

EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
(YÜKSEK LİSANS TEZİ)

**^{99m}Tc İLE RADYOİŞARETLİ CdS-Fe
NANOPARTİKÜLLERİN TAHRİBATSIZ
MUAYENE YÖNTEMİ OLARAK
KULLANILMASI**

Hakan GÜRBÜZ

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Serap Teksöz

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Sunuş Tarihi : 23.07.2015

**Bornova-İZMİR
2015**

Sayın **Hakan GÜRBÜZ** tarafından **YÜKSEK LİSANS** tezi olarak sunulan ^{99m}**Tc İle Radyoişaretli CdS-Fe Nanopartiküllerin Tahribatsız Muayene Yöntemi Olarak Kullanılması**” başlıklı bu çalışma E.Ü. Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği ile E.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Eğitim ve Öğretim Yönergesi’nin ilgili hükümleri uyarınca tarafımızdan değerlendirilerek savunmaya değer bulunmuş ve 23.07.2015 tarihinde yapılan tez savunma sınavında aday oybirliği/oyçokluğu ile başarılı bulunmuştur.

Jüri Üyeleri:

İmza

Jüri Başkanı : Doç. Dr. Serap TEKSÖZ

Raportör Üye : Yrd. Doç. Dr. Aylin ŞENDEMİR ÜRKMEZ

Üye : Yrd. Doç. Dr. Mustafa EROL

EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

E.Ü. Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin ilgili hükümleri uyarınca Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum **^{99m}Tc İle Radyoişaretli CdS-Fe Nanopartiküllerin Tahribatsız Muayene Yöntemi Olarak Kullanılması** başlıklı bu tezin kendi çalışmam olduğunu, sunduğum tüm sonuç, doküman, bilgi ve belgeleri bizzat ve bu tez çalışması kapsamında elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara atıf yaptığımı ve bunları kaynaklar listesinde usulüne uygun olarak verdiğimi, tez çalışması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını, bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya diğer bir üniversitede başka bir tez çalışması içinde sunmadığımı, bu tezin planlanmasından yazımına kadar bütün safhalarda bilimsel etik kurallarına uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul edeceğimi beyan ederim.

.... / / 2015

İmzası

Adı-Soyadı

ÖZET**^{99m}Tc İLE RADYOİŞARETLİ CdS-Fe NANOPARTİKÜLLERİN
TAHRİBATSIZ MUAYENE YÖNTEMİ
OLARAK KULLANILMASI**

GÜRBÜZ, Hakan

Yüksek Lisans Tezi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Serap TEKSÖZ

Haziran 2015, 38 sayfa

Çalışmamızda endüstride malzemelerin tahribatsız muayenesinde kullanılabilecek radyoışaretlı CdS-Fe nanopartiküllerin önceden test edilmiş hasarlı malzeme üzerindeki davranışlarının incelenmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla ayrı ayrı sentezlenen demiroksit manyetik nanopartiküller ile CdS kuantum dot' lar merkaptı propil trimetoksisilan (MPS) ile bağlanarak CdS-Fe kompozit nanopartiküller elde edilmiştir. Elde edilen nanopartiküllerin SEM ve floresan mikroskopu ile karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen karakterizasyon sonuçlarına göre düşük boyutta ve 460 nm emisyonu (mavi renk) sahip CdS-Fe nanopartiküller elde edilmiştir. ^{99m}Tc radyonüklidi ile kalay klorür indirgeme yöntemi kullanılarak işaretlenen nanopartiküllerin kalite kontrolleri İnce Tabaka Radyokromatografisi (TLRC) ile yapılmıştır. Kalite kontrol sonuçlarında nanopartiküllerin yüksek verim ile işaretlendiği görülmüştür. Yüzey süreksizlikleri önceden raporlanan malzemeler üzerine radyoışaretlı nanopartiküllerin uygulanması sonrasında gama dedektörü ile süreksizliklerin bulunduğu bölgede yüksek aktiviteler ölçülmüştür. Alınan bu veriler malzemelerin tahribatsız muayene raporları ile benzerlik göstermiştir.

Bu çalışmada elde edilen sonuçlardan kolayca hazırlanabilen, yüksek kararlılıkta olan ^{99m}Tc işaretli CdS-Fe nanopartiküllerin tahribatsız muayene yöntemi olarak malzeme hasarlarının tespitinde yeni uygulama alanlarına katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

Anahtar sözcükler: Tahribatsız Muayene, Sıvı Penetrant, Kuantum Dot(QD), CdS, Demir Oksit Nanopartikül, CdS-Fe.

ABSTRACT**^{99m}Tc RADIOLABELED CdS-Fe NANOPARTICLES'
USING AS NON-DESTRUCTIVE
TESTING METHODS**

GÜRBÜZ, Hakan

MSc in Material Sci. and Eng.

Supervisor: Asst. Prof. Serap TEKSÖZ

June 2015, 38 pages

In this study, the behavior of radiolabeled CdS-Fe nanoparticles, which can be used as non-destructive testing in industry, on already tested damaged materials have been examined. For this purpose, separately synthesized iron oxide magnetic nanoparticles and CdS quantum dot were bounded using 3-mercaptopropyl trimethoxysilane (MPS) to obtain CdS-Fe composite nanoparticles. These nanoparticles characterization was performed by SEM and fluorescence microscopy. According to results of the characterization, CdS-Fe nanoparticles have been low size and 460 nm emission band (blue color). Nanoparticles which were labeled with ^{99m}Tc radionuclide using thin chloride as reducing agent, quality controls are made by Thin Layer Radiochromatography (TLRC). Quality control results showed that the nanoparticles radiolabeled with high efficiency. Radiolabeled nanoparticles applied on materials which surface discontinuities previously reported. Activity of particles was observed very high in area of discontinuities by count from gamma detector.

As a results of tests carried out, ^{99m}Tc labeled CdS-Fe nanoparticles which can be prepared easily and have high stability, for non-destructive testing are expected to create new applications field in detection of material damages and defects.

Keywords: Non-Destructive Testing, liquid penetrant, Quantum Dot(QDot), Iron oxide nanoparticle, CdS-Fe.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın tüm aşamalarında ve tezimin hazırlanmasında desteğini, bilgi birikimini, önerilerini ve sabrını benden esirgemeyen Tez Danışmanım Sayın Doç. Dr. Serap TEKSÖZ'e, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı Başkanı Sayın Prof. Dr. Rasim İPEK'e, tezimin büyük kısmında laboratuvar olanaklarından yararlandığım Nükleer Bilimler Enstitüsü Müdürü Sayın Prof. Dr. Turgay KARALI ile Nükleer Bilimler Enstitüsü Nükleer Uygulamalar Anabilim Dalı Başkanı Sayın Prof. Dr. Perihan ÜNAK' a teşekkür ederim. Ayrıca her konuda yardımcı olan ve sorularıma hiç bıkmadan cevap veren önerileriyle araştırmamı kolaylaştıran Doç. Dr. Çiğdem İÇHEDEF' e, çalışmam sırasında desteğiyle her zaman yanımda olan dostum Araş. Gör. Dr. Resul SEVİNÇEK' e ve beni bu noktaya kadar yetiştirip getiren, çalışmamı tamamlamamı sağlayan sevgili aileme en derin teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	vii
ABSTRACT	ix
TEŞEKKÜR	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xv
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xvi
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xvii
1.GİRİŞ.....	1
2.GENEL BİLGİLER.....	4
2.1 Tahribatsız Muayene	4
2.1.1 Sıvı penetrant muayene.....	5
2.1.2 Manyetik parçacık ile muayene	6
2.1.3 Radyografik muayene	7
2.2 Kuantum Dot (QD) Nanopartiküller.....	9
2.3 Süper Paramanyetik Demir Oksit Nanopartiküller (SPIO)	11
2.4 Kuantum Dot -Süper Paramanyetik Demir Oksit Hibrit Nanopartiküller	12
2.5 Teknesyum-99m	14

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
2.6 İnaktif ve Radyoaktif Nanopartiküllerin Kalite Kontrolünde Kullanılan	
Yöntemler.....	14
2.6.1 İnce tabaka radyo kromatografisi (TLRC).....	14
2.7 Nanopartiküllerin Karakterizasyonunda Kullanılan Yöntemler	16
2.7.1 Floresan mikroskobu.....	16
2.7.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	16
3. MATERYAL METOD	18
3.1 Kullanılan Kimyasallar ve Cihazlar	18
3.1.1 Kullanılan kimyasallar	18
3.1.2 Kullanılan cihazlar	18
3.2 Kimyasal Sentez Basamakları.....	18
3.2.1 Demir oksit nanopartiküllerin sentezi	18
3.2.2 CdS kuantum dot sentezi.....	19
3.2.3 CdS - Demir oksit nanopartiküllerin sentezi.....	19
3.3 İnaktif ve Radyoaktif Nanopartiküllerin Kalite Kontrolü.....	19
3.3.1 CdS - Demir oksit nanopartiküllerin ^{99m} Tc ile işaretlenmesi.....	19
3.4 İnaktif Nanopartiküllerin Karakterizasyonu	20

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

3.4.1 Floresan spektroskopi	20
3.4.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	20
3.5 Yüzey Hasarlı Malzeme Temini ve Nanopartiküllerin Uygulanması	20
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	21
4.1 İnaktif ve Radyoaktif Bileşenlerin Kalite Kontrol Sonuçları	21
4.1.1 İnce tabaka radyo kromatografisi (TLRC) sonuçları.....	21
4.2 İnaktif Nanopartiküllerin Karakterizasyon Sonuçları.....	23
4.2.1 Floresan spektroskopi sonuçları	23
4.2.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) sonuçları	24
4.3 CdS-Fe Nanopartiküllerin Hasarlı Malzemeler Üzerindeki Davranışı.....	26
4.3.1 CdS-Fe Nanopartiküllerin hasarlı malzemeler üzerindeki davranışının incelenmesi	28
4.3.2 ^{99m} Tc-CdS-Fe Nanopartiküllerin hasarlı malzemeler üzerindeki davranışının incelenmesi	29
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	31
KAYNAKLAR DİZİNİ.....	32
ÖZGEÇMİŞ	38

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.1 $^{99m}\text{Tc-Fe}$ 'e ait TLRC kromatogramı	22
4.2 $^{99m}\text{Tc-CdS-Fe}$ 'e ait TLRC kromatogramı	22
4.3 CdS-Fe Nanopartiküllerine ait floresan spektroskopisi sonuçları	23
4.4 CdS QDotlarına ait taramalı elektron mikroskop görüntüsü	24
4.5 CdS QD'lara ait EDX analizi.....	24
4.6 Fe Nanopartiküllere ait taramalı elektron mikroskop görüntüsü.	25
4.7 Fe Nanopartiküllere ait EDX analizi.	25
4.8 CdS-Fe Nanopartiküllerine ait taramalı elektron mikroskop görüntüsü.26	
4.9 Çalışılan malzemelerin uygulama öncesi temizliği ve hasara göre bölümlendirilmesi.....	27
4.10 Çalışılan hasarlı malzemelere uygulama sonrası bakış.....	27
4.11 CdS-Fe Nanopartiküllerin malzemeler üzerindeki dağılım.	28
4.12 $^{99m}\text{Tc-CdS-Fe}$ nanopartiküllerin malzemeler üzerindeki dağılım.	29

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
4.1 TLRC sonucu elde edilen R_f değerleri.....	21
4.2 Nanopartiküllerin bağlanma verimleri.....	23
4.3 CdS-Fe nanopartiküllerine ait sayım değerleri	28
4.4 ^{99m}Tc -CdS-Fe nanopartiküllerine ait sayım değerleri	30

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler</u>	<u>Açıklama</u>
QD	Kuantum Dot
SPIO	Super Paramagnetic Iron Oxide
MNP	Manyetik Nanopartikül
MPA	Merkaptopropiyonik Asit
MPS	3-Mercaptopropyl Trimethoxysilane
nm	Nanometre
UV Lamba	Ultraviyole Lamba
TOPO	Tri-n-octylphosphine
TLRC	İnce Tabaka Kromatografisi
SF	Serum Fizyolojik
SEM	Scanning Electron Microscope
keV	Kilo Elektron Volt
mg	Miligram
mL	Mililitre
μ L	Mikrolitre
R_t	Alıkonma zamanı
R_f	İlerleme mesafesi

1. GİRİŞ

Nanometre boyutunda kristal tasarımı ve kompozitlerinin üretimi birçok görüntüleme tekniklerinde yeni alanların açılmasına öncülük etmiştir. Şuanki görüntüleme tekniklerinin ve prosedürlerinin ulaşamadığı durumlar bu kristaller sayesinde ulaşılabilir hale gelmektedir. Bu kristaller örneğin manyetik rezonans görüntüleme, pozitron emisyon tomografi ve bilgisayarlı tomografi gibi medikal görüntüleme tekniklerinin yanında LED-TV’lerde, lazer teknolojisinde, güneş pillerinde, korozyon tespitinde ve daha birçok alanda kullanılmaktadır. Bu tip görüntüleme tekniklerinin geliştirilmesinin, büyük hasarlara yol açabilecek bir korozyonun tespiti gibi kritik durumlar belirlenmesi için önemi büyüktür. Bu gibi durumlarda hassasiyeti yüksek, dengeli ve amaca uygun olarak hedeflenebilir nanopartikülleri kullanmak daha iyi bir çözümdür (Alivisatos, A.P., 1996; Xing and Rao, 2008; Robel et al., 2006; White and Cataluna, 2015).

Yarıiletken nanopartiküller, kuantum dot (QD) olarakta adlandırılmaktadır. Özellikle tip II–VI (CdS, CdSe, ZnO, ZnSe), tip III–V (InGaAs/GaAs), ve tip IV–VI (PbSe, PbS) türlerinden üretilen yarıiletken floresan nanopartiküller eşsiz optik özelliklerinden dolayı popülerlerdir. Yüksek fotostabilite, dar emisyon bant genişliği ve geniş eksitasyon spektrumları bu yarıiletken kuantum dotları (QD) geleneksel organik floresans boyaların yerine kullanımında ilgi çekici hale getirmektedir (Gao et al., 2002; Chan et al., 2002).

