

**T.C.
MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**DOKTORA TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI
FİZİKOKİMYA BİLİM DALI**

**ANTİBAKTERİYEL BOR BİLEŞİKLERİNİN
SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

Osman AGUŞ

**Danışman
Prof. Dr. Yüksel ABALI**



MANİSA-2019

**Osman
AGUŞ**

**ANTİBAKTERİYEL BOR BİLEŞİKLERİNİN
SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

2019

TEZ ONAYI

Osman AGUŞ tarafından hazırlanan "**ANTİBAKTERİYEL BOR BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**" adlı tez çalışması 25/06/2019 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Kimya Anabilim Dalı**'nda **DOKTORA TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

Danışman	Prof. Dr. Yüksel ABALI Manisa Celal Bayar Üniversitesi	
Jüri Üyesi	Prof. Dr. Mehmet ÇOPUR Bursa Teknik Üniversitesi	
Jüri Üyesi	Prof. Dr. Uğur AVCIBAŞI Manisa Celal Bayar Üniversitesi	
Jüri Üyesi	Doç. Dr. Ümran HİÇSÖNMEZ Manisa Celal Bayar Üniversitesi	
Jüri Üyesi	Dr. Öğretim Üyesi Osman ARSLAN İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi	

TAAHHÜTNAME

Bu tezin Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde, akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

Osman AGUŞ



İÇİNDEKİLER

Sayfa

İÇİNDEKİLER.....	I
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	III
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	IV
TABLO DİZİNİ.....	VIII
TEŞEKKÜR.....	IX
ÖZET.....	X
ABSTRACT.....	XI
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Bor, Bor Mineralleri, Boratlar ve Kullanım Alanları.....	3
2.1.1. Bor.....	3
2.1.2. Bor Mineralleri.....	6
2.1.2.1. Boraks (Tinkal).....	8
2.1.2.2. Kolemanit.....	8
2.1.2.3. Üleksit.....	9
2.1.2.4. Probertit.....	9
2.1.2.5. Kernit (Razorit).....	9
2.1.2.6. Hidroborasit.....	9
2.1.2.7. Pandemit.....	10
2.1.3. Metal ve Metal Boratlar.....	10
2.1.3.1. Gümüş Metali.....	10
2.1.3.2. Bakır Metali.....	11
2.1.3.3. Çinko Metali.....	12
2.1.3.4. Boratlar.....	14
2.1.3.5. Gümüş Boratlar.....	14
2.1.3.6. Bakır Boratlar.....	15
2.1.3.7. Çinko Boratlar.....	15
2.1.4. Bor Bileşiklerinin Sanayideki Genel Kullanım Alanları.....	17
2.1.4.1. Cam ve Cam Elyafı Sanayi.....	17
2.1.4.2. Temizleme Sanayi.....	18
2.1.4.3. Seramik ve Emaye Sanayi.....	18
2.1.4.4. Metalurji.....	18
2.1.4.5. Nükleer Sanayi.....	19
2.1.4.6. Tarım ve Gübre Sanayi.....	19
2.1.4.7. Yanmayı Geciktirici Maddeler.....	20
2.1.4.8. Sağlık.....	20
2.1.4.9. Tekstil.....	20
2.1.4.10. Enerji.....	20
2.1.4.11. Çimento.....	21
2.1.4.12. Ahşap Koruma.....	21
2.2. Antibakteriyel Malzemeler.....	21
2.3. Nanoteknoloji ve Nanopartiküller.....	26
2.4. Seramik Üretimi.....	27
2.4.1. Geleneksel Seramik Malzemeler.....	28
2.4.2. İleri Teknoloji Seramik Malzemeler.....	29
2.5. Taguchi Metodu	33
2.5.1. Taguchi Metodu Uygulama Adımları.....	34
2.6. Bileşiklerin Karakterizasyonu.....	37

2.6.1. XRD – X Işınları Kırınımı.....	37
2.6.2. SEM – Taramalı Elektron Mikroskobu.....	38
2.6.3. FTIR – Fourier Dönüştümlü Infrared Spektroskopisi.....	38
2.6.4. EDX – Enerji Dağılımlı X Işını Spektroskopisi.....	39
2.6.5. TGA – Termogravimetrik Analiz.....	40
2.6.6. DSC – Diferansiyel Taramalı Kalorimetre	40
2.6.7. UV – VIS Ultraviyole ve Görünür Bölge Moleküler Absorbsiyon Spektroskopisi.....	41
2.6.8. ICP-OES İndüktif Eşleşmiş Plazma- Optik Emsiyon Spektroskopisi.....	42
2.7. Katıların Kristal Yapıları ve Kristal Sistemler.....	42
 3. DENEYSEL KISIM.....	45
3.1. Materyal	45
3.2. Yöntemler.....	47
3.2.1. Gümüş Borat Sentezi.....	47
3.2.2. Bakır Borat Sentezi.....	49
3.2.3. Çinko Borat Sentezi.....	51
3.2.4. Boratların Sır Malzemesine Eklenerek Seramiğe Uygulanması.....	53
3.2.5. Seramiklerin Antibakteriyel Testleri.....	53
3.2.5.1. Esheria Coli	53
3.2.5.2. Staphylococcus Aureus.....	54
3.2.6. Mikroorganizmaların Aktifleştirilmesi	54
3.2.7. Mikroorganizmaların Standardize Edilmesi.....	54
3.2.8. Nanomalzemenin Sterilizasyonu, Antibakteriyel Aktivite.....	55
 4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	56
4.1. Gümüş Borat.....	56
4.2. Bakır Borat.....	74
4.3. Çinko Borat	91
4.4. Seramikleri Sırlama ve Fırınlama.....	108
4.5. Antibakteriyel Testler.....	112
 5. SONUÇ VE ÖNERİLER	121
KAYNAKLAR	125
ÖZGEÇMİŞ	132

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

AgNO₃	Gümüş Nitrat
BNTC	Bor Nötron Yakalama Teknolojisi
CaCO₃MgCO₃	Dolomit
2CaO.3B₂O₃.5H₂O	Kolemanit
Cu(NO₃)₂.3H₂O	Bakır Nitrat
DSC	Diferansiyel Taramalı Kalorimetre
EDX	Enerji Dağılımlı X Işını Spektroskopisi
E. Coli	Escherichia Coli Bakterileri
FTIR	Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi
HCl	Hidroklorik Asit
HNO₃	Nitrik Asit
H₂SO₄	Sülfürik Asit
ICP-OES	İndüktif Eşleşmiş Plazma- Optik Emsiyon Spektroskopisi
MgCO₃	Magnezit
MHB	Muller Hinton Broth
Na₂B₄O₇.10H₂O	Boraks- (Disodyum Tetra Borat Dekahidrat)
NB	Nutrient Broth Besiyeri
S. Aureus	Staphylococcus Aureus bakterileri
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TGA	Termogravimetrik Analiz
UV-VIS	Ultraviyole ve Görünür Bölge Moleküler Absorbsiyon Spektroskopisi
XRD	X Işınları Kırınımı
Zn(NO₃)₂.6H₂O	Çinko Nitrat
ZnS	Çinko Sülfür

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.7.1	Kristal kafes sisteminin birim hücre yapısı.....	43
Şekil 3.1.1.	Karakterizasyon çalışmalarında kullanılan cihazlar.....	46
Şekil 3.2.1.1	Gümüş Borat'ın sentez basamakları.....	47
Şekil 3.2.2.1	Bakır Borat'ın sentez basamakları.....	49
Şekil 3.2.3.1	Çinko Borat'ın sentez basamakları.....	51
Şekil 3.2.4.1	(a) Ham sır malzemesine ağırlıkça %1 borat ekleme.....	53
	(b) 1x1 seramik üzerine uygulama.....	53
	(c) Fırınlama sonrası seramik görüntüleri.....	53
Şekil 4.1.1.	Gümüş Borat (AgB1) XRD analizi (45 °C, mol oranı 1/2, 2 saat)	60
Şekil 4.1.2.	Gümüş Borat (AgB2) XRD analizi (45 °C, mol oranı, 1/1.5, 4 saat) ...	60
Şekil 4.1.3.	Gümüş Borat (AgB3) XRD analizi (45 °C, mol oranı, 1/1, 8 saat)	60
Şekil 4.1.4.	Gümüş Borat (AgB4) XRD analizi (45 °C, mol oranı 2/1, 12 saat)	60
Şekil 4.1.5.	Gümüş Borat (AgB5) XRD analizi (60 °C, mol oranı 1/1.5, 2 saat)	60
Şekil 4.1.6.	Gümüş Borat (AgB6) XRD analizi (60 °C, mol oranı 1/2, 4 saat)	60
Şekil 4.1.7.	Gümüş Borat (AgB7) XRD analizi (60 °C, mol oranı 2/1, 8 saat)	60
Şekil 4.1.8.	Gümüş Borat (AgB8) XRD analizi (45 °C, mol oranı 1/1, 12 saat)	60
Şekil 4.1.9.	Gümüş Borat (AgB9) XRD analizi (75 °C, mol oranı 1/1, 2 saat)	61
Şekil 4.1.10.	Gümüş Borat (AgB10) XRD analizi (75 °C, mol oranı 2/1, 4 saat)	61
Şekil 4.1.11.	Gümüş Borat (AgB11) XRD analizi (75 °C, mol oranı 1/2, 8 saat)	61
Şekil 4.1.12.	Gümüş Borat (AgB12) XRD analizi (45 °C, mol oranı 1/1.5, 12 saat)...	61
Şekil 4.1.13.	Gümüş Borat (AgB13) XRD analizi (90 °C, mol oranı 2/1, 2 saat)	61
Şekil 4.1.14.	Gümüş Borat (AgB14) XRD analizi (90 °C, mol oranı 1/1, 4 saat)	61
Şekil 4.1.15.	Gümüş Borat (AgB15) XRD analizi (90 °C, mol oranı 1/1.5, 8 saat)...	61
Şekil 4.1.16.	Gümüş Borat (AgB16) XRD analizi (90 °C, mol oranı 1/2, 12 saat)....	61
Şekil 4.1.17.	Literatürdeki Gümüş Borat ve deneysel AgB13 ürün karşılaştırmalı XRD analizi.....	62
Şekil 4.1.18.	45 °C de mol oranlarına göre Gümüş Borat oluşumu (XRD).....	62
Şekil 4.1.19.	60 °C de mol oranlarına göre Gümüş Borat oluşumu (XRD).....	63
Şekil 4.1.20.	75 °C de mol oranlarına göre Gümüş Borat oluşumu (XRD).....	63
Şekil 4.1.21.	90 °C'de mol oranlarına göre Gümüş Borat oluşumu (XRD).....	64
Şekil 4.1.22.	Gümüş Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Ag ⁺ / B ₂ O ₃ mol oranı 1/2 (XRD).....	64
Şekil 4.1.23.	Gümüş Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Ag ⁺ / B ₂ O ₃ mol oranı 1/1,5 (XRD).....	65
Şekil 4.1.24.	Gümüş Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Ag ⁺ / B ₂ O ₃ mol oranı 1/1 (XRD).....	65
Şekil 4.1.25.	Gümüş Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Ag ⁺ / B ₂ O ₃ mol oranı 2/1 (XRD).....	66
Şekil 4.1.26.	Gümüş Borat oluşumuna zaman ve sıcaklığın etkisi Ag ⁺ / B ₂ O ₃ mol oranı 2/1 (XRD).....	66
Şekil 4.1.27.	Sentezlenen AgB13'ün SEM görüntüleri a)5 µm b) 10 µm.....	67
Şekil 4.1.28.	Sentezlenen AgB16'nın SEM görüntüleri a)10 µm b) 100 µm...	68
Şekil 4.1.29.	Sentezlenen AgB13'ün parçacık boyutu dağılımları.....	69
Şekil 4.1.30.	Sentezlenen AgB16'nın parçacık boyutu dağılımları.....	69
Şekil 4.1.31.	Sentezlenen AgB13'ün FTIR spektrumu.....	70
Şekil 4.1.32.	Sentezlenen AgB16'nın FTIR spektrumu	70
Şekil 4.1.33.	Sentezlenen AgB13'ün EDX spektrumu	71
Şekil 4.1.34.	Sentezlenen AgB13'ün termogramı.....	71

Şekil 4.1.35. Sentezlenen AgB13'ün UV-VIS spektrumu.....	72
Şekil 4.1.36. TGA ile 1000 °C'ye çıkmış Gümüş Boratın XRD analizi.....	72
Şekil 4.1.37. Gümüş Borat eklenmiş sırlı seramiğin mukavemet grafiği.....	73
Şekil 4.2.1. Bakır Borat (CuB1) XRD analizi (45 °C, mol oranı 1/2, 2 saat)	78
Şekil 4.2.2. Bakır Borat (CuB2) XRD analizi (45 °C, mol oranı, 1/1.5, 4 saat)	78
Şekil 4.2.3. Bakır Borat (CuB3) XRD analizi (45 °C, mol oranı, 1/1, 8 saat)	78
Şekil 4.2.4. Bakır Borat (CuB4) XRD analizi (45 °C, mol oranı 2/1, 12 saat).....	78
Şekil 4.2.5. Bakır Borat (CuB5) XRD analizi (60 °C, mol oranı 1/1.5, 2 saat).....	78
Şekil 4.2.6. Bakır Borat (CuB6) XRD analizi (60 °C, mol oranı 1/2, 4 saat).....	78
Şekil 4.2.7. Bakır Borat (CuB7) XRD analizi (60 °C, mol oranı 2/1, 8 saat).....	78
Şekil 4.2.8. Bakır Borat (CuB8) XRD analizi (45 °C, mol oranı 1/1, 12 saat).....	78
Şekil 4.2.9. Bakır Borat (CuB9) XRD analizi (75 °C, mol oranı 1/1, 2 saat).....	79
Şekil 4.2.10. Bakır Borat (CuB10) XRD analizi (75 °C, mol oranı 2/1, 4 saat).....	79
Şekil 4.2.11. Bakır Borat (CuB11) XRD analizi (75 °C, mol oranı 1/2, 8 saat).....	79
Şekil 4.2.12. Bakır Borat (CuB12) XRD analizi (45 °C, mol oranı 1/1.5, 12 saat)...	79
Şekil 4.2.13. Bakır Borat (CuB13) XRD analizi (90 °C, mol oranı 2/1, 2 saat).....	79
Şekil 4.2.14. Bakır Borat (CuB14) XRD analizi (90 °C, mol oranı 1/1, 4 saat).....	79
Şekil 4.2.15. Bakır Borat (CuB15) XRD analizi (90 °C, mol oranı 1/1.5, 8 saat).....	79
Şekil 4.2.16. Bakır Borat (CuB16) XRD analizi (90 °C, mol oranı 1/2, 12 saat).....	79
Şekil 4.2.17. Literatürdeki Bakır Borat ve deneysel CuB13 ürünün karşılaştırmalı XRD analizi	80
Şekil 4.2.18. 45 °C de mol oranlarına göre Bakır Borat oluşumu (XRD).....	80
Şekil 4.2.19. 60 °C de mol oranlarına göre Bakır Borat oluşumu (XRD).....	81
Şekil 4.2.20. 75 °C de mol oranlarına göre Bakır Borat oluşumu (XRD).....	81
Şekil 4.2.21. 90 °C'de mol oranlarına göre Bakır Borat oluşumu (XRD).....	82
Şekil 4.2.22. Bakır Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Cu ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 1/2 (XRD).....	82
Şekil 4.2.23. Bakır Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Cu ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 1/1,5 (XRD).....	83
Şekil 4.2.24. Bakır Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Cu ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 1/1 (XRD).....	83
Şekil 4.2.25. Bakır Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Cu ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 2/1 (XRD).....	84
Şekil 4.2.26. Bakır Borat oluşumuna zaman ve sıcaklığın etkisi Cu ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 2/1 (XRD).....	84
Şekil 4.2.27. Sentezlenen CuB13'ün SEM görüntüleri a)5 µm b) 10 µm.....	85
Şekil 4.2.28. Sentezlenen CuB16'nın SEM görüntüleri a)10 µm b) 100 µm...	86
Şekil 4.2.29. Sentezlenen CuB13'ün parçacık boyutu dağılımları.....	87
Şekil 4.2.30. Sentezlenen CuB13'ün FTIR spektrumu.....	87
Şekil 4.2.31. Sentezlenen CuB16'nın FTIR spektrumu	88
Şekil 4.2.32. Sentezlenen CuB13'ün EDX spektrumu	88
Şekil 4.2.33. Sentezlenen CuB13'ün termogramı.....	89
Şekil 4.2.34. Sentezlenen CuB13'ün UV-VIS spektrumu.....	89
Şekil 4.2.35. TGA ile 1000 °C'ye çıkmış Bakır Boratın XRD analizi.....	90
Şekil 4.2.36. Bakır Borat eklenmiş sırlı seramiğin mukavemet grafiği	90
Şekil 4.3.1. Çinko Borat (ZnB1) XRD analizi (45 °C, mol oranı 1/2, 2 saat)	95
Şekil 4.3.2. Çinko Borat (ZnB2) XRD analizi (45 °C, mol oranı, 1/1.5, 4 saat).....	95
Şekil 4.3.3. Çinko Borat (ZnB3) XRD analizi (45 °C, mol oranı, 1/1, 8 saat).....	95
Şekil 4.3.4. Çinko Borat (ZnB4) XRD analizi (45 °C, mol oranı 2/1, 12 saat).....	95
Şekil 4.3.5. Çinko Borat (ZnB5) XRD analizi (60 °C, mol oranı 1/1.5, 2 saat).....	95

Şekil 4.3.6. Çinko Borat (ZnB6) XRD analizi (60 °C, mol oranı 1/2, 4 saat).....	95
Şekil 4.3.7. Çinko Borat (ZnB7) XRD analizi (60 °C, mol oranı 2/1, 8 saat).....	95
Şekil 4.3.8. Çinko Borat (ZnB8) XRD analizi (45 °C, mol oranı 1/1, 12 saat).....	95
Şekil 4.3.9. Çinko Borat (ZnB9) XRD analizi (75 °C, mol oranı 1/1, 2 saat).....	96
Şekil 4.3.10. Çinko Borat (ZnB10) XRD analizi (75 °C, mol oranı 2/1, 4 saat).....	96
Şekil 4.3.11. Çinko Borat (ZnB11) XRD analizi (75 °C, mol oranı 1/2, 8 saat).....	96
Şekil 4.3.12. Çinko Borat (ZnB12) XRD analizi (45 °C, mol oranı 1/1.5,12 saat)....	96
Şekil 4.3.13. Çinko Borat (ZnB13) XRD analizi (90 °C, mol oranı 2/1, 2 saat).....	96
Şekil 4.3.14. Çinko Borat (ZnB14) XRD analizi (90 °C, mol oranı 1/1, 4 saat).....	96
Şekil 4.3.15. Çinko Borat (ZnB15) XRD analizi (90 °C, mol oranı 1/1.5, 8 saat).....	96
Şekil 4.3.16. Çinko Borat (ZnB16) XRD v (90 °C, mol oranı 1/2, 12 saat).....	96
Şekil 4.3.17. Literatürdeki Çinko Borat ve deneysel ZnB13 ürünün karşılaştırmalı XRD analizi	97
Şekil 4.3.18. 45 °C de mol oranlarına göre Çinko Borat oluşumu (XRD).....	97
Şekil 4.3.19. 60 °C de mol oranlarına göre Çinko Borat oluşumu (XRD).....	98
Şekil 4.3.20. 75 °C de mol oranlarına göre Çinko Borat oluşumu (XRD).....	98
Şekil 4.3.21. 90 °C’de mol oranlarına göre Çinko Borat oluşumu (XRD).....	99
Şekil 4.3.22. Çinko Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Zn ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 1/2 (XRD).....	99
Şekil 4.3.23. Çinko Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Zn ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 1/1,5 (XRD).....	100
Şekil 4.3.24. Çinko Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Zn ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 1/1 (XRD).....	100
Şekil 4.3.25. Çinko Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Zn ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 2/1 (XRD).....	101
Şekil 4.3.26. Çinko Borat oluşumuna zaman ve sıcaklığın etkisi Zn ⁺² / B ₂ O ₃ mol oranı 2/1 (XRD).....	101
Şekil 4.3.27. Sentezlenen ZnB13’ün SEM görüntüleri a)5 µm b) 10 µm.....	102
Şekil 4.3.28. Sentezlenen ZnB16’nın SEM görüntüleri a)10 µm b) 100 µm...	103
Şekil 4.3.29. Sentezlenen ZnB16’nın parçacık boyutu dağılımları.....	104
Şekil 4.3.30. Sentezlenen ZnB13’ün FTIR spekturmu.....	104
Şekil 4.3.31. Sentezlenen ZnB16’nın FTIR spekturmu	105
Şekil 4.3.32. Sentezlenen ZnB13’ün EDX analizi	105
Şekil 4.3.33. Sentezlenen ZnB13’ün termogramı.....	106
Şekil 4.3.34. Sentezlenen ZnB13’ün UV-VIS spektrumu.....	106
Şekil 4.3.35. TGA ile 1000 °C’ye çıkmış Çinko Boratın XRD analizi	107
Şekil 4.3.36. Çinko Borat eklenmiş sırlı seramiğin mukavemet grafiği	107
Şekil 4.4.1. Ham sır (katkısız) malzemesi ile üretilen seramik	109
Sır malzemesine %1 Boraks eklenerek üretilen seramik	109
Sır malzemesine % 1 Gümüş Nitrat eklenerek üretilen seramik...	109
Şekil 4.4.2. Sır malzemesine % 1 ve %2 Bakır Nitrat eklenerek üretilen seramik.....	110
Şekil 4.4.3. Sır malzemesine % 1 ve %4 Çinko Nitrat eklenerek üretilen seramik	110
Şekil 4.4.4. Sır malzemesine % 0,25-%0,5 ve %1 Gümüş Borat eklenerek üretilen seramik.....	110
Şekil 4.4.5. Sır malzemesine % 1-%1,5-%2 ve %3 Bakır Borat eklenerek üretilen seramik	111
Şekil 4.4.6. Sır malzemesine % 1-%1,5-%2 ve %4 Çinko Borat eklenerek üretilen seramik	111

Şekil 4.5.1. %1 Borat eklenen seramiklerin S. Aureus bakteri testi.....	115
Şekil 4.5.2. %1 Borat eklenen seramiklerin E. Coli bakteri testi.....	115
Şekil 4.5.3. AgB13 eklenen seramiklerin S. Aureus bakteri testi.....	116
Şekil 4.5.4. AgB13 eklenen seramiklerin E. Coli bakteri testi.....	116
Şekil 4.5.5. CuB13 eklenen seramiklerin S. Aureus bakteri testi.....	117
Şekil 4.5.6. CuB13 eklenen seramiklerin E. Coli bakteri testi.....	117
Şekil 4.5.7. ZnB13 eklenen seramiklerin S. Aureus bakteri testi.....	118
Şekil 4.5.8. ZnB13 eklenen seramiklerin E. Coli bakteri testi.....	118
Şekil 4.5.9. Hammadde eklenen seramiklerin S. Aureus bakteri testi.....	119
Şekil 4.5.10. Hammadde eklenen seramiklerin E. Coli bakteri testi.....	119
Şekil 4.5.11. Boratların her iki bakteri türünün gelişim kinetiği üzerine etkisi.....	120



TABLO DİZİNİ**Sayfa**

Tablo 2.1.2.1. Önemli Bor mineralleri.....	7
Tablo 2.1.2.2. Dünya Bor rezervlerinin dağılımı	7
Tablo 2.1.2.3. Türkiye Bor rezervlerinin dağılımı.....	8
Tablo 2.1.3.1. Anorganik Borat bileşikleri ve kullanım alanları.....	17
Tablo 2.5.1. Taguchi ile tam faktöriyel tasarım deney sayısı bakımından arasındaki fark.....	34
Tablo 2.5.1.1. Taguchi ortogonal dizi seçim tablosu.....	35
Tablo 2.6.3.1. Borat bileşiklerinin karakteristik bantları.....	39
Tablo 2.7.1. Kristal sistemler ve birim hücre yapıları.....	44
Tablo 3.2.1.1. Gümüş Borat sentezinde kullanılan parametreler.....	48
Tablo 3.2.2.1. Bakır Borat sentezinde kullanılan parametreler.....	50
Tablo 3.2.3.1. Çinko Borat sentezinde kullanılan parametreler.....	52
Tablo 4.1.1. Süzüntüdeki Ag ve B miktarları ile ortam pH'ı.....	59
Tablo 4.2.1. Süzüntüdeki Cu ve B miktarları ve ortam pH'ı.....	77
Tablo 4.3.1. Süzüntüdeki Zn ve B miktarları ve ortam pH'ı.....	93
Tablo 4.4.1. Seramiklerin fırınlanma sürecindeki sıcaklık aralığı.....	109

TEŞEKKÜR

Çalışmamın her aşamasında bana destek olan, bilgi ve deneyimleri ile yol gösteren danışman hocam Sayın Prof. Dr. Yüksel ABALI'ya, bilgi ve tecrübesi ile her yönden yardımcı olan, tecrübeleri ile beni aydınlatan ve desteğini hiç eksik etmeyen İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyesi sevgili hocam Sayın Dr. Osman ARSLAN'a, Antibakteriyel test çalışmaları için desteklerini ve yardımlarını esirgemeyen Ankara Hacı Bayram Veli Üniversitesi Polatlı Fen Edebiyat Fakültesi Biyoloji Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Doç. Dr. Nalan Oya SAN KESKİN'e, bu süreçte desteğini hiç esirgemeyen ve hep yanımda olan eşim Emine AGUŞ'a yürekten teşekkür ederim.

Bu çalışma Celal Bayar Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinatörlüğü tarafından desteklenmiş (Proje No.2014-152) olup, katkılarından dolayı BAP Koordinatörlüğüne teşekkürü bir borç bilirim.

Osman AGUŞ
Manisa, 2019

ÖZET

Doktora Tezi

ANTİBAKTERİYEL BOR BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

Osman AGUŞ

Manisa Celal Bayar Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Yüksel ABALI

Bu çalışmada, antibakteriyel özellik gösteren bor bileşiklerinin sentezi, karakterizasyonu ve seramik üzerine uygulamaları araştırılmıştır. Sentezlemeyi hedeflediğimiz Gümüş Borat, Bakır Borat ve Çinko Borat bileşikleri için proje kapsamında gerekli reaksiyon malzemeleri olan Gümüş Nitrat (AgNO_3), Bakır Nitrat $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, Çinko Nitrat $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve Disodyum Tetraborat Dekahidrat (Boraks) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) piyasadan temin edildi. Ayrıca ham seramik ve sır malzemeleri de Manisa'da faaliyet gösteren Matel Hammadde San. Tic. A.Ş. Serel Seramik Fabrikasından temin edildi.

Metal Boratlar; sulu ortamda geri soğutucu düzeneğinde, Nitrat Tuzlarının ve Boraksın 4 farklı Sıcaklık, Mol Oranı, Zaman ve Karıştırma Hızında reaksiyona sokularak sentezlendi. Sentezlenen ürünlerin X Işını Difraksiyonu (XRD), Termogravimetrik Analiz (TGA), Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR), Enerji Dağılımlı X Işını Spektroskopisi (EDX), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Ultraviyole ve Görünür Bölge Spektrofotometresi (UV-VIS) ve İndüktif Eşleşmiş Plazma Spektroskopisi (ICP-OES) ile yapıları karakterize edildi.

Daha sonra, sentezlenen borat bileşikleri Serel Seramik A.Ş.den temin edilen ham sır malzemesine %1 oranında eklenerek, 1x1 cm boyutlarında hazırlan seramik parçalarına uygulandı ve belirli bir sıcaklık aralığında fırınladı. Fırınlanan seramik parçaları, Ankara Hacı Bayram Üniversitesi Polatlı Fen Edebiyat Fakültesi Biyoloji Bölümünde Staphylococcus aureus(S.a.) - Escherichia coli (E.c) bakteri ekimleri yapılarak antibakteriyel özellikleri incelendi.

Elde edilen sonuçlara göre; Borat Bileşiklerinin, Nitrat/Boraks mol oranı 2/1 ve 90 °C de en iyi sentezlendiği görüldü. Bu koşullarda sentezlenen Borat Bileşiklerinin eklendiği sırrın uygulandığı seramik parçaları antibakteriyel özellikler göstermiştir.

Anahtar kelimeler: Antibakteriyel Bileşikler, Gümüş Borat, Nanoparçacıklar, Seramik Sırrı, Antibakteriyel Seramikler

2019

ABSTRACT

PhD Thesis

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ANTIBACTERIAL BORON COMPOUNDS

Osman AGUŞ

**Manisa Celal Bayar University
Graduate School of Applied and Natural Sciences
Department of Chemistry**

Supervisor: Prof. Dr. Yüksel ABALI

In this study; synthesis, characterization and applications of boron compounds with antibacterial properties on ceramics were investigated. Silver Nitrate (AgNO_3), Copper Nitrate $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, Zinc Nitrate $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and Disodium Tetraborate Decahydrate (Borax) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) were provided from the market for synthesis Silver Borate, Copper Borate and Zinc Borate Compounds. In addition, raw ceramics and glaze materials were provided from Matel Hammadde San. Tic. A.Ş Serel in Manisa.

The borates were synthesized by reacting the nitrate salts and the borax which prepared in the aqueous medium. Reactions were occurred in the reflux reactor by changing the 4 different parameters of temperature, mole ratio, time and mixing speed. Properties of the synthesized products were characterized by X-Ray Diffraction (XRD), Thermogravimetric Analysis (TGA), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Fourier Transform Infrared (FTIR), Energy Dispersive X Ray Spectroscopy (EDX), Scanning Electron Microscopy (SEM), UV Visible Absorption (UV-VIS) and Inductive Coupled Plasma Spectroscopy (ICP-OES).

Then, the synthesized borate compounds were added to different pieces of raw glaze obtained from Serel Seramik A.Ş., applied to the pieces of ceramics prepared in 1x1 cm dimensions and baked in a certain temperature regime. The baked ceramic fragments were examined for their antibacterial properties by staphylococcus aureus (Escherichia coli) - Escherichia coli (E.c) bacteria cultivation at the Department of Biology of Polatlı Faculty of Science and Letters, in Gazi University.

According to the results obtained; Borate Compounds are synthesized Nitrate / Borax molar ratio 2/1 and at 90 °C at optimum condition. The ceramic fragments exhibited antibacterial properties.

Key words: Antibacterial Compounds, Silver Borate, Nanoparticles, Ceramic Sludge, Antibacterial Ceramics

2019

1. GİRİŞ

Boratlar, borik asidin tuzları olarak tanımlanır ve Borik Oksit(B_2O_3) içerirler [1]. Boratlar çeşitli yöntemler ile sentezlenebilir. Gümüş Borat; gümüş nitrat tuzunun ve boraksın sulu çözeltilerinin reaksiyonu sonucu sentezlenirken [2], Çinko Borat; borik asit ve çinko oksit [3,4] ile boraks ve çinko nitrattan [5] sentezlenir. Bakır Borat ise bakır nitrat ve boraksın sulu çözeltilerinin çöktürülmesi [6] ve borax ile bakır sülfat çözeltilerinin fosfat ester ortamında reaksiyonundan [7] sentezlenir.

Dünyada her geçen gün artan sağlık problemleri bilim adamlarının çalışmalarını bu alana çevirmektedir. Bilinçli tüketicilerin sağlık dostu ürünlere karşı ilgileri artmakta, bu ürünlerin üretimi ve kullanılması her geçen gün artmaktadır. Medikal aletlerde, sağlık sektöründe, tekstilde, gıda paketlenme ürünlerinde, vitrifiye ve seramik endüstrisinde olmak üzere farklı birçok alanda kullanılmaya başlanmıştır [8].

Ag^{+1} , Cu^{+2} , Zn^{+2} gibi bazı metal iyonları bakterilerin yapısına girerek metabolizmalarını bozarak bakterileri etkisiz hale getirmektedir[9]. Antibakteriyel sırlar, içerisine antibakteriyel etki gösteren Gümüş (Ag), Çinko (Zn) ve Bakır (Cu) iyonlarının uygun koşullarda eklenmesi ile elde edilmektedir [10].

Seramik sanayisinde kullanılan sırlar, borat ve silikat bileşimleri karışımıdır. Kaplayıcı bir tabaka sağlayacak şekilde hazırlanan sırlar, asit ve sularda çözünmeye karşı direnç, sıyrılmalara karşı dayanıklılık, su geçirgenliğinin olmaması gibi bir takım özellikleri taşımaları gerekmektedir.

Sırlar için hammaddeler molekül formülleri düşünülerek sınıflandırıldığında;

- Borat ve silikat bileşikler içeren ve camsı maddeler oluşturması için SiO_2 ve B_2O_3 ile eriyerek bileşime bazik oksitleri sağlayan maddeler
- Al_2O_3 sağlayan maddeler
- B_2O_3 ve SiO_2 sağlayan maddeler olarak sınıflandırabiliriz.

Bütün bu maddelere kristalleştiriciler, opaklaştırıcılar, ya da renklendiriciler gibi özellikli katkı maddeleri de eklenebilir [11].

Bu alıřmada Antibakteriyel zellik gsteren Gmř, Bakır ve inko'nun 4 farklı parametre (Sıcaklık, Mol Oranı, Zaman ve Karıřtırma Hızı) denenerek Gmř Borat, Bakır Borat ve inko Borat sentezinin optimum kořulları belirlendi. Daha sonra sentezlenen rnler ilk olarak %1 oranında seramik sırrına eklendi, fırınlandı ve antibakteriyel testler uygulanarak antibakteriyel zellik gsterdięi grld. Son olarak, sentezlenen rnler %1 den farklı oranlarda sır malzemesine eklenerek en iyi antibakteriyel zellik gsterdięi kořullar belirlendi.



2. GENEL BİLGİLER

2.1. Bor, Bor Mineralleri, Boratlar ve Kullanım Alanları

2.1.1. Bor

Periyodik cetvelde B simgesi ile gösterilen Bor'un, Atom Numarası 5, Atom Ağırlığı 10,81 dir. Metalle ametal arası yarı iletken özelliğine sahip bir elementtir. Periyodik tablonun II. periyot 3A grubundaki ilk ve en hafif elementidir. Temel elektron dizilişi $1s^2 2s^2 2p^1$ şeklindedir. Elmaştan sonra ametaller arasında elektropozitifliği en yüksek olan element Bor'dur [12].

Borun izotopları ^8B , ^{10}B , ^{11}B , ^{12}B , ^{13}B şeklinde sıralanabilir. İzotoplarından en kararlıları ^{10}B ve ^{11}B dir. Bu izotoplarından ^{10}B doğada % 19,1-20,3 arasında bulunurken, ^{11}B izotopu % 79,7-80,9 arasında bulunmaktadır. İzotoplarından ^{10}B , yüksek termal nötron tutma özelliğine sahiptir. Bundan dolayı nükleer enerji santrallerinde ve nükleer malzemelerin yapımında kullanılmaktadır. Türkiye'de de ^{10}B izotop oranı yüksek bor mineralleri bulunmaktadır.

Bor, yoğunluğu $2,34 \text{ g/cm}^3$ olan, 2200°C de eriyen ve bu eriyen kütle soğutulduğunda oldukça sert ve kırılğan bir ürünün elde edildiği bir elementtir. Oda sıcaklığında zayıf bir iletkendir ancak sıcaklığı artırıldığında iletkenliği de çok artmaktadır. Sıvı bor 2550°C 'de kaynar. Bor havada ısıtıldığında, yeşil alevle yanarak bor oksit (B_2O_3) meydana gelir [13].

Bor'un çeşitli metal veya ametal elementlerle yaptığı bileşikler çok farklı özellikler göstermektedir, bu yüzden bor bileşiklerinin birçok endüstride kullanılır. Bor, bileşiklerinde metal dışı bileşikler gibi davranır. Ancak saf bor, karbon gibi elektriği iletir.

Bor saf element olarak ilk defa, Fransız kimyacılar J.L. Gay-Lussac ve Baron L.J. Thenard ile İngiliz kimyacı H. Davy tarafından 1808 yılında sentezlenmiştir. Bor, amorf ve kristalin polimorf olmak üzere, farklı allotropik yapılarda bulunur. Kristalin polimorflardan en çok çalışılan yapılar Alfa ve beta

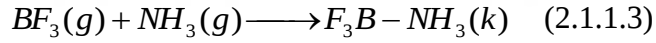
rombohedral yapılardır. Alfa rombohedral yapılar, 1200 °C'nin üzerinde bozulur ve 1500 °C'de beta rombohedral yapı oluşturur. Amorf yapı yaklaşık 1000 °C'nin üzerinde beta rombohedrale dönüşür. Bor ergime noktasının üzerinde ısıtılıp tekrar kristalleştirildiğinde beta rombohedral yapıya dönüşür.

Bor florür, bor oksit ve hidrojen florürün reaksiyonundan elde edilir. Sentezlenen bor florür suda hidroliz olur.

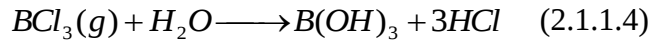


Bor florür, halojen tuzlarının tersinir bir asit florürü gibi davranır. Bu reaksiyon, bor elementinin ametal yapıya sahip bir element olarak kabul edilmesini sağlayan bir reaksiyondur.

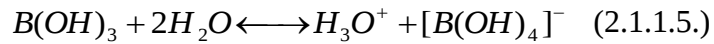
Borun; azot, oksijen ve diğer halojenler ile yaptığı bileşikler de önemlidir. Bor halojenürler ile BX_3 yapısını oluşturur. Bu yapılar Lewis asidi olarak davranır.



Bor halojenürler hidroliz olurlar.



Borik Asit; Borun, oksijenli bileşikler ile yaptığı en basit bileşiktir $[B(OH)_3]$. Zayıf bir asit olan borik asit proton transfer reaksiyonlarında Bronsted asidi olarak hareket eder.



Borik asit, alkollerle reaksiyona girince borat esterlerini oluşturur. Sülfürik asidin su çekici özelliğinin olması nedeniyle, reaksiyonun ürünler yönüne gitmesini sağlar.

Bor ile azot ile reaksiyona girmeye yatkındır. Bor nitrür (BN), bor oksidin (B_2O_3) amonyakla (NH_3) yüksek sıcaklıkta reaksiyonu sonucu elde edilen Azotlu bir bileşiktir.



Norbid, diğer adı borkarbür (CB_4) olan oldukça sert bir malzeme olup zımpara taşı olarak kullanılmaktadır. Bu bileşik, bor ve karbonun elektrikli fırında reaksiyonu sonucu elde edilir.

Asidik oksit içeren Borlu bileşikler, metallerin lehimlenmesinde ve lehimden önce oksit tabakasının temizlenmesinde kullanılır.

Bor hidrojen ile reaksiyona girdiğinde hidroboran bileşikleri oluşmaktadır. Bunun yanında BH_3 bileşikleri henüz elde edilmemekle birlikte, B_2H_6 , B_4H_{10} , B_6H_{10} , B_5H_{11} , $B_{10}H_{14}$ gibi bileşikler bulunmaktadır. Bu yapılara boran denir. Bu bileşikler çok yüksek yanma ısılarına sahiptirler ve yanma hızları çok fazladır. B_2H_6 gaz, B_5H_9 sıvı, $B_{10}H_{14}$ ise katıdır. Boranların B_nH_{n+4} yapısında olanları dayanıklıdır. Bu bileşiklerin farklı türevleri roket ve jet motorlarında yüksek enerji sağlayan yakıt olarak kullanılmaktadır.

Kimya laboratuvarlarında cam malzeme olarak kullanılan pyrex malzemeler camdan yapılmaktadır. Bu malzemelerin imalatında, silikat içerikli bor bileşikleri kullanılmaktadır. Bor bileşiklerinin seramik sanayisinde ve polimer kimyasında da önemli bir yeri vardır. Seramik yapımında kullanılan bor nitrür başta olmak üzere birçok bor bileşiklerinin kullanımı önemli bir yer tutmaktadır.

Polimerik bor bileşikler, farklı maddelerle reaksiyona giren bor monomerlerinin sentezlendikten sonra polimerleştirilmesi ile sentezlenmektedir.

Literatür çalışmaları incelendiğinde daha çok bor içerikli alkenli polimerlere ve borlu bileşiklerin kendisiyle oluşturduğu polimerlere rastlanılmaktadır [14]. Bor ayrıca fosfor, kükürt ve silisyum ile de reaksiyona girerek çeşitli doğrusal ve halkalı bileşikler oluşturmaktadır.

Bor'un Titanyum ve Kadmiyum gibi bazı geiş metalleri ile verdikleri bileşikler de bulunmaktadır [15].

Bor, yeryüzünde yaygın olarak en ok bulunan 51. elementtir. Bor doğada serbest olarak bulunmaz. Yeryüzünde 230 civarında bor minerali olduğu bilinmektedir. Turmalin yaygın olarak bulunan bor minerallerinden bir tanesi olup içeriğinde %10'a kadar bor içerebilmektedir. Alkali ve toprak alkali bor minerallerinden olan tinkal ($\text{Na}_4\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), kernit ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), kolemanit ($\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ve üleksit ($\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) sanayide kullanılan minerallerden bazılarıdır. Ticari maden rezervleri Dünya genelinde sınırlı olup en ok rezerve Türkiye ve ABD sahiptir.

Borun kimyasal özellikleri, morfolojik yapısına ve tane büyüklüğüne bağlıdır. Mikron boyutlarındaki amorf bor daha kolay reaksiyona girerken kristal yapıdaki bor kolay reaksiyon vermez. Bor ve suyun yüksek sıcaklıkta reaksiyonu sonucu borik asit oluşurken, mineral asitleri ile reaksiyonunda, sıcaklığa ve derişime bağlı olarak patlayıcı olabilir ve ana ürün olarak borik asit oluşur [16].

2.1.2. Bor Mineralleri

Dünyada en ok bor rezervleri Türkiye, Rusya ve ABD'de olup dünyadaki ticari bor rezervleri 4 bölgede toplanmıştır. Bu bölgeler; ABD'nin güneyinde bulunan Mojave ölü, Güney Amerika'da bulunan And Kemer, Türkiye de bulunan Güney-Orta Asya Kemer ve Doğu Rusya'dır [17,18]. Dünyadaki önemli Bor Mineralleri ve Bor içeriğı Tablo 2.1.2.1 de verilmiştir. Dünya Bor rezervleri de 2.1.2.2 de verilmiştir.

Tablo 2.1.2.1 Önemli Bor mineralleri [16].

ADI	FORMÜLÜ	% B ₂ O ₃
Tinkal(ham boraks)	Na ₂ O.2B ₂ O ₃ .10 H ₂ O (Na ₂ B ₄ O ₇ .10H ₂ O)	36,6
Tinkalkonit	Na ₂ O.2 B ₂ O ₃ .5 H ₂ O (Na ₂ B ₄ O ₇ .5H ₂ O)	47,8
Kernit	Na ₂ O.2 B ₂ O ₃ .4 H ₂ O (Na ₂ B ₄ O ₇ .4H ₂ O)	51,0
Üleksit	Na ₂ O.2CaO.5B ₂ O ₃ .16H ₂ O(Na ₂ Ca ₂ B ₁₀ O ₁₈ .16H ₂ O)	43,0
Kolemanit	2CaO.3 B ₂ O ₃ .5 H ₂ O (Ca ₂ B ₆ O ₁₁ .5H ₂ O)	50,9
Moyerhofferit	2CaO.3 B ₂ O ₃ .7 H ₂ O (Ca ₂ B ₆ O ₁₁ .7H ₂ O)	46,7
İnyoit	2CaO.3B ₂ O ₃ .13 H ₂ O (Ca ₂ B ₆ O ₁₁ .13H ₂ O)	37,6
Panderimit	4CaO.5 B ₂ O ₃ .7 H ₂ O (Ca ₄ B ₁₀ O ₁₉ .7H ₂ O)	50,0
Kurnakovit	2MgO.3 B ₂ O ₃ .15 H ₂ O (Mg 2B ₆ O ₁₁ .15H ₂ O)	37,3
Borasit (Stasfurit)	6MgO.MgC ₁₂ 8 B ₂ O ₃ (2Mg ₃ B ₈ O ₁₅ . MgC ₁₂)	62,6
Datolit	CaBSiO ₄ (OH)	21,8
Sassolit (doğal borik asit)	B (OH) ₃	56,3

Tablo 2.1.2.2. Dünya Bor rezervlerinin dağılımı [16].

ÜLKE	TOPLAM REZERV (Bin ton B ₂ O ₃)	TOPLAM REZERV (% B ₂ O ₃)
Türkiye	953.300	72,8
Rusya	100.000	7,6
A.B.D.	80.000	6,1
Çin	47.000	3,6
Şili	41.000	3,1
Sırbistan	24.000	1,8
Peru	22.000	1,7
Bolivya	19.000	1,5
Kazakistan	15.000	1,1
Arjantin	9.000	0,7
TOPLAM	1.310.300	100,0

Türkiye’de ki bor rezervleri Eskişehir-Kırka, Balıkesir-Bigadiç, Bursa-Kestelek ve Kütahya-Emet’de bulunmaktadır. Türkiye’de rezerv açısından en zengin bor mineralleri tinkal ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) ve kolemanit ($2\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)’ tir. Tinkal yatakları Eskişehir-Kırka’da, kolemanit yatakları ise Kütahya-Emet ve Balıkesir-Bigadiç civarında bulunmaktadır. Üleksit minerali ise Balıkesir-Bigadiç’te az miktarda da olsa bulunmaktadır. Ayrıca Bursa-Kestelek’te üleksit yan ürün olarak elde edilmektedir [18,19].

Tablo 2.1.2.3. Türkiye Bor rezervlerinin dağılımı (Mineral Bazında) [16].

CEVHER CİNSİ	TOPLAM (TON)
EMET (Kolemanit-Üleksit)	1.815.291.000
KIRKA (Tinkal)	832.676.000
BİGADIÇ (Kolemanit-Üleksit)	631.865.000
KESTELEK (Kolemanit)	5.555.000
TOPLAM	3.285.087.000

2.1.2.1. Boraks (Tinkal)

Doğada genellikle saydam ve renksiz biçimde bulunur. Ancak içerisindeki bazı maddeler nedeniyle sarı, pembe ve gri renklerde de bulunabilir. Mohs sertliği 2-2,5 ve özgül ağırlığı $1,7 \text{ g/cm}^3$. Açık ocaktan çıkarılan kolemanitin B_2O_3 içeriği %12–29 aralığındadır. Suyunu kaybettikten sonra kolaylıkla tinkalkonite dönüşebilen Tinkal, ülkemizde Eskişehir-Kırka civarlarında bulunmaktadır [12].

2.1.2.2. Kolemanit

Kolemanit ($2\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$); mineral bakımından oldukça zengin bir bor çeşididir. Mohs sertliği 4-4,5 ve özgül ağırlığı $2,42 \text{ g/cm}^3$ ’ dır. Açık ocaktan çıkarılan kolemanit % 27 – 32 aralığında B_2O_3 içerir. Bor mineralleri içinde en yaygın olanı kolemanittir. Kil bünyesinde; büyük, parlak ve şeffaf kristaller halinde bulunur. Suda yavaş bir şekilde, HCl asitte ise hızlı bir şekilde çözünür. Kristal hali diğer boratlardan daha serttir. Kurak iklim bölgelerinde ve tuz göllerinde boraks ile birlikte bulunur [12].

2.1.2.3. Üleksit

Mineral bakımından oldukça zengindir. Borik Asit ve Boraks üretiminde önemli rol oynamaktadır. Saf halde çıkarılan Üleksit; lifsel, masif, koni, pamuk yumağı ve çubuk görünümüyle doğada yer almaktadır. Saf olan Üleksit beyaz rengin tonlarında görülmektedir. Rengi ipek parlaklığında bulunan Üleksit de vardır. Mohs sertliği 2,5 ve özgül ağırlığı 1,95-2 gr/cm³'tür. Kütahya/ Emet çevresinde bulunan bor yataklarında üç farklı düzeyde Üleksit bulunmaktadır. Kütahya/Emet de kolemanit ve hidroborasit ile birlikte bulunurken, Kırka'da boraks, kolemanit ve inyonit ile birlikte bulunur. Üleksit minerali ise Arjantin'de bulunmaktadır [12].

2.1.2.4. Probertit

Kirli beyaz ve açık sarı renklerinde olup ışın ve life benzer şekilli kristaller halinde bulunur. Kimyasal formülü $\text{NaCaB}_5\text{O}_7(\text{OH})_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, özgül ağırlığı 2,14 g/cm³ ve Mohs sertliği 3,5 dur. Probertit mineralinin boyutları 5 mm ile 5 cm arasında değişmektedir. Yapısında %49,56 oranında borat içerir. Borat grubunun önemli bir bor cevher mineralidir [12].

2.1.2.5. Kernit (Razorit)

Kimyasal bileşimi $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ olan Kernit, doğada renksiz ve şeffaf halinde bulunurken yapısı uzunlamasına iğne şeklinde olan küme kristallere benzer. Mohs sertliği 3 ve özgül ağırlığı 1,95 g/cm³'dür. Soğuk suda oldukça az çözünür. Kernit yataklarının büyük bir kısmı Arjantin'de bulunmaktadır. Arjantin'in yanında Türkiye, ABD ve Çin'de de vardır [12].

2.1.2.6. Hidroborasit

Kimyasal bileşimi $\text{CaMgB}_6\text{O}_{11} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ olan Hidroborasit'in yapısı, iğne şeklindeki olup, kristalleri rasgele yerleşmiş ve birbirini kesen gruplar halinde bulunur. Lifsi bir dokuya sahip olan Hidroborasitin Mohs sertliği 2-3 ve özgül ağırlığı 2,167 g/cm³'dür. Genelde beyaz renkli olan Hidroborasit, içindeki saf olmayan maddelere bağlı olarak sarı ve kırmızı renklerde görülebilir. Kolemanit, üleksit, probertit ile birlikte bulunur. Hidroborasit mineralinin büyük bir çoğunluğu kolemanit ile birlikte Arjantin'de bulunmaktadır. Hidroborasit genelde seramik sanayinde kullanılmaktadır. Türkiye ve Kazakistan'da Hidroborasit mineralleri bulunmaktadır [12].

2.1.2.7. Pandermit

Kimyasal bileşimi $\text{Ca}_4\text{B}_{10}\text{O}_{19} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ olan Pandermitin rengi beyaz ve tek parça şeklinde, kireçtaşına benzeyen bir mineraldir. Mohs sertliği 3-3,5 ve özgül ağırlığı $2,42 \text{ g/cm}^3$ ’ dır. Bileşimindeki B_2O_3 içeriği %49,8 olan Pandermit Türkiye’de Sultançayırı ve Bigadiç yörelerinde bulunmaktadır [12].

2.1.3. Metaller ve Metal Boratlar

2.1.3.1. Gümüş Metali

Gümüş periyodik tablonun 5. Periyot, I B grubunda yer alan, beyaz renkli, kolaylıkla işlenebilen, tel ve levha haline getilebilen bir metalidir. Atom numarası 47, atom kütlesi $107,87 \text{ g/mol}$ ve yoğunluğu $10,49 \text{ g/cm}^3$ dır. Erime noktası 961°C , kaynama noktası 2162°C dir. Gümüşün M.Ö. 3000 yıllarında Mısırlılar tarafından bulunduğu varsayılmaktadır. Gümüş, altından daha kolay, bakırdan daha zor oksitlenen bir metaldir. Oksitlenme konusunda oksijenden ve sudan etkilenmeme sebebi ozon ve ortamdaki kükürttür. Asit ve bazı organik maddelere karşı aşınma konusunda dirençli olup ancak nitrik asit ve derişik sülfürik asitte erir. Doğada serbest olarak bulunur. Doğal gümüş yataklarında saf olarak az miktarda bulunurken, altın, bakır, cıva ve diğer metallerle (çinko, nikel, kurşun) alaşımlar halinde bulunur. İlk çağlardan bu zamana kadar bilinmekte ve işlenmektedir. Dünyadaki en büyük gümüş üreticileri Meksika, Arjantin, ABD, Kanada ve Japonyadır. Ülkemizde Murgul ve Ergani bakır yataklarında yan ürün olarak üretilir. Gümüş iyi bir iletken olduğundan, kolayca tel ve levha haline gelebildiğinden dolayı elektrik ile ilgili alanlarda kullanılmaktadır. Süs eşyası yapımında da altından sonra en çok kullanılan metaldir. Bileşikleri yaygın olarak fotoğrafçılıkta, dişçilik alanında, pil üretiminde, yanık tedavisinde ve para basımında kullanılır. Gümüş fulminat ise güçlü bir patlayıcı olmasının yanında cam yapıştırıcı malzemesi olarak da kullanılabilir. Belirli oranlarda bakırla karıştırılarak metal kaşık, çatal bıçak ve tabak gibi mutfak malzemeleri yapımında kullanılır. Ayrıca iyi bir mikrop öldürücü ve antibakteriyel özelliğe sahip olduğu için uzun süre saklanması gereken su ve gıda ürünlerinin korunmasında kullanılır. Günümüzde uzay teknolojisinde, su saflaştırma sistemlerinde ve ilaç sanayisinde kullanımı artan bir üründür.

Gümüş oksit (Ag_2O), gümüş sülfür (Ag_2S), gümüş siyanür (AgCN) ve gümüş nitrat (AgNO_3) Gümüşün belli başlı en çok bilinen bileşikleridir. Ayrıca gümüş klorür (AgCl), gümüş bromür (AgBr), gümüş iyodür (AgI) gibi halojenürler de bulunmaktadır.

2.1.3.2. Bakır Metali

Bakır periyodik tablonun 4. Periyot, I B grubunda yer alan, mavi ve açık gri rengine, erime noktası düşük ve kırılma olan bir geçiş metalidir. Atom numarası 29, atom kütlesi 63,54 g/mol ve yoğunluğu $8,94 \text{ g/cm}^3$ dır. Erime noktası 1084°C , kaynama noktası 2300°C dir. Bakır M.Ö. 8000 yılından beri bilinen kırmızımtırak renkte kolayca işlenebilen bir metaldir. Aktif metal olmadığı için doğada serbest olarak da bulunur. İletkenliği çok iyi olduğu için elektrik sanayi ve mutfak eşyaları yapımında sık sık kullanılır. Bakır saf halde iken yumuşak olduğundan dolayı iletken maddeler dışında kullanılması için alaşım haline getirilmesi gerekir. Bilinen bakır alaşımları bronz, pirinç, çan metali, alüminyum tuncu, gümüş ve nikel paradır.

Bakır bileşiklerinde +1 ve +2 değerlik alabilir. Bakır I Oksit ve Bakır I Hidroksit bakırın +1 değerlik aldığı bileşiklerdir. Bakır II Oksit, Bakır II Hidroksit ve Bakır II Sülfat bakırın +2 değerlik aldığı bileşiklerdir [19].

Bakır doğada metal olarak birçok alanda dağınık şekilde bulunabilir. Birçok kaya ve toprakta bulunduğu gibi, okyanus çamurunda ve deniz kumlarında da bulunabilir. Bakır mineral dağılımı doğada beş ayrı şekilde gözlenir: 1-Sülfürlü Yataklar: Kalkopirit, kalkosin, kovellin, bornit içerir. 2-Karbonatlı Yataklar: Azurit, malakit minerallerini içerir. 3-Silikatlı Yataklar: Krizokol ve dioptaz minerallerini içerirler. 4-Nabit Bakır. 5- Yeni Mineral Lapeyreit (kimyasal formülü $\text{Cu}_3\text{O}[\text{AsO}_3(\text{OH})] \text{H}_2\text{O}$).

Bir rezerv %6 ve daha fazla bakır içeriyorsa mineral açısından zengin sayılır. Dünya da en çok bakır yataklarının bulunduğu yerler A.B.D., Şili, Peru, Afrika, Çin, Rusya ve Avustralya olarak bilinmektedir. Ülkemizde de Ergani, Murgul ve Kürede bulunmaktadır.

Bakır havayla temas edince, yeşilimsi bir renk alır. Buna bakır pası veya yeşili adı verilir. Bu yeşilimsi renk, bazı eski yapıların damları ve bronz yapı ve heykellerin belirgin rengidir. Bakır eşyaların parlaklığını korumak için sık sık kalaylayarak parlatmak gerekir. Bakır, kırmızı renk alıncaya kadar ısıtıldığında siyahlaşır ve oksit verir. Kükürt buharının ve klorun içinde yanan Bakır üzerinde, derişik ve kaynak sülfürik asit oldukça etkilidir. Ayrıca bakır, sulandırılmış nitrik asitte de kolaylıkla erir. Non-manyetik özelliğe sahiptir. Bakırın mukavemeti düşük, dolayısı ile döküm ve kaynak kabiliyeti de çok iyi değildir.

Bakır Bileşiklerinden Bakır I Klorür; petrol endüstrisinde katalizör olarak, Bakır II Klorür; Tekstil boyacılığında, fotoğrafçılıkta, petrol endüstrisinde koku giderici olarak, Bakır II Oksit; suni ipek sanayisinde, seramik üretiminde, renkli cam üretiminde, Bakır II Asetat; tekstil boyalarında ve mantar öldürücü olarak, Bakır Arsenat; ahşap korumalarında, Bakır Karbonat; boya ve vernik sanayisinde, Bakır II Sülfat; zirai ilaç olarak, yüzme havuzlarında parazitlere karşı, azo boyaların imalatında ve ahşap korumasında kullanılan başlıca bileşikleridir.

Bakır, pirometalurjik, hidrometalurjik ve elektrometalurjik yöntemler ile minerallerinden saf olarak üretilmektedir.

