

**T.C.
GİRESUN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BOR KATKILI İNCE FİLM KAPLAMALARIN SOL-
JEL YÖNTEMİYLE HAZIRLANMASI VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ahmet Haluk CÖMERT

Enstitü Anabilim Dalı : Kimya Anabilim Dalı

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Birsen Şengül OKSAL

Haziran 2019

**T.C.
GİRESUN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BOR KATKILI İNCE FİLM KAPLAMALARIN SOL-
JEL YÖNTEMİYLE HAZIRLANMASI VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ahmet Haluk CÖMERT

Enstitü Anabilim Dalı : Kimya Anabilim Dalı

Bu tez 25/06/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği / oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

**Prof. Dr.
Birsen Şengül OKSAL
Jüri Başkanı**

**Doç. Dr.
Elvan ÜSTÜN
Üye**

**Dr. Öğretim Üyesi
Emriye AY
Üye**

**Doç. Dr.
Bahadır KOZ
Enstitü Müdürü**

BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim.

Ahmet Haluk CÖMERT

25/06/2019

TEŞEKKÜR

Tez konusunu öneren ve bu çalışmayı yapabilmem için gerekli tüm olanakları sağlayan, değerli bilgileri ile bana yön veren Sayın Hocam Prof. Dr. Birsen Şengül OKSAL'a sonsuz sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans eğitimime başladığım Sayın Hocam Doç. Dr. Hakan BEKTAŞ'a göstermiş olduğu akademik destek, sabır ve ilgilerinden dolayı teşekkürlerimi bir borç bilirim. Tezimin yazım aşamasında her türlü destek ve katkılarını esirgemeyen Öğretim Görevlisi Yunus ŞENTÜRK'e, analizlerdeki yardımlarından dolayı Giresun Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi'ne, Öğretim Görevlisi Fatih ÜNAL ve Kimyager Rıdvan İLGÜN'e teşekkür ederim.

Son olarak, bu süreçte her türlü fedakârlığı gösteren büyük bir sabırla destek veren canım aileme ve ilk nefes aldığım andan itibaren her zaman yanımda olan canım anneme çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR	I
İÇİNDEKİLER	II
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ	V
ŞEKİLLER LİSTESİ	VI
TABLOLAR LİSTESİ	VII
ÖZET	VIII
SUMMARY	IX
BÖLÜM 1. GİRİŞ.....	1
1.1. Camlar	1
BÖLÜM 2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	4
2.1. Sol-Jel Yöntemi.....	4
2.2. Sol-Jel Kimyası.....	4
2.2.1. Sol-Jel Kimyasında Gerçekleşen Reaksiyonlar.....	5
BÖLÜM 3. MATERYAL VE YÖNTEM	14
3.1. Materyal	14
3.1.1. Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler	14
3.1.2. Deneylerde Kullanılan Cihazlar	15
3.2. Yöntem	16
3.2.1. Düz Camların Temizlenmesi.....	16
3.2.2. Silika İnce Film (SIF) Sentezi.....	16
3.2.3. Düz Camların Daldırma Yöntemi ile SIF Kaplanması	17
3.2.4. Silika-Bor İnce Film (SBIF) Sentezi	17
3.2.5. Düz Camların Daldırma Yöntemi ile SBIF Kaplanması	17

3.2.6. Çinko oksit İnce Film (ZnO) Sentezi	18
3.2.7. Düz Camların Daldırma Yöntemi ile ZnO Kaplanması	18
3.2.8. Çinko oksit-Bor İnce Film (ZnB) Sentezi	18
3.2.9. Düz Camların Daldırma Yöntemi ile ZnB Kaplanması	18
 BÖLÜM 4. ARAŞTIRMA BULGULARI	19
4.1. Sol-Jel İnce Filmlerin Karakterizasyonu.....	19
4.1.1. Silika İnce Film (SIF) Çözeltilisinin IR Spekturmu	19
4.1.2. 25°C’de Kurutulan Silika İnce Film (SIF) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri	20
4.1.3. 25°C’de Kurutulan Silika İnce Film (SIF) Kaplamanın UV-GB Spektrofotometrik Ölçümü	21
4.1.4. 100°C’de Kurutulan Silika İnce Film (SIF) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümü	22
4.1.5. 100°C’de Kurutulan Silika İnce Film (SIF) Kaplamanın UV-GB Spektrofotometrik Ölçümü	23
4.1.6. Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Çözeltilisinin IR Spektrumu	24
4.1.7. 25°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri	25
4.1.8. 25°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın UV- GB Spektrofotometrik Ölçümü	26
4.1.9. 100°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri	27
4.1.10. 100°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın UV- GB Spektrofotometrik Ölçümü	28
4.1.11. Çinko oksit İnce Film (ZnO) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri	29
4.1.12. Bor Katkılı Çinko oksit (ZnB) İnce Filmlerin IR Spektrumu	30
4.1.13. Bor Katkılı Çinko oksit İnce Film (ZnB) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri	31
4.1.14. Bor Katkılı Çinko oksit İnce Filmlerin (ZnB) UV-GB Spektrofotometrik Ölçümü	32

4.1.15. Tüm İnce Filmlerin UV-GB Spektrofotometrik Ölçümü	33
BÖLÜM 5. TARTIŞMA VE SONUÇ	35
KAYNAKLAR	38
ÖZGEÇMİŞ	41



SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

°C	: Derece Selsiyus (Celsius)
mL	: Mililitre
µm	: Mikrometre
nm	: Nanometre
FT-IR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi
SIF	: Silika İnce Film
SBIF	: Bor Katkılı Silika İnce Film
TEOS	: Tetraetoksisilan
TMOS	: Tetrametoksisilan
UV-GB	: Morötesi (Ultraviyole)-Görünür Bölge
XRD	: X Işını Kırınımı (X-Ray Diffraction)
VMTMS	: Viniltrimetoksisilan
ZnO	: Çinko oksit Kaplama
ZnB	: Bor Katkılı Çinko oksit Kaplama

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Sol-Jel Prosesinin Çeşitli Basamakları.....	9
Şekil 3.1. Düz Camların P-Selecta Ultrasons Marka Sonikatörde Temizlenmesi ...	16
Şekil 4.1. Silika İnce Film (SIF) Çözeltisinin IR Spektrumu	20
Şekil 4.2. 25°C’de Kurutulan Silika İnce Filmin (SIF) 3D Görüntüsü	21
Şekil 4.3. 25°C’de Kurutulan Silika İnce Film (SIF) Kaplamanın UV-GB Spekturumu	22
Şekil 4.4. 100°C’de Kurutulan Silika İnce Filmin (SIF) 3D Görüntüsü	23
Şekil 4.5. 100°C’de Kurutulan Silika İnce Film Kaplamanın (SIF) UV-GB Spekturumu	24
Şekil 4.6. Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Çözeltisinin IR Spektrumu	24
Şekil 4.7. 25°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Filmin (SBIF) 3D Görüntüsü	26
Şekil 4.8. 25°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın UV-GB Spektrumu	27
Şekil 4.9. 100°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Filmin (SBIF) 3D Görüntüsü	28
Şekil 4.10. 100°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın UV-GB Spekturumu	29
Şekil 4.11. Çinko oksit İnce Filmin (ZnO) 3D Görüntüsü	30
Şekil 4.12. Bor Katkılı Çinko oksit (ZnB) Çözeltisinin IR Spektrumu	30
Şekil 4.13. Bor Katkılı Çinko oksit İnce Filmin (ZnB) 3D Görüntüsü	32
Şekil 4.14. Bor Katkılı Çinko oksit İnce Film (ZnB) Kaplamanın UV-GB Spekturumu	33
Şekil 4.15. Tüm İnce Film Kaplamaların UV-GB Spektrumu	33

TABLÖLER LİSTESİ

Tablo 1.1. Bazı Camların Genel Kimyasal Bileşenleri.....	2
Tablo 3.1. Tez Çalışmasında Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	14
Tablo 3.2. Tez Çalışmasında Kullanılan Cihazlar.....	15



BOR KATKILI İNCE FİLM KAPLAMALARIN SOL-JEL YÖNTEMİYLE HAZIRLANMASI VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Bu çalışmada, sol-jel yöntemiyle silika ince film (SIF), bor katkılı silika ince film (SBIF), çinko oksit (ZnO) ince film ve bor katkılı çinko oksit (ZnB) ince filmler hazırlanmış ve düz cam yüzeylerine daldırma yöntemiyle (dip coating) kaplanmıştır.

Elde edilen silika ince film çözeltisi cam yüzeye uygulandıktan sonra ayrı ayrı 25°C’de ve 100°C’de kurutulmuşlardır. Bu ince filmlerin kalınlık ve yüzey pürüzlülüğü ölçümleri, optik özelliğini belirlemek üzere UV-GB spektrofotometrik ölçümleri yapılmıştır. SIF ve SBIF ince film çözeltilerinin IR spektrumları alınmış ve bor katkısı bu spektrumlarda irdelenmiştir.

Katkısız çinko oksit ince film çözeltisinin IR spektrumu alınamamış, bor katkılı çinko oksit (ZnB) ince film çözeltisinin IR spektrumu alınmıştır. Bor katkısının ince filmlere etkisi literatür verileriyle karşılaştırılarak irdelenmiştir. ZnO ince film ve ZnB ince film kaplamaların yüzey kalınlık ve yüzey pürüzlülük ölçümleri, UV-GB spektrofotometrik ölçümleri yapılmış ve karşılaştırılmıştır.

Anahtar kelimeler: :Sol-jel yöntemi, ince film kaplamalar, çinko oksit, silisyum dioksit, bor katkılı ince film, optik kaplama.

PREPARATION OF BORON DOPED THIN FILM COATINGS BY SOL-JEL METHOD AND CHARACTERIZATION

SUMMARY

In this study, silica thin film (SIF), boron doped silica thin film (SBIF), zinc oxide thin film (ZnO) and boron doped zinc oxide thin films were prepared by sol-gel technique, and they were coated on glass surface by dip coating method.

Obtained silica thin film solution were applied on glass surface, then thin films were dried at 25°C and 100°C, respectively. Thickness, surface roughness measurements and UV-visible spectrophotometric measurements to defined optical properties of the thin films were performed. IR spectra of boron doped silica (SBIF) and undoped silica thin films (SIF) solutions were taken and effect of boron on thin film properties were discussed.

IR spectrum of unpoped zinc oxide (ZnO) thin film solution couldn't be measured, but IR spectrum of boron doped zinc oxide (ZnB) thin film solution were performed. Effect of boron doping on thin film properties were discussed by compare with literature data. Thickness, surface roughness measurements and UV-visible spectrophotometric measurements of the ZnO thin film and ZnB thin film were performed.

Keywords: Thin film coating, sol-jel method, zinc oxide, silikon dioxide, boron doped silica thin film, optical coating.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Günümüzde insanlar daha konforlu ve kullanışlı, doğayı tahrip etmeyen, çevreyi kirletmeyen ve çok fonksiyonlu malzemelerin keşif çalışmalarına devam etmektedir. İnsanlar konforlarından ödün vermek istemezler. İleri teknolojik malzemeler hayatın birçok alanında yerini almış ve vazgeçilmeyen kullanım alanları olan malzemelerdir. Bu tür malzemelerin üretimi için birçok yöntem vardır ve halen de bu yöntemler geliştirilmektedir. İnsan yaşamını kolaylaştıran hatta insanlığın yaşaması için gerekli olan birçok malzeme (tıbbi malzemeler, uzay araştırma malzemeleri, radar sistemleri, optik camlar ve aletler, solar enerji panelleri vb.) ileri teknolojik malzemeler sınıfındadır. Sol-jel tekniği birçok ileri teknolojik malzemenin üretilmesinde kullanılan ekonomik, zaman tasarruflu ve doğa dostu malzemelerin üretimini sağlayan kimyasal bir yöntemdir. Sol-jel metodu ile ucuz, ekonomik ve çok fonksiyonlu birçok materyali sentezlemek ve geliştirmek mümkündür.

1.1.Camlar

İnsanlık tarihi kadar eski olan camın günümüzde kullanılmadığı alan neredeyse yok gibidir. Sodyum ve kalsiyum karbonatlar kumla (SiO_2) karıştırılıp yaklaşık 1500°C 'de eritilirse Na ve Ca silikatların bir sıvı karışımı oluşur. Bu sıvı soğutulduğunda moleküller bir kristalin geometrik düzeninde değil, bir sıvının tipik özelliği olan düzensiz bir yapıda katılaşır. Bu katıya “Cam” denir. Camdaki yapı birimleri (silikat anyonları) karmaşık bir şekilde dizilmişlerdir [1]. Son yüzyılda cam formülasyonları geliştirilmiş ve binlerce yeni cam formülasyonları ortaya konmuştur. Fakat camın ham maddelerini oluşturan kireç, kum ve soda bileşenlerinde önemli bir değişiklik olmamıştır. Ancak cama fiziksel ve kimyasal değişik özellikler katmak için değişik katkı maddeleri eklenmiştir.

Tablo 1.1. Bazı Camların Genel Kimyasal Bileşimleri [2]

Camın cinsi	SiO₂ %	Al₂O₃ %	Fe₂O₃ %	CaO %	MgO %	Na₂O %	K₂O %	Diğerleri %
Pencere Camı	71,5	1,5	-	13,0	-	14,0	-	-
Cam Levha	72,9	0,7	-	7,9	2,8	15,0	-	-
Soda-Kireç Camı	72,0	2,0	-	-	11,0	15,0	-	-
Elektrik Ampülü	73,6	1,0	-	5,2	3,6	16,0	0,6	-
Silika Cam	70,3	7,2	0,7	-	-	12,8	2,0	-
Optik Cam	69,0	-	-	12,2	-	6,0	11,8	Sb ₂ O ₃ : 1,0
Jena Camı	73,9	3,0	-	-	-	6,7	-	B ₂ O ₃ : 16,4
Pyrex cam	80,5	2,2	-	-	-	3,8	0,6	B ₂ O ₃ : 12,9

Camla ilgili ilk tarihi buluntular çok eskiye dayanır, 12. yüzyılda pencere camı üretimine başlandığı bilinmekle beraber, insanlar camın yaygın olarak kullanımına 15. yüzyılda başlamışlardır. Venedik ortaçağda cam endüstrisinin merkezi konumundadır. Ancak bu dönemde camcılık bir el sanatı olarak yapılmaktadır. Camın ilk endüstriyel sürekli üretimi 1914 yılında Belçika’da “Fourcalt Prosesi” ile gerçekleştirilmiştir.

