. Bu nedenle, Son 50 yıl içerisinde nanoteknolojide hızlı ilerlemeler, "Nanoakışkanlar" adı verilen yeni bir soğutucu neslinin ortaya çıkmasına yol açmıştır [85]. Nanoakışkanlar, nanopartikülün bir baz sıvı içinde süspansiyonu olarak tanımlanır. Termal iletkenliği artırmak amacıyla yaklaşık on yıl önce geliştirilen bu fonksiyonelleştirilmiş nanopartikülün seyreltilmiş süspansiyonları, umut verici bir nanoteknoloji alanına dönüşmüştür. Isı transferi uygulamaları için bu tür termal nanoakışkanlar, diğer uygulamalar için geleneksel kolloidlardan farklı bir sınıfı temsil eder. Isı transfer yoğunlaştırmaları için geleneksel katı-sıvı süspansiyonlara kıyasla nanoakışkanlar şu avantajlara sahiptir [86]:

- Yüksek yüzey alanından dolayı partiküller ve sıvılar arasında daha fazla ısı transfer yüzeyi oluşmuştur.
- Partiküllerin baskın Brown hareketiyle yüksek dağılım kararlılığı.
- Eşdeğer ısı transfer yoğunlaştırması elde etmek için saf sıvıya kıyasla azaltılmış pompa gücü.
- Geleneksel kürelerle karşılaştırıldığında azaltılmış parçacık tıkanması nedeni ile sistemin miniaturizasyonunu teşvik eder.
- Farklı uygulamalara uygun olarak, partikül konsantrasyonu değiştirilerek termal iletkenlik ve yüzey ıslanabilirliği ayarlanabilir.

Nanoteknoloji, daha temiz ve daha verimli enerji kaynakları ve kullanımları sağlamayı hedefleyen birçok uygulamada kullanılmakta veya kullanılması düşünülmektedir. Bu uygulamaların birçoğu enerji iletimini doğrudan etkilemese de, her biri enerji iletim sistemi aracılığıyla taşınacak olan elektrik, petrol damıtmak



yakıtı veya doğal gaz ihtiyacını azaltma potansiyeline sahiptir. Daha verimli enerji üretimi ve kullanımı, inşaat, bakım, onarım faaliyetlerinin miktarını azaltabilir. Nanoteknolojinin bu teknolojik alanlara nasıl entegre edilebileceğine dair örnekler aşağıda belirtilen belirli uygulamalarda vurgulanmaktadır [86,87]:

- Motor şanzıman yağı.
- Binaların ısıtma ve soğutması.
- Elektronik cihazların soğutulması.
- Dönüştürücü soğutma yağında Nanoakışkanlar.
- Nükleer sistemlerin soğutulması.
- Soğutma (ev tipi buzdolabı, soğutucular).

Bu yeni ve gelişmiş soğutucu konseptleri, geleneksel soğutuculara kıyasla ilgi çekici ısı transfer özellikleri sunmaktadır.

### **3.2.3.1. Nanoakışkan Uygulamaları**

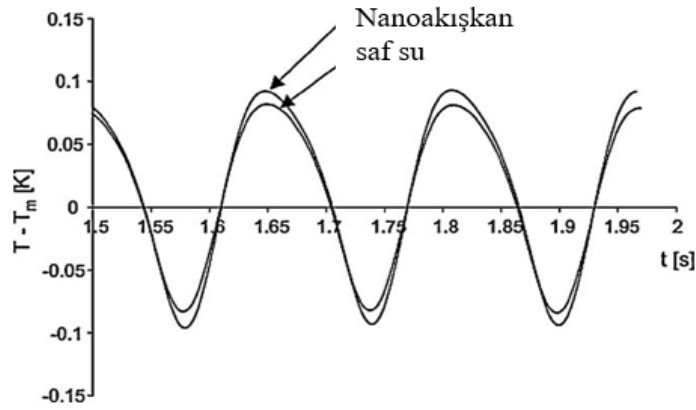
Bu bölüm, Nanoakışkanların endüstriyel, ticari, konut ve ulaşım sektörlerindeki uygulamalarını mevcut literatüre dayanarak açıklar.

#### **Soğutucularda Uygulama**

Birçok çalışmada, nanoakışkanların %0,4 hacim kesrine karşılık gelen bir artışla termal iletkenliğin %40 arttığı belirtilmiştir. Bu durum, klima sistemlerindeki soğutucuların performansının iyileştirilmesi için bir fırsat sunmaktadır. Şaşırtıcı bir şekilde, Nanoakışkanların soğutma kapasitesi standart değerlendirme koşullarında %4.2 artırılabilir. Akış hızı 60 L/dk olduğunda ise kapasitede %6,7 artış gözlenmiştir. Nanoakışkanların soğutma kapasitesindeki beklenmedik artış, akış alanının ve nanopudranın dinamik etkileşimiyle ilişkilendirilmiştir. Nanopudralar, türbülanslı kinetik enerjinin dalgalanmasını absorbe etme yeteneğine sahip olup, dinamik koşullarda daha iyi bir ısı transfer özelliği ortaya çıkarmıştır, bu da daha iyi bir sistem performansına yol açmaktadır. Standart değerlendirme koşullarında, nanoakışkanların kullanılması, nanoakışkan olmayan bir duruma göre COP'yi %5,15 artırmıştır. Ayrıca, nanoakışkanların eklenmesiyle oluşan basınç düşmesi neredeyse ihmal edilebilir düzeydedir [88].

### Bir gaz yakıtlı SI motorunda vuruntu oluşumunun tespiti

Ollivier ve ark. [89], %5 su/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanoakışkanın sayısal olarak test edildiğini ve sonuçlarının nanoakışkan kullanımının suya göre termal sinyal değişimlerinde yaklaşık %15 artışa neden olduğunu bildirmişlerdir. Bu durum Şekil 3.3'de görülebilir.



Şekil 3.3. Lümen iç tarafından 0,5 mm uzaklıktan (nokta 1) kaydedilen sıcaklık değişimi, nanoakışkan ve saf su ile [89].

### Isı değiştirici

Soğutma, birçok endüstri tarafından karşılaşılan önemli zorluklardan biridir. Soğutma oranlarını artırmak için geleneksel yöntem, ısı transfer alanını artırmaktır. Pompa maliyetleri ve ısı transferi arasında bir denge vardır. Alan arttıkça, sıvıyı değiştirici içinden geçirmek için gereken enerji de artar. Isı transfer alanının daha da artması, termal yönetim sistemini büyütme gerekliliğini beraberinde getirir. Isı değiştirici tasarımında çekici bir yaklaşım, yeni ve yüksek verimli ısı transfer sıvıları geliştirmektir [90]. Nanoteknoloji, enerji verimli merkezi ısıtma sistemlerinin gelişimini hızlandırmada yardımcı olabilir. Karbon nanotüpler (CNT'ler) suya eklenerek nanoakışkan oluşturulur. Araştırmacılar, CNT'leri kullanarak zorlaştırılmış konvektif ısı transfer oranı dört kat daha iyi olan nanoakışkanlar geliştirmişlerdir. Evlerin ticari su kazanlarına eklenen böyle nanoakışkanlar, merkezi ısıtma cihazını %10 daha verimli hale getirebilir [86].

## **Tıbbi uygulamalar**

Nanoakışkanlar ve nanopartiküller biyomedikal endüstrisinde birçok uygulamaya sahiptir, ancak geleneksel kanser tedavi yöntemlerinde bazı yan etkiler bulunmaktadır. Demir bazlı nanopartiküller, yakındaki sağlıklı dokuyu zarar vermeden ilaç veya radyasyon taşıma aracı olarak kullanılabilir. Bu tür partiküller, vücut dışında bulunan mıknatıslar kullanılarak kan dolaşımında bir tümöre doğru yönlendirilebilir. Nanoakışkanlar, etkili soğutma sağlayarak cerrahi bölge etrafında güvenli bir şekilde kullanılabilir ve böylece hastanın hayatta kalma şansını artırırken organ hasarı riskini azaltabilir. Biyo nanoakışkandeki manyetik nanopartiküller, ilaç veya radyasyon taşıma araçları olarak kullanılabilir ve yeni kanser tedavi teknikleri sunar. Manyetik nanopartiküller, insanlar tarafından tolere edilebilir ve AC manyetik alanlarda mikropartiküllere göre çok daha fazla güç absorbe eder. Nanopartiküller normal hücrelere kıyasla tümör hücrelerine daha yapışkandır, bu nedenle AC manyetik alan ile uyarılan manyetik nanopartiküller kanser tedavisi için umut vericidir. Radyasyon ve hipertermi kombinasyon etkisi, radyasyon sonrası DNA hasarına bağlı olarak onarım sürecinin ısının neden olduğu bozukluğundan kaynaklanır [91].

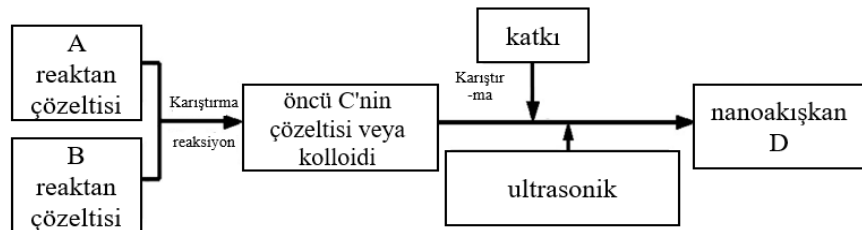
### **3.2.3.2. Nanoakışkan sentezlemesi**

Üretilen Nanoakışkanların belirli bir dizi gereksinimi karşılaması gerekmektedir: bunlar homojen olmalı, uzun bir süre boyunca yığılmaya ve çökme oluşumuna toleranslı olmalıdır; kimyasal reaksiyonlar olmamalı vb. Çoğu araştırmacının görüşüne göre, en önemli sorun yığılmadır. yığılmaya yatkınlık, nanopartiküllerin en önemli özelliklerinden birini yansıtmaktadır: yüksek yüzey aktivitesi. Bir yandan, nanopartiküllerin yüksek yüzey aktivitesi, küçük partiküllerin çökmemesine neden olurken, diğer yandan yığılmaya eğilimleri vardır. Bahsedilen nanopartikül özelliği, nanoakışkan üretim teknolojisini ve işletme durumlarının sürdürülmesini önemli ölçüde etkilemektedir [92].

Nanoakışkanların üretiminin mevcut yöntemleri tek aşamalı ve iki aşamalı olarak ayrılır.

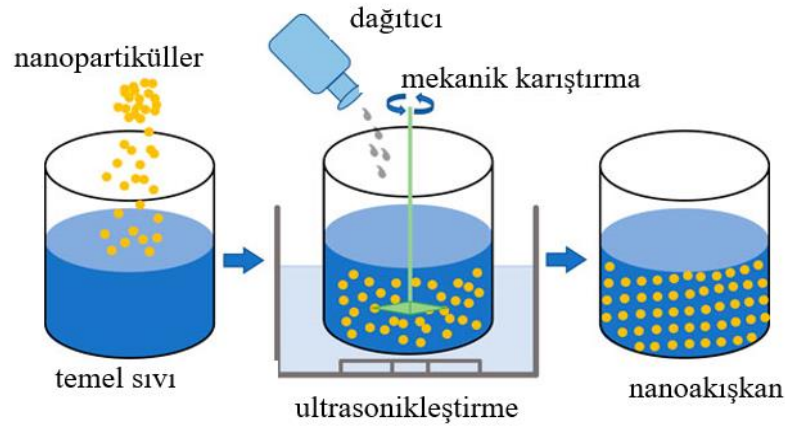
Tek aşamalı yöntemlerde, nanoakışkan bir işlem döngüsü içinde üretilebilir. Tek aşama teknolojisinin avantajı, üretilen nanopartiküllerin genellikle çok küçük olması (2-20 nm), nanopartiküllerin yığılmasının minimize edilmesi ve üretilen nanoakışkanların karalı olarak nitelendirilmesidir. Akoh (1978) tarafından önerilen tek aşama yöntemi VEROS (Running Oil Substrate üzerine Vakum Buharlaştırması) olarak adlandırılmaktadır [93]. Şu şekilde gerçekleştirilir: metal (nanopartikül malzemesi) bir vakum odasında bir elektron demeti tarafından buharlaştırılır ve dönerik hareket eden bir disk üzerine yerleşir. Disk yağ ile kaplıdır ve bu yağ temel sıvıdır. Bu yöntemin farklı versiyonları bulunmakta olup, elektrot buharlaştırma yöntemi ve temel sıvıda partikül çökmesi yöntemleri arasında farklılıklar gösterir. Örneğin, Yatsuya ve ark. (1984) VEROS yöntemini değiştirerek hareketli bir yağ substratını hareketsiz biriyle değiştirmiştir. Wagener ve ark. (1997) çalışmasında ise elektrot buharlaştırması için magnetron dispersiyon yöntemi kullanılmıştır. Magnetron dispersiyonunda nanopartikül oluşumu, anormal bir parlak deşarj plazmasında oluşan çalışma gazının iyonları tarafından katot bombardımanı ile gerçekleşir. Önerilen yöntem Wagener ve ark. (1997) tarafından farklı temel sıvılar için Ag ve Fe süspansiyonlarının üretimi için test edilmiştir. Üretilen nanopartiküllerin boyutu 2-20 nm arasındadır. Bakır katotunun ısınması ve yok edilmesi için elektriksel bir deşarj da kullanılmıştır.

Kimyasal yöntemler tek aşama yöntemler arasında önemli bir yere sahiptir. Bakır nanoakışkanı,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'nun  $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ile etilen glikolde mikrodalga radyasyonun etkisi altında indirgenerek elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre,  $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 'nun eklenmesi ve mikrodalga alanının uygulanması, reaksiyon hızını ve elde edilen bakır nanoakışkanının özelliklerini etkileyen iki önemli faktördür [94].



Şekil 3.4. Nanoakışkanların kimyasal üretiminin şeması [92].

İki aşamalı yöntemlerde, nanopartiküller öncelikle üretilir ve ardından sıvıya eklenir. Tek aşamalı yöntemlerle karşılaştırıldığında, iki aşamalı yöntem oksit partiküllerinin daha az yığılmayı eğilimine sahip olmaları nedeniyle tercih edilir.  $Al_2O_3$  nanoakışkan hazırlanmasında iki aşamalı yöntem kullanılmıştır [95]. Aynı yöntem,  $TiO_2$  nanopartikülün su süspansiyonunun üretimi için de kullanılmıştır [96]. 2006 yılında etilen glikol ve su kullanılarak katkı maddeleri ve stabilizatörler olmadan elmas nanoakışkanın yapıldığı ve özelliklerinin incelendiği çalışmalarda da bu yöntem kullanılmıştır [97]. Kimyasal yöntemlerde olduğu gibi, nanopartikülün temel sıvı üzerindeki homojen dağılımını elde etmek ve yığılmalarını azaltmak için farklı yaklaşımlar kullanılmaktadır: ultrasonik işlem, belirli frekanslarda elektromanyetik radyasyon, nanoakışkan asiditesinin düzenlenmesi, yüzey aktif maddelerin eklenmesi vb [96].



Şekil 3.5. İki aşamalı yöntem kullanılarak Nanoakışkanların hazırlanmasının şematik diyagramı [98].

### 3.3. SOĞUTMA KULELERİ VE ISI TRANSFERİ

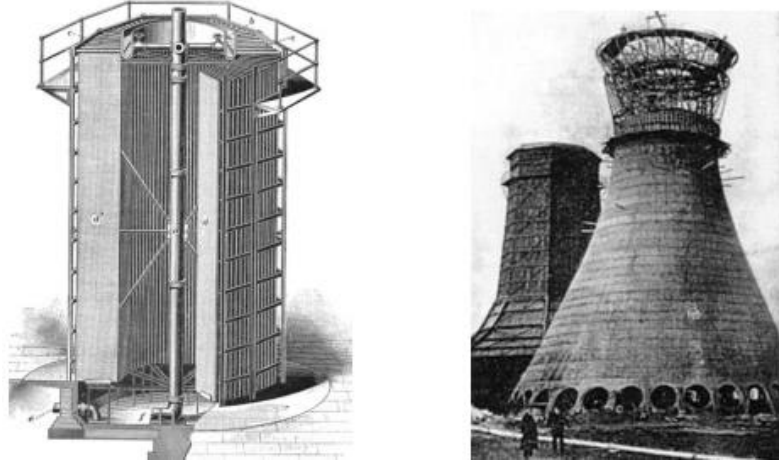
Soğutma kuleleri, atık ısıyı su akışının soğutulması yoluyla atmosfere aktarmak için kullanılan ısı reddetme cihazlarıdır. Soğutma kuleleri genellikle güç santrallerinde kullanılan dolaşım suyunu soğutmak için kullanılır.

Soğutma kulesi, havanın ve sıcak suyun doğrudan temas halinde olduğu bir ısı ve kütle transfer sistemi olarak kullanılır. Soğutma kulesi, suyu soğutmak için buharlaşma ısı ve kütle transfer mekanizmasını kullanır. Bugüne kadar, soğutma

kulelerinin genel termal performansını artırmayı amaçlayan çeşitli arařtırmalar yapılmıřtır. Bu arařtırmalar üç gruba ayrılır: sođutma kulelerinin fiziksel ekipmanları (doldurma malzemeleri, su dađıtım sistemi, damlacık eliminatörü vb.) üzerine arařtırmalar, iřletme kořullarının ve ortam kořullarının (ortamdaki hava sıcaklıđı, bađıl nem ve rüzgar hızı) test edilmesi üzerine arařtırmalar [99].

### **3.3.1. Sođutma Kulelerinin Tarihçesi**

Buhar makinesinin geliřtirilmesi, sođutma kulelerinin geliřtirilmesinde ilk adımı attı ve bu süreç 19. yüzyılda güç üretim sistemlerinde kondansatörlerin kullanılmasıyla başladı. Kondansatörler, türbinlerden veya silindirlerden çıkan buharı yođuřturmak için kullanılıyordu [100]. Mevcut büyük arazilerin olduđu bazı bölgelerde sođutma göletleri kullanılırken, sınırlı arazisi olan büyük şehirlerde sistem sođutma kuleleri řeklini aldı. İlk kuleler çatı üstlerine veya bađımsız yapılar olarak yerleřtirildi. 1901 yılında, bir Amerikalı mühendis, dikey olarak kısaltılmıř bir baca gibi görünen ancak yanlardan çok geniřletilmif dikdörtgen veya daire řeklinde özel bir tasarım önerdi. En üstte, kondansatörden gelen su dađıtıcı kanallarla pompalanır ve ardından kulenin içini dolduran ahřap çıtalar veya dokuma tel ekranlar üzerinden sızar. Bir hiperboloid řeklindeki sođutma kulesi ilk kez 1918 yılında Hollandalı mühendis Gerard Kuypers ve Frederik van Iterson tarafından patentlendi ve aynı yıl Heerlen yakınlarında inřa edildi [101].



Şekil 3.6. Barnard'ın fanı olmayan kendi kendini soğutan kulesi (1902), doğal hava akımına ve açık yanlara dayanıyordu; soğutulacak su üstten püskürtülerek dikey tel örgü matlara (solda) serilir. İlk hiperboloid soğutma kulesi 1918 yılında yapılmıştır (sağda) [99].

### 3.3.1.1. Havanın Akışını Oluşturma Yöntemleri

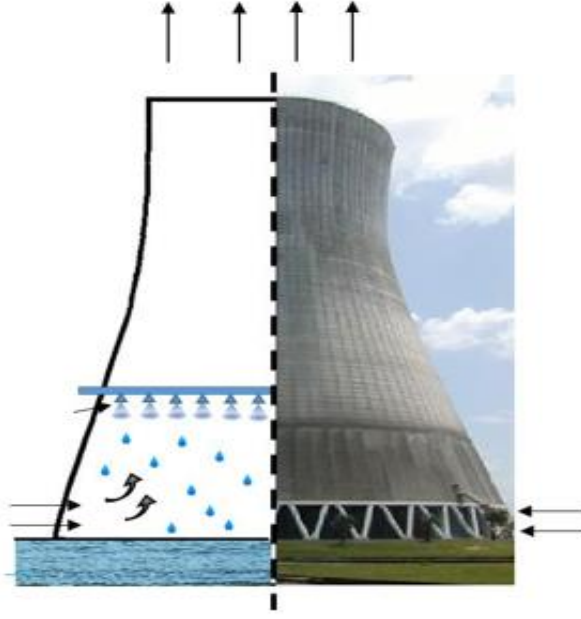
Genellikle, kule boyunca hava akışı iki ana yöntemle uygulanır;

#### Doğal çekişme

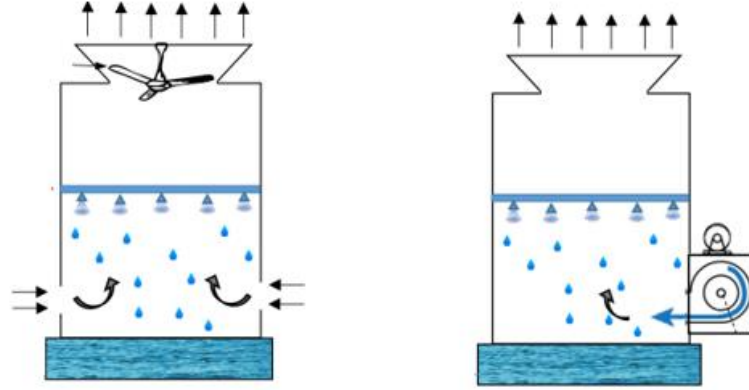
Bu tür soğutma kulelerinde, ısının transferi, soğutma kulesi içinde dolaşan havanın doğal konveksiyonuyla tamamen gerçekleşir ve sıcak, nemli hava, dışarıdaki havaya göre yoğunluk farkı nedeniyle doğal olarak yukarı çıkar, bu da soğutma kulesi boyunca hava akışı oluşturur. Şekil 3.7'de gösterildiği gibi [102].