2.1.3.3.Çinko Metali

Periyodik tablonun II B grubu üyesi olan Çinkonun, rengi açık gri olup, erime noktası düşük ayrıca kırılkan olan bir geçiş metalidir. Atom numarası 30, atom kütlesi 65,41 g/mol'dür. Yoğunluğu 7,14 g/cm³ olan çinkonun erime noktası 420 °C ve kaynama noktası 907 °C dir. Aynı zamanda yumuşak, kolay işlenebilen ve maliyeti az bir metaldir. Çinko, M.Ö. 2000'li yıllarda ilk olarak Çinliler ve Romalılar tarafından alaşım elementi olarak, pirinç üretiminde kullanılmıştır. Kimyasal olarak aktif olması ve diğer metallerle kolayca alaşım yapabilme özelliği ile sanayide birçok alaşımın ve bileşiğin üretiminde kullanılmaktadır. Elektropozitif olmasından dolayı özellikle demir-çelik ürünlerinin ve diğer metallerin aşınmaya karşı korunmasında kullanılmaktadır. Çinko metali, galvaniz, pres döküm işleri ile pirinç-bronz, çinko oksit ve diğer çinko içeren alaşımlarda da kullanılmaktadır. Bunların yanında çatı yalıtımında, deniz kenarındaki yapılarda, toprak korozyonuna karşı, otomobillerde ve gemilerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Üretilen çinko, %50 oranında galvanizli

eliklerde, %20 oranında pirin üretiminde, %15 oranında döküm endüstrisinde, %8 oranında inko oksit üretiminde ve %7 oranında yarı mamul ürünlerde kullanılmaktadır [20]. inko metali; alüminyum, elik ve bakırdan sonra dünyada yıllık tüketimi en fazla olan metallerden biridir.

inkonun bileşiklerinde yükseltgenme basamağının +2 olduėu görölmektedir. inko, amonyak, amin siyanür ve halojenli bileşikler ile kompleks bileşikler oluştururken çoėu bileşiklerinde kovalent bağ yapar. Çözünmesi mineral asitlerinde H₂ çıkışıyla gerçekleşir. Nitrik asitle reaksiyonu sonucunda NO_x gazı çıkışı gerçekleşir. Bundan dolayı toz inko çok etkili bir indirgendir. Açık havada, normal sıcaklıkta bırakılan inko metalinin yüzeyinde koruyucu bir katman oluştuėundan bu sıcaklıklarda halojenlere karşı bile mukavemet gösteri. Hidroklorik Asit (HCl) gazı inkoyu hızlı bir şekilde korozyona uğratar. Toz inkonun reaksiyon verme kapasitesi oldukça fazla olmasına rağmen yanıcı olmadığı görölmektedir. Oksijen, klor ve kükürt gibi elementlerle yüksek sıcaklıklarda çok hızlı reaksiyona girer. Civa ile reaksiyonunda sert bir amalgam oluşturur. inkonun klorür ve sülfat tuzları suda yüksek oranda çözünürken, inko oksit, silikat, fosfat ve organik kompleksleri suda hiç çözünmez ya da çok yavaş çözünürler. inko oksidin teknik ve ekonomik anlamda değerli bir bileşiktir. Organik bir bileşiėi olan inko sabunu önemli bir kullanıma sahiptir. Kuru pil kutularında ve basım işlerinde kullanılan diėer bir üründe çekme inkodur. Galvanik anotlu katodik koruma sistemlerinde inko anotlar saf olarak, gemilerin ve deniz içi elik yapıların korozyonunu önlemek amacıyla kullanılır. %1 bakır ve %0,1 titanyum içeren inko levhalar, çatı kaplama işlerinde kullanılır. Alaşım içine az miktarda ilave edilen titanyum, inko ile metalimsi bir bileşik oluşturarak, korozyona karşı mukacemeti artırır.

inko tozu son yıllarda, inorganik ve organik boya imalatında da kullanılmaktadır. Üretilen bu boyaların yapısında %90'dan fazla inko tozu bulunmaktadır. Buradaki inko metali aynı zamanda katodik koruma da gerçekleştirir [21].

Teknolojinin gelişmesi ile birlikte son zamanlarda, inko metali, kompozit malzemelerin imalatında hammadde girdisi olarak yerini almıştır. Uzay endüstrisi,

robotların geliştirilmesi ve otomatik kontrol sistemlerinde kullanımı geçen gün artmaktadır [20].

2.1.3.4. Boratlar

Boratlar bor ile oksijen atomlarının bağlanmasıyla oluşan, yapısında B-O veya B-O-H gruplarını içeren yapılardır. Basit boratlar her bor atomunun üç oksijen atomuna bağlanması ile oluşur. Bu nedenle H_3BO_3 gibi bor türleri yapılarında sadece trigonal BO_3^{3-} ünitelerini içerirler. Birçok kompleks borat yapılarında BO_3 birimlerinin yanında BO_4 birimleri de vardır [22]. Polimerik boratlar, ana yapı blokları (FBB) olarak adlandırılan belli ve tekrarlanabilen polimerik alt birimleri içerir. Bu temel yapılar, tekrarlanan kısımdaki bor atomunun 3 veya 4 koordinasyon sayısına göre sınıflandırılır.

Hidratlı Borat ve Hidratsız Borat olmak üzere iki sınıf borat vardır. Hidratlı boratlar, bünyesinde B-O-H ve H_2O birimlerini barındıran boratlardır. Bu nedenle tamamı hidratlı olan temel borat birimleri $B(OH)_3$ ve $[B(OH)_4]$ dir. Üç koordinasyonlu bor atomunun oksijen atomu ile bağlanması ile trigonal- BO_3 grubu, dört koordinasyonlu bor atomunun oksijen atomu ile bağlanması ile tetragonal- BO_4 grubu oluşur.

Hekzaboratlar, yapılarında 3 tane BO_3 ve 3 tane BO_4 grubu içeren yapılardır. Yapıdaki metal katyonu ise H_2O molekülleri ve OH grupları ile koordinelidir [23,24].

2.1.3.5. Gümüş Boratlar

Gümüş Borat H.Rose tarafından yumuşak bir ısıda eriyen, su içinde ayrışmadan az çözünebilen, gün ışığına maruz kaldığında kararan, bir toz olarak tanımlanır. Gümüş Borat, gümüş nitratın güçlü bir çözeltisi ve boraksın doymuş çözeltisi ile birlikte beyaz pul şeklinde çöktürülür. İkinci çözelti kendi ağırlığının 30 veya 40 katı kadar su ile seyreltilir ve ilk çözelti ile karıştırılırsa bir süre sonra bulanıklık olur ve gümüş oksit yavaş yavaş birikir [2].

Bunun yanında Edward Nashes Boulous Gümüş Boratların içindeki Ag_2O oranının durumuna göre renginin değiştiğini belirtmiştir. Yapı içindeki Ag_2O miktarı arttıkça rengi beyazdan kahverengiye doğru dönmektedir [25].

Gümüş Boratlar üzerine yapılan çalışmalar oldukça az olup en çok çalışılan konu Gümüş Borat camlarıdır. Bunla ilgili yapılan çalışmalarda; Weyl [26] eğer silikat camına az miktarda gümüş oksit (% 0,1 Ag_2O) eklenirse, Ag^+ iyonlarının cam yapısına, Na^+ iyonlarınıninkine benzer bir şekilde yüklerinin ve boyutlarının benzerliği nedeniyle katıldığı belirtmiştir. Gümüşün camlarda çözünürlüğüne ilişkin önceki çalışmalar oksijen basıncına, erime sıcaklığına ve camın bileşimine bağlılık göstermiştir. Yüksek erime sıcaklıkları sebebiyle gümüş içeren silikat camların eritilmesi zordur [27, 28].

2.1.3.6. Bakır Boratlar

Bakır Boratlar, yapısında bakır, bor ve oksijen atomları içeren bor bileşikleridir. Bakır Borat bileşikleri arasında CuB_2O_4 , CuBO_2 , $\text{Cu}_3\text{B}_2\text{O}_6$, $\text{Cu}_2[\text{BO}(\text{OH})_2](\text{OH})_3$, $\text{Cu}_3\text{B}_6\text{O}_{12}\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Cu}_3\text{B}_6\text{O}_{12}$ gibi boratlar bulunmaktadır. Bu bileşikler kristalografik yapıları, manyetik özellikleri ve optik cihazlardaki bileşenleri nedeniyle kullanılmıştır [29].

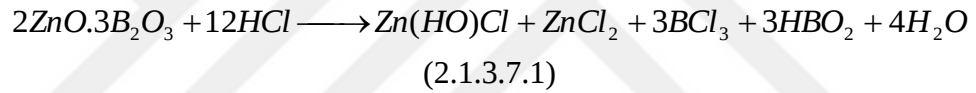
$2\text{CuO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ve $3\text{CuO} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n = 5, 4, 2, 1$) gibi ince taneli ve mavi renkte, uzun sürede oluşan sulu Bakır Boratların yanında [30] bazı sentetik boratlar da bulunmaktadır. Bu boratlar; $\text{Na}_6 \{ \text{Cu}_2 [\text{B}_{16}\text{O}_{24} (\text{OH})_{10}] \} 12\text{H}_2\text{O}$ [31] $\text{K}_5\text{H} \{ \text{Cu}_4\text{O} [\text{B}_{20}\text{O}_{32} (\text{OH})_8] \} 32\text{H}_2\text{O}$ [32] ve $\text{Cu} (\text{NH}_3)_4 \text{B}_4\text{O}_7 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [33] şeklinde tanımlanabilir. Sentetik Bakır Boratların çoğu suda çözünmez, çözeltilerden ince parçacıkları ve safsızlıkları absorblar. Bundan dolayı bu boratların gerçek yapılarını bulmak oldukça zordur.

Bakır Borat bileşikleri ahşap koruma ürünlerinde, böcek öldürücü ilaçlarda, petrol ve seramik boyalarında olmak üzere bazı ürünlerde kullanılmaktadır.

2.1.3.7. Çinko Boratlar

Çinko Boratlar, bor içerikli $x\text{ZnO} \cdot y\text{B}_2\text{O}_3 \cdot z\text{H}_2\text{O}$ yapısındaki ürünlere denir. PVC, poliolefin, elastomer, poliamit ve epoksi reçinelerinde kullanılmaktadır.

Halojen içeren sistemlerde de antimon oksitle birlikte kullanılmaktadır. Halojensiz sistemlerde ATH (alüminyum trihidroksit) ve MH (Magnezyum hidroksit) ile birlikte kullanılır. Çinko Borat; halojen kaynaklarının bozunmasını hızlandıran çinko oksihalidler üstünde etkilidir. Ayrıca borat oranı azaldıkça daha düşük ergime camı oluşur ki bu da yapıyı daha dengeli bir duruma getirir. Endotermik reaksiyon olması, kavrulmuş yapı üstünde su oluşumunda etkilidir. Yapılan çalışmalarda, alev geciktirici olarak kullanılan Çinko Borat içeren ürünlerin yanması ile sulu bileşiklerin oluştuğu görülmüştür. Bunun sonucunda kalıntıyı örtterek oksitlenmesini engelleyen camsı bir fazın oluştuğu ve kalıntıyı örttüğü gözlemlenmiştir. Bunun yanında aynı amaçla kullanılan ve malzeme yüzeyini örten antimon oksidin (daha çok buhar fazında alev durdurucu olan) camsı bir faz oluşumuna etkisinin çok az olduğu belirlenmiştir. Yangından sonra bina içindeki metal alaşımın korozyona uğramasına neden olan ve klor içeren ürünlerden Hidroklorik Asit (HCl) gazı da Çinko Borat kullanımı ile kontrol altına alınmaktadır. Açığa çıkan HCl gazı aşağıdaki reaksiyona göre nötralize edilmektedir.



Polimerlerik malzemelerde alev geciktirici madde olarak kullanılan ve halojen içermeyen malzemelerin başında, ATH $[Al(OH)_3, Al_2O_3. 3H_2O]$ gelmektedir. Bu ürünün kullanılmasının sebebi 350 °C civarında yanma esnasında endotermik dehidratasyon göstermesidir.

Çinko Boratlar, beyaz renkli ve granül görünümde olup parçacık boyutu 8–20 µm civarındadır. 550 °C civarında erime noktasına sahip ve pH'ı 7,6 olan bir malzemedir. Çinko Boratların alev geciktirici malzeme olarak kullanılmasının yanında, ahşap malzemelerin korunmasında böcek öldürücü olarak, bor silikatın ham maddelerinde ve seramik endüstrisinde erime noktası düşürücü (flux) olarak da kullanılmaktadır [34].

Tablo 2.1.3.1. Anorganik borat bileşikleri ve kullanım alanları [35].

	Anorganik Boratlar	Kullanım Alanları
1	Alüminyum Borat $\text{Al}_2\text{B}_4\text{O}_{12} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Cam ve seramik endüstrileri
2	Amonyum pentaborat $(\text{NH}_4)_4\text{B}_{10}\text{O}_{16} \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	Bor içeren kimyasallarda ara ürün, denizatlılarda “kontrol” işleri. Elektrolitik yoğunlaştırıcı ve kağıt kaplama endüstrisinde
3	Amonyum tetraborat $(\text{NH}_4)_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Üre-formaldehit reçine üretimi, yanmaz eşya üretimi
4	Baryum metaborat $(\text{BaB}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$	Boya, plastik, tekstil ve kâğıt endüstrileri
5	Kobalt tetraborat $\text{CoB}_4\text{O}_7 \cdot x\text{H}_2\text{O}$	Sentetik reçinelerin tuzlanması katalizör olarak
6	Bakır metaborat CuB_2O_4	Yağ pigmentleri, böcek ilaçları
7	Disodyum oktaborat $\text{Na}_2\text{B}_8\text{O}_{13} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Ahşap, kereste ve diğer selülozik malzemelerde yanma engelleyici; püskürtme gübresi; ahşap ve kerestelerin korunması alanlarında.
8	Lityum tetraborat LiB_4O_7	X-ışınları yayılımı analizi, Cam yapma uygulamaları
9	Magnezyum metaborat MgB_2O_4	Koruyucu, antiseptik, mantar ilacı
10	Manganez tetraborat $\text{MnB}_4\text{O}_7 \cdot x\text{H}_2\text{O}$	Tutucu ve matbaa mürekkebi kurutucusu olarak
11	Potasyum pentaborat $\text{K}_2\text{B}_{10}\text{O}_{16} \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	Paslanmaz çelik de demir dışı metaller için kaynak ve lehim yapılması
12	Potasyum tetraborat $\text{K}_2\text{B}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Lehim ve özel kaynak flaksı olarak kazein için çözücü ve diyazo tip çözümlerde
13	Sodyum metaborat $\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$; x: 0, 4 ve 8	Fotoğraf kimyasalları, yapıştırıcılar, tekstil işleme bileşenleri, deterjan ve temizleyiciler ile tarım ilaçlarının üretiminde
14	Sodyum perborat NaBO_3	Bidon boyalarında yüzey aktif madde olarak, tekstil endüstrisinde beyazlaştırıcı, mikrop öldürücü, elektrolitik kaplama olarak, deodorantlarda, dişçilik malzemelerinde, çamaşırhane deterjanları, saç yapımı maddelerinde, diş tozu ve takma diş temizleyicisi ürünlerinde
15	Çinko Boratlar $\text{ZnB}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Zn}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ $\text{Zn}_3\text{B}_4\text{O}_9 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Tutuşma sıcaklığını yükseltici ve yanmayı geciktirici malzeme olarak

2.1.4. Bor Bileşiklerinin Sanayideki Genel Kullanım Alanları

2.1.4.1. Cam ve Cam Elyafı Sanayi

Bor; pencere camı ve şişe camı gibi alanlarda nadiren kullanılmaktadır. Özel camlarda ise borik asit değişmeyen bir malzeme olup, ısıya karşı yalıtım gerektiren cam ürünlerine eklenmektedir. Camın sıcaklık ile genişmesini büyük ölçüde azaltır. Asite ve çizilmeye karşı korur, yüksek sıcaklık ve ani sıcaklık değişimlerine karşı

dayanıklılığı sağlar. Bu sebeplerden dolayı bor bileşikleri cam endüstrisinde önemli bir yer tutar. Camın saydamlığını ve parlaklığını arttırdığı için boraks, kolemanit ve borik asit halinde karışık olarak ilave edilir [36,37].

2.1.4.2. Temizleme Sanayi

Güçlü bir beyazlatıcı olmasının yanında antibakteriyel etki göstermesi, pH'ı dengeleyerek suyu yumuşatması ve aktif oksijeni dengelemesi gibi sebeplerle bor bileşikleri temizlik ürünlerinde önemli bir yere sahiptir. Antibakteriyel ve su yumuşatıcı etkisi nedeniyle sabun ve deterjanlara %10 boraks dekahidrat ve beyazlatıcı etkisini arttırmak için toz deterjanlara %10-20 oranında sodyum perborat eklenmektedir [36-38].

2.1.4.3. Seramik ve Emaye Sanayi

Seramiklerin sırlanmasında ve emaye endüstrisinde de bor bileşikleri kullanılmaktadır. Saydamlığı ve parlaklığı artırır. Emayelerin akışkanlığını ve doyumlaşma ısını azalttığı için bu ürünlerde boroksit %20'ye kadar kullanılmaktadır. Borlu bileşikler seramiği çizilmeye karşı dayanıklı hale getirdiği için kolemanit şeklinde %3-24 arasında değişen miktarlarda seramik sırlarına eklenir. Seramik boyalarının üretiminde de bakır metaborat bileşiği kullanılır [36-38].

Seramik sırlarında kullanılan diğer bor bileşikleri; Bor oksit, boraks, kolemanit ve sodyumlu diğer bor bileşikleridir. Bor oksit, cam ve malzeme arasında ısısal uyumu sağlayarak sırnın ısısal genleşme kat sayısını düzenler. Sırlara, bor eklenmesinin önemli bir faktörü de, sır oluşumunun ilk aşamalarında camsı yapının oluşmasını sağlamaktır. Sıra borlu ürünlerin eklenmesi ile seramiklerin mekanik gücü ve çizilmeye karşı muklavemeti artar. Ayrıca Bor, kimyasal maddelerin ve suyun etkilerine karşı mukavemeti artırır [34].

2.1.4.4. Metalurji

Borlu bileşikler demir-çelik endüstrisinde kullanılan hammaddelerin ergime sıcaklığını düşürür. Sertliği yüksek olduğu için kesici ve aşındırıcı malzemelerde kullanılır. Manyetik alan şiddeti yüksek olan magnetlerin içinde de Bor kullanılır. Ayrıca kaplama endüstrisinde elektrolitlerin oluşturulması ve lehim işlemlerinde de Borlu bileşikler kullanılmaktadır. Boratlar; yüksek sıcaklıklarda düzgün, yapışkan,

koruyucu ve temiz bir sıvı oluşturduğu için demir dışı metal endüstrisinde koruyucu amaçlı malzeme olarak kullanılırlar. Borik asit nikel kaplamada kullanılırken fluoborat ve fluoborik asit gibi ürünler ise kalay, kurşun, bakır, nikel gibi demir dışı metaller için elektrolit olarak kullanılmaktadır. Ferrobor da alaşımlarda, çeliğin sertliğini artırıcı olarak kullanılmaktadır [37].

2.1.4.5. Nükleer Sanayi

Bor karbür 2450 °C’de eriyen, kimyasal reaksiyonlara ve radyasyona karşı duyarsız, çok sert bir malzemedir. Özgül ağırlığı 2,4 g/cm³ olan bor karbür, elmas ve bor nitrür’den sonra en sert ve dayanıklı malzemedir. Bu özellikleri nedeni ile uçak ve diğer askeri araçların yapımında kullanılmaktadır. Yine bor karbür nötron emici olması nedeni ile nükleer enerji santrallerinde, denetim çubukları yapımında kullanılan önemli bir maddedir [39]. Nükleer enerji santrallerinde de bor içeren çelikler, borkarbürler ve bor-titanyum alaşımları kullanılır. Reaktörlerin kontrol mekanizmalarında, soğutma havuzlarında ve reaktörlerin acil olarak kapatılma durumlarında Bor (10B) kullanılır. Ayrıca nükleer atıkların depolanma esnasında doğaya olan zararlı etkiyi azaltmak için bor minerali olan ‘kolemanit’ kullanılmaktadır. Bazı güç reaktörlerinde soğutma suyuna borik asit ilave edilerek aşırı reaktivitenin önüne geçilebilir [36].

2.1.4.6. Tarım ve Gübre Sanayii

Bor, bitki gelişimi için temel besin maddelerinden bir tanesidir. Bitkilerde; köklerin düzenli büyümesini sağlamanın yanında fotosentez miktarını, şekerin hormon faaliyeti üzerine etkisini ve havadan emilen karbondioksit miktarını artırır. Bor’un diğer bir işlevi de hücre büyümesi ve yapısına katkı sağlamaktır. Bitkilerde bor eksikliği hücre duvarlarını inceltici etki yapar. Bu nedenle tarım uygulamalarında susuz boraks ve boraks pentahidrat içeren karışık gübreler kullanılarak bu durumun önüne geçilebilir. Suda çabuk erime özelliğine sahip sodyum pentaborat veya disodyum oktoboratın tarım ürünlerinin üstüne püskürtülme suretiyle uygulanır [37]. Bitkilerde borun çiçek açmaya, polen döllemesine, aktif tuz absorpsiyonuna, hücre döllemesine, hormon hareket ve etkinliğine tesir ettiği bilinmektedir. Bitkilerde bor eksikliği olduğunda, yaprakları kıvrılır, sararır, tepe tomurcuk ve sürgünü olur, çiçek açmaz ve kök gelişemez. Bor fazlalığında ise, yapraklarda sararmalar, yanmalar oluşur, kenarlar kurur ve büyüme durur dolayısı ile verim düşer [40].

Bor, gübrelerden başka, mikro besin olarak da kullanılmaya başlanmıştır. Toprağa uygulanacak bor miktarı; bitkinin çeşidine, gübrenin uygulanma şekline, yağış miktarına, kireçlenme durumuna ve toprağın organik madde içeriğine bağlı olarak değişiklik gösterir. Bor, genellikle ağırlıkça %0,02 oranında verilmekte ve her gübreye ilave edilebilmektedir [34].

2.1.4.7. Yanmayı Geciktirici Maddeler

Borik asit ve borat bileşikleri selülozik maddelere ve ateşe karşı direnç gösterirler. Boratlı bileşikler, alev alma noktasına gelmeden, selülozdaki su moleküllerini uzaklaştırarak oluşan alevin yüzeyini kaplar. Bunun sonucunda daha ileri bir yanmayı engellerler. Bor bileşikleri plastiklerde yanmayı geciktirici olarak her geçen gün artan oranlarda kullanılmaktadır. Bu şekilde kullanılan borlu bileşiklerinin başında, Çinko Borat, baryum metaborat, amonyum fluoborat ve bor fosfatlar gelmektedir [40].

2.1.4.8. Sağlık

Bor Nötron Yakalama Terapisi (BNCT) özellikle beyin kanserlerinin tedavisinde kullanılan önemli bir tedavi yöntemidir. Bu yöntemde hasta hücreler seçilerek yok edilir ve sağlıklı hücrelere zarar minimum düzeyde olur. Bu nedenle BNCT yöntemi tercih edilen bir yöntemdir [41].

2.1.4.9. Tekstil

Borlu ürünler, yanmayı geciktirici ve antibakteriyel özelliğe sahip olması nedeni ile cam elyaf şeklinde, tekstil sektöründe, kumaş boyalarında ve aprelemede de her geçen gün artan oranda kullanılmaktadır [42,43].

2.1.4.10. Enerji

Ticari olarak üretilip kullanılan sodyum bor hidrür iyi bir hidrojen taşıyıcısı ve depolayıcısı olarak bilinir. Bu özelliğinden dolayı kâğıt hamurunun beyazlatılmasında, tekstil artıklarının indirgenmesinde, ağır metallerin atık sulardan uzaklaştırılması gibi birçok alanda da kullanılmaktadır.

Sodyum bor hidrürün, yanıcı ve patlayıcı olmaması, çevre dostu bir ürün olması, yük ve yolcu taşıma yeri açısından problem oluşturmaması bu alandaki diğer

ürünlere göre avantajlı bir ürün olmasını sağlamaktadır. Ayrıca reaksiyon sonucu oluşan sodyum metaboratın tekrar sodyum bor hidrüre dönüştürülebilmesi, hidrojenin depolanması, elde edilen hidrojenin sodyum borhidrür ve sudan gelmesi sayılabilecek diğer avantajlarıdır. Yakın gelecekte hidrojenin yakıt olarak yaygın bir şekilde kullanılması ile birlikte Borun enerji alanında önemli bir ürün haline geleceği varsayılmaktadır. Bor, hidrojeni depolama özelliğinin yanında, yakıt pillerinde doğrudan yakıt olarak da kullanılmaktadır [16].

2.1.4.11. Çimento

Kolemanit, çimento üretiminde ağırlıkça %8 oranında kullanılarak pişirme sıcaklığını düşürmekte ve çimentonun kalite standardını artırmaktadır. Bor içeren çimento; dayanıklılık, su ve gaz porozitesi, hidrasyon ısısı gibi parametreler açısından portland çimentosuna göre daha iyi özellikler göstermektedir. Hidrasyon ısısının düşük olması nedeni ile kütle betonlarında soğutma ihtiyacını önemli oranda düşürmektedir.

Kolemanitin çimento üretiminde kullanılması ile atmosfere salınan karbon dioksit miktarı %25-30 oranında düşmektedir. Borlu çimento üretimi, Kyoto protokolünün getirdiği yükümlülükler çerçevesinde çimento sektörü için çok önemli bir durumdur [16].

2.1.4.12. Ahşap Koruma

Borlu bileşikler, ahşap malzemelerin, böceklenme ve buna benzer ahşap ömrünü kısaltıcı etkenleri önlemekte, ayrıca alev almasını geciktirmektedir. Suda çözünen ve çözünmeyen çeşitli bor bileşikleri ve borlu karışımlar bu amaçlarla kullanılabilir [12].

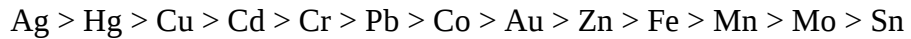
2.2. Antibakteriyel Malzemeler

Bakteri; canlı vücudunda, toprakta, havada ve tüm yüzeylerde bulunabilen ve uygun koşullar oluştuğu zaman hızlı bir şekilde çoğalan mikroorganizmalardır. Bakteriler; gelişmeleri için, yeterli nem ve sıcaklığın yanında bir besin kaynağına ihtiyaç duyarlar. Canlıları yaşadığı ortam, bakteriler ile temasta bulunduğumuz ve hastalıklara yol açan yerlerdir. Yaşam şartlarının değişmesi, beslenme düzeni ve ulaşım gibi etkenler, bakterilerin, bireyden bireye kolayca geçişine ve bulaşıcı

hastalıkların artmasına sebep olur. Bakteri miktarının belli oranın üzerine çıkması durumunda, kişisel ve çevresel özelliklere bağlı olarak değişik şiddetlerde bulaşıcı hastalıklar ortaya çıkar. Bu nedenle, yaşadığımız ve çalıştığımız ortamlarda kullandığımız ürünlerin hijyenik olması, ortamın hastalık oluşturacak bakterilerden temizlenmesi büyük önem taşımaktadır [9]. Bakterilerin yaşam faaliyetlerini durduran veya çoğalmasını önleyen malzemelere antibakteriyel malzeme denir. Malzemelere antibakteriyel özellik kazandırmak malzemenin kimyasal ve fiziksel özelliklerine bağlıdır. Malzemeye; katkılama yapma, kaplama yapma, aktif ve pasif sistemlerden en uygun yöntem belirlenerek uygulama yapılır ve malzemeye antibakteriyel özellik kazandırılır. Son yıllarda pek çok alanda kullanılabilecek antibakteriyel malzeme geliştirilmiştir. Bu malzemeler kimyasal yapılarına, çalışma sistemlerine, canlı ve doğaya karşı etkilerine, uygulandıkları ürüne tutunma özelliklerine, farklı dış etken dayanıklılıklarına, fiyatlarına ve bakterilerle etkileşimlerine göre değişiklik göstermektedirler. Antibakteriyel uygulamalarda kullanılan en yaygın etken maddelerin başında Gümüş, Bakır ve Çinko Metalleri gelmektedir [44].

Başta Ag^{+1} , Cu^{+2} , Zn^{+2} olmak üzere bir takım metal iyonları bakterilerin metabolizmalarına girmekte ve enzimlerini etkisiz hale getirerek bakterilerin yapılarını bozmakta ve çoğalmalarını engellemektedir. Bazı sistemler de hidrojen peroksit oluşturarak bakterilerin ölmesine sebep olmaktadır [45].

Metal iyonlarının bakterilere karşı farklı şekilde etki göstermektedir. Metal iyonlarının bakterilere karşı gösterdikleri direnç sıralaması;



şeklindedir [46].

Gümüş, Bakır ve Çinko yüzyıllardır antibakteriyel olarak kullanılmış ve çalışmalara konu olmuştur. Antibakteriyel özellik gösteren malzemeler Seramiklere, Çeşitli Metal Yüzeylere, Polimerlere, Tekstil, Plastik, Boya ve Tıbbi Sağlık Ürünlerin bünyelerine katılarak bu ürünlere antibakteriyel özellik kazandırmıştır [44-46].

Özellikle gümüşün, birçok bakteriyi etkisiz hale getiren ve bakterinin canlılık faaliyetini sonlandırıcı özelliği bulunmaktadır. Bu nedenle gümüş içeren birçok bileşik antibakteriyel uygulamalarında kullanılmaktadır. Gümüşün diğer metallere göre daha sık kullanılmasının nedeni bakterilere karşı oldukça etkili olması, vücuda karşı zararlı etkilerinin çok az olması ve çoğu malzemeye göre daha kolay üretim işleminin olmasıdır.

“Su ve ark. 2007” yaptıkları çalışmada, Gümüş içeren nano hidroksiapatitin, antibakteriyel seramik için ticari sır ile karıştırılıp iyon değiştirme reaksiyonu ile sentezlemiştir. Gümüş iyonları bakterilerin DNA yapısını bozarak kopya özelliklerinin kaybolmasına neden olur. Hidroksiapatitin kristal yapısından dolayı metalik iyonları adsorbe etme eğilimindedir. Bu nedenle antibakteriyel ajan hazırlamak için gümüş iyonları ve hidroksiapatit kullanılmıştır. Deneysel sonuçlar antibakteriyel özelliğin olduğunu göstermiştir [47].

“Noguera ve ark. 2010” yaptığı çalışmada seramik kuponlarda nanopartikül Gümüş’ün bakteriyel özellikleri araştırmıştır. Sırlanmış porselen karolar üzerine serografi yardımıyla mürekkep içerisine karıştırılan gümüş içeren kaolenle uygulama yapılmıştır. Numunelerin antibakteriyel özelliği görülmüştür [48].

Çinkonun da yüksek konsantrasyonlarda çeşitli bakterilere karşı antibakteriyel özellik gösterdiği belirtilmektedir [49,50].

Bakırın’da sterilize edici ve hijyenik özelliği yüzyıllardır bilinen ve toplumlar tarafından, içme suyu ve çeşitli enfeksiyonlara karşı tedavi amaçla kullanılan bir metal olduğu bilinmektedir [51]. Son yüzyılda antibakteriyel olarak kullanımı artmış ve hala kullanımı devam etmektedir [52].

“Sadeghnejad ve ark. 2014” polietilen film üzerine antibakteriyel gümüş nanoparçacıklarını kaplayarak S. Aureus ve E. Coli bakterilerine karşı antibakteriyel film elde etmişlerdir [53].

“Akhavan 2010” çalışmasında sol jel metodu ile bakır içeren ve Escherichia coli bakterisine karşı antibakteriyel ince silika filmleri sentezlemiştir [54].

“Perelshtein ve ark. 2009” CuO nanoparçacıkları sentezleyerek pamuk üzerinde uygulamalarını gerçekleştirmiştir [55].

“Magyari ve ark. 2014” antibakteriyel özelliklere sahip biyoaktif $10\text{B}_2\text{O}_3\text{--}30\text{Na}_2\text{O--}60\text{P}_2\text{O}_5$ cam sentezlemiş, % 0,2 - 1 mol aralığında Ag_2O içeren ürünün % 1,5 ve 2 mol aralığında Ag_2O içeren üründen daha antibakteriyel özellik gösterdiğini tespit etmiştir [56].

“Jaiswal ve ark. 2012” methyltriethoxysilane içerisine Gümüş, Bakır ve Çinko (Ag, Cu, Zn) Nitrat ekleyerek polietilen plakalara kaplama yapmış ve antibakteriyel testleri yapmıştır. Ag^+ içeren ürünün daha antibakteriyel olduğunu tespit etmiştir [57].

“Dasa ve ark. 2013” termal ayrışma metodu ile CuO nanoparçacıklarını sentezlemiş UV, XRD ve TEM analizleri ile karakterizasyonunu inceleyerek, farklı bakteriler üzerine antibakteriyel testler uygulamıştır. Test sonuçlarına göre ürünün *Escherichia coli* ve *Pseudomonas aeruginosa* bakterilerine karşı etkili bir antibakteriyel özellik gösterdiği görülmüştür [58].

“Dias ve ark. 2006” hava ve ışığa dayanıklı gümüş kompleksinin izolasyonunda, yüksek oranda florlanmış antibakteriyel silver(I) tris(pyrazolyl)borate sentezleyerek, bu ürünün *S. Aureos* bakterisine karşı AgNO_3 den daha fazla antibakteriyel olduğunu göstermiştir [59].

“Mageshwari ve ark. 2013” geri soğutma düzeneğinde herhangi bir yüzey aktif madde olmadan nano yapıda CuO sentezlemiştir. CuO nanoyapılarının gram pozitif (*Bacillus Subtilis*, *Bacillus Thuringiensis*) ve gram negatif (*Salmonella Paratyphi*, *Salmonella Paratyphi-a*, *Salmonella Paratyphi-b*, *Escherichia coli* ve *Pseudomonas Aeruginosa*) bakterilerine karşı antibakteriyel etkinliğini test etmiştir. Ayrıca, CuO nanoyapılarının, *Aspergillus Niger*, *Rhizopus Oryzae*, *Aspergillus Flavus*, *Cladosporium Carrionii*, *Mucor*, *Penicillium Notatum* ve *Alternaria Alternata*’ya karşı antifungal aktivitesini test etmiştir. Sonuçlar, CuO nanoyapıları, patojenik bakteri ve mantarlara karşı etkili bir antibakteriyel madde olduğunu göstermiştir [60].

Bor katkılı TiO_2 (B / TiO_2) nano malzemelerin görünür ışık ışıması altında ve içinde antibakteriyel etkinliğini araştırmıştır. Sol-gel metodu ile sentezlediği ürünün karakterizasyonunu yapmıştır. Antibakteriyel çalışmada *Candida Albicans* (ATCC10231), Gram-negatif *Escherichia Coli* (ATCC25922) ve Gram Pozitif *Staphylococcus Aureus* (ATCC6538) a karşı testler yapmış ve yüksek oranda etkili olduğunu göstermiştir [61].

“Sohrabnezhad ve ark. 2014” CuO -montmorillonit (CuO -MMT) nano kompoziti termal ayrıştırma yöntemleri ile sentezlemiş ve karakterize etmişlerdir. CuO -MMT nanokompozitin antibakteriyel etkinliğini *Escherichia Coli*'ye karşı test etmiş ve nano kompozitin etkili bir bakteri yok edici olduğunu göstermiştir [62].

“Pandiyarajan ve ark. 2013” CuO nanopartiküllerini Sol-gel yöntemi ile oda sıcaklığında sentezlemiş ve antibakteriyel çalışmaları *Shigella flexneri*, *Staphylococcus Aureus*, *Staphylococcus Epidermidis*, *Salmonella Typhimurium*, *Bacillus Subtilis*, *Escherichia Coli*, *Vibrio Kolera*, *Pseudomonas Aeruginosa*'a karşı yapmıştır. *S. Flexneri* ve *B. Subtilis*, CuO nanopartiküllerine karşı daha az hassasiyet gösterdiğini belirlemiştir [63].

“Jan ve ark. 2014” nano boyutta metal oksitleri (ZnO , CuO , SnO_2 ve CeO_2) birlikte çökeltme yöntemi ile sentezlemiş ve karakterizasyonunu yaparak *E. Coli* bakterisine karşı antibakteriyel testler yapmıştır. Yapılan testlerde antibakteriyel özellik sıralamasının $\text{ZnO} > \text{SnO}_2 > \text{CeO}_2 > \text{CuO}$ şeklinde olduğunu göstermişlerdir [64].

“Sathyamoorthy ve ark. 2013” mikro yapıda CuO yu geri soğutucu düzneğinde herhangi bir aktif madde olmadan sentezlemişler ve bakterilere karşı antibakteriyel testleri yapmışlardır. Sonuçlar CuO 'nun hiyerarşik mimarisinin antibakteriyel aktivite gibi iyi fotokatalitik olduğunu göstermiştir [65].

“Moritz ve ark. 2013” de yayınlamış oldukları yayın ile Antibakteriyel Nanoparçaların sentezi, sentez yöntemleri, özellikleri, bu ürünlerin çalışma mekanizmaları ve uygulama alanlarını belirterek antibakteriyel çalışmaları anlatmışlardır [66].

2.3. Nanoteknoloji ve Nanopartiküller

Nanoteknoloji ifadesi ilk defa 1974 yılında Norio Taniguchi tarafından, “ileri düzey duyarlılıkla mevcut teknolojilerin küçültülmesine dayalı bir teknoloji” şeklinde tanımlanmıştır [67]. Boyutları 100 nanometrenin (nm) altında olan nanoparçacıklar, hacim olarak daha büyük malzemelerden farklı ve üstün kabul edilen özellikler göstermektedirler. Nano boyutlu partiküller, sahip oldukları özellikler sayesinde elektrik-elektronik, biyomedikal, otomotiv ve kimya alanları başta olmak üzere birçok alanda kullanılmaktadır [68].

Nanoboyutlu malzeme olarak ifade edilen yapılar; nanopartiküller, nanoteller, nanotüpler, nanoçubuklar, nanokristaller veya nano film gibi farklı ürünlerden oluşmaktadırlar [69,70].

Boyutları 100 nm ve altında kalan malzemeler nanopartikül olarak adlandırılır ve nanoboyutlu malzemelerin yani nanoteknolojinin temelini oluştururlar [71]. Nanoyapılı malzemelerin üretimini kapsayan nanoteknoloji alanındaki ilk basamak nanopartiküllerin sentezidir. Nanoteknolojik malzemelerin temel yapısını oluşturan nanopartiküller geniş bir kimyasal aralık ve morfolojide sentezlenebilirler.

Nanoteknolojik uygulamaların artması ile birlikte nanopartiküller, pek çok tüketici tarafından kullanılmaya başlanmıştır [72]. Gümüş başta olmak üzere, metal nanopartiküller sahip oldukları özellikler sayesinde elektrik-elektronik, malzeme bilimi, nanotıp gibi yeni teknolojilerde geniş kullanım alanına sahip olmaya başlamıştır [73,74].

Gümüş NP'leri (AgNP) ev aletlerinde, antimikrobiyal, antiviral uygulamalarda [75], Platinyum (Pt) NP'leri antikanserojen ve biyomedikal uygulamalarda [76], Altın (Au) NP'ler sensör, antimikrobiyal, ilaç verme, DNA etiketleme ve kanser tedavisi ile ilgili çalışmalarda [77], Demir (Fe) NP'leri antikanserojen uygulamalarda, Bakır (Cu) NP'leri antimikrobiyal uygulamalarda, Paladyum (Pd) NP'leri biyokataliz uygulamalarda, Selenyum (Se) NP'leri antimikrobiyal ve antikanserojen uygulamalarda, Çinko (Zn) NP'leri kozmetiklerde [78] kullanılmaktadır.

Nanopartikül sentezinde; yukarıdan aşağı “top down” ve aşağıdan yukarı “bottom up” olmak üzere iki yöntem bulunmaktadır [79]. Yukarıdan aşağıya yönteminde hacimsel malzemeye dışarıdan mekaniksel ve/veya kimyasal işlemler ile enerji verilir. Bunun sonucunda malzeme nano boyuta kadar inebilecek küçük parçalara ayrılır. Yukarıdan aşağıya yöntemine verilecek en iyi örnekler; mekanik öğütme ve aşındırma olabilir. Bu yöntemlerde klasik öğütme işlemlerinden çok daha fazla enerji tüketimi gerçekleştiğinden bunlara yüksek enerjili öğütme veya yüksek hız değirmenleri de denebilir. Bu yöntemde mikro düzeye ulaşmak için daha büyük malzemelerden üretime başlanır. Kuru öğütme yöntemiyle buğdayın un haline getirilmesi ve böylece su tutma yeteneğinin artırılması bu yönetime iyi bir örnek olarak verilebilir [80]. Yapılan bir çalışmada yeşil çay parçacıklarının boyutunun 1000 nm'ye kadar küçültülmesi ile yeşil çayda sindirim ve absorpsiyonun kolaylaştığı, bunun sonucunda oksijeni uzaklaştıran enzimlerin faaliyetlerinin arttığı, başka bir ifade ile antioksidan etkinin arttığı görülmüştür [81].

Yöntemin temeli atom ve moleküller ile organik veya inorganik yapı oluşturmaya dayanmaktadır. Nano yapıları birleştirmek için çevredeki kuvvetlerden ve DNA gibi biyolojik sistemlerin kendi kendine birleşme özelliğinden yararlanılarak karbon nanotüplerin kontrolü sağlanmaktadır. Bu yöntemin uygulanma sebebi, atomik veya moleküler boyuttaki yapıları kimyasal reaksiyonlar ile büyütürük partikül oluşumunun gerçekleştirilmesi olarak belirtilmektedir. Nano metal ve alaşımlarının üretiminde kullanılan ilk yöntem olan gaz yoğunlaştırma tekniği aşağıdan yukarıya yaklaşımıyla çalışmaktadır. Kimyasal buhar kaplama, kimyasal buhar yoğunlaştırma, sol jel ve sprej piroliz yöntemleri de bu yaklaşımın iyi bilinen diğer metotlarıdır [82].

2.4. Seramik Üretimi

Seramik, inorganik malzemelerin bir araya gelmesi ile oluşan bileşimlerin şekil verildikten sonra sırlanarak veya sırlanmayarak belirli bir sıcaklık rejiminde sertleşip dayanıklılık kazanıncaya kadar fırınlanması ile elde edilen malzemelerdir [83]. Porselen, cam, çimento, fayans, kiremit, tuğla, çömlek, drenaj boruları, zımpara taşları, ferroelektrikler, ametal manyetikler, sentetik tek kristaller ve uzay roketleri seramik ürünleri olarak adlandırılabilir [84]. Seramikler iki ana sınıfa ayrılırlar;

2.4.1. Geleneksel Seramik Malzemeler:

Geleneksel seramik ürünlerinin içine tuğla, fayans, porselen, çanak-çömlek, kiremit, refrakterler, camlar, çimento, elektrik yalıtım malzemeleri girmektedir. Geleneksel Seramikler doğadaki hammaddelerden hazırlanırlar. Üç ana bileşen içerirler. Bu bileşenler;

kil (kaolin: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),

silika (saf kum, SiO_2) ve

feldispattır (K_2O ya da $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$).

Kil, bir miktar safsızlık içeren hidratize alüminyum silikattır. Yaş ve ince iken plastik, kurduğunda serttir. Uygun sıcaklığa çıktığında sertleşir. Doğada bol miktarda bulunan kil ve killi topraklar çok eski çağlardan beri çanak, çömlek ve buna benzer eşyaların yapımında kullanılmaktadır. Killer öz suya sahip alüminyum silikatlar ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) olup, bileşiminde az miktarlarda TiO_2 , Fe_2O_3 , MgO , CaO , Na_2O , ve K_2O gibi başka oksitleri de ihtiva ederler. Saf kil olan kaolen ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) kimyasal yapısına sahiptir. Seramiğin en önemli hammaddesidir. Seramiğin ana hammaddesini oluşturan killerin, kuruma ve çekme özellikleri, plastiklik, kuru mukavemet, pişme rengi gibi özellikleri önemlidir.

Plastik olduklarından, çamurun kuru mukavemetini artırır, Sıkı olarak pişerler, %7 ye kadar çamura katılabilirler, mümkün olduğunca beyaz veya hafif sarı renkte pişirilmelidirler [84].

Kaolin, çamurun beyazlatıcısı ve aynı zamanda çamurun temel iskeletini oluşturur. Çamurda kaolin miktarı arttıkça mukavemet artar ve pişme sıcaklığı yükselir. Kaolin iri taneli olursa çamurun geçirgenliği artar, kuru küçülme azalır ve bunun sonucunda çekme azalır. Kaolin, sağlık gereçleri sersmik bünyesinde %25-30, duvar seramik kaplama malzemelerinde %15-20 oranında kullanılmaktadır [84].

Silika (flint, SiO_2), feldispat (K_2O ya da $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$), boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), borik asit (H_3BO_3), sodyum nitrat (NaNO_3), potasyum karbonat (K_2CO_3), flospar (CaF_2), kriyolit (Na_3AlF_6), demir ve kurşun oksit gibi diğer minerallerin birleşimi ile değişik seramik ürünleri elde edilebilir. Bu tür karışımlarda, silis ateş direncini sağlayıcı, feldispat ise eritici rol oynar.

Geleneksel seramikler karmaşık bir mikro yapıya sahip olduklarından içerdikleri fazlar bölgelere göre farklılık gösterebilir. Bu nedenle geleneksel seramiklerin özellikleri de farklıdır.

Feldispat; içinde belirli sayıda alkali bulunduran alümina silikat olarak tanımlanır. Feldispat magmatik bir kayadır. Seramik çamurunda belirli pişme sıcaklığına çıkıldığında çamurları pekiştirerek eriticilik özelliği gösterir. Ayrıca seramik sırasında da kullanılan önemli bir eriticidir [83]. Feldispat, pişme esnasında eriyerek erimeyen diğer maddeler arasındaki boşlukları doldurur [85]. Çamurun pişme sırasında ergimesini sağlar ve camsı faza geçirir.

Kuars-kuars kumu; Kuars yeryüzünde Oksijenden sonra en çok bulunan silisyum bileşimidir [86]. Seramik bünyenin aynı kil gibi plastik ve yapıyı yüksek sıcaklıklarda ayakta tutan hammaddeye ihtiyacı vardır. Kuars seramik bünyenin kuruma küçülmesini düşürür, plastikliği düzenler ve pişme sırasında deformasyon olmadan gaz çıkışını sağlar. Çamura koyulan miktar arttıkça sertlik artar [87].

2.4.2. İleri Teknoloji Seramik Malzemeler:

İleri teknoloji seramikler geleneksel seramiklere göre daha yüksek saflık derecesine ve daha kontrollü bileşime sahiptirler. Bu malzemeler, modern, ince, teknik ve yüksek teknoloji seramikleri gibi farklı şekillerde de adlandırılabilirler. İleri teknoloji seramikleri için kullanılan hammaddeler genel olarak yapay veya doğal hammaddelerin saflaştırılmasıyla elde edilirler. Saf ya da safa çok yakın alüminyum oksit (alümina, Al_2O_3), zirkonya (ZrO_2), magnezya (MgO), berilya (BeO), silisyum karbür (SiC) ve silisyum nitrür (Si_3N_4) gibi bileşenlerden oluşur.

İleri Teknoloji Seramiklerini geleneksel seramiklerden ayıran en önemli özellik tek (Al_2O_3 , ZrO_2 , Si_3N_4) veya iki fazdan ($MgO-Al_2O_3$, $Y_2O_3-ZrO_2$, $Na_2O.5Al_2O_3$) oluşmasıdır. Geleneksel seramikler ise birçok fazdan oluşmaktaydı. Bu farklılık daha öncede bahsedildiği gibi bu seramiklerin hammaddelerinden kaynaklanmaktadır. Bir ileri teknoloji seramiğinin;

- ✓ Kristal yapısı çoğunlukla basittir,
- ✓ Ortalama tane boyutu geleneksel seramiklere göre daha küçüktür,
- ✓ İstenmeyen madde oranı düşüktür (yüksek saflıktadır)

- ✓ Özellikleri daha iyi denetlenebilir.

İleri teknoloji seramiklerinde genellikle, alüminyum, silisyum, titanyum oksitleri-nitrürleri veya karbürleri gibi basit maddelerin ikili bileşimleri kullanılır. Bu hammaddelerin hemen hemen hepsi yerkabuğunda yaygın olarak bulunabilir. Çıkarılması, işletilmesi ve temini oldukça kolaydır. Buna karşın bu maddelerin toz ya da lif haline getirilmesi ve sanayi ölçeğinde biçimlendirilmesi ağır ekipman ve tesisler gerektirmektedir.

Devlet Planlama Teşkilatının yayınlamış olduğu Türkiye Sanayi Politikası raporuna göre ülkemizde ekonomik kalkınmaya katkı sunan sektörlerin başında otomotiv, tekstil, yiyecek, tıp, eczacılık, cam ve seramik endüstrisi gelmektedir. Bu raporda da belirtildiği üzere Türkiye'deki üretilen seramiklerin başında kaplama malzemeleri ve vitrifiye ürünleri gelmektedir. Bunlardan kaplama ürünleri ihracatın yaklaşık %60'ını oluşturmaktadır [88].

Seramik sırları, normal sıcaklıklarda yüksek akışkansızlığa sahiptirler. Kristalleşme noktası altındaki sıcaklıklarda akıcı (liquide) olup, "CAM" olarak adlandırılan camsı maddelerin önemli bir bölümünü oluştururlar. Bir takım mineral oksitlerinde de camlaşma özelliği görülür.

Günümüz seramiklerinde kullanılan modern sırlar, borat ve silikat bileşimleri karışımıdır. Seramik bünyede örtücü bir tabaka sağlayacak şekilde hazırlanan sırlar;

- Asitlerde olduğu gibi sulara da çözünmeme,
- Kullanım sürecinde asit ve sularla değinebilme / temas edebilme;
- Sıyırılmalara karşı mukavemetli olma;
- Su geçirgenliğinin bulunmaması;
- Kılcal sır çatlamaları ve öteki sır hatalarına karşı dayanıklı olma;
- Kristal sırları ve dekoratif görünümünün elde edilmesine yatkın olma;
- Belirlenen ısılarda ergime özelliklerine sahip olmalıdırlar [11].

Seramikte, sırlar için her zaman kaliteli niteliklerin elde edilmesi imkansızdır. Bir sırn yapısında yüksek oranda silis bulunması sırn sertlik ve dayanıklılığını artırır. Ama bu oran genellikle pişirim ısını da yükseltir. Buna karşılık, alkali oksit açısından

(Na_2O , K_2O v.b.) zengin bir sırnın erimesi daha fazladır. Ama daha yüksek bir genleşme katsayıları olduğundan ve normal hamurlar üstünde kullanıldıklarında sır çatlamalarına sebep olabilirler [11].

Sırlar için kullanılan ham maddeler;

- a) Borat ve silikat bileşikleri içererek camsı maddeler oluşturması için SiO_2 ve B_2O_3 ile birlikte eriyerek, bazik oksitleri sağlayan maddeler;
- b) Al_2O_3 sağlayan maddeler;
- c) B_2O_3 ve SiO_2 sağlayan maddeler olarak sayılabilir.

Bütün bu maddelere, kristalleştiriciler, opaklaştırıcılar veya renklendiriciler gibi özel nitelikli katkı maddeleri de eklenebilir [11].

İyi bir sırnın elde edilmesinde aranılan ana koşul, sırnın, sıkıca yapışması gerektiği seramik bünyeye tam olarak uyum sağlamasıdır. Hamurun ve sırnın nitelikleri, fırınlandıktan sonra iki ayrı yapının bir bütün olabilecekleri biçimde birbirine uyum sağlamasıdır.

Bir sır, her zaman bir hamura uyum sağlamak zorunda olmayabilir. Bunlardan hamur ya da sırdan birinin ötekine uygun, uyumlu olması gerekir. Bunun yanında, herhangi bir sırnın alınarak, herhangi bir çamurun üstünde eritilmesi de yeterli değildir. Kılcal sır çatlamaları, parçaların bazı kısımlarının lekelenmesine, hatta bütünüyle bozulmasına kadar giden bir takım sır hatalarının ortaya çıkmasına sebep olur. Sırlamada başarılı olunması için sır ve hamur bileşimlerinin genleşme katsayılarının birbirine yaklaşık şekilde ayarlanması gerekir. Diğer taraftan, kullanılan hammaddeler veya bunlar arasındaki kimyasal tepkimelerin sonucu ortaya çıkan maddeler, genleşme katsayıları arasındaki farkın dengede tutulması bakımından yeteri kadar esnekliğe ve mekanik bir mukavemete sahip olmalıdırlar. Bununla yanında, sır ve hamur arasındaki uyumluluk, yalnızca bileşimlerinin değil, aynı zamanda kendi iç gerilimlerinin de bir işlevidir [11].

Sırlama; Daldırma, Püskürtme, Akıtma, Fırça ve buna benzer yöntemlerinden biri ile gerçekleştirilir;

Daldırma metodu ile sır kaplama, seramik bünye veya kuru malzemenin sulu sır içine daldırılarak çıkartılması sonucu sırnın seramik bünye üzerinde film tabakası

şeklinde kalınlık oluşturmaktadır. Kalınlığı ince olan seramik bünyenin sırlanması, seramik bünyenin pişirimi sonrası daldırma yöntemi ile yapılabilirken kalınlığı fazla olan seramik bünyenin sırlanması, kurutma sonrası, daldırma yöntemi ile yapılabilir.

Püskürtme yöntemi ile sırlama, seramik bünye veya kuru malzemenin üzerine sulu sır karışımının püskürtülerek, seramik bünye üzerinde ince sır tabakası oluşturulmasıdır. Sır, bünye üstüne özel püskürtme tabancaları ile atılır ve bu tabancalara Pistole adı verilir. Bu tabancanın ağız açıklığı, basıncı, sırnın yoğunluğu, püskürtme mesafesi sırlamayı etkileyen faktörlerdir. Püskürtme yöntemi ile sırlama otomatik ya da elle gerçekleştirilebilir.

Akıtma yöntemi, sırnın sürekli olarak beslenen bir haznenin alt kesit açıklığından, sürekli bir film oluşturacak şekilde akması sonucu seramik bünye üzerinde ince sır tabakası oluşturulmasıdır.

Fırça ve benzeri malzemeler ile sırlama, seramik bünye yüzeyine fırça ve benzeri malzemeler ile sırnın, ince tabaka halinde sürülmesidir. Sır karıştırıldıktan sonra bir kaba alınarak sırlanacak malzemenin tozu alınır. Fırça sır içine daldırılır ve sırlanacak ürün üzerine sürülür. Sürme sırasında sır kalınlığının her yerde aynı olması önemlidir [89].

Seramik bünyeye sır kaplama işlemi yapıp fırınlandıktan sonra kabuklanma, çapak ve çukur oluşumu, bulgurlaşma, parlama eksikliği ve donuk dalgalı ürünler, yapışmış parçalar, sır damlaları, kükürtleşme (İğneli kristallerin oluşumu), silikat kristalleri oluşumu, kalın sır, küçük leke oluşumu, kılcal çatlama ve pullanma gibi sır hataları görülebilir [11].

Antibakteriyel özellikli sır, içinde antibakteriyel etki gösteren özellikte Ag, Zn, Cu iyonlarının uygun şartlarda katılması ile elde edilmektedir [10].

“Evcin ve ark. 2009” yapmış oldukları bir çalışmada, Sol Jel Yöntemiyle düşük sıcaklıkta sır üretimi gerçekleştirmişlerdir. Kurşun içermeyen bir sır reçetesi ile sol-jel yöntemiyle başlangıç maddeleri olarak alkoksitler, çözünebilir nitrat ve tuzlar kullanılarak sırlar hazırlanmıştır. Kurutulan tozlar porselen havanda

öğütülerek, su ile karıştırılmış ve seramik bünye üzerine uygulanmıştır. 850 - 1050°C sıcaklıkları arasında fırınlanarak pişirilmiş ve sırlanmış yüzeyler elde edilerek karakterizasyonu yapılmıştır [90].

2.5. Taguchi Metodu

Taguchi metodu, ürün ve yöntemdeki değişkenliği en aza indirmeyi hedefleyen deneysel bir tasarım metodudur. Burada amaç üründe ve üretim aşamasında, değişkenleri oluşturan ve kontrol edilemeyen etkenlere karşı, kontrol edilebilen etkenlerin düzeylerinin en uygun versiyonunu seçmektir [91]. Bu metod; ürünlerin kalitesinin iyileşmesinde etkili olmasının yanında, kaliteyi geliştirmede daha az sayıda deneme ile daha iyi sonuç alma olanağı vermektedir [91,92].

Japon bilim adamı Genichi Taguchi, 1980'li yıllarda yönetime yeni bir yaklaşım getiren, çevre şartlarından etkilenmeyen, düşük varyasyona sahip, sağlam ürün ve yöntem tasarımı için kendi ismi ile adlandırılan metodu geliştirmiştir [93]. Bu metod; deneylerin yapılması ve yorumlanmasında verimin artmasını sağlayacak bir çözüm geliştirdiği için, deneyden önce yapılan çalışmalar ile deney sayılarında önemli derecede azalma sağlamaktadır [92]. Kalite kontrol çalışmalarından yola çıkılarak geliştirilen Taguchi Metodu daha sonraları yeni ürün tasarımı ve Ar-Ge çalışmalarında da yoğun biçimde kullanılmaya başlanmıştır.

Taguchi Metodu şu şekilde özetlenebilir;

- 1- Rekabetin olduğu bir ekonomide kaliteyi sürekli geliştirmek ve maliyetleri azaltmak işletmelerin kalıcılığı büyük önem arz etmektedir. Sürekli bir kalite geliştirme programı uygulandığında ürün hedef değerlerinden sapmalar sürekli azalır.
- 2- Bir ürünün kalitesine ait önemli bir detay da ürünün toplumun tamamında meydana getirdiği kayıptır. Bir ürünün performansındaki bir sapmadan dolayı tüketicide meydana getirdiği kayıp sapmanın karesi ile doğru orantılıdır.
- 3- Bir ürünün maliyeti ve kalitesi, ürünün tasarımı ve üretim yöntemi tarafından belirlenir. Ürünün imalat öncesini (Pazar payı araştırma, tasarım ve yöntem geliştirme) ve imalatı esnasında yapılan faaliyetler ile sonrasını ayıran ve bu basamaklara Offline ve On-line Kalite Kontrol adlarını veren

Taguchidir. Her iki aşamayı da kendi içlerinde sistem, parametre ve tolerans tasarımı basamaklarına ayırmıştır.

