



**ÇOK FONKSİYONLU DALDIRMALI KAPLAMA
CİHAZI TASARIMI VE MODİFİYE YÜZEYLERİN
HAZIRLANMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ahmet BOHUR

DANIŞMAN

Doç. Dr. Atilla EVCİN

NANOBİLİM VE NANOTEKNOLOJİ

ANABİLİM DALI

Haziran 2019

Bu tez çalışması 17.FEN BİL.02 numaralı proje ile AKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından desteklenmiştir.

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**ÇOK FONKSİYONLU DALDIRMALI KAPLAMA CİHAZI
TASARIMI VE MODİFİYE YÜZEYLERİN HAZIRLANMASI**

Ahmet BOHUR

DANIŞMAN
Doç. Dr. Atilla EVCİN

NANOBİLİM VE NANOTEKNOLOJİ ANABİLİM DALI

Haziran 2019

TEZ ONAY SAYFASI

Ahmet BOHUR tarafından hazırlanan “Çok Fonksiyonlu Daldırmalı Kaplama Cihazı Tasarımı ve Modifiye Yüzeylerin Hazırlanması” adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 10/06/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından **oy birliği** ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Nanobilim ve Nanoteknoloji Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Doç. Dr. Atilla EVCİN
AKÜ Mühendislik Fakültesi

Başkan : Doç. Dr. Atilla EVCİN
AKÜ Mühendislik Fakültesi

Üye : Doç. Dr. Nalan Çiçek Bezir
SDÜ Fen Edebiyat Fakültesi

Üye : Doç. Dr. İbrahim Güneş
AKÜ Teknoloji Fakültesi

İmza

Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun
...../...../..... tarih ve
..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. İbrahim EROL
Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI
Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

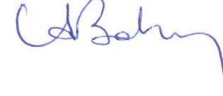
- Tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

10/06/2019

İmza

Ahmet BOHUR



ÖZET
Yüksek Lisans Tezi

**ÇOK FONKSİYONLU DALDIRMALI KAPLAMA CİHAZI TASARIMI VE
MODİFİYE YÜZEYLERİN HAZIRLANMASI**

Ahmet BOHUR
Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Nanobilim ve Nanoteknoloji Ana Bilim Dalı
Danışman: Doç. Dr. Atilla EVCİN

Bu çalışmada; sol-jel kaplama proseslerinden daldırma kaplama yöntemini uygulamaya yönelik olarak, yerli üretimi olmayan ve yüksek fiyatlı laboratuvar cihazlarından biri olan daldırma kaplama cihazı tasarımı, imalatı ve bu cihaz ile farklı katkılı modifiye yüzeylerin kaplaması yapılmıştır. Tasarlanan daldırma kaplama cihazı, daldırma süresi ayarlama, çoklu daldırma yapabilme ve farklı sıcaklık değerlerinde kurutma yapabilmesinin yanında, piyasadaki muadillerinden farklı olarak opsiyonel biçimde UV ışını filtresi kullanımı da sunmaktadır. Bu cihazla yapılan 4 farklı katkı maddesi kullanılarak hazırlanan çözeltilerle yapılan kaplamalara ait SEM görüntülemesi yapılmıştır. Yapılan çalışmalarla farklı katkılı modifiye yüzeylerin kaplanması ve bu kaplamaların yerli tasarım bir cihazla başarıyla yapılması sağlanmıştır.

2019, viii + 32 sayfa

Anahtar Kelimeler: Sol-jel yöntemi, Film kaplama, Daldırma kaplama yöntemi, Nanoteknoloji

ABSTRACT
M.Sc Thesis

**DESIGN OF A MULTIFUNCTIONAL DIP COATING DEVICE AND PREPARATION
OF MODIFIED SURFACES**

Ahmet BOHUR

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Nanoscience and Nanotechnology

Supervisor: Assoc. Prof. Atilla EVCİN

In this study, for the application of the dip coating method from sol-gel coating processes, the design and manufacture of the immersion coating device, which is one of the high-priced laboratory devices which are not domestic production, and the coating of the modified materials with different additives have been made. Designed dip coating device offers dipping time adjustment, multiple dipping, and drying at different temperature values, as well as the use of an optional UV light filter, unlike its counterparts in the market. Images of coatings made by this device with different additives are taken with SEM device. With the help of these studies, it has been ensured that different modified surfaces are coated and these coatings are successfully made by a domestic design device.

2019, viii + 32 pages

Keywords: Sol-gel method, Film coating, Dip coating method, Nanotechnology

TEŞEKKÜR

Bu arařtırmada, Mekatronik Mühendislięi ile Nanoteknoloji alanında interdisipliner bir alıřma yapabilme ve lkemizde retimi olmayan bir cihazın tasarlanıp retilmesi konusunda fikir veren ve alıřmamda desteklerini sunan tez danıřmanım Do Dr. Atilla EVCİN'e, arařtırma ve yazım ařamasında verdięi maddi ve manevi desteklerden tr eřim Betl Gken BOHUR'a ve babam Adil BOHUR'a teřekkr ediyorum.

Bu tez alıřması 17. FEN BİL. 02 numaralı proje ile AK Bilimsel Arařtırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiř olup desteklerinden dolayı AK Bilimsel Arařtırma Projeleri Komisyonu'na teřekkr ederim.

Ahmet BOHUR

AFYONKARAHİSAR, 2019

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	Sayfa
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	vii
RESİMLER DİZİNİ	viii
1. GİRİŞ.....	1
2. SOL-JEL KAPLAMA YÖNTEMLERİ	2
2.1 Döndürme Kaplama Yöntemi.....	5
2.2 Sprey Kaplama Yöntemi.....	6
2.3 Daldırma Kaplama Yöntemi	7
3. MATERYAL VE METOT	11
3.1 Daldırma Kaplama Cihaz Tasarımı	11
3.1.1 Daldırma Kaplama Cihaz Örnekleri	11
3.1.2 Proje Kapsamında Üretilen Daldırma Kaplama Cihazı ve Özellikleri	16
3.2 Sol-Jel Kaplama	19
3.2.1 Kullanılan Malzemeler ve Sınıflandırılması	20
3.2.1.1 Çinko asetat.....	20
3.2.1.2 Ti Alkoksit.....	20
3.2.1.3 TEOS	21
3.2.1.4 Al Alkoksit	21
3.2.2 Çözeltilerin Hazırlanması ve Cam Filmlerin Kaplanması	21
3.2.3.Kaplamalara Yapılan Analizler.....	23
4. BULGULAR	24
4.1 SEM Görüntüleme Sonuçları.....	24
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	28
6. KAYNAKLAR.....	29
ÖZGEÇMİŞ.....	32

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

U	Çıkarma Hızı
$(\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2)$	Çinko Asetat
CO_2	Karbondiyoksit
kg	Kilogram
m	Metre
μm	Mikrometre
mg	Milimetre
mm	Miligram
nm	Nanometre
O_2	Oksijen
$^{\circ}\text{C}$	Santigrat Derece
η	Sıvı Viskozitesi
ρ	Sıvı Yoğunluğu
$\text{SiC}_8\text{H}_{20}\text{O}_4$	Tetraetil Ortosilikat
Ti	Titanyum
$\text{Ti}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_4$	Titanyum Alkoksit
$(\text{Ti}_4(\text{OEt})_{16})$	Titanyum Etoksit
$(\text{Ti}(\text{OiPr})_4)$	Titanyum İzopropoksit
γ	Yüzey Gerilimi
ZrO_2	Zirkonyum Oksit

Kısaltmalar

GLYMO	3-Glisidiloksipropil trimetoksisilan
IR	İnfrared (Kızıl ötesi)
IPA	İzopropil alkol
TEOS	Tetraetil ortosilikat
UV	Ultraviyole

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1 Sol-jel oluşturma aşamaları.....	2
Şekil 2.2 Sol-jel oluşum türleri.....	3
Şekil 2.3 Sol-jel sentezi ve farklı yöntemlerle kaplama uygulamaları.....	4
Şekil 2.4 Döndürme kaplama	5
Şekil 2.5 Farklı sol içerikleriyle spreycaplama	6
Şekil 2.6 Daldırma kaplama kuvvetleri ilişkisi formülü	7
Şekil 2.7 Daldırma kaplama aşamaları.....	8
Şekil 3.1 Osila daldırma kaplama cihazı teknik özellikleri.....	12
Şekil 3.2 Holmarc daldırma kaplama cihazı teknik özellikleri	13
Şekil 5.1 Çinko asetat katkıli çözelti ile yapılan kaplamaya ait SEM görüntüsü.....	24
Şekil 5.2 Ti alkoksit katkıli çözelti ile yapılan kaplamaya ait SEM görüntüsü	25
Şekil 5.3 TEOS katkıli çözelti ile yapılan kaplamaya ait SEM görüntüsü.....	26
Şekil 5.4 Al alkoksit katkıli çözelti ile yapılan kaplamaya ait SEM görüntüsü.....	27

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 4.1 Kaplama çözeltilerinde kullanılan malzemeler	19
--	----



RESİMLER DİZİNİ

Sayfa

Resim 3.1 Ossila daldırma kaplama cihaz fiyatı	11
Resim 3.2 Ossila daldırma kaplama cihazı görünümü.....	11
Resim 3.3 Holmarc daldırma kaplama cihazı	12
Resim 3.4 Çin Menşeli Daldırma Kaplama Cihaz Örneği 1	13
Resim 3.5 Çin Menşeli Daldırma Kaplama Cihaz örneği 2.....	14
Resim 3.6 İnfrared kurutma hazneli daldırma kaplama cihazı	14
Resim 3.7 Çoklu daldırma özellikli daldırma kaplama cihazı	14
Resim 3.8 Apex daldırma kaplama cihazı.....	15
Resim 3.9 Apex UV filtrasyon cihazı	16
Resim 3.10 Projeye yönelik tasarlanan daldırma kaplama cihazı.....	16
Resim 3.11 Daldırma kaplama cihazı gösterge paneli	17
Resim 3.12 İnfrared fırın sıcaklık ayar modülü ve gösterge paneli	18
Resim 4.1 Çözelti için kullanılan kimyasallar	22
Resim 4.2 Çözelti için kullanılan TEST MS 600 model manyetik karıştırıcı	22

1. GİRİŞ

Kaplama teknolojisi, başlangıcı çok eski dönemlere dayanan ve teknolojinin gelişmesiyle birlikte farklı metotların da ortaya çıkmasıyla daha çok gelişen ve tercih edilen yöntemler bütünüdür. Bir zamanlar çok daha ilkel ve basit imkânlarla yüzey koruma veya sertleştirme amacıyla kullanılan kaplama yöntemi günümüzde geniş yüzeylerden mikro ölçekler skalasına, pek çok farklı endüstride ve nanoteknolojik geliştirme çalışmalarında kullanılmaktadır. Kaplama yöntemlerine baktığımızda ise nanteknolojik alanda yaygın kullanıma sahip olan ince film kaplama prosesleri, ince film kaplama alanında ise sol-jel kaplama teknikleri ön plana çıkmaktadır. Sol-jel kaplama yöntemleri olarak daldırma kaplama, döndürme yöntemiyle kaplama, akma yöntemiyle kaplama, laminar kaplama, püskürtme kaplama ve spreycaplama gibi yöntemler mevcut olup bu tezde, tasarım projemizin çıkış noktası olan daldırma kaplama yöntemi üzerinde ağırlıklı olarak durulacaktır.

