

T.C.
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GÜMÜŞ VE NİKEL KATKILI ÇİNKO OKSİT (ZnO) NANOÇUBUKLARIN
ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU VE UYGULAMA ALANLARININ
ARAŞTIRILMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Hatice ADIGÜZEL

Fizik Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Necmettin KILINÇ

KASIM 2024

T.C.
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GÜMÜŞ VE NİKEL KATKILI ÇİNKO OKSİT (ZnO) NANOÇUBUKLARIN
ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU VE UYGULAMA ALANLARININ
ARAŞTIRILMASI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Hatice ADIGÜZEL
(36203612034)

Fizik Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Necmettin KILINÇ

KASIM 2024

TEŞEKKÜR VE ÖNSÖZ

Tez çalışmalarımın her aşamasında yardım, öneri, bilgi, tecrübe ve desteklerini esirgemedi her konuda beni yönlendiren danışman hocam Sayın Doç. Dr. Necmettin KILINÇ'a, sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tezin uygulama aşamasında, FYL-2022-2705 numaralı BAP projesi, 121M681 numaralı Tübitak projesi, Tübitak 2210-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurt İçi Yüksek Lisans Burs Programı, ve Tübitak BİÇABA programı (Tübitak MAM Biyomalzeme Biyomekanik Biyoelektronik mükemmeliyet merkezi) kapsamında vermiş oldukları maddi ve manevi destekten dolayı Tübitak'a ve İnönü Üniversitesi BAP birimine teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans eğitimim sırasında desteklerini esirgemeyen başta Doç. Dr. Esmen İŞİK olmak üzere sayın hocalarım Doç. Dr. İbrahim İŞİK, Doç. Dr. Lütfi Bilal TAŞYÜREK, Dr. Öğr. Üyesi Emir TOSUN ve Dr. Melike ŞENER' e teşekkür ederim. Ayrıca Sayın Prof. Dr. Tekin İZGİ ve Prof. Dr. Veli Serkan KOLAT' a çalışmalarına verdikleri desteklerinden dolayı saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarımda ihtiyaç duyduğum alt yapı ve kimyasalların temininde sağladığı kolaylıklardan dolayı Tübitak MAM, 3B Mükemmeliyet Merkezinde bulunan hocalarım sayın Doç. Dr. Cihat TAŞALTIN ve Doç. Dr. İlke GÜROL'e teşekkürlerimi sunarım. Gerçekleştirdiğim deneysel çalışmalarıma katkılarından dolayı başta Duygu NUHOĞLU olmak üzere Günseli GÜNEY, Esra KUŞ, Canan Buse ABDÜL ve Melike ATAŞ' a ayrıca teşekkür ederim.

Lisans eğitimimden bu yana öğütleri ve yol göstericiliği ile desteğini aldığım Marmara Üniversitesi hocalarım sayın Doç. Dr. Ayşe YUMAK YAHŞİ'ye ve saygı değer eşi Prof. Dr. Uğur YAHŞİ'ye teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca sayın hocam Doç. Dr. Erol SÜZÜK'e destek ve tavsiyeleri için teşekkürlerimi sunarım.

Tüm hayatım boyunca olduğu gibi tez çalışmalarım süresince de maddi manevi desteklerini esirgemeyen, her zorlukta yolumu açan babam Mehmet ADIGÜZEL ve annem Sibel ADIGÜZEL'e, sonsuz teşekkür ederim. Küçüklüğümde bu yana varlığına şükrettiğim her anımda yanımda olan sevgili abim Abdulvahap ADIGÜZEL'e ve eşi Münevver ablama teşekkür ederim. Ayrıca tüm stresimi, nazımı çeken beni motive etmek için sürekli çabalayan canım kardeşlerim İmran Betül ve Hızır'ı'ye sonsuz teşekkür ederim.

ONUR SÖZÜ

Yüksek lisans tezi olarak sunduğum “Gümüş ve Nikel Katkılı Çinko Oksit (ZnO) Nanoçubukların Üretimi, Karakterizasyonu ve Uygulama Alanlarının Araştırılması” başlıklı bu çalışmanın bilimsel ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yardıma başvurmaksızın tarafımdan yazıldığına ve yararlandığıın bütün kaynakların hem metin içinde hem de kaynakçada yöntemine uygun biçimde gösterilenlerden oluştuğunu belirtir, bunu onurumla doğrularım.

Hatice ADIGÜZEL



İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR VE ÖNSÖZ	i
ONUR SÖZÜ	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
TABLolar DİZİNİ.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
SEMBOLLER VE KISALTMALAR	viii
ÖZET	ix
ABSTRACT	x
1. GİRİŞ	1
2. TEORİK BİLGİ.....	2
2.2 ZnO Uygulama alanları	2
2.4 Metal Katkılı ZnO.....	3
2.5 ZnO Nanoçubukların Üretim Yöntemleri.....	4
2.5.1 Hidrotermal büyütme.....	4
2.5.2 Kimyasal buhar biriktirme.....	5
2.5.3 Elektrokimyasal depolama	6
2.6 Nanoteknoloji	7
2.7 Nanoteknoloji Uygulama Alanları.....	7
2.8 Gaz Sensörleri.....	8
2.8.1 Nano Yapılı Gaz Sensörleri.....	8
2.8.2 Metal Oksit Yapılı Gaz Sensörleri	9
2.9 Metal Oksit Tabanlı Sensörlerin Gaz Algılama Mekanizması	10
3. MATERYAL VE YÖNTEM	12
3.1 Altlıkların Temizlenmesi	12
3.2 Tohum Katmanı Sentezlenmesi	12
3.3 Nanoçubukların Hidrotermal Yöntem ile Üretilmesi	13
3.3.1 Farklı konsantrasyonlarda katkısız ZnO nanoçubukların üretilmesi	15
3.3.2 Farklı sıcaklıklarda katkısız ZnO nanoçubukların üretilmesi	15
3.3.3 Ni katkılı ZnO nanoçubukların üretimi	15
3.3.4 Farklı konsantrasyonlarda Ag katkılı ZnO nanoçubukların üretimi.....	15
3.3.5 Farklı sıcaklıklarda %5 Ag katkılı ZnO nanoçubuk üretimi	16
3.3.6 Farklı altlık üzerinde %5 Ag katkılı ZnO nanoçubuk üretimi.....	16
3.4 Yapısal Karakterizasyon	17
3.5 Optik Özellikleri	18
3.6 Sensör Ölçümleri	18
4. BULGULAR	22
4.1 Yapısal Karakterizasyon Sonuçları.....	22
4.1.1 Farklı konsantrasyonlarda üretilen ZnO nanoçubukların analizi	22
4.1.2 Farklı sıcaklıklarda üretilen ZnO Nanoçubuklar	25
4.1.3 Çip üzerinde üretilen ZnO nanoçubuklar	27
4.1.4 Si wafer üzerinde üretilen 0.01M katkısız ZnO nanoçubuklar.....	28
4.1.5 Ni katkılı ZnO nanoçubuklar	29
4.1.6 Si wafer üzerinde üretilen %5 Ni katkılı nanoçubuklar	32
4.1.7 Ag katkılı ZnO nanoçubuklar	33
4.1.8 Farklı sıcaklıklarda Ag katkılı ZnO nanoçubuklar	34
4.2 Nanoçubukların Optik Özellikleri	36
4.3 Gaz Ölçüm Sonuçları.....	38
4.3.1 Elektriksel gaz ölçüm sonuçları.....	38
4.3.2 Kütle duyarlıklı gaz ölçümleri.....	43

4.4 Elektriksel Karakterizasyon Sonuçları	46
5. SONUÇLAR.....	51
KAYNAKLAR.....	52
ÖZGEÇMİŞ.....	55



TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 3.1 : Katkısız ZnO nanoçubukların üretim sıcaklıkları tablosu.....	16
Tablo 3. 2 : Metal katkılı ZnO nanoçubukların metal katkı yüzdeleri tablosu.....	16
Tablo 3.3: Ag katkılı ZnO nanoçubukların farklı sıcaklık ve sürelerde üretim tablosu.....	16



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1: ZnO' nun kristal yapıları a) kübik kaya tuzu, b) kübik çinko blend c) hegzagonal wurtzite yapı [2].	2
Şekil 2.2: Kimyasal buhar biriktirme yöntemi mekanizması[8], [19].	6
Şekil 2.3: Elektrokimyasal depolama düzeneği [20].	6
Şekil 2.4: QCM üzerinde üretilen metal oksit nanoçubukların gösterimi[24].	9
Şekil 3.1: Tohum katmanı üretiminin şematik gösterimi.	13
Şekil 3.2: Hidrotermal işlem basamakları şematik gösterimi.	14
Şekil 3.3: Qanta Feg 250 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve bağlantılı EDX'in iki fotoğrafı.	17
Şekil 3.4: SEM cihazına yerleştirilen örneklerin görüntüsü.	17
Şekil 3.5: Bragg yasasının şematik gösterimi [34].	18
Şekil 3.6: Tübitak MAM biyomalzeme biyomekanik biyoelektronik mükemmeliyet merkezi laboratuvarı gaz ölçüm sistemi.	19
Şekil 3.7: QCM tabanlı sensörlerin gaz ölçüm sistemi [35].	21
Şekil 4.1: Hidrotermal yöntemle 0.005M çözelti ile 90 °C sıcaklıkta 3 saatte üretilen ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmedeki SEM görüntüleri.	23
Şekil 4.2: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti ile 90 °C sıcaklıkta 3 saatte üretilen ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmedeki SEM görüntüleri.	23
Şekil 4.3: Hidrotermal yöntemle 0.02M çözelti ile 90 °C sıcaklıkta 3 saatte üretilen ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmedeki SEM görüntüleri.	24
Şekil 4.4: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti kullanarak 90°C sıcaklıkta 3 saate üretilen katkısız ZnO nanoçubukların XRD grafiği.	25
Şekil 4.5: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti kullanarak 90 °C sıcaklıkta 3 saate üretilen katkısız ZnO nanoçubukların SEM görüntüsü	26
Şekil 4.6: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti kullanarak 120 °C sıcaklıkta 3 saate üretilen katkısız ZnO nanoçubukların SEM görüntüsü	26
Şekil 4.7: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti kullanarak 150 °C sıcaklıkta 3 saate üretilen katkısız ZnO nanoçubukların SEM görüntüsü 150KX görüntüsü	27
Şekil 4.8: Isıticılı mikroçip üzerine 90°C' de 0.01M çözeltide 3 saatte üretilen katkısız ZnO nanoçubukların a)100X ve b)50 KX büyütmedeki SEM görüntüleri.	28
Şekil 4.9: Isıticılı mikroçip üzerinde 90°C' de 0.01M çözeltide 3 saatte üretilen nanoçubukların EDX görüntüsü.	28
Şekil 4.10: Si wafer üzerinde 90 °C sıcaklıkta 3 saat hidrotermal işlem ile hazırlanan ZnO nanoçubukların XRD grafiği.	28
Şekil 4. 11: %1 Ni katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmedeki SEM görüntüleri.	29
Şekil 4.12: %2 Ni katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmede SEM görüntüleri.	30
Şekil 4.13: %3 Ni katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmede SEM görüntüleri.	30
Şekil 4 14: %5 Ni katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmede SEM görüntüleri.	31
Şekil 4.15: a) %7 ve b) %10 Ni katkılı ZnO yapıların SEM görüntüleri.	31
Şekil 4.16: %5 Ni katkılı ZnO nanoçubuk örnek için EDX spektrumu ve spektrumun alındığı bölgenin SEM görüntüsü.	32
Şekil 4.17: %5 Ni katkılı nanoçubukların XRD görüntüsü.	33
Şekil 4.18: Hidrotermal yöntem ile 90 °C' de üretilen %1 Ag katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b)150KX büyütmede SEM görüntüleri.	33

Şekil 4.19: Hidrotermal yöntem ile %1 Ag katkılı ZnO nanoçubuk kaplanan a) genel yüzeyin b) bölgesel yoğunlaşan nanoparçacıkların EDX verileri.	34
Şekil 4.20: Hidrotermal yöntem ile 150 °C’ de üretilen %5 Ag katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmede SEM görüntüleri.....	35
Şekil 4.21: Hidrotermal yöntem ile 150 °C’ de üretilen %5 Ag katkılı ZnO nanoçubukların EDX görüntüsü.	35
Şekil 4.22: Hidrotermal yöntem ile 200 °C’ de üretilen %5 Ag katkılı ZnO a) 8KX ve b) 40KX SEM görüntüleri.	36
Şekil 4.23: Cam üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen katkısız ZnO nanoçubukların UV-vis soğurma grafiği.	37
Şekil 4.24: Cam üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %5 Ni katkılı ZnO nanoçubukların UV-vis soğurma grafiği.	37
Şekil 4.25: Cam üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %5 Ag katkılı ZnO nanoçubukların UV-vis soğurma grafiği.	38
Şekil 4.26: Katkısız ZnO nanoçubukların 100 °C sıcaklıkta IPA ortamında akım zaman (I-t) grafiği.	39
Şekil 4.27: Katkısız ZnO nanoçubuk sesörün 150°C’ de asetona karşı akım zaman (I-t) değişimi.	40
Şekil 4.28: Katkısız ZnO nanoçubuk sesörün 150°C’ de etanol gazına karşı akım zaman (I-t) grafiği.	40
Şekil 4.29: Katkısız ZnO nanoçubuk sesörün 150°C’ de NO ₂ gazına karşı akım zaman (I-t) grafiği.	41
Şekil 4.30: Oda sıcaklığında %5 Ni katkılı ZnO nanoçubuk sensörün NO ₂ ortamında akım zaman (I-t) grafiği.....	42
Şekil 4.31: Katkısız ZnO nanoçubuk sensörün 150°C’de nem ortamında akım zaman(I-t) grafiği.	42
Şekil 4.32: Oda sıcaklığında 0.005M çözelti ile hazırlanan katkısız ZnO nanoçubuk kaplı QCM sensörün neme karşı frekans kayması-zaman grafiği.....	43
Şekil 4.33: Oda sıcaklığında 0.01M çözelti ile hazırlanan katkısız ZnO nanoçubuk kaplı QCM sensörün neme karşı frekans kayması-zaman grafiği.....	44
Şekil 4.34: Oda sıcaklığında 0.02M çözelti ile hazırlanan katkısız ZnO nanoçubuk kaplı QCM sensörün neme karşı frekans kayması-zaman grafiği.....	44
Şekil 4.35: Üç farklı çözelti konsantrasyon değerinde QCM sensör üzerinde üretilen ZnO nanoçubuklar için neme karşı frekans kayması-nem konsantrasyonu grafiği.....	45
Şekil 4.36: Tekrarlı ölçüm: 0.01M çözeltiyle QCM sensör üzerinde üretilen ZnO nanoçubuklar için neme karşı frekans kayması-zaman grafiği.	46
Şekil 4.37: Cam altlık üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen katkısız ZnO nanoçubukların sıcaklığa bağlı akım gerilim(I-V) grafiği.....	47
Şekil 4. 38: Şekil 4.35’ de seçili bölgenin ayrıntılı grafiği.	47
Şekil 4.39: Cam altlık üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %1 Ni katkılı ZnO nanoçubukların sıcaklığa bağlı akım gerilim(I-V) grafiği.....	48
Şekil 4.40: Cam altlık üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %1 Ni katkılı ZnO nanoçubukların sıcaklığa bağlı akım gerilim(I-V) grafiği.....	48
Şekil 4.41: Cam altlık üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %5 Ni katkılı ZnO nanoçubukların sıcaklığa bağlı akım gerilim(I-V) grafiği.....	49
Şekil 4. 42: a) Katkısız, b) %1, c) %2 ve d) %5 Ni katkılı ZnO nanoçubukların sıcaklık-akım (I-t) grafikleri.....	50
Şekil 4.43: Hidrotermal yöntemle üretilen katkısız ZnO nanoçubukların logaritmik akım(lnI)-1000/T bağımlılığı.....	50

SEMBOLLER VE KISALTMALAR

Ag	: Gümüş
Au	: Altın
eV	: Elektronvolt
H₂	: Hidrojen
H₂S	: Hidrojen Sülfür
HCN	: Hidrojen Siyanür
HMTA	: Hekzametilen Tetramin
I	: Akım
m	: Kütle
Mg	: Magnezyum
MOXs	: Metal Oksit Yarıiletken Malzemeler
Ni	: Nikel
nm	: Nanometre
NO₂	: Azot Dioksit
O	: Oksijen
QCM	: Kuartz Kristal Mikroterazi
SAW	: Kimyasal Dirençli Yüzey Akustik Dalgası
SnO₂	: Kalay Oksit
t	: Zaman
TiO₂	: Titanyum Oksit
UV	: Ultraviyole
V	: Gerilim
WO₃	: Tungsten Oksit
XRD	: X-Işını Kırınımı
Zn	: Çinko
ZnO	: Çinko Oksit

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi
GÜMÜŞ VE NİKEL KATKILI ÇİNKO OKSİT (ZNO) NANOÇUBUKLARIN
ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU VE UYGULAMA ALANLARININ
ARAŞTIRILMASI

HATİCE ADIGÜZEL

İnönü Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

55+X sayfa

2024

Danışman: Doç. Dr. Necmettin Kılınç

Genel olarak gaz sensörleri, algılayıcı malzemenin gaz ortamında fiziksel özelliklerindeki değişimini tespit etmeye dayalı bir sistemdir. Bu anlamda daha az maliyetli, yüksek verimli ürünler ortaya çıkarabilmek için nanoyapılarda algılayıcı malzemeler oluşturulmuştur. Nanoçubuklar bu yapılardan biridir. Nanoçubukların üretilmesinde en sık kullanılan yarı iletken malzemelerden bazıları çinko oksit (ZnO), tungsten oksit (WO₃), mangan oksit (MnO), titanyum dioksit (TiO₂) kalay dioksit (SnO₂) gibi yarı iletken metal oksitlerdir. ZnO'ya katkılanan malzemenin etkisiyle elektriksel, optik ve algılama gibi özelliklerinin değişmesi bu alandaki çalışmalarının yoğun olmasında önemli bir etkidir. Katkılama işlemleri hidrotermal yöntem, elektrokimyasal yöntem, kimyasal buhar biriktirme ve sol-jel yöntemi gibi birçok farklı yöntem ile gerçekleştirilebilmektedir.

Bu tez çalışması kapsamında katkısız, gümüş (Ag) ve nikel (Ni) katkı ZnO nanoçubuk yapılar hidrotermal yöntem ile üretilmiştir. Üretilen nanoyapıların yapısal, elektrik, optik ve gaz algılama özellikleri incelenmiştir. Üretim aşamasında tohum katmanı sentezi için sol jel yönteminden yararlanılmıştır. Üretilen katkılı ve katkısız ZnO nanoçubukların, kristal yapısı ve yüzey morfolojisi gibi karakterizasyon işlemleri aşamasında X-Işını Kırınımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizleri gerçekleştirilmiştir. X-ışını kırınımı analizi, saf ve katkılı ZnO nanorodlarının hekzagonal wurtzit yapıda kristalleştiğini göstermiştir. Katkısız ZnO nanoçubukların çapları yaklaşık 50nm iken Ni katkılama sonucunda nanoçubukların çapları artarak yaklaşık 180nm çapında nanoçubuklar elde edilmiştir. Ag katkılama için yaptığımız çalışmalarda Ag parçacıkları ZnO nanoçubuklar üzerinde olacak şekilde oluşmuştur.

Kuartz kristal mikroterazi (QCM) üzerinde üretilen katkısız ZnO nanoçubuklar, %5 ile %94 bağıl nem aralığında ölçümleri test edilmiştir. Test sonucunda sensörün kararlı yapıda olduğu görülmüştür. Katkısız ve Ni katkılı nanoçubukların akım- gerilim (I-V) ölçümleri ve sıcaklığa bağlı akım değişimi incelenmiştir. Farklı altlıklar üzerinde üretilen Ni ve Ag katkılı ZnO nanoçubukların çeşitli gazlara karşı verdiği yanıtlar değerlendirilmiştir. Katkısız üretilen ZnO nanoçubukların neme karşı duyarlı olduğu görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: ZnO, Hidrotermal, Gaz Sensörleri, Nanoçubuk, Ag Katkılı ZnO, Ni Katkılı ZnO

ABSTRACT

Master Thesis

FABRICATION, CHARACTERIZATION AND INVESTIGATION OF APPLICATION AREAS
OF SILVER AND NICKEL DOPED ZINC OXIDE (ZNO) NANORODS

Hatice ADIGÜZEL

Inonu University
Graduate School of Nature and Applied Sciences
Department of Physics

55+X sayfa

2024

Supervisor: Doç. Dr. Necmettin KILINÇ

In general, gas sensors are a system based on detecting the change in the physical properties of the sensitive material in the gas environment. In this sense, sensor materials have been created in nanostructures in order to produce lower cost, high efficiency products. Nanorods are one of these structures. Some of the most commonly used semiconductor metal oxide materials in the production of nanorods are zinc oxide (ZnO), tungsten oxide (WO₃), manganese oxide (MnO), titanium dioxide (TiO₂), tin dioxide (SnO₂) ect. The change in the properties such as electrical, optical and sensing due to the effect of the material doped to ZnO is an important factor in the intensive work in this field. Doping processes can be carried out by many different methods such as hydrothermal method, electrochemical method, chemical vapor deposition and sol-gel method.

Within the scope of this thesis, undoped, silver (Ag) and nickel (Ni) doped ZnO nanorod structures were synthesized by the hydrothermal method. Structural, electrical, optical and gas sensing properties of the fabricated nanostructures were investigated. Sol gel method was used for seed layer synthesis during the production phase. X-Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM) analyses were performed during the characterization processes such as crystal structure and surface morphology of the produced doped and undoped ZnO nanorods. X-ray diffraction analysis showed that pure and doped ZnO nanorods crystallized in hexagonal wurtzite structure. While the diameters of undoped ZnO nanorods were approximately 50nm, as a result of Ni doping, the diameters of the nanorods increased and nanorods with a diameter of approximately 180nm were obtained. In our studies for Ag doping, Ag particles were formed on the ZnO nanorods.

The pure ZnO nanorods produced on quartz crystal microbalance (QCM) were tested for relative humidity measurements in the range of 5% to 94%. As a result of the test, it was observed that the sensor was stable. The current-voltage (I-V) measurements of the pure and Ni-doped nanorods and the current change depending on the temperature were investigated. The responses of the Ni and Ag-doped ZnO nanorods produced on different substrates to various gases were evaluated. It was observed that the pure ZnO nanorods were sensitive to humidity.

Keywords: ZnO, Hydrothermal, Gas Sensors, Nanorod, Ag Dopped ZnO, Ni Dopped ZnO

1. GİRİŞ

Çinko oksit (ZnO) ile ilgili araştırmalar 1930'lu yıllara dayanmaktadır. Boya, seramik, tekstil, ilaç sanayisi gibi birçok alanda günümüze kadar gerçekleştirilen çalışmalara konu olmuştur. Bunun sebebi çinko oksidin kolay bulunabilir ve ucuz maliyetli bir bileşik olmasıdır.

Katılar elektriksel iletkenliklerine göre üç farklı şekilde isimlendirilirler. Bunlar; İletkenler, Yalıtkanlar ve Yarı iletkenlerdir. ZnO yaklaşık 3,4 eV'lik (UV'ye yakın) geniş bant aralıklı bir yarıiletkendir ve altıgen wurtzite yapıda kristalleşir. Yarı iletkenlerin enerji bant aralıkları iletkenler ile yalıtkanlar arasındadır. Bu durum elektriksel iletkenliğinin olduğunu gösterir. Böylece teknolojik uygulamalarda geniş bir kullanım alanına sahiptirler.

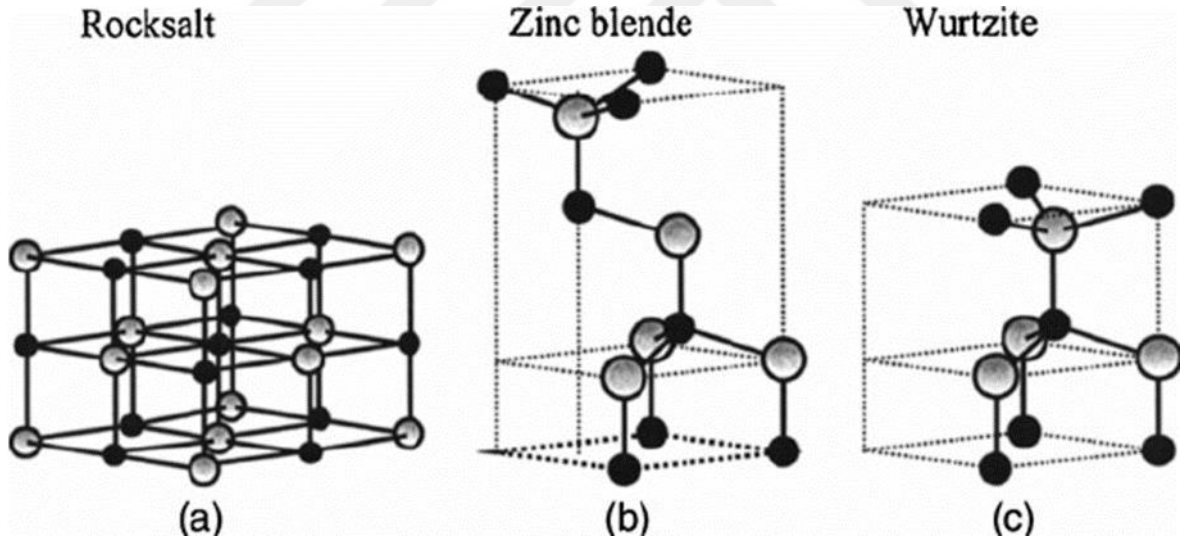
Metallerde bulunan serbest elektronların miktarı çok fazla olduğundan dolayı iletkenlik değeri çevre koşullarından zor etkilenirler. Yarıiletkenlerde ise serbest elektron yoğunluğu oldukça düşüktür. Buna bağlı olarak dış etkenler ile iletkenliklerinde değişiklik yapma imkanı sunar. Yarıiletkenlerin iletkenlik özelliklerini değiştirmek için farklı maddelerle katkılama yapılabilir. Bu işleme “doping” adı verilir. Bunun dışında farklı sıcaklıklar uygulanarak da iletkenliklerinde değişim meydana getirilebilir. Aynı zamanda ZnO'nun piezoelektrik özellikleri onun hidrojen üretiminde sensör, enerji jeneratörü ve fotokatalizör olarak kullanılabileceği anlamına gelmektedir. İşlevsel yarı iletken malzemelerden biri olan ZnO'nun altıgen kristal yapısı tetrahedral olarak koordine edilmiş Zn^{+2} katyonlar ve O^{2-} anyonları piezoelektriği desteklemektedir ve yüksek kararlılıktaki ilave katkı maddesi piezoelektriği daha da güçlendirmektedir [1].