#### Mekanik çekişme

Hava fanları, bu yöntemde soğutma kulesi boyunca havanın dolaşımını sağlamak için kullanılır ve genellikle iki yöntemde uygulanır; Çekilmiş çekişme: Bu tip bir mekanik fan, soğutma kulesinin üstündeki tahliye noktasında kullanılarak havayı kule içinden geçirmek için kullanılır. Bu tür bir çekişmede genellikle aksenal fanlar kullanılır (Şekil 3.8 sol) [102].



Şekil 3.7. Doğal çekişli soğutma kulesi (ıslak tip) [102].



Şekil 3.8. Mekanik çekişli indüklenmiş tip (sol) ve zorlanmış tip (sağ) [102].

### 3.3.2. Isı Transfer Yöntemleri

Soğutma kulelerinde kullanılan ana ısı transfer yöntemleri Şekil 3.9'da sınıflandırılmış ve aşağıda açıklanmaktadır.



## Kuru soğutma kuleleri

Bu yöntemde, işleyen sıvı ortam havasından ayrılır ve işlem tüp tipi ısı değiştiricilerle neredeyse benzerdir ve konvektif ısı transferi bu yöntemde büyük bir rol oynar. Şekil olarak, bu tip soğutma kuleleri buharlaşan tiplerle benzerdir, ancak iç yapıları farklıdır. Genel olarak, kuru tip soğutma kulesi, bir otomobil radyatörü ile aynı prensiplerde çalışır [100].

## Islak veya buharlaştırmalı soğutma kuleleri

Bu yöntemde buharlaştırma soğutma prensibi kullanılır. Soğutma suyu doğrudan soğutma kulesi içindeki havayla temas eder. Isının çoğu dolaşan suyun bir kısmının buharlaşması yoluyla, daha az ısı da havaya ısı transferi yoluyla kaybedilir [100].

## Islak/kuru tip soğutma kuleleri

Bu yeni önerilen soğutma kulesi tipi, karışık bir yöntem olarak, su tüketimini normal ıslak tip soğutma kulelerinin yaklaşık %20'sine düşürebilir (bu, güç santrali soğutma sistemleri için istenmeyen bir sorundur [100,103].



Şekil 3.9. Soğutma kulelerinde kullanılan ana ısı transfer yöntemleri [100].

Bu çalışma, bir hava akımı ıslak soğutma kulesinin soğutma verimliliğini artırmak için yapılmıştır. Farklı hava ve su hızlarında, miknatis nanopartiküllerine eklenen bir stabilizatörde çözülmüş tuzsuz su karışımından oluşan nanosıvuların eklenmesiyle,

ıslak transfer verimliliđi deęişiklikleri kaydedilmiş ve izlenmiştir. Çalışma, ıslak sođutma kulelerinin deneysel ve teorik incelemelerini ele almış ve püskürtme nozullarından oluşan püskürtme sođutma sistemini incelemiş, basınç, akış hızı ve damlacık boyutu dağılımıyla karakterize edilen püskürtme desenlerini tartışmıştır. Ayrıca farklı hava ve su hızlarının etkinliđi ve etkisi, sabitleyici konsantrasyonunun ve nanopartikül konsantrasyonunun etkisi de incelenmiştir.

## BÖLÜM 4

### LİTERATÜR İNCELEMESİ

#### 4.1. MANYETİT NANOPARTİKÜL SENTEZİ

Son yıllarda, metal nanopartiküller çeşitli alanlarda, katalitik, optik, elektrik ve elektronik, biyomedikal gibi birçok uygulamada büyük potansiyele sahip olduğu için araştırmalarda büyük ilgi görmektedir. Özellikle manyetit nanopartiküller, benzersiz manyetik özellikleri ve yüksek spesifik yüzey alanları nedeniyle dikkat çekmektedir [134]. Manyetit nanopartiküllerin diğer bir avantajı, kolaylıkla modifiye edilebilme ve farklı yüzey fonksiyonel gruplarının eklenerek özelliklerinin ayarlanabilmesidir. Bu, istenen uygulamalara yönelik özel tasarlanmış manyetit nanopartiküllerin sentezini ve kullanımını mümkün kılar. Örneğin, yüzeydeki kimyasal gruplar aracılığıyla hedeflenen moleküllerin bağlanması, manyetit nanopartiküllerin biyomedikal alanda ilaç taşıyıcı sistemlerinde veya ısı transferinin verimliliğini artırma tekniklerinde kullanılmasını sağlar.

MNP geniş uygulama alanları ve özelliklerindeki bu ilgi çekici özellikler, araştırmacıların bu alan üzerinde daha fazla çalışma yapmalarını teşvik etmektedir. Gelişmiş sentez yöntemleri ve stabilizasyon teknikleri kullanılarak MNP'lerin özellikleri ve performansı daha da iyileştirilebilir, böylece daha etkin ve verimli uygulamalar ortaya çıkabilir. Sentezde kullanılan en önemli teoriler için literatür taraması yapılacaktır.

##### 4.1.1. Birlikte Kimyasal Çöktürme

Frens ve ark. tarafından 1966 yılında bildirilmiştir. Bu yöntemde, demir (II) ve demir (III) tuzları bir çözeltide karıştırılır ve ardından bir baz eklenir. Bu, manyetit çökeltisinin oluşmasına neden olur. Nanopartiküllerin boyutu ve şekli, metal tuzlarının konsantrasyonu, çözeltinin pH değeri ve bazın eklenme hızı gibi reaksiyon koşulları ayarlanarak kontrol edilebilir. Bununla birlikte, nanopartiküllerin boyut ve şeklinin kontrol edilmesi bu yöntemde de zorluklar ortaya çıkarabilir [104].

#### **4.1.2. Termal Ayrışma**

O'Handley ve ark. tarafından 1972 yılında bildirilmiştir. Bu yöntemde, bir metal tuzu bir indirgeyici ajan ile bir çözeltide karıştırılır. Çözelti daha sonra ısıtılır, bu da metal tuzunun ayrışmasına ve manyetit nanopartiküllerin oluşmasına neden olur. Nanopartiküllerin boyutu ve şekli, metal tuzunun konsantrasyonu, indirgeyici ajanın türü ve çözeltinin sıcaklığı gibi reaksiyon koşulları ayarlanarak kontrol edilebilir [105].

#### **4.1.3. Sol-Jel**

Bu yöntem ilk olarak Schimid ve Bauer tarafından ortaya çıkarılmış olup, bu yöntemde, metal tuzları bir çözücüde hidroliz yapıp konsantre edilmiştir. Bu sayede manyetit nanopartiküller oluşmuştur. Nanopartiküllerin boyutu ve şekli, metal tuzlarının konsantrasyonu, çözücü türü ve çözeltinin PH değeri gibi reaksiyon koşullarının ayarlanmasıyla kontrol edilebilmiştir. Fakat bu yöntem diğer sentez yöntemlerine göre zaman alıcı ve maliyetli olabilmektedir [106].

#### **4.1.4. Mikrodalga Destekli**

Zhang ve ark. tarafından bildirilmiştir. Bu yöntemde, metal tuzlarından oluşan bir çözelti, mikrodalga radyasyonu kullanılarak ısıtılır. Mikrodalga radyasyonu, metal tuzlarının tepkimeye girmesine ve manyetit nanopartiküllerin oluşumuna neden olur. Nanopartiküllerin boyutu ve şekli, metal tuzlarının konsantrasyonu, çözücünün türü ve mikrodalga radyasyonunun gücü ve frekansı gibi reaksiyon koşulları ayarlanarak kontrol edilebilir. bu yöntemin hala zaman alıcı olabileceği ve beraberinde maliyetleri olabileceği unutulmamalıdır [107].

#### **4.1.5. Sonokimyasal**

Lu ve ark. tarafından 2011 yılında bildirilmiştir. Bu yöntemde, metal tuzlarından oluşan bir çözeltiye ultrason uygulanır. Ultrason, çözeltide kaviteasyon kabarcıklarının oluşmasına neden olur. Lümen kabarcıkları şiddetle çöker ve

manyetit nanopartiküllerin sentezlenmesinde kullanılan yüksek sıcaklıklar ve basınçlar üretir. Nanopartiküllerin boyutu ve şekli, metal tuzlarının konsantrasyonu, çözücünün türü ve ultrasonun yoğunluğu ve frekansı gibi reaksiyon koşulları ayarlanarak kontrol edilebilir [108].

#### **4.1.6. Biyolojik**

Zhang ve ark. tarafından 2012 yılında bildirilmiştir. Bu yöntemde, manyetit nanopartiküllerin sentezlenmesi için bakteriler veya diğer biyolojik ajanlar kullanılır. Bakteriler veya diğer biyolojik ajanlar manyetit nanopartiküllerin oluşumunu katalize eden enzimler üretir. Nanopartiküllerin boyutu ve şekli, bakteri veya biyolojik ajanın türü, metal tuzlarının konsantrasyonu ve çözeltinin pH değeri gibi reaksiyon koşulları ayarlanarak kontrol edilebilir [109].

#### **4.1.7. Hidrotermal**

Wang ve ark. tarafından 2009 yılında bildirilmiştir. Bu yöntemde, manyetit nanopartiküller, yüksek sıcaklık ve basınç altında kapalı bir kaptaki sentezlenir. Hidrotermal ortamın yüksek sıcaklık ve basınç koşulları, demir tuzlarından manyetit nanopartiküllerin çökmesine ve oluşmasına neden olur. Nanopartiküllerin boyutu ve şekli, metal tuzlarının konsantrasyonu, çözücünün türü ve reaksiyon kabının sıcaklık ve basıncı gibi reaksiyon koşulları ayarlanarak kontrol edilebilir. Hidrotermal sentez başlangıçta zaman alıcı ve maliyetli olsa da ekipman ve tekniklerdeki ilerlemeler bu zorlukları ele almıştır. Yöntem daha maliyet-etkin, enerji verimli ve tek adımda gerçekleşen bir şekilde optimize edilmiştir. Şu anda, hidrotermal sentez manyetit nanopartikül sentezinde en çevre dostu yöntemlerden biri olarak kabul edilmekte olup, bu çalışmada tercih edilen bir seçenek olarak değerlendirilmektedir [110]. Yukarıdakilere göre, bu çalışmada, MNP için temel sentez yöntemi olarak hidrotermal sentez yöntemi benimsenmiştir.

## 4.2. SOĞUTMA KULELERİ VE MNP NANOAKIŞKAN

Çeşitli çalışmalar, soğutma kulelerinin termal verimini artırmaya odaklanmıştır. Soğutma kuleleri, suyu soğutmak için buharlaşma tabanlı ısı ve kütle transfer süreçlerini kullanır. Araştırmacılar, bu kulelerin genel termal performansını iyileştirmek için önemli çabalar sarf etmişlerdir [111].

Gao ve ark. deneyde çapraz rüzgar koşullarının varlığının, rüzgarsız koşullara göre sıcaklık farkı ve verimde artışa neden olduğunu gözlemlemiştir. Çapraz rüzgar koşullarının tanıtılmasıyla Froude sayısının 0.174'e yükseltilmesi, sıcaklık farkı ve verimin etkilendiği görülmüştür. Sonuçlar, sıcaklık farkında %6, verimde ise %5 azalma olduğunu göstermiştir [112].

Rahmati ve ark. soğutma kulelerinin termal performansı üzerinde sıcak su sıcaklığı, su akış hızı ve hava akış hızı gibi parametrelerin değişiminin etkisini araştırmak için deneysel çalışmalar yürütmüştür. Bulguları, soğutma kulesinin verimini hava kütle akış hızı ve sıcak su sıcaklığının etkilediğini ortaya koymuştur. Su akış hızını azaltırken sıcak su sıcaklığı ve hava kütle akış hızı değerlerini artırarak soğutma kulesinin performansının artırılacağı sonucuna varmışlardır [113].

Li ve ark. soğutma kulesinin üstünde bulunan hava akışının performans üzerindeki etkisine odaklanmıştır. Deneyleri, hava akışının soğutma kulesine girmesiyle çıkış su sıcaklığında 3 °C'e kadar artış olduğunu göstermiştir. Bu nedenle, tasarım sürecinde özellikle daha küçük soğutma kuleleri için giriş hava sıcaklığının dikkatli bir şekilde seçilmesi önemlidir [114].

Geleneksel olarak, su çoğu soğutma kulesi çalışmasında dolaşım sıvısı olarak kullanılmıştır. Soğutma kulesinin verimini artırmak için bir potansiyel yaklaşım, suyun üstün termal özelliklere sahip farklı bir sıvı ile değiştirilmesidir [111]. Termal performansı artırmak için çeşitli nanosıvı/su malzemeleri test edilmiştir.

Askari ve ark. deneysel bir soğutma kulesi içinde su yerine nanosıvıların uygulanmasının etkisini incelemiştir. Nanosıvılar, tipik ve yaygın ısı transfer

sıvıları olan baz sıvı içinde nanopartikülün süspansiyonuyla elde edilen yeni bir ısı transfer sıvısı sınıfıdır. Onlar tarafından deneyde kullanılan nanosıvı, çok katlı karbon nanotüpleri (MWNT'ler) ve nano gözenekli grafen nanosıvılarıdır. Nanosıvıların kararlılığının önemi göz önüne alındığında, nanosıvıların kuleden boyunca düzgün bir şekilde geçişi son derece önemlidir [115].

Imani-Mofrad ve ark. ZnO-H<sub>2</sub>O, SiO<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O ve grafen-su olmak üzere dört farklı nanosıvı kullanarak soğutma kulesi performansı üzerinde deneysel araştırmalar yapmışlardır. Her nanosıvı ayrı ayrı test edildi ve etkinlik ve buharlaşma hızı gibi parametreler ölçülmüştür. Sonuçlar, grafen-su nanosıvısının test edilen nanosıvılar arasında en iyi termal performansa sahip olduğunu göstermiştir. Bu nanosıvılar, ısı transfer özelliklerini iyileştirmek ve soğutma kulelerinin genel termal verimini artırmak için özel olarak tasarlanmıştır. Nanopartiküllerin kullanımıyla nanosıvılar, artan yüzey alanı, geliştirilmiş termal iletkenlik ve artırılmış ısı kapasitesi gibi avantajlar sunmaktadır [116].

## BÖLÜM 5

### DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada manyetit nanopartiküller hidrotermal yöntem kullanılarak farklı koşullarda denenerek nanopartiküllerin üretimi için optimum koşullar belirlenmiştir. Üretilen nanopartiküller, farklı konsantrasyonlar kullanılarak jelatin ve SDS gibi sabitleyici ajanlar eklenerek kararlı edilmiştir. Daha sonra, soğutma kulelerinde ısı transfer özelliklerini iyileştirmek için bu nanoakışkanlar kullanılmıştır. Çalışmalarda kullanılan kimyasallar, aparatlar ve deney malzemeleri bu bölümde anlatılmaktadır.

#### 5.1. DENEYSEL ÇALIŞMALARDA KULLANILAN KİMYASAL MALZEMELER VE EKİPMANLAR

##### 5.1.1. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Kimyasal Malzemeler

Tablo 5.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasallar.

Kimyasallar	Molekül Ağırlığı (g/mol)	
FeCl <sub>3</sub> 99%	162,21	Sigma-Aldrich
EG (Etilen glikol) 99.8%	62,07	Isolab
DEG (di-etilen glikol) 99%	106,12	Isolab
CH <sub>3</sub> COONa (Sodyum asetat) 99 %	82,03	Supelco
C <sub>18</sub> H <sub>35</sub> NaO <sub>2</sub> (sodyum stearat) 98%	258,06	Isolab
Jelatin		Fluka
SDS (Sodyum dodesil sülfat) 85 %	288,38	Thermo scientific



## 5.1.2. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Ekipmanlar

Tablo 5.2. Deneysel çalışmalarda kullanılan ekipmanlar.

Ekipmanlar	
Saf Su Cihazı	Mes Arıtım Sistemleri
Manyetik Karıştırıcı	MR Hei-Tec
Ultrasonik Karıştırıcı	Alex Machine Ultrasonik Clenar
Santrifüj Cihazı	Nüve NF 615
Hassas Terazı	Kern Acj 220-4M
Filtre Kâğıdı	
Otoklav ve Teflon Kaplar	
Kurutma Fırını	Milcrotest MST- 120
Isıl İşlem Fırını	Protherm Furnaces
Soğutma kulesi cihazı	Argemsan k-220 mekanik su sogutma kulesi
UV-Vis Spektrofotometre	Agilent Cary 60 UV
X-Işını Difraktometresi	Ultima IV X-ray diffraction
Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	Carl Zeiss Ultra Plus Gemini FESEM

## 5.2. MANYETİT NANOPARTİKÜLLERİN (MNP) SENTEZİ

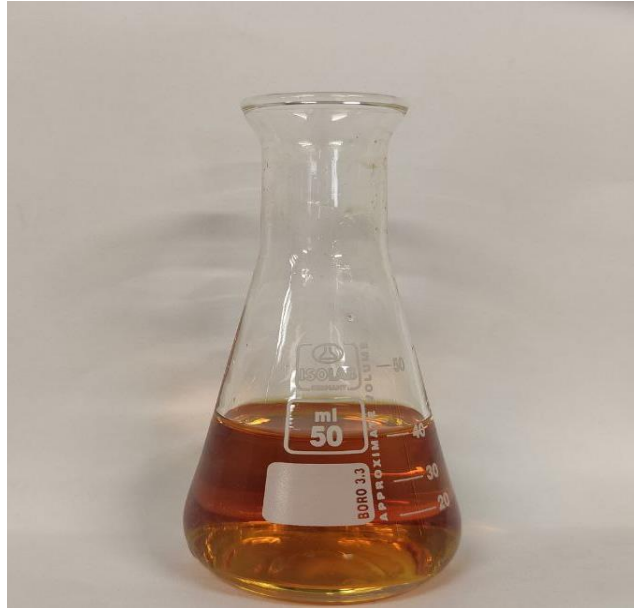
Partikül sentezi işlemi farklı deney koşullarında (farklı çözücü, konsantrasyon, süre ve sıcaklıklarda birkaç kez tekrarlanmıştır. Farklı koşullarda üretilen numunelerden en iyi karakterize edilenleri ile soğutma kulesinde kullanmak üzere nanoakışkanlar hazırlanmıştır.

### 5.2.1. İlk Sentez İşlemi:

MNP'ün sentezinde, önce susuz  $\text{FeCl}_3$  (4 mmol) ile 40 ml DEG manyetik karıştırıcı kullanarak 30 dakika 500 rpm hızla karıştırılmıştır ve berrak bir çözelti oluşturulmuştur. Ardından,  $\text{Na}_3\text{Cit}$  (1.6 mmol) eklenerek karışım manyetik karıştırıcı ile karıştırılarak 80 °C'de ısıtılmıştır ve berrak bir çözelti oluşturulmuştur. Bundan sonra, karışıma NaOAc (12.0 mmol) eklenerek tamamen çözülene kadar homojen bir sıvı elde edilmiştir [117].



Şekil 5.1. Soldaki resim, herhangi bir eklemeyen önceki DEG'yi, sağdaki ise DEG içinde tamamen çözülmüş  $FeCl_3$  'ü göstermektedir.



Şekil 5.2. Yukarıdaki karışım sırasıyla  $Na_3Cit$  ve  $NaOAc$  eklendikten sonraki görünüşüdür.

