

## ÇİNKO OKSİT NANOPARTİKÜLLERİ SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

<sup>1</sup>Emre ÖZBAY, <sup>1</sup>Handan GÜLCE

<sup>1</sup>Selçuk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, KONYA

<sup>1</sup>emreozbay@selcuk.edu.tr

(Geliş/Received: 27.06.2014; Kabul/Accepted in Revised Form: 16.09.2014)

**ÖZET:** Bu çalışmada, çinko oksit nanopartikülleri Adibik Asit aile çinko asetat reaksiyonundan kimyasal çöktürme yöntemiyle ilk kez üretilmiştir. Çinko Asetat ve Adibik Asit reaksiyonu ile elde edilen malzeme farklı sıcaklıklarında kalsine edilerek kristal büyüklükleri 20-40 nm arasında değişen ZnO nanopartiküllerinin elde edilmiştir. Kalsinasyon sıcaklığının üretilen materyallerin yapılarına etkisini incelemek için XRD, SEM, FT-IR, yöntemleri kullanılmıştır. FT-IR spektrumları üretilen malzemenin ZnO olduğunu kanıtlamıştır. XRD sonuçlarından sentezlenen ZnO nanopartiküllerinin hegzagonal bir yapıya sahip olduğu ve kalsinasyon sıcaklığının artmasıyla kristal yapıda büyüme olduğu belirlenmiştir. SEM fotoğraflarının incelenmesi ile kalsinasyon sıcaklığının morfolojik yapıyı değiştirdiği görülmüştür.

**Anahtar Kelimeler:** ZnO Sentezi, ZnO Karakterizasyonu, XRD, SEM, FT-IR

### GİRİŞ

Çinko oksit binlerce yıldır, güneş hücreleri (Belaidi, 2009), gaz sensörleri (Zong, 2010), dolgu malzemesi olarak tekstil sanayisi, direnç malzemesi olarak seramik ve cam sanayisi, aküvatör olarak lastik sanayisi, antiseptik ve kurutucu özelliği sayesinde ilaç sanayisi gibi çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. (Amir, 2012., Frederickson, 2005). Çinko oksit üretimi için hidrotermal (Jiaguo, 2008), kimyasal buhar biriktirme (Driess, 2003), sol-jel (Reda, 2010), termal ayrışma (Khalil, 2013), Pechini (Barros, 2006), elektrokimyasal çöktürme (Zi, 2014), kimyasal çöktürme (Farid, 2012) gibi çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. Bu yöntemler arasında kimyasal çöktürme yöntemi düşük maliyetli ve pratik bir yöntem olduğundan tercih edilmektedir. Bu çalışmada, çinko oksit nanopartikülleri adibik asit ile çinko asetat reaksiyonundan kimyasal çöktürme yöntemiyle ilk kez üretilmiştir. Sentezlenen maddenin yapısal özellikleri X-ışınları kırınımı (XRD), fourier transform infrared spektroskopisi (FT-IR), taramalı elektron mikroskobu (SEM) yöntemleri kullanılarak incelenmiştir.

### MATERYAL VE YÖNTEMİ

#### Materyal

Deneylerde kullanılan Zn(AC)<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O, Adibik Asit, Amonyak, Etil alkol kimyasalları analitik saflıkta olup Merk firmasından temin edilmiştir. Deneyde etüv, kül fırını (Elektra), pH metre (inoLab), kullanılmıştır. Elde edilen Çinko Oksit nanopartiküllerinin yapısal karakterizasyonu için XRD, SEM, FT-IR, yöntemleri kullanılmıştır.

#### Yöntem

Çinko Oksit nanopartiküllerinin kimyasal çöktürme yöntemiyle üretilmesi için 0.2 mol/L Çinko Asetat, (CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>Zn<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O, ve adibik asit, (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>O<sub>8</sub>), çözeltileri hazırlanıp uygun şartlarda karıştırıldı.

