

Asal Gaz Yoğunlaştırma Metodu ile Nanoboyutlu Ag Tozlarının Üretimi ve Özelliklerinin Değerlendirilmesi

Mehmet TÜRKER

Gazi Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Metalurji Bölümü,
06500, Beşevler, Ankara-TÜRKİYE

Geliş Tarihi 27.02.2001

Özet

Bu çalışmada asal gaz yoğunlaştırma metodu ile düşük basınçta He atmosferinde nanoboyutlu Ag tozlarının üretimi gerçekleştirilmiştir. Çekirdeklenen metal partiküllerinin soğutulması ve taşınması amacıyla helyum gazı kullanılmıştır. 1 mm çapında gümüş telden beslenen ergiyik 1500°C sıcaklıktaki tungsten evaporatör üzerinde ve 20 mbar basınçta buharlaşmaktadır. Buharlaşan metal atomları taşıyıcı gaz ile temas ederek homojen olarak çekirdeklenmekte, ve birbirleri ile kaynaşarak büyümektedir. Üretilen tozların boyutu, özgül yüzey alanı, partikül şekli ve yapısının elektrik iletkenliğine uygunluğu araştırılmıştır. Bu amaçla üretilen nanoboyutlu tozların oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıkta (90°C'ye kadar) elektrik iletkenlikleri ölçülmüştür. Partiküllerin ortalama olarak 75 nm çapında olduğu, üretim sırasında sinterlenme neticesinde tozlarda boyunlaşma meydana geldiği ve yapının gözenekli olduğu ettiği tespit edilmiştir.

Anahtar Sözcükler: Ag nanopartikülleri, Asal gaz yoğunlaştırma metodu, Partikül yapısı, Elektrik iletkenliği

Production of Ag Nanopowders by Inert Gas Condensation and Evaluation of Their Properties

Abstract

In this study, silver nanopowders were produced by inert gas condensation (IGC) in a reduced helium atmosphere. Helium gas was used as both cooling agent and carrier gas for the nucleating metal particles. Silver melt was fed from a 1 mm wire and was evaporated from a tungsten boat at 1500°C with the background of 20 mbar pressure. The particles were formed by homogeneous nucleation in the carrier cooling gas and grew in a coalescence mode. The particle shape, size and specific surface area of the powders as well as their suitability for electrical conductivity were investigated. Electrical conductivity of the particles was measured at ambient and elevated temperatures (90°C). It was found that the final particles, about 75 nm in diameter, formed a highly porous aggregate with substantial sinter neck formation.

Key Words: Ag Nanoparticles, Inert gas condensation method, Particle structure, Electrical conductivity

Giriş

Son on yıl içerisinde 100 nm'den daha küçük tane yapısına sahip malzemeler ve partiküller ile ilgili yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Bu malzemeler,

diğer ticari malzemelerden genelde farklı özellik göstermektedirler (Handbook of nanophase materials 1997, Kear 1989, Siegel 1993, Averbach 1993). 1990'lı yılların başından itibaren “nanopar-

tikül, nanokristal, nanofaz, veya *nanoyapı* kelimeleri yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. *Nanopartiküller* ise özellikle metalurjistler tarafında kullanılmakta ve genelde 100 nm'den daha küçük boyuttaki malzemeler kastedilmektedir (El-Shall 1996, Einar 1988). Nanofazlı malzemeler çok farklı şekillerde elde edilmektedir. Bunlardan en yaygın kullanılanlardan bir tanesi nanoboyuttaki tozların T/M yöntemidir. Nanofazlı malzemeler oldukça fazla tane sınırlı ihtiva etmekte ve bu bölgelerdeki atomik düzenlenme tane içerisinden oldukça farklıdır. Dolayısı ile elektronik, optik, magnetik, kimyasal ve mekanik özellikleri diğer malzemelerden farklılık gösterirler. Bu farklıktan dolayı bu malzemeler yeni uygulama alanları bulmuşlardır (Schmith 1998, Kumar 1999, Wu 1992, El-Sherik 1992, Mei 1992, Weibmüller 1991, Nieman 1990). Çalışmalar (Einar 1988, Koras 1999, Jena 1990, Seung 1990) nanofaz malzemelerin düşük ergime ve sinterlenme sıcaklığı, süperplastik tavır, yüksek dayanım ve sertlik, yüksek süneklik ve tokluk, yüksek ısıl genişleme katsayısı, farklı termofiziksel özellikler ve yüksek self difüzyon katsayısı gibi özellikler gösterdiğini ortaya koymuştur.

Bu çalışmada asal gaz yoğunlaştırma metodu ile Ag nanopartiküllerin sentezlenmesi gerçekleştirilmiş ve bu partiküllerin boyut, şekil morfolojileri ile elektrik iletkenlikleri araştırılmıştır. Çalışmada elde edilen nanopartiküllerin, polimer malzeme içerisine katılarak, nanoboyutlu partikül takviyeli kompozit malzeme üretimi amaçlanmıştır. Nanoboyutlu partikül takviyeli kompozit malzemenin, ticari büyüklükteki Ag tozları katılarak elde edilen kompozitlere oranla daha düşük katkı elemanı ile daha iyi elektrik iletkenliği göstermesi hedeflenmektedir.