Kuantum dotlar in vivo görüntülemede, yüksek tarama çıktılarında, floresans hücre ayırımında ve molekül izlemede kullanılmaktadır (Chan et al., 2002; Biju et al., 2008). Benzer olarak, süper paramanyetik demir oksit nanopartiküllerin (Fe_3O_4 , Fe_2O_3 , FePt) manyetik rezonans görüntülemede kontrast ajanı olarak kullanımları 1980’lerden beri incelenmektedir. Demir oksit partiküller ve demir kompozitleri dokulardaki T2 rahatlama zamanını azaltarak pozitif kontrast ajanı olarak işlevsellik kazanmaktadır (McCarthy and Weissleder, 2008).

Son zamanlarda, çok fonksiyonlu kompozitler elde etmek için nanopartiküllerin işlevlerini bir araya getirmek büyük ilgi alanlarından birisi olmuştur (Laurent et al., 2008; Pankhurst et al., 2003). Örneğin, demir oksit-kuantum dot kompozitleri invaziv olmayan MR görüntülerin elde edilmesinin yanı sıra floresan özelliği ile beraber cerrahi müdahale öncesi patolojik çalışmalara olanak tanımaktadır (Hughes et al., 2008). Bu iki özelliği bir araya getirmek için bir çok kompozit üretim yöntemi geliştirilmiştir. Bu yöntemlerin ilk örneklerinden birisi misel kapsülleme ve silis küreler ile kapsüllemedir (Park et al., 2008; Salgueirino-Maceira et al., 2006; Yi et al., 2005).

Misel kapsülleme yöntemi mikroemülsiyon işleminin parçacık etrafında koruyucu bir kabuk oluşturmalarının yanı sıra nano kompozite hidrofilik özellik sağlamasıdır. Bu yöntem kovalent olarak bağlanmış parçacıklar, çekirdek kabuk yapıları (kuantum dot çekirdek yapısı üzerine manyetik materyal kaplanmış veya tam tersi) ve ayrı ayrı olarak sentezlenmiş kuantum dot ve demir oksit nanopartikül gibi çeşitli yapıları kapsüllemek için kullanılabilir (Wang et al., 2007; Gao et al., 2007).

QD'lar başlangıçta optoelektronik alanında kullanım için üretilmiş olsalarda endüstriyel kalite kontrol gibi diğer alanlarda da kullanılabilecekleri çabucak fark edilmiştir (Alivisatos, A.P., 1996). Tahribatsız malzeme muayenesi, kalite kontrolün en önemli bölümü olup, üretimin tamamlayıcı olan son kısmıdır. Tahribatsız muayene, incelenen malzemelere herhangi bir zarar vermeden muayene edilerek, dinamik ve statik yapıları hakkında bilgi edinilen muayene yöntemlerinin tümüne verilen addır. Tahribatsız muayene yöntemi ile malzemelerin imalat esnasında veya belli bir süre kullandıktan sonra örneğin, korozyon veya aşınma gibi nedenlerden dolayı oluşan çatlak, iç yapıda meydana gelen boşluk, kesit azalması vb. hataların tespiti gerçekleştirilir. Bu işlemlerde, malzemelerden herhangi bir numune alma ihtiyacı yoktur. Testler doğrudan iş parçası üzerinde yapılır ve böylece parçaların % 100 muayenesi gerçekleştirilebilir. Kullanıma uygun olmayan veya kullanıma uygunluğunu yitirmiş olan parçalar çoğunlukla kullanımdan kaldırılır (Yaylalı vd., 2004).

Ege Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsünde yapılan bir çalışmada endüstride tahribatsız muayene yöntemi olarak malzeme yüzey hasar tespitinde kullanılabilecek floresans özelliği yüksek ZnS kaplı CdSe QD'ların sentezi ve radyoişaretlenmesi yapılmıştır. Yapılan deneysel çalışmaların sonuçlarına göre hasarlı malzemenin yüzeyindeki farklılıklardan dolayı QD'ların davranışının farklı olduğu görülmüştür. QD'ların yüzey tutulumlarının parça üzerinde daha önceden yapılmış muayene sonuçları ile benzerlik gösterdiği görülmüştür (Sezgin, 2012).

Ege Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsünde bu amaç ile yapılan bir diğer çalışmada ise floresan özelliği yüksek olan CdSe kaplı CdTe kuantum dotlar sentezlenmiş ve yüksek verimle radyoişaretlenmesi sağlanarak endüstride tahribatsız muayene yöntemi olarak kullanılabilirliği incelenmiştir. Yüksek sayım alabilme kapasitesinden dolayı yüzey süreksizliklerinin en küçük ayrıntıya kadar tespit edilebileceği sonucuna ulaşılmıştır (Yılmaz, 2014).

Tahribatsız muayene yöntemleri arasında radyoaktif izotopların kullanıldığı radyoizleyici yöntemleri günümüzde endüstride kullanılmaktadır. Bu tez çalışmasında, hazırlanan ^{99m}Tc ile radyoişaretli floresan ve manyetik özellikleri olan CdS-Fe nanopartiküllerinin endüstride tahribatsız muayene yöntemi olarak malzeme yüzey hasar tespiti yöntemi olarak kullanılabilirliğinin incelenmesi amaçlanmıştır.

2. GENEL BİLGİLER

2.1 Tahribatsız Muayene

Tahribatsız muayene, bir malzeme ya da sistemin bütünlüğüne zarar vermeden malzemenin kullanılabilirliğini etkileyen herhangi bir süreksizliğin olup olmadığını tespit etmek ya da diğer malzeme özelliklerini değerlendirmek için inceleme yapan tüm test yöntemlerini kapsamaktadır. Tahribatsız yöntemler malzemelerin boyut, görünüş veya alaşım içeriği, sertlik, tane boyutu gibi diğer karakteristik özelliklerini tayin etmede de kullanılır. Tahribatsız muayene teknolojisi yıllardan beri var olmasına rağmen bu teknolojinin hafife alınmış olması yılladır süregelen uçak kazaları, inşaat yıkıntıları ve malzemelerin servis sürelerini erken doldurmalarına sebep olmuştur. Tahribatsız muayene teknolojisi hata oluşmamasına garanti veremese de bir hata oluşma olasılığını en aza indirmede önemli rol oynamaktadır. Yanlış tasarım ve malzemenin hatalı kullanımı gibi etkiler tahribatsız muayene yöntemleri uygun kullanılsa dahi hata oluşumuna sebep olmaktadır (Hellier, 2003).

Endüstride tahribatsız muayene daha geniş amaçlarla kullanılmaktadır. Bu yöntemle etkin olarak yapılan incelemeler aşağıdaki gibidir;

1. İşleme öncesi hammaddelerin incelenmesi
2. İşleme sırasında işlemin kontrolü amacıyla yapılan inceleme
3. Bitmiş ürünlerin incelenmesi
4. Ürün ve yapıların servisteyken incelenmesidir (Hellier, 2003).

Tahribatsız muayene esas olarak gelişmiş elektronik cihazlarla ve diğer özel ekipmanların kullanımıyla insan duyularının geliştirilmiş hali olarak düşünülebilmektedir. Bu gelişmiş cihaz ve ekipmanların kullanımı insan duyularının hassaslığını arttırmaktadır. Ancak diğer bir yandan tahribatsız bir muayenenin yanlış uygulanması veya suistimal edilmesi kötü sonuçlar doğurabilmektedir. Testin doğru uygulanmaması veya test sonuçlarının yanlış yorumlanması kötü sonuçlara neden olabilmektedir (Hellier, 2003).

Tahribatsız muayene olarak en çok kullanılan yöntemler;

1. Sıvı Penetrant ile Muayene
2. Manyetik Parçacık ile Muayene
3. Girdap akımları (Eddy current) ile Muayene
4. Ultrasonik Muayene
5. Radyografik Muayene olarak bilinmektedir (Hellier, 2003).

2.1.1 Sıvı penetrant muayenesi

Penetrant (sıvı girinim) kontrolü, özel sıvılar yardımıyla gözeneksiz malzemelerin yüzeylerindeki çok küçük kılcal çatlakları, oyukları açığa çıkarmak için kullanılan tahribatsız test yöntemlerinden biridir. Bu kontrol tatbik edilen sıvının yüzey süreksizliğine kapiler hareketle girmesi ve süreksizliğe giren penetrantın süreksizlik ve parça yüzeyi arasında kontrast oluşturarak süreksizliği görülebilir hale getirmesine dayanmaktadır. Bu muayene genellikle bitmiş veya kontrol edilecek sökülmiş parçaların kontrolünde kullanılmaktadır. Sıvı penetrant uygulamasının gerçekleştirilebilmesi için;

1. Yüzeye açık süreksizliklerin olması
2. Parçanın iyice temizlenmesi
3. İyi bir göz kontrolü gerekmektedir (Shull, 2001).

Sıvı penetrant kontrolünde kullanılan penetrantlar, içerdikleri boya çeşidine ve onu test parçasından gidermek için gerektirdikleri işleme göre sınıflandırılırlar. Boya çeşitleri; gözle görülür renkte boya içeren penetrantlara görülebilir penetrant ya da boya penetrantlar denir. Genellikle renkleri parlak kırmızıdır. Flüoresan boya içeren penetrantlara da flüoresan penetrant denir. Gözle görülür ve flüoresan boyaların birleşimini içeren penetrantlara çift hassasiyetli penetrantlar denir. Seyrelticiyi kendi içinde olan ve normal su ile temasa geçtiğinde kendiliğinden seyrelen penetrantlara suyla yıkanabilen penetrantlar denir. Penetrantın suyla yıkanabilir olabilmesi için ayrı bir seyreltici maddesinin kullanıldığı işlemlere de sonradan seyreltilen penetrantlar denir. Penetrantın solventle giderildiği işlemler ise solventle giderilen penetrantlar olarak adlandırılır.

Sıvı penetrant muayenesinde süreksizlik belirtilerini tespit etmek için uygulanan işlemler sırasıyla aşağıda açıklanmıştır.

Yüzeyin hazırlanmasında penetrant ile muayene işleminde malzeme yüzeyinin temizliği çok önemlidir. Kontrol edilecek parçanın bütün yüzeyleri kir, yağ, gres, boya, kaplama malzemeleri, kaynak artıkları gibi penetrant sıvısının girişini engelleyecek bütün artıklar temizlenmelidir. Yapılan temizlik işlemi kontrol edilecek malzemeye zarar vermeden yapılmalıdır. Temizleme işlemi; çözücü ile temizleme, kimyasal temizleme, mekanik temizleme ve kimyasal dağlama metodu ile temizleme olmak üzere dört grupta toplanır.

Penetrantın uygulanması aşamasında sıvı penetrant test parçasının yüzeyine uygulanır ve yüzeye açık olan süreksizliklere nüfuz etmesi için yeterli bir süre beklenir. Penetrant ve çevre ısısı 5°C ile 50°C arasında olmalıdır. Test parçasının üzerine penetrant fırça veya sprey ile uygulanabileceği gibi, test parçası penetrant banyosuna da daldırılabilir (Onursal, 2007).

2.1.2 Manyetik parçacık ile muayene

Hacimsel yöntemlerden olan radyografik kontrolün prensibi iki esas fonksiyonla tanımlanır. Bunlar nüfuz edici ve algılayıcıdır. Burada nüfuz edici eleman x ve gama ışınları, algılayıcı eleman da filmlerdir. Radyografik kontrol endüstriyel alanda oldukça yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Örneğin, x ve gama ışınlarından yararlanılarak röntgen filmleri çekilen endüstriyel ürünlerin (borular, buhar kazanları, uçak parçaları, vs.) herhangi bir hata içerip içermediği tespit edilebilmektedir. Bu işlemler özel olarak imal edilmiş x ışını üreten veya gama ışını yayan radyoizotop içeren cihazlarla yapılmaktadır. X ışını ile yapılan çalışmalar x ışını grafi, gama ışınları ile yapılan çalışmalar ise gamagrafi olarak, her ikisi birden radyografi olarak adlandırılır (Onursal, 2007).

Bu yöntem ferromanyetik ve ferromanyetik olmayan metaller ve diğer malzemelerde uygulanır. X ışınları malzemelere zarar vermeden iç yapılarını inceleme olanağı sağladığından, tahribatsız muayenede yaygın olarak kullanılmaktadırlar. X ışını ya da gama ışınlarıyla malzemelerdeki kalınlık değişimleri, yapısal değişiklikler, hatalar, montaj detayları tespit edilebilmektedir. Elektriksel olarak üretilen x ışınları ve radyoaktif izotoplardan yayılan gama ışınları içerisinden geçtikleri malzeme tarafından absorbe edilirler. Kalınlığın artmasıyla beraber absorbe edilen miktar da artar. Dolayısıyla daha yoğun malzemede daha fazla radyasyon absorbe edilir. Işık gibi x ve gama ışınları da elektromanyetik dalga grubuna aittirler. Aralarındaki tek fark dalga boylarının farklı olmasıdır. X ve gama ışınlarının dalga boyları çok küçük olduğundan gözle görülmezler ve malzemelere nüfuz etme yetenekleri vardır. X ve gama ışınları ışık ile aynı özelliklere sahip olup, filme etkirler ve filme ulaşan radyasyon yoğunluğu oranına göre bir resim oluştururlar (Onursal, 2007).