2. SOL-JEL KAPLAMA YÖNTEMLERİ

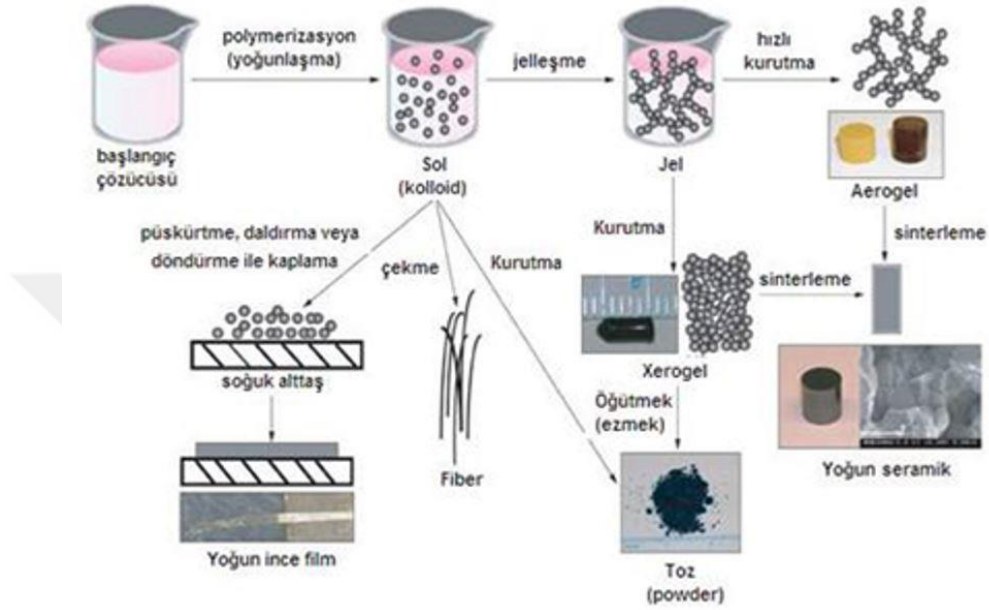
Malzemelerin yüzey özellikleri, kullanıldığı alanlara yönelik istenilen performansı göstermekte tek başlarına yetersiz kalabilmektedirler. Bu nedenle malzemelerin uygulamalarda daha işlevsel hale getirilmesi ve bazı özellikleri kazanması adına diğer fonksiyonel malzemelerle kaplama gibi işlemlere tabi tutulması ve yüzey özelliklerinin değiştirilmesi gerekebilmektedir. İstenilen yüzey kalitesini elde etmek için malzemelerin hem morfolojik özellikleri hem de kimyasal yapısı bileşiminin değiştirilmesi gerekebilir. Malzemelere; çizilmeye, UV ışınlarına ve bozunmaya karşı dayanıklılığı artırmak, hidrofobiklik kazandırmak, biyouyumluluğunu artırmak gibi daha pek çok özelliğin kazandırılması amacıyla yüzeye uygulanan işlemlerle oluşturulan yeni özellikteki yüzeylere modifiye yüzeyler ismi verilir. Modifiye yüzey oluşturma amacıyla kullanılan pek çok yöntem olmakla beraber nanoteknolojik yönüyle yüzey performansını geliştirmeye yönelik yöntemlerin en yaygın ve önemlilerinden biri de sol-jel kaplama yöntemidir.

Sol-jel, çok çeşitli inorganik, hibrit ve nanokompozit malzemelerden oluşan ince filmler elde etmek için kullanılan en basit ve yaygın kaplama metotlarından biridir. Ayrıca önemli parametrelerin yüksek derecede kontrolünün sağlanmasına imkân vermesi sayesinde çeşitli ve karmaşık şekilli alt tabakaları içeren geometrileri kaplamaya izin verdiği için diğer konvansiyonel teknikler kullanılarak elde edilemeyen bir uygulama esnekliği de sağlar.

Sol-jel adı, bir çözelti (sol) içindeki mikro partiküllerin veya moleküllerin, aglomera ve kontrollü şartlar altında sonunda tutarlı bir ağ (jel) oluşturmak üzere birbirine bağlanması gerçeğinden kaynaklanmaktadır. Sol-jel prosesinde, basit moleküler öncüller koloidal bir süspansiyon veya sol oluşturmak için nanometre boyutunda partiküllere dönüştürülür. Sol-jel tekniğinin iki genel varyasyonu vardır. Biri kolloidal yöntem, diğeri polimerik (veya alkoksit) yol olarak adlandırılır. İkisi arasındaki farklar, kullanılan başlangıç materyali türlerinden (öncüller) kaynaklanmaktadır.

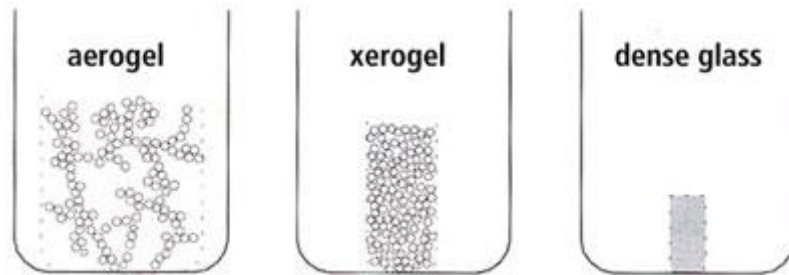
Her iki yol da, öncülleri uygun bir sıvı içinde eritme aşamasını içermektedir. Bu eritme aşamaları genellikle koloidal yol için su ve polimerik yol için alkolde eritme şeklinde

olmaktadır. Öncüller daha sonra bir asit (hidroklorik asit gibi) veya bir baz (potasyum hidroksit gibi) ilavesiyle aktive edilir. Aktive edilmiş öncüller daha sonra bir ağ oluşturmak için birlikte reaksiyona girer. Ağ, kabın boyutuna gelinceye kadar zaman ve sıcaklık ile büyür ve yaşlanır. Bu noktada sıvının viskozitesi, jelleşme oluşana kadar üssel bir oranda artar ve bu noktadan sonra akış da durmuş olur (Şekil 2.1).



Şekil 2.1 Sol-jel oluşturma aşamaları (İnt. Kyn. 1).

Sol-jel süreci sonunda kullanılan çözelti ve materyal ile ısıtma ve kurutma işlemlerine göre çok gözenekli aerogel, orta gözenekli xerogel veya az gözenekli yoğun camı form şeklinde oluşumlar elde edilebilir (Şekil 2.2).



Şekil 2.2 Sol-jel oluşum türleri (İnt. Kyn. 2).

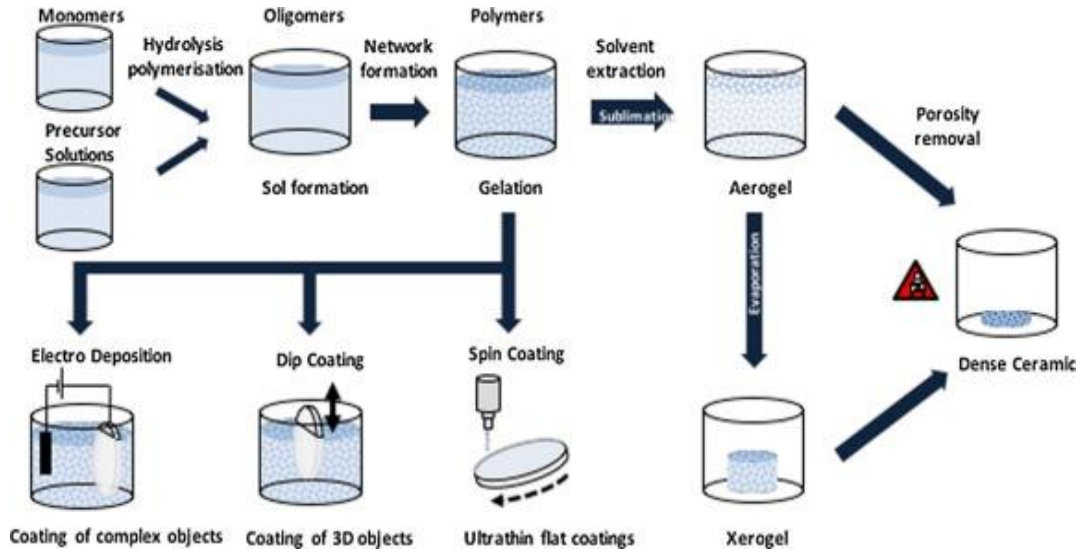
İnce film veya kaplama biriktirme, sol-jel teknolojisinin en eski ticari uygulamasını temsil eder. Sol-jel işlemeye dayanan ilk patent, 1939'da daldırma kaplama ile oluşturulan silikat sol-gel filmler için Jenaer Glaswer Schott & Gen.'e verilmiştir. Dikiz

aynaları ve yansıma önleyici ve mimari uygulamalar için kaplamalar 1960'lardan bu yana ticari üretimdedir.