Bu tez çalışmasında farklı altlıklar üzerinde metal katkılı ve katkısız ZnO nanoçubuklar üretilmiştir. Farklı konsantrasyonlarda katkılama yapılarak üretimi gerçekleştirilen nanoçubukların yapısı taramalı elektron mikroskobu (SEM), enerji dağılımlı x-ışını (EDX) spektroskopisi ve X-ışını difraksiyonu (XRD) yöntemleri kullanılarak incelenmiştir. Ardından farklı sıcaklıklarda ve konsantrasyonlarda gaz ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Nanoçubuklar üretiminde sol-gel metodundan ve ardından hidrotermal yöntemle yararlanılmıştır.

2. TEORİK BİLGİ

2.1 Çinko Oksit

Çinko oksidin (ZnO) kullanımı hakkındaki bilgiler, milattan önceki yıllara kadar uzanmaktadır. Safılaştırma, temizleme ve koruma gibi çeşitli alanlarda sıkça tercih edilmiştir. 1900'lü yıllardan sonra, ZnO'nun fiziksel ve kimyasal özelliklerinin detaylı araştırılmasıyla beraber keşfedilen özellikleri, günümüzde teknolojik alanlarda önemli bir yere sahip olmasını sağlamıştır. ZnO, geniş ve doğrudan bant geçişli bir yarı iletken malzemedir. ZnO'nun kristal yapısı, çeşitli formasyonlarda bulunabilir. Kaya tuzu formu yüksek basınç altında oluşurken, kübik kristal yapısı bir altlık üzerinde büyüyerek çinko harmanı yapısını oluşturabilir. Termodinamik olarak en kararlı yapı ise wurtzite kristal yapısıdır. Aynı zamanda yaygın olarak kullanılan Wurtzite yapısı, eşkenar dörtgen prizmanın merkezindeki Zn atomunun etrafını saran O atomlarından oluşan tetrahedral alt örgülerinin birleşimiyle oluşur. ZnO' nun üç farklı kristal yapısı, şekil 2.1'de verilmiştir. Bu yapının polarizasyon özellikleri, piezoelektrik özelliklerini etkiler ve kristal büyümesi ile aşındırma hızını belirler.



Şekil 2.1: ZnO' nun kristal yapıları a) kübik kaya tuzu, b) kübik çinko blend c) hegzagonal wurtzite yapı [2].

2.2 ZnO Uygulama alanları

ZnO yaşamımızda çok çeşitli uygulama alanlarında sıkça kullanılmaktadır. Örneğin elektronik uygulamalar arasında, güneş pilleri, UV lazerler, ve sensörler yer almaktadır. Tekstil, boya sanayii ve kaplamalar, endüstriyel uygulamalarındandır. Fotokatalitik uygulamalar arsında ise hidrojen üretimi, su arıtma, koku giderme ve hava temizleme

sistemleri yer almaktadır. Diş macunu, krem bileşenleri ve ilaç yapımında da biyomedikal alanda kullanımına rastlanmaktadır[3].

2.3 ZnO Nanoyapılar

ZnO n-tipi yarıiletkenler arasındadır. Düşük maliyetli çevre dostu bir malzeme olduğu bilinmektedir. Nanoyapılı ZnO geniş kullanım alanlarından dolayı araştırmalara sıkça konu olmuştur. Özellikle elektronik ve optik sensör uygulamalarındaki çalışmalarda olumlu özelliklerinden dolayı araştırmalarda ilgi çekmiştir [4]. Altıgen wurtzite ve kübik form olmak üzere iki tip kristal formu bulunur. Ortam koşullarında en kararlı formu wurtzite yapı olduğu için yaygın olarak wurtzite yapıda kullanılmaktadır [5]

Nanomalzemeler boyutlarına bağlı olarak sınıflandırılırlar. Bir boyutlu nanomalzemeler arasında nanoteller, nanoçubuklar ve nanotüpler olmak üzere üç farklı yapı bulunmaktadır. Nanoçubuklar ile nanotellerin ayırt edilebilmesi için boy çap oranına bakılması gerekmektedir. Boy ve çap oranı 20' ye eşit ve küçük ise nanoçubuk olarak adlandırılmıştır. Bu oran 20'den büyük ise nanotel olarak adlandırılmıştır. Nanoyapılar üretilirken aynı yöntem kullanılarak farklı sıcaklıklarda veya farklı sürelerde uygulandığında nanoyapılarda çeşitlilik sağlanabilir [6].

2.4 Metal Katkılı ZnO

ZnO'nun kimyasal özelliklerindeki sınırlayıcılıklarını ortadan kaldırmak ve uygulama alanlarındaki kullanımını iyileştirmek amacıyla katkı ZnO çalışmaları gerçekleştirilmiştir. ZnO, en çok çalışılan metal oksit malzemelerden biridir. Bunun en önemli sebebi, kolay üretimi ve benzersiz yüzey özelliklerine sahip olmasıdır[7], [8], [9]. Literatürde metal oksit nano yapılar üzerinde katkılama yapmak için termal buharlaştırma, spin kaplama, hidrotermal yöntem, anodizasyon yöntemlerinden yararlanılmıştır. Metal katkısı iyon konsantrasyonunun artmasına neden olur. ZnO'nun sahip olduğu fotokatalitik özelliklerini arttırmak amacıyla metal katkılama yöntemi, çalışmalarda sık tercih edilmiş olup saf ZnO ile karşılaştırıldığında daha iyi bir fotokatalitik özelliğe yol açtığı gösterilmiştir. Foto-elektrokimyasal özellikler, doping işlemi yoluyla ZnO'ya safsızlıkların (Ag, Fe, Ni ve Pd gibi) eklenmesiyle de zenginleştirilebilir [10].

Ni, Mg, Ag, Fe elementleri katkılamada sık kullanılan elementlerdendir [11]. Katkılama sonrasında algılayıcının gaz ile etkileşiminden sonra akım ve dirençteki değişim,

iletkenlikte deęiřime sebep olmaktadır. Bu deęiřim sensör sinyali olarak gözlemlenmektedir. Sinyalin okunabilmesi için algılayıcı katman üzerinde metal elektrotlardan yararlanılmaktadır[12]. Metal katkılama işlemi sonucunda sensör duyarlılığı ve kararlılığının artırılmasına yönelik çalışmalar mevcuttur [13].

2.5 ZnO Nanoçubukların Üretim Yöntemleri

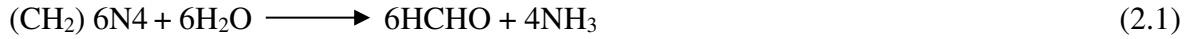
Çinko oksit nano yapılar farklı fiziksel ve kimyasal yöntemlerle üretilmişlerdir. Hidrotermal büyüme, kimyasal buhar biriktirme, elektrokimyasal depolama ZnO nanoyapıları üretmek için yaygın olarak kullanılan yöntemlerdir [6].

2.5.1 Hidrotermal büyüme

ZnO ile gerçekleştirilen çalışmalarda sıkça kullanılan yöntemlerden biridir. Ucuz maliyetli bir yöntem olması, uygulama pratikliği ve fiziksel parametrelerdeki deęişikliklerle farklı büyüklükte ve yapıda nanoçubukların üretilmesinden dolayı ilgi çekmektedir. Bu yöntemde yüksek sıcaklık ve basıncın etkisiyle üretim gerçekleştirilir [14]. Ancak 100 derecenin altındaki düşük sıcaklıklarda da nanoçubuk üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Sık tercih edilme nedenlerinden biri de bu durumdur. Cam malzeme üzerinde hidrotermal yöntem kullanılarak üretilen ZnO nanoçubuklar ile yapılan çalışmada, çözeltinin konsantrasyonunun artmasıyla ZnO nanoçubukların yoğunlaştığı ve birbirini destekleyerek dikey olarak büyütüldüğü belirtilmiştir. Aradından NO₂ gazına karşı üretim sıcaklığına baęlı olarak deęişen tepkisi incelenmiştir. Araştırma sonucunda sıcaklığın artması ile sensör tepkisi önce artmaktadır. Daha sonra tüm numuneler için sensör tepkisi azalmaktadır[15]. Yapılan çalışmalardan birinde hidrotermal yöntem kullanılarak 60-120 nm çapında yaklaşık olarak 300 nm uzunluğunda ZnO nanoçubuklar üretilmiştir. Çözelti konsantrasyonundaki Zn miktarı deęiştirilerek ZnO nanoçubuklar büyütülmüş, LPG algılama özellięi incelenmiştir. Konsantrasyonda yapılan deęişiklikler ile yüksek en boy oranına sahip ZnO nanoçubuklar üretildiğinde daha fazla oksijen absorbe ettięi gözlenmiştir. Böylece yüksek en boy oranına sahip nanoçubukların LPG algılama için etkin bir şekilde kullanılabileceęi sonucuna varılmıştır [14].

Literatürde çinko oksidin yapısına elektronik ve kimyasal olarak hassasiyet kazandırmak için metal iyonları ile katkılama yapılabilir. Ayrıca N veya P tipi metal oksit yarı iletken malzemelerin katkılanması gibi yöntemler kullanılabilmektedir[16].

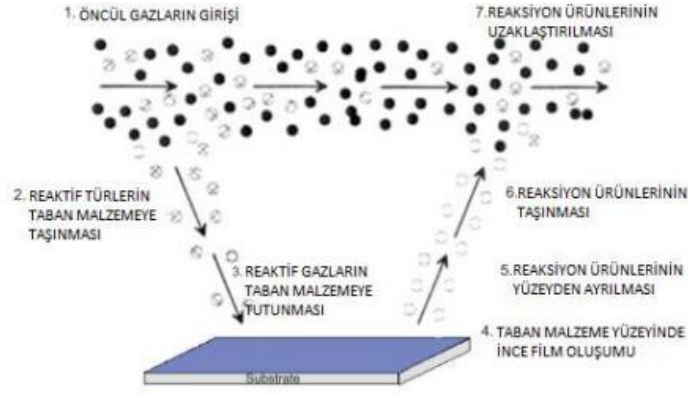
Hidrotermal işlem sırasında gerçekleşen kimyasal reaksiyonlar [6]:



Hidrotermal işlem sırasında Hekzametilen tetramin (HMTA)'in görevi, Zn^{2+} ile reaksiyona girerek ZnO oluşmasını sağlayan hidroksil iyonlarını sağlamaktır. Ayrıca HMTA'nın çözeltinin pH değerini ve OH^- iyonlarını dengede tutarak pH tamponu görevi yaptığı düşünülmektedir [17]. Oksit oluşumu sırasında termodinamik olarak daha kararlı olan faz daha yavaş çökecektir. pH' daki kademeli artış ve Zn iyonlarının konsantrasyonundaki azalma ile $\text{Zn}(\text{OH})_2$ termodinamik olarak kararsız hale gelir ve örnek üzerinde oluşan $\text{Zn}(\text{OH})_2$ çözünmeye başlar. ZnO' nun doğru koşullarda biriktirilmesi sonucunda ZnO nanoçubuklar meydana gelmektedir. Nanoçubuklar sahip olduğu wurtzite kristal yapı sebebi ile altıgen şekile sahiptir [18].

2.5.2 Kimyasal buhar biriktirme

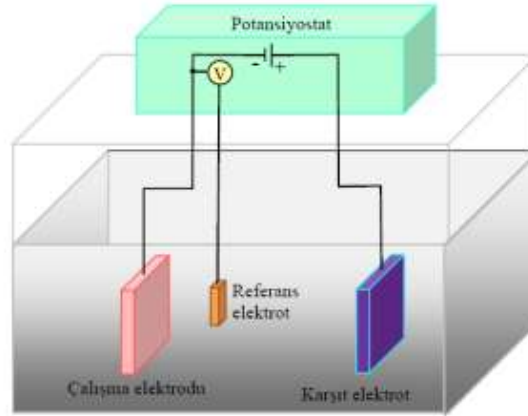
Kapalı bir ortamda, kimyasal bileşiğin katı fazdan gaz fazına geçişi gerçekleştirilir ve bu gaz fazı, taşıyıcı gaz tarafından taşınarak taban malzeme üzerinde difüzyon yoluyla birikir. Bu işlem, kimyasal buhar biriktirme yöntemi olarak adlandırılır. Elde edilen kaplama, genellikle 10 mikrometre kalınlığından daha incedir. Kullanılan malzemenin türüne bağlı olarak sıcaklık 1100°C'ye kadar ulaşabilir. Kaplama süresi, istenilen kalınlıkla orantılı olarak ayarlanır. Malzemenin morfolojisi ve kristal yapısı, işlem parametrelerinde yapılacak değişikliklerle hassas bir şekilde kontrol edilebilir [19]. Yöntemin şematik gösterimi şekil 2.2'de verilmiştir.



Şekil 2.2: Kimyasal buhar biriktirme yöntemi mekanizması [8], [19].

2.5.3 Elektrokimyasal depolama

Elektrokimyasal depolama yöntemi veya elektro kaplama olarak da bilinen bu yöntem, çözeltilerden ince film kaplama işlemini gerçekleştirmek için kullanılır. Bu işlem hem metalik hem de metalik olmayan yüzeyler üzerinde yapılabilir. Bu teknik, özellikle belirli şekillerin oluşturulmasında ve geniş alanların kaplanmasında önemli avantajlar sunar. Elektrokimyasal yöntem düzeneği şekil 2.3’ de verilmiştir.



Şekil 2.3: Elektrokimyasal depolama düzeneği [20].

Elektro kaplama yöntemi, kontrol edilen parametreye bağlı olarak ikiye ayrılır: potansiyel kontrollü elektro kaplama ve akım kontrollü elektro kaplama. Her iki yöntemin de kendine özgü uygulama alanları ve avantajları bulunmaktadır. Akım kontrollü elektro kaplama, sabit akım gerektiren uygulamalar için tercih edilirken, potansiyel kontrollü elektro kaplama, belirli bir ürünün elde edilmesi için daha uygundur. Elektro kaplama yönteminin seçimi, film kaplama uygulamasının hedeflerine ve elde edilmek istenen sonuca bağlı olarak belirlenir. Bu yöntem, hidrotermal büyütme işlemine göre daha kısa sürede gerçekleştirilebilmektedir. Düşük sıcaklıklarda boyutu ve morfolojiyi kontrol ederek ZnO nanoyapılar üretilmesini sağlamaktadır [7]. Yapılan bir çalışmada elektrokimyasal depolama

yöntemi ile Cu katkılanan ZnO nanoçubuklar üretilmiştir. Nanoçubuklar, QCM tabanında Au metal elektrodunun üzerinde sentezlenmiştir. Cu katkılama işleminin test edilen tüm sensör performnslarını geliştirdiği görülmüştür. Test edilen gazlar arasında en yüksek tepki, oda sıcaklığında ölçümleri alınan hidrojen sülfür (H_2S) ve hidrojen siyanür (HCN) gazlarındadır. Cu katkılı ZnO nanoçubuk sensörünğn tespit limiti değeri H_2S için 79 ppb HCN için ise 169 ppb olarak hesaplanmıştır [7].

2.6 Nanoteknoloji

Bir maddenin nanoteknoloji çalışma alanında kabul edilebilmesi için boyutunun 1 ile 100 nm arasında olması gerekmektedir. Bu boyuttaki maddelerin yapılarının araştırılması ve farklı uygulama alanlarının araştırılması için nanoteknoloji terimi kullanılmıştır. Nanoteknolojinin ilerlemesinde en büyük adımlardan birini atmış olan Michael Faraday 1857 yılında küçük altın nanotanecikler içeren sulu kolloidal karışımlar hazırlayarak bunların optik ve elektriksel özelliklerini incelemiştir. İlerleyen yıllarda nanoparçacıkların boyutlarını ilk defa Richard Zsigmondy ölçmüştür. Nanometre kavramını ilk defa kullanmıştır. Nanoteknoloji terimini ilk defa kullanan bilim insanı Norio Taniguchi'dir. 21.yüzyılın başlarından itibaren ortaya çıkan ve o dönem devrim niteliğinde kabul edilen nanoteknoloji ve nanobilim terimleri o dönemdeki çalışmalarda öncü olmuştur. Japon bilim insanı Norio Taniguchi, nanometre mertebesinde meydana gelen yarı iletken süreçleri tanımlamak için "nanoteknoloji" terimini kullanan ilk kişi olmuştur [21].

2.7 Nanoteknoloji Uygulama Alanları

Gıda, kozmetik, paketlenme sektörleri, ürünlerin raf ömrünün belirlenmesi gibi insan hayatının içerisinde yer alan birçok alanda nanoteknolojiye rastlanmaktadır. Ayrıca doku mühendisliği, nanosensörler, biyosensörler, hastalık teşhisi ve tedavi, antibakteriyel kaplama vb. sağlık alanındaki uygulamalarda nanoteknolojiden yararlanılmaktadır [22]. Aynı zamanda iletişim, otomobil üretimi, savunma sanayi, uzay bilimi gibi özellikle yeni nesil cihazların üretiminde pek çok alanda gelişmiş uygulamaları bulunmaktadır. Nanoteknolojinin bu kadar çeşitli uygulamalara sahip olmasının bir nedeni, maddelerin nano boyutlarda farklı davranmasıdır. Nano boyutlarda maddelerin yüzey/hacim oranının artması maddeyi olduğundan daha aktif konuma getirir. Bunun sonucunda diğer atomlarla etkileşimlerine katkı sağlanmış olacaktır.

2.8 Gaz Sensörleri

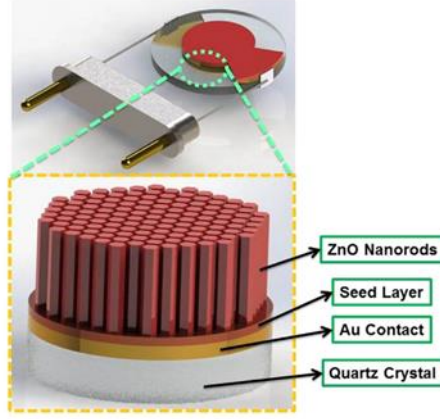
Yaşamımız için en önemli ihtiyacımız nefes alıp vermektir. Bu temel ihtiyacımızı karşılayabilmek ve yaşam kalitemizi arttırabilmek için bulunduğumuz ortamlardaki zehirli gazları tespit edebilmemiz gerekmektedir. Bilim insanları tarafından tehlikeli gazların tespiti ve ortamdan çıkarılabilmesi adına çalışmalar gerçekleştirilmektedir. Organik ve inorganik buharları algılayabilen çok çeşitleri sensörler günümüzde mevcuttur. Biyo sensörler, optik sensörler, akustik sensörler, mekanik sensörler, kimyasal sensörler bunlara örnektir. Gaz algılama teknolojisi, farklı gazlar ve bu gazların uygulama alanlarındaki çeşitliliklerinden dolayı araştırmalara sıkça konu olmuştur. Sensörlerin herhangi bir gazı algılama karakteristiği, algılayıcı malzemenin boyutu ile büyük ölçüde ilişkilidir. En sık kullanılan algılama malzemeleri, sensörlerin üretiminde düşük maliyet ve yüksek hassasiyet gibi çeşitli avantajlar sağlayan metal oksit yarı iletkenlerdir. Yarı iletkenler arasında ise geçiş metallerinin kullanımı daha sık karşımıza çıkmaktadır. Gazların konsantrasyonuna duyarlı olarak kullanılan yaygın metal oksitler n-tipi yarı iletkenlerdir [6].

Yarıiletken sensörler tasarlanırken genellikle metal oksitlerden yararlanılır. Kalay oksit ve çinko oksit sık kullanılan yarı iletkenlerdendir. İnce film gaz sensörlerinin çalışma prensibi, ortamda bulunan gaz miktarına göre yüzeydeki taşıyıcı elektron miktarının değişmesi ve buna bağlı olarak elektriksel dirençte meydana gelen değişikliğin ölçülmesine dayanır [23]. Günümüze kadar pek çok sensör çeşiti geliştirilmiştir. Bu nedenle zaman içinde farklı sınıflandırmalar gerçekleştirilmiştir. Mekanik sensörler, termal sensörler, manyetik sensörler, elektriksel sensörler, kimyasal sensörler, optik sensörler bu sınıflandırmalara örnektir.

2.8.1 Nano Yapılı Gaz Sensörleri

Günümüze kadar yapılan çalışmalarda kuartz kristal mikroterazi (QCM), kimyasal dirençli yüzey akustik dalgası (SAW) gibi farklı yüzeyler, gaz sensörü sistemlerine uyarlanmıştır. Kütleye duyarlı gaz sensörlerinden olan QCM sensörleri, algılama katmanına adsorbe edildiğinde kütlede meydana gelen değişikliği doğrudan ölçebilmektedir. QCM tabanlı sensörler, metal oksit yarı iletken (MOX_S) malzemeleri algılamak için kullanıldıklarında yük taşıyıcılara ve ısı işlem uygulanmasına ihtiyaç duymazlar [24]. Bu durum QCM tabanlı sensörlerin diğer transdüser (dönüştürücü) yapılarına göre en büyük avantajlarından biridir. QCM tabanlı pek çok sensör çalışmasına ek olarak tehlikeli gazların

tespit edilmesinde kullanılmak üzere üretilen, metal oksit ve QCM tabanlı sensör çalışması sınırlı sayıdadır. QCM üzerinde üretilen nanoçubukların şematik görüntüsü şekil 2.4' de verilmiştir. Literatürde bulunan çalışmalarda QCM sensörlerin oda sıcaklığında NO₂'ye karşı tepkisinin iyi olduğu görülmüştür ve 250 ppm'den daha yüksek NO₂ konsantrasyonlarının tespiti için kullanılabileceği görülmüştür.[25].



Şekil 2.4: QCM üzerinde üretilen metal oksit nanoçubukların gösterimi[24].

Sensörlerde kullanılan yarı iletken oksitlerin nano yapıları, yüksek yüzey hacim oranına sahiptirler. Bu nedenle araştırmalara sıkça konu olmuşlardır [13]. Yarı iletken oksitlerin gaz algılama özellikleri, büyük oranda malzemenin yüzeyindeki yapıya bağlıdır. Bu sebeple nano yapıdaki gaz sensörlerinin düşük konsantrasyonlardaki gaz moleküllerini yüksek ölçüde algılayabilmesi ve ince filmlere dayalı gaz sensörlerine kıyasla daha iyi algılama performansına sahip olması beklenmektedir [26], [27]. Yapılan bir çalışmada saf ZnO yapıda bulunan sensör ile Au metali ile kaplanan sensör üzerinde etanol gazını algılamaları incelenmiştir. Sensör hassasiyetleri ve tepki süreleri dikkate alındığında Au katkılılama işleminin sensörün performansını arttırdığını göstermiştir[13].

2.8.2 Metal Oksit Yapılı Gaz Sensörleri

Kimyasal sensörler içerisinde yer alan bir gaz bileşiğinin örneğinden alınan kimyasal bilgiyi algılayıcı yardımı ile sinyale dönüştüren sensör çeşitlerinden biri metal oksit gaz sensörleridir. Metal oksit malzemeler gaz sensörü uygulamalarında sıkça kullanılırlar. TiO₂, ZnO, WO₃, SnO₂ bunlara örnektir. Metal oksitler, kimyasal ortamlara karşı yüksek hassasiyet gösterirler. Bu sebeple özellikle yüksek sıcaklık ve basınç gibi zorlu ortam koşullarında diğer gaz sensörlerine kıyasla üstün performans gösterirler. Metal oksit nanoyapılar yüksek yüzey alanları sayesinde, gaz moleküllerinin yüzeydeki etkileşimlerini güçlendirerek daha yüksek

algılama kapasitesine sahiptirler. Bu sebeple çok sık kullanılan sensör çeşididir.

ZnO nanotelleri oda sıcaklığında metal oksitlerin algılama mekanizması genellikle elektriksel ve kimyasal tepkimelere dayanır. Örneğin, NO₂ gibi yüklü moleküller metal oksit yüzeyindeki boş bölgelere bağlanarak iletkenliği azaltırken, CO ve H₂ gibi diğer gazlar yüzeydeki oksijenle reaksiyona girerek iletkenliği artırır. Bu tür redoks reaksiyonları, metal oksitlerin gaz algılamasını ve metal oksit nanotellerin gaz sensörlerinde yaygın olarak kullanılmasını sağlar [6].

2.9 Metal Oksit Tabanlı Sensörlerin Gaz Algılama Mekanizması

Yarı iletken metal oksit malzemeler değerlik ve iletkenlik bandına sahiptir. Bu bantlar arasındaki ayırım Fermi seviyesi ile belirlenmektedir. Fermi seviyesi, mutlak sıcaklıkta ($T=0$ K) elektronların aldığı en yüksek enerji konumudur. Metal oksit malzemenin sahip olduğu Fermi seviyesi, değerlik bandı ve iletkenlik bandı arasındaki konumlandırmalarına göre iletken, yarı iletken ve yalıtkanlar olarak adlandırılırlar. Yalıtkanların değerlik bant aralıkları elektronlar ile doludur ve bant aralıkları geniştir (10 eV ve üzeri). Band aralıklarının geniş olmasından dolayı bu malzemelere iletkenlik özelliği kazandırılması için fazla enerjiye ihtiyaç vardır. Yarı iletken malzemelerde ise bant aralığı yalıtkanlara göre daha azdır (0,5 – 5 eV). Yarı iletken malzemelerde ortam koşulları değiştirilerek yük taşıyıcıların ortaya çıkması için gerekli olan enerji sağlanabilir. İletkenlerde ise yük taşıyıcılar (elektronlar) her zaman iletkenlik bandında yer almaktadır [29]. Yarı iletken metal oksit malzemeler gaz sensörü uygulamalarında kullanıldıklarında gazlarla kimyasal reaksiyona girerler ve reaksiyon sürecinde elektron verirler.

Metal oksitlerin algılama mekanizması, temel olarak oksijen boşluklarının bulunduğu oksit yüzeylerinin elektriksel ve kimyasal tepkimelere girmesiyle çalışır. Bu mekanizma sayesinde iki farklı algılama cevabı elde edilir. Birincisi yüklü moleküller (NO₂, O₂), oksijen boşluklarına tutunarak iletim bandındaki elektronları çekebilir ve bu durum, iletkenliğin azalmasına yol açar. Metal oksit yüzeyine tutunan gaz moleküllerine önemli bir örnekte nemdir. İkincisi ise, CO ve H₂ gibi gaz molekülleri, yüzeydeki bağlı oksijenle reaksiyona girerek, yakalanmış elektronları iletim bandına geri salarak iletkenliği artırır [30].

