

**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**NANOBOYUTLU TiO<sub>2</sub> ESASLI ANTİBAKTERİYEL  
KAPLAMA**

**Metalürji Yük. Müh. B. Didem KILIÇOĞLU**

**FBE Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Üretim Programında  
Hazırlanan**

**DOKTORA TEZİ**

<b>Tez Savunma Tarihi</b>	08.01.2009
<b>Tez Danışmanı</b>	Prof. Dr. Müzeyyen MARŞOĞLU
<b>İkinci Tez Danışmanı</b>	Doç. Dr. Volkan GÜNAY
	Prof. Dr. Onuralp YÜCEL
	Prof. Dr. Cemalettin YAMAN
	Prof. Dr. Burkay ALNIPAK
	Prof. Dr. Ahmet TOPUZ

**İSTANBUL, 2009**

## İÇİNDEKİLER

	Sayfa
SİMGE LİSTESİ .....	iv
KISALTIMA LİSTESİ .....	v
ŞEKİL LİSTESİ .....	vi
ÇİZELGE LİSTESİ .....	xi
ÖNSÖZ .....	xiii
ÖZET .....	xiv
ABSTRACT .....	xv
1. GİRİŞ .....	16
1.1 Kaplama Çeşitleri ve Özellikleri .....	20
1.2 Düzcam Üretiminde Kalay Banyosu .....	21
1.3 Sol-Jel Yöntemi .....	23
1.3.1 Sol-Jel Yönteminde Jel Oluşumu .....	26
1.3.2 Sol-jel Yönteminin Uygulama Alanları .....	27
1.3.3 Daldırma Yöntemi .....	29
1.4 Titanyum Dioksitin Uygulama Alanları .....	34
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	38
2.1 Numune Hazırlama .....	38
2.2 Çözeltilerin Hazırlanması .....	38
2.3 pH Ölçümü .....	39
2.4 Daldırma Prosesi .....	39
2.5 Kurutma İşlemi .....	40
2.6 Sinterleme İşlemi .....	40
2.7 Absorpsiyon Testi .....	40
2.8 Optik Özelliklerin Ölçülmesi .....	42
2.9 Kaplama Kalınlıklarının Ölçülmesi .....	42
2.10 Temas Açısı .....	43
2.11 Yapışma Testi .....	45
2.12 X- Işını Analizi .....	46
3. DENEY SONUÇLARI .....	47
3.1 Kaplama Kalınlıkları .....	47
3.2 Temas Açısı Ölçümleri .....	54
3.3 Absorpsiyon Değeri Ölçümleri .....	77

3.4	Yansıtma Deęerleri Ölçümü.....	90
3.5	Yapışma Testi .....	99
3.6	X- Işını Analizi .....	101
4.	SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	106
5.	KAYNAKLAR.....	111
	ÖZGEÇMİŞ.....	114

## SİMGE LİSTESİ

$n$	Kırılma İndisi
$n_c$	Kaplamanın Kırılma İndisi
$n_1$	Ortamın Kırılma İndisi
$n_2$	Arlığın Kırılma İndisi
$\Theta$	Temas Açısı
$\lambda$	Dalgaboyu
$\gamma$	Serbest Enerji
$d$	Kaplama Kalınlığı
$v$	Çekiş Hızı

## **KISALTMA LİSTESİ**

UV	Ultraviyole
IR	Kızıl Ötesi
IROX	Güneş Yansıtıcı Cam
T	Geçirgenlik
R	Yansıma
XRD	X-Ray Diffractometer
Rh	Rodamin B
R <sub>f</sub>	Floroalkil gruplar

## ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1.1 Titanyanın Rutil Kristal Yapısı (1).....	18
Şekil 1.2 Titanyanın Anataz Kristal Yapısı (1) .....	19
Şekil 1.3 Titanyanın Brukit Kristal Yapısı (1) .....	19
Şekil 1.4 Kalay banyosunun yapısı: a) Yandan görünüm b)Üstten görünüm (Oran, 2003). ...	22
Şekil 1.5 Daldırma yöntemi ile üretim: a) Çekme, b) Kimyasal Reaksiyon, c) Fırına verme (Dislich, 1984). .....	32
Şekil 1.6 Daldırma yöntemi ile kaplama tekniğinin üretim kademeleri (Hussmann, 1997). ...	33
Şekil 1.7 Işığın Spektrumu (Fujishima vd., 1999).....	34
Şekil 1.8 Titanyum dioksit fotokatalistinin kullanım alanları (Fujishima vd., 1999). .....	37
Şekil 2.1 Demir katkılı, saf ve krom katkılı titanya çözeltileri .....	39
Şekil 2.2 Teflon daldırma havuzu.....	39
Şekil 2.3 Daldırma cihazı. ....	40
Şekil 2.4 Suntest cihazı.....	41
Şekil 2.5 a) Rodamin B çözeltisi kabı, b) Absorpsiyon ölçüm tüpleri .....	41
Şekil 2.6 Spektrofotometre cihazı. ....	42
Şekil 2.7 Kaplama kalınlığı ölçüm cihazı.....	43
Şekil 2.8 Cam Yüzeyinde hidrofobik ve oleofobik kaplama oluşumu (Budakoğlu, 2006).....	43
Şekil 2.9 Temas açısı (Budakoğlu, 2006).....	44
Şekil 2.10 Temas açısı ölçüm cihazı. ....	44
Şekil 2.11 Saf, krom katkılı ve demir katkılı titanya çözeltilerinin jellerinin görüntüsü. ....	46
Şekil 2.12 X-ışını cihazı .....	46
Şekil 3.1 Saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafığı.....	48
Şekil 3.2 Saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafığı. ....	49
Şekil 3.3 Demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafığı. ....	50
Şekil 3.4 Demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafığı. ....	51
Şekil 3.5 Krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafığı. ....	52
Şekil 3.6 Krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama	

kalınlıkları grafiği. ....	53
Şekil 3.7 400°C’de sinterlenen, saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü .....	54
Şekil 3.8 400°C’de sinterlenen, saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü. ....	55
Şekil 3.9 400°C’de sinterlenen, saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü. ....	55
Şekil 3.10 450°C’de sinterlenen, saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü. ....	56
Şekil 3.11 450°C’de sinterlenen, saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü. ....	56
Şekil 3.12 450°C’de sinterlenen, saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü. ....	56
Şekil 3.13 500°C’de sinterlenen, saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü. ....	57
Şekil 3.14 500°C’de sinterlenen, saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü. ....	57
Şekil 3.15 500°C’de sinterlenen, saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü. ....	58
Şekil 3.16 Saf titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri: a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C .....	60
Şekil 3.17 Saf titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri: a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C .....	62
Şekil 3.18 400°C’de sinterlenen, demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	63
Şekil 3.19 400°C’de sinterlenen, demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	63
Şekil 3.20 400°C’de sinterlenen, demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	63
Şekil 3.21 450°C’de sinterlenen, demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	64
Şekil 3.22 450°C’de sinterlenen, demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile	

kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	64
Şekil 3.23 450°C’de sinterlenen, demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	64
Şekil 3.24 500°C’de sinterlenen, demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	65
Şekil 3.25 500°C’de sinterlenen, demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	65
Şekil 3.26 500°C’de sinterlenen, demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	65
Şekil 3.27 Demir katkılı titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C .....	67
Şekil 3.28 Demir katkılı titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C .....	69
Şekil 3.29 400°C’de sinterlenen, krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	70
Şekil 3.30 400°C’de sinterlenen, krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	70
Şekil 3.31 400°C’de sinterlenen, krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	70
Şekil 3.32 450°C’de sinterlenen, krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	71
Şekil 3.33 450°C’de sinterlenen, krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	71
Şekil 3.34 450°C’de sinterlenen, krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	71
Şekil 3.35 500°C’de sinterlenen, krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	72
Şekil 3.36 500°C’de sinterlenen, krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	72
Şekil 3.37 500°C’de sinterlenen, krom katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.....	72
Şekil 3.38 Krom katkılı titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin hava yüzeylerinin temas	

açısı ölçüm grafikleri	a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C .....	74
Şekil 3.39 Krom katkılı titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin kalay yüzeylerinin temas		
açısı ölçüm grafikleri	a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C .....	76
Şekil 3.40 Saf titanyum ile kaplanan 300°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz		
kalan numunelerin 550 nm’de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği .....		78
Şekil 3.41 Saf titanyum ile kaplanan 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz		
kalan numunelerin 550 nm’de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği .....		79
Şekil 3.42 Saf titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz		
kalan numunelerin 550 nm’de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği .....		81
Şekil 3.43 Demir katkılı titanyum çözeltisi ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat		
UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550nm’de ölçülen absorpsiyon		
değerlerinin grafiği.....		83
Şekil 3.44 Demir ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta		
sinterlenen numunelerin, 300nm-800nm arasında ölçülen absorpsiyon		
değerlerinin grafiği.....		83
Şekil 3.45 Krom katkılı titanyum çözeltisi ile kaplanan 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 3 saat		
UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550nm’de ölçülen absorpsiyon		
değerlerinin grafiği.....		85
Şekil 3.46 Krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta		
sinterlenen, 3 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm		
arasındaki absorpsiyon değerlerinin grafiği.....		85
Şekil 3.47 Krom katkılı titanyum çözeltisi ile kaplanan 450°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat		
UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550nm’de ölçülen absorpsiyon		
değerlerinin grafiği.....		87
Şekil 3.48 Krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 450°C sıcaklıkta		
sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm		
arasındaki absorpsiyon değerlerinin grafiği.....		87
Şekil 3.49 Krom katkılı titanyum çözeltisi ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat		
UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550nm’de ölçülen absorpsiyon		
değerlerinin grafiği.....		89
Şekil 3.50 Krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta		
sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm		

	arasındaki absorpsiyon değerlerinin grafiği.....	89
Şekil 3.51	Saf Titanya, demir katkılı titanya ve krom katkılı titanya ile kaplanmış,500°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerin, 5 saat süre ile UV ışınımına maruz kalmaları sonucu elde edilen absorpsiyon grafiği.....	90
Şekil 3.52	Demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin, 550nm’de ölçülen yansıtma değerlerinin kıyaslama grafiği.....	92
Şekil 3.53	Demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.....	92
Şekil 3.54	Demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.....	93
Şekil 3.55	Demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 550nm’de ölçülen yansıtma değerleri kıyaslama grafiği.....	95
Şekil 3.56	Demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.....	95
Şekil 3.57	Demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.....	96
Şekil 3.58	Demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 550nm’de ölçülen yansıtma değerlerinin kıyaslama grafiği.....	98
Şekil 3.59	Demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.....	98
Şekil 3.60	Demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri.....	99
Şekil 3.61	Demir Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 500°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.....	101
Şekil 3.62	Demir Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 600°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.....	102
Şekil 3.63	Demir Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 700°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.....	102
Şekil 3.64	Demir Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 800°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.....	103
Şekil 3.65	Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 500°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.....	103
Şekil 3.66	Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 600°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.....	104
Şekil 3.67	Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 700°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.....	104
Şekil 3.68	Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 800°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.....	105
Şekil 3.69	Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 900°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.....	105

## ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 1.1 Titanyum dioksitin bazı fiziksel özellikleri (Wilson vd., 1988), (Strimple, Beals 1963). .....	16
Çizelge 2.1 Çözeltinin Bileşim Aralığı. ....	38
Çizelge 3.1 Saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları .....	48
Çizelge 3.2 Saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları .....	49
Çizelge 3.3 Demir Katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları .....	50
Çizelge 3.4 Demir katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları .....	51
Çizelge 3.5 Krom Katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları .....	52
Çizelge 3.6 Krom Katkılı TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları .....	53
Çizelge 3.7 Saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları.....	59
Çizelge 3.8 Saf TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları.....	61
Çizelge 3.9 Demir ile katkılandırılmış TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları. ....	66
Çizelge 3.10 Demir ile katkılandırılmış TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları. ....	68
Çizelge 3.11 Krom ile katkılandırılmış TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları .....	73
Çizelge 3.12 Krom ile katkılandırılmış TiO <sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları. ....	75
Çizelge 3.13 Saf titanyum ile kaplanan 300°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin absorpsiyon değerleri .....	77
Çizelge 3.14 Saf titanyum ile kaplanan 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin absorpsiyon değerleri .....	78

Çizelge 3.15 Saf titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin absorpsiyon değerleri .....	80
Çizelge 3.16 Demir katkılı titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin absorpsiyon değerleri .....	82
Çizelge 3.17 Krom katkılı titanyum ile kaplanan 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 3 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin absorpsiyon değerleri .....	84
Çizelge 3.18 Krom katkılı titanyum ile kaplanan 450°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin absorpsiyon değerleri .....	86
Çizelge 3.19 Krom katkılı titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin absorpsiyon değerleri .....	88
Çizelge 3.20 Demir katkılı, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin yansıtma değerleri .....	91
Çizelge 3.21 Demir katkılı, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin yansıtma değerleri .....	94
Çizelge 3.22 Demir katkılı, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin yansıtma değerleri .....	97
Çizelge 3.23 Yapışma testi kıyaslama tablosu .....	100

## ÖNSÖZ

Titanyum dioksit gibi yarı iletken bazlı fotoduyarlı malzemeler fotokatalist olarak büyük ilgi uyandırmıştır. Bu tez çalışmasında titanyum dioksit bazlı sol-jel kaplamalara farklı iki katkı malzemesi ilave edilerek titanyum fotokatalistinin üzerindeki etkisi incelenmiştir.

Bu tez çalışmasının hazırlanmasında destek ve yardımlarından dolayı tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Müzeyyen Marşoğlu'na teşekkür ederim. Çalışma süresince bana yön veren ve TÜBİTAK MAM Malzeme Enstitüsü Sol-Jel laboratuvarını kullanma imkanı sunan ikinci tez danışmanım Sayın Doç. Dr. Volkan Günay'a, desteğini ve yardımını esirgemeyen, tecrübelerini her zaman paylaşan Sayın Gamze Gül Avcı'ya teşekkür ederim. Yardımlarından dolayı Sayın Ceyda Koyuncu'ya ve tüm TÜBİTAK MAM Malzeme Enstitüsü Sol-Jel Labratuvarı çalışanlarına teşekkür ederim. Tez çalışması süresince Şişecam Cam Araştırma Merkezi'nin imkanlarını açan Araştırma ve Teknoloji Müdür Yardımcısı Sayın Dr. Yıldırım Teoman'a, Araştırma ve Mühendislik Müdürü Sayın Jülide Bayram'a, Araştırma ve Mühendislik Müdür Yardımcısı Sayın Hande Sengel'e, Projeler Müdürü Sayın Gülçin Albayrak'a, Analitik Destek Hizmetleri Müdürü Sayın Dr. Eşref Aydın'a, Sayın Fehiman Akmaz'a, Sayın Dr. Hakan Sesigür'e teşekkürü bir borç bilirim. Tüm tez çalışması boyunca arkadaşlıklarını, yardımlarını ve desteklerini hep yanımda hissettiğim, Dr. Refika Budakoğlu'na, Arca İyiel'e, Aslı Karaman'a, Anıl Özen'e, Ayşe Kanlı'ya, Necla Kızır'a, Hilal Karabıyık'a, Burak İzmirlioğlu'na ve tüm Şişecam Cam Araştırma Merkezi çalışanlarına teşekkür ederim. Bana destek veren Dr. Tuba Karahan'a, Betül Karahan'a ve Sezin Yıldırım'a teşekkür ederim. Beni daima yüreklendiren Sevgili Zeynep Zervent'e teşekkür ederim. Desteğini yanımda hissettiğim Togay Kılıçoğlu'na ve her zaman yanımda olan; canım annem Ayten Kılıçoğlu'na çok teşekkür ederim.

## ÖZET

Nanoteknolojinin amacı, üstün elektriksel, mekanik, kimyasal, ısı, optik vb. özelliklere sahip malzemeler ve sistemler geliştirmektir. Sol-Jel tekniğiyle böyle malzemeler kolaylıkla üretilebilmektedir.

Titanyum dioksit ( $\text{TiO}_2$ ) yarıiletken, ışık enerjisiyle kimyasal olarak aktif bir malzemedir.  $\text{TiO}_2$ 'in fotoaktivitesi, onunla temas eden organik malzemeleri parçalamaya yöneliktir. Fotokatalist özelliği olan  $\text{TiO}_2$ , kir, çevre kirliliği, zehirli kimyasallar, sigara, bakteri vb. malzemelerin parçalanmasını sağlar.

Bu tezde, fotokatalitik etkili  $\text{TiO}_2$  sol-jel tekniği kullanılarak düz camlara kaplanmıştır. Titanyuma yapılan demir ve krom katkılarıyla fotokatalitik etki incelenmiştir.

Saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisiyle, %1 Demir ve %1 Krom katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisiyle kaplanmış,  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  ve  $500^\circ\text{C}$  sıcaklıklarda bir saat süreyle sinterlenmiş cam numunelerin hava ve kalay yüzeyine yapılan kaplama kalınlığı ölçümlerinde, artan çekme hızıyla kaplama kalınlığının arttığı gözlenmiştir.

%1 Demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisiyle kaplanmış,  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  ve  $500^\circ\text{C}$  sıcaklıklarda bir saat süreyle sinterlenmiş cam numunelerin hava ve kalay yüzeyindeki temas açısı ölçüm değerleri, saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ve %1 Krom katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisiyle kaplanmış numunelerin hava ve kalay yüzeyine yapılan temas açısı ölçüm değerlerine göre daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir.

Farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerdeki absorpsiyon ölçümlerinde, en düşük absorpsiyon değerine %1 Krom katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisiyle kaplanmış,  $400^\circ\text{C}$ 'de sinterlenmiş numunelerde ulaşılmıştır. Fotokatalitik özelliklerde Cr katkısının bu özelliği arttırdığı, Fe katkısının saf  $\text{TiO}_2$ 'den çok farklı olmadığı gözlenmiştir.

Numune yüzeylerine yapışma testi uygulandığında; kolay çizilemediği, kaplamanın genel olarak %5'ten fazla etkilenmediği görülmüştür.

Saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisinin jeline yapılan XRD analizinde, kararlı rutil fazı oluşumu  $900^\circ\text{C}$ 'de, %1 Demir ve %1 Krom katkılılarda  $600^\circ\text{C}$ 'de başlamıştır. %1 Demir katkılı numuneler  $700^\circ\text{C}$ 'de, %1 Krom katkılı numuneler  $800^\circ\text{C}$ 'de tamamen kararlı rutil faza dönüşmüştür.

## ABSTRACT

Nanotechnology aims to develop the materials which have a superior electrical, mechanical, chemical, heat, optical properties. Sol-gel technic is an application that can easily be used for these type of materials.

Titanium dioxide ( $\text{TiO}_2$ ) is a semiconductor material. It is chemically activated by light energy. The photoactivity of titanium dioxide tends to decompose the organic materials that come into contact.  $\text{TiO}_2$ , as a photocatalyst decompose dirt, toxic chemicals, smoke residue, bacteria etc. materials.

In this thesis study, photocatalytic titania coated on float glass by sol-gel technic. Additionally, its photocatalytic effect is observed with ferro and cromium doped titania.

It is observed that film thicknesses of air and tin surfaces of glass samples which were tempered at  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  and  $500^\circ\text{C}$  for 1 hour after coated by pure  $\text{TiO}_2$  solution, 1% Fe-doped  $\text{TiO}_2$  solution and 1% Cr doped  $\text{TiO}_2$  solution was increased with velocity of withdraw.

It is seen that contact angle measurement values of air and tin surfaces of glass samples which were tempered at  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  and  $500^\circ\text{C}$  for 1 hour after coated by 1% Fe-doped  $\text{TiO}_2$  solution are higher than the contact angle measurement values of air and tin surfaces of glass samples coated by pure  $\text{TiO}_2$  and 1% Cr-doped  $\text{TiO}_2$  solution.

In the absorption measurements of coated samples at different temperatures, minimum absorption value has eventuated at the samples coated by 1% Cr-doped  $\text{TiO}_2$  solution and tempered at  $400^\circ\text{C}$ . Cr doping increases photocatalytic properties. Although Cr-doping increases the photocatalytic properties, Fe-doping is seen that it is no more different than pure  $\text{TiO}_2$ .

Scratch cutter testof all the samples demonstrate that the samples aren't scratched easily and generally the film is not effected more than 5%.

XRD analysis of pure  $\text{TiO}_2$  solution gel determines that stable rutile phase occured at  $900^\circ\text{C}$ , in the 1% Fe and 1% Cr doped it is started at  $600^\circ\text{C}$ . Complete transformation to stable rutile phase existed at  $700^\circ\text{C}$  with 1% Fe doped samples and at  $800^\circ\text{C}$  with 1% Cr doped samples.

## 1. GİRİŞ

İnce filmler, tek atomların bir altlık üzerine çökeltilmesi ile meydana gelmiştir. İnce filmler yarım asırdan uzun süredir elektronik cihazların yapımında, optik kaplamalarda ve dekoratif parçalarda kullanılmaktadır (Wasa vd., 2004).

Titanyum dioksit ( $TiO_2$ ), ince film uygulamaları için nadir özelliklere sahiptir. Optik kaplamalar için mükemmel optik geçirgenliği, yüksek kırılma indisi ve kimyasal kararlılığa sahiptir (Wang vd., 1998). Titanyum dioksit, yüzey kaplama endüstrisinde yaygın bir şekilde kullanılan bir pigmenttir. Titanyum yer kabuğunda geniş çapta dağılımı olmasına ve en bol olan dokuzuncu element olmasına rağmen, 1791'e kadar keşfedilmemiştir.

Saf titanyum dioksit renksiz bir kristalin katıdır. Periyodik tablonun 6. Grubundaki *d* blok elementlerinin diğer dioksitleri gibi kararlıdır, kolay buharlaşmaz ve erimez. Amfoterdir fakat temel özellikler açısından daha çok asidiktir. Titanyum dioksit; rutil, anataz ve brukit olarak üç kristal formda bulunur (Wilson vd., 1988). Temel volkanik kayaların yaygın bir minerali olan  $TiO_2$ , endüstriyel amaç için başta ilmenit ( $FeTiO_3$ )'den imal edilmiştir. Bu işlemde ilmenit, sülfürik asitle liç edilmiştir ve hidroksit sonradan kalsine edilmiş  $TiO_2$  çözeltisinden çöktürülmüştür. Titanyumca zengin cüruf  $TiO_2$  üretimi için hammadde olarak kullanılabilir. Ticari olarak elde edilebilen  $TiO_2$ 'nin büyük bir kısmı yüksek verimli beyaz pigmenttir. (Hlavac,1983). Fakat sadece rutil ve anataz formlarının ticari uygulaması bulunmaktadır (Wilson vd., 1988).

Çizelge 1.1 Titanyum dioksitin bazı fiziksel özellikleri (Wilson vd., 1988), (Strimple, Beals 1963).

Özellik	Rutil	Anataz
Kristal Yapı	Tetragonal	Tetragonal
Yoğunluk ( $g/cm^3$ )	4.23	3.9
Kırılma İndisi	2.6-2.9	2.50
Sertlik (Mohs Skalası)	7-7.5	5.5-6.0

Çizelge 1.1'de titanyum dioksit ile ilgili bazı fiziksel özellikler verilmiştir. Rutil ve anataz; tetragonal yapıda ve kimyasal olarak aynı olmalarına rağmen, X-ışını ile ayırt edilebilirler. Rutil kristali daha kompaktır ve bunun sonucu olarak anataz kristalinden önemli farklılıklar gösterir. Özellikle yüksek kırılma indisine ve yüksek yoğunluğa sahiptir. Ayrıca daha

kararlıdır. 1825°C'de ergir. Anatazin ise spesifik ergime noktası yoktur, ergime noktasına ulaşmadan önce rutile dönüşür ve geri dönüşü olmaz. (Wilson vd., 1988). Rutil, anatazdan kayma mekanizması ile oluşur (Gouma ve Mills, 2001). Değişim sırasıyla şu şekilde olur:



TiO<sub>2</sub>, anataz tetragonalı, ortorombik brukit, rutil tetragonal ve yüksek-basınç ortorombik TiO<sub>2</sub> modifikasyonu olmak üzere dört polimorfdan meydana gelmektedir. TiO<sub>2</sub> sadece rutil halde kararlıdır (Hlavac, 1983).

Rutil, anataz ve brukitten daha yaygındır. İnce kesitlerde rutil genellikle karakteristik kırmızı kahverengine sahiptir. Mineral tipik bir yüksek sıcaklık ürünüdür. Gnays ve şistlerde yayılmıştır ve hem kayaç içeriği hem de özellikle Alp Tipi diye adlandırılan damarlarda kristaller halinde bulunur. Rutilin mikroskobik iğne şekilli kristalleri yeniden oluşum ürünü olarak killer içinde yaygındır. Rutil dentritik kayaçlarda sık sık rastlanan ayrıca alüvyonları zenginleştiren bir mineraldir. Saf rutilde yaklaşık %98.96 TiO<sub>2</sub> ile birlikte % 0.78 ilmenit ve diğer bazı karışımlar bulunmaktadır.

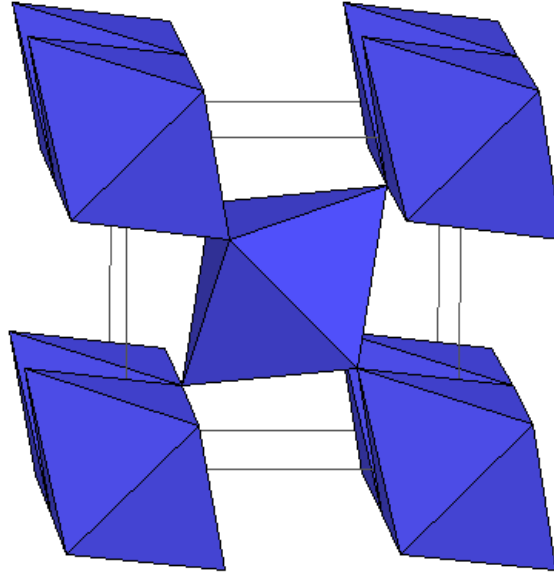
Anataz kristalleri dik piramit veya yassı şekillerdedir. Saydam, kırmızımsı ve sarımsı kahverenginde, kuvvetli saçılıma sahiptir. Saf anataz %99.75 TiO<sub>2</sub> içerir, geri kalanı ilmenittir. Brukit ve rutil ile polimorftur. Kırmızılaşımaya kadar ısıtıldığında ise rutile dönüşür. Anataz sık sık paramorfizm ile tamamıyla rutile dönüşmüş olarak bulunur. Anataz, brukit gibi tipik olarak damarlarda veya Alpin Tip diye adlandırılan gnays ve şistler içindeki çatlaklarda yer alır. Bu yataklardaki TiO<sub>2</sub>, yan kayacın içinden geçen hidrotermal sular ile yıkanarak ayrılması sonucu türemiştir.

Brukit, tipik olarak ve sık sık, ince kristaller halinde şistlerdeki damarlarda bulunur. Bunlar Alpin tipi olarak anılır ve buralarda anatas, sfen, adularia, kuars, rutil, hematit, albit, muskovit, kalsit, klorit ile birlikte bulunur. Gevrek, kahverenginin çeşitli tonlarında ve siyah renktedir. Yarı saydamdır, %98.78 TiO<sub>2</sub> ile %1.43 ilmenit içerir. Rutil ve anataz'ın polimorfudur. Kor haline gelene kadar ısıtıldığında rutil'e dönüşür (Kumbasar ve Aykor, 1993).

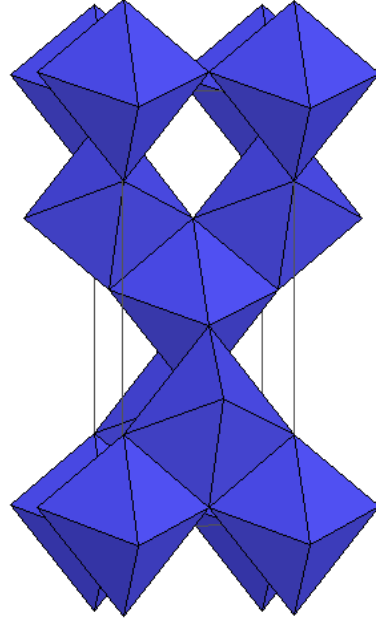
Anataz pigmentlerinin özel uygulamalarda kullanılabilmesine karşın rutil pigmentleri, yüksek kararlılık ve yüksek opaklık nedeni ile genellikle anataza tercih edilir (Wilson vd., 1988). Rutil, yüksek dayanıklılık gösteren çelik imalinde kullanılan ferrotitanyum kaynağıdır. Seramik imali, kahverengi boya, radyo dedektörü, titanyum beyazının yapımında kullanılır

(Kumbasar ve Aykor, 1993). Anataz, kendini temizleyen boyalarda ve özel mürekkeplerde kullanılır (Wilson vd., 1988).

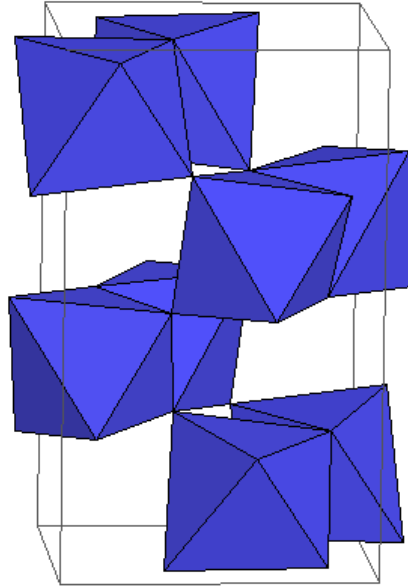
Titanyum dioksitin ortorombik modifikasyonu sadece özel hidrotermal şartlar altında ve/veya tanımlanmış sodyum miktarının varlığında ince filmlerde oluşur. Soda-kireç camlarında bu yapı sol-jel metoduyla üretilebilir. Her iki modifikasyon da altı oksijen atomu ile oktahedral olarak çevrenmiş olan titanyum atomlarıyla tetrahedraldir. İki modifikasyon arasındaki farklılıklar latis sabitlerindeki farklılıklara bağlıdır (Anderson vd., 1997). Rutilin latis sabitlerinden  $a=4.59 \text{ \AA}$ ,  $c=2.96 \text{ \AA}$  iken anatazda  $a=3.79 \text{ \AA}$  ve  $c=9.51 \text{ \AA}$ 'dur. Brukitte ise  $a=5.43 \text{ \AA}$ ,  $b=9.16 \text{ \AA}$  ve  $c=5.13 \text{ \AA}$  olmaktadır (Kumbasar ve Aykor, 1993). Rutil, Anataz ve Brukitin kristal yapıları sırasıyla Şekil 1.1, Şekil 1.2 ve Şekil 1.3'te gösterilmiştir (1).



Şekil 1.1 Titanyanın Rutil Kristal Yapısı (1)



Şekil 1.2 Titanyanın Anataz Kristal Yapısı (1)



Şekil 1.3 Titanyanın Brukit Kristal Yapısı (1)

### 1.1 Kaplama Çeşitleri ve Özellikleri

Oksitler ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Zn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ) uygulamalarda karşılaşılabilecek termal ve kimyasal yüklemelere karşı mukavemetli sert kaplamaların yapımında kullanılmaktadır. Katkı malzemelerinin ilavesi veya karıştırma, özelliklerin gelişmesini sağlar (Danizielzik vd.,1997).

Günümüzde cam pek çok yapıda ve bina dışı kaplamalarda kullanılmaktadır. Yeni enerji yöntemi teknikleri bu tür binalarda özellikle pencerelerde enerji kaybını minimumda tutacak malzeme talebi içerisinde dirler (Hussman, 1997). Yansıtıcı film kaplamanın en önemli uygulaması bina içine güneş ışığı ve ısı yayılımını engelleyen pencere camı hazırlanmasıdır (Sakka, 1996). Pek çok yüksek bina ısıtma ya da soğutma amaçlı olarak ve temiz hava girişi için klimalarla donatılmıştır. Bu noktada pencereler gibi ısı yalıtımı, iyi ışık geçirgenliği ve güneşi filtre edici özellikler göstermektedir. Pek çok pencere iki veya daha fazla camdan oluşmakta ve böylelikle iyi bir yalıtım sağlanmaktadır.

Bu cam panolar içten dışa doğru numaralandırılır. Genellikle birinci ve/veya ikinci cam ince birer katmanla kaplanmıştır. Bu katman güneşin radyasyonunu ya yansıtarak ya da dizayn kriterleri çerçevesinde bir kısmını absorbe eder. Absorbe edilen radyasyon ısıya dönüşür ve binanın iç ve dış kısmındaki hareketinden dolayı binayı ısıtır. Isıl yalıtım özelliklerinin artırılması amacıyla ikinci ve üçüncü yüzeylerde ısı transfer katsayısı düşürülür. Isı transferinin daha da azaltılması iki cam arasına havadan daha düşük ısı yalıtım özelliği olan argon, kripton ve xenon gibi gazların doldurulmasıyla sağlanabilir.

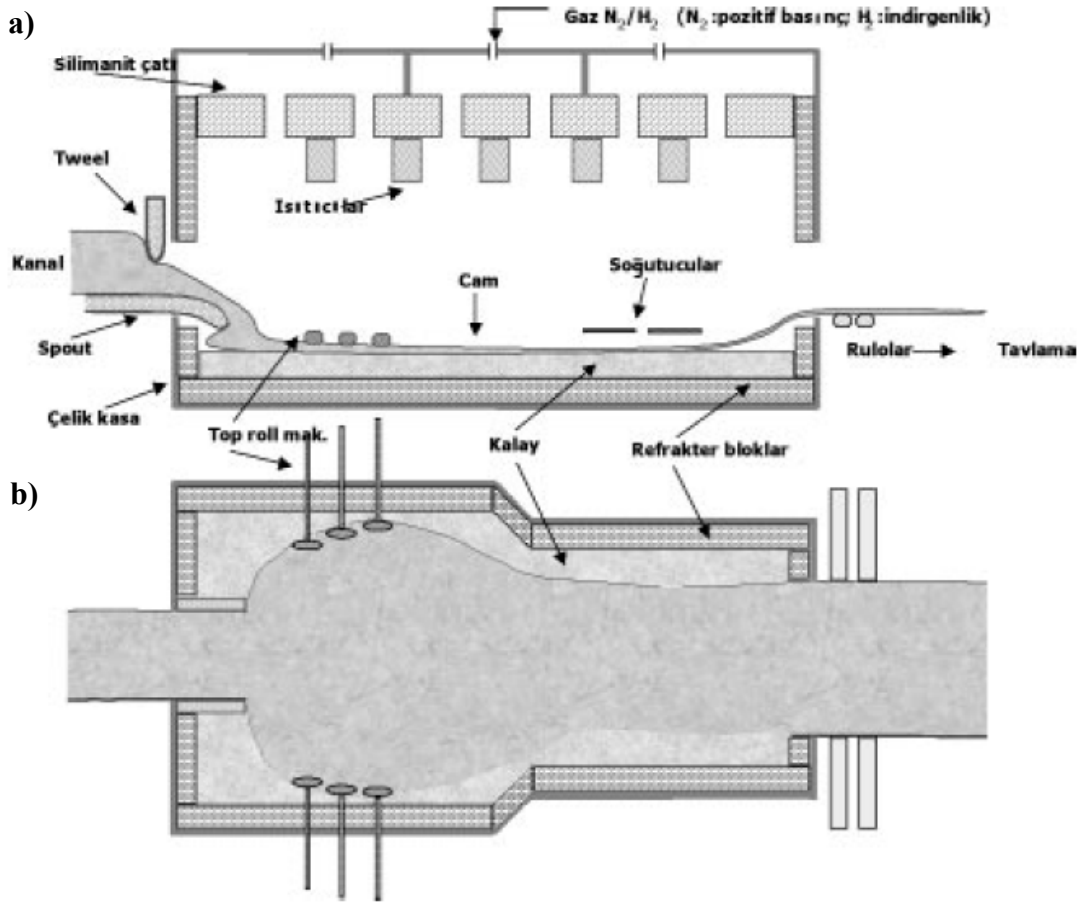
Birinci, ikinci veya üçüncü camdaki kaplama çeşidi güneş radyasyonunun farklı spektrum bölgelerine denk gelecek şekilde seçilerek farklı etkileşimlerin olması sağlanabilir. Diğer bir deyişle görünür bölgede ultraviyole alanda oluşan yansıma, taşınma ve soğurma ile kızılötesi bölgedeki spektrum birbirinden farklı olabilir. DIN 67567'de ise bu bileşenler arasındaki bağlantıları tanımlanmaktadır. Benzer bir şekilde Avrupa Standartlar Enstitüsü (CEN) bu konuda EN410 koduyla benzer bir standart duyurmuştur. 1969'dan beri Schott ticari olarak Calorex® adı altında (Inox) olan güneşten koruyucu camların üretimini yapmaktadır. Cam panolar her iki yüzeyi de  $\text{TiO}_2$  ile (genellikle birinci ve ikinci camlar yalıtıcı camlar olarak kabul edildiğinde) sol-jel yöntemi kullanılarak daldırma yöntemi ile kaplanmaktadır.  $\text{TiO}_2$ 'nin yüksek kırılma indisi malzemedeki yüksek yansıtma kabiliyetini ortaya çıkarmaktadır.  $\text{TiO}_2$  katmanlarının içine ince bir şekilde yayılmış paladyum (Pd) parçacıkları ilave edilerek absorplama özelliği kontrol edilebilir. Işığın dalga boyundan daha küçük olan bu parçacıklar herhangi bir yayılmaya neden olmaz (Hussmann, 1997). Güneş yansıtıcı camlardan olan

IROX<sup>®</sup>'da da camın her iki tarafına TiO<sub>2</sub> kaplanmıştır. IROX<sup>®</sup>'un en önemli avantajı; geçirme ve yansıtma rengin aynen korunmasıdır (Dislich H., 1984). Kaplamalar farklı renklerde yapılabilir (Hussmann, 1997).