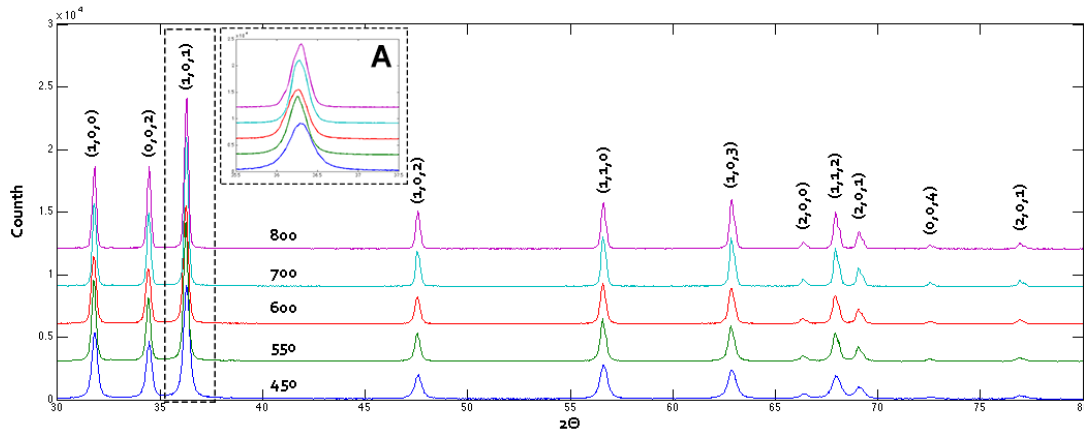
DOI: 10.15317/Scitech.2014410337

Karıştırılan çözeltinin pH'ı 7,0 oluncaya kadar amonyak eklendi. Elde edilen karışım, reaksiyonun tamamlanması için 1 saat boyunca oda sıcaklığında karıştırıldı. Oluşan Çinko oksit nanopartikülleri süzülerek ortamdan ayrıldı. Süzüntü etil alkol ve su ile birkaç kez yıkandı. Üretilen madde 4 saat 80 °C de kurutulduktan sonra 450-800 °C arasında değişen çeşitli sıcaklıklarda kül fırınında 1 saat kalsinasyon yapıldı.

## BULGULAR

### XRD Analizleri

Farklı kalsinasyon sıcaklıklarında sentezlenen Çinko Oksit partiküllerine ait XRD analizi sonuçları Şekil 1: 450, 550, 600, 700 ve 800 °C sıcaklıkta sentezlenen ZnO nanopartiküllerinin XRD görüntüleri'de verilmiştir. 450, 550, 600, 700 ve 800 °C sıcaklıkta elde edilen nanopartiküllerinin tamamının görüntüsü JCPDS kartı ile kıyaslandığında üretilen nanopartiküllerin hegzagonal yapıda olduğu belirlenmiştir. XRD pikleri JCPDS kartı 89-7102 nolu XRD dosya görüntüleri ile uyuşmaktadır.



Şekil 1: 450, 550, 600, 700 ve 800 °C sıcaklıkta sentezlenen ZnO nanopartiküllerinin XRD görüntüleri

Scherrer denklemi ile XDR görüntülerinde maksimum pikin elde edildiği bölgeden maddenin kristal büyüklüğü hesaplanabilir. Kristal büyüklüklerinin hesaplanması için kullanılan Scherrer denklemi, Denklem 1'de verilmiştir.

$$\beta = \frac{\lambda}{t \cos(\theta)}$$

Denklem 1

Yukarıda verilen denklemde  $\beta$  x-ışını kırınımı sonucunda elde edilen pikin yarı yükseklikteki genişliği,  $t$  kristal büyüklüğü,  $\lambda$  kullanılan x-ışınının dalga boyu,  $\theta$  düzlemin gözleendiği Bragg açısıdır. Scherrer denklemi normal olarak polikristal malzemelere uygulanır ve K (1'den çok farklı değil) gibi bir düzeltme faktörü içerir.

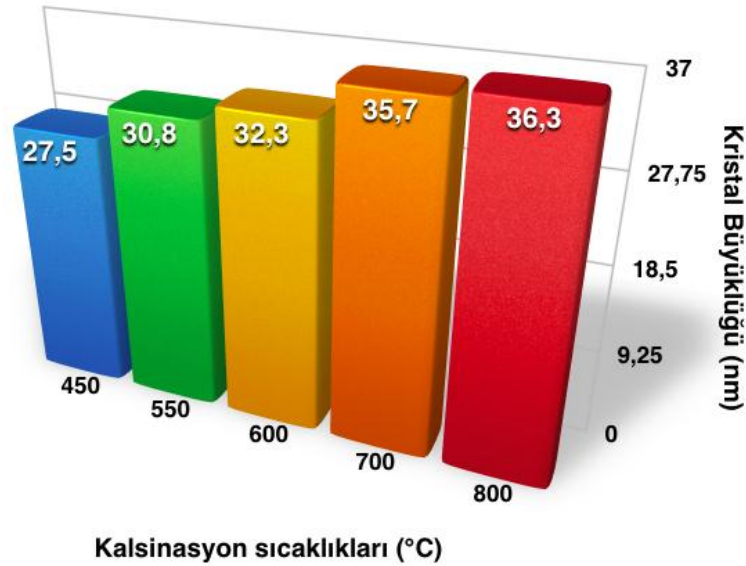
Sonuç olarak Scherrer formülü:

$$\beta = \frac{K\lambda}{t \cos(\theta)}$$

Denklem 2

şeklini alır. ZnO nanopartikülleri için bu sabit 0,9 gibi bir katsayıdır (Barros, 2006). Görüldüğü gibi kristal büyüklüğü ve yarı yükseklikteki pik genişliği birbiri ile ters orantılıdır. Geniş pikler oldukça düşük kristal büyüklüğüne sahip olur ki; bu istenmeyen bir duruma karşılık gelmektedir. Dar pikler polikristal bir malzemede tek kristal bölgelerinin büyük olması ile sonuçlanır. Bu aynı zamanda kristalin kalitesi hakkında da bilgi vermektedir (Hammond, 2001).

Şekil 1'deki XRD spektrumlarında A ile gösterilen pikin kullanılması ile Scherrer denkleminde hesaplanan kristal büyüklükleri Şekil 2'de verilmiştir.

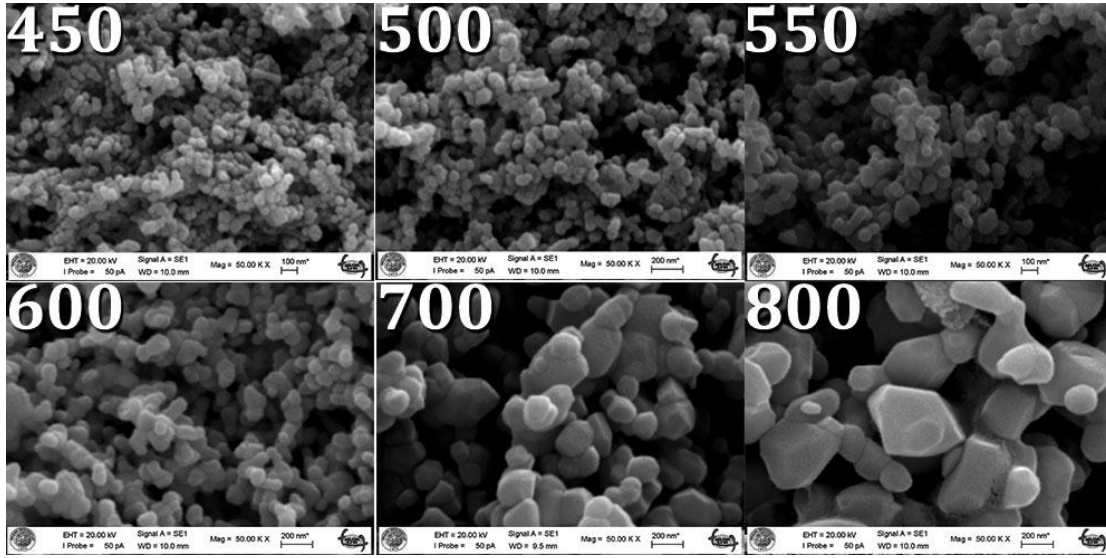


Şekil 2: Sentezlenen ZnO Nano Partiküllerinin Kristal Büyüklükleri Histogramu

Sonuçlar kalsinasyon sıcaklığı ile kristal büyüklüklerinin arttığını ortaya koymuştur. Bunun nedeni, daha yüksek sıcaklıklarda katı fazın kristalleşme hızı, atomların hızlarının artmasıyla faz oluşumunu kolaylaşmasındandır (Barros, 2006).

### SEM Analizleri

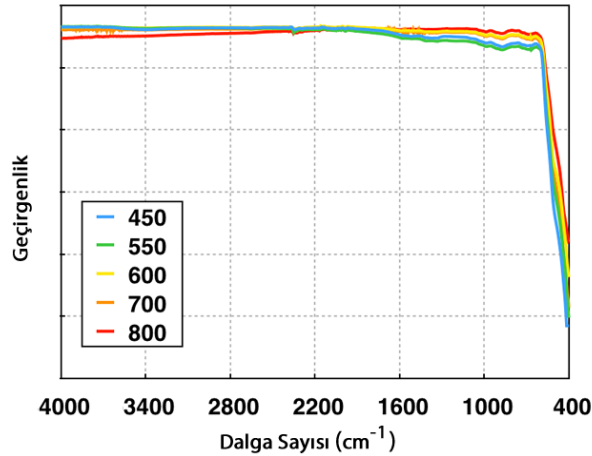
Şekil 3'te farklı kalsinasyon sıcaklıklarında sentezlenmiş ZnO nanopartiküllerinin SEM görüntüleri görülmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde üretilen ZnO partiküllerinin genel olarak hekzagonal bir morfolojik yapıya sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca, 450°C sıcaklıkta sentezlenen ZnO nanopartiküller ortalama 50 nm çapa sahipken, 800 °C sıcaklıkta sentezlenen ZnO nanopartiküller ortalama 200 nm çapa sahiptir. Bu da kalsinasyon sıcaklığı arttıkça partikül büyüklüğünün arttığını göstermektedir (Barros, 2006).