Karışım teflon kaplamalı paslanmaz çelik bir otoklav (her biri 50 ml kapasiteli) içine transfer edilmiştir, her birine 20 ml dökülerek teflon'un %50 ila %60'ı boş bırakılmıştır, karışımın kaynama ve genişleme yapması için oluşturulan karışım ısıtma işlemi fırını içindeyken, ardından havada kapatılmıştır. Bundan sonra, otoklav 200 °C'de 6 saat süreyle tutulmuştur.



Şekil 5.3. (a) Otoklav ve (b) Isıl İşlem Fırını.

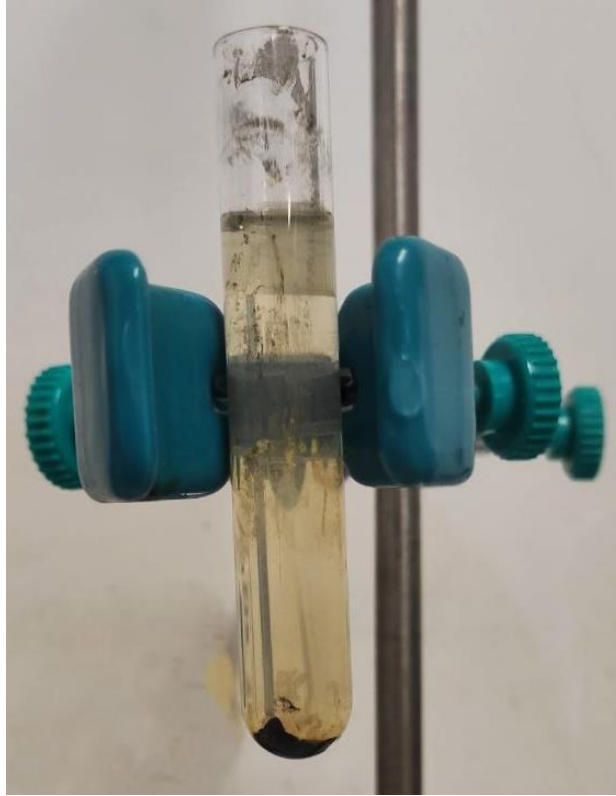


Şekil 5.4. Fırından çıktıktan sonra teflon içindeki karışım.

Doğal olarak oda sıcaklığına soğumasına izin verildikten sonra, siyah ürünler santrifüjle toplanmıştır (5.000 devir/dakika, 30 dakika) ve üç kez etanolle yıkanmıştır.



Şekil 5.5. Nanopartikülleri toplamak ve yıkamak için kullanılan santrifüj.



Şekil 5.6. Yıkandıktan sonra toplanan nanopartiküller.

Elde edilen çökelti daha sonra 60 °C'de kurutulmuştur ve ileri kullanım için saklanmıştır. Bu reaksiyon koşulları kullanılarak üretilen toz malzemenin MNP'leri

olmadığı, dolayısıyla bu koşulların MNP'lerin sentezi için uygun olmadığı belirtilmelidir. Bu setten elde edilen numuneler sonuçlar bölümünde D1 olarak ifade edilecektir.

### **5.2.2. İkinci Sentez İşlemi:**

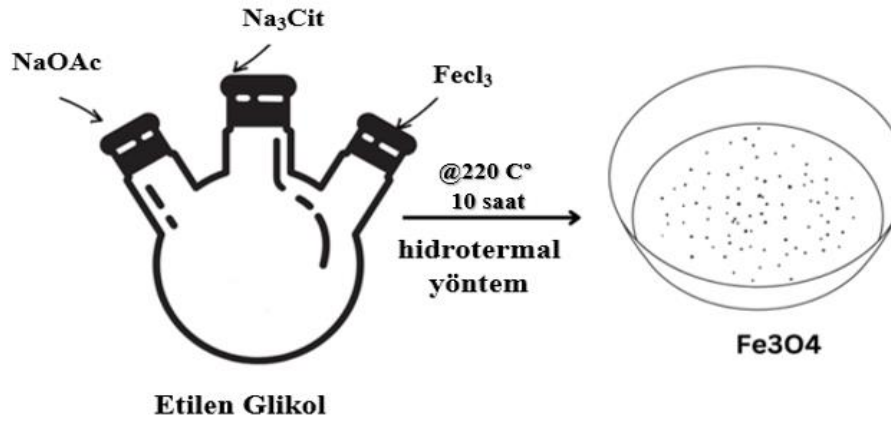
Önceki yöntemde belirtilen adımları MNP elde etmek için gerçekleştirmek mümkün olmadığından, reaksiyon koşulları ısı ve süre açısından değiştirilmiştir. Tüm reaktanların konsantrasyonları sabit tutulmuştur, ancak reaksiyon koşulları aşağıdaki gibi değiştirilmiştir: reaksiyon sıcaklığı 240 °C'ye ayarlanmıştır ve reaksiyon süresi 4 saat olarak belirlenmiştir. MNP tozu üretilmiştir ve mıknatısa yaklaştırıldığında etkileşime girerek ona çekilmiştir, ancak sentez birkaç nedenle bu şekilde terk edilmiştir. En önemli nedenlerinden biri, otoklavın kaplamasında bulunan teflonun bu yüksek sıcaklıklara dayanamaması ve erimeye başlayabilmesi veya reaksiyon sürecine müdahale edebilmesidir. Ayrıca, reaksiyon sıcaklığı arttıkça elde edilen MNP büyür, bu da istenmeyen bir durumdur. Bu setten elde edilen numuneler sonuçlar bölümünde D2 olarak ifade edilecektir.

### **5.2.3. Üçüncü sentez işlemi:**

Bir önceki işlem uygun olmadığı için, reaksiyon koşullarının bazılarını değiştirmek zorunda kalınmıştır. Tüm reaktanların konsantrasyonları sabit tutuldu, ancak reaksiyon süresi ve sıcaklığı değiştirilmiştir. Reaksiyon süresi 6 saat yerine 10 saat ve reaksiyon sıcaklığı 200 °C olarak ayarlanmıştır. Burada da manyetit nanopartikül sentezlenmemiştir. Gelişmiş karakterizasyon süreçlerine malzemeyi aktarmadan önce, mıknatıslar kullanılarak sentez işleminin başarılı olup olmadığı ilkel olarak anlaşılmaktadır. Üretilen malzeme manyetit nanopartikül ise, mıknatısa yaklaştırıldığında ona çekim yapmaktadır. Bu setten elde edilen numuneler sonuçlar bölümünde D3 olarak ifade edilecektir.

#### 5.2.4. Dördüncü Sentez İşlemi:

MNP'lerin elde etmek için önceki yöntemde belirtilen adımları uygulamak mümkün olmadığından, bazı reaktanlar ve reaksiyon koşulları değiştirilmiştir. Tüm reaktiflerin konsantrasyonları sabit tutuldu, ancak sıvı faz DEG yerine EG olarak değiştirilmiştir. Ayrıca, reaksiyon koşulları da aşağıdaki gibi değiştirilmiştir: Reaksiyon sıcaklığı 220 °C'ye ayarlanmıştır ve reaksiyon süresi 10 saat olarak belirlenmiştir.



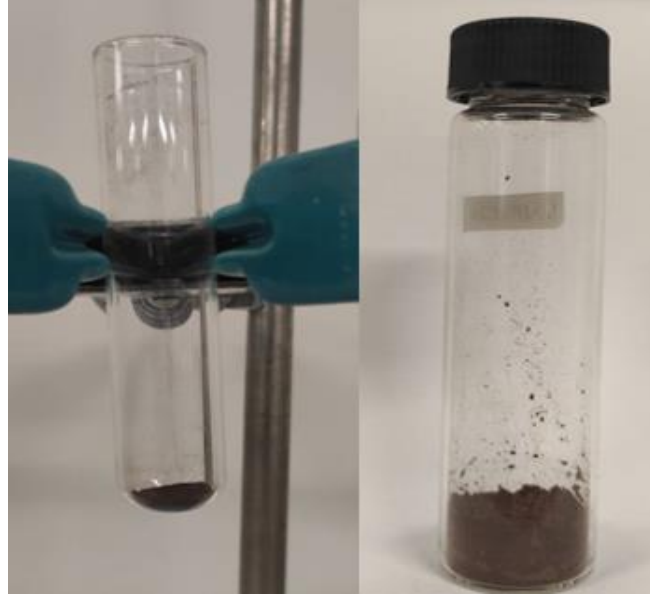
Şekil 5.7. Sentez adımlarını basitleştirilmiş bir şekilde göstermektedir.

Numuneler fırından çıkarıldıktan sonra, normal koşullar altında oda sıcaklığına kadar soğumaları için yeterli bir süre bırakılmıştır, ardından otoklavın içeriği toplama ve santrifüjde yıkama için boşaltılmıştır. Manyetit nanopartikül, sıvı tamamen temiz hale gelene kadar üç kez etanol ile yıkanmıştır, ardından kurutma fırınına aktarılmıştır. Ve nanomalzemeler kuru toz formunda elde edilene kadar 60 derecede kurutulmuştur.



Şekil 5.8. Kurutma fırını.

Nanomalzemeler kurutulduktan sonra, bunlar toplanır, tartılır ve ardından kullanımları için zamanı gelene kadar saflıklarını ve özelliklerini korumak amacıyla sıkıca kapalı cam/plastik tüplerde saklanır.



Şekil 5.9. Solda, kurutucudan çıktıktan sonra santrifüj tüpleri, sağda, MNP tozu son halinde.

Bu değişikliklerle birlikte, MNP'lerin elde edilmesi için yeni bir sentez yöntemi geliştirilmiştir. Elde edilen MNP'ler, oda sıcaklığında manyetik özelliklere sahiptir ve bu, manyetit nanopartikül sentezlerken gereken en önemli özelliklerden biridir.



Şekil 5.10. MNP'lerin manyetik özellik gösterdiğini gösteren resim.

Yukarıdakileri göz önünde bulundurarak, bu çalışmada belirlenen koşullar altında bu yöntemin nano partiküllerin sentezlenmesinde temel yöntem olarak kabul edildiği



söylenbilir. Bu setten elde edilen numuneler sonuçlar bölümünde D4 olarak ifade edilecektir.

### **5.2.5. Beşinci Sentez İşlemi:**

Önceki yöntemle göre başarıyla yapılan nano boyutta MNP'nin sentezinin ardından, reaktanların konsantrasyonlarını azaltarak parçacık boyutunu azaltmak için bir deney yapılmıştır. Bu doğrultuda, reaktiflerin konsantrasyonlarını yarıya, üçte birine ve çeyreğine düşürmek ve diğer reaksiyon koşullarını (sıcaklık ve reaksiyon süresi gibi) sabit tutma çabaları, manyetik özelliklere sahip nano boyutta partiküllerin oluşmasında başarılı olmuştur. Bu parçacıklar manyete yaklaştırıldığında manyetiği yakalayabilmektedir. Ancak, partiküllerin büyük bir agregasyonu gözlemlenmiştir ve bu durum potansiyel bir uygulamada etkinliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Bu nedenle, bu çalışmaya devam etmek için daha önce kullanılan yöntemle güvenmek en etkili yol olarak kabul edilmektedir. Bu setten elde edilen numuneler sonuçlar bölümünde D5 olarak ifade edilecektir.

## **5.3. MNPs NANOAKIŞKANIN HAZIRLANMASI**

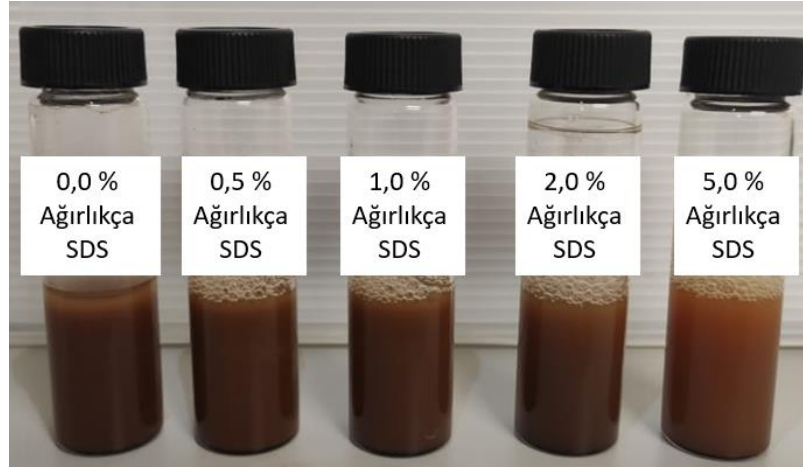
Bu çalışmada, sabitleyici ajanları değiştirerek iki tür nanoakışkanın hazırlandı. Nanoakışkanın, sıvı faz ve MNP yanı sıra farklı sabitleyici ajanlar içerir.

Nanoakışkanın koloidal süspansiyonları, sabit miktarlarda nanopartiküllerin ultra saf su içinde ayrı ayrı farklı oranlarda (ağırlıkça % 0,2, 0,4, 0,8 ve 1,0) jelatin ve (% 0,5, 1,0, 2,0, ve 5,0) SDS içeren çözeltiye dağıtılarak hazırlanmıştır ve ıslak soğutma kulesi (WCT) verimlilik deneyleri için uygun nanoakışkan seçilmeden önce farklı zaman aralıklarında fotoğraflar çekilerek izlenmiştir.

Öncelikle, soğutma kulesi ölçümlerinde Nanoakışkanların performansı hakkında bir fikir edinmek amacıyla örnekler 10 ml cam tüplerde hazırlanmıştır. Bu adım, soğutma kulesi deneyinde kullanılacak en iyi koloidal stabilizasyon ajanını belirleyecektir.

### 5.3.1. Nanopartiküllerin SDS ile stabilizasyonu

Örnekler cam tüplerde hazırlanmıştır, 10 ml distile su içeren 5 tüp kullanılmıştır. Hazırlanan MNP'den 0,02 g (ağırlıkça % 0,2) ultrasonik banyoda yarım saat boyunca dağıtılmıştır, ardından (0,05, 0,1, 0,2 ve 0,5) g SDS ilave edilmiştir, bu miktarlar sırasıyla (% 0,5, 1,0, 2,0, ve 5,0) oranına denk gelir ve SDS tamamen çözülene kadar ultrasonik banyoda bekletilmiştir. Ayrıca SDS olmayan bir örnek de hazırlanmıştır. Daha sonra, bu tüpler en az üç hafta boyunca izlenmiştir. Her bir tüp için nanoakışkan içindeki nanopartiküllerin zamansal değişimleri ve çökme değişiklikleri gözlemlenmiştir.



Şekil 5.11. Ağırlıkça farklı yüzdelerde SDS içeren kolloid numunelerin hazırlandıktan sonraki görüntüleri.

#### 5.3.1.1. MNP'nin SDS ile Stabilizasyon Mekanizması

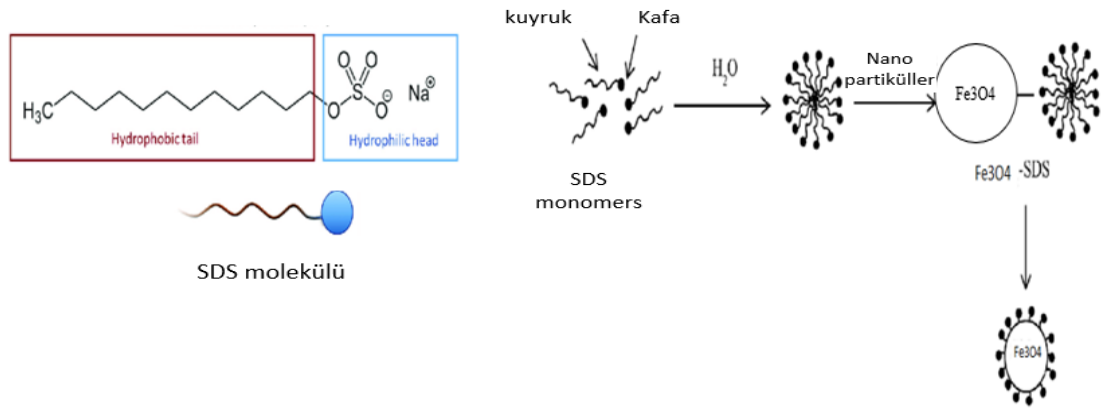
SDS tarafından MNP'lerin stabilizasyon mekanizması, SDS moleküllerinin nanopartiküllerin yüzeyine adsorbe olmasıyla oluşan koruyucu bir tabaka veya kaplama oluşturmayı içerir. SDS, kolloidal sistemlerin stabilizasyonu da dahil olmak üzere çeşitli uygulamalarda yaygın olarak kullanılan anyonik bir yüzey aktif maddedir. SDS, MNP'lerin süspansiyonuna eklenildiğinde, nanopartiküllerin yüzeyiyle elektrostatik ve hidrofobik etkileşimler yoluyla etkileşime girer. Stabilizasyon mekanizması şu şekilde açıklanabilir:

### 5.3.1.2. Elektrostatik Stabilizasyon

SDS molekülleri sülfat baş grubu nedeniyle negatif yüklüdür. MNP'ler genellikle yüzeylerinde metal oksit veya hidroksit gruplarının bulunması nedeniyle pozitif yüzey yüküne sahiptir. Negatif yüklü SDS molekülleri, MNP'lerin pozitif yüklü yüzeyine çekilir ve SDS'nin nanopartikül yüzeyine adsorbe olmasına yol açar [118]. Bu elektrostatik çekim, aynı yüke sahip partiküller arasında itici bir kuvvet yaratır ve bunların agregasyonunu veya topaklaşmasını önler.

### 5.3.1.3. Sterik Stabilizasyon

SDS molekülleri aynı zamanda MNP'ler için sterik stabilizatörler olarak işlev görür. Bir yüzey aktif madde olarak, SDS'nin hidrofobik bir kuyruğu ve hidrofilik bir baş grubu vardır. SDS moleküllerinin adsorbe olduğu MNP yüzeyine, SDS moleküllerinin hidrofobik kuyrukları nanopartikül yüzeyine doğru yönelirken hidrofilik baş grupları dışa doğru çevreye doğru hizalanır. Bu düzenleme, MNP'lerin yakın yakınlığını ve sonrasındaki agregasyonunu engelleyen bir sterik bariyer oluşturur.



Şekil 5.12. MNP'nin SDS ile stabilizasyon mekanizması [118].

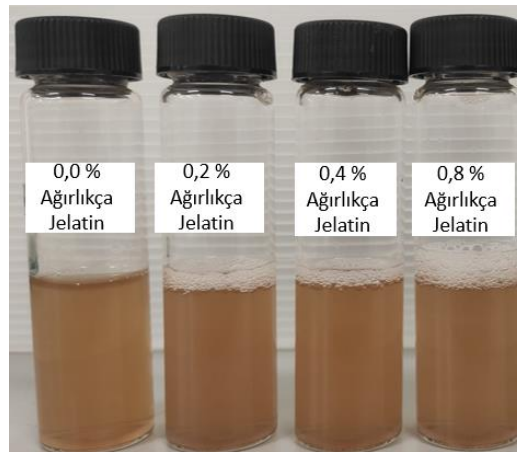
Dağıtıcı etkisi: SDS, mükemmel dağılma özellikleriyle bilinir. MNP'lerin yüzeyine adsorbe olarak, SDS, çözücüde veya süspansiyonda dağılmalarını sağlamaya yardımcı olur. Adsorbe olan SDS molekülleri, MNP'lerin etrafında bir stabilizasyon

tabakası oluşturarak onların bir araya yapışmasını önler ve ortamdaki homojen dağılımlarını kolaylaştırır.

Önemli bir not olarak, bu stabilizatör sadece denemede nanopartiküllerin kolloidal stabilitesini artırmak için kullanılmıştır ve soğutma kulesinde ısı transfer verimliliğini artırmak için deneylerde kullanılmamıştır. Bunun birkaç nedeni vardır ve bunlar daha sonra tartışılacaktır.

### 5.3.2. Nanopartiküllerin Jelatin İle Stabilizasyonu

Cam tüplerdeki örneklerin hazırlanmasında, 10 ml damıtılmış su içeren 4 tüp kullanıldı. Bir ultrasonik dalga banyosu kullanılarak hazırlanan MNP'nin 0,001 g'ı (% ağırlıkça 0,01) yarım saat boyunca dağıtıldı, ardından (0,02, 0,04, 0,08) g (% ağırlıkça 0,2, 0,4, ve 0,8 oranlara karşılık gelir) jelatin eklenmiştir. Jelatinin tamamen çözünmesi için ultrasonik banyoda bekletildi, jelatin içermeyen bir örnek de bulunmaktadır. Ardından, bu tüpler en az iki hafta boyunca izlenildi ve bu süre boyunca her tüp için nanoakışkan içinde nanopartikül birikimindeki farklılıklar ve değişiklikler gözlemlenmiştir.