Nanopartikül üretimi

Nanopartiküllerin üretiminde birçok farklı metot kullanılmaktadır. Bunlar arasında gaz faz yoğunlaşma metodu, lazer ablasyon metodu, ark plazma metodu, kimyasal buhar yoğunlaştırma metodu, mikrodalga plazma metodu, çözültiden çöktürme metodu, mekanik alaşımlama ve sol-jel metodu yaygın kullanılanlarıdır. Bu çalışmada sadece Asal Gaz Yoğunlaşma Metodu kullanıldığı için bu metot hakkında kısaca bilgi verilecektir.

Asal gaz yoğunlaştırma metodu

Bu metot ile nanopartikül üretimi ilk olarak Birringger ve arkadaşları [1984] tarafından başlatılmıştır. Metalik veya organik malzemeler

bir termal kaynak kullanılmak suretiyle 10-50 mbar basınç altında bir asal gaz ortamında buharlaştırılmaktadır (Hahn 1997, Dimasso 1999, Sarkas 1990, Lopez 1999). Asal gaz yoğunlaştırma metodu kapalı döngü işlemi olup, genel olarak aşağıdaki işlemlerden oluşmaktadır: Önce toz üretme deney odası 10-50 mbar basınçta asal gaz ile doldurulmadan önce 10-40 mbar basınçta vakum edilir. Metal veya alaşım telin yüksek sıcaklıktaki evaporatör üzerine gönderilerek buharlaşması sağlanır. Oluşan metal buharları hareket halindeki asal gaza çarparak enerjisini kaybeder, soğur ve yoğunlaşmak suretiyle nanopartikülleri oluşturur (Chow 1992, Oda 1992). Buharlaşan atomlar veya moleküller homojen olarak yoğunlaşarak ısı kaynağının hemen yakınlarında yüzlerce hatta binlerce atom içeren kümeleri oluştururlar. Asal gazlar ile taşınan bu aerosol partikülleri daha sonra filtre yardımı ile veya uygun bir şekilde toplanır. İlk oluşan kümeleri mümkün olduğunca küçük boyutta tutmak ve daha fazla büyümelerine fırsat vermemek için hızlı bir şekilde evaporatör civarındaki sıcak bölgeden uzaklaştırmak lazımdır.

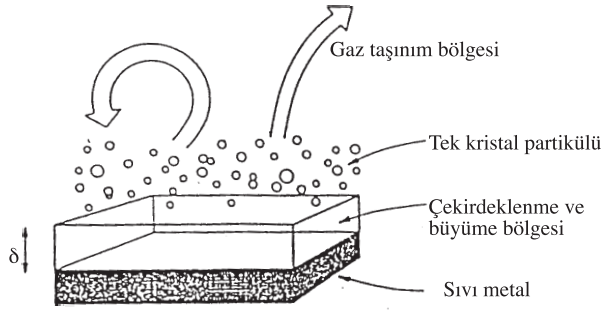
Partiküllerin çarpışma ve büyüme mekanizması

Buharlaşma ile beraber çekirdekleşme ve büyüme başlar. Büyümenin genellikle sıcak evaporatörün üzerinde gerçekleştiği kabul edilir (Şekil 1) (Grangvist 1976). Partiküllerin kaynaklanması, iki veya daha fazla partikülün çarpışması ve yapışması neticesinde yeni ve iri bir partikül olarak ortaya çıkması şeklinde olur.

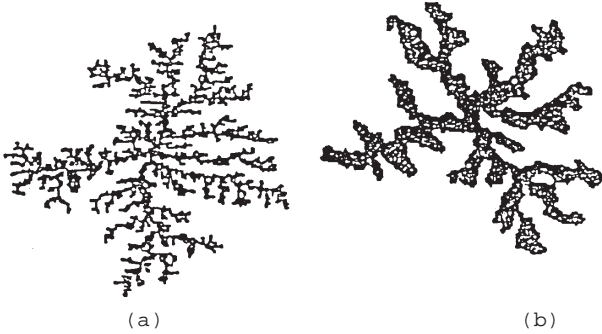
Yüksek sıcaklıkta partiküllerin bir araya gelmesi ve büyümesi, sinterlenme ile olmaktadır. Sinterlenme; ortam sıcaklığı, ilk partikül boyu, partikül yüzey alanı ve malzeme özellikleri gibi bir çok parametreye bağlıdır (Koras 1999). Sinterlenmenin çarpışma hızına göre yavaş olması durumunda Şekil 2 (a)'dekine benzer bir görüntü oluşurken, sinterlenmenin hızlı olması durumunda (b)'deki yapıya benzer partiküller oluşacaktır (Koras 1999, Aktar 1994). Grangvist ve Buhram'a (1976) göre ise çok küçük boyuttaki Al nanopartikülleri alaşım elementinin kimyasal bileşimine bağlı olmaksızın küresel veya küresele yakın partiküller şeklinde oluşmaktadır. Büyük boyutta oluşan partiküller oldukça farklı şekillerde olmakta ve kristal habite bağlı olarak büyümektedir.