- 4- Bir ürünün performansındaki sapmayı en aza için ürünün performans karakteristikleri üzerinde etkili olan değişkenlerin lineer olmayan etkilerini kontrol altına almak gerekir. İstatistiksel olarak dizayn edilen deneyler ürün veya yöntemlere ait performans sapmalarını azaltmak için kullanılır [93,94].

Taguchi metodunun kullanımındaki temel amaç; hedeflenen değer çevresindeki değişken sayısını azaltmaktır. Bu yöntemin temeli de deney tasarımına dayanmakta olup kesirli faktöriyel deney tasarımı metoduna, robust tasarım ve ortogonal diziler gibi kavramları da ilave etmektir. Taguchi ve tam faktöriyel tasarım metotları ile yapılacak deney sayıları arasındaki farklar Tablo 2.5.1.' de gösterilmiştir. Tablo da ortogonal dizi (O.D), L harfiyle gösterilirken L' den sonraki sayı ise deneme sayısını göstermektedir.

Tablo 2.5.1. Taguchi ile tam faktöriyel tasarım deney sayısı bakımından arasındaki fark [95]

Ortogonal Dizi (O.D)	Faktör ve Seviye Sayısı	Tam Faktöriyel Tasarım Deneme Sayısı
L4	3 Faktör 2 Seviyeli	8
L8	7 Faktör 2 Seviyeli	128
L9	4 Faktör 3 Seviyeli	81
L16	15 Faktör 2 Seviyeli	32768
L27	13 Faktör 3 Seviyeli	1594323

2.5.1. Taguchi Metodu Uygulama Adımları

Taguchi metodunu bir ürün ya da süreçte başarılı bir şekilde uygulayabilmek için sistematik bir yaklaşım izlemek gerekir.

Taguchi metodunun deneysel tasarım basamakları [96]:

1. Problemin tespit edilmesi,
2. Kalite karakteristiklerinin tespit edilmesi,
3. Kontrol Faktörlerinin tespit edilmesi,

4. Faktör düzeylerinin tespit edilmesi,
5. Uygun ortogonal dizinin seçilmesi,
6. Deneylerin gerçekleştirilmesi,
7. İstatiksel Analiz ve Deney Sonuçlarının değerlendirilmesi,
8. Doğrulama deneylerinin gerçekleştirilmesi.

Tablo 2.5.1.1. Taguchi ortogonal dizi seçim tablosu [97]

SEVİYE SAYISI												
2			3			4			5			
P=2	S=2	L4	P=2	S=3	L9	P=2	S=4	L' 16	P=2	S=5	L25	
P=3	S=2		P=3	S=3		P=3	S=4		P=3	S=5		
P=4	S=2		P=4	S=3		P=4	S=4		P=4	S=5		
P=5	S=2	L8	P=5	S=3	L18	P=5	S=4	L' 32	P=5	S=5	L50	
P=6	S=2		P=6	S=3		P=6	S=4		P=6	S=5		
P=7	S=2		P=7	S=3		P=7	S=4		P=7	S=5		
P=8	S=2	L11	P=8	S=3	L27	P=8	S=4	L' 32	P=8	S=5	L50	
P=9	S=2		P=9	S=3		P=9	S=4		P=9	S=5		
P=10	S=2		P=10	S=3		P=10	S=4		P=10	S=5		
P=11	S=2	L16	P=11	S=3	L36				P=11	S=5		
P=12	S=2		P=12	S=3					P=12	S=5		
P=13	S=2		P=13	S=3								
P=14	S=2	L32	P=14	S=3	L36							
P=15	S=2		P=15	S=3								
P=16	S=2		P=16	S=3								
P=17	S=2		P=17	S=3								
P=18	S=2		P=18	S=3								
P=19	S=2		P=19	S=3								
P=20	S=2		P=20	S=3								
P=21	S=2		P=21	S=3								
P=22	S=2		P=22	S=3								
P=23	S=2		P=23	S=3								
P=24	S=2	L32			L36							
P=25	S=2											
P=26	S=2											
P=27	S=2											
P=28	S=2											
P=29	S=2											
P=30	S=2											
P=31	S=2											

“Abalı ve ark. 2011” Dolomit cevherinin HCl içerisindeki çözünmesinin optimizasyonu çalışmasında dolomit ($\text{CaCO}_3\text{MgCO}_3$) cevherinin HCl çözeltisinde çözünmesinin ideal koşulları belirlemek için Taguchi metodunu kullanmışlardır. Deney parametreleri; reaksiyon sıcaklığı, katı-sıvı oranı, asit konsantrasyonu, reaksiyon süresi ve karıştırma hızı olarak belirlenmiştir. Deneyde 5 değişken ve bu değişkenlere karşılık gelen 5 farklı değişken seviyelerini incelemek için 3125

deneme yapılarak ulaşılabilecek sonuçlara, L25(55)'li ortogonal dizi ile 25 deneme yapılarak ulaşılmıştır [98].

“Demir ve ark. 2003” Sitrik asit çözeltisi içerisinde magnezitin çözünmesinin Optimizasyonu çalışmalarında Erzurum-Oltu yöresinden elde edilen magnezitin, sitrik asit çözeltisinde çözünmesine ait optimum koşulları L16 (45)' lı ortogonal dizini kullanarak belirlemişlerdir. Taguchi metodu ile asit konsantrasyonu, reaksiyon süresi, reaksiyon sıcaklığı, partikül boyutu ve katı-sıvı oranı değişken olarak belirlenmiştir. İdeal çalışma şartları; asit konsantrasyonu 2 M, reaksiyon süresi 120 dakika, reaksiyon derecesi 75 °C, katı-sıvı oranı 0,125 g/mL ve tanecik boyutu -319 µm olarak bulmuştur [99].

“Abalı ve ark. 2006” H₂SO₄ Çözeltisinde magnezitin çözünmesinin optimum koşullarının belirlenmesi çalışmalarında Erzurum-Hasankale yöresinden elde edilen magnezitin (MgCO₃), H₂SO₄ çözeltisinde çözünmesinin ideal koşullarını belirlemek için Taguchi metodunu kullanılmıştır. Deney değişkenleri olarak reaksiyon sıcaklığı, katı-sıvı oranı, asit konsantrasyonu, reaksiyon süresi ve karıştırma hızı belirlenmiştir. Optimizasyon çalışmaları için 5 değişken ve bu değişkenlere bağlı 5 farklı seviyeyi incelemek amacıyla 5x5x5x5x5=3125 deneme yapıları gerekirken, L25 (55)' li Ortogonal dizinini kullanarak 25 deneme yapmışlardır [100].

“Abalı ve ark. 2006” Kolemanitin asetik asit çözeltilerinde çözünmesinin optimizasyonu adlı çalışmaslarında Bandırmada faaliyet gösteren borik asit fabrikasından elde edilen kolemanit (2CaO.3B₂O₃.5H₂O) cevherinin asetik asit çözeltisinde çözünmesini Taguchi metodu ile belirlemişlerdir. İdeal çalışma şartları; reaksiyon sıcaklığı 35 °C, katı/sıvı oranı 5/100 (g/ml), asit konsantrasyonu % 10, karıştırma hızı 200 devir/dak ve reaksiyon süresi 10 dakika olarak bulunmuştur. Bu ideal çalışma şartlarında % 84,57' lik B₂O₃ verimi elde edilmiştir [101].

“Çopur 2002” Konsantre ZnS' ün HNO₃ çözeltisinde Zn ve Cu' nun Çözünmesinin Bir Optimizasyon Çalışmasında Rize-Çayeli yöresinden elde edilen konsantre çinko sülfürün HNO₃ içerisinde çözünmesi sonucu çözeltiliye geçen Zn, Cu ve Fe miktarını belirlemek için Taguchi yöntemini kullanmıştır. Çalışmada ideal çalışma şartlarını belirlemek için 5 değişken ve bu değişkenlere bağlı 5 seviyeden

oluşan L25 (55)' li ortogonal dizini kullanmıştır. Taguchi yöntemine göre elde edilen ideal çalışma şartları; reaksiyon sıcaklığı 55 °C, katı-sıvı oranı 0,1 ve asit konsantrasyonu 7 mol.dm⁻³, reaksiyon süresi 50 dakika ve karıştırma hızı 700 min⁻¹ dir [102].

2.6. Bileşiklerin Karakterizasyonu

2.6.1. XRD – X- Işınları Kırınımı

XRD küçük tane boyutuna sahip numunelerin kristal yapı özelliklerine göre tanımlanmasında kullanılan bir yöntemdir. X-Işınları kırınımı ile yapılan karakterizasyon ile yapıyı oluşturan her bir faza ait kırınımın Miller indisleri hesaplanır ve bu fazlara ait yapısal özellikler hakkında bilgiler elde edilir. Bu yöntemle elde edilen verilerin yorumlanması ile yapıyı oluşturan, bilinmeyen kristal fazın nitel mineralojisi, karışım halindeki kristal fazların nitel mineralojisi, Kristalin malzemelerin kristalinite özellikleri (düzenli, düzensiz), Kristal birim hücre parametrelerinin tespit edilmesi ve kristallerin termal genleşme katsayıları gibi bilgiler de sağlanabilir.

Kristal yapılardaki atomların yerleşimleri ile kristal tabakaları arasındaki uzaklığın belirlenmesinde de uygulanan bir tekniktir. Ayrıca X-Işınları kırınımı tekniği ile metallerin, polimer malzemelerin ve diğer katıların fiziksel özellikleri daha iyi anlaşılır [103].

X-Işınlının kristaller tarafından kırınımına uğradığını Alman fizikçi Von Laue, gerçekleştirdiği deneyler ile 1912 yılında ortaya koymuştur. Bu deneylerden sonra İngiliz fizikçi W. L. Bragg 1913 yılında kırınım için gerekli olan koşulları daha basit matematik formunda belirtmiştir. Kristal üzerine gönderilen X-Işını, kristal düzlemleri tarafından yansımaktadır. Bragg yasasına göre, gelen dalga ile kırınım uğramış ve yansıyan dalga arasındaki açı eğer birbirine eşit ise, kırınım deseni oluşur. Gelen ışın, d aralıklarıyla dizilmiş kristal düzlemlerinden yansımaktadır. Ayrıca gelen ışın ile saçılan ışın, düzlem ile θ açısı yapmaktadır. Böyle bir durumda komşu iki düzlemden saçılan ışınlar arasında $2d\sin\theta$ olarak ifade edilen yol farkı oluşmaktadır. Yapıcı girişimin olması için yol farkı tanımının dalga boyunun tam katlarına ($n\lambda$) eşit olması gerekmektedir [104].

2.6.2. SEM – Taramalı Elektron Mikroskobu

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Elektronları kullanarak numune yüzeyinden yüksek çözünürlüklü, üç boyutlu görüntülerini almaya yarayan bir tekniktir.

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) yönteminde katı numunenin yüzeyi yüksek enerjili elektron demetiyle taranır. Bu yöntem, elektron demetindeki elektronların örnek yüzeyindeki atomlar ile yaptığı fiziksel etkileşimler sonucu ortaya çıkan sinyallerin görüntüye dönüştürülmesi temeline dayanır. Bu sinyallerin kaynağı, ikincil elektronlar, geri saçılmış elektronlar, Auger elektronları ve X-ışınları fotonlarıdır. SEM analizleri için ikincil elektronlar ve geri saçılmış elektronlardan gelen sinyaller kullanılır. Yayılan X-ışınları, elemente ve elektronun kabuğuna özgü dalga boyuna ve enerjiye sahip olduğu için, yüzey hakkında hem nitel hem de nicel bilgi sağlar. Auger elektronları ise, Auger elektron spektroskopisinin dayanağını oluşturur. SEM ile katı maddelerin yüzey analiz, bileşimi ve elektriksel iletkenliği gibi özelliklerine ait bilgiler de elde edilir [103].

2.6.3. FTIR – Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi

Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi (FTIR) ile moleküler bağ analizi yapılır. Bu teknik ile katı, sıvı, gaz ve çözelti halindeki organik bileşiklerin yapısındaki fonksiyonel gruplar belirlenir. İki bileşiğin aynı olup olmadığı, yapıdaki bağların durumu ve bağlanma yerleri ile yapının aromatik yada alifatik olup olmadığı belirlenebilir.

Kızılötesi (IR) spektroskopisi, organik veya inorganik bileşiklerin analizinde kullanılan bir yöntemdir. IR spektrumları, numuneyi oluşturan atomlar arasındaki bağların titreşimiyle oluşan frekanslarına karşılık gelen absorpsiyon pikleri ile numunenin yapısını göstermektedir. Her maddenin kendine özgü bir spektrumu vardır. 2000 cm^{-1} den sonraki bölüme parmak izi bölgesi denir ve Organik madde spektrumları bu bölgede daha ayrıntılıdır. Bunun sayesinde bu maddeler hakkında daha ayrıntılı bilgi edinilebilir.

FTIR spektroskopisi tekniği katı, sıvı ve gaz numunelerin analizinde kullanılan bir yöntemdir. FTIR analizi yapılacak katı numuneler için üç farklı

hazırlama tekniği kullanılmaktadır. Bu tekniklerden birincisinde örnek KBr (130 °C’ de 4 saat kurutularak elde edilen) ile karıştırılarak ince bir disk haline getirilmektedir. İkinci yöntemde ise KBr kullanılmadan önce numune ince bir film tabaka haline getirilmektedir. Solüsyon tekniği denilen üçüncü yöntem de ise numune bir çözücü içerisinde çözülerek analize hazırlanmaktadır. İnce film veya disk tekniğinde numunenin kalitatif ve kantitatif analizi yapılmaktadır. Solüsyon yönteminde ise çözülmüş maddelerin kalitatif analizi yapılmaktadır [105]. Bu çalışmada sentezlenen borat bileşiklerine ait karakteristik pikler Tablo 2.6.3.1. de verilmiştir.

Tablo 2.6.3.1 Borat bileşiklerinin karakteristik bantları [106].

Karakteristik	Bant (cm ⁻¹)
O-H gerilme bandı	3300-3600
H-O-H eğilme bandı	1640-1660
B3-O asimetrik titreşim bandı	1300-1400
B3-O düzlem dışı eğilme bandı	738-764
B-O-H düzlem içi eğilme bandı	1180-1250
B4-O simetrik titreşim bandı	800-810
Karakteristik B4-O bandı	970-1020
B3-O ve B4-O eğilme bandı	510-590

2.6.4. EDX – Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi

Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDX) ile herhangi bir numune ve numune üzerinde elementlerin dağılımı tanımlanır. Örneğin üzerine elektron demeti gönderilerek analiz işlemi yapılır.

Enerji Dağılımlı X-Işını (EDX) spektrometresinde, yüksek enerjili birincil elektronlar örneğe çarptığında, ikincil elektronlar saçılır. Yüksek yörüngedeki bir elektron, X-Işını yayarak saçılan elektronun yerini alır. Yayılan X-Işınları, her element ve kabuk için kendine özgü bir enerjiye ve dalga boyuna sahiptir. Taramalı Elektron Mikroskopunda, X-Işınlarının karakteristik enerji düzeyleri belirlenip, örnek yüzeyinin nicel ve nitel analizi yapılmaktadır [104].

Enerji Dağılımlı X- Işını (EDX) spektrometresinde sayaç olarak, silikon veya germanyum kristalinden yapılan yarı iletken diyotlar kullanılır. Kristalin p-tipi tabakası, X-Işınlarının geldiği yöndedir ve dış katman elektriksel iletkenliği sağlamak için altın tabaka ile kaplıdır. Bu katmanın dışında X-Işınlarını geçirme özelliği gösteren ince berilyum bir pencere bulunmaktadır. Bir X-Işını, yarı iletken kristale geldiği zaman enerjisini değerlik bandındaki elektrona aktararak, elektronu serbest bırakır ve böylece elektron çiftleri oluşur. Elektron çiftlerinin sayısı gelen X-Işınlarının enerjisi ile doğru orantılı olduğundan, X-Işınlarının enerjisi elektronik işlemlerle tespit edilir. Belirli bir sayma süresinden (ortalama 100 s) sonra spektrum ekrana aktarılır. Dolayısı ile örneğin içerisinde bulunan elementlerin dağılım görüntüsü elde edilir [107].

2.6.5. TGA – Termogravimetrik Analiz

Termogravimetrik Analiz (TGA), bir örneğin artan sıcaklık sonucu kütlesinde meydana gelen ağırlık değişimlerini kantitatif olarak veren bir yöntemdir. Bir maddenin dehidrasyonu veya bozunması sırasındaki kütle değişimleri, sıcaklığa ya da zamana bağlı olarak gözlemlenebilir. Numunenin kütlesindeki değişim yüksek sıcaklıklarda fiziksel veya kimyasal bağların kopması sonucu meydana gelmektedir.

Termogravimetrik analizde, numunenin sıcaklığı çevre şartlarından başlayarak 1200 °C'ye ulaşana kadar ısıtılırken kütle değişimi de sürekli olarak izlenir. Kütlenin sıcaklığa karşı çizilen grafiği çizilir ve bu grafiğe "termogram" adı verilir. Bu termogramlar ile kalitatif ve kantitatif analizler yapılır. Termogravimetrik analiz cihazında, hassas bir analitik terazi, bir fırın, fırın sıcaklığını kontrol edici, programlayıcı ve bir de kaydedici bulunur [108].

2.6.6. DSC – Diferansiyel Taramalı Kalorimetre

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC); ısı analizi yapmayı sağlayan termal analitik bir yöntemdir. Bu yöntemde kalorimetre, numune ısıtılırken ve soğutulurken veya sabit bir sıcaklıkta tutulurken soğurulan ya da salınan enerji miktarını ölçer. Bu teknikle numunedeki faz değişimi sırasındaki ısı transferinin miktarı hesaplanır.

Diferansiyel Taramalı Kalorimetrede (DSC) numune ve referansın sıcaklıkları düzenli bir hızla artırılır. Her ikisinin sıcaklığının aynı olması için örnek veya

referansa dışardan gereken miktarda ısı takviyesi yapılır. İlave edilen ısı kayıt altına alınarak örnekte oluşan endotermik veya ekzotermik reaksiyonlar sonucu kaybedilen veya kazanılan ısı belirlenir. Diferansiyel Taramalı Kalorimetrede (DSC) ısıtıcılar numune ve referans kaplarının oldukça yakınına yerleştirilir. Termokaplar bir sıcaklık farkı algıladığında, örnek ve referanstan hangisi soğuk ise, soğuk olanın sıcaklığı diğeri ile aynı seviyeye gelene kadar ısı verilir. Isıtma hızı numune sıcaklığının fonksiyonu olarak kaydedilir [108].

2.6.7. UV–VIS Ultraviyole ve Görünür Bölge Moleküler Absorbsiyon Spektroskopisi

Moleküler Absorbsiyon Spektroskopisi (UV), bir numunedeki fonksiyonel grupların tanımlanmasında ve aynı zamanda fonksiyonel gruplar içeren bileşiklerin nicel analizinde kullanılır. UV-VIS spektroskopisi birçok organik ve inorganik numunenin analizinde kullanılmaktadır.

Ultraviyole ve Görünür Işık Absorbsiyon (UV-VIS), spektroskopi bir ışın demetinin örnekten geçtikten ya da bir örnek yüzeyinden yansıtıldıktan sonraki azalmasının ölçülmesine dayanan bir analiz yöntemidir. Işık şiddetindeki azalma absorblanmanın arttığını gösterir. Numunenin konsantrasyonu, belirli bir dalga boyundaki absorpsiyonu ölçülerek bulunur. UV-VIS spektroskopi çoğunlukla çözeltideki moleküller ile inorganik iyon ve komplekslerin ölçümünde kullanılan bir tekniktir. Birçok molekül UV veya VIS dalgaboylarını absorblar. Absorbsiyon sonucunda oluşan spektrum molekülün temel yapısını gösteren birçok absorblama bantlarından oluşur.

UV-VIS, 100-800 nm arası dalga boyları olan ışınların kullanıldığı spektroskopik bir tekniktir. 100-400 nm arasına ultraviyole (morötesi), 400-800 nm arasına ise görünür bölge denilmektedir.

UV-Görünür bölge ışınlarının bir molekül ya da çok atomlu iyonlar tarafından absorpsiyonu ile molekülün bağ elektronları veya değerlik elektronları temel seviyeden daha yüksek enerjili bir orbitale geçer ve uyarılmış molekül oluşur [103].

Atomların birbirine yaklaşması sonucu moleküller oluşurken, diğer taraftan enerjileri birbirine eşit veya yakın olan benzer atomik orbitallerin örtüşmesi ile moleküler orbitaller oluşur. Moleküldeki bu elektronlar moleküler orbitale Hund kuralına göre yerleşir [109].

2.6.8. ICP-OES İndüktif Eşleşmiş Plazma- Optik Emisyon Spektroskopisi

İndüktif Eşleşmiş Argon Plazma-Optik Emisyon Spektroskopisi (ICP-OES); sulu çözeltilerde çözünmüş haldeki elementlerin analizlerinde kullanılan bir tekniktir. Cihaz, elektromanyetik indüksiyonla yüksek sıcaklıklara (6000-10000 °K) ulaştırılan argon plazması tarafından numunenin uyarılması, uyarılan bu elementlerin yaydıkları karakteristik dalga boylarına ve emisyon şiddetine göre belirlenmesi prensibine göre çalışır. ICP-OES ile birçok elementin nitel ve nicel analizleri yapılabilir.

Çift yönlü görüntüleyici optikler içeren dedektör sistemi sayesinde geniş bir aralıkta ppb-ppm hassasiyetinde ölçümler yapılabilir. Ayrıca hidrür oluşturma yöntemi kullanılarak arsenik gibi ağır metallerin de analizleri hassas bir şekilde yapılabilir [109].

2.7. Katıların Kristal Yapıları ve Kristal Sistemler

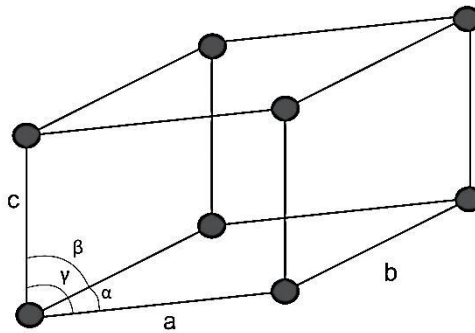
Katı haldeki maddeler amorf katılar ve kristal yapı katılar olmak üzere iki sınıfa ayrılırlar. Atomlar kendini tekrar eden düzenli bir şekilde dizilmesi ile bir yapı oluştururlar ve bu yapıya kristal yapı adı verilir. Kristal yapılar kendisinin tüm geometrik özelliklerini taşıyan birim hücreleri ile tanımlanırlar. Metallerin tümü, birçok seramik malzeme ve bazı polimerler kristal yapıdadırlar. Kristaller Metalik, İyonik, van der Waals ve Kovalent kristaller olmak üzere dört gruba ayrılırlar. Eğer atomların belli bir düzende dizilişleri yoksa bu yapılara Amorf yapılar denir. Amorf yapılarda gelizşigüzel bir diziliş ve yapı bulunmaktadır. Amorf yapılar görünüş olarak katılara benzerler fakat bazı fiziksel özellik bakımından da sıvılara benzerler. Bu maddeler orta ve düşük sıcaklıklarda oldukça büyük viskozite değerine sahiptirler. Cam, plastik, lastik, çeşitli reçineler ve bazı seramik malzemeler amorf yapılara örnek verilebilir. Kristal yapılarda belli bir erime sıcaklığı bulunurken amorf yapılarda erime belirli bir sıcaklıkta olmaz. Dolayısı ile amorf yapıların erime

sıcaklığı yoktur. Erime belirli bir sıcaklıkta başlar ve belirli bir sıcaklıkta biter. Erimenin başladığı ilk sıcaklığa Camsı Geçiş Sıcaklığı denir.

Atom veya atom gruplarının üç boyutlu olarak dizilmeleri ile Kristal Örgüsü meydana gelir. Bu kristal örgü yapıları “Birim Hücre” adı verilen yan yana gelerek basit geometrik düzen oluşturan yapılardan oluşur. Birim hücreleri katının kristal örgüsüne ait tüm simetrik özelliklerini gösterir. Birim hücreleri x, y, z, eksenleri üzerindeki a, b, c atom uzaklıkları ve eksenler üzerindeki α , β , γ açıları ile tanımlanır. Basit bir birim hücre yapısı Şekil 2.7.1 de gösterilmiştir. X ışınları ve elektron mikroskobu çalışmalarına göre a, b ve c uzunlukları ile α , β , γ açılarının büyüklüklerine göre 7 adet kristal kafes sistemi ve 14 farklı birim hücre olduğu bilinmektedir (Tablo 2.7.1) [110].

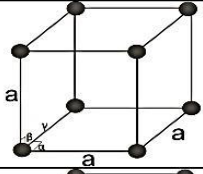
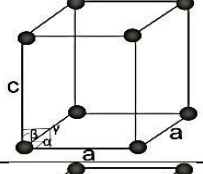
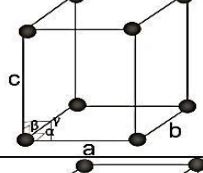
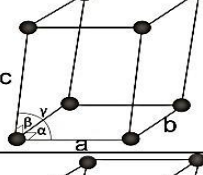
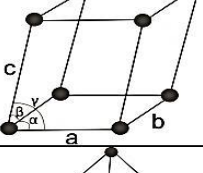
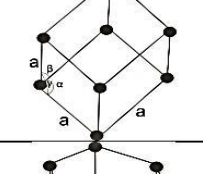
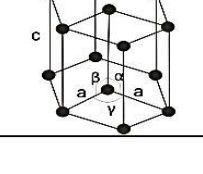
Bor mineralleride farklı kristal yapılarda bulunmaktadır. En çok kullanılan Bor minerallerinden; Boraks, Borik Asit, Kernit ve Kolemanit Monoklinik kristal yapısında, Üleksit ve Pandemit Triklitik kristal yapısındadır.

Metal boratların yapısında mononükleer, bi, tetra veya pentanükleer gibi büyük boyutlu yapılanmalar içermektedir. Bu yapılar içerdikleri BO_3 koordinasyon guruplarına göre Ortoboratlar, Piroboratlar, Metaboratlar ve BO_3 guruplarının yapıdaki bütün köşelere yerleştiği iki boyutlu zincir şeklinde farklı yapılar oluşturarak adlandırılırlar. Metal boratlar da farklı kristal yapılarda görülebilirler. Bakır Borat triklitik, Çinko Borat monoklinik ve Gümüş Borat hekzagonal kristal yapısında bulunmaktadır.



Şekil 2.7.1. Kristal örgü sisteminin birim hücre yapısı

Tablo 2.7.1. Kristal sistemler ve birim hücre yapıları

KRİSTAL ÖRGÜ SİSTEMİ	KRİSTAL ÖRGÜ SİSTEMİ GEOMETRİK YAPISI	BİRİM HÜCRE KENAR UZUNLUKLARI VE AÇILAR	KRİSTAL ÖRGÜ GEOMETRİK YAPILARI (BRAVİS KAFES SİSTEMLERİ)
Kübik		$a=b=c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	Basit Kübik Hacim Merkezli Kübik Yüzey Merkezli Kübik
Tetragonal		$a=b \neq c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	Basit Tetragonal Hacim Merkezli Tetragonal
Ortorombik		$a \neq b \neq c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	Basit Ortorombik Hacim Merkezli Ortorombik Taban Merkezli Ortorombik Yüzey Merkezli Ortorombik
Monoklinik		$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Basit Monoklinik Taban Merkezli Monoklinik
Triklinik		$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Basit Triklinik
Rombohedral		$a=b=c$ $\alpha=\beta=\gamma \neq 90^\circ$	Basit Rombohedral
Hekzagonal		$a=b \neq c$; $\alpha=\beta=90^\circ, \gamma=120^\circ$	Basit Hekzagonal

3. DENEYSEL KISIM

3.1. Materyal

Çalışmamızda Gümüş Borat sentezi için Gümüş Nitrat (AgNO_3 , puriss. p. a. $\geq 99,5 \%$) ve Disodyum Tetra Borat Dekahidrat (Boraks- $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, Merck), Bakır Borat sentezi için Bakır Nitrat ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, Merck) ve Disodyum Tetra Borat Dekahidrat (Boraks- $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, Merck), Çinko Borat için Çinko Nitrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Merck) ve Disodyum Tetra Borat Dekahidrat (Boraks- $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, Merck) kullanılmıştır.

Antibakteriyel test çalışmalarında, kültürlerinin aktifleştirilmesi için Nutrient Agar (Merck), bakterilerin üretilmesi için gerekli olan katı besiyeri, Muller Hinton Broth (MHB) (Merck) kullanılmıştır. Bakterilerin gelişim kinetiği çalışmasında ise Nutrient Broth Besiyeri (NB) (Merck) kullanılmıştır

Sentez işlemleri Celal Bayar Üniversitesi Kimya Bölümü Fizikokimya Araştırma Laboratuvarında geri soğutucu düzeneğinde gerçekleştirilmiştir. Sentez sonrası elde edilen Boratlar'ın karakterizasyon çalışmalarında, XRD analizleri Celal Bayar Üniversitesi Deneysel Fen Bilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezi (DEFAM) ve İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Araştırma Merkezinde (İYTE-MAM) bulunan Philips X'Pert Pro marka cihaz ile SEM ve EDX çalışmaları İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Araştırma Merkezinde (İYTE-MAM) bulunan Philips XL 30S FEG marka cihaz ile TGA ve DSC çalışmaları Ortadoğu Teknik Üniversitesi Kimya Bölümünde bulunan Shimadzu DTG-60 marka cihaz ile FTIR çalışmaları Celal Bayar Üniversitesi Deneysel Fen Bilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezinde (DEFAM) bulunan Agilent 600 serisi marka cihaz ile UV VIS çalışmaları Celal Bayar Üniversitesi Deneysel Fen Bilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezinde (DEFAM) bulunan Agilent Cary 60 UV-Vis Spektrofotometresi ile Mekanik Testler Celal Bayar Üniversitesi Deneysel Fen Bilimleri Uygulama ve Araştırma Merkezinde (DEFAM) bulunan Shimadzu AG-X plus 250 kN marka cihaz ile yapılmıştır. Seramiklerin fırınlama işlemleri Celal Calal Bayar Üniversitesi Kimya Bölümü Fizikokimya Araştırma Laboratuvarında bulunan Magmateherm 1200 °C Basic Extended Ultimate Superior marka Kül Fırınında gerçekleştirilmiştir. Tanecik boyutu hesaplamaları İmage J Launcher programında SEM görüntüleri üzerinden

yapılmıştır. Karakterizasyon sırasında kullanılan cihazlar Şekil 3.1.1 de gösterilmiştir.

Daha sonra sentezlenen ürünler Serel Seramik Sanayi A.Ş'den elde edilen ham sır malzemesine katılmış ve aynı yerden temin edilen seramik bünyeye uygulanarak fırınlanmıştır. Ürünlerin Antibakteriyel testleri de Hacı Bayram Üniversitesi Polatlı Fen Edebiyat Fakültesi Biyoloji Bölümünde yapılmıştır.



X Işınları Spektrofotometresi



SEM/EDX Taramalı Elektron Mikroskobu



Termal Analiz (DSC/TGA)



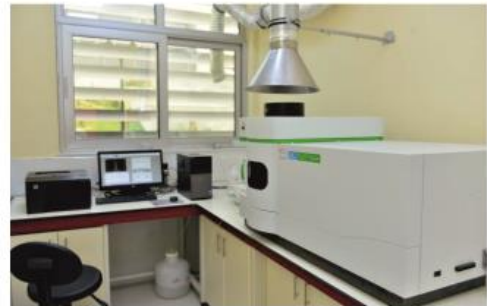
UV-VIS Cihazı



Mekanik Test Cihazı



FTIR Spektrofotometresi



ICP Spektrofotometresi

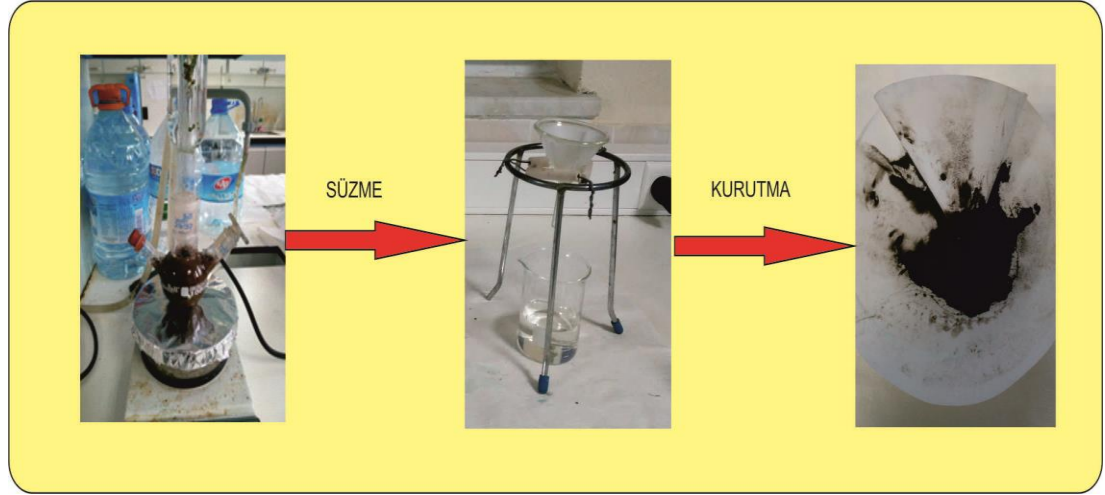
Şekil 3.1.1. Karakterizasyon çalışmalarında kullanılan cihazlar

3.2. Yöntem

3.2.1. Gümüş Borat Sentezi

Gümüş Borat, Taguchi Metoduna göre Tablo 3.2.1.1 de verilen parametreler kullanılarak, Boraks ve gümüş nitrat tuzunun sulu ortamda geri soğutucu düzeneğinde reaksiyonu sonucunda sentezlenmiştir (Şekil 3.2.1.1). Reaksiyonlarda 4 farklı parametre ve 4 farklı değişken kullanılmıştır. Kullanılan parametreler Sıcaklık, Zaman, Mol Oranı ve Karıştırma hızıdır. Deneyler sonucunda her bir Gümüş Borat'dan 16 farklı numuneden ikişer tane ürün sentezlenmiştir. Deneyler sonucunda elde Gümüş Boratlara deney numaraları ile birlikte gümüş elementini ve boratı simgeleyen harfler verilerek kodlanmıştır. Deney numaraları, tabloda hizasında belirtilen koşullarda sentezlendiğini göstermektedir.

Sentezlenen Gümüş Boratlar süzgeç kağıdında süzildükten sonra, oda sıcaklığında birkaç gün kurumaya bırakılmış ve ardından yapı karakterizasyonu için analizleri yapılmıştır.



Şekil 3.2.1.1. Gümüş Borat'ın sentez basamakları

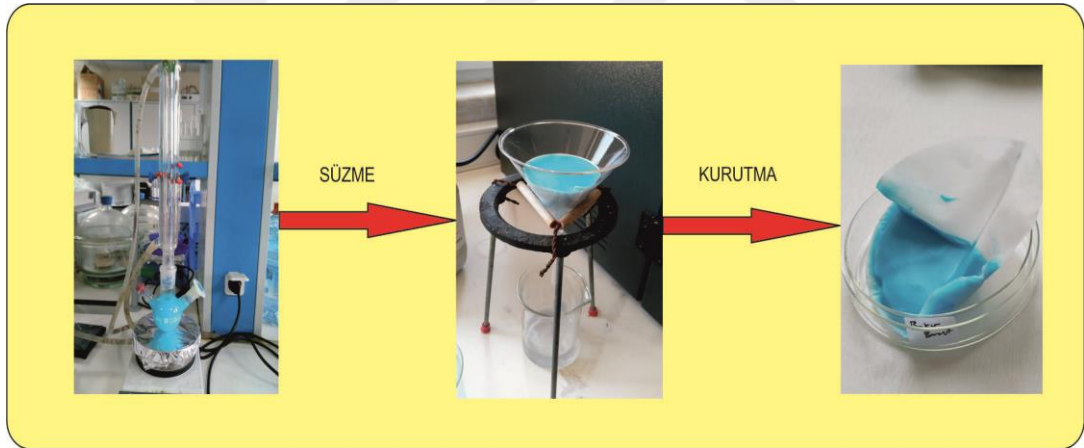
Tablo 3.2.1.1. Gümüş Borat sentezinde kullanılan parametreler.

Deney Numarası Ürün Kodu	Sıcaklık (°C)	Zaman (saat)	Mol Oranı (Ag⁺ / B₂O₃)	Karıştırma Hızı (rpm)
AgB 1	45 °C	2	1/2 (0,01/0,02)	200
AgB 2	45 °C	4	1/1,5 (0,01/0,015)	400
AgB 3	45 °C	8	1/1 (0,01/0,01)	600
AgB 4	45 °C	12	2/1 (0,02/0,01)	800
AgB 5	60 °C	2	1/1,5 (0,01/0,015)	600
AgB 6	60 °C	4	1/2 (0,01/0,02)	800
AgB 7	60 °C	8	2/1 (0,02/0,01)	200
AgB 8	60 °C	12	1/1 (0,01/0,01)	400
AgB 9	75 °C	2	1/1 (0,01/0,01)	800
AgB 10	75 °C	4	2/1 (0,02/0,01)	600
AgB 11	75 °C	8	1/2 (0,01/0,02)	400
AgB 12	75 °C	12	1/1,5 (0,01/0,015)	200
AgB 13	90 °C	2	2/1 (0,02/0,01)	400
AgB 14	90 °C	4	1/1 (0,01/0,01)	200
AgB 15	90 °C	8	1/1,5 (0,01/0,015)	800
AgB 16	90 °C	12	1/2 (0,01/0,02)	600

3.2.2. Bakır Borat Sentezi

Bakır Borat, Taguchi Metoduna göre Tablo 3.2.2.1 de verilen parametreler kullanılarak, Boraks ve bakır nitrat tuzunun sulu ortamda geri soğutucu düzeneğinde reaksiyonu sonucunda sentezlenmiştir (Şekil 3.2.2.1). Reaksiyonlarda 4 farklı parametre ve 4 farklı değişken kullanılmıştır. Kullanılan parametreler Sıcaklık, Zaman, Mol Oranı ve Karıştırma hızıdır. Deneyler sonucunda her bir Bakır Borat'dan 16 farklı numunedan ikişer tane ürün sentezlenmiştir. Deneyler sonucunda elde Bakır Boratlara deney numaraları ile birlikte bakır elementini ve boratı simgeleyen harfler verilerek kodlanmıştır. Deney numaraları, tabloda hizasında belirtilen koşullarda sentezlendiğini göstermektedir.

Sentezlenen Bakır Boratlar süzgeç kağıdında süzildükten sonra, oda sıcaklığında birkaç gün kurumaya bırakılmış ve ardından yapı karakterizasyonu için analizleri yapılmıştır.



Şekil 3.2.2.1 Bakır Borat'ın sentez basamakları

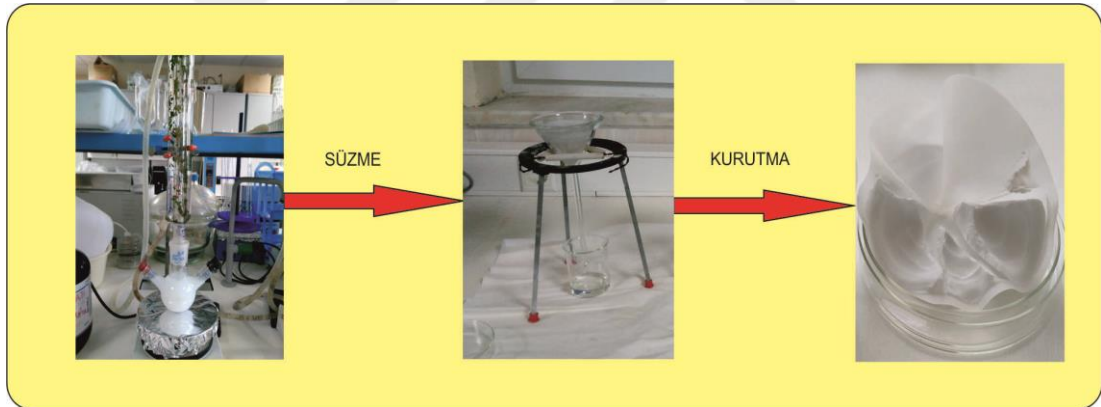
Tablo 3.2.2.1. Bakır Borat sentezinde kullanılan parametreler

Deney Numarası Ürün Kodu	Sıcaklık (°C)	Zaman (saat)	Mol Oranı (Cu⁺² / B₂O₃)	Karıştırma Hızı (rpm)
CuB 1	45 °C	2	1/2 (0,01/0,02)	200
CuB 2	45 °C	4	1/1,5 (0,01/0,015)	400
CuB 3	45 °C	8	1/1 (0,01/0,01)	600
CuB 4	45 °C	12	2/1 (0,02/0,01)	800
CuB 5	60 °C	2	1/1,5 (0,01/0,015)	600
CuB 6	60 °C	4	1/2 (0,01/0,02)	800
CuB 7	60 °C	8	2/1 (0,02/0,01)	200
CuB 8	60 °C	12	1/1 (0,01/0,01)	400
CuB 9	75 °C	2	1/1 (0,01/0,01)	800
CuB 10	75 °C	4	2/1 (0,02/0,01)	600
CuB 11	75 °C	8	1/2 (0,01/0,02)	400
CuB 12	75 °C	12	1/1,5 (0,01/0,015)	200
CuB 13	90 °C	2	2/1 (0,02/0,01)	400
CuB 14	90 °C	4	1/1 (0,01/0,01)	200
CuB 15	90 °C	8	1/1,5 (0,01/0,015)	800
CuB 16	90 °C	12	1/2 (0,01/0,02)	600

3.2.3. Çinko Borat Sentezi

Çinko Borat, Taguchi Metoduna göre Tablo 3.2.3.1 de verilen parametreler kullanılarak, Boraks ve çinko nitrat tuzunun sulu ortamda geri soğutucu düzeneğinde reaksiyonu sonucunda sentezlenmiştir (Şekil 3.2.3.1). Reaksiyonlarda 4 farklı parametre ve 4 farklı değişken kullanılmıştır. Kullanılan parametreler Sıcaklık, Zaman, Mol Oranı ve Karıştırma hızıdır. Deneyler sonucunda her bir Çinko Borat'dan 16 farklı numuneden ikişer tane ürün sentezlenmiştir. Deneyler sonucunda elde Çinko Boratlara deney numaraları ile birlikte çinko elementini ve boratı simgeleyen harfler verilerek kodlanmıştır. Deney numaraları, tabloda hizasında belirtilen koşullarda sentezlendiğini göstermektedir.

Sentezlenen Çinko Boratlar süzgeç kağıdında süzildükten sonra, oda sıcaklığında birkaç gün kurumaya bırakılmış ve ardından yapı karakterizasyonu için analizleri yapılmıştır.



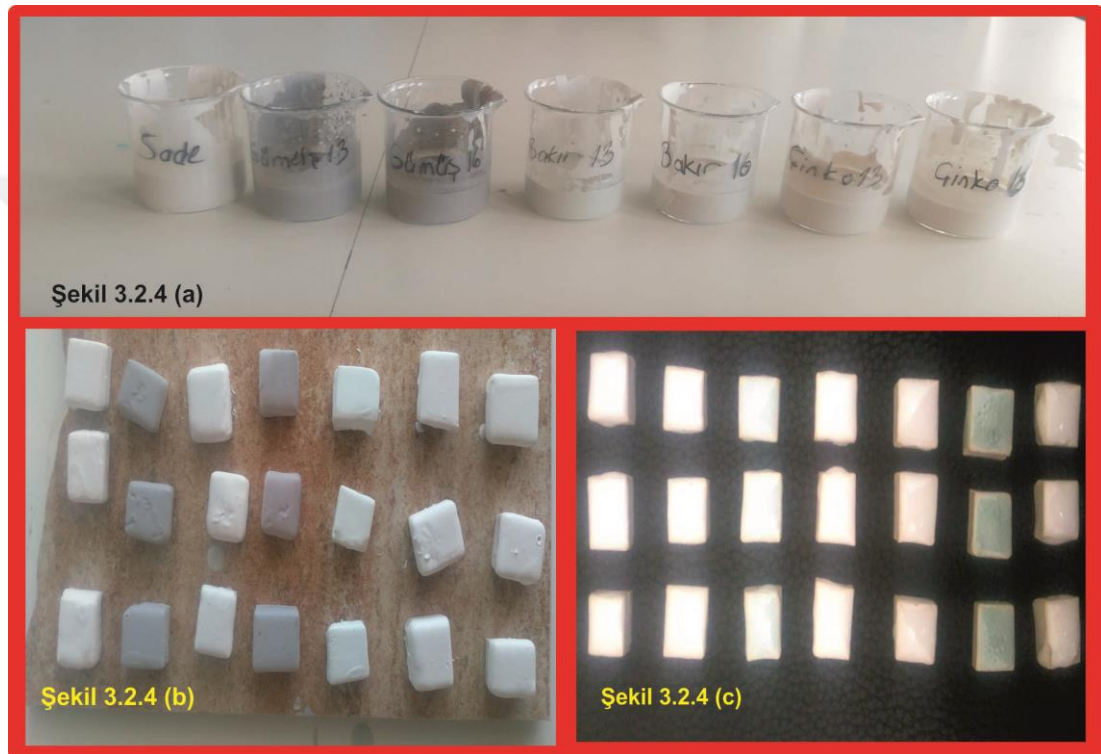
Şekil 3.2.3.1. Çinko Borat'ın sentez basamakları

Tablo 3.2.3.1. Çinko Borat sentezinde kullanılan parametreler

Deney Numarası Ürün Kodu	Sıcaklık (°C)	Zaman (saat)	Mol Oranı (Zn⁺² / B₂O₃)	Karıştırma Hızı (rpm)
ZnB 1	45 °C	2	1/2 (0,01/0,02)	200
ZnB 2	45 °C	4	1/1,5 (0,01/0,015)	400
ZnB 3	45 °C	8	1/1 (0,01/0,01)	600
ZnB 4	45 °C	12	2/1 (0,02/0,01)	800
ZnB 5	60 °C	2	1/1,5 (0,01/0,015)	600
ZnB 6	60 °C	4	1/2 (0,01/0,02)	800
ZnB 7	60 °C	8	2/1 (0,02/0,01)	200
ZnB 8	60 °C	12	1/1 (0,01/0,01)	400
ZnB 9	75 °C	2	1/1 (0,01/0,01)	800
ZnB 10	75 °C	4	2/1 (0,02/0,01)	600
ZnB 11	75 °C	8	1/2 (0,01/0,02)	400
ZnB 12	75 °C	12	1/1,5 (0,01/0,015)	200
ZnB 13	90 °C	2	2/1 (0,02/0,01)	400
ZnB 14	90 °C	4	1/1 (0,01/0,01)	200
ZnB 15	90 °C	8	1/1,5 (0,01/0,015)	800
ZnB 16	90 °C	12	1/2 (0,01/0,02)	600

3.2.4. Boratların Sır Malzemesine Eklenerek Seramiğe Uygulanması

Sentezlenen boratlar Manisa'da faaliyet gösteren Serel Seramik A.Ş. den temin edilen ham sır malzemesine ağırlıkça %1 oranında eklenerek (Şekil 3.2.4.a), yine aynı fabrikadan temin edilen 1cmx1cm ebatlarında hazırlanan ham seramik malzemesine uygulanmıştır (Şekil 3.2.4.b). Seramikler Celal Bayar Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Fizikokimya Araştırma Laboratuvarında bulunan kül fırınında fırınlanmıştır (Şekil 3.2.4.c).



Şekil 3.2.4.1 (a) Ham sır malzemesine ağırlıkça %1 borat ekleme
(b) 1x1 cm seramik üzerine uygulama
(c) Fırınlama sonrası

3.2.5. Seramiklerin Antibakteriyel Testleri

Fırınlanan seramik parçaların antibakteriyel testleri Gazi Üniversitesi Polatlı Fen Edebiyat Fakültesi Biyoloji bölümünde *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus* bakterileri kullanılarak yapılmıştır.

3.2.5.1 *Escherichia Coli*

E. coli, memeli hayvanların kalın bağırsağında yaşayan bakteri türlerinden bir tanesidir. Bağırsakta yaşayan, *E. coli*'nin çevresel sularda varlığı dışkı kirlenmesinin

bir belirtisidir. *E. coli*, genel olarak bakteri biyolojisinin anlaşılması amacıyla üzerinde sıkça çalışılmış bir model organizma olmuştur.

Gram-negatif bir bakteri olan *E. coli* endospor oluşturmaz. *E. coli* bakterisi çubuk şeklinde olup, ebatları 1-2 µm uzunluğunda ve 0,1-0,5 µm çapındadır. Memeli hayvanların bağırsaklarında yaşadığı için en iyi vücut sıcaklığında çoğalır [111].

3.2.5.2 Staphylococcus Aureus

Micrococcaceae familyasına ait olan *S. aureus* bakterisi gram pozitif ve hareketsizdirler. Spor oluşturmeyen bakteri yaklaşık 1 µm çapında anaerob bir bakteri türüdür. *S. aureus* bakterisinin en uygun üreme ısısı 30-37 °C dir. Optimum pH ortamı 7 -7,5 arasındadır. İnsanlarda görülen deri enfeksiyonlarının sebebi *S. aureus* bakterisidir. *S. aureus* için en önemli kaynak insandır [112].

3.2.6. Mikroorganizmaların Aktifleştirilmesi

-80 °C’de bekletilen stok ATCC kültürlerinin aktifleştirilmesi amacıyla Nutrient Agar (Merck, Almanya) besiyeri içeren petrilere ekim yapılarak çalışma kültürleri oluşturulmuştur. Bu besiyeri hazırlanırken 40 gr besiyeri, 1 L dH₂O içinde çözülmüş ve pH’ı 7’ye ayarlanmıştır. Nanomalzemenin antibakteriyel aktivite tesbiti için "dilisyon yöntemi" ile bakteri sayılarının belirlenmesinde, bakterilerin üretilmesi için gerekli olan katı besiyeri, Muller Hinton Broth (MHB) (Merck, Almanya) kullanılmıştır. Bakterilerin gelişim kinetiği çalışmasında ise Nutrient broth besiyeri (NB) (Merck, Almanya) kullanılmıştır.

3.2.7. Mikroorganizmaların Standardize Edilmesi

Analiz öncesinde ATCC bakteri kültürleri öncelikle kolonilerin elde edilmesi amacıyla agarlı ortamına ekilmiş, 37 °C’de 24 saat inkübasyondan sonra izole olmuş kolonilerden, steril şartlarda %0,9’luk serum fizyolojik içine aseptik koşullarda alınmıştır. Hazırlanan bakteri süspansiyonları, cihazla 0,5 McFarland bulanıklığa ayarlanmıştır.

Antibakteriyel aktivitenin incelenmesi Gram-pozitif *S. aureus* (ATCC 6538) ve Gram-negatif *E. coli* (ATCC 25922) bakteri suşları kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3.2.8. Nanomalzemenin Sterilizasyonu, Antibakteriyel Aktivite

Nanomalzemeler 121 °C sıcaklıkta, 1 atm basınçta ve 15 dakika otoklavda sterilizasyon işlemine tabi tutulmuştur. Daha önceden %70 etanol içerisinde bekletilerek steril edilmiş 50 ml'lik santrifüj tüplerine yerleştirilmiştir. Bir gece süreyle besi ortamında üretilmiş olan bakteri suşları santrifüj tüplerine alınarak 3000 rpm'de de 5 dakika santrifüjlenmiştir. Steril PBS ile seyreltilen bakterilerin UV absorbansı ölçülmüş ve 600 nm dalga boyunda absorbansı 1.0 olacak şekilde ayarlanmıştır (10^9 CFU ml⁻¹). Elde edilen bakteri süspansiyonu PBS ile 100 kat seyreltilmiş (10^7 CFU ml⁻¹) ve bulunan her bir örnek üzerine 1 ml eklenerek 37 °C'de çalkalamalı inkübatörde 30 rpm'de 24 saat süre ile inkübe edilmiştir. Bu süre sonunda örneklerden elde edilen bakteri süspansiyonu seyreltmeler yapılarak örnekten 0,1 ml alınarak agar ortamına aktarılmış ve 37 °C'de 24 saat inkübasyonun ardından bakteri kolonilerinin sayımı gerçekleştirilmiştir. Antibakteriyel aktivite hesabı amacıyla nanomalzeme eklenmemiş sadece bakteri kültürü içeren örnekler kontrol olarak kullanılmıştır. Antibakteriyel aktivite aşağıda verilen formül ile belirlenmiştir [113].

$$\text{Antibakteriyel aktivite (\%)} = (A-B)/A \times 100 \quad (3.2.8.1)$$

A kontrol örneği, B ise nanomalzeme inokülasyonundan alınan kolonilerdir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1. Gümüş Borat

Taguchi Metodu 4x4 sistemine göre ikişer tane sentezlenen 16 farklı Gümüş Borat numunelerin XRD sonuçları Şekil 4.1.1 ve Şekil 4.1.16 arasındaki grafiklerde verilmiş ve literatürdeki Gümüş Borat XRD verileri karşılaştırılarak en uygun ortamda sentezlenen Gümüş Borat tespit edilmiştir. Bu durumda en uygun ürünün AgB13 kodlu ürün olduğu, literatürdeki 96-150-9895 JCPDS kart numaralı Gümüş Borat'ın XRD verileri ile karşılaştırıldığında oluşması gereken pik şiddetlerinin oluştuğu ve ürünün sentezlendiği görülmektedir (Şekil 4.1.17). Literatüre göre 33,2-33,7-34,1-38,1-48,9 ve 64,3 (°) 2 teta değerinde oluşması gereken pik şiddetleri sentezlediğimiz üründe de oluşmuştur. Yapılan XRD analiz sonuçlarına göre oluşan Gümüş Borat yapısının Hekzagonal kristal formunda olduğu tespit edilmiştir [114].

Daha sonra farklı parametrelerin karşılaştırılması yapılmıştır. Sıcaklığı sabit tutup mol oranlarına göre kıyaslama yaptığımızda; çalıştığımız en düşük sıcaklık olan 45 °C de, ortamdaki gümüş nitrat az olduğunda Gümüş Borat oluşmamaktadır. Gümüş Nitrat/Boraks mol oranı 2/1 olduğunda Gümüş Borat oluşumu gerçekleşmektedir (Şekil 4.1.18). Sıcaklığı 60 °C ye çıkardığımızda ortamdaki gümüş nitratin varlığı az olsa bile Gümüş Borat oluşumu 45 °C ye göre kısmen daha iyi olmakla birlikte yine en iyi oluşum Gümüş Nitrat/Boraks mol oranı 2/1 olan AgB7 ye ait olan grafikte görülmektedir (Şekil 4.1.19). Sıcaklık 75 °C ye çıktığında tüm mol oranlarından Gümüş Borat oluşumunun net bir şekilde oluştuğu gözlemlenmekle birlikte yine en iyi oluşumun Gümüş Nitrat/Boraks mol oranı 2/1 olan AgB10 numaralı garfiğe ait olduğu görülmektedir (Şekil 4.1.20). 90 °C sıcaklıkta da Gümüş Borat oluşumunun tüm mol oranlarında gerçekleştiği gözlemlenmektedir (Şekil 4.1.21).

Mol oranlarını sabit tutup sıcaklığa göre kıyaslama yaptığımızda ise; Gümüş Nitrat/Boraks mol oranının 1/2 olduğu ortamda en iyi Gümüş Borat oluşumunun 90 °C de AgB16 ya ait olduğu görülmektedir (Şekil 4.1.22). Gümüş Nitrat/Boraks mol oranının 1/1,5 olduğu ortamda da sıcaklığın artması ile Gümüş Borat oluşumunun gerçekleştiği net bir şekilde gözlemlenmektedir (Şekil 4.1.23). Ortamdaki gümüş nitrati biraz daha artırıp Gümüş Nitrat/Boraks mol oranının 1/1 yaptığımızda Gümüş

Borat oluşumu daha net bir şekilde görülmektedir (Şekil 4.1.24). Gümüş Nitrat/Boraks mol oranının 2/1 yaptığımızda tüm sıcaklıklarda Gümüş Borat oluşumunun gerçekleştiği görülmektedir (Şekil 4.1.25). Bu durumda en iyi Gümüş Borat oluşumunun Gümüş Nitrat/Boraks mol oranının 2/1 ve 90 °C de gerçekleştiği görülmektedir. Belirtilen mol oranında sıcaklık ve zaman etkisi beraber değerlendirildiğinde, düşük sıcaklıkta (45 °C) 12 saat reaksiyon sonucunda Gümüş Borat tam olarak oluşmazken, yüksek sıcaklıkta (90 °C) de 2 saat gibi kısa zamanda Gümüş Borat net bir şekilde oluşmaktadır. (Şekil 4.1.26). Gümüş nitrat tuzunun suda iyi bir şekilde çözünüyor olması sıcaklık arttıkça her mol oranında Gümüş Boratın oluşumunu sağlamaktadır. Düşük sıcaklıklarda ise ortamdaki gümüş'ün fazla olması Gümüş Borat'ın oluşumunu sağlamaktadır.

XRD verilerine göre en iyi oluşum gösteren koşulda (Gümüş Nitrat/Boraks mol oranı 2/1, 90 °C ve 2 saat) sentezlenen AgB13 ile farklı bir koşulda (Gümüş Nitrat/Boraks mol oranı 1/2, 90 °C ve 12 saat) sentezlenen AgB16'nın Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile morfolojileri incelenmiş ve karşılaştırma yapılmıştır. Yapılan incelemede her iki ürünün de küresel olduğu ve başka hiçbir safsızlık içermediği görülürken, AgB13'ün yapısının daha net (Şekil 4.1.27), AgB16'nın ise daha bulanık olduğu görülmüştür (Şekil 4.1.28).

