

Seryum Katkılı TiO₂ Nanofiberlerin Üretim ve Karakterizasyonu

N.Çiçek BEZİR¹, A. EVCİN², A. OKTAY¹

¹Süleyman Demirel Üniversitesi , Fizik Bölümü , Isparta Türkiye

²Afyon Kocatepe Üniversitesi , Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü , Afyon Türkiye

e-posta: evcin@aku.edu.tr

Geliş Tarihi:22.10.2012; Kabul Tarihi:11.11.2013

Anahtar kelimeler

“TiO₂”, “Seryum”,
“Nanofiber”,
“Elektroeğirme”

Özet

Bu çalışmada Ce katkılanmış TiO₂ nanofiberler elektro eğirme yöntemi ile elde edilmiştir. Elde edilen nanofiberlerin yapısal özellikleri X-ray difraktometresi ile , mikroyapısal özellikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır. Çözelti konsantrasyonu , çözelti akış hızı ve uygulanan gerilimlerin değişiminin elde edilen nanofiberlerin oluşumuna etkisi incelenmiştir.

Fabrication and Characterization of Ce Doped TiO₂ Nanofiber By Electrospinning Method

Key words

“TiO₂”, “Cerium”,
“Nanofiber”,
“Elektrospinning”

Abstract

In this study, Ce doped TiO₂ nanofibers was obtained by electro-spinning method. Structural properties of nanofibers obtained by X-ray diffraction, microstructural characteristics scanning electron microscope (SEM). Concentration of the solution, the solution flow rate and change of the voltage applied to the formation of nanofibers obtained were investigated..

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

1. Giriş

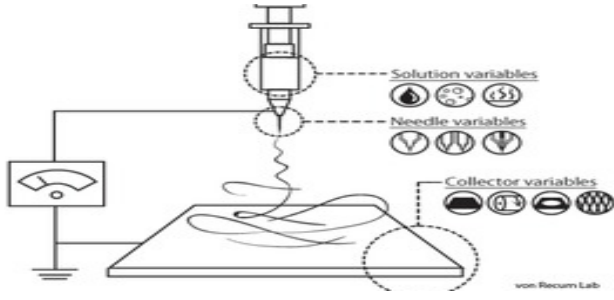
TiO₂ geniş bir band aralığına (3,2eV) sahiptir ve dünya yüzeyine gelen güneş radyasyonunun sadece UV ışığı altında fotokatalitik bir aktivite gösterebilmektedir. Ayrıca TiO₂ in nispeten yüksek elektron boşluk çifti onun fotokatalitik özelliklerini belirler. Görünür bölgede de fotokatalitik aktivitenin olması önemlidir.TiO₂ in fotokatalitik etkiinin görünür bölgede artırılabilmesi için TiO₂ in mikroyapısını dikkatli bir şekilde kontrol edebilmek (yüzey alanı, kristal fazı,kristal boyutu ve tek bir parçacığın morfolojisi) ve metal ve metal olmayan iyonları katkılayarak TiO₂ parçacıklara modifiye etmektir.

Nadir toprak metal oksitler TiO₂ e katkılanarak fotokatalitik aktivitesi artırılabilir.Görünür ışık altında Ce katkılanmış TiO₂ in fotokatalitik aktivitesi daha iyi olacaktır. Ceryumdioksit enerji band aralığı 3 eV tur. Ce katkılanmış TiO₂ ile oluşturulan ince filmlerin yüksek fotokatalitik özellik gösterdiği bilinmektedir. Nadir toprak elementleri grubunda bulunan seryum periyodik cetvelin III B grubunda

yer alan kimyasal bir elementtir ve nadir toprak elementlerinin oksitleri, optik ve elektronik birçok uygulama alanına sahiptir.

Nanofiber, nano boyutta olup ipliksi görünüme sahip genellikle çapları 1 mikron (1000 nm) ve altındaki yapılara denir (Celep,2007). Nanofiberleri üretmede en kullanışlı yöntem ise elektro eğirme yöntemidir. Elektro eğirme yöntemi sol jel tekniği ile hazırlanmış titanyum dioksit nanofiberleri üretmek için oldukça basit ve çok yönlü bir yöntemdir (Park , Lee ve Hwang , 2011).