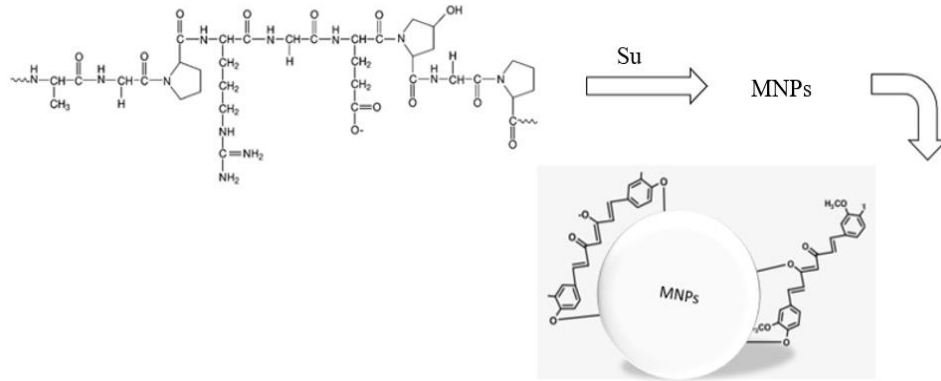
Şekil 5.13. Ağırlıkça farklı jelatin yüzdelerinde hazırlanan kolloid numunelerin başlangıçtaki görüntüleri.

Kolloid numunelerin ağırlıkça farklı jelatin yüzdelerinde hazırlanan numunelerin koloidal kararlılıkları takip edildikten sonra, soğutma kulesinde termal performanslarını araştırmak için 2,5 L nanoakışkan hazırlanmıştır.

### 5.3.2.1. MNP'nin Jelatin ile Stabilizasyon Mekanizması

Jelatin moleküllerinin nanopartiküllerin yüzeyine adsorbe olması ve koruyucu bir tabaka veya kaplama oluşturmasıyla gerçekleşir. Jelatin, kolajenden elde edilen bir biyopolimerdir ve biyolojik uyumluluğu ve stabil kaplamalar oluşturma yeteneği nedeniyle çeşitli biyomedikal uygulamalarda yaygın olarak kullanılır.

Jelatin, MNP süspansiyonuna eklendiğinde, elektrostatik kuvvetler, hidrojen bağlanmaları ve Van der Waals kuvvetleri gibi çeşitli etkileşimler aracılığıyla nanopartiküllerin yüzeyi ile etkileşebilir. Bu etkileşimler, jelatin moleküllerinin MNP yüzeyine bağlanmasını sağlar ve stabil bir tabaka oluşturur.



Şekil 5.14. MNP'nin jelatin ile stabilizasyon mekanizması.

Jelatin tabakası, MNPları stabilize etme açısından çeşitli faydalar sağlar:

### 5.3.2.2. Sterik Stabilizasyon

Jelatin molekülleri, MNPların agregasyon veya birleşmeni engelleyen sterik stabilizatörler olarak hareket eder. Adsorbe olan jelatin zincirleri, nanopartiküller

arasında itici bir bariyer oluşturarak, yakın yakınlıklarını engeller ve aralarındaki çekici kuvvetleri en aza indirir.

### **5.3.2.3. Elektrostatik Stabilizasyon**

Jelatin, amino ve karboksil gibi fonksiyonel gruplar içerir ve bu gruplar MNPların yüzey yükleri ile etkileşime girebilir. Bu elektrostatik etkileşim, MNPların aynı yükteki parçacıklar arasında itici bir kuvvet oluşturarak stabilizasyonuna katkıda bulunabilir ve agregasyonlarını engelleyebilir.

### **5.3.2.4. Biyolojik uyumluluk**

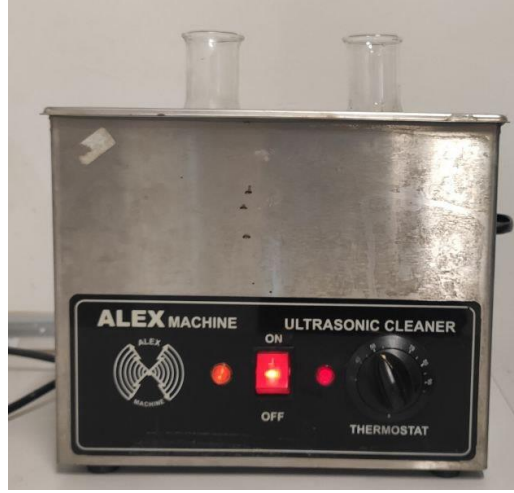
Jelatin, biyolojik sistemler tarafından iyi tolere edilen bir materyaldir. MNPlar jelatin ile kaplandığında, biyolojik uyumluluklarını artırarak ilaç taşıma, manyetik hipertermi ve manyetik rezonans görüntüleme (MRI) gibi çeşitli biyomedikal uygulamalar için uygun hale gelirler.

MNPlar oksidasyona karşı duyarlıdır ve bu da magnetik özelliklerinin bozulmasına veya kaybolmasına neden olabilir. Jelatin kaplama, MNPlar ile oksidasyon indükleyebilecek çevresel faktörler arasında doğrudan teması engelleyen bir koruyucu bariyer görevi görür. Bu, nanopartiküllerin istikrarını ve magnetik özelliklerini zamanla korumaya yardımcı olur.

Jelatin tarafından MNPların stabilizasyonu, agregasyonu önleyen, elektrostatik itme sağlayan, biyolojik uyumluluğu artıran ve oksidasyona karşı koruyan bir koruyucu tabakanın oluşumuyla gerçekleşir. Bu stabilizasyon mekanizması, jelatin kaplı MNP'lerin geniş uygulama yelpazesine uygun olmasını sağlar.

### **5.3.3. Soğutma Kulesi İçin Nanoakışkanın Hazırlanması**

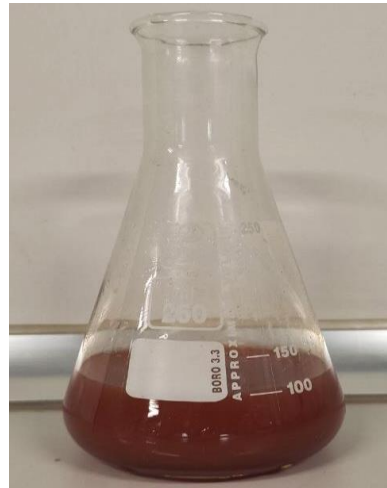
Hazırlama işlemi iki adımda gerçekleştirilmiştir: İlk adımda, istenilen miktardaki jelatin suda çözündürülmüştür. İkinci adımda, gerekli görülen miktarda nanopartikül bu karışıma ilave edilerek homojen dağılıma kavuşması sağlanmıştır.



Şekil 5.15. Jelatinin saf suda ultrasonik banyoda çözünme işlemi.

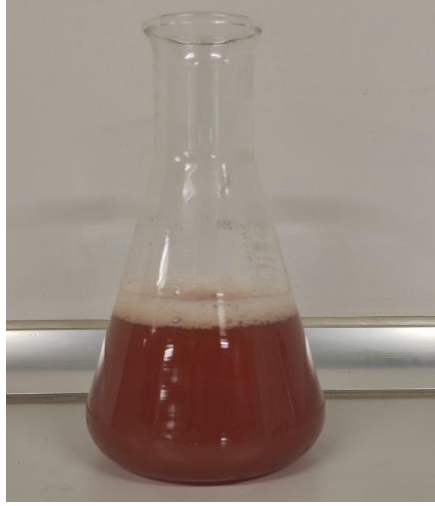
Farklı ağırlıklarda % ağırlıkça 0,2, 0,4 ve 0,8 jelatin stabilizatörü, 100 ml ultra saf suya eklenerek 40- 60 °C arasındaki bir sıcaklıkta ultrasonik banyo cihazı kullanılarak tamamen çözülmüştür.

İkinci aşamada, sentezlenen MNP'lerden, 0,1 g/L (toplam 2,5 L için) konsantrasyon için uygun miktarda, 100 ml ultra saf suya eklenerek ve ardından 1 saat boyunca ultrasonik banyoda bekletilmiştir. Bu işlem, nanopartiküllerin su ortamında etkili bir şekilde dağılmasını sağlamak amacıyla gerçekleştirilmiştir.



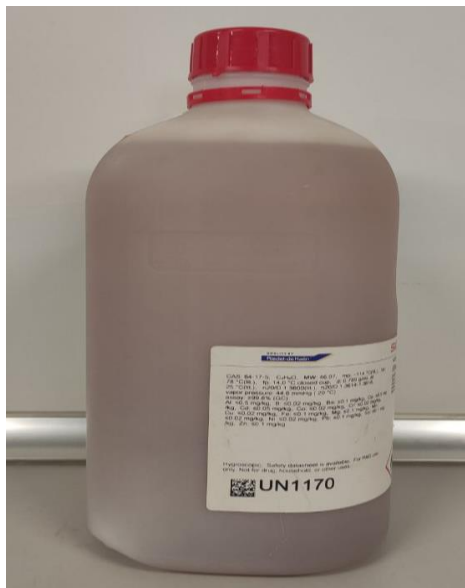
Şekil 5.16. Su içinde disperse edilmiş MNP.

Daha sonra, farklı erlenlerde hazırlanmış karışımlar birbirine eklenip ultrasonik banyoda 30 dakika boyunca bekletilmiştir.



Şekil 5.17. Jelatin varlığında hazırlanmış kolloid nanopartikül numunesi.

Sonrasında, manyetit nanopartiküller dahil olmak üzere tüm karışım, 2,3 litre saf suya eklenilmiştir. Karışım daha sonra ısı uygulanmadan 1000 devir/dakikalık hızda manyetik karıştırma işlemine tabi tutulmuştur ve ek bir saat boyunca karışmıştır. Bu adım, nanopartiküllerin daha büyük hacimdeki su ile tamamen karışmasını sağlamıştır.



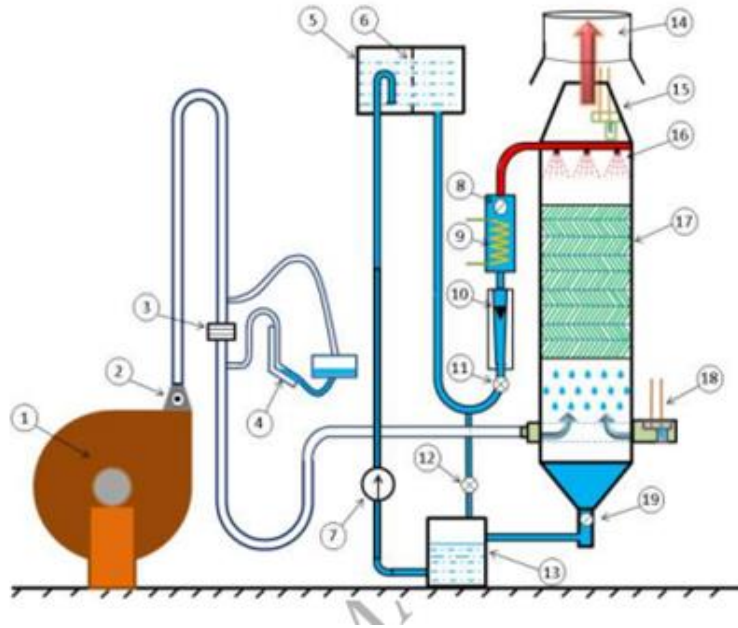
Şekil 5.18. 2,5 litrelik nanoakışkan şişeler.



Bu işlem ile, her biri 2,5 litrelik ağırlıkça farklı jelatin içeren (% 0,0, 0,2, 0,4 ve 0,8) dört farklı nanoakışkan hazırlanmıştır.

#### 5.4. SOĞUTMA KULESİ CİHAZI VE SOĞUTMA KULESİ DENEYLERİ

Deneyleeri gerçekleştirmek için laboratuvar ölçeğinde bir soğutma kulesi deney düzeneği tasarlanmıştır. Şekil 5.19, deney düzeneğinin şematik görünümünü sunmaktadır. Bu şekilde tüm cihazlar ve ölçüm cihazları verilmiştir. Ayrıca, deney düzeneğinin fotoğrafları Şekil 5.20'de sunulmuştur. Sistem temel olarak çalışma sıvısı dolaşım sistemi, soğutma kulesi, ısıtıcı ve ölçüm ekipmanı olmak üzere dört farklı ana bölümden oluşmaktadır. Kule ana gövdesi, 30cm×30cm×125cm (U×G×Y) ölçülerine sahip kare kesitli bir yapıya sahiptir.



Şekil 5.19. Deneysel düzeneğin şeması [santrifüj hava üfleyici (1), hava boşaltma valfi (2), hava akış deliği (3), manometre (4) ve üst su tankı (5) (6) su filtresi ile, Ek olarak, deneysel kurulum bir su pompası (7), giriş su termometresi (8), ısıtıcı (9), debimetre (10), debi kontrol valfi (11), rahatlatma valfi (12), yer seviyesinde su tankı (13), egzoz kanalı (14), ıslak termometre (15), su püskürtmeleri (16), boş ambalaj (17), kuru termometre (18) ve çıkış su termometresi (19) içerir].



Şekil 5.20. Laboratuvar Ölçekli Mekanik Hava Çekmeli Soğutma Kulesi.

Deneysel sistemde hava ve su olmak üzere iki döngü bulunmaktadır. Hava döngüsü açık döngü tipindedir. Atmosferik koşullardaki laboratuvar havası hava üfleyici aracılığıyla sisteme verilir. Hava hacim akış hızı, hava üfleyicinin ardından yerleştirilen bir valf ile ayarlanır. Hava hacim akış hızının büyüklüğü, akışkanın hızını ölçen bir delikli sayaç ile de ölçülür. Hava soğutma kulesine yan yüzeylerden giriş yapar. Giriş bölümünde, havanın kuru termometre sıcaklığı ölçülür. Daha sonra soğutma kulesinden geçer ve su püskürtme bölümüne ulaşır. Burada, hava yüksek sıcaklıkta su püskürtmesiyle temas ederek sıcaklık ve nispi nemini artırır. Daha sonra egzoz kanalına girer ve atmosfere boşaltılır. İkinci döngüde, su kapalı bir devre olarak sistemde dolaşır. Su yer seviyesindeki su deposunda depolanır. Bir pompa tarafından sisteme sirküle edilir. Su hacim akış hızı akış kontrol valfi ile kontrol edilir. Hacim akış hızı, kontrol valfinin ardına yerleştirilen bir debimetre ile ölçülür. Su ısıtıcıya girer. Bu bölümde su istenen sıcaklığa ısıtılır. Isıtıcının çıkış bölümünde su sıcaklığı termometre ile ölçülür. Daha sonra su püskürtme bölümüne pompalanır. Bu bölümde su akışına hava püskürtülür. Sıcak suyun ısısı atmosferik havaya ve su sıcaklığı giderek azalır. Su soğutma kulesinin altında toplanır. Çıkış su sıcaklığı bu bölümde ölçülür. Su yer seviyesindeki su tankına pompalanır ve kapalı devre döngüsü bu şekilde devam eder. Deneysel süreçteki tüm ölçüm verileri, dijital veri kaydedici ünite tarafından izlenir.

Deneysel analizde, öncelikle sıcaklık kontrol cihazı istenen su sıcaklığına ayarlanır. Ardından pompa çalıştırılır ve su dolaşımı başlatılır. Aynı anda hava vantilatörü soğutma kulesine hava üflemek için açılır. Sıcak su doğrudan soğutma kulesine hava akımı ile temas halindedir. Temas sırasında suyun sıcaklığı azalırken, aynı zamanda hava sıcaklığı ve bağıl nem artar. Su soğutulur ve soğuk su yer seviyesindeki su deposuna toplanır. Bu prosedür, farklı hava akış hızları ve su akış hızları için tekrarlanır. Deneysel kule performansını değerlendirmek için su akış hızı  $0,06 \text{ L/s} \leq \dot{Q} \leq 0,1 \text{ L/s}$  aralığında ayarlanırken, hava kütle debisi  $0,02 \text{ kg/s} \leq \dot{m} \leq 0,07 \text{ kg/s}$  aralığında bulunmaktadır. Toplamda 20 deney gerçekleştirilmiştir.

Tablo 5.3. Soğutma kulesi için seçilen su debisi, hava debisi ve giriş suyu sıcaklığı aralıkları.

Parametre	Alan
Su akış hızı (m <sup>3</sup> /h)	0,02- 0,04- 0,06- 0,08- 0,1
Hava akış hızı (kg/s)	0,02- 0,04- 0,06- 0,08
Giriş suyu sıcaklığı (°C)	45

#### 5.4.1. Formülasyon

Bu bölümde, su soğutma kulesinin termal performansı için önemli parametreler sunulmaktadır. Bu bağlamda, su sıcaklık farkı, soğutma verimliliği ve kule karakteristiği detaylı olarak tanımlanmıştır.

Su sıcaklık farkı ( $\Delta T$ ), denklem (5.1) ile hesaplanır [119]:

$$\Delta T = T_{w1} - T_{w2} \quad (5-1)$$

Burada  $T_{w1}$  [°C] ve  $T_{w2}$  [°C] sırasıyla giriş ve çıkış su sıcaklıklarıdır.

Su soğutma kulesinin soğutma verimliliği, elde edilen su sıcaklık düşüşünün maksimum olası sıcaklık düşüşüne oranı olarak tanımlanır ve denklem (5.2) ile verilir [120]:

$$\varepsilon = \frac{T_{w1} - T_{w2}}{T_{w1} - T_{wb1}} \quad (5-2)$$

$T_{wb1}$  [ $^{\circ}\text{C}$ ], giriş havasının ıslak termometre sıcaklığıdır.

Kule karakteristiği (TC) parametresi denklem (5.3) ile hesaplanmaktadır:

$$TC = \int_{T_{w2}}^{T_{w1}} \frac{C_{p,w} dt}{h_{as} - h_{a1}} \quad (5-3)$$

Burada  $C_{p,w}$  [J/kg  $^{\circ}\text{C}$ ],  $h_{as}$  [J/kg] ve  $h_{a1}$  [J/kg] sırasıyla suyun özgül ısısı, su sıcaklığındaki havanın doymuş entalpisi ve giriş koşullarındaki havanın entalpisi olarak tanımlanır.

## 5.5. KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ VE PROSEDÜRLERİ

### 5.5.1. MNP'lerin Karakterizasyonu

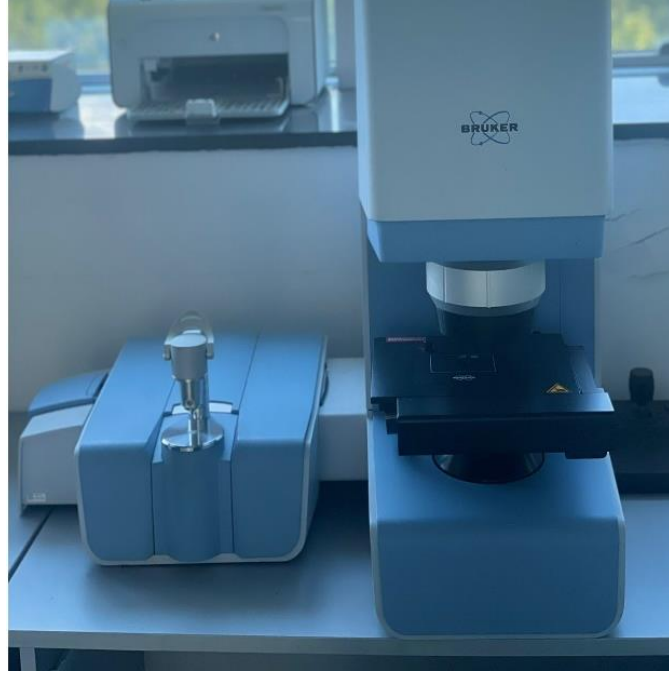
Hidrotermal koşullarda sentezlenen MNP'ler saf su içinde dağıtılarak hazırlanan numunelerin optik özellikleri Cary 60 UV-Vis (Agilent Technologies) cihazı ile çalışılmıştır. Ayrıca, kristalografi analizi Rigaku Ultima IV X-ışını kırınım (XRD) cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Bu analizlerde, 40 kV ve 40 mA ile 10-80 $^{\circ}$  aralığındaki 2 $\theta$  değeri kullanılarak, sabit bir monokromatörle Cu tabanlı  $K\alpha$  radyasyonu ( $\lambda = 0,1546$  nm) kullanıldı. Daha sonra, bu ürünlerin kimyasal bağ analizi için Bruker Alpha marka Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR) kullanılarak 400-4000  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısında 2  $\text{cm}^{-1}$  çözünürlükle iletim modunda analizler yapıldı. Ayrıca, bu bileşenlerin mikroyapı ve morfolojik görüntüleri Carl Zeiss ULTRA PLUS GEMINI marka alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile incelenmiştir. Bu amaçla kullanılan cihazların temsili şekilleri sırasıyla Şekil 5.21, Şekil 5.22, Şekil 5.23, ve Şekil 5.24'te verilmiştir.