20. yüzyıla gelinceye kadar cam üretiminde çeşitli gelişmeler ve cam özelliklerinde iyileştirmeler yapılmış, bu yüzyılda ilk kez yüzer cam yöntemi ile pencere camı üretilmeye başlanmıştır. Cama istenen şekli vermek ve kullanım amacına uygun olarak üretmek için yeni yöntemler geliştirilmiştir. Günümüzde her türlü cam eşya ve malzemeyi endüstriyel olarak üretmek için çok çeşitli otomatik makineler ve tornalar geliştirilmiştir [2]. Modern bilimin camla işi bitmemiştir. Bilim insanlarının en çok araştırma yaptığı konulardan biri de camdır. Camın kullanılmadığı alan hemen hemen yok gibidir. Evlerde günlük kullanımların yanı sıra tıp, eczacılık, tarım, optik,

enerji sistemleri, uydu sistemleri, otomotiv, havacılık, denizcilik, ve el sanatları ve daha sayamadığımız bir çok alanda o alana uygun özellikte cam kullanılmaktadır. Kısacası camın kullanılmadığı alan yok gibidir. Cam doğadan gelir ve doğada kolayca parçalanarak yine doğanın bileşenleri olan çok küçük maddelere ayrışabilir. Cama ister üretim aşamasında eklenen katkı maddeleri ile ister sonradan kaplama ile yüzeyine ilave edilen ince filmlerle birçok özellik kazandırılabilir. Şimdiye kadar yapılan çalışmalarla günümüzde optik camlar, antireflekte camlar, kendi kendini temizleyen camlar, süper hidrofobik camlar, antistatik camlar, kırılmayan camlar, uv-korumalı camlar ve daha birçok özelliklerde camlar üretmek mümkündür. Bu alandaki bilimsel çalışmalar yükselen ivmeyle devam etmektedir.



BÖLÜM 2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1.Sol-jel Yöntemi

En basit tanımıyla sol-jel yöntemi, uygun bir çözücü ortamında, oda sıcaklığı gibi düşük bir sıcaklıkta kimyasal bir reaksiyonla inorganik bir ağın sentezidir. İnorganik ağ buhar fazı veya erime gibi yüksek sıcaklık prosesleri ile de oluşturulabilir. Sol-jel prosesi aynı zamanda, bir çözeltiden kristallenme prosesinin tersine amorf bir ağın oluşması anlamına da gelmektedir. Bu yöntemde kolloidal durumdaki çözeltilerin jelleşmesi ve bir katı fazın elde edilmesini içeren yöntemlerin tümü vardır. Sol-jel tepkimesinde kolloidal çözelti (“sol”) üzerinden çoğu zaman iki fazlı “jel” konumuna dönüşüm gerçekleşir. Reaksiyonun ilerleyişi üzerine etkili olan tüm bileşenlerin seçimi ve reaksiyon koşullarının değiştirilmesi ile elde edilecek son ürünün özellikleri kontrol edilebilir [3].

Kolloidal partiküllerinin çapı 1-100 nm arasında olan katı partiküllerden oluşan bir sıvı içerisindeki dispersiyon durumuna “sol”, aynı çözelti içinde birbirine bağlı mikron-altı boyutlarda gözeneklere sahip ve ortalama uzunlukları 1 µm’den daha büyük ağ yapısındaki maddelere “jel” adı verilir. Jeli oluşturan moleküller zayıf ya da kuvvetli bağlarla birbirlerine bağlanarak boşluklar arasında sıvı bulunduran ağ şeklinde dokular oluştururlar. Böylece sıvı ortamındaki moleküllerin birleşmesiyle oluşan akıcı olmayan bir faz oluşur [4].

2.2.Sol-jel Kimyası

Sol-jel kimyası nükleofilik reaksiyonlarla gerçekleşir. Başlatıcı (öncü) madde olarak en çok metal alkoksitler kullanılır. Öncü (precursor) olarak kullanılan “metal alkoksitler”in hidroliz, kondenzasyon ve kompleksleşme gibi sol-jel reaksiyonlarına

karşı kimyasal aktivitesi genellikle metal atomunun elektronegativitesine, koordinasyon sayısına ve alkoksit grubunun sterik engeline bağlıdır. Silisyum alkoksitlerin reaktivitesi oldukça zayıftır ve çok yavaş reaksiyona girerler. Bu nedenle silisyum alkoksitlerin hidroliz ve kondenzasyon reaksiyon hızları bir asit veya baz katalizörle ya da nükleofilik aktivasyonla arttırılmalıdır. Silisyuma oranla geçiş metal alkoksitleri genellikle daha reaktiftirler (Örn: Ti, Zr alkoksitler, vb.). Geçiş metal alkoksitlerinin çok hızlı kondenzasyonunu yavaşlatmak ve kontrol edebilmek için sol-jel reaksiyonlarından önce uygun bir organik grupta (ligandla) kompleksleştirilmesi gerekir. Sol-jel reaksiyonlarında kullanılan alkoksit öncülerinin moleküler düzenlenmesi ile, elde edilecek yeni materyallerin de şekillendirilmesinin yolu açılır [5].

Sol-jel yönteminde kullanılan öncü (precursor) maddeler aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir.

Tuzlar: Metallerin nitrat, asetat gibi çözünebilen tuzları veya oksit ağı oluşturabilen tuzlar

Metal Oksitler: Alkali metallerin ağı modifiye edebilen oksitleri (Na_2O , Li_2O , K_2O vb.)

Hidroksitler: Alüminyum ve Demir hidroksitler $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Fe}(\text{OH})_2$ vb.

Organik Bileşikler: Şelat oluşturan ligandlar (β -diketonlar, oksimler, schiff bazları, karboksilik asitler ve türevleri vb.), organik aminler ve açılalar vb.

Metal alkoksitler: Çeşitli metal ve ametal oksitler $\text{Ti}(\text{OEt})_4$, $\text{Zr}(\text{OEt})_4$, $\text{B}(\text{OEt})_3$, vb.

Silanlar: Tetraetoksisilan (TEOS), tetrametoksisilan (TMOS), viniltrimetoksisilan (VMTMS) [6].

2.2.1. Sol-Jel Kimyasında Gerçekleşen Reaksiyonlar

Sol-jel kimyasının reaksiyon basamakları genel olarak şöyle özetlenebilir:

1. Uygun bir çözgen içerisinde başlangıç maddesinin çözeltisinin hazırlanması.
2. Ürün malzemeye göre gerekli kimyasalların katılımı ile homojen bir karışım eldesi.
3. Hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri sonucunda çözeltinin jele dönüşümü.

4. Jelin uygun işlem veya işlemlerle (kurutma, sinterleme, çözügen uzaklaştırma gibi) istenilen ürüne dönüşümün sağlanması.

Sol-jel kimyasının reaksiyon basamakları daha detaylı olarak aşağıda anlatılmıştır. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyon basamakları eş-zamanlı olarak yürür. Kondenzasyon basamağının bitiminde istenilen basamakta reaksiyon değişik yöntemlerle yavaşlatılır ya da sonlandırılır.

1. Basamak: Hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri; Bir başlangıç maddesi (öncü birim) olan bir metal alkoksit, örneğin: TEOS (tetra etoksisilan, $\text{Si}(\text{OEt})_4$), su (H_2O) ile reaksiyona girerek hidroliz gerçekleşir. Silanol (tetra hedral silika) ve etil alkol oluşur.

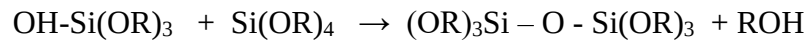


Tüm OR (alkoksi) gruplarının hidroliz olabilmesi için tepkimenin tamamında dört mol su tüketilir. Oluşan tetrahedral silika $\text{Si}(\text{OH})_4$, kondenzasyon tepkimesi vererek siloksan bağları oluşur. Kondenzasyon tepkimesi su veya alkol kondenzasyonu olabilir:

Su kondenzasyonu:

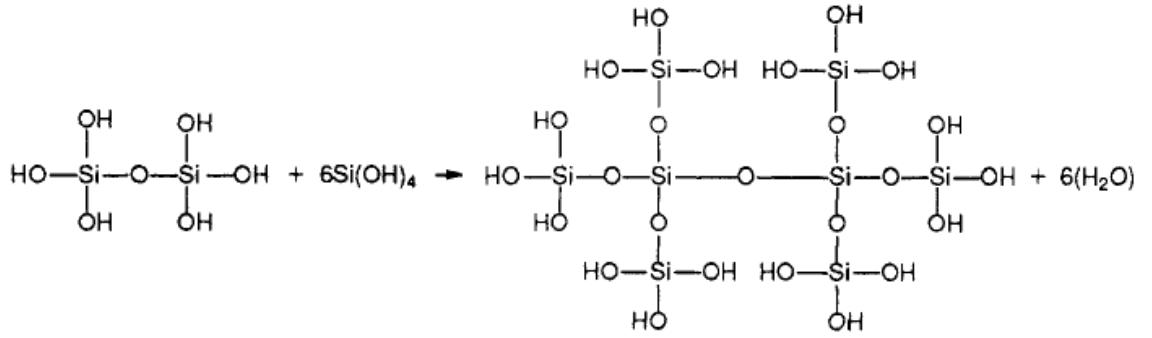


Alkol kondenzasyonu:



Su kondenzasyonunda reaksiyon ortamına bir mol su verilirken, alkol kondenzasyonunda bir mol metal alkoksitin tam kondenzasyonundan dört mol alkol oluşur.

Kalan –OH (hidroksil) grupları üzerinden polikondenzasyon devam eder ve sonuç olarak bir SiO₂ ağ yapısı meydana gelir. Reaksiyon sonucu açığa çıkan su ve alkol, ağ yapısı içerisindeki gözeneklerde bulunur.



Eş-zamanlı yürüyen hidroliz ve polikondenzasyon reaksiyonları süresince yeterli miktarda Si-O-Si bağı meydana geldiğinde kolloidal partiküller ‘sol’ olarak davranırlar. Sol içindeki partiküllerin boyutları ve partiküller arasındaki çapraz-bağlanma derecesi öncelikle **su/alkoksit oranına** ve reaksiyon ortamındaki birçok değişkene bağlıdır (örn: sıcaklık, pH, karıştırma hızı vb.). Ayrıca hidroliz koşullarında hidroksil (-OH) ve alkoksit (-OR)’in bağıl derişimleri (**su/alkoksit oranı**), metal alkoksitin türü, tepkime sıcaklığı, kataliz türü, tepkime süresi ve ortamın asitliği gibi parametreler hidrolitik polikondenzasyonu etkiler. Bu değişkenlerin herbiri ağ yapısını etkiler ve halkalı, çizgisel veya farklı uçlardan bağlanmış ve farklı uzunluğa sahip çok dallanmış yapılar da oluşabilir [6].

2. Basamak: Sol’ün Jelleşmesi: Tepkime ortamındaki kolloidal partiküller ve kondense silika türleri zamanla birbirlerine bağlanarak üç boyutlu bir ağ yapısı oluştururlar. Bu ağ yapının fiziksel özellikleri, partiküllerin boyutuna ve partiküller arasında meydana gelen çapraz bağlanma derecesine oldukça bağlıdır. Jelleşme esnasında jelin viskozitesi ani bir artış gösterir.

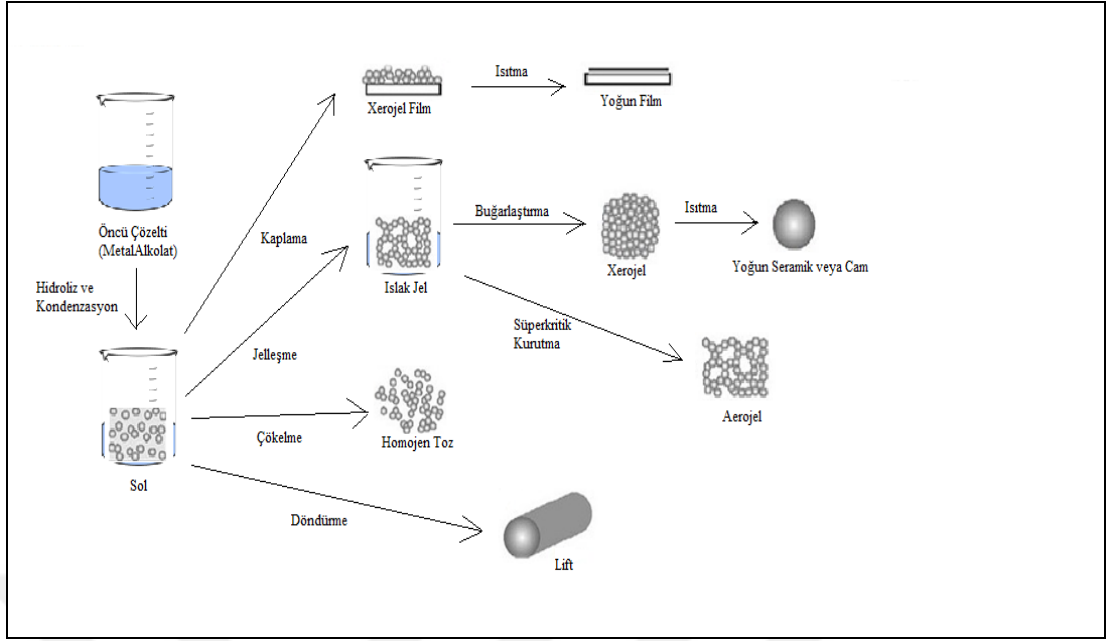
3. Basamak: Jel'in Yaşlandırılması: Sıvı içerisindeki jel belirli bir süre bekletilerek yaşlandırma işlemi gerçekleşmiş olur. Yaşlandırma süresince partiküller arası oluşan duvarlar kalınlaşır, gözeneklilik azalır ve böylece jel daha dayanıklı duruma gelir.