## 1.2 Düzcam Üretiminde Kalay Banyosu

Endüstriyel üretim alanlarında kullanılan teknolojiler içinde bugün hala en büyük keşiflerden birisi olarak kabul edilen yüzdürme (float) cam üretim teknolojisi kullanılarak, düz cam üretiminde yüksek kaliteye (özellikle optik kaliteye) ulaşılmıştır. Diğer birçok cam üretim süreçlerinde uygulanan ergitme ve rafinasyon teknikleri yüzdürme üretim sürecinde de kullanılmakla birlikte; şekillendirme aşaması ergimiş camın bir metal eriyiği üzerinde yüzdürülmesi ile gerçekleştirildiği için bu tür düz cam üretimi yüzdürme (float) olarak adlandırılmaktadır. İlk kez Pilkington firmasından Alastair Pilkington 1952 yılında camın ergimiş bir metal üzerinde kaydırılması düşüncesini ortaya atmış, ancak bu düşüncenin pratiğe dönüşerek bir ürün haline gelmesi 1959 yılında gerçekleşmiştir. Yüzdürme teknolojisi ile gerçekleştirilen düz cam üretimi, ergitme ve banyo olarak iki önemli prosesi içermektedir. Yüzdürme yöntemi ile cam üretiminde, diğer cam üretimlerinden farklı olarak çok yüksek kapasiteli ergitme fırınları kullanılmaktadır. Bu nedenle, ticari bir ürün olarak sahip olduğu önemin yanında, hem kullanılan teknolojiler hem de prosesin gerçekleştirilmesi bakımından, diğer cam üretimlerinden çok daha fazla stratejik öneme sahiptir. Bu nedenle, yüzdürme prosesinin geliştirilmesine, kaliteli üretimin artırılmasına ve maliyetlerinin düşürülmesine yönelik bilimsel ve teknolojik çalışmalar artarak devam etmektedir. Ancak bu çalışmaların büyük bir bölümü, ergitme prosesinin gerçekleştirildiği fırın teknolojileri ile ilgilidir.

Float camın şekillendirildiği kalay banyosu, dış çevresi metal bir kılıf şeklinde olan, iç kısmı tamamen refrakter ile örülmüş, içinde ergimiş kalay bulunan ve dış atmosfere kapalı bir havuz biçimindedir. Fırın bölümünde ergitilmiş, habbelerinden arındırılmış ve homojen hale getirilmiş cam kalay banyosuna girdikten sonra, çeşitli operasyonların sonucunda istenilen boyutlarda (kalınlık ve en) bir ürün olarak tavlama fırınına aktarılır. Şekil 1.4a ve 1.4b kalay banyosunun yapısını şematik olarak göstermektedir. Tipik bir kalay banyosu, geniş kısım, omuz bölgesi ve dar kısım olmak üzere 3 ana bölümden oluşur. Şekil 1.4a'da görüldüğü gibi, ergimiş fırının dinlendirme bölümünden sonra bir kanaldan geçerek kalay banyosuna dökülür (Oran, 2003).



Şekil 1.4 Kalay banyosunun yapısı: a) Yandan görünüm b) Üstten görünüm (Oran, 2003).

Kalay banyosuna giren ergimiş camın şekillendirilerek istenilen boyutlarda (en/kalınlık) bir cam şeride dönüştürülmesi, banyo içinde ergimiş kalaydan banyo atmosferine kadar birçok parametrenin etkilediği bir proses sonucunda olmaktadır. Ergimiş camın bir sıvı üzerinde yüzdürülerek şekillendirilmesi düşüncesi ilk olarak ortaya atıldığında, bu sıvının hangi özelliklere sahip olması gerektiği sorusunun da cevabı araştırılmıştır. En temel özellikler olarak; ergimiş camın batmadan üzerinde yüzebileceği, ergime ve kaynama sıcaklıklarının camın sıcaklık şartlarına uygun olacağı, cam ile kimyasal reaksiyona girmeyecek ve kolay bulunabilecek bir sıvı olması gerekmektedir. Kalay, bütün bu özelliklere uyan tek sıvı olması bakımından, float banyosunda camı taşıyan sıvı olarak kullanılmaktadır. Çünkü kalayın yoğunluğu camın yoğunluğuna göre çok yüksektir (~3 kat:  $7.3/2.3 \text{ kg/m}^3$ ). Banyo içinde camın sıcaklığı  $\sim 600^\circ\text{C}$ 'ye kadar düşmektedir. Bu nedenle kalayın bu sıcaklığa kadar eriyik halde bulunması gerekmektedir. Ergime noktası  $232^\circ\text{C}$  olan kalay,  $2623^\circ\text{C}$  ye kadar da eriyik halde bulunmaktadır. Kalayın kaynama noktası da banyodaki camın en yüksek sıcaklığından ( $1050^\circ\text{C}$ ) daha yüksek değerdedir. Float üretiminde, banyo hataları arasında yer alan ve kalay kaynaklı olan bazı hatalar olmakla birlikte, kalayın cam ile kimyasal reaksiyonu minimum

düzeydedir. Difüzyon yolu ile cama geçen kalay nedeni ile oluşan kalay miktarındaki azalma da oldukça azdır (20 gr/toncam). Dolayısıyla, kolay bulunabilirliği de düşünüldüğünde, kalayın en uygun madde olduğu görülmektedir. Karbon malzemedan yapılmış belirli boyutlara ve geometriye sahip bariyerler de banyonun çeşitli yerlerinde, ergimiş kalay içinde bulunmaktadır.

Banyo içinde ergimiş kalay üzerinde dökülen ergimiş camın şekillendirilerek istenilen ölçülerde bir şerit haline dönüşmesi, camın doğal yayılması ve cama dışarıdan uygulanan kuvvetlerin etkisi sonucu iki aşamada gerçekleşmektedir. Herhangi bir ortamda bir sıvının üzerine yoğunluğu daha az olan başka bir sıvı döküldüğünde, yoğunluğu az olan sıvı ağır sıvı üzerinde belirli bir denge kalınlığına ulaşınca kadar yığılır ve bu denge kalınlığından sonra yoğunluğu az olan sıvı alttaki sıvı üzerinde yayılmaya başlar. Az yoğun sıvı bu denge kalınlığından ne daha önce ne de daha sonra yayılma hareketine başlayabilir ve yayılma alanının sonsuz olduğu varsayıldığında, az yoğun sıvının dökülmeye devam etmesi onun sadece yayıldığı alanın genişlemesine neden olur. Bu denge kalınlığı, her iki sıvı ve havanın birbirlerine karşı oluşturdukları yüzey gerilimi kuvvetlerinin bir sonucu olup; kalay-cam-hava üçlüsü için bu kalınlık değeri 6.8 mm dir. Cam şeridin şekillendirilmesinin ikinci aşaması ise, cama dışardan uygulanan germe/büzme ve çekme kuvvetleri ile gerçekleşmektedir. İşte bu ikinci aşamada cama dışardan uygulanan kuvvetlerin niteliği, ticari anlamda istenilen boyutlarda (kalınlık/en) float camın üretilmesini sağlamaktadır (Oran, 2003).

Kalay banyosundan kaynaklanan difüzyon, float camın alt tarafındaki yakın yüzeyde çok miktarda kalayın yer almasıyla sonuçlanmaktadır. Yüzeyin fiziksel özelliklerinde önemli değişikliklere yol açmaktadır. Float camının kalaylı tarafının yüzey kompozisyonu XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) ile incelenmiş ve yüzey kırılma indisi ile viskozitesini artıracak biçimde yakın yüzeyde büyük oranlarda kalay bulunduğu tespit edilmiştir (Özcan, 2000).

### 1.3 Sol-Jel Yöntemi

Sol- jel yöntemi 145 yıl önce çözelti içerisinde koloidal faz üzerinden, seramik veya cam gibi inorganik polimerlerin sentezinde kullanılan kimyasal bir kural olarak tanımlanmıştır (Kaşlılar, 2002). Sol-jel prosesi yeni ve değişik özelliklerde camların yapılmasına imkan vermektedir. Özellikle erime sıcaklıkları çok yüksek olan cam türleri ile soğuma sırasında kristallenme ve faz ayırımı gösteren cam türleri, düşük sıcaklıklarda sol-jel prosesi ile üretilmektedir (Sengel, 1992). Sol-jel yöntemi, seramik tozları, cam, katalizör ve membran yapımı, kaplamalar, fiberler için kullanılmaktadır. Sol-jel yöntemi prensipte basit

bir teknolojidir. Malzemelerin moleküler düzeydeki karışımını esas alır (Sevinçtav Tarar ve Günay, 1994).

Sol-jel teknolojisinin en önemli özelliği, kimyasal reaksiyonların doğasını ve kinetiğini kontrol ederek malzemelerin temel yapısını etkileyebilme kapasitesine sahip olmasıdır. Bu özellik sayesinde yeni malzemelerin üretimi, tek moleküler ve poroziteli morfolojilerin dizaynı, yüksek sıcaklık reaksiyonlarının oluşumu ve malzeme özelliklerinin değiştirilmesi mümkün olmuştur. Değişimler, cam ve seramik malzemelerde sinterleme, kristalizasyon ve viskozite gibi tamamı ile termodinamiğe bağımlı yüksek sıcaklık özelliklerini içerir.

Sol-jel prosesinin kronolojik gelişimi üç aşamada anlatılabilir:

- Başlangıç malzemeleri olarak kolloidlerin ve metal-organik bileşiklerin kullanımı,
- Jellerden monolitik malzemelerin oluşumu,
- Moleküler yapısal değişiklikler ile malzeme özelliklerinin değişimi şeklindedir.

En son aşama, aşağıdaki avantajları sağladığı için en önemli gelişmedir;

- Yüksek sıcaklık reaksiyonları olmadığından kararlı dengesiz malzemelerin oluşumu,
- Moleküler dizayn (morfolojide ve organik-inorganik polimerizasyonda),
- Yapıların düşük sıcaklıkta kararlılaştırılması,
- Nano-ölçekli kompozitler,
- Moleküler ve mikroporozitenin dizayn ve oluşumu, örneğin aerogeller,
- Oda sıcaklığında sıvı hal (optik ve elektronik kaplamalar için).

Cam ve seramiklerin özellikleri ve performansları mikroyapıya tamamı ile bağlıdır. Klasik termal proseslerde, termodinamik (zaman, sıcaklık), belli bir bileşim ve mikroyapı için belirleyici bir faktördür. Bu malzemelerin düşük sıcaklıklarda kimyasal polimerizasyon ile sentezi ayrıca ultrayapının kompozisyona bağlı olmayan modifikasyonuna neden olur (Yoldaş, 1993).

Sol-jel reaksiyonu su ya da organik çözücü ortamında yapılır. Etken parametrelerin kontrolü ile istenen özellikte ürün elde edilebilir. Sol-jel yöntemi nanometre (nm) büyüklüğünde makro molekülleri veya parçacıkları içeren kolloidal çözelti, yani sol üzerinden, iki fazlı jel konumuna geçmeyi içerir (Avcı, 1994).

Sol-jel yönteminin pek çok avantaj ve dezavantajları vardır. Farklı kaplama tekniklerinin (daldırma, püskürtme, döndürme vb.) kullanılabilmesi, kaplama malzemesindeki kimyasal kontrolün kolay olması, film kalınlığının solüsyon kontrolü veya tekrarlı kaplamalarla kolay ayarlanabilmesi, normal atmosferde ve oda sıcaklığında yapılabilmesi, pahalı ekipmanlar gerektirmemesi sol-jel yöntemine avantaj sağlamaktadır (Günay,1998).

Sol-jel yönteminde reaksiyonlar küçük hacimlerde yapılabilir. Düşük viskoziteli sıvılar karıştırıldığından moleküler düzeyde homojen karışımlar kısa zamanda elde edilebilir. Çözeltideki karışımın çok iyi olması, jelin de oluşumunu etkiler. Mineraller yerine sentetik kimyasalların kullanımı yüksek saflıkta ürünler oluşmasını sağlar. Bu şekilde oluşturulan jele ısı işlem uygulandığında kimyasal reaksiyon daha kolay yürür ve daha düşük sıcaklıkta gerçekleşir. Düşük sıcaklıklarda oluşan reaksiyonların buharlaşma kayıpları az olur ve yüksek sıcaklıklarda görülen faz değişimleri önlenir. Sıvı fazda kimyasalların kullanımı ince film ve fiberlerin hazırlanmasına imkan tanır.

Sol-jel yönteminde reaksiyonlar sonucu oluşan jelin gözenekli olması (Kaşlılar, 2002), hammaddelerinin pahalılığı, süreç süresinin uzunluğu, çözeltiyi jelleşme gelişimi sürecine bağlı olarak sabit viskozitede tutmadaki zorluklar (Mackenzie, 1982) yöntemin dezavantajlarından sayılabilir. Ayrıca jelin kuruması ile beraber oluşan büzülme de yöntemin dezavantajlarından biridir.

Kolloidal sol ve alkoksit yöntemi olmak üzere iki önemli sol-jel yöntemi vardır. Kolloidal yöntemde kolloid olarak kullanılan partiküller 500 nm ve daha altındaki boyutlara sahip partiküllerdir. Maksimum boyutları ışığın dalga boyuna eşit olan bu partiküller optik mikroskopta görülmezler.

Alkoksit yöntemi ise alkoksitlerin kimyasına dayanmaktadır. Metal alkoksitler, organik solventlerdeki çözünürlük, kolay saflaştırılabilir ve kolay hidroliz sonucu saf oksitlerin hazırlanabilmesi nedeni ile sol-jel yöntemi ile üretilen malzemelerin önemli başlangıç maddeleri olmuşlardır (Kaşlılar, 2002). Sol-jel metodunda sol polimerizasyonunun ve metal alkoksit hidrolizinin kontrolü ile çözeltinin viskozitesi kontrol edilebilir (Negishi ve Takeuchi, 2001).

Alkoksitlerde metal, organik gruba oksijen atomu üzerinden bağlanmıştır. Genel formülleri  $M(OX)_n$  olarak gösterilebilen alkoksitler, alkoller, metal hidroksitler ve inorganik asitlerin türevleri olabilir. Metal alkoksit terimi alkolün hidroksil hidrojenin bir metal ile yer değiştirmesi sonucu elde edilen bileşikler için kullanılır. Alkoksit yönteminde, metal

alkoksitler önce kısmen hidroliz edilir:



R=Alkol

M= TiO<sub>2</sub>

daha sonra kondensasyon ya da polimerizasyon reaksiyonu ile kısmen hidroliz olmuş ürün M-O-M bağı oluşturur. Alkoksit yöntemi ile elde edilen sol-jel ürünleri içinde en önemlilerinden biri kaplamalardır.

Çözücü, ısı ve pH değeri gibi termodinamik parametrelerin hidroliz prosesi üzerine etkileri vardır. Ayrıca bileşiklerin ilave edilme sırası ya da suyun ilave hızı da etkili olur. Hidroliz hızı, sol ve jel özelliklerini etkileyen en önemli basamaktır. Kondensasyon, ROH ve H<sub>2</sub>O'nun hidroliz olmuş alkoksit grubu ile polimerizasyon reaksiyonudur (Avcı, 1994).

### 1.3.1 Sol-Jel Yönteminde Jel Oluşumu

Jeller; katı ve sıvı olmak üzere iki bileşenden oluşur. Jel, sıvısı çok fazla olan, katı ve sıvı faz arası bir sistemdir. Jelleşme olayı, kolloid taneciklerin şekilleriyle yakından ilgilidir. Jeli oluşturan moleküller, birbirlerine zayıf veya kuvvetli bağlarla tutunarak, aralarındaki boşluklarda sıvı bulunan çatı şeklinde dokular oluştururlar (Sevinçtav Tarar ve Günay, 1994). Jeller, mikron boyutunda birbirine bağlı olan gözeneklere sahip viskoelastik maddelerdir (Hench, 1997).

Metal alkoksitlerin hidroliz ve polikondensasyon reaksiyonları jel üretiminde kimyasal temeli oluşturur. Jel noktasında farklı polimer yapılarına, jelleşme esnasında hidroliz ve kondensasyon hızlarındaki farklar sebep olur (Günay, 1990). Jelleşme, çıkış çözeltilerinden başlayarak farklı yollardan kolloidal ya da polimerik jelin oluşmasıdır. Kolloidal jellerde, başlangıç çözeltisi ya da sol'un, elektrolitik veya sterik özellikleri jelin oluşumunda etkili olur. Polimerik jellerde ise reaksiyon hızı ve derecesi etkilidir. Kolloidal jeller, metalik tuz çözeltileri (klorür, nitrat, sülfat gibi) veya oksit/hidroksit sollarından oluşmaktadır.

Polimerik oksit jeller, metal alkoksitlerden elde edilir. Suyun katılması ile metal alkoksit hidroliz olur. Hidroliz ve kondensasyon tepkimelerinin kontrolü ile polimerik oksit ağ yapısı oluşur. Polimerik jel oluşturmak için, metal alkoksitler susuz organik çözücülerde çözülür ve stokiometrik miktardan daha az su kullanılarak kısmen hidroliz edilir. Su/alkoksit oranı, katalizör konsantrasyonu, seyreltme miktarı ayarlanarak lineer ya da zayıf çapraz bağlı

polimerler elde edilir (Avcı, 1994). Çözeltideki polimerler kondensasyon reaksiyonu ile büyürler. Bir süre sonra büyük ve tek bir polimer kütlesi bütün çözeltiyi kaplar. Bu, solden jele geçiş noktasıdır ve çözeltinin viskozitesindeki artış ile belli olur (jelleşme noktası).

Hidroliz ve kondensasyon hızının kontrolü ile iyi bir polimerik jel elde edilebilir. Bunun yanı sıra su/alkoksit molar oranı, çözücünün seçimi, pH değerleri, ortam sıcaklığı da önemlidir.

Jel oluşumundan sonra en önemli adım, bu jelin çatlak oluşumuna imkan vermeden kurutulmasıdır. Monolitik jel üretiminde, kurutma işleminde hacim değişimi sonucu oluşacak gerilimlerin minimuma indirilmesi gerekir. Jellerde kurutma, çözücünün (alkol, su) fazlalığının giderilmesi olarak açıklanabilir (Sevinçtav Tarar ve Günay, 1994) ve hacim küçülmesi ile bağlantılıdır. Sol-jel yöntemi ile hazırlanan koloidal jellerde gözenekler içinde bulunan sıvı nedeni ile gerilimler oluşur. Kuruma sırasında bu sıvı gözenekleri terk eder. Jelin gözenek çapları nanometre boyutunda ise içerideki sıvının hidrostatik basıncı çok yüksektir. Bu nedenle küçük gözenekli jeller daha çabuk kırılırlar. Kırılmaları önlemek için; kurutma işlemi çok yavaş yapılarak oluşacak stresler giderilebilir ve jelin gözenek boyutu arttırılıp kuvvetler azaltılabilir.

Sol-jel yöntemi ile çeşitli kompozitler oluşturmak mümkündür. Toz ya da fiber dolgu maddesi jelleşme çözeltisinde dağıtılabilir. Daha sonra katı jelden gözenekli kompozit oluşur. Karbon elyafı içeren cam matriks kompozitler ile silika-jel matriks kompozitler bu yöntemle üretilmişlerdir. Gözenekli jellere polimetilmetakrilat gibi organik polimerler katılarak şeffaf, renksiz, yoğunluğu yüksek, mekanik ve optik özellikleri üstün kompozitler oluşturulur.

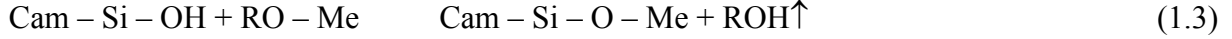
Oksit jeller yüksek sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulmalarına rağmen çoğu zaman gözenekli yapılarını korurlar. Bu tip jeller membran ve filtre amaçlı kullanım alanı bulurlar. Kimyasal dayanıklılığın yüksek oluşu, mekanik dayanım, yüksek ısıda kullanılabilme gibi nedenlerle oksit membranlar polimerik membranlardan daha üstün özellikler gösterirler. Işık geçiren yapışkan özellikte küçük gözenekli membranlar da camlarda buz tutmasını engellemek üzere üretilmiştir (Kaşlılar, 2002).

Sol-jel yöntemi ile hazırlanan jellerden, monolitik şekiller, fiberler, kaplamalar, tozlar üretilir (Sevinçtav Tarar ve Günay, 1994).

### **1.3.2 Sol-jel Yönteminin Uygulama Alanları**

Sol-jel yöntemi hemen hemen tüm tek veya çok bileşenli cam kompozisyonlarının kaplanmasına olanak vermektedir. Cam yüzeyi ile kaplama çözeltisi arasında oluşan

reaksiyonlardan dolayı sol-jel kaplamada arayüzey mukavemeti çok iyi olmaktadır. Bu reaksiyonlar şöyle gösterilmektedir:



Me= Ti, Si, vb.

Sol- jel yönteminin ticari uygulama bulduğu ilk alan ince film kaplamalar olup, özellikle Almanya'da Schott firmasının yoğun çalışmaları ve piyasada satılan ürünleridir (Günay, 1998). Güneş pilleri için yansıtıcı özelliği olmayan kaplamalar da sol-jel teknolojisi ile yapılabilmektedir (Albayrak, 1982). Piyasada bulunan optik özelliklerin öne çıkarıldığı ürünlerin yanında; renk verici, yansıtmayan, seçici yansıtan, elektro-kromik veya foto-kromik, kimyasal direnci arttıran, sürtünme direncini arttıran, mukavemet arttıran, hidrofobik veya hidrofilik, camdan göçü önleyici kaplamalar da bulunmaktadır (Günay, 1998). Sol-jel yöntemi ince oksit tabakaların kaplanması; kompleks şekillerin kolaylıkla kaplanmasını sağlar ve çok az miktarda başlangıç maddesine gerek duyulur. Yüzey hazırlaması iyi yapılmışsa bu tip ince kaplamalarda kurutma sırasında büyük oranda oluşan büzülme görülmez.

Al, Ti, Zr, Si ve bunun gibi metal alkoksitler kullanılarak camların mekanik şiddete karşı direnç kazanmalarını sağlayacak kaplama malzemeleri, çelik yüzeyleri yüksek ısıya ve korozyona karşı koruyacak kaplama malzemeleri sentezlenmiştir. Tarihi eserlerin, cam ve seramiklerin kaplanması amacıyla amorf  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tozları, cam yüzeylerin nemden korunması için organik gruplarla modifiye edilmiş silikat polimerlerden kaplama maddeleri, dişçilikte ve tıp alanında, kemik onarımında kullanılan çok ince yüzey kaplama maddeleri üretilmiştir.

Sol- jel yönteminin çok yaygın kullanıldığı alanlardan bir diğeri de çok ince ve gözenekli kontrol edilebilen tozların hazırlanabilmesidir. Patentli olan bu çalışmalar; homojen ve çok küçük gözeneğe sahip karışık metal oksit, karbon içermeyen ve yüksek basınç uygulamadan elde edilen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  nitrür seramiklerin, metal alkoksit organik türevlerinin hidrolizi ile yüzey alanı ve gözenek boyutu kontrol edilebilen tozların üretilmesi ve hazırlanması şeklinde sıralanabilir. Organoalkoksisilanların polimerizasyonu ile asit ve baza, UV ışığına, mikroorganizmalara, organik çözücülere dirençli kontakt lensler üretilmiştir. Organik olarak modifiye edilmiş silikatların yüzeyi, yapışma özelliği olan maddeler ile kaplanarak, daha esnek cam yüzeyleri oluşması sağlanmıştır (Avcı, 1994).

Sol-jel yöntemi kullanılarak ve reaksiyon parametrelerinin kontrolü ile; monolitik cam ve seramikler, cam veya seramik fiberler, kaplamalar ve toz üretimi mümkündür (Gültekin, 1997). Sol-jel kaplamalar, döndürme ve daldırma metotlarıyla uygulanırlar (Hussmann,

1997).

### 1.3.3 Daldırma Yöntemi

Düz camlarda ince kaplamaların oluşturulması deneysel ve teorik olarak Schroeder tarafından araştırılmıştır. Araştırmacı pekçok oksit sistemini kullanmış ancak  $\text{SiO}_2$  ve  $\text{TiO}_2$  sistemleri ile daha çok ilgilenmiştir (Beier,1997). Çözeltilerden ince oksit filmlerin oluşumu, çok eski yöntemler olan daldırma ve spreyci yöntemleri ile uygulanır. Yöntemlerle ilgili gelişmeler Almanya ve Amerika'da başlatılmıştır. Her iki proses de endüstride ince film üretiminde optik uygulamalarda kullanılmaktadır (Pulker, 1984).

Sol-jel daldırma yöntemi daha çok, oksit filmlerin düz cam üzerine üretimi için uygulanır (Dislich, 1988). Yeni oluşmuş daldırma kaplama filmleri, kullanılan alkoksit çözeltisinin reaksiyona girmemiş filmleridir, yüksek miktarda çözücü içerirler. Ayrıca yüzey/hacim oranı sayesinde bütün organik bileşikler dışa difüz ederek kolayca buharlaşırlar ve filmin ince olması su moleküllerinin her noktaya difüz etmesine olanak sağlar.

Prosesin oluşumu birkaç saniye sürer, aynı çözeltilerden santimetre boyutlu jel monolitlerin oluşumu günler hatta aylar sürmektedir. Bu prosesler; hidroliz, yoğunlaşma, ilk kaplamanın oluşumu, agregasyon ile daha büyük partiküllerin oluşumu, jelleşme ve ürünlerinin dışa difüzyonudur.

Yüksek çözücü konsantrasyonu bölgesi sadece birkaç milimetrelik bir alandır. Bunun üzerindeki bölge, kaplamanın son mikroyapısını etkileyen içe ve dışa difüzyon proseslerini içerdiğinden daha önemlidir. Bu bölgede, altlık yüzeyinde olabilecek hataların film üzerine geçmemesi için sıvı akışı durmalıdır. İhtiyat çözeltisi yüzeyinin 15-25 cm üstündeki bölgede, sol-jel film görünür hale gelir (Beier,1997).

Mimari kaplamalarda sadece daldırma tekniği kullanılır. Daldırma yöntemi büyük parçaların kaplanmasında kullanılan oldukça etkili bir yöntemdir. Malzemenin yüzeyinde oluşan sıvı film, malzeme yukarı doğru çekildikçe akar ve hazneye dökülür. Aynı anda bu akış bölgesinde çözelti buharlaşır. Bu döngü bir dengeye ulaştıktan sonra parçanın çözeltilerden çıkarılması esnasında yüzeyde oluşan bu film sabit bir kalınlık düzeyine ulaşır.

Bu filmlerin kalınlığı, malzemenin çözeltilerden çıkarılma hızına ve haznedeki çözeltinin akışkanlığına bağlıdır. Akışkanlığın sıcaklıktaki değişimi iyi bilindiğinden, işlem esnasında sıcaklık sabit tutulmalıdır. Malzemenin kalınlığı ve yüzeye yapışan sıvı ile malzeme yüzeyi arasındaki açı yüzeydeki kaplama kalınlığına küçük de olsa etki eder. Daldırma yöntemiyle

yapılan kaplamalarda plakaların özellikle kenara yakın bölgelerinde 5 mm-10 mm. genişliğinde kaplama hataları görülür. Bu bölgeler ‘problemlı bölgeler’ olarak adlandırılır ve kesilerek atılmalıdır.

Kaplama işleminden sonra parçalar 100°C-180°C sıcaklığa kadar ısıtılırlar. Pek çok kaplama için kaplamanın kararlılığının sağlanması için yapılan işlem sıcaklığı yeterli olmakla birlikte büyük ve özel malzemeler elektrik fırınlarında 400°C-500°C kadar ısıl işlem görebilirler.

Farklı kaplama malzemeleri ile kaplanan malzeme arasındaki bağlayıcı kuvvet genellikle cam malzemelerdekine benzemekle birlikte bazı durumlarda daha da yüksek olabilir. Daldırma yöntemi ile yapılan kaplama işlemleri çok katlı kaplamalar için de kullanılabilirler.

Çeşitli oksit filmleri farklı oranlarda birbirlerinin içine difüzyon yoluyla geçebilirler. Bunun yanı sıra katmanlar arasındaki sınırlar birbirlerinden kesin bir hatla ayrı dururlar. Yüzeydeki filmin pürüzsüzlüğü diğer filmlerin etkisine bağlı değildir.

Çok katmanlı bir sistemde her bir katmanın kalınlığı; kırılma indisi, absorpsiyon ve saçılma karakteristikleri gibi özellikler spektral yansıma, geçirgenlik ve soğurmayı doğrudan etkiler. Bu özellikler küçük toleranslar çerçevesinde arzu edilen belirliliklere uymak zorundadırlar. Bütün sistem baz alındığında mekanik dayanım, kimyasal kararlılık, kaplama hataları (noktasal boşluklar ve yüzey hataları) ve iç gerilmeler gözardı edilemez.

Sol-jel kaplama işlemi çözelti içerisindeki malzemenin optik özelliklerinin direkt olarak gözlemlenmesine olanak tanımaz. Bu özellikler kaplamanın sinterlenmesinden sonra değerlendirilir ve işlem esnasında optik ölçüm sistemleri kullanılır. Bununla beraber çok katmanlı kaplamalarda kaliteli bir üretim yapabilmek için daldırma ile yapılan kaplamanın özelliklerine etki eden bütün parametrelerin sabit tutulması gerekmektedir.

Kırılma indisinin yanı sıra kaplamanın kalınlığı da oldukça önemlidir. Bununla beraber bu özelliklere etki eden diğer parametreler; çözeltinin konsantrasyonu, viskozitesi, sıcaklığı, çekme hızı, malzemenin kalınlığı, havanın nemi, yüzey ile sıvı temas açısı ve sinterleme işlemidir (Hussmann, 1997).

Farklı kaplama malzemeleri ile kaplanan malzeme arasındaki bağlayıcı kuvvet genellikle cam malzemelere benzemekle birlikte bazı durumlarda daha da yüksek olabilir. Daldırma yöntemi ile yapılan kaplama işlemleri çok katlı kaplamalar için de kullanılabilirler.

Çeşitli oksit filmleri farklı oranlarda birbirlerinin içine difüzyon yoluyla geçebilirler. Bunun yanı sıra katmanlar arasındaki sınırlar birbirlerinden kesin bir hatla ayrı dururlar. Yüzeydeki

filmin pürüzsüzlüğü diğer filmlerin etkisine bağlı değildir (Kaşlılar, 2002).

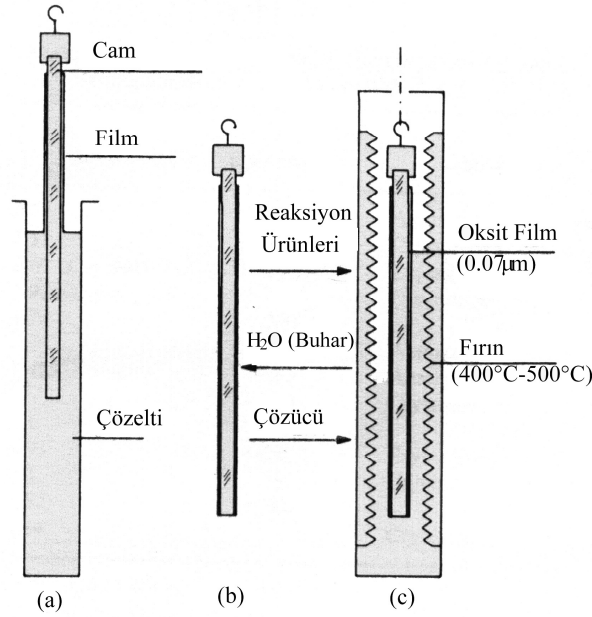
Daldırma ile kaplama yöntemindeki araştırma başlıkları şunlardır:

- Teknik çözeltilerdeki ve atmosferdeki su miktarı,
- Yaşlandırılmış çözeltilerin kullanılması,
- İlaveler ( $TiO_2$ 'nin kristalizasyonunu etkilemek için),
- Kalın filmler ile kaplama (veya çift katlı filmler),
- Yeni bileşimler ile özellikle çok bileşenli karışımlar ile yapılan kaplamalar,
- Kaplama ve altlık arasındaki etkileşim.

Daldırma yönteminde, daldırılan plakanın her iki yüzeyi de eş zamanlı olarak kaplanır. Tek bir yüzeyin kaplanmasına kıyasla iki yüzeyin kaplanması daha kolaydır. Çeşitli vakum yöntemleriyle kaplama işlemi tek yüzeyli olarak yapılabilir. Son zamanlarda geliştirilen bir metod ile geniş yüzeylerin tek taraflı kaplaması yapılabilmektedir (Hussmann, 1997). Bu prosesin avantajı olarak kaplama etkisini güçlendirmesi ve kaplama sayısını azaltması sayılabilir. Genellikle geniş alanların oksitle kaplanmasında kullanılan bir prostedir (Dislich, 1984) ve yüksek saflıkta filmler elde edilir (Sakka, 1985). Bu yöntemle oluşturulan tabakanın özellikleri sol-jel prosesine bağlıdır.

Geniş (3x4m) pencere camları dikkatlice temizlenir. Bu aşama, uygulanacak çözeltinin yüzeyi üniform şekilde ıslatmasını sağlayacağından önemlidir. Cam yüzeyi değişik durumlarda olabilir, bu temizleme operasyonu cam yüzeyinin standartlaşmasına yardımcı olur. Temizleme sonrası Şekil 1.3'de görüldüğü gibi, pencere camları hidrolize edilebilir metal bileşikleri içeren bir çözeltilere daldırılır. Daha sonra pencere camları düzgün bir şekilde çekilir. Bu esnada kaplama prosesi, jel oluşumunu içeren yoğunlaşma ile başlamış olur (Dislich, 1984). Camlar daha sonra  $400^{\circ}C-500^{\circ}C$  sıcaklığındaki fırından geçer, saydam metal oksit kaplama oluşana kadar reaksiyonlar devam eder (Akmoran, 1989).