Endüstriyel radyografide en temel kural, malzemenin bir tarafında ışın kaynağının, diğer tarafında ise bir algılayıcının (detektör) bulunmasıdır. Radyasyon kaynağı olarak x ya da gama ışın kaynağı, detektör olarak da film kullanılmaktadır. Radyasyon kaynağının enerjisi malzemeyi geçebilecek güçte seçilmelidir. Enerjinin nüfuz gücünü belirleyen dalga boyudur. Dalga boyu küçüldükçe nüfuz gücü artar. X ışını radyografisinde x ışınlarının penetrasyon gücü, x ışın tüpüne uygulanan voltaj ile ayarlanır. Malzemeyi geçerek karşı tarafa geçen ışınları algılayan film, genellikle ışık geçirmez bir zarf içerisine konularak test edilen malzemenin arka tarafına yerleştirilmektedir. X ışınlarının film üzerinde oluşturduğu görüntü, normal bir ışık kaynağının oluşturduğu gölgeye benzemektedir. Gölgeden farklı olarak malzemenin kalınlığına ve yoğunluğuna bağlı olarak film üzerinde oluşan görüntünün yoğunluğu da değişmektedir. Görüntünün netliği ve büyüklüğü, radyasyon kaynağının odak büyüklüğüne, radyasyon kaynağının filme olan uzaklığına, malzemenin filme olan mesafesine bağlıdır. Kaset içerisindeki film, test parçasının arkasına yerleştirildikten sonra belli bir süre x ışınları ile pozlanır. Pozlanmış film, banyo edildikten sonra kararma miktarına bakılır. Filmin kararması kısaca yoğunluk olarak adlandırılmaktadır. Filmde farklı yoğunlukların olması, test edilen parçada farklı yapıların olduğunu göstermektedir. Filmin fazla radyasyon alan kısımları daha fazla kararır. Bunun anlamı, bu bölgede film yoğunluğu yüksektir. Örneğin, malzemedeki bir boşluk film üzerinde daha siyah olarak görülür. Filmin sağlıklı okunup değerlendirilebilmesi için ışıklı film okuma cihazları kullanılmaktadır (Onursal, 2007).

2.1.3 Radyografik muayene

Maddelerin atomlarının dış yörüngelerinde bulunan serbest valans elektronlar kütle içinde birbirleri ile rastgele etkileşim halinde olduklarından kutup çiftleri rastgele yönlenmiş durumdadır, dolayısıyla kütlenin manyetikliğini etkilemezler. Diğer taraftan valans altı enerji düzeyleri tam dolu olan atom bir kutup çiftine sahip olamaz. Eğer bir atomun valans altı yapısında doymamış bir enerji düzeyi varsa, diğer bir deyimle tek elektron içeriyorsa atomda manyetik kutup çifti oluşur. Fe, Ni gibi malzemelerde çok sayıda dolmamış enerji düzeyi bulunduğu için atom bireyleri kutup çiftlerine sahiptir. Manyetik kutup çiftine sahip atom bireylerinin manyetik alan etkisinde davranışı değişik türde olur ve bu davranış malzemelerin manyetiklik türünü belirler (Onaran, 2000).

Demir, nikel, kobalt içeren malzemeler manyetize edildiklerinde birbirlerini kuvvetli bir biçimde çekerler; bu malzemelere ferromanyetik malzemeler denilir. Bazı malzemeler ise manyetik alan tarafından çok zayıf bir biçimde çekilirler ve bu tip malzemelere paramanyetik malzemeler denilmektedir. Diamanyetik malzemeler ise manyetik alan tarafından hafifçe itilen malzemelerdir (Mix, 2005).

Ferromanyetik malzemelerin manyetik geçirgenlikleri çok büyüktür. Bu özelliğe sahip malzemelerde, paramanyetiklerde olduğu gibi dolmamış enerji düzeyleri nedeni ile atom bireyleri kutup çiftine sahip olmakla beraber, kutup çiftleri ayrıca gruplar halinde yönelenerek mikro düzeyde ortak yerel manyetik bölgeler oluştururlar. Genelde bu yerel manyetik bölgelerin yönleri rastgeledir, dolayısıyla net manyetiklik yoktur. Manyetik alan etkisinde yerel kutuplar dönerek paralel hale gelirler, bu durumda net manyetiklik oluşur ve manyetik akı çok yükselir. Manyetik malzemeler genellikle sert ve yumuşak manyetik malzemeler olmak üzere ikiye ayrılırlar. Yumuşak manyetik malzemeler kolay manyetikleşir ve aynı şekilde kolaylıkla bu özelliklerini kaybederler. Sert manyetik malzemeler ise yumuşak manyetik malzemelerin aksine zor manyetikleşip, manyetiklik özelliklerini kolay kaybetmezler. Paramanyetik malzemelerde de dolmamış valans altı enerji düzeyleri vardır ancak bunların manyetik geçirgenlikleri çok küçüktür. Al, Pt, Ti, Cr ve O birer paramanyetik malzeme sayılabilirler. Diamanyetik malzemelerin valans altı enerji düzeyleri tam doludur dolayısıyla net manyetikliğe sahip değildirler. Cu, Ag, Sn ve Zn diamanyetik malzemelerdir. (Onaran, 2000)

Manyetik parçacık kontrolünde ferromanyetik malzemeler kontrol edilebildiğinden konunun ileriki kısımlarında ferromanyetiklik üzerinde daha fazla durulacaktır. Özellikle çelik parçaların yüzey kontrollerinde manyetik parçacık kontrolü hem çok hızlı hem de çok güvenilir bir metottur. Manyetik parçacık kontrolünde genel olarak ferromanyetik parça mıknatıslanır ve yine ferromanyetik olan parçalar kontrol edilecek yüzeye homojen olarak yayılır. Yüzeyde bulunan manyetik parçacıklar mıknatıslanmanın etkisiyle süreksizliğe doğru yönelir ve süreksizliği tespit edebilir hale getirirler (Shull, 2001).

Manyetik parçacık çatlak kontrol yöntemi bütün çelik ve alaşımları ile dökme demirler muayene edilebilir. Genellikle yüzey ve yüzeye yakın bölgedeki çatlaklar tespit edilebilir. Parçaların kontrolünde çatlak olan bölgelerde akı kaçağı oluşur. Manyetik alandaki bu değişim, manyetik parçacık muayenesinin temelini oluşturur. Bir çatlak veya herhangi bir süreksizliğin oluşturduğu bu saçılan alan mıknatıslama sırasında yüzeye kuru veya süspansiyon içerisinde uygulanan ve serbest olan demir ve demir oksit tozlarını çekmeye ve hatalı bölge üzerinde bir köprü oluşturmaya bağılar. Bu şekilde çatlak üzerinde oluşan toz yığını gözle görülerek hatalı bölge olarak tanımlanabilir. Bir çatlak görüntüsü için en önemli şart, manyetik alan çizgileriyle çatlak arasındaki açının 45° ’den az olmamasıdır (Onursal, 2007).

2.2 Kuantum Dot (QD) Nanopartiküller

QD’lar genellikle 1 ile 10 nm arasında kristal boyutlarına sahip eşsiz minik yarı iletkenlerdir. Bir kuantum dot’ ın ortalama büyüklüğü yaklaşık olarak insan saçının tek bir telinden 25000 kat daha küçüktür. Yarı iletken kuantum dot’lar periyodik tablonun, II-VI (örneğin CdS, CdTe ve ZnSe), III-V (örneğin GaAs, InP) veya IV-VI (örneğin, PbS, SnTe) gruplarından oluşur. Kuantum dot’lar bulk yarıiletkenlerinden tamamen farklı özellikler gösterir. Kuantum dot’lar nano boyuttaki yarıiletkenlerde gerçekleşen kuantum sınırlamasının sonucu olarak ayarlanabilir bant aralıkları sayesinde eksiton bohr yarıçapının altındaki boyutlarda benzersiz elektromanyetik yayıcılarıdır (Alivisatos, A.P., 1996).

Kuantum Dot üretimi son yıllarda ilgi çekici bir konu olarak kabul edilmiştir. Genel olarak, Kuantum Dot’lar kolloidal yöntem, litografi, epitaksiyel geliştirme ya da diğer katı hal yöntemleriyle üretilmektedir.

Nanokristallerin kontrollü bir şekilde büyütülmesi, uygun bir yüzey aktif sıvı karışım içinde yapılmalıdır. Bir kristal yüzeyinin üstünü adsorbe eden ve büyümesini önleyen moleküller yüzey aktif maddeler veya ligandlar olarak kabul edilir. Büyümeyi tamamen önlememek için yüzey aktif molekülün seçimi çok önemlidir. Öte yandan, zayıf koordine olan yüzey aktif moleküller partikül agregasyonuna sebep olur ve boyut dağılımının etkili kontrolüne izin vermez. Yüzey aktif madde seçimi QD türü, çözücü ve sentez sıcaklığına bağlıdır. Bu nedenle, QD için organik ve su ile sentez yolları ayrı ayrı gözden geçirilmelidir.

Sulu olmayan sentez yaklaşımında, Murray ve arkadaşları yüksek sıcaklıklarda hızlı nükleasyon ve daha düşük sıcaklıklarda yavaş büyümenin takip ettiği sentez basamakları ile 12-115 nm arasında değişen hemen hemen tek dağılımlı QD'lar elde etti (Murray et al., 1993). CdE (E = S, Se, Te) sentezleri, sıcak bir koordine çözücü içine enjekte edilen organometalik reaktiflerin pirolizi üzerine dayanıyordu. Aynı yöntemi araştıran birçok grup vardır (Reiss et al., 2002; Guo et al., 2003).

S, Se veya Te'ün çözünmesini sağlamak için en yaygın olarak kullanılan yöntem trioctylphosphine (TOP), trioctylphosphine oksit (TOPO) ve dimetil kadmiyum kullanmaktır. Tipik bir TOPO kaplı CdSe nanokristal elde etmek için dimetil kadmiyum ve TOPSe 300°C'de karıştırılır. Bu yöntem, genel olarak QD'ların seri üretiminde kullanılmıştır. II-IV tipi QD'ların kolloidal olarak hazırlanmasındaki son gelişmeler Esteves ve arkadaşları tarafından tartışılmıştır (Esteves et al., 2002). Fosfonik asit, fosfin oksit ya da karboksilik asit ve CdSe yüzeyi gibi organik ligandlar arasında oluşan baskın bağlayıcılığın ligantlardaki oksijen atomları ve nanopartikül yüzeyindeki kadmiyum atomu aracılığıyla olduğu bulunmuştur (Puzder et al., 2004). Daha sonra, CdSe çekirdekli CdS gibi geniş bant boşluklu malzemelerin epitaksiyel büyümesi QD'ların kuantum kazanımını (%50) geliştirmek için tercih edilen bir yöntem olarak gösterildi (Hines et al., 1996). Bu yüzey kaplama yöntemi, yüzey kusurlarının ve eksiton sınırlamalarının engellenmesi ile eksiton ışımsız elektron boşluklarının azaltılmasında etkili olmuştur. Yarı iletken çekirdeğin etrafına kaplama malzemesi olarak kullanılan yüzey aktif maddeler, aynı zamanda lüminesansı arttırmak için yüzeyin etkisizleştirilmesinde yardımcı olmuştur. Diğer bir alternatif sistem ise, oktadesen/oleik asit ile başarılı bir şekilde CdSe QD'lar hazırlanmasıdır (Bullen et al., 2004). Çekirdek konsantrasyonu, kristal büyümesi ve reaksiyon sıcaklığının etkisi detaylı olarak incelenmiştir. Bu inceleme sonucunda kaplama ajanlarının sadece büyüme oranını değil aynı zamanda çekirdek sayısı ve boyutunu belirlemede büyük katkı sağladığı görülmüştür. Aynı sistemi kullanarak yapılan bir başka çalışmada, ligand konsantrasyonunun büyüme mekanizmasını değiştirdiği ve farklı büyüklükteki QD'lar elde edilebileceği iddia edildi. Ayrıca, oktadesen/oleik asit yöntemi TOPO yöntemine kıyasla daha basit, daha güvenli ve daha ekonomik alternatif bir yöntem olarak rapor edilmiştir (Yu et al., 2002).

Organik yöntem ile farklı renkte yüksek ışık yayan partiküller elde edilmesine rağmen, birçok biyolojik uygulamada su QD'ların transferi için gereklidir. TOPO'nun suda çözünür molekülleri ile iki tabakalı form arasında ligand değişiminin QD'lara sulu süspansiyon sağlamak için geçerli bir yöntem olduğu kanıtlanmıştır (Ji et al., 2001; Fan et al., 2005). Fakat kuantum kazanımında düşüş, koloidal stabilite veya genel hidrodinamik boyutta artış gibi olumsuz yönleride bulunmaktadır. Organik ortamda üretilen CdS-QD'lar karboksilik asit ligandları içeren sudan çıkarıldıktan sonra, çok zayıf bir parlaklığa sahip olduğu gözlemlenmiştir (Kim et al., 2003).

Kuantum dot üretimi için sulu metod organik metoddan daha zordur. Yine de, sulu sentetik yollar kullanılarak, boyut kontrollü, yüksek kuantum kazanımlı dar bir boyut dağılımı ve koloidal stabiliteye sahip QD'lar hazırlanabilir. Tiyol (-SH) gruplu moleküllerin, CdS ve CdSe kaplamada etkili olduğu kanıtlanmıştır. Sulu sistemde, çift fonksiyonlu moleküllerin tiollerin kristal yüzeyinde tutulum gösterdiği bölgede olması istenir. Diğer fonksiyonel gruplar ise parçacıkları süspanse eden çözücü ile uygun bir etkileşim sağlar. Birkaç örnek vermek gerekirse tiyoasetamid (Libert et al., 2003), sistein (Priyam et al., 2005), merkaptotetanol (Young et al., 2006), merkaptopropionik asit (Zhang et al., 2003) ve merkaptopropil-trimetoksisilan bunlardan bir kaçıdır (Righini et al., 1996). Araştırmalar esas olarak yüzey aktif madde tipleri, reaktiflerin ilave edilme sırası, reaksiyon süresi ve konsantrasyon ve pH gibi reaksiyon parametreleri üzerinde yoğunlaşmıştır. Korgel ve arkadaşlarının raporunda, suda hazırlanmış olan merkaptosit (MAA) kaplı CdS nanopartiküller üzerinde çalışılmış, pH' ın etkisi, kaplama boyutunun miktarı ve kuantum kazanımı tartışılmıştır (Winter et al., 2005). QD'ların hazırlanması mikroemülsiyon süspansiyonlar içinde de gerçekleştirilmiştir. (Mang et al., 2003)

2.3 Süper Paramanyetik Demir Oksit Nanopartiküller (SPIO)

SPIO'lar genellikle magnetit (Fe_3O_4) veya maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) formunda bulunur. Sentezlenmiş olan SPIO'nun yükseltgenmesi ile Fe_3O_4 , $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 'e dönüşür. Yükseltgenen magnetit yapısındaki Fe^{2+} iyonları sonucunda malzemenin görünüşü siyah-kahverenginden kırmızı-kahverengiye dönüşür. İki demir oksit yapısı da benzer manyetik özelliklere sahip olsada maghemit çok az bir farkla daha düşük manyetik doygunluğa sahiptir. SPIO'nun çekirdek büyüklüğü genellikle 4 ile 10 nm arasındadır.