Sol-jel yöntemi günümüzde, yaygın olarak metallerin, tarihi eserlerin korozyona karşı korunması; plastik, porselen vb. malzemelerin kimyasal dayanıklılığının arttırılması; nem dayanıklılığının arttırılması; CO₂ ve O₂ geçirgenliğinin azaltılması; yüzey sertliği ve dayanıklılığının arttırılması; plastik ve camların buğulanma ve buzlanmaya karşı korunması; gözenekli filmlerin oluşturulması; fosfatlama ve kromatlama sistemlerine yerine ve antistatik özellikler kazandırmak amacıyla kaplama, gıda, otomotiv, beyaz eşya, cam, elektronik ve telekomünikasyon sanayinde kullanılır (Özler 2007).

Sol-jel tekniği, doğada tamamen inorganik veya hem inorganik hem de organik olan materyalleri sentezlemek için düşük sıcaklıkta kullanılabilen bir yöntem sunar. Bu metot kaplamaların imalatı için kaplama bileşenlerini hazırlama kolaylığı ve kontrolü, kaplanacak yüzey ve kaplama malzemesinin mikro yüzeyleri üzerindeki kontrolü artırması, uygulamanın basitliği ve kullanılan malzemelerinin ucuz olması dâhil birçok avantaj sunar. Geçtiğimiz birkaç yıl içerisinde gelişen teknolojinin sunduğu yeni çözümlerle birlikte, kaplama prosesleri ve ekipmanlarındaki bazı gelişmeler sol-jel tekniğini daha da yaygınlaştırmıştır.

Sol-jel metodunda daldırma kaplama, döndürme yöntemiyle kaplama, akma yöntemiyle kaplama, laminar kaplama, püskürtme kaplama ve elektrosprey kaplama yöntemleri gibi farklı yöntemler kullanılmakla birlikte temel olarak daldırma kaplama, spreycaplama ve döndürme kaplama metotları tercih edilmektedir. Sol-jel sentezi ve sentezlenen malzemeyle farklı kaplama teknikleri kullanılarak kaplanmış yüzey elde edilmesi aşağıdaki görsel olarak özetlenmektedir (Şekil 2.3).



Şekil 2.3 Sol-jel sentezi ve farklı yöntemlerle kaplama uygulamaları (İnt. Kyn. 3).

2.1 Döndürme Kaplama Yöntemi

Döndürme kaplama yöntemi basitçe, kaplama tabakasının altlık üzerindeki merkezkaç kuvveti ile oluşturulduğu bir işlem olarak tanımlanabilir. Burada kaplama kalınlığı ve kalitesi esas olarak solun viskozitesi ve merkezkaç hareket kuvveti ile tanımlanmaktadır. Bu kaplama yönteminde, altlık kaplama alanına dik bir şekilde bulunan eksen üzerinde dairesel olarak dönmektedir. Tipik olarak proses bir çözelti damlasının bir altlığın merkezine damlatılması ve sonra altlığın yüksek dönme hızlarında döndürülmesi esasına dayanır. Merkezi hızlandırma fazla çözeltinin uzaklaştırılmasına ve kalan çözeltinin ise altlık yüzeyine ince film şeklinde yayılmasına neden olur. Nihai film kalınlığı ve diğer özellikler çözelti özellikleri (viskozitesine, kuruma hızına, katı oranına ve yüzey gerilimleri) ile işlem şartlarına (devir, hızlandırma) bağlıdır.

Bu yöntemde, numune kaplama alanına dik bir eksen etrafında döndürülmekte olduğundan özellikle dönel simetriye sahip numunelerin kaplanmasında kullanılmaktadır. Günümüz teknolojisinde farklı endüstrilede temiz oda koşulları altında otomatik olarak gerçekleştirilme imkanları mevcuttur. Kaplama kalınlığı birkaç 100 nm'den 10 μm 'ye kadar çeşitlilik gösterebilmektedir. (Atay 2008).

Döndürme kaplama sürecini aşamalara ayıracak olursak kaplama safhasında, yüzey üzerine bir miktar sıvı dökülür. İkinci safha olan döndürmede ise, sıvı merkezci kuvvet

nedeni ile radyal bir şekilde taşıyıcı yüzeyin dışına doğru akar. Döndürme sonunda, fazla olan sıvı taşıyıcı yüzeyinden taşarak yüzeyi terk eder. Film kalınlığının azalması ile yüzeyden taşan sıvının miktarı azalır. Bu olayın nedeni filmin incelmesi ile akışkanlığa karşı olan direncin büyümesi olarak açıklanabilir. Aynı zamanda uçucu olmayan madde konsantrasyonundaki artış, akışkanlığa karşı direncin artmasına sebep olur. Buharlaşıma safhası filmlerin incelmesindeki son ve en önemli safhadır (Şekil 2.4) (Sönmezoğlu *et al.* 2012).



Şekil 2.4 Döndürme kaplama (İnt. Kyn. 4).

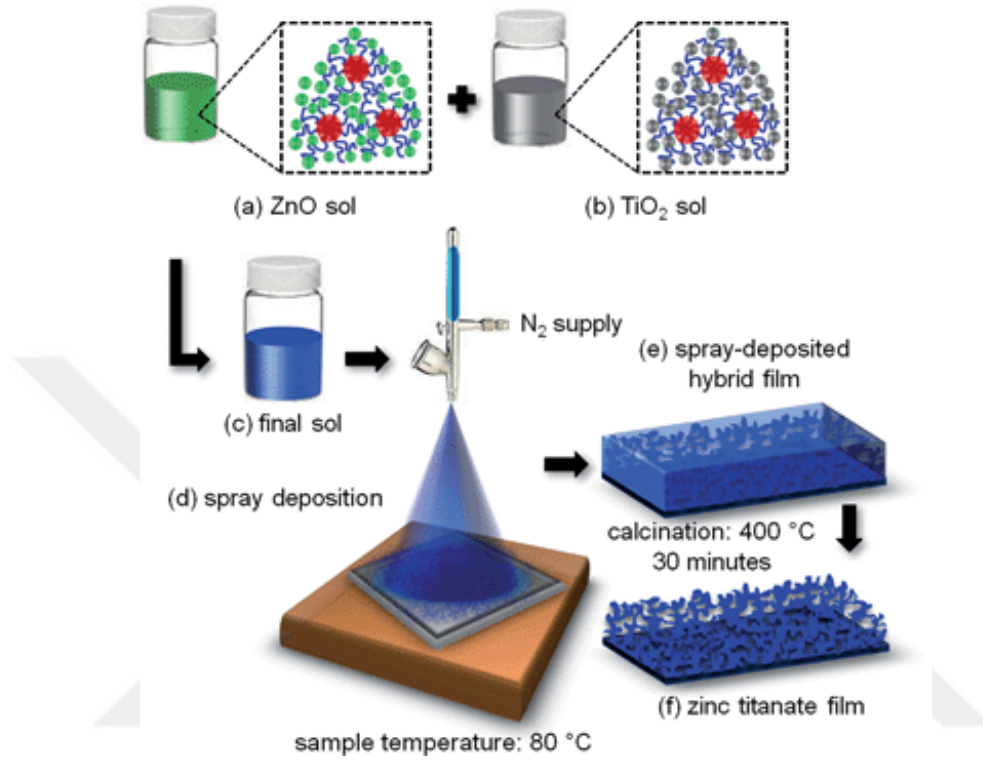
Döndürme kaplama, 10 nm altındaki kalınlıklarda ince filmler oluşturmak için kullanılabildiği mikrofabrikasyonda yaygın olarak kullanılır. Yaklaşık 1 mikrometre kalınlığında fotorezist katmanlarını (ışığa duyarlı materyaller) biriktirmek için yoğun olarak kullanılır.

2.2 Sprey Kaplama Yöntemi

Bu teknikte kaplama çözeltisinin kaplanacak yüzeye, sprej tabancalarıyla püskürtülmesiyle kaplama yapılır. Özellikle, daldırma ve döndürme gibi kaplama teknikleri ile kaplanamayacak kadar düzgün olmayan yüzeylerin kaplanmasında bu yöntemle kaplama tercih edilmektedir. Kaplama kalınlığının yüzeyin her tarafında aynı olmaması ve kaplanan yüzeylerde pürüzlülüğe neden olmasından dolayı her yüzeye (amaca bağlı olarak) uygulanamamaktadır (Taşbaş 2014).

Püskürtme yöntemi, elde edilecek filmler için hazırlanan sulu çözeltilerin karıştırılarak sıcak taban üzerine hava ya da azot gazı yardımı ile atomize edilerek püskürtülmesidir. Püskürtme (spray pyrolysis) yöntemi ince film elde etme metotları arasında en kolay ve en ucuz olan metottur. Püskürtme yönteminin, oldukça basit yapıda olması, gerekli tertibat yönünden daha ekonomik olması, üretim işleminde müdahale için elverişli

yapıda olması, ince film üretimi için vakum ortamına ihtiyaç duyulmaması ve üretim işleminin adım adım takip edilebilmesi nedeni ile diğer metotlara göre çok daha avantajlıdır (Şekil 2.5) (Sönmezoğlu *et al.* 2012).



Şekil 2.5 Farklı sol içerikleriyle sprey kaplama (İnt. Kyn. 5).

Sprey kaplama tekniği yüksek üretim hızı, karmaşık şekil kaplama kolaylığı, düşük maliyet, ucuz ekipman maliyeti ve sürekli proses olması gibi avantajlarının yanında kalınlığın her zaman homojen olamaması ve tekrarlanabilir kalınlık problemleri nedeniyle kısıtlamalara da sahiptir (Evcin 2006).