4. Basamak: Jel'in kurutulması: Kuruma işlemi sırasında gözenekler arasında bulunan sıvı faz uzaklaşır. Bu süreçte yüksek kapiler stres oluşur ve istenmeyen bir şekilde jelin gözenekli yapısını bozacak şekilde çatlamlar ve yarılmalar meydana gelir. Kapiler stresi azaltmak için yüzey aktif maddeler kullanılabilir, kullanılan yüzey aktif maddeler sayesinde gözeneklerin hacmi artırılabilir ya da hiper-kritik kurutma metodu kullanılabilir.

5. Basamak: Jel'in dehidrasyonu: Gözenekleri içerisinde reaksiyona girmemiş serbest silanol (Si-OH) gruplarını uzaklaştırmak için jel vakum altında belli bir sıcaklığa kadar ısıtılır. Böylece kimyasal olarak kararlı jeller elde edilebilir.

6. Basamak: Sinterleme (yoğunlaştırma): Yüksek sıcaklıklarda bekletilen jelin gözenekli yapısında azalmalar meydana gelir ve jel yoğunlaşır. Yoğunlaşma sıcaklığı jelin üç boyutlu ağ yapısına ve yüzey alanına bağlıdır. Alkoksit jelleri 1000°C gibi sıcaklıklarda yoğunlaştırılabilir [7].

Niederberger ve Pinna (2009) sulu ve susuz ortamlarda sol-jel kimyasını anlattıkları kitabın ikinci bölümünde, sol-jel yönteminin basamaklarını aşağıdaki şekilde özetlemişlerdir.



Şekil 2.1. Sol-Jel Prosesinin Çeşitli Basamakları [8]

Ogawa ve arkadaşları (2003) yayınladıkları bir çalışmada sol-jel prosesiyle SiO_2 - ZrO_2 -koloidal SiO_2 filmle kaplama yaparak anti-fogging (anti-buğu) aynalar geliştirmişlerdir [9].

Sorar (2008)'de yaptığı doktora çalışmasında Sol-jel spin kaplama yöntemi ile katkılı ve katkısız ZnO ince filmler hazırlamış ve bu filmlerin elektriksel, yapısal ve optik özelliklerini incelemiştir. Bu amaçla ZnO sol ve Si, Al, Ga ve bunların ikili kompozisyonları ile katkılandırılıp ince filmlerin elektriksel, optik ve yapısal özelliklerine etkileri belirlenmiştir [10].

Jana ve arkadaşları (2011) sol-gel yöntemiyle bor katkılı nano yapıları ZnO ince filmler hazırlamışlar ve camları bu filmlerle kaplamışlardır. Bor katkılandırmasının camın optik özelliklerine etkisini UV-GB spektrofotometre, IR ve Raman spektrometresi ile incelemiştir. %1 Bor katkılı ZnO filmlerin oda sıcaklığında UV-GB'de emisyon verdiklerini, IR ve Raman aktif bölgede aktif olduklarını gözlemlemiştir [11].

Kumar ve arkadaşları (2013) Sol-jel yöntemiyle cam yüzeyler üzerinde Al ve B birlikte katkılı farklı şekilli ZnO nanoyapılar (AZB) sentezlemişler ve bu yapıları karakterize etmişlerdir. Al derişiminin bu ince filmlerin morfolojisi ve diğer özellikleri üzerinde anahtar rol oynadığını tespit etmişlerdir. Ayrıca Al ve B'un birlikte katkılanmasıyla ZnO'nun elektriksel özelliklerini iyileştirdiğini ve optik özelliklerinde herhangi bir bozulma olmadığını göstermişlerdir. Kumar ve arkadaşları bu çalışmaları sonucunda AZB nanoyapıların nanoelektrik aletlerinin uygulamaları için potansiyel olarak geliştirilebilir olduklarını ortaya koymuşlardır [12].

Çağlar ve arkadaşları (2011) Bor katkılı ve Bor katkısız ZnO ince filmleri sol-jel yöntemiyle hazırlamışlar ve döndürerek kaplama yöntemiyle cam numunelere kaplamışlardır. B içeriğinin ZnO filmlerin kristalinitesi ve morfolojik özellikleri üzerine etkilerini XRD, Alan Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu (FESEM) ve Atomik Enerji Spectrometresi (AFM) yöntemleriyle analiz etmişlerdir. XRD ölçümleri; filmlerin hekzagonal Wurtzite tipindeki polikristalin yapısını ve Bor birlikteliğinin ZnO filmlerin karakteristik yapısında önemli değişikliklere yol açtığını göstermiştir. Aynı zamanda AFM ve FESEM ölçümleri ile de ZnO ince filmlere bor katkılanırılması sonucunda yüzey morfolojisinin değiştiğini belirlemişlerdir. Absorbsiyon spektrofotometresi ile B katkılı ZnO filmlerin optik band boşluğuna sahip olduğunu ve sıcaklık arttıkça optik band aralığının azaldığını gözlemlemişlerdir [13].

Sol-jel yöntemiyle geliştirilen oldukça şeffaf ve iletken B katkılı ince filmler Kumar ve arkadaşları (2012) tarafından rapor edilmiştir. Bu çalışmada, ince filmlerin tavlama sıcaklığı 350°C'dan 550°C'ye kadar değiştirilmiş ve tüm filmler için katkılanırılan B derişimi % 0,6'da sabit bırakılmıştır. Çalışma sonucu elde edilen ZnO:B ince filmlerin Boya Duyarlı Güneş Hücreleri (DSSC)'nde cam materyal olarak kullanılabileceğini söylemişlerdir [14].

Zhang ve arkadaşları (2014) tarafından ince film güneş hücrelerinde ön etkileşim olarak oldukça fazla kullanılan ve metal organik kimyasal buhar biriktirme

(MOVCD) yöntemiyle hazırlanan Bor katkılı zinko oksit (ZnO:B or BZO) ince filmler hazırlanmıştır. Hava/cam yüzeyindeki yansıma nedeniyle azalan ışık absorpsiyonunu önlemek için sol-jel yöntemiyle hazırlanan SiO₂ antireflekte kaplamaları daldırarak kaplama yöntemiyle hazırlayarak (ZnO:B veya BZO) ince filmler ile birlikte bu yüzeylere uygulamışlardır ve MOCVD-BZO ince filmler güneş hücrelerinin yeni yüzey filmi olmuştur. Amorf silikon güneş hücrelerine uygulanan bu filmler, hücrelerin performansını ve external kuantum verimliliğini önemli ölçüde artırmıştır [15].

Zeng, Wang ve arkadaşları (2016) kimyasal buhar depolama (CVD) yöntemiyle süperhidrofilik, çok şeffaf, antireflekte, ve kendi kendini temizleyen silika kaplamalar elde etmişlerdir. Silika öncüsü olarak TEOS kullanmışlar, TEOS'un hidroliz ve kondenzasyon tepkimelerini katalizlemek için sulu amonyak çözeltisi kullanmışlardır. Cam yüzeylere CVD yöntemiyle kaplanan silika ince filmlerin morfolojisi FESEM, XPS ve AFM gibi klasik yöntemlerle aydınlatılmıştır. Kaplama yüzeyinin hidrofilik özelliği kontakt açılma açısı (OCA20 Germany) ile belirlenmiştir. Kaplanmış cam yüzeylerin ışık geçirgenliği UV-GB spektroskopisi ile ölçülmüş, kırılma indisi spektroskopik elipsometri ölçümleri ile yapılmıştır. Antifogging test için kaynamakta olan suyun buharına tutulan kaplanmış ve kaplanmamış camların fotoğrafları çekilmiş ve her ikisi arasında karşılaştırma yapılmıştır. Donma testi için her iki cam örneği 1 saat boyunca -18 derecedeki dondurucuya konulmuş, ardından nemli laboratuvar ortamına alınarak yüzeylere biriken buhar fotoğraflanmıştır [16].

Chaoqian ve arkadaşları (2014) sol-jel ve döndürerek kaplama yöntemi ile şeffaf, iletken Bor katkılı ZnO ince filmler hazırlamışlardır ve katkılanmış Bor derişiminin ince filmler üzerine etkilerini sistematik olarak incelemişlerdir. Bor katkılı ZnO ince filmleri XRD, AFM ve Hall etki ölçüm sistemleri ile karakterize etmişlerdir. Filmlerin parçacık boyutu ve yüzey pürüzlülüğünün katkılanmış bor derişiminin artması ile azaldığını gözlemlemişlerdir. Tüm ince filmler görünür bölgede ortalama % 90 civarında geçirgenlik ve yaklaşık 3,3 eV enerji boşluğu göstermişlerdir [17].

Yılmaz ve Turgut G. (2015) sol-jel yöntemiyle Ti kaplanmış ve kaplanmamış ZnO ince filmler hazırlayarak cam yüzeyleri döndürerek kaplama yöntemi ile kaplamışlar ve Ti katkılandırma oranına göre, ince filmlerle kaplanmış cam yüzeylerin yapısal, morfolojik optik özelliklerini analiz etmişlerdir. İnce filmler, polikristalin ZnO wurtzite kristal yapısına sahiptir ve film kristalinitesi katkılandırılan Ti içeriği ile azalma göstermiştir. SEM analizleri katkılandırılmamış filmlerin nanopartikül yapısının Ti katkılandırılmış yapılar gibi nano-ağ yapısına değiştiğini göstermiştir. Ti katkılandırılmamış örneklerin geçirgenliği ve optik band boşluğu % 1 Ti eklenmesiyle ilk önce artmış, daha sonra yüksek Ti seviyesiyle azalma göstermiştir. Bu çalışma ile elde edilen sonuçlara göre ZnO filmlerin özelliklerinin Ti ekleme ile geliştirilebilir olduğu ve ZnO:Ti filmlerin bir çok teknolojik uygulamalarda kullanılabileceği anlaşılmıştır [18].

Yea ve arkadaşları (2017) sol jel yöntemi ve ardından kalsinasyonla öncü silika kaynağı olarak TEOS ve katalizör olarak HCl kullanarak oldukça şeffaf ve mekanik olarak güçlü süperhidrofilik silika kaplamalar hazırlamışlardır. Süperhidrofilik kaplamalar nemli ortamda mükemmel anti fogging karakter göstermiştir. Kaplamaların mikro yapısı ve kimyasal bileşimine kalsinasyonun etkisi detaylı bir şekilde tartışılmıştır. Bu kaplamaların rüzgar kalkanı, gözlük ve güneş hücrelerinde uygulama alanı olabileceğini belirtmişlerdir [19].

Ahmad ve arkadaşları (2018) sol-jel tekniği kullanarak hazırladıkları çinko oksit ve bor katkılı çinko oksit ince film çözeltilerini daldırarak kaplama yöntemi ile cam numuneler üzerine kaplamışlardır. İnce filmlerin optik özelliklerini UV-visible spektrofotometre ile ölçmüşlerdir. İnce filmlerin yapısal özelliklerini XRD,SEM ve EDAX teknikleriyle araştırmışlardır [20].

Tahar ve Tahar (2005) tarafından çok katmanlı, şeffaf, iletken bor katkılı çinko oksit filmler hazırlanarak cam materyaller üzerine sol-jel daldırarak kaplama yöntemiyle kaplanmıştır. Bor katkılı çinko oksit filmlerin elektriksel direnci 9×10^{-3} gibi çok düşük bir değer bulunmuştur [21].

Turgut ve Keskenler (2014) sol-jel döndürerek kaplama yöntemiyle, katkısız, Si ve B tek katkı, Si-B birlikte katkı, Si-B-F üçlü katkı çinko oksit ince filmler geliştirmişlerdir. Katkılandırılan elementlerin ince filmlerin mikroyapısal, morfolojik ve optik özelliklerine etkileri araştırılmıştır. X-ışınları saçılma analizleri tüm kaplamaların hexagonal wurtzite yapısında olduğunu göstermiştir. Filmlerin optik parametreleri de araştırılmıştır [22].

Gençer (2014) yılında yaptığı yüksek lisans çalışmasında, sol-jel yöntemi ile camlara yüksek ışık geçirimli ve aynı zamanda UV koruyucu kaplamalar yapmıştır. Bu amaçla elde edilen ince film kaplamalar çeşitli fonksiyonel gruplar içeren silanlar ve UV-geçirimsiz nano boyutlu titanyum dioksit, çinko oksit ve seryum oksit gibi pigmentler içermektedir. Hazırlanan ince film kaplama çözeltileri uygulanacak yüzeye (cam ambalaja) püskürtme yöntemi ile tutturulmuş ve daha sonra uygun sıcaklıklarda sertleştirilmiştir [6].

Biçer (2015) yaptığı yüksek lisans tezinde TiO_2 – SiO_2 içeren inorganik-organik hibrit sol-jel kaplamanın, düz camların mekanik, optik ve yüzey özelliklerine olan etkisini incelemiştir. Bu amaçla uyguladığı kaplama çözeltisinin incelediği çentikli camlarda kırılma mekanizmasını engellediği, camda mukavemetin arttığı ve mukavemet artışının cam kalınlığından bağımsız olduğunu gözlemiştir. İnce film kaplanmış camların optik özelliklerinde iyileşme görülmüştür [23].

BÖLÜM 3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Materyal

3.1.1. Deneylerde Kullanılan Kimyasal Maddeler

Bu tez çalışmasında kullanılan kimyasal maddelerin adları, kimyasal yapıları, saflık dereceleri ve temin edilen firmalar Tablo 3.1.'de verilmiştir

Tablo 3.1. Tez Çalışmasında Kullanılan Kimyasal Maddeler

Kimyasal kısaltması	adı	ve/veya	Formülü	Saflığı	Firma
	Tetraetoksisilan (TEOS)		$\text{Si}(\text{OEt})_4$	%80	SIGMA-ALDRICH
	Bor triizopropoksit		$\text{B}(\text{O}^i\text{Pr})_3$	%98	SIGMA-ALDRICH
	Çinkoasetat		$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	%99	SIGMA-ALDRICH
	Saf su		H_2O	-	NÜVE NS 108 (Kimya Bölümü Lab.)
	Hidroklorikasit		HCl	% 37	MERCK
	Azot gazı		N_2	-	HABAŞ
	Etanol		$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	% 96	CARLO ERBA
	Laktik Asit		$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$	%85	KİMETSAN
	Amonyak		NH_3	-	Panreac
	Mutlak Ethanol		$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$	%99	Isolab Chemicals
	Borik Asit		H_3BO_3	-	MERCK

3.1.2. Deneylerde Kullanılan Cihazlar

Bu çalışmada kullanılan cihazların markaları ve kullanım amaçları Tablo 3.2.'de verilmiştir.