Şekil 3: Farklı kalsinasyon sıcaklıklarında sentezlenen ZnO SEM görüntüleri

### FT-IR Analizleri

Farklı kalsinasyon sıcaklıklarında üretilen ZnO nanopartiküllerinin FTIR spektrumları Şekil 4'te verilmiştir. Spektrumlardan görüldüğü gibi üretilen materyallerin tümü benzer yapıya sahiptir. Üretilen tüm maddelerin FTIR spektrumlarında 470  $\text{cm}^{-1}$ 'de şiddetli bir bant gözlenmiştir. Literatürde verilen ZnO'ya ait FTIR spektrumları incelendiğinde, elde edilen FTIR spektrumlarının literatürde verilen spektrumlar ile uyumlu olduğu belirlenmiştir. Literatürde bu absorpsiyon bandının Zn-O bağının karakteristik titreşimine ait olduğu bildirilmiştir (Nagaraja, 2012).



Şekil 4: Farklı kalsinasyon sıcaklıklarında sentezlenen ZnO FT-IR analizleri

### SONUÇLAR

Sonuç olarak, Adibik Asit ve Çinko Asetattan kimyasal çöktürme metodu ile ZnO nanopartiküllerinin üretimi ilk kez bu çalışmada gerçekleştirilmiştir. Farklı kalsinasyon sıcaklıklarında sentezlenen ZnO nanopartiküllerin tümünün hegzagonal bir yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. Kalsinasyon sıcaklığı arttıkça kristal büyüklüklerinde ve parçacık çaplarında artış olduğu tespit edilmiştir. Kalsinasyon sıcaklığı ile kimyasal yapının değişmediği FT-IR spektrumlarının incelenmesi ile belirlenmiştir.

### KAYNAKLAR

- Barros, B. S., R. Barbosa, N. R. Santos, T. S. Barros, and M. a. Souza. 2006. "Synthesis and X-Ray Diffraction Characterization of Nanocrystalline ZnO Obtained by Pechini Method." *Inorganic Materials* 42(12):1348–51.
- Belaidi, A., Th. Dittrich, D. Kieven, J. Tornow, K. Schwarzburg, M. Kunst, N. Allsop, M.-Ch. Lux-Steiner, and S. Gavrilov. 2009. "ZnO-Nanorod Arrays for Solar Cells with Extremely Thin Sulfidic Absorber." *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Cilt: 93, Sayı: 6-7, Sayfa: 1033
- C.J. Frederickson, J.-Y. Koh, A.I. Bush, The neurobiology of zinc in health and disease, *Nat. Rev. Neurosci.* 6 (2005) 449–462
- Driess, Matthias et al. 2003. "From Molecules to Metastable Solids: Solid-State and Chemical Vapour Syntheses (CVS) of Nanocrystalline ZnO and Zn." *Comptes Rendus Chimie* 6(3):273–81.
- [http://www.zinc.org/info/zinc\\_oxide\\_applications](http://www.zinc.org/info/zinc_oxide_applications) [Ziyaret Tarihi: 05.06.2014]
- Jamali-Sheini, Farid. 2012. "Chemical Solution Deposition of ZnO Nanostructure Films: Morphology and Substrate Angle Dependency." *Ceramics International* 38(5):3649–57.
- Moezzi, Amir, Andrew M. McDonagh, and Michael B. Cortie. 2012. "Zinc Oxide Particles: Synthesis, Properties and Applications." *Chemical Engineering Journal* 185-186 (March). Elsevier B.V. 1–22.
- Reda, S. M. 2010. "Synthesis of ZnO and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles by Sol–gel Method and Their Application in Dye-Sensitized Solar Cells." *Materials Science in Semiconductor Processing* 13(5-6):417–25.
- Yu, Jiaguo, and Xiaoxiao Yu. 2008. "Hydrothermal Synthesis and Photocatalytic Activity of Zinc Oxide Hollow Spheres." *Environmental Science & Technology* Cilt: 42, Sayı: 13, Sayfa: 4902.
- Zong, Ying, Yali Cao, Dianzeng Jia, Shujuan Bao, and Yi Lu. 2010. "Facile Synthesis of Ag/ZnO Nanorods Using Ag/C Cables as Templates and Their Gas-Sensing Properties." *Materials Letters*, Cilt: 64, Sayı:3, Sayfa. 243–45.