Şekil 5.21. UV Spektrofotometresi.



Şekil 5.22. X-ışını kırınım cihazı (XRD).



Şekil 5.23. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR).



Şekil 5.24. Taramalı elektron mikroskobu (FESEM).

## **Nanoakışkanların Karakterizasyonu**

Su, jelatin ve MNP'den hazırlanan nanoakışkanın optik özelliklerinin karakterizasyonu için önceden hazırlanan nanoakışkanın 0.2 ml'si ile 3 ml distile su karıştırılarak, oranı 1:15 olarak ayarlanmış ve 200- 800 nm aralığında absorbanans spektrumları elde edilmiştir.

## BÖLÜM 6

### DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 6.1. MNP'LERİN KARAKTERİZASYONU

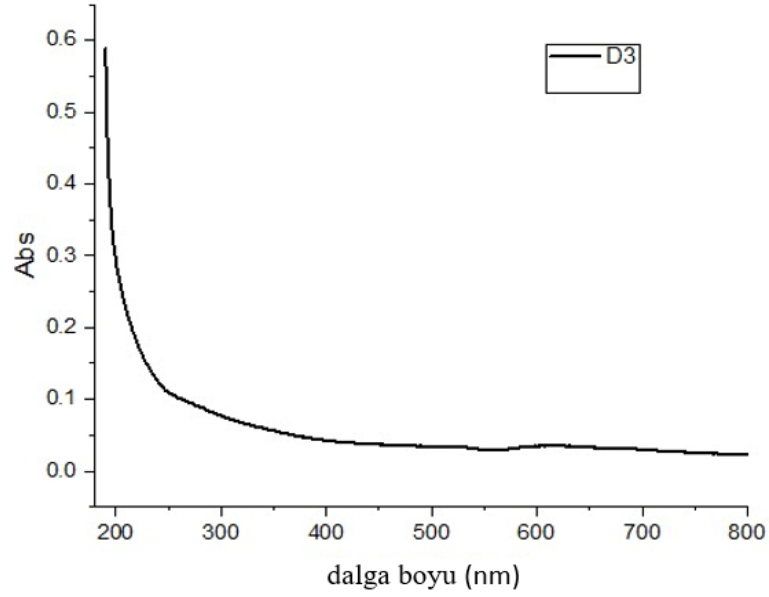
##### 6.1.1. UV-Vis Absorbans Spektrum Analizi

Tablo 6.1. Her sentez için reaksiyon koşullarını gösterir.

Numune	Konsantrasyonlar (mol/L)			Çözücü	Reaksiyon sıc. (°C)	Reaksiyon süre (saat)
	FeCl <sub>3</sub>	Na <sub>3</sub> Cit	NaOAc			
D1	4,0	1,6	12,0	DEG	200	6
D2	4,0	1,6	12,0	DEG	240	4
D3	4,0	1,6	12,0	DEG	200	10
D4	4,0	1,6	12,0	EG	220	10
D5a	2,0	0,8	6,0	EG	220	10
D5b	1,33	0,53	4,0	EG	220	10
D5c	1,0	0,4	3,0	EG	220	10

Aşağıdaki şekil 6.1, de istenen nanomalzemenin üçüncü (başarısız) sentez denemelerinin UV-Vis spektroskopisi analizini göstermektedir, burada üretilen malzemenin gerçekte nano ölçek özelliklere sahip olmadığını ortaya koymaktadır.

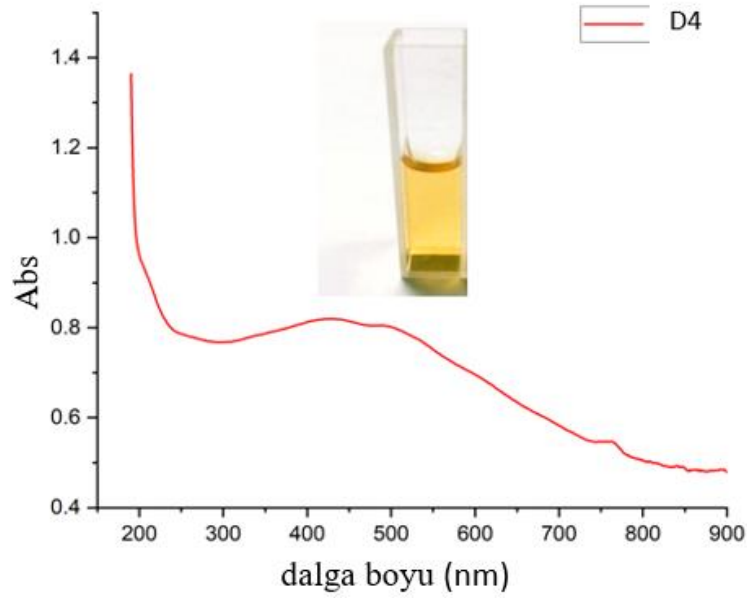




Şekil 6.1. D3 ürünleri için UV-Vis spektroskopisi.

Şekil 6.1 sentezlenen malzemenin UV-Vis dalga boyu aralığında absorbanans spektrumunu göstermektedir. Başarılı bir sentezde, istenen nanomalzemenin görünür bölgede karakteristik bir absorbanans bandına sahip olması beklenir, bu nanopartiküllerin başarılı bir şekilde üretildiğinin işareti olarak değerlendirilebilir. Ancak D3 için karakteristik bir pikin görülmemesi sentezlenen malzemenin istenen nano ölçek özelliklere sahip olmadığını ima etmektedir. Bu analiz, üçüncü sentez denemesinin istenen nanomalzemenin başarısız bir şekilde üretildiğini doğrulamaktadır.

MNPs boyut dağılımını araştırmak için UV-Vis spektroskopisi yöntemi kullanılmıştır. Bu analiz yöntemi, partikül boyutuna ve agregasyon durumuna bağlı olarak büyük hassasiyet göstermektedir, çünkü görünür bölgede yüzey plazmon rezonansı nedeniyle yüksek bir absorbanans sağlamaktadır. Analizde kullanılmak üzere uygun bir MNPs karışımı, 0,0088 g (ağırlıkça % 0,3) NP'nin 3 ml distile suya karıştırılmasıyla hazırlanmıştır. Ancak NP'lerin agregasyonunu önlemek ve partikülleri su içinde homojen olarak dağıtmak için NP'ler başlangıçta ultrasonik banyoda bekletilerek homojenize edilmiştir. Şekil 6.2'de, MNP'nin UV-vis spektrumu şekil 6.2'deki gibi elde edilmiştir.

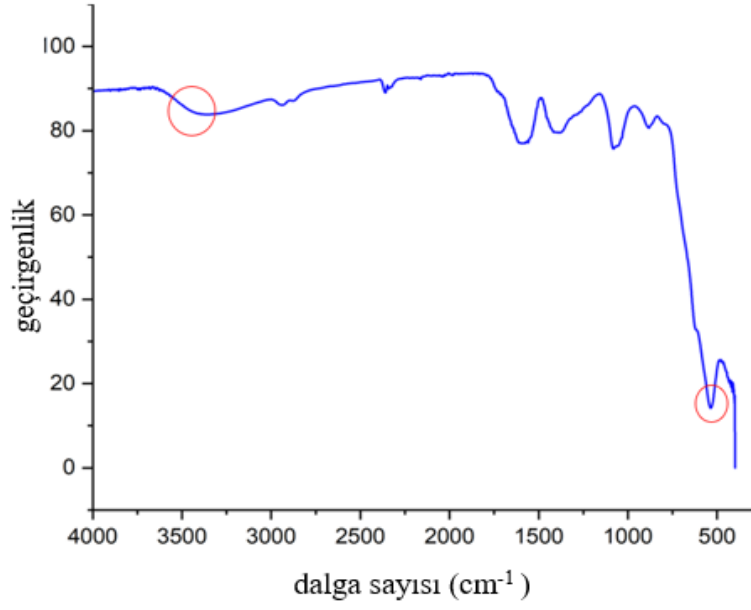


Şekil 6.2. MNPs (D4) UV – Vis Spektrumu.

Spektrum incelendiğinde, manyetit nanopartiküller için absorptans zirvesi 400-425 nm dalga boyunda olduğu görülmüştür. Yapılan literatür incelemelerinde, görülen absorptans zirvesi manyetit nanopartiküller için karakteristik pik olduğu görülmüştür. Numunenin absorptans spektrumu, geniş bir absorptans gösterir (keskin absorptans pikleri yok), bu durumun temel nedeni, partiküllerinin çok dar bir boyut dağılımına sahip olmadığına atfedilebilir. Ayrıca MNP'lerin yarı-metalik davranışından kaynaklanmaktadır [121].

### 6.1.2. FTIR Analizi

MNP'nin (D4) FT-IR spektrumları Şekil 6.3, 1652 ve 1396  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayılarında absorpsiyon bantları göstermektedir. Bu bantlar, karboksilat tuzunun gerilme titreşimlerine atfedilmektedir. Ayrıca, 2856 ve 2921  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayılarındaki pikler metilen grubunun simetrik ve asimetric gerilme titreşimlerini temsil etmektedir. Bunun yanı sıra, 1050  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısındaki pik,  $\text{Na}_3\text{Cit}$ 'ten kaynaklanan hidroksil grubunun varlığını göstermektedir. Ek olarak, 581  $\text{cm}^{-1}$  dalga sayısındaki güçlü absorpsiyon bandı, MNP'nin deki  $\nu(\text{Fe-O})$  titreşimine atfedilmektedir [94].

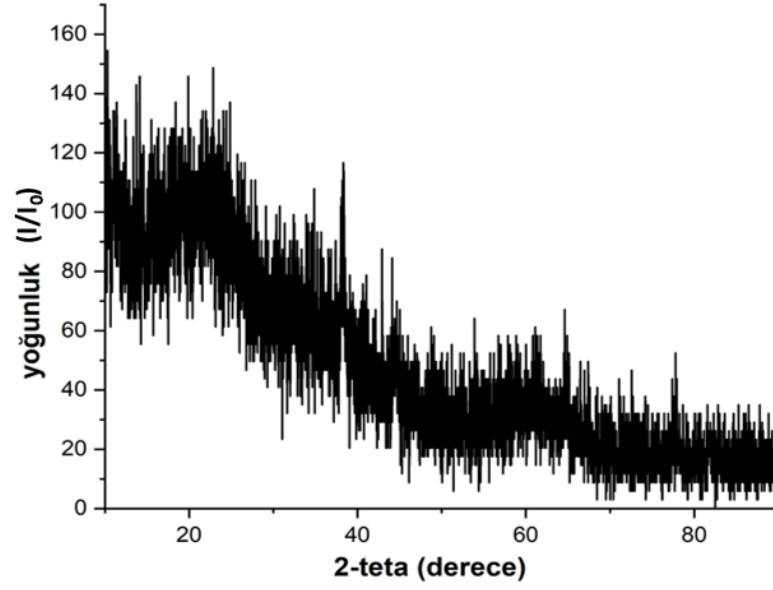


Şekil 6.3. Sentezlenen nanopartikülün (D4) FTIR spektrumu.

### 6.1.3. XRD Analizi

D1:

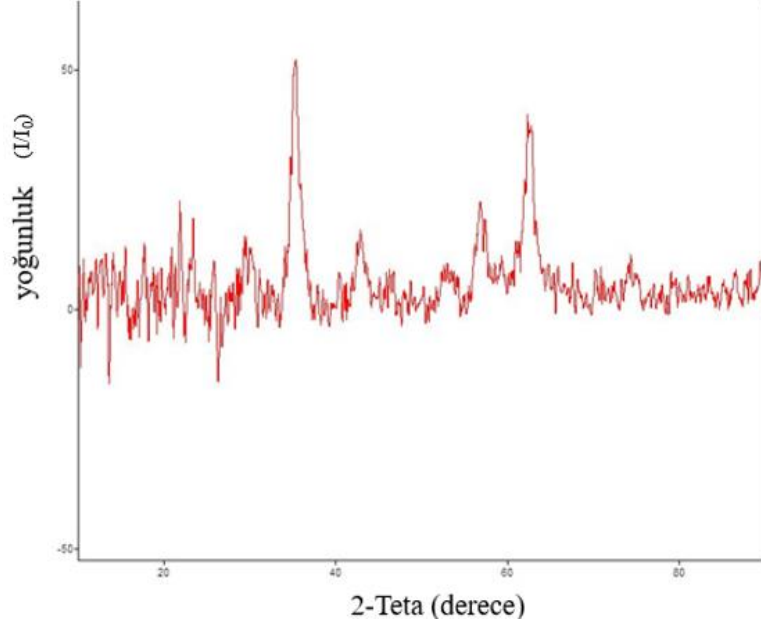
Şekil 6.4, sentezlenen malzemelerin X-ışını kırınımı (XRD) desenini göstermektedir. XRD, malzemelerin kristal yapısını analiz etmek için kullanılan güçlü bir tekniktir. XRD deseni, malzemenin kristal kafes düzeninin karakteristik olan difraksiyon piklerini ortaya koyar. Aşağıdaki şekil, birinci üretim yöntemi (D1) ile elde edilen ürünlerin XRD analizini göstermektedir.



Şekil 6.4. (D1) de elde edilen ürünlerin XRD analizini göstermektedir.

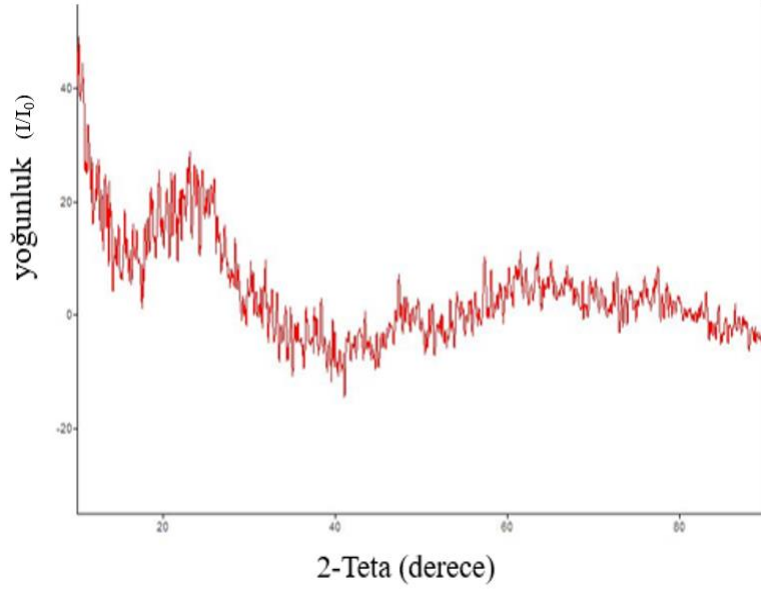
D2:

İkinci üretim yöntemi ile elde edilen ürünlerin (D2) XRD deseninde belirli açılarda belirgin difraksiyon pikleri gözlemlenebilir. Bu difraksiyon pikleri, malzemede tanımlanmış kristal düzlemlerinin varlığını gösterir. Bu piklerin konum ve yoğunluğunu analiz ederek, malzemenin kristal yapısı hakkında değerli bilgiler elde edilebilir. Bu pikler, MNPs örneklerini analiz ederken bulunan piklere çok benzerlik göstermektedir.



Şekil 6.5. (D2) de elde edilen ürünlerin XRD analizini göstermektedir.

D3

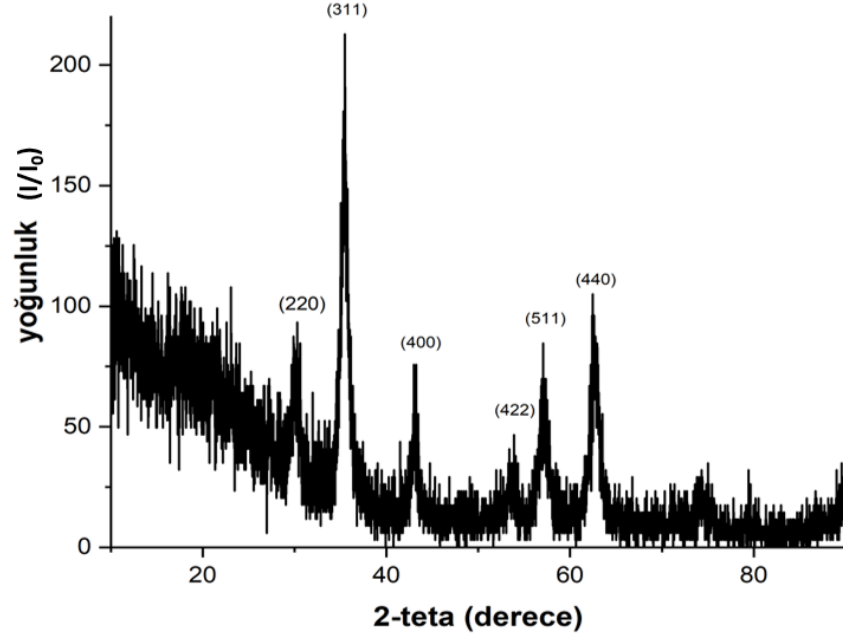


Şekil 6.6. (D3) de elde edilen ürünlerin XRD analizini göstermektedir.

D4

Şekil 6.7, MNPs ine (D4) ait XRD analizinden elde edilen desen görülmektedir. Desende görülen kırınım piklerinin MNPs kristalinin bilinen spinel yapısına

dayandığını (JCPDS No: 01-082-153) ve ürünlerin gerçekten saf fazda MNPs olduğunu gösterir [122].

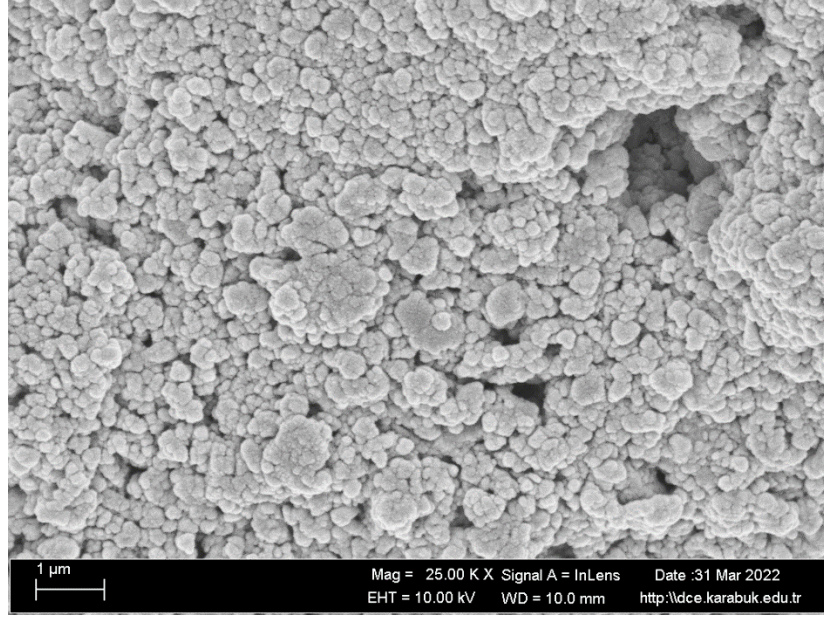


Şekil 6.7. (D4) Numunenin XRD Deseni

18,55°, 30,81°, 36,48°, 43,52°, 54,59°, 56,83° ve 62,34°'deki  $2\theta$  pikleri sırasıyla manyetitin (1 1 1), (2 2 0), (3 1 1), (2 2 2), (4 0 0), (4 2 2) ve (5 1 1) kristal düzlemlerine aittir [123].

#### 6.1.4. SEM-EDX Analizi

Başlangıçta DEG çözücüsü ile 6 saatlik reaksiyon süresi ve 200 derece sıcaklık gibi koşullara sahip olan ilk üretim denemesine göre elde edilen malzemelerin (D1) bir karakterizasyonu yapılmıştır. Bu sürecin ürünleri nano ölçekte değildir ve manyetik değildir. Ayrıca, elde edilen yapılar geometrik olarak düzensizdir ve SEM görüntülerinden açıkça görülebilen büyük bir toplanak sahiptir.