SEM görüntülerinden yapılan ölçümlerden, sentezlenen AgB13 partiküllerinin tanecik boyutunun ortalama 321 nm (Şekil 4.1.29) olduğu görülürken AgB16 partiküllerinin daha büyük ve ortalama 900 nm (Şekil 4.1.30) olduğu belirlenmiştir. AgB13 taneciklerinin nanopartikül olduğu tespit edilmiştir.

Yapıların moleküler bağ karakterizasyonunu incelemek amacı ile yapılan FTIR analizinde AgB13 yapısının (Şekil 4.1.31) ve AgB16 yapısının (Şekil 4.1.32) FTIR spektrumları verilmiş ve sonuçları değerlendirilmiştir. Her iki üründe de 3400cm⁻¹ civarındaki band O-H gerilmesini, 1600 cm⁻¹'deki zayıf bant, kristal suyu içeren bileşiğin H - O - H bükme modunu [115], 890 ve 1350 cm⁻¹'deki güçlü pikler, sırasıyla B-O₄ ve B-O₃ birimlerinin B-O gerilmesinden kaynaklanmaktadır. Parmak izi bölgesinde bulunan 510-590 cm⁻¹ civarındaki bantlar borat ağındaki B-O-B bağlantılarının bükülmesini gösterir [116,117]. Sonuç olarak her iki üründe de borat yapısında oluşması gereken bağlar oluşmuştur. Ancak gerek XRD analizlerinden

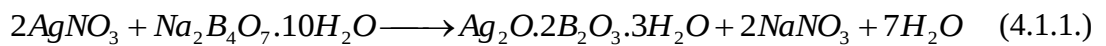
gerek SEM görüntülerinden ve tanecik boyutlarından Gümüş Nitrat/Boraks mol oranı 2/1, 90 °C ve 2 saat süre ile sentezlenen AgB13 ürününün asıl Gümüş Borat yapısı olduğu değerlendirilmektedir.

Sentezlenen Gümüş Borat'ın EDX Analizi (H hariç) ile Cu kaynağı kullanılarak kalitatif analizi gerçekleştirilmiş olup, L yörünge elektronlarından kaynaklanan pikler ve veriler Şekil 4.1.33 de görülmektedir. EDX verilerine göre yapıdaki Ag, B ve O yüzdelerinin sırası % 47,92 - %14,54 ve %29,36 olduğu görülmektedir. Bu yüzdeler yapıdaki Ag:B:O mol oranlarının sırası ile 2:6,23:8,50 olduğunu göstermektedir.

Gümüş Boratın Termogram grafikleri incelendiğinde ilk su kaybının 185,27 °C'de, ikinci su kaybının 376,32 °C'de, üçüncü su kaybının da 483,82 °C'de toplam %12,70 lik su kaybı olduğu hem TGA eğrisinde hem de DTA eğrisindeki endotermik pikler ile gözlemlenmiş ve yapıda kristal su varlığının olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.1.34).

Yapıdaki %12,70 lik su kaybı ve EDX verileri birlikte değerlendirildiğinde $Ag_2O.2B_2O_3.3H_2O$ yapısındaki %12 lik su kütlesine eşdeğerdir.

Hem EDX verilerindeki mol oranları (2:6,23:8,50) hem Termogram verilerindeki kütle kayıpları birlikte hesaplandığında yapının formülün $Ag_2O.2B_2O_3.3H_2O$ olduğu değerlendirilmekte olup oluşum reaksiyonu 4.1.1 deki gibi önerilmektedir.



Reaksiyon süresince ortamın pH'ı ve reaksiyon sonucunda ürünün süzülmesi ve yıkanması ile oluşan süzüntünün ICP-OES analizi ile 100 ml süzüntüdeki Gümüş ve Bor miktarları tespit edilmiştir (Tablo 4.1.1).

Tablo 4.1.1. Süzüntüdeki Ag ve B miktarları ile ortam pH'ı

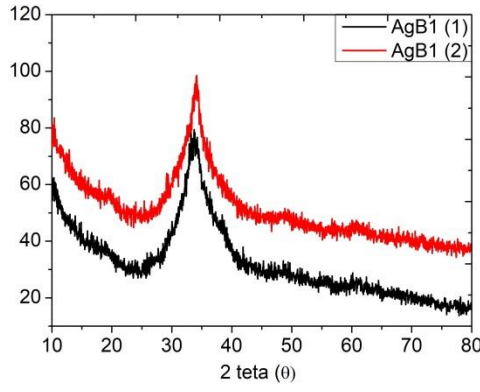
Örnek Adı	Ag	B	pH
ICP-OES sonrası (g/L)	3,21 g Ag /L	4,41 g B /L	6-7
ICP-OES sonrası (mol)	0,029 mol Ag	0,040 mol B	
Teorik olarak hesaplanan (mol)	0,018 mol Ag	0,036 mol B	

Eşitlik 4.1.1 de verilen rekasiyona göre, giren ve çıkan ürünlerin ağırlıkları ve buna bağlı olarak mol sayıları üzerinden reaksiyon verimi %57 olarak hesaplanmıştır. Reaksiyon sonrası gerçekleştirilen süzme sonucu oluşan çözeltinin ICP-OES analizi sonucunda çözeltide kalan Ag ve B üzerinden hesaplanan mol miktarları ile teorik olarak hesaplanan Ag ve B mol miktarları karşılaştırılmıştır. Değerlerin birbirine yakın olduğu görülmüştür.

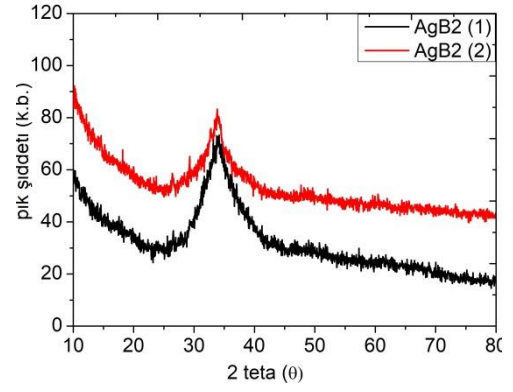
Gümüş Borat bileşiğinin 200-800 nm arasında gerçekleştirilen UV – VIS analizi sonucu absorpsiyon spektrumları (Şekil 4.1.35) de görülmektedir. Bu bileşiğin fotonları yaklaşık 390-400 nm absorbladığı tespit edilmiştir. Bu durum nanoparçacıkların boyutundan kaynaklanmaktadır. 400 nm den sonra önemli bir değişiklik olmadığından dolayı yüzey etkilerinin görülmediği söylenebilir [118].

Sentezlediğimiz Gümüş Borat ürününün ham sır malzemesine eklenerek seramik üzerine uygulanacak ve 1200 °C ye çıkacak olmasından dolayı ürünün yapısının bozulup bozulmadığını anlamak için; numunenin 1000 °C ye çıkarak yapılan TGA analizi sonrası tekrar XRD analizi gerçekleştirilmiş ve yapısının bozulmadığı görülmüştür (Şekil 4.1.36).

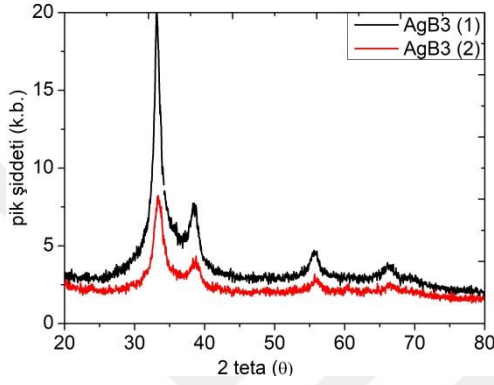
Gümüş Borat'ın ham sır malzemesine eklenmesi ve seramiğe uygulanarak fırınlandıktan sonra elde edilen seramiğe uygulanan mekanik test sonucunda, katkısız sır eklenmiş seramiğin mukavemeti 14,99 N/mm² iken, %1 AgB13 eklenen sıran uygulandığı seramiğin mukavemeti 12,08N/mm² olarak ölçülmüştür (Şekil 4.1.37). AgB13 eklenen seramiğin mukavemeti, katkısız seramiğe göre biraz düşse de kabul edilebilir sınırlarda olduğu görülmektedir. Seramiklerde basınç dayanımını artıracak karışımlar kullanılarak bu direnç daha da artırılabilir.



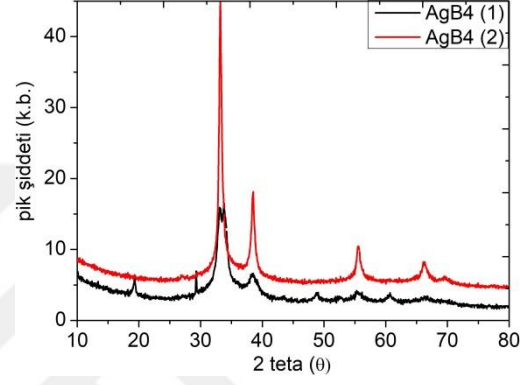
Şekil 4.1.1. 45 °C de mol oranı 1/2 süre 2 saat



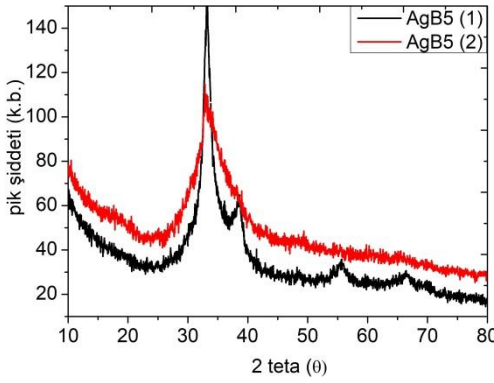
Şekil 4.1.2. 45 °C de mol oranı 1/1,5 süre 4 saat



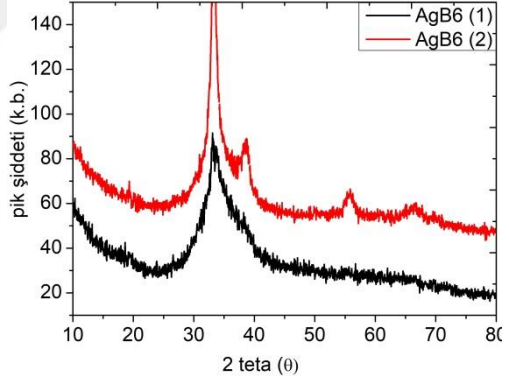
Şekil 4.1.3. 45 °C de mol oranı 1/1 süre 8 saat



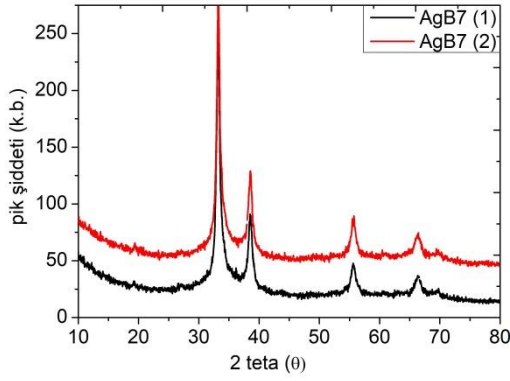
Şekil 4.1.4. 45 °C de mol oranı 2/1 süre 12 saat



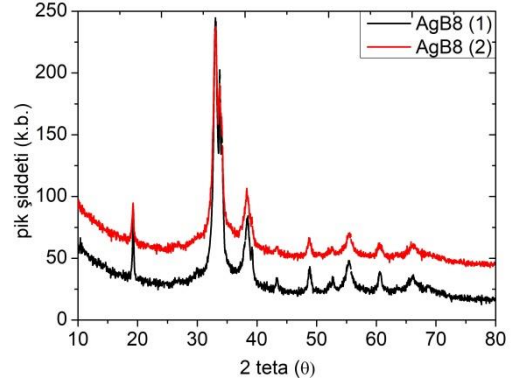
Şekil 4.1.5. 60 °C de mol oranı 1/1,5 süre 2 saat



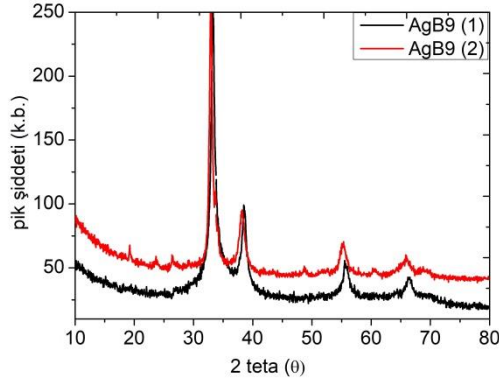
Şekil 4.1.6. 60 °C de mol oranı 1/2 süre 4 saat



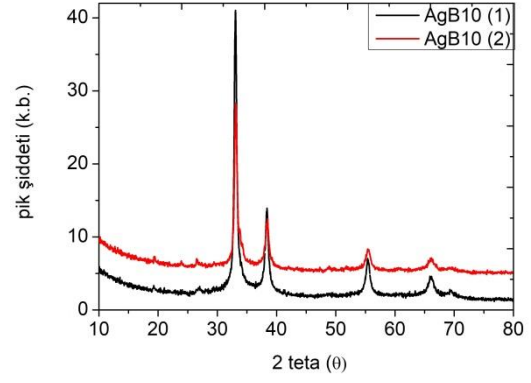
Şekil 4.1.7. 60 °C de mol oranı 2/1 süre 8 saat



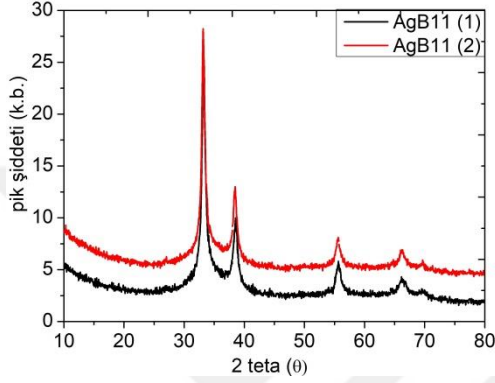
Şekil 4.1.8. 45 °C de mol oranı 1/1 süre 12 saat



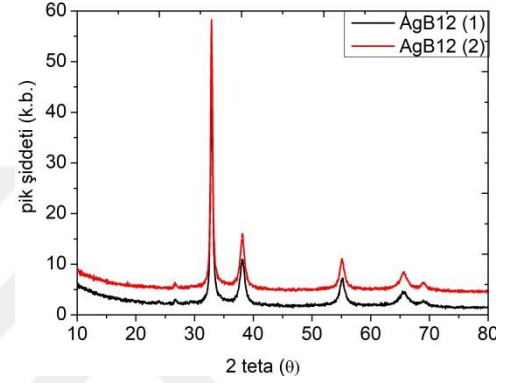
Şekil 4.1.9. 75 °C de mol oranı 1/1 süre 2 saat



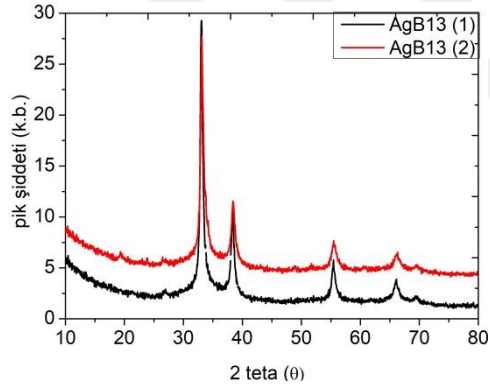
Şekil 4.1.10. 75 °C de mol oranı 2/1 süre 4 saat



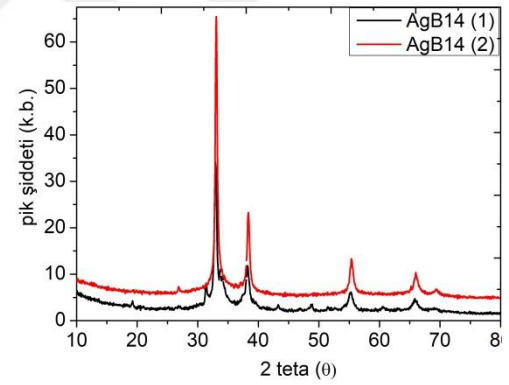
Şekil 4.1.11. 75 °C de mol oranı 1/2 süre 8 saat



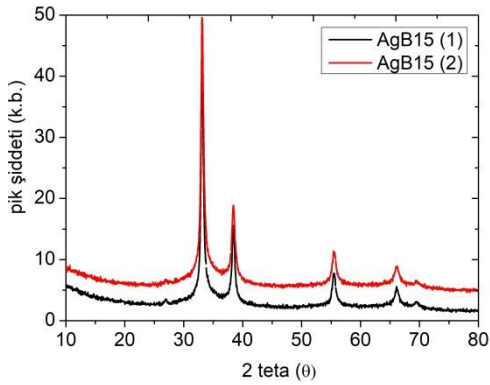
Şekil 4.1.12. 45 °C de mol oranı 1/1,5 süre 12 saat



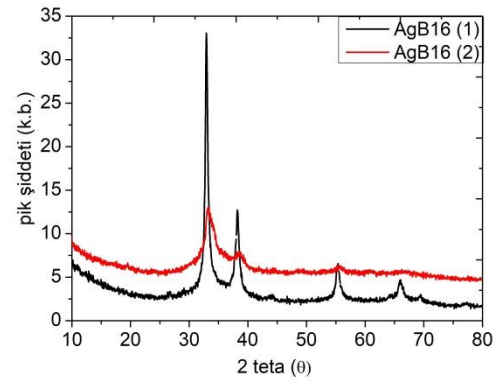
Şekil 4.1.13. 90 °C de mol oranı 2/1 süre 2 saat



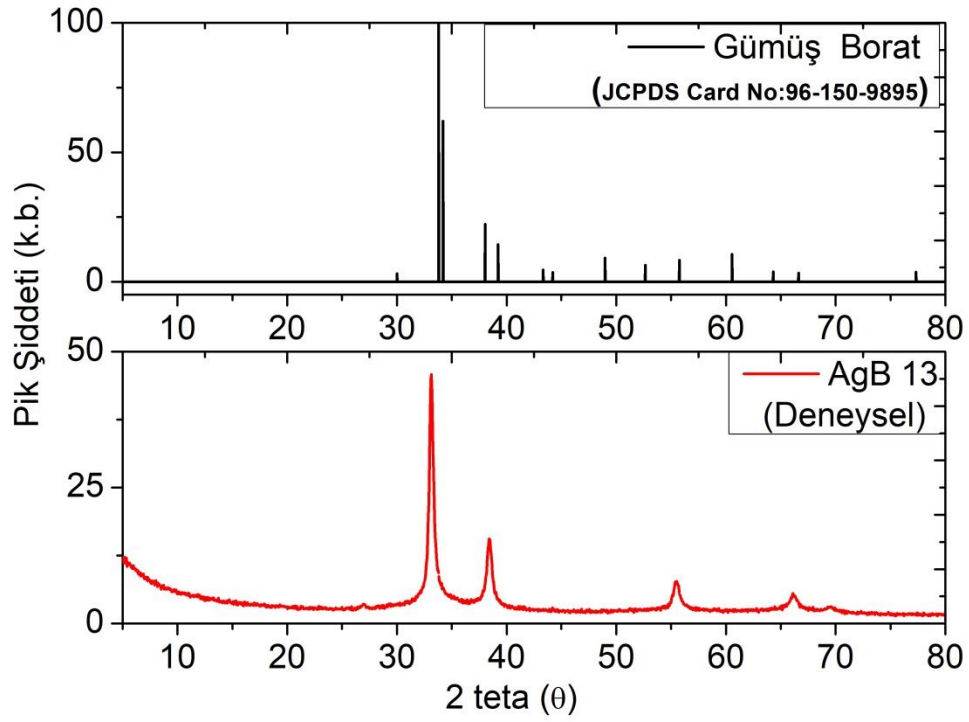
Şekil 4.1.14. 90 °C de mol oranı 1/1 süre 4 saat



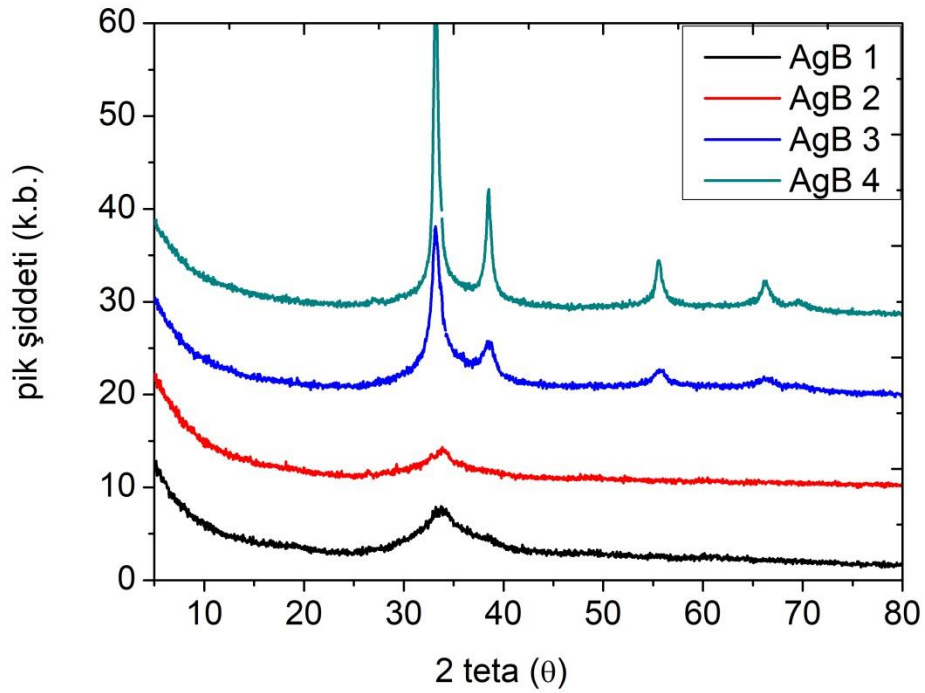
Şekil 4.1.15. 90 °C de mol oranı 1/1,5 süre 8 saat



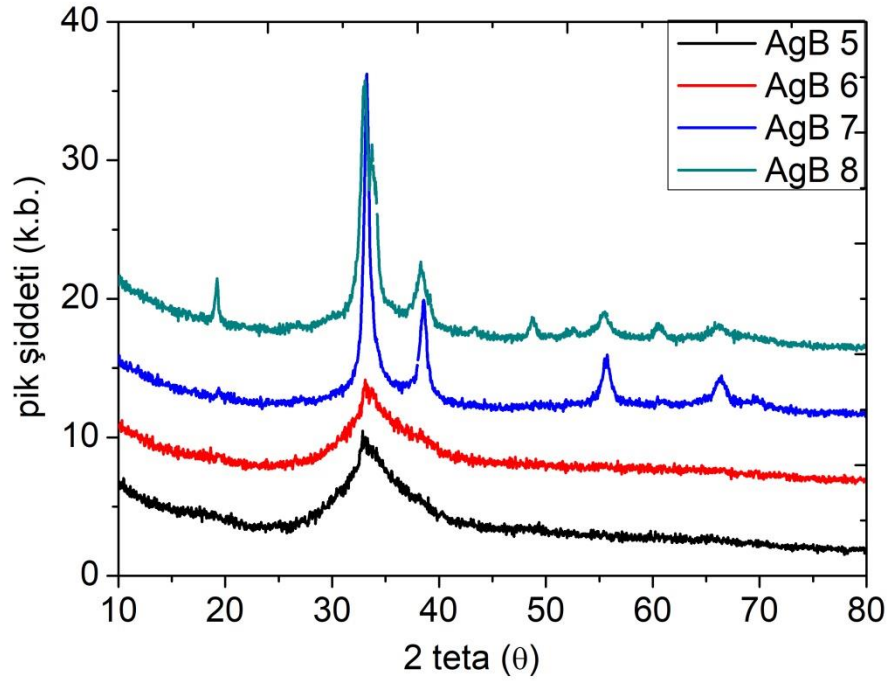
Şekil 4.1.16. 90 °C de mol oranı 1/2 süre 12 saat



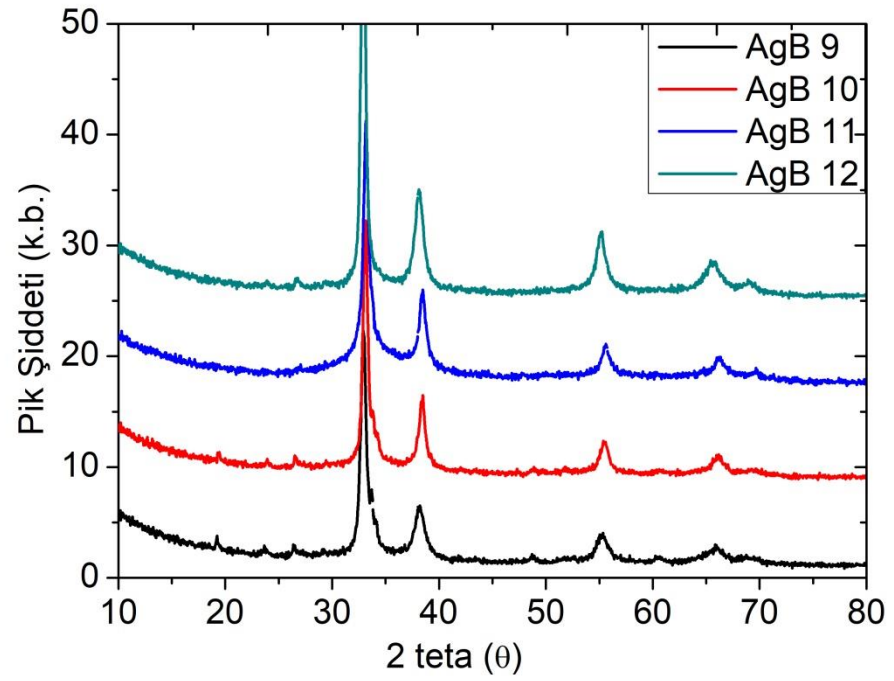
Şekil 4.1.17. Literatürdeki Gümüş Borat ve deneysel AgB13 ürünün karşılaştırılması



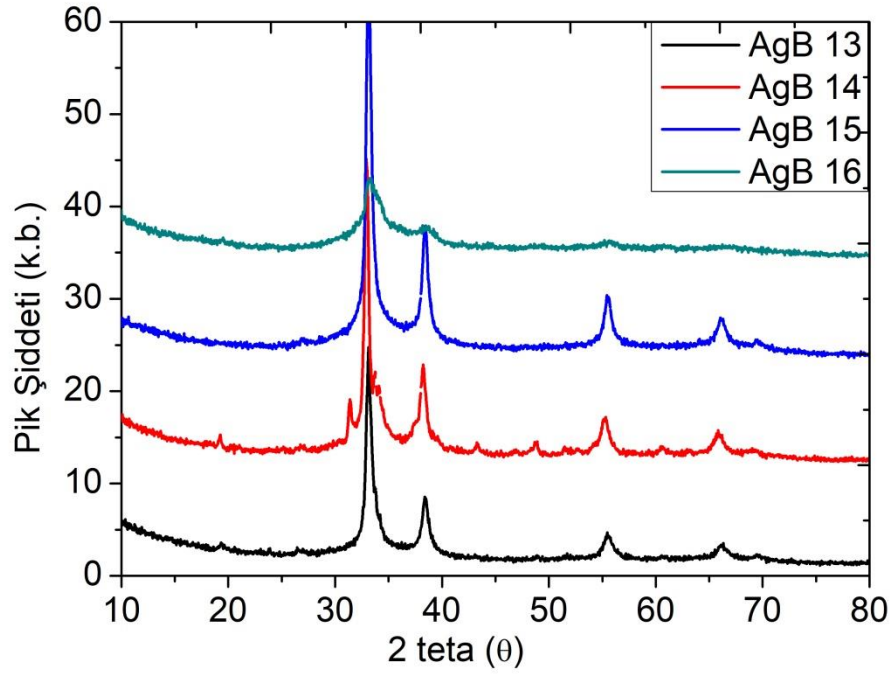
Şekil 4.1.18. 45 °C de mol oranlarına göre Gümüş Borat oluşumu



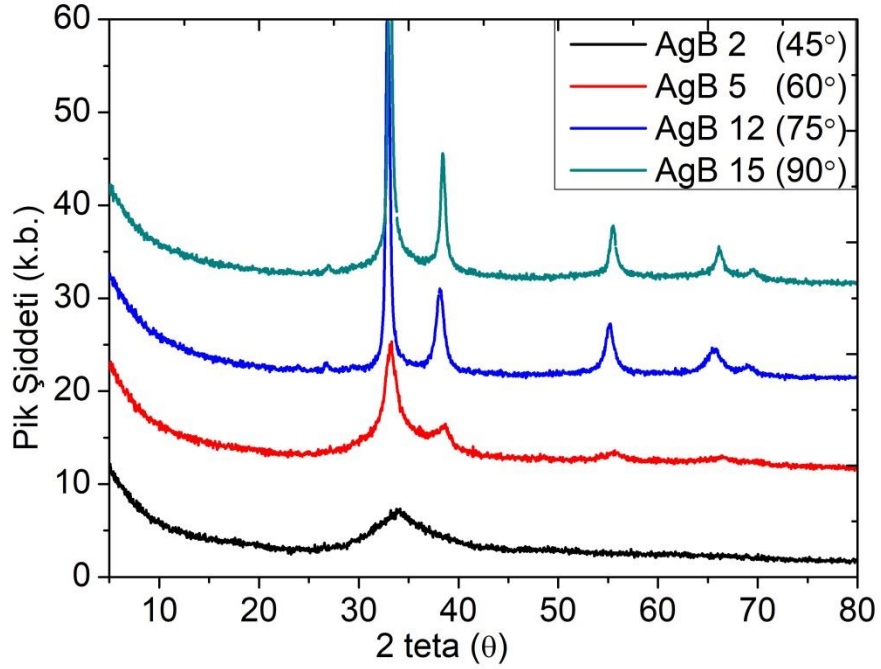
Şekil 4.1.19. 60 °C de mol oranlarına göre Gümüş Borat oluşumu



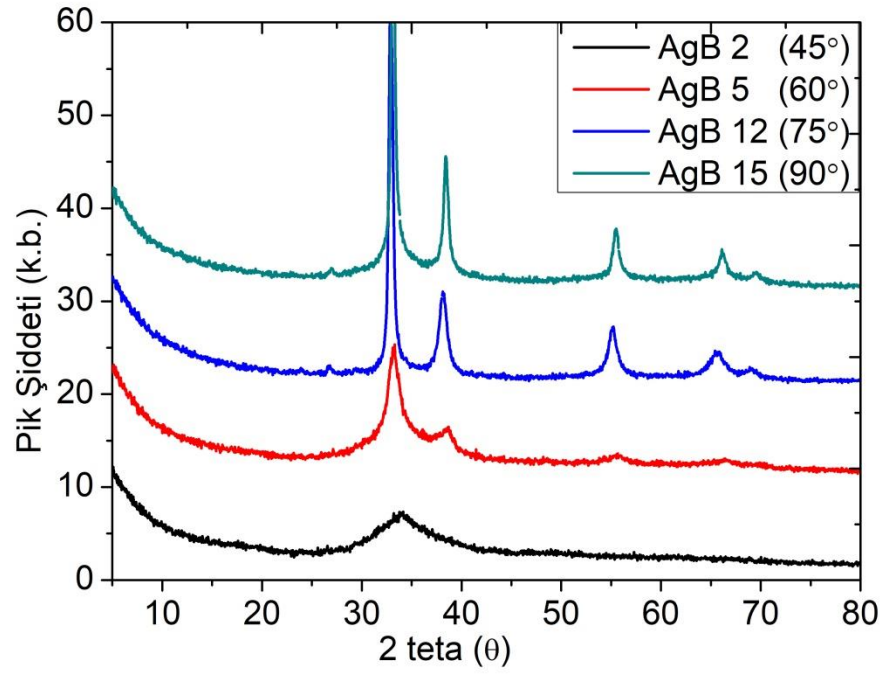
Şekil 4.1.20. 75 °C de mol oranlarına göre Gümüş Borat oluşumu



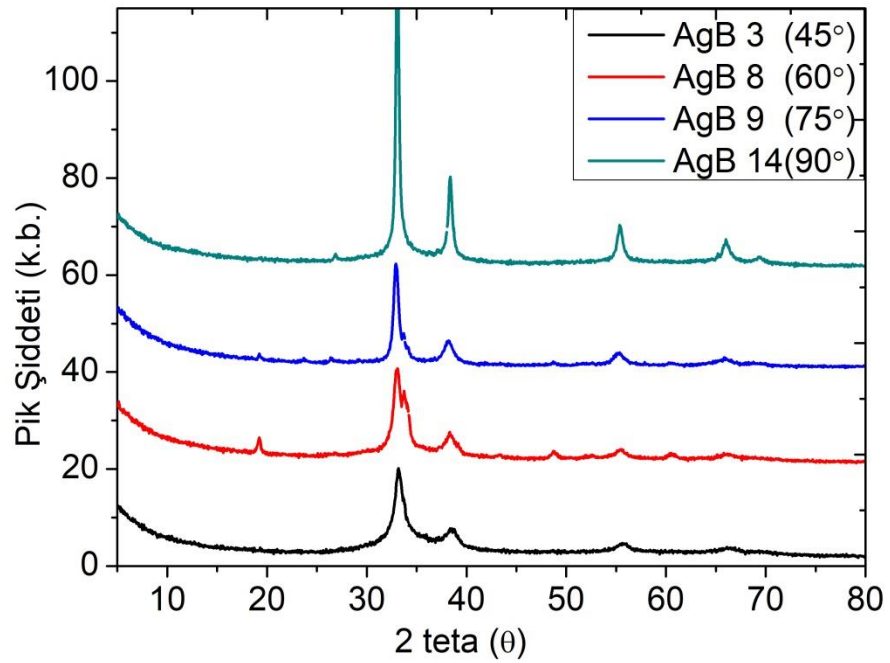
Şekil 4.1.21. 90 °C’de mol oranlarına göre Gümüş Borat oluşumu



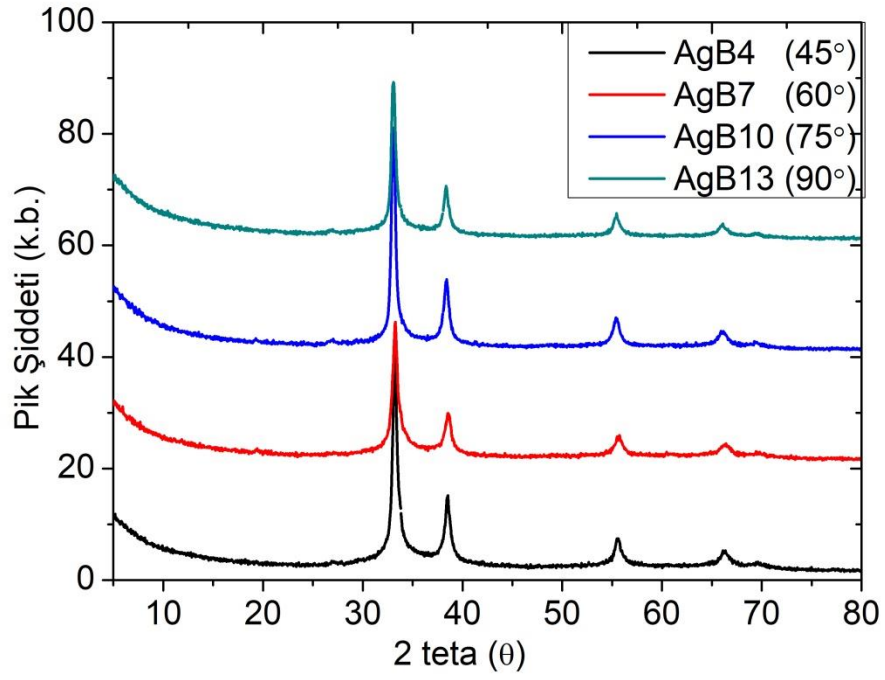
Şekil 4.1.22. Gümüş Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi $\text{Ag}^+/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 1/2



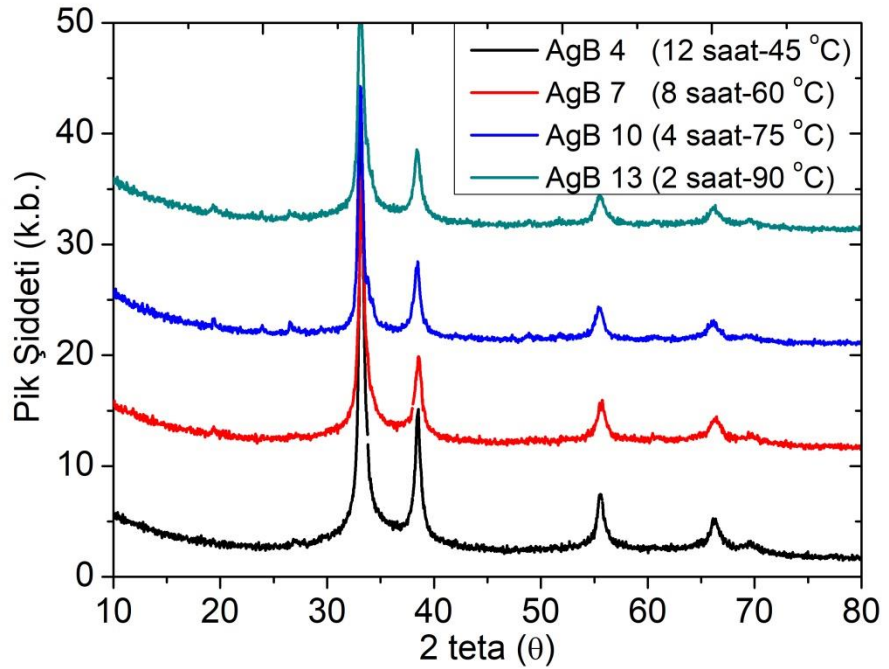
Şekil 4.1.23. Gümüş Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi $\text{Ag}^+/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 1/1,5



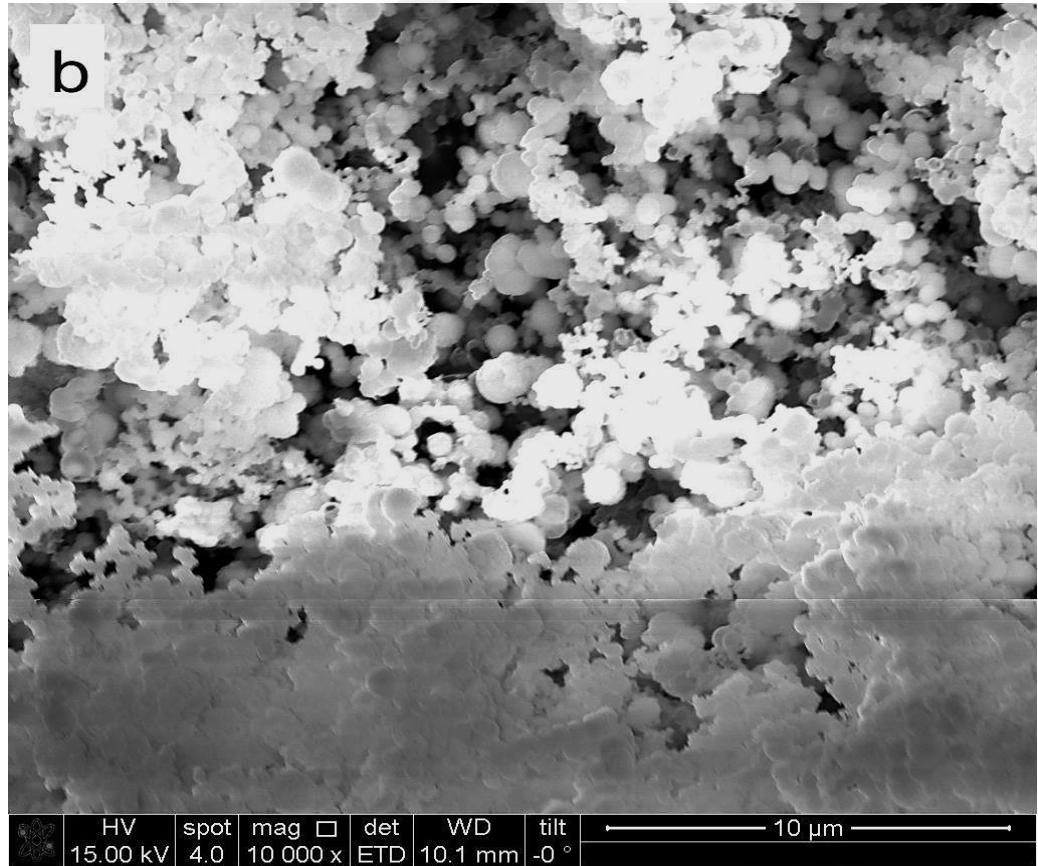
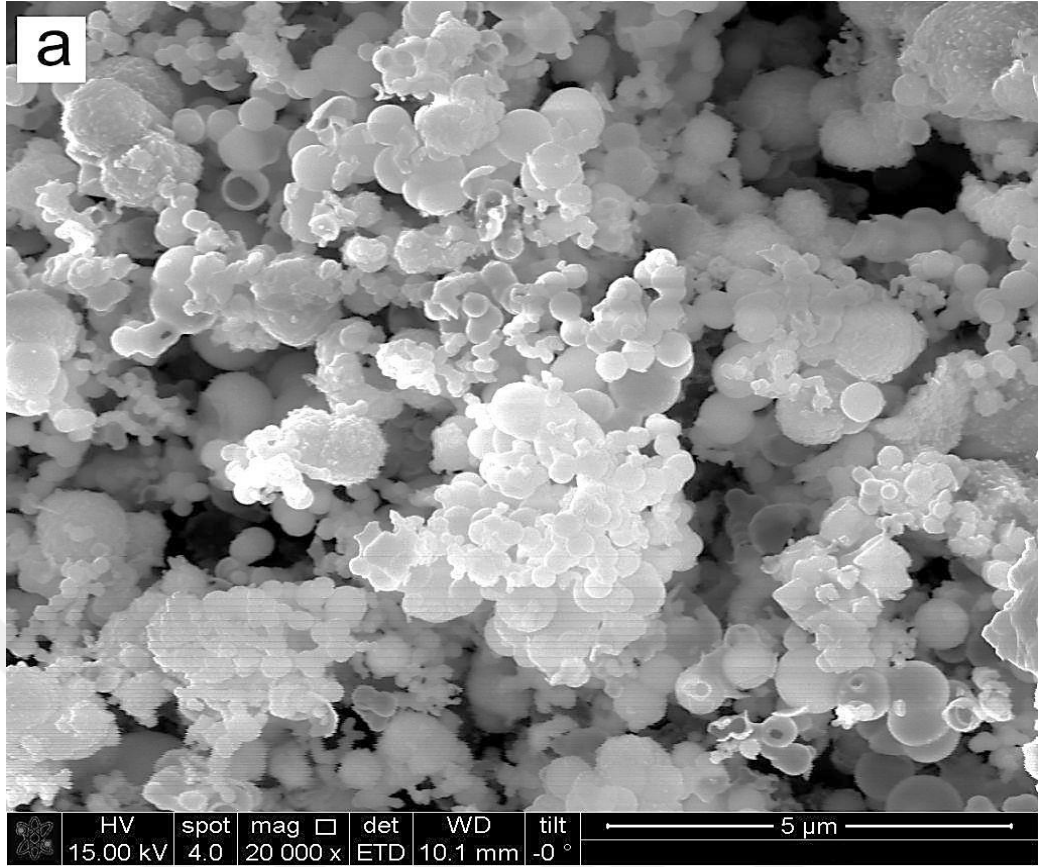
Şekil 4.1.24. Gümüş Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi $\text{Ag}^+/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 1/1



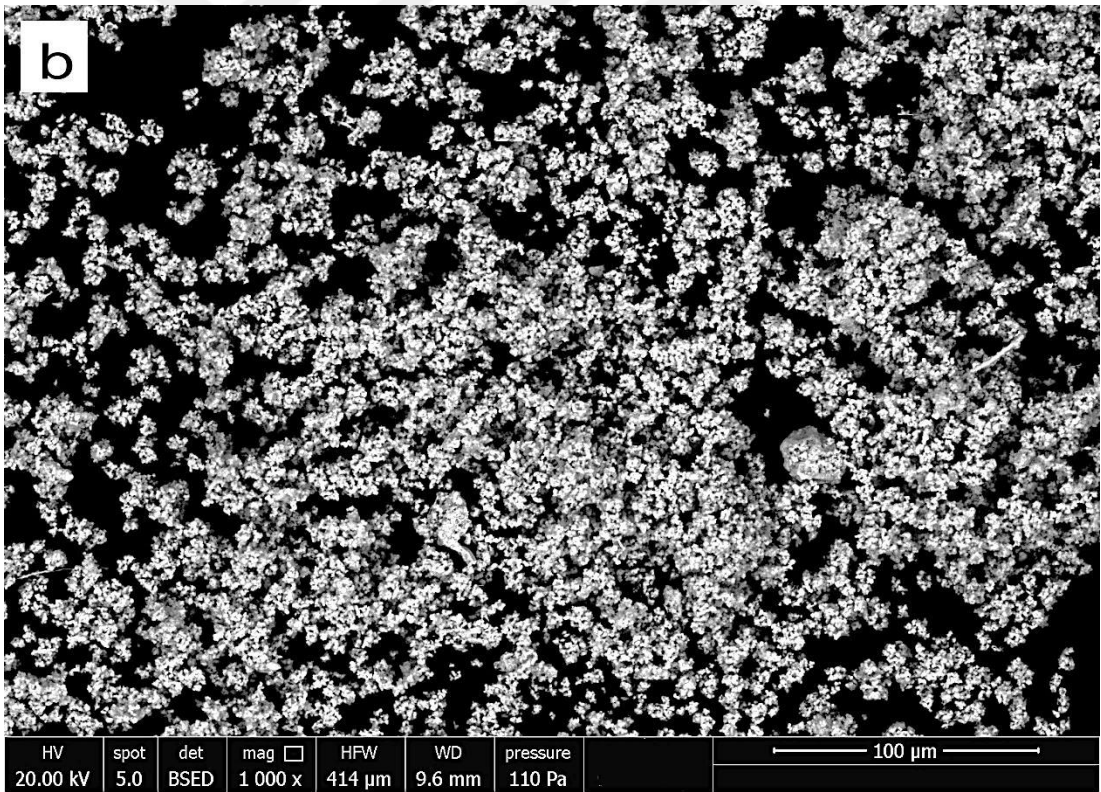
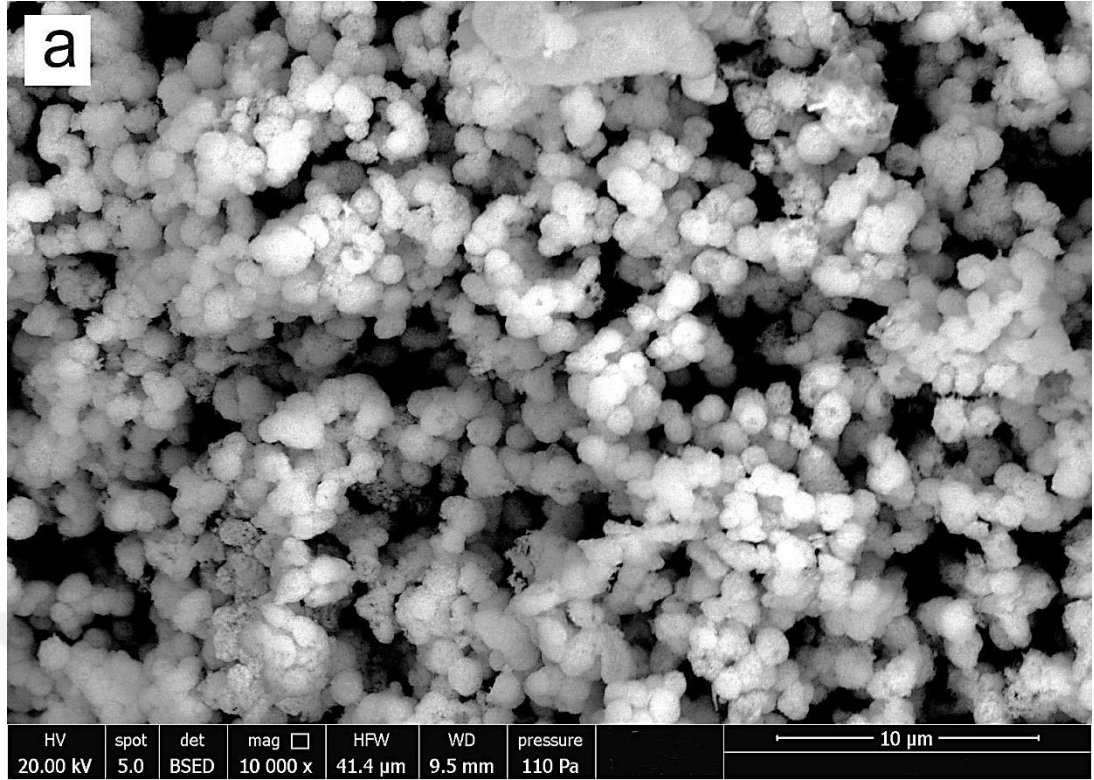
Şekil 4.1.25. Gümüş Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi $\text{Ag}^+/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 2/1



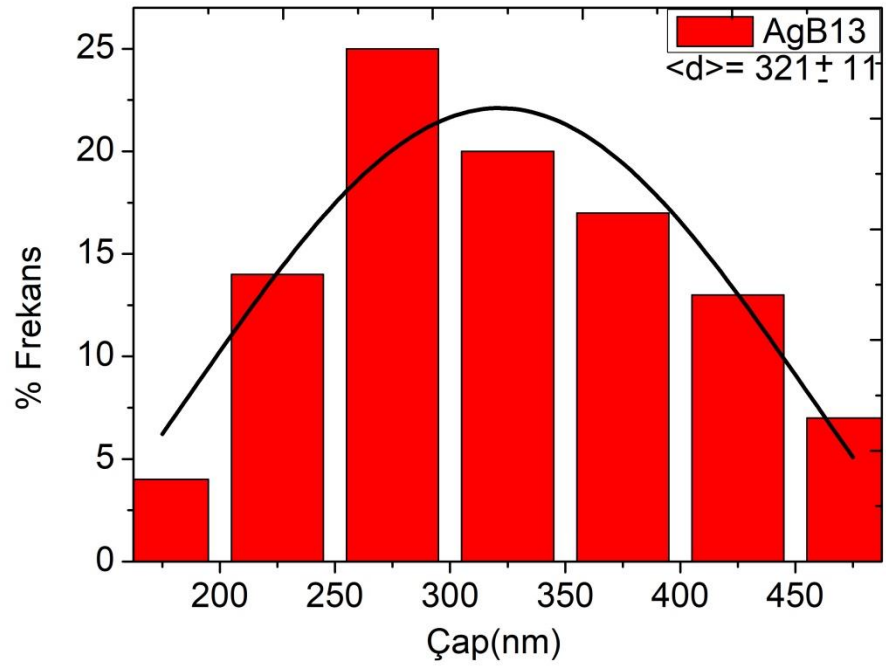
Şekil 4.1.26. Gümüş Borat oluşumuna zaman ve sıcaklığın etkisi
 $\text{Ag}^+/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 2/1



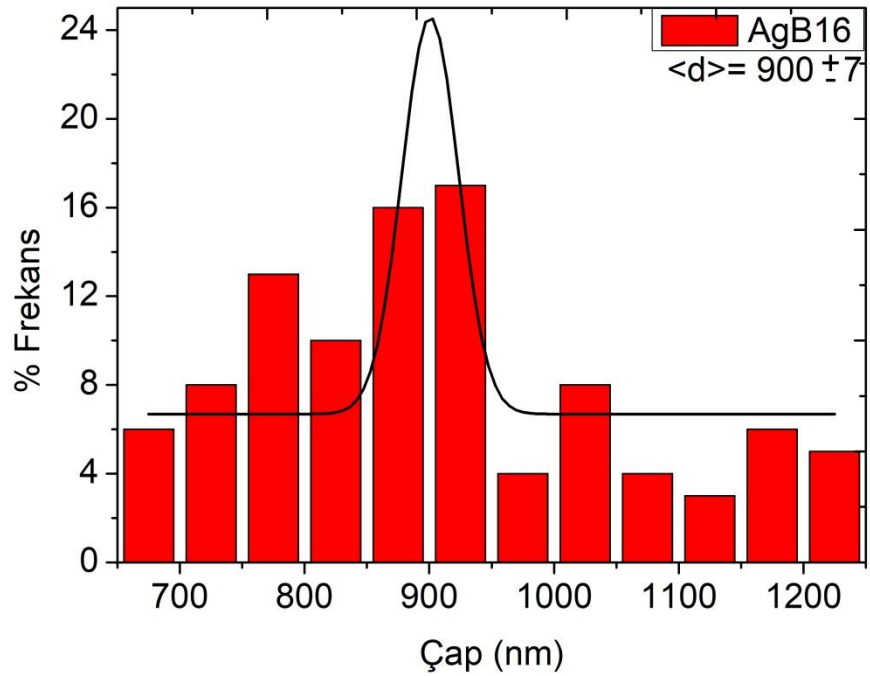
Şekil 4.1.27. Sentezlenen AgB13'ün SEM görüntüleri a)5 µm b) 10 µm



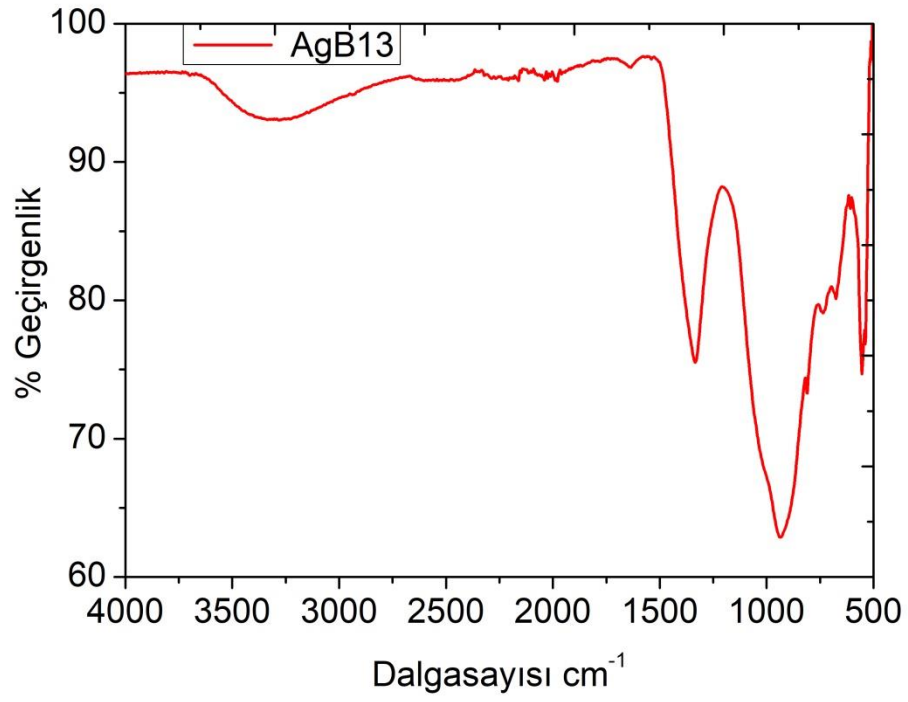
Şekil 4.1.28. Sentezlenen AgB16'nın SEM görüntüleri a)10 μm b) 100 μm



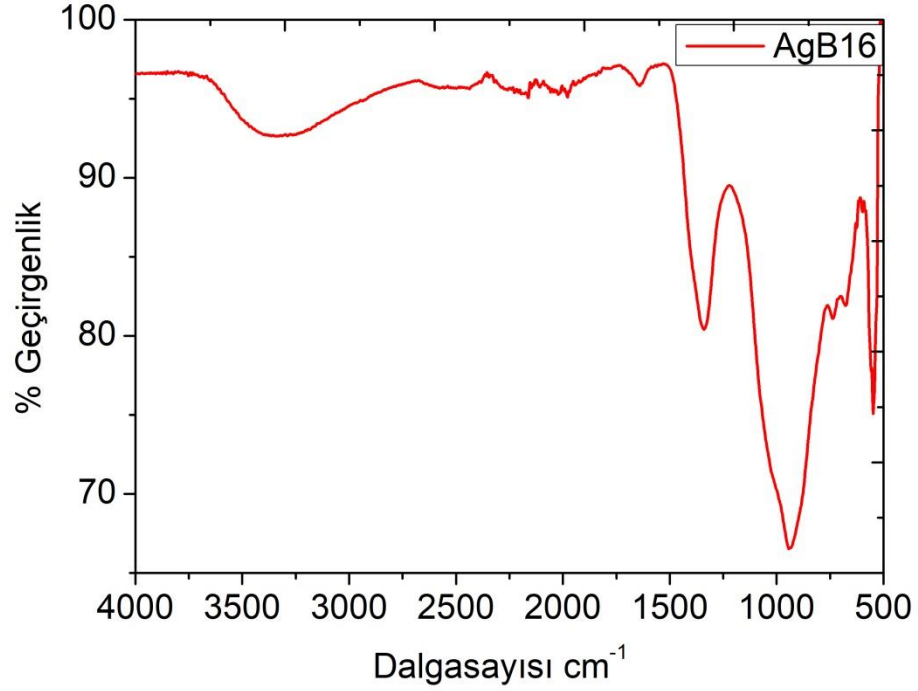
Şekil 4.1.29. Sentezlenen AgB13'ün parçacık boyutu dağılımları



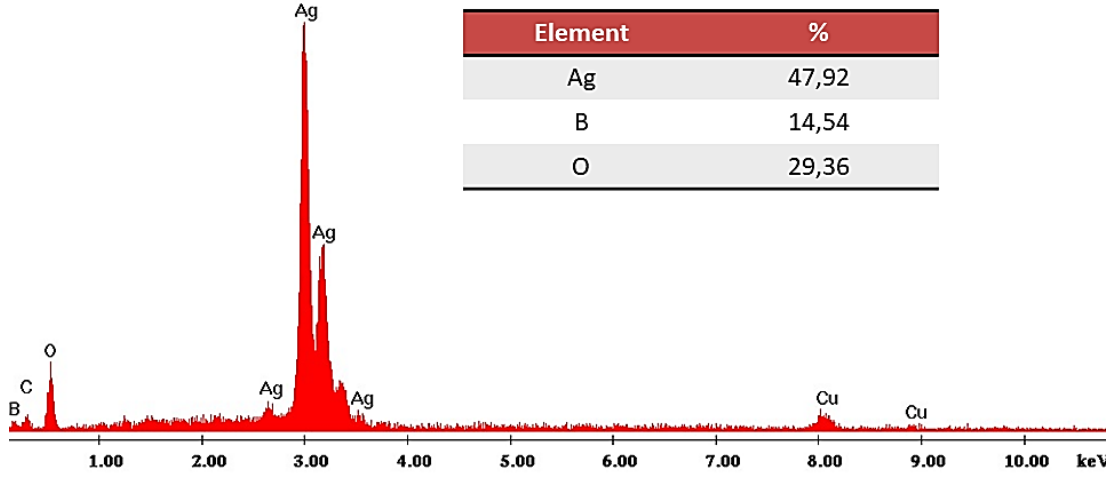
Şekil 4.1.30. Sentezlenen AgB16'nın parçacık boyutu dağılımları



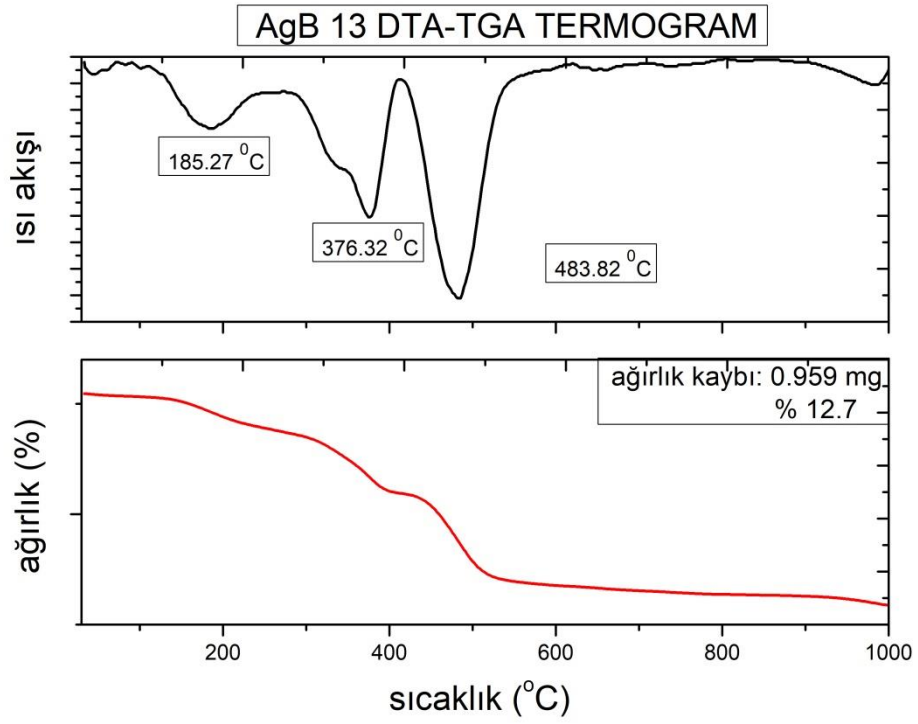
Şekil 4.1.31. Sentezlenen AgB13'ün FTIR sprektrumu.



