

T.C.
İSTANBUL SABAHATTİN ZAİM ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
GIDA MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI

MULTİFONKSİYONEL, İNORGANİK-
ORGANİK HİBRİT VE NANOKOMPOZİT
YÜZEY KAPLAMALARI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Gökçe ASAN

İstanbul
Eylül-2024

T.C.
İSTANBUL SABAHATTİN ZAİM ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
GIDA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
GIDA MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI

MULTİFONKSİYONEL, İNORGANİK-ORGANİK
HİBRİT VE NANOKOMPOZİT YÜZEY
KAPLAMALARI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Gökçe ASAN

Tez Danışmanı
Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN

İstanbul
Eylül-2024

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürlüğüne,

Bu çalışma, jürimiz tarafından Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı, Gıda Mühendisliği Bilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN

Üye Doç. Dr. İbrahim GÜLSEREN

Üye Prof. Dr. Yüksel ABALI

Onay

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylıyorum.

Prof. Dr. Erhan İÇENER

Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİK BİLDİRİMİ

Yüksek lisans tezi olarak hazırladığım “**Multifonksiyonel İnorganik-Organik Hibrit ve Nanokompozit Yüzey Kaplamaları**” adlı çalışmanın öneri aşamasından sonuçlandığı aşamaya kadar geçen süreçte bilimsel etiğe ve akademik kurallara özenle uyduğumu, tez içindeki tüm bilgileri bilimsel ahlak ve gelenek çerçevesinde elde ettiğimi, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığımı, bu çalışmamda doğrudan veya dolaylı olarak yaptığım her alıntıya kaynak gösterdiğimi ve yararlandığım eserlerin kaynakçada gösterilenlerden oluştuğunu beyan ederim.

Gökçe ASAN

ÖN SÖZ

Lisans ve yüksek lisans dönemimde bana mentorluk eden, bilimsel araştırmaya bakış açımı değiştirip her anlamda öğrenmemi sağlayan, öğretme konusunda bilgi ve tecrübesini esirgemeyen değerli danışmanım Sayın Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN'a teşekkür ederim.

Hayatımın her anında olduğu gibi lisans ve yüksek lisans eğitimim boyunca benden desteklerini maddi ve manevi anlamda esirgemeyen, her zaman yanımda olan annem Jale ASAN, babam Ali ASAN ve biricik ablam Gözde ASAN'a sevgi ve minnetle teşekkür ederim.

Yüksek lisans hayatımın bana kazandırdığı çok değerli arkadaşım Ece ÜSTÜNEL'e, yine birbirimize her konuda destek olup yüksek lisansta ekip arkadaşlarım olan Ebru AL, Merve Esra ÜNGÖR, Merve GENÇ ve Kübra TAYFUR'a teşekkür ederim. Lisans ve yüksek lisans dönemi boyunca yanımda olup her anlamda desteklerini esirgemeyen tüm arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Tez çalışmalarım boyunca analizlerime destek sağlayan Sayın Dr. Öğr. Üyesi Yasemin YILMAZER ve araştırma görevlisi Ferhat BOSTANCI'ya teşekkür ederim

Çalıştığım dönem boyunca yüksek lisans eğitimim için beni idare eden çok sevgili İstanbul Defterdarlığı yemekhanesindeki çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Gökçe Asan
İstanbul-2024

ÖZET

MULTİFONKSİYONEL, İNORGANİK-ORGANİK HİBRİT VE NANOKOMPOZİT YÜZEY KAPLAMALARI

Gökçe ASAN

Yüksek Lisans, Gıda Mühendisliği

Tez danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Osman ARSLAN

Eylül,2024- 239 Sayfa

Genel olarak yüzey kaplamalarının sağlam, kullanımı basit, ekonomik ve çevre dostu olması önemlidir. Gelişmiş ve yüksek malzeme özelliği gösteren materyallerin sentezi için malzemenin hepsinin bir materyalden sentezlenmesi yüksek maliyet içerdiğinden sadece malzemenin yüzeyine bir kaplama uygulamak daha avantajlı bir seçenek sağlayabilir. Dolayısıyla yüzey kaplamaları benzer bakış açısıyla hemen hemen her türlü yüzey için (metal, tahta, seramik, cam, plastik) uygulanabilir ve istenilen özelliği sağlayabilir. Birbiri ardınca gelen fonksiyonel nitelikler belirli bir kimyasal yöntem ve mantıksal programla ile sağlanmalıdır. Dolayısıyla bir matriks ve daha sonra bu matriksin ilave fonksiyonalite ile modifiye edilmesi vasıtası ile çoklu fonksiyonalite gösteren kaplamalar elde edilebilir. Matriks olarak kullanılan bu hibrit kaplamalar formülasyonun içerisinde baştan itibaren ilave edilen kimyasal gruplarla, tek bir seferde matrikste çoklu fonksiyonalite içeren (antibakteriyel, hibrit, floresan, hidrofobik) yeni bir aktif kaplama yapısının oluşumunu sağlamaktadır. Bu sayede aynı anda floresans özellik gösterip renkli sensör özelliği sağlayabilen, partiküllerle antibakteriyel özellik gösteren ve ağ yapısının modifikasyonu ile hidrofobik ve kendi kendini temizleme özelliğine sahip bir yüzey kaplaması elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Nanopartikül, floresan, antibakteriyel, hidrofobik, organik-inorganik, quantum partikül, sol-jel, nanokompozit kaplama

ABSTRACT

MULTIFUNCTIONAL, INORGANIC-ORGANIC HYBRID AND NANOCOMPOSITE SURFACE COATINGS

Gökçe ASAN

Master, Food Engineering

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Osman ARSLAN

September, 2024 - 239 Pages

In general, it is important for surface coatings to be durable, easy to use, economical, and environmentally friendly. Since synthesizing advanced and high-performance materials entirely from one material involves high costs, applying a coating to the surface of the material can be a more advantageous option. Therefore, surface coatings can be applied to almost any type of surface (metal, wood, ceramic, glass, plastic) and provide the desired properties with a similar perspective. Functional attributes that follow one another must be achieved through specific chemical methods and logical programming. Thus, multifunctional coatings can be obtained by using a matrix and then modifying this matrix with additional functionalities. These hybrid coatings, used as matrices, create new active coating structures with multiple functionalities (antibacterial, hybrid, fluorescent, hydrophobic) in a single application, thanks to the chemical groups added from the beginning of the formulation. As a result, a surface coating has been obtained that can simultaneously exhibit fluorescent properties, provide color sensor functionality, show antibacterial characteristics with particles, and possess hydrophobic and self-cleaning properties through the modification of the network structure.