Bunlardan başka gaz basıncı, gaz kütlesi, gaz çeşidi de partikül şekli ve boyutuna etki etmekte-

dir (Hahn 1997). Partikül boyu, gaz basıncı ve gazın atom ağırlığındaki artışa bağlı olarak artmaktadır (Grangvist ve Buhram 1976). Buna sebep olarak, çekirdeklenen nanopartiküllerin artan gaz basıncı veya gaz atom ağırlığı nedeni ile ısı kaynağı bölgesinde daha uzun kalması sonucunda iri partiküllerin ortaya çıkması gösterilmektedir. Genellikle sıcaklık artışına bağlı olarak partiküllerde kaynaklaşma neticesinde birleşme daha kolay olacağı için partikül boyu da artmaktadır.



Şekil 1. Partiküllerin büyümesi ile ilgili genel kabul görmüş mekanizmanın şematik gösterilişi. Çoğu partikülün çekirdeklenmesi ve büyümesi δ gösterilen ergiyik bölgenin hemen üzerinde olmaktadır (Grangvist ve Buhram 1976).



Şekil 2. Nanopartiküllerin büyümesi sırasında formasyonları. (a) Düşük sinterlenme durumu, (b) Sinterleme ağırlıklı büyüme (Aktar 1994).

Materyal ve Deneysel Metot

Gümüş nanopartiküller "Asal Gaz Yoğunlaştırma" (AGY) metodu ile helyum ortamında 20 ± 0.5 mbar basınç altında sentezlenmiştir. Bu metot bir kapalı döngü işlemi olup şematik olarak Şekil 3'te verilmiştir. Bu çalışmada AGY metodu ile toz üretimi özetle aşağıdaki işlemlerden oluşmuştur. Toz üretme deney odası vakumlanarak 10^{-4} mbar basınç oluşturuldu. Daha sonra deney odası ultra

saf helyum gazı ile 20 ± 0.5 mbar basınç oluşturacak şekilde dolduruldu. 1 mm çapındaki % 99.999 saflıktaki gümüş telin yüksek sıcaklıktaki ($1500^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$) tungsten evaporatör ile teması sağlandı ve buharlaşan metal partikülleri soğutucu/taşıyıcı gaz vasıtası ile deney odasının arka kısmında bulunan filtreye taşındı. Filtreye yapışan çökelti alınarak $500 \mu\text{m}$ 'lik elekte elendi. Partiküllerin özgül yüzey alanı, temel olarak Brunauer, Emmett ve Teller (BET) metodu olarak bilinen volimetrik azot adsorbsiyon metodu ile çalışan Nova 2200 (Quantachrome) cihazı ile ölçüldü. Toz içerisindeki tungsten ve oksijen miktarı atomik emisyon metodu ile tespit edildi. Tozlar, çözünürlüğü 3 nm olan Leitz field emission tarama elektron mikroskobu (SEM) ile karakterize edildi. Ortalama toz boyutu, numune özelliğine göre 950-1100 partikülün mikrofotografaları değerlendirilerek MLI (Mean Linear Intercept) metodu (Pickering 1976) ile belirlendi ve toz boyut histogramı çizildi. Sentezlenen nanopartiküllerin elektrik iletkenliğini belirlemek amacıyla tozlar, metal tozlarının elektrik iletkenliğini ölçmede kullanılan cihazın altınla kaplanmış olan bakır elektrotları arasına yerleştirildi. Standart vurgu yoğunluğu elde etmek için tozlar 20 defa sarsıldıktan (tapping) sonra elektrik iletkenlikleri ölçüldü. Bu işlem oda sıcaklığında 5 defa tekrar edildi ve her seferinde iletkenlik ölçümü yapıldı. Daha sonraki ölçümler oda sıcaklığından başlamak üzere her on derecelik artışla 90°C 'ye kadar yapıldı. Her sıcaklık değeri için 5 ölçmenin ortalaması ölçme değeri olarak kabul edildi ve kaydedildi. Bütün ölçümler bilgisayar kontrollü olarak yapıldı (Türker 2000).

Sonuçlar ve Tartışma

Tozların oluşumu

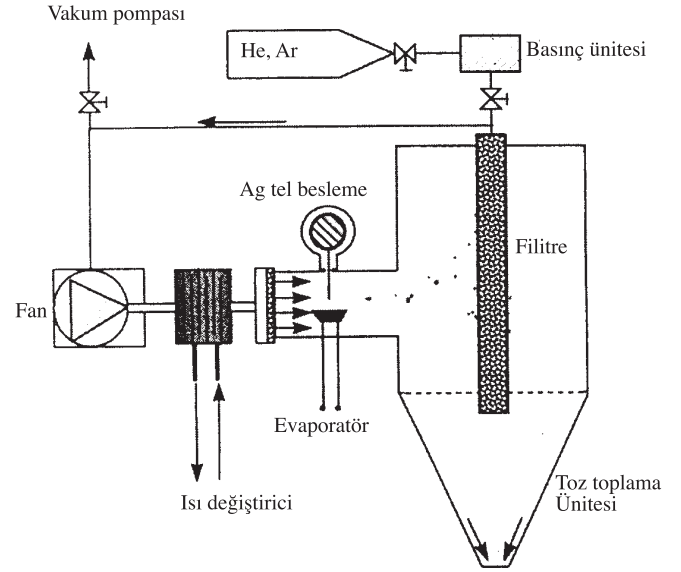
Asal gaz yoğunlaştırma metodu ile nanoboyutlu tozların sentezlenmesi Şekil 4'te gösterilen cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Farklı parametreler denenmiş olmakla beraber genelde 1 mm kalınlığında gümüş tel ortalama olarak 1g/dak hızla ve yaklaşık 1500°C sıcaklıktaki evaporatör üzerine gönderilmiştir. Burada ergiyik hale gelen metal, buharlaşarak taşıyıcı helyum gazı ile temas ettiğinde katı hale geçmiştir. Bu aşamada aerosol şeklindeki küçük atom grupları bir araya gelerek büyümektedir. Evaporatör civarındaki yüksek sıcaklıkta kalma bölgesi ve süresine bağlı olarak iri veya ince nanopartiküller oluşmuştur. Evaporatörün hemen civarından toplanan tozların daha uzak bölgelerdeki veya deney