Akışkan manyetiklerin en iyi bilinen örneklerinden olan SPIO'lar içinde bulundukları taşıyıcı çözücünde (polar veya apolar) dağılık olarak yayılırlar. Akıcı SPIO'lar genellikle dextran, poli (vinil alkol), poli (etilen glikol), poliakrilik asit, vb. gibi uygun hidrofobik yüzey aktif maddeler ile manyetik çekirdeğin kaplanması sayesinde elde edilir.

Manyetik kristalin çekirdeğin boyutunun manyetik özellikleri için önemli olmasının yanı sıra hidrodinamik boyut ve topaklanma boyutu da uygulama için önemli etkenlerdir. Manyetik ayırım için, büyük hidrodinamik boyut (mikron ile bir kaç yüz nm arasında) manyetik nanopartiküllerin hedefe sürüklenmesi veya sabitlenmesi için yeterli manyetik alanın uygulanabilmesini kolaylaştırmaktadır. Fakat biyomedikal uygulamalarda (özellikle in vivo) daha küçük boyutlar (200 nm ve altı) gerekmektedir. Son zamanlarda medikal görüntüleme ve terapi uygulamaları göstermiştir ki 50 nm ve daha düşük boyuttaki nanopartiküller moleküler hedefleme gibi özel uygulamalarda istenilen başarıya ulaşılmasını sağlamaktadır (Dutz, S. et al., 2007; Chen, D.H. and S.H. Huang, 2004)

2.4 Kuantum Dot - Süper Paramanyetik Demir Oksit Hibrit Nanopartiküller

Son zamanlarda, hibrit nanopartiküller yeni çok fonksiyonlu materyaller olarak ortaya çıkmaktadır. Manyetik nanopartikül (MNP) ve lüminesan kuantum noktaların oluşturduğu kompozit nanopartiküller tek bir yapıda aynı anda manyetik alan ve optik olarak gözlemleyebilme fırsatı sunmaktadır. Kuantum dot'lar özel dar emisyon bantlarındaki dalga boyları (parçacık boyutu) ile birlikte lüminesan işaretleyici olarak davranırken, manyetik nanopartiküller dış manyetik alan ve/veya ikincil bir manyetizasyona dayalı algılama mekanizması ile manipülasyona olanak tanırırlar. Manyetik QD'lar medikal görüntüleme, immünoanaliz, transfeksiyon, sensör, nano barkod teknolojisi ve bunlar gibi birçok optik ve manyetik saptama yöntemlerinde kullanılmaktadır.

Wang ve arkadaşları tarafından yürütülen QD-MNP nanokompozitin sentezi çalışması polimer kaplı γ -Fe₂O₃ süperparamanyetik çekirdek ve CdSe/ZnS QD kabuktan oluşmaktadır. Tek katmanlı QD'lar lüminesan/manyetik nanokompozit parçacıklarının oluşturulması için tiol-metal bağı oluşumu yoluyla ile modifiye edilmiş manyetik küre yüzeyine bağlanmıştır.

Bu parçacıkların ortalama çapı Taramalı electron mikroskobu ile belirlenen $\pm\%$ 15 arasında değişen varyasyon ile 30 nm boyuta sahiptir. Nanokompozitlerin kuantum kazanımında 3 katlık bir azalma ve bireysel ışık saçan QD'lara göre emisyon pikinde hafif mavi bir kaymanın olduğu gözlenmiştir. İki parçacığın yüzey kutuplar arasında uyumsuzluk nedeniyle oluşan topaklanması kompozit parçacığın fabrikasyonunu zorlaştırmıştır. Lüminesan/manyetik nanopartiküller mıknatis kullanılarak manyetik çökeltme yoluyla kolayca çözeltiden ayrıştırılmıştır (Wang et. al., 2004).

Nanokompozitin faydalarını göstermek için yüzeyi üzerine anticycline E antikorları immobilize edilmiş ve serum çözeltisinden MCF-7 göğüs kanseri hücrelerini ayırmak için kullanılmıştır. Ayrılmış meme hücreleri bağlı oldukları nanokompozitlerin kuvvetli ışık yayması sebebiyle floresan mikroskobu altında kolaylıkla belirlenebilmiştir. Hong ve arkadaşları, bu stratejiyi geliştirerek QD bağlı MNP'lerin birikimini katman-katman oluşturarak üretmeyi başarmışlardır (Hong et al., 2004). Mandal ve arkadaşları, oktan ve oleik asit (OA) kullanarak yağ/su emülsiyonu içinde 3 nm CdSe/ZnS/TOPO QD'lar ve γ -Fe₂O₃ (yaklaşık 10 nm çapında), ticari olarak temin edilebilen QD-MNP nanopartiküller geliştirmişlerdir. Bu partiküllerin birbirleri ile konjüge edilmemiş, sadece karışım halinde olduğuna dikkat etmek önemlidir. Ayrıca önemli bir soruna dikkat çekmişlerdir: MNP konsantrasyonu arttıkça, QD'ların emisyonu malzeme içinde sönümlenmiş ve bu nedenle floresans özelliği azalmıştır (Mandal et al., 2005).

Kapsülleme stratejisi olarak başka bir yöntem ise silikanın kullanımudur. Kim ve arkadaşları hibrit parçacıkları gözenekli SiO₂'e dizmiş ve floresan manyetik kürelerin ortalama 150 nm arasında parçacık boyutu ile elde edilebileceğini göstermişlerdir. Gözenekli silikon küre içine yüklenen ibuprofen (steroidal olmayan anti-enflamatuar ajan) sayesinde bu hibrit nanopartiküllerin etkili ilaç taşıyıcıları olduğu saptanmıştır (Kim et al., 2006). Silika kaplı manyetik/floresans kürelerin nispeten hızlı hazırlanması için ters sol-gel tekniğinin de kullanılabileceği iddia edilmiştir (Muller-Schulte et al., 2005). Mulvaney ve arkadaşları tarafından yapılan bir başka çalışmada, QD'lar ve floresan boyalar manyetik küreler ile kompozit haline getirilmiştir. Polistiren esaslı manyetik mikro-kürelerin manyetikliğini ya da yüzeyinin kimyasal özelliklerini etkilemeden homojen floresans özelliği vermek üzere bir yöntem açıklamışlardır (Mulvaney et al., 2004). Bu çalışmaların tümünde MNP'lerin ve QD'ların en etkili şekilde birleştirilmesi üzerine yöntemler geliştirilmiştir.

2.5 Teknesyum -99m

Teknesyum periyodik cetvelin VIIB grubu, 5. periyodunda yer alan keşfedilen ilk sentetik elementtir. 1937 yılında siklotronunda molibdenin döteryum ile ışınlanması sonucunda İtalyan bilim adamları Carlo Perrier ve Emilio Segrè tarafından elde edilmiştir. ^{99}Mo beta bozunumu yaparak 66 saatlik yarıömür ile yüksek oranda $^{99\text{m}}\text{Tc}$ ' a dönüşür. Tc-99m % 85 olasılıkla 140 keV'lik bir gama yayınlar (Arano, 2002; Wei et al., 2005; Abram and Alberto, 2006).

$^{99\text{m}}\text{Tc}$; ^{99}Mo 'dan jeneratör aracılığı ile perteknetat ($^{99\text{m}}\text{TcO}_4^-$) formunda elde edilir. Mo-99 740 – 780 keV enerjili beta bozunumu ile % 87 oranında $^{99\text{m}}\text{Tc}$ 'e, % 13 oranında da ^{99}Tc ' a dönüşür. $^{99\text{m}}\text{Tc}$ yarı ömrü 6.0067 saat olup 140.5 keV gama saçarak izomerik geçiş ile $^{99\text{m}}\text{Tc}$ 'a dönüşür. $^{99\text{m}}\text{Tc}$ beta saçılımı ile ve $2,14 \times 10^5$ yıl yarı ömürle ^{99}Ru 'a dönüşür. -1 ile +7 arasında sekiz oksidasyon basamağı vardır. Tc +7 ve +4 değerliği en kararlı halidir. +7 değerlikli hali ($^{99\text{m}}\text{TcO}_4^-$) diğer bileşiklerle doğrudan birleşmez. Bunun için daha alt oksidasyon düzeylerine indirgenmelidir. Çeşitli indirgen ajanlar kalay klörür, kalay sitrat, kalay tartarat, sodyum borhidrit, demir sülfat vb. bu amaçla kullanılmaktadır (Argonne National Laboratory, 2005). $^{99\text{m}}\text{Tc}$ uygun yarıömür ve gama enerjisi nedeniyle iyi bir görüntüleme radyonüklididir.

2.6 İnaktif ve Radyoaktif Nanopartiküllerin Kalite Kontrolünde Kullanılan Yöntemler

2.6.1 İnce tabaka kromatografisi (TLC)

Kromatografi, çeşitli maddelerin, hareketli bir faz yardımıyla, sabit bir faz üzerinde değişik hızlarda hareket etmeleri temeline dayanır. İnce tabaka kromatografisi, bir katı-sıvı adsorpsiyon kromatografisidir. İnce tabaka kromatografisinde, cam, alüminyum gibi maddelerden yapılmış levhalar üzerine silikajel, alüminyum oksit, selüloz vb. gibi malzemelerin ince bir katman halinde yayılması ile hazırlanmış tabakalar sabit faz olarak kullanılır. Hareketli faz olarak ise tek veya karışım halinde sıvı kimyasallar kullanılır. Hareketli faz ağzı iyi kapanan kromatografi tankı içine konulur ve tankın içinin çözücü buharı ile iyice doyması sağlanır. Bu yöntemde hareketli fazın sabit faz üzerinden ilerleyişi, aşağıdan yukarı doğru olur. Çözücü kılcallık etkisi ile içerisine daldırılan ince tabaka plakası üzerinde yürür.

Bu işlem sırasında, plakanın alt kesimlerine damlalıkla önceden damlatılmış olan karışımı farklı hızlarla yukarıya sürükler. Ayırım bu şekilde sağlanmış olur. Yürüme hızı maddenin, katı fazın ve çözücünün polaritesine bağlıdır. Polar maddeler çözücü/absorban madde ikilisinden daha polar olan ile daha sıkı etkileşim gösterirler.

Kromatografisi yapılacak numunenin yaklaşık 2 µl'lik bir kısmı mikropipet veya enjektör yardımıyla tabakanın alt kenarından belli bir uzaklığa damlatılır ve damlanın kuruması beklenir. Daha sonra kromatografi kağıtları tank içerisine dikkatlice yerleştirilerek hareketli fazın tabaka üzerinde yükselmesi sağlanır. Hareketli faz, kromatografi kağıdı üzerinde, numune içerisindeki maddelerin birbirinden ayrılması için gereken yüksekliğe kadar yürütülmelidir. Çözücünün ulaştığı seviye işaretlenir ve çözücünün buharlaşması sağlanır.

R_f değeri (Relative Front), kromatogram üzerindeki her maddenin çözücü ile sürüklenme miktarı, birbirinden farklıdır. Maddenin sürüklendiği noktanın başlangıç noktasına uzaklığının toplam yürütme mesafesine oranına R_f değeri (alıkonma değeri) denir.

İnce tabaka kromatografisi inaktif kimyasal bileşiklerin sınıflandırılmasında etkili, hızlı ve ucuz ayırma yöntemlerinden birisidir. Küçük miktarlarda solvent ve örnek kullanıldığı için ucuz bir yöntemdir. Diğer kromatografi yöntemlerine göre düşük cihaz maliyeti, analiz süresinin kısa olması ve aynı anda 20 örneği ayırabilme kabiliyeti gibi bazı avantajları sebebiyle ince tabaka kromatografisi analitik, biyomedikal ve farmasötik alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır (Şensoy, 2007; Zor, 2000).

Eğer hazırlanan örnek bir radyonüklid içeriyorsa uygun bir dedektör ile radyoaktivite sayımı yapılır. Radyoaktif örneklerin sayımlarının alındığı TLC yöntemi İnce Tabaka Radyokromatografisi(TLRC) olarak bilinmektedir.

2.7 Nanopartiküllerin Karakterizasyonunda Kullanılan Yöntemler

2.7.1 Floresans mikroskobu

Beyaz ışık, elektromanyetik dalga spektrumunun gözümüzün görebildiği 400-800 nm arasındaki kısmına karşılık gelmektedir. Görünebilir spektrumdan daha küçük dalga boyundaki ışık ışını ultraviyole, x-ışını, gama ışını, daha büyük dalga boyundaki ise kızılötesi, mikrodalga, radyo/TV, uzun dalga spektrumunda yer alır. Farklı maksatlarla tüm bu dalga spektrumlarının seçilmiş bir bandı veya tek dalga boyuna sahip ışık ışınları kullanılmaktadır.