Tablo 3.2. Tez Çalışmasında Kullanılan Cihazlar

Cihazın Adı	Cihazın Markası	Kullanım Amacı
Hassas terazi	OHAUS PA 214C	Tüm tartım işlemlerini yapmak için kullanıldı.
Manyetik karıştırıcı	SCIOGEX MS-H-S	Tüm ince film kaplamaların sentezi sırasında karıştırıcı olarak kullanıldı.
Ultrasonikatör	P-SELECTA ULTRASONS	Düz camların temizlenmesi işleminde kullanıldı.
Etüv	WISEVEN FUZZY CONTROL SYSTEM	Sentezlenen ince filmlerle kaplanan düz camlardan organik grupların uzaklaştırılmasında kullanıldı.
Profilometre	KLA TENCOR P7	Tüm ince film kaplamaların kalınlık ölçümleri için kullanıldı.
FT-IR spektrometresi	JASCO ANALYTICAL INSTRUMENTS FT/IR-6600 FT-IR SPEKTROMETRESİ	Tüm ince film kaplama çözeltilerinin yapı tayininde ve karakterizasyonunda kullanıldı
UV-visible spektrofotometre	THERMO SCIENTIFIC EVOLUTION ARRAY UV-VISIBLE SPEKTROFOTOMETRE	Tüm ince film kaplamalar ile kaplanan düz camların optik özelliklerini belirlemek için kullanıldı.

3.2. Yöntem

3.2.1. Düz Camların Temizlenmesi

7,5 x 2,5 cm ebatında, 2 mm kalınlığındaki düz camlar (float glass) önce deterjanlı su ile yıkandı. Daha sonra musluk suyu ve ardından saf su ile iyice durulandı. Etil alkol ile son bir durulama yapılarak kurumaya bırakıldı.

Deneyde kullanılacak her bir düz cam örneği kaplama yapılmadan önce *P-Selecta Ultrasons* marka sonikatörde etanol içerisinde 15 dakika temizlendi. Ardından özel olarak hazırlanmış kapalı ortam içerisinde oda sıcaklığında kurumaya bırakıldı. Kaplama yapılincaya kadar tozsuz ortamda oda sıcaklığında bekletilmiştir.



Şekil 3.1. Düz Camların P-Selecta Ultrasons Marka Sonikatörde Temizlenmesi

3.2.2. Silika İnce Film (SIF) Sentezi

0,01 mol 100 mL HCl çözeltisinden 10 mL (0.001mol) alınarak 100 mL'lik bir erlene kondu. Bu çözeltinin üzerine yaklaşık 5,8 mL (3,68 mol) etil alkol ve 7,6 mL (0,4 mol) saf su ilave edildi. Diğer taraftan 250 mL'lik bir cam kavanoza 20,8175g

(0,1 mol) TEOS tartıldı. TEOS içeren kavanoz magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken sıcaklığı 30°C'ye ayarlandı ve üzerine yukarıda hazırlan etil alkol+su+HCl karışımı ilave edildi. Bu şekilde elde edilen şeffaf çözelti 30°C'de ağzı kapalı bir şekilde 2 saat daha karıştırıldı ve 36 saat dinlendirmeye bırakıldı. Karışımın molar bileşimi TEOS : Etanol : H₂O : HCl = 1 mol : 36,8 mol : 4 mol : 0,01 mol şeklindedir.

3.2.3. Düz Camların Daldırma Yöntemi ile SIF Kaplanması

Temizlenmiş düz camlar SIF çözeltisine sabit hızla daldırıldı ve çıkarıldı. İnce film kaplanan camlar kuruması amacıyla mandallanarak tozsuz kapalı bir ortama asıldı. Bu şekilde 24 saat kuruması beklendi.

3.2.4. Silika-Bor İnce Film (SBIF) Sentezi

27,9 mL EtOH (0,736 mol) , 1,52 mL saf su (0,08 mol) ve 2 mL HCl (0,0002 mol) sırayla ağzı kapaklı 100 mL'lik cam kavanoza alındı ve magnetik karıştırıcıda yaklaşık 15 dak. karıştırıldı. Diğer taraftan 0,01 mol (2,25 mL) TEOS ağzı kapaklı 100 mL'lik cam bir kavanoza alındı. Üzerine azot atmosferi altında 0,01 mol (2,30 mL) B(OPrⁱ)₃ ilave edildi. Karışmakta olan EtOH+H₂O+HCl karışımı hızlı ve dikkatli bir şekilde N₂ atmosferi altında TEOS+B(OPrⁱ)₃ karışımına ilave edildi. Karışımın molar bileşimi TEOS : B(OPrⁱ)₃ : Etanol : H₂O : HCl = 0,51 : 0,5 : 36,8 : 4 : 0,01 şeklindedir. Bu şekilde elde edilen şeffaf çözelti 30°C'de ağzı kapalı bir şekilde 2 saat daha karıştırıldı ve 36 saat dinlendirmeye bırakıldı.

3.2.5. Düz Camların Daldırma Yöntemi ile SBIF Kaplanması

3.2.1.'deki gibi temizlenmiş düz camlar SBIF çözeltisine sabit hızla daldırılıp çıkarıldı. Silika-Bor İnce film (SBIF) kaplanan camlar kuruması amacıyla mandallanarak tozsuz kapalı bir ortama asıldı. Bu şekilde oda sıcaklığında 24 saat kuruması beklendi.

3.2.6. Çinko oksit İnce Film (ZnO) Sentezi

Ağız kapaklı bir cam kavanoza 4,3863 g $\text{Zn}(\text{OAc})_2$ alınarak üzerine 50 mL susuz etanol ilave edildi. Manyetik karıştırıcıda oda sıcaklığında 50 dakika karıştırıldı. Bu çözeltiye oda sıcaklığında damla damla 1,7 mL laktik asit ilave edildi ve 40 dakika karıştırıldı. Elde edilen şeffaf çözelti süzgeç kağıdından süzüldü. Süzüntüye pH 7 oluncaya kadar damla damla derişik NH_3 ilave edildi. Berrak çözelti 5 dakika daha karıştırıldı ve kaplama yapmaya hazır hale getirildi.

3.2.7. Düz Camların Daldırma Yöntemi ile ZnO Kaplanması

3.2.1.'deki gibi temizlenmiş düz camlar ZnO çözeltisine sabit hızla daldırılıp çıkarıldı. Çinko oksit (ZnO) ince film kaplanan camlar kuruması amacıyla mandallanarak tozsuz kapalı bir ortama asıldı. Bu şekilde oda sıcaklığında 24 saat kuruması beklendi.

3.2.8. Çinko oksit –Bor İnce Film (ZnB) Sentezi

3.2.6.'da hazırlanan çinko oksit çözeltisinden 10 mL alınarak üzerine 10 mL susuz etanolde çözülen 0,054 g H_3BO_3 çözeltisi dikkatle ilave edildi (Bu çözeltide Zn:B oranı 100:5 olarak ayarlanmıştır). Çözeltinin ağız kapatılarak yaklaşık 30°C 'de 1 saat karıştırıldı ve elde edilen şeffaf çözelti karıştırılmaksızın oda sıcaklığında 36 saat dinlendirildi.

3.2.9. Düz Camların Daldırma Yöntemi ile ZnB Kaplanması

3.2.1.'deki gibi temizlenmiş düz camlar ZnB çözeltisine sabit hızla daldırılıp çıkarıldı. Bor katkılı çinko oksit (ZnB) ince film kaplanan camlar kuruması amacıyla mandallanarak tozsuz kapalı bir ortama asıldı. Analizlere kadar bu şekilde tozsuz bir ortamda oda sıcaklığında bekletildi.

BÖLÜM 4. ARAŞTIRMA BULGULARI

4.1. Sol-Jel İnce Filmlerin Karakterizasyonu

Bu çalışmada, sol-jel yöntemiyle hazırlanan silika ince film (SIF), bor katkılı silika ince film (SBIF), çinko oksit (ZnO) ince film ve bor katkılı çinko oksit (ZnB) ince filmler hazırlanmış ve düz cam yüzeylerine daldırma yöntemiyle (dip coating) kaplanmıştır.

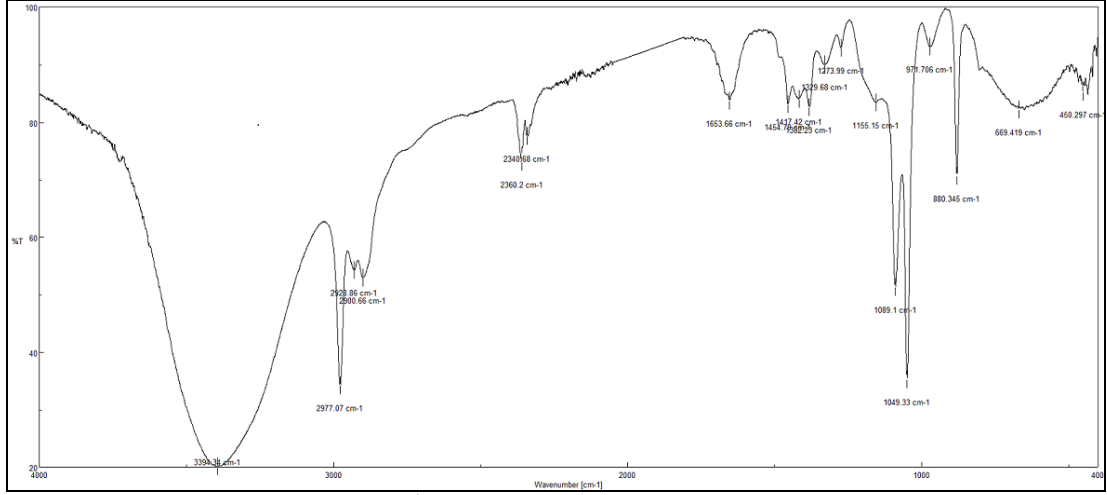
Elde edilen silika ince film çözeltisi cam yüzeye uygulandıktan sonra ayrı ayrı 25°C’de ve diğeri 100°C’de kurutulmuşlardır. Bu ince filmlerin kalınlık ve yüzey pürüzlülüğü ölçümleri, optik özelliğini belirlemek üzere UV-GB spektrofotometrik ölçümleri yapılmıştır. SIF ve SBIF ince film çözeltilerinin ait IR spektrumları alınmış ve bor katkısı bu spektrumlarda irdelenmiştir.

Çinko oksit ince film çözeltisinin IR spektrumu alınamamış, bor katkılı çinko oksit (ZnB) ince film çözeltisinin IR spektrumu alınmıştır. Bor katkısının etkisi literatür verileriyle karşılaştırılarak irdelenmiştir. ZnO ince film ve ZnB ince film kaplamaların yüzey kalınlık ve yüzey pürüzlülük ölçümleri, UV-GB spektrofotometrik ölçümleri yapılmış ve karşılaştırılmıştır.

4.1.1. Silika İnce Film (SIF) Çözeltisinin IR Spektrumu

İnce film çözeltilerinin FT-IR spektrumları, Jasco Analytical Instruments FT/IR-6600 FT/IR Spektrometresi ile alınmıştır.

Tetraetoksi silan (TEOS) asit katalizörlüğünde sol-jel yöntemiyle hidroliz edilerek hazırlanan film çözeltisinin IR spektrumu Şekil 4.1’de verilmiştir.

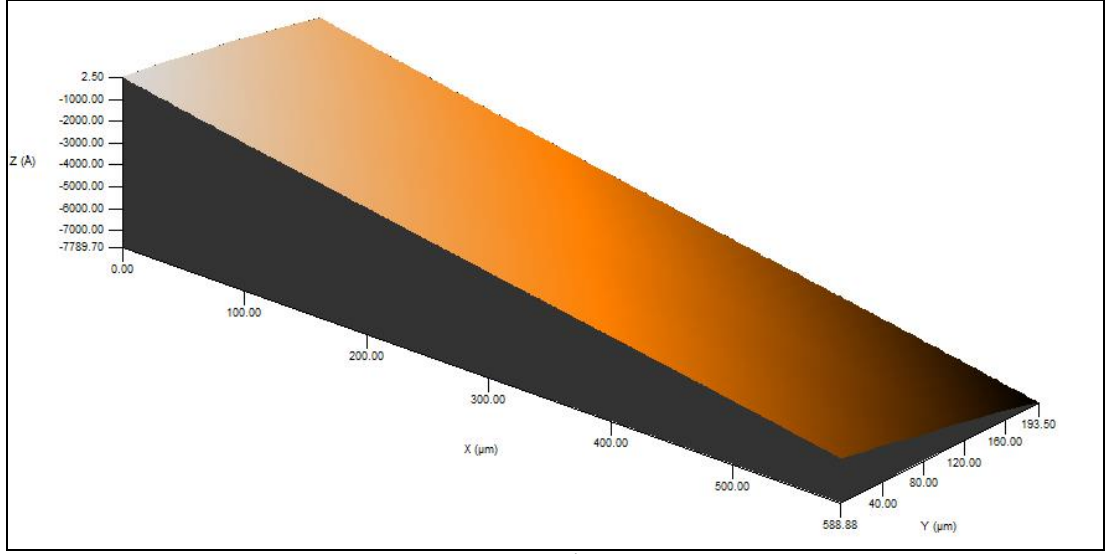


Şekil 4.1. Silika İnce Film (SIF) Çözeltisinin IR Spektrumu

SIF ince film çözeltisinin IR spektrumunda yaklaşık 3400 cm^{-1} de görülen yayvan pik çözeltide bulunan su moleküllerinden kaynaklanmaktadır. 2977 cm^{-1} de görülen keskin pik etoksi grubundaki $-\text{CH}_2$ titreşimine aittir. 1382 cm^{-1} de gözlenen zayıf pik $-\text{CH}$ titreşimine aittir. $1089,1$ ve $1049,33\text{ cm}^{-1}$ de gözlenen çifte pikler çözeltideki Si-O-Si bağlarından kaynaklanmaktadır. 972 cm^{-1} de gözlenen keskin olmayan yayvan pik çözeltideki Si-OH bağlarından kaynaklanmaktadır. $880,345\text{ cm}^{-1}$ de gözlenen keskin pik de Si-O-Si bağlarını göstermektedir. $669,42\text{ cm}^{-1}$ de Si-O-Si bağına ait keskin olmayan yayvan bir pik gözlenmektedir.