Keywords: Nanoparticle, fluorescent, antibacterial, hydrophobic, organic-inorganic, quantum particle, sol-gel, nanocomposite coating

İÇİNDEKİLER

TEZ ONAYI	i
BİLİMSEL ETİK BİLDİRİMİ	ii
ÖN SÖZ	iii
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TABLolar LİSTESİ	ix
ŞEKİLLER LİSTESİ	x
KISALTMALAR LİSTESİ	xviii

BİRİNCİ BÖLÜM

GİRİŞ	1
--------------------	---

İKİNCİ BÖLÜM

LİTERATÜR TARAMASI	3
2.1. Nanopartiküllerden Nanokompozitlere Tanım ve Uygulamalar	3
2.1.1. Top Down Metotlar	8
2.1.2. Bottom Up Metotlar	11
2.2. Yüzey Kaplamaları	23
2.3. Kaplama Metotları	27
2.3.1. Püskürtme (Sprey) Tekniği	27
2.3.2. Döndürme (Spin) Tekniği	28
2.3.3. Daldırma (Dip) Tekniği	29
2.3.4. Akıtma (Flow) Tekniği	31
2.4. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar	32
2.4.1. Multifonksiyonel Malzeme Yaklaşımı	35
2.4.2. Multifonksiyonalite Özelliklerinin Tanımlanması	43
2.4.3. Sol jel Yönteminin Multifonksiyonel Malzeme Adaptasyonu	48
2.4.4. Multifonksiyonel Malzeme Elde Etme Metodolojisi	50

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

ARAŞTIRMA YÖNTEMLERİ	56
3.1. Materyal.....	56
3.1.1. Kullanılan Kimyasallar	56
3.1.2. Kullanılan Cihazlar	57
3.2. Metot	69
3.2.1. Metal Plakalar İçin Temizleme Metodu	69
3.2.2. Kaplamaların Metal Plakalara Uygulanması	69
3.2.3. Multifonksiyonel Kaplama Hazırlanması	70
3.2.4. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar için Sitotoksite Testi	77
3.2.5. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar için Antibakteriyel Test	78
3.2.6. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamaların Oluşturulması için Akış Şeması.....	79

DÖRDÜNCÜ BÖLÜM

BULGULAR VE TARTIŞMA	84
4.1. Partikül Sentezleri	84
4.1.1. Si QD Analizleri	84
4.1.2. Gümüş Nanopartikül Analizleri.....	87
4.1.3. F-Silan Analizleri.....	93
4.1.4. GPTMS ve Alüminyum- trisec-bütoksit'in ligant (etilasetoasetat) ile kompleksi Analizleri.....	94
4.2. Multifonksiyonel Kaplama Analizleri.....	97
4.2.1. Kör Kaplama.....	97
4.2.2. İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın Si QD ile Modifikasyonu.....	112
4.2.3. Si QD'lu İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın F-Silan ile Modifikasyonu	137
4.2.4. Si QD ve F-silan ile Modifiye edilmiş İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın Ag nanopartikülleri ile Modifikasyonu	158

4.2.5.Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar İçin Mekanik Testler.....	178
4.2.6.Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar için Uygulamalar	188
SONUÇ	203
KAYNAKÇA	207
ÖZGEÇMİŞ	218



TABLULAR LİSTESİ

Tablo 2.1. Fonksiyonalite Özelliklerinin Gösterimi.....	46
Tablo 3.1. Kullanılan kimyasalların isimleri ve formülleri.....	56
Tablo 3.2. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplama Deneyleri ve İçerikleri.....	83
Tablo 4.1. MNK-1 örneğinin EDX incelemesi.....	100
Tablo 4.2. MNK-1 örneğinin XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	106
Tablo 4.3. MNK-1 örneğinin termal ağırlık kaybı toplamı.....	112
Tablo 4.4. MNK-2 örneğinin EDX incelemesi.....	114
Tablo 4.5. MNK-2 örneğinin XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	122
Tablo 4.6. MNK-2 örneğinin termal ağırlık kaybı toplamı.....	129
Tablo 4.7. Eviropyum partiküllerinin EDX incelemesi.....	137
Tablo 4.8. MNK-3 örneğinin EDX incelemesi.....	141
Tablo 4.9. MNK-3 örneğinin XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	150
Tablo 4.10. MNK-3 örneğinin termal ağırlık kaybı toplamı.....	155
Tablo 4.11. MNK-4 örneğinin EDX incelemesi.....	161
Tablo 4.12. MNK-4 örneğinin XPS yüksek çözünürlüklü pikleri.....	171
Tablo 4.13. MNK-4 örneğinin termal ağırlık kaybı toplamı.....	177
Tablo 4.14. Yüzeğe tutunma testi için ASTM standartları.....	180
Tablo 4.15. Kaplamalarda kurşun kalem ile çizme testi sonuçlarının değerlendirilmesi.....	183