Numuneden spesifik görüntü veya sinyal almak için floresans mikroskopi yöntemi geliştirilmiştir. Floresans prensibi temel seviyedeki (ground state) bir elektronun dışarıdan bir enerji ile uyarılarak bir üst seviyeye yükseltilmesi ve bu seviyede kararsız olan elektronun tekrar temel seviyeye dönerken spesifik bir dalga boyunda ışınım yapması şeklinde özetlenebilir. Eğer uyarı enerjisi bir ışık kaynağıysa buna uyarma (excitation) ışığı, geri dönüşte yayılan ışığa da emisyon (yayınım) ışığı (emission) denir. Bazı moleküllerin floresan vasıfları daha etkindir, belli bir dalga boyunda uyarıldığında stabil olarak başka bir dalga boyunda orantılı bir ışınım yaparlar. Bunlara da floresans madde veya florofor denir. Burada ışık kaynağından optik filtreler yardımıyla uyarma ışığı süzülerek numuneye yönlendirilir, numunenin çıkarttığı emisyon bariyer filtreden geçirilerek uyarma ışığından arındırılır ve göze (veya fotoğraf makinesine) düşürülerek görüntülenir. Bu sayede numunenin kendi yaydığı spesifik floresans emisyonu görüntülenmektedir. Eğer, numunenin belli bir kısmının floresans olarak işaretlendiğini düşünersek sadece bu kısımlar spesifik olarak görüntülenecektir. (Puralı, 2004)

2.7.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Taramalı electron mikroskobu (SEM), mikrometreden nanometre ölçeğine kadar geniş ölçekte organik ve inorganik maddelerin şekil ve boyut yapılarını incelemeye olanak tanır. SEM görüntülemesinin avantajlarından bir diğeri, klasik mikroskoplara göre odak derinliğinin ayarlanabilmesi ile görüntü netliğinin ayarlanabilir olmasıdır.

Materyal üzerine gönderilen hızlandırılmış elektronların farklı girişimleri sonucu elde edilen soğurma oranlarına göre görüntü elde edilir. Gelişmekte olan teknoloji ile birlikte görüntüler doğrudan bilgisayar ekranına aktarılabilir. SEM tarafından gelen elektron çığı ile görüntü ayırma gücü, odak derinliği ve analiz işlemleri kolaylıkla yapılabilir. Modern elektron mikroskoplarında ayırım gücü 0.05 nm'ye kadar düşmektedir (Goldstein et al., 2007).

Enerji dağılımlı X-ışınları analizi (EDX) ise SEM ile eş zamanlı gerçekleştirilen numunenin elementel içeriği hakkında tanımlama gerçekleştirmek amacıyla yapılan bir analizdir. SEM ile taranarak seçilen yüzeye ilişkin değerlendirme yapmaktadır ve bölgedeki elementlerin % ağırlıkça ve % atomca içeriğini analizlemektedir.

3. MATERYAL METOD

3.1 Kullanılan Kimyasallar ve Cihazlar

Aşağıda bu çalışmada kullanılan kimyasal ve cihazlar yer almaktadır.

3.1.1 Kullanılan kimyasallar

Kadmiyum asetat hidrat formu ($\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (Sigma), Demir (II) Klorür Hidrat ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) (Sigma), Demir (III) Klorür ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (Sigma), 2-Merkaptopropiyonik Asit ($\text{CH}_3\text{CH}(\text{SH})\text{COOH}$) (Sigma), 3-Merkaptopropil Trimetoksilan ($\text{HS}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$) (Sigma), Kalay (II) Klorür Hidrat ($\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (Merck), Argon gazı (Habaş A.Ş.), $^{99\text{m}}\text{Tc}$ (Bornova Şifa Hastanesi), Serum Fizyolojik (SF) (%0.9 NaCl Çözeltisi), Aseton (CH_3COCH_3) (Merck), Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) (Merck), Amonyak (NH_3) (Merck) İnce Tabaka Sıvı Kromatografi Kağıdı ITLC-SG (Merck-5554).

3.1.2 Kullanılan cihazlar

TLRC (Bioscan 2000) (E.Ü. Nükleer Bilimler Enstitüsü, Nükleer Uygulamalar Anabilim Dalı), RAD-501 Cd(Te) tek kanallı gama sayım sistemi (E.Ü. Nükleer Bilimler Enstitüsü, Nükleer Uygulamalar Anabilim Dalı), TLRC küvetleri (Sigma) (E.Ü. Nükleer Bilimler Enstitüsü, Nükleer Uygulamalar Anabilim Dalı), UV lamba (G15T8 15W Germicidal Lamp UV-C) (E.Ü. Nükleer Bilimler Enstitüsü, Nükleer Uygulamalar Anabilim Dalı), Vorteks (IkaGenius).

3.2 Kimyasal Sentez Basamakları

3.2.1 Demir oksit nanopartiküllerin sentezi

Demir oksit nanopartiküller, Gupta ve arkadaşlarının makalesinde yer alan yöntemden yararlanılarak sentezlenmiştir (Gupta et al., 2005).

Bu yönteme göre $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ bileşikleri 50 mL distile suda molar oranları 1:2 olacak şekilde karıştırılmıştır. Oluşan çözelti üç boyunlu balonda argon gazı akışı altında 80°C 'ye kadar ısıtılmış ve çözelti rengi siyaha dönene kadar 6,2 mL, 1M'lık alanin çözeltiye kontrollü bir şekilde eklenmiştir. Çözeltiye 7,5 mL %25'lik amonyak eklenerek pH 7'ye ayarlanmış ve oluşan demir nanopartiküller distile su ile yıkanmıştır.

3.2.2 CdS kuantum dot sentezi

CdS kuantum dot'lar Winter ve arkadaşları tarafından rapor edilen yöntemde belirtilen MPA:Cd:S oranı 22:1:0,4 olacak şekilde sentezlenmiştir (Winter et al., 2005). 400 μ L MPA üzerine 40 mL 5mM kadminyum asetat eklenmiştir. Çözeltinin pH değeri 7 olana kadar 1M NaOH kontrollü bir şekilde ilave edilerek üzerine 40 mL 2mM Na₂S çözeltiye eklenmiş ve pH değeri tekrar 7 ye ayarlanmıştır. Çözelti 30 dakika boyunca argon gazı altında karıştırılmıştır.

3.2.3 CdS-Demir oksit nanopartiküllerin sentezi

CdS-Demir Oksit nanopartiküller iki grubu birbirine bağlayan fonksiyonel bağlayıcılar kullanılarak sentezlenmiştir. Cd:Fe hacim oranı 10:1 olacak şekilde demir oksit nanopartiküller ve CdS kuantum noktaları birbiri üzerine eklenmiştir. Daha sonra MPS:Fe hacim oranı 1:1 olacak şekilde MPS eklenmiş ve çözelti 6-8 saat arası sürekli bir şekilde karıştırılmıştır. Son olarak 1M'lık HCl ile pH 2 ye ayarlanmış ve çözelti bu şekilde saklanmıştır.

3.3 İnaktif ve Radyoaktif Nanopartiküllerin Kalite Kontrolü

3.3.1 CdS-Demir oksit nanopartiküllerin ^{99m}Tc ile işaretlenmesi

Kalay klorür (SnCl₂) (1mg/1mL su) stok çözeltisi hazırlanmıştır. CdS-Fe çözeltisinden 200 μ L alınıp mıknatıs yardımı ile çökeltmesi sağlanarak üst fazdan 150 μ L alınıp atılmıştır. 50 μ L CdS-Fe çözeltisi üzerine 100 μ L SnCl₂ stok çözeltisinden eklenmiştir. Radyoişaretleme için aktivitesi 2mCi olan ^{99m}TcO₄⁻ çözeltiye eklenmiş ve 1 saat oda sıcaklığında inkübe edilmiştir.

TLC için silika jel kaplı alüminyum plakalar kesilerek örnek uygulanması için hazırlanmıştır. TLC tanklarına dip yüzeyini kaplayacak kadar Serum Fizyolojik ve Aseton eklenmiş ve buhar fazın dengeye gelmesi beklenilmiştir. Silika jel alüminyum plaka üzerine mikro pipet yardımı ile ^{99m}Tc-CdS-Fe örneği damlatılmıştır. Örnek uygulanan plakalar TLC tanklarına düzgün bir şekilde yerleştirilmiştir. Çözgen sıvıların plakalar üzerinde yürümesi tamamlandıktan sonra yürüme mesafeleri işaretlenmiş ve kurumaya bırakılmıştır. Kuruyan plakalar bantlanarak TLC tarayıcı (Bioscan AR2000) cihazı ile R_f değerleri ve verimleri elde edilmiştir. Sonuçlar 4.1.1 de verilmiştir.

3.4 İnaktif Nanopartiküllerin Karakterizasyonu

3.4.1 Floresan spektroskopi

CdS-Fe örneğinden 250 μ L alınıp Varian floresans spektrometresi (Floresan Cell 10mm) cihazı yardımı ile spektrumlar elde edilmiştir. Sonuçlar 4.2.1 de verilmiştir.

3.4.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

SEM analizi için CdS, Fe ve CdS-Fe nanopartikül örnekleri liyofilizatörde (Labconco Free Zone 2,5 770) kurutulduktan sonra Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Araştırma Merkezinde gerçekleştirilmiştir. SEM analizi görüntüleri ile CdS ve Fe partiküllerine ait EDX sonuçları bölüm 4.2.2 de verilmiştir. EDX analizi için; İzmir Yüksek Teknoloji enstitüsü Malzeme Araştırma Merkezi'nde bulunan Phillips XL30 SFEG cihazı kullanılmıştır.

3.5 Yüzey Hasarlı Malzeme Temini ve Nanopartiküllerin Uygulanması

Kalite kontrol testleri yapılmış olan hasarlı malzemeler Havatek Makina ve Sanayi Ticaret A.Ş. den temin edilmiştir. Bu malzemeler iyice temizlenmiş ve sahip olduğu hasara göre az hasarlı, orta hasarlı ve çok hasarlı olarak üç bölgeye ayrılmıştır. Bu işlemlere ait görüntüler 4.3'te verilmiştir. Ayrılmış olan bölgelere sırasıyla aşağıdaki uygulamalar yapılmıştır.

İlk olarak hasarlı malzeme yüzeylerindeki bölgelere 50'şer μ L CdS-Fe damlatılmış ve üzerine 1mCi ^{99m}Tc damlatılarak hasarlı bölgede emilim sağlanması için 5 dakika beklenilmiştir. Ardından tek kanallı Cd(Te) dedektörü ile her bölgeden ölçüm alınmıştır. Bulgular ve sonuçlar 4.3.1'de verilmiştir.

Daha sonra ise 50'şer μ L ^{99m}Tc -CdS-Fe hasarlı malzeme yüzeyindeki bölgelere damlatılmış ve ölçümler tekrarlanmıştır. Bulgular ve sonuçlar 4.3.2'de verilmiştir.

Ölçümler sırasında bölgeler kurşun bloklar ile zırhlanarak birbirinden izole edilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 İnaktif ve Radyoaktif Bileşenlerin Kalite Kontrol Sonuçları

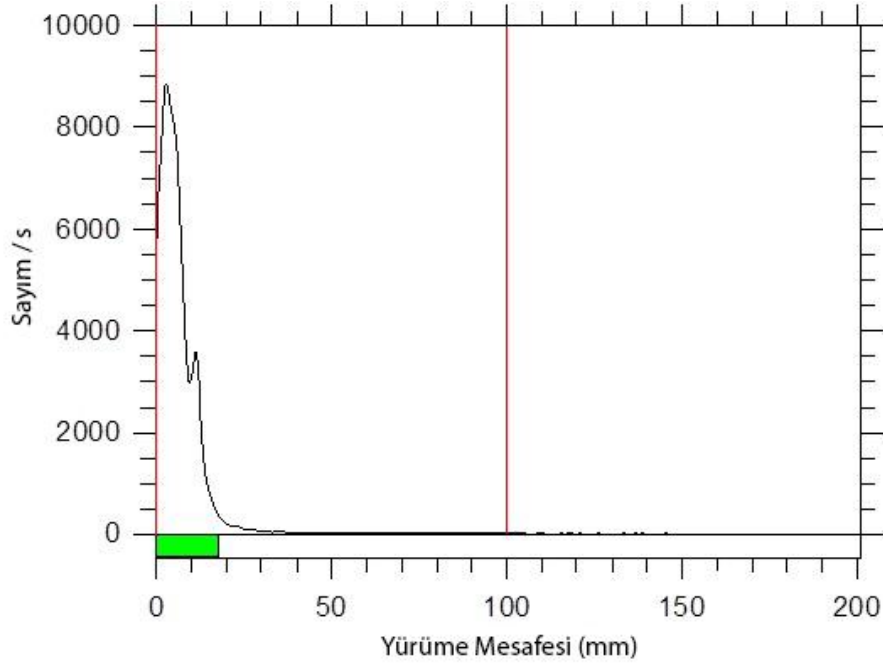
4.1.1 İnce tabaka kromatografisi (TLC) sonuçları

TLC sonucunda elde edilen ^{99m}Tc radyo işaretli nanopartikül yapısının ve $^{99m}\text{TcO}_4^-$ ın R_f değerleri çizelge 4.1’de verilmektedir.

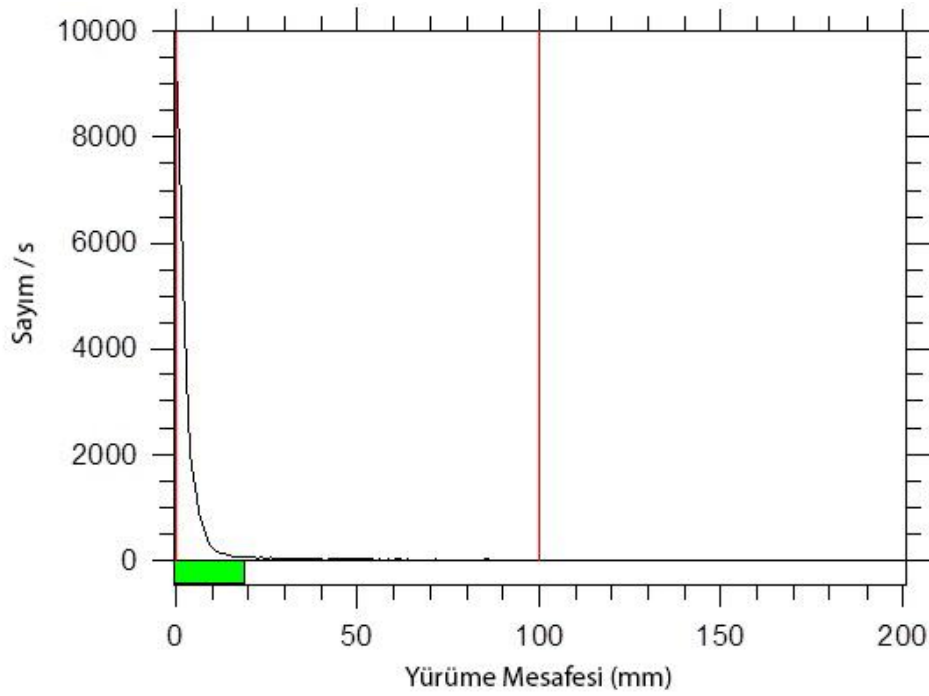
Çizelge 4.1 TLC sonucu elde edilen R_f değerleri.