4.1.2. 25°C 'de Kurutulan Silika İnce film (SIF) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri

KLA Tencor P7 marka profilometre ölçümleri ile SIF kaplamanın ortalama kalınlığı 254 nm olarak ölçülmüştür. Film kalınlığının yüksek çıkmasının nedeni daldırma hızına bağlıdır. Homojen daldırma-çıkarma hızının olmaması kaplamaların kalınlığına ve yüzey pürüzlülüğüne etki etmektedir. Film yüzeyinde dalgalanmalar meydana gelmektedir. Cam numunelerin yarısı silika ince filmle kaplanmış yarısı kaplanmamıştır. Yüzey pürüzlülüğü yüzeyi kaplanan bölgeden kaplanmayan bölgeye doğru 2 mg yük uygulanarak $100\mu\text{m/s}$ hız ile yapılmış ve 152 nm olarak ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülük ölçümlerinin 3 boyutlu görüntüsü Şekil 4.2'de verilmiştir.

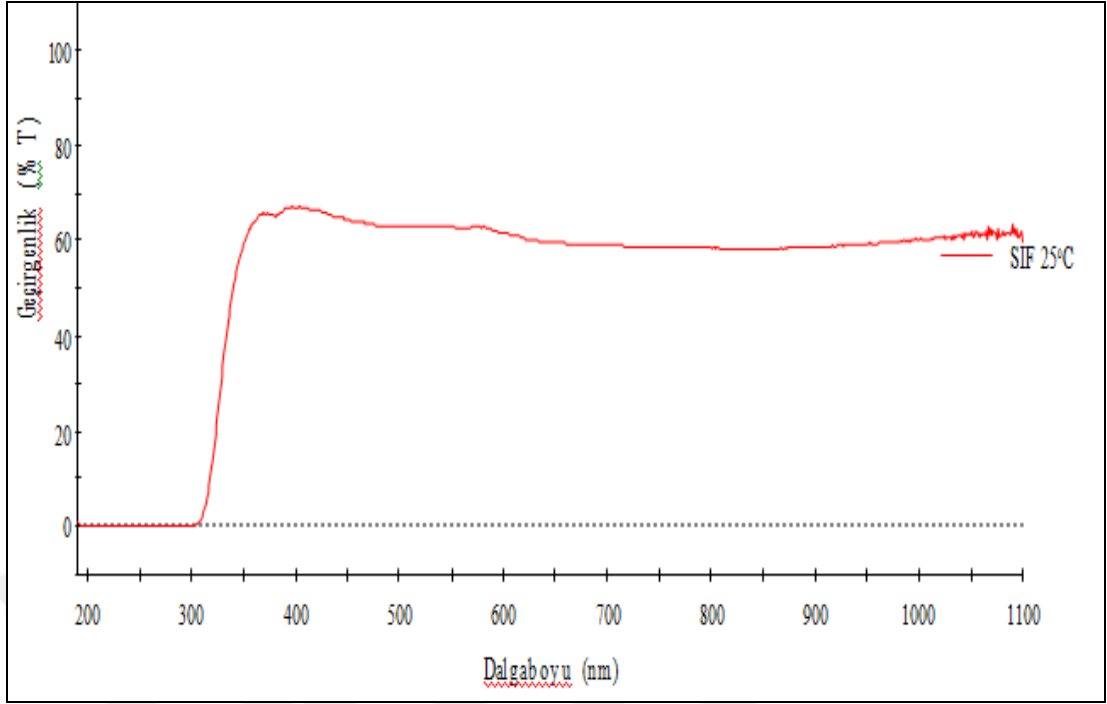


Şekil 4.2 25°C’de Kurutulan Silika İnce Filmin (SIF) 3D Görüntüsü

4.1.3. 25°C’de Kurutulan Silika İnce Film (SIF) Kaplamanın UV-GB Spektrofotometrik Ölçümü

İnce filmlerin optik özelliklerini belirlemek üzere Thermo Scientific Evolution Array UV-Visible Spektrofotometre kullanılmıştır. Ölçümler, 200-1100 nm dalga boyu aralığında cam üzerine yapılan kaplamalarda gerçekleştirilmiştir.

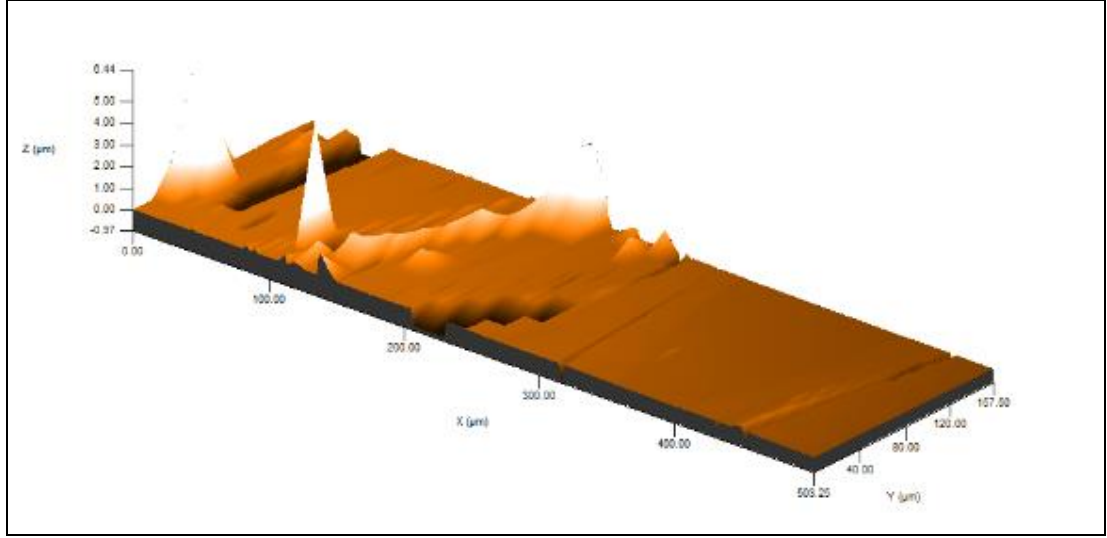
Oda sıcaklığında kurutulan silika ince film kaplamaların UV ışık geçirgenliğini ölçmek için alınan spektrum Şekil 4.3’de verilmiştir. Spektrumdan anlaşıldığı üzere bu kaplamanın 200-350 nm arası ışık geçirgenliği minimum, ışık absorpsiyonu maksimumdur. Bu dalga boyu aralığı ultraviyole bölgeye tekabül etmektedir. Bu durumda SIF kaplamanın UV ışın geçirgenliği hemen hemen hiç yoktur denebilir. 350 nm’den sonra ışık geçirgenliğinde hızlı bir yükseliş görülmektedir. Görünür bölgedeki ışın geçirgenliği % 60’ın üzerindedir.



Şekil 4.3. 25°'de Kurutulan Silika ince Film (SIF) Kaplamanın UV-GB Spektrumu

4.1.4. 100°C'de Kurutulan Silika İnce Film (SIF) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümü

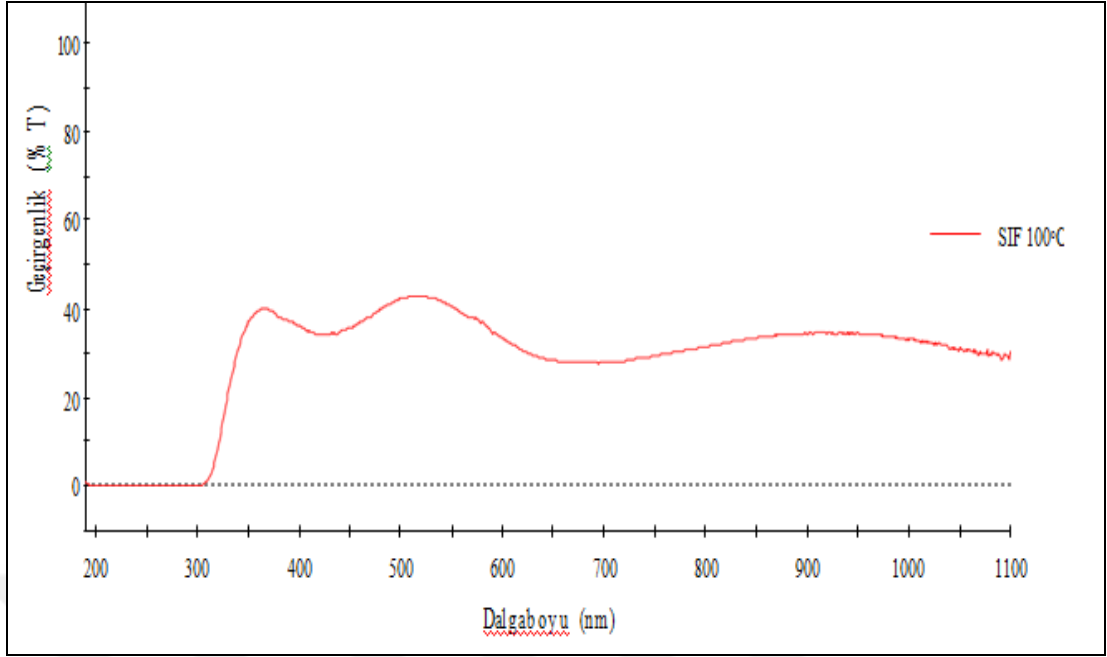
100°C'de kurutulan SIF kaplamanın ortalama kalınlığı profilometre ile 0,174 μm olarak ölçülmüştür. Film kalınlığının yüksek çıkması yukarıda açıkladığımız gibi daldırma hızına bağlıdır. Ancak 25°C'de kurutulan filmin kalınlığından daha fazladır ve film yüzeyinde daha fazla dalgalanmalar meydana gelmiştir. Yüzey pürüzlülüğü yüzeyi kaplanan bölgeden kaplanmayan bölgeye doğru 2,0 mg yük uygulanarak 100 $\mu\text{m/s}$ hız ile yapılmış ve 930 nm olarak ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülük ölçümlerinin 3 boyutlu görüntüsü Şekil 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.4. 100°C’de Kurutulan Silika İnce Filmin (SIF) 3D Görüntüsü

4.1.5. 100°C’de Kurutulan Silika İnce Film (SIF) Kaplamanın UV-GB Spektrofotometrik Ölçümü

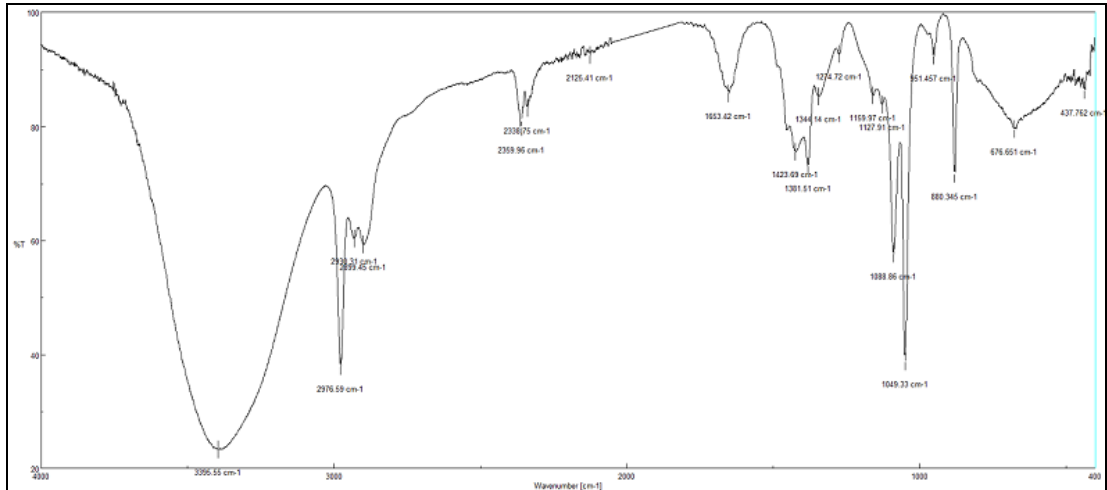
100°C’da kurutulan silika ince film kaplamaların UV ışık geçirgenliğini ölçmek için alınan spektrum Şekil 4.5’de verilmiştir. Spektrumdan anlaşıldığı üzere bu kaplamanın 200-350 nm arası ışık geçirgenliği minimum, ışık absorpsiyonu maksimumdur. Bu dalga boyu aralığı ultraviyole bölgeye tekabül etmektedir. 350 nm’den sonra ışık geçirgenliğinde hızlı bir yükseliş görülmektedir. Görünür bölgedeki ışın geçirgenliğinde dalgalanmalar görülmektedir. 350 nm’de ışık geçirgenliği % 40’dır. 350-400 nm dalga boyu aralığında yavaşça azalmaya başlayan ışık geçirgenliği, 450 nm’den sonra yükselerek 525 nm civarında yine en yüksek değere (% 40) ulaşmıştır. 650 nm’ye kadar azalarak devam eden geçirgenlik 1100 nm’ye kadar sabit bir şekilde devam etmiştir. Işık geçirgenliğindeki dalgalanmaların, 100°C’de ısıtılan kaplamanın yüzeyinde gözle görülür şekilde renk tayfının olması ve yer yer kaplamanın yüzey özelliklerinde bazı değişikliklerin olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca kaplamalarda siloksan ağı aglomerasyon yaptığı için maksimum ışık geçirgenliği % 40 civarında kalmıştır [6].



Şekil 4.5. 100°'de Kurutulan Silika İnce Film (SIF) Kaplamanın UV-GB Spekturumu

4.1.6. Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Çözeltisinin IR Spekturumu

Tetraetoksi silan (TEOS) asit katalizörlüğünde sol-jel yöntemiyle hidroliz edildikten sonra çözeltiye $B(O^iPr)_3$ eklenerek hazırlanan bor katkılı silika ince film (SBIF) çözeltisinin IR spekturumu Şekil 4.6.'de verilmiştir.