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Nanometre ölçü birimi örnekleri.....	3
Şekil 2.2. Nanomalzemelerin Boyutlarına Göre Sınıflandırılması.....	5
Şekil 2.3. La Mer Diagramı.....	7
Şekil 2.4. Nanoyapıların Üretim Yöntemleri.....	8
Şekil 2.5. Top-down (yukardan aşağı) ve bottom-up (aşağıdan yukarı) sentezi gösterimi.....	9
Şekil 2.6. Lazer ablasyonu şematik gösterimi.....	10
Şekil 2.7. Mekanik öğütmenin şematik gösterimi.....	11
Şekil 2.8. Kimyasal buhar sentezi(CVD) şematik gösterimi.....	12
Şekil 2.9: Hidrotermal sentezin şematik gösterimi.....	13
Şekil 2.10. Sol-jel prosesi ve bu prosesle üretilebilecek malzemelerin gösterimi.....	15
Şekil 2.11. Dört değerlikli metal alkoksitlerin moleküler yapısı, (a) $Ti(OPri)_4$ hacimli alkoksit grupları oligomerizasyonu önler, (b) $[Ti(OEt)_4]_3$ alkoksit köprüleri yoluyla koordinasyon genişlemesi.....	19
Şekil 2.12. $[Al(Os Bu)_3]_3$ bileşiğinin moleküler yapısı.....	20
Şekil 2.13.: (a) $Ti_2(OPr)_6(izoöjenolat)_2$ yapısı (b) $Ti_2(OR)_6(OCH_2CH_2NH_2)_2$ yapısı.....	20
Şekil 2.14. Silikon alkoksitlerin asit katalizli hidrolizi.....	21
Şekil 2.15. Silikon alkoksitlerin baz katalizli hidrolizi.....	21
Şekil 2.16. Silikon alkoksitlerin asit katalizli yoğunlaşması.....	22
Şekil 2.17. Silikon alkoksitlerin baz katalizli yoğunlaşması.....	22
Şekil 2.18. Yüzey kaplamaları.....	24
Şekil 2.19. ORMOCER olası özellik kombinasyonları.....	26
Şekil 2.20. ORMOCER'lerin yapısal elementleri gösterimleri.....	27
Şekil 2.21. Püskürtme (Sprey) Tekniği.....	28

Şekil 2.22. Döndürme (Spin) Kaplama Tekniği Model.....	29
Şekil 2.23. Daldırma (Dip) Tekniğinin Aşamaları.....	30
Şekil 2.24. Akıtma (Flow) Tekniği.....	31
Şekil 2.25. (a) Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD), (b) Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) metotlarının şematik gösterimi.....	32
Şekil 2.26. Multifonksiyonel Kaplama Özellikleri.....	35
Şekil 2.27. Matriks üretimi için algoritma.....	37
Şekil 2.28. Matriks üretimi için algoritma.....	38
Şekil 2.29. Matriks üretimi için algoritma.....	39
Şekil 2.30. Hidrofilik, hidrofobik ve ultra-hidrofobik yüzeylerin şematik gösterimleri.....	45
Şekil 2.31. Organik/İnorganik Hibrit Materyallere Örnekler.....	50
Şekil 2.32. Matris ve takviye olanlar.....	51
Şekil 2.33. İşlevsel olarak derecelendirilmiş malzeme türleri.....	53
Şekil 2.34. Bir nanopartikülün 3-metakriloksipropil trimetoksisilan ile modifikasyonu.....	54
Şekil 3.1. Memmert UN55 etüv.....	58
Şekil 3.2. OSRAM marka Ultravitalux 300W UV lambası.....	58
Şekil 3.3. IKA EUROSTAR 20 markalı mekanik karıştırıcı.....	59
Şekil 3.4. Tecnai G3 F30 modeli TEM cihazı.....	60
Şekil 3.5. Quanta FEG 250 model FEİ, Hollanda SEM-EDX cihazı.....	61
Şekil 3.6. Thermo Scientific ARL X'TRA modeli XRD cihazı.....	62
Şekil 3.7. XPS analizi için kullanılan Thermo Scientific K-Alpha, ABD cihazı.....	63
Şekil 3.8. Pelkin Elmer STA 6000 modeli TG-DTA cihazı.....	64
Şekil 3.9. Carry 600 serili ATR modüllü FT-IR cihazı.....	65
Şekil 3.10. Horiba marka fluoromax-4 spektrofloreometre.....	66
Şekil 3.11. Optima markalı SP-3000nano UV-VIS Spektrofotometresi.....	67

Şekil 3.12. Theta Attention Optical Tensiometers.....	68
Şekil 3.13. Ultrasonik banyo ve etüv görselleri.....	69
Şekil 3.14. Kaplamanın metal plakaya uygulanması ve etüvde kurutulması.....	70
Şekil 3.15. İnorganik-organik Hibrit kaplamanın hazırlanması.....	70
Şekil 3.16. GPTMS'nin Ön Hidrolizi.....	71
Şekil 3.17. Alüminyum- trisec-bütoksit'in ligant (etilasetoasetat) ile kompleksi.....	72
Şekil 3.18. İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın Si QD ile Hazırlanması.....	72
Şekil 3.19. Si QD partiküllerinin büyümesi ve bileşimi.....	73
Şekil 3.20. Si QD'lu İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın F-Silan ile Hazırlanması.....	74
Şekil 3.21. F-Silan Ön Hidrolizat İşlemi.....	75
Şekil 3.22. Si QD ve F-silan ile Modifiye Edilmiş İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın Ag nanopartikülleri ile Hazırlanması.....	76
Şekil 3.23. Ag nanopartiküllerinin sentezi.....	77
Şekil 3.24. Hücre canlılığını ölçmek için MTT testinin Formazan oluşumu.....	78
Şekil 3.25. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamanın Akış Şeması.....	80
Şekil 3.26. F-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın sembolik gösterimi.....	81
Şekil 3.27. Si QD ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın sembolik gösterimi.....	81
Şekil 3.28. Ag NP ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın sembolik gösterimi.....	82
Şekil 3.29. Si QD ve F-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın Ag nanopartikülleri ile hazırlanmış.....	82
Şekil 4.1. (a) Si QD'un gün ışığındaki görüntüsü, (b) Si QD'un UV uyarımı altında görünür emisyonu.....	84
Şekil 4.2. Si QD partiküllerinin TEM görüntüleri.....	85
Şekil 4.3. Si QD farklı dalga boylarında uyarılması sonucu emisyon spektrumları....	86