Daldırma yöntemiyle yapılan kaplamaların bir avantajı da iyi bir homojen yapının sağlanmasıdır. Gerek küçük gerekse büyük parçaların kaplanmasında büyük farklılıklara rastlanmaz. Daldırma yöntemi hem iç hem de dış yüzey gerektiren farklı boy ve et kalınlıklarına sahip borular için en yaygın yöntemdir. Bu tür kaplamalar çeşitli dış etkilere karşı oldukça dayanıklı olabildiği gibi sert ve aşınmaya karşı dayanıklıdır. Kaplama kalınlığı ve kırılma indisi direkt olarak izlenemez. Kaplama kalınlığı özellikle sinterleme işleminden sonra kaplanmış katman üzerinden ölçülür. Bu noktada vakum işlemleri tercih edilir (Hussmann, 1997). Kaplama kalınlığı 'd' öncelikle çözeltinin konsantrasyonu ve viskozitesinden aynı zamanda da çekiş hızından 'v' etkilenir ( $d \sim v^{2/3}$ ) (Dislich, 1984).



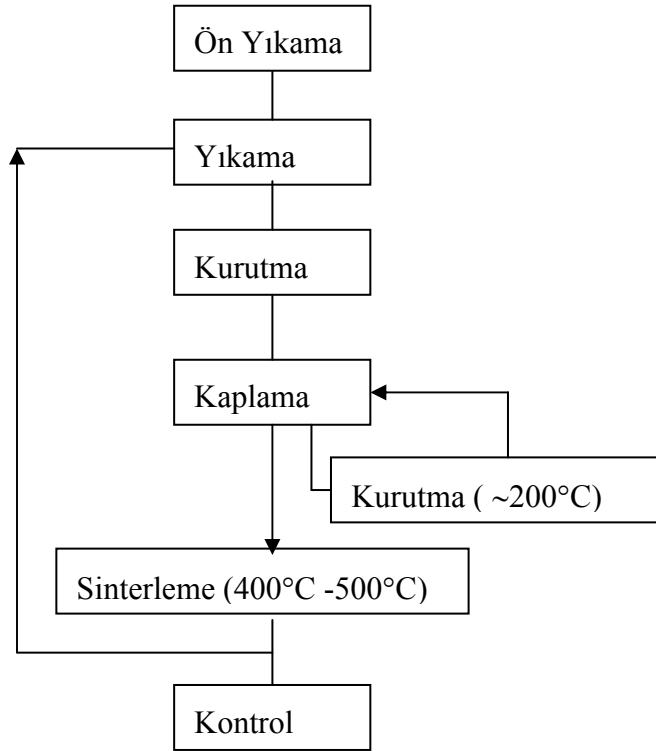
Şekil 1.5 Daldırma yöntemi ile üretim: a) Çekme, b) Kimyasal Reaksiyon, c) Fırına verme (Dislich, 1984).

Elde edilebilen kırılma indisleri  $n_D=1.45$  ( $\text{SiO}_2$ ) ile 2.25 ( $\text{TiO}_2$ ) arasında değişir. Başlangıç çözeltisi karıştırılarak, belirtilen kırılma indisleri aralığında istenen bir indis elde edilebilir. Bu durum da daldırma prosesinin başka bir avantajıdır.

Firmenprospekt Schott Glaswerke (1981) çeşitli ürünleri şu şekilde sıralanmıştır; resim ve enstrümanların sırlanıp cilalanması için, yansıtıcı olmayan kaplamalar, tungsten halojen lambaları için ısıtıcı ayna filmleri, soğuk ışık aynaları, seçici yansıtıcı aynalar, akromatik ışık kırıcıları, radyasyon sönmüleyici filtreler, renk etkili filtreler ve renk değiştirici filtreler. Bütün durumlarda, kaplama metodu aynen yukarıda anlatıldığı gibidir, fakat camlar çok büyük değildir ve çoğu durumda  $\text{TiO}_2$  ve  $\text{SiO}_2$  birbirleri üstüne kaplanırlar (Dislich, 1984).

Schott'ta sol-jel kaplamalar genellikle daldırma yöntemiyle yapılmaktadır. Schott'ta mimari kaplamalar için  $30 \times 50 \text{cm}^2$ 'den  $3.21 \times 3.75 \text{m}^2$ 'ye kadar farklı sistemler kullanılmaktadır. Camın türüne göre (düzcama, optik cam, borosilikat cam) yıkama işlemi farklılık gösterir. Küçük parçalar ultrasonik yıkama işlemine tabi tutulurken büyük parçalar çeşitli temizleyici maddelerle birlikte döner fırçalarla temizlenirler. Kaplamalar  $400^\circ\text{C}$ - $500^\circ\text{C}$ 'ye kadar ısıtılarak saydam oksitlerin oluşumu sağlanır.

Şekil 1.6'da farklı üretim kademeleri gösterilmektedir. Çok katlı kaplamalarda bu işlem gerektiğinde tekrar edilmelidir. Genellikle her kaplama katmanı için sinterleme işlemi ayrı ayrı yapılır. Bazı kaplama çeşitleri  $200^\circ\text{C}$  kurutulduktan sonra üzerine diğer kaplama yapılır ve bu işlem sonrasında  $400^\circ\text{C}$ - $500^\circ\text{C}$  sıcaklıkta sinterleme işlemine tabi tutulur. Böylelikle bütün sistem içerisinde en çok zaman alan sinterleme işlemi bir seferde yapılarak genel işlem süresi de kısaltılmış olur.



Şekil 1.6 Daldırma yöntemi ile kaplama tekniğinin üretim kademeleri (Hussmann, 1997).

Büyük parçaların kaplanmasında kullanılan fırın ( $3.21 \text{ m} \times 3.75 \text{ m}$ ) birbirinden bağımsız altı üniteyi içermektedir. Üniteler arasında kapılar bulunur. Parçalar birinden diğerinde her birinde belli bir süre kalarak geçiş yaparlar. Üç ünite parçaların istenilen sıcaklıkta tutulması için çalışırken kalan üç ünite ise sıcaklık değişimlerinden oluşan iç gerilmelerden dolayı oluşabilecek kırılmaları önlemek amacıyla soğutma işlemi yaparlar.

Yukarıda belirtildiği üzere çok katmanlı kaplamalar özellikle optik özellikler üzerinde pek

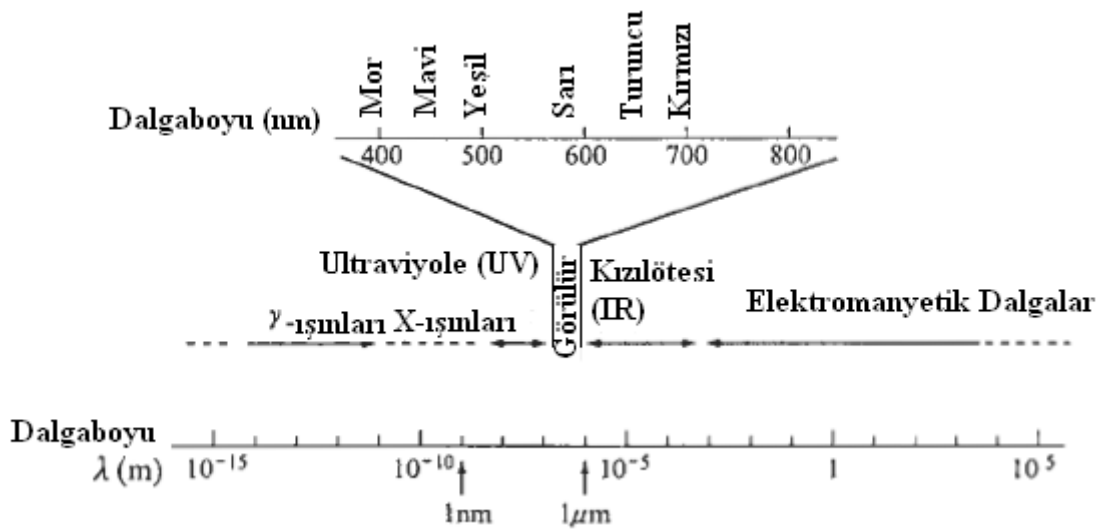
çok parametreye etki eder. Bu parametrelerin belli limitlerde kalmasının sağlanmasıyla oldukça yüksek kararlılığa sahip çok katmanlı kaplamalar elde edilir. Büyük parçalarda da bütün yüzey boyunca optik özellikler homojen olarak dağıtılabilir.

Bir üründen diğerine geçiş oldukça kolaydır. Diğer katmanların kalınlığı ve oluşumu sistemi yöneten operatör tarafından kolaylıkla görülebilir (Hussmann, 1997).

#### 1.4 Titanyum Dioksitin Uygulama Alanları

Titanyum dioksitin üçüncü kristalin formu olan brukitin ticari uygulaması yoktur. Çok aktif olan anataz formundaki ilk pigmentler, nem ve gün ışığına maruz kaldığı zaman çok hızlı kireçlenme gösterdiği için boyalarda kullanılır. Anataz kristalin fazı, fotoelektrokimyasal enerji dönüşümü için avantajlıdır (Gaoling vd., 1998). Rutil formun daha az fotoaktif olduğu ve daha yüksek kırılma indisinin daha yüksek opaklık vereceği bilinmektedir. Buna rağmen, yeterli rutil pigmentinin teknik zorlukları çok büyüktür (Wilson vd., 1988). Boncke, Dietzel ve Pralow (Strimple, Beals 1963), yaptıkları araştırmalarda  $TiO_2$ 'nin UV ışığı altında ışık absorpsiyonunun ve kırılma indisinin arttığını, bunun da viskoziteyi ve yüzey gerilimini düşürdüğünü tespit etmişlerdir (Strimple, Beals 1963).

Işık, enerjinin bir şekli olarak karakterize edildiğinden beri dalgaboyu ile sınıflandırılmıştır. Görülebilir ışık yedi renkten oluşur; kırmızı, turuncu, sarı, yeşil, mavi, çivit mavi ve mor. Dalgaboyunda bu renklerin düzeni 400 nm ile 700 nm arasındadır. Görülebilir ışık, Şekil 1.7'de görüldüğü gibi toplam ışık spektrumunun çok küçük bir kısmıdır.



Şekil 1.7 Işığın Spektrumu (Fujishima vd., 1999).

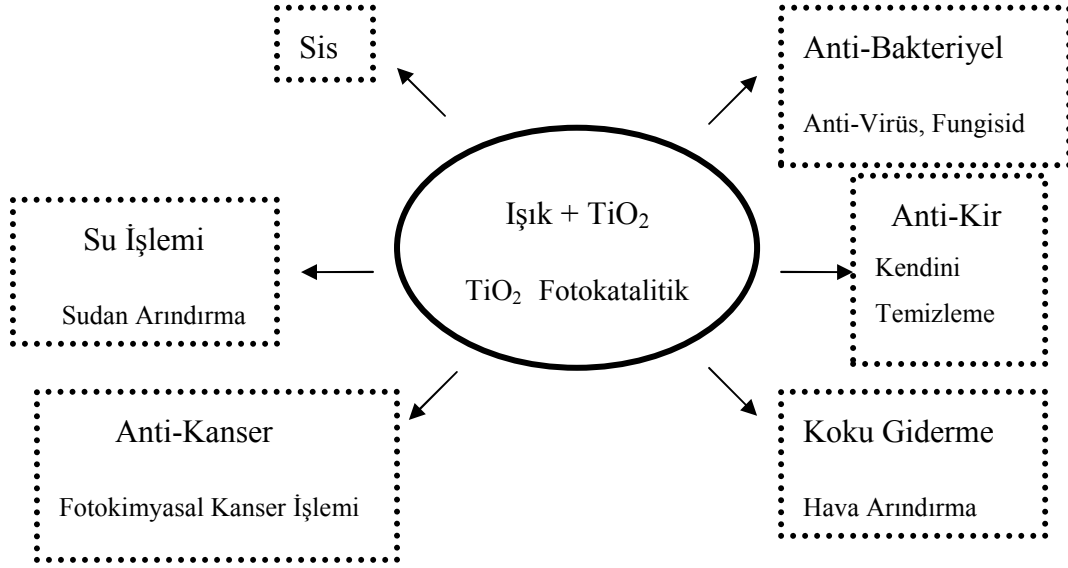
Fotokatalitik teknoloji, ışığı tamamen yeni ve farklı bir amaç için kullanır. Fotokataliz üzerine yapılan bilimsel çalışmalar 25 yıl önce başlamıştır. Fotokatalitik uygulamalar içinde en uyarıcı etkiyi yaratan çalışma çevre temizliği ile ilgili olan uygulamadır. Bu çalışma çok önce yapılmıştır. Fakat yaşadığımız çevrede etkili kullanımı, ışık enerjisi kullanımıyla olmuştur (Fujishima vd., 1999). Otomobillerden yayılan azot oksitler ( $\text{NO}_x$ , NO ve  $\text{NO}_2$ ) hava kirliliğine neden olur. Otoyollarda yüksek  $\text{NO}_x$  gazları gözlemlenmiştir.  $\text{TiO}_2$  esaslı fotokatalistler,  $\text{NO}_x$  gazlarını kirli havadan uzaklaştırmak için geliştirilmiştir. İnce filmin geniş yüzey alanı ve yüksek kristallliği, yüksek fotokatalitik özelliğe neden olur. Kristallik metaloksitlerin kullanılması ile kontrol edilebilir (Negishi vd., 1998). Yine fotokatalitik teknoloji sayesinde, otoyollarda kullanılan lambalarda oluşan, motorlu araçların yaydığı lekeler ve karartılar önlenir. Örneğin; Tokyo'da bulunan kubbelerin kirlenen tenteleri ya da Sidney Opera Evi'ndeki fayanslar fotokatalitik uygulama ile yağmurla temizlenmektedir. Aynı teknoloji kullanılarak, otomobil ön camlarının, aynaların ve gözlük camlarının buğulanmadan korunması mümkündür. Ayrıca fotokatalistler bakterisidal ve koku giderici etkiler de sergilerler. Bu örnekler bize fotokatalistlerin birçok fonksiyonu olduğunu göstermiştir. Fotokatalitik teknolojinin gelişmesinde, insanlığın temizlik anlayışı değişmiştir. Yakın gelecekte bu değişimler temizlikte devrim olacaktır. Işıkla yapılan temizlikte iki temel faktör gerekmektedir. Bunlardan birincisi 400 nm'den küçük dalgaboyu içeren ultraviyole ışık (UV)'tır. UV, solar ışığın bir kısmı ve hatta oda ışığı olmasına rağmen, çok sınırlı bir ışıktır. Açık havada bile gün boyunca UV ışığı  $\text{cm}^2$ 'de yaklaşık 1mW (miliWatt) ya da kabaca toplamda %1 elektrik meydana getirir. Oda ışıklandırmasında UV ışığı  $1\mu\text{Wcm}^{-2}$ 'ı geçmez. Işıkla temizlikte ikinci faktör olan titanyum dioksit, UV ile birlikte kullanıldığında çok verimli olur. Titanyum dioksit, günlük hayatımızda çok önemli temel malzemelerden biridir. Çeşitli boyalarda, kozmetiklerde ve gıda maddelerinde geniş çapta kullanılmaktadır. Dünyada yıllık titanyum dioksit tüketimi üç milyon ton'dur. Bir şehirde titanyum dioksitin tüketimi, onun yaşam standardı ile ilgilidir. Doğal olarak titanyum dioksitin pigment olarak kullanılan tipi, fotokatalist olarak kullanılan tipinden farklıdır. Titanyum dioksit yarıiletken ve ışık enerjisi ile kimyasal olarak aktif olur. Uzun süre bu fotoaktivite, beyaz pigment ya da ultraviyole ışın-absorbe eden ajan olarak kullanıldığı zamana kadar, kontrol edilmesi gereken bir problem olarak düşünülmüştür. Titanyum dioksitin fotoaktivitesi, onunla temas eden organik malzemeleri parçalamaya yöneliktir. Diğer taraftan fotokatalist olan titanyum dioksit, bu fotoaktivite oyununda seçtiğimiz malzemelerin parçalanması gibi pozitif role izin verir. Örneğin; kir, çevre kirliliği, malodöröz kimyasalları, irritant (tahriş edici malzemeler), zehirli kimyasallar, sigara, bakteri vb. Bu yüzden fotokatalitik teknolojinin gelişiminin, çok büyük

bir endüstri olacağı ümit edilmektedir (Fujishima vd., 1999).

Son yapılan fotokataliz arařtırmaları, fotokatalist uygulamalarının çevresel arındırma için gelecek vaat eden bir yol olduğunu göstermektedir.  $TiO_2$  fotokatalistinin hava ve su arındırması için çeřitli uygulamaları denenmiştir. Özellikle, yüksek fotoaktif  $TiO_2$  filmi antibakteriyel fayanslarda ve kendi kendini temizleyen ışık lambalarında kullanılmıştır. Bu uygulamalar,  $TiO_2$  yüzeyinde ışıkla uyarılmış aktif oksijene sebep olan oksidasyon gücüne dayanır. Bu geleneksel fotokatalitik oksidasyon özelliklerinin yanında son zamanlarda  $TiO_2$ 'da ışıkla uyarılmış yüzey ıslatılabilirlik dönüşümü etkisi de dikkat çekmiştir. Titanyanın yüksek hidrofilik yüzeyinden yararlanarak, anti-buhar ya da kendini temizleyen cam ve ayna elde edilmiştir.  $TiO_2$  latisinin yüzey yapı deęiřimi ile ıslatılabilirlik dönüşümün oluştuęu dikkate alınmalıdır. Bu yüzden fotokatalitik yarı iletken oksidi her zaman ışıkla uyarılmış hidrofilik dönüşüm göstermez. Buna karşın ışıkla uyarılmış hidrofilik dönüşüm gösteren yarıiletken, her zaman foto-oksidasyon kabiliyeti göstermez. Fotokatalitik teknolojide amaç, yüksek foto-oksidatif filmleri geliřtirmek ve ışınla uyarılmış hidrofilik  $TiO_2$  filmleri çeřitli bina malzemelerine kaplamaktır. Bunlar arasında otomobil ve mimari cam  $TiO_2$  fotoaktif kaplamaların en önemli hedefidir.

Soda-kireç camı endüstri ve mimaride en genel cam malzemesi olmasına rağmen, soda-kireç camındaki  $TiO_2$  ince film, yüksek sıcaklıkta sodyum göçüne neden olmaktadır. Cam üzerine kaplanan  $SiO_2$  tabakasının  $TiO_2$  filminde sodyum göçünü önledięi birçok arařtırmacı tarafından belirtilmiştir. Yüksek fotoaktif  $TiO_2$  kaplanmış cam,  $SiO_2$  ön kaplama katmanı yardımı ile meydana gelebilir (Watanabe vd., 2000).

Fotokatalitik teknoloji günümüzde çok etkili bir endüstridir (Fujishima vd., 1999). Çevresel saflařtırmada kullanılan  $TiO_2$  fotokatalisti, dünyada son zamanlarda çevresel problemlerin sayısının artması ile büyük dikkat çekmiştir (Yu vd., 2000). Bu yaklaşımla endüstrideki insanlar fotokatalitik fonksiyonlara sahip ürünler geliřtirmeye başlamışlardır. Şekil 1.8'de, bu konuda yapılan ileri geliřimler ve arařtırma alanları görölmektedir. Bazı alanlarda kendi pazarını oluřturan ticari ürünler mevcuttur (Fujishima vd., 1999).



Şekil 1.8 Titanyum dioksit fotokatalistin kullanım alanları (Fujishima vd., 1999).

Titanyumdioksit, anataz kristalin fazda, 3.2 eV band aralığı enerjisini aştığında dalga boyu  $\leq 387\text{nm}$  olduğunda ve UV ışığı altında kimyasal kararlılık ve yüksek reaktivite sergiler. Bahsedilen UV ışığın yalnızca %4'ü solar spektrumda gözükür. Bu yüzden yeni ileri fotokatalist malzemelerin gelişimi, solar spektrumun temel kısmında ve oda ışığında aktif olacaktır. Kullanılan bu fotokatalitik malzeme dalgaboyu  $\geq 385\text{nm}$  olan görülebilir ışık altında yüksek reaktivite gösterir. Bu amaç TiO<sub>2</sub> içine geçiş elementleri katkısı ile başarılabilir. Son zamanlarda fotokatalist olarak sülfür katkısının iyi sonuç verdiği gözlenmiştir (Günay, 2006).

Sol-jel yöntemi ile yapılan bazı çalışmalarda bakır, kobalt, vanadyum gibi geçiş metal iyonları ile katkılı TiO<sub>2</sub> filmleri elde edilmiştir (Trapalis vd, 2003). Görülebilir ışıkta daha iyi fotokatalitik etki elde etmek için Fe<sup>3+</sup> katkılı TiO<sub>2</sub> filmleri kullanılmıştır (Hirano vd.,2004). Trapalis ve arkadaşları (2003) yaptıkları çalışmada, Fe<sup>3+</sup> katkılı TiO<sub>2</sub> kaplamaların Escherichia Coli bakterisine karşı antibakteriyel aktivitesini, antibakteriyel damla testi ile incelemişlerdir. Mikroorganizmalar 37°C'de kültürlenmiştir. Numuneler petri kabına yerleştirilmiştir. Her TiO<sub>2</sub> kaplama üzerine Escherichia Coli'li tuz çözeltisi damlatılmıştır. Numuneler 1, 2 ve 4 saatlik periyodlar için oda sıcaklığında 125 W'lık lamba altında tutulmuşlardır. Petri kabında hayatta kalan bakteriler sayılmıştır. Hazırlanan TiO<sub>2</sub> kaplamaların, 2 saatin sonunda Escherichia Coli bakterisinin tamamının bozunmasında yüksek fotokatalitik aktivite gösterdiği saptanmıştır (Trapalis vd, 2003).

## 2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalarda, 2.2 mm kalınlığında ve 10 cm x 10 cm boyutundaki düz cam numunelere, daldırma yöntemi kullanılarak TiO<sub>2</sub> (titanya) esaslı Ti-isopropoksit çözeltiler kaplanmıştır. Numuneler oniki farklı çekme hızı ile kaplanıp, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda bir saat süre ile sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelere karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır.

### 2.1 Numune Hazırlama

Trakya Cam A.Ş.'de üretilen 2.2 mm kalınlığındaki düz camlar altlık olarak kullanılmıştır. Camlar 10 cm × 10 cm boyutlarında kesilip, yıkanmıştır.

Yıkama işlemi, WV – 120 / 90 FinnSonic yıkama cihazında yapılmıştır. Bu cihaz 60°C' ye ısıtılan beş tanktan oluşmaktadır. 1. tankta, konsantrasyonu % 3 -10 arasında değişen sodyum hidroksit içeren bazik bir çözelti bulunmaktadır. 10 cm x 10 cm boyutlarındaki camlar 1. tankta 10 dakika kaldıktan sonra saf su içeren 2. tanka, oradan da 3. tanka alınmaktadır. 3.tankın konsantrasyonu % 2 -4 olan fosforik asit çözeltisi içerir. Camlar, 3. tankta 10 dakika kaldıktan sonra önce 2. tanka sonra saf su içeren 4. ve 5. tanklara alınarak son durulama işlemi yapılmıştır. Yıkama işlemi sonunda numuneler FinnSonic CRD-90 cihazında 100°C'de 10 dakika bekletilerek kurutulmuştur.

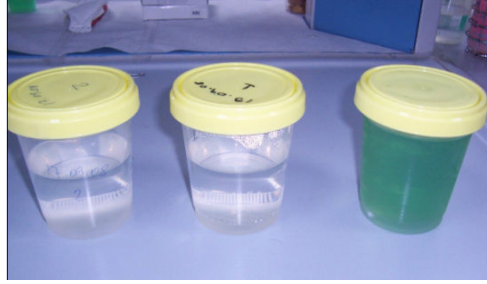
### 2.2 Çözeltilerin Hazırlanması

TiO<sub>2</sub> esaslı sol-jel çözeltisi için başlangıç malzemeleri; alkoksit, çözücü, katalizör ve sudur. Alkoksit olarak Ti(OC<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub> (tetraisopropilortotitanat), çözücü olarak C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>OH (propanol), katalizör olarak HNO<sub>3</sub> (nitrik asit) ve su kullanılmıştır. Çözelti oda sıcaklığında cam beher ve manyetik balık kullanılarak manyetik karıştırıcıda hazırlanmıştır. Çözelti 300 ml. olarak hazırlanmıştır. Çözeltinin bileşim aralığı Çizelge 2.1'de verilmiştir.

Çizelge 2.1 Çözeltinin Bileşim Aralığı.

Madde Adı	Miktar (% Ağırlık)
Ti(OC <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ) <sub>4</sub>	15-25 g
C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> OH	280-290 g
H <sub>2</sub> O	2.5-3.5 g
HNO <sub>3</sub>	1-5 g

Hazırlanan çözeltilere, anti bakteriyel etkiyi görebilmek için ağırlıkça % 1 oranında demirnitrat  $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$  ve kromnitrat  $[\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$  katılmıştır. 300 ml olarak hazırlanan tüm çözeltiler Şekil 2.1’de görülmektedir.



Şekil 2.1 Demir katkılı, saf ve krom katkılı titanyum çözeltileri

Hazırlanan çözeltiler özel teflon havuzlara konularak daldırma işlemine tabii tutulmuşlardır (Şekil 2.2).



Şekil 2.2 Teflon daldırma havuzu.

### 2.3 pH Ölçümü

Çözeltilerin pH değerleri WTW Inolab markalı pH-metre cihazıyla ölçülmüştür. Çözeltilerin pH değerleri 7 olarak ölçülmüştür.

### 2.4 Daldırma Prosesi

Kaplama işlemi KSV markalı daldırma cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.3). Cihaz,

bilgisayar destekli olup 2.54 cm/dak'dan (1 inç-1") 30.48 cm/dak (12 inç-12") çekme hızına kadar çekme işlemini otomatik olarak yapmaktadır. Hazırlanan çözeltiler her 1"-12" çekme hızı aralığındaki tüm hızlarda kaplanmış ve 25°C'de kurutulmuştur.



Şekil 2.3 Daldırma cihazı.

## 2.5 Kurutma İşlemi

Daldırma yöntemi ile kaplanmış numuneler sinterleme işlemine kadar maksimum 300°C'ye çıkabilen WTB Binder markalı etüvde 150°C'de kurutulmuşlardır. Jelleşmenin sağlanması için çözeltiler de etüvde kurutulmuşlardır.

## 2.6 Sinterleme İşlemi

Sinterleme işlemi 1200°C'ye çıkabilen programlanabilen ECF&AWF tipi LENTON elektrikli fırında yapılmıştır. Kaplanan numuneler 10°C/dak ısıtma hızıyla, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat sinterlenmiştir ve 10°C/dak soğutma hızıyla soğutulmuştur.

## 2.7 Absorpsiyon Testi

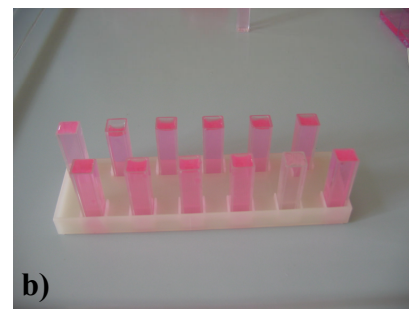
Saf titanya ve katkılandırılmış titanya çözeltilerindeki fotokatalitik etkinin anlaşılabilmesi için cam numuneler, Atlas-Suntest XLS+ Cihazında (Şekil 2.4) 4-6 saat süre ile 300 nm-800 nm

(UV-VIS-IR) dalgaboyu aralığında çalışan  $765\text{W/m}^2$  değerinde ışındırmaya maruz bırakılmıştır.



Şekil 2.4 Suntest cihazı

$400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  ve  $500^\circ\text{C}$  sıcaklıklarda sinterlenen numuneler  $2.5\text{ cm} \times 4\text{ cm}$  boyutunda kesilmiştir. Titanyanın yüzey karakteristiğinin belirlenmesi için özel renklendirilmiş organik moleküller içeren sulu çözeltiler seçilmektedir (Chen, 2003). Bu çalışmada fotokatalitik etkinin saptanmasına yardımcı olan Rodamin B sulu çözeltisi hazırlanmıştır. Rodamin B maddesi su ile 2 ppm miktarında hazırlanmıştır. Hazırlanan Rodamin B çözeltisi ışığa duyarlı olduğundan karanlıkta muhafaza edilmiştir. İçerisinde Rodamin B bulunan, 12 bölmeden oluşan özel kaplara  $2.5\text{ cm} \times 4\text{ cm}$  boyutunda kesilen camlar yerleştirilmiştir (Şekil 2.5a). Her bir cam numunenin üzerine 10 ml Rodamin B çözeltisi damlatılmıştır. Suntest cihazında bir saat ışındırmaya maruz bırakılan numunelerden alınan Rodamin B sulu çözeltisi absorpsiyon ölçüm tüplerine (Şekil 2.5b) konularak, Perkin Elmer Precisely UV/VIS LAMBDA 950 cihazında absorpsiyon değeri ölçülmüştür. Rodamin B çözeltisinin absorpsiyon değeri  $0.49\text{ \AA}$ 'dur. Fotokatalitik etkinin saptanması için sol-jel çözeltisi ile kaplanmış camların absorpsiyon değeri ile Rodamin B çözeltisinin absorpsiyon değeri karşılaştırılmıştır.



Şekil 2.5 a) Rodamin B çözeltisi kabı, b) Absorpsiyon ölçüm tüpleri

## 2.8 Optik Özelliklerin Ölçülmesi

Sol-jel yöntemi ile kaplanan numunelerin optik özellikleri Perkin Elmer Precisely UV/VIS LAMBDA 950 spektrofotometresinde ölçülmüştür (Şekil 2.6). Bu cihaz 200 nm-2500 nm dalga boyları arasında camların ışık geçirgenliğini, solar geçirgenliğini, ışık yansıtmasını, solar yansıtmasını ve absorbansını ölçebilmektedir. Işık yansıtması ve absorbans değerleri 300 nm-800 nm dalga boyları arasında, ISO 9050 standardına bağlı olarak hesaplanmıştır. Elektromanyetik radyasyonun ışıksal etkisinin verimliliği, her renge karşılık gelen dalga uzunluklarındaki bileşkelerin birim verimliliklerine bağlı olduğu için spektral dağılım Uluslararası Aydınlatma Komitesi tarafından gün ışığına en yakın değerleri sağlayacak biçimde D65 lambasıyla standartlaştırılmıştır. Bütün numunelerin optik özelliklerinin ölçümlerinde D65 aydınlatıcısı kullanılmıştır. Optik özelliklerin incelenmesinde 10 cmx10 cm boyutlarındaki numuneler kullanılmıştır.



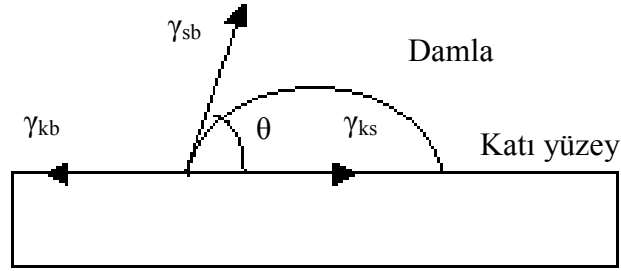
Şekil 2.6 Spektrofotometre cihazı.

## 2.9 Kaplama Kalınlıklarının Ölçülmesi

Kaplama kalınlıkları, Filmetrics Thin Film Analyzer F20 kalınlık ölçüm cihazı ile ölçülmüştür. Cihaz, 400 nm dalga boyu ile 1000 nm dalga boyu arasındaki spektrumda ince filmlerin kaplama kalınlıklarını ölçebilmektedir. Cihaz, ucunda lamba bulunan probdan kaplama yüzeyine ışığın yansıtması esasına dayanır. Şekil 2.7’de probun numune yüzeyinde kaplama kalınlığı ölçümü gösterilmektedir.



katı-sıvı, katı-buhar ve sıvı-buhar ara yüzeylerinin çakıştığı yer ile katı yüzey arasında oluşan açıdır (Şekil 2.9) (Budakoğlu, 2006).



Şekil 2.9 Temas açısı (Budakoğlu, 2006).

Temas açısı, malzemelerin termodinamiği açısından dikkate alındığında üç faz arasındaki serbest ara yüzey enerjilerini içeren Young denklemi ile ifade edilebilir.

$$\gamma_{sb} \cos\theta = \gamma_{kb} - \gamma_{ks} \quad (2.1)$$

$\gamma_{sb}$ ,  $\gamma_{kb}$ ,  $\gamma_{ks}$ , sırasıyla sıvı-buhar, katı-buhar ve katı-sıvı ara yüzeylerinin serbest enerjileridir. Niteliksel formda olan bu denklem, 1805 yılında Young tarafından oluşturulmuş ve genel kabul görmüştür. Üç sınır faz arasındaki etkileşim damlanın şeklini ve katı yüzeyi iyi veya kötü ıslattığını belirler. Temas açısı ölçümü, Young-Laplace metodunu esas alınır. Yüzeydeki damlanın şekli optik gonimetre ile ölçülür. Bir optik gonimetrenin temel elemanları ışık kaynağı, örnek platformu, lens ve imaj alıcısıdır (Şekil 2.10 ). Bilgisayar yazılımı damla görüntüsündeki tüm noktalardan yararlanarak Young denklemini damlanın şekline uyarlar.



Şekil 2.10 Temas açısı ölçüm cihazı.

Temas açısı değerinin 80°'den küçük olması suyun katı yüzeyi iyi ıslattığını, büyük olması ise zayıf ıslattığını ifade etmektedir. Düz camın temas açısı 15°-30° civarında iken, hidrofobik camlarda bu değer 100°-110° civarında, süper-hidrofobik nano/mikro yapılı yüzeylerde ise 150°'den büyük değerler alır. Süper-hidrofobik özelliğe sahip nilüfer yaprağının temas açısının 170° olduğu bilinmektedir (Budakoğlu, 2006).

Deneysel çalışmalarda hazırlanan saf ve katkılandırılmış titanya kaplamaların temas açıları, statik şartlarda 2 µl hacminde sıvı (saf su) damlacığın yatay halde tutulan düzcamların yüzeylerinin dört farklı yerine bırakılarak ölçülmüştür. Her bir damlacığın 5 saniye içerisinde cam yüzeyi ile yaptığı açılar Temas Açısı Ölçüm Cihazıyla ölçülüp, damlacığın sağ ve sol taraflarından 5'er adet ortalaması alınarak tespit edilmiştir.

Temas açısı ölçümleri sıvı-katı ara yüzey termodinamiklerini yansıtan veriler oluşturur. Sadece, katı yüzeyin termodinamiğinin karakterizasyonu daha ayrıntılı analiz gerektirir. Genel yaklaşım, birden fazla test sıvısı ile yüzeyin temas açılarının ölçülmesinin ardından çeşitli denklemlerle üretilen parametrelerle katı yüzeyin enerjisinin karakterize edilmesidir.

Fowkes Teorisi yaklaşımı serbest yüzey enerjisini hesaplar.

$$\gamma_s (1+\cos\theta) = 2 [\gamma_s^p \gamma_k^p]^{1/2} + (\gamma_s^d \gamma_k^d)^{1/2} \quad (2.2)$$

p: serbest yüzey enerjisinin polar bileşenini, d: dağıtıcı bileşenini,  $\theta$ : temas açısını,  $\gamma_k$ : katının serbest enerjisini,  $\gamma_s$ : sıvının serbest enerjisini temsil etmektedir. Bu denklem, Owens ve Wendt tarafından tekrar düzenlenerek  $y = mx + b$  formuna dönüştürülmüştür.

$$\gamma_s (1+\cos\theta) / (\gamma_s^d)^{1/2} = (\gamma_k^p)^{1/2} [(\gamma_s^p)^{1/2} / (\gamma_s^d)^{1/2}] + (\gamma_k^d)^{1/2} \quad (2.3)$$

Bu denkleme göre eğim  $(\gamma_k^p)^{1/2}$ , y-kesişim noktası ise  $(\gamma_k^d)^{1/2}$  olmaktadır. Serbest yüzey enerjisi bileşenleri olan  $(\gamma_k^p)^{1/2}$  ile  $(\gamma_k^d)^{1/2}$  toplamından elde edilmektedir (Budakoğlu, 2006).