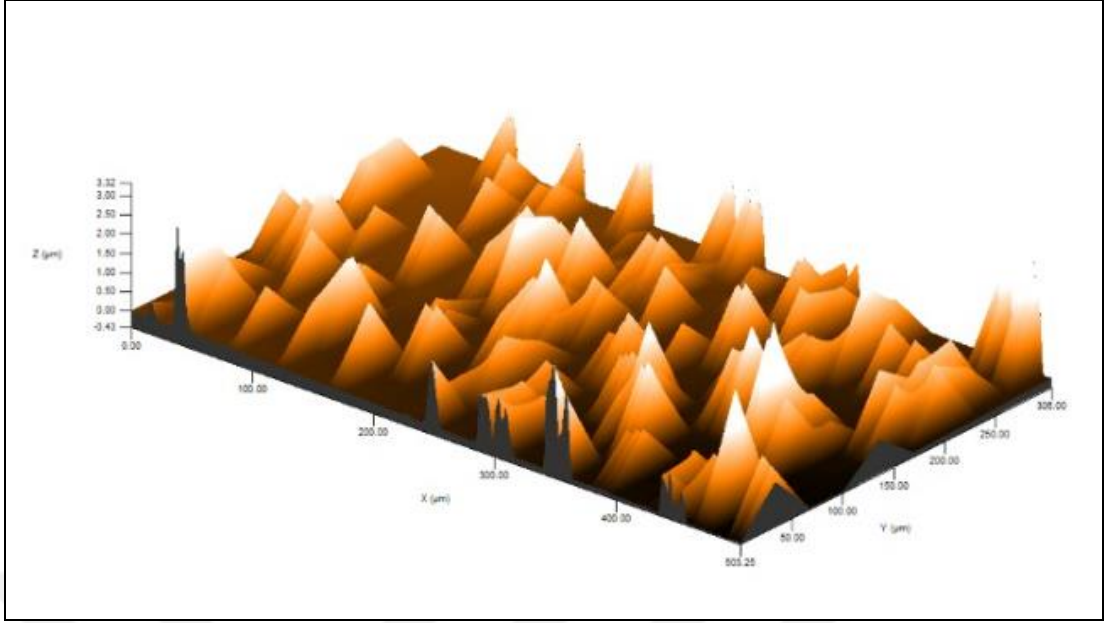


Şekil 4.6. Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Çözeltisinin IR Spekturumu

SBIF ince film çözeltisinin IR spektrumunda yaklaşık 3400 cm^{-1} de görülen yayvan pik çözeltide bulunan su moleküllerinden kaynaklanmaktadır. 2976 cm^{-1} de görülen keskin pik etoksi grubundaki $-\text{CH}_2$ titreşimine aittir. 1381 cm^{-1} de gözlenen zayıf pik $-\text{CH}$ titreşimine aittir. $1088,86\text{ cm}^{-1}$ ve $1049,33\text{ cm}^{-1}$ de gözlenen çifte pikler ve $880,35\text{ cm}^{-1}$ de gözlenen keskin pik çözeltideki Si-O-Si bağlarından kaynaklanmaktadır. Bor katkısız silika film (SIF) çözeltisinde 972 cm^{-1} de gözlenen keskin olmayan yayvan pik çözeltideki Si-OH bağlarından kaynaklanmakta iken, bor katkılı silika ince film çözeltisinin IR spektrumunda bu pik neredeyse kaybolmuş, $951,46\text{ cm}^{-1}$ de B-O-Si bağlarına ait yeni bir pik gözlenmiştir. $676,651\text{ cm}^{-1}$ de gözlenen pikin keskinleşmesi de Si-O-B bağına işaret etmektedir. IR spektrumunda gözlenen yeni pikler, kaybolan ve keskinleşen pikler Bor'un siloksan ağına B-O-Si köprüleriyle kısmi olarak girdiğini göstermektedir [24].

4.1.7. 25°C'de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri

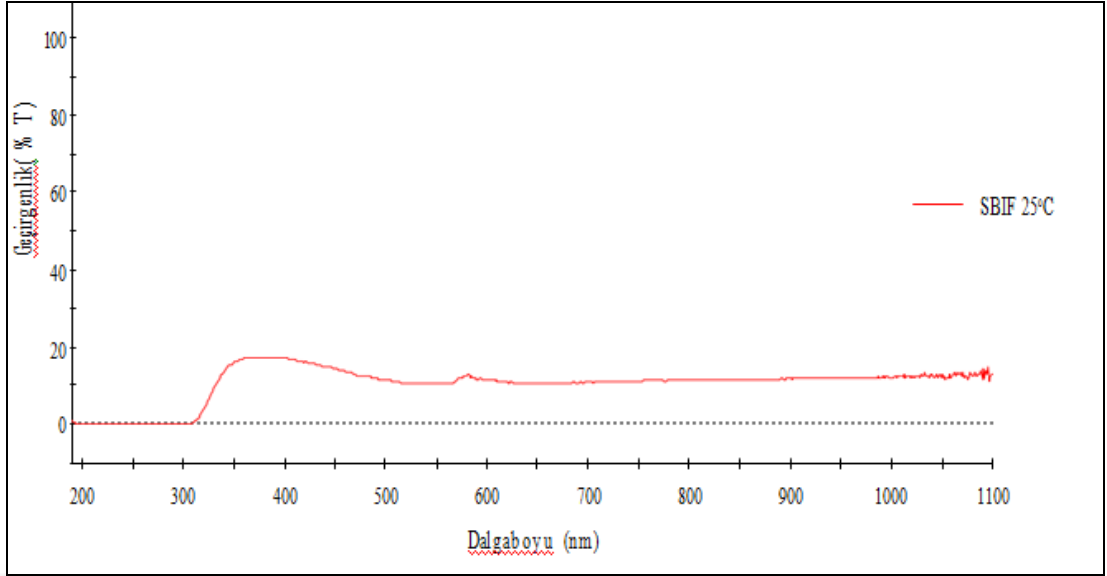
Profilometre ölçümleri ile SBIF kaplamanın ortalama kalınlığı 563 nm olarak ölçülmüştür. Film kalınlığının yüksek çıkmasının nedeni daldırma hızına bağlıdır. Homojen daldırma-çıkarma hızının olmaması kaplamaların kalınlığına ve yüzey pürüzlülüğüne etki etmektedir. Film yüzeyinde dalgalanmalar meydana gelmektedir. Cam numunelerin yarısı bor katkılı silika ince filmle kaplanmış yarısı kaplanmamıştır. Yüzey pürüzlülüğü yüzeyi kaplanan bölgeden kaplanmayan bölgeye doğru $2,0\text{ mg}$ yük uygulanarak $100\text{ }\mu\text{m/s}$ hız ile yapılmış ve 211 nm olarak ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülük ölçümlerinin 3 boyutlu görüntüsü Şekil 4.7'de verilmiştir.



Şekil 4.7. 25°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Filmin (SBIF) 3D Görüntüsü

4.1.8. 25°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın UV-GB Spektrofotometrik Ölçümü

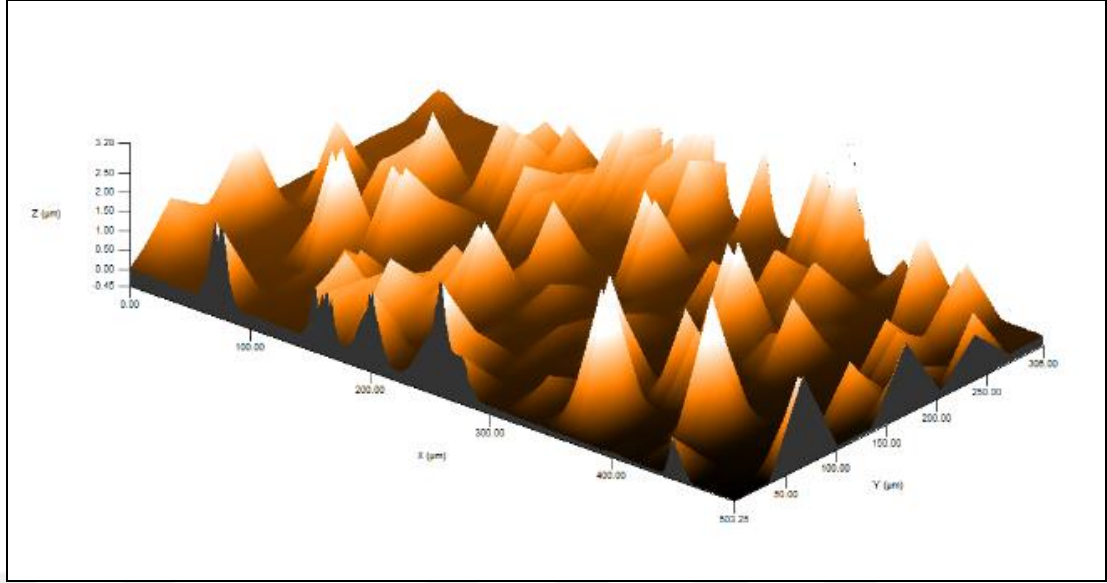
Oda sıcaklığında kurutulan bor katkılı silika ince film kaplamanın UV ışık geçirgenliğini ölçmek için alınan spektrum Şekil 4.8’de verilmiştir. Spektrumdan anlaşıldığı üzere bu kaplamanın 200-300 nm arası ışık geçirgenliği minimum, ışık absorpsiyonu maksimumdur. Bu dalga boyu aralığı ultraviyole bölgeye tekabül etmektedir. Bu durumda 25°C’de kurutulan SBIF kaplamanın 200-300 nm dalga boyu aralığında UV ışın geçirgenliği yoktur denebilir. 300 nm’den sonra ışık geçirgenliğinde hızlı bir yükseliş görülmektedir. Görünür bölgedeki ışık geçirgenliği % 20 civarındadır. Bor katkısı ile silika ince film kaplamaların görünür bölgedeki ışık geçirgenliği azalmıştır.



Şekil 4.8. 25°'de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın IV-GB Spekturumu

4.1.9. 100°C'de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri

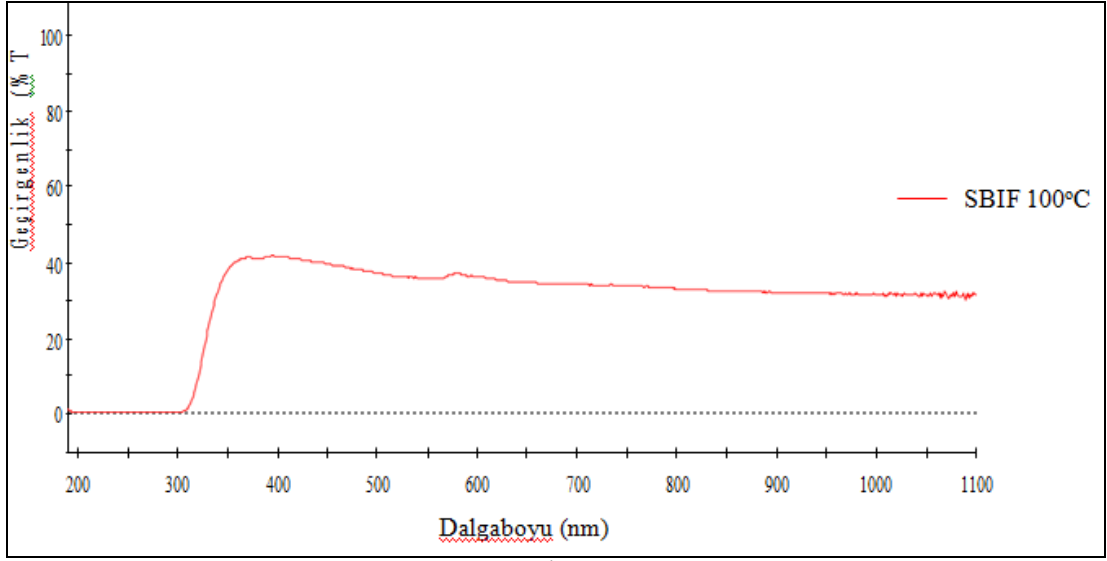
Profilometre ölçümleri ile SBIF kaplamanın ortalama kalınlığı 1,02 μm olarak ölçülmüştür. Homojen daldırma-çıkarma hızının olmaması kaplamaların kalınlığına ve yüzey pürüzlülüğüne etki etmektedir. Film yüzeyinde dalgalanmalar meydana gelmektedir. Bu nedenle ince film kaplama kalınlıkları nm skalasından yüksek çıkabilir. Yüzey pürüzlülük ölçümleri için cam numunelerin yarısı bor katkılı silika ince filmle (SBIF) kaplanmış diğer yarısı kaplanmamıştır. Yüzey pürüzlülüğü testi yüzeyi kaplanan bölgeden kaplanmayan bölgeye doğru 2,0 mg yük uygulanarak 100 $\mu\text{m/s}$ hız ile yapılmış ve 1,35 μm olarak ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülük ölçümlerinin 3 boyutlu görüntüsü Şekil 4.9'de verilmiştir.