Elektroeğirme yönteminde , elektrostatik kuvvetler kullanılarak polimer çözeltilerinden veya polimer eriyiklerinden lif üretimi yapılmaktadır. Bu yöntemi diğer yöntemlerden ayıran temel özellik, üretilen liflerin çaplarının mikron metre mertebelerinin altında olması, uygulama kolaylığının olması ve düşük maliyetlerle üretilmesidir. Elektroeğirme yöntemi deney düzeneği şekilde gibidir. Temel olarak besleme ünitesi yani şırınga, toplayıcı ve yüksek voltaj güç kaynağından oluşur.



Şekil 1. Elektro eđirme deney düzeneđi

2. Materyal ve Metot

Nanofiber elde etmek için kullanılacak çözelti TiO₂ hazırlanması aşamasında ilk olarak; etil alkol içerisinde belirli oranlarda; tetrabutyl ortotitanat (C₁₆H₃₆O₄Ti) ve dietanolamin (C₄H₁₁NO₂) ilave edilerek ve oda sıcaklığında berrak sol olana kadar manyetik karıştırıcı içinde karıştırılır. Karıştırma işlemi devam ederken TiO₂ çözeltisinin içerisinde belirli oranda polietilenglikol HO(C₂H₄O)_nH çok yavaş bir şekilde eklenir. Daha sonra elde edilen TiO₂ için uygun olacak oranda tartılır. Tartılan Ce(NO₃)₃.6H₂O üzerine miktara uygun etil alkol ilave edilir ve çözünmesi için manyetik karıştırıcıda bir süre karıştırılır. Sonra Ce çözeltisi önceden hazırlanmış olan Ti-alkoksit çözeltisine eklenir. Ardından fiberleşmeyi sağlaması amacı ile çözelti içerisinde PVP (C₆H₉NO)_n ethanol içerisinde çözülerek eklenmiştir. Nanofiberler cam altlıklar üzerine elde edilmiştir. Cam altlıkların temizliği 4 aşamada yapılmıştır. Bunun için cam altlıklar sırası ile NaOH çözeltisi saf su, H₃PO₄ çözeltisi ve tekrar saf su içerisinde konulur. 10'ar dakika beklenir ve kuruması için dışarıya alınır. Hazırlanan çözelti 5ml'lik paslanmaz çelik uçlu şırınga içerisinde çekilerek elektro eđirme deney düzeneđine yerleştirilir. Uzaklık sabit tutulup uygulanan gerilim değiştirilerek yani farklı elektrik alanlarda nanofiberler üretilmiştir. Üretilen nanofibeler 500 °C de yaklaşık 2 saat fırınlanarak PVP'nin uzaklaşması yalnızca amorf kristalize Ce katkı TiO₂ nanofiberlerin oluşması sağlanmıştır.

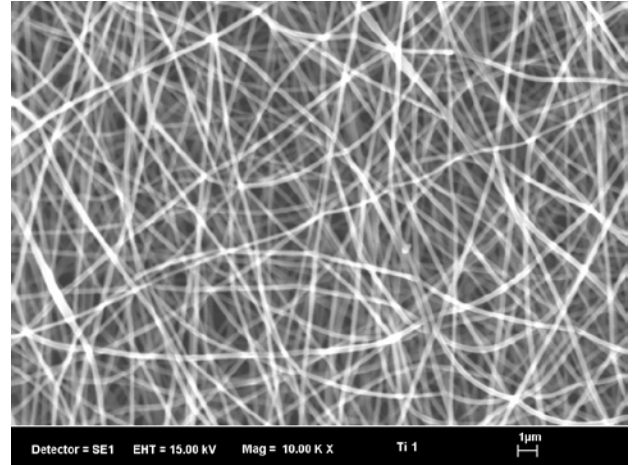
3. Bulgular

Şekil 2 ve 3'de sırasıyla ısı işlem öncesi ve sonrasında elektro eđirme yöntemi ile üretilen TiO₂ nanofiberlerin SEM ile çekilmiş görüntüleri verilmektedir.