Bu tepkimeler, redoks reaksiyonları olarak bilinir ve indirgenme ile yükseltgenme süreçlerini içerir. İletkenlikteki azalma ve artışı açıklayan bu reaksiyonlar, aşağıda verilen iki örnekle açıklanabilir.

İndirgeyici ve oksitleyici gazların metal oksit malzemelerin üzerindeki oksijen iyonları ile oluşturduğu kimyasal tepkimeler aşağıdaki gibidir.

İndirgeyici gazlar;



i) Oksitleyici gazlar;



Metal oksit gaz sensörlerinin algılayıcı yüzeyine farklı malzemeler katılarak gaz algılayıcı özelliğinde değişiklikler meydana getirilebilir. Katılmanın sensör performansına etkilerini inceleyen çalışmalarda vardır [31]. Yarıiletken metal oksit malzemeler çeşitli gazlarla kimyasal reaksiyona girdiklerinde indirgenme veya yükseltgenme gerçekleştirebilirler.

Nanomalzemelerin boyutları mikro taneli malzemelere göre daha küçük olduğundan, yüzey/hacim oranları çok daha yüksek olur. Bu özellik, gaz sensörlerinin performansını önemli ölçüde artırabilir. Nano ölçekli malzemeler, daha geniş yüzey alanları sayesinde, gazların sensörle daha etkili bir şekilde etkileşime girmesini sağlar ve bu da sensörlerin hassasiyetini ve yanıt süresini iyileştirir. Ayrıca, nano malzemeler genellikle daha az hammadde kullanılarak üretilebilir, bu da maliyetleri düşürür ve üretim süreçlerini daha güvenilir hale getirir. Yarı iletken gaz ve nem sensörleri gibi düşük maliyetli üretilebilen sensörler hava kalitesinin izlenmesi ve optimizasyonu açısından büyük bir potansiyele sahiptir. Bu sensörler, ortamda bulunan gaz ve nem seviyelerini hassas bir şekilde ölçerek, hava kalitesini artırma ve çevresel kontrol sağlama konusunda önemli katkılarda bulunabilir [32].

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 Altlıkların Temizlenmesi

İnce film kaplanacak altlık malzemeler, aseton, izopropil alkol ve saf su ile 15'er dk ultrasonik banyo yardımı ile temizlenmiştir. Ardından kuru hava ile kurutulmuştur.

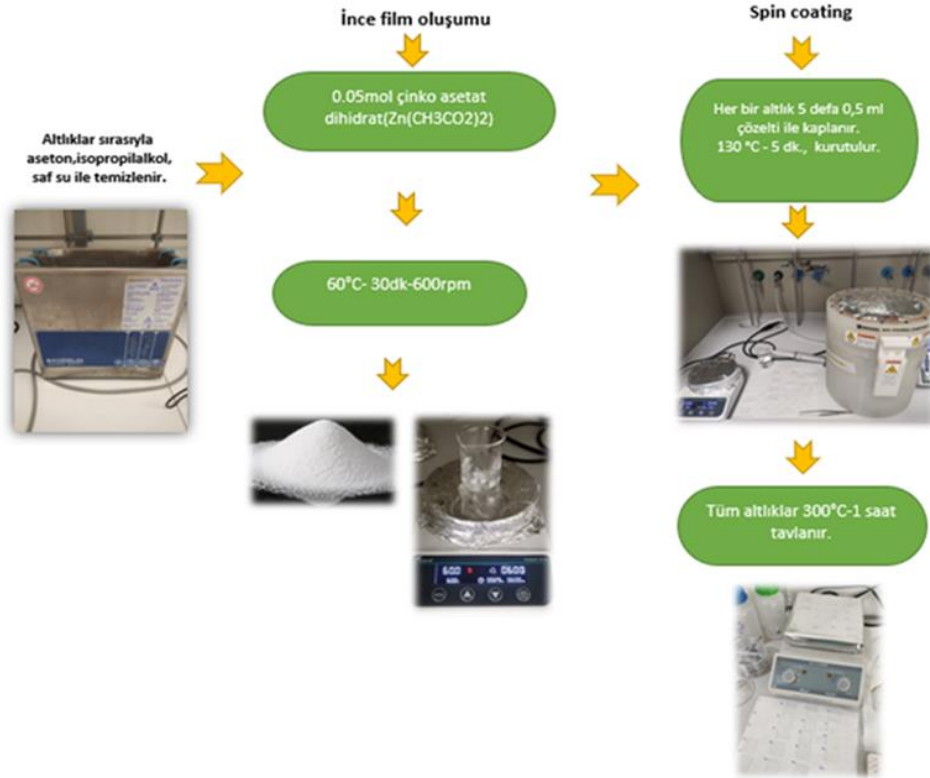
3.2 Tohum Katmanı Sentezlenmesi

Altlıklar üzerinde ZnO nanoçubukların homojen olarak büyümesini sağlamak amacıyla ince film üretimi gerçekleştirilmiştir.

İnce film tohum katmanı kaplanmasında sol jel yönteminden yararlanılmıştır. Bu yöntem ile metal oksit ince filmlerin oluşturulabilmesinde önemli etkenler, film oluşturulacak yüzeydeki çözeltinin uygun yöntem seçilerek kaplanması ve doğru sıcaklıkta ısıtılma işlemi uygulanmasıdır. Sol-gel yöntemi avantajları aşağıdaki gibidir;

- Daha homojen kaplanmış örnekler elde edilebilir.
- Nanometre boyutunda üretim gerçekleştirilebilir.
- Düşük sıcaklıklarda da üretim gerçekleştirilebilir. Böylece enerji tasarrufuna katkı sağlar.
- Düşük maliyetli üretim yöntemidir.

Tohum katmanı üretiminin şematik gösterimi şekil 3.1' de gösterilmiştir. 0.05mol çinko asetat dihidrat çözeltisi etanol ile hazırlanmıştır. Hazırlanan çözelti içerisine balık atılarak ısıtıcılı manyetik karıştırıcı cihazı 60°C ve 600rpm değerlerine ayarlanmıştır. Homojen karışım olması için 30 dakika boyunca manyetik karıştırıcıda hazırlanmıştır. Hazırlanan çözelti her bir örnek üzerine 0,5ml çözelti ile döndürülerek kaplanmıştır (WS - 650MZ-23NPPB spin coater). Ardından 5'er dk 130 °C ile tavlama işlemi yapılmıştır. Bu işlem her bir örnek için 5 defa tekrarlanmıştır. İşlem sonunda tüm örnekler 300 °C 1 saat tavlama işlemiyle tavlama işlemi yapılmıştır.



Şekil 3.1: Tohum katmanı üretiminin şematik gösterimi.

3.3 Nanoçubukların Hidrotermal Yöntem ile Üretilmesi

Tohum katmanı üretimini gerçekleştirdiğimiz numunelerin her biri için belirlenen konsantrasyonlar ve sıcaklık değerlerinde hidrotermal işlem uygulanmıştır. Hidrotermal işlem basamaklarının şematik gösterimi şekil 3.2’ de verilmiştir.

Çözeltiler 100ml ultra saf su içerisinde hazırlanmıştır. Çözeltide çinko kaynağı olarak çinko asetat [$\text{Zn} (\text{CH}_3\text{CO}_2)_2$] ve çinko nitrat hekzahidrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) kullanılmıştır. Eşit molaritede çinko kaynağı ve hekzametilentetramin (HMTA) 30dk boyunca 600rpm’ de karıştırılmıştır. Böylece katkısız ZnO nanoçubukların belirlenen konsantrasyonlar için üretimi gerçekleştirilmiştir. Ni ve Ag katkılı örneklerde ise belirlenen katkı oranları kadar nikel asetat [$\text{Ni} (\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$] ve gümüş nitrat (AgNO_3) kullanılmıştır.

Hazırlanan çözeltiler içerisine dik olarak sabitlenen altıtkılar belirlenen sıcaklık değerinde ve farklı sürelerde etüvde bekletilmiştir. Ardından numuneler saf su ile yıkayıp kurutulmuştur.

Hidrotermal işlem

100ml ultra saf su, çinko nitrat hekzahidrat ve HMTA ile ZnO sulu çözeltisi hazırlanır.



Çözelti 600 rpm ile 30 dk karıştırılır.



Altık malzeme, sıvı içerisinde dik duracak şekilde sabitlenir.



Her bir konsantrasyon yüzdesi için farklı sıcaklık ve sürelerde etüv içerisinde hidrotermal işlem uygulanır.



Şekil 3.2: Hidrotermal işlem basamakları şematik gösterimi.

3.3.1 Farklı konsantrasyonlarda katkısız ZnO nanoçubukların üretilmesi

İnce film tohum katmanı sentezlenen numuneler için üç farklı konsantrasyonda sulu çözelti hazırlanmıştır. Numuneler hazır olan çözeltilere dikey bir şekilde yerleştirildikten sonra 3 saat hidrotermal işlem uygulanmıştır. Süre sonunda sulu çözeltiden çıkarılan numuneler saf su ile yıkanıp kuru hava ile durulandıktan sonra yaklaşık 15 dakika kurutulmuştur. 0.005M, 0.01M, 0.02M olmak üzere hazırlanan çözeltiler ile cam altlıklar ve QCM üzerinde katkısız ZnO nanoçubuk üretimi gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan örneklerin yüzey morfoljisi ve atomik dağılımları SEM ve EDX görüntülerinden elde edilen veriler ile incelenmiştir.

3.3.2 Farklı sıcaklıklarda katkısız ZnO nanoçubukların üretilmesi

Çözelti konsantrasyonu 0.01 M olacak şekilde sabit tutulup 90-120-150°C olmak üzere üç farklı sıcaklıkta sabit süre (3 saat) ile katkısız çinko oksit nanoçubukların üretimi gerçekleştirilmiştir. Numunelerin kodları ve üretim sıcaklıkları tablo 3.1' de verilmiştir. 90°C' de gerçekleştirilen üretimler, ısıya dayanıklı ve kapaklı cam şişelerde gerçekleştirilmiştir. 90°C üzerindeki tüm sıcaklık değerleri için telfon kaplı bir paslanmaz çelik otoklavda üretim gerçekleştirilmiştir. Altlıklar üzerinde sentezlenen nanoçubukların yapısal karakterizasyonları yapılmıştır.

3.3.3 Ni katkılı ZnO nanoçubukların üretimi

Ni metali ile katkılanan ZnO nanoçubukların üretiminde nikel asetat [$\text{Ni}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] ile birlikte çinko asetat [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2$] kullanılmıştır. Hidrotermal işleminin uygulanacağı sulu çözelti hazırlanırken %1, 2, 3, 5, 7, ve 10 olmak üzere 6 farklı yüzdede nikel asetat ilave edilerek çözeltiler hazırlanmıştır.

3.3.4 Farklı konsantrasyonlarda Ag katkılı ZnO nanoçubukların üretimi

Ag katkılı nanoçubukların üretimi için gümüş nitrat (AgNO_3), Çinko nitrat heksahidrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ve hekzametilentetramin (HMTA) kullanılmıştır. 90°C' de 3 saat ve 150°C' de üretimi gerçekleştirilmiştir. Çözelti içerisine %1 ile %10 arasında Ag içeren sıvı çözeltiler hazırlanmıştır. Hazırlanan Ag ve Ni katkılı örneklerin yüzdelere göre verilen kodları tablo 3.2' de verilmiştir.

3.3.5 Farklı sıcaklıklarda %5 Ag katkılı ZnO nanoçubuk üretimi

Seçilen %5 Ag katkılı örnekler 90, 120, 150, 180 ve 200 °C olmak üzere 5 farklı sıcaklıkta 3 saat hidrotermal işlem uygulanarak üretilmiştir. Aynı çözelti içerisinde yaklaşık olarak 5 damla amonyum hidroksit (NH₄OH) ilave edilerek çözeltinin pH değeri 8.5' de dengede tutulmuştur ve 200°C' de 5 saat süre ile üretimi gerçekleştirilmiştir [10]. Farklı sıcaklıklardaki Ag katkılı örneklerin hidrotermal süresi ve uygulanan sıcaklık bilgisi tablo 3.3' de verilmiştir.

3.3.6 Farklı altlık üzerinde %5 Ag katkılı ZnO nanoçubuk üretimi

Kütlece %5 Ag içeren çözelti içerisinde 150 °C' de ilk olarak cam altlık üzerinde nanoçubuk üretimi gerçekleştirilmiştir. Ardından Tübitak MAM' da üretilen ısıtıcıli interdijital elektrot (IDT) çipler üzerinde nanoçubuklar üretilmiştir.

Tablo 3.1 : Katkısız ZnO nanoçubukların üretim sıcaklıkları tablosu.

0.01M katkısız ZnO'nun hidrotermal sıcaklığı	90°C	120°C	150°C	180 °C
Örnek kodu	K-90	K-120	K-150	K-180

Tablo 3.2 : Metal katkılı ZnO nanoçubukların metal katkı yüzdeleri tablosu.

Ni katkılı	%1 Ni (N1)	%2 Ni (N2)	%3 Ni (N3)	%5 Ni (N5)	%7 Ni (N7)	%10 Ni (N10)
Ag katkılı	%1 Ag (A1)	%2 Ag (A2)	%3 Ag (A3)	%5 Ag (A5)	%7 Ag (A7)	%10 Ag (A10)

Tablo 3.3: Ag katkılı ZnO nanoçubukların farklı sıcaklık ve sürelerde üretim tablosu

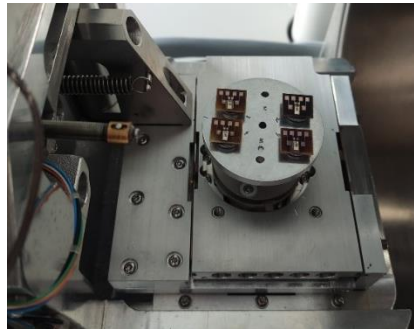
Sıcaklık	90 °C	120 °C	150 °C	180 °C	200 °C
Hidrotermal süresi	4 saat	4 saat	4 saat	6 saat	6 saat

3.4 Yapısal Karakterizasyon

Yapılan deneyler sonucunda üretilen katkılı ve katkısız ZnO nanoçubukların yüzey morfolojisi Qanta Feg 250 isimli taramalı elektron mikroskopunda (SEM) ve bu cihaza bağlı EDX cihazı ile incelenmiştir. SEM analizlerinin sonuçları üretilen nanoçubukların en boy uzunlukları yüzeydeki dizilimi ve çapları hakkında bilgilere sahip olmamızı sağlamıştır. SEM cihazı ve buna bağlı EDX'in iki fotoğrafı şekil 3.3' de verilmiştir. Cihaza yerleştirilen örneklerin fotoğraf görüntüsü şekil 3.4' de verilmiştir. EDX ile desteklenen SEM görüntüleri, saf ZnO, Ag katkılı ZnO ve Ni katkılı ZnO örneklerinin yüzey morfolojisini, boyutunu ve kimyasal bileşimini araştırmak için kullanılmıştır. Elde ettiğimiz veriler sonucunda metal katkılı ve katkısız ZnO nanoçubukların üretiminde değiştirmemiz gereken parametreleri belirleyerek deneysel basamaklarımızda sıcaklık, kaplama süresi ve konsantrasyon miktarı gibi değişiklikler yapılarak üretimlere devam edilmiştir. EDX verilerinden elde ettiğimiz sonuçlar ile numuneler üzerindeki kaplamalar sonucunda nanoçubukların sahip olduğu atomik konsantrasyonlar hakkında bilgi sahibi olmamız sağlanmıştır.



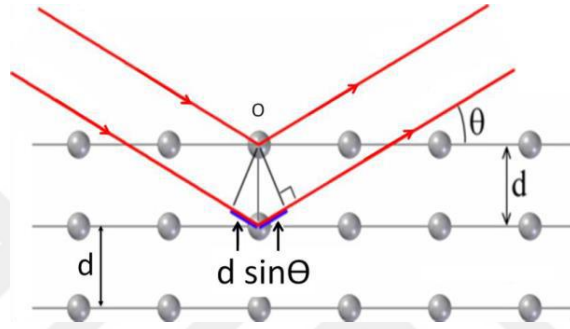
Şekil 3.3: Qanta Feg 250 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve bağlantılı EDX'in iki fotoğrafı.



Şekil 3.4: SEM cihazına yerleştirilen örneklerin görüntüsü.

Üretilen katkısız ZnO nanoçubukların XRD spektrumu incelenmiştir. X ışını kırınımı malzeme bilimi alanında yaygın olarak kullanılan önemli bir karakterizasyon tekniğidir. X-ışınları, yaklaşık 1 angstrom (Å) dalga boyuna sahip elektromanyetik dalgalardır. Kaynaktan çıkan x- ışını demeti kristal düzlemlerde kırınıma uğrar. Kırınım sonucundaki x-ışınları dedektör yardımıyla toplanır. Elde edilen bu veriler, malzemelerin parmak izi niteliğindedir. Bunlara karakteristik x-ışınları adı verilir. Hızlandırılmış elektronlar bir metal kaynağa çarptığında X ışınları salınır ve bu da $K\alpha$ ve $K\beta$ emisyonlarına neden olur [33].

X ışını toz kırınım metresi bragg yasasına ($2d\sin\theta = n\lambda$) uygun olarak çalışmaktadır. Şekil 3.5’ de bragg yasasının şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 3.5: Bragg yasasının şematik gösterimi [34]

3.5 Optik Özellikleri

Optik karakterizasyon işlemlerinde örnek üzerine 200 nm ile 1100 nm dalga boyları arasındaki ışık gönderilerek soğurma özellikleri incelenmiştir. Optik karakterizasyon işlemlerinde Scinco, S-3100 isimli UV-Vis cihazı kullanılmıştır.

3.6 Sensör Ölçümleri

Tez kapsamında gerçekleştirilen gaz ölçümleri TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezinde gerçekleştirilmiştir. Ölçüm sisteminin görüntüsü şekil 3.6’da verilmiştir. Gaz ölçüm sistemi gaz sensöründe gerçekleşen elektriksel sinyallerin tespiti ve bu sinyallerdeki değişimlerin ölçülmesine dayalı olarak çalışmaktadır. Sensör yüzeyine temas eden gaz molekülleri, sensör malzemesi ile fiziksel veya kimyasal etkileşim gerçekleştirmektedir. Bunun ardından sensörde akım veya direnç değişimlerini meydana getirmektedir.

Sensörde gerçekleşen akım ve direnç değişiminin ölçümü, sensör için belirlenen ideal voltaj değeri belirlenerek gerçekleştirilir. Ölçümler için Keithley 6517B güç ölçüm birimi (source measure unit) kullanılmıştır [34].



Şekil 3.6: Tübitak MAM biyomalzeme biyomekanik biyoelektronik mükemmeliyet merkezi laboratuvarı gaz ölçüm sistemi.

Ölçümleri gerçekleştirebilmek için ölçüm hücresi içerisindeki gazların geçişini sağlayan kütle akış metre, gaz akış kontrol cihazı ve test edilecek gaz tüpleri kullanılmıştır. Üretimi gerçekleştirilen sensörlerin gaz algılama özelliklerinin gözlemlenmesi için sensörler üzerinde oluşturulan tel kontaklardan (wire bonder) yararlanılmıştır. Hazırlanan numuneler, ölçüm hücresindeki bölmelere yerleştirilerek sabit tutulması sağlanmıştır. Sensörler sıcaklık kontrolünün sağlanacağı yüzeye yerleştirilerek iletken tel yardımı ile kontaklara bağlanmıştır. Ölçüm sırasında değiştirilen sıcaklık değerleri Lakeshore 340 sıcaklık kontrol cihazı kullanılarak kontrol edilmiştir. Hücreye gönderilen gazla yaklaşık olarak 300 sccm/dk akış hızı ile gönderilmiştir. Ölçüm sistemi içerisinde farklı konsantrasyonlarda gaz uygulandığından her bir konsantrasyon değişikliği öncesinde yüzeylerin temizlenmesi amacıyla yüksek saflıkta kuru hava kullanılmıştır. Ölçüm başlangıcında ilk olarak sistem 10 dakika kuru hava temizlenerek sistem koşullarının uygun hale getirilmesi sağlanmıştır ve sisteme ölçülecek gazların akışı sağlanmıştır. Bu döngü her 10 dakikada bir tekrarlanmıştır. Hedef gazın hazne içerisindeki konsantrasyonunun belirlenmesi için aşağıdaki formül kullanılır.

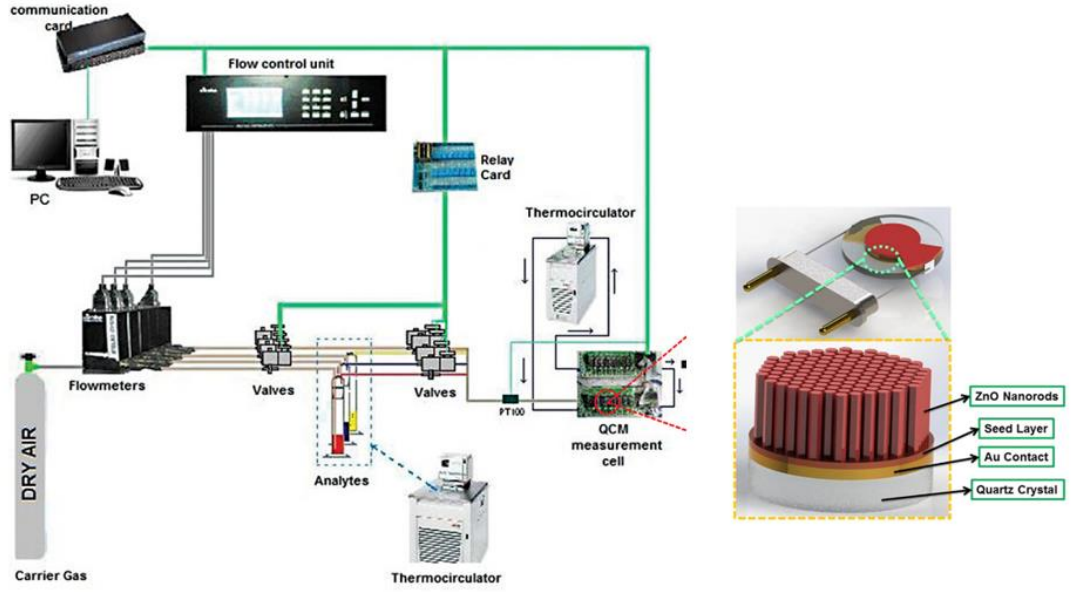
$$C(\text{ppm}) = \frac{C_g \cdot V_g}{V_g + V_n + V_k} \quad (3.1)$$

C ifadesi sensörün yüzeyine gönderilen hedef gazın konsantrasyonunu (ppm), C_g ölçüm haznesine gönderilen gazın konsantrasyonunu (ppm), V_g gaz ölçüm haznesine gönderilen gazın hacimsel akış hızını (sccm), V_n gaz ölçüm haznesine gönderilen nemin hacimsel akış hızını (sccm), V_k gaz ölçüm haznesine gönderilen kuru havanın hacimsel akış hızını (sccm) ifade etmektedir. Sistemimizde aseton, etanol, NO_2 ve neme karşı sensördeki tepkiler incelenmiştir.

Kimyasal formülü $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$) olan etanol, polar bir molekül yapısına sahiptir. 1 atm (atmosfer basınç)'ta kaynama noktası 80°C olan etanol, oda koşullarında kolaylıkla buharlaşabilir. Organik kimyasallar arasında en yaygın kullanılanlardan biri olan etanol; ilaç, plastik, kozmetik ve medikal uygulamalar gibi pek çok alanda kullanılmaktadır. Asetonun kimyasal formülü ise $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ 'dur. Sıvı formda renksiz olan asetonun kaynama noktası $56,08^\circ\text{C}$ (1 atm) olup oda sıcaklığında kolayca buharlaşabilir. Aseton, suda ve birçok çözücüde çözünebilme özelliğine sahiptir ve günlük hayatta, endüstride ve laboratuvarlarda yaygın olarak kullanılır. NO_2 algılama ölçümleri için 200 ppm'lik NO_2 gaz tüpü kullanılmıştır.

QCM üzerinde 3 farklı konsantrasyonda (0.005M, 0.01M, 0.02M) üretilen katkısız ZnO nanoçubuklarında nem ölçümleri gerçekleştirilmiştir. QCM dönüştürücüler, üretilen algılama cihazlarının algılama özelliklerini araştırmak için bir ölçüm hücresine yerleştirilmiştir. Gaz ölçümleri sırasında, hücrenin sıcaklığı bir termal sirkülatör (Julabo) kullanılarak sabit 23°C değerinde tutuldu ve sıcaklık dirençli bir sıcaklık sensörü (Pt-100) kullanılarak izlenmiştir. Böylece, sıcaklık değişimlerinin algılama sonuçları üzerindeki etkisi ihmal edilmiştir.

Daha sonra, ölçüm hücresi hedef analit bileşimini ve hava konsantrasyonunu düzenlemek için iki kütle akış kontrol cihazından oluşan bir gaz karıştırma sistemine bağlandı. Gaz akış hızı tüm ölçümler sırasında 200 sccm'de sabit tutulmuştur. QCM ölçüm sisteminin şematik görüntüsü şekil 3.7' de verilmiştir.



Şekil 3.7: QCM tabanlı sensörlerin gaz ölçüm sistemi [35].

4. BULGULAR

Bu bölümde üretimini ve ölçümleri gerçekleştirdiğimiz örneklerin öncelikle yapısal karakterizasyonları ve gaz ölçüm verileri değerlendirilmiştir.

İlk olarak cam altlık üzerinde üretilen katkısız ZnO nanoçubukların üç farklı çözelti konsantrasyonu değerlendirilmiştir. Bu sonuçtan yola çıkılarak 0.01 M çözelti konsantrasyon değeri deney sabiti olarak belirlenmiştir. Çözelti konsantrasyonu 0.01M olarak hazırlanan ZnO nanoçubuk kaplanan numunenin EDX görüntüsü ve gaz ölçümleri alınmıştır. Ardından 0.01M yoğunlukta hazırlanan çözelti içerisinde farklı sıcaklıklarda 3 saat hidrotermal işlem ile üretilen katkısız ZnO nanoçubuklar değerlendirilmiştir. Sonuçlar doğrultusunda çip üzerinde 0.01M, 90°C, 3 saat sürede üretimi gerçekleştirilen sensörün gaz algılaması incelenmiştir.