		$^{99m}\text{TcO}_4^-$	$^{99m}\text{Tc-Fe}$	$^{99m}\text{Tc-CdS-Fe}$
R_f	SF BANYOSU	0.96	0.087	0.023
	ASETON BANYOSU	0.52	0.054	0.021

Çizelge 4.1’deki R_f değerleri incelendiğinde $^{99m}\text{Tc-Fe}$, $^{99m}\text{Tc-CdS-Fe}$ radyoışaretli nanopartiküller için en uygun banyo çözeltisi aseton banyosudur. Bunun sebebi ise R_f değeri 0 ile 1 arasında değer almakta ve çözücü içinde bulunan örneğin alıkonma oranını belirtmektedir. Demir nanopartiküller çözünmedikleri için çözücüyle beraber yürüyemeyeceğinden düşük olan değerler idealdir. Aseton banyosundan elde edilen TLC kromatogramları Şekil 4.1 ve 4.2’de verilmektedir.



Şekil 4.1 ^{99m}Tc -Fe'e ait TLC kromatogramı



Şekil 4.2 ^{99m}Tc -CdS-Fe'e ait TLC kromatogramı.

Şekil' 4.1 ve 4.2'de en başta oluşan pikler demir nanopartiküllerin ^{99m}Tc ile bağlandığını ve ^{99m}Tc 'in çözücü ile beraber yürümediğini göstermektedir.

Çizelge 4.2 Nanopartiküllerin bağlanma verimleri.

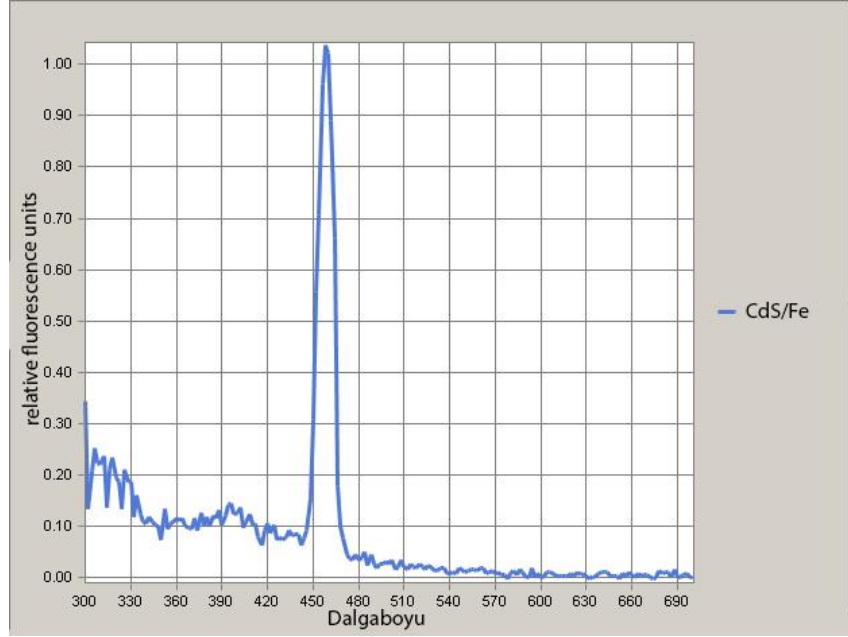
% Bağlanma Verimi	$^{99m}\text{Tc-Fe}$	$^{99m}\text{Tc-CdS-Fe}$
Aseton Banyosu	95.30 ± 0.21	96.29 ± 0.32

Çizelge 4.2’de görüldüğü üzere $^{99m}\text{Tc-Fe}$ ve $^{99m}\text{Tc-CdS-Fe}$ nanopartiküllerinin bağlanma verimleri %96 seviyelerindedir.

4.2 İnaktif Nanopartiküllerin Karakterizasyon Sonuçları

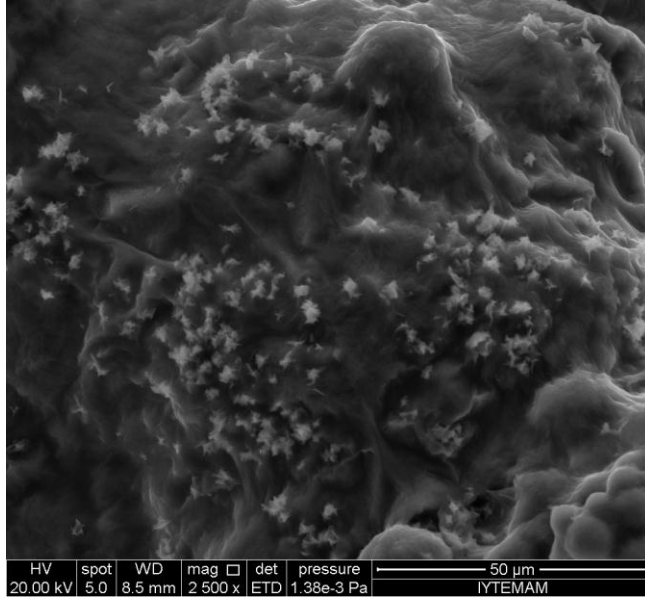
4.2.1 Floresan spektroskopisi sonuçları

CdS-Fe nanopartikülün Floresan spektroskopisi (Varian Floresan Spektrometresi Floresancell 10 mm) sonucuna göre nanopartiküller 230 nm eksitasyon da 460 nm emisyonu sahip olduğu görülmektedir.

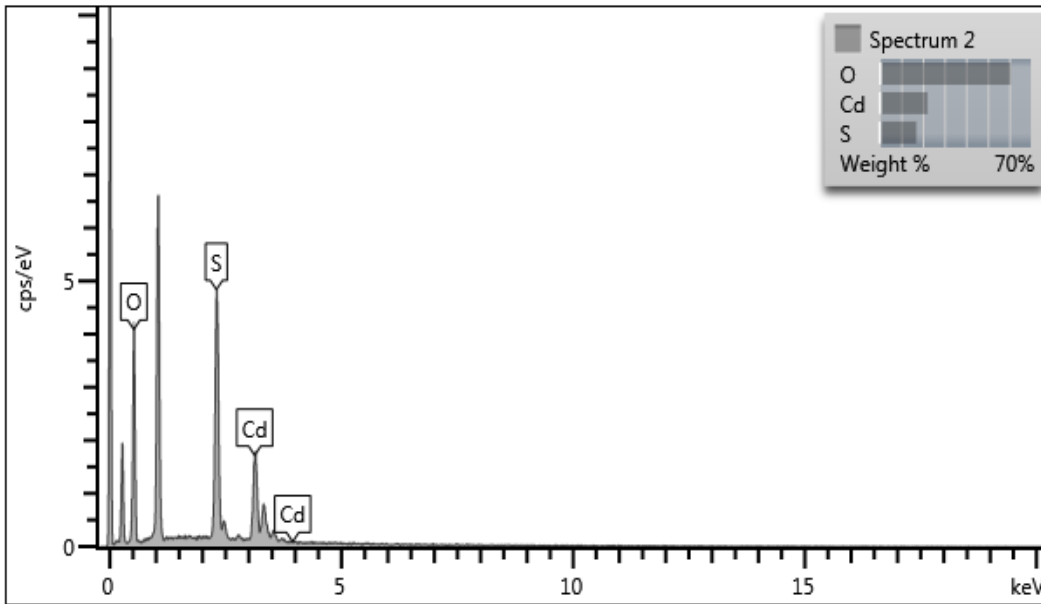
**Şekil 4.3** CdS-Fe Nanopartiküllerine ait floresan spektroskopisi sonuçları

4.2.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) sonuçları

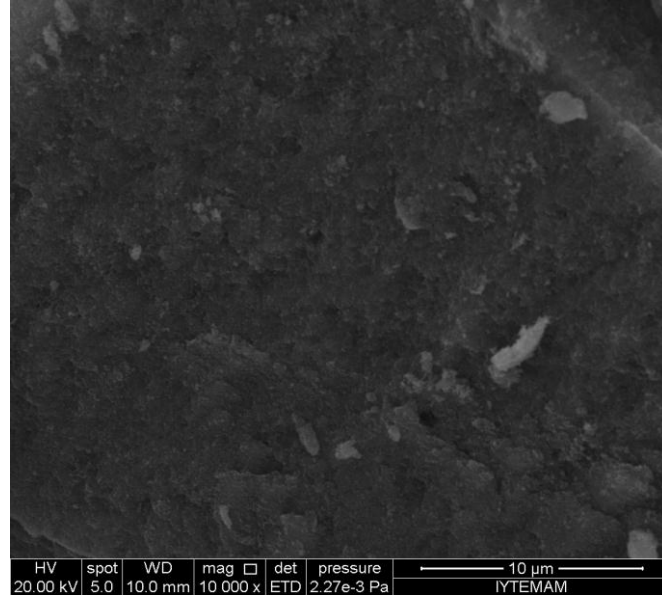
Taramalı elektron mikroskobu ile çekilen CdS, Fe ve CdS-Fe nanopartiküllerine ait görüntüler ve EDX analizleri Şekil 4.4, 4.5, 4.6 4.7 ve 4.8’de verilmiştir. Şekil 4.4’de ve Şekil 4.6’da görülen CdS QD’ların ve demir nanopartiküllerin SEM görüntüleri incelenmiştir. Boyutlarının uygun aralıkta bulunduğu ve sentezin başarılı olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Şekil 4.8’de ise demir nanopartiküllere bağlanan CdS QD’lar gözlemlenmiş ve kaplamanın başarılı olduğu görülmüştür.



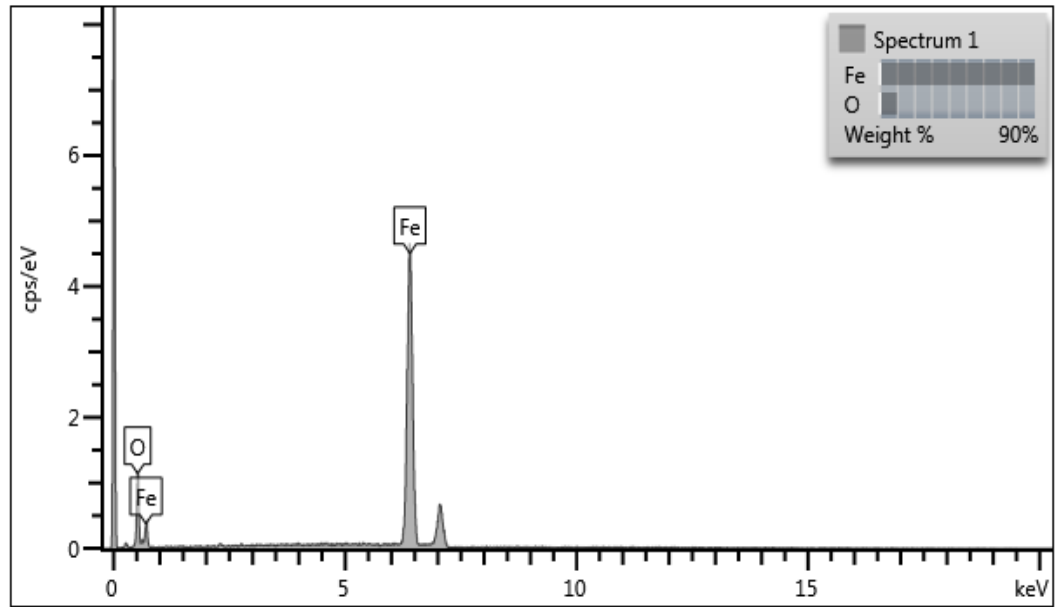
Şekil 4.4 CdS QD’lara ait taramalı elektron mikroskop görüntüsü.



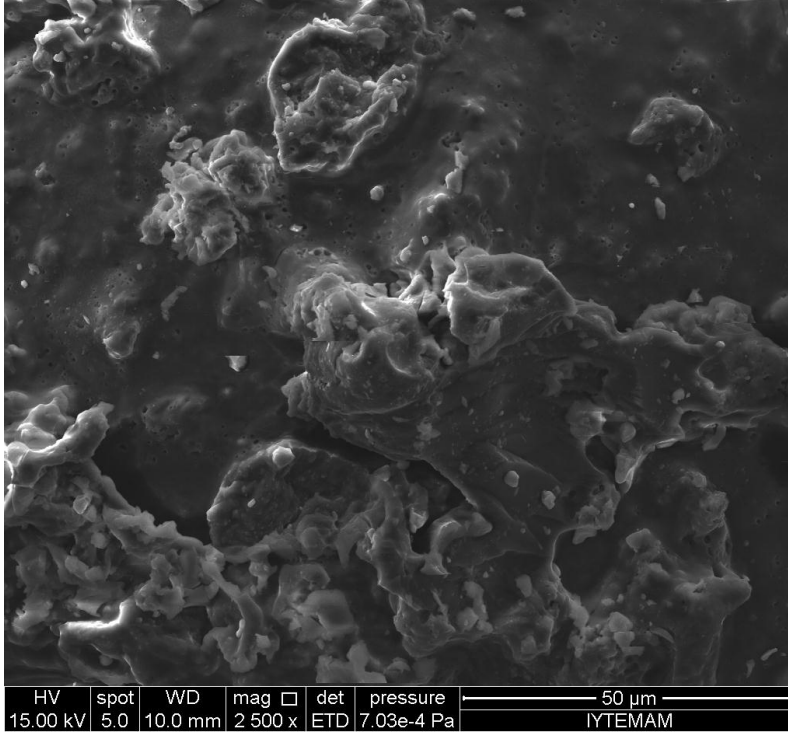
Şekil 4.5 CdS QD’lara ait EDX analizi.