Çalışmamızda, tüm kaplamaların serbest yüzey enerjileri, kaplama yüzeylerine bırakılan saf su damlacıklarının yüzeye yaptıkları temas açılarının kullanıldığı Fowkes Teorisinin Temas Açısı ölçüm cihazının bilgisayar yazılımında hesaplanmasıyla belirlenmiştir.

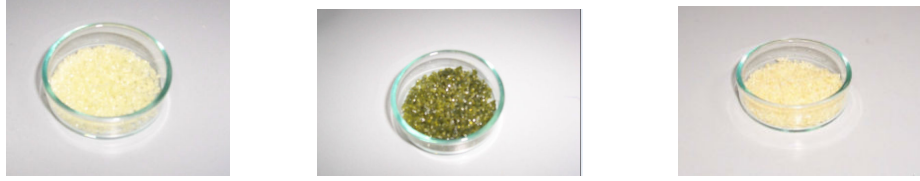
## 2.11 Yapışma Testi

Kaplamaların cama yapışmasını inceleyen standart test (BS EN ISO 2409, ASTM D 3359 - B) 'cross-hutch cutter' testidir. Yapışma testinde, ELCOMETER 107 cross-hutch cutter seti kullanılmıştır. Kaplanmış numuneler standart bir çizici ile yatay ve dikey olarak çizilmiştir.

Özel bir bant, çizilen bölge üzerine yapıştırılıp hızla yüzeyden uzaklaştırılmıştır. Çizilen bölge büyüteç ile incelenip, referans tablolar ile kıyaslanmıştır.

## 2.12 X- Işını Analizi

Saf titanya, demir ve krom ile katkılanmış titanya çözeltilerinden oluşan jeller 400°C'den 900°C'ye kadar sinterlenerek her 100°C'de X-ışını analizine tabi tutulmuştur. Jeller Şekil 2.11'de görülmektedir.



Şekil 2.11 Saf, krom katkılı ve demir katkılı titanya çözeltilerinin jellerinin görüntüsü.

Analiz, Rigaku X-ray Diffractometer Dmax modelinde yapılmıştır (Şekil 2.12). TiO<sub>2</sub> jellerinde artan sıcaklıklarda oluşan kristalleşme ve kristal dönüşümleri incelenmiştir.



Şekil 2.12 X-ışını cihazı

### 3. DENEY SONUÇLARI

Bu çalışmanın amacı, üretim parametrelerinin (çözelti kompozisyonu ve kaplamadaki çekme hızının) üretilen kaplamaların optik özellikler ve kaplama kalınlığına etkilerinin incelenmesidir. Bu amaçla; Alkoksit olarak  $Ti(OC_3H_7)_4$  (tetraisopropilortotitanat), çözücü olarak  $C_3H_7OH$  (propanol), katalizör olarak  $HNO_3$  (nitrik asit) ve su kullanılarak elde edilen saf titanya ( $TiO_2$ ) ile ağırlıkça % 1 oranında demirnitrat [ $Fe(NO_3)_3.9H_2O$ ] ve ağırlıkça % 1 oranında kromnitrat [ $Cr(NO_3)_3.9H_2O$ ] kullanılarak katkılandırılmış titanya çözeltileri hazırlanmıştır. Hazırlanan bu üç farklı çözelti, sol-jel yöntemi kullanılarak 2.2 mm kalınlığında, 10 cm x 10 cm boyutlarındaki cam numunelere 12 farklı çekme hızı ile kaplanmıştır. Numuneler; 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlendikten sonra yapılan karakterizasyon çalışmalarının sonuçları aşağıda verilmiştir.

#### 3.1 Kaplama Kalınlıkları

Havada yol alan bir ışık demeti (kırılma indisi,  $n_0 = 1$ ) bir cam plakadan geçtiği zaman (kırılma indisi,  $n_2$ ) gelen ışığın bir bölümü yüzeyin önünden ve arkasından yansır. Cam / hava arayüzeyinin yansıması (R), ortamın kırılma indisindeki değişimin bir fonksiyonu olan gelen ışığın şiddetinin yansıyan ışığın şiddetine oranı olarak tanımlanır ve normal gelen ışın için aşağıdaki gibi tarif edilebilir (Pulker, 1984):

$$R = \left( \frac{n_2 - 1}{n_2 + 1} \right)^2 \quad (3.1)$$

Filmetrics Thin Film Analyzer F20 kalınlık ölçüm cihazı altlık malzemesinin, ortamın ve kaplamanın kırılma indisini verebilmektedir.

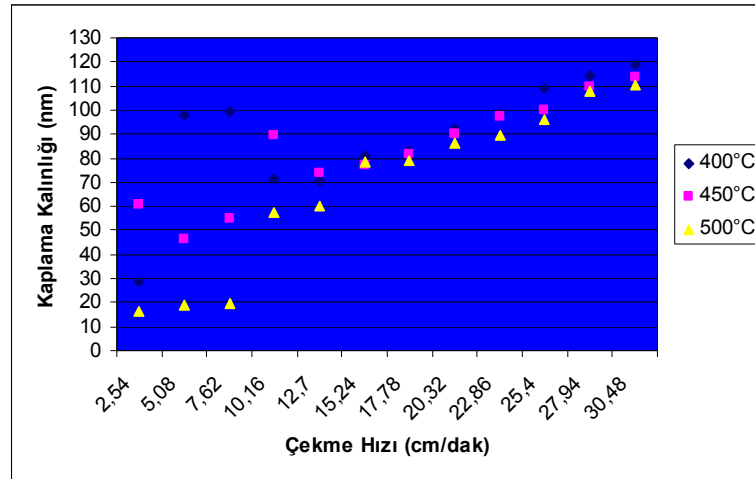
Cam numunelerin kaplama kalınlıkları belirlenirken yüzey farklılıkları da göz önüne alınmıştır. Camın hava yüzeyi ile kalaylı yüzeyi arasında kıyaslama yapılabilmesi açısından her iki yüzeyini de analizlerde kullanılmıştır.

Saf  $TiO_2$  çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları ölçüm sonuçları Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Çizelge 3.1 Saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları

400°C		450°C		500°C	
Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)
2.54	29.2	2.54	60.7	2.54	16.5
5.08	98.1	5.08	46.3	5.08	19.1
7.62	99.2	7.62	54.7	7.62	19.9
10.16	71.1	10.16	89.4	10.16	57.8
12.7	70.5	12.7	73.9	12.7	59.9
15.24	80.9	15.24	77.2	15.24	78.4
17.78	82.9	17.78	81.7	17.78	78.8
20.32	92.1	20.32	89.9	20.32	86.2
22.86	98.4	22.86	97.1	22.86	89.3
25.4	109.1	25.4	99.7	25.4	96.3
27.94	114.2	27.94	109.6	27.94	107.9
30.48	119.1	30.48	113.5	30.48	110.1

Şekil 3.1’de saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıklarının kıyaslama grafiği görülmektedir.



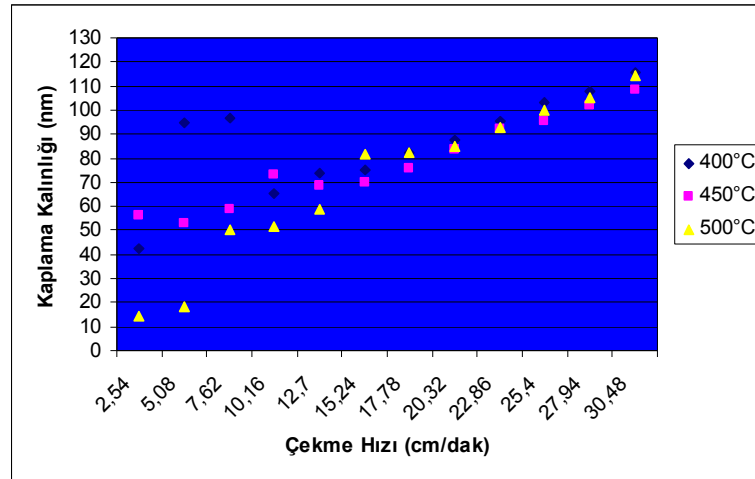
Şekil 3.1 Saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafiği.

Saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları ölçüm sonuçları Çizelge 3.2’de verilmiştir.

Çizelge 3.2 Saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları

400°C		450°C		500°C	
Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)
2.54	42.7	2.54	56.15	2.54	14.1
5.08	94.7	5.08	53.15	5.08	18.2
7.62	96.9	7.62	59.1	7.62	50.6
10.16	65.1	10.16	73.2	10.16	51.9
12.7	73.6	12.7	68.7	12.7	58.6
15.24	75.1	15.24	70.2	15.24	81.5
17.78	82.5	17.78	76.1	17.78	82.1
20.32	87.7	20.32	83.3	20.32	84.9
22.86	95.3	22.86	92.2	22.86	92.7
25.4	103.5	25.4	95.2	25.4	100.1
27.94	108.1	27.94	101.9	27.94	104.9
30.48	115.5	30.48	108.4	30.48	114.4

Şekil 3.2’de saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıklarının kıyaslama grafiği görülmektedir.



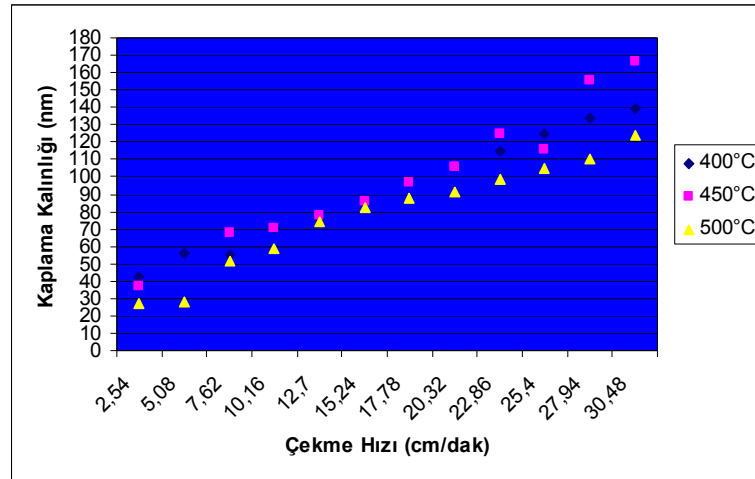
Şekil 3.2 Saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafiği.

Demir katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları ölçüm sonuçları Çizelge 3.3’de verilmiştir.

Çizelge 3.3 Demir Katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları

400°C		450°C		500°C	
Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)
2.54	42.16	2.54	37.4	2.54	27.15
5.08	56.47	5.08	-	5.08	27.8
7.62	55.48	7.62	68	7.62	51.77
10.16	70.72	10.16	70.36	10.16	58.82
12.7	75.95	12.7	78.15	12.7	74.22
15.24	86.84	15.24	85.67	15.24	82.14
17.78	96.94	17.78	97.19	17.78	87.98
20.32	106.15	20.32	105.9	20.32	91.13
22.86	114.69	22.86	124.92	22.86	98.65
25.4	124.86	25.4	116.23	25.4	105.01
27.94	133.91	27.94	155.54	27.94	110.58
30.48	139.67	30.48	166.4	30.48	123.99

Şekil 3.3'te demir katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıklarının kıyaslama grafiği görülmektedir.



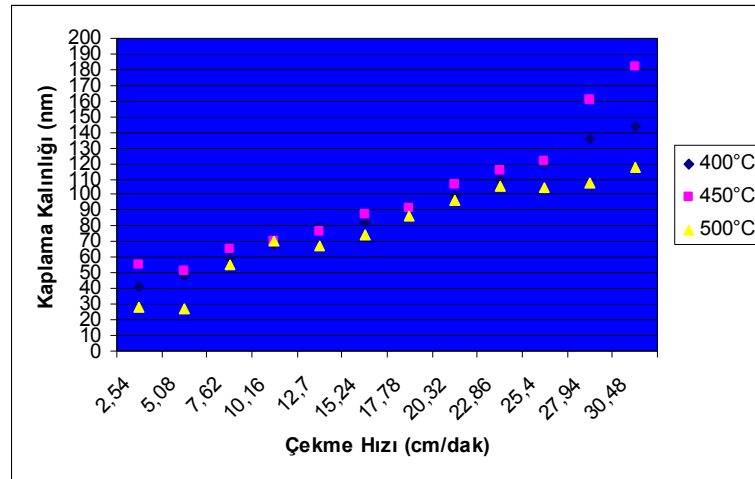
Şekil 3.3 Demir katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafiği.

Demir katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları ölçüm sonuçları Çizelge 3.4'te verilmiştir.

Çizelge 3.4 Demir katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları

400°C		450°C		500°C	
Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)
2.54	41.39	2.54	55.45	2.54	28.48
5.08	48.08	5.08	50.87	5.08	27.38
7.62	59.77	7.62	65.10	7.62	54.91
10.16	67.93	10.16	70.16	10.16	70.44
12.7	79.49	12.7	76.22	12.7	66.96
15.24	82.27	15.24	87.21	15.24	74.47
17.78	93.22	17.78	91.5	17.78	86.07
20.32	99.69	20.32	106.2	20.32	96.62
22.86	109.95	22.86	115.81	22.86	105.7
25.4	119.45	25.4	121.43	25.4	104.67
27.94	136.07	27.94	160.4	27.94	107.42
30.48	143.56	30.48	182.05	30.48	117.53

Şekil 3.4'te demir katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıklarının kıyaslama grafiği görülmektedir.



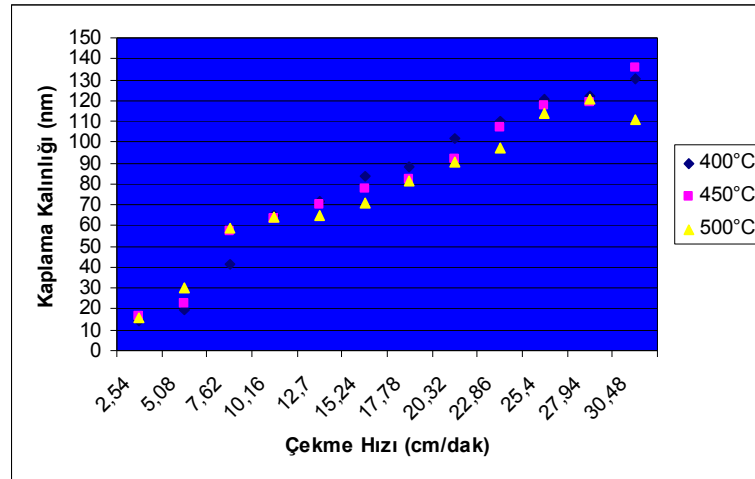
Şekil 3.4 Demir katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafiği.

Krom katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları ölçüm sonuçları Çizelge 3.5'te verilmiştir.

Çizelge 3.5 Krom Katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları

400°C		450°C		500°C	
Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)
2.54	14.27	2.54	16.22	2.54	16
5.08	19.23	5.08	22.34	5.08	30,24
7.62	41.82	7.62	57.02	7.62	58.93
10.16	64.84	10.16	63.56	10.16	63.83
12.7	71.3	12.7	70.05	12.7	65.13
15.24	83.47	15.24	77.5	15.24	71.22
17.78	88.42	17.78	82.2	17.78	81.5
20.32	102	20.32	91.78	20.32	90.53
22.86	109.69	22.86	107.29	22.86	97.41
25.4	120.49	25.4	117.87	25.4	113.78
27.94	122.11	27.94	119.13	27.94	120.74
30.48	130.32	30.48	135.59	30.48	110.54

Şekil 3.5'te krom katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıklarının kıyaslama grafiği görülmektedir.



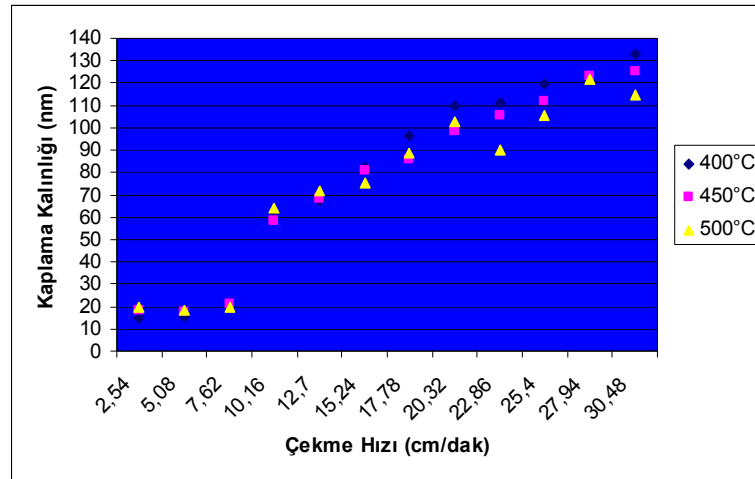
Şekil 3.5 Krom katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin hava yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafiği.

Krom katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları ölçüm sonuçları Çizelge 3.6'da verilmiştir.

Çizelge 3.6 Krom Katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları

400°C		450°C		500°C	
Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)	Çekme Hızı (cm/dak)	Kaplama Kalınlıkları (nm)
2.54	14.52	2.54	18.53	2.54	20
5.08	15.47	5.08	17.76	5.08	18.05
7.62	20	7.62	20.92	7.62	19.35
10.16	62.18	10.16	58.41	10.16	63.89
12.7	67.79	12.7	68.03	12.7	71.64
15.24	82.62	15.24	81	15.24	75.56
17.78	96.73	17.78	85.64	17.78	88.7
20.32	109.74	20.32	98.53	20.32	103.03
22.86	111.5	22.86	105.74	22.86	90.13
25.4	119.37	25.4	111.62	25.4	105.37
27.94	121.09	27.94	123.24	27.94	122
30.48	133.05	30.48	125.13	30.48	114.48

Şekil 3.6'da krom katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıklarının kıyaslama grafiği görülmektedir.

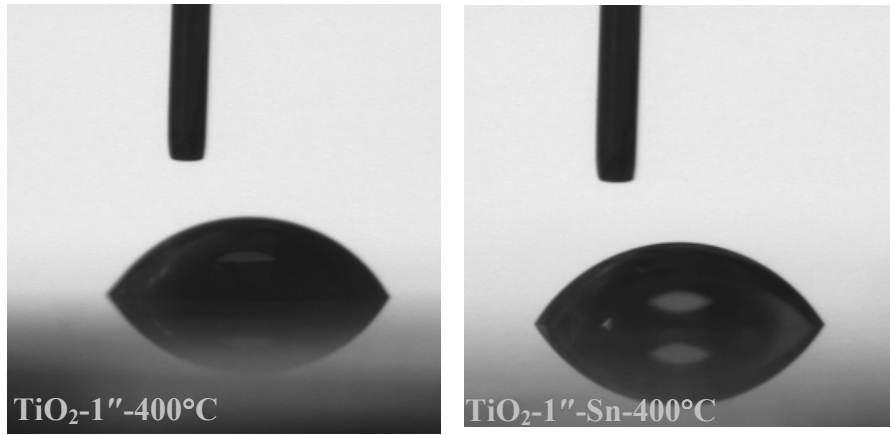


Şekil 3.6 Krom katkılı TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile hazırlanan numunelerin kalay yüzeylerinin kaplama kalınlıkları grafiği.

### 3.2 Temas Açısı Ölçümleri

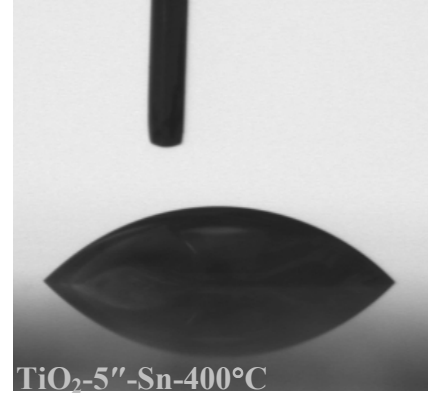
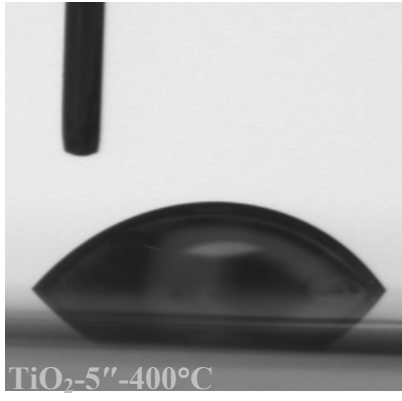
Saf  $\text{TiO}_2$ , demir katkılı ve krom katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltileri ile kaplanmış olan numunelerin temas açıları, cam numuneler yatay durumdayken üzerlerine 2  $\mu\text{l}$  su damlası damlatılarak ölçülmüştür. Su damlaları her numunenin üç farklı yüzeyine damlatılarak, beş ayrı ölçüm yapılmıştır. Numunelerin yüzeyine damlatılan damlacıkların fotoğraf görüntüleri alınmıştır (Çizelgelerde ve grafiklerde verilen değerler bu ölçüm değerlerinin ortalamasıdır).

Şekil 3.7’de saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 2.54 cm/dak (1”) çekme hızı ile kaplanan, 400°C’de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



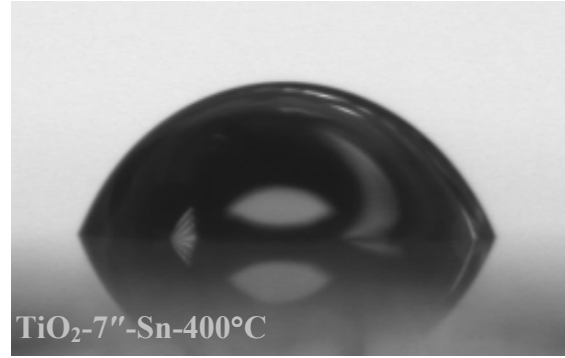
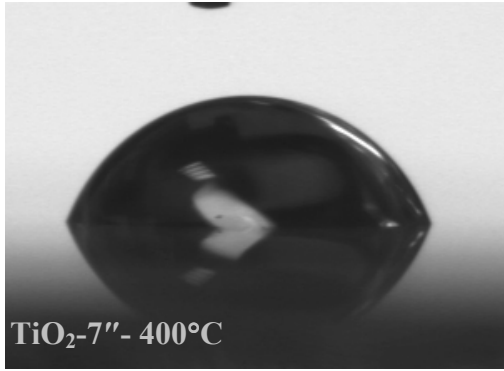
Şekil 3.7 400°C’de sinterlenen, saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü

12 farklı çekme hızı ile kaplanan, 400°C’de sinterlenen numunelerin hepsine temas açısı ölçümü uygulanmıştır. 12 numune içerisinde temas açıları en yüksek olan üç numune seçilip temas açısı görüntüleri kıyaslanmıştır. Şekil 3.8’de saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 12.7 cm/dak (5”) çekme hızı ile kaplanan, 400°C’de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



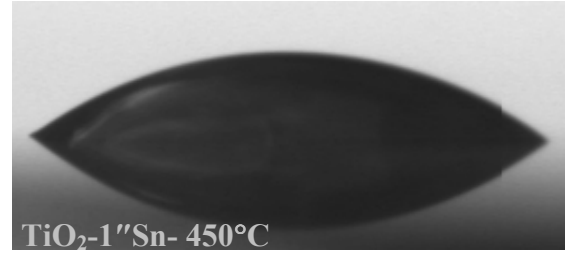
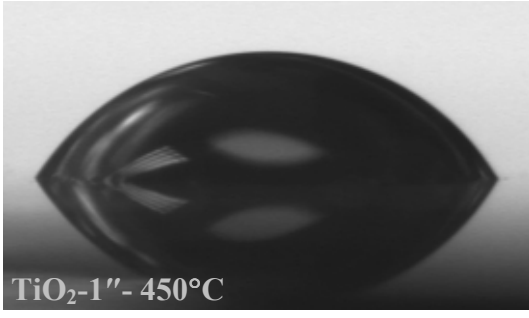
Şekil 3.8 400°C'de sinterlenen, saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.9'da saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi kullanılarak 17.78 cm/dak (7") çekme hızı ile kaplanan, 400°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



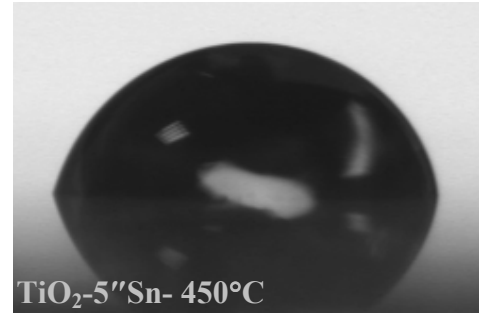
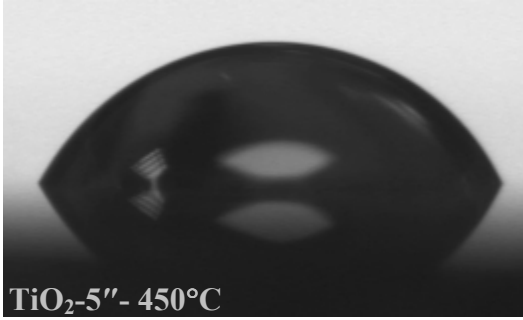
Şekil 3.9 400°C'de sinterlenen, saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

12 farklı çekme hızı ile kaplanan, 450°C'de sinterlenen numunelerin hepsine temas açısı ölçümü uygulanmıştır. 12 numune içerisinde, saf titanya ile kaplanan ve değişik sıcaklıklarda sinterlenen numunelerle karşılaştırılması açısından aynı çekme hızındaki numunelerin temas açıları görüntüsü verilmiştir. Şekil 3.10'da saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi kullanılarak 2.54 cm/dak (1") çekme hızı ile kaplanan, 450°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



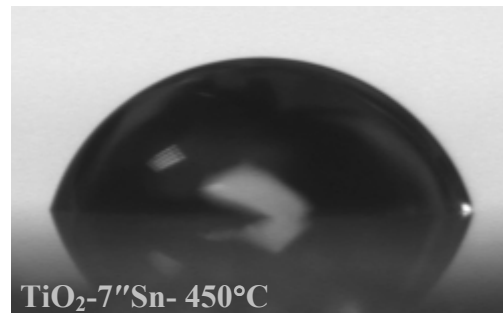
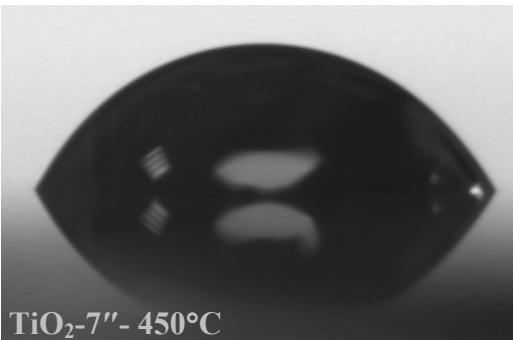
Şekil 3.10 450°C'de sinterlenen, saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.11'de saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi kullanılarak 12.7 cm/dak (5") çekme hızı ile kaplanan, 450°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



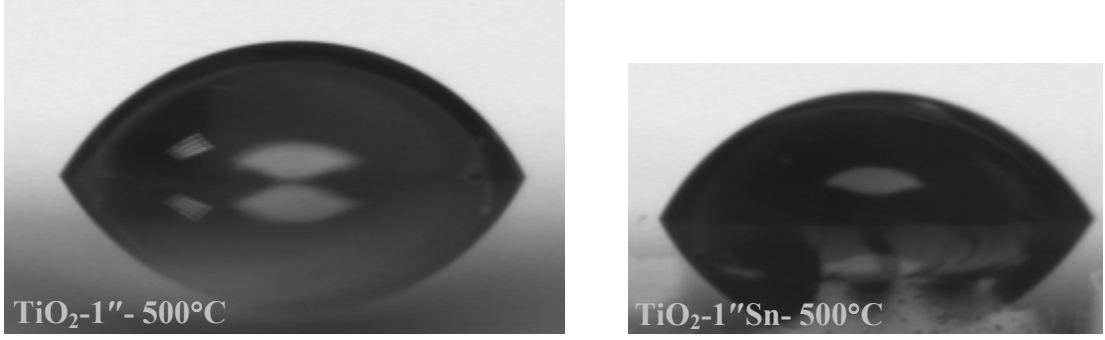
Şekil 3.11 450°C'de sinterlenen, saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.12'de saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi kullanılarak 17.78 cm/dak (7") çekme hızı ile kaplanan, 450°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



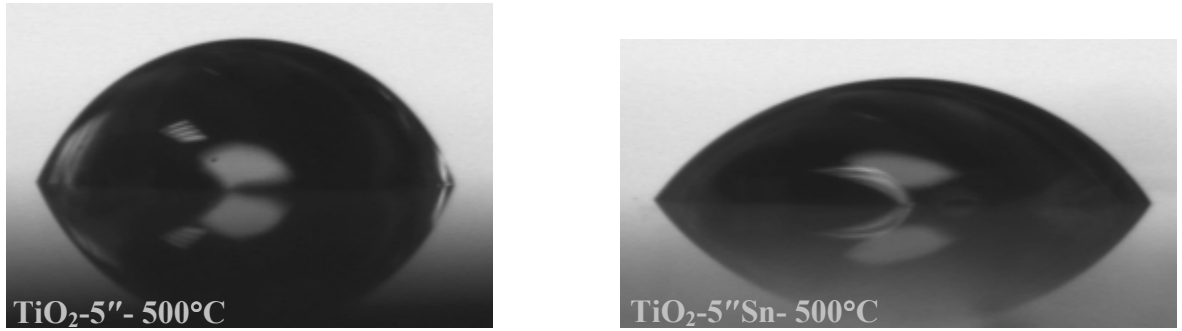
Şekil 3.12 450°C'de sinterlenen, saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 2.54 cm/dak (1") çekme hızları ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta 1 saat süre ile sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeylerinin temas açılarının görüntüleri Şekil 3.13'te verilmiştir.



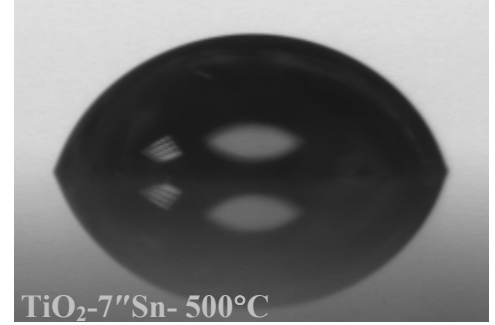
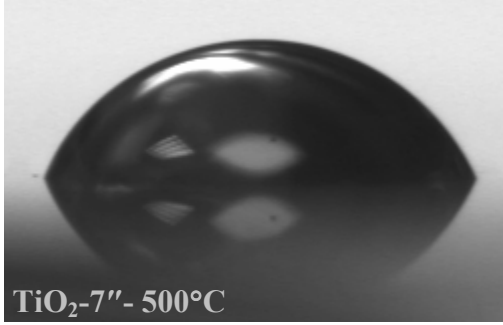
Şekil 3.13 500°C'de sinterlenen, saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.14'te saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 12.7 cm/dak (5") çekme hızı ile kaplanan, 500°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.14 500°C'de sinterlenen, saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.15'te saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 17.78 cm/dak (7") çekme hızı ile kaplanan, 500°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.15 500°C'de sinterlenen, saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

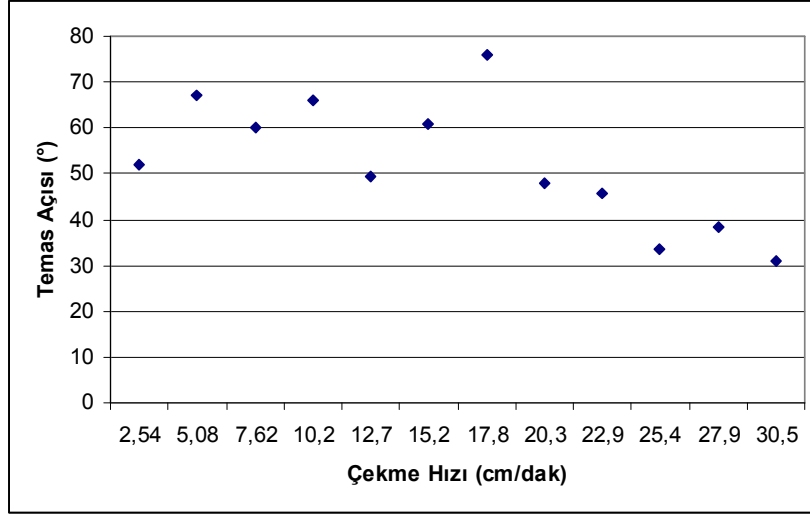
Saf  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin temas ölçüm sonuçları Çizelge 3.7'de verilmiştir.

Çizelge 3.7 Saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları.

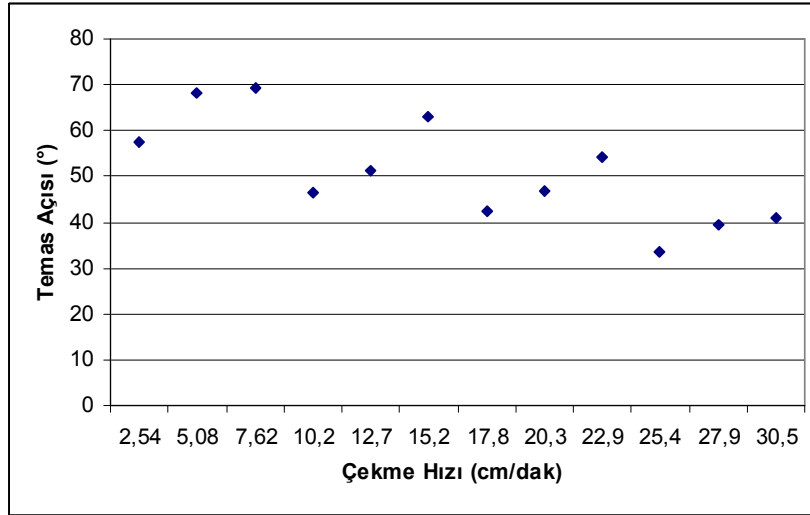
Numune No	400°C		450°C		500°C	
	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)
1	2.54	52.08	2.54	57.56	2.54	54.55
2	5.08	67.22	5.08	68.18	5.08	59.02
3	7.62	60	7.62	69.24	7.62	67.82
4	10.16	65.83	10.16	46.39	10.16	78.2
5	12.7	49.24	12.7	51.15	12.7	72.41
6	15.24	60.72	15.24	63.01	15.24	66.51
7	17.78	75.94	17.78	42.4	17.78	71.62
8	20.32	48.06	20.32	46.66	20.32	96.25
9	22.86	45.7	22.86	54.12	22.86	62.4
10	25.4	33.42	25.4	33.46	25.4	63.72
11	27.94	38.3	27.94	39.61	27.94	47.37
12	30.48	30.98	30.48	40.77	30.48	47.98

Şekil 3.16'da Saf titanya çözeltisi ile 12 farklı çekme hızı ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C'de sinterlenmiş numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri verilmiştir.