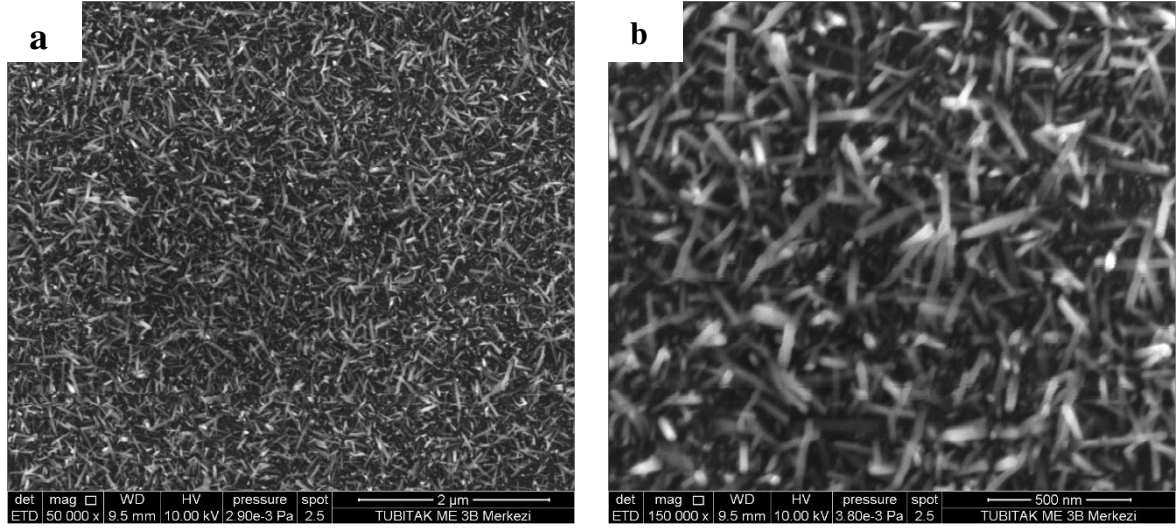
Ardından 6 farklı konsantrasyondaki Ni katkılı nanoçubukların yapısal karakterizasyon verileri incelenmiştir.

Son olarakta Ag metali ile katkılanan iki farklı konsantrasyon değeri ve belirlenen konsantrasyon değerinde farklı altlıklar üzerindeki örneklerin gaz ölçüm sonuçları değerlendirilmiştir.

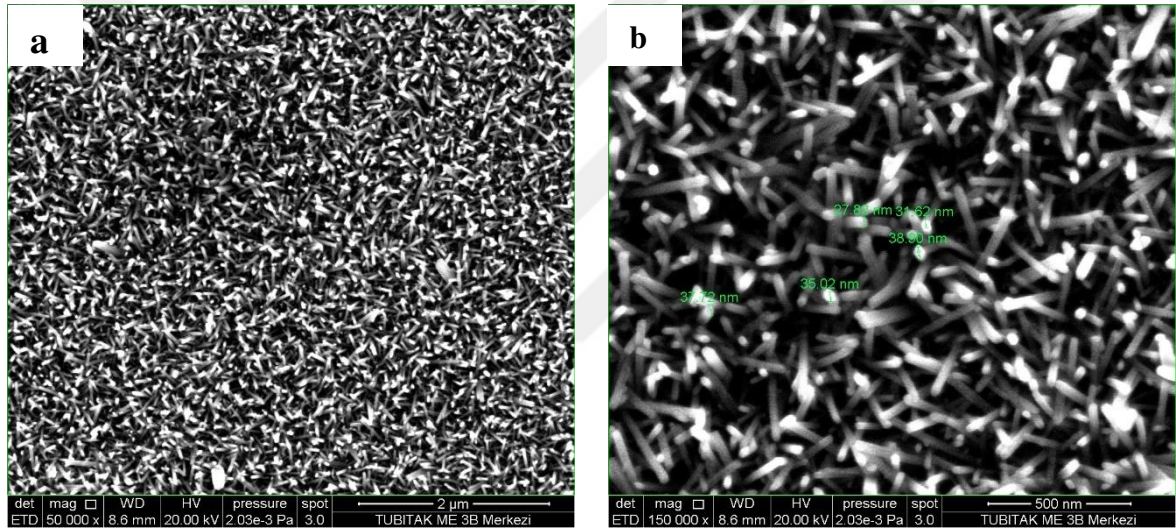
4.1 Yapısal Karakterizasyon Sonuçları

4.1.1 Farklı konsantrasyonlarda üretilen ZnO nanoçubukların analizi

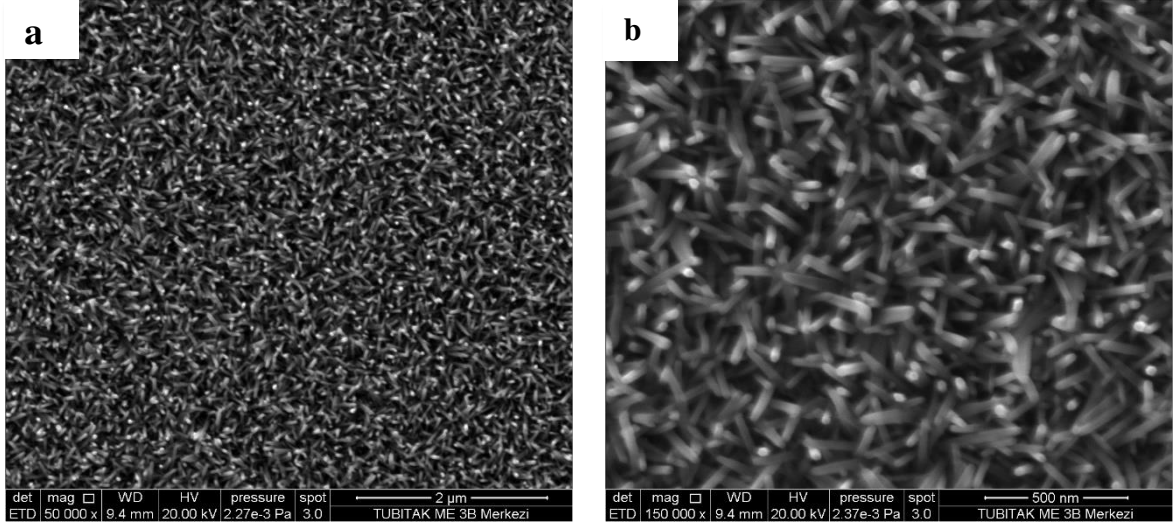
Katkısız ZnO nanoçubuk üretimi için 3 farklı konsantrasyonda (0.005M, 0.01M, 0.02M) çinko nitrat sulu çözeltisi içerisinde, 90°C sıcaklıkta ve 3 saat sürede hidrotermal yöntemle oluşturulan örneklerin SEM görüntülerinden yararlanılarak nanoçubukların homojen dağılımları ile düzgünlüne bakılmıştır. Nanoçubukların yapıları göz önünde bulundurularak, sonraki çalışmalar için 0.01M hazırlanan çözeltide karar kalınmıştır. Sırasıyla 0.05M, 0.01M, 0.02M çözelti içerisinde üretilen nanoçubukların SEM görüntüleri şekil 4.1, 4.2 ve 4,3' de verilmiştir. 0.005M çözelti içerisinde hazırlanan örneğe göre 0.01M çözeltide hazırlanan nanoçubuklar yüzeyde daha yoğun miktarda oluşmuştur. Şekil 4.2 (b)'de görüldüğü gibi nanoçubuklar yaklaşık olarak 35nm çapındadır. Çözelti konsantrasyon yoğunluğunun artırılması nanoçubukların yoğunluğunda artmaya sebep olmuştur. Çözelti içerisine dik olacak şekilde yerleştirilen numunelerde nanoçubuklar üretilmiştir.



Şekil 4.1: Hidrotermal yöntemle 0.005M çözelti ile 90 °C sıcaklıkta 3 saatte üretilen ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmedeki SEM görüntüleri.

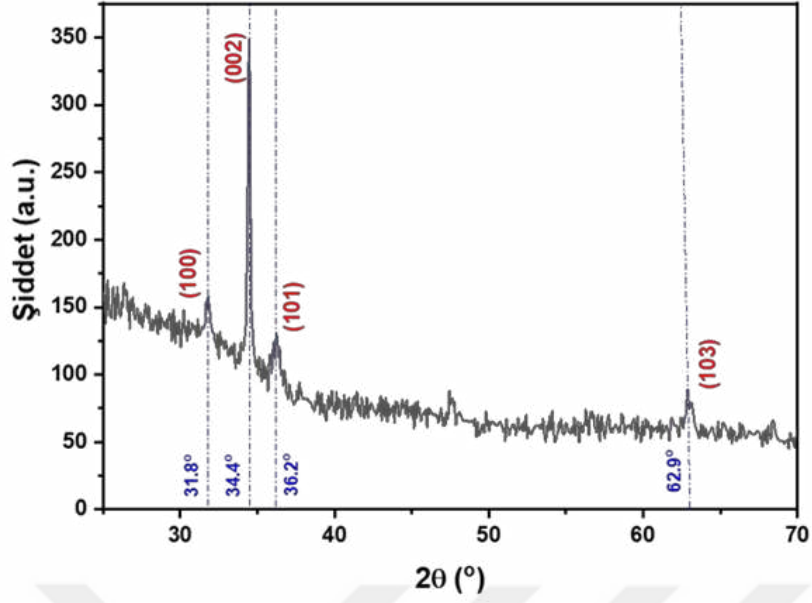


Şekil 4.2: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti ile 90 °C sıcaklıkta 3 saatte üretilen ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmedeki SEM görüntüleri.



Şekil 4.3: Hidrotermal yöntemle 0.02M çözelti ile 90 °C sıcaklıkta 3 saatte üretilen ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmedeki SEM görüntüleri.

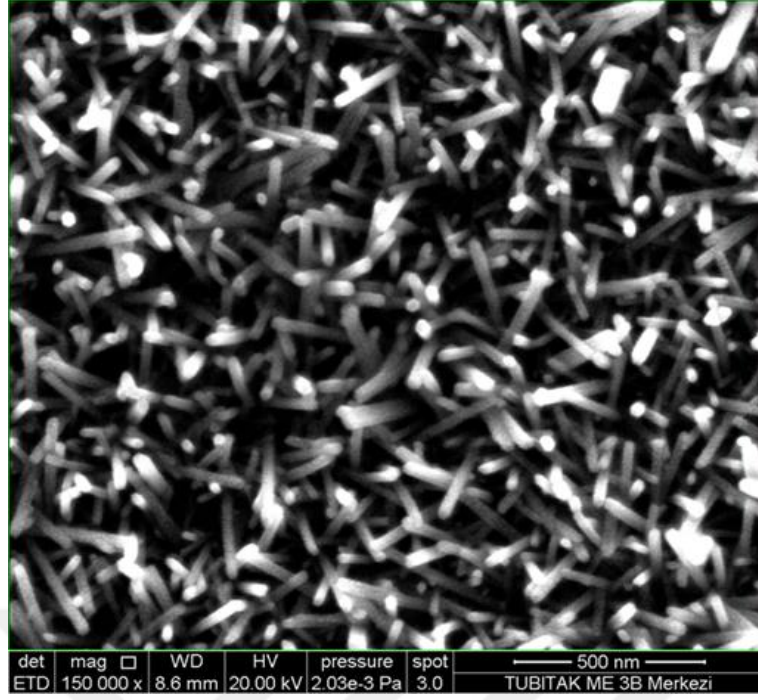
0.01M çözelti konsantrasyonu ile hazırlanan katkısız ZnO nanoçubukların XRD grafiği şekil 4.4’ de verilmiştir. Elde edilen görüntü, 90 °C’ de hidrotermal işlem sonucunda üretilen ZnO nanoçubuk kaplı yüzeyin X-ışını kırınım desenini vermektedir. XRD spektrumundan, ZnO nanoçubuklarına ait (100), (002), (101), ve (103) indisli kırınım pikleri gözlenmiştir ve üretilen nanoçubukların kristal yapılarının altıgen wurzite yapıda olduğu görülmüştür. Literatür incelendiğinde cam üzerinde üretilen ZnO nanoçubuklar için XRD görüntülerinde benzer piklerin elde edildiği görülmüştür. (103) indisli düzlem ZnO nanoçubukların c- ekseninden yapmış oldukları açısıl kaymalardan kaynaklandığı literatür araştırmaları sonucunda anlaşılmıştır [36] XRD grafiğinde ortaya çıkan bu durum ZnO nanoçubuklara ait SEM analizinden elde edilen sonuçlar ile uyum göstermektedir. Ayrıca XRD grafiğinde gözlemlenen kırınım düzlemleri üretilen ZnO nanoçubukların tek kristal yapıda olduğunu göstermekle birlikte wurzite kristal yapısına sahip olduğunu açıkça göstermektedir [33], [37].



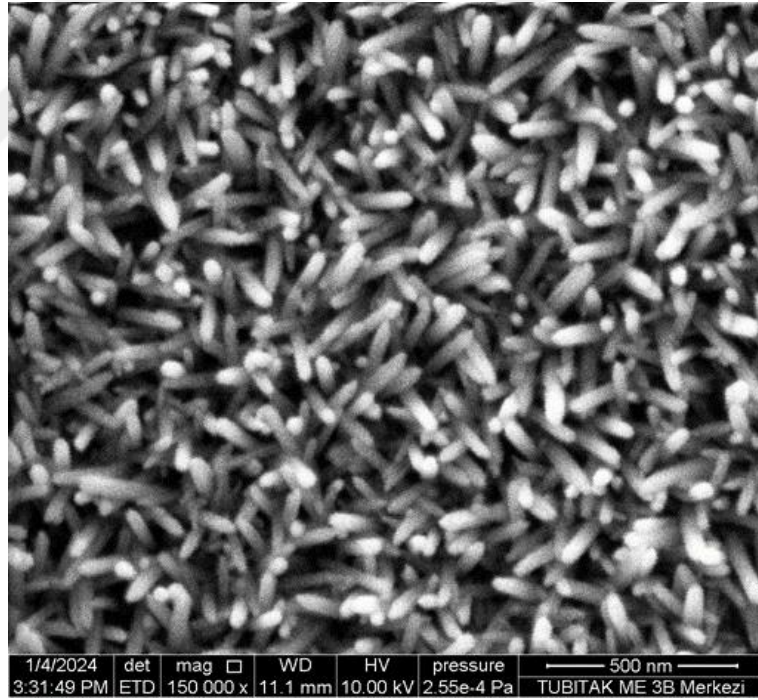
Şekil 4.4: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti kullanarak 90°C sıcaklıkta 3 saate üretilen katkısız ZnO nanoçubukların XRD grafiği.

4.1.2 Farklı sıcaklıklarda üretilen ZnO Nanoçubuklar

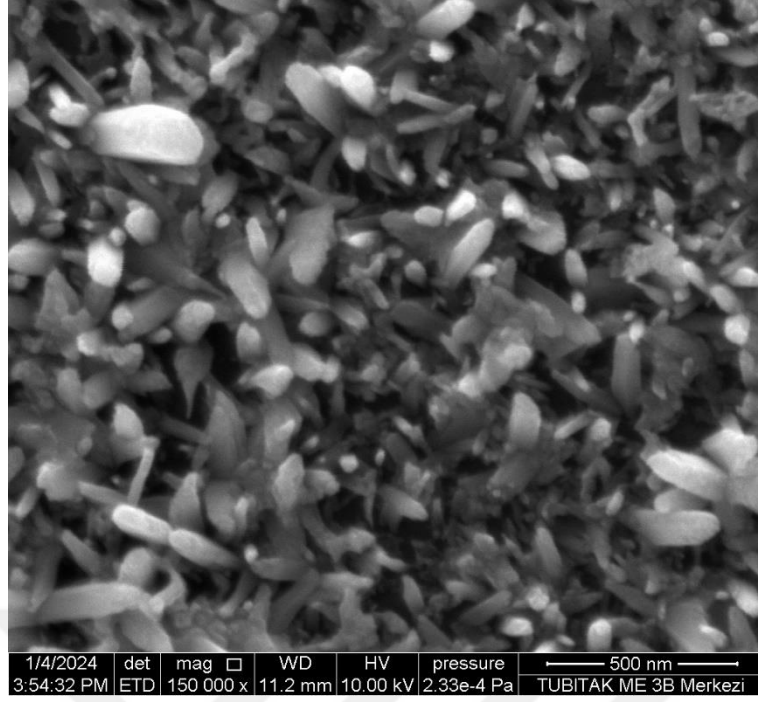
Cam üzerinde üç farklı sıcaklıkta (90°C, 120°C, 150°C) hidrotermal işlem uygulanarak üretilen ZnO nanoçubukların yüzey morfolojisi hakkında bilgi edinmek için SEM görüntüleri incelenmiştir. Sonuçları şekil 4.5, 4.6 ve 4.7’de verilmiştir. Sıcaklık arttıkça nanoçubukların yoğunluğunda artış görülmüştür ve daha kalın nanoçubuklar meydana gelmiştir.



Şekil 4.5: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti kullanarak 90 °C sıcaklıkta 3 saate üretilen katkısız ZnO nanoçubukların SEM görüntüsü



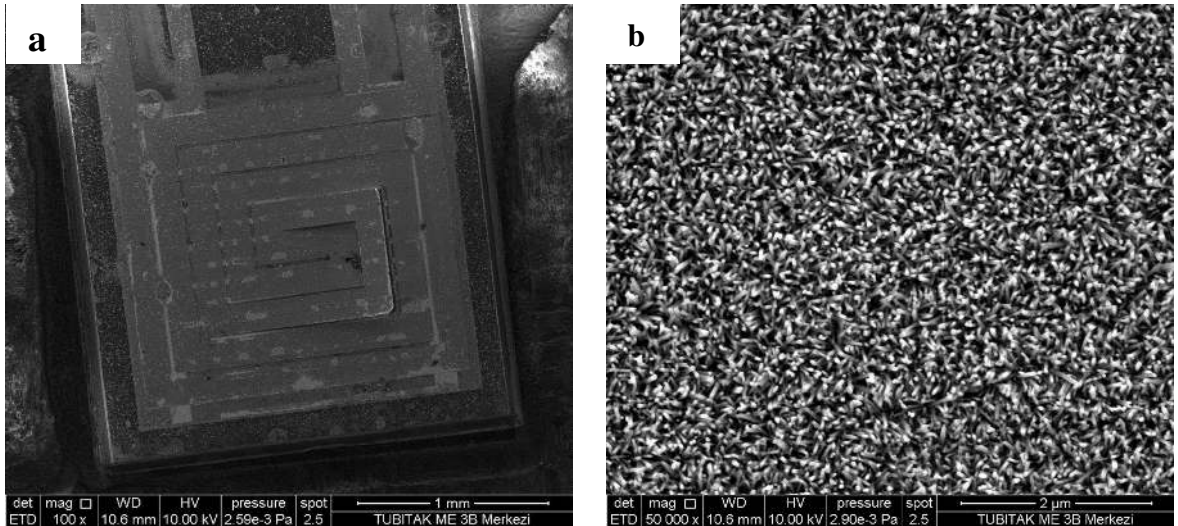
Şekil 4.6: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti kullanarak 120 °C sıcaklıkta 3 saate üretilen katkısız ZnO nanoçubukların SEM görüntüsü



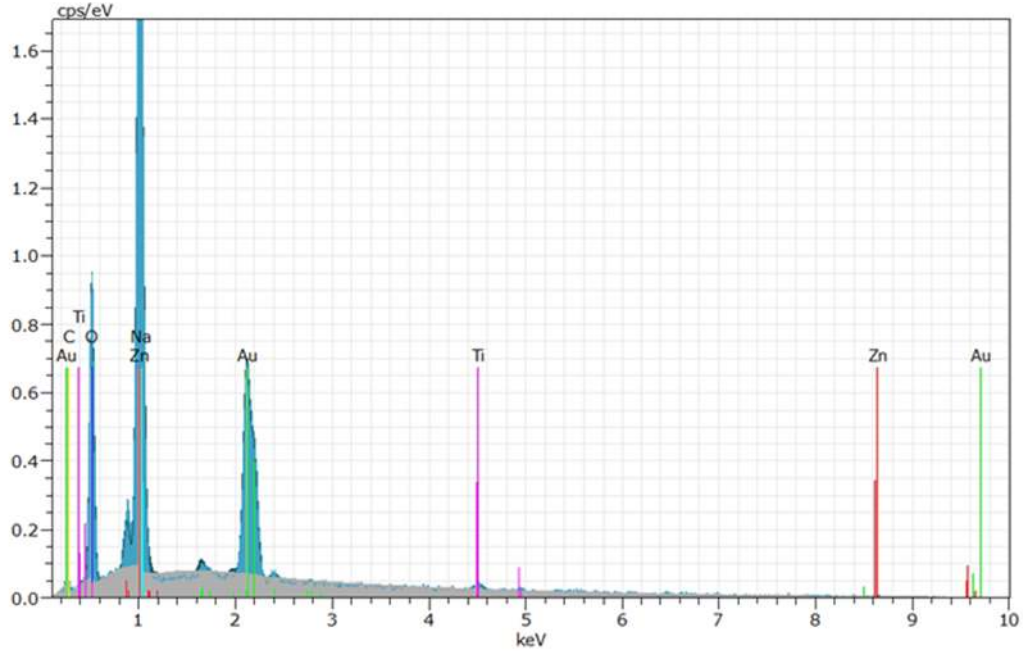
Şekil 4.7: Hidrotermal yöntemle 0.01M çözelti kullanarak 150 °C sıcaklıkta 3 saate üretilen katkısız ZnO nanoçubukların SEM görüntüsü 150KX görüntüsü

4.1.3 Çip üzerinde üretilen ZnO nanoçubuklar

Hidrotermal yöntemle ısıtıcı mikroçip üzerine 90°C’ de 0.01M çözeltide 3 saatte üretilen katkısız ZnO nanoçubukların SEM görüntüleri şekil 4.8’de verilmiştir. ZnO nanoçubuklar yüzeyde homojen dağılıma sahiptir. Çip üzerinde üretilen nanoçubukların EDX görüntüleri ise şekil 4.9’da verilmiştir. EDX verilerini incelediğimizde ağırlıkça %2,58 oranında çinko elementi gözlenmektedir. Sonuçlarda görülen silisyum, altın ve titanyum elementlerinin kaynağı, üzerinde nanoçubuk üretimini gerçekleştirdiğimiz altlıklardan kaynaklanmaktadır.



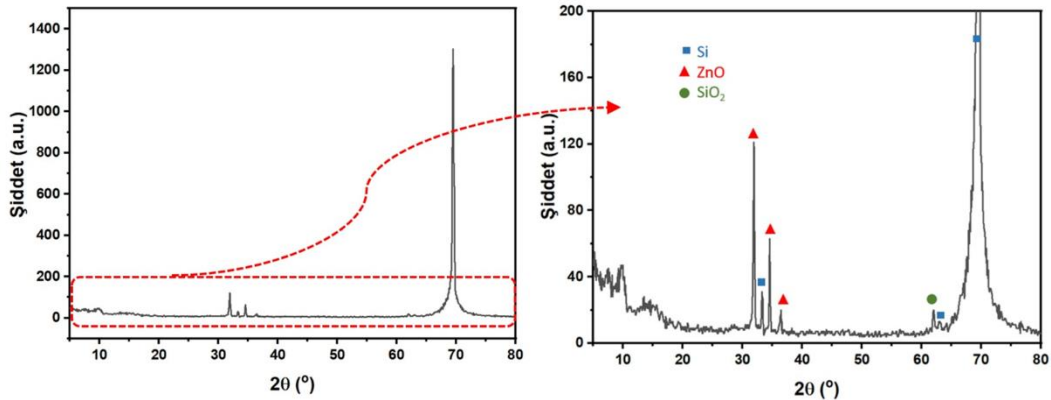
Şekil 4.8: Isıtıcı mikroçip üzerine 90°C’ de 0.01M çözeltide 3 saatte üretilen katkısız ZnO nanoçubukların a)100X ve b)50 KX büyütmedeki SEM görüntüleri.



Şekil 4.9: Isıtıcı mikroçip üzerinde 90°C’ de 0.01M çözeltide 3 saatte üretilen nanoçubukların EDX görüntüsü.

4.1.4 Si wafer üzerinde üretilen 0.01M katkısız ZnO nanoçubuklar

Si wafer üzerinde 90 °C sıcaklıkta 3 saat hidrotermal işlem ile hazırlanan katkısız ZnO nanoçubukların kristal yapısını bulmak için XRD analizi gerçekleştirilmiştir, veriler şekil 4.10’da gösterilmiştir. Şekilde gösterildiği gibi 30-40° kırılma açıları arasında bulunan piklerden birincisi (100), üçüncüsü (002) ve dördüncüsü (101) ZnO’nun altıgen yapısına aittir. İkinci pik ve 60-70° kırılma açısı arasında bulunan pikler ise altlık olarak kullandığımız malzeme olan Si elementine ait piklerdir.

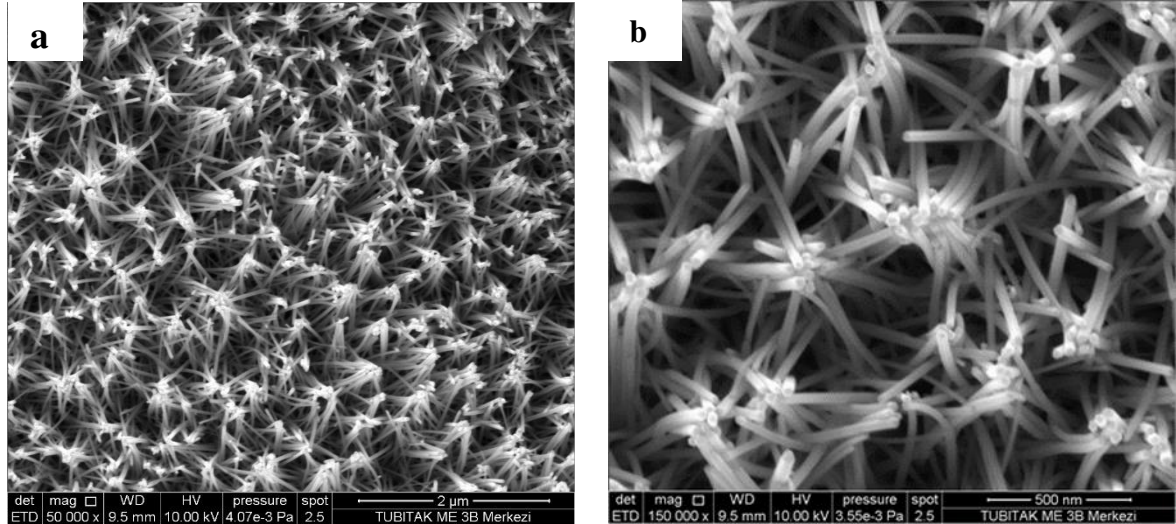


Şekil 4.10: Si wafer üzerinde 90 °C sıcaklıkta 3 saat hidrotermal işlem ile hazırlanan ZnO nanoçubukların XRD grafiği.