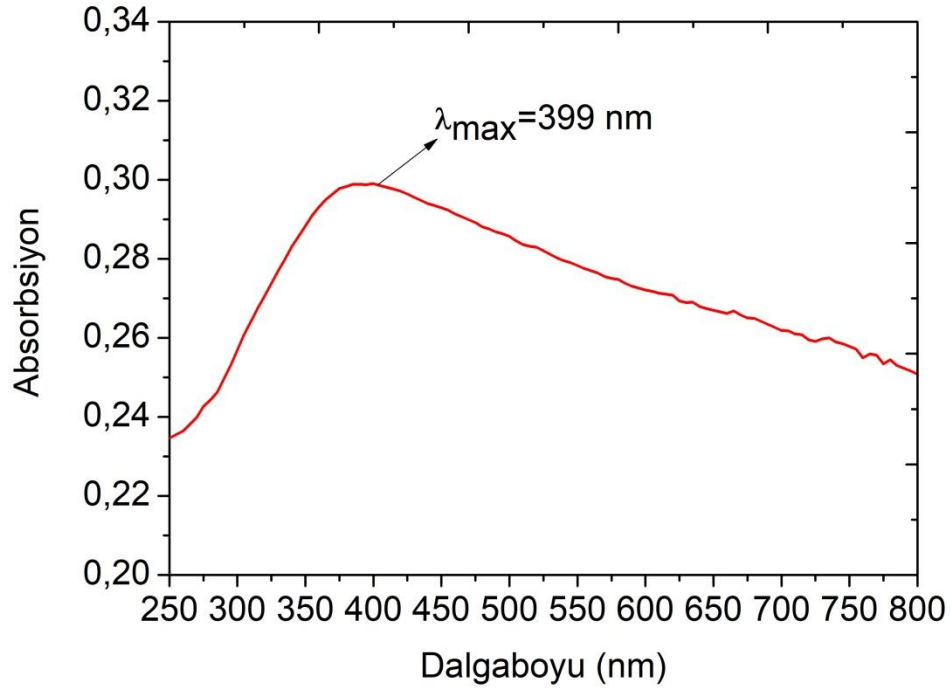
Şekil 4.1.32. Sentezlenen AgB16'nın FTIR sprektrumu.



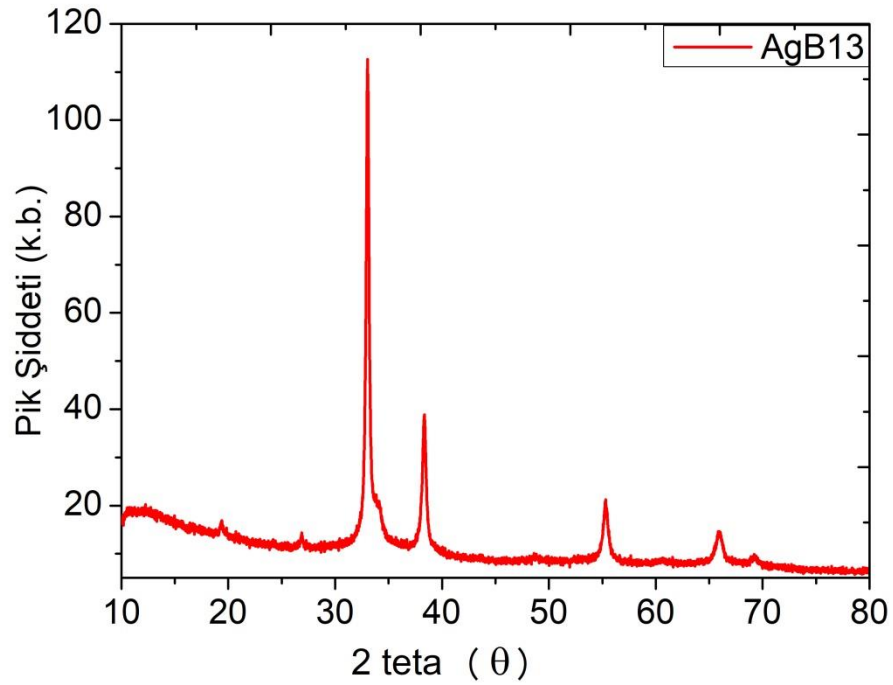
Şekil 4.1.33. Sentezlenen AgB13'ün EDX analizi



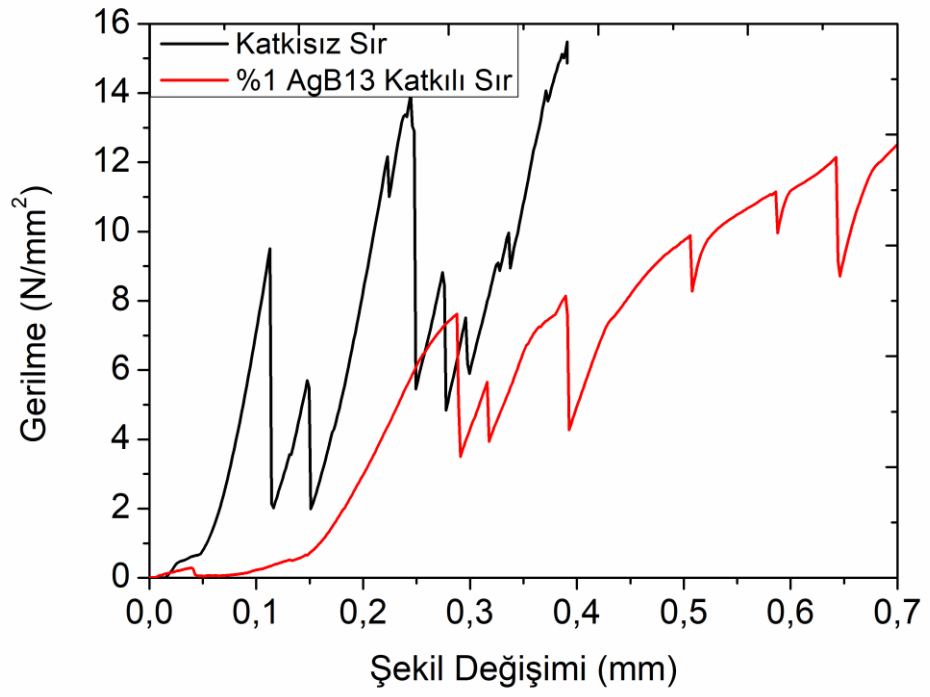
Şekil 4.1.34. Sentezlenen AgB13'ün termogramı



Şekil 4.1.35. Sentezlenen AgB13'ün UV-VIS spektrumu



Şekil 4.1.36. TGA ile 1000 °C'ye çıkmış AgB13 ürünün XRD analizi.



Şekil 4.1.37. Sentezlenen AgB13'ün seramik sırına eklenmesi ile oluşan mukavemet

4.2.Bakır Borat

Taguchi Metodu 4x4 sistemine göre ikişer tane sentezlenen 16 farklı Bakır Borat numunelerin XRD sonuçları Şekil 4.2.1 ve Şekil 4.2.16 arasındaki grafiklerde verilmiş ve literatürdeki Bakır Borat XRD verileri karşılaştırılarak en uygun ortamda sentezlenen Bakır Borat tespit edilmiştir. Bu durumda en iyi ürünün CuB13 kodlu ürün olduğu, literatürdeki 96-210-5419 JCPDS kart numaralı [119] Bakır Borat'ın XRD verileri ile karşılaştırıldığında oluşması gereken pik şiddetlerinin oluştuğu ve ürünün sentezlendiği görülmektedir (Şekil 4.2.17). 96-210-5419 numaralı JCPDS kartına göre 23,9-29,51-34,5-39,06-42,4 ve 48,04 (°) 2 teta değerinde oluşması gereken pik şiddetleri sentezlediğimiz üründe de oluşmuştur. XRD sonuçlarına göre oluşan Bakır Borat yapısının Triklitik kristal formunda oluştuğu tespit edilmiştir [6, 7, 29].

Daha sonra farklı parametrelerin karşılaştırılması yapılmıştır. Sıcaklığı sabit tutup mol oranlarına göre kıyaslama yaptığımızda; çalıştığımız en düşük sıcaklık olan 45 °C de ortamdaki Bakır Nitrat az olduğunda Bakır Borat kısmen oluşmaya başlamıştır. Bakır Nitrat/Boraks mol oranı 2/1 olduğunda Bakır Borat oluşumu tam olarak gerçekleşmektedir (Şekil 4.2.18). Sıcaklığı 60 °C ye çıkardığımızda ortamdaki Bakır Boratın oluşumu yine ortamdaki bakır nitratin varlığı ile orantılı olduğu görülmektedir. Sıcaklığın artmasının Bakır Borat oluşumun katkı yapmadığı görülmektedir. Yine en iyi oluşum Bakır Nitrat/Boraks mol oranı 2/1 olan CuB7 ye ait olan grafikte görülmektedir (Şekil 4.2.19). Sıcaklık 75 °C ye çıktığında da aynı şekilde Bakır Borat oluşumunun sıcaklıkla değil mol oranı ile doğru orantılı olduğu görülmektedir. En iyi oluşumun Bakır Nitrat/Boraks mol oranı 2/1 olan CuB10 numaralı garfiğe ait olduğu görülmektedir (Şekil 4.2.20). Bakır Borat oluşumunun sıcaklıktan bağımsız oluştuğu tespit edilse de karakterizasyon ve antibakteriyel test çalışmalarında 90 °C sıcaklıkta Bakır Nitrat/Boraks mol oranı 2/1 olan CuB13 yapısının analizlerini gerçekleştirdik (Şekil 4.2.21).

Mol oranlarını sabit tutup sıcaklığa göre kıyaslama yaptığımızda ise; BakırNitrat/Boraks mol oranının 1/2 olduğu ortamda Bakır Borat oluşumunun hiçbir sıcaklıkta tam olarak gerçekleşmediği (Şekil 4.2.22). Bakır Nitrat/Boraks mol oranının 1/1.5 olduğu ortamda Bakır Borat oluşumunun kısmen gerçekleşmeye başladığı gözlemlenmektedir (Şekil 4.2.23). Ortamdaki bakır nitrati biraz daha artırıp

Bakır Nitrat/Boraks mol oranının 1/1 yaptığımızda Bakır Borat oluşumu daha net bir şekilde görülmektedir (Şekil 4.2.24). Bakır Nitrat/Boraks mol oranının 2/1 yaptığımızda tüm sıcaklıklarda Bakır Borat oluşumunun gerçekleştiği net bir şekilde görülmektedir (Şekil 4.2.25). Bu durumda en iyi Bakır Borat oluşumunun Bakır Nitrat/Boraks mol oranının 2/1 olduğu ve her sıcaklıkta gerçekleştiği ve oluşumun sıcaklığa bağlı olmaksızın ortamdaki bakır nitratin varlığı ile ilgili olduğu söylenebilir. Belirtilen mol oranında sıcaklık ve zaman etkisi beraber değerlendirildiğinde, her sıcaklıkta Bakır Borat'ın tam olarak oluştuğu, yüksek sıcaklıkta (90 °C) de 2 saat gibi kısa zamanda Bakır Borat net bir şekilde oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.2.26). Bakır II bileşiklerinin suda iyi çözünüyor olması Bakır Borat bileşiğinin düşük sıcaklıklarda bile kolay bir şekilde oluştuğunu göstermektedir.

XRD verilerine göre en iyi oluşum gösteren koşulda (Bakır Nitrat/Boraks mol oranı 2/1, 90 °C ve 2 saat) sentezlenen CuB13 ile farklı bir koşulda (Bakır Nitrat/Boraks mol oranı 1/2, 90 °C ve 12 saat) sentezlenen CuB16 ürününün Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile morfolojileri incelenmiş ve karşılaştırma yapılmıştır. Yapılan incelemede CuB13'ün daha düzgün dikdörtgensel ve tanecik boyutlarının birbirine yakın olduğu görülürken (Şekil 4.2.27) CuB16'nın daha gelişigüzel ve tabaka şeklinde olduğu görülmüştür (Şekil 4.2.28.). SEM görüntülerine göre her iki yapının da başka bir madde içermediği görülmektedir.

Sentezlenen CuB13 partiküllerinin SEM görüntüsünden yapılan ölçümlerinde tanecik boyutlarının ortalama 754 nm olduğu belirlenmiştir (Şekil 4.2.29). CuB16 partiküllerinin düzensiz ve tabaka şeklinde oluşan yapısından dolayı partiküllerin boyutları tam olarak ölçülememiş, ancak tabaka kalınlıkları 150-200 nm arasında ölçülmüştür.

Yapıların moleküler bağ karakterizasyonunu incelemek amacı ile yapılan FTIR analizinde CuB13 yapısının (Şekil 4.2.30) ve CuB16 yapısının (Şekil 4.2.31) FTIR spektrumları verilmiş ve sonuçları değerlendirilmiştir. FTIR spektrumları incelendiğinde 3250-3500 cm⁻¹ arasındaki band O-H gerilme titreşimini göstermektedir. 1600 cm⁻¹ deki bant H-O-H bağını ki bu bant yapıdaki suyun varlığını göstermektedir [115]. Bu sonuç TGA ve EDX sonucu önerilen yapıdaki 8

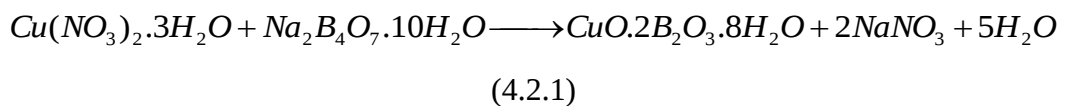
mol suyunda varlığını da desteklemektedir. Parmak izi bölgesinde bulunan 1350-1250 cm⁻¹ deki pikler B-O gerilme titreşimini, 1089-983 cm⁻¹ deki pikler asimetrik B₄-O gerilmesini, 942-866 cm⁻¹ arasındaki pikler simetrik B₃-O gerilmesi verirken 782-730 cm⁻¹ civarında bulunan pik ise simetrik B₃-O gerilmesini gösteren karakteristik borat pikleridir [29]. Bu sonuçlara göre CuB13 yapısındaki FTIR pikleri daha net ve keskin bir şekilde gözlenirken, CuB16 yapısındaki piklerde aynı keskinlik ve netlik görülmemektedir. XRD, SEM ve FTIR analizlerinden Bakır Nitrat/Boraks mol oranı 2/1, 90 °C ve 2 saat süre ile sentezlenen CuB13 ürününün asıl Bakır Borat yapısı olduğu değerlendirilmektedir.

EDX Analizi (H hariç) ile sentezlediğimiz ürünlerin Cu kaynağı kullanılarak kalitatif analizi gerçekleştirilmiş olup, L yörünge elektronlarından kaynaklanan pikler ve veriler Şekil 4.2.32 de görülmektedir. EDX verilerine göre yapıdaki Cu, B ve O yüzdelerinin sırası % 16,10-%10,04 ve %70,63 olduğu görülmektedir. Bu yüzdelerle yapıdaki Cu:B:O mol oranlarının 1:3,68:17,66 olduğu hesaplanmıştır.

Bakır Boratın termogram grafikleri incelendiğinde ilk ve tek su kaybının 260,73 °C’de gerçekleştiği hem TGA eğrisinde hem de DTA eğrisindeki endotermik pikler ile gözlemlenmiş ve yapıda kristal su varlığı tespit edilmiştir (Şekil 4.2.33).

Yapıdaki % 40,51 lik su kaybı EDX grafiği birlikte değerlendirildiğinde CuO.2B₂O₃.8H₂O yapısındaki % 39,7 lik su kütlesine eşdeğerdir.

Hem EDX verilerindeki mol oranları (1:3,68:17,66) hem termogram verilerindeki kütle kayıpları birlikte hesaplandığında yapının formülün CuO.2B₂O₃.8H₂O olduğu değerlendirilmekte olup oluşum reaksiyonu 4.2.1 deki gibi önerilmektedir.



Reaksiyon süresince ortamın pH'ı ve reaksiyon sonucunda ürünün süzülmesi ve yıkanması ile oluşan süzüntünün ICP-OES analizi ile 100 ml süzüntüdeki Bakır ve Bor miktarları tespit edilmiştir (Tablo 4.2.1).

Tablo 4.2.1. Süzüntüdeki Cu ve B miktarları ile ortam pH'ı

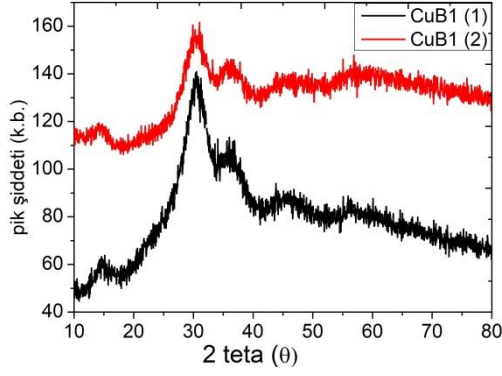
Örnek Adı	Cu	B	pH
ICP-OES sonrası (g/L)	5,74 g Cu /L	5,74 g B /L	2-3
ICP-OES sonrası (mol)	0,009 mol Cu	0,053 mol B	
Teorik olarak hesaplanan (mol)	0,014 mol Cu	0,056 mol B	

Eşitlik 4.2.1 de verilen reaksiyona göre, giren ve çıkan ürünlerin ağırlıkları ve buna bağlı olarak mol sayıları üzerinden reaksiyon verimi %57 olarak hesaplanmıştır. Reaksiyon sonrası gerçekleştirilen süzme sonucu oluşan çözeltinin ICP-OES analizi sonucunda çözeltide kalan Cu ve B üzerinden hesaplanan mol miktarları ile teorik olarak hesaplanan Cu ve B mol miktarları karşılaştırılmıştır. Değerlerin birbirine yakın olduğu görülmüştür.

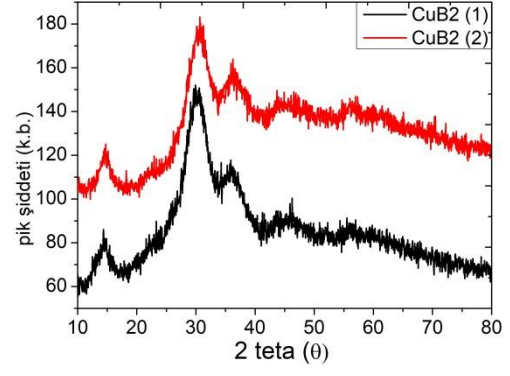
Bakır Borat bileşiğinin UV – VIS absorpsiyon spektrumları (Şekil 4.2.34) de görülmektedir. Bu bileşik yaklaşık 400 – 600 nm arasında fotonları emer. Bu bileşiğin fotonları yoğun olarak yaklaşık 420 nm absorbladığı görülmüştür. Bu durum nanoparçacıkların boyutundan kaynaklanmaktadır.

Bunun yanında seramik sırrına eklenerek seramik üzerine uygulanacak ve 1200 °C ye çıkacak olan ürünün yapısının bozulup bozulmadığını anlamak için numunenin yaklaşık 1000 °C nin üzerine çıkarak TGA analizi sonrası tekrar XRD analizi gerçekleştirilmiş ve yapısının bozulmadığı görülmüştür (Şekil 4.2.35).

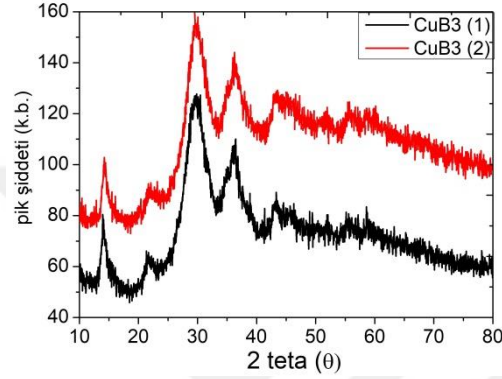
CuB13'ün ham sır malzemesine eklenmesi ve seramiğe uygulanarak fırınlandıktan sonra elde edilen seramiğe uygulanan mekanik test sonucunda, katkısız sır eklenmiş seramiğin mukavemeti 14,99 N/mm² iken, %2 CuB13 eklenen sır uygulandığı seramiğin mukavemeti 203,21 N/mm² olarak ölçülmüştür (Şekil 4.1.36). CuB13 eklenen seramiğin mukavemeti, katkısız seramiğe göre oldukça yükseldiği görülmektedir. Böylelikle hem mukavemeti yüksek hem antibakteriyel seramik üretilmiştir.



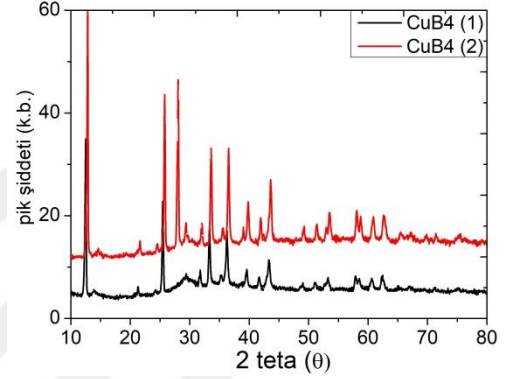
Şekil 4.2.1. 45 °C de mol oranı 1/2 süre 2 saat



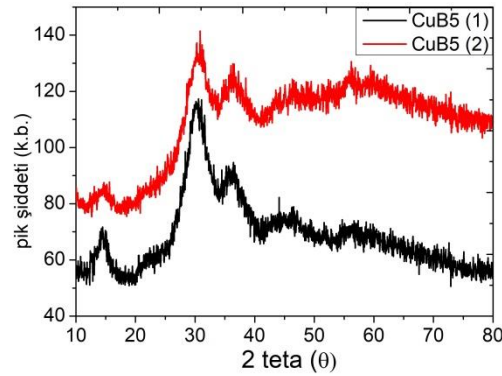
Şekil 4.2.2. 45 °C de mol oranı 1/1,5 süre 4 saat



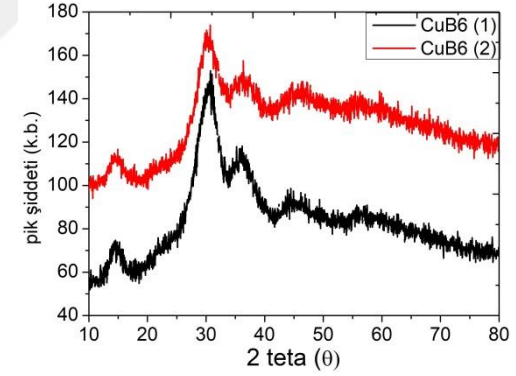
Şekil 4.2.3. 45 °C de mol oranı 1/1 süre 8 saat



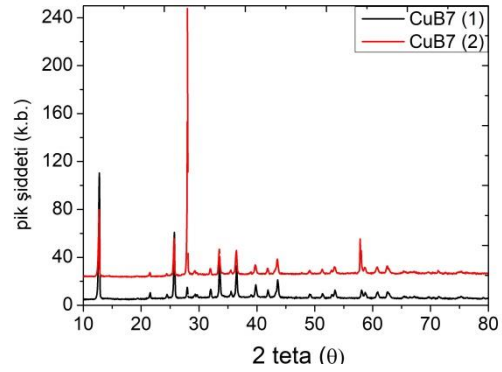
Şekil 4.2.4. 45 °C de mol oranı 2/1 süre 12 saat



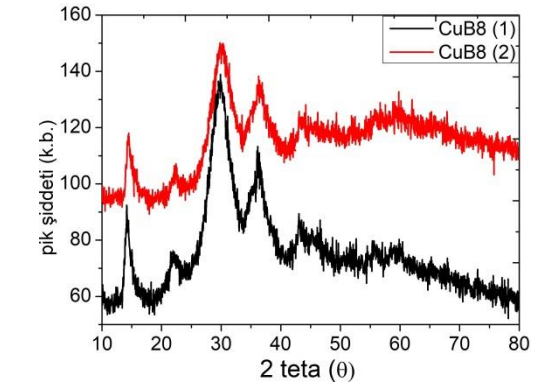
Şekil 4.2.5. 60 °C de mol oranı 1/1,5 süre 2 saat



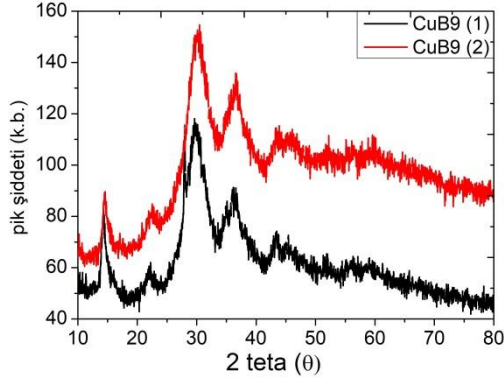
Şekil 4.2.6. 60 °C de mol oranı 1/2 süre 4 saat



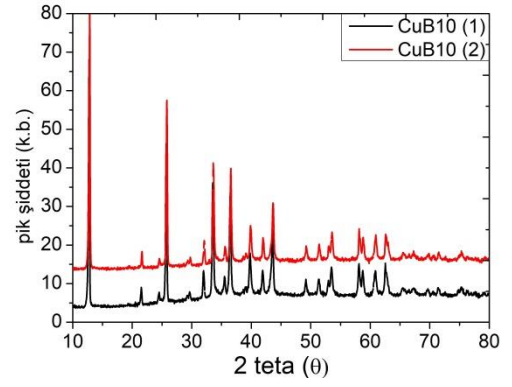
Şekil 4.2.7. 60 °C de mol oranı 2/1 süre 8 saat



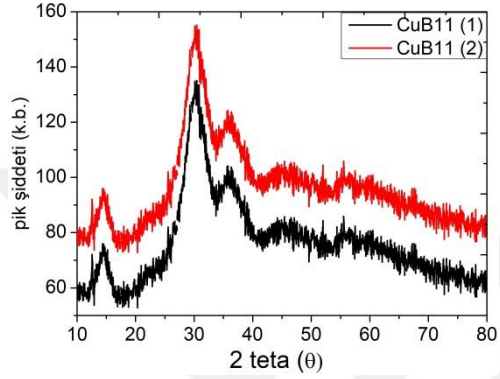
Şekil 4.2.8. 60 °C de mol oranı 1/1 süre 12 saat



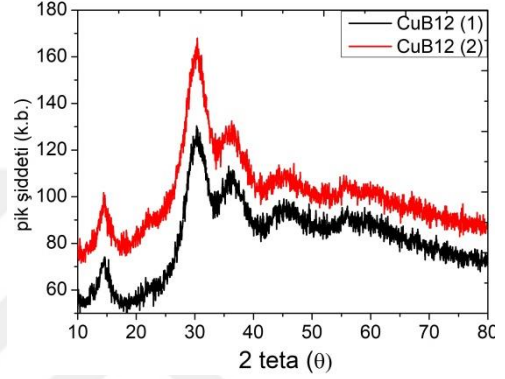
Şekil 4.2.9. 75 °C de mol oranı 1/1 süre 2 saat



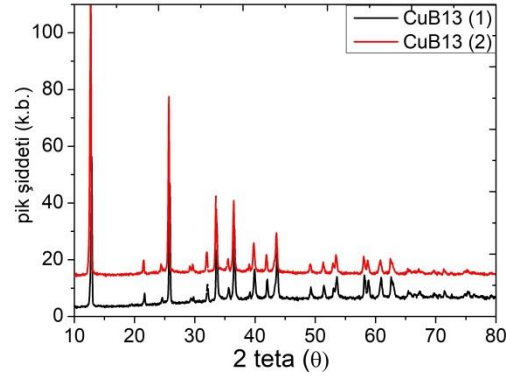
Şekil 4.2.10. 75 °C de mol oranı 2/1 süre 4 saat



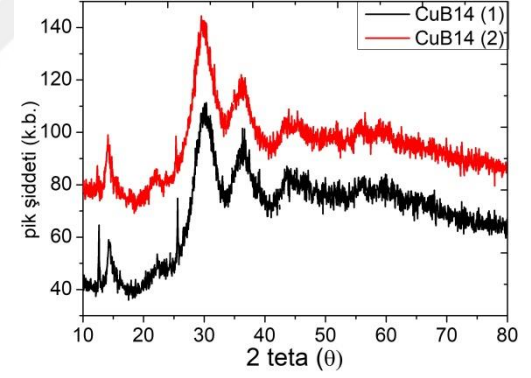
Şekil 4.2.11. 75 °C de mol oranı 1/2 süre 8 saat



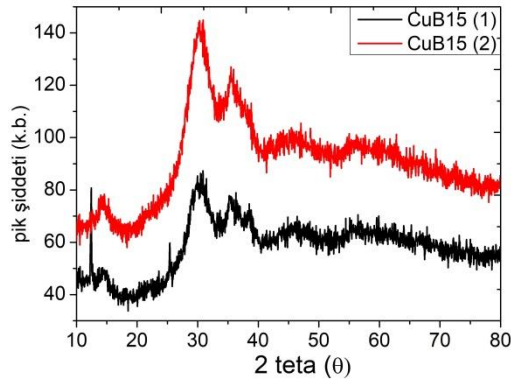
Şekil 4.2.12. 75 °C de mol oranı 1/1,5 süre 12 saat



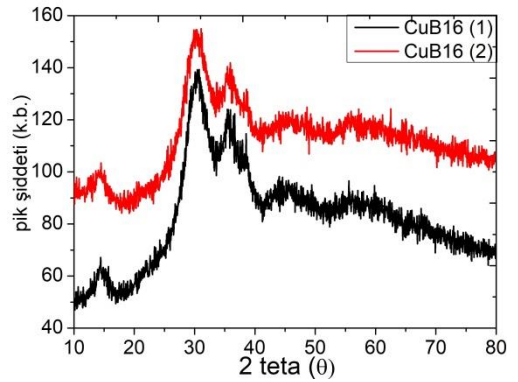
Şekil 4.2.13. 90 °C de mol oranı 2/1 süre 2 saat



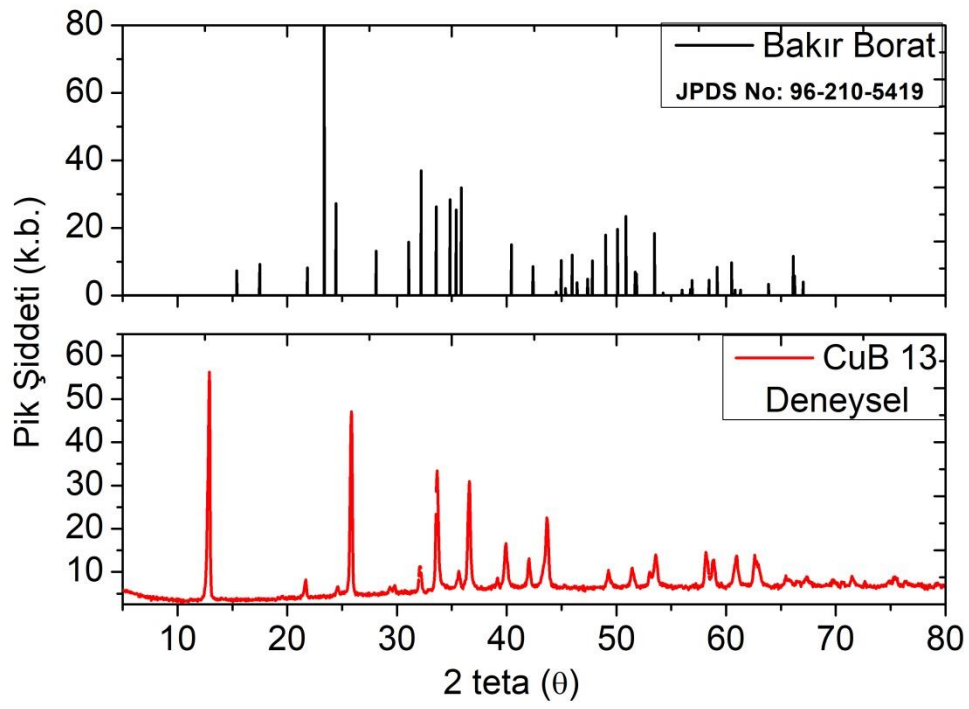
Şekil 4.2.14. 90 °C de mol oranı 1/1 süre 4 saat



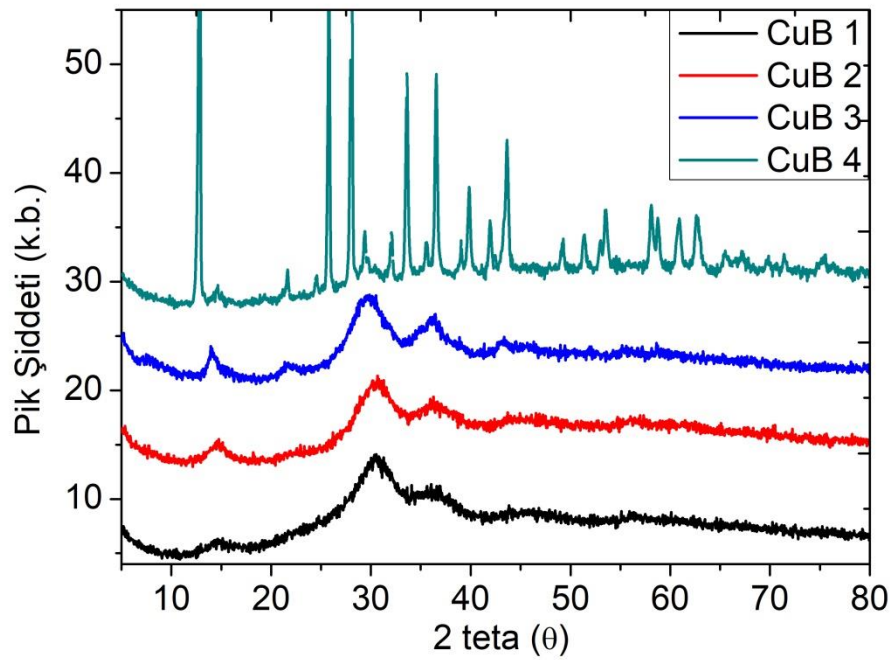
Şekil 4.2.15. 90 °C de mol oranı 1/1,5 süre 8 saat



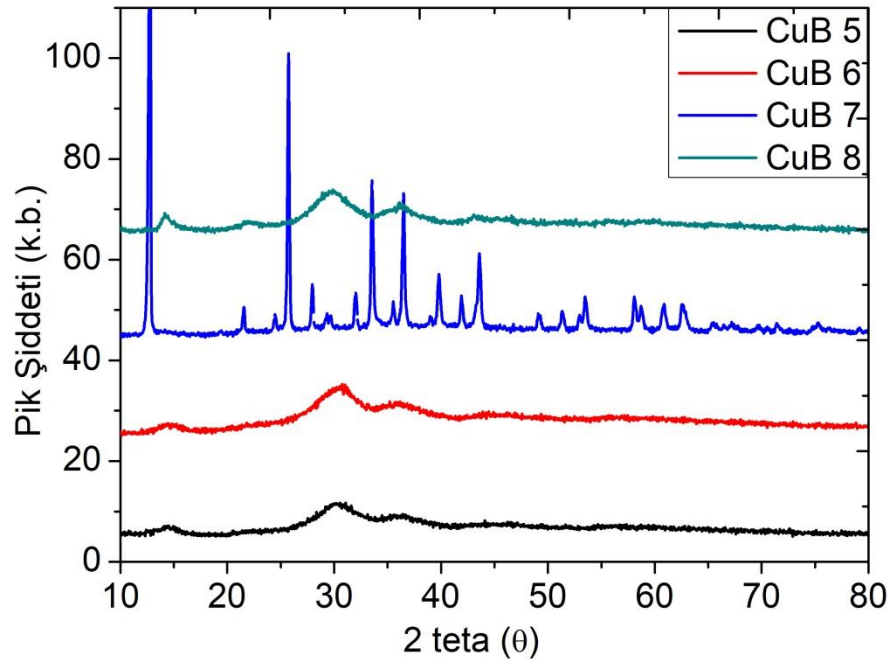
Şekil 4.2.16. 90 °C de mol oranı 1/2 süre 12 saat



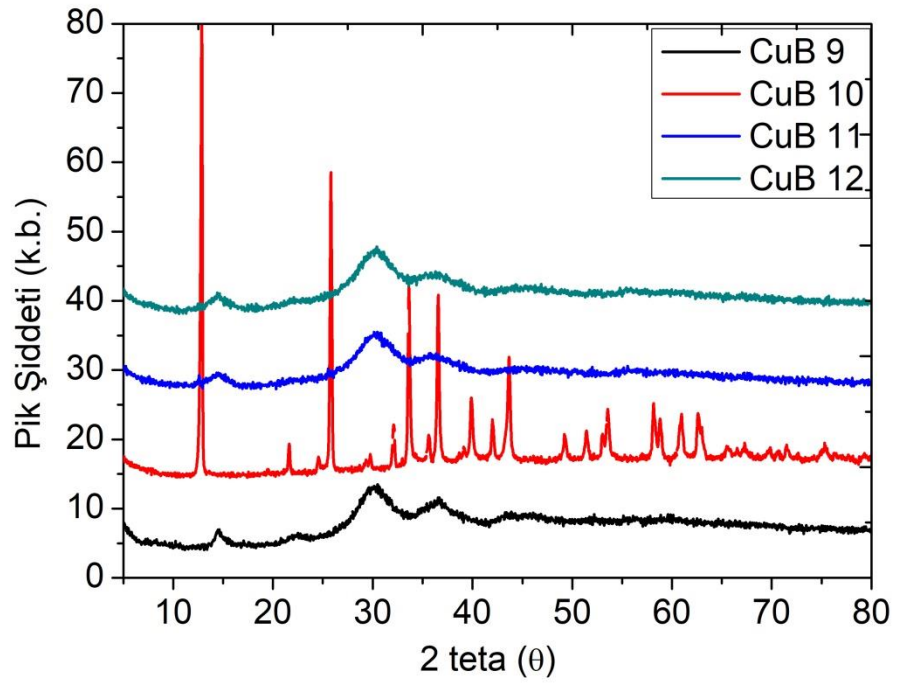
Şekil 4.2.17. Literatürdeki Bakır Borat ve deneysel CuB13 ürünün karşılaştırılması



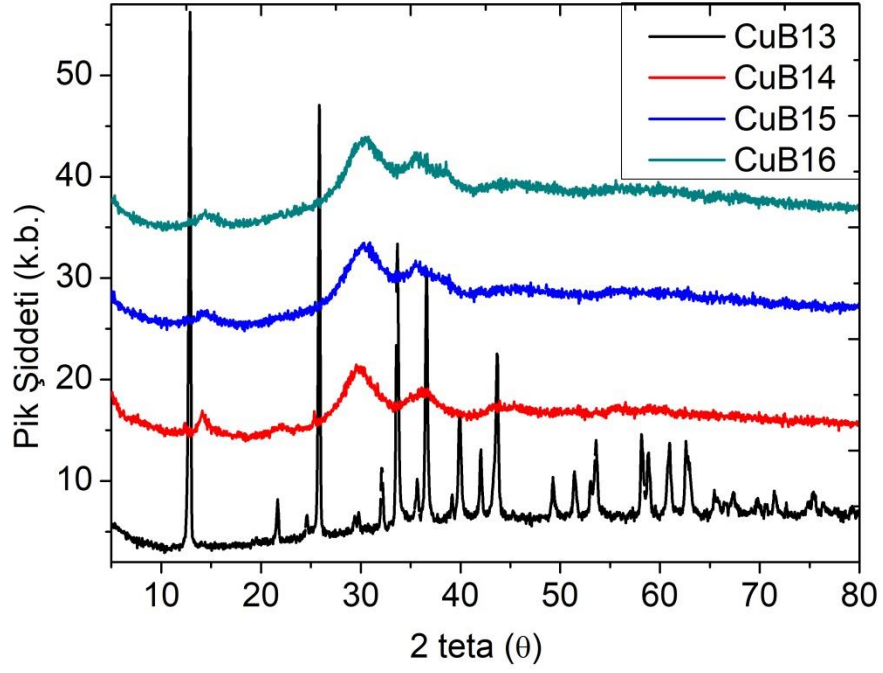
Şekil 4.2.18. 45 °C de mol oranlarına göre Bakır Borat oluşumu



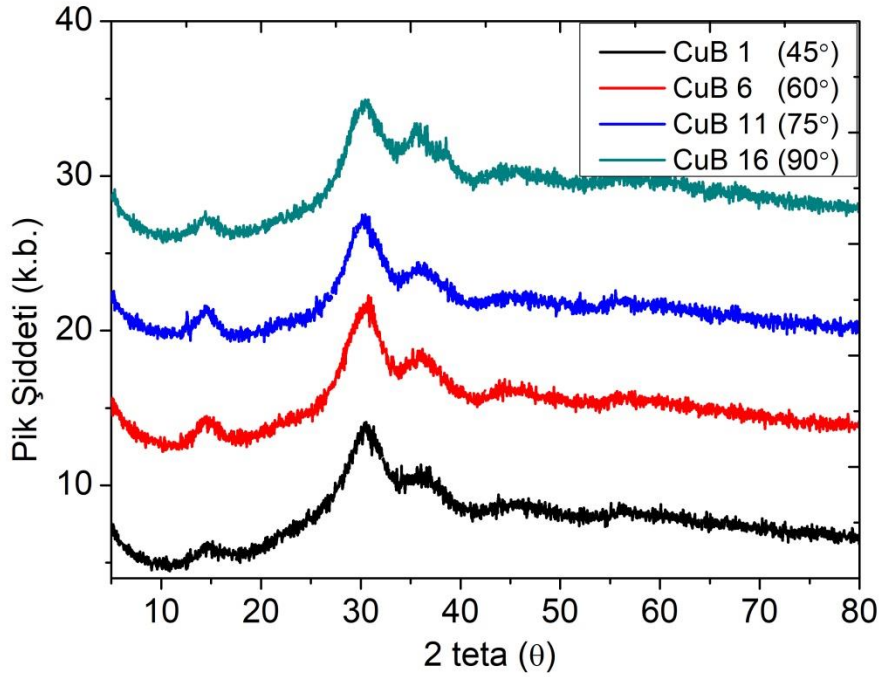
Şekil 4.2.19. 60 °C de mol oranlarına göre Bakır Borat oluşumu



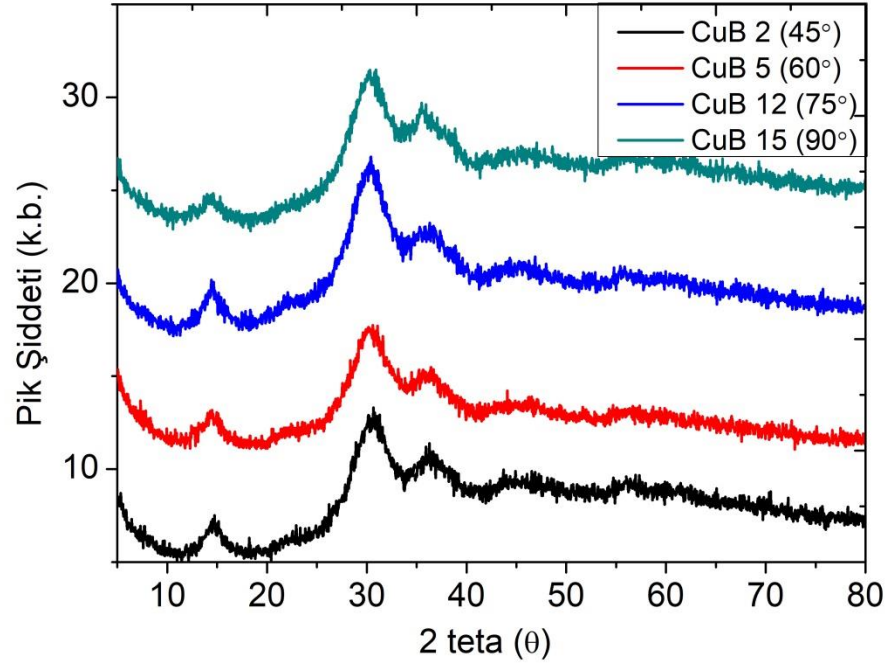
Şekil 4.2.20. 75 °C de mol oranlarına göre Bakır Borat oluşumu



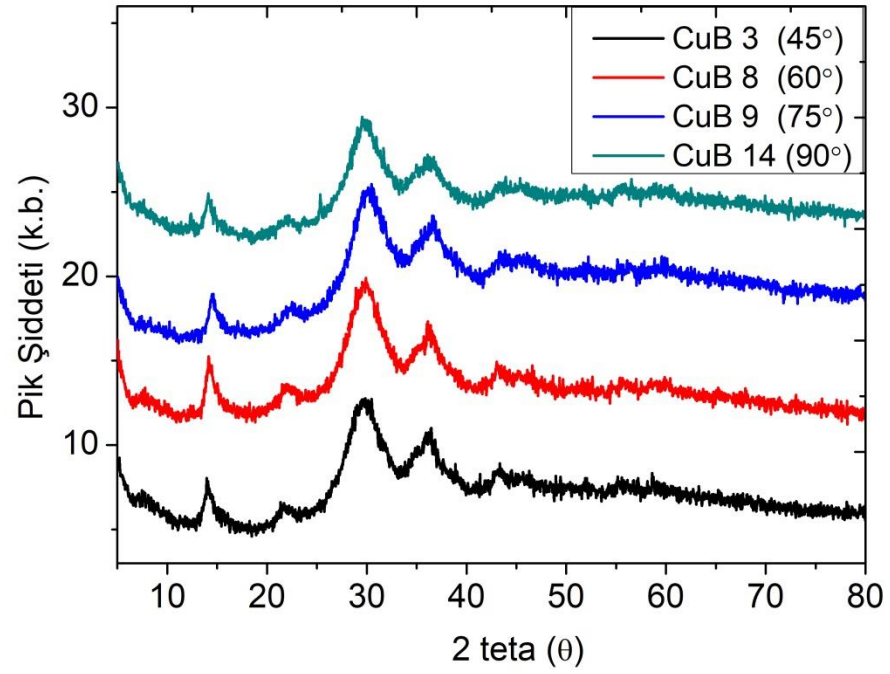
Şekil 4.2.21. 90 °C’de mol oranlarına göre Bakır Borat oluşumu



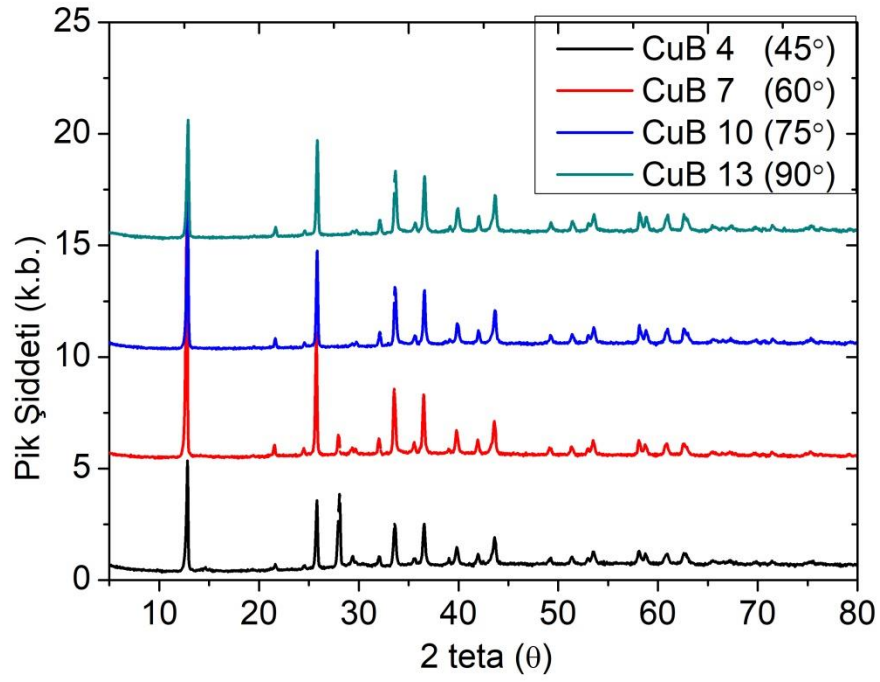
Şekil 4.2.22. Bakır Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi $\text{Cu}^{+2}/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 1/2



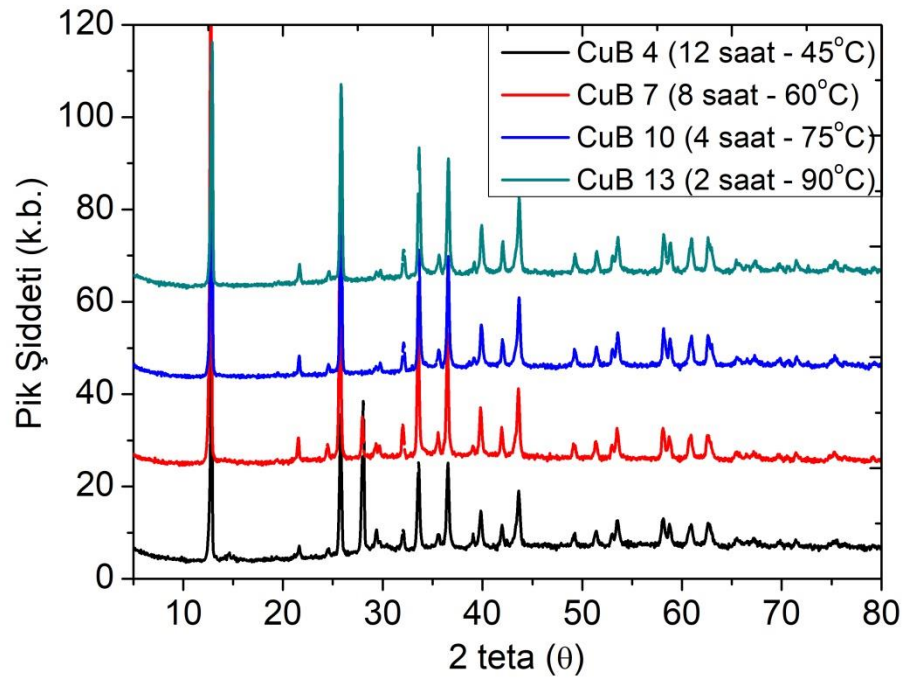
Şekil 4.2.23. Bakır Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi $\text{Cu}^{+2}/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 1/1,5



Şekil 4.2.24. Bakır Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi $\text{Cu}^{+2}/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 1/1

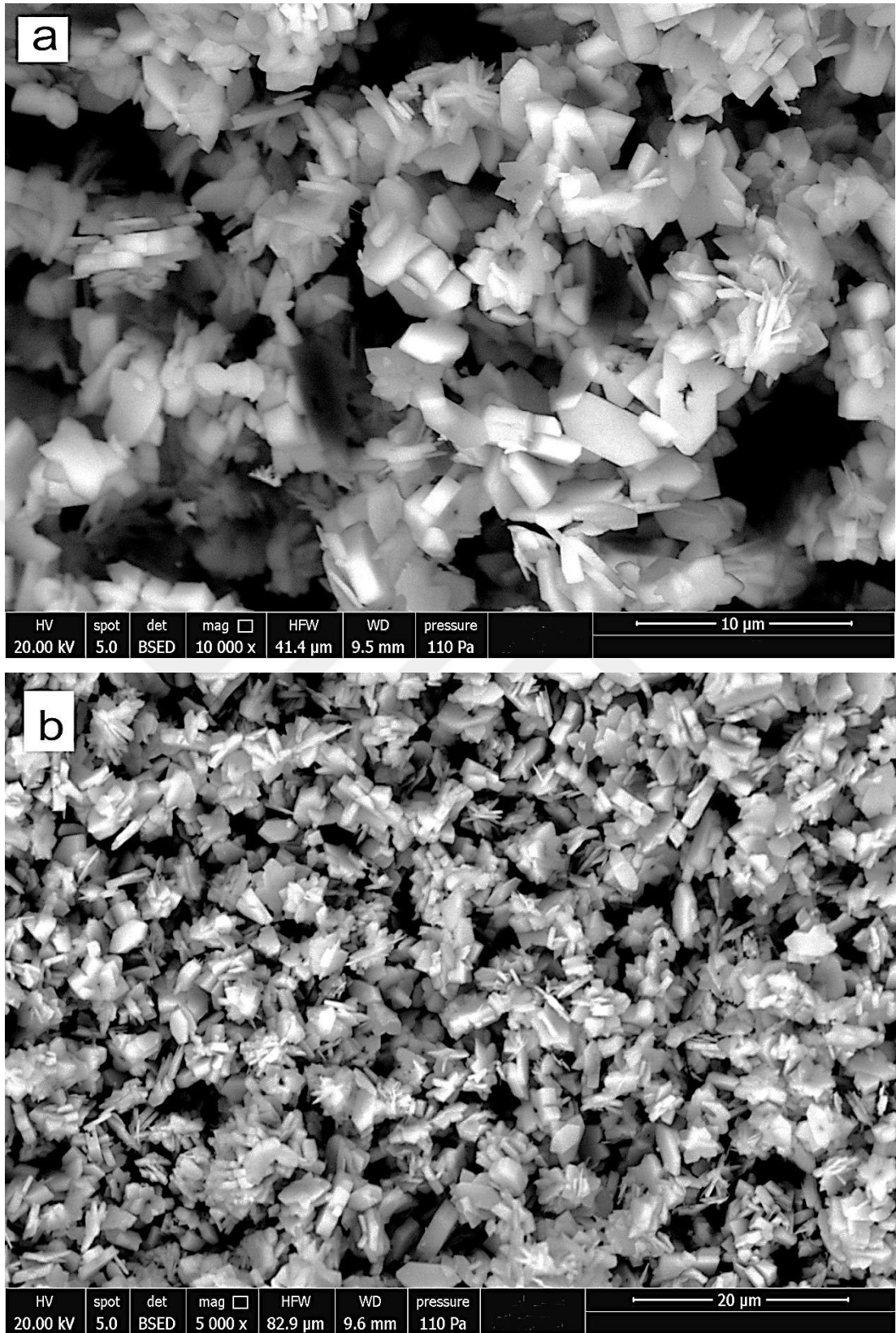


Şekil 4.2.25. Bakır Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi $\text{Cu}^{+2}/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 2/1