Şekil 4.9. 100°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Filmin (SBIF) 3D Görüntüsü

4.1.10. 100°C’de Kurutulan Bor Katkılı Silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın UV-GB Spektrofotometrik Ölçümü

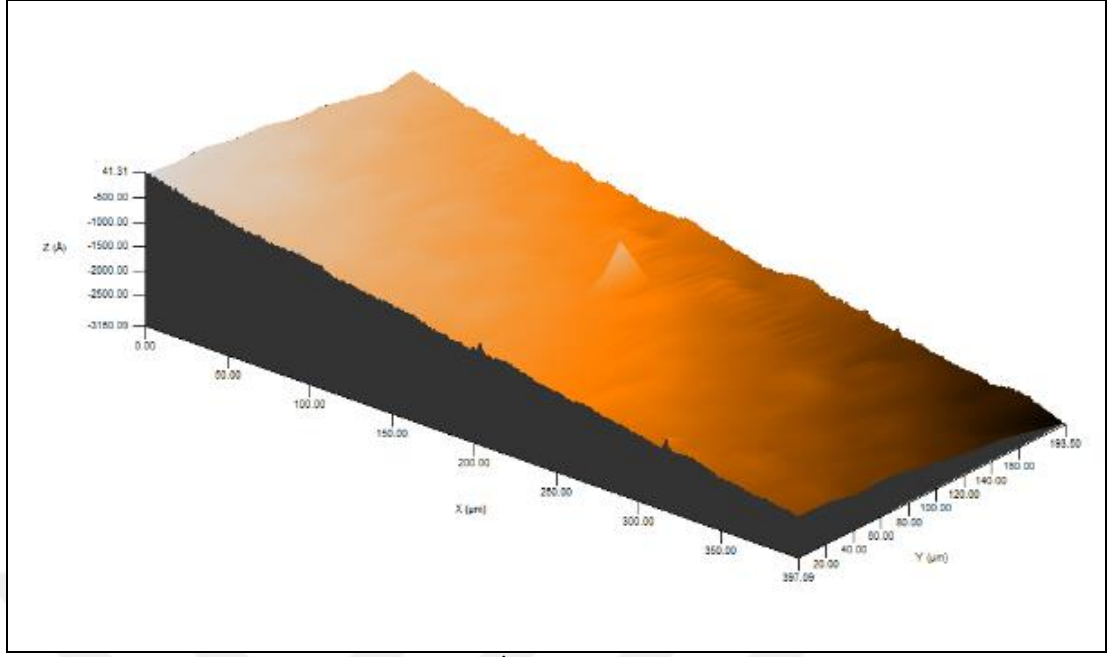
100°C’de kurutulan bor katkılı silika ince film kaplamanın UV ışık geçirgenliğini ölçmek için alınan spektrum Şekil 4.10’da verilmiştir. Spektrumdan anlaşıldığı üzere bu kaplamanın 200-300 nm arası ışık geçirgenliği minimum, ışık absorpsiyonu maksimumdur. Bu dalga boyu aralığı ultraviyole bölgeye tekabül etmektedir. SBIF kaplamanın UV ışın geçirgenliği hemen hemen hiç yoktur denebilir. 300 nm’den sonra ışık geçirgenliğinde hızlı bir yükseliş görülmektedir. 300-400 nm dalga boyu aralığında ışık geçirgenliği maksimum % 40 civarındadır. Görünür bölgedeki ışık geçirgenliği yavaşça azalsa da % 38 civarında seyretmektedir.



Şekil 4.10. 100°C’de Kurutulan Bor Katkılı silika İnce Film (SBIF) Kaplamanın UV-GB Spekturumu

4.1.11. Çinko oksit İnce Film (ZnO) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri

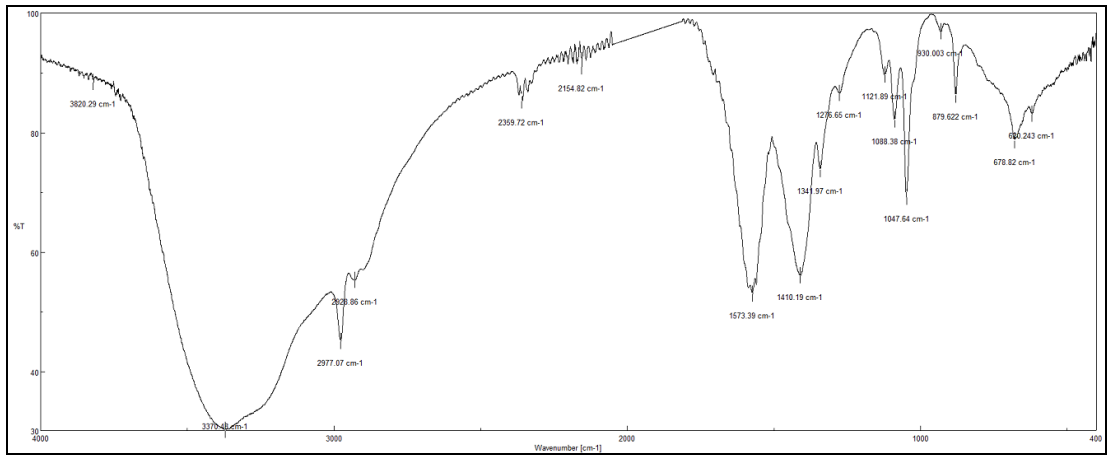
Profilometre ölçümleri ile ZnO kaplamanın ortalama kalınlığı 614 nm olarak ölçülmüştür. Film kalınlığının yüksek çıkmasının nedeni daldırma hızına bağlıdır. Homojen daldırma-çıkarma hızının olmaması kaplamaların kalınlığına ve yüzey pürüzlülüğüne etki etmektedir. Film yüzeyinde dalgalanmalar meydana gelmektedir. Cam numunelerin yarısı bor katkılı silika ince filmle kaplanmış yarısı kaplanmamıştır. Yüzey pürüzlülüğü yüzeyi kaplanan bölgeden kaplanmayan bölgeye doğru 2,0 mg yük uygulanarak 100 $\mu\text{m/s}$ hız ile yapılmış ve 60,9 nm olarak ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülük ölçümlerinin 3 boyutlu görüntüsü Şekil 4.11’de verilmiştir.



Şekil 4.11.Çinko oksit İnce Filmin (ZnO) 3D Görüntüsü

4.1.12. Bor Katkılı Çinko oksit İnce Filmlerin (ZnB) IR Spektrumu

Sol-jel yöntemiyle elde edilen çinko oksit ince film (ZnO) çözeltisine H_3BO_3 eklenerek hazırlanan bor katkılı çinko oksit ince film (ZnB) çözeltisinin IR spektrumu Şekil 4.12.'de verilmiştir.

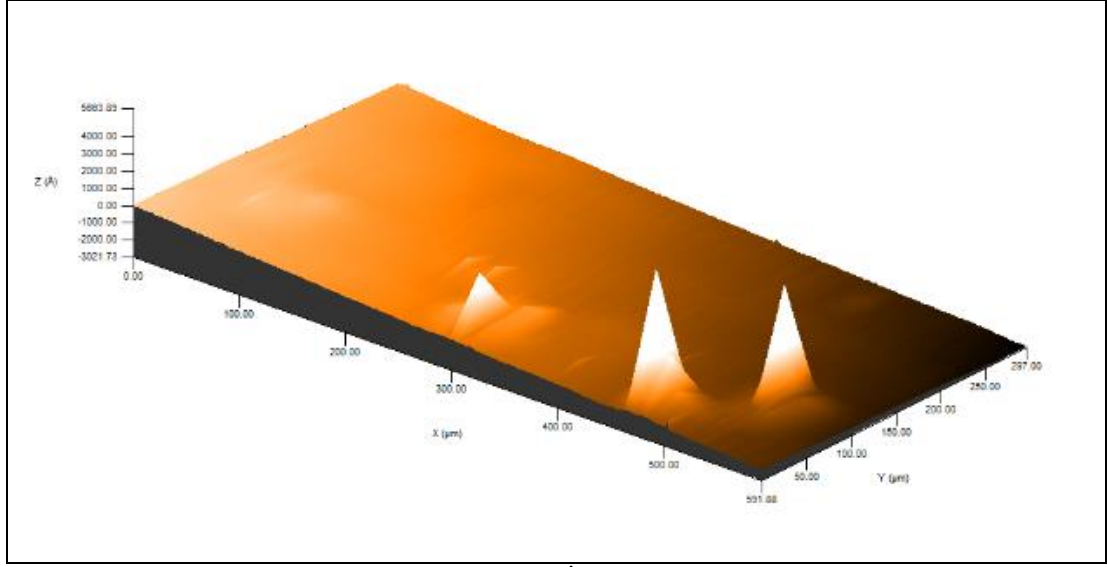


Şekil 4.12. Bor Katkılı Çinko oksit (ZnB) Çözeltisinin IR Spektrumu

ZnB ince film çözeltisinin IR spektrumunda yaklaşık 3370 cm^{-1} de görülen yayvan pikin çözeltide bulunan su moleküllerinden kaynaklandığı. 2977 cm^{-1} de görülen keskin pik başlangıç maddesi olarak kullanılan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 'ın asetat grubundaki $-\text{CH}_2$ titreşimine aittir. 1573 cm^{-1} 'de gözlenen keskin pik karboksil (COO^-) grubuna, 1341 cm^{-1} 'de gözlenen zayıf pik $-\text{CH}$ titreşimine aittir. $1047,64\text{ cm}^{-1}$ ' de gözlenen pik çözeltideki Zn-O-Zn bağlarından kaynaklanmaktadır. $678,82\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen pik çözeltide Zn-O-B bağlarına işaret etmektedir. IR spektrumunda $468,617\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen pik Zn-O gerilme titreşimine aittir ve $457,53\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen pik Bor'un ZnO ağına B-O-Zn köprüleriyle kısmi olarak girdiğini göstermektedir [11].

4.1.13. Bor Katkılı Çinko oksit İnce Film (ZnB) Kaplamanın Kalınlık ve Pürüzlülük Ölçümleri

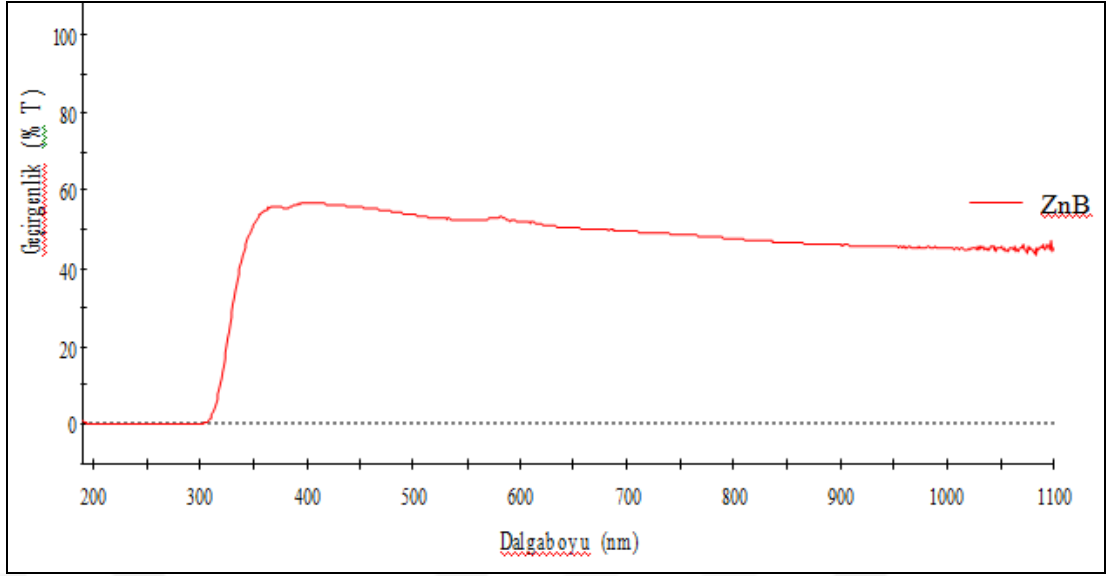
Profilometre ölçümleri ile bor katkılı çinko oksit ZnB kaplamanın ortalama kalınlığı 115 nm olarak ölçülmüştür. Film kalınlığının yüksek çıkmasının nedeni daldırma hızına bağlıdır. Homojen daldırma-çıkarma hızının olmaması kaplamaların kalınlığına ve yüzey pürüzlülüğüne etki etmektedir. Film yüzeyinde dalgalanmalar meydana gelmektedir. Cam numunelerin yarısı bor katkılı silika ince filmle kaplanmış yarısı kaplanmamıştır. Yüzey pürüzlülüğü yüzeyi kaplanan bölgeden kaplanmayan bölgeye doğru 2 mg yük uygulanarak $100\mu\text{m/s}$ hız ile yapılmış ve $61,8\text{ nm}$ olarak ölçülmüştür. Yüzey pürüzlülük ölçümlerinin 3 boyutlu görüntüsü Şekil 4.13'de verilmiştir.



Şekil 4.13. Bor Katkılı Çinko oksit İnce Filmin (ZnB) 3D Görüntüsü

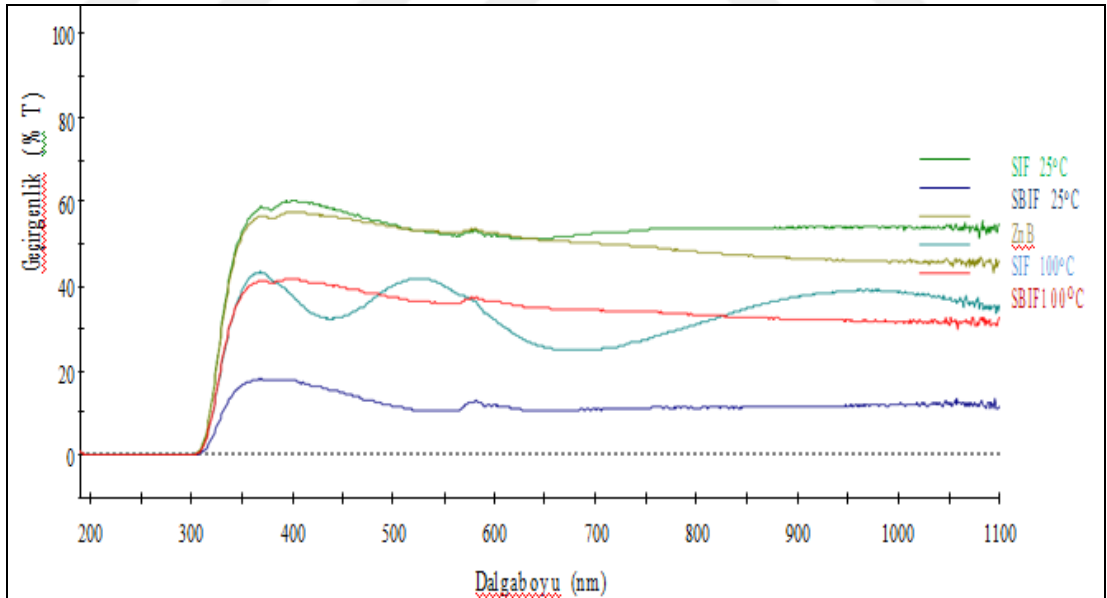
4.1.14. Bor Katkılı Çinko oksit İnce Filmlerin (ZnB) UV-GB Spektrofotometrik Ölçümü

Oda sıcaklığında kurutulan bor katkılı çinko oksit ince film kaplamanın UV ışık geçirgenliğini ölçmek için alınan spektrum Şekil 4.14’de verilmiştir. Spektrumdan anlaşıldığı üzere bu kaplamanın 200-300 nm arası ışık geçirgenliği minimum, ışık absorpsiyonu maksimumdur. Bu dalga boyu aralığı ultraviyole bölgeye tekabül etmektedir. Bu durumda oda sıcaklığında kurutulan ZnB kaplamanın 200-300 nm dalga boyu aralığında UV ışın geçirgenliği yoktur. 300 nm’den sonra ışık geçirgenliğinde hızlı bir yükseliş görülmekte ve 350 nm’de ışık geçirgenliği % 60’a çıkmaktadır. 500 nm dalga boyundan sonra ışık geçirgenliği % 50 civarında seyretmektedir.