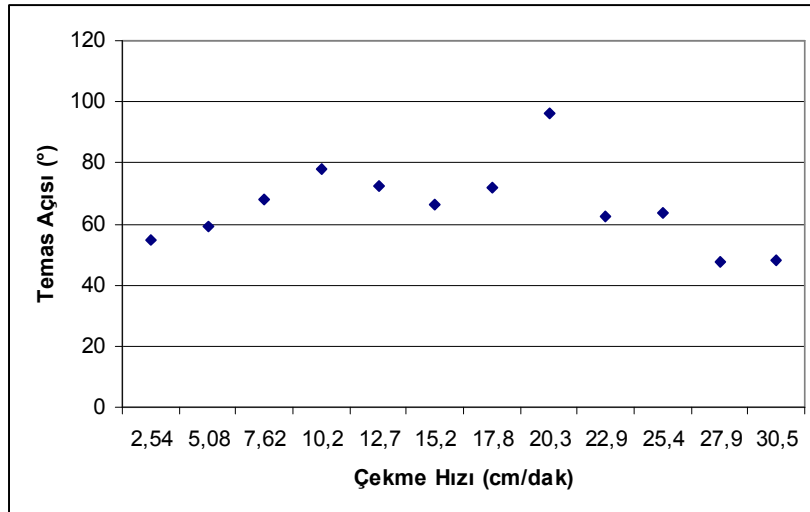
a)



b)



c)



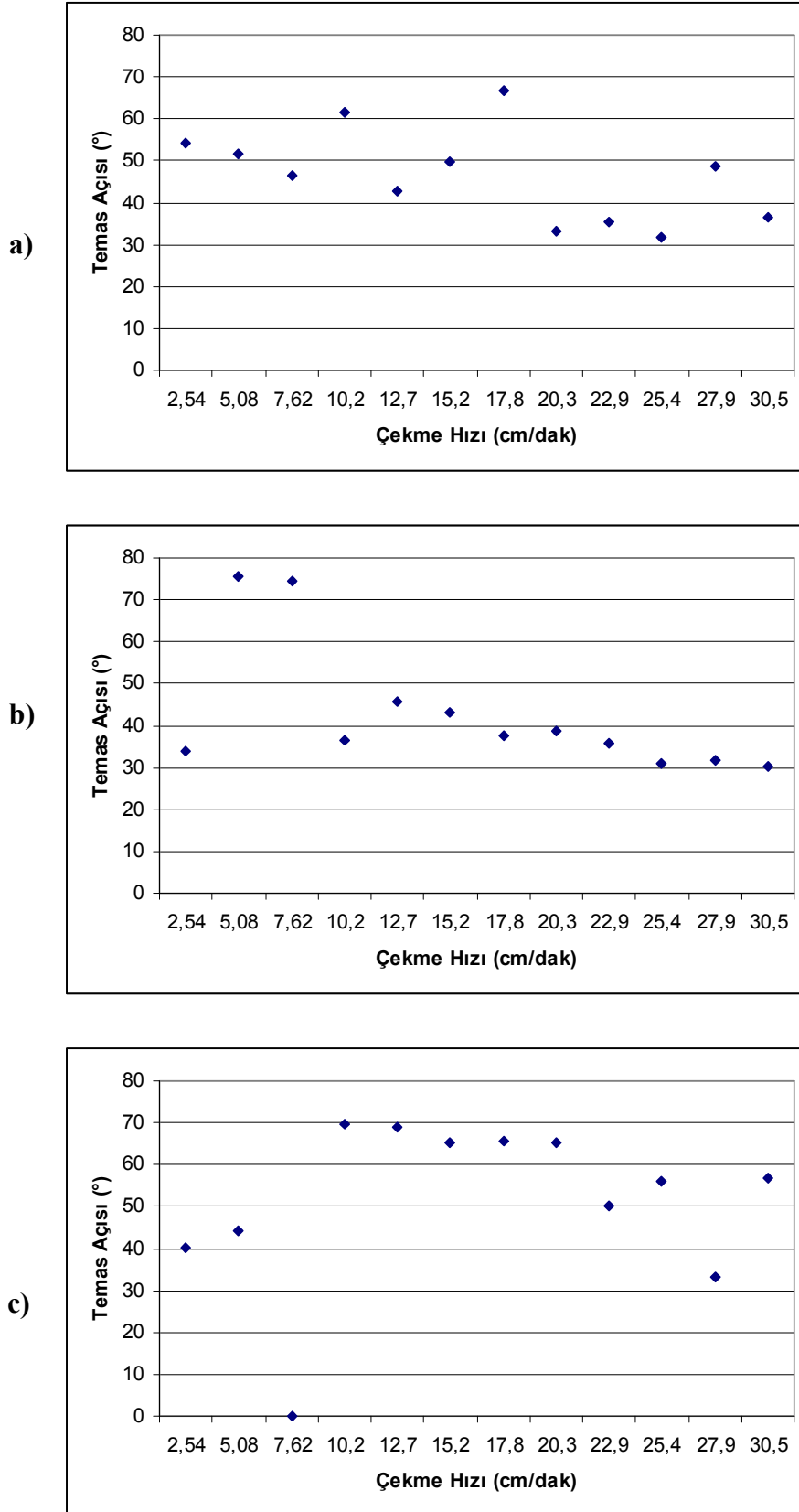
Şekil 3.16 Saf titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri: a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C

Saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin temas ölçüm sonuçları Çizelge 3.8’de verilmiştir.

Çizelge 3.8 Saf TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları.

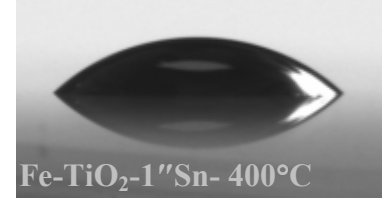
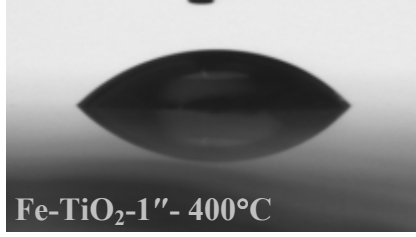
Numune No	400°C		450°C		500°C	
	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)
1	2.54	54.23	2.54	33.74	2.54	40.02
2	5.08	51.63	5.08	75.47	5.08	44.21
3	7.62	46.41	7.62	74.6	7.62	-
4	10.16	61.66	10.16	36.38	10.16	69.81
5	12.7	42.66	12.7	45.8	12.7	68.78
6	15.24	49.73	15.24	43.08	15.24	65.23
7	17.78	66.81	17.78	37.45	17.78	65.66
8	20.32	33.34	20.32	38.83	20.32	65.34
9	22.86	35.33	22.86	35.65	22.86	50
10	25.4	31.82	25.4	30.97	25.4	55.96
11	27.94	48.69	27.94	31.63	27.94	33.06
12	30.48	36.6	30.48	30.33	30.48	56.84

Şekil 3.17’de saf titanya çözeltisi ile 12 farklı çekme hızı ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C’de sinterlenmiş numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri verilmiştir.



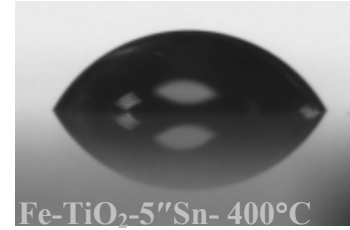
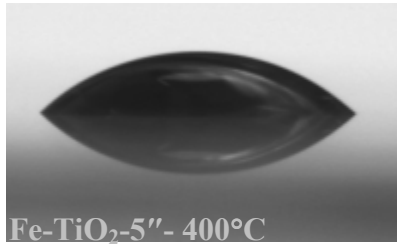
Şekil 3.17 Saf titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri: a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C

Şekil 3.18'de demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 2.54 cm/dak (1") çekme hızı ile kaplanan, 400°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



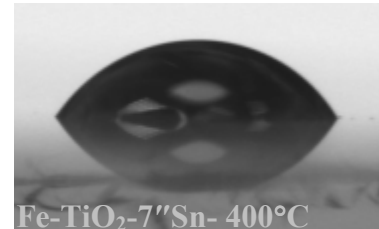
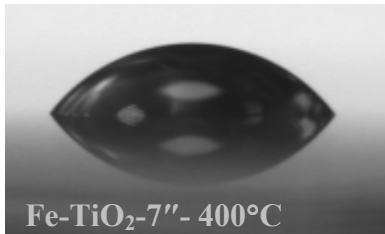
Şekil 3.18 400°C'de sinterlenen, demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.19'da demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 12.7 cm/dak (5") çekme hızı ile kaplanan, 400°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



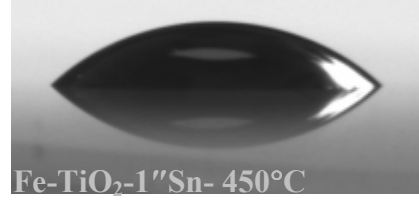
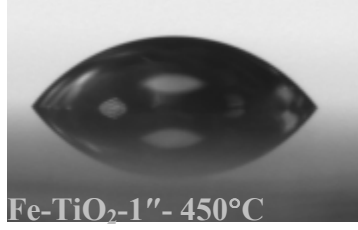
Şekil 3.19 400°C'de sinterlenen, demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.20'de demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 17.78 cm/dak (7") çekme hızı ile kaplanan, 400°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



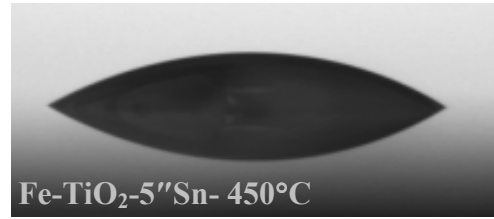
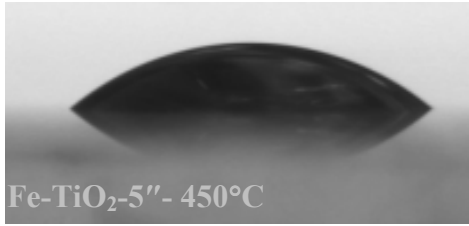
Şekil 3.20 400°C'de sinterlenen, demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.21'de demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 2.54 cm/dak (1") çekme hızı ile kaplanan, 450°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



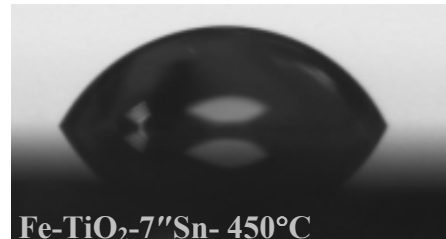
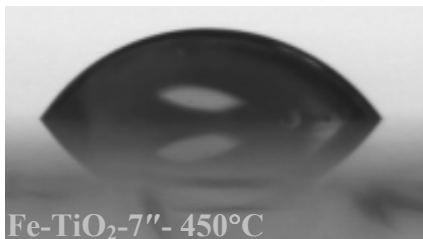
Şekil 3.21 450°C'de sinterlenen, demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.22'de demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 12.7 cm/dak (5") çekme hızı ile kaplanan, 450°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.22 450°C'de sinterlenen, demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.23'de demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 17.78 cm/dak (7") çekme hızı ile kaplanan, 450°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.23 450°C'de sinterlenen, demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.24'te demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 2.54 cm/dak (1") çekme hızı ile kaplanan, 500°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



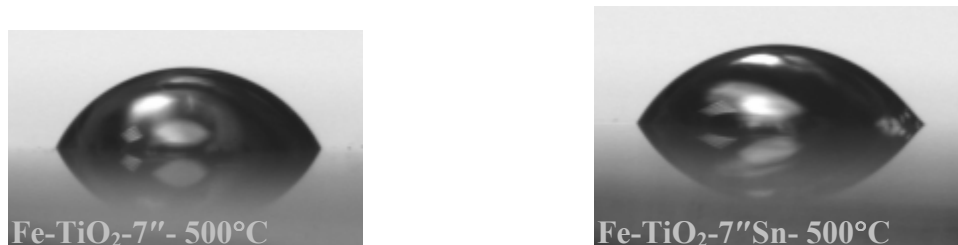
Şekil 3.24 500°C'de sinterlenen, demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.25'te demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 12.7 cm/dak (5") çekme hızı ile kaplanan, 500°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.25 500°C'de sinterlenen, demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.26'da demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi kullanılarak 17.78 cm/dak (7") çekme hızı ile kaplanan, 500°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



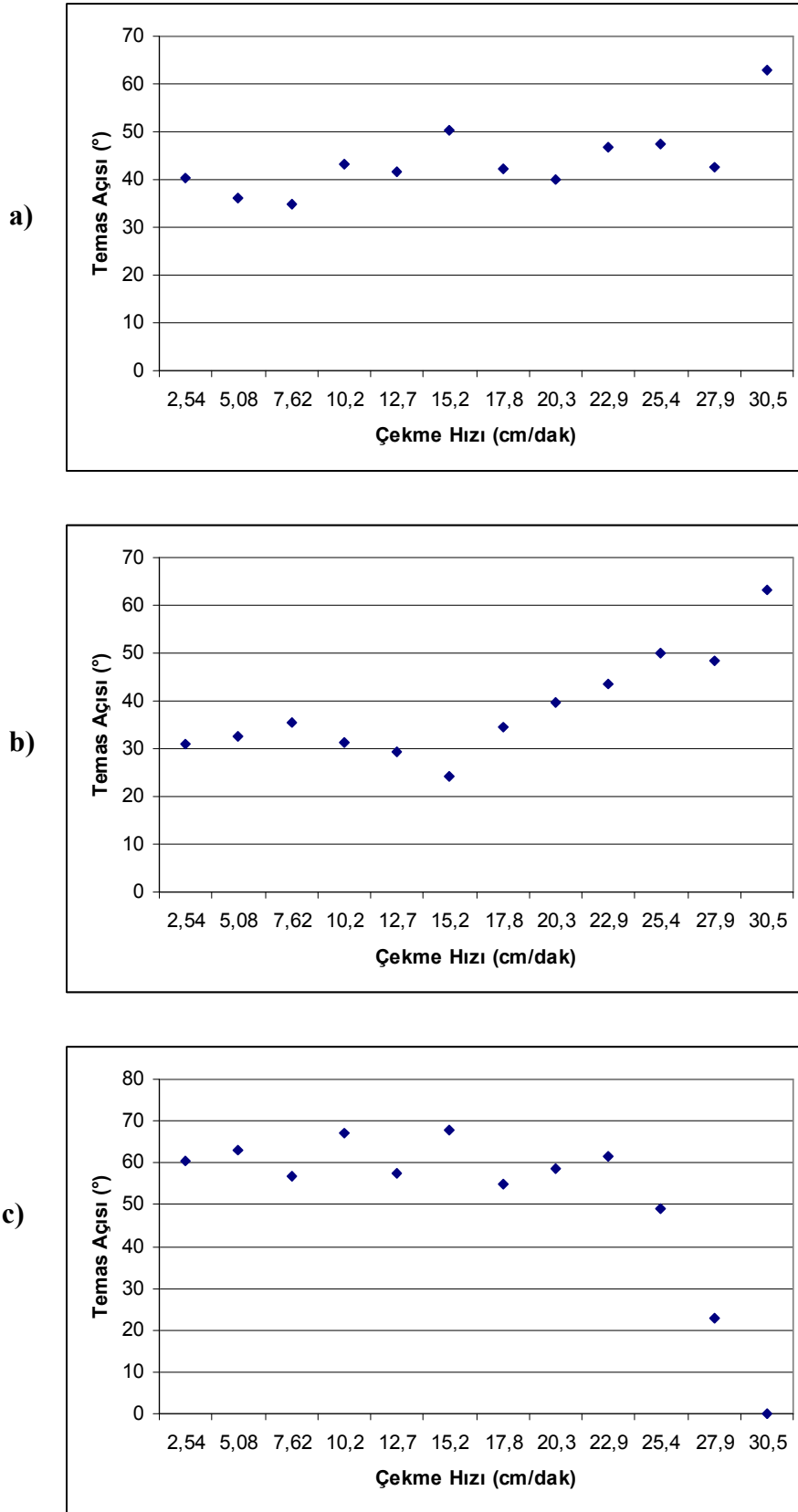
Şekil 3.26 500°C'de sinterlenen, demir katkılı  $\text{TiO}_2$  çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Demir ile katkılandırılmış, TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin temas ölçüm sonuçları Çizelge 3.9’da verilmiştir.

Çizelge 3.9 Demir ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları.

Numune No	400°C		450°C		500°C	
	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)
1	2.54	40.35	2.54	30.95	2.54	60.6
2	5.08	36.05	5.08	32.52	5.08	63.10
3	7.62	34.93	7.62	35.39	7.62	56.63
4	10.16	43.26	10.16	31.29	10.16	67.28
5	12.7	41.62	12.7	29.31	12.7	57.61
6	15.24	50.35	15.24	24.06	15.24	67.93
7	17.78	42.18	17.78	34.67	17.78	54.99
8	20.32	40.07	20.32	39.73	20.32	58.59
9	22.86	46.72	22.86	43.69	22.86	61.66
10	25.4	47.33	25.4	50.12	25.4	48.97
11	27.94	42.43	27.94	48.28	27.94	22.89
12	30.48	62.82	30.48	63.17	30.48	-

Şekil 3.27’de demir katkılı titanya çözeltisi ile 12 farklı çekme hızı ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C’de sinterlenmiş numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri verilmiştir.



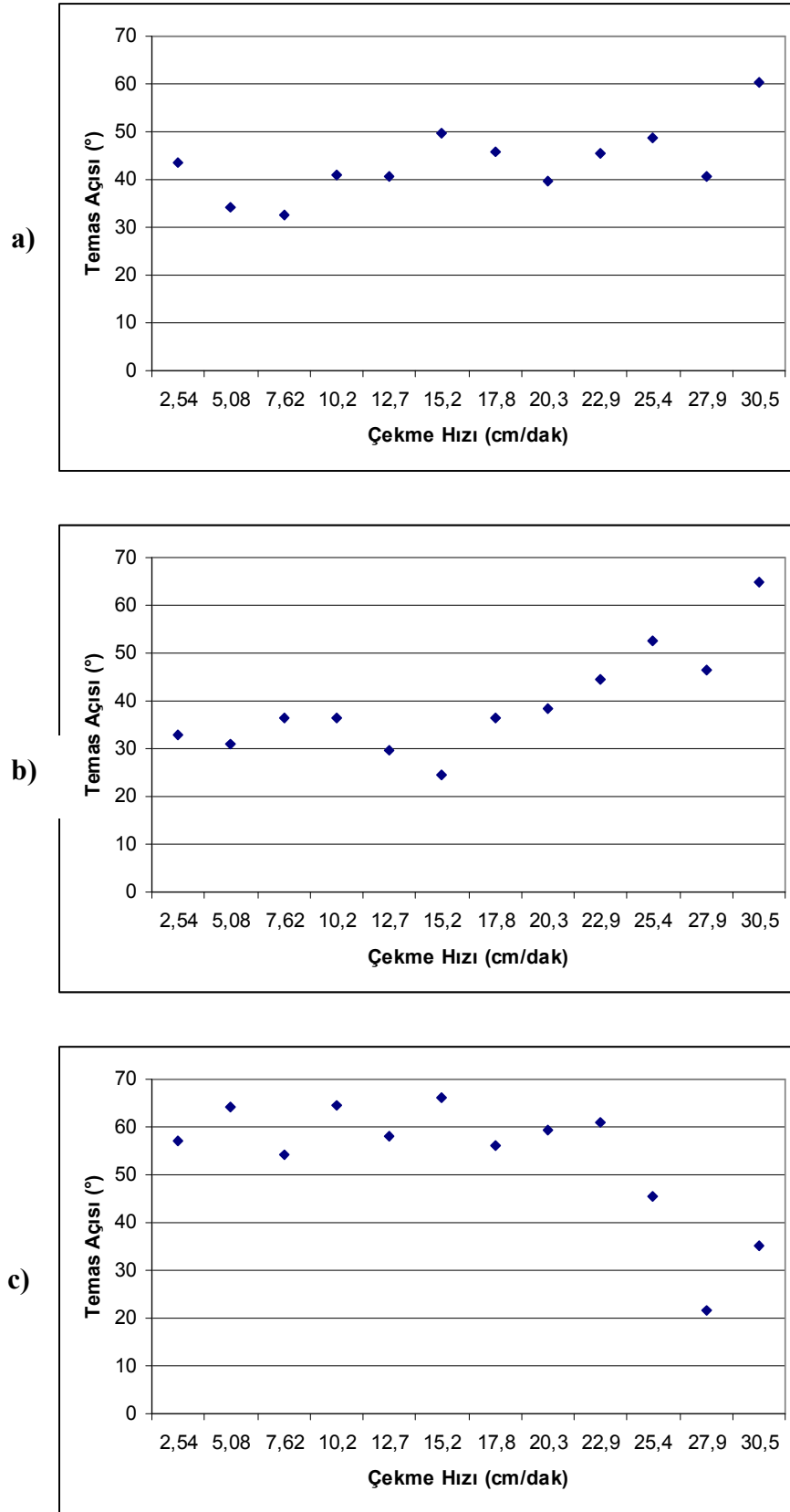
Şekil 3.27 Demir katkılı titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C

Demir ile katkılandırılmış, TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin temas ölçüm sonuçları Çizelge 3.10'da verilmiştir.

Çizelge 3.10 Demir ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları.

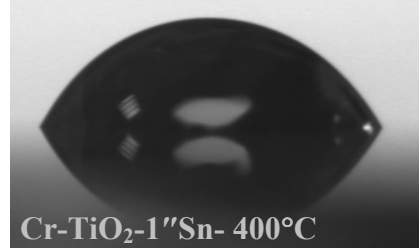
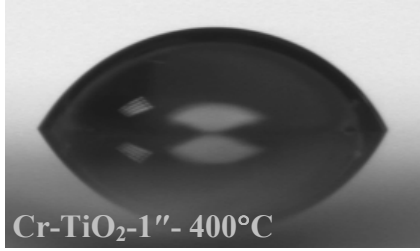
Numune No	400°C		450°C		500°C	
	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)
1	2.54	43.51	2.54	33.05	2.54	57.03
2	5.08	34.26	5.08	30.90	5.08	64.31
3	7.62	32.65	7.62	36.42	7.62	54.08
4	10.16	41.03	10.16	36.51	10.16	64.61
5	12.7	40.56	12.7	29.52	12.7	58.12
6	15.24	49.78	15.24	24.67	15.24	66.01
7	17.78	45.71	17.78	36.35	17.78	56.29
8	20.32	39.59	20.32	38.47	20.32	59.22
9	22.86	45.64	22.86	44.52	22.86	60.85
10	25.4	48.61	25.4	52.56	25.4	45.34
11	27.94	40.67	27.94	46.32	27.94	21.77
12	30.48	60.35	30.48	64.90	30.48	35.24

Şekil 3.28'de demir katkılı titanya çözeltisi ile 12 farklı çekme hızı ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C'de sinterlenmiş numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri verilmiştir.



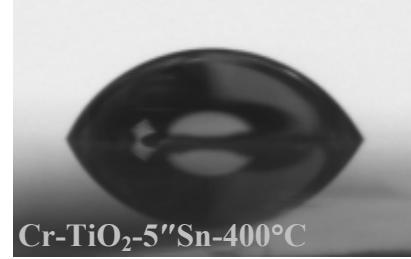
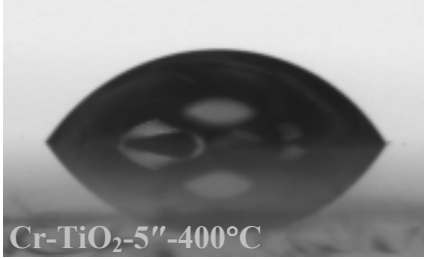
Şekil 3.28 Demir katkılı titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C

Şekil 3.29'da krom ile katkılandırılmış  $TiO_2$  çözeltisi kullanılarak 2.54 cm/dak (1") çekme hızı ile kaplanan, 400°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



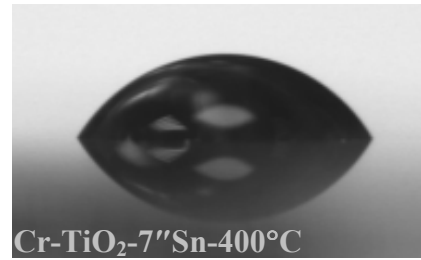
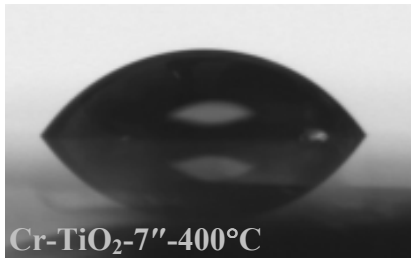
Şekil 3.29 400°C'de sinterlenen, krom katkılı  $TiO_2$  çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.30'da krom ile katkılandırılmış  $TiO_2$  çözeltisi kullanılarak 12.7 cm/dak (5") çekme hızı ile kaplanan, 400°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



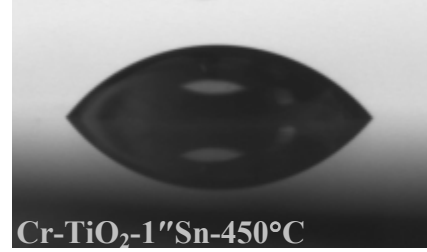
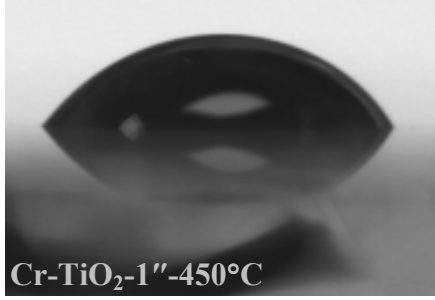
Şekil 3.30 400°C'de sinterlenen, krom katkılı  $TiO_2$  çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.31'de krom ile katkılandırılmış  $TiO_2$  çözeltisi kullanılarak 17.78 cm/dak (7") çekme hızı ile kaplanan, 400°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



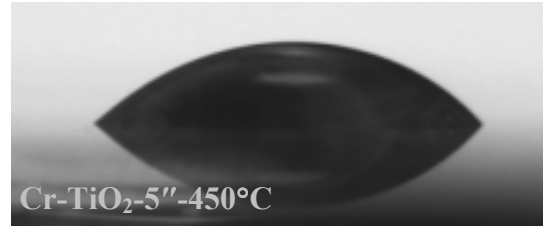
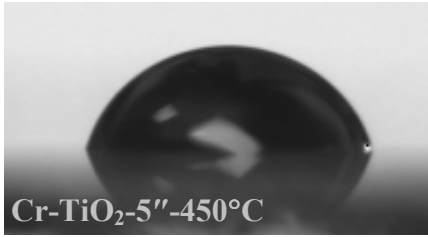
Şekil 3.31 400°C'de sinterlenen, krom katkılı  $TiO_2$  çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.32’de krom ile katkılandırılmış  $TiO_2$  çözeltisi kullanılarak 2.54 cm/dak (1") çekme hızı ile kaplanan, 450°C’de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



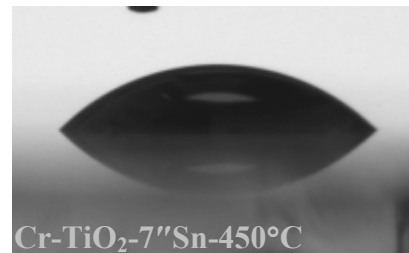
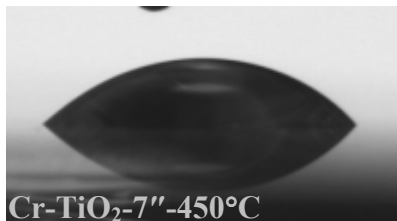
Şekil 3.32 450°C’de sinterlenen, krom katkılı  $TiO_2$  çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.33’te krom ile katkılandırılmış  $TiO_2$  çözeltisi kullanılarak 12.7 cm/dak (5") çekme hızı ile kaplanan, 450°C’de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.33 450°C’de sinterlenen, krom katkılı  $TiO_2$  çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.34’te krom ile katkılandırılmış  $TiO_2$  çözeltisi kullanılarak 17.78 cm/dak (7") çekme hızı ile kaplanan, 450°C’de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.34 450°C’de sinterlenen, krom katkılı  $TiO_2$  çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.35'te krom ile katkılandırılmış  $TiO_2$  çözeltisi kullanılarak 2.54 cm/dak (1") çekme hızı ile kaplanan, 500°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



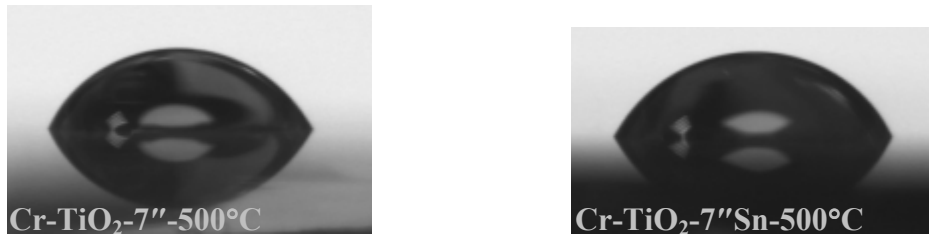
Şekil 3.35 500°C'de sinterlenen, krom katkılı  $TiO_2$  çözeltisi ile 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.36'da krom ile katkılandırılmış  $TiO_2$  çözeltisi kullanılarak 12.7 cm/dak (5") çekme hızı ile kaplanan, 500°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.36 500°C'de sinterlenen, krom katkılı  $TiO_2$  çözeltisi ile 12.7 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

Şekil 3.37'de krom ile katkılandırılmış  $TiO_2$  çözeltisi kullanılarak 17.78 cm/dak (7") çekme hızı ile kaplanan, 500°C'de sinterlenen numunenin hava ve kalaylı yüzeyinin temas açısı görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.37 500°C'de sinterlenen, krom katkılı  $TiO_2$  çözeltisi ile 17.78 cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin hava ve kalay yüzeyinin temas açısı görüntüsü.

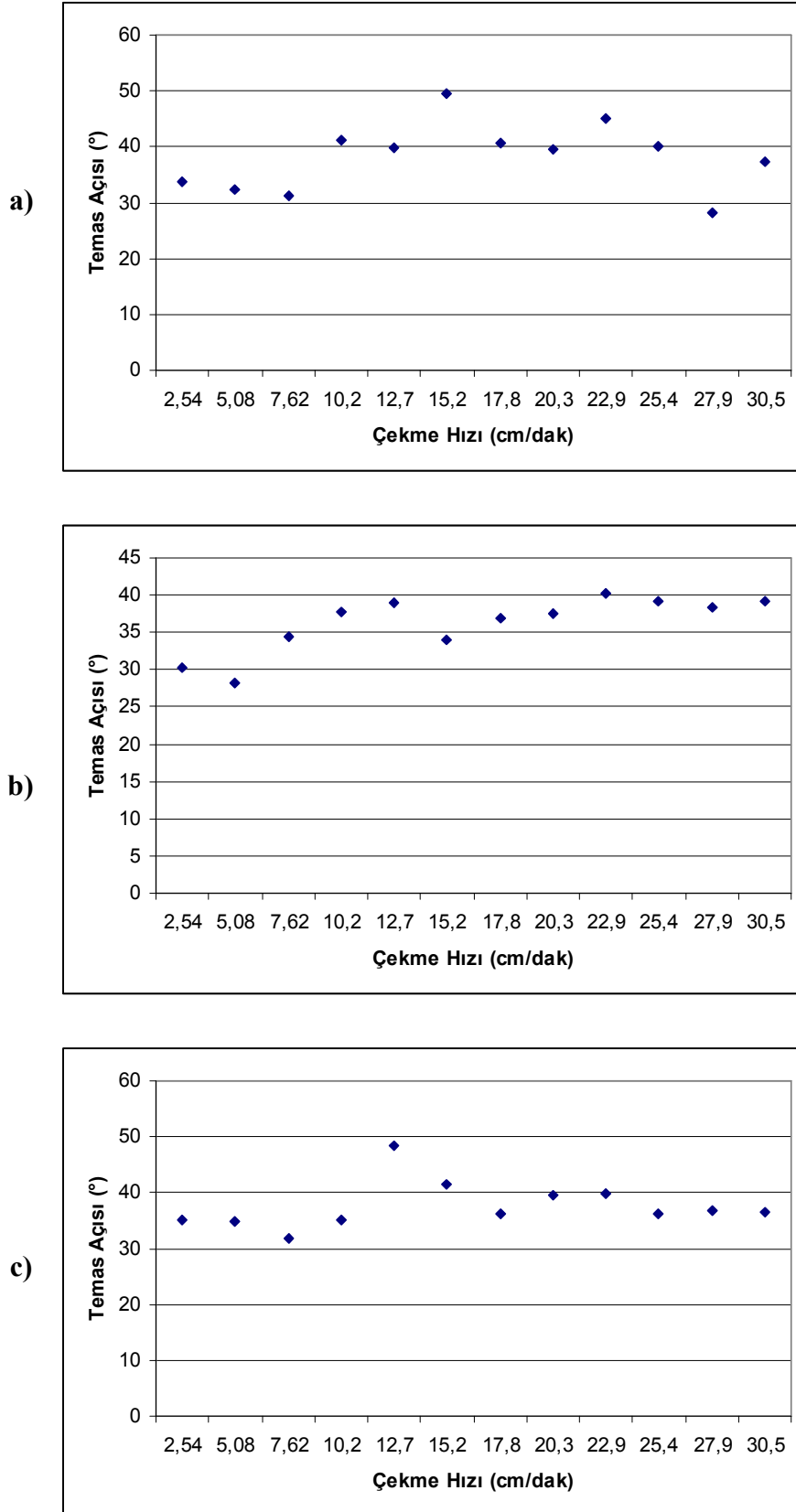
Krom ile katkılandırılmış,  $TiO_2$  çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin temas ölçüm sonuçları Çizelge

3.11’de verilmiştir.

Çizelge 3.11 Krom ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları

Numune No	400°C		450°C		500°C	
	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)
1	2.54	33.74	2.54	30.22	2.54	35.21
2	5.08	32.31	5.08	28.27	5.08	34.71
3	7.62	31.26	7.62	34.49	7.62	31.67
4	10.16	41.27	10.16	37.83	10.16	35.13
5	12.7	39.91	12.7	38.9	12.7	48.41
6	15.24	49.41	15.24	33.96	15.24	41.39
7	17.78	40.63	17.78	36.94	17.78	36.12
8	20.32	39.48	20.32	37.62	20.32	39.53
9	22.86	45.17	22.86	40.32	22.86	39.71
10	25.4	40.17	25.4	39.29	25.4	36.31
11	27.94	28.31	27.94	38.44	27.94	36.73
12	30.48	37.42	30.48	39.28	30.48	36.55

Şekil 3.38’de krom katkılı titanya çözeltisi ile 12 farklı çekme hızı ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C’de sinterlenmiş numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri verilmiştir.