2.3 Daldırma Kaplama Yöntemi

Daldırma kaplama, hem geniş alan hem de karmaşık şekilli yüzeylerde kaplamayı mümkün kılan basit, esnek ve düşük maliyetli bir çözüm biriktirme tekniğidir. İşlem, altlığın çözeltiliye daldırılmasını ve ardından çıkarılmasını içerir. Alt tabakanın kaplama sıvısından çekilmesi üzerine uyumlu bir sıvı film tutulur ve daha sonra film kurutulur ve eşlik eden kimyasal reaksiyonlarla birleştirilir. Elde edilen tipik film kalınlığı mikrometre aralığındadır. (Biswas ve Pi-Chen Su 2016).

Sürece matematiksel anlamda kısaca değinmek gerekirse film oluşturma işlemi, altlık üzerinde akan film ve geri kalan sıvı arasındaki dengeyi takip ederek meydana gelir. Buradaki dengede, viskozite, yerçekimi kuvveti ve daldırma çıkarma hızları önem arz eder. Yüzey gerilimi, atalet kuvveti veya ayrılma basıncı gibi diğer kuvvetler de önemli bir rol oynar. Film biriktirme bölgesindeki bu kuvvetler arasındaki bir rekabet filmin kalınlığını düzenler. Bu kuvvetler ilişkisi genel olarak aşağıdaki denklemde belirtildiği üzere sayısal olarak çözümlenebilir.

Daldırma kaplama kuvvetler ilişkisi formülü

$$t = 0,94 \eta U^{2/3} / \gamma^{1/6} \rho g^{1/2} \quad (2.1)$$

olarak tanımlanmaktadır. Buradaki formülde belirtilen değerlerden, η sıvı viskozitesi, U çıkarma hızı, γ yüzey gerilimi ve ρ ise sıvı yoğunluğudur.

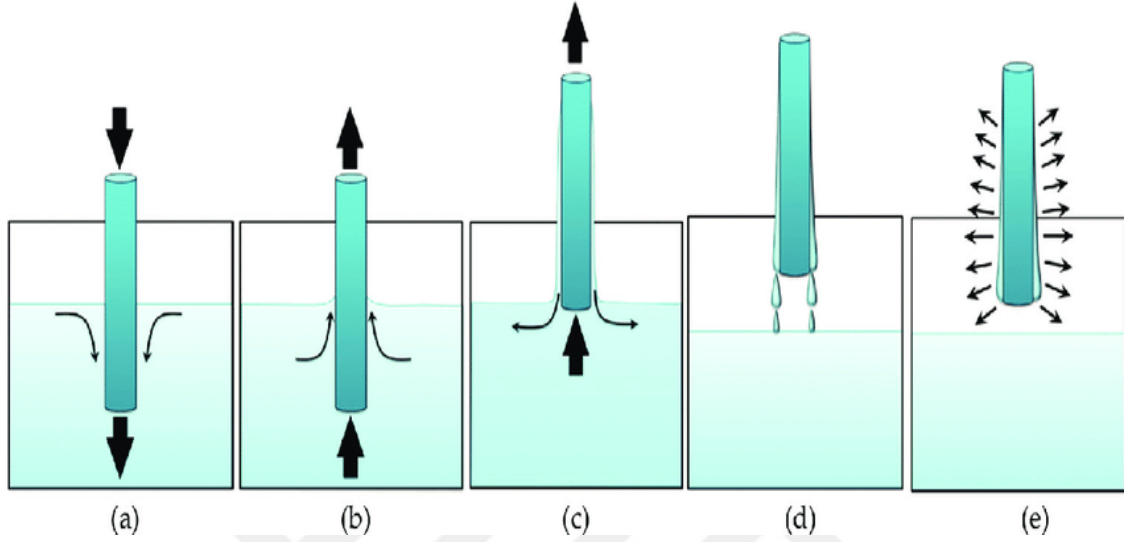
Kalınlığı hesaplamaya yarayan bu denklemlerin uygulanabilirliği konusunda yapılan çeşitli deneyler, uygulanabilirliğinin zayıf olduğunu göstermektedir. Kalınlık hesaplama konusunda, deney ile teori arasındaki farkların başlıca sebepleri şöyle sıralanabilir;

- pH etkisi,
- viskozitenin sabit olmaması,
- her sıvının Newtoniyan sıvısı olmaması,
- buharlaşma etkisinin bu denklemlerde gösterilmemesi.

Bütün bu etkiler, filmlerin gerçekte daha kalın olması ile sonuçlanır (Koç 2012).

Daldırma kaplama, daldırma, yukarı çekme, kaplama, süzülme ve buharlaşma olmak üzere 5 aşamadan oluşur. Daldırma aşamasında altlık sabit bir hızla solün içine daldırılır, yukarı çekme aşamasında ise, daldırıldığı hızla beklenmeden yukarı çekilir. Üçüncü safha olan kaplamada ise, taşıyıcının sol ile temasa giren kısımları kaplanmış olur. Bu aşamada yer çekimi kuvveti, sol ile alttaş arasındaki taşıyıcı kuvveti ile yüzey gerilim kuvvetleri etkilidir. Daldırma sonunda, fazla olan sol damlacıkları alttaş

kenarlarından süzülerek yüzeyi terk ederken süzülme işlemi ile yüzeyi terk edemeyen sol damlacıkları buharlaşarak uçar. Tüm bu aşamaların ardından alttaş üzerinde kalan sol tavlama işlemi sonucunda film haline dönüşmektedir (Şekil 2.7) (Sönmezoğlu *et al.* 2012).



Şekil 2.7 Daldırma kaplama aşamaları (İnt. Kyn. 6).

Daldırma kaplama, yüksek kaliteli ve homojen kaplamalar üretmek için uygun özellikte olmasına rağmen uygulama sırasında kontrol hassasiyeti ve temiz bir ortam gerektirir. Uygulanan kaplama, çözücü buharlaşana kadar birkaç dakika ıslak kalabilir. Bu işlem ısıtmalı kurutma ile hızlandırılabilir. Ek olarak kaplama, kaplama çözeltisi formülasyonuna bağlı olarak termal, UV veya IR teknikleri dahil olmak üzere çeşitli yollarla sertleştirilebilir. Bir katman kaplandığında, üzerine ilave bir daldırma-kaplama işlemi ile başka bir katman kaplanabilir.

Daldırma kaplama yöntemi, her şekilde ve boyutta numune kaplaması yapılabilmesi, düzgün kalınlık elde edilebilmesi, kalınlığın kontrol edilebilmesi, katkı miktarını minimum düzeyde tutmanın bu yöntemde çok daha kolay olması gibi avantajlara sahiptir. Bunun yanı sıra, çözücü veya çözeltinin özelliklerine çok duyarlı olmaması, fazla miktarda numunenin aynı anda ekonomik bir şekilde kaplanmasına olanak tanınması ve kolay bir yöntem olması nedeniyle daha ucuz maliyetli olması da bu tekniği öne çıkaran diğer özellikler olarak sayılabilir.

Daldırma kaplamanın avantajlarının yanında öne çıkan bazı dezavantajları da mevcuttur. Özellikle büyük taşıyıcılar için büyük miktarda çözelti gerektirmesi, çözeltinin pahalı veya sabit olmadığı durumlarda işlevsizleşmesi, çapraz katkısından dolayı çok katmanlı sistemler için çok iyi bir yöntem olmaması bu yöntemin dezavantajları olarak sıralanabilir. Ayrıca işlem sırasında taşıyıcının her iki tarafı kaplandığından sadece bir tarafına kaplama yapmak istendiğinde diğer yüze maskeleme yapmak gerekmesi de uygulamada ortaya çıkan sorunlardandır.



3. MATERYAL VE METOT

3.1 Daldırma Kaplama Cihazı Tasarımı

Daldırma kaplama cihazları kaplama sıvısına daldırıldıktan sonra numuneyi düşük hızda kaldırarak ince film oluşturan mekanizmayı barındıran ünitelerdir. Yukarıda da değindiğimiz üzere daldırma kaplama sonucunda elde edilecek kaplamanın kalitesi ve istenen özellikleri taşıması, daldırma kaplama için kullanılacak cihazın hassas ve etkin çalışmasıyla mümkün olabilmektedir. Bu yönüyle daldırma kaplama cihazlarında stabilite, daldırma ve çıkarma hızlarının kontrolü, kurutma fonksiyonunun etki alanının homojenize ve güvenli olması büyük önem taşımaktadır. Bunların yanı sıra kullanıcı dostu olması bakımından pratik, kolay anlaşılabilir bir arayüz ve panele sahip olma, ilave özelliklerinin kolayca devreye alınabilmesi ve çoklu daldırma yapabilmesi gibi fonksiyonel özelliklere sahip olması da ekstra avantaj sağlamaktadır.

Projemizin çıkış noktasında motivasyon kaynağımız olan daldırma kaplama cihazlarının üniversite ve Ar&Ge laboratuvarlarında yoğun kullanımı ve bu kullanıma rağmen yerli üretimin olmaması nedeniyle dışarıya bağımlı olunması, üstelik bu tip cihazlarının fiyatlarının yüksekliği nedeniyle, daldırma kaplama cihazını kendi tasarımı ve üretimimiz olarak ortaya koymaya karar vermiştir. Bu doğrultuda piyasada bulunan yabancı marka muadil ürünlerin kıyaslanması ve analizi yapılarak kullanıcı beklentileri çıkarılmış ve buna yönelik aynı etkinlikte fakat çok daha ucuz maliyetli bir ürün ortaya konulmuştur.

3.1.1 Daldırma Kaplama Cihaz Örnekleri

Bu bölümde piyasada bulunan ve tercih edilme oranı yüksek bazı marka ve cihazların görselleri ve teknik özellikleri verilerek ürettiğimiz cihazla kıyaslama yapılabilmesinin sağlanması amaçlanmaktadır. Avrupa ve ABD menşeli daldırma kaplama cihazları Çin menşeli ürünlere göre teknik anlamda çok daha üstün olmalarının yanında yüksek fiyatlara sahiptirler. Ossila marka ürünün fiyatı Resim 3.1’de verilmiş olup yalın bir makine olmasına rağmen fiyatının yüksek oluşu dikkat çekmektedir.

Dip Coater



Power Cord Type

UK Power Supply

Order Code: L2006A1-UK

Price excludes taxes

In stock

Manual

13,803.98TL

Request a Quote

Add to Cart

*Qualifying orders ship FREE!