odasının arka kısmında filtredeki tozlardan daha küçük olduğu tespit edilmiştir. İri partiküllerin oluşması muhtemelen ilk oluşan partiküllerin evaporatör çevresinde uzun süre uçmaları ve yoğun partikül bulutu bölgesinde birbirleri ile çarpışarak kaynaklaşmasından dolayıdır. Arka filtrenin farklı bölgelerinden sistematik bir şekilde toplanan toz boyutunda da farklılıklar tespit edilmiştir. Bu da farklı boyuttaki toz içeren gaz bulutunun farklı bölgelerde uçtuğunu ve arka filtre üzerinde değişik bölgelerde farklı büyüklükteki tozların toplandığını göstermektedir. Benzer şekilde Yatsuya (1974), Hayashi (1977) ve Kusukabe (1974) yapmış oldukları çalışmada evaporatör farklı bölgelerden farklı boyutta tozlar elde etmişlerdir.

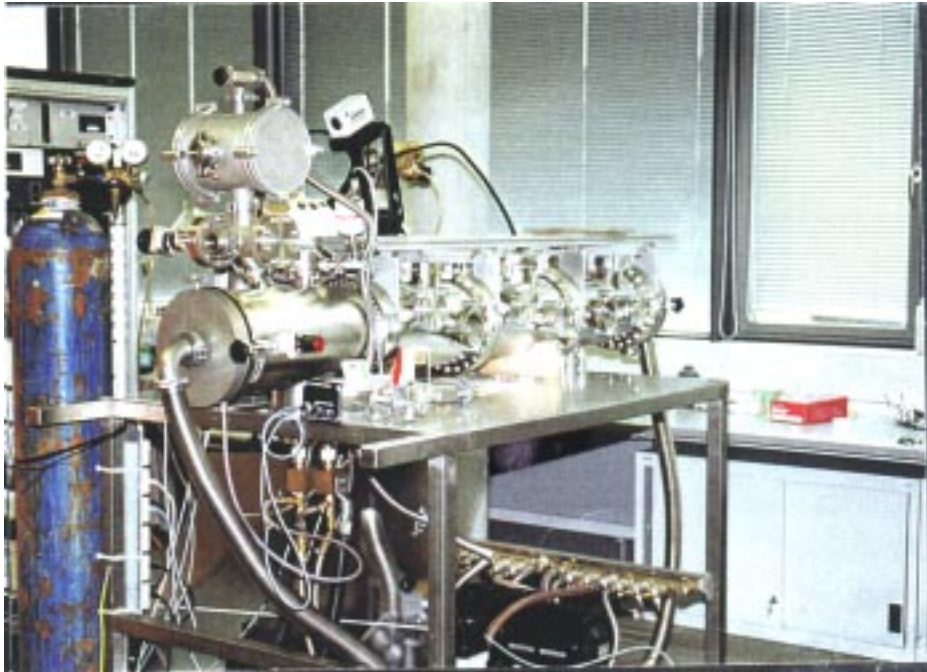
Partikül karakterizasyonu

Ag nanopartiküller helyum ortamında üretilerek boyut ve şekli SEM ile karakterize edilmiştir. Şekil 5'te SEM mikrofilmde görüldüğü gibi üretilen Ag nanopartikülleri genelde küresel görünümlü olmakla beraber zaman zaman bazı bölgelerde düzensiz şekilli tozlara da rastlanmaktadır. Tozların genel olarak birbirleri ile sinterlenmiş olarak boyun oluşturduğu ve zincir yapıda oldukları dikkat çekmektedir. Bu

tür zincir yapının elektrik iletkenliği için istenen bir yapı olduğu bilinmektedir (Günther 1999).



Şekil 3. Asal gaz yoğunlaştırma metodu ile partikül elde etmede kullanılan ünitenin şematik gösterimi (Günther 1999).



Şekil 4. Ag nanopartiküllerinin üretiminde kullanılan asal gaz yoğunlaştırma ünitesi.

Asal gaz yoğunlaştırma metodunda partiküllerin büyümesi, birbiri ile çarpışmaları neticesinde birleşmeleri şeklinde olmaktadır. Partiküllerin birleşme ve büyümesi, sıcaklığın yeterli olduğu ve partiküllerin yüzeylerinin temiz olması durumunda daha hızlı olmaktadır. Bu çalışmada Ag nanopartiküllerinin helyum ortamında oluşması ve inert ortamdan dolayı oluşan partiküllerin tungsten evaporatör veya mümkün olduğunca reaksiyona girmeden büyümesi planlanmıştır. İyi kontrol edilmiş inert ortamlarda yüzey oksit filmi oluşmayan partiküller oluşmakta ve böylece partiküllerin büyümesi, sinterlenmesi ve boyunlaşması kolaylaşarak zincir görünümünde yapı ortaya çıkmaktadır. Bu tür zincir yapı elektrik iletkenliği için tercih edilmektedir (Günther 1999 ve Busmann ve arkadaşları 1999).