Şekil 4.4. Si QD UV Spektrumu.....	87
Şekil 4.5. Ag nanopartiküllerinin indirgenmesi.....	88
Şekil 4.6. Ag nanopartiküllerinin SEM görüntüleri (a) 5 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 4 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 1 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 2 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	89
Şekil 4.7. Ag nanopartiküllerinin sentezi sırasında 1-5-20-30-35.dk alınan aliquot örnekleri.....	91
Şekil 4.8. Ag Nanopartiküllerin farklı konsantrasyonlardaki UV Vis spektrumu.....	92
Şekil 4.9. (a) gümüş partiküllerin tyndall etkisi görüntüsü, (b) saf suyun tyndall etkisi görüntüsü.....	93
Şekil 4.10. F-Silan için geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu.....	94
Şekil 4.11. (a) saf GPTMS, (b) kısmen hidrolize edilmiş GPTMS için FT-IR spektrumları.....	95
Şekil 4.12. Al(OsBu) ₂ (HacacOMe) kompleksi oluşumunun FT-IR spektrumları.....	96
Şekil 4.13. MNK-1 örneğinin SEM görüntüleri (a) 30 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 40 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 50 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 40 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	98
Şekil 4.14. MNK-1 örneğine ait Si, C, O, Al elementlerinin atomik haritalama görüntüleri.....	101
Şekil 4.15. MNK-1 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi.....	104
Şekil 4.16. MNK-1 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi C atomu dekonvülosyonu.....	107
Şekil 4.17. MNK-1’in XRD analizi.....	108
Şekil 4.18. MNK-1’in geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu.....	110
Şekil 4.19. MNK-1’in termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli.....	111

Şekil 4.20. MNK-2 örneğinin SEM görüntüleri (a) 5 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 4 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 5 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	113
Şekil 4.21. MNK-2 örneğine ait Si, C, O, Al, N elementlerinin atomik haritalama görüntüleri.....	115
Şekil 4.22. MNK-1 ve MNK-2 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi karşılaştırması.....	119
Şekil 4.23. MNK-2 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi.....	119
Şekil 4.24. MNK-2 kaplamasının UV-ışığı altındaki görüntüsü.....	123
Şekil 4.25.: MNK-2 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi C atomu dekonvülosyonu.....	124
Şekil 4.26.: MNK-2’nin XRD analizi.....	125
Şekil 4.27.: MNK-2’nin geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu.....	127
Şekil 4.28.: MNK-2’nin termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli.....	128
Şekil 4.29.: MNK-1 ve MNK-2’in termal bozunma eğrisi karşılaştırması.....	129
Şekil 4.30.: MNK-2 örneğinin gün ışığında ve UV-ışığı altında görüntüleri.....	130
Şekil 4.31.: MNK-3 örneğinin gün ışığında ve UV-ışığı altında görüntüleri.....	131
Şekil 4.32.: MNK-4 örneğinin gün ışığında ve UV-ışığı altında görüntüleri.....	132
Şekil 4.33.: Eviropyum dotlu nanokompozit kaplamanın gün ışığındaki görüntüsü ve UV ışığı altındaki görüntüsü.....	134
Şekil 4.34.: Eviropyum partiküllerinin SEM görüntüleri (a) 50 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 20 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 5 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 10 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	135
Şekil 4.35.: MNK-3 örneğinin SEM görüntüleri (a) 50 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 40 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 40 µm’de	

ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 5 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	139
Şekil 4.36. MNK-3 örneğine ait Si, C, O, Al, N, F elementlerinin atomik haritalama görüntüleri.....	143
Şekil 4.37. MNK-1 ve MNK-3 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi karşılaştırması.....	146
Şekil 4.38. MNK-3 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi.....	149
Şekil 4.39. MNK-3 örneğinin XRD analizi.....	150
Şekil 4.40. MNK-3 örneğinin smoothlanmış XRD analizi.....	151
Şekil 4.41. MNK-3'ün geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu.....	152
Şekil 4.42. MNK-2'nin termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli.....	154
Şekil 4.43. MNK-1 ve MNK-3 ve F-Silan'ın termal bozunma eğrisi karşılaştırması.....	155
Şekil 4.44. (a) MNK-1 örneğinin hidrofobik olmadığına dair görseller (b) MNK-2 örneğinin hidrofobik olmadığına dair görseller.....	156
Şekil 4.45. MNK-3 örneğinin hidrofobik görselleri.....	157
Şekil 4.46. MNK-3 örneğinin temas açısı.....	157
Şekil 4.47. MNK-4 örneğinin SEM görüntüleri (a) 20 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 10 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 5 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.....	159
Şekil 4.48. MNK-4 örneğine ait Si, C, O, Al, N, F, Ag elementlerinin atomik haritalama görüntüleri.....	162
Şekil 4.49. MNK-1 ve MNK-3 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi karşılaştırması.....	166
Şekil 4.50. MNK-4 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi.....	167