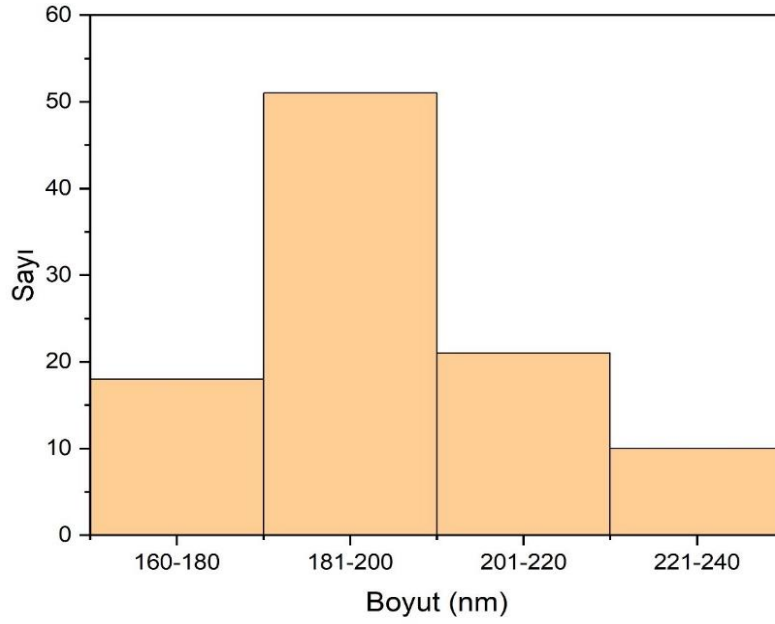
Şekil 6.8. (D1) ait SEM görüntüsü.

Yapılan sentez çalışmalarında D4 numunesinin elde edildiği deneysel koşulların MNP sentezi için en uygun şartlar olduğu görülmüştür.

Şekil 6.9, hidrotermal koşullarda sentezlenen nanopartiküllerin (D4) SEM fotoğraflarını göstermektedir. Elde edilen nanopartiküllerin boyutlarının birbirlerinden çok farklı olmadığı açıkça görülmektedir ve bu durum büyük ölçüde reaksiyon koşullarının iyi ayarlanmasına bağlanabilir. Sentezlenen MNPs, küresel morfolojide olduğu görülmektedir. D4 numunesine ait SEM görüntüleri kullanılarak yaklaşık 100 partikül boyutu ölçülmüştür. Boyut verileri belirli boyut aralıklarına ayrılmış ve her bir boyut aralığındaki partikül sayısı hesaplanmıştır. Bu veriler kullanılarak, MNPs boyut dağılımı histogramı oluşturulmuştur (Şekil 6.10). MNPs ortalama boyutu belirgin ve ortalama boyutu yaklaşık  $200 \pm 8$  nm olduğu tespit edilmiştir.



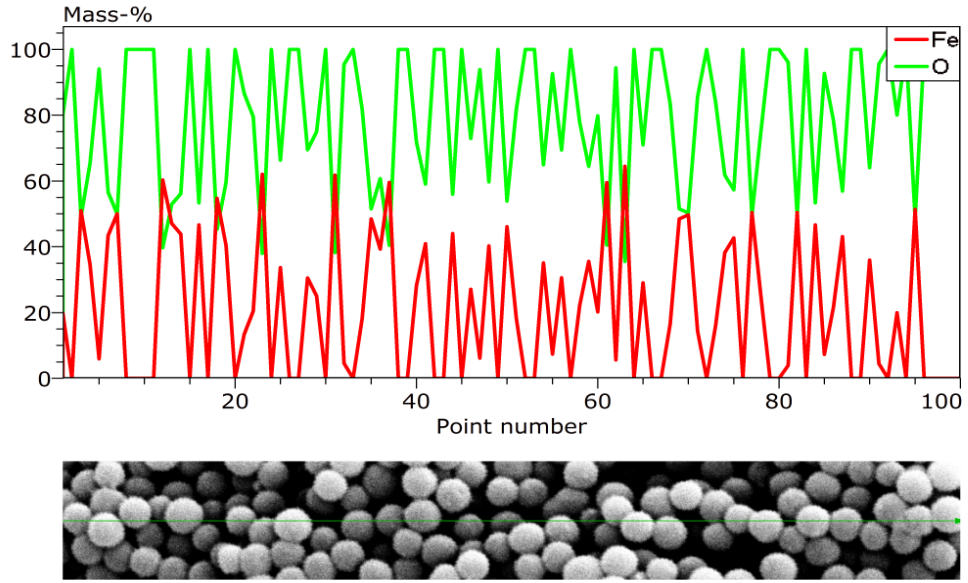
Şekil 6.9. MNPs in (D4) SEM görüntüsü.



Şekil 6.10. MNP'lerin ortalama parçacık boyutu dağılımı (histogram).

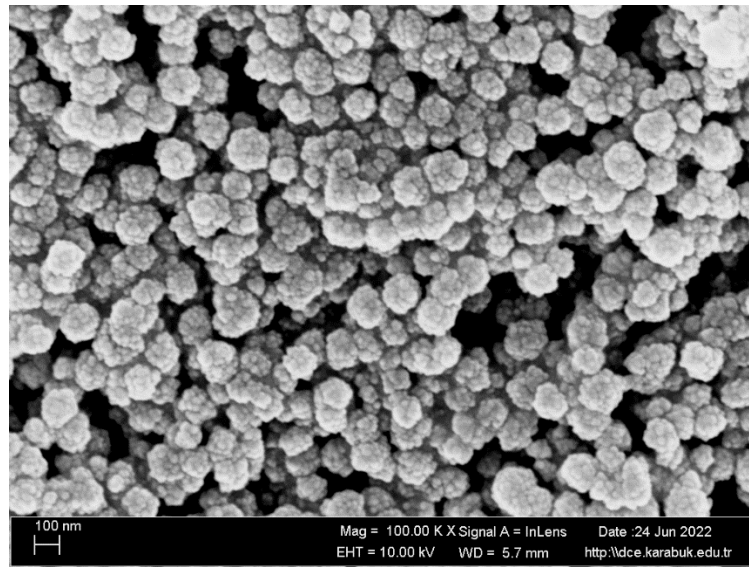
Ayrıca, EDX analizi nanopartiküllerin kimyasal bileşimini göstermiş ve örneğin farklı bölgelerinde Fe ve O elementlerinin birbirine göre oranında değişiklik olduğunu göstermiştir.



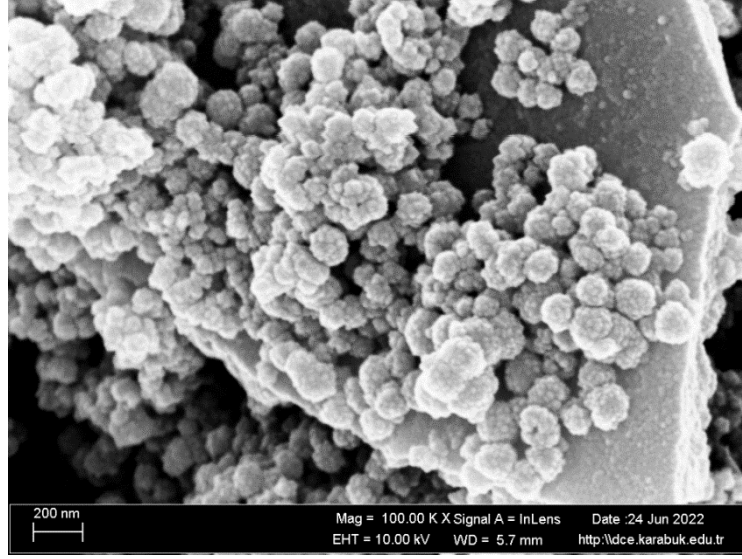


Şekil 6.11. MNPs (D4) SEM-EDX görüntüsü.

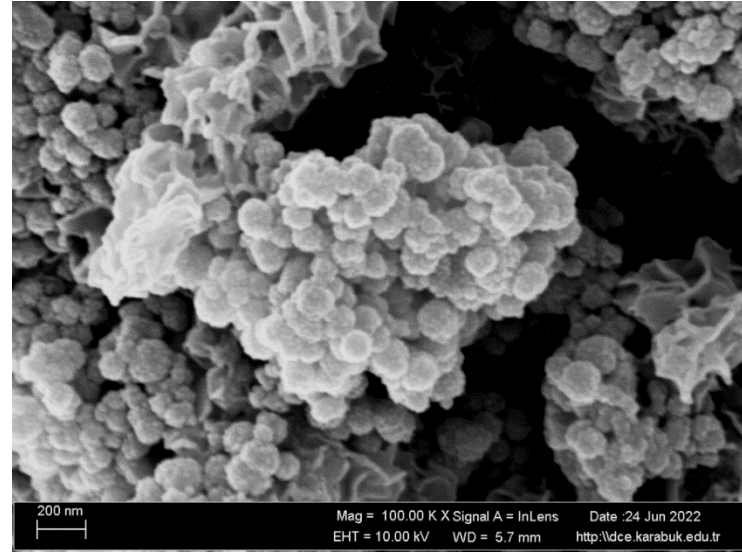
Ayrıca, sentez sürecinde reaktanların konsantrasyonlarını sırasıyla yarı yarıya, üçte birine ve çeyreğine indirerek elde edilen ürünlerin (sırayla D5a, D5b ve D5c) bir karakterizasyonu yapılmıştır. Bu süreçte elde edilen malzemelerin iyi bir manyetik özelliğe sahip olduğu ancak belirgin bir sorunun bulunduğu tespit edilmiştir. Partiküllerin her ne kadar 200 nm altında boyutlarda olsa da topaklanma davranışı sergilemesi morfolojilerinin küresel olmaktan çıkarak düzensiz bir halde dağıldıklarını göstermektedir.



Şekil 6.12. D5a numunesine ait SEM görüntüsü.



Şekil 6.13. D5b numunesine ait SEM görüntüsü.



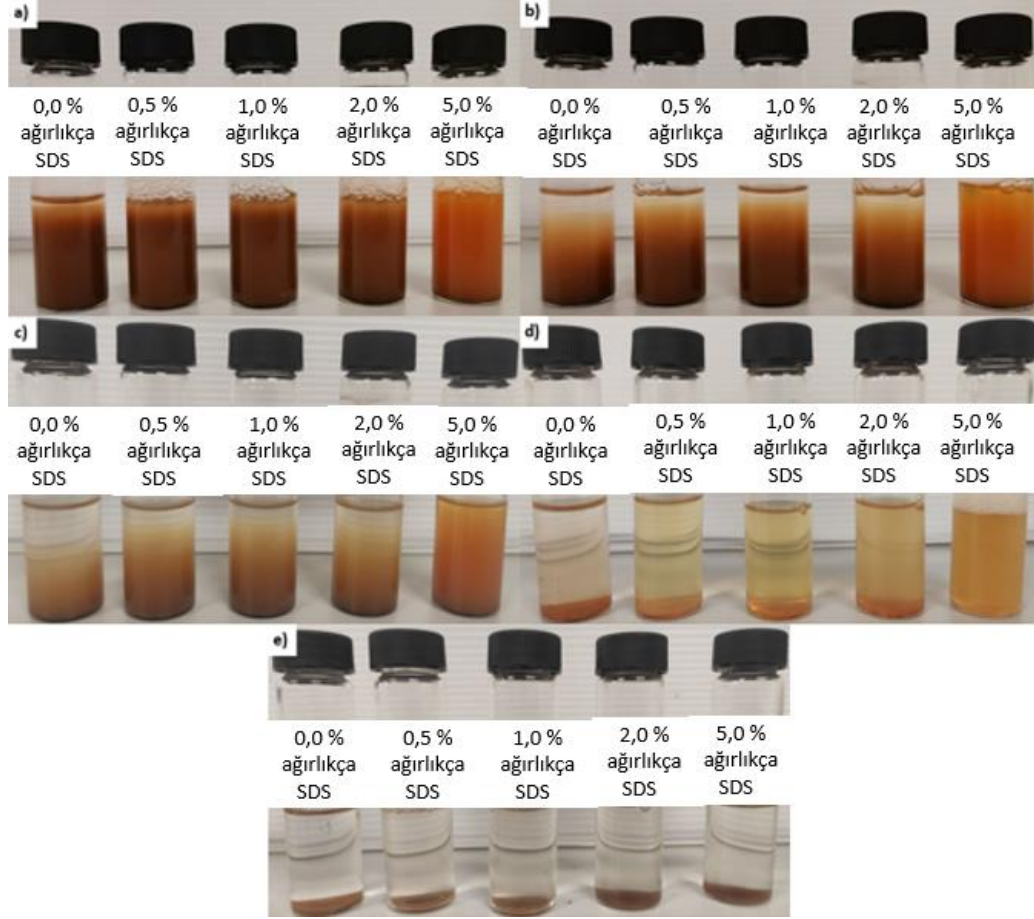
Şekil 6.14. D5c numunesine ait SEM görüntüsü.

## 6.2. KOLOİDAL KARALILIK

### 6.2.1. SDS İle Nanopartikül Kolloidal Stabilitesi

Örnekler cam tüplerde hazırlanmıştır, 10 ml distile su içeren 5 tüp kullanılmış. Hazırlanan MNP'den 0,02 g (ağırlıkça % 0,2) ultrasonik banyoda yarım saat boyunca dağıtılmış, ardından (ağırlıkça % 0,5, 1,0, 2,0, ve 5,0) SDS (Sodyum dodesil sülfat) ilave edilmiş ve SDS tamamen çözülene kadar ultrasonik banyoda bekletilmiştir.

Ayrıca SDS katılmayan bir örnek de bulunmaktadır. Daha sonra, bu tüpler en az iki hafta boyunca izlenmiştir. En az üç hafta boyunca numunelerde meydana gelen çökelmeler fotoğraflanarak takip edilmiştir.



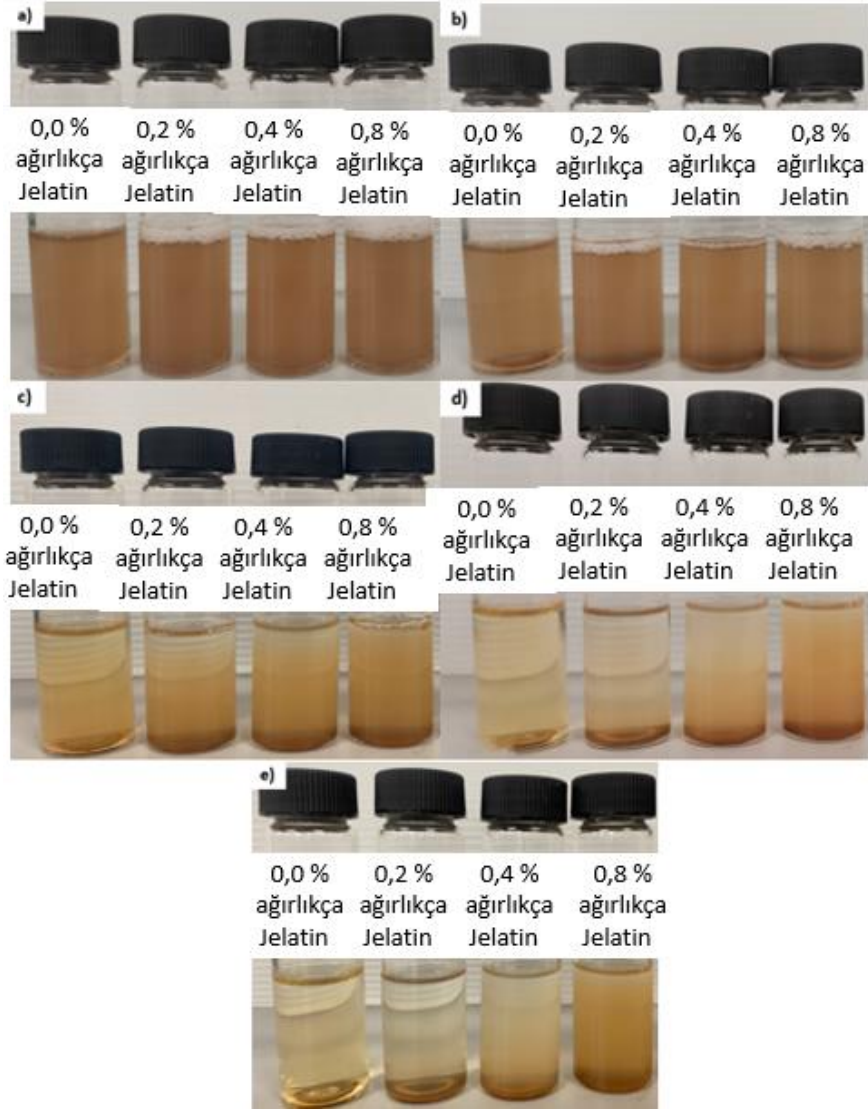
Şekil 6.15. SDS ile hazırlanan Nanoakışkanların a) Başlangıçta, b) Bir gün sonra, c) Bir hafta sonra, d) İki hafta sonra, e) Üç hafta sonra.

Şekil 6.15, çeşitli SDS konsantrasyonlarının varlığında hazırlanan Nanoakışkanların kararlılığını izlemek için farklı zaman aralıklarında çekilmiş fotoğrafları göstermektedir. Fotoğraflardan görülebileceği gibi, SDS olmadan MNP nanoakışkan, jelatin deneyindeki nanomalzemelerin miktarı ve stabilizasyon maddesinin birkaç katı olsa bile ilk saatler/günler içinde stabilitesini kaybetmektedir. Bununla birlikte, SDS'nin kolloidin stabilitesini artırmada iyi bir rol oynadığı söylenebilir, özellikle ekleme tarihinden itibaren ilk hafta boyunca. Ağırlıkça % 0,5, 1,0, 2,0 ve 5,0 SDS için kolloidal kararlılıkta önemli bir iyileşme elde edilmiştir. SDS konsantrasyonunun (ağırlıkça % 5,0) daha da artırılması, nispeten daha stabil bir

dağılım sağlamıştır. Bununla birlikte, şekil 6.15.e'de görüldüğü gibi, dağıtma ve stabilizasyon özellikleri uzun vadede bozulmaktadır, bu da SDS'nin stabilize ajan olarak kullanılabilceği uygulama türleri hakkında bir gösterge olabilir.

### **6.2.2. Jelatin ile Nanopartikül Kolloidal Stabilitesi**

İçerisinde 0,001 g (ağırlıkça % 0,01 MNPs) bulunan dört farklı tüpteki numuneler farklı ağırlıkça farklı yüzdelerde (%0,0, 0,2, 0,4, ve 0,8) jelatin içermektedir. Şekil 6.16'te çeşitli jelatin konsantrasyonlarının varlığında hazırlanan Nanoakışkanların kolloidal kararlılığını izlemek için farklı zaman aralıklarında çekilmiş fotoğrafları göstermektedir.



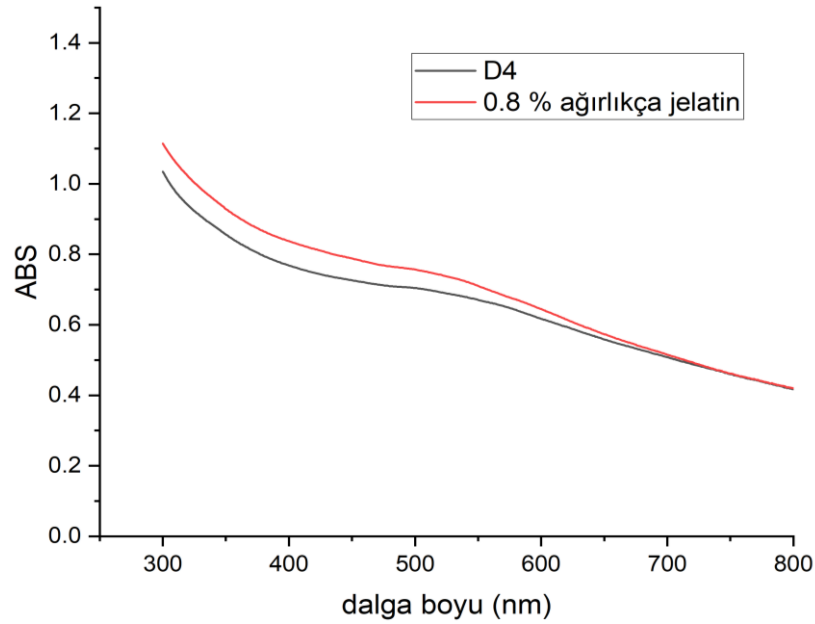
Şekil 6.16. Jelatin ile hazırlanan Nanoakışkanların a) Başlangıçta, b) Bir gün sonra, c) Bir hafta sonra, d) İki hafta sonra, e) Üç hafta sonra.