Bu çalışmada her ne kadar üretimden önce toz üretme odacığı vakum edildi ve oldukça saf He gazı kullanıldıysa da yapılan atomik emisyon analizlerinde üretilen tozların içerisinde 3190 ppm tungsten ve 4930 ppm oksijen (% ağırlık olarak) tespit edilmiştir. Bu oksijen miktarının deney odasından vakumla boşaltılamayan veya üretim sırasında verilen helyum gazından kaynaklandığı düşünülmektedir. Çalışmalar, ortamda oksijen miktarının artması ile, büyümekte olan partiküllerin, evaporatör ve çevre ile reaksiyona girecek safsızlıkların arttığını göstermektedir. (Türker 2000).

Bu çalışmada, Ag telin 1500°C sıcaklıktaki W evaporatör üzerinde buharlaşarak Ag nanopartiküllerin oluşması sırasında, ortamda bulunan oksijenin W evaporatörle reaksiyona girmesi ile tungsten-oksit fazı oluşmaktadır. X-RD sonuçları, oluşan fazı WO₂/WO₃ olarak vermektedir. Benzer şekilde Ag nanopartiküllerinin üretiminde WO₃ fazı tespit edilmiş ve bu fazın yaklaşık 850°C de oluştuğu kaydedilmiştir (Türker 2000). Oluşan bu faz Ag nanopartiküllerinin içerisinde partikül veya yüzeylerinde bir oksit filmi şeklinde bulunmaktadır. Yüzey oksit filmi şeklinde bulunması durumunda partiküller arası sinterlenme ve boyunlaşmayı engelleyeceğinden birbirinden bağımsız küresel tozların oluşumuna sebep olacaktır. Bu yapının, partiküllerin elektrik iletkenliğini olumsuz yönde etkileyeceği düşünülmektedir.

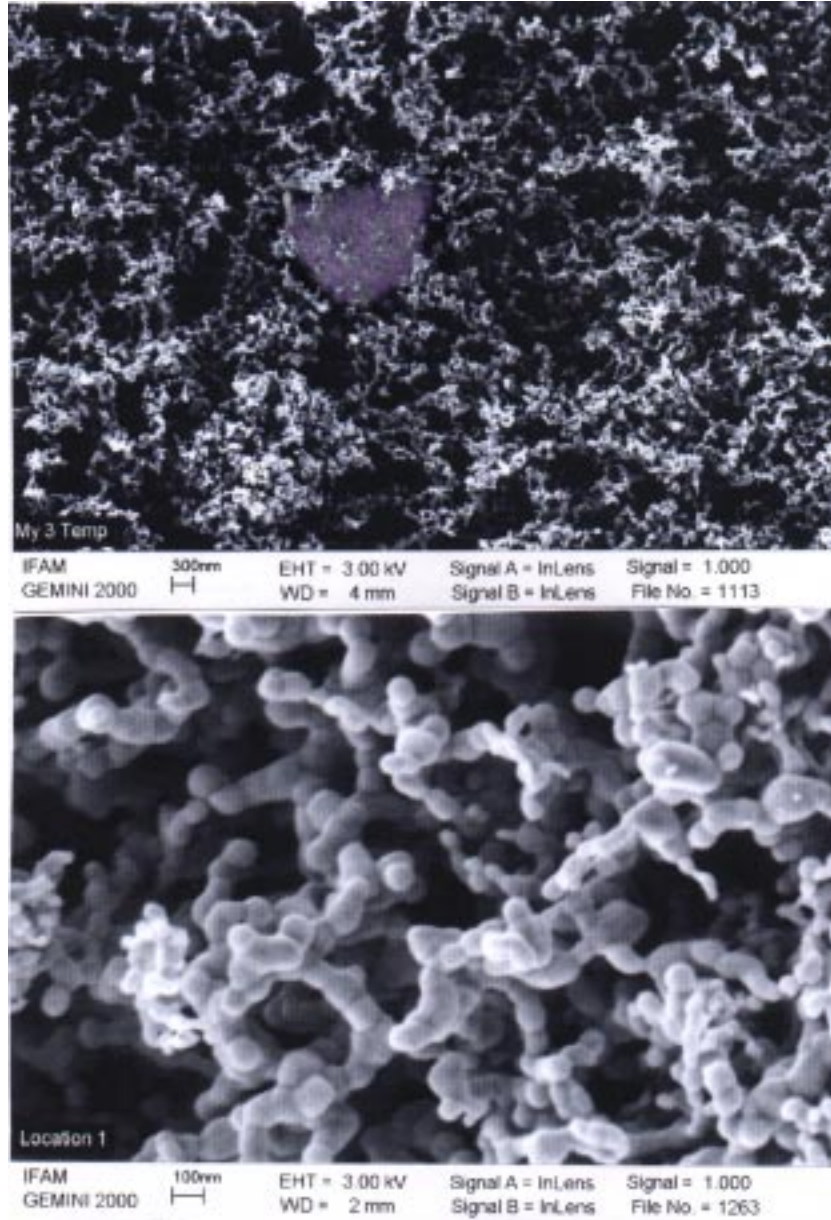
Toz boyut histogramından da görüldüğü gibi (Şekil 6) ilk oluşan partikül boyutu 15 ila 180