Şekil 4.51. MNK-4 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi C atomu dekonvülosyonu.....	171
Şekil 4.52. MNK-4 örneğinin XRD analizi.....	172
Şekil 4.53. MNK-4 örneğinin smoothlanmış XRD analizi.....	173
Şekil 4.54. MNK-4'ün geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu.....	174
Şekil 4.55. MNK-4'ün termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli.....	176
Şekil 4.56. MNK-1 ve MNK-4'ün termal bozunma eğrisi karşılaştırması.....	177
Şekil 4.57. Tutunma testinin yüzeye uygulanması.....	179
Şekil 4.58. MNK-1, MNK-2, MNK-3 ve MNK-4 örneklerinin tutunma testinin sonuçları.....	181
Şekil 4.59. Kalem sertlik ölçme cihazı.....	182
Şekil 4.60. MNK-1 örneğinin gün ışığında hidrofobik görselleri.....	184
Şekil 4.61. MNK-2 örneğinin gün ışığında hidrofobik görselleri.....	184
Şekil 4.62. MNK-3 örneğinin gün ışığında hidrofobik görselleri.....	185
Şekil 4.63. MNK-4 örneğinin gün ışığında hidrofobik görselleri.....	185
Şekil 4.64. MNK-1 örneğinin temas açısı.....	186
Şekil 4.6. MNK-2 örneğinin temas açısı.....	186
Şekil 4.66. MNK-3 örneğinin temas açısı.....	187
Şekil 4.67. MNK-4 örneğinin temas açısı.....	187
Şekil 4.68. A- MNK-1 ve MNK-4 kaplamalarının kirletilmiş yüzey görüntüsü, B- MNK-1 ve MNK-4 kaplamalarının kendini temizleme etkisi.....	189
Şekil 4.69. A- MNK-1 örneğinin suyun yüzeyle yaptığı açısı, B- MNK-4 örneğinin suyun yüzeyle yaptığı açısı.....	190
Şekil 4.70. 24 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin hücre yaşama oranları.....	192

Şekil 4.71. Kontrol grubunun 24 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.....	192
Şekil 4.72. MNK-1, MNK-2, MNK-3 örneklerinin 24 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.....	193
Şekil 4.73. 48 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin hücre yaşama oranları.....	194
Şekil 4.74. Kontrol grubunun 48 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.....	194
Şekil 4.75. MNK-1, MNK-2, MNK-3 örneklerinin 48 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.....	195
Şekil 4.76. 72 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin hücre yaşama oranları.....	196
Şekil 4.77. Kontrol grubunun 72 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.....	196
Şekil 4.78. MNK-1, MNK-2, MNK-3 örneklerinin 72 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.....	197
Şekil 4.79. MNK-1, MNK-4 ve MNK-5 örneklerinin 24, 48 ve 72 saat inkübasyon süreleri sonunda ortalama MTT değerleri.....	198
Şekil 4.80. 24 saatte multifonksiyonel yüzey kaplamalarının E. coli'ye karşı antibakteriyel etkileri.....	199
Şekil 4.81. E. coli inkübasyonu ile antibakteriyel duyarlılık testinden sonra elde edilen inhibisyon alanı çaplarının grafiği.....	200
Şekil 4.82. 24 saatte multifonksiyonel yüzey kaplamalarının S.Aureus karşı antibakteriyel etkileri.....	200
Şekil 4.83. S.Aureus inkübasyonu ile antibakteriyel duyarlılık testinden sonra elde edilen inhibisyon alanı çaplarının grafiği.....	201
Şekil 4.84. MNK-4 örneğinin quenching testinin aşamaları.....	202

KISALTMALAR LİSTESİ

cm	:	Santimetre
dk	:	Dakika
eV	:	Elektronvolt
GPTMS	:	γ -glisidiloksipropiltrimetoksisilan
HAcacOEt	:	Etilasetoasetat
HCl	:	Hidroklorik asit
mg	:	Miligram
nm	:	Nanometre
rpm	:	Dakikada devir sayısı (Revolutions per Minute)
s	:	Saat
SEM-EDX	:	Taramalı Elektron Mikroskobu-Enerji Yayılımlı X-Işını
TGA	:	Termogravimetrik Analiz
v.d.	:	Ve diğerleri
vb	:	Ve benzeri
XPS	:	X-Işını Fotoelektron Spektrometresi
XRD	:	X-Ray Kırınım Spektrometresi
Si QD	:	Silikon Kuantum Dot
TEM	:	Geçirgenlikli Elektron Mikroskobu
UV	:	Ultraviyole

0D : Sıfır boyutlu
1D : Tek boyutlu
2D : İki boyutlu
3D : Üç boyutlu
APTES: : (3-Aminopropyl)trieoksisilan



SEMBOLLER LİSTESİ

- π : Pi sayısı
< : Küçüktür
° : Derece
°C : Santigrat derece
 λ : Lambda



BİRİNCİ BÖLÜM

GİRİŞ

Günümüzde, yüzey kaplamaları endüstriyel uygulamalardan biyomedikal alana kadar geniş bir yelpazede önemli bir rol oynamaktadır. Bu kaplamalar, malzeme yüzeylerinin fiziksel, kimyasal ve optik özelliklerini geliştirerek, işlevselliğini artırır ve özel amaçlar için uygun hale getirir. Bu çalışmada, antibakteriyel, hidrofobik, inorganik-organik hibrit ve floresan gibi birden fazla işlevi bir arada sunabilen multifonksiyonel nanokompozit kaplamalar, çeşitli endüstriyel, tıbbi ve araştırma alanlarında geniş bir uygulama potansiyeline sahiptir.

İnorganik-organik hibrit kaplamalar, inorganik ve organik bileşenlerin bir araya getirilmesiyle oluşur ve bu bileşenlerin birleşiminden kaynaklanan özelliklerin bir kombinasyonunu sunar. Bu kaplamalar, mekanik dayanıklılık, kimyasal direnç ve termal stabilite gibi özelliklerin yanı sıra esneklik ve işlenebilirlik gibi organik bileşenlerin avantajlarını da bir araya getirir.