The Ossila Dip Coater is now available for purchase. The estimated shipping date is currently 2 weeks from ordering.

Resim 3.1 Ossila daldırma kaplama cihaz fiyatı (İnt. Kyn. 7).

Aynı cihazın görseli ise Resim 3.2’de görülebilmektedir. Tasarımında herhangi bir kurutma haznesi olmadığı, çoklu çözelti kullanımına müsait olmadığı, gösterge panelinin alt kısımda konumlandırıldığı ve kullanım açısından daha az fonksiyonlu bir makine olduğu görülmektedir.



Resim 3.2 Ossila daldırma kaplama cihazı görünümü (İnt. Kyn. 8).

Şekil 3.1’de ise Ossila marka daldırma kaplama cihazının teknik özellikleri verilmiştir. Buna göre 100 mm iniş çıkış mesafesinde üst üste 1000 daldırma yapabilme, 0-50 mm daldırma çıkarma hızı özelliklerine sahiptir.

Specifications

Minimum Withdrawal Rate	0.01 mm.s ⁻¹
Maximum Withdrawal Rate	50 mm s ⁻¹
Rate Reproducibility	±0.01% @ 1mm.s ⁻¹ ; ± 0.1% @ 10mm.s ⁻¹ ; ± 0.3% @ 50mm.s ⁻¹
Maximum Travel Distance	100 mm
Maximum Number of Cycles	1000 cycles
Maximum Timer Duration	99:59:59 (HH:MM:SS)
In-built Software Features	Variable withdrawal speed Repeat cycles Crash detection
Programmes	20
Power Supply	DC 24V
Overall Product Dimensions	Width: 200 mm Height: 350 mm (450mm fully extended) Depth: 300 mm
Shipping Weight	< 5kg

Şekil 3.1 Ossila daldırma kaplama cihazı teknik özellikleri (İnt. Kyn. 9).

Bir diğer Avrupa menşeli marka olan Holmarc’a ait daldırma kaplama cihazı ise Resim 3.3’te görülebilir. Yine bu cihazda da kurutma haznesi olmadığı ve tek çözeltili daldırma yapabildiği görülmektedir, ayırıcı özellik olarak gösterge panelinin yan tarafta konumlandırıldığı görülmektedir.



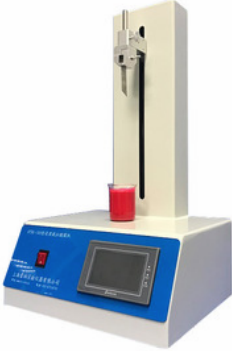
Resim 3.3 Holmarc daldırma kaplama cihazı (İnt. Kyn. 10).

Bu cihazın teknik özellikleri ise Şekil 3.2’de verilmiştir. Buna göre Holmarc marka cihaz 100 mm stroka ve 9 mm maksimum daldırma hızına sahiptir.

Actuator	:	Servo motor
Drive mechanism	:	Lead screw
Speed control	:	Available
Power input	:	230V, 50Hz
PC connectivity	:	Serial port (RS 232)
Stroke length max.	:	100 mm
Drawing speed min.	:	18 micron / sec
Drawing speed max.	:	9000 micron / sec
Dimensions (appx.)	:	200 x 150 x 380 mm
Weight (appx.)	:	54 Kg

Şekil 3.2 Holmarc daldırma kaplama cihazı teknik özellikleri (İnt. Kyn. 11).

Çin menşeli ürünlere bakacak olduğumuzda ise Resim 3.4’deki örnekte görüldüğü üzere sadece daldırma kaplama yapabilme, Resim 3.5’de görüldüğü üzere aynı çözeltiye eş zamanlı ikili daldırma yapabilme, Resim 3.6’da görüldüğü gibi infrared kurutma haznesine sahip olma ve Resim 3.7’deki örnekteki gibi döner tabla ile çoklu çözeltilere daldırma kaplama imkanı veren farklı özellik ve tipteki cihazlar mevcuttur.



Sol gel pti-nmb nanometer constant temp coater programmable with heat plate dip coating machine

FOB Reference Price: [Get Latest Price](#)

\$3,000.00 - \$7,000.00 / Sets | 1 Set/Sets (Min. Order)

[Contact Supplier](#)

Leave Messages

Payment: [VISA](#) [MasterCard](#) [TT](#) [Online Bank Payment](#) [Pay Later](#) More

Shipping: Alibaba.com Ocean Shipping Service from China to U.S
[Get shipping quote](#)

Resim 3.4 Çin Menşeli Daldırma Kaplama Cihaz Örneği 1 (İnt. Kyn. 12).

www.cysi.wang



Programmable desktop sol gel glass dip coating machine for TiO₂ nanofilms on FTO glasses

1 - 1 Sets **\$3,500.00** >=2 Sets **\$3,400.00**

Model Number: CY-4200

Lead Time:

Quantity(Sets)	1 - 1	>1
Est. Time(days)	10	Negotiable

Customization: Customized logo (Min. Order: 1 Sets)
Customized packaging (Min. Order: 1 Sets) More ▾

[Contact Supplier](#)

shirley@cysi.wang

Resim 3.5 Çin Menşeli Daldırma Kaplama Cihaz örneği 2 (İnt. Kyn. 13).



Resim 3.6 İnfrared kurutma hazneli daldırma kaplama cihazı (İnt. Kyn. 14).



Resim 3.7 Çoklu daldırma özellikli daldırma kaplama cihazı (İnt. Kyn. 15).

Yukarıdaki örneklerde görüldüğü üzere daldırma kaplama cihazları daldırma ve çıkarma hız ayarının yapılabilmesi, iniş çıkışların dengeli olması adına uygun motor tipinin kullanılması, tekrar daldırma ve bu tekrar sayısının ayarlanabilmesi, infrared kurutucu özelliği ve kurutma sıcaklığının ayarlanabilirliği, dalma süresinin ayarlanabilirliği, çoklu solüsyonlarda daldırma yapabilme gibi farklı özellikler bulundurmaktadır.

3.1.2 Proje Kapsamında Üretilen Daldırma Kaplama Cihazı ve Özellikleri

Ürettiğimiz cihazda piyasadaki ürünlerin pek çok örneği incelenerek optimum nitelikte cihaz oluşturabilmek adına bu özelliklerden daldırma çıkarma hız ayarı, sıcaklığı ayarlanabilen infrared kurutma fırını, bekleme süresi ayarı, çoklu daldırma yapabilme özelliği ve buna uygun döner tabla, tekrarlı daldırmalar yapabilmek için dalma sayısı ayarlama özelliği kullanılmıştır.

Tüm bunların yanı sıra akademik araştırmalar sonucunda daldırma kaplama yönteminde UV etkisi üzerine karşılaşılan ek bilgiler ve yapılan piyasa araştırmaları sonucunda UV filtresi özelliği taşıyan cihaz bulunmadığı tespit edilmiştir. UV filtrasyonundan geçmesi gereken kaplamaların ise ayrı bir UV cihazı ile UV filtresinden geçirildiği ve bu tür işlemler için iki farklı cihaza ihtiyaç olduğu gözlemlenmiştir. Örnek olarak Apex firmasının daldırma kaplama cihazı Resim 3.8’de yine aynı firmaya ait UV filtrasyonu cihazı ise Resim 3.9’da görülmektedir.

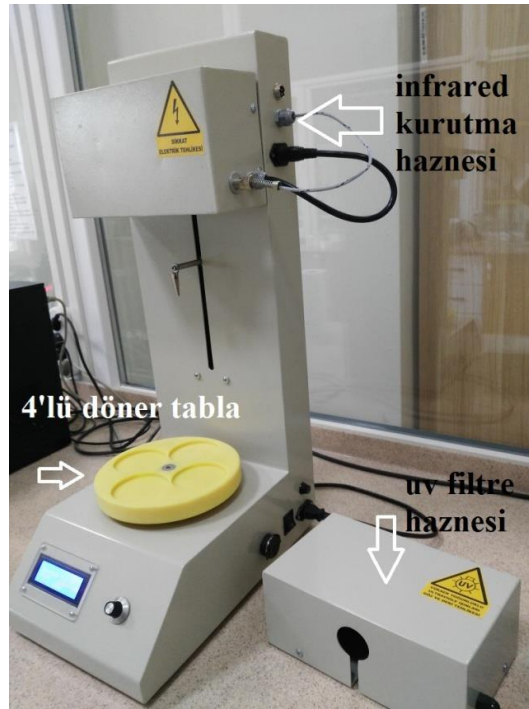


Resim 3.8 Apex daldırma kaplama cihazı (İnt. Kyn. 16).



Resim 3.9 Apex UV filtrasyon cihazı (İnt. Kyn. 17).

Bunun üzerine cihazımıza opsiyonel olarak tıpkı infrared kurutucu gibi tak çıkar özellikte bir UV filtre haznesi ilave edilmiştir. Bu sayede farklı çalışmalarda üretilmesi planlanan farklı özellikteki film kaplamalarda gerek oda şartlarında, gerek kurutularak gerekse UV filtresinden geçirilerek tek cihazda kolayca kaplama yapılma olanağı sağlanmıştır. Resim 3.8’de görüldüğü üzere cihazın gösterge paneli alt kısmında konumlandırılmış, infrared kurutma haznesi ve UV filtre haznesi ise cihaza yanda bulunan bağlantı portlarıyla tak çıkar özellikte kullanılabilecek şekilde tasarlanmıştır. Ayrıca 4 farklı çözeltiyle kaplama imkânı veren döner tabla mevcuttur.



Resim 3.10 Projeye yönelik tasarlanan daldırma kaplama cihazı.