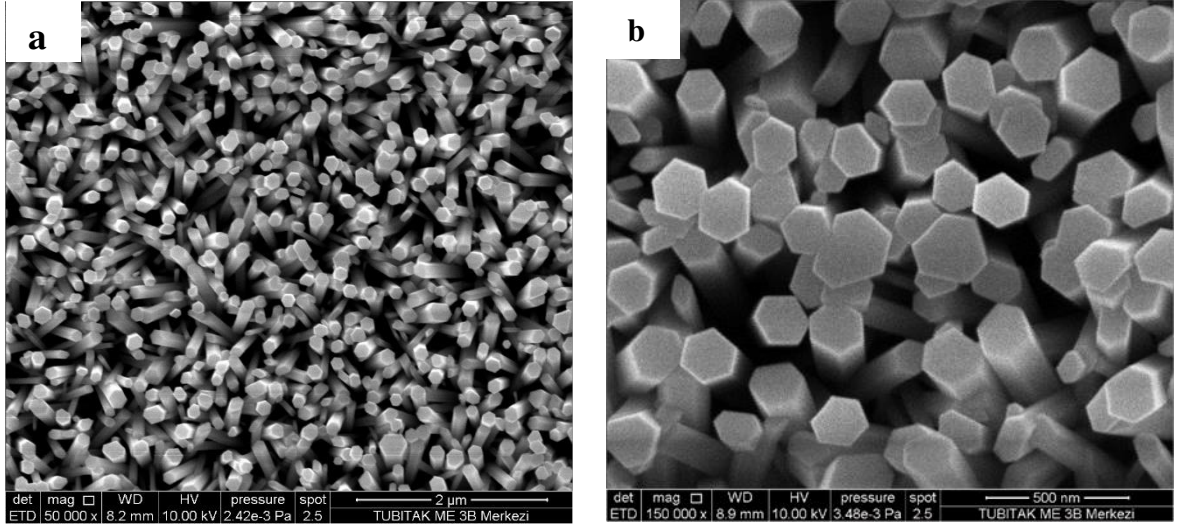
4.1.5 Ni katkılı ZnO nanoçubuklar

Farklı Ni katkı oranları için %1, %2, %3, %5, %7 ve %10 nikel tuzu eklenerek hazırlanan ZnO örneklerin SEM görüntüleri incelenmiştir. Ni katkı oranı %1, %2, %3 ve %5'e kadar üretilen örneklerde nanoçubukların oluştuğu görülmüştür. %1, %2, %3 ve %5 katkılı ZnO nanoçubukların SEM görüntüleri sırası ile şekil 4.11, 4.12, 4.13 ve 4.14' de verilmiştir. %1 oranda Ni katkıladığımız nanoçubukların iç içe geçerek büyüdüğünü %2, %3, ve %5 oranda Ni katkıladığımız nanoçubukların ise nispeten ayrı bir biçimde dikey olarak konumlandığı görülmüştür. Ancak %5'in üzerinde katkılama gerçekleştirilen numuneler üzerinde yapılan SEM sonuçları incelendiğinde, nanoçubukların oluşmadığı gözlemlenmiştir. Bu nedenle farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde nikel katkılı numuneler için üretimler tekrarlanmıştır. Ancak tekrarlar sonucunda da yüzeyde düzgün dağılımlı olan nanoçubuk görüntüleri, katkı oranı %5' e kadar olan numunelerde elde edilmiştir. %7 ve %10 Ni konsantrasyonlu ZnO örneklerin SEM görüntüsü şekil 4.15' de verilmiştir.

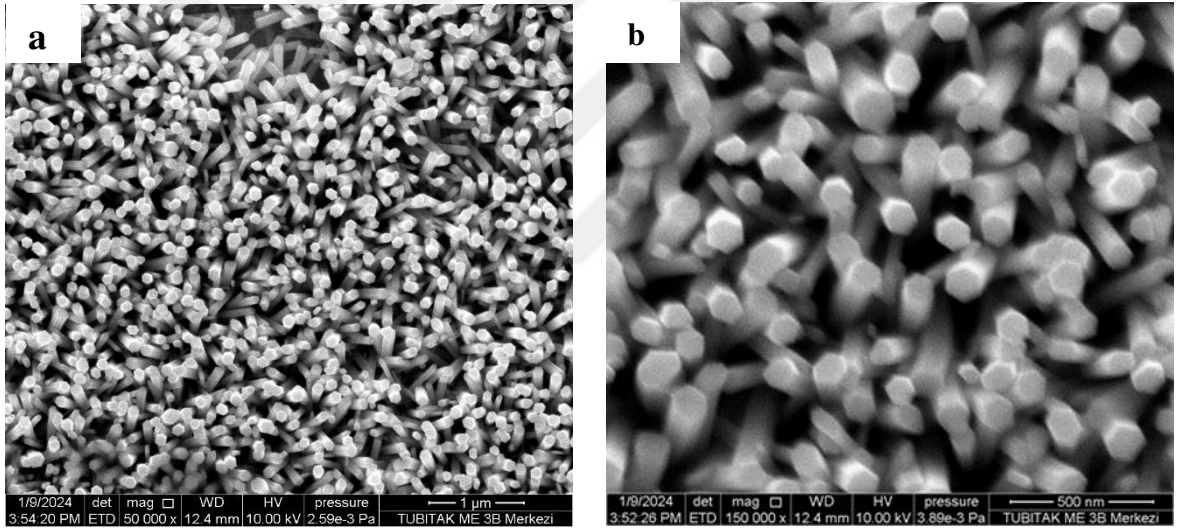
%1 ve %2 olarak katkılama gerçekleştirdiğimiz örneklerin SEM görüntülerini incelendiğinde oluşan nanoçubukların çaplarında artış görülmüştür. Artan Ni konsantrasyonu ile nanoçubukların çaplarındaki artışı gösteren benzer çalışmalar literatürde mevcuttur [38].



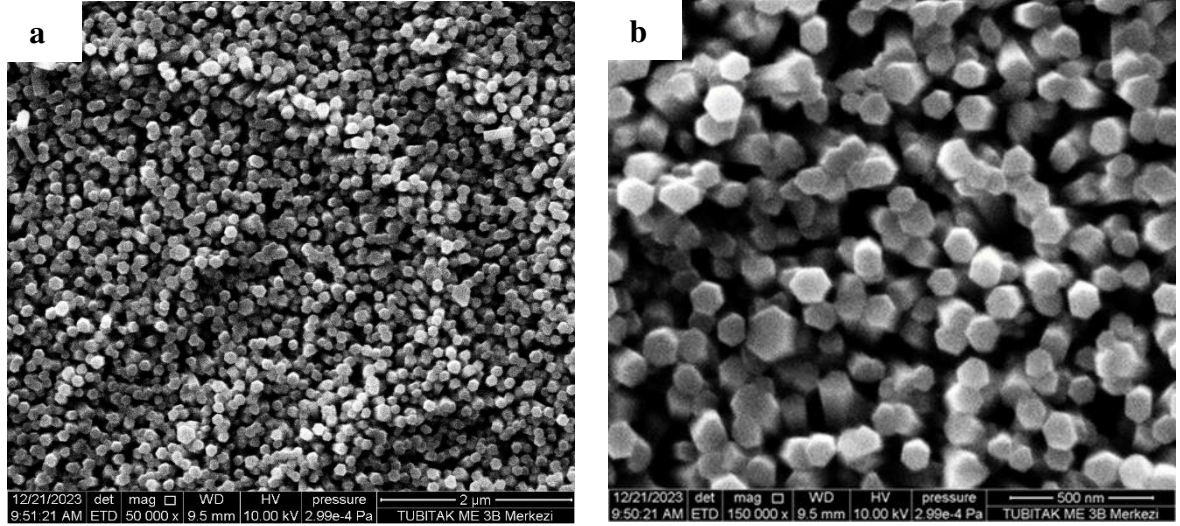
Şekil 4. 11: %1 Ni katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmedeki SEM görüntüleri.



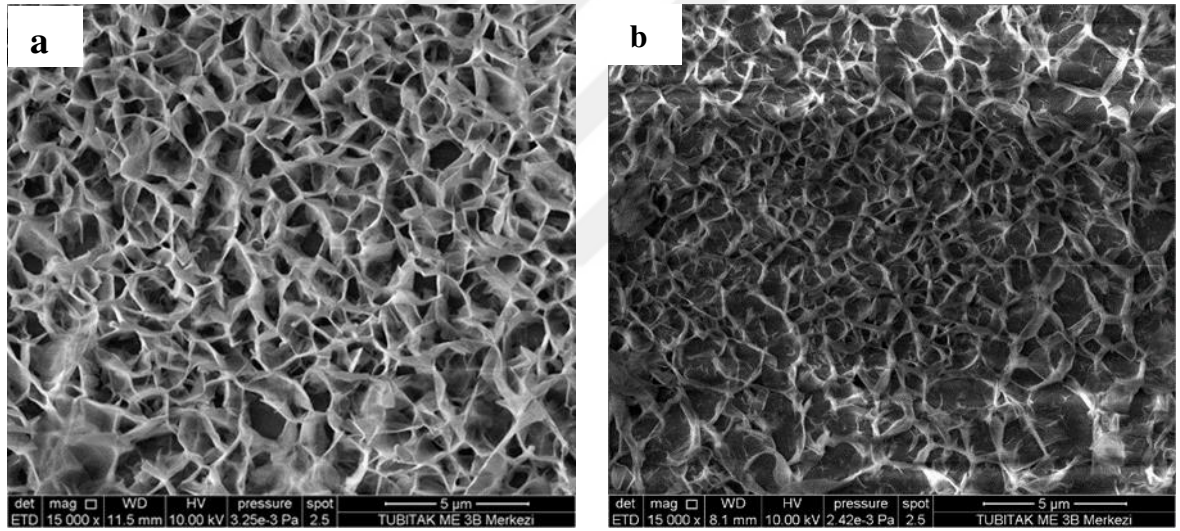
Şekil 4.12: %2 Ni katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmede SEM görüntüleri.



Şekil 4.13: %3 Ni katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmede SEM görüntüleri.

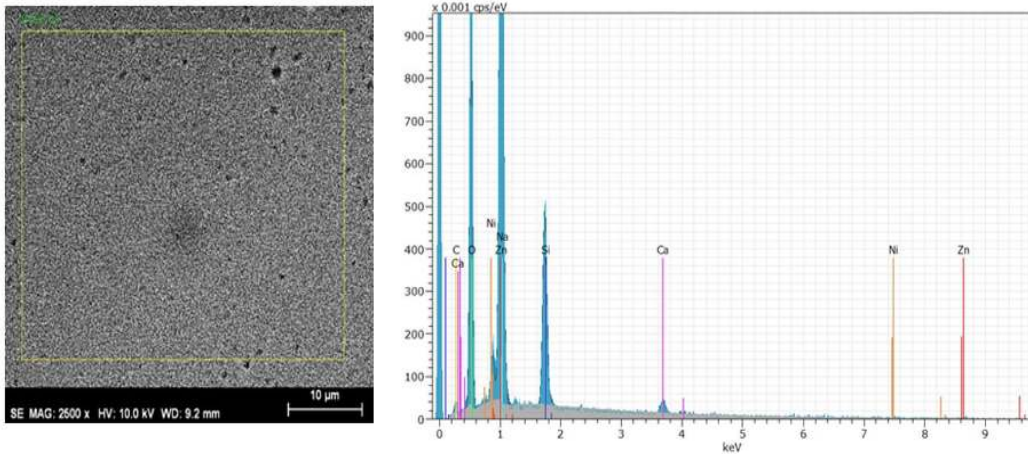


Şekil 4 14: %5 Ni katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmede SEM görüntüleri.



Şekil 4.15: a) %7 ve b) %10 Ni katkılı ZnO yapıların SEM görüntüleri.

%5 Ni katkılı ZnO nanoçubuk örneğinin EDX'in alındığı yüzey alanı şekil 4.16 sol taraftaki bölge ve EDX spektrum verilerinin sonucu ise şekil 4.16 sağ tarafta verilmiştir. EDX spektrumunda elementlerin dağılımını incelediğimizde %17.14 oranında Zn, %0.42 oranında Ni elementi içermektedir. Böylece yapıda Ni katkılama işleminin gerçekleştiği söylenebilir. Ca, Na ve Si elementlerinin varlığı, sentez işlemindeki cam altlıktan kaynaklanmaktadır.

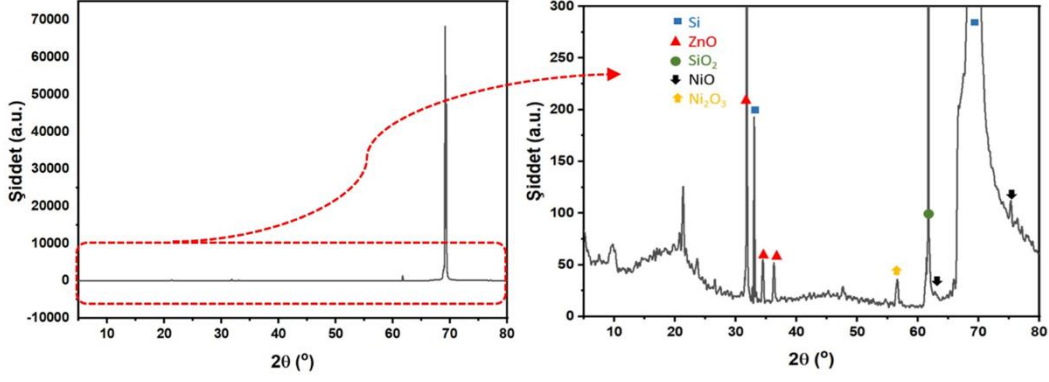


Şekil 4.16: %5 Ni katkılı ZnO nanoçubuk örnek için EDX spektrumu ve spektrumun alındığı bölgenin SEM görüntüsü.

4.1.6 Si wafer üzerinde üretilen %5 Ni katkılı nanoçubuklar

Si wafer üzerinde %5 Ni katkılı ZnO nanoçubuklar hidrotermal yöntem ile 90 °C sıcaklıkta 3 saatte üretilmiştir. Üretilen numunenin XRD görüntüsü şekil 4.17’ de verilmiştir. Katkısız ZnO nanoçubuklardan ele edilen piklere ek olarak bazı piklerin oluştuğu görülmüştür. 30-40° arasında kırılma açısına sahip, ZnO olarak işaretlenen pikler sırasıyla (100), (002), (101) yüzeylerinden saçılmışlardır. NiO ve Ni₂O₃’ün yüzeylerinden saçılan pikler şekil 4.17’ de farklı renkte gösterilmiştir.

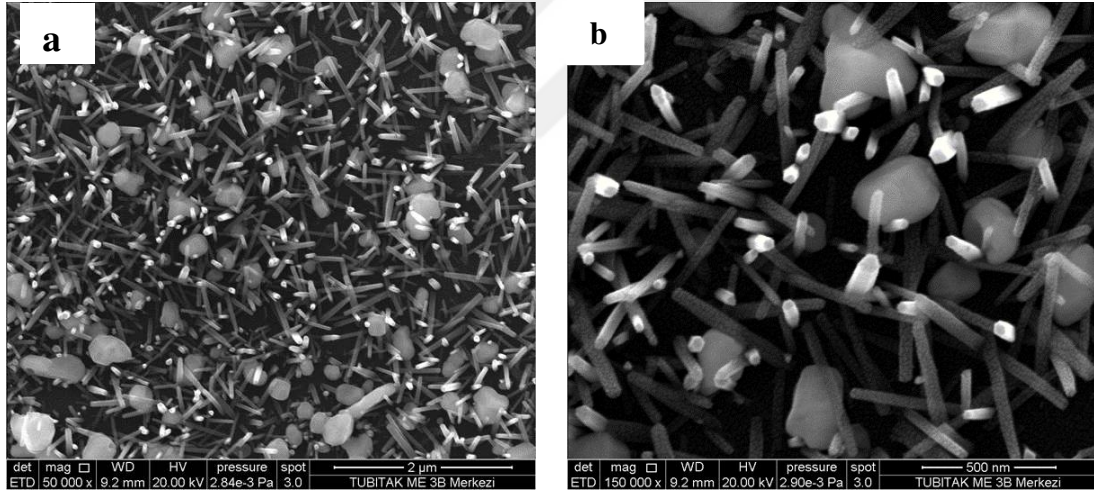
Farklı NiO konsantrasyonlarında katkılma yapılan ZnO nanoçubuklar üzerindeki bir çalışmada saf ZnO ve Ni katkılı ZnO’nun XRD ile kırınım pikleri karşılaştırılmıştır [32]. Çalışmada katkısız ZnO ve üç farklı konsantrasyonda katkılanan Nikel katkılı ZnO üretmişlerdir. Elde edilen veriler ile Nikel(III) oksidin çözeltideki yoğunluğu arttıkça kırılma açısında artış olduğunu görülmüş. Ni katkısı sonucunda (002) pikinin 34,40 °’ den 34,43 °’e kaydığı görülmüştür. Böylece değişen(artan) kırılma açısından yararlanarak Nikel oksidin yapıdaki varlığını ispatlamışlardır. Bragg formülüne göre ($2d\sin\theta = n\lambda$) burada d kristal düzlem aralığıdır, (002) tepe konumunun Ni katkı maddesinin artmasıyla büyük açı tarafına kayması, Ni atomlarının ZnO kafes yerine Zn²⁺ ile katkılanması anlamına gelir [39]. Çünkü Ni⁺²’nin iyonik yarıçapı (0.069 nm), Zn⁺² ’nin iyonik yarıçapından (0.074 nm) küçüktür ve örgü içinde Ni atomunun Zn’nin yerine yerleştiğinin bir göstergesidir [32].



Şekil 4.17: %5 Ni katkılı nanoçubukların XRD görüntüsü.

4.1.7 Ag katkılı ZnO nanoçubuklar

Ag katkılı nanoçubukların üretiminde öncelikle cam altlık kullanılmıştır. Standart prosedürümüz olan 90 °C sıcaklıkta 3 saat hidrotermal işlem ile üretilmiştir. %1 oranında Ag katkıladığımız örneklerde nanoçubukların üretimi gerçekleşmiştir. Üretilen %1 Ag katkılı ZnO nanoçubukların SEM görüntüleri şekil 4.18’ da verilmiştir. Şekilde görülen nanoçubuklar üzerinde nanoparçacıklar bölgesel olarak durmaktadır.

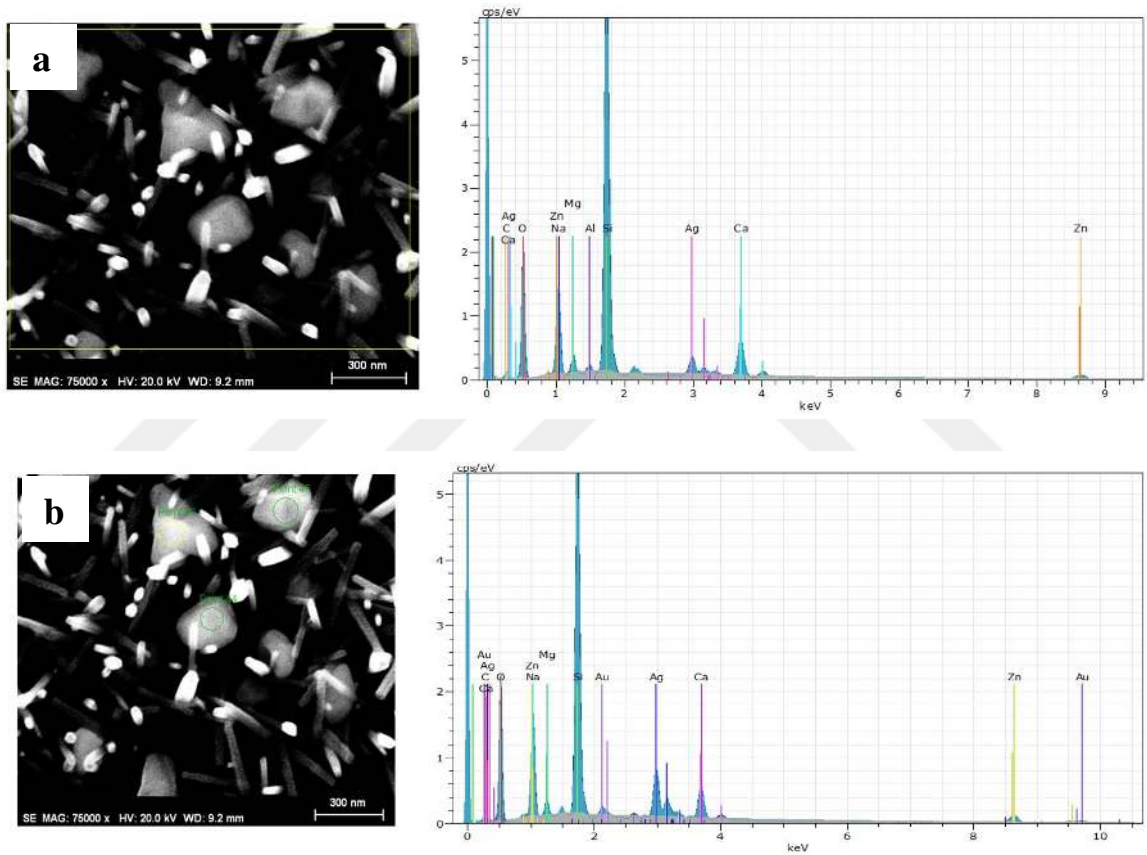


Şekil 4.18: Hidrotermal yöntem ile 90 °C’ de üretilen %1 Ag katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b)150KX büyütmede SEM görüntüleri.

Çeşitli konsantrasyonlarda Ag katkılı numuneler üretilirken cam altlık kullanıldığında elde edilen nanoçubukların tabanında topaklanmalar gözlemlenmiştir. Sem görüntülerindeki bölgesel olarak bulunan nanoparçacıkların ne olduğuna bakmak için EDX spektrumu alınmıştır

Hidrotermal yöntem ile üretilen %1 Ag katkılı ZnO nanoçubuk kaplanan yüzeyin genel görüntüsü ve nanoçubuklar arasında bulunan nanoparçacıkların EDX verileri şekil 4.20’de verilmiştir Genel görüntüde atomik olarak %0,91 oranında Ag ve %1,68 oranında

Zn görülmektedir. Ancak nanoparçacıklar üzerinden alınan görüntünün EDX spektrumunda atomik olarak %2,44 oranında Ag metali ve %2,17 oranında Zn bulunmaktadır. Genel görüntü ile karşılaştırdığımızda daha yüksek oranda Ag olduğu görülmüştür. Ag metali yüzeyde bulunan nanoçubukların içerisine düzgün dağılmamış ve yüzeyde nanoçubuklar arasında bulunan nanoparçacıklar şeklinde birikmiş olduğu anlaşılmaktadır. Bu nedenle gümüş metalinin şekilde görülen toprakların içerisinde yoğunlaştığı sonucuna varılmıştır. Silisyum, kalsiyum, magnezyum ve oksijen pikleri, cam altlıktan kaynaklanmaktadır. Bu sebeple sıcaklığı ve hidrotermal süresini değiştirerek 5 farklı deneme gerçekleştirilmiştir.

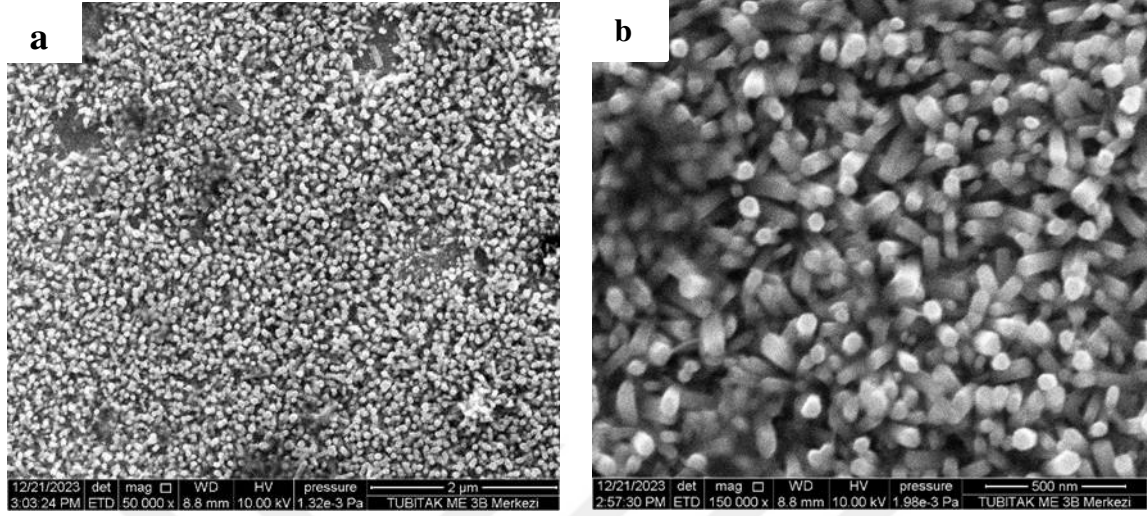


Şekil 4.19: Hidrotermal yöntem ile %1 Ag katkılı ZnO nanoçubuk kaplanan a) genel yüzeyin b) bölgesel yoğunlaşan nanoparçacıkların EDX verileri.