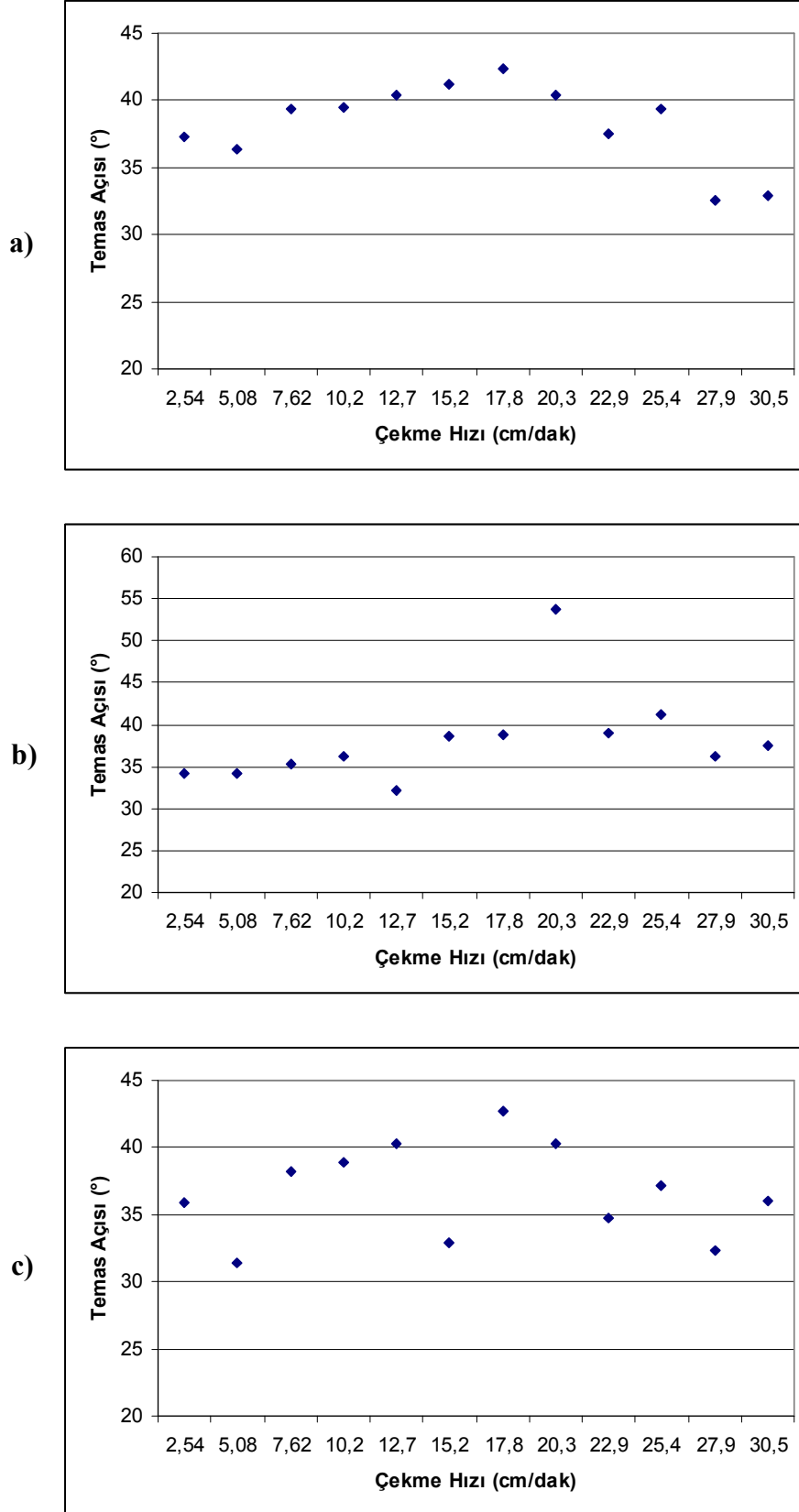
Şekil 3.38 Krom katkılı titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin hava yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C

Krom ile katkılandırılmış, TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin temas ölçüm sonuçları Çizelge 3.12’de verilmiştir.

Çizelge 3.12 Krom ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile kaplanan numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm sonuçları.

Numune No	400°C		450°C		500°C	
	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)	Çekme Hızı (cm/dak)	Temas Açıları (°)
1	2.54	37.24	2.54	34.25	2.54	35.92
2	5.08	36.31	5.08	34.27	5.08	31.38
3	7.62	39.31	7.62	35.34	7.62	38.21
4	10.16	39.47	10.16	36.29	10.16	38.91
5	12.7	40.36	12.7	32.19	12.7	40.31
6	15.24	41.21	15.24	38.59	15.24	32.86
7	17.78	42.37	17.78	38.82	17.78	42.74
8	20.32	40.41	20.32	53.82	20.32	40.28
9	22.86	37.47	22.86	39.06	22.86	34.71
10	25.4	39.37	25.4	41.18	25.4	37.14
11	27.94	32.54	27.94	36.16	27.94	32.38
12	30.48	32.94	30.48	37.52	30.48	36.03

Şekil 3.39’da krom katkılı titanya çözeltisi ile 12 farklı çekme hızı ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C’de sinterlenmiş numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri verilmiştir.



Şekil 3.39 Krom katkılı titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin kalay yüzeylerinin temas açısı ölçüm grafikleri a) 400°C, b) 450°C, c) 500°C

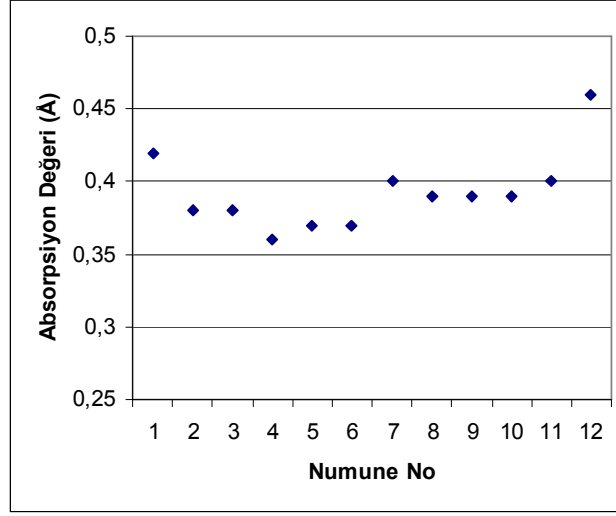
### 3.3 Absorpsiyon Deęeri Ölçümleri

Saf titanya ve katkılandırılmış titanya çözeltilerindeki fotokatalitik etkinin anlaşılabilmesi için Suntest cihazında 4-6 saat süre ile ışındırmaya maruz bırakılan numunelerin spektrofotometrede ölçülen absorpsiyon deęeri Rodamin B'nin absorpsiyon deęeri ile karşılaştırılmıştır. Tüm numunelerin 550 nm'deki absorpsiyon deęeri esas alınmıştır. Çizelge 3.13'te saf titanyum ile kaplanan 300°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin 4 saat süre ile UV ışınmasına maruz kaldıktan sonra elde edilen absorpsiyon deęeri verilmiştir. Saf titanyum çözeltisi ile kaplanan, 300°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin fotokatalitik etkisinin anlaşılabilmesi için kullanılan Rodamin B çözeltisinin ilk absorpsiyon deęeri 0.46 Å'dur.

Çizelge 3.13 Saf titanyum ile kaplanan 300°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm'de ölçülen absorpsiyon deęeri

Numune No	Çekme Hızı (cm/dak)/Sıcaklık (°C)	4 Saat sonunda Absorpsiyon Deęeri (Å)
1	Rodamin B	0.42
2	5.08/300°C	0.38
3	7.62/300°C	0.38
4	10.16/300°C	0.36
5	12.7/300°C	0.37
6	15.24/300°C	0.37
7	17.78/300°C	0.40
8	20.32/300°C	0.39
9	22.86/300°C	0.39
10	25.4/300°C	0.39
11	27.94/300°C	0.40
12	30.48/300°C	0.46

Şekil 3.40'da saf titanyum ile kaplanan 300°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm'de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



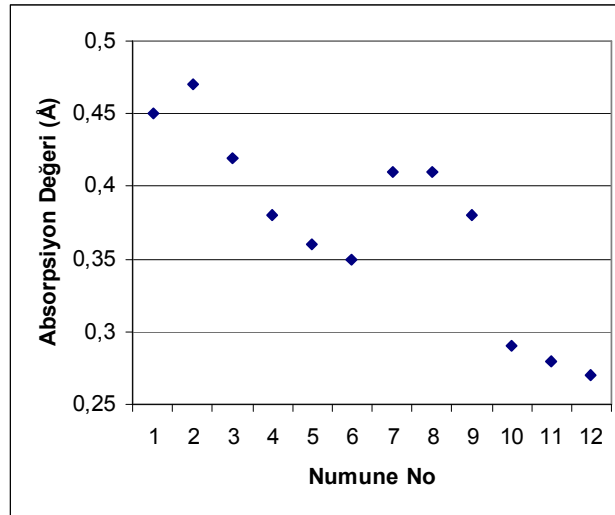
Şekil 3.40 Saf titanyum ile kaplanan 300°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm'de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği

Çizelge 3.14'te saf titanyum ile kaplanan 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin 5 saat süre ile UV ışınımına maruz kaldıktan sonra elde edilen absorpsiyon değerleri verilmiştir. Saf titanyum çözeltisi ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin fotokatalitik etkisinin anlaşılabilmesi için kullanılan Rodamin B çözeltisinin ilk absorpsiyon değeri 0.46 Å'dur.

Şekil 3.41'de saf titanyum ile kaplanan 300°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm'de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.

Çizelge 3.14 Saf titanyum ile kaplanan 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm’de ölçülen absorpsiyon değerleri

Numune No	Çekme Hızı (cm/dak)/Sıcaklık (°C)	5 Saat sonunda Absorpsiyon Değeri (Å)
1	Rodamin B	0.45
2	5.08/400°C	0.47
3	7.62/400°C	0.42
4	10.16/400°C	0.38
5	12.7/400°C	0.36
6	15.24/400°C	0.35
7	17.78/400°C	0.41
8	20.32/400°C	0.41
9	22.86/400°C	0.38
10	25.4/400°C	0.29
11	27.94/400°C	0.28
12	30.48/400°C	0.27



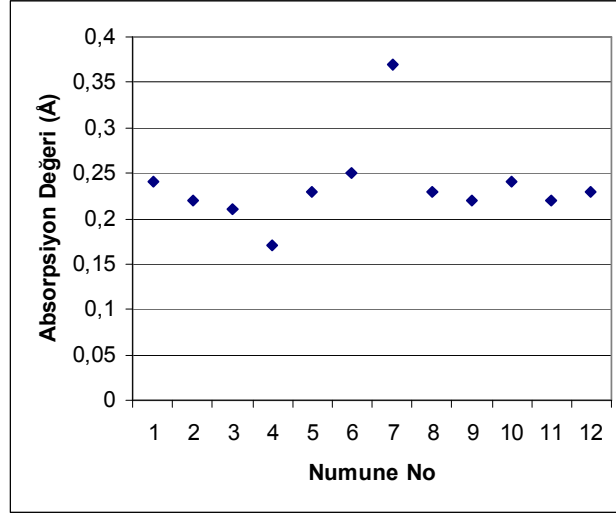
Şekil 3.41 Saf titanyum ile kaplanan 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm’de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği

Çizelge 3.15'te saf titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin 5 saat süre ile UV ışınımına maruz kaldıktan sonra elde edilen, 550 nm'de ölçülen absorpsiyon değerleri verilmiştir. Saf titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin fotokatalitik etkisinin anlaşılabilmesi için kullanılan Rodamin B çözeltisinin ilk absorpsiyon değeri 0.49 Å'dur.

Çizelge 3.15 Saf titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm'de ölçülen absorpsiyon değerleri

Numune No	Çekme Hızı (cm/dak)/Sıcaklık (°C)	5 Saat sonunda Absorpsiyon Değeri (Å)
1	Rodamin B	0.24
2	5.08/500°C	0.22
3	7.62/500°C	0.21
4	10.16/500°C	0.17
5	12.7/500°C	0.23
6	15.24/500°C	0.25
7	17.78/500°C	0.37
8	20.32/500°C	0.23
9	22.86/500°C	0.22
10	25.4/500°C	0.24
11	27.94/500°C	0.22
12	30.48/500°C	0.23

Şekil 3.42'de saf titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm'de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



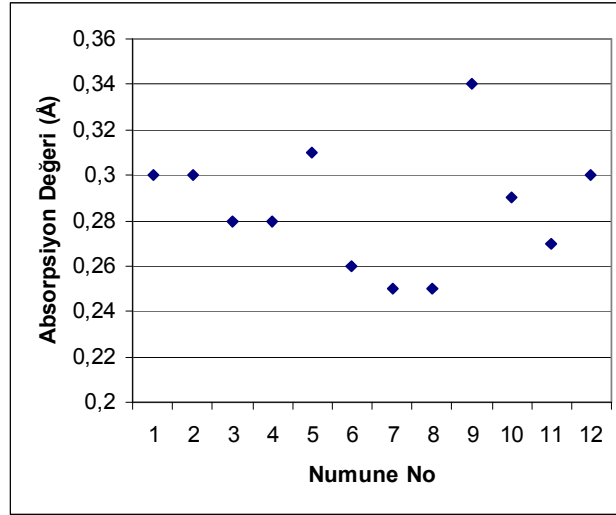
Şekil 3.42 Saf titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm’de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği

300°C’de sinterlenen saf titanyum ile kaplanmış numunelerin UV ışınımı altında Rodamin B çözeltisinin absorpsiyon değerini düşürmediği gözlemlenmiştir. Bu nedenle Demir ve krom katkılı numuneler 300°C’de sinterlenmemiştir. Demir ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin fotokatalitik etkisinin anlaşılabilmesi için kullanılan Rodamin B çözeltisinin ilk absorpsiyon değeri 0.46 Å’dur. Çizelge 3.16’da demir katkılı titanyum ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin 5 saat süre ile UV ışınımına maruz kaldıktan sonra elde edilen absorpsiyon değerleri verilmiştir. 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan demir katkılı titanya numuneleri FT5001 şeklinde kodlanmıştır. 2.54 cm/dak-30.48 cm/dak. arasındaki tüm çekme hızları ile kaplanan numuneler ise son rakamı çekme hızını belirtecek şekilde kodlanmışlardır.

Çizelge 3.16 Demir katkılı titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm’de ölçülen absorpsiyon değerleri

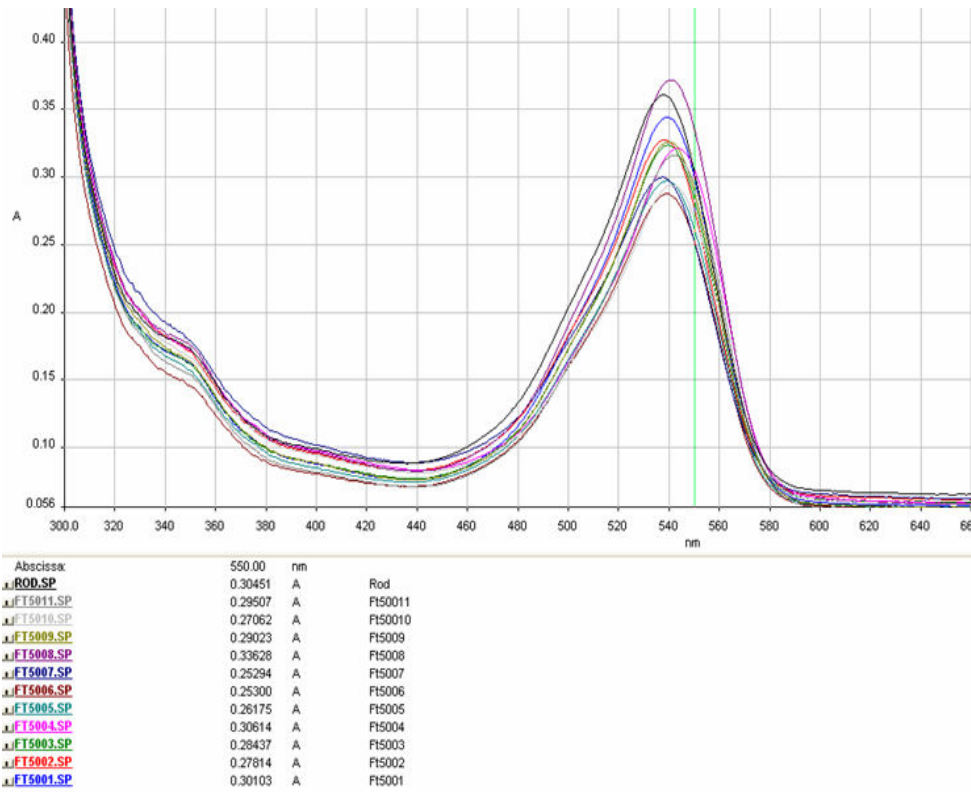
Numune No	Numune	5 Saat sonunda Absorpsiyon Değeri (Å)
1	Rodamin B	0.30
2	FT500-1	0.30
3	FT500-2	0.28
4	FT500-3	0.28
5	FT500-4	0.31
6	FT500-5	0.26
7	FT500-6	0.25
8	FT500-7	0.25
9	FT500-8	0.34
10	FT500-9	0.29
11	FT500-10	0.27
12	FT500-11	0.30

Şekil 3.43’de demir ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 550nm’de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



Şekil 3.43 Demir katkılı titanyum çözeltisi ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550nm’de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği

Şekil 3.44’te, demir ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm arasında ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



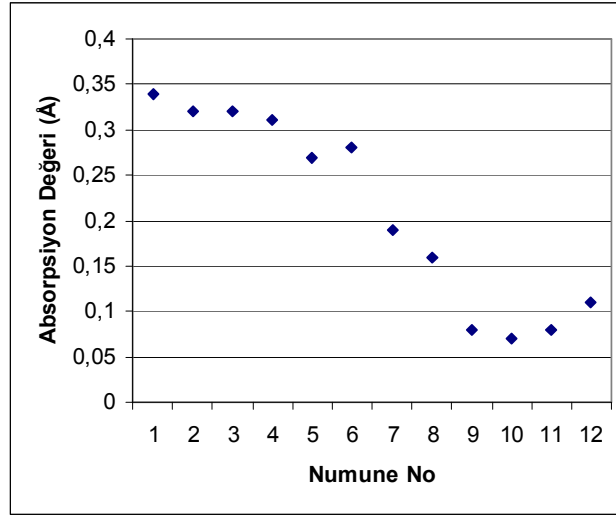
Şekil 3.44 Demir ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin, 300nm-800nm arasında ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği.

Çizelge 3.17’de krom katkılı titanyum ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin 3 saat süre ile UV ışınımına maruz kaldıktan sonra elde edilen, 550 nm’de ölçülen absorpsiyon değerleri verilmiştir. 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan krom katkılı titanya numuneleri CT4001 şeklinde kodlanmıştır. 2.54 cm/dak-30.48 cm/dak. arasındaki tüm çekme hızları ile kaplanan numuneler ise son rakamı çekme hızını belirtecek şekilde kodlanmışlardır.

Çizelge 3.17 Krom katkılı titanyum ile kaplanan 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 3 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550 nm’de ölçülen absorpsiyon değerleri

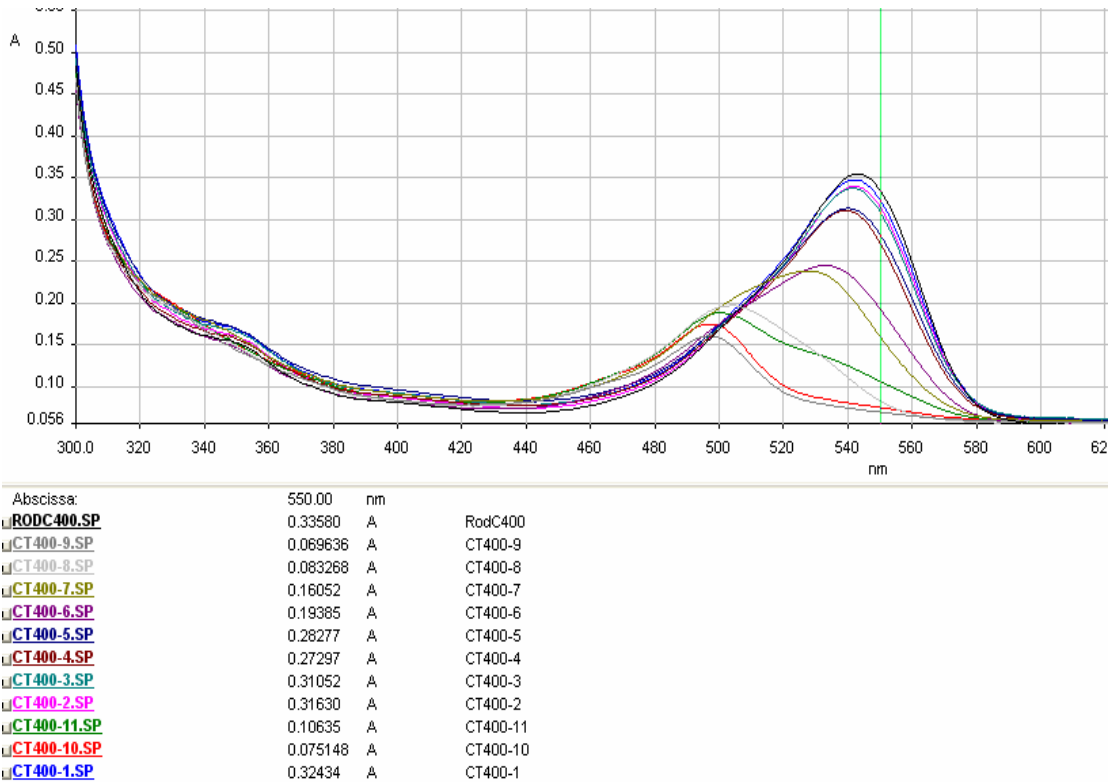
Numune No	Numune	3 Saat sonunda Absorpsiyon Değeri (Å)
1	Rodamin B	0.34
2	CT400-1	0.32
3	CT400-2	0.32
4	CT400-3	0.31
5	CT400-4	0.27
6	CT400-5	0.28
7	CT400-6	0.19
8	CT400-7	0.16
9	CT400-8	0.08
10	CT400-9	0.07
11	CT400-10	0.08
12	CT400-11	0.11

Şekil 3.45’te krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 3 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 550nm’de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



Şekil 3.45 Krom katkılı titanyum çözeltisi ile kaplanan 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 3 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550nm'de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği

Şekil 3.46'da, krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta sinterlenen 3 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm arasında ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



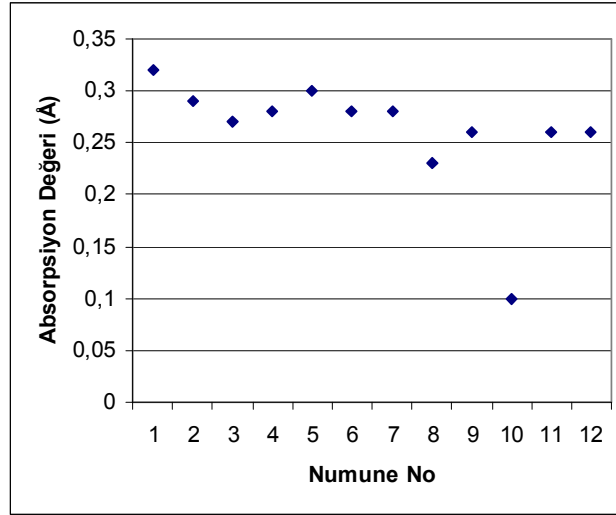
Şekil 3.46 Krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta sinterlenen, 3 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm arasındaki absorpsiyon değerlerinin grafiği.

Çizelge 3.18’de krom katkılı titanyum ile kaplanan, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin 4 saat süre ile UV ışınımına maruz kaldıktan sonra elde edilen absorpsiyon değerleri verilmiştir. 450°C sıcaklıkta sinterlenen, 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan krom katkılı titanya numuneleri CT4501 şeklinde kodlanmıştır. 2.54 cm/dak-30.48 cm/dak. arasındaki tüm çekme hızları ile kaplanan numuneler ise son rakamı çekme hızını belirtecek şekilde kodlanmıştır.

Çizelge 3.18 Krom katkılı titanyum ile kaplanan 450°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 550nm’de ölçülen absorpsiyon değerleri.

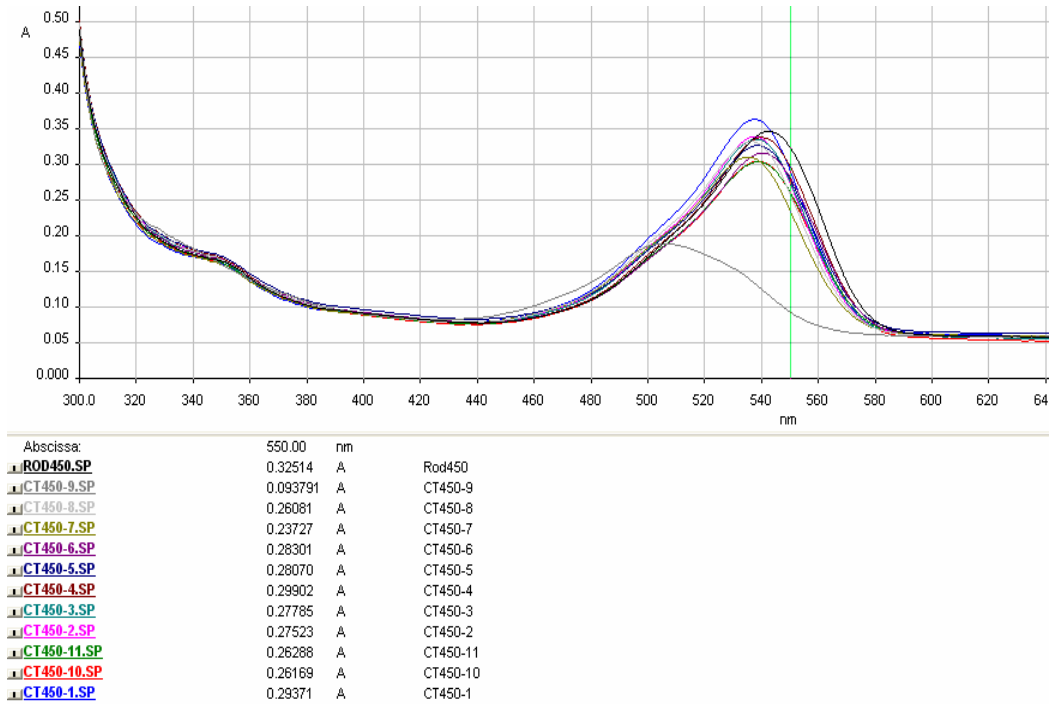
Numune No	Numune	4 Saat sonunda Absorpsiyon Değeri (Å)
1	Rodamin B	0.32
2	CT450-1	0.29
3	CT450-2	0.27
4	CT450-3	0.28
5	CT450-4	0.30
6	CT450-5	0.28
7	CT450-6	0.28
8	CT450-7	0.23
9	CT450-8	0.26
10	CT450-9	0.10
11	CT450-10	0.26
12	CT450-11	0.26

Şekil 3.47’de krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 450°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 550nm’ de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



Şekil 3.47 Krom katkılı titanyum çözeltisi ile kaplanan 450°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550nm'de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği

Şekil 3.48'de, krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 450°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm arasında ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



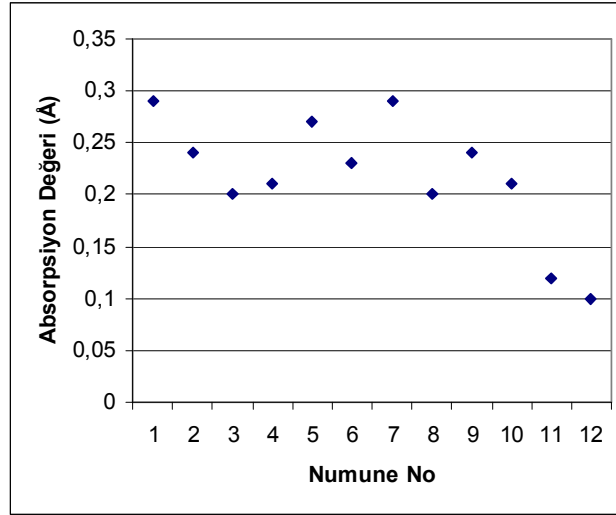
Şekil 3.48 Krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 450°C sıcaklıkta sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm arasındaki absorpsiyon değerlerinin grafiği.

Çizelge 3.19’da krom katkılı titanyum ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin 5 saat süre ile UV ışınımına maruz kaldıktan sonra elde edilen, 550nm’de ölçülen absorpsiyon değerleri verilmiştir. 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 2.54 cm/dak çekme hızı ile kaplanan krom katkılı titanya numuneleri CT5001 şeklinde kodlanmıştır. 2.54 cm/dak-30.48 cm/dak. arasındaki tüm çekme hızları ile kaplanan numuneler ise son rakamı çekme hızını belirtecek şekilde kodlanmışlardır.

Çizelge 3.19 Krom katkılı titanyum ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 550nm’de ölçülen absorpsiyon değerleri

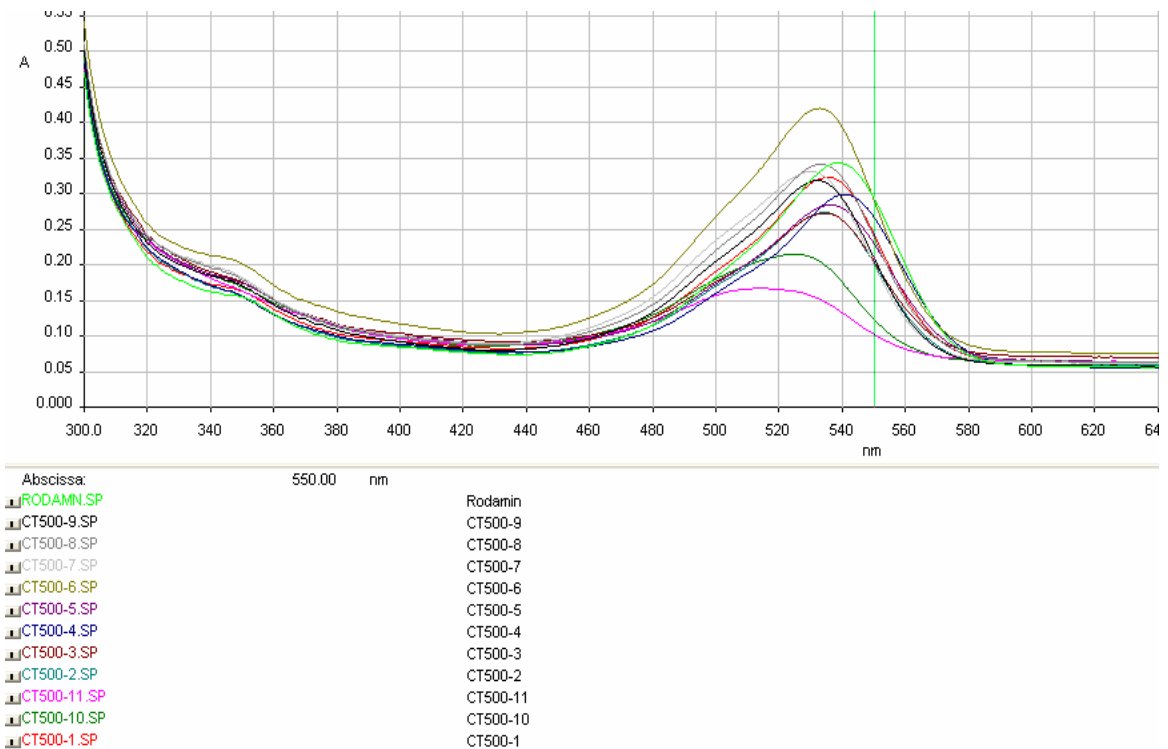
Numune No	Numune	5 Saat sonunda Absorpsiyon Değeri (Å)
1	Rodamin B	0.29
2	CT500-1	0.24
3	CT500-2	0.20
4	CT500-3	0.21
5	CT500-4	0.27
6	CT500-5	0.23
7	CT500-6	0.29
8	CT500-7	0.20
9	CT500-8	0.24
10	CT500-9	0.21
11	CT500-10	0.12
12	CT500-11	0.10

Şekil 3.49’da krom ile katkılanmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 550nm’ de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



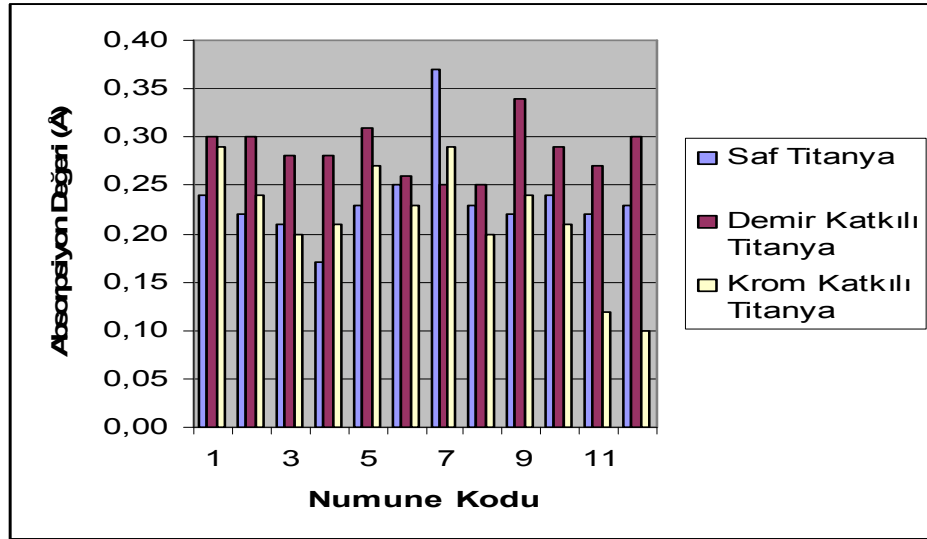
Şekil 3.49 Krom katkılı titanyum çözeltisi ile kaplanan 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin 550nm'de ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği

Şekil 3.50'de, krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm arasında ölçülen absorpsiyon değerlerinin grafiği görülmektedir.



Şekil 3.50 Krom ile katkılandırılmış titanyum çözeltisi ile kaplanan, 500°C sıcaklıkta sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numunelerin, 300nm-800nm arasındaki absorpsiyon değerlerinin grafiği.

Şekil 3.51’de çekme hızına bağlı olarak, Saf Titanya, demir katkılı titanya ve krom katkılı titanya ile kaplanmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerin, 5 saat süre ile UV ışınımına maruz kalmaları sonucu elde edilen absorpsiyon grafiği verilmektedir.



Şekil 3.51 Saf Titanya, demir katkılı titanya ve krom katkılı titanya ile kaplanmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerin, 5 saat süre ile UV ışınımına maruz kalmaları sonucu elde edilen absorpsiyon grafiği.

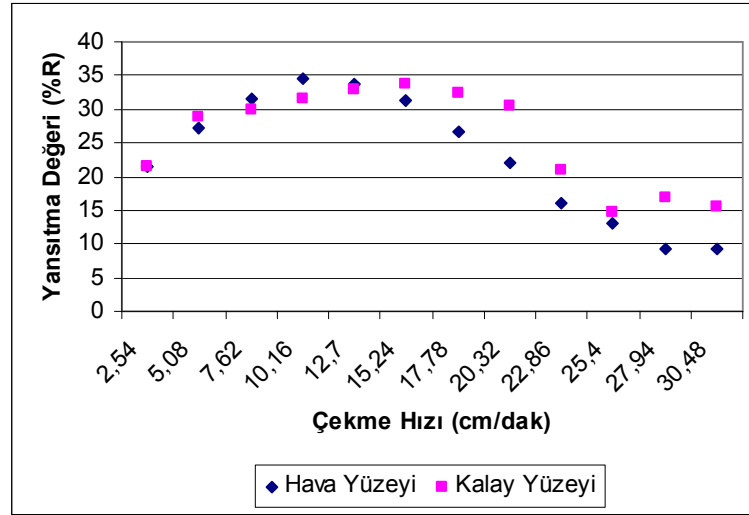
### 3.4 Yansıtma Değerleri Ölçümü

Demir ve krom ile katkılandırılmış numunelerin yansıtma değerleri 300nm ile 800nm aralığında ölçülmüştür. Numunelerin kalay ve hava yüzeyleri ayrı ayrı ölçülmüştür. Çizelge 3.20’de demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin 550 nm’de yansıtma değerleri verilmektedir.