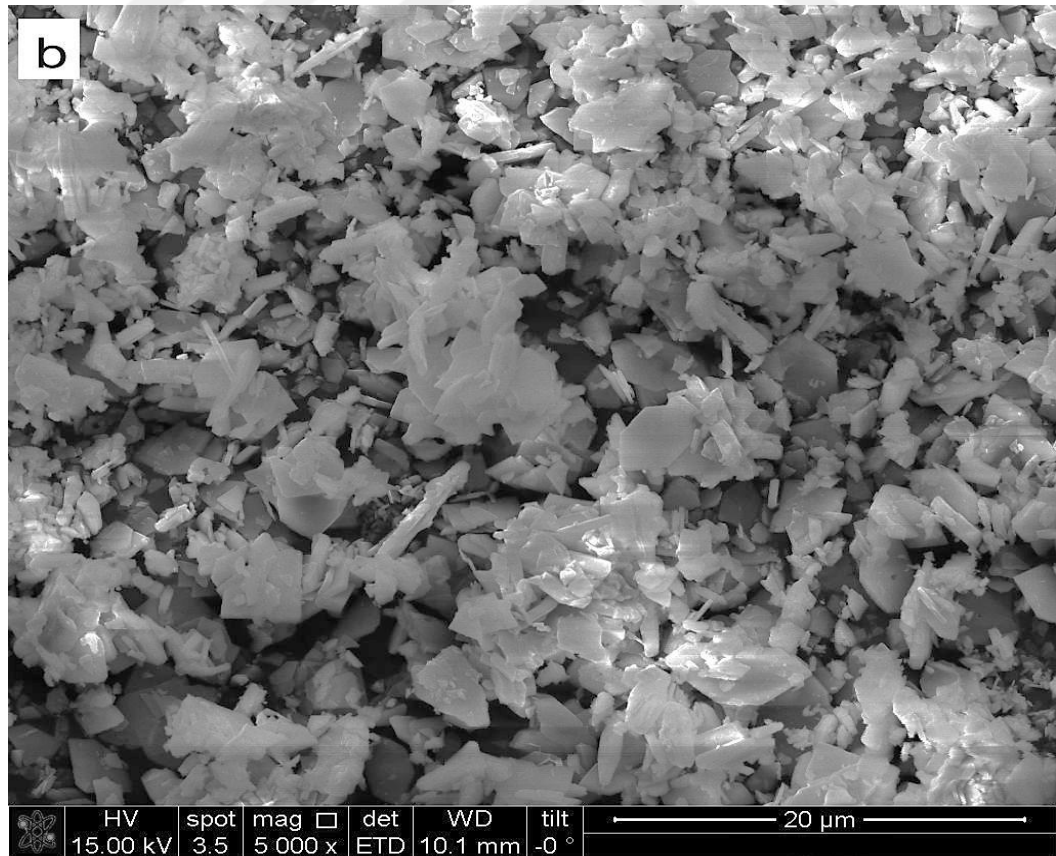
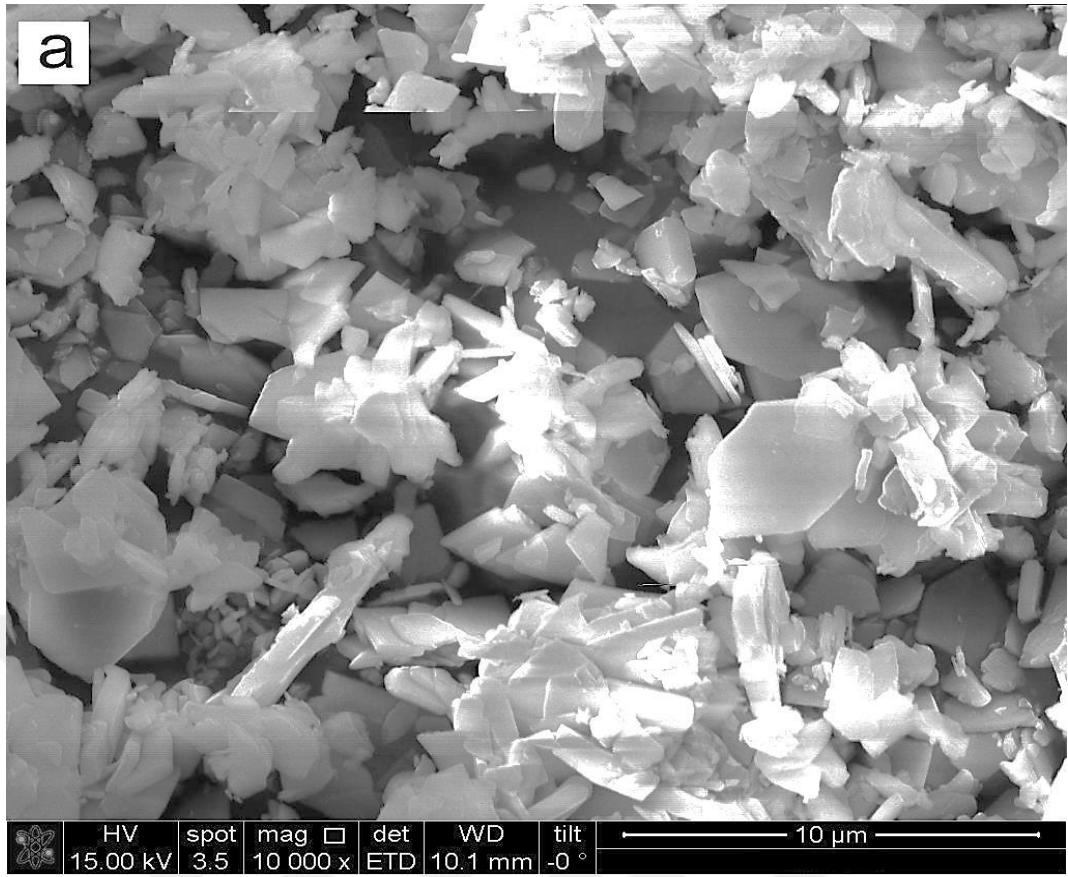


Şekil 4.2.26. Bakır Borat oluşumuna zaman ve sıcaklığın etkisi

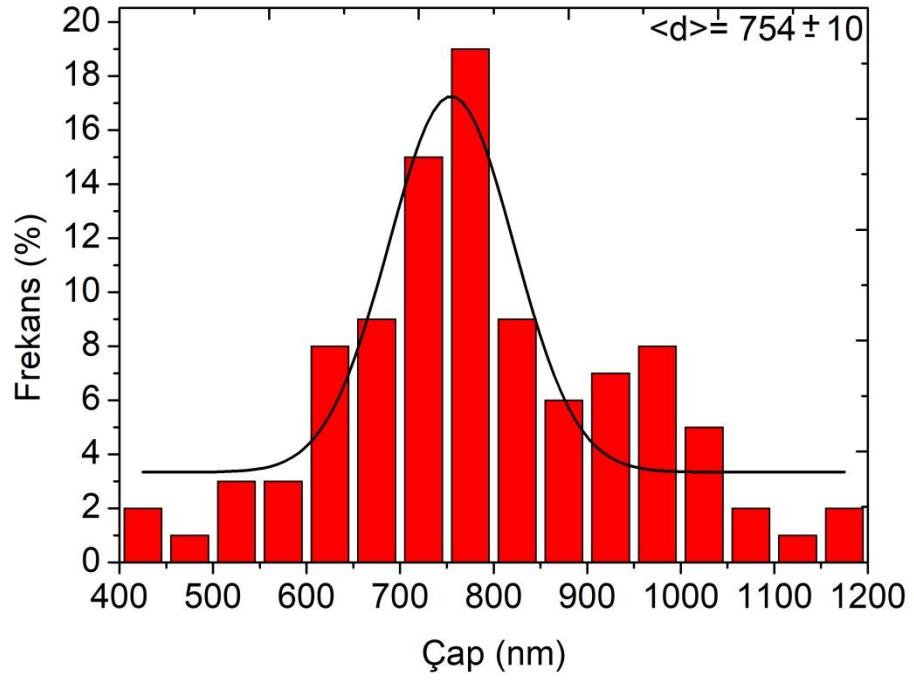
$\text{Cu}^{+2}/\text{B}_2\text{O}_3$ mol oranı 2/1



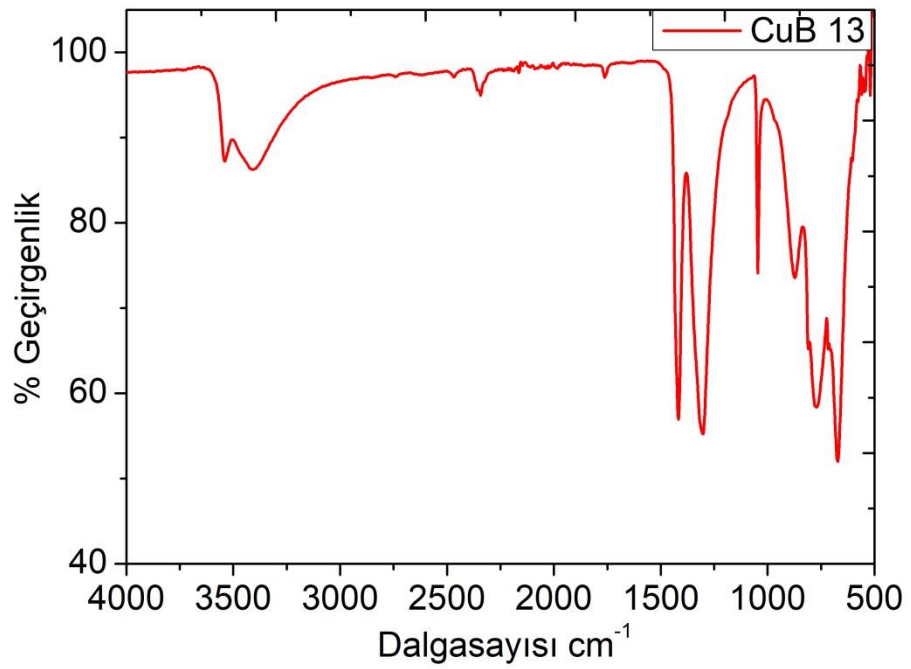
Şekil 4.2.27. Sentezlenen CuB₁₃'ün SEM görüntüleri a)10 μ m e) 20 μ m



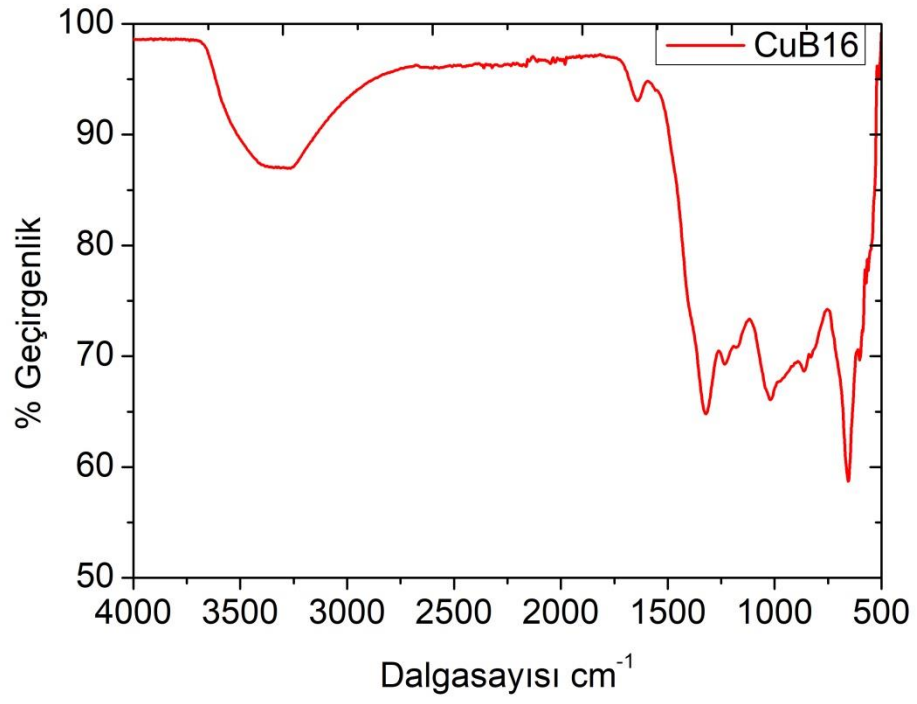
Şekil 4.2.28. Sentezlenen CuB16'nın SEM görüntüleri a)10 μm e) 20 μm



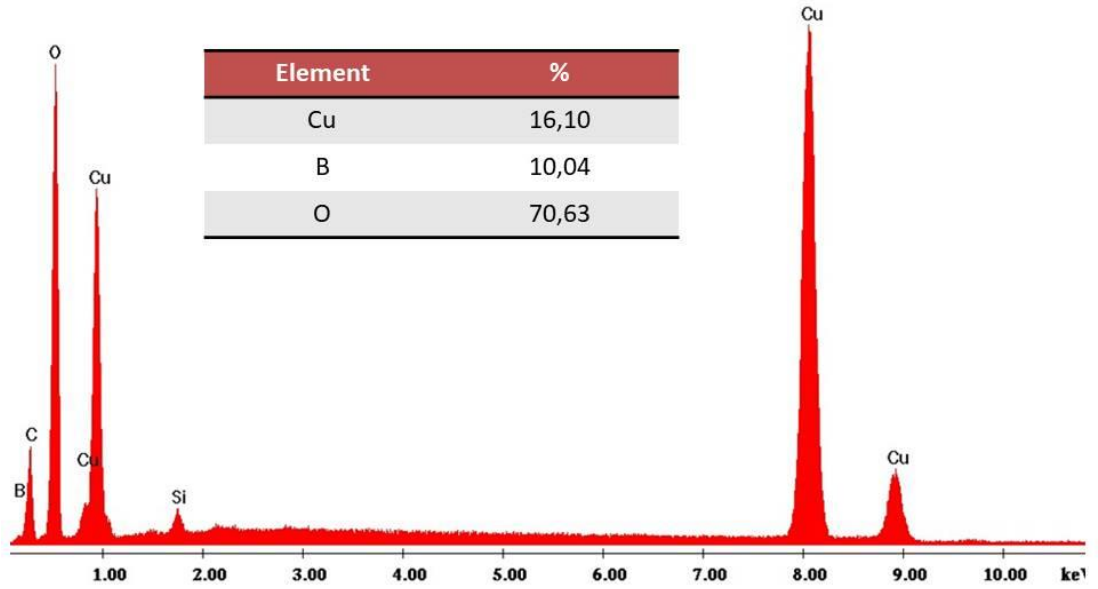
Şekil 4.2.29. Sentezlenen CuB13'ün parçacık boyutu dağılımları



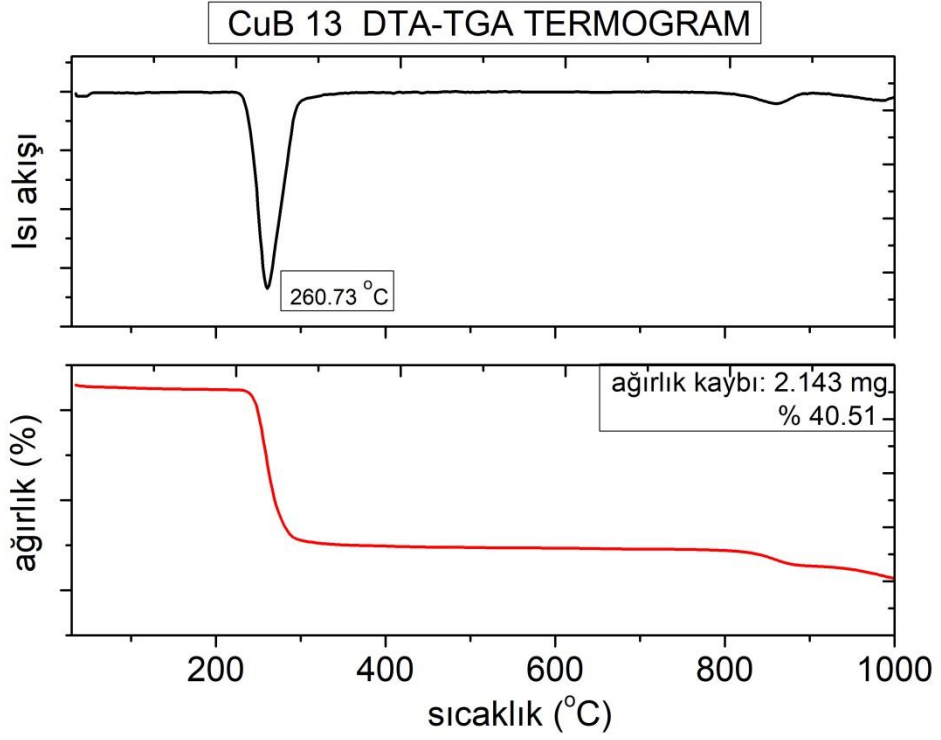
Şekil 4.2.30. Sentezlenen CuB13'ün FTIR spektrumu



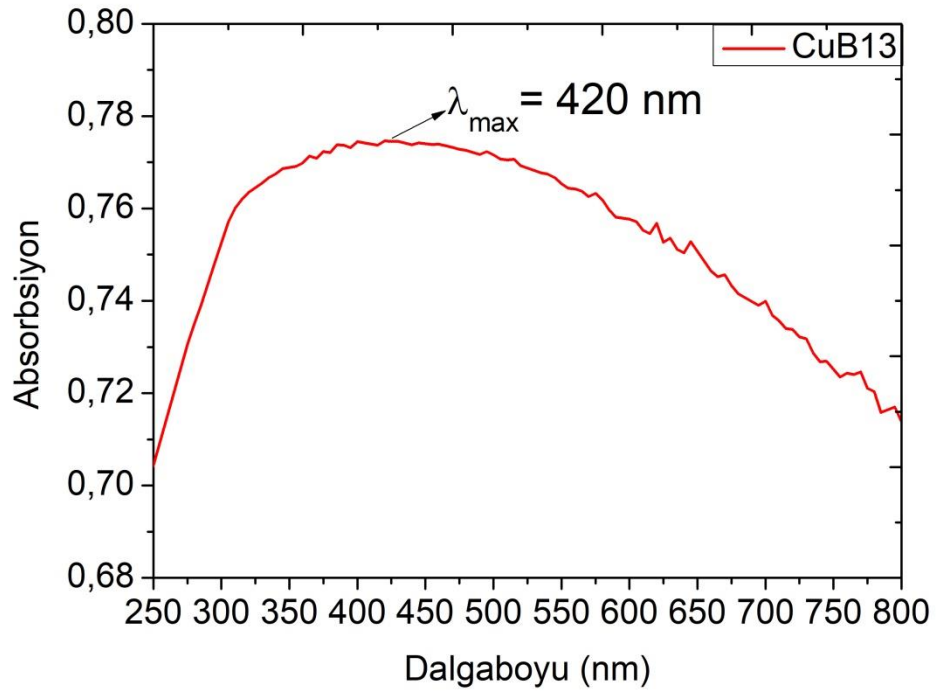
Şekil 4.2.31. Sentezlenen CuB16'nın FTIR spektrumu



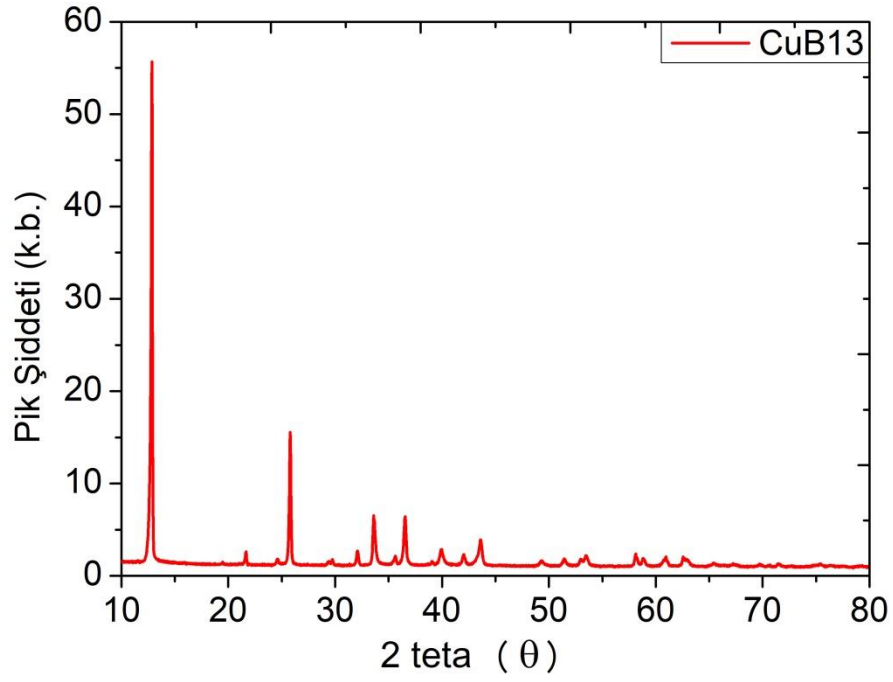
Şekil 4.2.32. Sentezlenen CuB13'ün EDX analizi



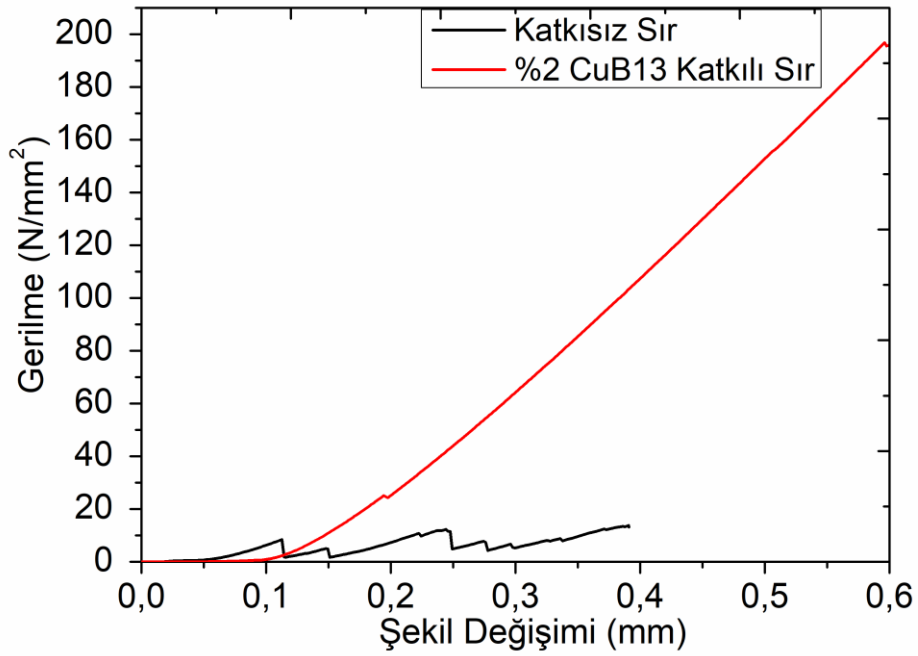
Şekil 4.2.33. Sentezlenen CuB13'ün termogramı



Şekil 4.2.34. Sentezlenen CuB13'ün UV-VIS spektrumu



Şekil 4.2.35. TGA ile 1000 °C'ye çıkmış CuB13 ürünün XRD analizi



Şekil 4.2.36. Sentezlenen CuB13'ün seramik sırina eklenmesi ile oluşan mukavemet

4.3.Çinko Borat

Taguchi Metodu 4x4 sistemine göre ikişer tane sentezlenen 16 farklı Çinko Borat numunelerin XRD sonuçları Şekil 4.3.1 ve Şekil 4.3.16 arasındaki grafiklerde verilmiş ve literatürdeki Çinko Borat XRD verileri karşılaştırılarak en uygun ortamda sentezlenen Çinko Borat tespit edilmiştir. Bu durumda en iyi ürünün ZnB13 kodlu ürün olduğu, 96-720-4694 JPDS kart numaralı [120] Çinko Borat'ın XRD verileri ile karşılaştırıldığında oluşması gereken pik şiddetlerinin oluştuğu ve ürünün sentezlendiği görülmektedir (Şekil 4.3.17). 96-720-4694 JPDS numaralı karta göre 22,1-28,1- 33,5- 36,3- 37,2- 42-9 ve 65,9 (Θ) 2 teta değerinde oluşması gereken pik şiddetleri sentezlediğimiz üründe de oluşmuştur. XRD sonuçlarına göre oluşan Çinko Borat yapısının Monoklinik kristal formunda oluştuğu tespit edilmiştir [121-123].

Daha sonra farklı parametrelerin karşılaştırılması yapılmıştır. Sıcaklığı sabit tutup mol oranlarına göre kıyaslama yaptığımızda; çalıştığımız en düşük sıcaklık olan 45 °C de Çinko Boratın tüm mol oranlarında oluşmadığı, sadece Nitrat/Boraks oranının 2/1 olduğu ZnB4 kodlu reaksiyonda kısmen oluşmaya başlamıştır. (Şekil 4.3.18). Sıcaklığı 60 °C ye çıkardığımızda Çinko Boratın oluşumunun kısmen başladığı görülmektedir. Sıcaklığın artmasının Çinko Borat oluşumuna katkı yaptığı görülmektedir. (Şekil 4.3.19). Sıcaklık 75 °C ye çıktığında da aynı şekilde Çinko Borat oluşumunun sıcaklıkla doğru orantılı olduğu görülmektedir. Hemen hemen tüm mol oranlarında ürün oluşumu net bir şekilde görülmektedir. (Şekil 4.3.20). 90 °C sıcaklıkta da Çinko Borat oluşumunun tüm mol oranlarında tamamen oluştuğu gözlemlenmektedir (Şekil 4.3.21).

Mol oranlarını sabit tutup sıcaklığa göre kıyaslama yaptığımızda ise; Çinko Nitrat/Boraks mol oranının 1/2 olduğu ortamda Çinko Borat oluşumunun sıcaklık arttıkça net bir şekilde oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.3.22). Aynı şekilde Çinko Nitrat/Boraks mol oranının 1/1,5 olduğu ortamda Çinko Borat oluşumunun yüksek sıcaklıklarda oluştuğu gözlemlenmektedir (Şekil 4.3.23). Ortamdaki çinko nitrati biraz daha artırıp Çinko Nitrat/Boraks mol oranının 1/1 (Şekil 4.3.24) ve Bakır Nitrat/Boraks mol oranının 2/1 (Şekil 4.3.25) yaptığımızda da Çinko Borat oluşumunun yüksek sıcaklıklarda oluştuğu daha net bir şekilde görülmektedir. Bu durumda en iyi Çinko Borat oluşumunun Çinko Nitrat/Boraks mol oranının 2/1 olduğu ve 90 °C sıcaklıkta gerçekleştiği ve oluşumun mol oranına değil sıcaklığa

bağlı olduğu söylenebilir. Belirtilen mol oranında sıcaklık ve zaman etkisi beraber değerlendirildiğinde, her sıcaklıkta Çinko Borat'ın tam olarak oluşmadığı, yüksek sıcaklıklarda Çinko Borat'ın net bir şekilde oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.3.26). Çinko içeren bileşiklerin yüksek sıcaklıklarda reaksiyon verme eğiliminde olması Çinko Borat oluşumunun yüksek sıcaklıklarda olmasını sağlamaktadır.

XRD verilerine göre en iyi oluşum gösteren koşulda (Çinko Nitrat/Boraks mol oranı 2/1, 90 °C ve 2 saat) sentezlenen ZnB13 ile farklı bir koşulda (Çinko Nitrat/Boraks mol oranı 1/2, 90 °C ve 12 saat) sentezlenen ZnB16 ürününün Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile morfolojileri incelenmiş ve karşılaştırma yapılmıştır. Yapılan incelemede ZnB13 yapısının ince çubuklar şeklinde olduğu görülürken (Şekil 4.3.27), ZnB16 yapısının küresel olduğu (Şekil 4.3.28) görülmektedir. Her iki yapının da başka safsızlık içermediği görülmüştür.

Sentezlenen ZnB13 partiküllerinin SEM görüntüsünden yapılan ölçümlerinde 2 boyutlu tanecik kalınlıklarının 210 nm ile 280 nm arasında değişen değerlerde olduğu belirlenirken, ZnB16 yapısının tanecik boyutunun ortalama 1338 nm olduğu belirlenmiştir (Şekil 4.3.29).

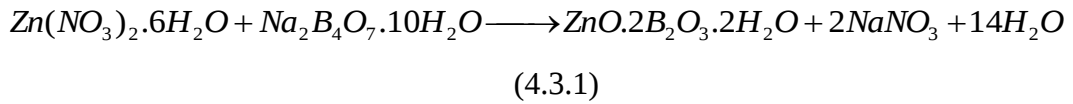
Yapıların moleküler bağ karakterizasyonunu incelemek amacı ile yapılan FTIR analizinde ZnB13 yapısının (Şekil 4.3.30) ve ZnB16 yapısının (Şekil 4.3.31) FTIR spektrumları verilmiş ve sonuçları değerlendirilmiştir. FTIR spektrumları incelendiğinde 3250-3500 cm^{-1} arasındaki bant O-H gerilme titreşimini, 1600 cm^{-1} deki zayıf bant, kristal suyu içeren bileşiğin H - O - H bükme modunu göstermektedir[5]. 1250 cm^{-1} deki bant B-O-H eğilmesini [122], 1000 cm^{-1} deki bant asimetrik B₄-O gerilmesini, 600 cm^{-1} deki bant ise üçyüzlü-dörtüzlü bor-oksijen koordinasyonunun göstermektedir (Şekil 4.3.30) [5]. Sonuç olarak her iki üründe de borat yapısında oluşması gereken bağlar oluşmuştur. Ancak gerek XRD analizlerinden gerek SEM görüntülerinden ve tanecik boyutlarından Çinko Nitrat/Boraks mol oranı 2/1, 90 °C ve 2 saat süre ile sentezlenen ZnB13 ürününün asıl Çinko Borat yapısı olduğu değerlendirilmektedir.

EDX Analizi ile sentezlediğimiz ürünlerin Cu kaynağı kullanılarak kalitatif analizi gerçekleştirilmiş olup, L yörünge elektronlarından kaynaklanan pikler ve elementlerin verileri. Şekil 4.3.32 de görülmektedir. EDX verilerine göre yapıdaki Zn, B ve O yüzdelерinin sırası % 25,29 - %21,25 ve %53,46 olduğu görülmektedir. Bu yüzdelere göre yapıdaki Zn:B:O mol oranlarının 1:5,15:8,78 olduğu hesaplanmıştır.

Çinko Boratın termogram grafikleri incelendiğinde ilk ve tek su kayıplarının 494,83 ve 593,55 °C’de gerçekleştiği hem TGA eğrisinde hem de DTA eğrisindeki endotermik pikler ile gözlemlenmiş ve yapıda kristal su varlığı tespit edilmiştir (Şekil 4.3.33).

Yapıdaki % 13,35 lik su kaybı EDX grafiği birlikte değerlendirildiğinde $ZnO.2B_2O_3.2H_2O$ yapısındaki % 14 lük su kütlesine eşdeğerdir.

Hem EDX verilerindeki mol oranları (1:5,15:8,78) hem Termogram verilerindeki kütle kayıpları birlikte hesaplandığında yapının formülün $ZnO.2B_2O_3.2H_2O$ olduğu değerlendirilmekte olup oluşum reaksiyonu 4.3.1. deki gibi önerilmektedir.



Reaksiyon süresince ortamın pH’ı ve reaksiyon sonucunda ürünün süzülmesi ve yıkanması ile oluşan süzüntünün ICP-OES analizi ile 100 ml süzüntüdeki Çinko ve Bor miktarları tespit edilmiştir (Tablo 4.2.1).

Tablo 4.3.1. Süzüntüdeki Zn ve B miktarları ile ortam pH’ı

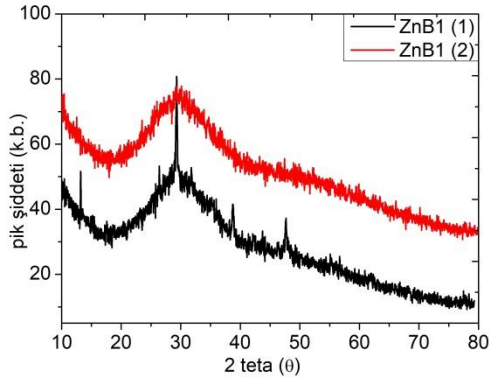
Örnek Adı	Zn	B	pH
ICP-OES sonrası (g/L)	9,37 g Zn /L	3,68 g B /L	4-5
ICP-OES sonrası (mol)	0,014 mol Zn	0,034 mol B	
Teorik olarak hesaplanan (mol)	0,007 mol Zn	0,028 mol B	

Eşitlik 4.3.1 de verilen reaksiyona göre; giren ve çıkan ürünlerin ağırlıkları ve buna bağlı olarak mol sayıları üzerinden reaksiyon verimi %64 olarak hesaplanmıştır. Reaksiyon sonrası gerçekleştirilen süzme sonucu oluşan çözeltinin ICP-OES analizi sonucunda çözeltide kalan Zn ve B üzerinden hesaplanan mol miktarları ile teorik olarak hesaplanan Zn ve B mol miktarları karşılaştırılmıştır. Değerlerin birbirine yakın olduğu görülmüştür.

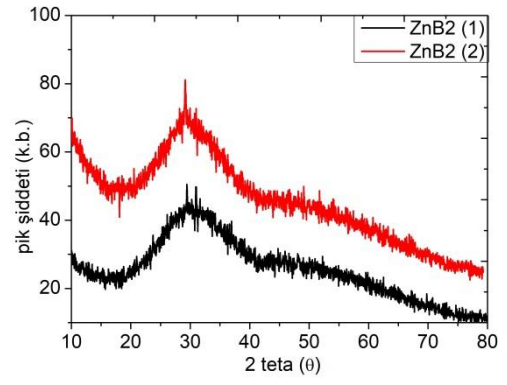
Çinko Borat bileşiğinin görünür bölgedeki tipik soğurma spektrumları (Şekil 4.3.34) de görülmektedir. Bu bileşik yaklaşık 300 nm'ye kadar fotonları emer. Bu durum, yarı iletkenlerin ve camsı malzemelerin özelliğidir. Bu absorpsiyon özelliği yapının içindeki oksijen bağ dayanımı ile belirlenir. Cam ağındaki herhangi bir oksijen bağının değişmesi absorpsiyon karakterini değiştirir. Çinko-borat camlarında çinko içeriğinin artması, absorpsiyonu yüksek enerjilere doğru kaydırır [124].

Bunun yanında seramik sırina eklenerek seramik üzerine uygulanacak ve 1200 °C ye çıkacak olan ürünün yapısının bozulup bozulmadığını anlamak için numunenin yaklaşık 1000 °C nin üzerine çıkarak TGA analizi sonrası tekrar XRD analizi gerçekleştirilmiş ve yapısının bozulmadığı görülmüştür (Şekil 4.3.35).

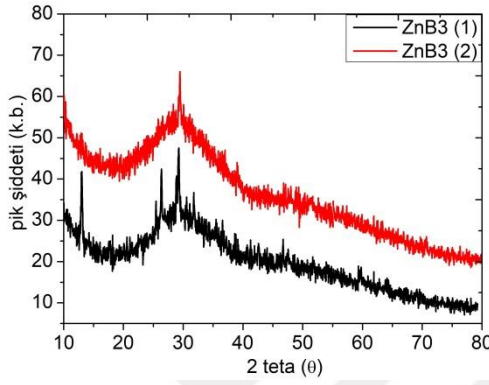
ZnB13'ün ham sır malzemesine eklenmesi ve seramiğe uygulanarak fırınlandıktan sonra elde edilen seramiğe uygulanan mekanik test sonucunda, katkısız sır eklenmiş seramiğin mukavemeti 14,99 N/mm² iken, %4 ZnB13 eklenen sırin uygulandığı seramiğin mukavemeti 45,75 N/mm² olarak ölçülmüştür (Şekil 4.3.36). ZnB13 eklenen seramiğin mukavemeti, katkısız seramiğe göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Seramik sırlarına eklenen Çinko Boratın yapıyı hem antibakteriyel hem de dayanıklı yaptığı belirlenmiştir.



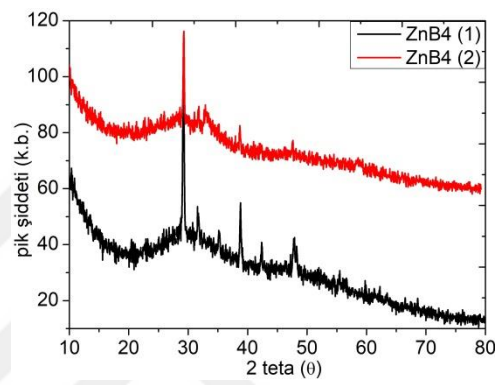
Şekil 4.3.1. 45 °C de mol oranı 1/2 süre 2 saat



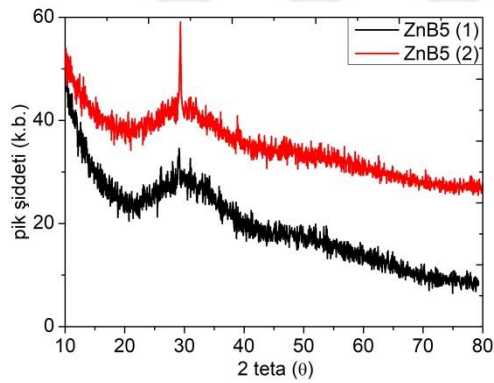
Şekil 4.3.2. 45 °C de mol oranı 1/1,5 süre 4 saat



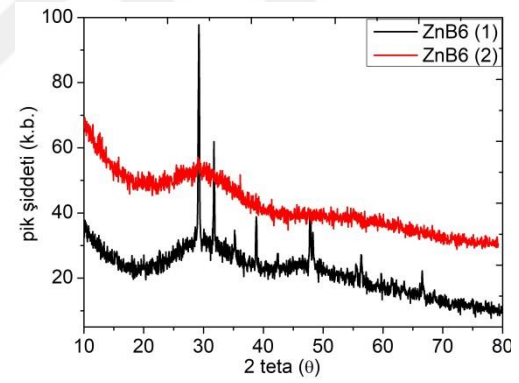
Şekil 4.3.3. 45 °C de mol oranı 1/1 süre 8 saat



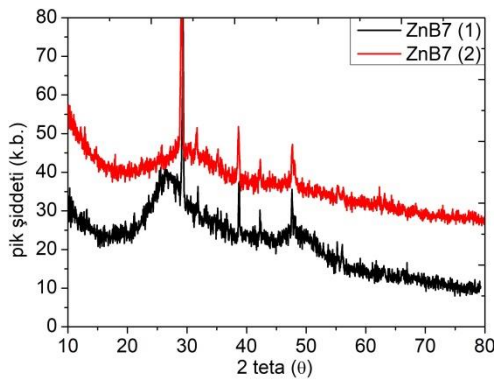
Şekil 4.3.4. 45 °C de mol oranı 2/1 süre 12 saat



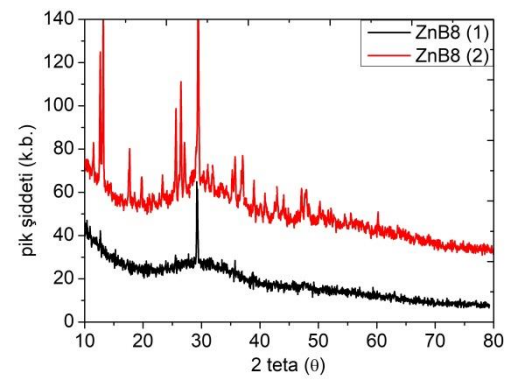
Şekil 4.3.5. 60 °C de mol oranı 1/1.5 süre 2 saat



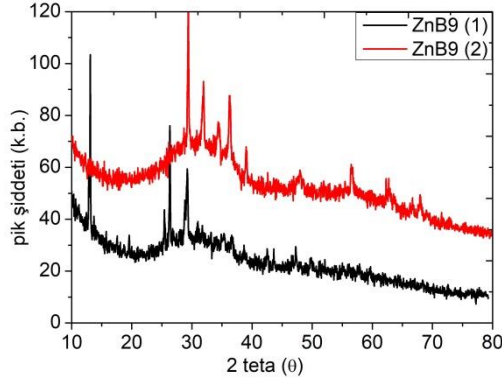
Şekil 4.3.6. 60 °C de mol oranı 1/2 süre 4 saat



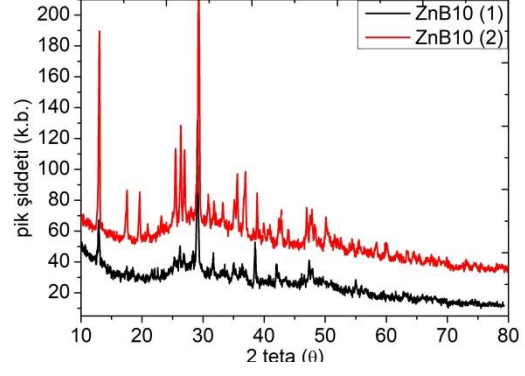
Şekil 4.3.7. 60 °C de mol oranı 2/1 süre 8 saat



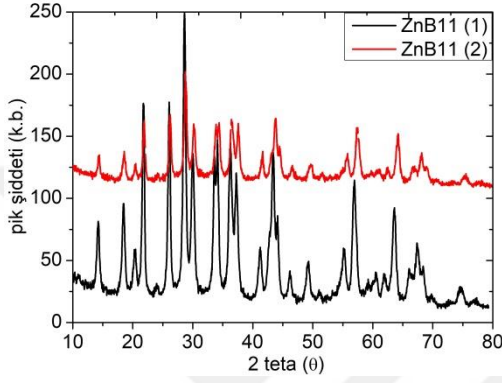
Şekil 4.3.8. 60 °C de mol oranı 1/1 süre 12 saat



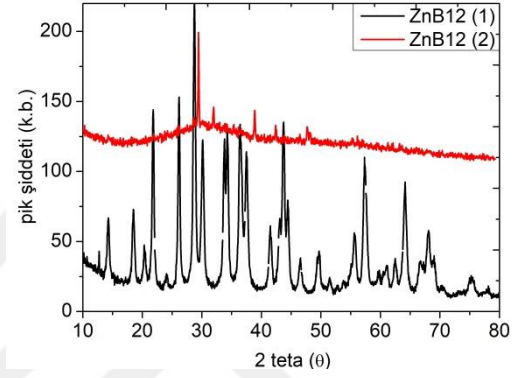
Şekil 4.3.9. 75 °C de mol oranı 1/1 süre 2 saat



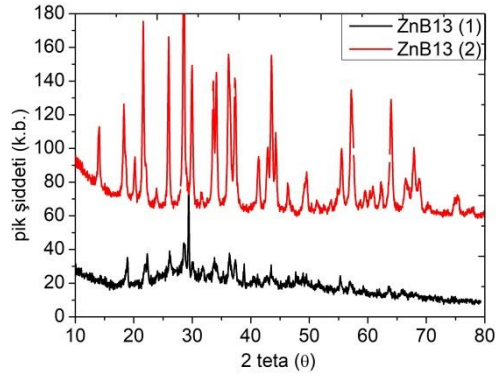
Şekil 4.3.10. 75 °C de mol oranı 2/1 süre 4 saat



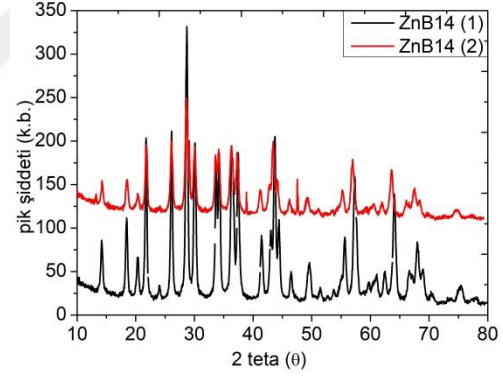
Şekil 4.3.11. 75 °C de mol oranı 1/2 süre 8 saat



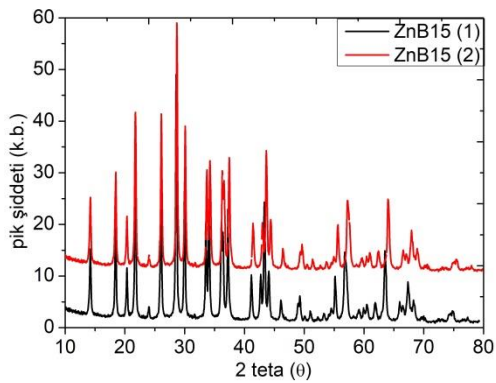
Şekil 4.3.12. 75 °C de mol oranı 1/1,5 süre 12 saat



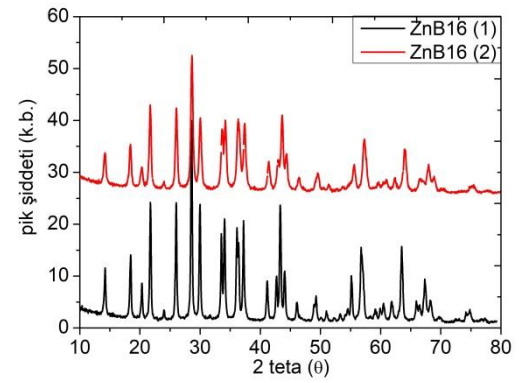
Şekil 4.3.13. 90 °C de mol oranı 2/1 süre 2 saat



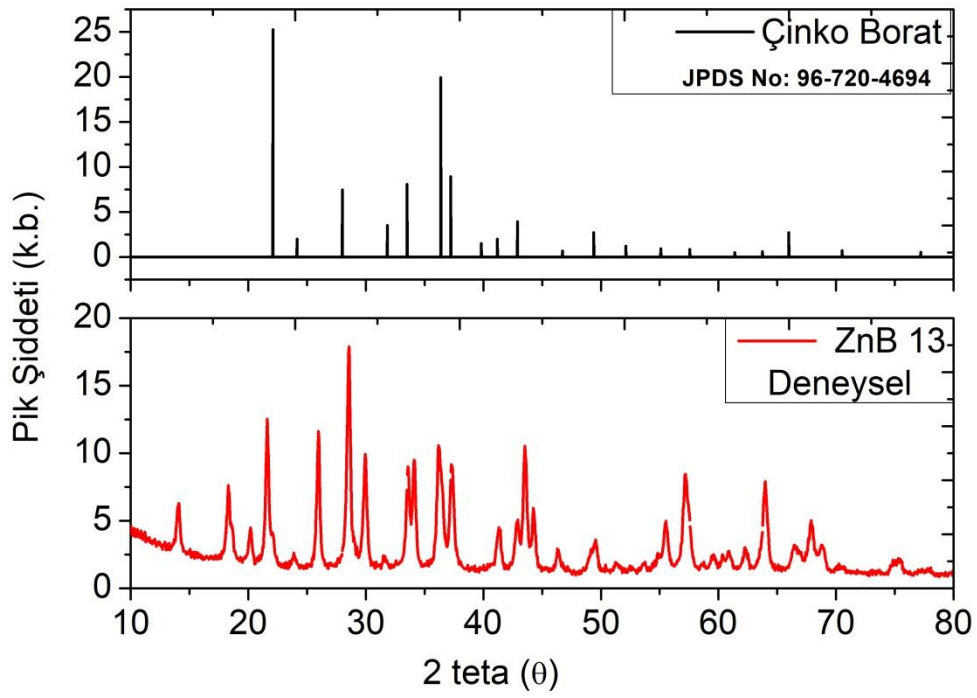
Şekil 4.3.14. 90 °C de mol oranı 1/1 süre 4 saat



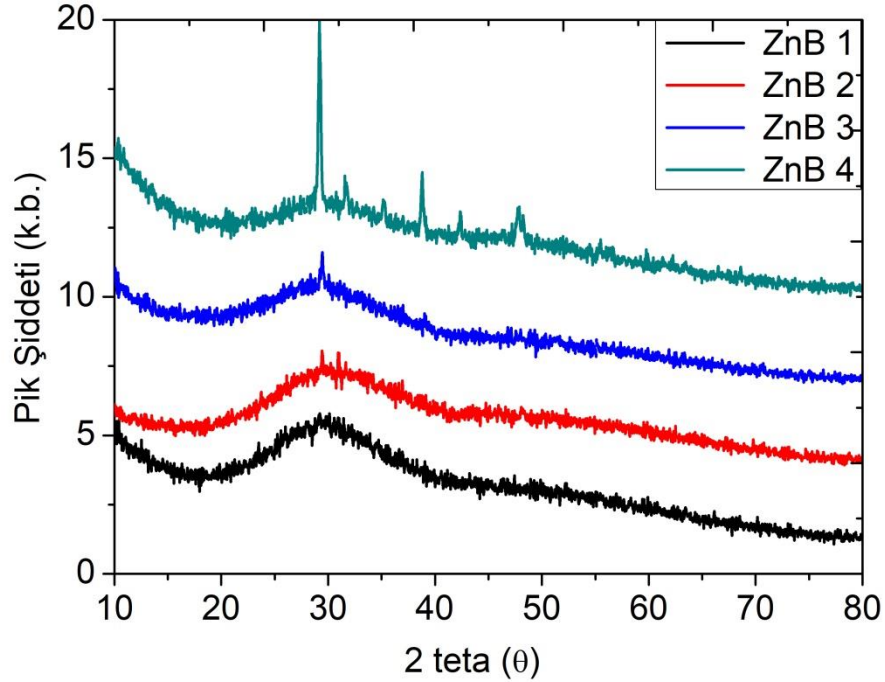
Şekil 4.3.15. 90 °C de mol oranı 1/1,5 süre 8 saat



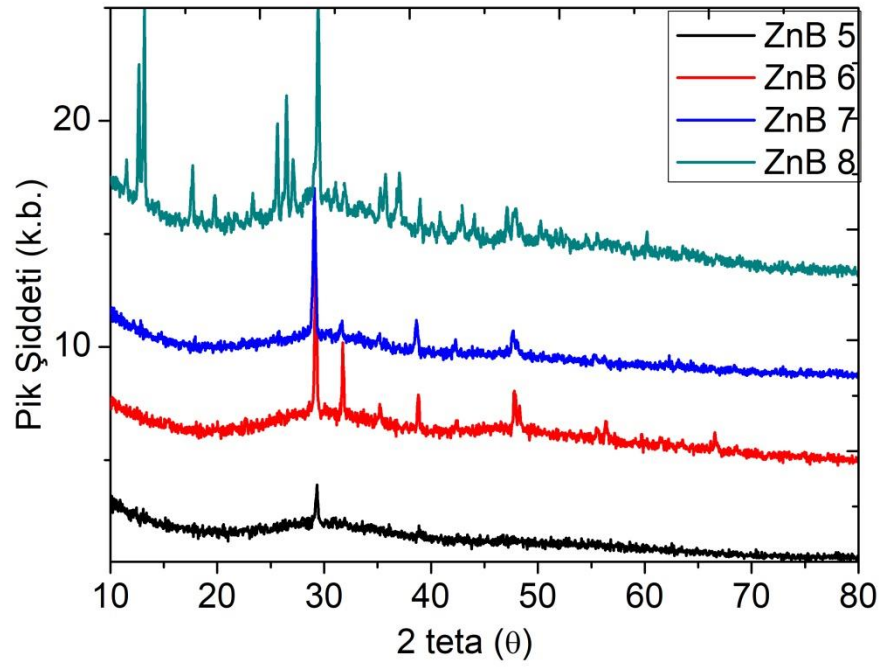
Şekil 4.3.16. 90 °C de mol oranı 1/2 süre 12 saat



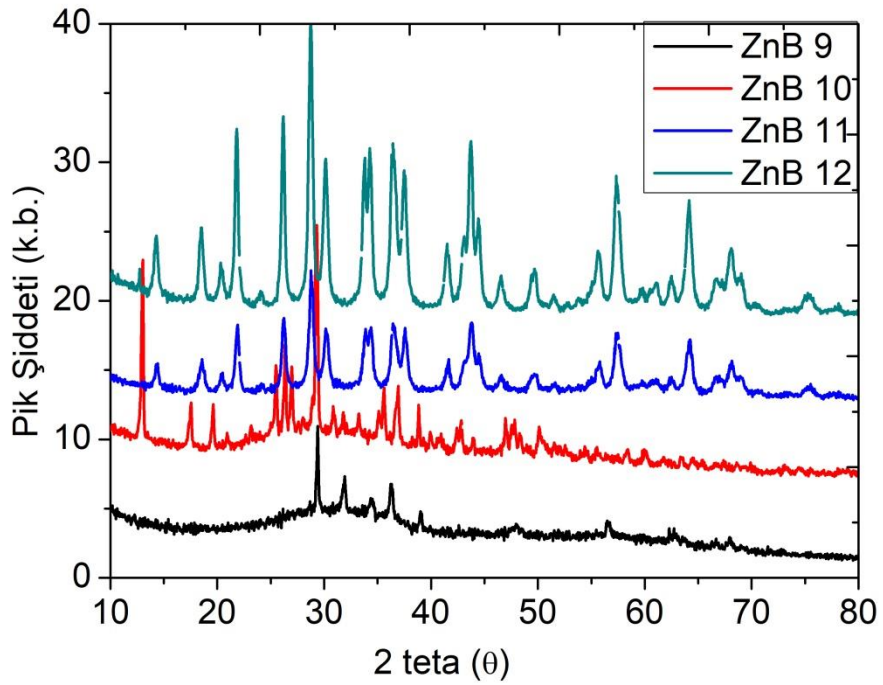
Şekil 4.3.17. Literatürdeki Çinko Borat ve deneysel ZnB13 ürünün karşılaştırılması



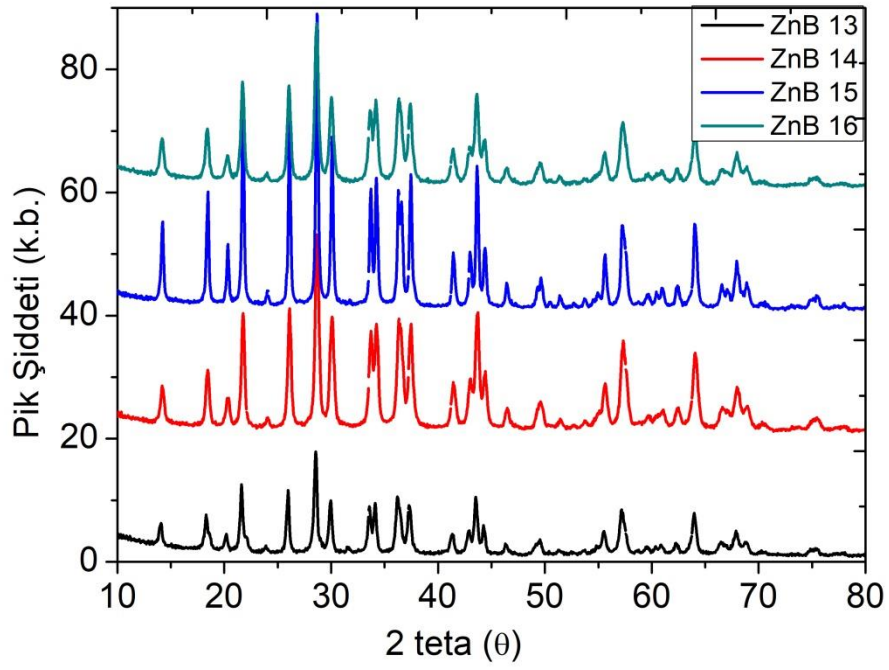
Şekil 4.3.18. 45 °C de mol oranlarına göre Çinko Borat oluşumu



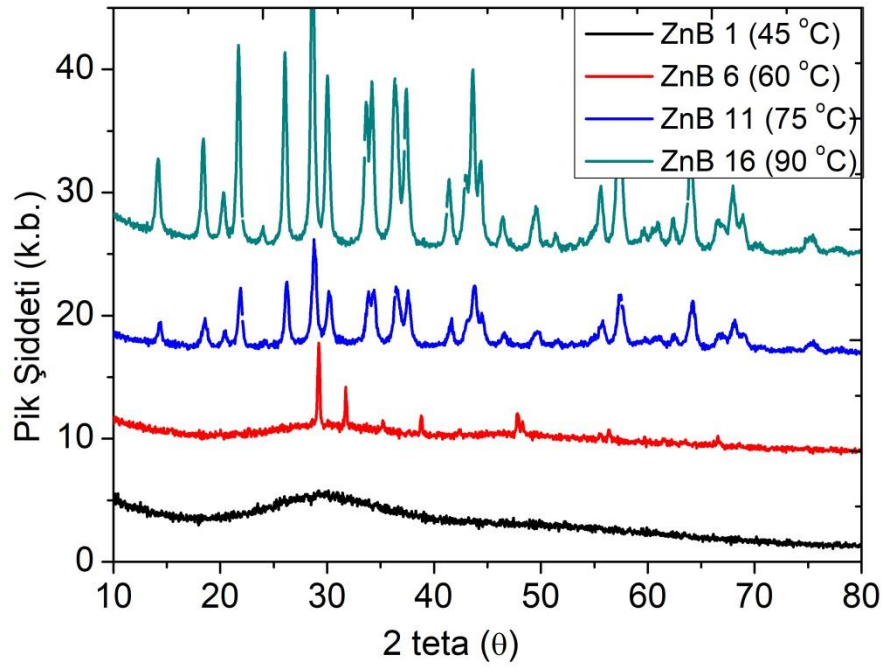
Şekil 4.3.19. 60 °C de mol oranlarına göre Çinko Borat oluşumu