Nanoteknolojinin hızla ilerlemesi, malzeme biliminde çığır açan gelişmelere yol açmıştır. Bu malzemeler, çeşitli endüstriyel uygulamalarda ve ileri teknoloji ürünlerinde önemli bir rol oynamaktadır. Nanokompozit malzemeler, nano boyutta parçacıkların kontrol edilmiş şekilde bir araya getirilmesiyle oluşturulur ve bu da onlara benzersiz fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikler kazandırır. Multifonksiyonel nanokompozitler, nano boyutlu katı parçacıkların özenle kontrol edilmiş bir matris içine yerleştirilmesi veya dağıtılması yoluyla oluşturulan, çeşitli özelliklerin entegre edildiği yapılar olarak tanımlanır. Nanoskala boyutlarından dolayı, yüzey ve arayüzey etkileri daha belirgin hale gelir, bu da malzemenin mekanik, elektriksel, manyetik, optik ve termal özelliklerinde belirgin değişikliklere yol açar.

Nanomalzemelerin sentezi, yüzey kaplamalarının geliştirilmesinde kritik bir rol oynar. Nanomalzemeler, özellikle silikon kuantum dotlar gibi, belirli özelliklere sahip küçük boyutlarda yapısal birimlerdir. Bu yapılar, belirli optik, elektronik veya kimyasal özellikler sunabilir ve yüzey kaplamalarının istenen fonksiyonlarını güçlendirmek için kullanılabilir. Sol jel prosesi, nanomalzeme sentezinde önemli bir yöntemdir. Bu yöntem, bir çözelti içindeki kimyasal reaksiyonlar yoluyla nanoyapıların oluşturulmasını sağlar. Sol jel prosesi, kontrol edilebilir yapı ve boyutlara sahip

nanomalzemelerin sentezinde esneklik ve ölçeklenebilirlik sunar. Bu yöntem, çeşitli kaplama matrislerine entegrasyon için uygun nanomalzemelerin sentezinde kritik bir adımdır.

Bu çalışmanın temel odak noktası, birbirini iptal etmeyecek şekilde nanoteknolojik olarak dizayn edilen multifonksiyonel yüzey kaplamalarının sentezi, karakterizasyonu ve uygulamalarıdır. Bu tez çalışması kapsamında, birbirini iptal etmeyecek ve yeni bir konsept oluşturacak şekilde quantum dotlar ile sağlanan floresans özellik ve kalorimetrik sensör uygulamaları, hidrofobik yüzey ajanları, kendi kendini temizleme etkisi, antibakteriyel etki gibi farklı uygulamalar, sol gel ile elde edilen inorganik-organik yüzey kaplamalarında birleştirilmiştir. Bu sayede multifonksiyonel yüzey kaplama konsepti geliştirilmiş ve yeni bir malzeme türü olarak ortaya konulmuştur.

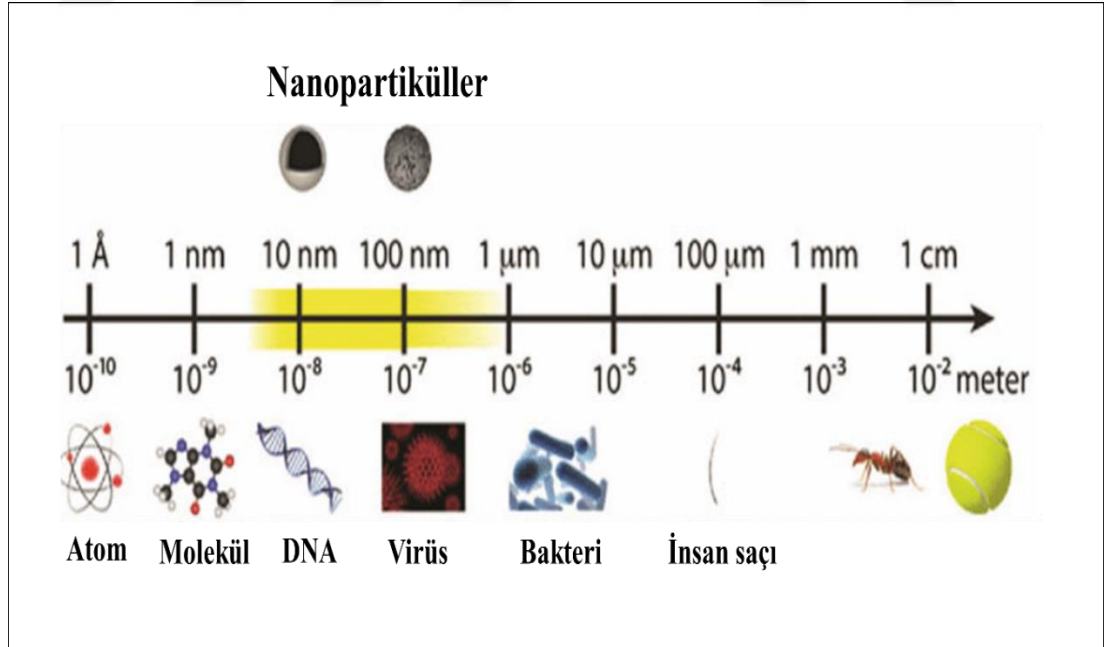
İKİNCİ BÖLÜM

LİTERATÜR TARAMASI

2.1. Nanopartiküllerden Nanokompozitlere Tanım ve Uygulamalar

Nanoteknoloji bir metreden bir milyar kat daha küçük olan nanometre ölçeğindeki malzemenin yönetimini ele alan devrim niteliğinde bir teknolojik gelişimi temsil eder (Nasrollahzadeh vd. 2019). Kullandığımız tüm malzemeler ve aygıtlar genellikle büyük boyutlarda tasarlanmışlardır. Ancak, bu büyük boyutlu yapıların ötesinde farklı ve daha üstün özelliklere sahip olan malzemeler, nanoteknoloji alanında kullanılan nano yapılı malzemeler olarak adlandırılmaktadır (Tüylek 2016).

“Nano” kelime anlamı olarak bir fiziksel büyüklüğün bir milyarda biridir. Bir nanometre ise, metrenin bir milyarda birine eşit uzunluk birimidir. Ayrıntılı açıklamak gerekirse bir nanometre içine yan yana 2-3 adet atom dizilebilir, yaklaşık 100-1000 atom ise nane ölçek boyutunda bir nesneyi oluşturur (EREN 2022). Şekil 2.1’de nanometre ölçü biriminin daha iyi anlaşılabilmesi için görsel örnekler sunulmuştur.