nm aralığında oluşmakta ve ortalama 75 nm boyutunda partiküller şeklinde bulunmaktadır. Toz boyutundaki bu farklılık, çekirdekleşen partiküllerin boyutlarına göre, deney odası içerisinde farklı bölgelerde uçması ve arka kısımda farklı bölgelerde birikmesindedir. Benzer şekilde Yatsuya (1974), Hayashi (1977) ve Kusakabe (1974) yapmış oldukları çalışmada ürettikleri nanoboyuttaki tozların evaporatörün farklı bölgelerinde oluştuğunu ve deney odası içerisinde toz bulutu olarak değişik bölgelerde uçtuğunu tespit etmişlerdir.

BET analiz sonuçları, oluşan partikül özgül yüzey alanının, partiküllerin toplandığı filtredeki bölgelere, üretim süresine, tel besleme hızına, gaz çeşidi, basıncı ve evaporatörün sıcaklığı gibi faktörlere bağlı olarak değişiyor olmakla beraber bir partikülün ortalama olarak özgül yüzey alanının 6.5 m²/g olduğunu göstermektedir. Artan partikül üretim süresi, ortam sıcaklığı ve gaz içindeki safsızlıklar özgül yüzey alanının artmasına ve ince partiküllerin oluşmasına sebep olmaktadır. Öte yandan artan tel besleme oranı ve gaz basıncı da özgül yüzey alanının azalmasına ve daha kaba partiküllerin oluşmasına neden olmaktadır (Türker 2000).

Ag nanopartiküllerin elektrik iletkenliği,

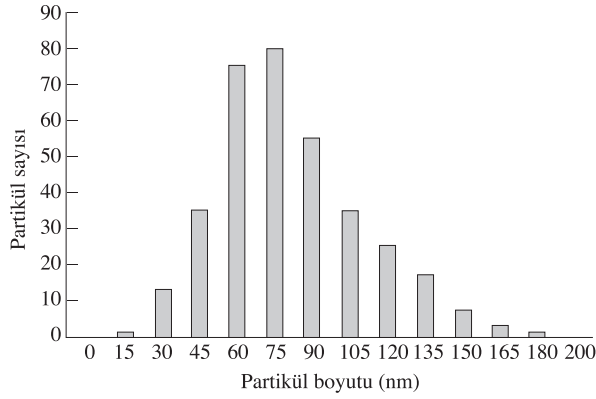
Ag nanopartikülleri saf helyum gazı ortamında 20 mbar basınçta üretilmiş ve elektrik iletkenlikleri oda sıcaklığında ve 90°C ye kadar her 10 derece artışla ölçülerek sonuçlar Şekil 7'de verilmiştir. Şekil 7'de de görüldüğü gibi nanopartiküllerin elektrik direnci genel olarak 0.01 Ohm cm'den daha düşüktür. Bu değer, saf olarak üretilen ve 100 µm partikül boyuna sahip tozlardan daha yüksektir. Bu fark, partikül boyu, şekli, morfolojisi ve kimyasal bileşimi ile ilgilidir. Nanometre boyunda ve genelde küresel olan partiküllerde, partiküller arası temas az olduğundan elektrik iletkenliği olumsuz yönde etkilenmektedir. Yapı içerisinde tespit edilen çok az miktardaki tungsten ve oksijenin (WO₃) iletkenliği olumsuz yönde etkilediği düşünülmektedir. Oysa mikron boyutundaki yassı büyük partiküllerde, nanoboyutlu malzemelere oranla aynı miktardaki tozlarda daha az temas noktası olacağından iletkenlik daha iyidir. Bununla birlikte zincir yapıda büyüyen Ag nanopartikülleri daha iyi elektrik özelliği göstermektedir (Türker 2000, Günther 1999).



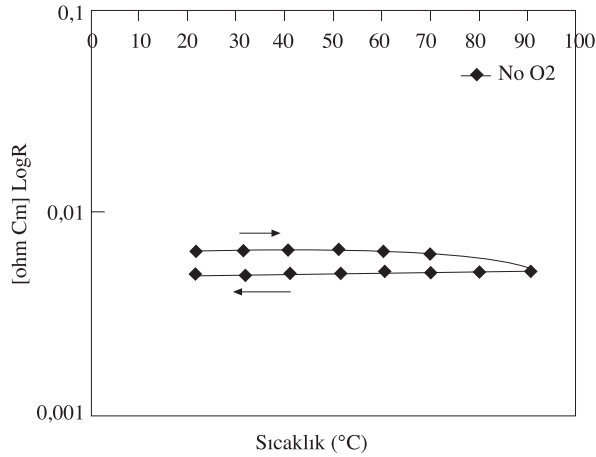
Şekil 5. 20 mbar helyum ortamında oluşan Ag nanopartiküllerinin SEM mikrofilmi. Düşük (a) ve yüksek (b) büyütme oranında kaba ve ince partiküllerin görünümü.