Çizelge 3.20 Demir katkılı, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin 550nm’de ölçülen yansıtma değerleri

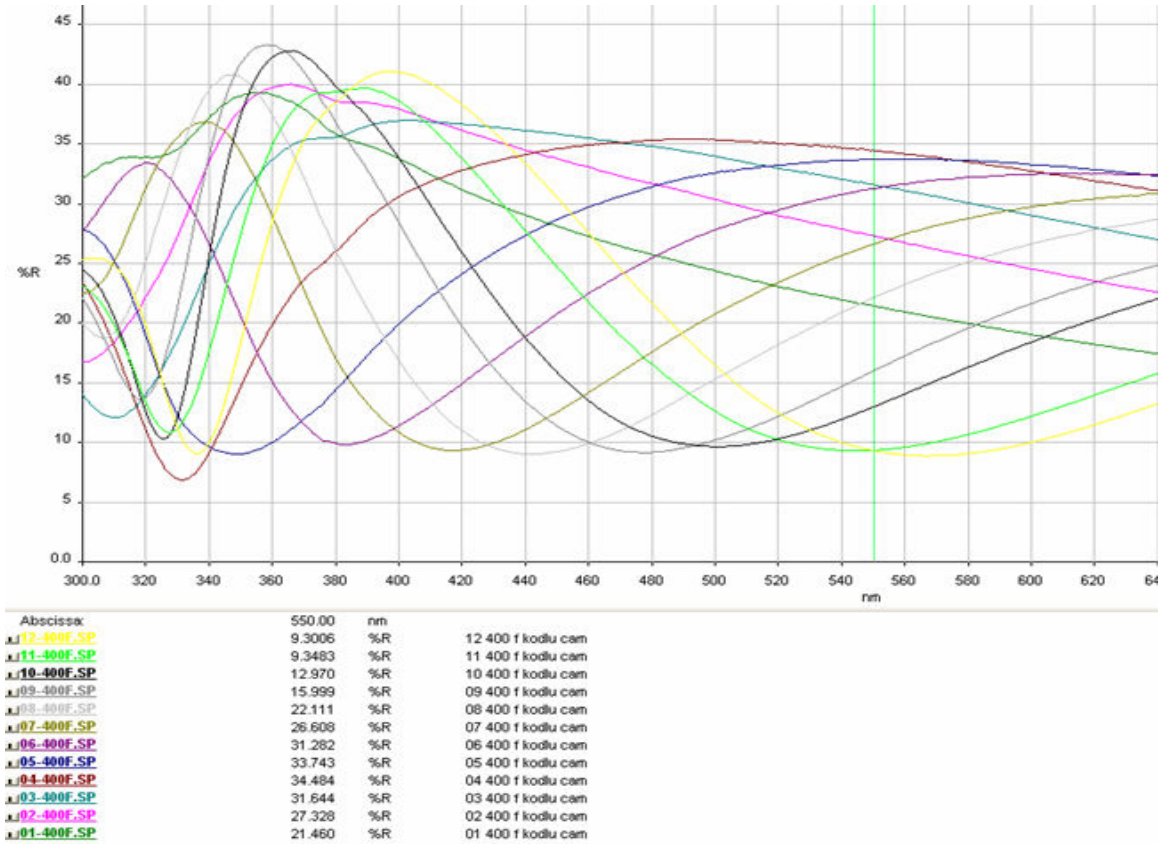
<b>Çekme Hızı (cm/dak)</b>	<b>Yansıtma Değeri/ Hava Yüzeyi (%R)</b>	<b>Çekme Hızı (cm/dak)</b>	<b>Yansıtma Değeri/ Kalay Yüzeyi (%R)</b>
2.54	21.46	2.54	21.44
5.08	27.33	5.08	28.89
7.62	31.64	7.62	29.82
10.16	34.48	10.16	31.70
12.7	33.74	12.7	32.80
15.24	31.28	15.24	33.87
17.78	26.61	17.78	32.41
20.32	22.11	20.32	30.52
22.86	16	22.86	20.92
25.4	12.97	25.4	14.67
27.94	9.35	27.94	16.86
30.48	9.30	30.48	15.44

Şekil 3.52’de demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin, 550nm’de ölçülen yansıtma değerlerinin kıyaslama grafiği verilmiştir.



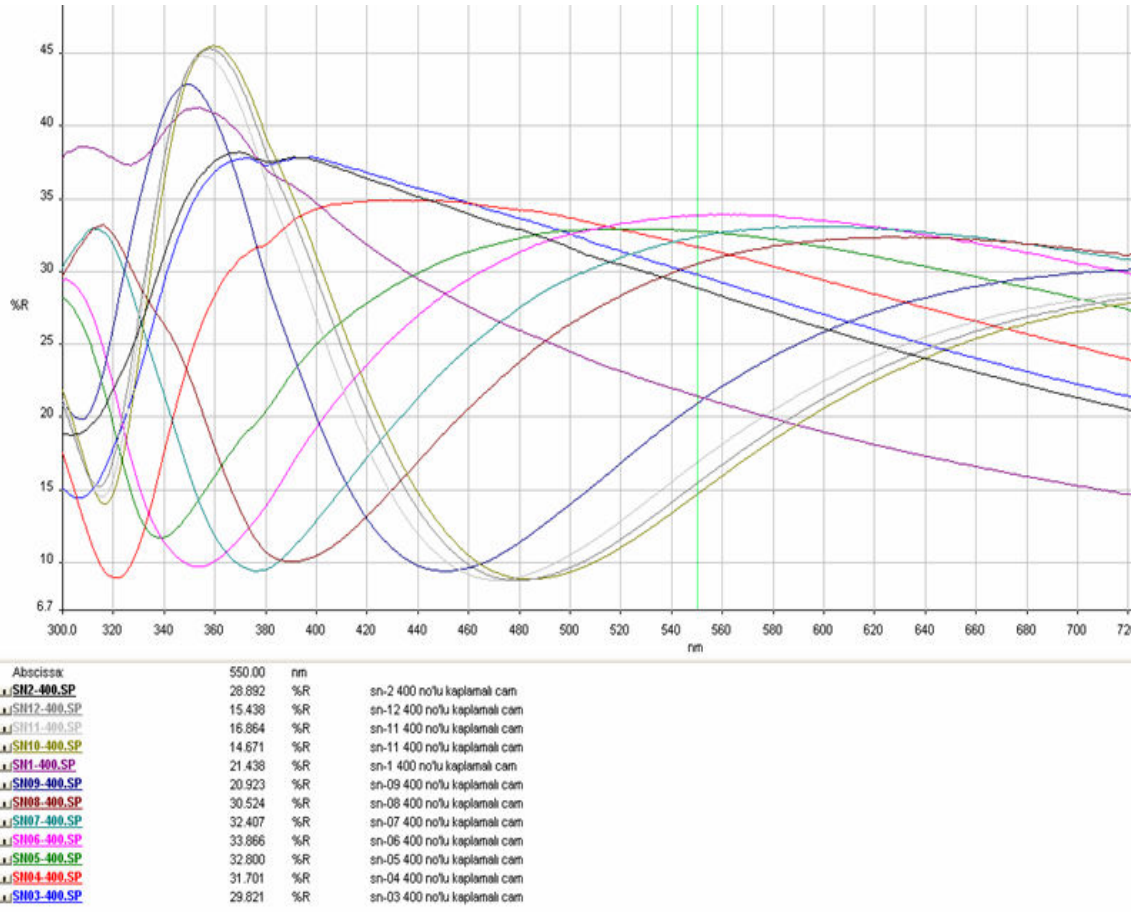
Şekil 3.52 Demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin, 550nm'de ölçülen yansıtma değerlerinin kıyaslama grafiği.

Şekil 3.53'te demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerlerinin grafiği verilmektedir.



Şekil 3.53 Demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.

Şekil 3.54'te demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği verilmektedir.



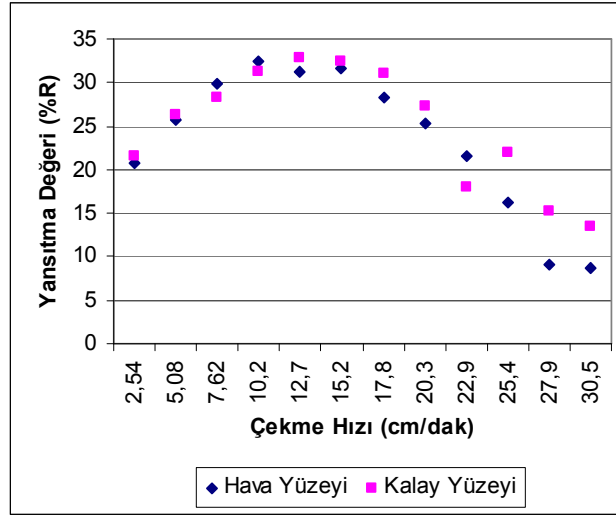
Şekil 3.54 Demir ile katkılandırılmış, 400°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.

Çizelge 3.21'de demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin 550 nm'de yansıtma değerleri verilmektedir.

Çizelge 3.21 Demir katkılı, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin yansıtma değerleri

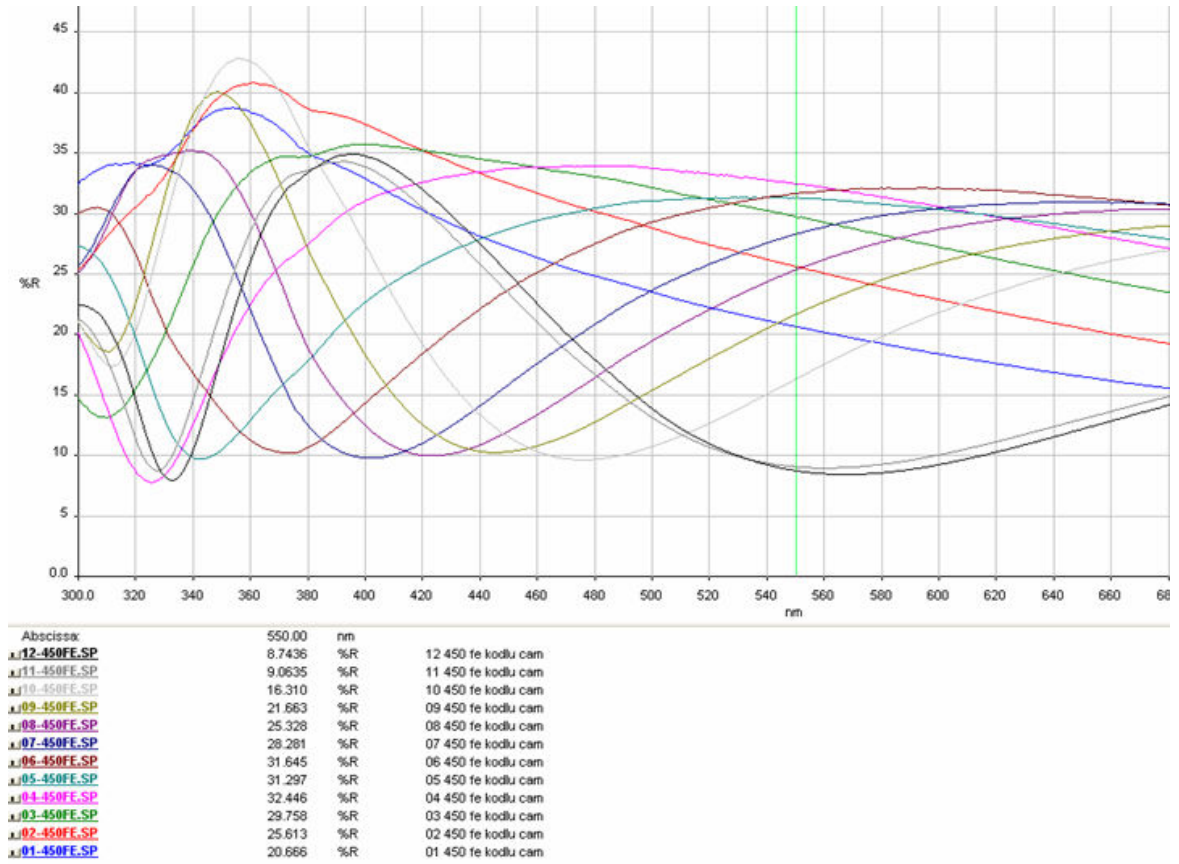
<b>Çekme Hızı (cm/dak)</b>	<b>Yansıtma Değeri/ Hava Yüzeyi (%R)</b>	<b>Çekme Hızı (cm/dak)</b>	<b>Yansıtma Değeri/ Kalay Yüzeyi (%R)</b>
2.54	20.67	2.54	21.62
5.08	25.61	5.08	26.39
7.62	29.76	7.62	28.22
10.16	32.45	10.16	31.22
12.7	31.30	12.7	32.80
15.24	31.64	15.24	32.43
17.78	28.28	17.78	30.98
20.32	25.33	20.32	27.24
22.86	21.63	22.86	18.03
25.4	16.31	25.4	22.03
27.94	9.06	27.94	15.16
30.48	8.64	30.48	13.40

Şekil 3.55'te demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 550nm'de ölçülen yansıtma değerlerinin kıyaslama grafiği verilmektedir.



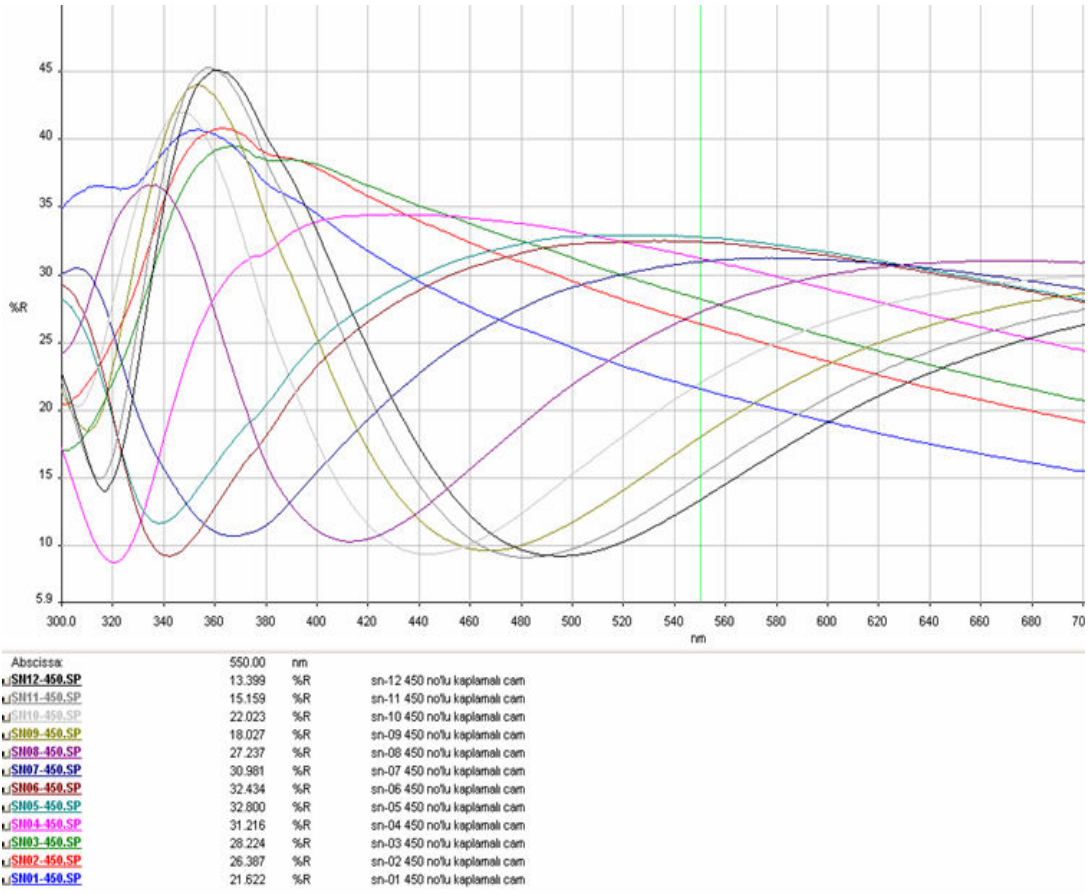
Şekil 3.55 Demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 550nm'de ölçülen yansıtma değerleri kıyaslama grafiği.

Şekil 3.56'da demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği verilmektedir.



Şekil 3.56 Demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.

Şekil 3.57’de demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği verilmektedir.



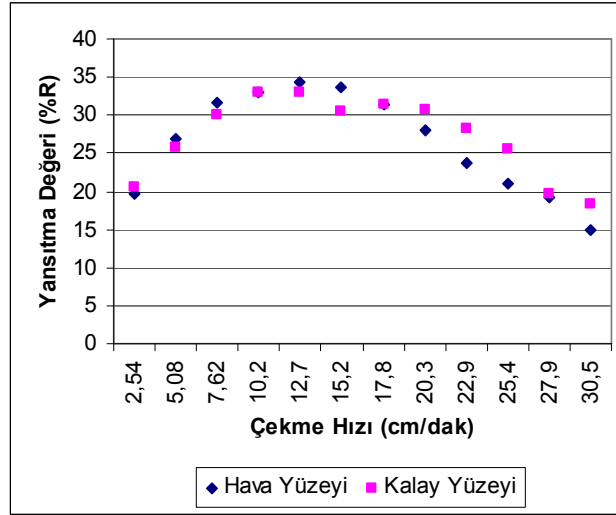
Şekil 3.57 Demir ile katkılandırılmış, 450°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.

Çizelge 3.22’de demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin 550 nm’de yansıtma değerleri verilmektedir.

Çizelge 3.22 Demir katkılı, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava ve kalay yüzeylerinin yansıtma değerleri

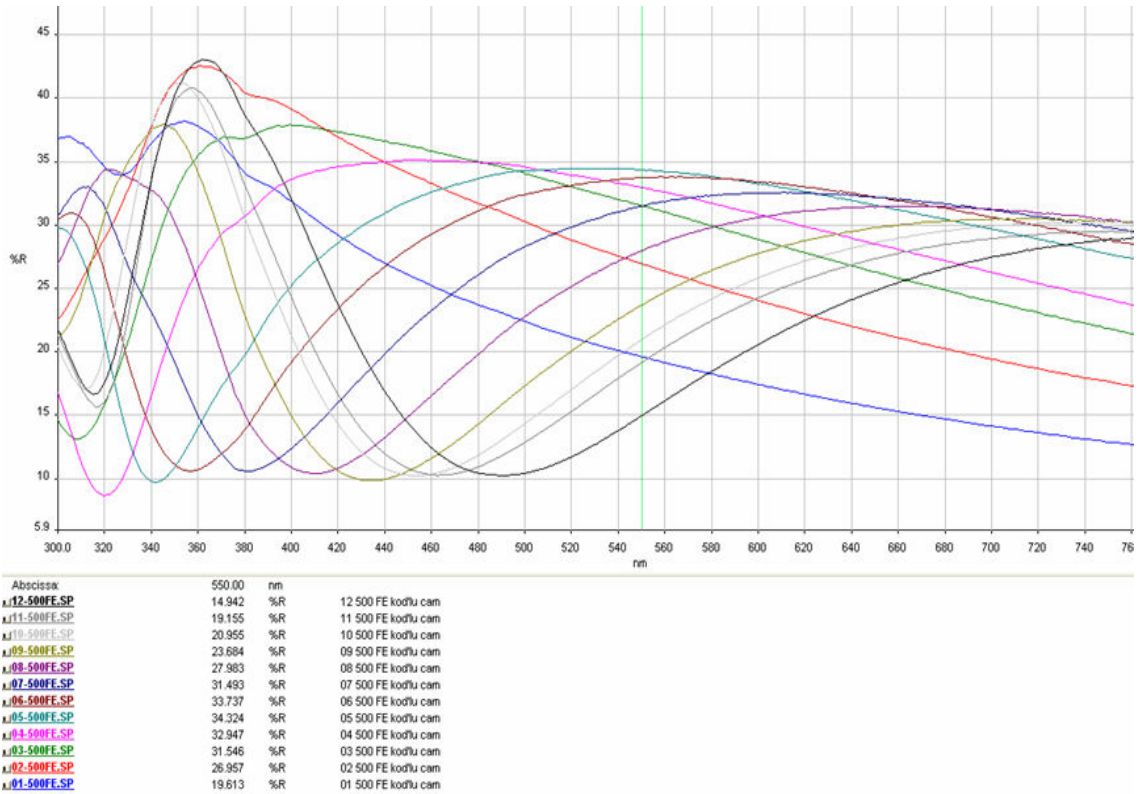
<b>Çekme Hızı (cm/dak)</b>	<b>Yansıtma Değeri/ Hava Yüzeyi (%R)</b>	<b>Çekme Hızı (cm/dak)</b>	<b>Yansıtma Değeri/ Kalay Yüzeyi (%R)</b>
2.54	19.61	2.54	20.53
5.08	26.96	5.08	25.79
7.62	31.55	7.62	29.97
10.16	32.95	10.16	32.97
12.7	34.32	12.7	32.94
15.24	33.74	15.24	30.62
17.78	31.49	17.78	31.46
20.32	27.98	20.32	30.77
22.86	23.68	22.86	28.25
25.4	20.96	25.4	25.64
27.94	19.16	27.94	19.75
30.48	14.94	30.48	18.30

Şekil 3.58’de demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 550nm’de ölçülen yansıtma değerlerinin kıyaslama grafiği verilmektedir.



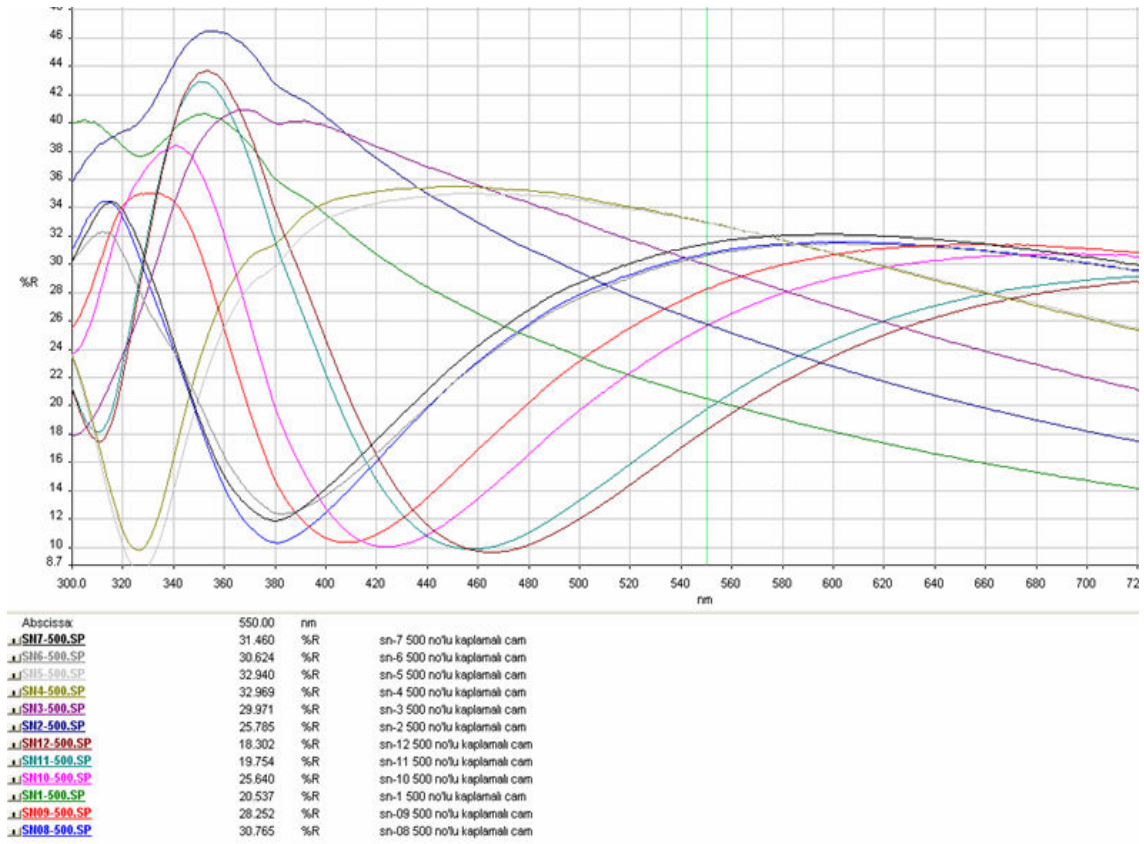
Şekil 3.58 Demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 550nm'de ölçülen yansıtma değerlerinin kıyaslama grafiği.

Şekil 3.59'da demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği verilmektedir.



Şekil 3.59 Demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin hava yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri grafiği.

Şekil 3.60'da demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri verilmektedir.



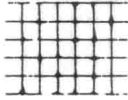
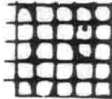

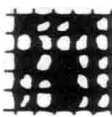
Şekil 3.60 Demir ile katkılandırılmış, 500°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerin kalay yüzeylerinin 300nm-800nm arasındaki yansıtma değerleri.

### 3.5 Yapışma Testi

Saf titanya, demir ve krom ile katkılandırılmış titanya çözeltileri ile kaplanan numunelerin yüzeyleri standart çizici ile latis oluşturacak şekilde çizilmiştir. Çizilen bölge büyüteç ile inceleme sonucunda referans çizelge ile kıyaslanmıştır. Saf titanya ile hazırlanan numunelerin yapışma testi sonunda ISO standardına göre 1, ASTM standardına göre 4B formasyonunda yer aldığı görülmüştür. Her iki standarda göre çizilen alan %5'ten fazla etkilenmediği gözlemlenmiştir. Demir ile katkılandırılmış titanya ile hazırlanan, 400°C'de sinterlenen numuneler, ISO standardına göre 0, ASTM standardına göre 5B formasyonunda olduğu görülmüştür. Latisin hiçbir karesi etkilenmemiştir. Demir ile katkılandırılmış titanya ile hazırlanan, 450°C ve 500°C'de sinterlenen numunelerin, ISO standardına göre 1, ASTM standardına göre 4B formasyonunda olduğu gözlemlenmiştir. Her iki standarda göre çizilen alan %5'ten fazla etkilenmediği görülmüştür. Krom ile katkılandırılmış titanya ile hazırlanan,

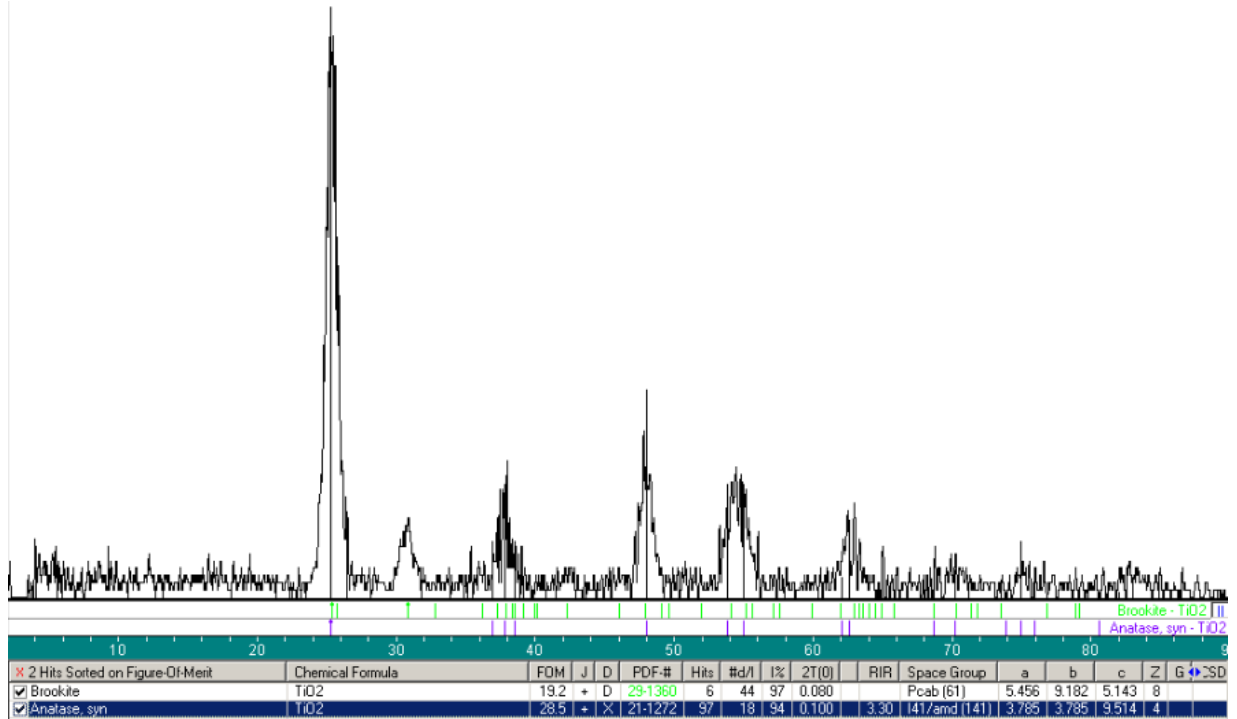
400°C ve 450°C’de sinterlenen numunelerin ilk altı çekme hızı ile kaplananları ISO standardına göre 0, ASTM standardına göre 5B formasyonunda olduğu görülmüştür. Latisin hiçbir karesi etkilenmemiştir. 500°C’de sinterlenen numunelerin, ISO standardına göre 1, ASTM standardına göre 4B formasyonunda yer almaktadır. Her iki standarda göre çizilen alan %5’ten fazla etkilenmediği gözlemlenmiştir.

Çizelge 3.23 Yapışma testi kıyaslama tablosu

Tanımlama	Yüzey	ISO	ASTM
Çizilen köşelerin tamamı düzgün; latisin hiçbir karesi etkilenmemektedir.	Yok	0	5B
Çizilen alan %5’ten fazla etkilenmemektedir.		1	4B
Çizilen alan %5 ile %15 arasında etkilenmektedir.		2	3B
Çizilen alan % 15 ile %35 arasında etkilenmektedir.		3	2B
Çizilen alan % 35 ile %65 arasında etkilenmektedir.		4	1B
Kaplamanın yüzeyden kalkmasının bir derecesi olmadığı için 4 sınıflandırılmasıyla bile sınıflandırılmamaktadır.	% 65’ten fazla	5	0B

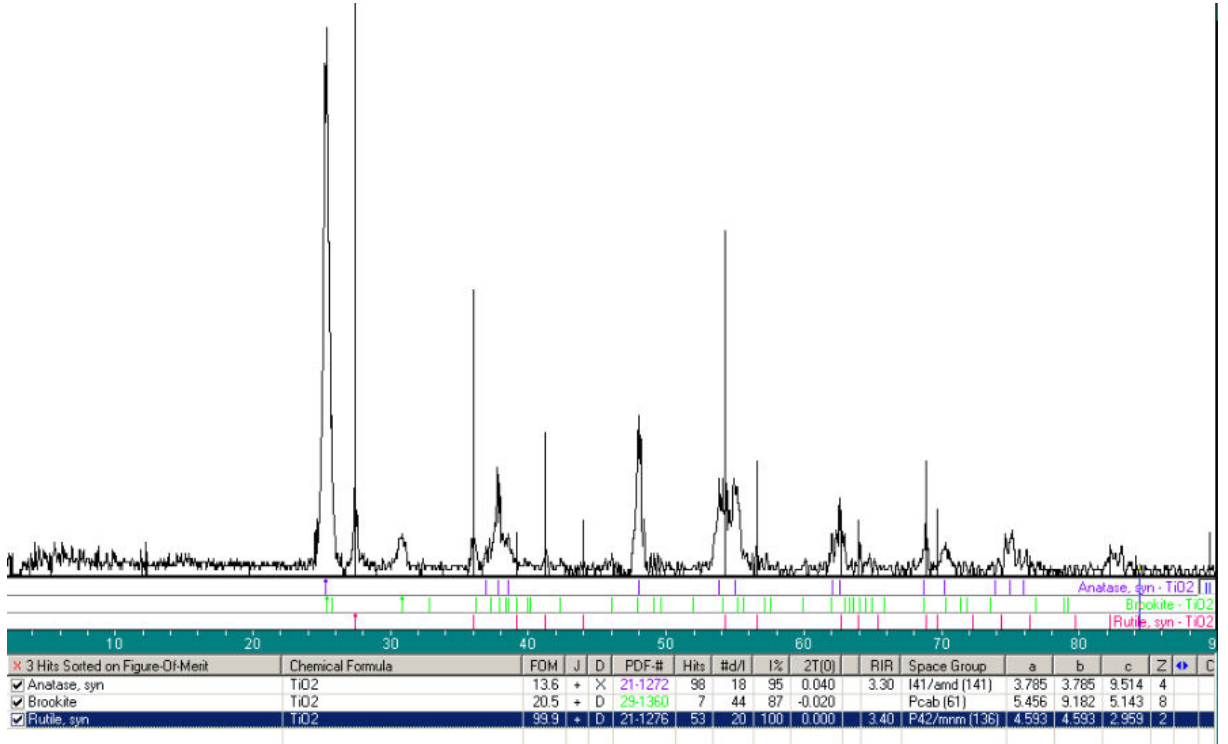
### 3.6 X- Işını Analizi

Saf Ti-isopropoksit çözeltisi jelleştikten sonra 500°C ve 900°C sıcaklıkları arasında ısıtılma işlemine tabi tutulmuşlardır. Saf Ti-isopropoksit çözeltisinin jellerine yapılan XRD analizleri incelendiğinde 900°C sıcaklıkta anatazdan rutil kristaline dönüşün başladığı gözlemlenmiştir (Kaşlılar, 2002). Demir ilave edilen Ti-isopropoksit çözeltisinden elde edilen jelin, 500°C sıcaklıkta ısıtılma işlemi gördükten sonra elde edilen XRD analizi görüntüsü Şekil 3.61’de verilmiştir.



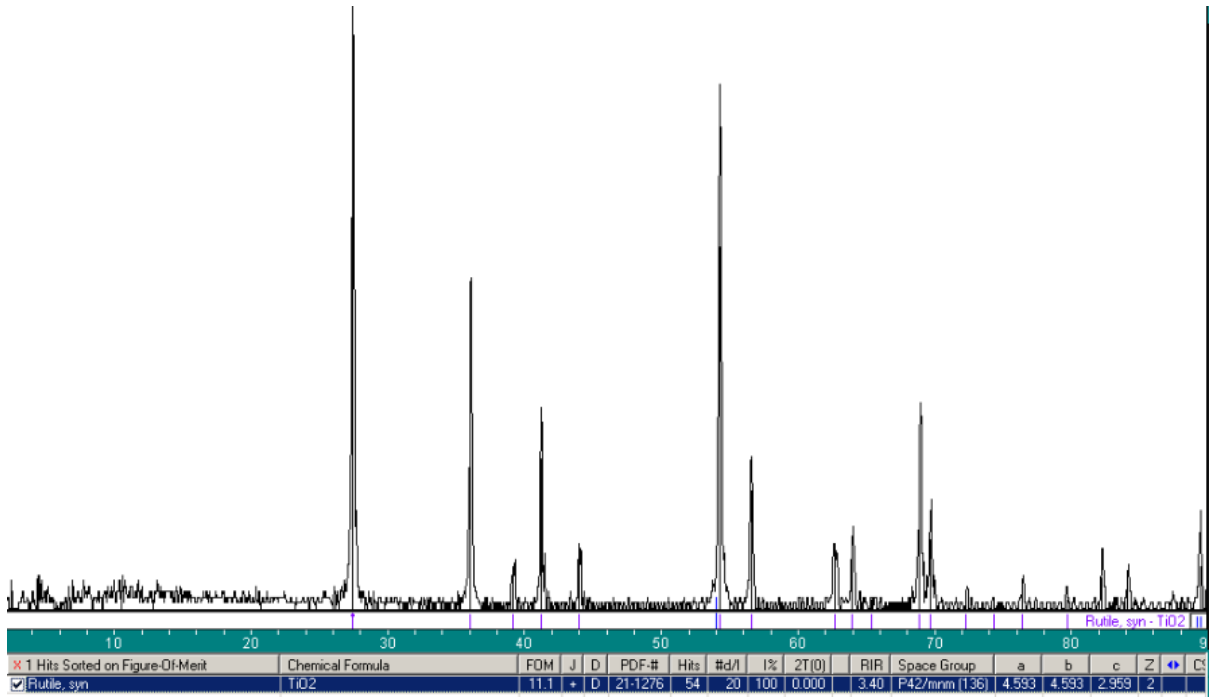
Şekil 3.61 Demir Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 500°C sıcaklıktaki XRD sonuçları

Demir ilave edilen Ti-isopropoksit çözeltisinden elde edilen jelin, 600°C sıcaklıkta ısıtılma işlemi gördükten sonra elde edilen XRD analizi görüntüsü Şekil 3.62’de verilmiştir.