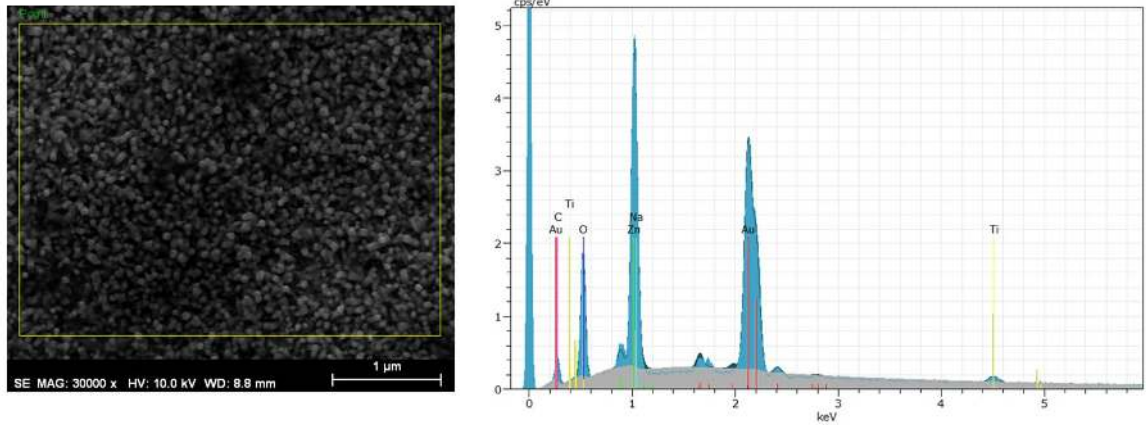
4.1.8 Farklı sıcaklıklarda Ag katkılı ZnO nanoçubuklar

Hidrotermal yöntem ile 150°C’ de üretilen ve altlık malzeme olarak ısıtıcılı mikroçip üzerinde üretimi gerçekleştirilen numunelerin SEM görüntüsü şekil 4.20’ da verilmiştir. Bu üretim sonucunda topraklanmalar görülmemiştir. Ancak şekil 4.21’da yüzeyin genelinden alınan EDX görüntüsü incelendiğinde Ag’nin katkılanmadığı yani yapıda bulunmadığı görülmektedir. Tüm sıcaklık değişiklikleri ve hidrotermal çözeltisinde kullanılan kimyasal

değişikliklerine rağmen nanoçubuklar içerisine Ag metalinin katkılama işlemi gerçekleştirmediği anlaşılmaktadır.

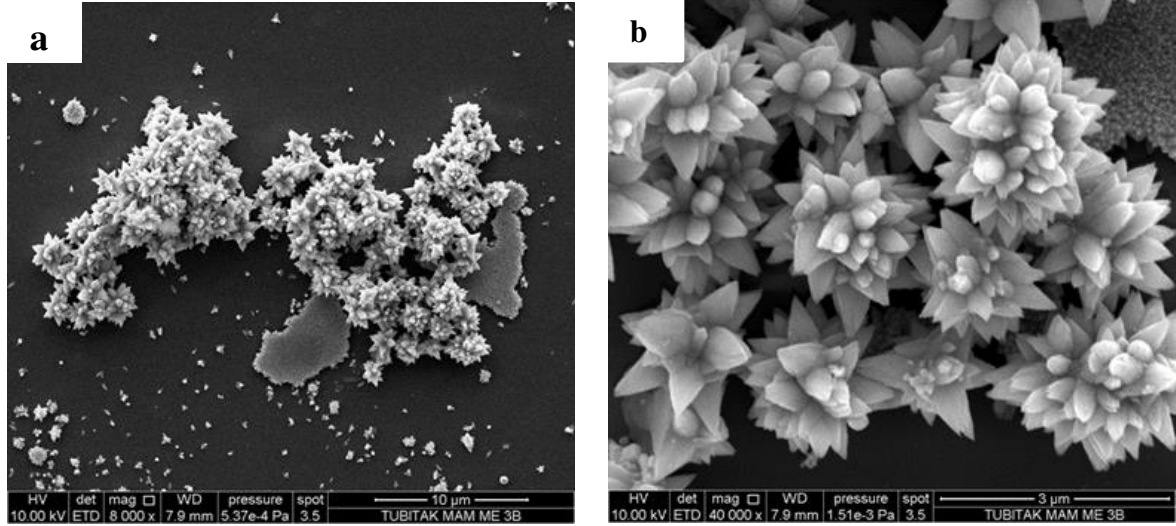


Şekil 4.20: Hidrotermal yöntem ile 150 °C’ de üretilen %5 Ag katkılı ZnO nanoçubukların a) 50KX ve b) 150KX büyütmede SEM görüntüleri.



Şekil 4.21: Hidrotermal yöntem ile 150 °C’ de üretilen %5 Ag katkılı ZnO nanoçubukların EDX görüntüsü.

Hidrotermal yöntem ile 200 °C 4 saat sürede üretilen %5 Ag metali ile katkılanmış örneğin SEM görüntüleri şekil 4.22’de verilmiştir. Sıcaklığın artması ve hidrotermal süresinin artmasıyla birlikte nanoçubuk yapıları oluşmamıştır. Aşağıdaki gibi çiçek benzeri yapılar meydana gelmiştir. Literatürdeki bir çalışmada hidrotermal basamağında çözeltideki kimyasallara ek olarak amonyum hidroksit ile pH değerinin 9,5’ de sabit tutulması sağlanmıştır ve hazırlanan bu çözelti 200 °C’de üretilmiştir. SEM ve EDX sonuçlarında yapı içerisinde Ag metalinin bulunduğu görülmüştür [10]. Ancak aynı koşullarda hazırladığımız çözeltide yapılan üretim sonucunda nanoçubuklar elde edilmemiştir.



Şekil 4.22: Hidrotermal yöntem ile 200 °C’ de üretilen %5 Ag katkılı ZnO a) 8KX ve b) 40KX SEM görüntüleri.

4.2 Nanoçubukların Optik Özellikleri

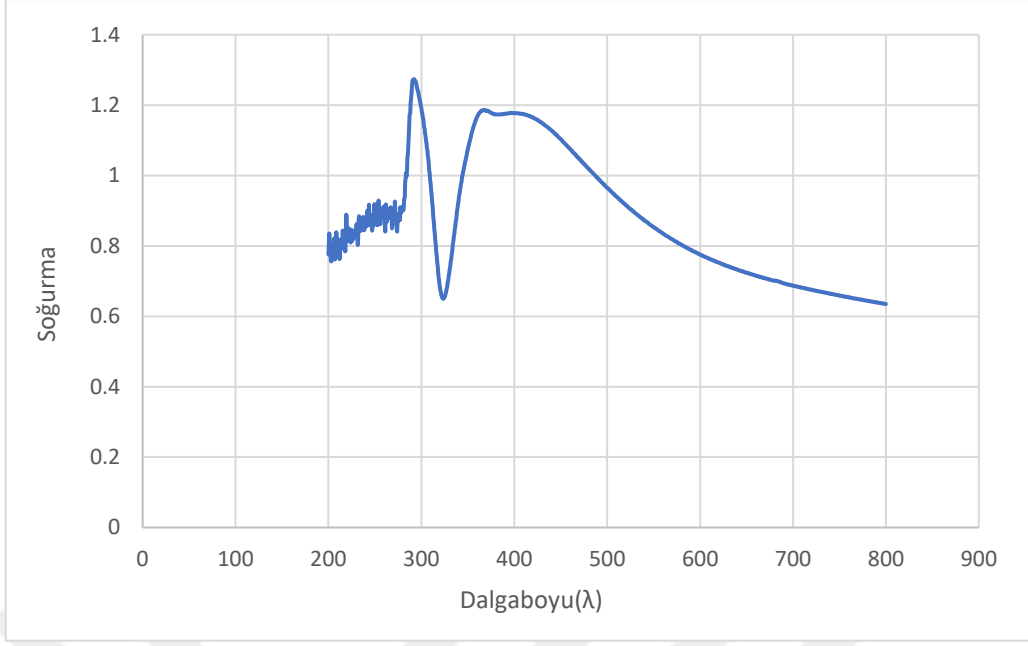
Optik özelliklerini incelemek için UV-vis spektrometre cihazı kullanılmıştır. Elde edilen dalga boyu-soğurma eğrileri kullanılarak, üretilen katkısız ve katkılı ZnO nanoçubukların optik yasak enerji bant aralıkları belirlenmeye çalışılmıştır. Katkısız, %5 Ni katkılı ve %5 Ag katkılı ZnO nanoçubukların dalga boyuna bağlı olarak soğurma grafikleri sırasıyla şekil 4.23 ve 4.24 ve 4.25’de verilmiştir. Gönderilen ışığın enerjisi, yasak enerji bant genişliğinden daha yüksek olduğunda, valans bandındaki elektronlar bu enerjiyi alarak bir üst bant olan iletkenlik bandına geçerler.

Nanoçubukların UV analizleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Katkısız nanoçubuk kaplanan örnekte 411 nm civarında güçlü soğurmada hızlı bir düşüş gerçekleşmiştir. %5 Nikel katkılı örnekte de benzer şekilde 357 nm civarında soğurmada hızlı bir düşüş gerçekleştirmiştir. %5 Ag katkılı ZnO nanoçubuklar için soğurma dalga boyu grafiğinde altlık cam lam gibi davranış göstermiştir.

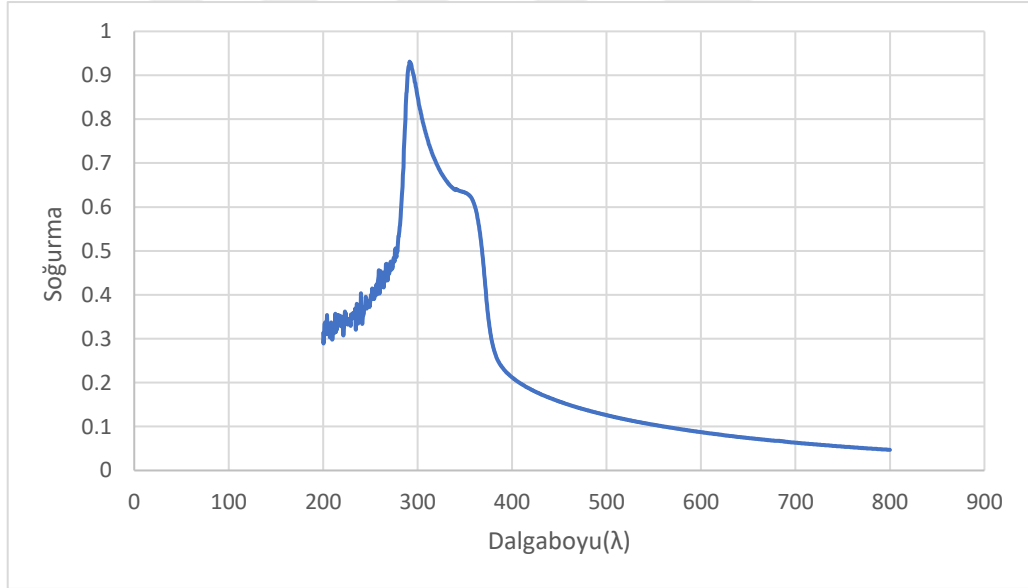
Literatür araştırmalarında optik bant araştırmalarının hesaplanmasında Tauch metodu kullanılmaktadır [40]. Tauch formülü aşağıdaki gibidir.

$$(ah\nu)^2 = A(h\nu - E_g) \quad (4.1)$$

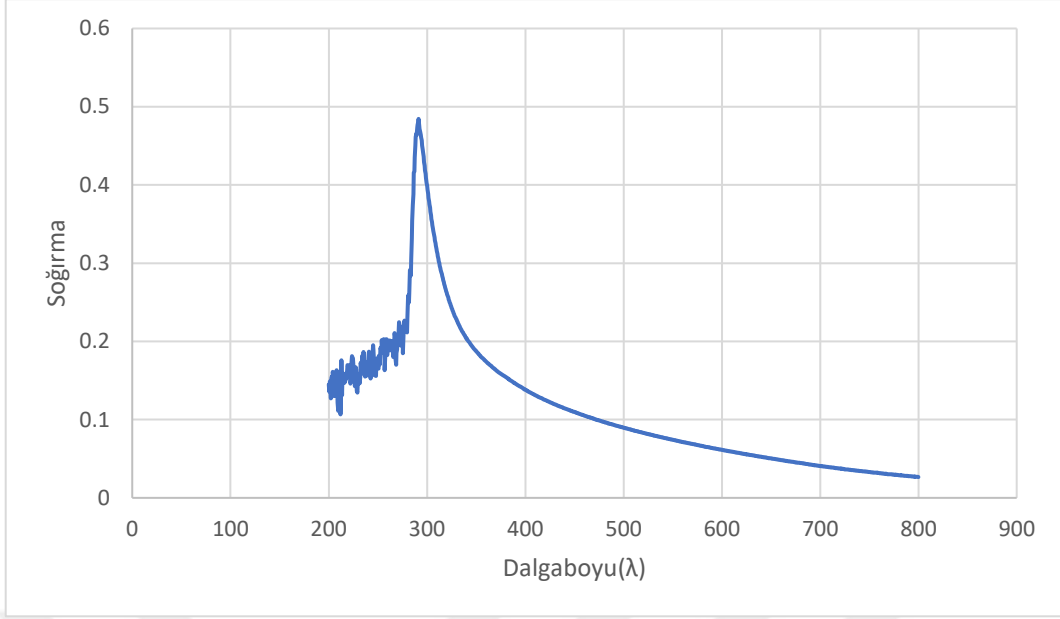
Burada α malzemenin soğurma katsayısı, A sabit, $h\nu$ kullanılan optik kaynağın enerjisi ve E_g malzemenin enerji boşluğudur.



Şekil 4.23: Cam üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen katkısız ZnO nanoçubukların UV-vis soğurma grafiği.



Şekil 4.24: Cam üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %5 Ni katkılı ZnO nanoçubukların UV-vis soğurma grafiği.



Şekil 4.25: Cam üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %5 Ag katkılı ZnO nanoçubukların UV-vis soğırma grafiğı.

4.3 Gaz Ölçüm Sonuçları

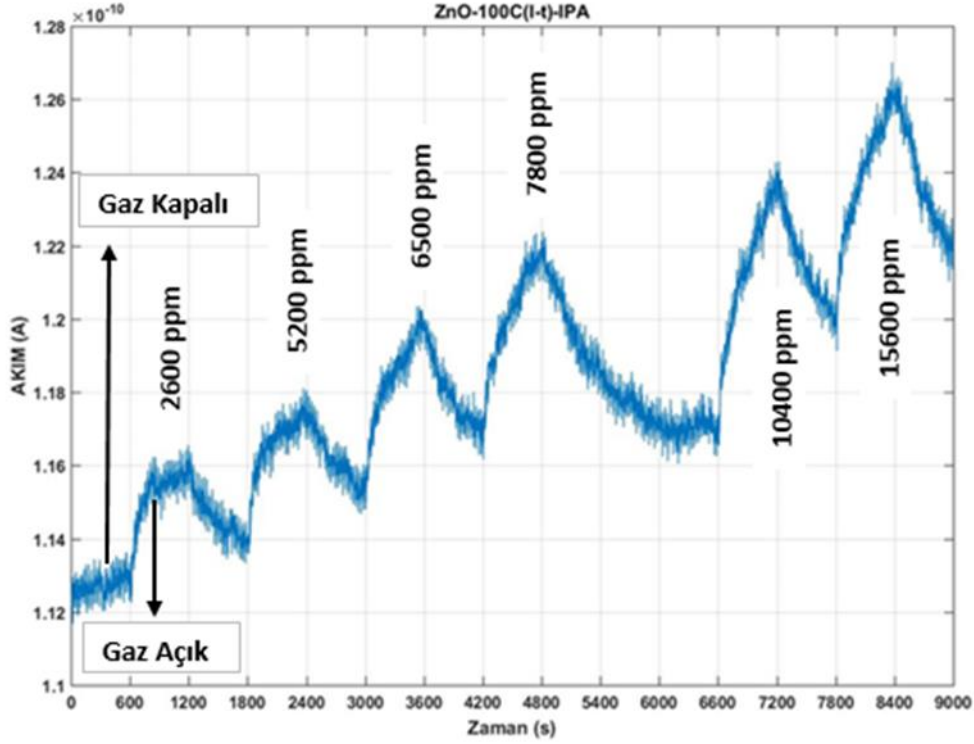
Gaz ölçüm sisteminde öncelikle katkısız ZnO kaplanan sensör için, Au IDT elektrot yapısı kullanılarak ZnO nanoçubukların akım değişim izlenmiştir. 100 °C sıcaklıkta IPA' ya karşı tepki grafiğı incelenmiştir. Ardından 150 °C' de aseton, etanol, NO₂ gazı ve neme karşı verdiği cevaplar gösterilmiştir.

Katkısız sensör ölçümlerinin ardından %5 Ni katkılı sensörün oda sıcaklığında NO₂ gazına (200ppm) karşı cevapları değerlendirilmiştir. Son olarakta QCM üzerinde katkısız ZnO nanoçubuk kaplanan örneklerin oda sıcaklığındaki ölçüm sonuçları verilmiştir.

4.3.1 Elektriksel gaz ölçüm sonuçları

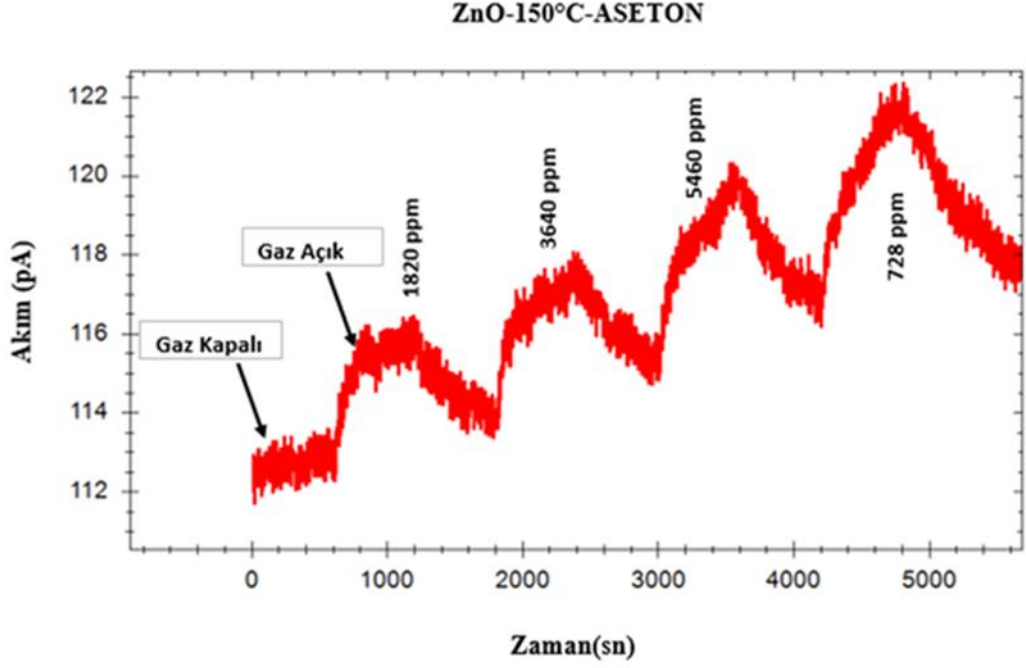
Nem ve NO₂ ölçümleri dışındaki tüm sensörlerin hedef gazlara maruz bırakılması sonucunda sensör cevabındaki akım değerinin arttığı görülmüştür. Sensörlerin yüzeyinin kuru hava ile temizlenmesinde ise akımın azalarak başlangıç değerine yaklaştığı gözlenmiştir. Nem ve NO₂ ortamında gerçekleştirilen akım zaman grafiğinde ise bu durumun tersi görülmüştür. Gaz konsantrasyonu arttıkça akım değerlerinde değişimin arttığı görülmüştür. Katkısız ZnO nanoçubuk sensörlerinin sırasıyla IPA, aseton, etanol, NO₂ ve nem ortamındaki ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

Şekil 4.26' da katkısız ZnO nanoçubukların 100 °C sıcaklıkta İPA'nın artan konsantrasyonuna bağlı olarak akım değerinde artış görülmüştür. Bu durumun sebebi, İPA molekülleri ile yüzeye iyonik olarak tutunmuş oksijen arasında gerçekleşen reaksiyonlardır. Redoks reaksiyonları olarak bilinen indirgenme reaksiyonu sonucunda elektron almıştır.



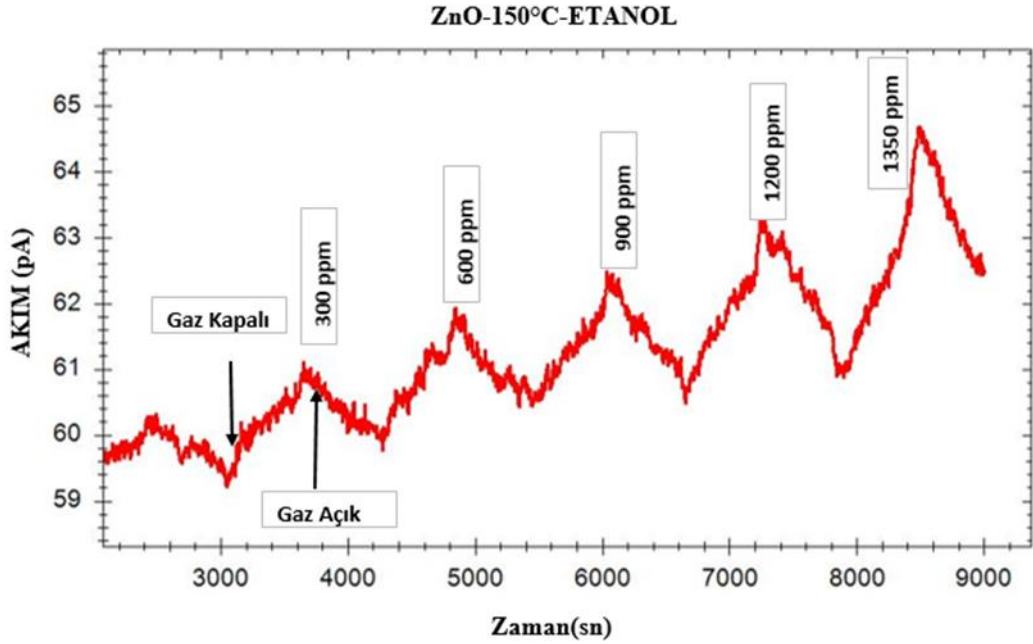
Şekil 4.26: Katkısız ZnO nanoçubukların 100 °C sıcaklıkta İPA ortamında akım zaman (I-t) grafiği.

Katkısız ZnO nanoçubuk sensörlerine aseton ve etanol gazı verildiğinde de benzer şekilde verilen gazın konsantrasyonunun artmasıyla birlikte akım değerinde artış gözlemlenmiştir (Şekil 4.27 ve 4.28). Katkısız ZnO nanoçubuk sensörünün 4 farklı konsantrasyondaki (1820 ppm, 3640 ppm, 5460 ppm, 7280 ppm) aseton buharına karşı akım-zaman grafiği Şekil 4.27' de verilmiştir. İPA' ya benzer şekilde indirgenme reaksiyonu ile gazın artan tüm konsantrasyonlarına karşılık olarak akım artmıştır.



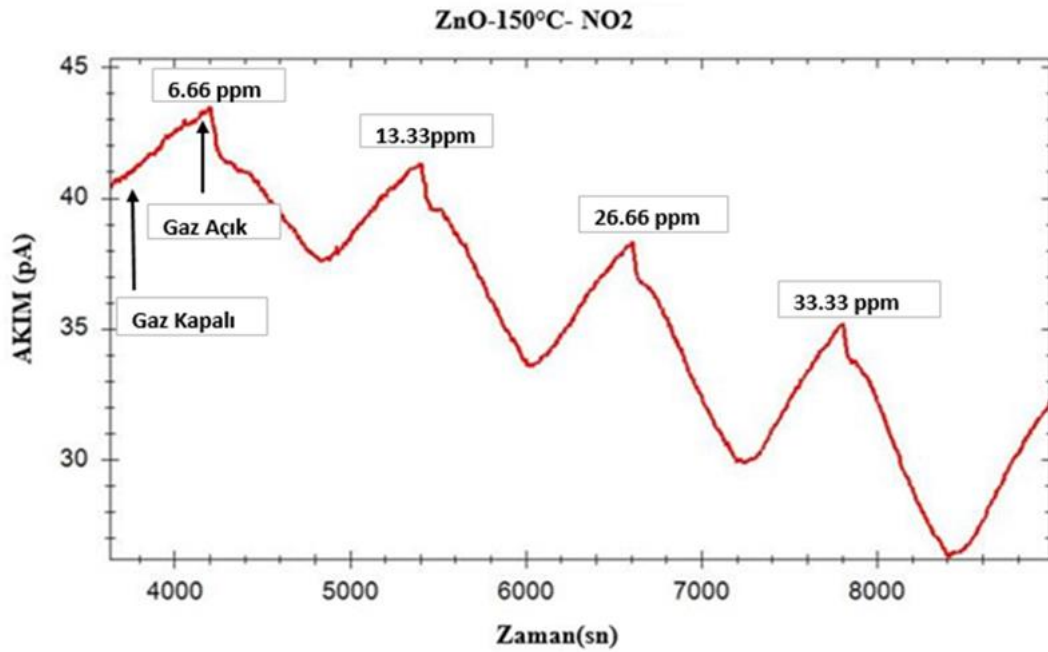
Şekil 4.27: Katkısız ZnO nanoçubuk sesörün 150°C’ de asetona karşı akım zaman (I-t) değişimi.

Katkısız ZnO nanoçubukların etanol buharını algılama ölçümleri, kuru hava ortamında, 150°C’ de, 5 farklı konsantrasyonda (300 ppm, 600 ppm, 900 ppm, 1200 ppm, 1350 ppm) gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.28’de Katkısız ZnO nanoçubukların farklı etanol konsantrasyonunda akım-zaman (I-t) grafiği verilmiştir.