Şekil 4.6 Fe Nanopartiküllere ait taramalı elektron mikroskop görüntüsü.



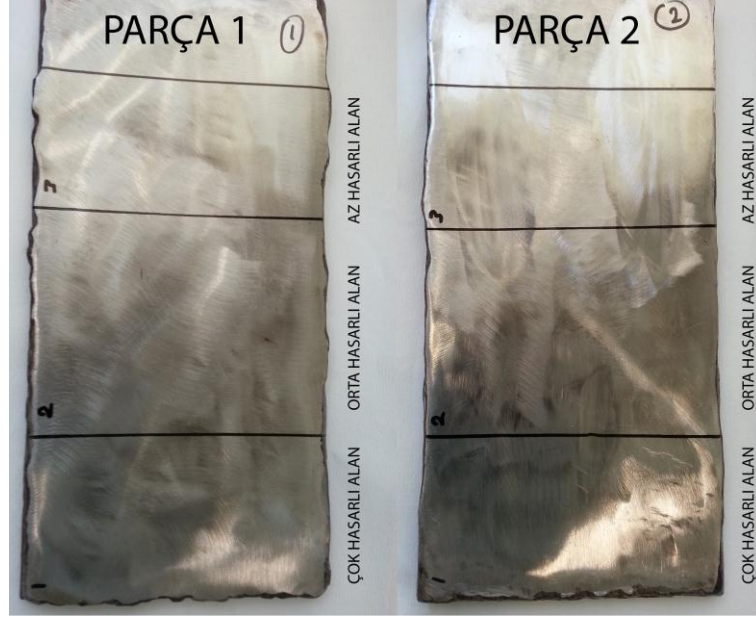
Şekil 4.7 Fe Nanopartiküllere ait EDX analizi.



Şekil 4.8 CdS-Fe Nanopartiküllerine ait taramalı elektron mikroskop görüntüsü.

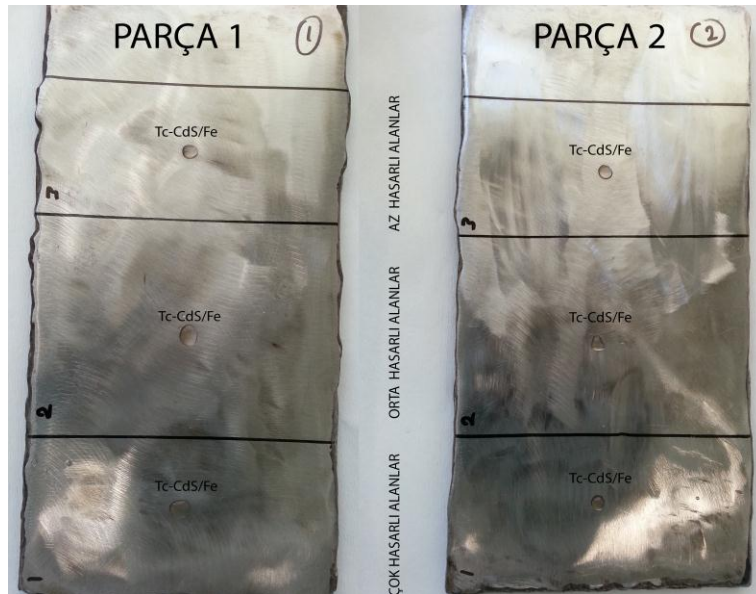
4.3 CdS-Fe Nanopartiküllerin Hasarlı Malzemeler Üzerindeki Davranışı

Çalışmada kullanılan hasarlı malzemeler paslanmaz çelik test kuponlarıdır, Şekil 4.9 ve 4.10'de görülen iki hasarlı malzeme Havatek A.Ş.'den temin edilmiştir. Bu malzemeler basınçlı kapları, gövde kazan duvarları, ısı eşanjörlerinde(heat exchanger) kullanılmaktadır. Firmadan temin edilen iki parçada yüzey hasarlarının belirlenmesi için firma tarafından sıvı penetrant testi uygulanmış ve numunelerin raporlamaları sıvı penetrant testi ile yapılmıştır.



Şekil 4.9 Çalışılan malzemelerin uygulama öncesi temizliği ve hasara göre bölümlendirilmesi.

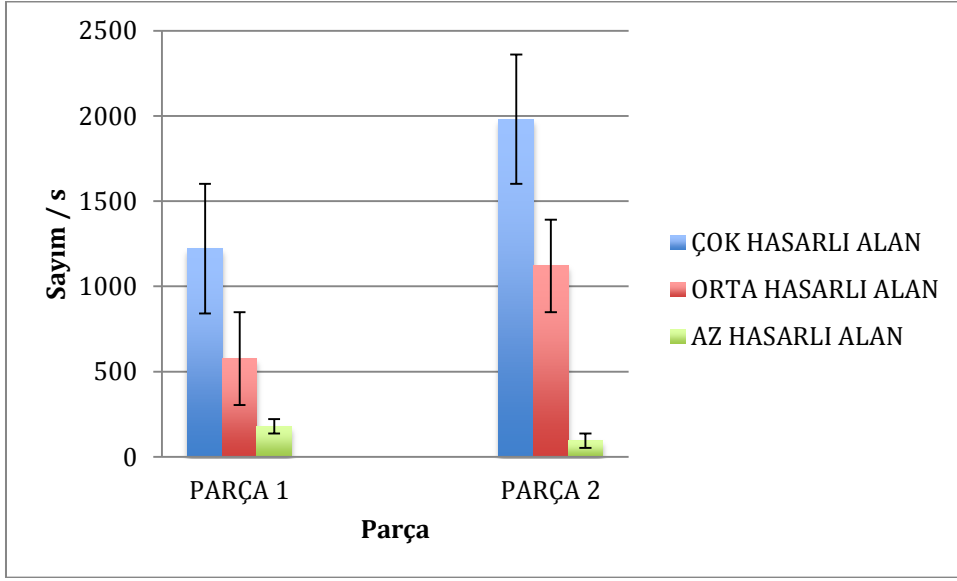
Elde edilen malzemeler değerlendirme kolaylığı bakımından raporlarına uygun olarak şekil 4.9’da görüldüğü gibi az hasarlı, orta hasarlı ve çok hasarlı olarak üç bölüme ayrılmıştır. Bölgelere ayırma işlemi tamamlandıktan sonra alkol ile iyice temizlenmiştir. Daha sonra şekil 4.10’de görülen uygulama işlemine geçilmiştir. Uygulama sonrası yapılan sayım işlemi bittiğinde parçalar alkol ile tekrar temizlenip malzeme üzerinde kalmış olabilecek ^{99m}Tc ’un yarı ömrünü tamamlaması için 24 saat beklenilmiştir.



Şekil 4.10 Çalışılan hasarlı malzemelere uygulama sonrası bakış.

4.3.1 CdS-Fe Nanopartiküllerin hasarlı malzemeler üzerindeki davranışının incelenmesi

Hasarlı malzemenin yüzeyine uygulanan nanopartiküllerin emilimi gerçekleştikten sonra fazlalığı temizlenmiş ve üzerlerine ^{99m}Tc uygulanmıştır. Uygulama iki kere tekrarlanmış ve her uygulamada bölgelerden üç kez ölçüm alınmıştır. Uygulama alanlarından tek kanallı Cd(Te) Gama dedektörü ile ölçümler alınmıştır. Sonuçlar Şekil 4.11’de gösterilmiştir.



Şekil 4.11 CdS-Fe Nanopartiküllerin malzemeler üzerindeki dağılımı.

Her iki parçada da çok hasarlı alanlardan alınan sayımların orta hasarlı ve az hasarlı alanlara göre fazla olduğu şekillerden anlaşılmaktadır. Çizelge 4.3’de her alandan alınan sayımlar görülmektedir.

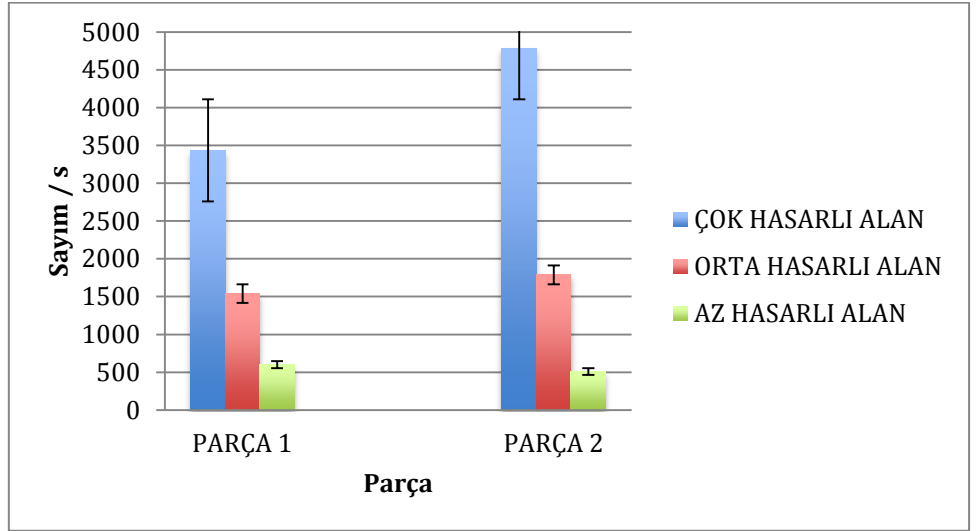
Çizelge 4.3 CdS-Fe nanopartiküllerine ait sayım değerleri.

	PARÇA 1	PARÇA 2
	Sayım / s	Sayım / s
Çok Hasarlı Bölge	1220 ± 106	1980 ± 87
Orta Hasarlı Bölge	576 ± 92	1120 ± 101
Az Hasarlı Bölge	178 ± 12	94 ± 7

Çizelge 4.3'den anlaşılabacağı üzere hasar boyutunun fazla olduđu bölgelerde yüksek sayım değeri alınırken hasar boyutunun düşük olduđu bölgelerde alınan sayım değeri düşmüştür.

4.3.2 ^{99m}Tc -CdS-Fe Nanopartiküllerin hasarlı malzemeler üzerindeki davranışının incelenmesi

Hasarlı malzemenin yüzeyine uygulanan ^{99m}Tc bağı nanopartiküllerin hasarlı bölgelerde emilimi gerçekleştikten sonra fazlalıklar yüzeyden temizlenmiş ve uygulama alanlarından tek kanallı Cd(Te) gama dedektörü ile ölçümler alınmıştır. Uygulama iki kere tekrarlanmış ve her bölgeden üç kez ölçüm alınmıştır. Alınan sayımlara ait değeri Şekil 4.12'da görülmektedir. Emilim gerçekleştirildikten sonra ^{99m}Tc uygulanan nanopartiküllerden alınan sayımlar ile karşılaştırıldığında, ^{99m}Tc bağlanmış nanopartiküllerin sonuçlarında gözle görülür bir artış yaşanmıştır.



Şekil 4.12 ^{99m}Tc -CdS-Fe nanopartiküllerin malzemeler üzerindeki dağılımı.

Her iki parçada da çok hasarlı alanlardan alınan sayımların orta hasarlı ve az hasarlı alanlara göre fazla olduđu şekillerden anlaşılmaktadır. Bu sayımlara ait değeri çizelge 4.4'de verilmiştir.

Çizelge 4.4 ^{99m}Tc -CdS-Fe nanopartiküllerine ait sayım değerleri.

	PARÇA 1	PARÇA 2
	Sayım / s	Sayım / s
Çok Hasarlı Bölge	3433 ± 194	4785 ± 202
Orta Hasarlı Bölge	1539 ± 164	1788 ± 111
Az Hasarlı Bölge	599 ± 32	510 ± 26

Alanlara göre alınan ölçümler göstermektedir ki ^{99m}Tc -CdS-Fe nanopartiküller ile üzerine sonradan ^{99m}Tc uygulanan nanopartiküllere göre yüzeyde bulunan hasarların ayırt edilmesi için daha yüksek sayım değerleri elde edilmiştir.

Literatürde tahribatsız muayene teknolojisinde kuantum dotların uygulanmasına yönelik çalışmalara rastlanmamıştır. Ancak EÜ Nükleer Bilimler Enstitüsü Nükleer Uygulamalar Anabilim Dalında tahribatsız muayene yöntemi olarak kullanılabilmesi amacıyla kuantum dotlar ile iki çalışma gerçekleştirilmiştir. Sezgin tarafından ^{99m}Tc -CdSeZnS QD'ların kullanılabilirliğini incelemek için yapılmış olan bir çalışmada, hasarlı malzeme hasarın büyüklüğüne göre üç bölüme ayrılmış ve uygulama yapılmıştır. Bu uygulama sonucu çok hasarlı bölgeden 953 ± 165 sayım/s, orta hasarlı bölgede 100 ± 24 sayım/s, az hasarlı bölgede ise 38 ± 6 sayım/s sayım alınmıştır (Sezgin, 2012). Aynı enstitüde yapılan bir başka çalışmada ise ^{99m}Tc ile radyoışaretili CdTe/CdSe QD'lar hazırlanarak hasarlı malzeme aynı şekilde üç bölüme ayrılmış ve uygulama yapılmıştır. Bu uygulama sonucunda çok hasarlı bölgeden 586 ± 16 sayım/s, orta hasarlı bölgeden 505 ± 15 sayım/s, az hasarlı bölgeden 478 ± 5 sayım/s sayım değerleri alınmıştır (Yılmaz, 2014).