Ag nanopartiküllerinin oda sıcaklığı ve yüksek sıcaklıktaki elektrik iletkenliği tavrı karşılaştırıldığında, iletkenliğin sıcaklık artışı ile sistematik bir şekilde arttığı görülmektedir (Şekil 7). Artışın, özellikle 60°C ile 90°C arasında daha belirgin olduğu dikkat çekmektedir. 90°C sıcaklıktan oda sıcaklığına dönüş sırasında yapılan ölçümlerde ise partiküllerin elektrik iletkenliğinde önemli bir değişimin olmadığı görülmektedir. Sıcaklığın artması ile elektrik iletkenliğinin artması,

muhtemelen partiküller arasında sinterlenmenin olmasındadır. Özellikle 60°C sıcaklıktan sonra elektrik iletkenliğindeki artış bu tezi doğrulamaktadır. Sıcaklığın 90°C'den oda sıcaklığına dönüşü sırasında elektrik iletkenliğindeki kararlılık, partiküller arasında ekstra bir etkileşimin olmamasındandır. Ayrıca sıcaklığın azalması ile iletkenliğin artması, metal içerisindeki bilinen elektron hareketleri ile sıcaklık arasındaki ilişkiye bağlanabilir.



Şekil 6. 20 mbar helyum atmosferinde oluşan Ag nanopartiküllerin boyut histogramı.



Şekil 7. Ag nanopartiküllerinde sıcaklığa bağlı olarak elektrik iletkenliğinde değişim.

Sonuçlar

Bu çalışmada asal gaz yoğunlaştırma metodu ile nanoboyutta Ag partikülleri üretimi, üretilen tozların boyut ve morfolojisi ile elektrik iletkenlikleri araştırılmıştır. Genel olarak aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

- Üretilen partikül boyutu 15-180 nm aralığında olup ortalama olarak 75 nm boyutundadır.
- Partiküllerin genelde düzenli sayılabilecek küresel şekilli ve birbirlerine kaynaklanmış şekilde zincir yapıda oldukları tespit edilmiştir. Bu tür yapının elektrik iletkenliği artışı için uygun olduğu bilinmektedir.
- Partiküllerin elektrik iletkenliği oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıkta (90°C) ölçülmüş ve sıcaklığın artışı ile beraber elektrik iletkenliğinin özellikle 60°C sıcaklıktan sonra arttığı tespit edilmiştir. Yüksek sıcaklıktan oda sıcaklığına dönüşte ise herhangi bir değişiklik tespit edilmemiştir.

Teşekkür: Yazar, NATO B2 projesi kapsamında IFAM/Bremen'de (Almanya) yapmış olduğu çalışmalarını destekleyen TÜBİTAK'a ve IFAM araştırma merkezinde çalışma fırsatı veren Prof. Kuntze, Dr Petzoldt ve değerli görüşleri ile çalışmaya katkıda bulunan Prof. Günther'e teşekkür eder.

Kaynaklar

Aktar, M.K., Lipscomb, G.G. and Pratsinis, S.E., "Simulation of Particle Coagulation and Sintering", *Aerosol Science Technology*, 21, 83-93, 1994.

Averback, R.S. and Höfler, H.J., "Processing and Properties of Nanophase Materials", *Microcomposite and Nanophase Materials*, The Mineral and Materials Society, Ed. by D.C.Van Aken et al., 27-39 1991.

Busmann, H.G., Gunther, B. and Mayer, U., "Polymer Matrix Composite Filled With Nanoporous Metal Powders: Preparation and Electrical Properties", *NanoStructured Materials*, 12, 531-534, 1999.

Chow, G.M., "The Formation and Growth of Nanoscale Particles by Rapid Condensation of a Sputtered Vapor", *Nanophase and Nanocomposite Materials*, Materials Research Society, Symposium Proceedings, 286, 315-319, 1992

Dimasso, L., Miehe G., Fuess, H. and Hahn, H., "Preparation of Nanostructured Granular Ag-Co and Ag-Fe Alloys by Gas Flow Condensation Technique", *Journal of Magnetic Materials*, 191, 162-168, 1999.

Einar Kruijs, F., Fissan, H. and Peled, A., "Synthesis of Nanoparticles in the Gas Phase for Electronic, Optical and Magnetic Application-A Review", *Journal of Aerosol Sci.*, 29, No.5/6, 511-535, 1988.

El-Shall, M.E. and Edelstein, A.S., "Formation of Cluster and Nanoparticles From a Supersaturated Vapor and Selected Properties, In *Nanomaterials: Synthesis, Properties and Application*", Ed by A.S.Edelstein and R.C.Commanates, 13-54, Institute of Physics Publishing, Bristol, UK, 1996.