Şekil 6.16, farklı jelatin konsantrasyonlarının varlığında hazırlanan Nanoakışkanların kararlılığını izlemek için farklı zaman aralıklarında çekilen fotoğrafları göstermektedir. Fotoğraflardan görülebileceği gibi, jelatin olmadan MNP nanoakışkanı saatler içinde stabilitesini kaybettiği görülmüştür. Bununla birlikte, ağırlıkça % 0.2, 0.4 ve 0.8 jelatin konsantrasyonu için koloidal kararlılıkta önemli bir iyileşme elde edilmiştir, Kararlılık jelatin miktarının artmasıyla birlikte artar. Bu nedenle, % 0.8 jelatin içeren örnek, en belirgin koloidal kararlılığı göstermiş ve eklenme tarihinden üç hafta sonra bile kolloidlerin yüksek kararlılık özelliklerini göstermiştir. Bu, jelatinin stabilizasyon ajanı olarak konsantrasyonları birkaç kat daha hafif olsa da SDS'den daha iyi olduğunu göstermektedir, bu yüksek kararlılık,

jelatinin nanopartikül yüzeyine yapışması ve stabil bir tabaka oluşturmasıyla ilişkilendirilebilir, bu da diğer partiküllerle birleşmesini engeller ve aralarındaki çekme kuvvetlerini azaltır. Jelatinin fonksiyonel grupları (amino ve karboksil) ile NP'lerin yüzey yükleri arasında elektrostatik bir etkileşim, aynı yükteki parçacıklar arasında itici bir kuvvet yaratır ve agregasyonlarını önler. Bu nedenle, WCT'deki ısı transfer verimini artırmayı amaçlayan deneyde kullanılmak üzere jelatin içeren nanoakışkan seçilmiştir.

### 6.2.2.1. Jelatinli Kolloidal UV-Vis Absorbans Spektrum Analizi

Nanoakışkanların UV-Vis spektrumları, 190-800 nm aralığında bir Perkin Spektrofotometre üzerinde alındı. Şekil 6.17, katkı maddesi içermeyen örneğin absorpsiyon bantlarının stabilizasyon ajanı içeren örneklerden farklı olmadığını göstermektedir.

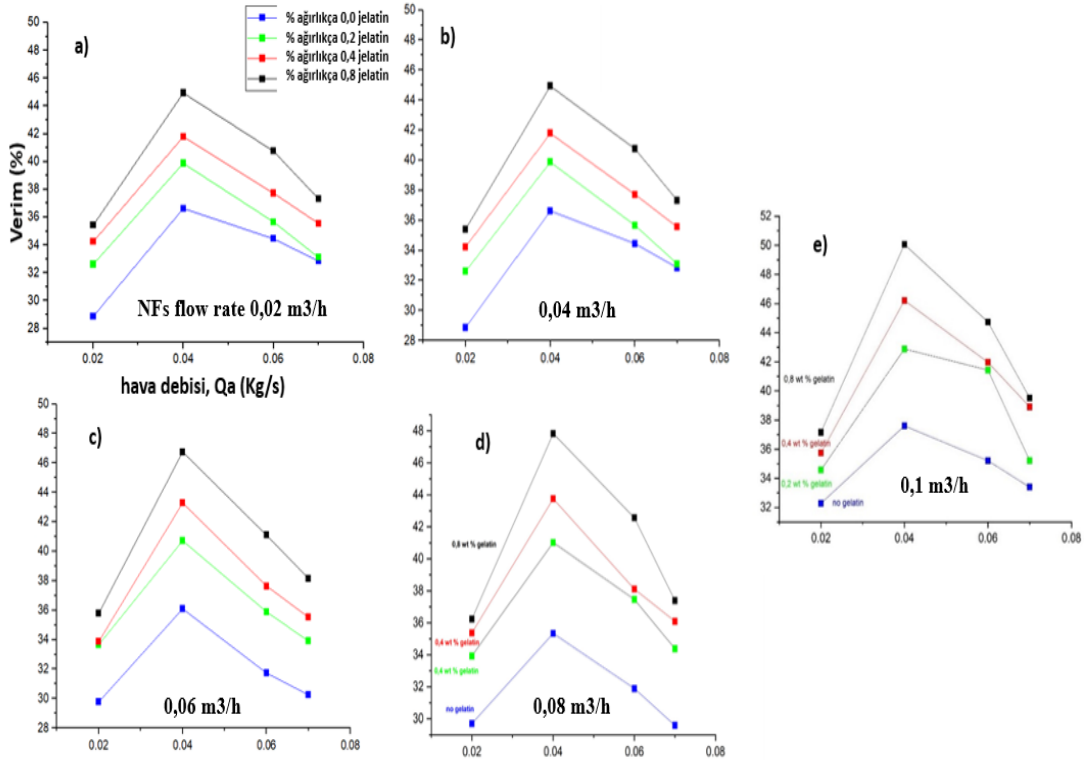


Şekil 6.17. Nanoakışkanların UV-Vis spektrumları.

### 6.3. SOĞUTMA KULESİNDE ISI TRANSFERİ SONUÇLARI

Çalışmanın bu bölümünde, farklı jelatin konsantrasyonlarının, havanın etkisinin ve nanoakışkan-su hacim akış hızının mekanik draft ıslak soğutma kulesinin ısı transfer

verimine etkisi tartışılacaktır. Test sıvısı, 0,1 g/L manyetit nanoakışkan (MNP-su) içine jelatin eklenerek hazırlandı. Jelatin konsantrasyonlarının ağırlıkça % 0,0, 0,2, 0,4, ve 0,8 ağırlıkça olduğu durumlar incelenerek, kütle hava ve su akışı arttıkça ısı transfer verimine etkisi gözlemlendi.



Şekil 6.18. Kütle su akışı= 0,02 0,04, 0,06, 0,08, 0,1 m³/h olduğunda kütle hava akışı ile ısı transferi verimliliği arasındaki ilişkiyi göstermektedir.

Şekil 6.18a, 2 g/L jelatin miktarıyla soğutma kulesinin ısı transfer veriminin, jelatin kullanılmayan duruma göre arttığını ve %34,42'den %38,55'e yükseldiğini göstermektedir. Ayrıca, jelatin miktarı 8 g/L'ye çıkarıldığında verim %44,81'e ulaşmıştır. Bu iyileştirmeler, su kütle akışını sabit tutarken kütle hava akışını 0,02 kg/s'ten 0,04 kg/s'e artırarak elde edilmiştir.

Ayrıca, geri kalan b, c, d ve e şekillerde soğutma kulesinin ısı transfer veriminde tutarlı bir desen sergilemektedir. Önceki şekilde tartışılanla benzer şekilde, bu şekiller de en yüksek verim değerinin 0,04 kg/s kütle hava akış hızında elde edildiğini göstermektedir. Bu noktadan sonra, verim kütle hava akış hızı arttıkça azalmaya başlar.

İlginç bir şekilde, su kütle akış hızının (0,02, 0,04, 0,06, 0,08, ve 0,1 m<sup>3</sup>/h) değişiminin etkisini düşündüğümüzde dikkate değer bir trend ortaya çıkar. Isı transfer veriminde önemli bir artış görülür ve %50'yi aşar.

Bu trend, su kütle akış hızını ayarlamakla soğutma kulesinin genel ısı transfer performansını geliştirmenin önemli bir etkisi olduğunu göstermektedir. Su kütle akış hızını ayarlayarak, soğutma kulesinin verimini optimize etmek mümkündür. Bu bulgu, kütle hava akış hızı ve su kütle akış hızı arasındaki doğru dengeyi bulmanın ısı transfer verimini maksimize etmek için önemli olduğunu göstermektedir. Daha fazla araştırma ve deney, bu parametreler arasındaki karmaşık ilişkiyi daha iyi anlamamıza ve soğutma kulesinin genel performansını iyileştirmek için önemli bilgiler sunabilir.

Tablo 6.2. Jelatin stabilize MNP'nin 0,1 m<sup>3</sup>/h nanoakışkan-su akışında ve 45 °C giriş sıcaklığında dolaşım sıvısı olarak saf su üzerindeki soğutma etkinliklerinin karşılaştırılması.

Kütle Hava Akışı (Qa kg/s)	Nanoakışkan akış hızı 0,1 m <sup>3</sup> /h Verim (%)		
	Deiyonize su	MNP nanoakışkan (%0,0 ağırlık) jelatin	MNP nanoakışkan (%0,8 ağırlık) jelatin
0,02	16,8	32,3	37,2
0,04	21	37,6	50,1
0,06	28	35,2	44,7
0,08	29	33,4	39,5

Stabilize MNP nanoakışkan ile saf su karşılaştırması dikkate alınırsa, Jelatin stabilize MNP nanoakışkanın WCT'de her kütle hava akış hızında sudan daha iyi soğutma performansına sahip olduğu sonucuna varılabilir (Tablo 6.2). İlginç bir şekilde, 0,04 kg/s kütle hava akışı koşulunda, stabilize edici madde Jelatin için %50,1 ile en yüksek soğutma verimine ulaşmıştır. Ayrıca Jelatin içeren MNP nanoakışkan, baz akışkan olarak suya karşı WCT performansını %138,57 (bağlı) artırmıştır.



## SONUÇLAR

Bu çalışmada, hidrotermal yöntemle farklı deneysel koşullarda manyetit nanopartiküller sentezlenmiştir. Elde edilen nanomalzemeler FESEM, UV-Vis, FTIR ve XRD analizi ile karakterize edilmiştir. Nanopartiküllerin suda homojen bir dağılım sergilemesi için SDS ve jelatin kolloidal nanopartikül süspansiyonlarında stabilizatör olarak kullanılmıştır. Bunlardan ağırlıkça farklı yüzdelerde jelatin ile homojenize edilen nanopartiküllerden hazırlanan Nanoakışkanların soğutma kulelerinde ısı transferi özelliklerinin iyileştirilmesi etkisi araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlara aşağıda sunulmuştur:

1. MNPs 220 °C reaksiyon koşullarında ve 10 saatlik reaksiyon süresinde hidrotermal yöntemle başarıyla sentezlenmiştir. Başarıyla sentezlenen nanopartiküllerin görünür bölgede yaklaşık 425 nm de karakteristik bir absorpsiyon bandı olduğu gözlemlenmiştir.
2. MNPs üzerinde SEM analizi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlarda, manyetit nanopartiküllerinin küresel şekilde olduğu ve boyutlarının ortalama olarak  $200 \pm 8$  nm içinde olduğu görülmüştür.
3. Partiküllerin homojen dağılmış bir yapı oluşturduğu ve MNP'nin birbirine yapışmadığı gözlemlenmiştir. Bu, MNP'nin oda sıcaklığında manyetik oldukları için kritik bir özelliktir.
4. Bu çalışmada, MNPs kolloidleri ayrı ayrı su, SDS stabilizasyon ajanları ve jelatin ile karıştırılarak hazırlanmıştır. Stabilizatörlerin etkisinin farklı olduğu ve jelatinin kolloidin stabilizasyon özelliklerini SDS'den daha yüksek sağladığı gözlemlenmiştir. Ayrıca, konsantrasyonların etkisinin stabilite üzerindeki önemli olduğu ve iki durumda da doğrusal olarak orantılı olduğu belirtilmiştir.

5. Jelatin ile birlikte kullanılan MNPs kolloidlerinin yaklaşık üç hafta boyunca kolloidal stabilitesini koruduğu ve bu ilerlemenin jelatinin partiküllerin mekanizması ile ilişkili olduğu gözlenmiştir. Jelatin, bir MNPs süspansiyonuna eklenildiğinde, elektrostatik kuvvetler, hidrojen bağları ve Van der Waals kuvvetleri gibi çeşitli etkileşimler aracılığıyla nanopartiküllerin yüzeyi ile etkileşime girer. Bu etkileşimler, jelatin partiküllerinin MNPs yüzeyine yapışmasını ve stabil bir tabaka oluşturmasını sağlar.
6. Jelatin ile karıştırılmış distile su içinde dağılan MNPs oluşan nanoakışkanın ısı transfer verimine etkisi, ıslak mekanik soğutma kulelerinde deneysel olarak araştırılmıştır. Elde edilen deneysel sonuçlarda, suyun nanoakışkan (jelatinsiz) ile değiştirilmesiyle ısı transfer veriminde önemli bir iyileşme görülmüş (%16,8'den %34,42'ye). Burada hava ve su akışının sabit olduğu unutulmamalıdır.
7. Jelatinli nanoakışkan kullanarak hava ve su akışını değiştirerek, jelatin miktarının artmasıyla verim eksponansiyel olarak artmaya devam eder ve jelatin miktarı %0,8 olduğunda en yüksek seviyelere ulaşır. Böylece ısı transfer verimliliği %50,06'ya ulaşır, bu da umut verici bir sonuç olarak değerlendirilir ve bu tür diğer çalışmaların yapılmasını teşvik eder.

## KAYNAKLAR

1. Xiao, L., Li, J., Brougham, D. F., Fox, E. K., Feliu, N., Bushmelev, A., Schmidt, A., Mertens, N., Kiessling, F., Valldor, M., Fadeel, B., and Mathur, S., "Water-soluble superparamagnetic magnetite nanoparticles with biocompatible coating for enhanced magnetic resonance imaging", *ACS Nano*, 5 (8): 6315–6324 (2011).
2. Das, M., Mishra, D., Dhak, P., Gupta, S., Maiti, T. K., Basak, A., and Pramanik, P., "Biofunctionalized, phosphonate-grafted, ultrasmall iron oxide nanoparticles for combined targeted cancer therapy and multimodal imaging", *Small*, 5 (24): 2883–2893 (2009).
3. Liu, Z., Zhao, Z., Wang, S., and Xiong, C., "Solvent-induced synthesis of hollow structured Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-based anode materials for high-performance Li-ion batteries", *Journal Of Materiomics*, 6 (3): 485–493 (2020).
4. Chang, C. K., Wu, C. C., Wang, Y. S., and Chang, H. C., "Selective extraction and enrichment of multiphosphorylated peptides using polyarginine-coated diamond nanoparticles", *Analytical Chemistry*, 80 (10): 3791–3797 (2008).
5. Üniversitesi, S., Bilimleri, F., Kimya, E., Anabilim, M., Danışman, D., Mustafa, D., and Marti, E., "İv ÖZET YÜKSEK LİSANS TEZİ ANYON DEĞİŞTİRİCİ REÇİNELER İLE SÜKSİNİK ASİDİN SULU ÇÖZELTİLERDEN GERİ KAZANIMI Hamayoun ASIM", .
6. Strezov, V., Zhou, X., and Evans, T. J., "Life cycle impact assessment of metal production industries in Australia", *Scientific Reports*, 11 (1): (2021).
7. Laurent, S., Forge, D., Port, M., Roch, A., Robic, C., Vander Elst, L., and Muller, R. N., "Magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterizations and biological applications", *Chemical Reviews*, 108 (6): 2064–2110 (2008).
8. Roca, A. G., Marco, J. F., Del Puerto Morales, M., and Serna, C. J., "Effect of nature and particle size on properties of uniform magnetite and maghemite nanoparticles", *Journal Of Physical Chemistry C*, 111 (50): 18577–18584 (2007).
9. Tromsdorf, U. I., Bruns, O. T., Salmen, S. C., Beisiegel, U., and Weller, H., "A highly effective, nontoxic T1 MR contrast agent based on ultrasmall PEGylated iron oxide nanoparticles", *Nano Letters*, 9 (12): 4434–4440 (2009).

10. Taboada, E., Rodríguez, E., Roig, A., Oró, J., Roch, A., and Muller, R. N., "Relaxometric and magnetic characterization of ultrasmall iron oxide nanoparticles with high magnetization. Evaluation as potential T1 magnetic resonance imaging contrast agents for molecular imaging", *Langmuir*, 23 (8): 4583–4588 (2007).
11. Sahoo, S. K., Parveen, S., and Panda, J. J., "The present and future of nanotechnology in human health care", *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, And Medicine*, 3 (1): 20–31 (2007).
12. Wu, Y., Wang, Z., Chen, S., Wu, J., Guo, X., and Liu, Z., "One-step hydrothermal synthesis of silver nanoparticles loaded on N-doped carbon and application for catalytic reduction of 4-nitrophenol", *RSC Advances*, 5 (106): 87151–87156 (2015).
13. Karimi Bakhtiyar, N., Esmaili, S., Javadpour, R., and Zeinali Heris, S., "Experimental investigation of indirect heat transfer through a novel designed lab-scale setup using functionalized MWCNTs nanofluids (MWCNTs-COOH/water and MWCNTs-OH/water)", *Case Studies In Thermal Engineering*, 45: (2023).
14. Imani-Mofrad, P., Zeinali Heris, S., and Shanbedi, M., "Experimental investigation of the effect of different nanofluids on the thermal performance of a wet cooling tower using a new method for equalization of ambient conditions", *Energy Conversion And Management*, 158: 23–35 (2018).
15. Mousavi, S. B., Zeinali Heris, S., and Estellé, P., "Viscosity, tribological and physicochemical features of ZnO and MoS<sub>2</sub> diesel oil-based nanofluids: An experimental study", *Fuel*, 293: (2021).
16. Kirtane, A. R., Verma, M., Karandikar, P., Furin, J., Langer, R., and Traverso, G., .
17. Lowry, G. V., Avellan, A., and Gilbertson, L. M., "Opportunities and challenges for nanotechnology in the agri-tech revolution", *Nature Nanotechnology*, 14 (6): 517–522 (2019).
18. Krzyminiowski, R., Dobosz, B., Krist, B., Schroeder, G., Kurczewska, J., and Bluysen, H. A. R., "ESR method in monitoring of nanoparticle endocytosis in cancer cells", *International Journal Of Molecular Sciences*, 21 (12): 1–16 (2020).
19. "ANKARA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ YÜKSEK LİSANS TEZİ Daphnia magna MODEL ORGANİZMASI ÜZERİNDE ÇİNKO OKSİT NANOPARTİKÜL (ZnO NP) TOKSİSİTESİNİN MİKROKOZM YAKLAŞIMI KULLANILARAK DEĞERLENDİRİLMESİ Özlem YILDIRIM BİYOLOJİ ANABİLİM DALI ANKARA 2021 Her hakkı saklıdır", .

20. Kim, K., Lee, J. K., Han, S. J., and Lee, S., "A novel top-down fabrication process for vertically-stacked silicon-nanowire array", *Applied Sciences (Switzerland)*, 10 (3): (2020).
21. Wack, S., Lunca Popa, P., Adjeroud, N., Vergne, C., and Leturcq, R., "Two-Step Approach for Conformal Chemical Vapor-Phase Deposition of Ultra-Thin Conductive Silver Films", *ACS Applied Materials And Interfaces*, 12 (32): 36329–36338 (2020).
22. Von Niessen, K., Gindrat, M., and Refke, A., "Vapor phase deposition using plasma spray-PVD™", (2010).
23. Mauer, G., Jarligo, M. O., Rezanka, S., Hospach, A., and Vaßen, R., "Novel opportunities for thermal spray by PS-PVD", *Surface And Coatings Technology*, 268: 52–57 (2015).
24. Kelly, P. J. and Arnell, R. D., "Development of a novel structure zone model relating to the closed-field unbalanced magnetron sputtering system", *Journal Of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, And Films*, 16 (5): 2858–2869 (1998).
25. Mattox, D. M., "Ion plating past, present and future", (2000).
26. Le, H. A., Linh, L. T., Chin, S., and Jurng, J., "Photocatalytic degradation of methylene blue by a combination of TiO<sub>2</sub>-anatase and coconut shell activated carbon", *Powder Technology*, 225: 167–175 (2012).
27. Anh Le, H., Linh, L., Chin, S., and Jurng, J., "Photocatalytic degradation of methylene blue by a combination of TiO<sub>2</sub>-anatase and coconut shell activated carbon", *Powder Technology*, 225: 167–175 (2012).
28. Dilger, S., Lizandara-Pueyo, C., Krumm, M., and Polarz, S., "Hierarchical zinc oxide materials with multiple porosity prepared by ultrafast temperature gradient chemical gas-phase synthesis", *Advanced Materials*, 24 (4): 543–548 (2012).
29. Tsung, C. K., Fan, J., Zheng, N., Shi, Q., Forman, A. J., Wang, J., and Stucky, G. D., "A general route to diverse mesoporous metal oxide submicrospheres with highly crystalline frameworks", *Angewandte Chemie - International Edition*, 47 (45): 8682–8686 (2008).
30. Sopyan, I., Pusparini, E., Ramesh, S., Tan, C. Y., Ching, Y. C., Wong, Y. H., Abidin, N. I. Z., Chandran, H., Ramesh, S., and Bang, L. T., "Influence of sodium on the properties of sol-gel derived hydroxyapatite powder and porous scaffolds", *Ceramics International*, 43 (15): 12263–12269 (2017).
31. Cerdà, J., Arbiol, J., Diaz, R., Dezanneau, G., and Morante, J. R., "Synthesis of perovskite-type BaSnO<sub>3</sub> particles obtained by a new simple wet chemical route based on a sol-gel process", .