Tasarlanan cihazın teknik özellikleri ele alındığında motor olarak step motor kullanılmış ve programlaması C programlama dilinde yapılmıştır. Dalma hızı aralığı 0-2000 mm/sn, bekleme süresi zaman aralığı 0-300 sn, sıcaklık değeri aralığı ise 0-120°C olarak ayarlanmıştır. İstenilen parametre ayarlamaları gösterge ve sıcaklık panelleri üzerinde bulunan manüel düğmelerle sağlanmıştır. Düğmeler ile yapılan ayarlamalar ve gösterge panelinde bulunan menü konfigürasyonu Resim 3.11’de sıcaklık ayarlama paneli ise Resim 3.12’de görülmektedir. Kızılötesi (infrared) kurutucu hazne ve UV filtre hazneleri opsiyonel kullanımlar açısından tak çıkar özellikte tasarlanmış ve basit şekilde sisteme entegre edilebilir halde üretilmişlerdir. Ayrıca cihazın öne çıkan diğer özelliklerinden birisi de döner tablaya sahip olması ve bu yönüyle farklı çözeltilerle ardışık kaplamalar yapılabilmesine olanak sağlamasıdır.



Resim 3.11 Daldırma kaplama cihazı gösterge paneli.



Resim 3.12 İnfrared fırın sıcaklık ayar modülü ve gösterge paneli.

3.2 Sol-Jel Kaplama

Deneysel çalışmalarda farklı özellikte modifiye yüzey kaplamaları oluşturmak için 4 farklı çözelti hazırlanmıştır. Çözeltiler hazırlanmadan önce, bu çözeltiler ile kaplama yapılacak camlar $H_2SO_4:H_2O_2$ oranı 3:1 olacak şekilde hazırlanan Piranha çözeltisine daldırılarak temizlenmiştir. Sonraki aşamada ise alkol, aseton ve saf su karışımına daldırma işlemi yapılmıştır. 3. Aşama olan Silanizasyon işleminde ise 1 gr 3-APTES, 100 ml IPA'da çözülmüş, temizlenen camlar bu çözeltiye daldırılarak oda sıcaklığında kurutulmuştur. 4. Aşamada 9.44 gr GLYMO, 2,16 gr suda çözülmüş ve karıştırılmış ardından üzerine 20 ml IPA eklenmiştir. Burada elde edilen ortak çözelti 4 farklı kaba ayrılarak içerisine sırasıyla 0,8 gr Çinko Asetat ($Zn(CH_3COO)_2$), 2 ml Ti Alkoksit, 2 ml TEOS ve 0,8 gr Al Alkoksit eklenerek 4 farklı çözelti elde edilmiştir. Sonrasında bu 4 çözelti IPA ile 100 ml'ye tamamlanmıştır.

Çizelge 3.1 Kaplama çözeltilerinde kullanılan malzemeler.

1. Çözelti	2. Çözelti	3. Çözelti	4. Çözelti
GLYMO	GLYMO	GLYMO	GLYMO
IPA	IPA	IPA	IPA
ZrOCl	ZrOCl	ZrOCl	ZrOCl
Saf Su	Saf Su	Saf Su	Saf Su
Çinko Asetat	Ti Alkoksit	TEOS	Al Alkoksit

3.2.1 Kullanılan Malzemeler ve Sınıflandırılması

3.2.1.1 Çinko Asetat

Çinko asetat, $Zn(CH_3CO_2)_2 \cdot 2H_2O$ dihidratı olarak oluşan $Zn (CH_3CO_2)_2$ formüllü bir tuzdur. Hem hidrat hem de susuz formlar, kimyasal sentezlerde ve diyet takviyeleri olarak yaygın olarak kullanılan renksiz katılardır. Çinko asetatlar, asetik asidin çinko karbonat veya çinko metal üzerindeki etkisiyle hazırlanır. (İnt. Kyn. 18). Mikroelektronik ve optoelektronik uygulamalarda potansiyel avantajları olabilecek bazı çalışmalar, çinko asetatin çinko oksit ince filmlerin sol-sentezi için bir öncü olarak kullanılabileceğini göstermiştir. (Çopuroğlu *et al.* 2009).

3.2.1.2 Ti Alkoksit

Yaygın olarak titanyum alkoksit olarak da adlandırılan titanyum izopropoksit, $Ti(OCH(CH_3)_2)_4$ formülüne sahip kimyasal bir bileşiktir. Titanyum alkoksitler organik sentez ve malzeme biliminde kullanılır. Sol-jel işlemi açısından bakıldığında ise, TiO_2 filmlerinin oluşumuna yol açan sol-jel işlemi, hidroliz mekanizmalarına ve alkol ve katalitik ajanlarla karıştırılmış titanyum alkoksitlerin polikondensasyonuna dayanır. Titanyum izopropoksit ($Ti(OiPr)_4$) ve titanyum etoksit ($Ti_4(OEt)_{16}$) gibi çeşitli Ti alkoksitleri, bunlara karşılık gelen alkoller ile tercihen kullanılması gereken çeşitli türleri vardır. Sol olarak da adlandırılan öncü çözelti, bir filmin oluşumuna yeterli fiziksel-kimyasal özelliklere sahip ligandlarla çevrili Ti'nin koloidal bir süspansiyonudur. Daldırma-kaplama, sıkma-kaplama ve püskürtme-kaplama işlemleri ile olabilen bir biriktirmeden sonra, film kurutma işleminden sonra kuru bir jel haline gelen bir ıslak jel ile oluşturulur. (İnt. Kyn. 19).

3.2.1.3 TEOS

TEOS($\text{SiC}_8\text{H}_{20}\text{O}_4$), esas olarak silikon polimerlerinde bir apraz baēlama maddesi olarak ve yarı iletken endüstrisinde silikon dioksit için bir öncü madde olarak kullanılır. TEOS, bazı zeolitlerin sentezi için silika kaynaēı olarak da kullanılır. Diēer uygulamalar halılar ve diēer nesneler için kaplamaları içerir. TEOS aerojel üretiminde kullanılır. Bu uygulamalar Si-OR bağlarının reaktivitesinden faydalanmaktadır. TEOS, rejeneratif olarak soēutulmuş motorların hazne duvarına ısı akışını % 50'den daha fazla azaltmak için, alkol bazlı roket yakıtlarına katkı olarak tarihsel olarak kullanılmıştır (İnt. Kyn. 20).

Başlangıcından bu yana, sol-jel yöntemleri tipik olarak bir ana aē oluşturunucu madde olarak tetraetil ortosilikat (TEOS) kullanımını içermiştir. TEOS kullanımının birinci nedeni, orta derecede reaktivite ve yüksek kontrol derecesine sahip sağlam aēların oluşumunun, pH, sıcaklık ve katkı maddeleri gibi sentez koşullarındaki basit deēişikliklerle sağlanmış olmasıdır (Owens *et al.* 2016).

3.2.1.4 Al Alkoksit

Alüminyum alkoksit, sol-jel proseslerinde kullanılan farklı ince film tabakaları elde etmekte kullanılan ve alkol içinde çözünerek uygulanan bir kimyasaldır. Alüminyum alkoksit türevi jellerde birkaç yapısal deēişiklik bulunmaktadır. Literatürde yapılan çalışmalardan, jelin son yapısını etkileyen bazı deēişkenlerin; kullanılan alkoksit türü, alkoksitin suya oranı, hidroliz oranı, kuruma sıcaklığı, kullanılan katalizörün türü, çözeltinin pH' ı ve reaksiyonların meydana geldiēi sıcaklık olduēu bilinmektedir. (Öz *et al.* 2018)

3.2.2 Çözeltilerin Hazırlanması ve Cam Filmlerin Kaplanması

Çözeltelerde Çizelge 4.1'de gösterilen, Afyon Kocatepe Üniversitesi Malzeme Mühendisliği laboratuvarında bulunan GLYMO, IPA, saf su, çinko asetat, Ti Alkoksit, TEOS ve Al Alkoksit kullanılmıştır (Resim 4.1).



Resim 3.13 Çözelti için kullanılan kimyasallar

Hazırlanan çözeltiler Resim 4.2’de gösterilen TEST MS 600 model manyetik karıştırıcıda 15’er dakika süreyle karıştırılarak kaplamaya hazır hale getirilmiştir, kullanılan cam filmlere proje kapsamında tasarlanan daldırma kaplama cihazında, oda sıcaklığında, 2000 μ/s hızda her bir dalışta bekleme süresi 10 saniye olacak şekilde 4 tekrarlı daldırma uygulanmış ve her daldırma sonrası infrared kurutucuda 80°C’de 30 saniye kurutma uygulanmıştır. 4 tekrarda devam eden daldırma kaplama işleminin her bir aşamasından sonra çözelti homojenliğinin aynı kalması için tekrar manyetik karıştırma uygulanmıştır.



Resim 3.14 Çözelti için kullanılan TEST MS 600 model manyetik karıştırıcı

Hazırlanan çözeltilerle yapılan cam film kaplamalar sırasıyla çinko asetat, Ti alkoksit, TEOS ve Al alkoksit katkılı olup 4 daldırma yapılarak sırasıyla 1, 2, 3 ve 4 olarak numaralandırılmıştır.

3.2.3 Kaplamalara Yapılan Analizler

Yapılan 4 tekrarlı daldırma kaplama işlemleri sonucunda elde edilen kaplanmış cam filmler analiz amacıyla SEM görüntülemesine gönderilmiştir. SEM analizi; kaplama kalınlıklarının ölçümü ve bu kaplamaların mikroyapılarının incelenmesi için yapılmıştır.

Kaplama kalınlıklarının ölçümü Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan LEO 1430 VP markalı SEM cihazında yapılmıştır.