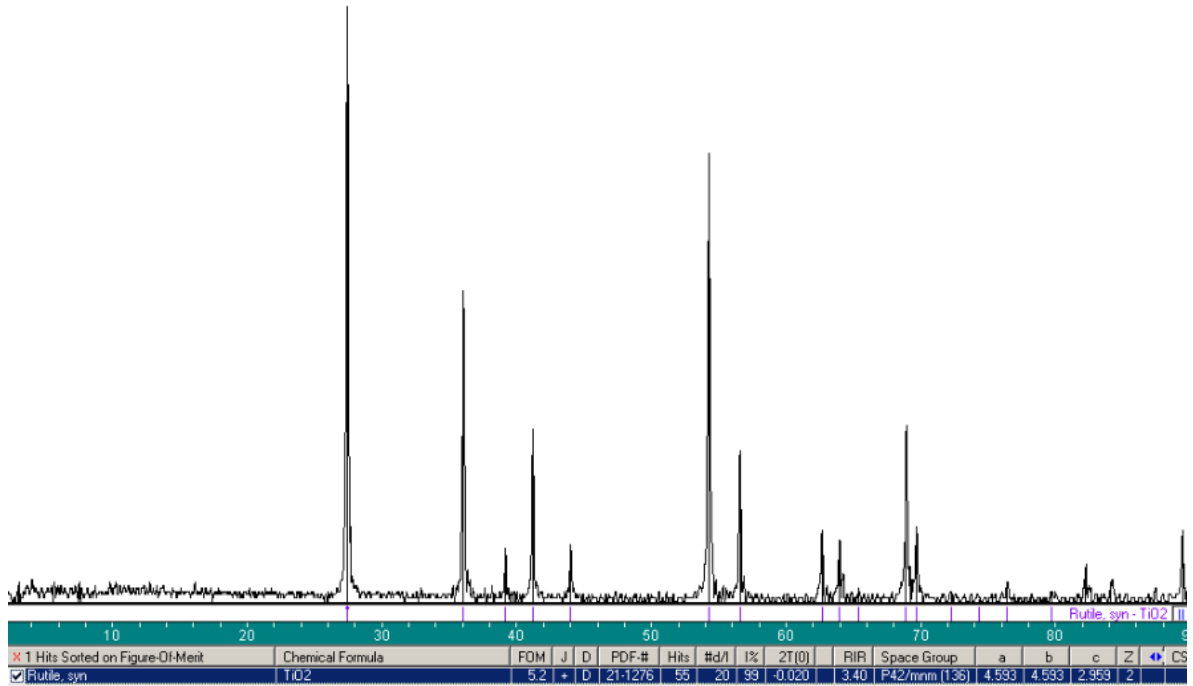
Şekil 3.62 Demir Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 600°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.

Demir ilave edilen Ti-isopropoksit çözeltisinden elde edilen jelin, 700°C sıcaklıkta ısıl işlem gördükten sonra elde edilen XRD analizi görüntüsü Şekil 3.63'te verilmiştir.



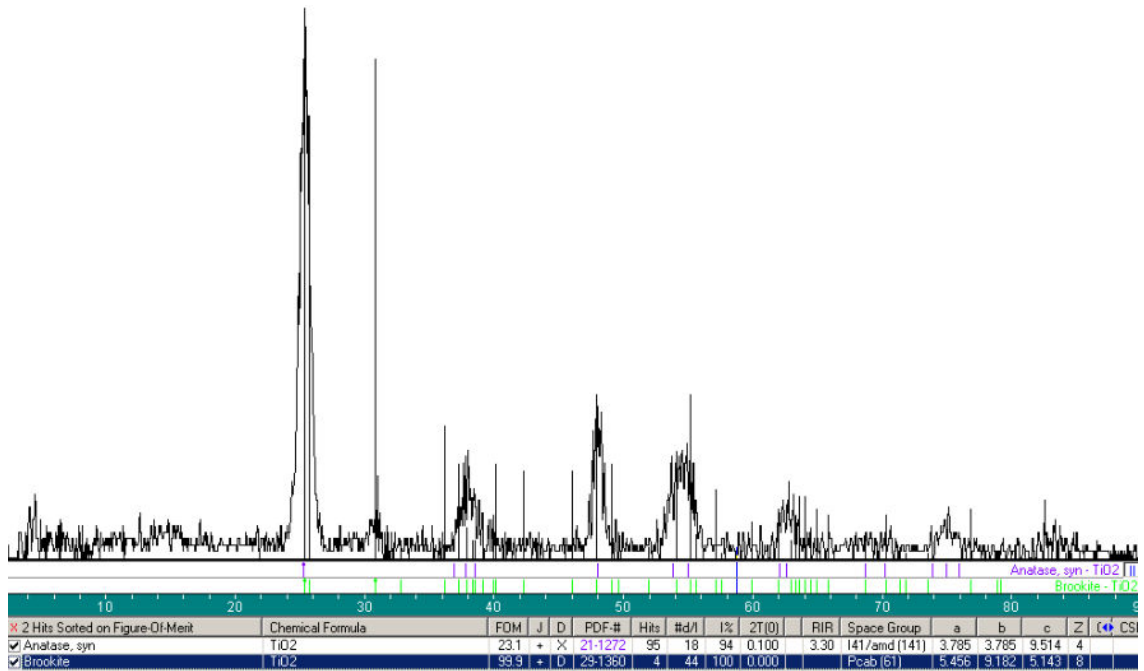
Şekil 3.63 Demir Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 700°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.

Demir ilave edilen Ti-isopropoksit çözeltisinden elde edilen jelin, 800°C sıcaklıkta ısıl işlem gördükten sonra elde edilen XRD analizi görüntüsü Şekil 3.64'te verilmiştir.



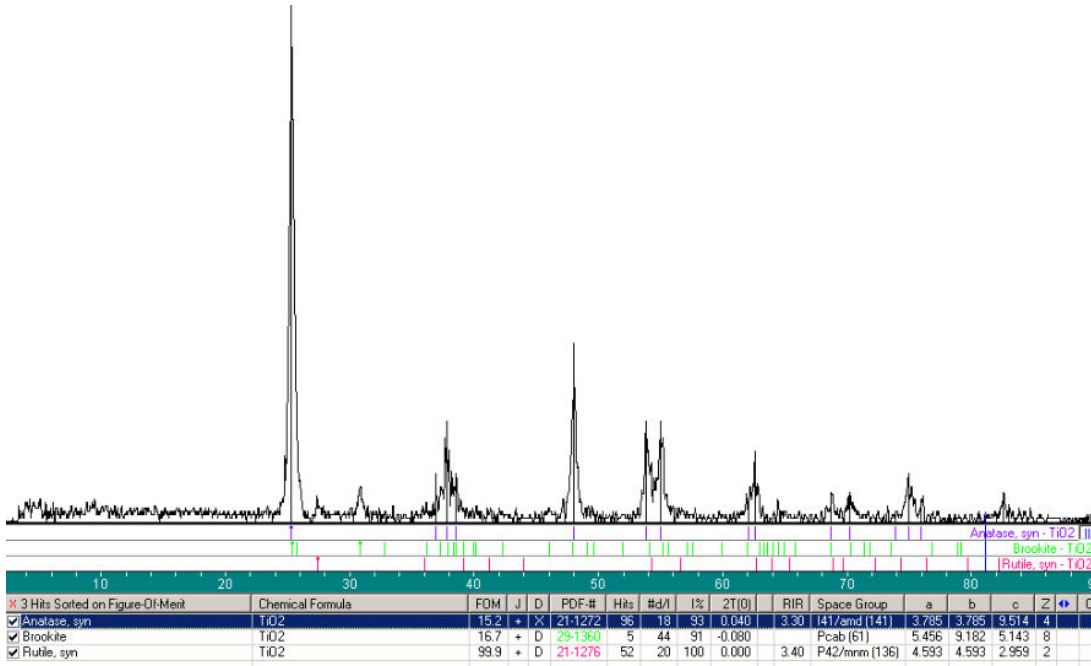
Şekil 3.64 Demir Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 800°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.

Krom ilave edilen Ti-isopropoksit çözeltisinden elde edilen jelin, 500°C sıcaklıkta ısıl işlem gördükten sonra elde edilen XRD analizi görüntüsü Şekil 3.65'te verilmiştir.



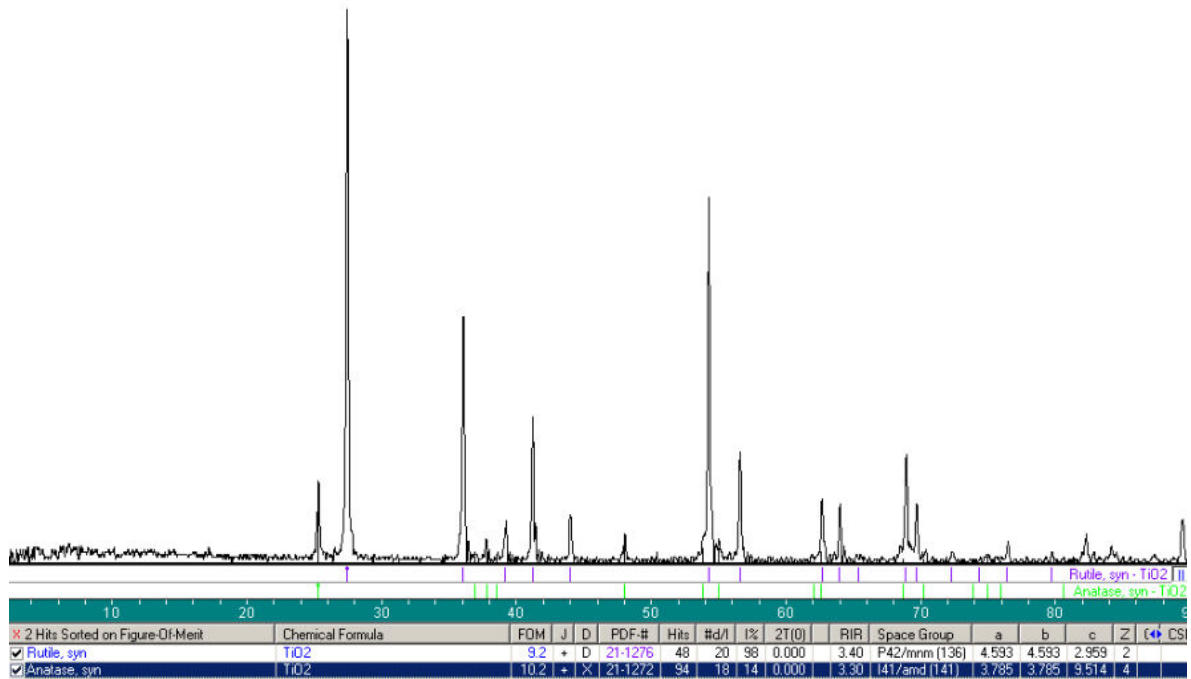
Şekil 3.65 Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 500°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.

Krom ilave edilen Ti-isopropoksit çözeltisinden elde edilen jelin, 600°C sıcaklıkta ısıl işlem gördükten sonra elde edilen XRD analizi görüntüsü Şekil 3.66'da verilmiştir.



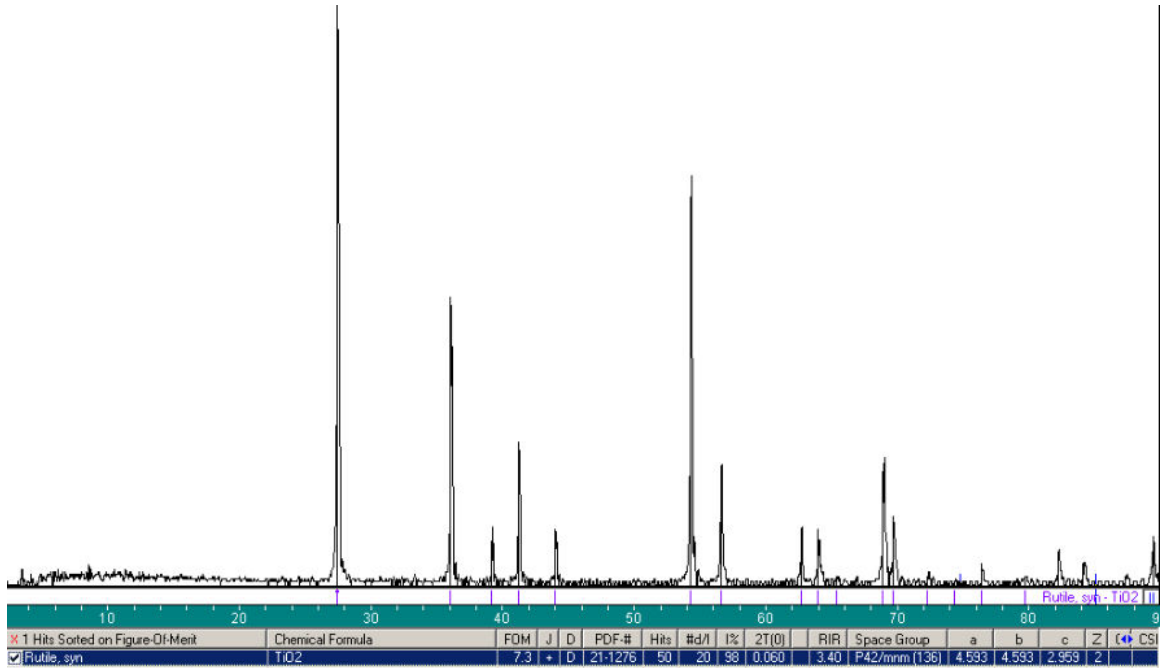
Şekil 3.66 Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 600°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.

Krom ilave edilen Ti-isopropoksit çözeltisinden elde edilen jelin, 700°C sıcaklıkta ısıl işlem gördükten sonra elde edilen XRD analizi görüntüsü Şekil 3.67'de verilmiştir.



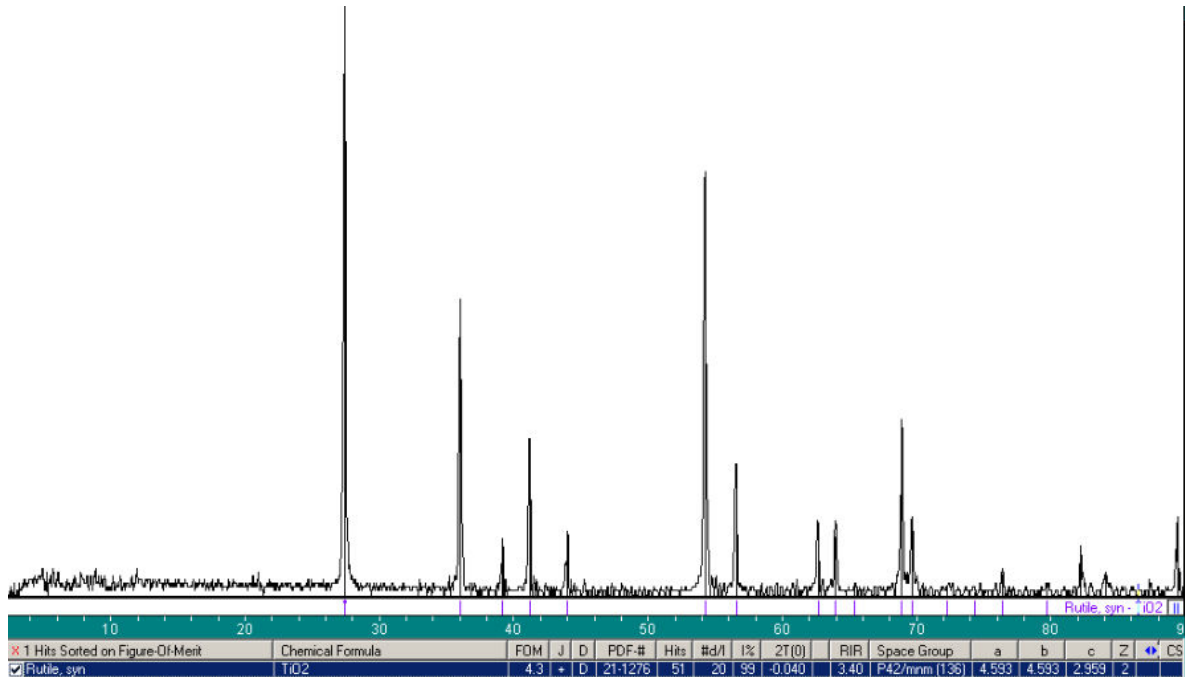
Şekil 3.67 Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 700°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.

Krom ilave edilen Ti-isopropoksit çözeltisinden elde edilen jelin, 800°C sıcaklıkta ısıl işlem gördükten sonra elde edilen XRD analizi görüntüsü Şekil 3.68'de verilmiştir.



Şekil 3.68 Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 800°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.

Krom ilave edilen Ti-isopropoksit çözeltisinden elde edilen jelin, 900°C sıcaklıkta ısıl işlem gördükten sonra elde edilen XRD analizi görüntüsü Şekil 3.69'da verilmiştir.



Şekil 3.69 Krom Katkılı Ti-isopropoksit jelinin 900°C sıcaklıktaki XRD sonuçları.

#### 4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmanın amacı, üretim parametrelerinin (çözelti kompozisyonu ve kaplamadaki çekme hızının) etkilerinin üretilen kaplamaların optik özellikler ve kaplama kalınlığına etkileri incelenmesidir. Bu amaçla; Alkoksit olarak  $Ti(OC_3H_7)_4$  (tetraisopropilortotitanat), çözücü olarak  $C_3H_7OH$  (propanol), katalizör olarak  $HNO_3$  (nitrik asit) ve su kullanılarak elde edilen saf titanya ( $TiO_2$ ) ile ağırlıkça % 1 oranında demirnitrat [ $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ] ve ağırlıkça % 1 oranında kromnitrat [ $Cr(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ] kullanılarak katkılandırılmış titanya çözeltileri hazırlanmıştır. Hazırlanan bu üç farklı çözelti, sol-jel yöntemi kullanılarak 2.2 mm kalınlığında, 10 cm x 10 cm boyutlarındaki cam numunelere daldırma yöntemi kullanılarak, 2.54 cm/dak-30.48 cm/dak (1"-12") çekme hızlarında (12 farklı çekme hızı ile) kaplanmıştır. Numuneler; 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda 1 saat süre ile sinterlendikten sonra yapılan karakterizasyon çalışmalarının sonuçları aşağıda verilmiştir:

- Saf  $TiO_2$  çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunelerin hava yüzeyi ve kalay yüzeyine yapılan kaplama kalınlığı ölçümleri, artan çekme hızına göre kaplama kalınlığının da arttığını göstermiştir. Örneğin; saf  $TiO_2$  çözeltisi ile, 2.54 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin kaplama kalınlığı 29.2 nm olarak ölçülmüş, 10.16 cm/dak çekme hızı ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin kaplama kalınlığı 71.1 nm olarak ölçülmüştür. Saf  $TiO_2$  çözeltisi ile, 2.54 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin kaplama kalınlığı 42.7 nm olarak ölçülmüş, 10.16 cm/dak çekme hızı ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin kaplama kalınlığı 65.1 nm olarak ölçülmüştür.
- Demir ile katkılandırılmış olan  $TiO_2$  çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunelerin hava yüzeyi ve kalay yüzeyine yapılan kaplama kalınlığı ölçümleri incelendiğinde, artan çekme hızına göre kaplama kalınlığının arttığı gözlemlenmiştir. Örneğin; demir ile katkılandırılmış olan  $TiO_2$  çözeltisi ile, 2.54 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin kaplama kalınlığı 42.16 nm olarak ölçülmüş, 10.16 cm/dak çekme hızı ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin kaplama kalınlığı 70.72 nm

olarak ölçülmüştür. Demir ile katkılandırılmış olan  $TiO_2$  çözeltisi ile, 2.54 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin kaplama kalınlığı 41.39 nm olarak ölçülmüş, 10.16 cm/dak çekme hızı ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin kaplama kalınlığı 67.93 nm olarak ölçülmüştür.

- Krom ile katkılandırılmış olan  $TiO_2$  çözeltisi ile kaplanmış, 400°C, 450°C ve 500°C sıcaklıklarda bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunelerin hava yüzeyi ve kalay yüzeyine yapılan kaplama kalınlığı ölçümlerinde, artan çekme hızına göre kaplama kalınlığının arttığı görülmüştür. Örneğin; krom ile katkılandırılmış olan  $TiO_2$  çözeltisi ile, 2.54 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin kaplama kalınlığı 14.27 nm olarak ölçülmüş, 10.16 cm/dak çekme hızı ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin kaplama kalınlığı 64.84 nm olarak ölçülmüştür. Krom ile katkılandırılmış olan  $TiO_2$  çözeltisi ile, 2.54 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin kaplama kalınlığı 14.52 nm olarak ölçülmüş, 10.16 cm/dak çekme hızı ile kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin kaplama kalınlığı 62.18 nm olarak ölçülmüştür.
- Saf titanya çözeltisi ile kaplanmış numunelerin temas açıları ölçümlerinde 7.62 cm/dak-20.32 cm/dak (3"-8") aralığındaki çekme hızları ile kaplanan numunelerin en yüksek temas açısına sahip olduğu görülmüştür. Saf  $TiO_2$  çözeltisi ile, 17.78 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin temas açısı ölçüm değeri 75.94°'dir. Saf  $TiO_2$  çözeltisi ile, 7.62 cm/dak çekme hızında kaplanan, 450°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin temas açısı ölçüm değeri 69.24°'dir. Saf  $TiO_2$  çözeltisi ile, 20.32 cm/dak çekme hızında kaplanan, 500°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin temas açısı ölçüm değeri 96.25°'dir. Saf  $TiO_2$  çözeltisi ile, 17.78 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin temas açısı ölçüm değeri 66.81°'dir. Saf  $TiO_2$  çözeltisi ile, 5.08 cm/dak çekme hızında kaplanan, 450°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin temas açısı ölçüm değeri 75.47°'dir. Saf  $TiO_2$  çözeltisi ile, 10.16 cm/dak çekme hızında

kaplanan, 500°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin temas açısı ölçüm değeri 69.81°'dir.

- Demir ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 30.48 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 62.82°'dir. Demir ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 30.48 cm/dak çekme hızında kaplanan, 450°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 63.17°'dir. Demir ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 15.24 cm/dak çekme hızında kaplanan, 500°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 67.93°'dir. Demir ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 30.48 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 60.35°'dir. Demir ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 30.48 cm/dak çekme hızında kaplanan, 450°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 64.90°'dir. Demir ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 15.24 cm/dak çekme hızında kaplanan, 500°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 66.01°'dir.
- Krom ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 22.86 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 45.17°'dir. Krom ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 22.86 cm/dak çekme hızında kaplanan, 450°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 40.32°'dir. Krom ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 12.7 cm/dak çekme hızında kaplanan, 500°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin hava yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 48.41°'dir. Krom ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 17.78 cm/dak çekme hızında kaplanan, 400°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 42.37°'dir. Krom ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 20.32 cm/dak çekme hızında kaplanan, 450°C sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri 53.82°'dir. Krom ile katkılandırılmış TiO<sub>2</sub> çözeltisi ile, 17.78 cm/dak çekme hızında kaplanan, 500°C

sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenmiş olan cam numunenin kalay yüzeyinin en yüksek temas açısı ölçüm değeri  $42.74^\circ$  dir

- Saf titanya çözeltisi ile kaplanan,  $300^\circ\text{C}$ 'de bir saat süre ile sinterlenen numunelerin absorpsiyon ölçümlerinde Rodamin B'nin ve diğer numunelerin absorpsiyonlarında bir düşüş olmadığı gözlemlenmiştir. Bu nedenle numuneler  $400^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  ve  $500^\circ\text{C}$ 'lerde sinterlenmiştir. Saf titanya çözeltisi ile kaplanmış olan,  $400^\circ\text{C}$  sinterlenen numunelerin absorpsiyon ölçümlerinde yüksek çekme hızlarında Rodamin B maddesinin absorpsiyonunun hızla düştüğü görülmüştür.  $500^\circ\text{C}$  sıcaklıkta ise  $10.16$  cm/dak çekme hızı ile kaplanan numunenin en düşük absorpsiyon değerine sahip olduğu gözlemlenmiştir.
- Demir ile katkılandırılmış titanya çözeltisi ile hazırlanan,  $500^\circ\text{C}$  sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numuneler içerisinde en düşük absorpsiyon değerlerinin  $17.78$  cm/dak ve  $20.32$  cm/dak çekme hızları ile kaplanan numunelere ait olduğu görülmüştür. Bu değer  $0.25 \text{ \AA}$ 'dur.
- Krom ile katkılandırılmış titanya çözeltisi ile hazırlanan,  $400^\circ\text{C}$  sıcaklıkta sinterlenen, 3 saat UV ışınımına maruz kalan numuneler içerisinde düşük absorpsiyon değerlerinin  $15.24$  cm/dak- $30.48$  cm/dak ( $6''$ - $12''$ ) çekme hızı aralığındaki numunelere ait olduğu görülmüştür. En düşük absorpsiyon değeri  $22.86$  cm/dak ( $9''$ ) çekme hızı ile kaplanan numuneye ait olup, bu değer  $0.07 \text{ \AA}$ 'dur.  $450^\circ\text{C}$  sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenen, 4 saat UV ışınımına maruz kalan numuneler içerisinde en düşük absorpsiyon değeri  $22.86$  cm/dak ( $9''$ ) çekme hızı ile kaplanan numuneye ait olup, bu değer  $0.10 \text{ \AA}$  değerindedir.  $500^\circ\text{C}$  sıcaklıkta bir saat süre ile sinterlenen, 5 saat UV ışınımına maruz kalan numuneler içerisinde ise  $25.4$  cm/dak-  $27.94$  cm/dak ( $10''$ - $11''$ ) çekme hızına sahip olan numunelerin absorpsiyon değerleri düşüktür. En düşük absorpsiyon değeri  $27.94$  cm/dak ( $11''$ ) çekme hızı ile kaplanan numuneye ait olup, bu değer  $0.10 \text{ \AA}$ 'dur.
- Demir ile katkılandırılmış olan titanya çözeltisi ile hazırlanan numunelerin yansıtma değerleri incelendiğinde  $400^\circ\text{C}$  ve  $500^\circ\text{C}$  sıcaklıklarında sinterlenen numunelerin yansıtma değerlerinin daha yüksek olduğu sonucuna varılabilir.
- Tüm numunelerin yüzeylerine yapışma testi uygulandığında yüzeyin kayganlığı nedeni ile kolay çizilemediği görülmüştür. Yapışma testi sonucunda ise kaplamanın genel olarak %5'ten fazla kısmının etkilenmediği görülmüştür.

- Ti-isopropoksit çözeltilisinden elde edilen jellerin XRD analizleri incelendiğinde; katkısız olan titanya jellerinin 400°C civarında anataz kristali oluşumuna başladığı gözlemlenmiştir. Katkısız olan titanya jellerinin 900°C sıcaklıkta rutil kristalleşmesi gösterdiği saptanmıştır. Demir ve krom ile katkılandırılmış olan ti-isopropoksit jellerinde ise titanyadaki rutil kristalleşmesinin 600°C sıcaklıkta başladığı görülmektedir. Demir ve krom katkısı ile hazırlanan jellerde kristalleşmenin daha hızlı olduğu görülmektedir.
- Fotokatalitik özellikler incelendiğinde Cr ilavesinin bu özelliği arttırdığı gözlenirken, Fe katkısının saf TiO<sub>2</sub>'den çok farklı olmadığı gözlenmiştir. Bu çalışmalarda sadece %1 Cr ve %1 Fe katkılarıyla çalışmalar yapılmış olup, bu katkıların daha yüksek oranlarda ilavesinin etkileri incelenebilir.
- Ayrıca, bu tezin amacı ticari olarak bulunan SLS düz camlarının kaplanması ve kendi kendini temizleme özellikleri kazandırılıp kazandırılmadığının incelenmesidir. Ticari ürün olarak SLS camlarına bu özelliğin katılabilmesi önemli bir avantaj olacaktır. Burada elde edilen sonuçların kıyaslaması yapılırken bu durumun göz önünde bulundurulması önemlidir.

## 5. KAYNAKLAR

- Akmoran, N.E., (1989), “Sol-Jel’in Dünü, Bugünü, Yarını”, Şişecam Teknik Bülten, C:18, S:4
- Albayrak, G., (1982), “Sol-Jel Teknolojisi”, Şişecam Teknik Bülten, C:11, S:3.
- Anderson, O., Bange, K., ve Otterm C., (1997), Thin Films on Glass, Titanium Oxide, New York.
- Avcı G. G., (1994), Al- Butoksit’in Sol-Jel Yöntemi ile Modifikasyonu ve Oluşan Ürünün Kaplamada Kullanılması, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ, İstanbul.
- Beier, W., (1997), Thin Films on Glass, Sol-Gel Coating Processes, New York.
- Budakoğlu, R., (2006), Cam Yüzeylerine Sol-Jel Yöntemiyle Hidrofob ve Oleofob Özelliklerin Kazandırılması, Doktora Tezi, YTÜ-FBE Kimya Anabilim Dalı, İstanbul.
- Chen, F., Zhao, J. ve Hidaka, H., (2003), “Highly Selective Deethylation of Rhodamine B: Adsorption and Photooxidation Pathways of the Dye on the TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> Composite Photocatalyst”, International Journal of Photoenergy, 5: 19-24
- Danizielzik, B., Heming, M., Krause, D. ve Thelen, A.,(1997), Overview-Thin Films on Glass:An Established Technology, New York.
- Dislich, H., (1984), Glass: Science and Technology, Coating on Glass, New York.
- Dislich, H., (1988), Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, Electronics, and Specialty Shapes’, ‘Thin Films from the Sol-Gel Process’, New Jersey.
- Fujishima, A., Hashimoto, K. ve Watanabe, T., (1999), TiO<sub>2</sub> Photocatalysis Fundamentals and Applications, BKC Inc., Japan.
- Gaoling, Z., Utsumi, H., Kozuka, T., ve Yoko, T., (1998), “Photoelectrochemical Properties of Sol-Gel-Derived Anatase and Rutile TiO<sub>2</sub> Films”, Journal of Materials Science, 33: 3655-3659.
- Gouma, P. I. ve Mill, M. J., (2001), “Anatase-to-Rutile Transformation in Titania Powders”, Journal of The American Ceramık Society, 84:619-622.
- Gültekin, M., (1997), Silika Jellerde Sıcaklığın ve Su Oranının Fiziksel Özelliklere Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ, İstanbul.
- Günay, V., (1998), “Cam Yüzeylerinin Sol-Jel Yöntemiyle Kaplanması”, 13. Cam Problemleri Sempozyumu, 23 Ekim 1998, İstanbul.
- Günay, V., (1990), Sol-Gel Processing of Fibre Reinforced Glass and Glass-Ceramic Matrix Composites, PhD Thesis, University of Sheffield.
- Günay, V., (2006), Doç. Dr. Volkan Günay ile söyleşi.
- Hench, L. L., (1997), “Sol-Gel Technology in: Kirk-Othmer”, Encyclopedia of Chemical Technology, 22: 497-528.

- Hirano, M., Joji, T. ve Inagaki, M., (2004), "Direct Formation of Iron (III)-Doped Titanium Oxide (Anatase) by Thermal Hydrolysis and Its Structural Property", *Journal of the American Ceramic Society*, 87:35-41
- Hlavac, J., (1983), *The Technology of Glass and Ceramics*, Department of Silicates, Institute of Chemical Technology, Prague.
- Hussmann, E. K., (1997), *Thin Films on Glass, Large Area Sol-Gel Dip Coatings*, New York.
- Kaşlılar, B.D., (2002), *Camların Sol-Jel Yöntemi ile Yansıtıcı TiO<sub>2</sub> Kaplanması*, Yüksek Lisans Tezi, YTÜ- FBE, İstanbul.
- Kumbasar, I. ve Aykor, A. (1993), *Mineraloji*, İTÜ, İstanbul.
- Mackenzie, J. D., (1982), "Glasses from Melts and Glasses From Gels, A Comparison", *Journal of Non-Crystalline Solids*, 48,1.
- Negishi, N. ve Takeuchi, K., (2001), "Preparation of TiO<sub>2</sub> Thin Film Photocatalysts by Dip Coating Using a Highly Viscous Solvent", *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 22: 23-31.
- Negishi, N. ve Takeuchi, K. ve Ibusuki, T., (1998), "Surface Structure of the TiO<sub>2</sub> Thin Film Photocatalysts", *Journal of Materials Science*, 33: 5789-5794.
- Negishi, N. ve Takeuchi, K. ve Ibusuki, T., (1998), "Preparation of TiO<sub>2</sub> Thin Film Photocatalysts by the Dip-Coating Process", *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 13: 691-693.
- Oran, M., (2003), "Float Cam Üretiminde Kalay Banyosu Prosesinin Sayısal Simülasyonu", *Şişecam Teknik Bülten*, C:32, S:1.
- Özcan, O.A., (2000), "Float Camı Alt Yüzeyine Sızan Kalayın Yüzey Fiziksel Özellikler Üzerindeki Etkisi ve Bloom Hatasının Kökeni", *Şişecam Teknik Bülten*, C:29, S:3.
- Pulker, H. K., (1984), "Coatings on Glass", *Thin Films Science and Technology*, 6, Elsevier Science Publishing Company Inc., New York.
- Sakka, S., (1985), *Journal of Non-Crystalline Solids* 73: 651-662.
- Sakka, S., (1996), *Optical and Electronic Phenomena in Sol-Gel Glasses and Modern Application*, New York.
- Sengel, H., (1992), "Sol-Jel", *Şişecam Teknik Bülten*, C:1, S:1.
- Sevinçtav Tarar, S. ve Günay, V. (1994), *Metal-Alkoksit Kullanarak Sol-Jel Yöntemi ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Jel Üretimi*, Marmara Araştırma Merkezi, Kocaeli.
- Strimple, J. H. ve Beals, M. D., (1963), "Effects of Titanium Dioxide in Glass", *The Glass Industry*, Titanium Div., National Lead Co. (Part One), 44: 495-501.
- Trapalis, C.C., Keivanidis, P., Kordas, G., Zaharescu, M., Crisan, M., Szatvanyi, A. ve Gartner, M., (2003), "TiO<sub>2</sub>(Fe<sup>3+</sup>) nanostructured thin films with antibacterial properties", *Thin Solid Films*, 433:186-190.

Wang, H., Wang, T. ve Xu, P., (1998), "Effects of Substrate Temperature on the Microstructure and Photocatalytic Reactivity of TiO<sub>2</sub> Films", *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 9: 327-330.

Wasa, K., Kitabatake, M. ve Adachi, H., (2004), *Thin Film Materials Technology, Sputtering of Compound Materials*, William Andrew Inc.& Springer-Verlag GmbH &Co.KG, North and South America.

Watanabe, T., Fukayama, S., Miyauchi, M., Fujishima, A. ve Hashimoto, K., (2000), "Photocatalytic Activity and Photo-Induced Wettability Conversion of TiO<sub>2</sub> Thin Film Prepared by Sol-Gel Process on a Soda-Lime Glass", *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 19: 71-76.

Wilson, A.D., Nicholson, J. W. ve Prosser H. J., (1988), *Surface Coatings, Volume 2*, Elsevier Applied Science Publishers LTD., London.

Yoldaş, B. E. (1993), "Technological Significance of Sol-Gel Process and Process-Induced Variations in Sol-Gel Materials and Coatings", *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 1: 65-77.

Yu, J., Zhao, X. ve Zhao, Q., (2000), "Effect of Film Thickness on the Grain Size and Photocatalytic Activity of The Sol-Gel Derived Nanometer TiO<sub>2</sub> Thin Films", *Journal of Materials Science Letters*, 19: 1015-1017.

(1) <http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/tio2.html>

**ÖZGEÇMİŞ**

Doğum tarihi	20.04.1976	
Doğum yeri	İstanbul	
Lise	1990–1993	Pendik Lisesi
Lisans	1994–1998	Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji Mühendisliği Bölümü
Yüksek Lisans	1999–2001	Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Üretim Programı
Doktora	2001–	Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Üretim Programı

**Çalıştığı Kurum(lar)**

2001–2007	Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Araştırma Görevlisi
2008–	Sabancı Üniversitesi, Araştırma ve Lisansüstü Politikalar Direktörlüğü, Araştırma Projeleri Sorumlusu