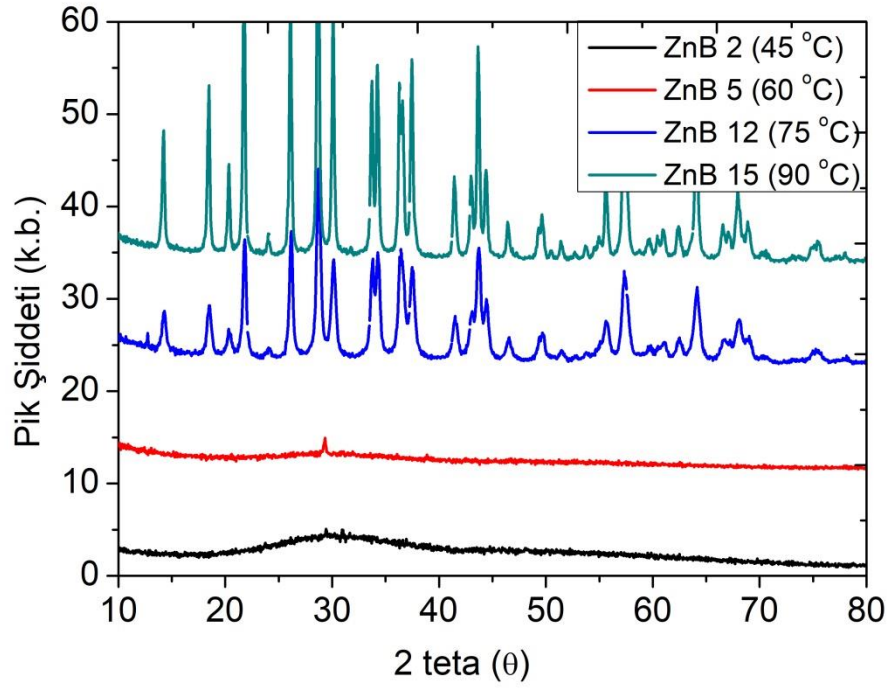
Şekil 4.3.20. 75 °C de mol oranlarına göre Çinko Borat oluşumu



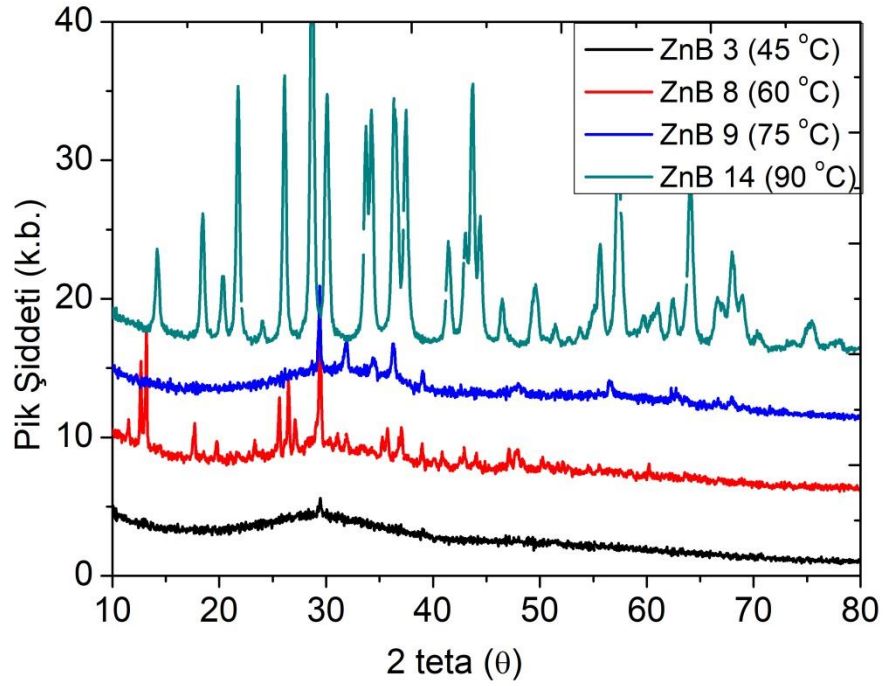
Şekil 4.3.21. 90 °C’de mol oranlarına göre Çinko Borat oluşumu



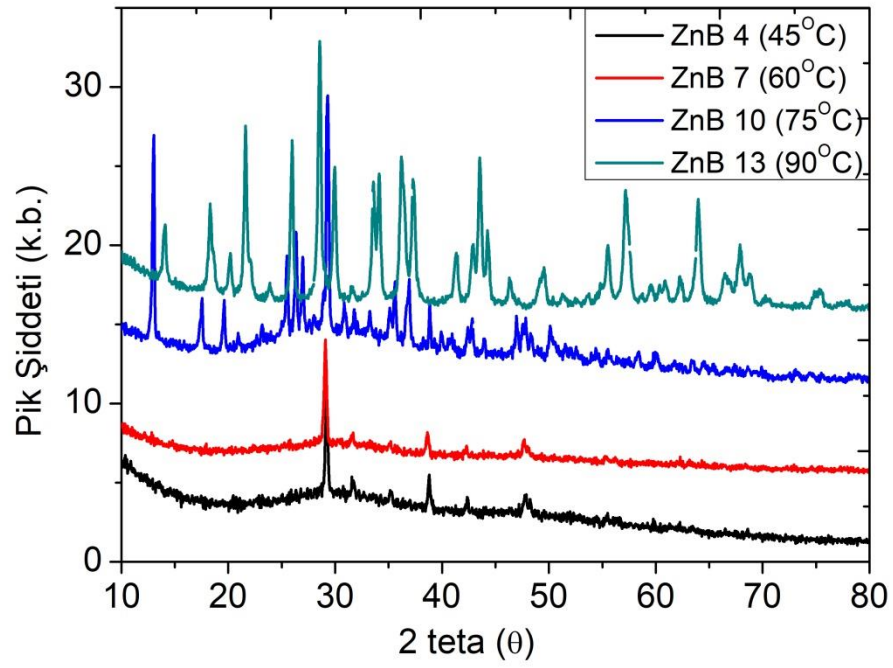
Şekil 4.3.22. Çinko Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Zn^{+2} / B_2O_3 mol oranı 1/2



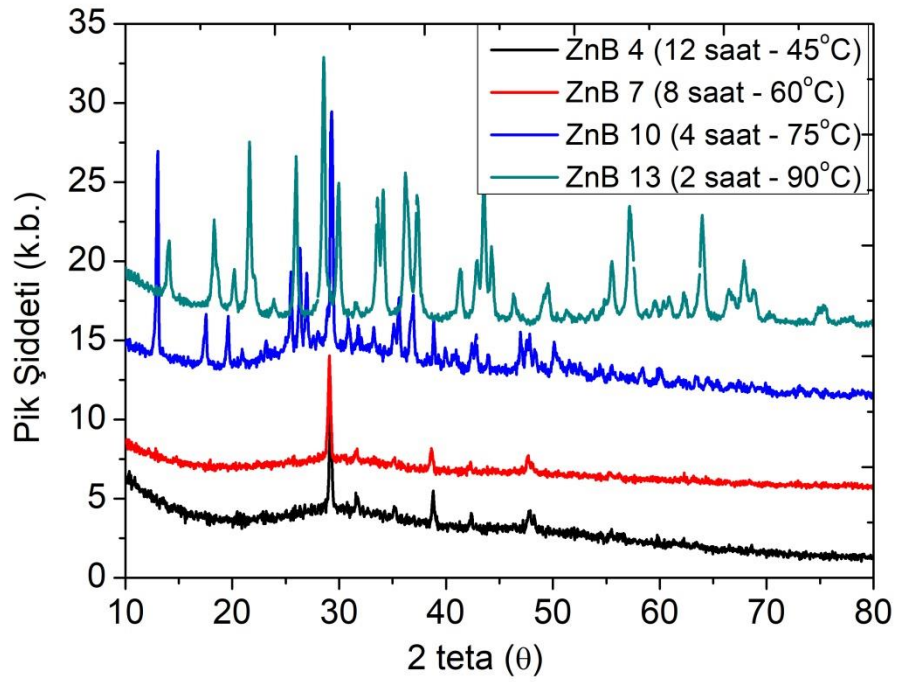
Şekil 4.3.23. Çinko Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Zn²⁺/B₂O₃ mol oranı 1/1,5



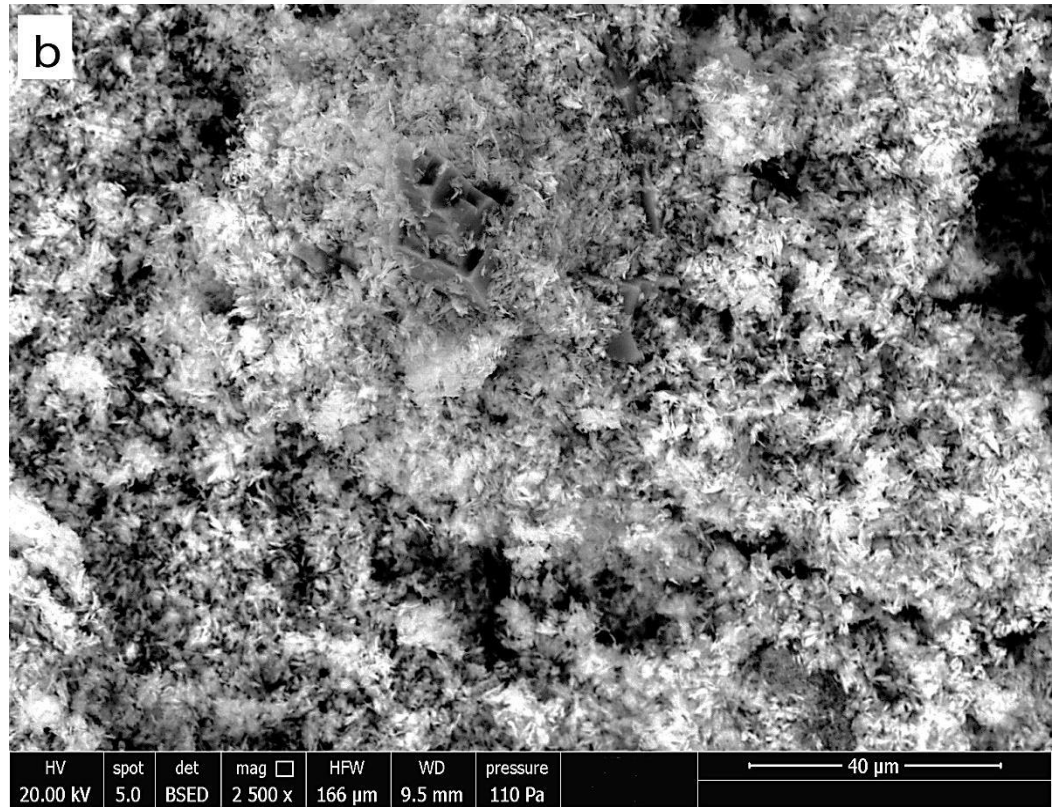
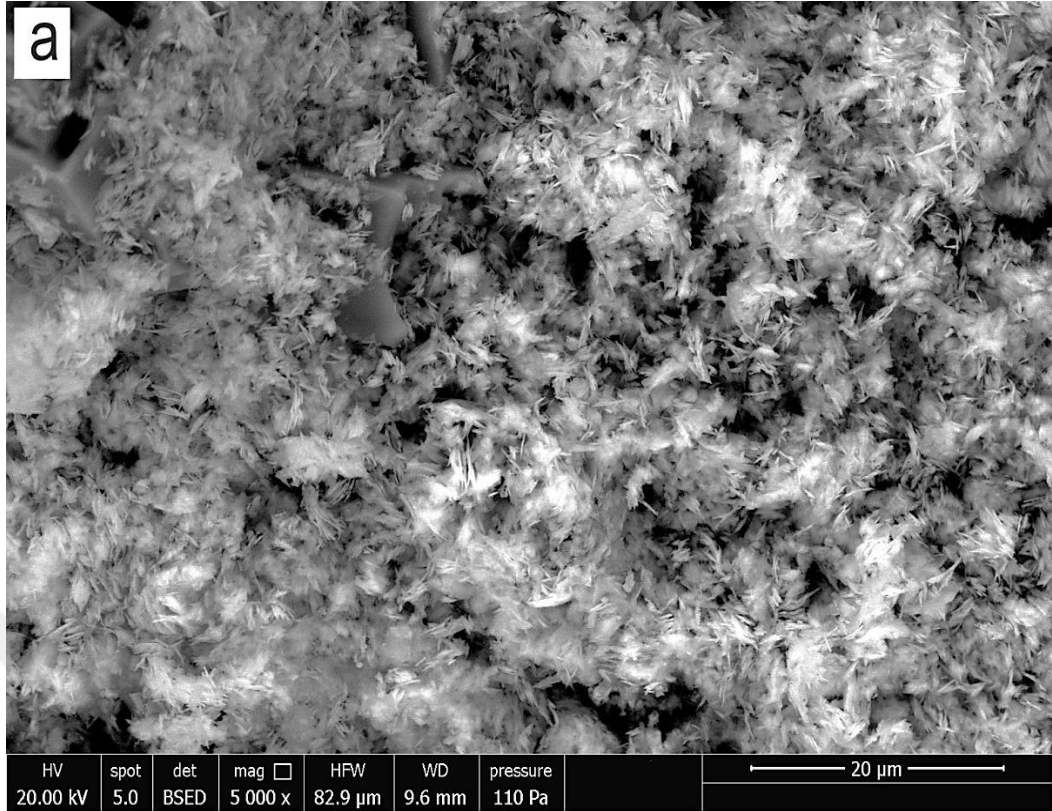
Şekil 4.3.24. Çinko Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Zn²⁺ / B₂O₃ mol oranı 1/1



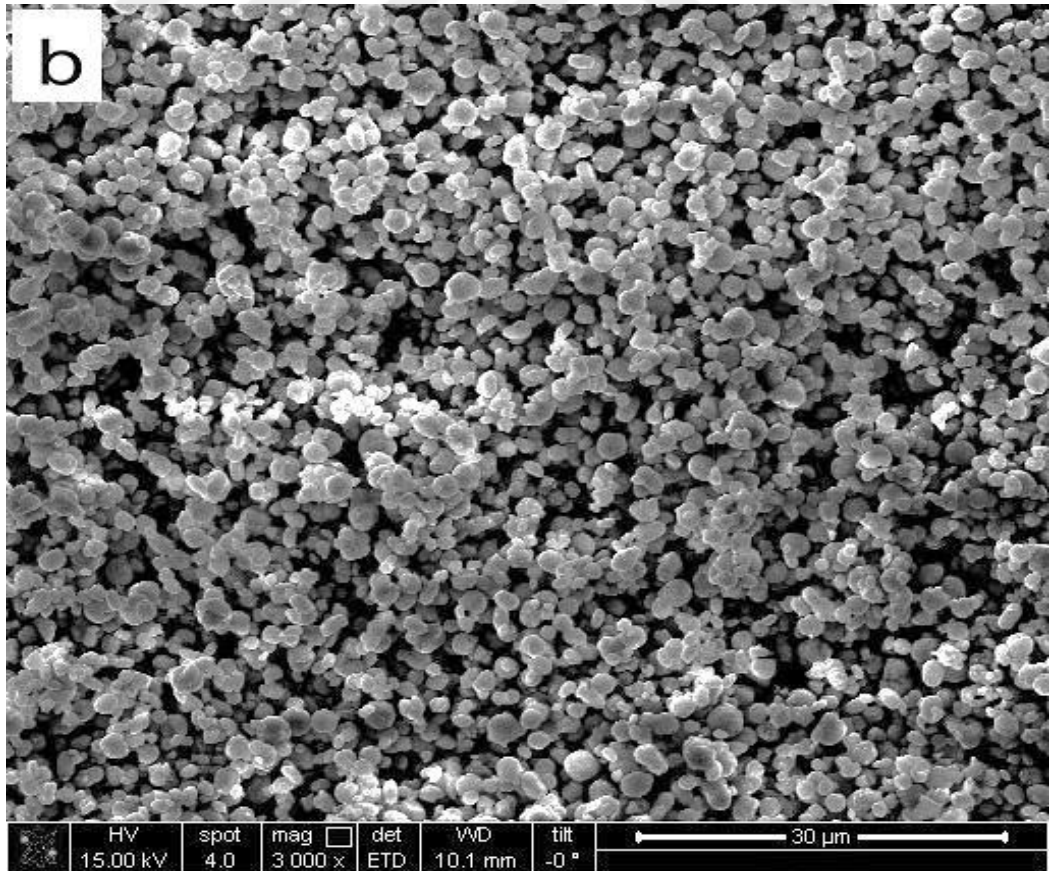
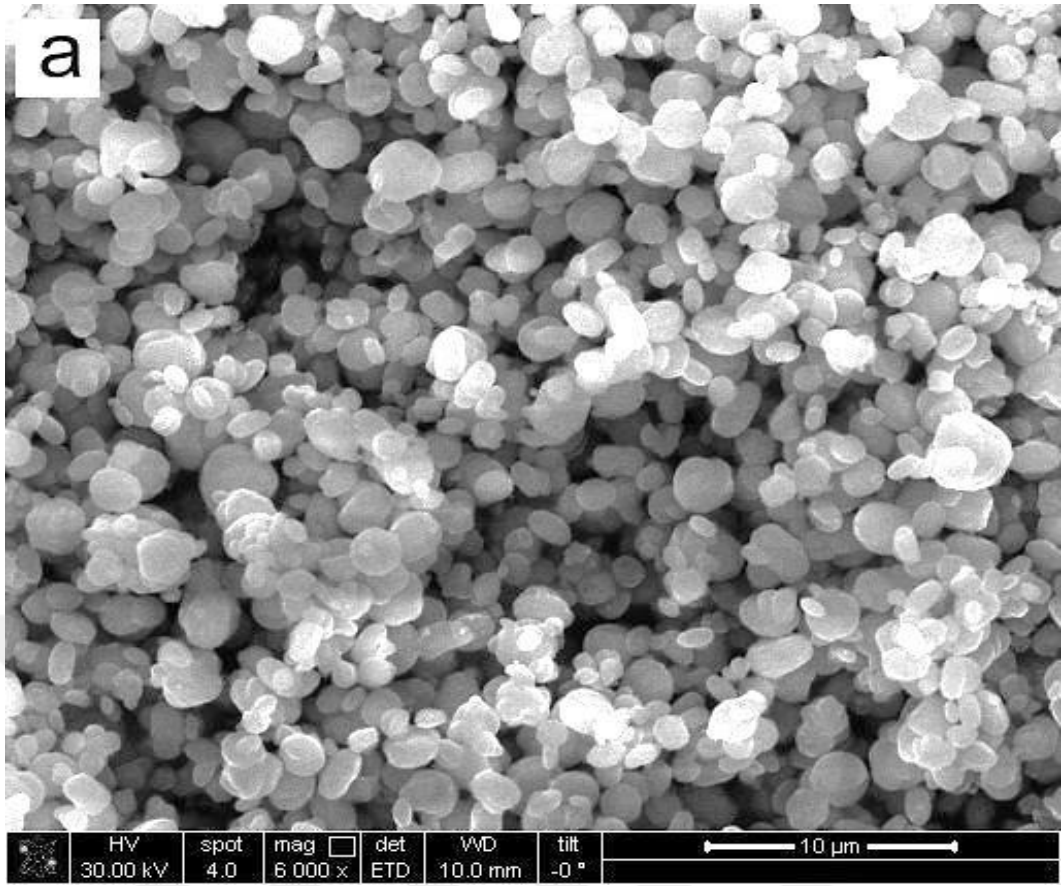
Şekil 4.3.25. Çinko Borat oluşumunun sıcaklıkla değişimi Zn²⁺ / B₂O₃ mol oranı 2/1



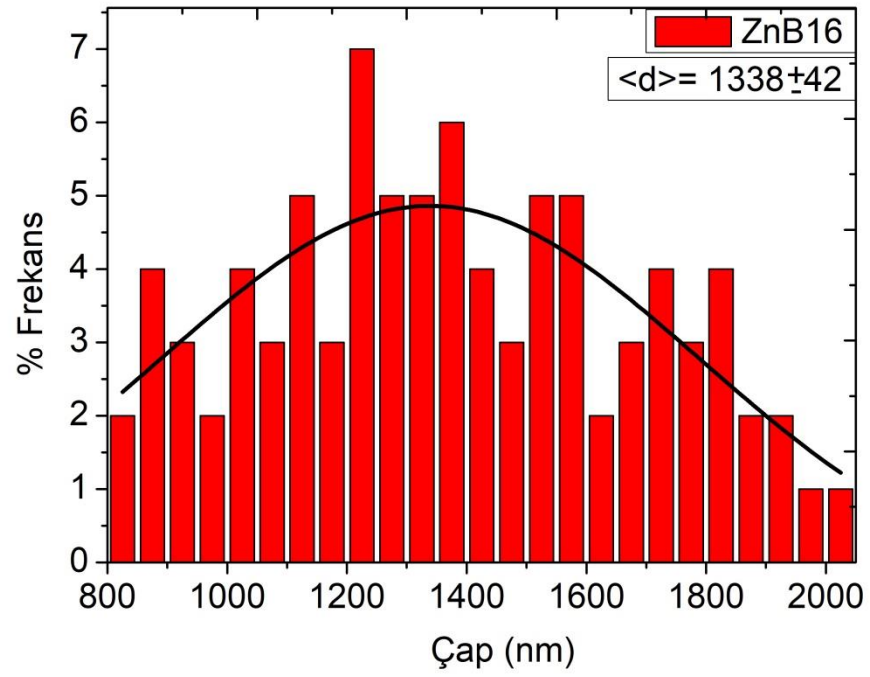
Şekil 4.3.26. Çinko Borat oluşumuna zaman ve sıcaklığın etkisi
Zn²⁺ / B₂O₃ mol oranı 2/1



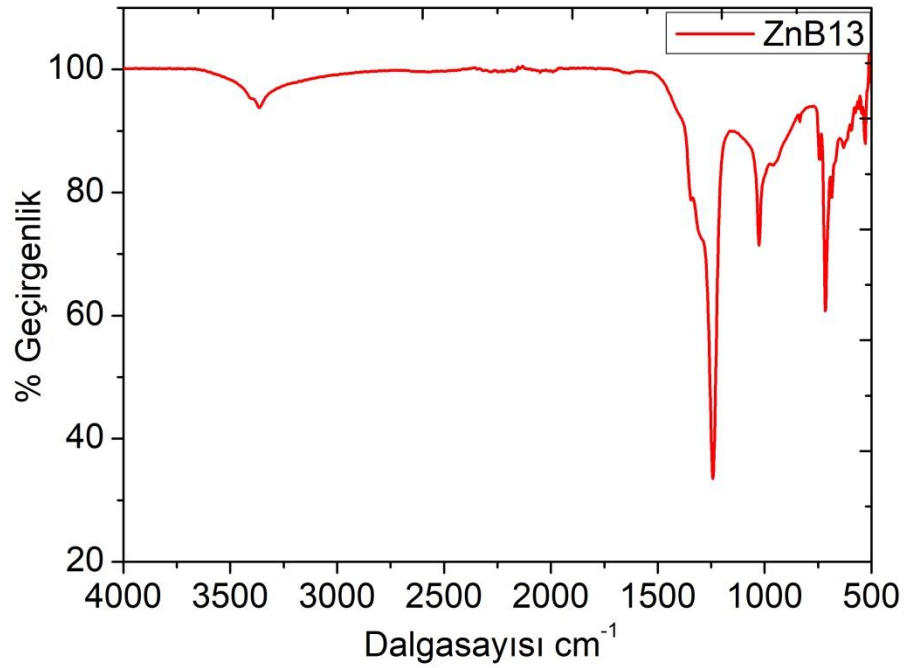
Şekil 4.3.27. Sentezlenen ZnB13'ün SEM görüntüleri a)20 μm e) 40 μm



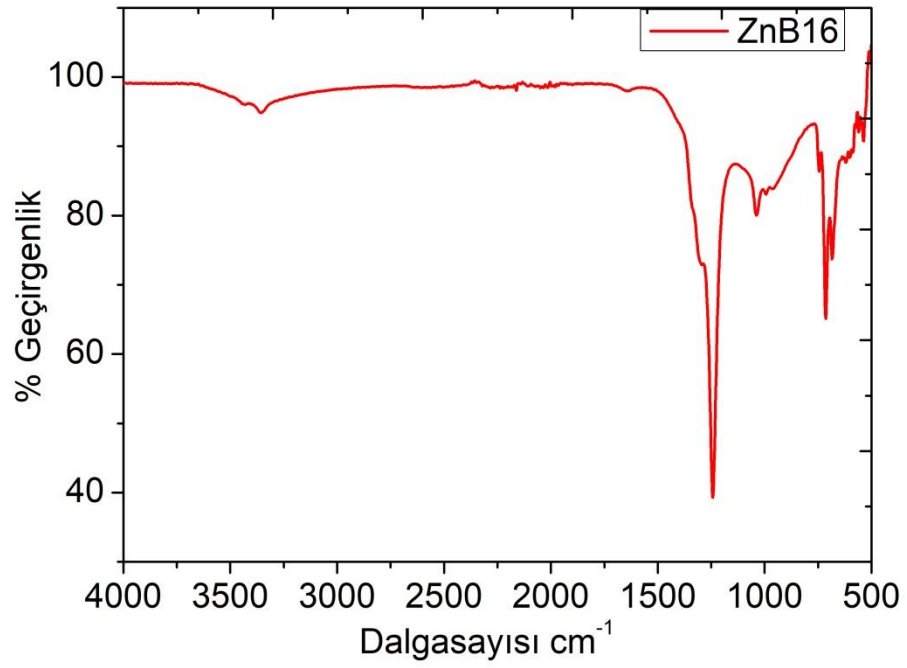
Şekil 4.3.28. Sentezlenen ZnB16'nın SEM görüntüleri a) 10 μm b) 30 μm



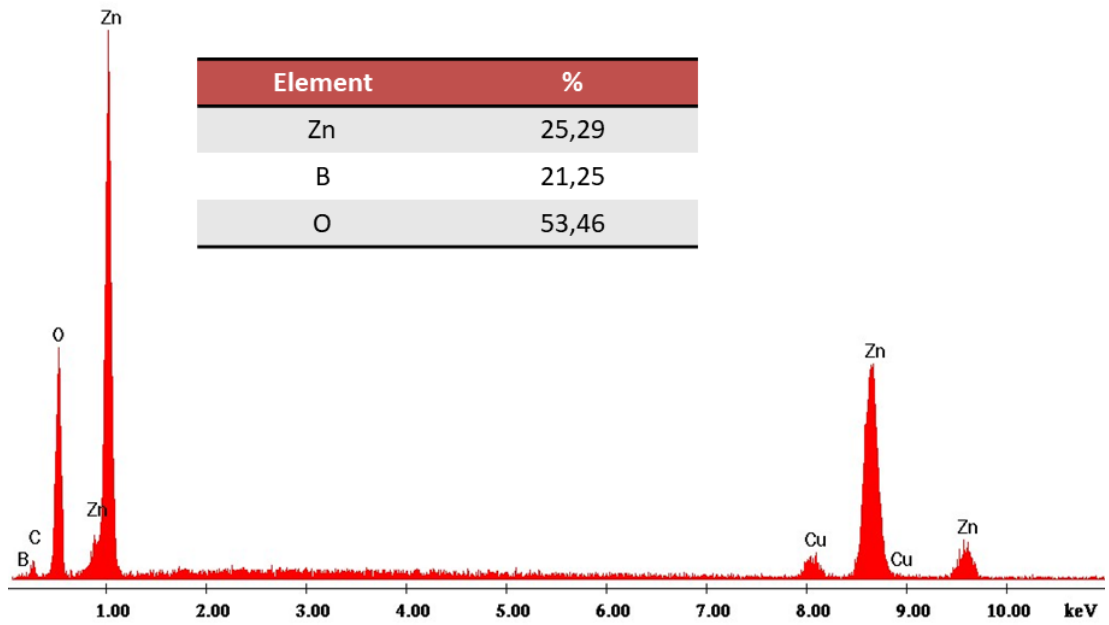
Şekil 4.3.29. Sentezlenen ZnB16'nın parçacık boyutu dağılımları



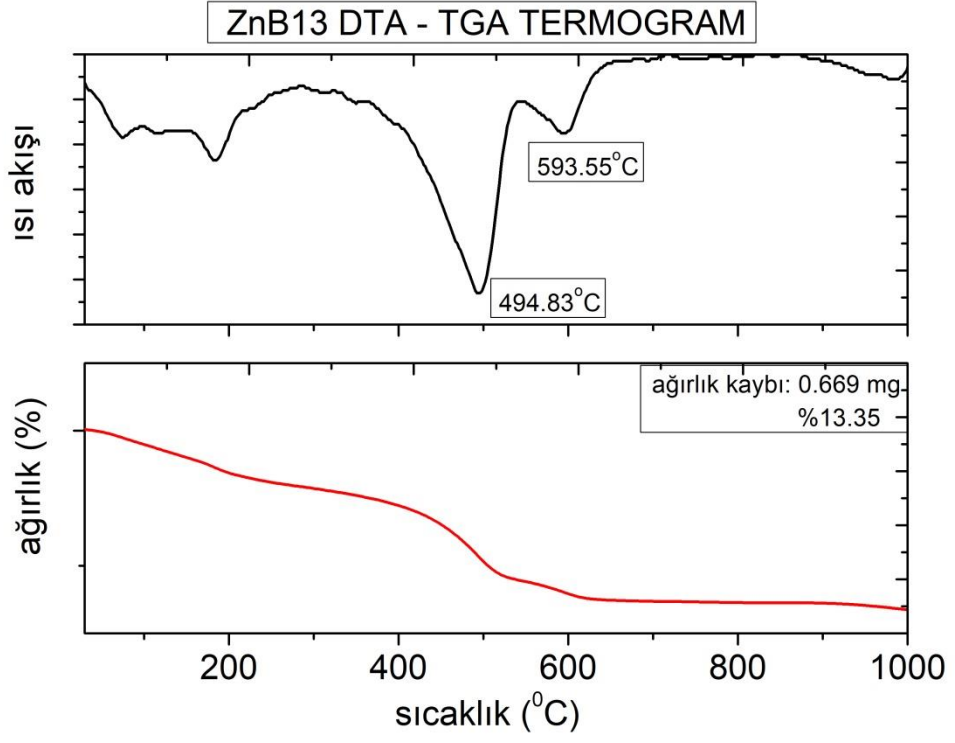
Şekil 4.3.30. Sentezlenen ZnB13'ün FTIR spektrumu.



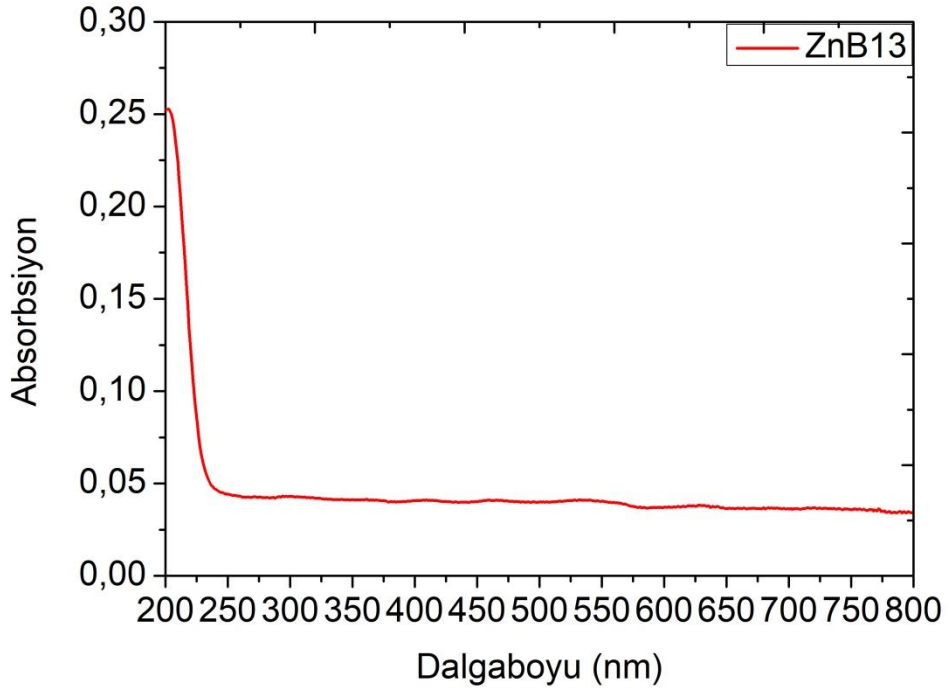
Şekil 4.3.31. Sentezlenen ZnB16'nın FTIR spektrumu.



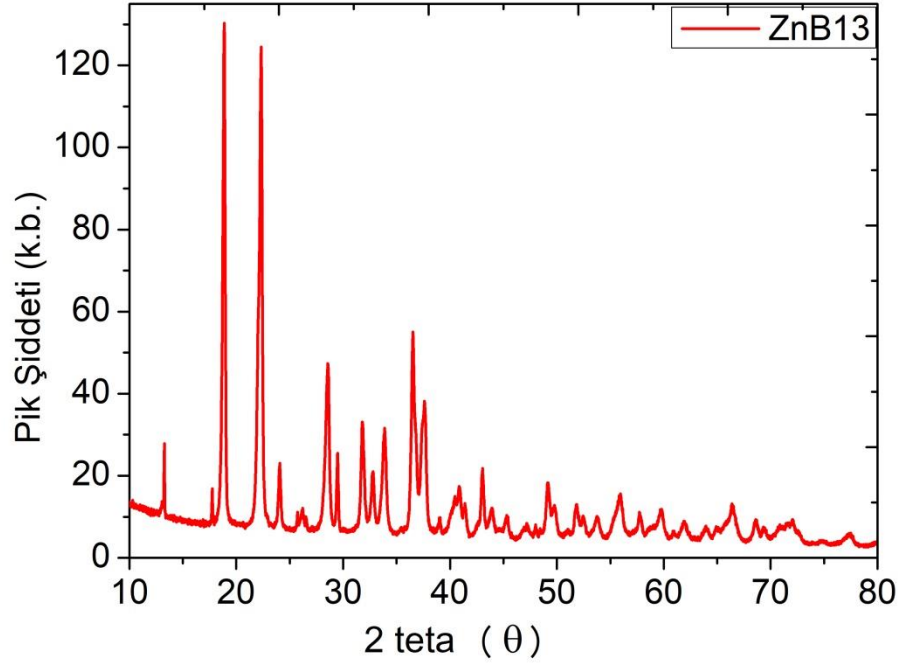
Şekil 4.3.32. Sentezlenen ZnB13'ün EDX analizi



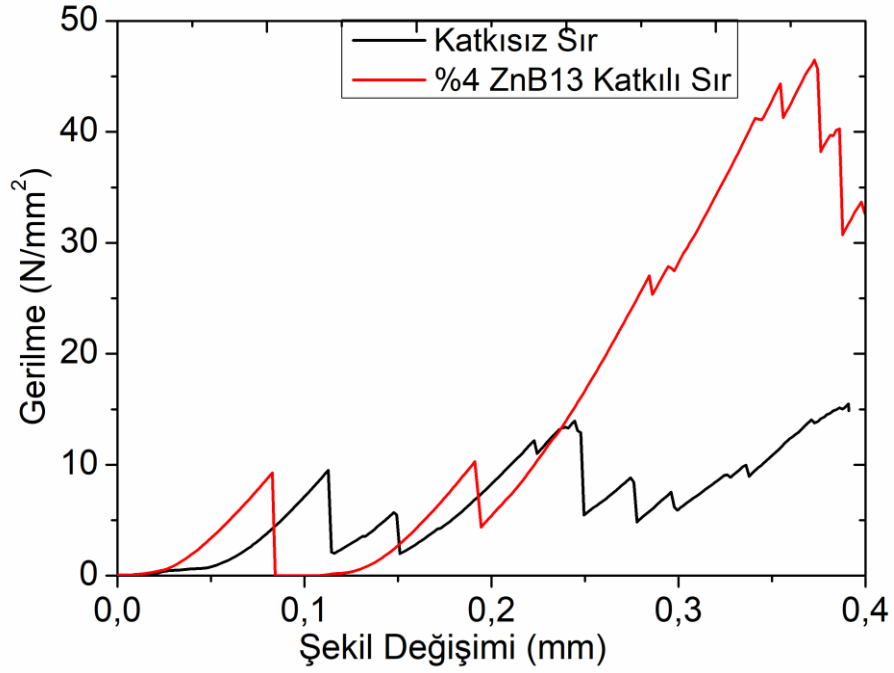
Şekil 4.3.33. Sentezlenen ZnB13'ün termogramı



Şekil 4.3.34. Sentezlenen ZnB13'ün UV- VIS spektrumu



Şekil 4.3.35. TGA ile 1000 °C’ye çıkmış ZnB13 ürünün XRD analizi.



Şekil 4.3.36. Sentezlenen ZnB13’ün seramik sırrına eklenmesi ile oluşan mukavemet

4.4. Seramikleri Sırlama ve Fırınlama

Sentezlenen Borat numunelerinin karakterizasyonu yapıldıktan sonra, Manisa Serel Seramik A.Ş.den temin edilen katkısız sırrın içerisine ağırlıkça farklı oranlarda Hammadeler (Boraks, Gümüş Nitrat, Bakır Nitrat ve Çinko Nitrat) ile sentezlenen Gümüş Borat, Bakır Borat ve Çinko Borat ilave edilmiş ve aynı yerden temin edilen ham seramik parçalarına uygulanmıştır. Tablo 4.4.1 de belirtilen sıcaklık aralığında fırınlanmıştır.

İlk olarak hiçbir katkı malzemesi ilave edilmeden ham sır malzemesi 1x1 cm seramik parçasına ilave edilmiş ve fırınlanarak hatasız, seramik bünye ile tam olarak uyum sağlayan, camsı bir sır tabakası elde edilmiştir (Şekil 4.4.1.a)

Daha sonra metal boratları sentezlemek için kullanılan hammaddelerden Boraks %1 (Şekil 4.4.1.b), Gümüş Nitrat %1 (Şekil 4.4.1.c), Bakır Nitrat %1 ve %2 (Şekil 4.4.2), Çinko Nitrat %1 ve %4 (Şekil 4.4.3) oranında sır malzemesine ilave edilip fırınlanması ile seramikler oluşturulmuştur. Sır malzemesine boraks, gümüş nitrat ve çinko nitrat ilave edilerek hazırlanan seramik bünyede hatasız ve camsı bir tabaka oluşurken, bakır nitratlı sır malzemesi ilave edilen seramik bünyenin tam olarak oluşmadığı görülmektedir. Bakır nitratlı sır malzemesini %1 oranında ilave ettiğimizde sır hataları yok denecek kadar az iken bakır nitrat oranını %2 ye çıkardığımızda sır tabakasının oluşmadığı görülmüştür.

Sentezlenen Gümüş Boratı %0,25 - %0,5 ve %1 oranlarında sır malzemesine ilave edip fırınladığımızda hatasız, camsı bir sır tabakası elde edildiği görülmektedir. (Şekil 4.4.4)

Sentezlenen Bakır Borat'ı %1 - %1,5 - %2 ve %3 oranlarında sır malzemesine ilave edip fırınladığımızda %1 - %1,5 ve %2 oranlarında eklenen seramik bünyelerde mavi camsı ve kabul edilebilir sır hataları gözlemlenirken, %3 oranına çıktığımızda sır tabakasının hatalı olduğu ortasında çatlak ve çukurlar oluştuğu, fazla orandaki Bakır Boratın seramik bünye ile uyum sağlamadığı görülmüştür. (Şekil 4.4.5)

Sentezlenen Çinko Borat'ı %1 - %1,5 - %2 ve %4 oranlarında sır malzemesine ilave edip fırınladığımızda tüm oranlarında eklenen seramik bünyelerde uyum sağladığı sağlıklı bir sır tabakasının oluştuğu görülmüştür. (Şekil 4.4.6)

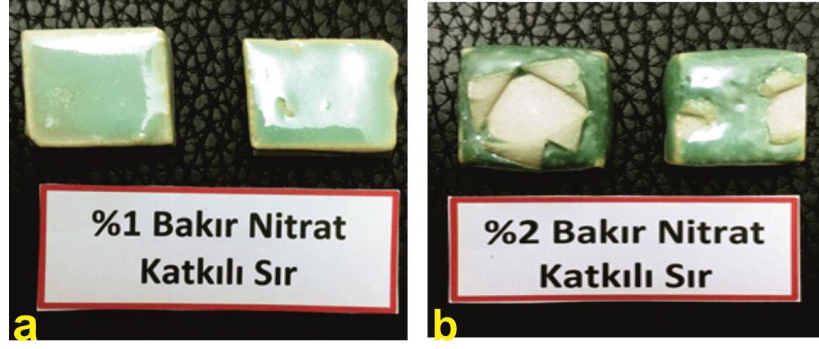
Genel olarak bakıldığında sır malzemesine uygulanan (%2 üzerindeki Bakır Nitrat ve %3 Bakır Borat haricindeki) hammadde ve sentezlenen borat bileşiklerinin sır ile birlikte uyumlu bir şekilde seramik bünye ile bütünleştiği görülmüştür. Uygulanan sıcaklık aralığının da doğru seçildiği seramik bünyelerdeki camsı yapıdan anlaşılmıştır.

Tablo 4.4.1: Seramiklerin fırınlanma sürecindeki sıcaklık aralığı

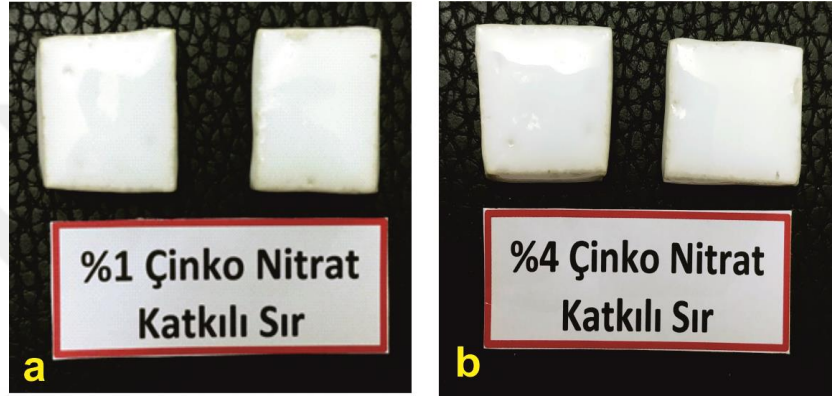
Sıcaklık Artışı: 3° C / dk		Sıcaklık Düşüşü: 5° C / dk	
200 °C	65 dk	700 °C	60 dk
500 °C	60 dk	500 °C	60 dk
900 °C	120 dk	300 °C	60 dk
1200 °C	100 dk	200 °C	60 dk



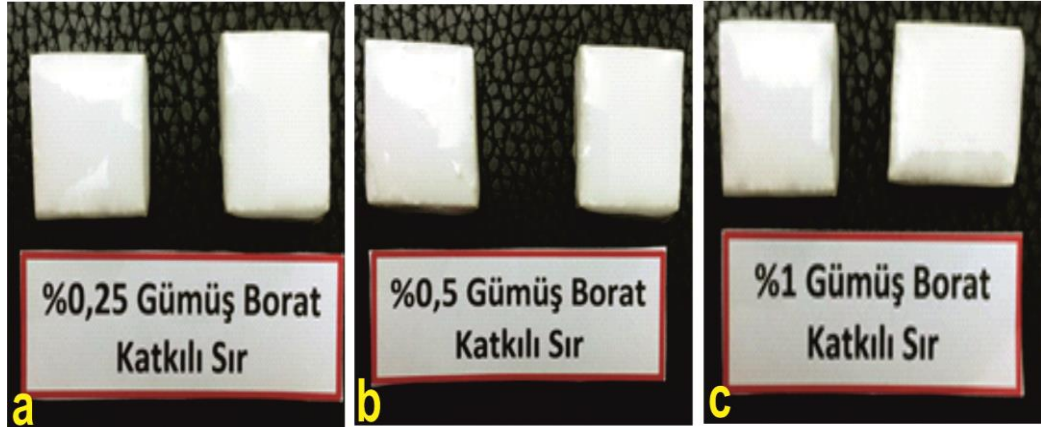
Şekil 4.4.1. a) Ham sır (katkısız) malzemesi ile üretilen seramik
b) Sır malzemesine %1 Boraks eklenerek üretilen seramik
c) Sır malzemesine % 1 Gümüş Nitrat eklenerek üretilen seramik



Şekil 4.4.2. a) Sır malzemesine % 1 Bakır Nitrat eklenerek üretilen seramik
b) Sır malzemesine % 2 Bakır Nitrat eklenerek üretilen seramik



Şekil 4.4.3. a) Sır malzemesine % 1 Çinko Nitrat eklenerek üretilen seramik
b) Sır malzemesine % 4 Çinko Nitrat eklenerek üretilen seramik



Şekil 4.4.4. a) Sır malzemesine % 0,25 Gümüş Borat eklenerek üretilen seramik
b) Sır malzemesine % 0,5 Gümüş Borat eklenerek üretilen seramik
c) Sır malzemesine % 1 Gümüş Borat eklenerek üretilen seramik



Şekil 4.4.5. a) Sır malzemesine % 1 Bakır Borat eklenerek üretilen seramik
b) Sır malzemesine % 1,5 Bakır Borat eklenerek üretilen seramik
c) Sır malzemesine % 2 Bakır Borat eklenerek üretilen seramik
d) Sır malzemesine % 3 Bakır Borat eklenerek üretilen seramik



Şekil 4.4.6. a) Sır malzemesine % 1 Çinko Borat eklenerek üretilen seramik
b) Sır malzemesine % 1,5 Çinko Borat eklenerek üretilen seramik
c) Sır malzemesine % 2 Çinko Borat eklenerek üretilen seramik
d) Sır malzemesine % 4 Çinko Borat eklenerek üretilen seramik

4.5.Antibakteriyel Testler

Fırınlanan numunelere Hacı Bayram Veli Üniversitesi, Polatlı Fen Edebiyat Fakültesi Biyoloji Bölümünde Antibakteriyel aktivite testleri uygulanmıştır.

İlk olarak sentezlenen ürünlerden AgB13, CuB13 ve ZnB13 kodlu Nitrat/Boraks mol oranı 2/1 olan ve AgB16, CuB16 ve ZnB16 kodlu Nitrat/Boraks oranı 1/2 olan ürünlerin %1 oranında seramik sırrına katılması ile elde edilen seramiklere *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel test uygulanmış ve sonuçlar Şekil 4.5.1 ile Şekil 4.5.2 de verilmiştir.

Elde edilen sonuçlara göre AgB13 (Gümüş Nitrat/Boraks mol oranı 2/1) eklenen seramik parçası *S.aureus* bakterisine karşı %99,3 antibakteriyel etki (Şekil 4.5.1), *E. Coli* bakterisine karşı %100 gibi yüksek oranda antibakteriyel etki göstermiştir (Şekil 4.5.2).

CuB13 (Bakır Nitrat/Boraks mol oranı 2/1) eklenen seramik parçası *S.aureus* bakterisine karşı %80,6 antibakteriyel etki (Şekil 4.5.1), *E. Coli* bakterisine karşı %2 oranında antibakteriyel etki göstermiştir (Şekil 4.5.2).

ZnB13 (Çinko Nitrat/Boraks mol oranı 2/1) eklenen seramik parçası *S.aureus* bakterisine karşı %1,6 gibi düşük bir oranda antibakteriyel etki gösterirken (Şekil 4.5.1), *E. Coli* bakterisine karşı %66,4 oranında antibakteriyel etki göstermiştir (Şekil 4.5.2).

AgB16, CuB16 ve ZnB16 kodlu Nitrat/Boraks oranı 1/2 olan, ortamdaki Gümüş, Bakır ve Çinko oranlarının daha düşük olduğu ürünlerin eklendiği seramik parçaların yüksek oranda antibakteriyel olmadığı, dolayısı ile antibakteriyel özelliğin ortamdaki Gümüş, Bakır ve Çinkonun varlığı ile doğru orantılı olduğu görülmektedir (Şekil4.5.1, Şekil 4.5.2).

Daha sonra AgB13, CuB13 ve ZnB13 kodlu ürünlerden farklı oranlarda seramik sırrına eklenerek antibakteriyel testler uygulanmıştır.

AgB13 (Gümüş Nitrat/Boraks mol oranı 2/1) ürününün %1 olarak eklenmesi ile oluşan seramik parçası *S.aureus* bakterisine karşı %99,3 antibakteriyel etki, *E. Coli* bakterisine karşı %100 gibi yüksek oranda antibakteriyel etki göstermişti. Daha sonra seramik sırrına %0,25 ve %0,5 oranında AgB13 eklenmiş ve antibakteriyel test uygulanmıştır.

Katkısız sır ile %0,25 - %0,5 ve %1 AgB13 eklenen seramiklerin antibakteriyel test sonuçları *S.aureus* bakterisine karşı Şekil 4.5.3'de, *E. Coli* bakterisine karşı Şekil 4.5.4 de verilmiştir. Sonuçlara göre %1 eklenen AgB13 ün yüksek oranda antibakteriyel olduğu gözlemlenirken, bu oran %0,25 ve %0,5 e düştüğünde antibakteriyel özelliğin kaybolduğu görülmektedir.

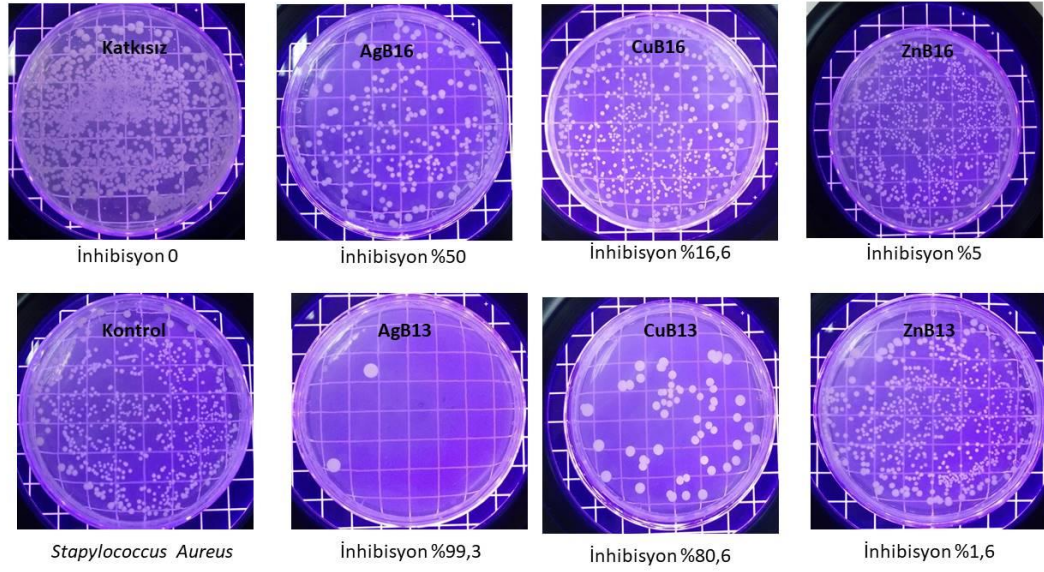
CuB13 (Bakır Nitrat/Boraks mol oranı 2/1) eklenen seramik parçası *S.aureus* bakterisine karşı %80,6 antibakteriyel etki, *E. Coli* bakterisine karşı %2 oranında yüksek olmayan bir antibakteriyel etki göstermişti. Bu oran sırası ile %1,5 - %2 ve %3 e çıkarılarak antibakteriyel testler gerçekleştirilmiştir. Sonuçlara göre %1 eklendiğinde *S.aureus* bakterisine karşı %80,6 oranında antibakteriyel etki gösteren ürün %1,5 eklendiğinde %98,9 antibakteriyel etki, %2 ve %3 eklendiğinde %100 antibakteriyel etki göstermiştir (Şekil 4.5.5). *E. Coli* bakterisine karşı %1 eklendiğinde %2 antibakteriyel etki gösteren ürün %1,5 eklendiğinde %15 antibakteriyel etki, %2 eklendiğinde %25 antibakteriyel etki ve %3 eklendiğinde %85 antibakteriyel etki göstermiştir (Şekil 4.5.6).

ZnB13 (Çinko Nitrat/Boraks mol oranı 2/1) eklenen seramik parçası *S.aureus* bakterisine karşı %1,6 antibakteriyel etki, *E. Coli* bakterisine karşı %66,4 oranında yüksek olmayan bir antibakteriyel etki göstermişti. Bu oran sırası ile %1,5 - %2 ve %4 e çıkarılarak antibakteriyel testler gerçekleştirilmiştir. Sonuçlara göre %1 eklendiğinde *S.aureus* bakterisine karşı %1,6 oranında antibakteriyel etki gösteren ürün %1,5 eklendiğinde %12,5 antibakteriyel etki, %2 eklendiğinde %42 antibakteriyel etki ve %4 eklendiğinde %99,8 antibakteriyel etki göstermiştir (Şekil 4.5.7). %1 eklendiğinde *E. Coli* bakterisine karşı %66,4 antibakteriyel etki gösteren ürün %1,5 eklendiğinde %87 antibakteriyel etki, %2 eklendiğinde %100 antibakteriyel etki ve %3 eklendiğinde %100 antibakteriyel etki göstermiştir (Şekil 4.5.8).

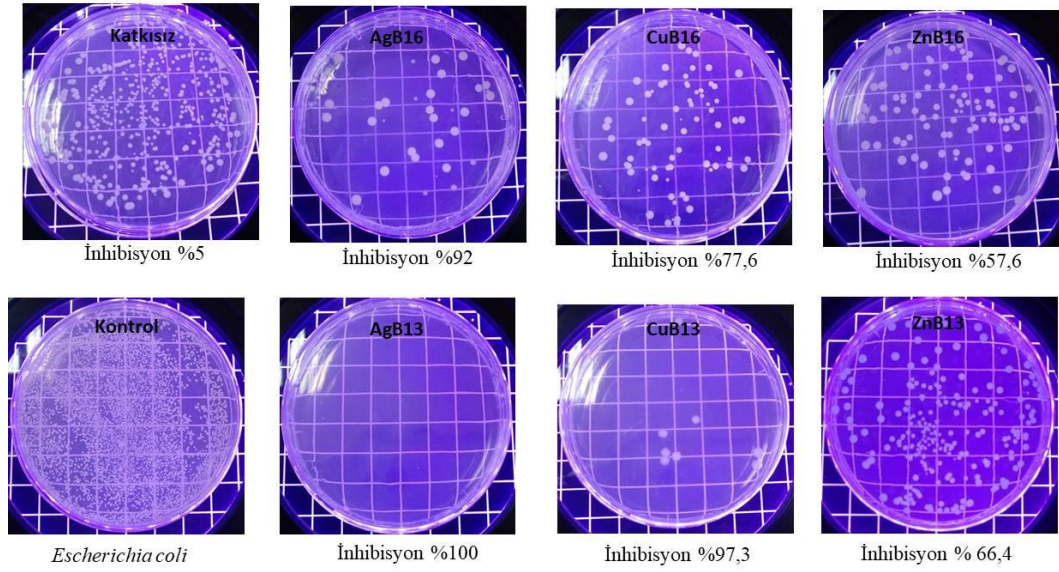
Sonuç olarak sırlara ilave edilen %1 AgB13, %2 CuB13 ve %4 ZnB13 nanoparçacıklar ile %99-100 civarında antibakteriyel özellik sağlanmıştır. Sıra ilave edilen %1 AgB13 ile ortamda % 0,49 gümüş, %2 CuB13 ile ortamda % 0,35 bakır ve %4 ZnB13 ile ortamda % 0,99 çinko bulunmaktadır. Aynı oranda antibakteriyel özelliği sağlamak için en fazla çinko ya ihtiyaç duyulurken, daha sonra sırası ile gümüş ve bakır'a ihtiyaç duyulmaktadır.

Boratlardan sentezinde hammadde olarak kullanılan Boraks, Gümüş Nitrat, Bakır Nitrat ve Çinko Nitratın %1 oranında eklenmesi ile oluşturulan sır ile kaplanan seramiklerin de antibakteriyel testleri yapılmış sonuçlar Şekil 4.5.9 ve Şekil 4.5.10 da verilmiştir. *S.aureus* bakterisine karşı yapılan antibakteriyel testte Boraks %12 antibakteriyel etki, Gümüş Nitrat %35 antibakteriyel etki, Bakır Nitrat %72,5 antibakteriyel etki ve Çinko Nitrat %7 antibakteriyel etki göstermiştir (Şekil 4.5.9). *E. Coli* bakterisine karşı yapılan antibakteriyel testte Boraks %5 antibakteriyel etki, Gümüş Nitrat %65 antibakteriyel etki, Bakır Nitrat %100 antibakteriyel etki ve Çinko Nitrat %2 oranında antibakteriyel etki göstermiştir (Şekil 4.5.10).

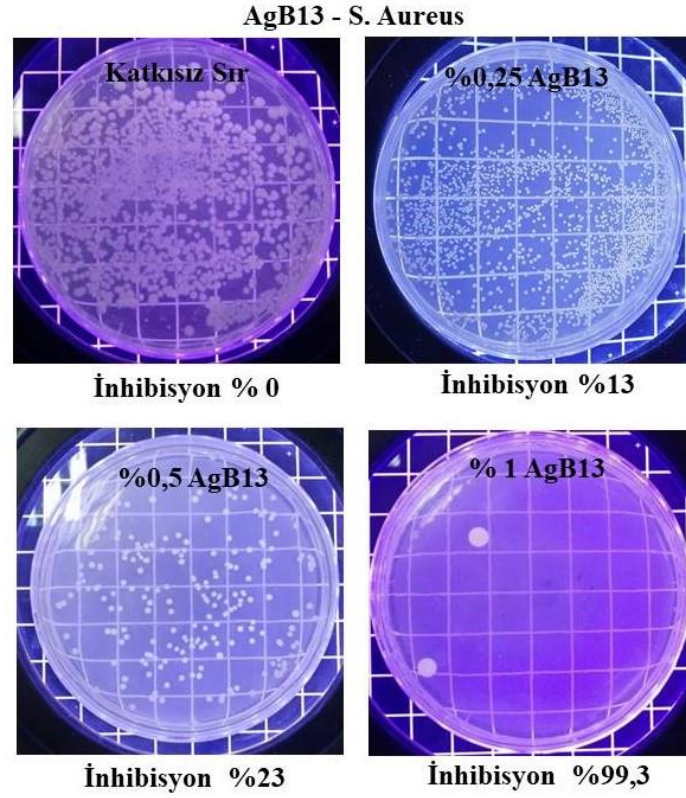
Şekil 4.5.11'de üretilen nanomalzemenin her iki bakteri türünün gelişim kinetiği üzerine etkisi verilmektedir. Her iki bakteri de 24 saat sonunda kontrol yani nanomalzeme içermeyen ortamdaki optik yoğunluk (OD) değeri *E. coli* için OD: 1,23, *S. aureus* için ise OD 1,04 değerine ulaşılmıştır. Fakat nanomalzeme ile bakteriler inkübasyona bırakıldıklarında OD değerlerinde azalma görülmektedir, bu durumda nanomalzemenin bakteri gelişimini azalttığı sonucuna ulaşılmaktadır.