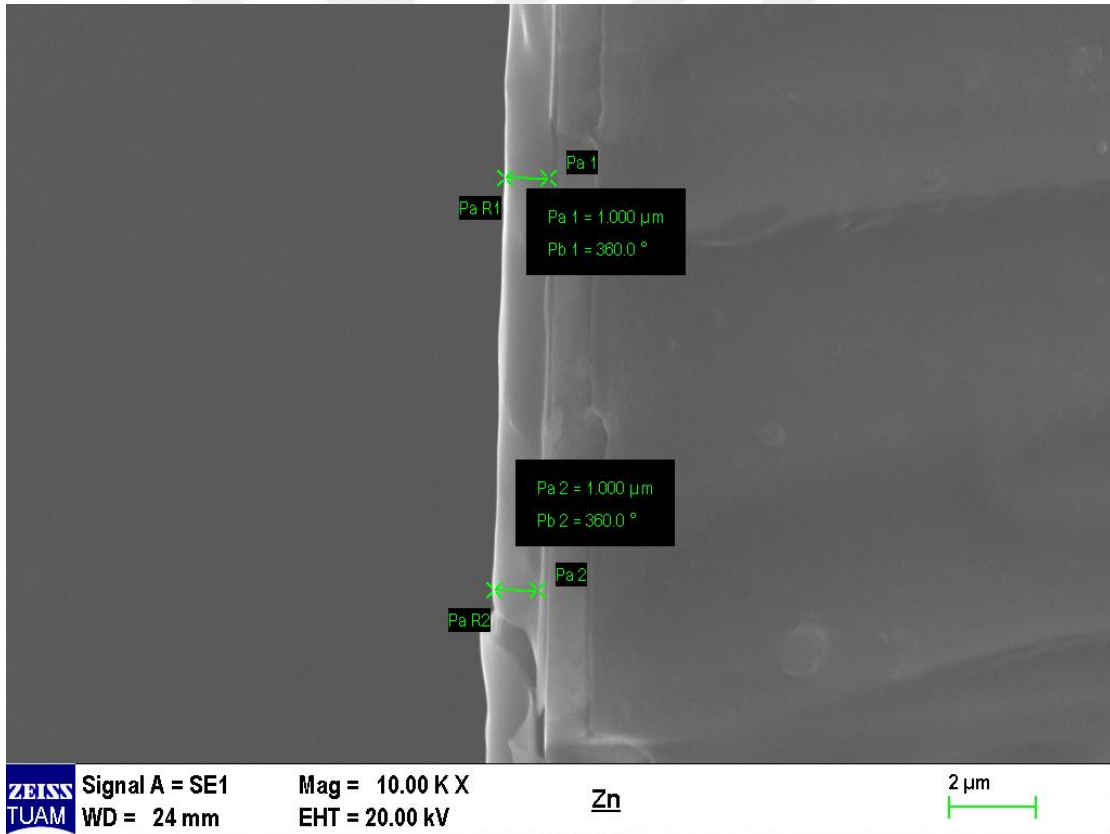


4. BULGULAR

4.1 SEM Görüntüleme Sonuçları

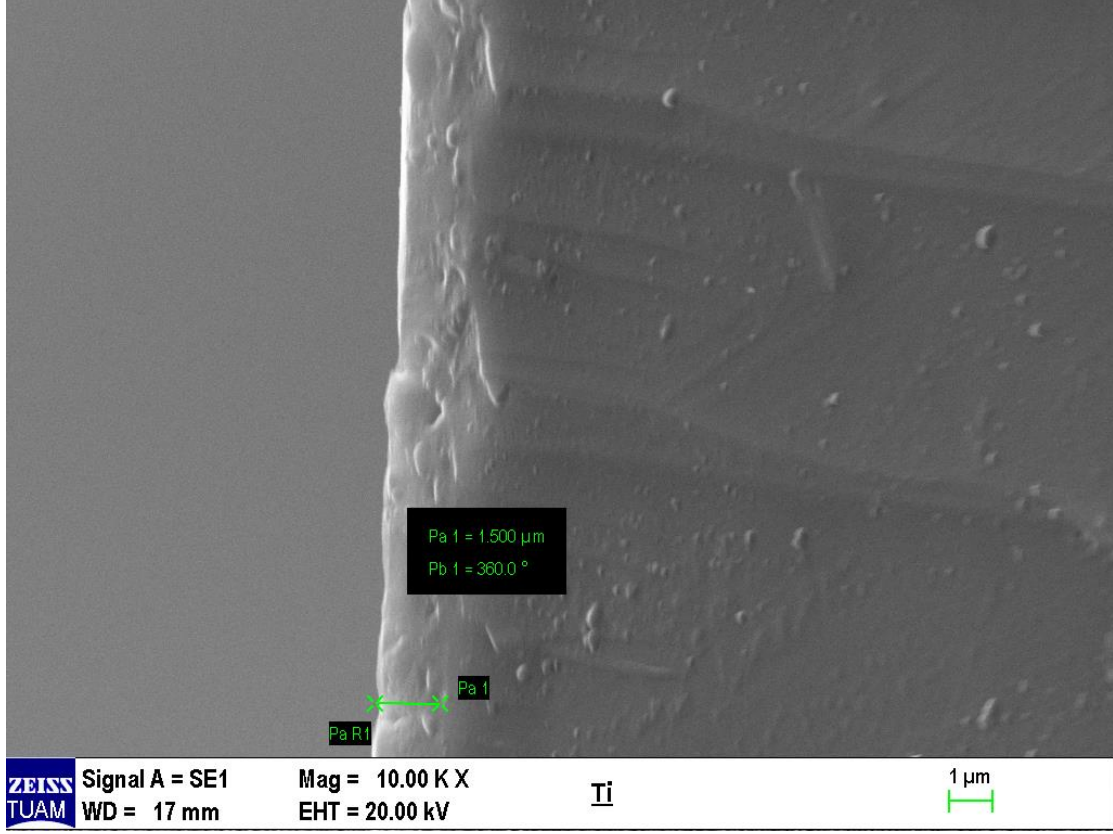
Yapılan SEM görüntü ve analizlerinin sonucunda 4 farklı çözeltiyle yapılan kaplamalara ait kesitten alınan SEM görüntülerinde kaplama tabakasının belirgin olarak ortaya çıktığı kaplama için kullanılan farklı katkılı çözeltiye göre ise kaplama kalınlıklarının farklılık gösterebildiği görülmektedir.

Çinko asetat katkılı çözeltiyle yapılan 4 daldırma işlemi sonrası elde edilen SEM görüntüsü aşağıda Şekil 4.1’de verilmiştir. Bu görüntülere göre kaplama kalınlığı ilgili kesitlerde 1000 μm olarak ölçülmüştür.



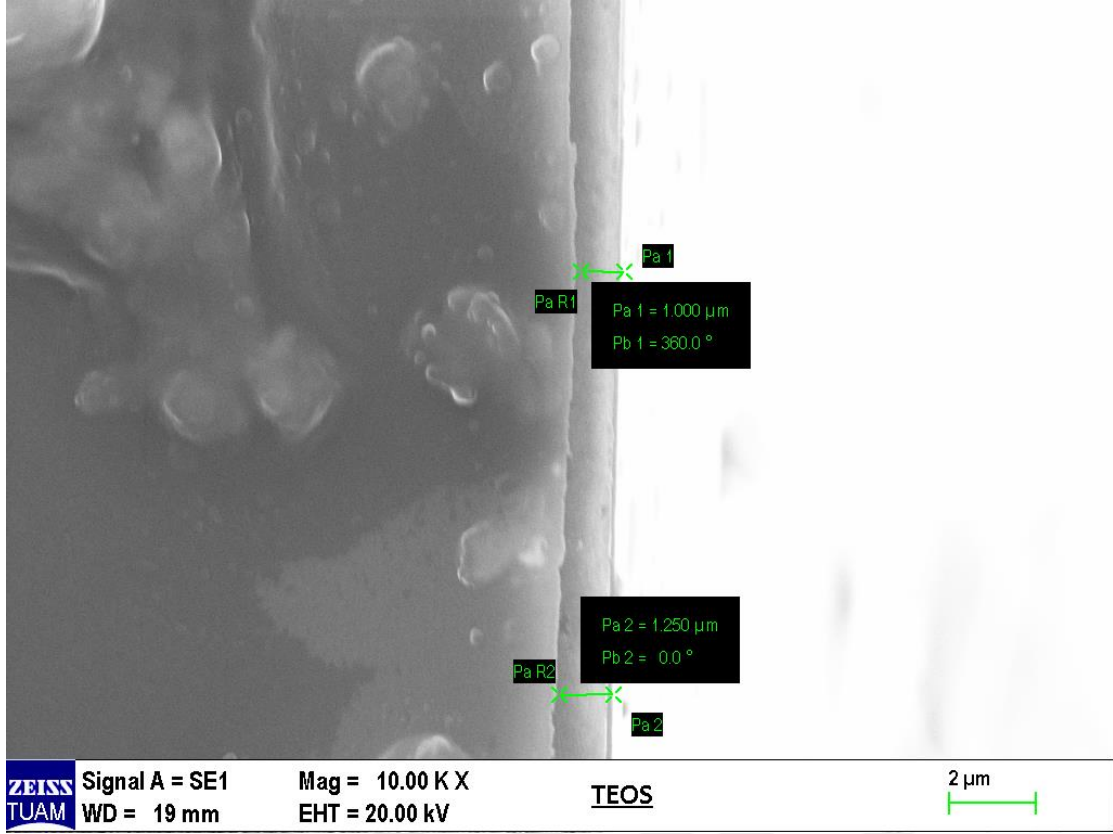
Şekil 4.1 Çinko asetat katkılı çözelti ile yapılan kaplamaya ait SEM görüntüsü.

Ti alkoksit katkılı çözeltiyle yapılan 4 daldırma işlemi sonrası elde edilen SEM görüntüsü aşağıda Şekil 4.2’de verilmiştir. Bu görüntülere göre kaplama kalınlığı ilgili kesitlerde 1500 μm olarak ölçülmüştür.