32. Veith, M., Mathur, S., Lecerf, N., Huch, V., Decker, T., Beck, H. P., Eiser, W., and Haberkorn, R., "Sol-Gel Synthesis of Nano-Scaled BaTiO<sub>3</sub>, BaZrO<sub>3</sub> and BaTi<sub>0.5</sub>Zr<sub>0.5</sub>O<sub>3</sub> Oxides via Single-Source Alkoxide Precursors and Semi-Alkoxide Routes", (2000).
33. Ge, S., Shi, X., Sun, K., Li, C., Uher, C., Baker, J. R., Banaszak Holl, M. M., and Orr, B. G., "Facile hydrothermal synthesis of iron oxide nanoparticles with tunable magnetic properties", *Journal Of Physical Chemistry C*, 113 (31): 13593–13599 (2009).
34. Belirlenmesi, A., "NANO ÇUBUK SENTEZİ VE ELEKTRO-KATALİTİK", .
35. Al-Humud, N. S., Al-Tamimi, S. A., Al-Mohaimeed, A. M., and El-Tohamy, M. F., "Comparative Study for Spectrofluorimetric Determination of Ambroxol Hydrochloride Using Aluminum Metal Transfer Chelation Complex and Biogenic Synthesis of Aluminum Oxide Nanoparticles Using Lavandula spica Flowers Extract", *Molecules*, 28 (5): (2023).
36. Lisans Tezi Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Danışman, Y. and Osman YILMAZ, S., "MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ ile (B 4 C+FeTi) TAKVİYELİ Fe ESASLI KOMPOZİT ÜRETİMİ Ahmet MİLLİ", (2017).
37. Zielonka, A. and Klimek-Ochab, M., .
38. Alzahrani, R. R., Alkhulaifi, M. M., and Al-Enazi, N. M., "In vitro biological activity of Hydroclathrus clathratus and its use as an extracellular bioreductant for silver nanoparticle formation", *Green Processing And Synthesis*, 9 (1): 415–427 (2020).
39. Puthukkara P, A. R., Jose T, S., and S, D. lal, .
40. Ates, H., Bahceci, E., Üniversitesi, G., Fakültesi, T., ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, M., and Kemal Üniversitesi, M., "Nano Malzemeler için Üretim Yöntemleri", .
41. Singh Kushwah, K. and Kumar Verma, D., "Biological Synthesis of Metallic Nanoparticles from Different Plant Species", .
42. Duczmal-Czernikiewicz, A., "Book reviews. Mineral Resources, Economics and the Environment", *Geologos*, 22 (3): 261–262 (2016).
43. Noh, J., Osman, O. I., Aziz, S. G., Winget, P., and Brédas, J. L., "A density functional theory investigation of the electronic structure and spin moments of magnetite", *Science And Technology Of Advanced Materials*, 15 (4): (2014).
44. Duczmal-Czernikiewicz, A., "Book reviews. Mineral Resources, Economics and the Environment", *Geologos*, 22 (3): 261–262 (2016).
45. Sun, S. and Zeng, H., "Size-controlled synthesis of magnetite nanoparticles", *Journal Of The American Chemical Society*, 124 (28): 8204–8205 (2002).

46. Daou, T. J., Pourroy, G., Bégin-Colin, S., Grenèche, J. M., Ulhaq-Bouillet, C., Legaré, P., Bernhardt, P., Leuvrey, C., and Rogez, G., "Hydrothermal synthesis of monodisperse magnetite nanoparticles", *Chemistry Of Materials*, 18 (18): 4399–4404 (2006).
47. "Katıların manyetik özellikleri\_7.hafta", .
48. KÜÇÜKÇONGAR, S., TÜRKYILMAZ, M., and ÖZAYTEKİN, İ., "Hidrotermal Yöntemle Sentezlenmiş Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparçacıklarının Sulardan Nitrat Gideriminde Kullanımı", *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 323–332 (2020).
49. Nguyen, M. D., Tran, H. V., Xu, S., and Lee, T. R., .
50. Khebbache, N., Maurice, A., Djabi, S., Russier-Antoine, I., Jonin, C., Skipetrov, S. E., and Brevet, P. F., "Second-Harmonic Scattering from Metallic Nanoparticles in a Random Medium", *ACS Photonics*, 4 (2): 262–267 (2017).
51. Dalı, A. and Mühendislik, H., "İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ↔ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ YÜKSEK LİSANS TEZİ OCAK 2013 İNDÜKTİF ENERJİ KAYNAKLI ULTRASONİK SPREY PİROLİZ SİSTEMİNDE NANO-METAL, NANO-METAL OKSİT ve NANO-METAL /METAL OKSİT KARIŞIK TOZLARI ÜRETİMİ Levent KARTAL Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Üretim Metalurjisi ve Teknolojileri Mühendisliği Programı Yapı Mühendisliği Programı", .
52. Zivic, F., Sort, J., Dolores Baró, M., Grujovic, N., and Choy, K.-L., "Dermot Brabazon · Eva Pellicer Commercialization of Nanotechnologies-A Case Study Approach", .
53. Marturi, N., "Vision and visual servoing for nanomanipulation and nanocharacterization in scanning electron microscope", .
54. Chapman, S. K., Reid, G. A., Chapman, S. K., Reid, G. A., and Macheroux, P., "Flavoprotein Protocols Methods in Molecular Biology TM Edited by HUMANA PRESS UV-Visible Spectroscopy as a Tool to Study Flavoproteins", .
55. Moore, T. L., Rodriguez-Lorenzo, L., Hirsch, V., Balog, S., Urban, D., Jud, C., Rothen-Rutishauser, B., Lattuada, M., and Petri-Fink, A., "Nanoparticle colloidal stability in cell culture media and impact on cellular interactions", *Chemical Society Reviews*, 44 (17): 6287–6305 (2015).
56. Üniversitesi, H., Eğitim -Öğretim, L., Yönetmeliğinin, S., Dalı, B. A., and Öngördüğü, İ., "YÜZEY PLAZMON REZONANS TEMELLİ İMMUNOGLOBULİN G SENSÖRÜNÜN HAZIRLANMASI PREPARATION OF SURFACE PLASMON RESONANCE BASED IMMUNOGLOBULIN G SENSOR GİZEM ERTÜRK", (2010).

57. Ramos Silva, M. and Pereira da Silva, P., .
58. Kuz, P., Litvin, B. N., and Kurazhkovskaya, V. S., "Hydrothermal Synthesis of Germanates", .
59. Rabenau, A., "The Role of Hydrothermal Synthesis in Preparative Chemistry", .
60. Byrappa, K. and Yoshimura, M., "Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology for Crystal Growth and Materials Processing", *Noyes Publications*, 310 (2001).
61. Mehtap EANES Supervisor, A., Topaloğlu Sözüer, I., and Funda DEMİRHAN, A., "HYDROTHERMAL SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TRANSITION METAL (Mn and V) OXIDES CONTAINING PHOSPHATES", (2006).
62. Tang, S., Tang, Y., Vongehr, S., Zhao, X., and Meng, X., "Nanoporous carbon spheres and their application in dispersing silver nanoparticles", *Applied Surface Science*, 255 (11): 6011–6016 (2009).
63. Demir-Cakan, R., Baccile, N., Antonietti, M., and Titirici, M. M., "Carboxylate-rich carbonaceous materials via one-step hydrothermal carbonization of glucose in the presence of acrylic acid", *Chemistry Of Materials*, 21 (3): 484–490 (2009).
64. "KB1vancAYDINCAKtez", .
65. Wan, J., Cai, W., Meng, X., and Liu, E., "Monodisperse water-soluble magnetite nanoparticles prepared by polyol process for high-performance magnetic resonance imaging", *Chemical Communications*, (47): 5004–5006 (2007).
66. Falco, C., Baccile, N., and Titirici, M. M., "Morphological and structural differences between glucose, cellulose and lignocellulosic biomass derived hydrothermal carbons", *Green Chemistry*, 13 (11): 3273–3281 (2011).
67. Jia, X., Chen, D., Jiao, X., and Zhai, S., "Environmentally-friendly preparation of water-dispersible magnetite nanoparticles", *Chemical Communications*, (8): 968–970 (2009).
68. Amalina, F., Razak, A. S. A., Krishnan, S., Zularisam, A. W., and Nasrullah, M., .
69. Falco, C., Baccile, N., and Titirici, M. M., "Morphological and structural differences between glucose, cellulose and lignocellulosic biomass derived hydrothermal carbons", *Green Chemistry*, 13 (11): 3273–3281 (2011).
70. Yu, W. and Xie, H., .
71. Kingsley Ogemdi, I., "Properties and Uses of Colloids: A Review", *Colloid And Surface Science*, 4 (2): 24 (2019).



72. "Essentials Of Physical Chemistry - Arun Bahl B.s. Bahl", .
73. McClements, D. J., "Food Emulsions : Principles, Practices, and Techniques", 690 .
74. Kingsley Ogemdi, I., "Properties and Uses of Colloids: A Review", *Colloid And Surface Science*, 4 (2): 24 (2019).
75. Iwuozor, K. O., "Physico-chemical parameters of Industrial effluents from a starch-mill Industry in Anambra State, Nigeria Sugar and Allied Industries View project", .
76. "DENEY NO:4 KOLLODAL ÇÖZELTLERN KONSANTRASYONLARININ VSKOZTEYE ETKS", .
77. "(Undergraduate Chemistry Series) Paul C. Hiemenz, Raj Rajagopalan - Principles of colloid and surface chemistry-Marcel Dekker (1997)", .
78. Matusiak, J. and Grządka, E., "Stability of colloidal systems - a review of the stability measurements methods", *Annales Universitatis Mariae Curie-Skłodowska, Sectio AA – Chemia*, 72 (1): 33 (2017).
79. Imani-Mofrad, P., Zeinali Heris, S., and Shanbedi, M., "Experimental investigation of the effect of different nanofluids on the thermal performance of a wet cooling tower using a new method for equalization of ambient conditions", *Energy Conversion And Management*, 158: 23–35 (2018).
80. Matusiak, J. and Grządka, E., "Stability of colloidal systems - a review of the stability measurements methods", *Annales Universitatis Mariae Curie-Skłodowska, Sectio AA – Chemia*, 72 (1): 33 (2017).
81. Grządka, E., "Factors influencing the stability of the polysucrose/alumina system", *Colloid And Polymer Science*, 293 (10): 2845–2853 (2015).
82. Uskoković, V., "Dynamic Light Scattering Based Microelectrophoresis: Main Prospects and Limitations", *Journal Of Dispersion Science And Technology*, 33 (12): 1762–1786 (2012).
83. "Front Matter", P001–P004 (2019).
84. Butter, K., Kassapidou, K., Vroege, G. J., and Philipse, A. P., "Preparation and properties of colloidal iron dispersions", *Journal Of Colloid And Interface Science*, 287 (2): 485–495 (2005).
85. Choi, S. U. S., Eastman, J. A., and Eastman, J. A., "BTI ENHANCING THERMAL CONDUCTIVITY OF FLUIDS WITH NANOPARTICLES\* ENHANCING THERMAL CONDUCTIVITY OF FLUIDS WITH NANOPARTICLES", (1935).

86. Anl, "Potential Impacts of Nanotechnology on Energy Transmission Applications and Needs Environmental Science Division", .
87. Eastman, J. A., Choi, U. S., Li, S., Thompson, L. J., and Lee, S., "ENHANCED THERMAL CONDUCTIVITY THROUGH THE DEVELOPMENT OF NANOFLUIDS", .
88. Jiang, W., Ding, G., and Peng, H., "Measurement and model on thermal conductivities of carbon nanotube nanorefrigerants", *International Journal Of Thermal Sciences*, 48 (6): 1108–1115 (2009).
89. Ollivier, E., Bellettre, J., Tazerout, M., and Roy, G. C., "Detection of knock occurrence in a gas SI engine from a heat transfer analysis", *Energy Conversion And Management*, 47 (7–8): 879–893 (2006).
90. Chandra Mishra, P., Kumar Nayak, S., and Sayantan Mukherjee, I., "Thermal Conductivity of Nanofluids-An Extensive Literature Review", *International Journal Of Engineering Research & Technology*, (2013).
91. Sridhara, V., Gowrishankar, B. S., Snehalatha, and Satapathy, L. N., "Nanofluids—a new promising fluid for cooling", *Transactions Of The Indian Ceramic Society*, 68 (1): 1–17 (2009).
92. Terekhov, V. I., Kalinina, S. V., and Lemanov, V. V., "The mechanism of heat transfer in nanofluids: state of the art (review). Part 1. Synthesis and properties of nanofluids", (2010).
93. Banisharif, A., Aghajani, M., van Vaerenbergh, S., Estellé, P., Rashidi, A., and Van Vaerenbergh, S., "Thermophysical properties of water ethylene glycol (WEG) mixture-based Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanofluids at low concentration and temperature Thermophysical Properties of Water Ethylene Glycol (WEG) Mixture-based Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanofluids at low Concentration and Temperature", *Journal Of Molecular Liquids*, 302: 112606 (2020).
94. Zhu, H. T., Lin, Y. S., and Yin, Y. S., "A novel one-step chemical method for preparation of copper nanofluids", *Journal Of Colloid And Interface Science*, 277 (1): 100–103 (2004).
95. "459378", .
96. Murshed, S. M. S., Leong, K. C., and Yang, C., "Enhanced thermal conductivity of TiO<sub>2</sub> - Water based nanofluids", *International Journal Of Thermal Sciences*, 44 (4): 367–373 (2005).
97. Kang, H. U., Kim, S. H., and Oh, J. M., "Estimation of thermal conductivity of nanofluid using experimental effective particle volume", *Experimental Heat Transfer*, 19 (3): 181–191 (2006).
98. Yang, J., Yang, X., Wang, J., Chin, H. H., and Sundén, B., .

99. Wang, W., Ge, X., Zhao, S., Zheng, H., Xu, W., Lv, J., and Zhu, G., "A novel approach for water conservation and plume abatement in mechanical draft cooling towers", *Atmosphere*, 10 (12): (2019).
100. Afshari, F. and Dehghanpour, H., "A Review Study On Cooling Towers; Types, Performance and Application", (2019).
101. Min Shen Chou, B. and Robert Evans, A. B., "A COMPARISON OF WET TYPE AND DRY TYPE COOLING TOWERS BY ENERGY AVAILABILITY METHODS", .
102. Hensley, J. C., "Cooling Tower Fundamentals Compiled from the knowledge and experience of the entire SPX Cooling Technologies staff. Edited by", .
103. Wang, W., Zhang, H., Liu, P., Li, Z., Lv, J., and Ni, W., "The cooling performance of a natural draft dry cooling tower under crosswind and an enclosure approach to cooling efficiency enhancement", *Applied Energy*, 186: 336–346 (2017).
104. Esumi, K., Hosoya, T., Suzuki, A., and Torigoe, K., "Preparation of hydrophobically modified poly(amidoamine) dendrimer-encapsulated gold nanoparticles in organic solvents", *Journal Of Colloid And Interface Science*, 229 (1): 303–306 (2000).
105. Tatlici, Z., "PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF MAGNETITE NANOPARTICLES BY THERMAL DECOMPOSITION METHOD FOR THEIR POTENTIAL USE IN TUMOR IMAGING A THESIS SUBMITTED TO THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES OF MIDDLE EAST TECHNICAL UNIVERSITY", (2010).
106. Liu, B., Wang, D., Huang, W., Yao, A., Kamitakahara, M., and Ioku, K., "Preparation of magnetite nanoparticles coated with silica via a sol-gel approach", *Journal Of The Ceramic Society Of Japan*, 115 (1348): 877–881 (2007).
107. Xavier, C. S., Paskocimas, C. A., Da Motta, F. V., Araújo, V. D., Aragón, M. J., Tirado, J. L., Lavela, P., Longo, E., and Delmonte, M. R. B., "Microwave-assisted hydrothermal synthesis of magnetite nanoparticles with potential use as anode in lithium ion batteries", *Materials Research*, 17 (4): 1065–1070 (2014).
108. Liu, H., Ji, S., Yang, H., Zhang, H., and Tang, M., "Ultrasonic-assisted ultra-rapid synthesis of monodisperse meso-SiO<sub>2</sub>@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> microspheres with enhanced mesoporous structure", *Ultrasonics Sonochemistry*, 21 (2): 505–512 (2014).
109. Ali, A., Zafar, H., Zia, M., ul Haq, I., Phull, A. R., Ali, J. S., and Hussain, A., .

110. Sun, X., Sun, K., and Liang, Y., "Hydrothermal synthesis of magnetite: Investigation of influence of aging time and mechanism", *Micro And Nano Letters*, 10 (2): 99–104 (2015).
111. Amini, M., Zareh, M., and Maleki, S., "Thermal performance analysis of mechanical draft cooling tower filled with rotational splash type packing by using nanofluids", *Applied Thermal Engineering*, 175: (2020).
112. Gao, M., Sun, F. zhong, Wang, K., Shi, Y. tao, and Zhao, Y. bin, "Experimental research of heat transfer performance on natural draft counter flow wet cooling tower under cross-wind conditions", *International Journal Of Thermal Sciences*, 47 (7): 935–941 (2008).
113. Rahmati, M., "Effects of ZnO/water nanofluid on the thermal performance of wet cooling towers", *International Journal Of Refrigeration*, 131: 526–534 (2021).
114. Li, H. W., Duan, W. B., Wang, S. Bin, Zhang, X. L., Sun, B., and Hong, W. P., "Numerical simulation study on different spray rates of three-area water distribution in wet cooling tower of fossil-fuel power station", *Applied Thermal Engineering*, 130: 1558–1567 (2018).
115. Askari, S., Lotfi, R., Seifkordi, A., Rashidi, A. M., and Koolivand, H., "A novel approach for energy and water conservation in wet cooling towers by using MWNTs and nanoporous graphene nanofluids", *Energy Conversion And Management*, 109: 10–18 (2016).
116. Imani-Mofrad, P., Saeed, Z. H., and Shanbedi, M., "Experimental investigation of filled bed effect on the thermal performance of a wet cooling tower by using ZnO/water nanofluid", *Energy Conversion And Management*, 127: 199–207 (2016).
117. Shen, L. H., Bao, J. F., Wang, D., Wang, Y. X., Chen, Z. W., Ren, L., Zhou, X., Ke, X. Bin, Chen, M., and Yang, A. Q., "One-step synthesis of monodisperse, water-soluble ultra-small Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles for potential bio-application", *Nanoscale*, 5 (5): 2133–2141 (2013).
118. Shalbahfan, M., Esmailzadeh, F., and Vakili-Nezhaad, G. R., "Enhanced oil recovery by wettability alteration using iron oxide nanoparticles covered with PVP or SDS", *Colloids And Surfaces A: Physicochemical And Engineering Aspects*, 607: (2020).
119. Rao, R. V. and Patel, V. K., "Optimization of mechanical draft counter flow wet-cooling tower using artificial beecolony algorithm", *Energy Conversion And Management*, 52 (7): 2611–2622 (2011).
120. Lucas, M., Martínez, P. J., and Viedma, A., "Experimental study on the thermal performance of a mechanical cooling tower with different drift eliminators", *Energy Conversion And Management*, 50 (3): 490–497 (2009).

121. Horia, F., Easawi, K., Khalil, R., Abdallah, S., El-Mansy, M., and Negm, S., "Optical and Thermophysical Characterization of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>nanoparticle", (2020).
122. Chu, P. K., "INEC 2010 : 2010 3rd International Nanoelectronics Conference Proceedings, Jan. 3-8, 2010, Hongkong, China", *IEEE*, (2010).
123. Imani-Mofrad, P., Zeinali Heris, S., and Shanbedi, M., "Experimental investigation of the effect of different nanofluids on the thermal performance of a wet cooling tower using a new method for equalization of ambient conditions", *Energy Conversion And Management*, 158: 23–35 (2018).

## **ÖZGEÇMİŞ**

Abdulgani EL MAKSUR; SHAM Üniversitesi kimya mühendisliği bölümünde eğitimine başlamış ve 2020 yılında mezun olmuştur. 2021 yılında Karabük Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde yüksek lisans öğrencisi olarak eğitimine başlamıştır.