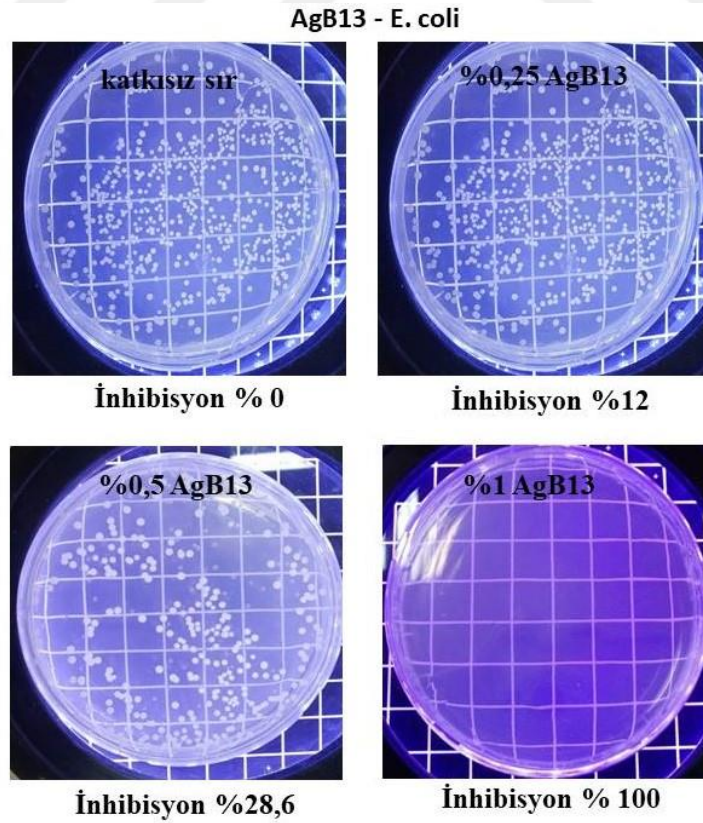
Şekil 4.5.1. %1 Borat eklenen seramiklerin *S. aureus* bakteri testi



Şekil 4.5.2. %1 Borat eklenen seramiklerin *E. Coli* bakteri testi

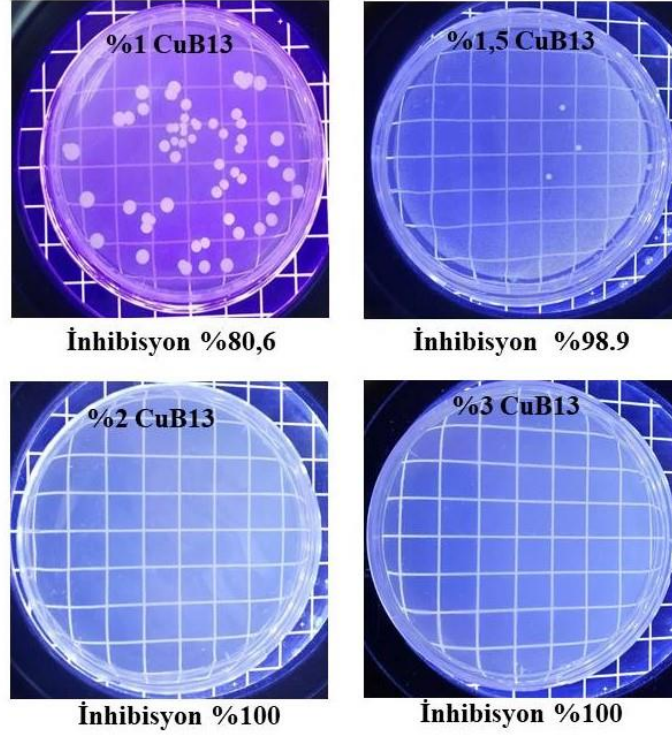


Şekil 4.5.3. AgB13 eklenen seramiklerin S. Aureus bakteri testi



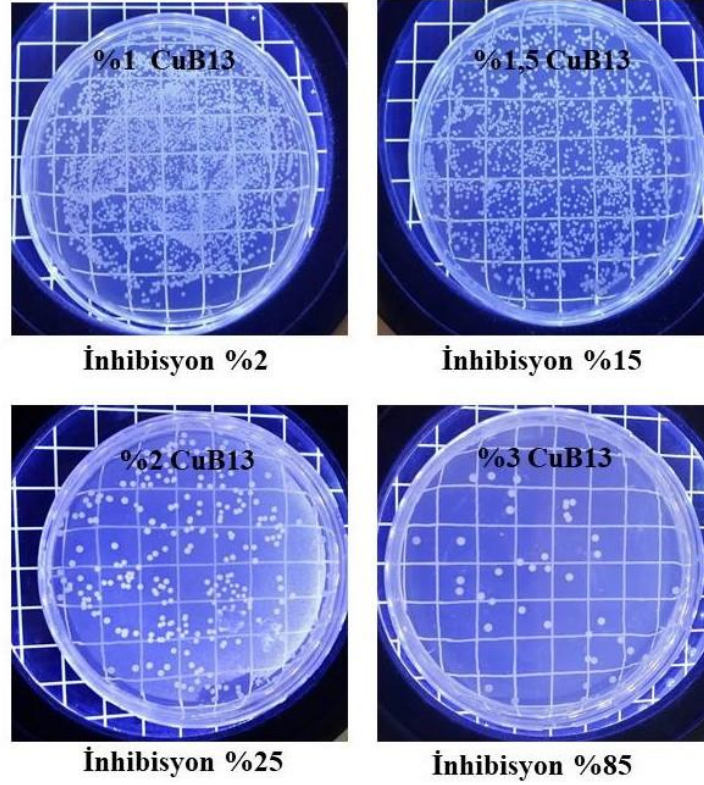
Şekil 4.5.4. AgB13 eklenen seramiklerin E. Coli bakteri testi

CuB13 - S. Aureus



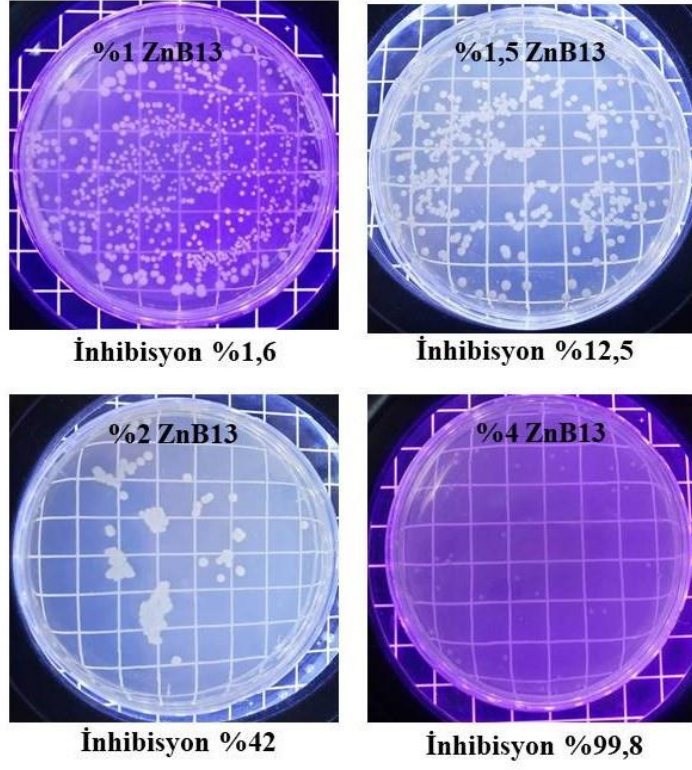
Şekil 4.5.5. CuB13 eklenen seramiklerin S. Aureus bakteri testi

CuB13 - E. coli



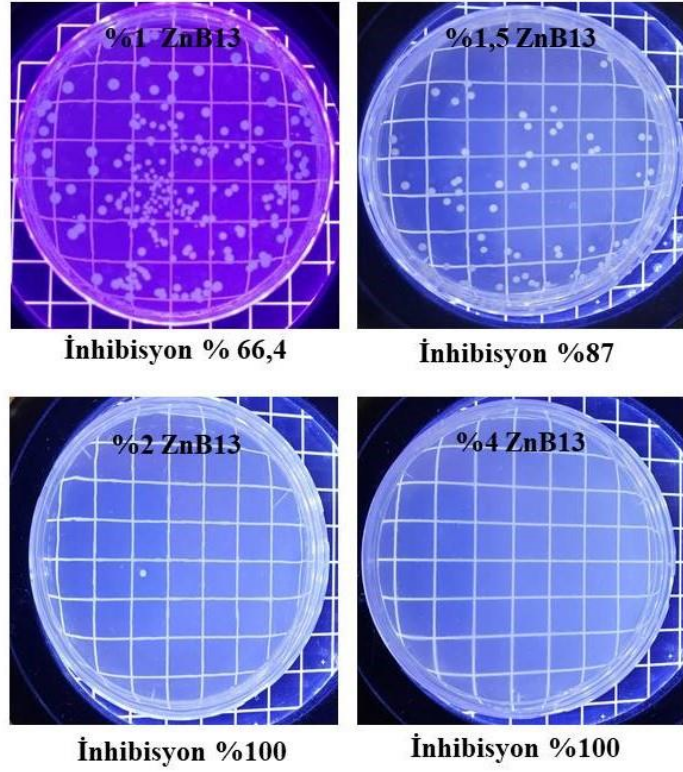
Şekil 4.5.6. CuB13 eklenen seramiklerin E. Coli bakteri testi

ZnB13 - S. Aureus



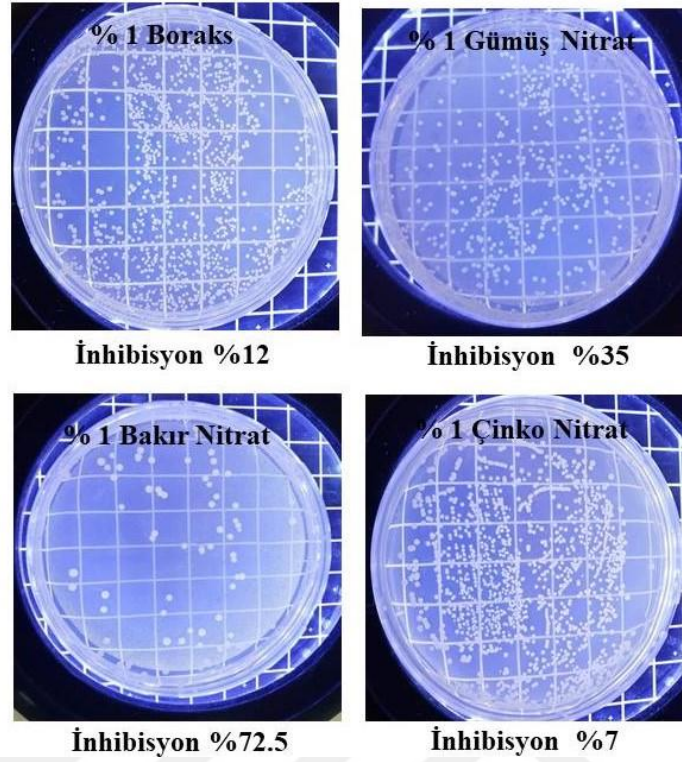
Şekil: 4.5.7. ZnB13 eklenen seramiklerin S. Aureus bakteri testi

ZnB13 - E. coli



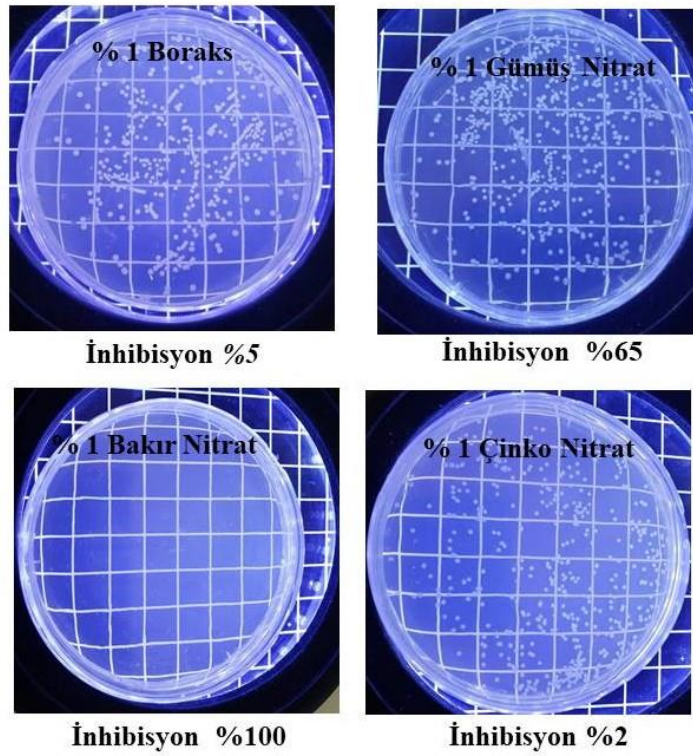
Şekil 4.5.8. ZnB13 eklenen seramiklerin E. Coli bakteri testi

Hammaddelerin S. Aureus Antibakteriyel Testleri

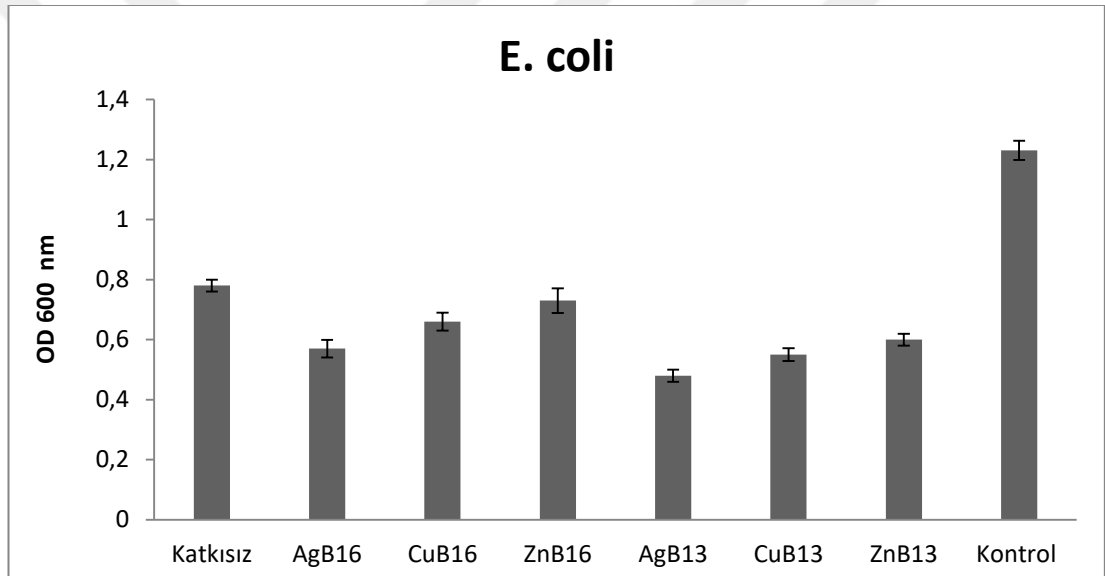
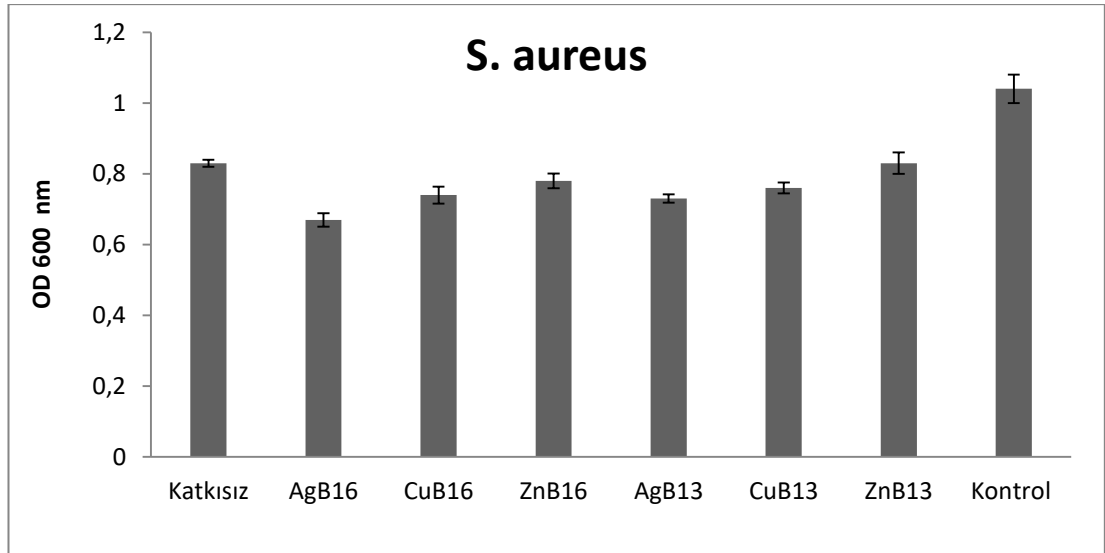


Şekil 4.5.9. Hammadde eklenen seramiklerin S. Aureus bakteri testi

Hammaddelerin E. Coli Antibakteriyel Testleri



Şekil 4.5.10. Hammadde eklenen seramiklerin E. Coli bakteri testi



Şekil 4.5.11. Boratların her iki bakteri türünün gelişim kinetiği üzerine etkisi.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada antibakteriyel özellik gösteren Metal Boratlar (Gümüş Borat, Bakır Borat ve Çinko Borat) sentezlenmiş, karakterizasyonu yapılmış ve seramik üzerine uygulama yapılarak antibakteriyel testler uygulanmıştır.

Dört farklı parametre ve dört farklı değişken olarak sıcaklık, mol oranı, zaman ve karıştırma hızı uygulanarak sentezlenen Boratların genelde yüksek sıcaklık ve Nitrat/Boraks mol oranının 2/1 olduğu reaksiyon ortamında olduğu XRD analizlerinden tespit edilmiştir. Literatürdeki orijinal Boratların XRD grafikleri ile karşılaştırılarak oluşması beklenen ana piklerin olduğu gözlemlenmiştir.

EDX ve Termogravimetrik analizlerin yardımıyla sentezlenen Boratların yapıları ve formülasyonları bulunmuştur. Reaksiyon mekanizmaları ve yapı formülleri önerilmiştir. Gümüş Borat için; $Ag_2O \cdot 2B_2O_3 \cdot 3H_2O$, Bakır Borat için; $CuO \cdot 2B_2O_3 \cdot 8H_2O$, Çinko Borat için; $ZnO \cdot 2B_2O_3 \cdot 2H_2O$ formülleri önerilmiştir. SEM görüntüleri ile de yapının içerisinde herhangi bir safsızlığın olmadığı görülmüştür.

FTIR analizi ile yapıların bağ oluşumları incelenmiş üç yapıda da karakteristik Borat bağının pikleri gözlemlenmiştir.

Reaksiyon sonrasında yıkanan ve süzülen süzüntülerin ICP analizi ile süzüntüdeki maddelerin ppm derecesinde miktarları tespit edilmiştir.

Sentezlenen Borat numunelerinin karakterizasyonu yapıldıktan sonra, Manisa Serel Seramik A.Ş.den temin edilen katkısız sırrın içerisine ilk olarak ağırlıkça %1 oranında ilave edilip, aynı yerden temin edilen ham seramik parçalarına uygulanmış ve fırınlanmıştır. Katkılı ve katkısız sır akıtma yöntemiyle sırlanmış farklı sıcaklık rejimlerinde fırınlanmıştır. Ürünlerin gözle yapılan muayenesinde fiziksel olarak sırla ilgili hatalar sır çatlağı, sır kavlaması, sır atmalarına rastlanmamıştır. Bütün numunelerde kabul edilebilir sır tabakası elde edilmiştir. Bu sır hatalarının meydana gelmemesi sırrın bünye ile uyumlu olduğu, fırın sıcaklık rejiminin doğru belirlendiğinin göstergesidir. Fırın ortamında meydana gelebilecek sır hatalarının görülmemesi fırınlama sürelerinin ve sıcaklık artışının da optimum özelliklerde olduğunu göstermektedir

Fırınlanan numunelere Hacı Bayram Veli Üniversitesi, Polatlı Fen Edebiyat Fakültesi Biyoloji Bölümünde Antibakteriyel aktivite test uygulanmıştır.

%1 eklenerek oluşturulan seramik ürünlerin Antibakteriyel özellikleri göz önüne alındığında antibakteriyel bir yüzey oluşturması nedeni ile bakterilerin yaşam koşullarını ortadan kaldırmıştır. %1 eklenen AgB13 katkılı sırlı yüzeyler antibakteriyel testlerde en iyi sonuçları vermiştir. %1 CuB13 ve %1 ZnB13 katkılı sırlı yüzeyler de antibakteriyel testlerde nispeten antibakteriyel özellik göstermiş ancak istenilen düzeyde sonuç vermemiştir. CuB13 ve ZnB13 katkılı sırda %1 olan oranın daha fazla artırılması durumunda antibakteriyel testlerin daha iyi sonuç vereceği düşünülmüştür.

Daha sonra, %1 oranında eklenen AgB13 ürününün *S.aureus* bakterisine karşı %99,3, *E. Coli* bakterisine karşı %100 gibi yüksek oranda antibakteriyel etki gösterdiği için bu oran %0,5 ve %0,25 e düşürülerek antibakteriyel testler uygulanmıştır. %0,25 AgB13 eklenen sır, *S.aureus* bakterisine karşı %13, *E. Coli* bakterisine karşı %23 antibakteriyel etki göstermiştir. %0,5 AgB13 eklenen seramiklerin antibakteriyel test sonuçlarına göre *S.aureus* bakterisine karşı %12’de, *E. Coli* bakterisine karşı %28,6 antibakteriyel etki göstermiştir. Sonuçlara göre %1 eklenen AgB13 ün yüksek oranda antibakteriyel olduğu gözlemlenirken, bu oran %0,25 veya %0,5 e düştüğünde antibakteriyel özelliğin kaybolduğu görülmektedir. Bu durum antibakteriyel özelliğin sıra eklenen AgB13 ün miktarı ile doğru orantılı olduğunu göstermektedir.

%1 oranında eklenen CuB13 ürününün *S.aureus* bakterisine karşı %80.6, *E. Coli* bakterisine karşı %2 oranlarında antibakteriyel etki gösterdiği için bu oran %1,5 - %2 ve %3 e çıkarılarak antibakteriyel testler uygulanmıştır. %1,5 CuB13 eklenen sır, *S.aureus* bakterisine karşı %98,9, *E. Coli* bakterisine karşı %15 antibakteriyel etki göstermiştir. %2 CuB13 eklenen seramiklerin antibakteriyel test sonuçlarına göre *S.aureus* bakterisine karşı %100, *E. Coli* bakterisine karşı %25 antibakteriyel etki göstermiştir. %3 CuB13 eklenen seramiklerin antibakteriyel test sonuçlarına göre *S.aureus* bakterisine karşı %100, *E. Coli* bakterisine karşı %85 antibakteriyel etki göstermiştir. Sonuçlara göre, *S.aureus* bakterisine karşı %1,5 eklenen CuB13 ile optimum oranda antibakteriyellik sağlanmış, *E. Coli* bakterisine karşı %3 oranında

bile kabul edilebilir antibakteriyellik sağlanmamıştır. CuB13 *E. Coli* bakterisine karşı yeterince antibakteriyel özellik göstermediği görülmüştür. Eklenen CuB13 oranını daha da artırdığımızda seramik üzerinde sır hataları oluştuğundan, daha yüksek oranlara çıkılmamıştır. Bu durum antibakteriyel özelliğin sıra eklenen CuB13 ün miktarı ile doğru orantılı olduğunu göstermektedir.

%1 oranında eklenen ZnB13 ürününün *S.aureus* bakterisine karşı %1,6, *E. Coli* bakterisine karşı %66,4 oranlarında antibakteriyel etki gösterdiği için bu oran %1,5 - %2 ve %4 e çıkarılarak antibakteriyel testler uygulanmıştır. %1,5 ZnB13 eklenen sır, *S.aureus* bakterisine karşı %12,5, *E. Coli* bakterisine karşı %87 antibakteriyel etki göstermiştir. %2 ZnB13 eklenen seramiklerin antibakteriyel test sonuçlarına göre *S.aureus* bakterisine karşı %42, *E. Coli* bakterisine karşı %100 antibakteriyel etki göstermiştir. %4 ZnB13 eklenen seramiklerin antibakteriyel test sonuçlarına göre *S.aureus* bakterisine karşı %99,8, *E. Coli* bakterisine karşı %100 antibakteriyel etki göstermiştir. Sonuçlara göre, *S.aureus* bakterisine karşı %4 eklenen ZnB13 ile optimum oranda antibakteriyellik sağlanmış, *E. Coli* bakterisine karşı %2 oranında eklenen ZnB13 ile yüksek oranda antibakteriyellik sağlanmamıştır. Bu durum antibakteriyel özelliğin sıra eklenen ZnB13 ün miktarı ile doğru orantılı olduğunu göstermektedir.

Boratlar sentezlenirken hammadde olarak kullanılan Boraks, Gümüş Nitrat, Bakır Nitrat ve Çinko Nitratin sır reçetesine %1 oranında eklenmesi ile oluşturulan seramiklerin de antibakteriyel testleri yapılmıştır. Sonuçlara göre *S.aureus* bakterisine karşı Boraks %12, Gümüş Nitrat %35, Bakır Nitrat %72,5 ve Çinko Nitrat %7 antibakteriyel etki gösterirken, *E. Coli* bakterisine karşı Boraks % 5, Gümüş Nitrat %65, Bakır Nitrat %100 ve Çinko Nitrat %2 antibakteriyel etki göstermiştir. Eklenen Bakır Nitrat her ne kadar yüksek oranda antibakteriyel etki gösterse de fırınlama sonucu sır oluşmadığı gözlemlenmiştir (şekil 4.4.11). Bu durumda kullanılan hammaddelerin tek başına sır reçetesinde kullanılması ile antibakteriyel etki göstermediği görülmüştür.

Gelişim kinetiği ile antibakteriyel analiz sonuçları paralellik göstermektedir. Gr(+) bakterilerin hücre duvarı Gr(-) bakterilerin hücre duvarına göre daha kalın peptidoglikan içerdiğinden dolayı (4), *E. coli* bakterisinin büyüme kinetiği *S. aureus*

bakterisine göre daha düşük OD değerlerine azalarak ulaşmıştır. Gelişim kinetiği verileri ile antibakteriyel analizler birbirini destekler niteliktedir.

Genel olarak bütün sonuçlar göz önüne alındığında; üretilen katkısız sır kaplanmış örneğin *E. coli* bakterisine %5, *S. aureus* bakterisine ise antibakteriyel etki göstermemiştir. Bu sonuçlar bize sır ile kaplanmış örneğin antibakteriyel etkide katkısı olmadığını göstermektedir. Diğer örnekler sırası ile artan miktarlarda Gümüş Borat, Bakır Borat ve Çinko Borat ile kaplanmış sır örnekleridir. Borat bileşikleriyle kaplanmış nanomalzemenin, hem *E. coli* hem de *S. aureus* bakterisine antibakteriyel etkisi olduğu sonucuna ulaşılmıştır. *E. coli* bakterisine en yüksek antibakteriyel etki gösteren örnek Gümüş Borat katkılı (katkı oranı: Gümüş nitrat / borat; 2-1)'dir. Aynı örnek *S. aureus* ile yapılan antibakteriyel aktivite analizinde de en yüksek aktivite gösteren örnek olarak bulunmuştur ve örnek bakteriye %100 antibakteriyel aktivite göstermiştir.

Bu çalışmada elde edilen sonuçlar;

- Gümüş Borat, Bakır Borat ve Çinko Borat başarıyla sentezlenmiştir.
- Antibakteriyel özellikler açısından en iyi sonucu sırasıyla Gümüş Borat, Bakır Borat ve Çinko Borat vermiş olup bu bileşikler kullanılarak yapılan sır numuneleri antibakteriyel testlerden geçmiştir.
- AgB13 içeren sır reçetelerinde en iyi sonuç *S. aureus* ve *E. Coli*'ye karşı %1
- CuB13 içeren sır reçetelerinde en iyi sonuç *S. aureus*'e karşı %2, *E. Coli*'ye karşı %3
- ZnB13 içeren sır reçetelerinde en iyi sonuç *S. aureus*'e karşı %4, *E. Coli*'ye karşı %2 oranlarında elde edilmiştir.

Bu çalışmalar ışığında;

- Sır reçetelerine farklı oranlarda Gümüş, Bakır ve Çinko Borat eklendiğinde antibakteriyel özellik gösteren seramikler üretilir.

Bu çalışma ile ülkemizin en önemli yeraltı zenginliğini oluşturan ve ticari olarak getirisi yüksek olan bor minerallerinden elde edilen bor bileşiklerinin (Gümüş Borat, Bakır Borat ve Çinko Borat) antibakteriyel özellikte olduğu ve seramik sektöründe sır ile birlikte kullanılarak katma değerinin artırılacağı tespit edilmiştir.

6. KAYNAKLAR

- 1- Kistler, R.B., Helvacı. C. Boron and Borates in: Industrial Minerals and Rocks (Donald D.Car editor). Society of Mining, Metallurgy and Exploration, Inc. 1994, 6th edition, 171-186.
- 2- Percy, J., Silver and Gold –Part 1., Metallurgy: The Art of Extracting Metals From Their Ores, London: John Murray, 1880, 704s.
- 3- Eltepe, Hüdai Emre, Çinko Borat Üretim Prosesi, İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, İzmir, 2004. (Yüksek Lisans Tezi)
- 4- Ren, H., Cao, Y.M., Lei, Z.Q. Study on Synthesis Nanomicrostructure of Zinc Borate ($Zn_3B_6O_{12} \cdot 3,5H_2O$) with different morphologies, Advanced Materials Research. 2011, 236(238), 1687-1691
- 5- Ting, C., Jian-Cheng, D., Long-Shuo, W., Gang, F. Preparation and Characterization of nano zinc borate by a new method, Journal of Materials Process Technology. 2009, 209(8), 4076-4079.
- 6- Hu, Z.S., Dong, J.X., Chen, G.X., Lou, F. Preparation of nanometer copper borate with supercritical carbon dioxide drying, Powder Technology. 1999, 102, 171-176.
- 7- Zheng, Y., Wang, Z., Tian, Y., Qu, Y., Li, S., An D., Chen, X., Guan, S. Synthesis and performance af 1D and 2D copper borate nano/microstructure with different morphologies, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. 2009, 349, 156-161.
- 8- Yavuz, E., Demirkapı, D., Battal, B. Anti-bakteriyel Boyar Kaplama Çözeltileri Hazırlanması, TÜBİTAK-BİDEB Kimya 2 Çalıştayı, 20-28 Temmuz 2011, Çanakkale.
- 9- Doğan, A., Pekşen, C. Metal İyon Katkılı Antibakteriyel Malzemelerin Hastane Enfeksiyonlarını Önlemede Katkıları ve Uygulamaları, 4. Ulusal Sterilizasyon Dezenfeksiyon Kongresi, 20-24 Nisan 2005, Eskişehir.
- 10- Gürbüz, M., Solaş, A., Küçük, A., Göktaş, A., Doğan, A. Nanoteknoloji İle Çevre dostu Fotokatalitik ve Antibakteriyel Seramik Malzemelerini Üretilmesi, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, Özel Sayı, 217-221.
- 11- Singer, F., German, W. L., Ceramic Glazes, Borax Consolidation Limited, London SWI, 1971, (T. Ayta, Çev.) İstanbul, 1976.
- 12- Bilgiç, M., Dayık, M., Borun Özellikleri ve Tekstil Endüstrisinde Kullanımıyla Sağladığı Avantajlar, Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 2013, 7(2), 27-37.
- 13- Görgülü A.O., Arslan, M., Alternatif Bor Bileşikleri, BAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi. 2003, 5(1), 42-50.
- 14- Lynch, A.T., Sneddon, L.G., Transition metal promoted reactions of boron hydrides. 12. Syntheses, polymerizations and ceramic conversion reactions of B-alkenylborazines, Journal American Chemical Society, 1989, 111(16), 6201-6209.
- 15- Koch, H.J., Roesky, H.W., Bohra, R., Noltemeyer, M., Schmidt, H.G. CyClometallaboraines: Borazines with Metal Atoms as Ring Buildin Blocks: $PhB(MeN)_3(TiCl_2)_2$, Angewandte Chemie, 1992, 31(5), 598-599. <https://doi.org/10.1002/anie.199205981>
- 16- www.boren.gov.tr. (Erişim Tarihi: 12 Ekim 2018)
- 17- Eti Maden Bor Sektörü Raporu 2014, Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü, Strateji Geliştirme Dairesi Başkanlığı, Mayıs 2015.
- 18- 2015-2019 Eti Maden Stratejik Planı, Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü.

- 19- Ethem, M.Y., Bakırın Özellikleri, Alaşımları ve Mineralleri, Madencilik Dergisi, TMMOB Maden Mühendisleri Odası, 1974, 13(2), 5s
- 20- Metaller Madenler Alt Komisyonu, Kursun-Çinko-Kadmiyum Çalışma Grubu Raporu, 8. Bes Yıllık Kalkınma Planı, 2001, Devlet Planlama Teşkilatı, Ankara, DPT: 2628-Ö_K:639
- 21- Yalçın, H., Gürü, M., Malzeme Bilgisi, 2002, Palme Yayıncılık, Ankara
- 22- Lee, J.D., A New Concise Inorganic Chemistry, 3th Ed., London:ELBS, 1977, 154-165.
- 23- Weir, C.E. Infrared Spectra of the Hydrated Borates, A Physics and Chemistry, 1966, 70A (2), 153-164.
- 24- Chen, X., Li, M., Chang, X., Zang, H. and Xiao, W., Synthesis and crystal structure of a new calcium borate, $\text{CaB}_6\text{O}_{10}$. Journal of Alloys and Compounds, 2008, 464, 332-336.
- 25- Boulous, E.N., Kreidl N.J. Structure and properties of silver borate glasses, Journal of the American Ceramic Society, 1971, 54(8), 368-375
- 26- Rindone, G.E. and Weyl, W.A. Glasses as Electrolytes in Galvanic Cells. Journal of the American Ceramic Society. 1950, 33 (3), 91-95.
- 27- Weyl, W.A. Silver in Glasses: II. Journal Society of Glass Technology. 1945, 29(135), 291-389.
- 28- Willis, G.M., Hennessy, F.L. System $\text{Ag}_2\text{O-B}_2\text{O}_3$; its thermodynamic properties as a slag model, The Journal of the Minerals.1953, 5 (10), 1367-1373.
- 29- Kipcak, A.S., Senberber, F.T., Yuksel, S.A., Derun, E.M., Piskin, S., Synthesis, characterisation, electrical and optical properties of copper borate compounds, Materials Research Bulletin, 2015, 70, 442–448.
- 30- Shvarts, E. M., Belousova, R. G. Formation of Tricuprotetraborate $3\text{CuO} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in Aqueous Solutions, Russian Journal of Applied Chemistry, 2006, 79(4), 672-673.
- 31- Behm, H. Hexasodium (*cyclo*-decahydroxotetracosaoxohexadecaborato) dicuprate(II) dodecahydrate, $\text{Na}_6[\text{Cu}_2\{\text{B}_{16}\text{O}_{24}(\text{OH})_{10}\}]\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ Acta Crystallographica Section C, 1983, 39(1), 20-22.
- 32- Heller, G., Pickardt, J. Potassium Copper Polyborate Hydrate $\text{K}_5[\text{Cu}_4\text{O}(\text{B}_{20}\text{O}_{32}(\text{OH}_8))]\cdot 33\text{H}_2\text{O}$, Zeitschrift Naturforsch. 1985, 40(B), 462-466.
- 33- Adams, R.M., Boron, Metallo-Boron Compounds and Boranes, New York: Wiley, 1964.
- 34- Durgun, Zeynep Gülşah, Çeşitli Kalsiyum Boratların Sentezi, Karakterizasyonu ve Alev Geciktirici Etkinliklerinin İncelenmesi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2010, 164s, (Yüksek Lisans Tezi)
- 35- Ay, Erdoğan, Bazı Magnezyum Boratlı Bileşiklerin Katı-Hal Kimyasal Yöntemlerle Sentezlenmesi ve Karakterizasyon Çalışmaları, Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Balıkesir, 2006, 159s, (Yüksek Lisans Tezi)
- 36- DPT, Yedinci Bes Yıllık Kalkınma Planı(1996-2000), T.B.M.M. Kimya Sanayi Hammaddeleri Çalışma Grubu Raporu, 18.07.1995, Karar No:374, Ankara.
- 37- Sarihan, E., Bor Sektör Profili, İstanbul Ticaret Odası, Aralık 2006, 37 s.
- 38- Poslū, K., Çebi, H., Özel Bor Kimyasalları ve Bor Dünyasında Gelismeler, Madencilik Bülteni. 2001, 62, 25-28.

- 39- Bulutcu N. Türkiye’de Bor Bileşikleri Üretim Teknolojisinin Dünü, Bugünü ve Geleceği, Bor Bileşikleri Üretim Teknolojileri Araştırmaları Danışma Toplantısı, TUBİTAK-MAM, Gebze, 1996.
- 40- Tolun R. Anorganik Bor Bileşikleri ve Üretim Teknolojisi, TUBİTAK-MAE, Kimya Araştırma Bölümü Yayını, 1988, 65s.
- 41- Kahraman, G. Bor Nötron Yakalama Tedavisinde Kullanılan Hızlandırıcıya Dayalı Nötron Kaynakları, Türkiye Atom Enerjisi Kurumu, Teknoloji Dairesi, Ankara, 2011.
- 42- Kalın, Mehmet Baran. Tekstil yüzeylerinin yanmaya karşı dirençlerinin artırılması, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği, Kahramanmaraş, 2008, 98s, (Yüksek Lisans Tezi)
- 43- Gemci, R., Gülşen, G. Güç Tutuşur Kumaş Üretiminde Bor Bileşiklerinin Kullanılması”, Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 2010, 4(1), 1-10.
- 44- Akaydın, M., Kalkancı, M., Hastane Giysisi Olarak Kullanılan Kumaşların Antibakteriyel Özellikleri Üzerine Bir Araştırma, SDU Journal of Science, 2014, 9(1), 20-34.
- 45- Doğan, A., Uzgur, E., Koparal, S., Bayrakçı, F. Ceramic: Art, Science & Technology, Turkish Ceramic Society, 2001,17-20.
- 46- Zhao, G., Stevens, SE. Multiple Parameters for the Comprehensive Evaluation of the Susceptible of Escherichia Coli to the Silver Ion, Department of Microbiology and Molecular Cell Sciences, The University Memphis, USA, 1997.
- 47- Su,B.H., Xiong, Z.X.,. Preparation of antibacterial ceramics with silver carrying nano hydroxyapatite. Key Engineering Materials, 2007, 10(336-338), 1563-1566.
- 48- Noguera, J.F., Moreno, A., Gozalbo, A., Orts, M.J.,. Development of Ceramic Glaze Compositions with Bactericidal and Fungicidal Properties, Instituto de Tecnologia Ceramica, Spain. 2010, 1-9.
- 49- Hirota, K., Sugimoto, M., Kato, M., Tsukagoshi, K., Tanigawa, T., Sugimoto, H. Preparation of zinc oxide ceramics with a sustainable antibacterial activity under dark conditions. Ceramic International, 2010, 36, 497–506.
- 50- Wahab, R., Mishra, A., Yun, S-I., Hwang, IH., Mussarat, J., Al-Khedhairy, AA. Fabrication, growth mechanism and antibacterial activity of ZnO microspheres prepared via solution process. Biomass Bioenergy. 2012, 39, 227–36.
- 51- Dollwet, H.H.A., Sorenson, J.R.J. Historic uses of copper compounds in medicine. Journal of Trace Elements in Medicine and Biology. 1985, 2, 80–87.
- 52- Grass, G., Rensing, C., Solioz, M. Metallic copper as an antimicrobial surface. Applied and Environmental Microbiology. 2011, 77, 1541–1547.
- 53- Sadeghnejad, A., Aroujalian, A., Raisi, A., Fazel, S. Antibacterial nano silver coating on the surface of polyethylene films using corona discharge, Surface & Coatings Technology. 2014, 245, 1–8.
- 54- Akhavan, O. Cu and CuO nanoparticles immobilized by silica thin films as antibacterial materialsand photocatalysts, Surface & Coatings Technology. 2010, 205, 219–223.
- 55- Perelshtein, I., Applerot, G., Perkas, N., Wehrschuetz-Sigl, E., Hasmann, A., Guebitz, G., Gadenkan, A. CuO–cotton nanocomposite: Formation, morphology, and antibacterial activity, Surface & Coatings Technology. 2009, 204, 54–57.

- 56- Magyari, K., Stefan, R., Vodnar, D.C., Vulpoi, A., Baia, L. The silver influence on the structure and antibacterial properties of the bioactive $10\text{B}_2\text{O}_3\text{--}30\text{Na}_2\text{O--}60\text{P}_2\text{O}_5$ glass, *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2014, 402, 182–186.
- 57- Jaiswal, S., McHaleb, P., Duffya, B. Preparation and rapid analysis of antibacterial silver, copper and zinc doped sol–gel surfaces, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 2012, 94, 170– 176.
- 58- Dasa, D., Chandra, B., Phukonc, N.P., Doluia, S.K. Synthesis and evaluation of antioxidant and antibacterial behavior of CuO nanoparticles, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 2013, 101, 430– 433.
- 59- Rasika, D.H.V., Batdorf, K.H., Fianchini, M., Diyabalanage, H.V.K., Carnahan, S., Mulcahy, R., Rabiee, A., Nelson, K., Van Waasbergen L.G. Antimicrobial properties of highly fluorinated silver(I) tris(pyrazolyl)borates, *Journal of Inorganic Biochemistry*. 2006, 100, 158–160.
- 60- Mageshwari, K., Sathyamoorthy, R. Flower-shaped CuO Nanostructures: Synthesis, Characterization and Antimicrobial Activity, *Journal of Material Science Technology*. 2013, 29(10), 909-914.
- 61- Wang, Y., Xue, X., Yang, H. Synthesis and Antimicrobial Activity of Boron-doped Titania Nano-materials, *Chinese Journal of Chemical Engineering*. 2014, 22(4), 474-479.
- 62- Sohrabnezhad, S. Mehdipour M.M.J., Salavatiyan, T. Synthesis and characterization of CuO–montmorillonite nanocomposite by thermal decomposition method and antibacterial activity of nanocomposite, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 2014, 125, 73–78.
- 63- Pandiyarajan, T., Udayabhaskar, R., Vignesh, S., Arthur, J. R., Karthikeyan, B. Synthesis and concentration dependent antibacterial activities of CuO nanoflakes, *Materials Science and Engineering C*. 2013, 33, 2020–2024.
- 64- Jan, T., Iqbal, J., Ismail, M., Badshah, N. Mansoor, Q., Arshad, A., Ahkam, Q.M. Synthesis, Physical Properties and antibacterial activity of metal oxides nanostructures. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 2014, 21, 154–160.
- 65- Sathyamoorthy, R., Mageshwari, K. Synthesis of hierarchical CuO microspheres, Photocatalytic and Antibacterial Activities *Physica E*. 2013, 47, 157–161.
- 66- Moritz, M., Geszke-Moritz, M. The newest achievements in synthesis, immobilization and practical applications of antibacterial nanoparticles, *Chemical Engineering Journal*. 2013, 228, 596–613.
- 67- Ramsden, J. J. What Is Nanotechnology? *Nanotechnology Perceptions*. 2005, 1, 3-17.
- 68- Gürmen, S., Ebin, B. Nanopartiküller ve Üretim Yöntemleri – 1, İ.T.Ü. Metalurji Dergisi, 2008, 150, 31-38.
- 69- Goldstain, A. K. Handbook of Nanophase Materials, Marcel Dekker Inc., New York. 1997.
- 70- Rao, C.N. R Müller, A., Cheetham, A, The Chemistry of Nanomaterials Volume 1, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2005.
- 71- Miller, J. C., Serrato, R., Represas- Cardenas, J. M., Kundahl, G. The Handbook of Nanotechnology. John Wiley & Sons, Inc. Hoboken, New Jersey. 2004.

- 72- Hanks, N. A., Caruso, J. A., Zhang, P. Assessing Pistia stratiotes for Phytoremediation of Silver Nanoparticles and Ag(I) Contaminated Waters, Journal of Environmental Management, 2015, 164, 41-45..
- 73- Arslan, O., Belkoura, L., Mathur, S. Swift Synthesis, Functionalization and Phase-Transfer Studies of Ultrastable, Visible Light Emitting Oleate@ZnO Quantum Dots, Journal of Material Chemistry. 2015, 3, 11965-11973.
- 74- Arslan, O., Singh, A.P., Belkoura, L., Mathur, S. Cysteine-functionalized zwitterionic ZnO quantum dots. Journal of Materials Research. 2013, 28(14), 1947-1954.
- 75- Siripattanakul-Ratpukdi S., Ploychankul, C., Limpiyakorn, T., Vangnai, A.S., Rongsayamanont, C., Khan, E. Mitigation of nitrification inhibition by silver nanoparticles using cell entrapment technique, Journal of Nanoparticle Research. 2014, 16(2), <https://doi.org/10.1007/s11051-013-2218-9>
- 76- Asztemborska M., Steborowski, R., Kowalska, J., Bystrzejewska-Piotrowska, G. Accumulation of aluminium by plants exposed to nano- and micro-sized particles of Al₂O₃. International Journal of Environmental Research. 2015, 9, 109-116.
- 77- Yáñez-Sedeño P., Pingarrón, J.M., Gold Nanoparticle-based electrochemical biosensors, Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2005, 382(4), 884-886.
- 78- Bar, H., Bhui, D.K., Sahoo, G.P., Sarkar, P., De, S.P., Misra, A. Green synthesis of Silver Nanoparticles Using Latex Of Jatropha curcas. Colloids Surfaces A. Physicochemical Engineering Aspects. 2009, 339, 134-139.
- 79- Ravichandran, R. Nanotechnology Applications In Food And Food Processing: Innovative Green Approaches, Opportunities and Uncertainties For Global Market, International Journal of Green Nanotechnology: Physics and Chemistry. 2010, 1, 72-96.
- 80- Shibata, N., Saitoh, T., Tadokoro, Y., Okawa, Y., The Cell Wall Galactomannan Antigen From Malassezia Furfur And Malassezia pachydermatis contains beta-1,6-linked linear galactofuranosyl residues and its detection has diagnostic potential, Microbiology. 2009, 155(10), 3420-3429.
- 81- Machado, S., Pinto, S. L., Grosso, J. P., Albergaria, J. T., Delerue-Matos, C. Green production of zero-valent iron nanoparticles using tree leaf extracts. The Science of the Total Environment. 2013, 445(446), 1-8.
- 82- Zaki, A. Processing And Synthesis Techniques For The Preparation of Nanomaterials, 2006, www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=1710.
- 83- Arcasoy, A. Seramik Teknolojisi, Marmara Üniversitesi Güzel Sanatlar Fakültesi Seramik Anabilim Dalı Yayınları, 1988, Ankara
- 84- Sümer, G. Seramik Sanayii El Kitabı, Anadolu Üniversitesi Yayınları, Eskişehir, 1988.
- 85- Tanışan, H.H., Mete, Z., Seramik Teknolojisi ve Uygulaması, Söğüt, 1988.
- 86- Genç, Soner. Düşük Sıcaklıkta Pekileşen Su Emmesi Düşük Feldspatlı Çini Yapımı ve Üzerlerine Ham Sırların Uygulanmaları, Anadolu Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü, Eskişehir, 1980, 215s. (Yüksek Lisans Tezi).
- 87- Beyoğlu, Berra. Yüksek Sıcaklıklarda Kararlı İnorganik Seramik Pigmentlerin Üretimi ve Karakterizasyonu, Gebze İleri teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze, 2007, 105 s. (Yüksek Lisans Tezi)
- 88- Devlet Planlama Teşkilatı, <http://www.dpt.gov.tr/>. (Erişim Tarihi: 22 Kasım 2018)

- 89- İpekçi, Hasan Hüseyin. Antibakteriyel, Kir-Leke tutmayan Seramik Üretimi, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri, 2013, 86s, (Yüksek Lisans Tezi)
- 90- Evcin, A., Demişulam, C. Sol-Jel Yöntemiyle Düşük Ergime Sıcaklıklı Sır Üretimi, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, Afyon, 2009, 9, 239-244.
- 91- Canıyılmaz, Erdal. Kalite Geliştirmede Taguchi Metodu ve Bir Uygulama, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Endüstri Mühendisliği, 2001, 70 s. (Yüksek Lisans Tezi)
- 92- Ross, P.J., Taguchi Techniques for Quality Engineering. McGraw-Hill. Singapore. 1989.
- 93- Şirvancı, M. Kalite için Deney Tasarımı “TaguchiYaklaşımı” Literatür Yayıncılık, Milwaukee ABD, 1997, 112.
- 94- Ross, P.J. Taguchi Techniques for Quality Engineering. McGraw-Hill International Book Company. 1996, 1-73.
- 95- Alhalabi K., Sabır E. C. Antistatik Yağın İplik Kalite Parametrelerine Etkisi, Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi. 2011, 26(2), 19-32.
- 96- Şanyılmaz, M. Deney Tasarımı ve Kalite Geliştirme Faaliyetlerinde Taguchi Yöntemiyle Bir Uygulama. Dumlupınar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya. 2006, 87s (Yüksek Lisans Tezi)
- 97- Gökçe, B., Taşgetiren S. Kalite için Deney Tasarımı. Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi. 2009, 6(1), 71-83.
- 98- Abalı, Y., Bayça, S.U., Arısoy, K., Vaizogullar, I.A. Optimization of Dolomite Ore Leaching in Hydrochloric Acid Solutions. Physicochemical Problems of Minerals Process. 2011, 46, 253-26.
- 99- Demir, F., Dönmez, B. Çolak, S. Dissolution Kinetics of Magnesite in Citric Acid Solutions. Journal of Chemical Engineering of Japan. 2003, 6, 683.
- 100- Abalı, Y., Çopur, M., Yavuz, M. Determination of Optimum Conditions for Dissolution of Magnesite with H₂SO₄ Solutions. Indian Journal of Chemical Technology. 2006, 13, 391-397.
- 101- Abalı, Y., Arga, A. K Colemanitin Asetik Asit Çözeltilerinde Çözünmesinin Optimizasyonu. Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi. 2006, 2(2), 89-97.
- 102- Çopur, M. An Optimization Study of Dissolution of Zn and Cu in ZnS Concentrate with HNO₃ Solutions. Chemical and Biochemical Engineering Quarterly. 2002, 16(4), 191-197.
- 103- Gülcan, M. Anorganik Kimyada Spektroskopik Yöntemler. Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi. 2012.
- 104- Yavuz, Murat. Nano Yapılı Manyetik Şeritlerin ve Tozların Yapısal ve Manyetik Özelliklerin İncelenmesi, Ankara Üniversitesi, Ankara, 2010, 136s (Yüksek Lisans Tezi)
- 105- Büyüksirt, T., Kuleaşan, H. Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometresi ve Gıda Analizlerinde Kullanımı, Gıda Teknolojisi Dergisi. 2014, 39(4), 235-241.
- 106- Gönen, Mehmet. Nanosized Zinc Borate Production, İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, İzmir, 2009, 218s (Doktora Tezi)
- 107- Goodhew, P.J., Humphreys, J., Beanland, R. Electron Microscopy and Analysis, Third Edition, Taylor & Francis, London and New York, 2001.

- 108- Skoog, D.A., West, D.M. Principles of Instrumental Analysis, II. Ed. Philadelphia, 1981.
- 109- Yıldız, A., Genç, Ö., Bektaş, S. Enstrümantal Analiz Yöntemleri, Hacettepe Üniversitesi. Ankara. 1997.
- 110- Yıldız, S. Fizikokimya I, Bizim Büro Basımevi, Ankara, Türkiye, 2010, 262s
- 111- Kyung-Hwan, C., Park, J.E., Osaka, T., Park, S.G. The study of antimicrobial activity and preservative effects of nanosilver ingredient. *Electrochimica Acta*. 2005, 51(5), 956-960.
- 112- Mirzajani, F., Ghassempour, A., Aliahmadi, A., Esmaeili, M. A. Antibacterial effect of silver nanoparticles on staphylococcus aureus. *Research in Microbiology*. 2011, 162(5), 542-549.
- 113- San Keskin, N. O., Kiliç, N. K., Dönmez, G., Tekinay, T. Green synthesis of silver nanoparticles using cyanobacteria and evaluation of their photocatalytic and antimicrobial activity. *Journal of Nano Research*. 2016, 40, 120.
- 114- Jansen, M., Brachtel, G. *Zeitschrift fuer Anorganische und Allgemeine Chemie*. 1982, 489, 42 – 46.
- 115- Gao, X., Guo, Y., Tian, Y., Li, S., Zhou, S., Wang, Z. Synthesis and characterization of polyurethane/zinc borate nanocomposites. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects*. 2011, 384, 2– 8.
- 116- Htut, M., Lwin, M., Kaung, P., Htoon, S. Infrared Spectroscopic Study on the Structure of $\text{Ag}_2\text{O} \cdot \text{B}_2\text{O}_3$ Glasses, *Journal of Myanmar Academy of Arts and Science*. 2006, IV(2), 339-346.
- 117- Tian, Y., Guo, Y., Jiang, M., Sheng, Y., Hari, B., Zhang, G., Jiang, Y., Zhou, B., Zhu, Y., Wang, Z. Synthesis of hydrophobic zinc borate nanodiscs for lubrication, *Materials Letters*. 2006, 60, 2511–2515.
- 118- Nayagam, V., Gabriel, M. Palanisamy, K. Green Synthesis of silver nanoparticles mediated by coccinia grandis and phyllanthus emblica: a comparative comprehension, *Applied Nanoscience*. 2018, 8, 205-219.
- 119- Behm, H. Pentadecacopper(II) bisdiborate hexaorthoborate dioxide, *Acta Crystallographica Section B*, 1982, 38, 2781 – 2784.
- 120- Yu, Z.T., Xu, J.J., Jiang, Y.S., Shi, Z., Guo, Y., Wang, D.J., Chen, J.S. Photoluminescent and photovoltaic properties observed in zinc borate $\text{Zn}_2(\text{OH})\text{BO}_3$, *Journal of Materials Chemistry*. 2003, 13, 2227-2233.
- 121- Shi, X., Xiao, Y., Yuan, L., Sun, J. Hydrothermal synthesis and characterizations of 2D and 3D $4\text{ZnO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ nano/microstructures with different morphologies, *Powder Technology*. 2009, 189, 462–465.
- 122- Gao, Y.H., Liu, Z.H. Synthesis and thermochemistry of two zinc borates, $\text{Zn}_2\text{B}_6\text{O}_{11} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ and $\text{Zn}_3\text{B}_{10}\text{O}_{18} \cdot 14\text{H}_2\text{O}$. *Thermochimica Acta*. 2009, 484, 27– 31.
- 123- Zheng, X., Wang, Z. Tian, Y., Qu, Y. Li, S., An, D., Chen, X., Guan, S. Synthesis and performance study of zinc borate nanowhiskers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2009, 339, 178–184.
- 124- Ahmed, M. M., Hogarth, C.A. A spectroscopic study of some borate and vanadate glasses. *Journal of Materials Science Letters*. 1983, 2(6), 254-258.

ÖZGEÇMİŞ

ADI SOYADI: Osman AGUŞ

DOĞUM YERİ VE TARİHİ: Salihli- 26.07.1980

EĞİTİM DURUMU:

Ortaöğretim : 1994-1997 Demirci Lisesi

Lisans : 1997-2002 Hacettepe Üniversitesi
Fen Fakültesi Kimya (İngilizce) Bölümü

Yüksek Lisans : 2002- 2005 Hacettepe Üniversitesi
Fen Fakültesi- Kimya(İngilizce) Bölümü- Polimer Kimyası ABD

Doktora : 2010-2019 Celal Bayar Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi
Kimya Bölümü - Fizikokimya ABD

Yayınlar:

- 1- Murat Şen, **Osman Aguş**, Agnes Safrany, Controlling of pore size and distribution Of PDMAEMA hydrogels prepared by gamma rays, Radiation Physics and Chemistry 76(2007) 1342-1346
- 2- **Osman Aguş**, Yüksel Abalı, Osman Arslan, Nalan Oya San Keskin, Facile and Controlled Production of Silver Borate Nanoparticles, SN Applied Sciences (2019) 1:662 <https://doi.org/10.1007/s42452-019-0686-y>

Bildiriler:

- 1- **Osman Aguş**, Yüksel Abalı, Osman Arslan, Nalan Oya San Keskin, Facile and Controlled Production of Antibacterial Silver Borate Compunds for Ceramic Glaze Applicaitons, I.Uluslararası Üniversite Sanayi İşbirliği AR-GE ve İnovasyon Kongresi, 18-19 December 2017, Manisa, TURKEY
- 2- **Osman Aguş**, Yüksel Abalı, Osman Arslan, Nalan Oya San Keskin, Comparison of Antibacterial Silver and Copper Borate Compounds for Ceramic Glaze Applications, International Conference of Strategic Research on Scientific Science and Education (ICoSReSSE 2018), 11-13 May 2018, Vienna, AUSTRIA

İLETİŞİM:

e-mail: osmanagus@gmail.com