El-Sherik, A.M., Erb, U., Krstic, V., Szpunar, B., Aus, M.J., Lumbo, G.P. and Aust, K.T., "Nanophase and Nanocomposite Materials", *Mate-*

- rials Research Society Symposium Proceedings, 286, 173-177, 1992.
- Grangvist, C.G. and Buhrman, R.A., "Ultrafine Metal Powders", *Journal of Applied Physics*, 47, 2200, 1976.
- Gunther, B.H., "Metal Nanopowders for Electrical Conductive Materials", *The International Journal of Powders Metallurgy*, 35, 53-58, 1999.
- Hahn, H., "Gas Phase Synthesis of Nanocrystalline Materials", *Nanostructured Materials*, 9, 3-12 1997.
- Handbook of Nanophase Materials, Ed by A.N.Goldstein, Marcel Dekker Inc, 1997.
- Hayashi, T., Ohno, T., Yatsuya, S. and Uyeda R., "Formation of Ultrafine Metal Particles by Gas-Evaporation Technique. IV Crystal Habits of Iron and FCC Metals, Al, Co, Ni, Cu, Pd, Ag, In; Au and Pb", *Japanese Journal of Applied Physics*, 16, 705-717, 1977.
- Jena, P., Khanna, S.N., Rao, B.K. and Maninen, M., "Cluster-A New Source for Atomically Engineered Materials", *Cluster and Cluster Assembled Materials, Symposium Proceedings of Materials Research Society*, Ed by S. Avarback et al, 206, 3-13, 1990.
- Kasukabe, S., Yatsuya, S., and Uyeda, R., "Habits of Metal Crystallites Formed by Gas-Evaporation Technique", *Journal of Crystal Growth*, 24/25, 315-318, 1974.
- Kear, B.H., Cross, L.E., Keen, J.E., Siegel, R.W., Spaepen, F., Taylor, K.C., Thomas, E.L. and Tu, K.K., "Research Opportunity for Materials with Ultrafine Microstructures", NMAB-454-National Academy, Washington, DC, 1989.
- Kodas, T.T. and Smith, M.H., *Aerosol Processing of Materials*, Wiley-VCH, 1999.
- Kumar, P.M., Balasubramanian, C, Sali, N.D., Bhaskar, S.V., Rohatgi, V.K., Badrinarayanan, S., "Nanophase Alumina Synthesis in Thermal Arc Plasma and Characterisation", *Material Science and Engineering*, B 63, 215-227, 1999.
- Lopez, J.C.S., Reddy, E.P., Rojas, T.C., Sayagues, M.J., Justo, A. and Fernandez, A., "Preparation and Characterisation of CdS and ZnS Nanosized Particles Obtained by Inert Gas Condensation Evaporation Method", *NanoStructured Materials*, 12, 459-462, 1999.
- Mei, X., Too, M., Tan, H., Han, Y. and Tao, W., "Nanophase and Nanocomposite Materials", *Materials Research Society, Symposium Proceedings*, 286, 179-183, 1992.
- Nieman, G.W., Weertman, J.R. and Siegel, R.W., "Mechanical Behaviour of Nanocrystalline Cu, Pd and Ag Samples", *Microcomposite and Nanophase Materials*, The Mineral and Materials Society, Ed. By D.C.Van Aken et al., 15-25 1991.
- Oda, M., Katsu, I., Tsuneizumi, M., Fachita, E., Kashu, S. and Hayasi, C., "Nanophase and Nanocomposite Materials", *Materials Research Society, Symposium Proceedings*, 286, 121-130, 1992.
- Pickering, F.B., *The Basis of Quantitative Metallography*, Institute of Metallurgical Technicians, 1976.
- Sarkas, H.W, Kidde, L.H., Eaton, J.G., Mchugh, K.M. and Bowen, K.H., "Development of Inert Gas Condensation Based Iron Source for the Generation of Strong Beams of Large Cluster Ions", *Cluster and Cluster Assembled Materials, Materials Research Society Symposium Proceedings*, Ed by S. Avarback et al., 206, 277-282, 1990.
- Schmidt, H.K., Nass, R., Burgard, D. and Nonninger, R., "Fabrication of Agglomerate-Free Nanopowders by Hydrothermal Chemical Processing", *Nanostructured Powders and Their Industrial Application, Material Research Society Symposium Proceedings*, 520, 21-31, 1998.
- Seung, J. and Mark, K.J., "Simulation of Gas Phase Clustering of Nanocrystals in Sputtered Discharged", *Cluster and Cluster Assembled Materials, Symposium Proceedings of Materials Research Society*, Ed by S. Avarback et al, 206, 283-289 1990.
- Siegel, R.W., "Nanophase Materials Assembled From Atom Clusters" *Material Sci and Eng.*, B19, 33-43, 1993.
- Türker, M., "Properties of Ag Nanopowders Synthesised in Inert Gas/Oxygen Mixtures", *Rapor IFAM Bremen (Almanya) ve Nato B2 projesi kapsamında TÜBİTAK'a sunuldu*, Ağustos 2000.
- Yatsuya, S., Kasukabe, S. and Uyeda, R., "Formation of Ultrafine Metal Particles by Gas-Evaporation Technique-Aluminium in Helium", *Journal of Crystal Growth*, 24/25, 319-322, 1974.
- Wu, X., Zhang, H., Qin, X., Chen, L., Wang, G. and Fang, R., "Thermal Properties of Nanocrystalline Silver", *Nanophase and Nanocomposite Materials, Materials Research Society Symposium Proceedings*, 286, 149-154, 1992.
- Weißmuller, J., Birringer, R. and Gleiter, H., "Interface in Nanostructured Amorphous and Crystalline Solid", *Microcomposite and Nanophase Materials*, The Mineral and Materials Society, Ed. By D.C.Van Aken et al., 1-13 1991.