Şekil 2.1: Nanometre ölçü birimi örnekleri.

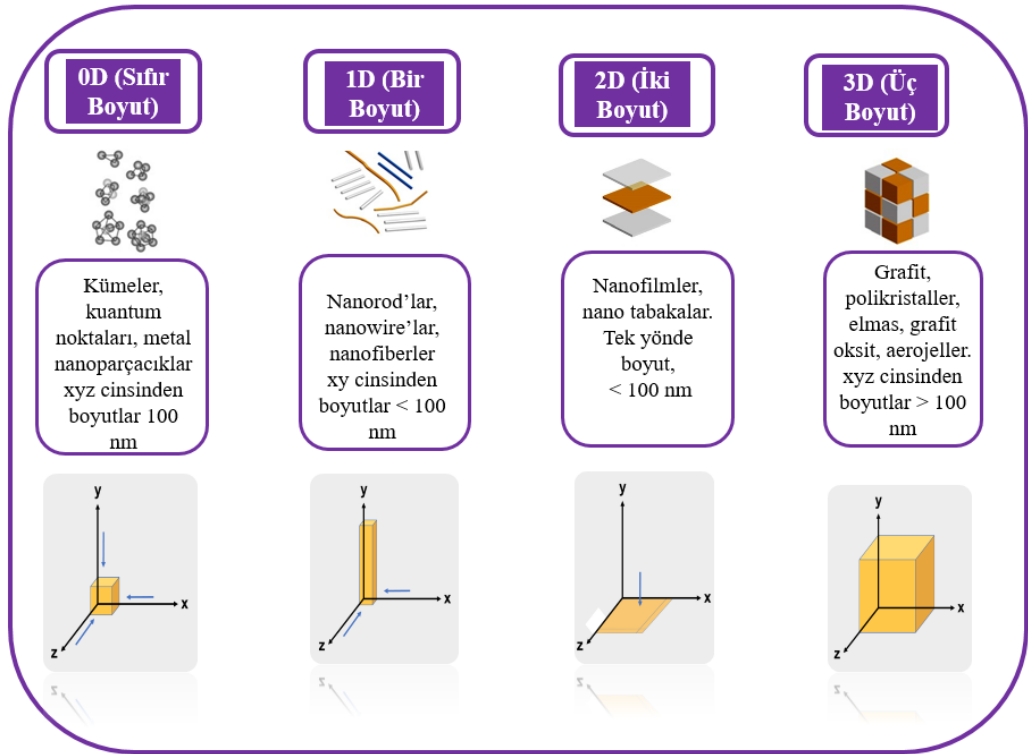
Kaynak: Pabbati v.d, 2021

Yüzey kaplama teknolojileri günlük hayatımızda dahi birçok alanda karşımıza çıkmaktadır. Gıda ve ilaçtan giyilebilir malzemelere ve tüketici ürünlerine, endüstrilere ve makinelere, otomobillere ve yapı bileşenlerine kadar farklı ihtiyaçlara cevap verecek farklı türde kaplama malzemeleri geliştirilmiştir. Yüzey kaplama malzemeleri genellikle alttaki nesne yüzeyine veya dökme malzemelere ek işlevler ve özellikler kazandırmak, geliştirmek ve/veya korumak için genellikle bir dış film tabakası olarak biriktirilir. Kaplama teknolojileri, genellikle hava, nem, UV radyasyonu vb. gibi doğa unsurlarına ve kuvvetlerine maruz kalma nedeniyle dış yüzeylerde korozyonun, kirlenmenin ve biyolojik kirlenmenin, kimyasal ve yapısal bozulmanın ve hatta aşınma ve yıpranmanın önlenmesine veya azaltılmasına katkıda bulunabilir. Böylece üzerine uygulandıkları nesnelere veya yüzeylerin stabilitesi, dayanıklılığı ve kullanım ömrü artar. Kaplama teknolojileri ayrıca yüzeylere antimikrobiyal özellikler, süper hidrofobiklik ve süper hidrofiliklik gibi kendi kendini temizleme özellikleri için kullanılacak ek özellikler ve işlevler de kazandırabilir (Zhu vd. 2022).

Nanomalzemeler, iç yapıları ve boyutları temel alınarak çeşitli sınıflandırmalara tabi tutulmaktadır. Bu sınıflandırmalar, nanomalzemenin moleküler yapısının ve boyutlarının göz önünde bulundurulmasıyla gerçekleştirilir. Günümüzde kullanılan nanomalzemeler üzerine yapılan incelemeler, değişik boyutlarda elde edilen bu yapıların birden fazla özelliğinde çeşitlilik gösterdiğini ortaya koymaktadır (Tüylek 2016).

Nanomalzemeler boyutlarına göre dört gruba ayrılır; sıfır boyutlu (0D) , bir boyutlu (1D) , iki boyutlu (2D) ve üç boyutlu (3D) nanomalzemelerdir. 0D nanomalzemeler, nanopartikül veya nanodispersiyon biçiminde, birbirinden ayrılmış materyallerdir. 0D malzemeler arasında homojen parçacık yüzeyleri olan kuantum noktalar (quantum dots), fullerenler, nanoküreler (nanospheres), ve içi boş nanoküreler (hollow nanospheres) gibi örnekler bulunmaktadır. 1D nanomalzemelere örnek olarak nanoçubuklar ve nanotüpler gösterilebilir. Bu yapılar amorf veya kristalin, tek kristalli veya çok kristalli, kimyasal olarak saf veya saf olmayan, bağımsız malzemeler veya metalik, seramik veya polimer gibi başka bir ortamın içine gömülü malzemeler olabilir. 1D nanoparçacıklar metalik, seramik veya polimer olabilirler. 2D malzemeler nanometrik boyuttaki film ve kaplamalardır. 2D nanomalzemeler amorf veya kristal olabilir, çeşitli kimyasal bileşimlerden yapılabilir, bir substrat üzerinde

biriktirilebilir veya çevreleyen matris malzemesine entegre edilebilir, metalik veya polimerik olabilir. 3D nanomalzemeler veya yığın (amorf) malzemeler, herhangi bir boyut veya boyut aralığında nanoölçekle sınırlı olmayan malzemelerdir. Atomik ölçekte gözenekliliğe sahip ince filmler ve çeşitli morfolojilere sahip serbest nanopartiküller, 3D nanomalzemelerin örnekleridir (Mekuye ve Abera 2023). Şekil 2.2’de nanomalzemelerin boyutları daha iyi anlaşılabilmesi için görsel örnekler sunulmuştur.