Şekil 4.14. Bor Katkılı Çinko oksit İnce Film (ZnB) Kaplamanın UV-GB Spektrumu

Bu çalışmada sentezlenen tüm ince film kaplamaların UV ışık geçirgenliğini ölçmek için alınan spektrum Şekil 4.15’de verilmiştir.



Şekil 4.15. Tüm İnce Film Kaplamaların UV-GB Spektrumu

UV-GB Spektrumuna göre görünür bölgede en fazla ışık geçirgenliği gösteren kaplama SIF (25°C) ince film kaplamasıdır. ZnB (25°C) kaplamanın görünür bölgedeki ışık geçirgenliği de oldukça iyidir. Kaplamaların tümü 300 nm’ye kadar

ıřık geirgenlięi gstermemektedir. SBIF'nin 100°C'de kurutulmuř kaplamasının grnr blgedeki ıřık geirgenlięi ise olduka dřktr.



BÖLÜM 5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışmada, sol-jel yöntemiyle hazırlanan silika ince film (SIF), bor katkılı silika ince film (SBIF), çinko oksit (ZnO) ince film ve bor katkılı çinko oksit (ZnB) ince filmler hazırlanmış ve düz cam yüzeylerine daldırma yöntemiyle (dip coating) kaplanmıştır. SIF ve SBIF ince film çözeltilerinin ait IR spektrumları alınmış ve bor katkısı bu spektrumlarda irdelenmiştir.

SIF çözeltisinin IR spektrumunda Si-O bağları, Si-O-Si ağ örgüsü bağları ve etoksi grubuna ait-CH, -CH₂ pikleri gözlenmiştir. SBIF çözeltisinin IR spektrumunda Si-O bağları, Si-O-Si ağ örgüsü bağları ve etoksi grubuna ait-CH, -CH₂ piklerinin yanı sıra Si-O-B ağ örgü bağlarının pikleri de gözlenmiştir. Bor'un siloksan ağına girdiği anlaşılmıştır.

Elde edilen silika ince film çözeltisi cam yüzeye uygulandıktan sonra ayrı ayrı 25°C'de ve diğeri 100°C'de kurutulmuşlardır. Bu ince filmlerin kalınlık ve yüzey pürüzlülüğü ölçümleri, optik özelliğini belirlemek üzere UV-GB spektrofotometrik ölçümleri yapılmıştır.

Bor katkısız silika ince filmlerin (SIF) cam yüzeyindeki kalınlıkları sırasıyla 254 nm (25°C) ve 0,174 µm (100°C) bulunmuştur. Bor katkılı silika ince filmlerin (SBIF) cam yüzeyindeki kalınlıkları sırasıyla 563 nm (25°C) ve 1,02 µm (100°C) bulunmuştur. Bor katkısı ile film kalınlıkları artmıştır. Bunun nedeni siloksan ağ yapısının boşluklarına B atomunun girmesi ve az da olsa kümelenmeye (aglomerasyon) neden olmasından kaynaklanmaktadır.

Bor katkısız silika ince filmlerin (SIF) yüzey pürüzlülüğü sırasıyla 152 nm (25°C) ve 930 nm (100°C) bulunmuştur. Bu sonuçlar film kalınlıkları ölçümleri ile de uyumludur. 100°C'de kurutulan SIF'in hem kalınlığı hem de yüzey pürüzlülüğü

artmıştır. Bor katkılı silika ince filmlerin (SBIF) yüzey pürüzlülüğü sırasıyla 211 nm (25°C) ve 1,35 µm (100°C) bulunmuştur. Bu değerler yüzey kalınlığı ölçümleri ile uyumludur.

Cam yüzeylere kaplanan SIF ve SBIF ince filmlerin optik özelliğini belirlemek üzere UV-GB spektrofotometrik ölçümleri yapılmıştır. 25°C ve 100°C’de kurutulan SIF ince filmlerin 200-300 nm arasında ışık geçirgenliği yoktur. Ancak 350 nm’den sonra ışık geçirgenlikleri artmakta sırasıyla % 60 ve % 40’a ulaşmaktadır. Sıcaklığın etkisiyle film kaplamalarında bağlar arası yaklaşma olmakta ve ışık geçirgenliği azalmaktadır.

25°C ve 100°C’de kurutulan SBIF ince filmlerin 200-300 nm arasında ışık geçirgenliği yoktur. Ancak 300 nm’den sonra ışık geçirgenlikleri artmakta sırasıyla % 20 ve % 40’a ulaşmaktadır. Silika ince filmlere B katkılanırılması görünür bölge ışık geçirgenliğinin artmasına neden olmuştur.

Çinko oksit ince film çözeltisinin IR spektrumu alınamamış, bor katkılı çinko oksit (ZnB) ince film çözeltisinin IR spektrumu alınmıştır. Bor katkısının etkisi literatür verileriyle karşılaştırılarak irdelenmiştir. ZnO ince film ve ZnB ince film kaplamaların yüzey kalınlık ve yüzey pürüzlülük ölçümleri, UV-GB spektrofotometrik ölçümleri yapılmış ve karşılaştırılmıştır.

Bor katkılı çinko oksit (ZnB) ince film çözeltisinin IR spektrumunda yapıya B’un çinko oksit yapısına Zn-O-B ağ örgüsü şeklinde katıldığı görülmüştür.

Oda sıcaklığında (25°C) kurutulan katkısız çinko oksit (ZnO) ince filmin kalınlığı 614 nm ve bor katkılı çinko oksit (ZnB) ince filmlerin kalınlığı 115 nm olarak ölçülmüştür. Borun yapıya girmesi ile film kalınlığı azalmıştır. Bunun nedeni Zn(30) gibi büyük bir atomun ağ örgüsüne B(5) gibi küçük bir atomun yerleşmesi ve örgü boşluklarının artması şeklinde yorumlanabilir.

25°C’de kurutulan katkısız çinko oksit ince filmlerin (ZnO) yüzey pürüzlülüğü 60,9 nm ve bor katkılı çinko oksit ince filmlerin (ZnB) yüzey pürüzlülüğü 61,8 nm olarak bulunmuştur. Bor katkılı ve katkısız çinko oksit ince filmlerin yüzey pürüzlülükleri neredeyse aynıdır. Bor’un ZnO yapısına girmesi pürüzlülüğü artırmamıştır.

Katkısız çinko oksit ince filmlerin (ZnO) UV-GB spektrofotometrik ölçümleri alınamamıştı. Bor katkılı çinko oksit ince filmlerin (ZnB) UV-GB spektrumunda 200-300 nm arası ışık geçirgenliği yoktur. 350 nm’den sonra ışık geçirgenliği % 60’a yükselmiştir.

Sonuç olarak bu çalışmada, laboratuvar ortamında sol-jel yöntemiyle hazırlanan ve düz cam yüzeylere kaplanan silika ve çinko oksit ince filmlerin bazı yüzey özellikleri ve optik geçirgenlikleri ortaya konmuştur. Bor katkılandırmasının her iki ince filmin yüzey ve optik özelliklerine etkileri de irdelenmiştir. Daha ileri çalışmalarda bu ince filmlerin hidrofobik, antibuhar, iletkenlik ve diğer özellikleri de incelenebilir.

KAYNAKLAR

- [1] Uyar, T., Aksoy, S., İnan, R., Genel Kimya, 2.Cilt, 10. Baskı, Palme Yayıncılık, 2012.
- [2] Biçer, A., Yalçın, H., İnorganik Kimyasal Teknoloji, Yayın No: 4, İlke Yayınevi, 350, 2007.
- [3] Schmidt, H., “Chemistry of Material Preparation by the Sol-Jel Process” Journal of Non-Crystalline Solids, 100, 51-64, 1988.
- [4] Pierre, A.C., “Introduction to Sol-Gel Processing”, Kluwer Academic Publishers, Boston, Dordrecht, London, 1998.
- [5] Livage, J., Sanchez C., “Sol-Jel Chemistry”, Journal of Non-Crystalline Solids, 145, 11-19, 1992.
- [6] Gençer, A., “Anorganik Nanopartiküller İçeren Ultraviyole Koruyucu Sert Kaplamalar”, Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksekisans Tezi, 2014.
- [7] Klein, L.C., Garvey, G.J., “In Ultrastructure Processing of Ceramics”, Glasses and Composites, 88 , 1984.
- [8] Niederberger, M., Pinna, N., “Metal alkoxide nanoparticles in Organic Solvents: Synthesis, Formation”, Assembly and Application XII, Springer., 2009.
- [9] Ogawa, T., Murata, N., Yamazaki, S., “Devolepment of anti-fogging mirror coated with SiO₂-ZrO₂-colloidal SiO₂ film by sol-gel process”, Journal of Sol-Gel Science and Technology, 27, 237-238, 2003.

- [10] Sorar, İ., “Katkılı ve Katkısız Çinko Oksit (ZnO) İnce Filmlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu”, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 2008.
- [11] Jana, S., Vuk, A.S., Mallick, A., Orel, B., Biswas, P.K., “Effect of boron doping on optical properties of sol–gel based nanostructured zinc oxide films on glass”, *Materials Research Bulletin* 46, 2392–2397, 2011.
- [12] Kumar, V., Singh, R.G., Singh, N., Kapoor, A., Mehra, R.M., Purohit, L.P., “Synthesis and characterization of aluminum–boron co-doped ZnO nanostructures” *Materials Research Bulletin* 48, 362–366, 2013.
- [13] Çağlar, M., İlcan, S., Çağlar, Y., Yakuphanoglu, F., “Boron doped nanostructure ZnO films onto ITO substrat”, *Journal of Alloys and Compounds* 509, 3177–3182, 2011.
- [14] Kumar, V., Singh, R.G., Singh, F., Purohit, L.P., “Highly transparent and conducting boron doped zinc oxide films for window of Dye Sensitized Solar Cell applications”, *Journal of Alloys and Compounds*, 544, 120–124, 2012.
- [15] Wang, N., Fang, J., Zhang, X., Wang, G., Wang, L., Liu, C., Zhao, H., Chen, Z., Chen, X., Sun, J., Zhao, Y., “Combined SiO₂ antireflective coatings with MOCVD-ZnO:B to improve light absorption in thin-film solarcells”, *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 130, 420–425, 2014.
- [16] Chen, J., Zhang, L., Zeng, Z., Wang, G., Liu, G., Zhao, W., Renc, T., Key, Q. X., “Facile fabrication of antifogging, antireflective, and self-cleaning transparent silica thin coatings”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects*, 509, 149–157, 2016.
- [17] Bin, W., Chaoqian, L., Weidong, F., Hualin, W., Shimin, L., Nan, W. ve Weiping, C., “Effect of Doped Boron on the Properties of ZnO Thin Films Prepared by Sol-gel Spin Coating”, *Chemical Research in Chinese Universities*, 30(3), 509-512, 2014.

- [18] Yilmaz, M., Turgut, G., “Titanium doping effect on the characteristic properties of sol-gel deposited ZnO thin films”, *Kovove Mater.* 53, 333–339, 2015.
- [19] Yea, L., Zhang, Y., Song, C., Li, Y., Jiang, B., “Simple sol-gel method to prepare superhydrophilic silica coatings”, *Materials Letters*, 188, 316–318, 2017.
- [20] Ahmad, A.A., Alsaad, A.M., Al-Bataineh, Q.M., Al-Naafa, M.A., “Optical and structural investigations of dip-synthesized boron-doped ZnO-seeded platforms for ZnO nanostructures”, *Applied Physics A*, 124:458, 2018.
- [21] Tahar, R.B.H., Tahar, N.B.H., “Boron-doped zinc oxide thin films prepared by sol-gel technique”, *Journal of Materials Science*, 40, 5285–5289, 2005.
- [22] Turgut, G., Keskenler, E.F., Mater, J., “Single and multiple doping effects of silicon–boron and fluorine on ZnO thin films deposited with sol–gel spin coating technique”, *Sci: Mater Electron*, 25, 273–285, 2014.
- [23] Biçer, E.D., “Sol-Jel Yöntemi ile Hazırlanan TiO_2 – SiO_2 NanoKompozit İnce Filmlerin Fiziksel ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi”, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2015.
- [24] Wang, Q., Fu, L., Hu, X., Zhang, Z., Xie, Z., “Preparation and Properties of Borosiloxane Gels”, *Journal of Applied Polymer and Science*, 99, 719-725, 2006.

ÖZGEÇMİŞ

1986 yılında Giresun’da doğdu. İlköğretimini Giresun Cumhuriyet İlköğretim Okulu’nda, ortaöğretimini Giresun Mehmet Akif Ersoy Oratokulunda tamamladı. Lise öğrenimini 2004 yılında Giresun Hamdi Bozbağ Anadolu Lisesi’nde (HBAL) tamamladı. 2006 yılında başladığı Rize Üniversitesi (Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi) Kimya Bölümü’nden 2010 yılında mezun oldu. 2012 yılında Giresun Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek-Lisans öğrenimine başladı. 2016 yılında başladığı Giresun Üniversitesi Sağlık Hizmetleri Meslek Yüksekokulu Tıbbi Hizmetler ve Teknikler Bölümü Optisyenlik Programından 2018 yılında mezun oldu. Halen Giresun Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı’nda öğrenimine devam etmektedir.