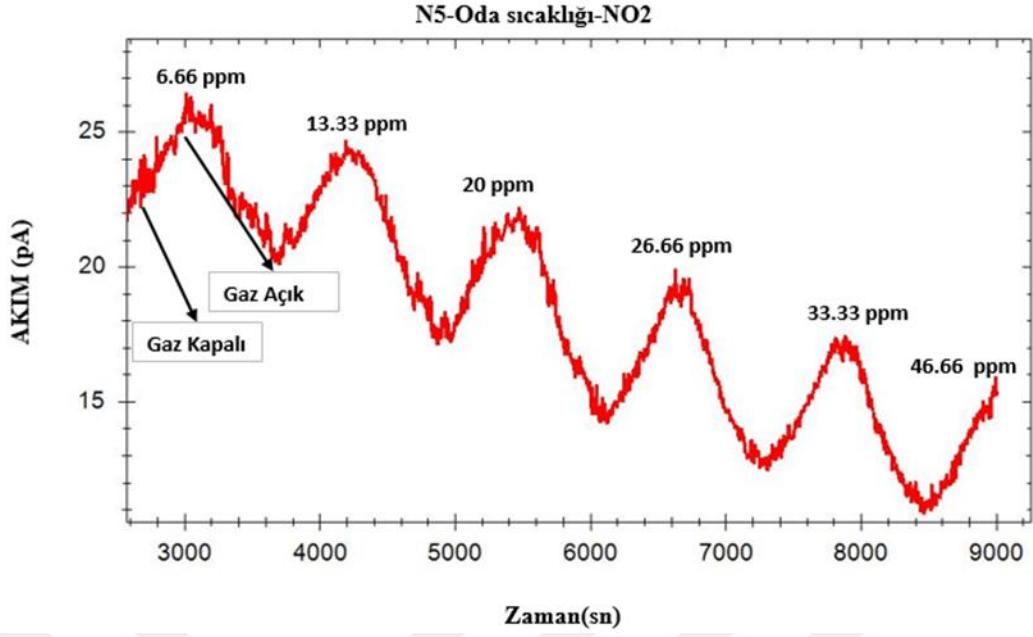


Şekil 4.28: Katkısız ZnO nanoçubuk sesörün 150°C’ de etanol gazına karşı akım zaman (I-t) grafiği.

150 °C sıcaklıkta katkısız ZnO nanoçubukların NO₂ gazına karşı akım zaman grafiği şekil 4.29’da verilmiştir. Ayrıca oda sıcaklığında Ni katkılı ZnO nanoçubukların NO₂ gazına karşı akım zaman grafiği 4.30’da verilmiştir. Algılanan yüklü moleküllerin boş bölgelere tutunması ile elektronlar iletim bandından çekilerek iletkenliğin azalmasına neden olmaktadır. Böylece her bir konsantrasyon değişikliğinde akım değerinde azalma gerçekleşmiştir. Diğer gazlardaki akım artışından farklı olarak burada azalma görölmesinin sebebi NO₂ gazının oksitleyici gazlar arasında yer almasıdır. Bu özelliği sebebiyle elektronları NO₂ gaz moleküllerine taşır ve iyonize moleküller oluşur ve ZnO’nun iletkenliği azalmış olur. Bu durum gazların algılanmasında seçicilik açısından avantaj sağlamaktadır [18].

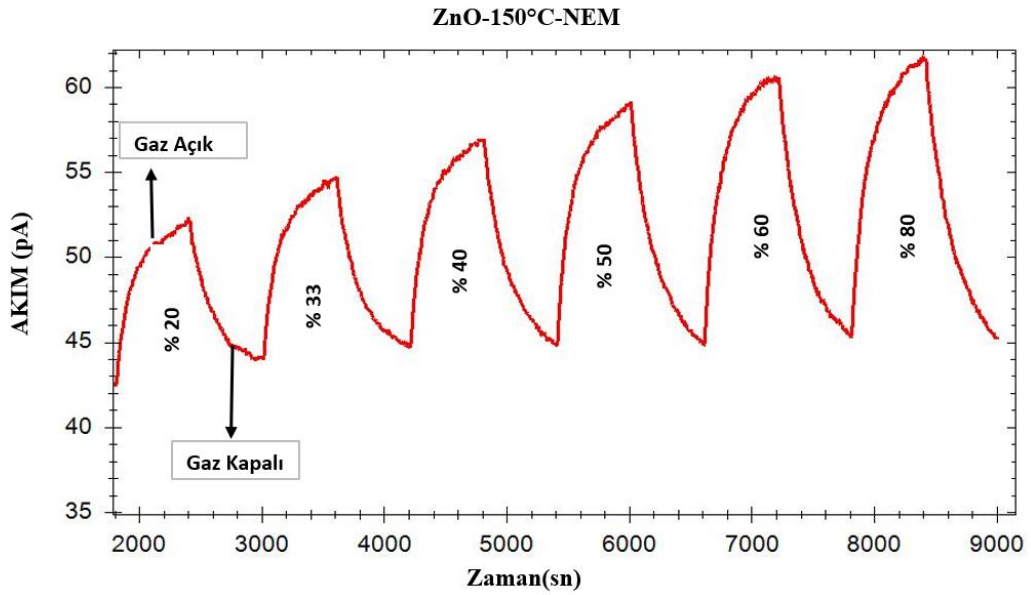


Şekil 4.29: Katkısız ZnO nanoçubuk sesörün 150°C’ de NO₂ gazına karşı akım zaman (I-t) grafiği.



Şekil 4.30: Oda sıcaklığında %5 Ni katkılı ZnO nanoçubuk sensörün NO₂ ortamında akım zaman (I-t) grafiği.

Oksitleyici gazlar arasında yer alan nem ortamında 6 farklı yüzde değeri (%20, %33, %40, %50, %60, %80) için testler yapılmıştır. Katkısız ZnO nanoçubuk sesörün 150°C sıcaklıkta farklı konsantrasyonlarda neme karşı elde edilen akım -zaman grafiği şekil 4.31’ de verilmiştir. Artan nem yüzdesine karşılık her bir adımda akım değerlerinde azalma olduğu görülmüştür. Bunun sebebi nem buharının oksitleyici bir gaz olarak tepkimeye girmesi ve iletkenliği azaltmasıdır.



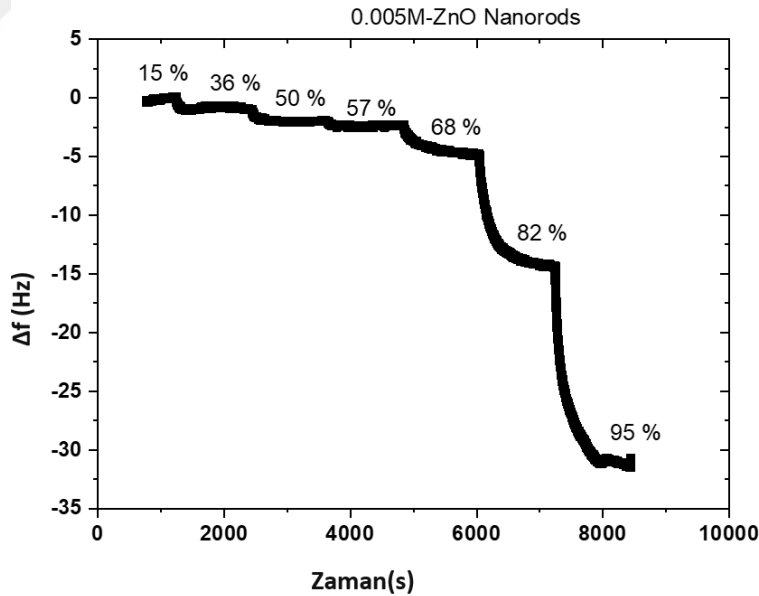
Şekil 4.31: Katkısız ZnO nanoçubuk sensörün 150°C’de nem ortamında akım zaman(I-t) grafiği.

4.3.2 Kütle duyarlıklı gaz ölçümleri

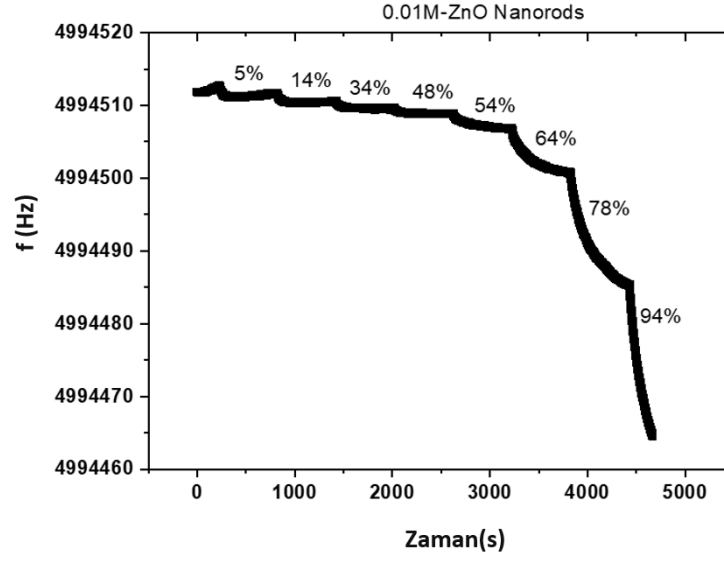
Üç farklı konsantrasyonda (0,005M, 0,01M ve 0,02) QCM üzerinde hidrotermal yöntemle üretilen ZnO nanoçubukların rezonans frekans kayması sırasıyla şekil 4.32, 4.33 ve 4.34’ de verilmiştir. QCM, iki metal elektrot arasına sıkıştırılmış kuvars kristal mikro terazisidir. Rezonans frekansının kütleye bağlı değişiminden yararlanılarak ara yüzdeki kütle değişimlerini belirlemek için kullanılır. QCM'lerin normal salınımını sağlamak için kuvars kristalin her iki tarafına bir metal elektrot tabakası kaplamak gerekir. QCM'lerin kütle hassasiyet fonksiyonu, metal elektrotların malzemesine, şekline, kalınlığına ve boyutuna bağlı olarak büyük ölçüde farklılık gösterebilir.

Sauerbrey, QCM yüzeyindeki kütle frekans ilişkisini tanımlayan Sauerbrey denklemini ortaya koymuştur. Denklem 4.2’ de verilmiştir. Δm kütle değişimi ve Δf frekans kaymasıdır. C_{QCM} 5 MHz AT-kesim QCM'ler için $17,7 \text{ ng.cm}^{-2}.\text{Hz}^{-1}$ değerine sahip kütle hassasiyet sabitidir. Sauerbrey denklemindeki kütle hassasiyet sabiti C_{QCM} sadece kuvars kristalinin malzeme sabitleriyle ilişkilidir [41].

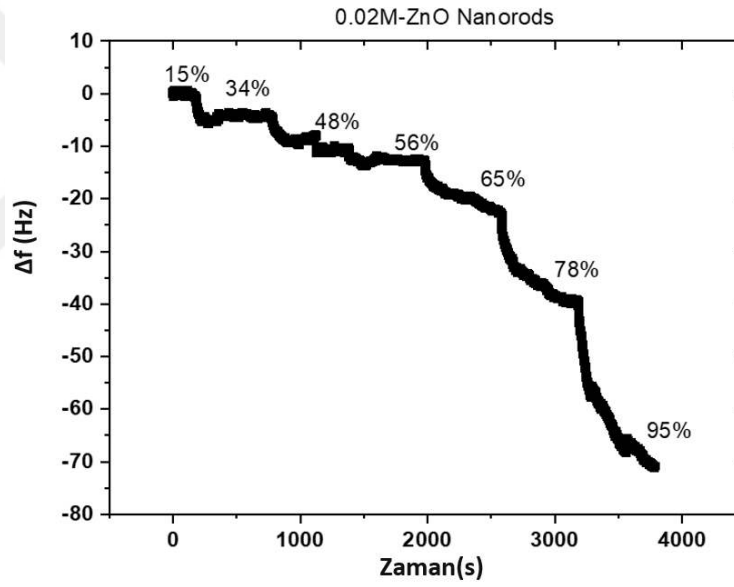
$$\Delta m = -C_{QCM} \times \Delta f \quad (4.2)$$



Şekil 4.32: Oda sıcaklığında 0.005M çözelti ile hazırlanan katkısız ZnO nanoçubuk kaplı QCM sensörün neme karşı frekans kayması-zaman grafiği.

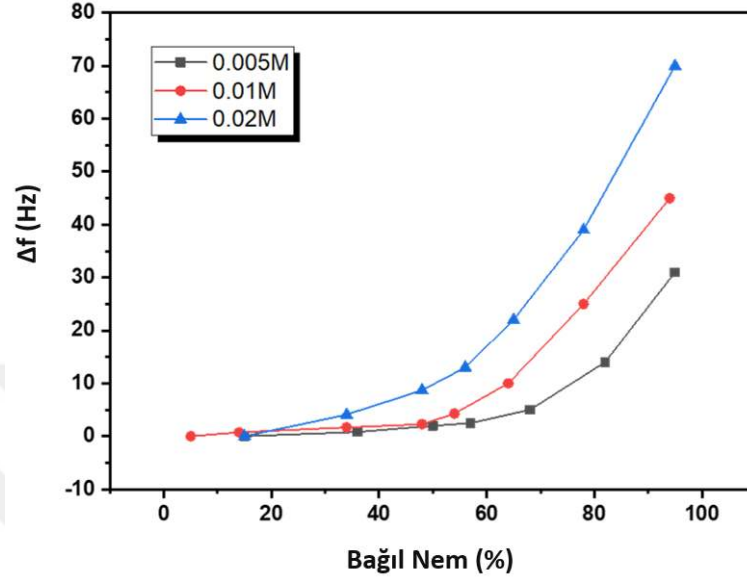


Şekil 4.33: Oda sıcaklığında 0.01M çözelti ile hazırlanan katkısız ZnO nanoçubuk kaplı QCM sensörün neme karşı frekans kayması-zaman grafiği.



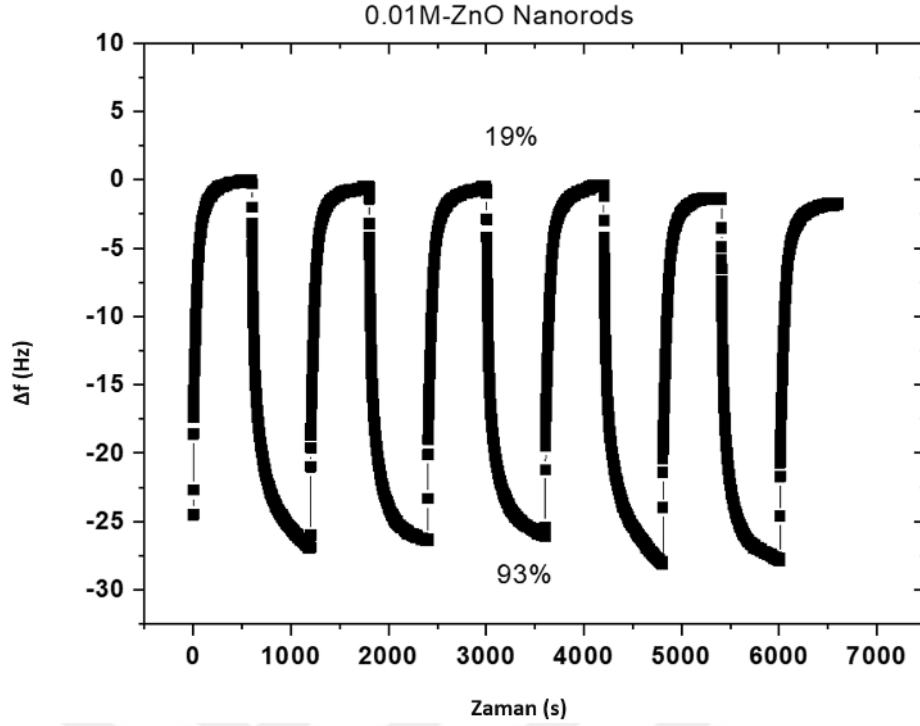
Şekil 4.34: Oda sıcaklığında 0.02M çözelti ile hazırlanan katkısız ZnO nanoçubuk kaplı QCM sensörün neme karşı frekans kayması-zaman grafiği.

Üç farklı çözelti konsantrasyonunda (0.005M, 0.01M, 0.02M) QCM sensör üzerinde üretilen katkısız ZnO nanoçubukların bağıl nem yüzdesi frekans değişimi grafiği şekil 4.35’ de verilmiştir. Düşük konsantrasyonda nem artışına karşılık frekans değişimi yavaş artarken konsantrasyon artışına bağlı olarak frekans değişiminin daha hızlı arttığı görülmüştür.



Şekil 4.35: Üç farklı çözelti konsantrasyon değerinde QCM sensör üzerinde üretilen ZnO nanoçubuklar için neme karşı frekans kayması-nem konsantrasyonu grafiği.

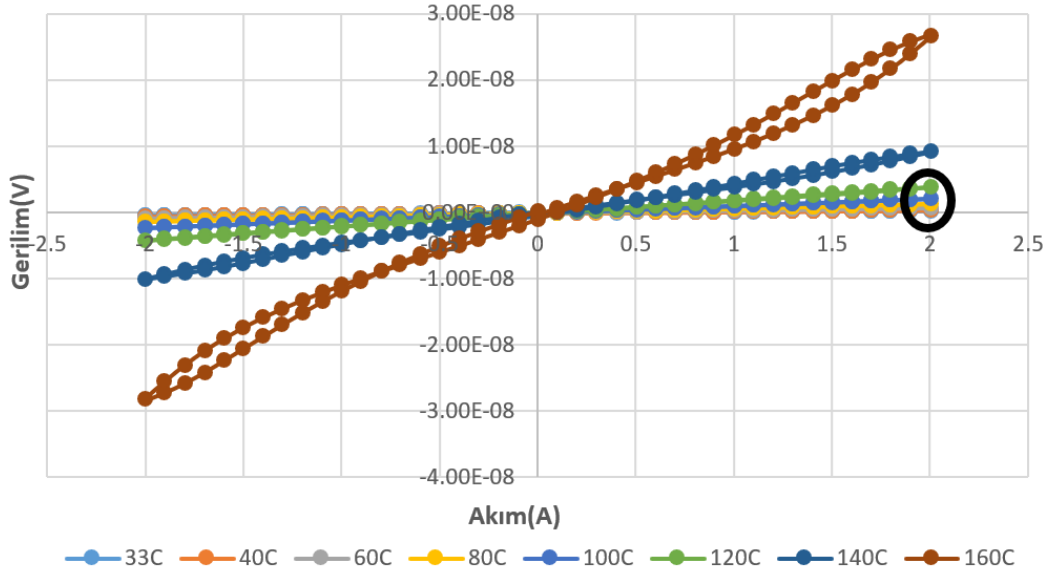
QCM üzerinde 0,01M çözelti ile hazırlanan ZnO nanoçubukların %19 ile %93 aralığındaki konsantrasyondaki nem ortamının altı kez değiştirilmesi ile frekans kayması değerlerinin zamana bağlı değişim grafiği şekil 4.36’da verilmiştir. Yaklaşık iki saat boyunca frekans değerleri ölçülmüştür. %19 nem verildiğinde frekans değişimi sıfıra yaklaşırken nem konsantrasyonu %93’e çıkarıldığında frekans değişiminin yaklaşık -25 civarına geldiği görülmüştür. Tekrarlı nem ölçümlerin her birinde benzer veriler elde edilmiştir. Yaklaşık olarak %70 konsantrasyon farkı aralığında gerçekleştirilen tekrarlı ölçümler sonucunda sensörün kararlı bir yapıda olduğu görülmüştür.



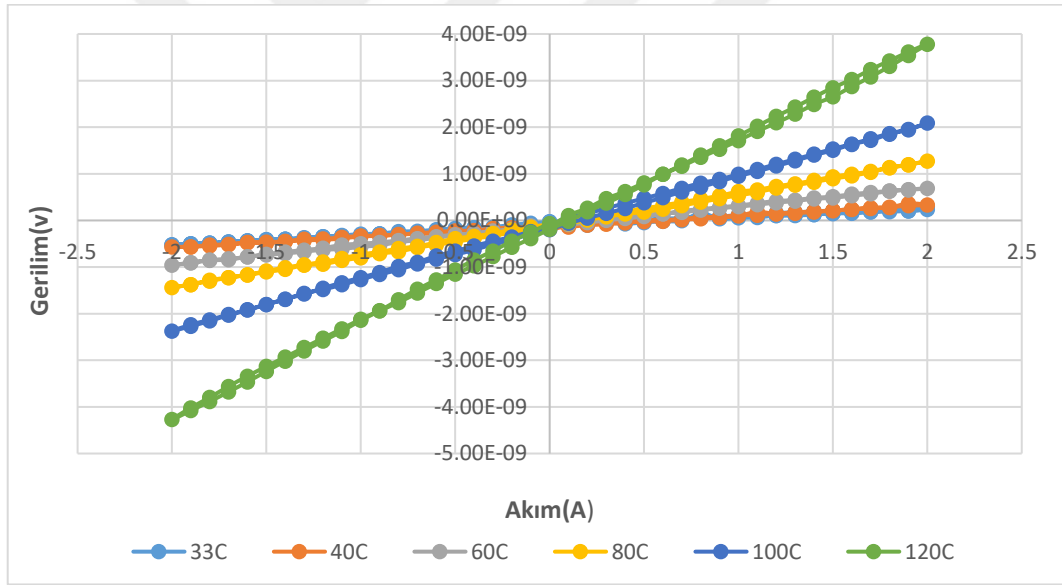
Şekil 4.36: Tekrarlı ölçüm: 0.01M çözeltiyle QCM sensör üzerinde üretilen ZnO nanoçubuklar için neme karşı frekans kayması-zaman grafiği.

4.4 Elektriksel Karakterizasyon Sonuçları

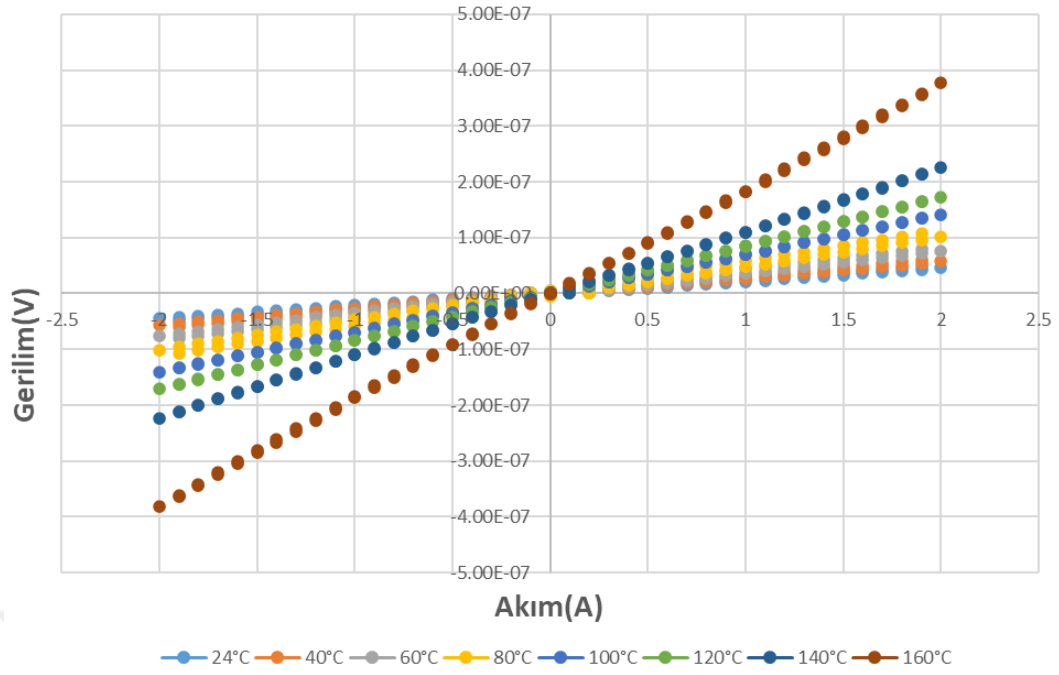
Cam altlık üzerinde üretilen katkısız ZnO nanoçubukların farklı sıcaklıklardaki akım-gerilim (I-V) grafiği şekil 4.37 ve 4.38’de verilmiştir. Yine cam altlık üzerine üretilen %1, %2 ve %5 Ni katkılı ZnO nanoçubukların grafiği ise sırasıyla şekil 4.39, 4.40 ve 4.41’de verilmiştir. I-V grafiklerinden genel olarak tüm sıcaklık ve gerilim aralıklarında lineer bir davranış görülmektedir. Sıcaklığın artması ile birlikte akım değerlerinde artış görülmektedir. Böylece nanoçubukların iletkenliği arttığı söylenebilir. Düşük sıcaklıklarda ohmik özellikler gösteren katkısız ZnO nanoçubuk kaplanmış yüzey, sıcaklık arttıkça Schottky davranışa doğru gittiği gözlenmiştir. Sıcaklık yükseldiğinde, ZnO nanoçubuklar içindeki elektronların termal enerjisi artar. Bu artış, elektronların değerlik bandından iletkenlik bandına daha hızlı geçiş yapmalarına neden olur. Böylece akımın artışı hızlanmıştır. Ayrıca, yüksek potansiyel değerlerinde akımın daha hızlı artmasının bir diğer nedeni, yüzey seviyelerinde hapsolan elektronların termal enerji etkisiyle ilettime daha kolay katılabilmesidir. Bu sonuç literatürdeki çalışmalar ile örtüşmektedir [6].



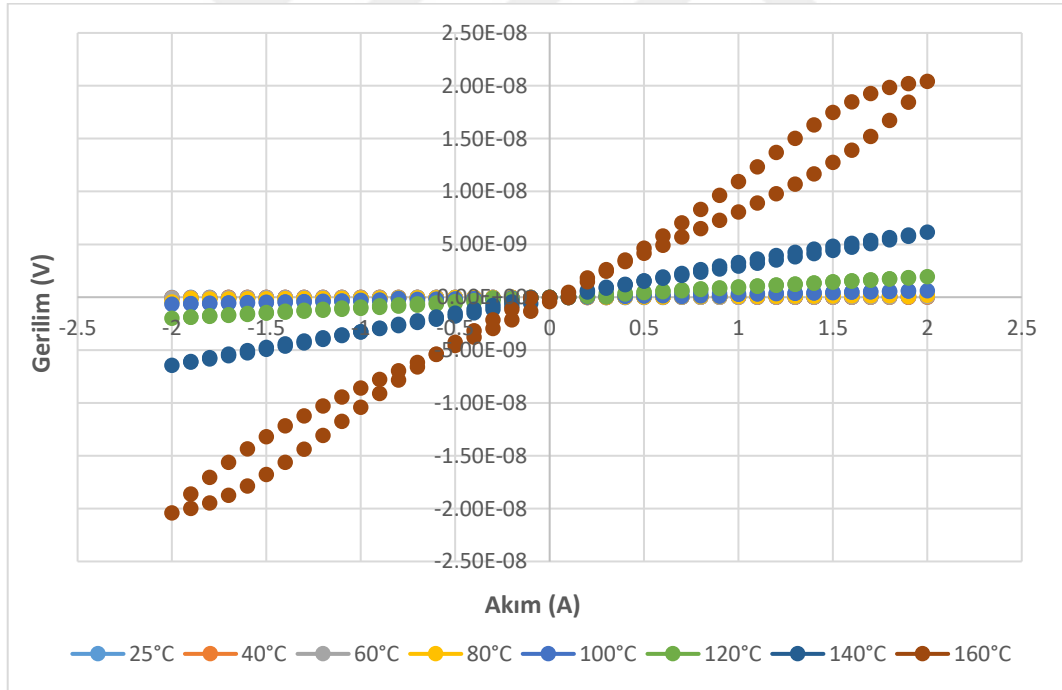
Şekil 4.37: Cam altlık üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen katkısız ZnO nanoçubukların sıcaklığa bağlı akım gerilim(I-V) grafiği.