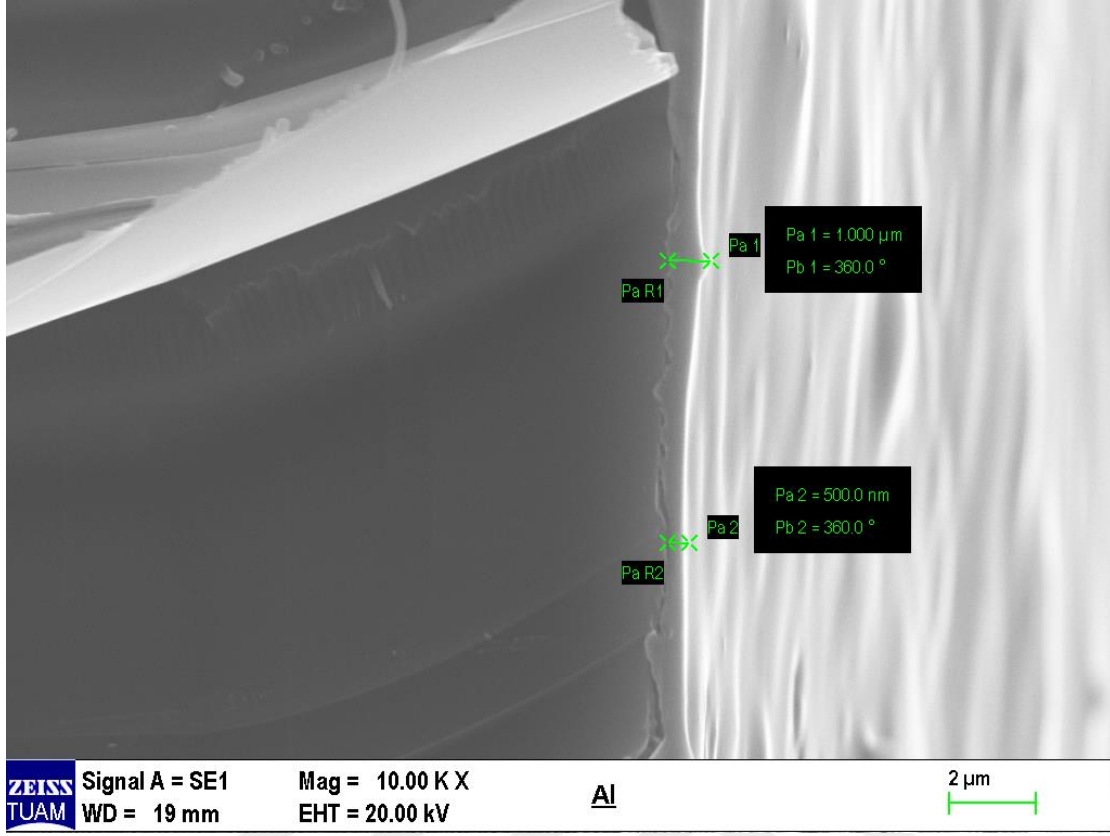
Şekil 4.2 Ti alkoksit katkılı çözelti ile yapılan kaplamaya ait SEM görüntüsü.

TEOS katkılı çözeltiyle yapılan 4 daldırma işlemi sonrası elde edilen SEM görüntüsü aşağıda Şekil 4.3’te verilmiştir. Bu görüntülere göre kaplama kalınlığı ilgili kesitlerde 1000 ve 1250 μm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.3 TEOS katkılı çözelti ile yapılan kaplamaya ait SEM görüntüsü.

Al alkoksit katkılı çözeltiyle yapılan 4 daldırma işlemi sonrası elde edilen SEM görüntüsü aşağıda Şekil 4.4'te verilmiştir. Bu görüntülere göre kaplama kalınlığı ilgili kesitlerde 500 ve 1000 μm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.4 Al alkoksit katkılı çözelti ile yapılan kaplamaya ait SEM görüntüsü.

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada sol-jel uygulamaları için laboratuvar ortamında kullanılan, yerli üretimi bulunmayan ve ithal muadillerinde bulunmamakla birlikte ayrı bir cihaz olarak satışa sunulan UV filtresi özelliği de eklenerek özgünlüğü sağlanan, üstelik çok daha ucuza ve eşdeğer çalışma kapasitesinde çok fonksiyonlu daldırma kaplama cihazı tasarlanmıştır. Bu cihazda diğer cihazlarda opsiyonel olarak sunulan; 4 farklı çözeltiyi kaplama imkânı veren döner tabla, infrared kurutma olanağı sağlayan kurutma haznesi, UV filtrasyonu yapmayı sağlayan UV haznesi gibi özelliklerin hepsi bir arada sağlanmıştır.

Cihazın çalışma parametreleri en uygun düzeye getirilerek farklı çözeltilerle hazırlanan modifiye yüzey kaplamaları yapılmıştır. Bu kaplamalar, tasarlanan cihazla laboratuvar ortamında daldırma kaplama yöntemi kullanılarak istenen amaca yönelik kaplama yapılabileceğini ve sonuçların başarısını göstermek amacıyla yapılmıştır. Bu testler yardımı ile çinko asetat, Ti alkoksit, TEOS ve Al alkoksit katkılı çözeltilerle yapılan yüzey kaplamalarının farklı özelliklerde modifiye yüzeyleri geliştirmek amacıyla yapılabileceği gösterilmiştir.

Yapılan kaplamalar mikro boyutta olduğundan dolayı kesitlerden elde edilen SEM görüntülerinde kaplama kalınlığı belirgin olarak gözlemlenmiş, elde edilen veriler ışığında kaplama kalınlıkları, çinko asetat için 1000 μm , Ti alkoksit için 1000-1500 μm , TEOS için 1250 μm ve Al alkoksit için 500-1000 μm şeklinde ölçülmüştür.

Tüm bu çalışmalar sonucunda proje kapsamında tasarlanan daldırma kaplama cihazının ithal emsalleriyle benzer nitelik ve verimde çalıştığı gözlemlenmekle beraber literatürdeki ürünlerden farklı olarak tak çıkar özellikli infrared kurutucu ve UV filtresi entegrasyonu yapılmıştır. Bu cihazla yapılan testler sonucu farklı katkılı çözeltilerle yapılan modifiye ince cam film kaplamaların istenen özellikte sonuçlar vererek kaplama yapılmasında kullanılabileceği sonucuna varılmıştır.

6. KAYNAKLAR

- Atay, B. (2008). Nanofilm fotokromik kaplamalar. Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Bağçeçi, B., İ. (2010). Nano partikül yüzey kaplama. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Bakar, E. (2013). Bazı florlu polimerlerin sentezi ve yüzey kaplama özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Biswas, M. and Su P. (2017). Chemical Solution Deposition Technique of Thin-Film Ceramic Electrolytes for Solid Oxide Fuel Cells, *Modern Technologies for Creating the Thin-film Systems and Coatings*, IntechOpen, DOI: 10.5772/66125.
- Brinker, C., J. (2013). Dip Coating. Chemical Solution Deposition of Functional Oxide Thin Films. Kluwer Academic Publishers, Chapter **10**: 233-261.
- Çabuk, N. (2012). Sıcak filament destekli kimyasal buhar biriktirme yöntemi ile süper su itici nano kaplama sentezi. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Çopuroğlu, M., Huat Kelly Koh, L., O'Brien, S. and M. Crean, G. (2009). Comparative characterisation of zinc oxide thin films prepared from zinc acetate with or without water of hydration via the sol-gel method. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. **52**: 432-438.
- Efendiler, H. (2006). TiO₂ ince filmler ile kaplanmış yüzeylerin Staphylococcus aureus'a karşı fotokatalitik bakterisidal etkilerinin incelenmesi. Doktora Tezi, Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Huang, Y., Zheng, H., Ball, I. and Luo, Z. (2001). Advances in Sol-Gel Technology. *Ceramic Industry*, 233-261.
- Koç, M. (2012). Sol-Jel yöntemiyle elde edilen alüminyum, antimon ve bakır katkı nano tanecikli TiO₂ ince filmlerin optiksel, yapısal ve morfolojik özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- Marques, A., C. (2007). Sol-gel process: an overview. Lecture notes, Leigh University, USA.

- Owens, G., J., Singh R., K., Foroutan F., Alqaysi M., Han C., Mahapatra C., Kim H. and Knowles C., J. (2016). Sol–gel based materials for biomedical applications. *Progress in Materials Science*, **77**: 1-79.
- Öz, D. C., Öz, B. ve Kaya N. (2018). Alümina aerogellerin fiziksel özellikleri üzerine yaşlandırma ve kurutma süresinin etkisi. *BAUN Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, **20**: 198-211.
- Sönmezoğlu, S., Koç, M. ve Akın, S. (2012). İnce film üretim teknikleri. *Erciyes Üniversitesi fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*. **28**: 389-401.
- Taşbaş, S., D. (2014). Polyester dokumanın çok katmanlı nanokompozit süperhidrofobik yüzey ile kaplanması ve ıslanmazlık özelliklerinin incelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

İnternet Kaynakları

1. www.metaldunyasi.com.tr 30.04.2019
2. www.uk-finishin.org.uk 30.04.2019
3. www.sciencedirect.com 30.04.2019
4. www.uk-finishin.org.uk 30.04.2019
5. www.alibaba.com 30.04.2019
6. www.researchgate.net 30.04.2019
7. www.ossila.com 30.04.2019
8. www.ossila.com 30.04.2019
9. www.ossila.com 30.04.2019
10. www.holmarc.com 30.04.2019
11. www.holmarc.com 30.04.2019
12. www.alibaba.com 30.04.2019
13. www.alibaba.com 30.04.2019
14. www.alibaba.com 30.04.2019
15. www.alibaba.com 30.04.2019
16. www.apexicindia.com 30.04.2019
17. www.apexicindia.com 30.04.2019
18. www.wikipedia.org 30.04.2019
19. www.intechopen.com/books/titanium-dioxide-material-for-a-sustainable-environment/pure-and-nanocomposite-thin-films-based-on-tio2-prepared-by-sol-gel-process-characterization-and-app 30.04.2019
20. www.wikipedia.org 30.04.2019

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Ahmet Bohur
Doğum Yeri ve Tarihi : Afyonkarahisar - 09.04.1986
Yabancı Dili : İngilizce
İletişim (Telefon/e-posta) : (+90 555 558 6800/ ahmet@bohur.com)

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Zafer Lisesi, (2001-2004)
Lisans : Sabancı Üniversitesi, Mekatronik Mühendisliği
Bölümü, (2004-2009)
Yüksek Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri
Enstitüsü, Nanobilim ve Nanoteknoloji Anabilim
Dalı, (2016-2019)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl : Borusan Makine ve Güç Sistemleri, (2010-2011)
: Reis Makine (2012-2013)
: Bolgiysan A.Ş. (2014-2015)
: Avşar Emaye A.Ş. (2015-2016)