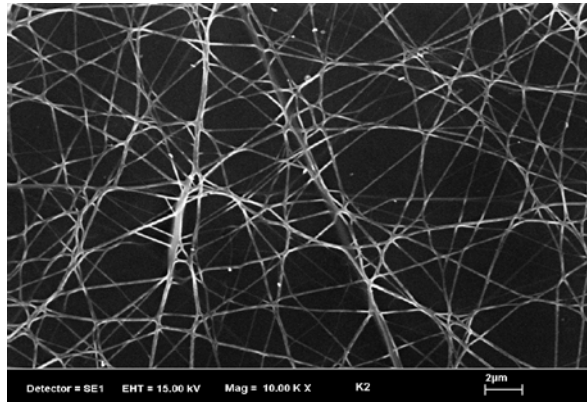
Şekil 4 ve 5'de yine sırasıyla ısı işlem öncesi ve sonrasında elektro eđirme yöntemi ile üretilen seryum katkılanmış TiO₂ nanofiberlerin SEM ile çekilmiş görüntüleri verilmektedir. Şekil 3'den de görüleceđi gibi herhangi bir boncuklanma olmadan fiberler başarıyla üretilmiştir.

Şekil 6'da TiO₂'in kristal yapısını belirleyebilmek için çekilen XRD grafiđi verilmektedir. Grafikten TiO₂'in anataz formunda tetragonal yapıda kristal yapının oluştuđu görülmektedir.

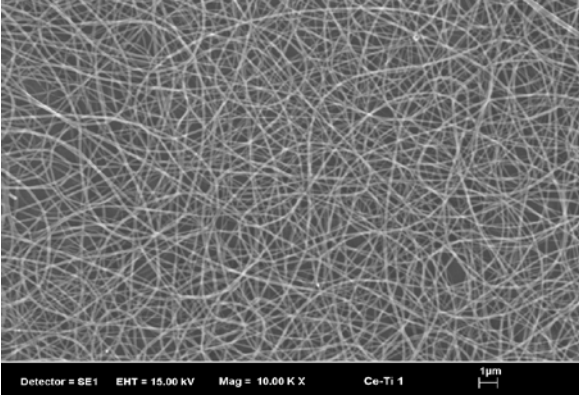
Şekil 7'de TiO₂'e seryum katkılandıktan sonra elde edilen XRD grafiđi görülmektedir. Burada da yine TiO₂'in anataz formunun yanında ceryum pikleri de görülmektedir. Nadir toprak elementlerinden biri olan Seryumun TiO₂'e katkılanarak elde edilen nanofiberlerin deđişik optoelektronik aletlerde kullanılabileceđi düşünülebilir.



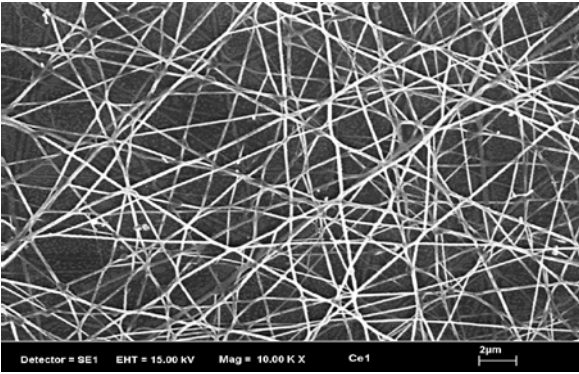
Şekil 2. Elektro eđirme yöntemi ile üretilmiş katkısız TiO₂ nanofiberlerin, ısı işlem öncesi SEM görüntüsü, 10.00 KX büyütme