Bu tez çalışmasında hazırladığımız nanopartiküllerin önceki çalışmalarla benzer davranışlar gösterdiği anlaşılmıştır (Sezgin, 2012; Yılmaz, 2014). Sonuç olarak çok hasarlı alandan alınan sayım değerlerinin yüksek oluşundan dolayı yüzey hasarının fazla olduğu alanlarda, ^{99m}Tc -CdS-Fe nanopartiküllerin tutulumunun daha kolay olduğu düşünülmektedir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Tahribatsız muayene yöntemlerinde yapılan araştırma ve geliştirme çalışmalarının hali hazırda sanayide kullanılan yöntemlerde zaman ve maliyet açısından büyük getiri sağlaması beklenmektedir. Aynı zamanda bu tip testlerin uygulama alanının genişletilmesi olasılığı bulunmaktadır.

Gerçekleştirdiğimiz bu çalışmada endüstride tahribatsız muayene yöntemi olarak kullanılabilecek manyetik-floresans özelliğine sahip CdS-Fe nanopartikül sentezlenmiş ve radyoişaretlemesi yapılmıştır. %96'ya yakın bağlanma verimine sahip olan radyoişaretli manyetik-floresans CdS-Fe nanopartiküller farklı boyutlardaki yüzey hasarına sahip malzeme üzerindeki hasarlı bölgelere uygulanmış olup gözlemlerimiz sonucu her bölgede farklı tutulum davranışı sergilemişlerdir.

Gözlemlenen sonuçların malzeme üzerinde daha önceden yapılan test raporuyla benzerlik gösterdiği anlaşılmıştır. Alınan sonuçlar incelendiğinde CdS-Fe nanopartiküllerin tahribatsız muayene yöntemi olarak kullanılabileceği ve uygulama alanını genişletilebileceği düşünülmektedir. İleride yapılacak çalışmalarda hasar tespiti önceden test edilmiş olan farklı endüstriyel malzemeler üzerinde kuantum dotların uygulaması planlanmaktadır.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Biju V. et al., 2008**, Semiconductor quantum dots and metal nanoparticles: syntheses, optical properties, and biological applications *Anal. Bioanal. Chem.* 391 2469–95 pp.
- Bullen, C.R. and P. Mulvaney, 2004**, Nucleation and growth kinetics of CdSe nanocrystals in octadecene. *Nano Letters*, 4(12): 2303-2307 pp.
- Chan W.C. et al., 2002**, Luminescent quantum dots for multiplexed biological detection and imaging *Curr. Opin. Biotechnol.* 13 40–6 pp.
- Chen, D.H. and S.H. Huang, 2004**, Fast separation of bromelain by polyacrylic acid- bound iron oxide magnetic nanoparticles. *Process Biochemistry*. 39(12): 2207-2211 pp.
- Dutz, S., W. Andra, R. Hergt, R. Muller, C. Oestreich, C. Schmidt, J. Topfer, M. Zeisberger, and M.E. Bellemann, 2007**, Influence of dextran coating on the magnetic behaviour of iron oxide nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 311(1): 51-54 pp.
- Esteves, A.C.C. and T. Trindade, 2002**, Synthetic studies on II/VI semiconductor quantum dots. *Current Opinion in Solid State & Materials Science*, 6(4): 347-353 pp.
- Fan, H.Y., E.W. Leve, C. Scullin, J. Gabaldon, D. Tallant, S. Bunge, T. Boyle, M.C. Wilson, and C.J. Brinker, 2005**, Surfactant-assisted synthesis of water-soluble and biocompatible semiconductor quantum dot micelles. *Nano Letters*, 5(4): 645-648 pp.
- Gao J.H. et al., 2007**, Fluorescent magnetic nanocrystals by sequential addition of reagents in a one-pot reaction: a simple preparation for multifunctional nanostructures *J. Am. Chem. Soc.* 129 11928–35 p.
- Gao X., Chan W.C. and Nie S., 2002**, Quantum-dot nanocrystals for ultrasensitive biological labeling and multicolor optical encoding *J. Biomed. Opt.* 7 532–7 p

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Guo, W.H., J.J. Li, Y.A. Wang, and X.G. Peng, 2003**, Luminescent CdSe/CdS core/shell nanocrystals in dendron boxes: Superior chemical, photochemical and thermal stability. *Journal of the American Chemical Society*, 125(13): 3901-3909 pp.
- Gupta A.K. and Gupta M., 2005**, Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications. *Biomaterials*, 26: 3995–4021 pp.
- Hellier, C.J., 2003**, *Handbook of Nondestructive Evaluation*, McGraw-Hill, 720 p.
- Hines, M.A. and P. Guyot-Sionnest, 1996**, Synthesis and characterization of strongly luminescing ZnS-Capped CdSe nanocrystals. *Journal of Physical Chemistry*, 100(2): 468-471 pp.
- Hong, X., J. Li, M.J. Wang, J.J. Xu, W. Guo, J.H. Li, Y.B. Bai, and T.J. Li, 2004**, Fabrication of magnetic luminescent nanocomposites by a layer-by-layer self- assembly approach. *Chemistry of Materials*, 16(21): 4022-4027 pp.
- Hughes S. et al., 2008**, Selective activation of mechanosensitive ion channels using magnetic particles *J. R. Soc. Interface* 5 855–63 p.
- Istvan Robel, Vaidyanathan Subramanian, Masaru Kuno, and Prashant V. Kamat, 2006**, Quantum Dot Solar Cells. Harvesting Light Energy with CdSe Nanocrystals Molecularly Linked to Mesoscopic TiO₂ Films. *J. Am. Chem. Soc.*, 128 (7): 2385–2393 pp.
- Ji, J., N. Rosenzweig, I. Jones, and Z. Rosenzweig, 2001**, Molecular oxygen-sensitive fluorescent lipobeads for intracellular oxygen measurements in murine macrophages. *Analytical Chemistry*, 73(15): 3521-3527 pp.
- Kim, J., J.E. Lee, J. Lee, J.H. Yu, B.C. Kim, K. An, Y. Hwang, C.H. Shin, J.G. Park, J. Kim, and T. Hyeon, 2006**, Magnetic fluorescent delivery vehicle using uniform mesoporous silica spheres embedded with monodisperse magnetic and semiconductor nanocrystals. *Journal of the American Chemical Society*, 128(3): 688-689 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Kim, S. and M.G. Bawendi, 2003,** Oligomeric Ligands for luminescent and stable nanocrystal quantum dots. *Journal of the American Chemical Society*, 125(48): 14652-14653 pp.
- Laurent S. et al., 2008,** Magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterizations, and biological applications *Chem. Rev.* 108 2064–110 p.
- Libert, S., V. Gorshkov, V. Privman, D. Goia, and E. Matijevic, 2003,** Formation of monodispersed cadmium sulfide particles by aggregation of nanosize precursors. *Advances in Colloid and Interface Science*, 100: 169-183 pp.
- Mandal, S.K., N. Lequeux, B. Rotenberg, M. Tramier, J. Fattaccioli, J. Bibette, and B. Dubertret, 2005,** Encapsulation of magnetic and fluorescent nanoparticles in emulsion droplets. *Langmuir*, 21(9): 4175-4179 pp.
- Mang, P. and L. Gao, 2003,** Synthesis and characterization of CdS nanorods via hydrothermal microemulsion. *Langmuir*, 19(1): 208-210 pp.
- McCarthy J.R. and Weissleder R., 2008,** Multifunctional magnetic nanoparticles for targeted imaging and therapy *Adv. Drug Deliv. Rev.* 60 1241–51 p.
- Mix, Paul E., P.E. and E.E., 2005,** Introduction to Nondestructive Testing: A Training Guide Second Edition, Wiley, 712 p.
- Muller-Schulte, D., T. Schmitz-Rode, and P. Borm, 2005,** Ultra-fast synthesis of magnetic and luminescent silica beads for versatile bioanalytical applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 293(1): 135-143 pp.
- Mulvaney, S.P., H.M. Mattoussi, and L.J. Whitman, 2004,** Incorporating fluorescent dyes and quantum dots into magnetic microbeads for immunoassays. *Biotechniques*, 36(4): 602 p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Murray, C.B. and D.J. Norris, 1993**, Synthesis and characterization of nearly monodisperse CdE (E=S, Se, Te) semiconductor. Journal of the American Chemical Society, 115(19): 8706 p.
- Onursal, M., 2007**, “Uçak Parçalarına Uygulanan Tahribatsız Muayeneler”, YTÜ Yayınları.
- Onaran, K., 2000**, Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, 383s.
- Pankhurst Q.A. et al., 2003**, Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine J. Phys. D: Appl. Phys. 36 R167–81 p.
- Park J.H. et al., 2008**, Micellar hybrid nanoparticles for simultaneous magnetofluorescent imaging and drug delivery Angew. Chem. Int. Edn Engl. 47 7284–8 p.
- Priyam, A., A. Chatterjee, S.K. Das, and A. Saha, 2005**, Synthesis and spectral studies of cysteine-capped CdS nanoparticles. Research on Chemical Intermediates, 31(7-8): 691-702 pp.
- Puzder, A., A.J. Williamson, N. Zaitseva, G. Galli, L. Manna, and A.P. Alivisatos, 2004**, The effect of organic ligand binding on the growth of CdSe nanoparticles probed by Ab initio calculations. Nano Letters, 4(12): 2361-2365 pp.
- Reiss, P., J. Bleuse, and A. Pron, 2002**, Highly luminescent CdSe/ZnSe core/shell nanocrystals of low size dispersion. Nano Letters, 2(7): 781-784 pp.
- Righini, G.C., A. Verciani, S. Pelli, M. Guglielmi, A. Martucci, J. Fick, and G. Vitrant, 1996**, Sol–gel glasses for nonlinear optics. Pure Appl. Optics, 5: 655- 666 pp.
- Salgueirino-Maceira V. et al., 2006**, Composite silica spheres with magnetic and luminescent functionalities Adv. Funct. Mater. 16 509–14 p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Sezgin Hasan Sezer, 2012,** ^{99m}Tc ile İşaretli CdSe/ZnS Kuantum Dotların Endüstride Tahribatsız Muayene Yöntemi Olarak Kullanılabilirliğinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enst., 38s.
- Shull, P.J., 2001,** Nondestructive Evaluation Theory, Techniques and Applications, The Pennsylvania State University, Pennsylvania, 876 p.
- Stephanie E. White and Maria Ana Cataluna, 2015,** Unlocking Spectral Versatility from Broadly-Tunable Quantum-Dot Lasers. Photonics, 2: 719-744 pp.
- Wang, D.S., J.B. He, N. Rosenzweig, and Z. Rosenzweig, 2004,** Superparamagnetic Fe_2O_3 Beads-CdSe/ZnS quantum dots core-shell nanocomposite particles for cell separation. Nano Letters, 4(3): 409-413 pp.
- Wang S., Jarrett B.R., Kauzlarich S.M. and Louie A.Y., 2007,** Core/shell quantum dots with high relaxivity and photoluminescence for multimodality imaging J. Am. Chem. Soc. 129 3848–56
- Winter, J.O., N. Gomez, S. Gatzert, C.E. Schmidt, and B.A. Korgel, 2005,** Variation of cadmium sulfide nanoparticle size and photoluminescence intensity with altered aqueous synthesis conditions. Colloids and Surfaces a-Physicochemical and Engineering Aspects, 254(1-3): 147-157 pp.
- Yaylalı, G., Değirmenci, S., Şirin, B. İ., 2004,** Metalurji Dergisi Sayı:136, Sayfa:3946 Demir Döküm Sektöründe Tahribatsız Muayenenin Önemi Ve Uygulamaları.
- Yılmaz Zeynep, 2014,** CdTe/CdSe Kuantum Dotlarının Tc-99m ile Radyoişaretlenerek Tahribatsız Muayene Yöntemi Olarak Kullanılabilirliğinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enst., 47s.
- Yi D.K. et al., 2005,** Silica-coated nanocomposites of magnetic nanoparticles and quantum dots J. Am. Chem. Soc. 127 4990–1 p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Young, A.G., D.P. Green, and A.J. McQuillan, 2006,** Infrared spectroscopic studies of monothiol ligand adsorption on CdS nanocrystal films in aqueous solutions. *Langmuir*, 22(26): 11106-11112 pp.
- Yu, W.W. and X.G. Peng, 2002,** Formation of high-quality CdS and other II-VI semiconductor nanocrystals in noncoordinating solvents: Tunable reactivity of monomers. *Angewandte Chemie-International Edition*, 41(13): 2368-2371 pp.
- Yun Xing and Jianghong Rao, 2008,** Quantum dot bioconjugates for in vitro diagnostics & in vivo imaging. *Cancer Biomarkers*, vol. 4: 307–319 pp.
- Zhang, H., Z. Zhou, B. Yang, and M.Y. Gao, 2003,** The influence of carboxyl groups on the photoluminescence of mercaptocarboxylic acid-stabilized CdTe nanoparticles. *Journal of Physical Chemistry B*, 2003 107(1): 8-13 pp.
- Zhang Y. et al., 2008,** Self-assembly multifunctional nanocomposites with Fe₃O₄ magnetic core and CdSe/ZnS quantum dots shell *J. Biomed. Mater. Res. A* 85A 840–6 p.

ÖZGEÇMİŞ

1988 yılında Ankara’da doğan Hakan Gürbüz, ilköğretim ve lise eğitimini İzmir’de tamamladıktan sonra 2005 yılında Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik bölümünde eğitimine başladı. 2011 yılında Fizik Bölümü’nden mezun olan Gürbüz, aynı zamanda iş güvenliği uzmanıdır. 2010’dan itibaren 3 boyutlu çizim görselleştirme ve tasarım alanında profesyonel olarak çalışan Gürbüz, ek olarak profesyonel fotoğrafçılık yapmaktadır. Halen Nevzat Sevgili Mimarlık’ta görsel tasarım ekip yöneticisi olarak çalışmaktadır. Adobe Photoshop, Illustrator, After Effects, Autodesk Autocad, 3DS Max, MATLAB programlarını etkili bir şekilde kullanabilen Gürbüz, C++, .net gibi programlama dillerine hakimdir.