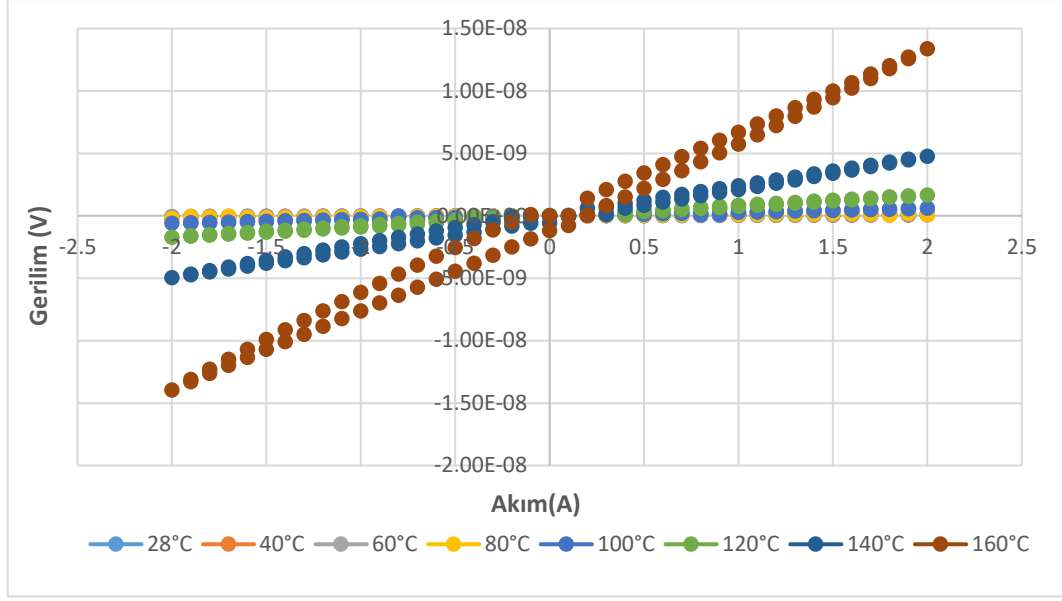
Şekil 4. 38: Şekil 4.35' de seçili bölgenin ayrıntılı grafiği.



Şekil 4.39: Cam altlık üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %1 Ni katkılı ZnO nanoçubukların sıcaklığa bağlı akım gerilim(I-V) grafiği.



Şekil 4.40: Cam altlık üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %1 Ni katkılı ZnO nanoçubukların sıcaklığa bağlı akım gerilim(I-V) grafiği.



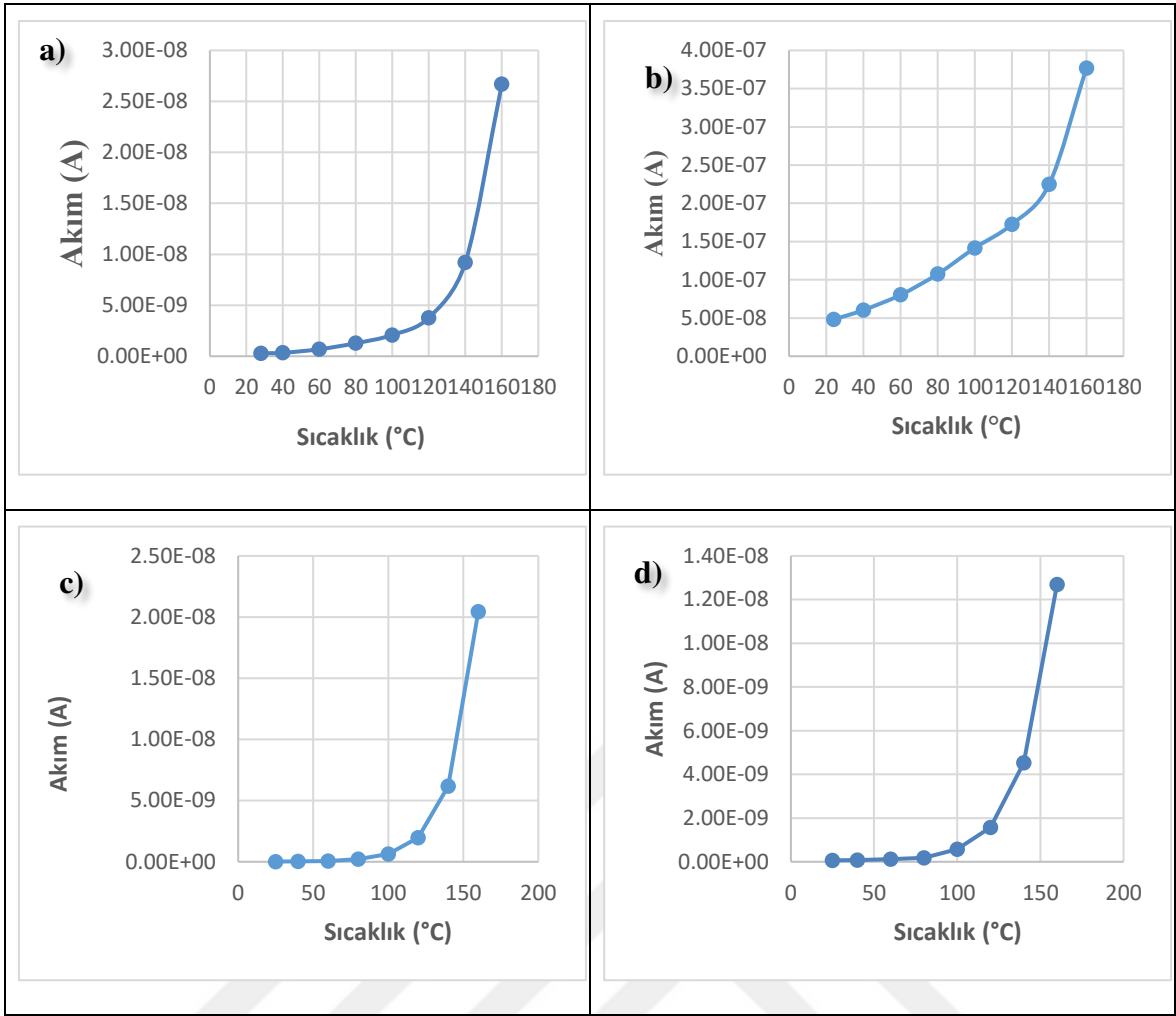
Şekil 4.41: Cam altlık üzerinde hidrotermal yöntem ile üretilen %5 Ni katkılı ZnO nanoçubukların sıcaklığa bağlı akım gerilim(I-V) grafiği.

Katkısız ve farklı oranlarda Ni katkılı ZnO nanoçubukların elektrisel iletim mekanizması hakkındaki verilere elde etmek amacı 2V potansiyeldeki akım değeri göz önüne alınarak akım sıcaklık (I-T) grafikleri çizilmiş ve şekil 4.42’ de verilmiştir. Yükselen sıcaklık ile birlikte, akım, termal olarak uyarılan elektronların enerjisi bant aralığının enerjisine eşit olana kadar değerlik bandından iletkenlik bandına uyarılmış elektronlar nedeniyle artmıştır.

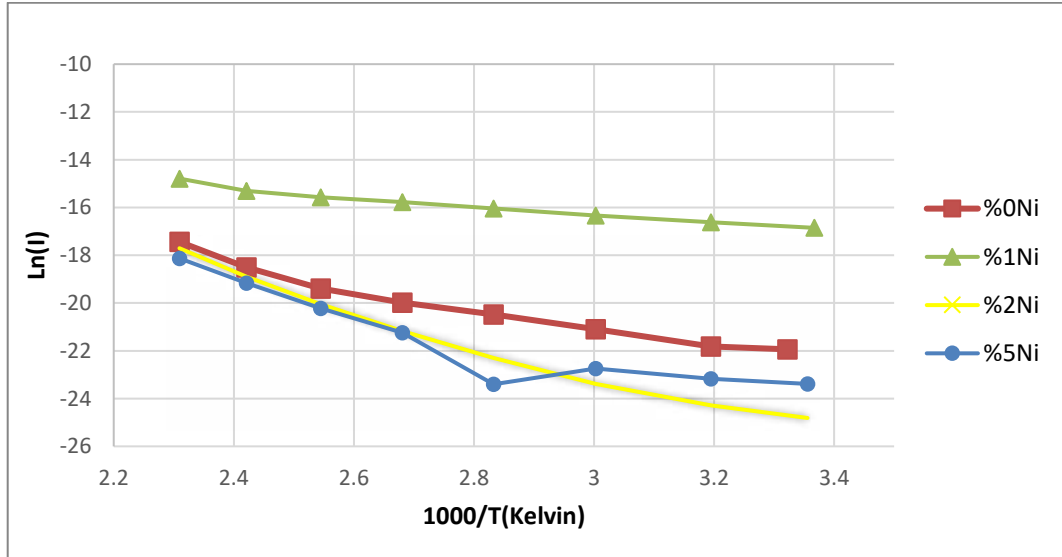
Aktivasyon enerjisi $\ln(\sigma)$ ile $1000/T$ grafiğinin çizilmesiyle olarak belirlenmektedir. Aktivasyon enerjisinin optik bant aralığı enerjisinden daha küçük olması, iletkenliğin yük taşıyıcılarının valans bandından alıcı seviyeye geçişinden kaynaklandığını söylenebilir [37]. Katkısız ve farklı oranlarda Ni katkılı ZnO nanoçubukların $(\ln I - 1000/T)$ grafiği şekil 4.43’de verilmiştir.

$$\sigma_{dc} = \sigma_0 \exp\left(\frac{-E_a}{kT}\right) \quad (4.3)$$

Burada burada E_a aktivasyon enerjisi, T sıcaklığı, k Boltzmann sabiti ve σ_0 orantı sabitidir. Elektriksel iletkenliğin gerçekleşmesinde elektronların serbest hareketi gereklidir. Denklemden görüldüğü gibi elektriksel iletkenlik sıcaklığın bir fonksiyonu olacak şekilde sıcaklığın değişmesiyle üstel biçimde değişmektedir. İletkenlik akım ile doğru orantılı olduğu için Katkısız ZnO nanoçubukların $\ln I$, $1000/T$ bağımlılığından yararlanılmıştır. Şekil 4.43’ de $\ln(I)-1000/T$ grafiği verilmiştir.



Şekil 4. 42: a) Katkısız, b) %1, c) %2 ve d) %5 Ni katkılı ZnO nanoçubukların sıcaklık-akım (I-t) grafikleri.



Şekil 4.43: Hidrotermal yöntemle üretilen katkısız ve farklı oranlarda Ni katkılı ZnO nanoçubukların logaritmik akım($\ln I$)- $1000/T$ grafiği.

5. SONUÇLAR

Cam üzerinde üç farklı konsantrasyonda, sol jel yöntemi ile spin kaplmamanın ardından hidrotrmal yöntem kullanılarak üretilen ZnO nanoçubukların çözelti konsantrasyonu arttıkça yüzeyde oluşan nanoçubukların yoğunluğunun arttığı gözlemlendi. Yaklaşık olarak 100nm boyutunda nanoçubuklar üretildi.

Katkısız ZnO nanoçubukların artan sıcaklığa bağlı olarak I-V karakteristiği incelenmiştir. Sıcaklığın artmasıyla gerilim değerleri artmıştır. Katkısız üretilen çiplerin aseton, etanol, NO₂ ve nem ortamındaki ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Belirlenen gazlara karşı duyarlılığı olduğu görülmüştür.

Ni katkılı örneklerde %5'e kadar olan konsantrasyonlarda nanoçubuklar oluşurken %5 den sonraki oranlar için nanoçubuklar oluşmamıştır. SEM incelemeleri sonucunda farklı yapılar görülmüştür.

Artan nikel konsantrasyonu ile sıcaklığa bağlı akım değişimi incelenmiştir. Ni konsantrasyonunun artması ile nanoçubukların iletkenliğinin azaldığı görülmüştür.

Ag katkılı nanoçubuk üretiminde %1 konsantrasyonda 90 °C hidrotermal işlem ile gümüş katkılanan numunelerde nanoçubuklar başarılı bir şekilde üretilmiştir. %5 konsantrasyon değeri için cam üzerindeki nanoçubuklar arasında topaklanmalar mevcuttu. Yüzeyde biriken gümüş partiküllerinin nanoçubuk yapısı içerisine dahil olması için farklı sıcaklıklarda ve sürelerde yapılan deneylerde topaklanmalar oluşmuş ve 200 °C'de üretimi gerçekleştirilen numune üzerinde çiçek benzeri yapılar oluşmuştur.

Ag katkılı ZnO nanoçubukları çip üzerinde ürettiğimiz ve hidrotermal işlem sıcaklığını 150 °C olarak belirlediğimiz örnekte topaklanmalar görülmemiştir. Nanoçubuklar homojen dağılımlı olarak yüzeyde görülmüştür. Ancak aynı örneğin EDX görüntüsünü incelediğimizde Ag metali görülmemektedir.

QCM üzerinde üretilen katkısız ZnO nanoçubuk kaplı sensörün %5 ile %94 bağıl nem aralığında nem ölçümleri test edilmiştir. Sensörün frekans değişimi, artan test konsantrasyonu ile birlikte artmıştır. Tekrarlı nem ölçümlerinde benzer veriler elde edilmiştir ve sensörün kararlı yapıda olduğu görülmüştür.

KAYNAKLAR

- [1] A. M. AlAhzm, M. O. Alejli, D. Ponnamm, Y. Elgawady, and M. A. A. Al-Maadeed, "Piezoelectric properties of zinc oxide/iron oxide filled polyvinylidene fluoride nanocomposite fibers," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 32, no. 11, 2021, doi: 10.1007/s10854-021-06020-3.
- [2] H. , & Ö. Ü. Morkoç, "Zinc oxide: fundamentals, materials and device technology. John Wiley & Sons.," in *Zinc oxide: fundamentals, materials and device technology. John Wiley & Sons.*, 2008.
- [3] L. N. Ramadhika, S. Suryaningsih, and A. Aprilia, "Photoactivity Enhancement of TiO₂ Nanoparticle-decorated ZnO as a Photocatalyst in Methylene Blue Degradation," *J Phys Conf Ser*, vol. 2376, no. 1, p. 012003, Nov. 2022, doi: 10.1088/1742-6596/2376/1/012003.
- [4] M. S. S. Danish *et al.*, "Photocatalytic Applications of Metal Oxides for Sustainable Environmental Remediation," *Metals (Basel)*, vol. 11, no. 1, p. 80, Jan. 2021, doi: 10.3390/met11010080.
- [5] K. M. Lee, C. W. Lai, K. S. Ngai, and J. C. Juan, "Recent developments of zinc oxide based photocatalyst in water treatment technology: A review," *Water Res*, vol. 88, pp. 428–448, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.watres.2015.09.045.
- [6] S. Öztürk, "ZnO Nanohetero Yapılı Malzemelerin Üretimi, Karakterizasyonu Ve Uygulama Alanlarının İncelenmesi," Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik Ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze, 2014.
- [7] O. Alev, N. Sarıca, O. Özdemir, L. Ç. Arslan, S. Büyükköse, and Z. Z. Öztürk, "Cu-doped ZnO nanorods based QCM sensor for hazardous gases," *J Alloys Compd*, vol. 826, p. 154177, Jun. 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.154177.
- [8] C. W. Zou *et al.*, "Characterization and properties of TiN-containing amorphous Ti–Si–N nanocomposite coatings prepared by arc assisted middle frequency magnetron sputtering," *Vacuum*, vol. 84, no. 6, pp. 817–822, Feb. 2010, doi: 10.1016/J.VACUUM.2009.10.050.
- [9] V. S. Bhati, M. Hojamberdiev, and M. Kumar, "Enhanced sensing performance of ZnO nanostructures-based gas sensors: A review," *Energy Reports*, vol. 6, pp. 46–62, Feb. 2020, doi: 10.1016/j.egy.2019.08.070.
- [10] F. Khurshid, M. Jeyavelan, M. S. L. Hudson, and S. Nagarajan, "Ag-doped ZnO nanorods embedded reduced graphene oxide nanocomposite for photo-electrochemical applications," *R Soc Open Sci*, vol. 6, no. 2, p. 181764, Feb. 2019, doi: 10.1098/rsos.181764.
- [11] Tabak Eray, "Improvement Of Electrical And Photocatalytic Properties Of Boron-Doped Zno Nanorods And Synthesis Design Optimization By Taguchi Approach," İstanbul, 2024.
- [12] C. A. Betty, S. Choudhury, and A. Shah, "Nanostructured metal oxide semiconductors and composites for reliable trace gas sensing at room temperature," Feb. 01, 2023, *Elsevier B.V.* doi: 10.1016/j.surfin.2022.102560.
- [13] N. Hongsinh, C. Viriyaworasakul, P. Mangkorntong, N. Mangkorntong, and S. Choopun, "Ethanol sensor based on ZnO and Au-doped ZnO nanowires," *Ceram Int*, vol. 34, no. 4, pp. 823–826, May 2008, doi: 10.1016/J.CERAMINT.2007.09.099.
- [14] H. Wei, Y. Wu, N. Lun, and C. Hu, "Hydrothermal synthesis and characterization of ZnO nanorods," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 393, no. 1–2, pp. 80–82, Feb. 2005, doi: 10.1016/j.msea.2004.09.067.

- [15] S. Öztürk, N. Kiliç, and Z. Z. Öztürk, "Fabrication of ZnO nanorods for NO₂ sensor applications: Effect of dimensions and electrode position," *J Alloys Compd*, vol. 581, pp. 196–201, 2013, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.07.063.
- [16] Y. Al-Hadeethi *et al.*, "Synthesis, characterization and acetone gas sensing applications of Ag-doped ZnO nanoneedles," *Ceram Int*, vol. 43, no. 9, pp. 6765–6770, Jun. 2017, doi: 10.1016/j.ceramint.2017.02.088.
- [17] S. Öztürk, N. Kiliç, N. Taştan, and Z. Z. Öztürk, "A comparative study on the NO₂ gas sensing properties of ZnO thin films, nanowires and nanorods," *Thin Solid Films*, vol. 520, no. 3, pp. 932–938, Nov. 2011, doi: 10.1016/j.tsf.2011.04.177.
- [18] S. Baruah and J. Dutta, "Hydrothermal growth of ZnO nanostructures," *Sci Technol Adv Mater*, vol. 10, no. 1, p. 013001, Jan. 2009, doi: 10.1088/1468-6996/10/1/013001.
- [19] A. Coşgun, A. Taşçıoğlu, and G. Yılmaz, "İnce Film Üretiminde Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi ve Çeşitleri," *Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, vol. 12, no. 2, pp. 351–363, Dec. 2021, doi: 10.29048/makufebd.861301.
- [20] S. Sönmezoglu, M. Koç, and S. Akin, "İnce film üretim teknikleri."
- [21] J. E. Hullu, S. C. Sahu, and A. W. Hayes, "Nanotechnology: History and future," Dec. 01, 2015, *SAGE Publications Ltd*. doi: 10.1177/0960327115603588.
- [22] S. Sarwar, D. A. Raja, D. Hussain, M. R. Shah, and M. I. Malik, "Introduction to nanotechnology," in *Handbook of Nanomaterials, Volume 1*, Elsevier, 2024, pp. 1–26. doi: 10.1016/B978-0-323-95511-9.00012-3.
- [23] H. Aydın, "Zno Esaslı Nanoyapılı Yarıiletken İnce Filmlerin Büyütülmesi Ve Gaz Sensörlerinin Üretilmesi."
- [24] S. Öztürk, A. Kösemen, Z. A. Kösemen, N. Kiliç, Z. Z. Öztürk, and M. Penza, "Electrochemically growth of Pd doped ZnO nanorods on QCM for room temperature VOC sensors," *Sens Actuators B Chem*, vol. 222, pp. 280–289, Jan. 2016, doi: 10.1016/J.SNB.2015.08.083.
- [25] B. Georgieva, M. Petrov, K. Lovchinov, M. Ganchev, V. Georgieva, and D. Dimova-Malinovska, "Application of electrochemically deposited nanostructured ZnO layers on quartz crystal microbalance for NO₂ detection," *J Phys Conf Ser*, vol. 559, p. 012014, Nov. 2014, doi: 10.1088/1742-6596/559/1/012014.
- [26] S. Choopun, N. Hongstith, P. Mangkorntong, and N. Mangkorntong, "Zinc oxide nanobelts by RF sputtering for ethanol sensor," *Physica E Low Dimens Syst Nanostruct*, vol. 39, no. 1, pp. 53–56, Jul. 2007, doi: 10.1016/J.PHYSE.2006.12.053.
- [27] E. Comini, G. Faglia, G. Sberveglieri, Z. Pan, and Z. L. Wang, "Stable and highly sensitive gas sensors based on semiconducting oxide nanobelts," *Appl Phys Lett*, vol. 81, no. 10, pp. 1869–1871, Sep. 2002, doi: 10.1063/1.1504867.
- [28] Öztürk Sadullah, "Gaz Sensörü Uygulamaları için Zno Ve Katkılı Zno Nanotellerin Üretilmesi," 2009.
- [29] G. F. Fine, L. M. Cavanagh, A. Afonja, and R. Binions, "Metal Oxide Semiconductor Gas Sensors in Environmental Monitoring," *Sensors*, vol. 10, no. 6, pp. 5469–5502, Jun. 2010, doi: 10.3390/s100605469.
- [30] B. Abdikadyr, "İşlevselleştirmenin ve duyarlılaştırmanın metal-oksit gaz sensörlerine etkisinin incelenmesi ve algılama özelliklerinin geliştirilmesi," *Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli*, 2021.

- [31] B. Cömert Sertel, “Metal Katkılı Tio₂ İnce Filmlerin Geliştirilmesi Ve Sensör Uygulamaları,” Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2020.
- [32] H. Sürel, “Ni Katkılı ZnO Metal Oksit Yarıiletkenlerde Gaz Sensör Parametrelerinin İncelenmesi,” Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2017.
- [33] Afrah Abdulazeez A.Al-Khafajı, “Investigation of Structural And Dielectric Properties of ZnO Nanorods Growth By Hydrothermal Method,” master , Institute of Graduate Studies, Bolu, 2022.
- [34] Gul. Amin, *ZnO and CuO Nanostructures: Low Temperature Growth, Characterization, Their Optoelectronic and Sensing Applications*. Linkopings Universitet, 2012.
- [35] S. Öztürk, A. Kösemen, Z. Şen, S. Tuna, S. S. Bayazit, and N. Kılınç, “Highly Sensitive and Selective Detection of Dimethyl Methyl Phosphonate with Copolymer-Based QCM Sensors,” *Macromol Mater Eng*, vol. 309, no. 5, May 2024, doi: 10.1002/mame.202300346.
- [36] Q. Ahsanulhaq, A. Umar, and Y. B. Hahn, “Growth of aligned ZnO nanorods and nanopencils on ZnO/Si in aqueous solution: growth mechanism and structural and optical properties,” *Nanotechnology*, vol. 18, no. 11, p. 115603, Mar. 2007, doi: 10.1088/0957-4484/18/11/115603.
- [37] N. Kılınç, S. Öztürk, L. Arda, A. Altındal, and Z. Z. Öztürk, “Structural, electrical transport and NO₂ sensing properties of Y-doped ZnO thin films,” *J Alloys Compd*, vol. 536, pp. 138–144, Sep. 2012, doi: 10.1016/j.jallcom.2012.04.104.
- [38] Z. Yu, S. Ge, Y. Zuo, G. Wang, and F. Zhang, “Vacancy-induced room-temperature ferromagnetism in ZnO rods synthesized by Ni-doped solution and hydrothermal method,” *Appl Surf Sci*, vol. 256, no. 20, pp. 5813–5817, Aug. 2010, doi: 10.1016/j.apsusc.2010.02.067.
- [39] Y. Liu *et al.*, “Structural and photoluminescent properties of Ni doped ZnO nanorod arrays prepared by hydrothermal method,” *Appl Surf Sci*, vol. 257, no. 15, pp. 6540–6545, May 2011, doi: 10.1016/j.apsusc.2011.02.074.
- [40] J. Tauc, “Optical properties and electronic structure of amorphous Ge and Si,” *Mater Res Bull*, vol. 3, no. 1, pp. 37–46, Jan. 1968, doi: 10.1016/0025-5408(68)90023-8.
- [41] X. Huang, Q. Bai, J. Hu, and D. Hou, “A Practical Model of Quartz Crystal Microbalance in Actual Applications,” *Sensors*, vol. 17, no. 8, p. 1785, Aug. 2017, doi: 10.3390/s17081785.

ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad: Hatice ADIGÜZEL

ÖĞRENİM DURUMU:

Lisans: 2021, Marmara Üniversitesi, Atatürk Eğitim Fakültesi, Fizik Öğretmenliği

Yüksek Lisans: 2024, İnönü Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü.

MESLEKİ DENEYİM:

- 121M681, Nanoyapılı Pt Alaşım Tabanlı Rezistif Hidrojen Sensörü ARDEB, proje bursiyeri. 01.07.2021- 01.07.2022
- 2210-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurt İçi Yüksek Lisans Burs Programı. 01.03.2022-28.02.2023
- KIST School Internship Program (Korea Institute of Science and Technology) Şubat 2023- Ağustos 2023
- BİÇABA-Birlikte Çalışıp Birlikte Başaracağız Burs Programı, Proje bursiyeri. 01.08.2023- 01.08.2024

YÜKSEK LİSANS VEYA DOKTORA TEZİNDEN TÜRETİLEN ÇALIŞMALAR

(Makaleler, Bildiriler, Patentler v.b.)

ZnO nanorods fabrication and humidity detection properties, Hatice Adıgüzel, Tekin İzgi, Veli Serkan Kolat, Necmettin Kılınç 10th International Conference on Materials Science and Nanotechnology for Next Generation, (MSNG2023) 27–29 September 2023 Erciyes University, Kayseri, Türkiye.