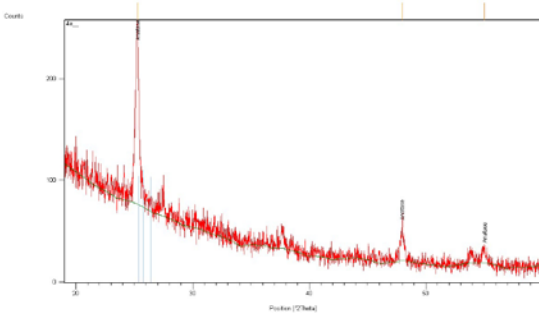
Şekil 3. Elektro eđirme yöntemi ile üretilmiş katkısız TiO₂ nanofiberlerin, 500 °C ısı işlem sonrası SEM görüntüsü, 10.00 KX büyütme



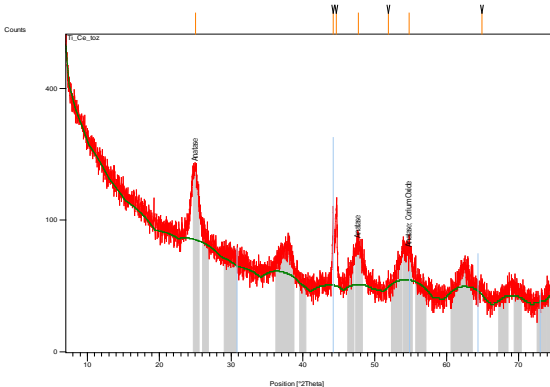
Şekil 4. Elektro eğirme yöntemi ile üretilmiş Ce katkılı TiO₂ nanofiberlerin ısı işlem öncesi SEM görüntüsü , 10.00 KX büyütme



Şekil 5. Elektro eğirme yöntemi ile üretilmiş Ce katkılı TiO₂ nanofiberlerin 500 °C ısı işlem sonrası SEM görüntüsü , 10.00 KX büyütme



Şekil 6. TiO₂ XRD grafiği



Şekil 7. Ce katkılı TiO₂ XRD grafiği

4. Tartışma ve Sonuç

Çözeltiden elde edilen tozun XRD ölçümleri alınmış ve TiO₂ anataz kristal yapısı elde edilmiştir.

Elektro eğirme yönteminde üretilen nano fiberlerin özelliklerini; konsantrasyon, kılcal uç ve metal toplayıcı arasındaki mesafe, en uç noktadaki potansiyel, akış hızı gibi parametreler etkilemektedir. Ce katkılı nanofiberlerin çok düzgün şekilde elektro eğirme yöntemi ile elde edilebildiği görülmüştür. Fiberlerin üzerinde herhangi bir topaklanma ya da boncuklanma görülmemektedir. Isıl işlem sonrası ile PVP'nin uzaklaşması nedeniyle yapıda kopmalar meydana geldiği görülmektedir.

Teşekkür

Süleyman Demirel Üniversitesi Proje Birimine 3158_YL_12 No'lu BAP Projesinde bu çalışmayı desteklediği için teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- Celep, Ş., 2007. Nanoteknoloji Ve Tekstilde Ugulama Alanları , Çukurova Üniversitesi , Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Kozanoğlu , G., 2006. Elektrospinning Yöntemiyle Nanolif Üretim Teknolojisi , İstanbul Teknik Üniversitesi , Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Süslü , A., Özdemir , M., Tekmen , Ç., Çelik, E., Cöcen, Ü., 2009. Gümüş Katkılı TiO₂ Nanofiberlerin Elektro-eğirme Yöntemi ile Üretilmesi ve Karakterizasyonu, *Anadolu Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, Cilt/Vol.:10-Sayı/No: 1 : 277-284.*
- Q.Chen, D. Jiang, W. Shi, D. Wu, Y. Xu, "Visible-light-activated Ce-Si co-doped TiO₂ photocatalyst" *Applied Surface Science 255 (2009) 7918–7924.*
- Park , J.Y., Hwang , K.J., Lee , J.W., Ve Lee , I.H., 2011. Fabrication and characterization of electrospun Ag doped TiO₂ nanofibers for photocatalytic reaction, *J Mater Sci (2011) 46:7240–7246.*

İnternet kaynakları

1-<http://upload.wikimedia.com.org>