Şekil 2.2: Nanomalzemelerin Boyutlarına Göre Sınıflandırılması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Bir nanoyapının fiziksel özellikleri ve mukavemeti, boyutuna ve yapısal özelliklerine bağlı olarak belirgin bir şekilde değişebilir, çünkü bağ yapısı bu ölçekte belirleyici bir rol oynar. Nanoteknoloji, maddeleri atomik ve moleküler ölçekte kontrol ederek işlevsel materyaller, cihazlar ve sistemler yaratmamızı ve yeni özelliklerden ve olgulardan yararlanmamızı sağlar. Nano partiküller benzersizdir çünkü 1 ila 100 nm

arasında parçacıkların fiziksel davranışı, parçacık boyutunun azalmasıyla birlikte klasik fizikten kuantum fiziğine doğru değişir. Bileşimini, boyutunu veya yüzey bileşimini değiştirmek bu nedenle nanopartiküllerin fiziksel ve kimyasal özelliklerini değiştirebilir (Sudha vd. 2018). Nano yapıların istenilen boyutta ve özelliklerde olması için farklı yöntemlerle sentezlenmesi mümkündür.

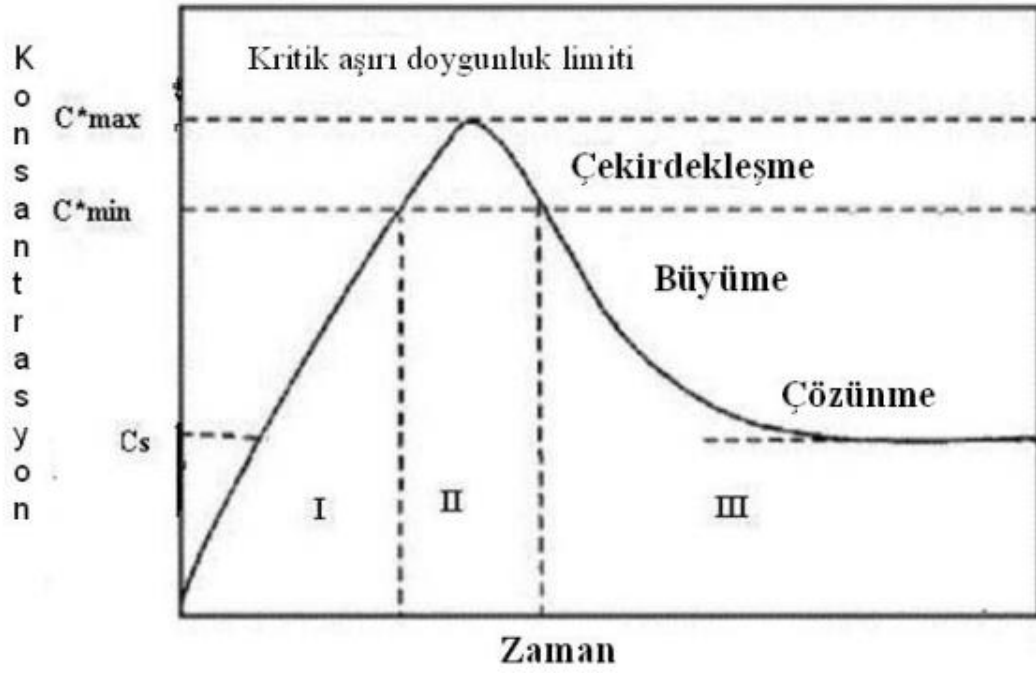
a)La-Mer Teorisi: Nanokristallerin çözelti bazlı üretimi iki önemli adımı takip eder; a) çekirdekleşme ve b) nanokristallerin büyümesi (Arslan 2014).

Nanoparçacıklar, çekirdeklenme ve nanokristallerin büyümesi süreçleriyle üretilir. La-Mer ve arkadaşları sıvı ortam içinde üretilen nanoparçacıkların ve kolloidlerin oluşum süreçlerini idrak edebilmek için doymuş kükürt çözeltisi ile yaptıkları çalışma bu konudaki öncü niteliğindeki önemli çalışmalardır (Whitehead, Özkar, ve Finke 2019). La-Mer ve arkadaşlarının bu çalışması günümüzde hala nanoparçacık oluşum sürecinin genel işleyişini anlatan ve açıklayan tek mekanizmadır.

La-Mer araştırma esnasında sodyum tiyosülfatın ayrışmasından kükürt sollarının sentezini incelemiştir; bu sentezin iki aşamadan oluştuğu belgelenmiştir: ilki tiyosülfattan serbest kükürt oluşturmak ve ikincisi çözeltideki kükürt sollarını oluşturmaktır. La-Mer mekanizması vasıtasıyla çekirdeklenme ve büyüme süreci üç sınıfa ayrılabilirdiği doğrulanmıştır. I) Çözeltideki serbest monomerlerin konsantrasyonunda hızlı bir artış, (II) monomer, çözeltideki serbest monomerlerin konsantrasyonunu önemli ölçüde azaltan "patlama çekirdekleşmesine" uğrar. Bu çekirdeklenmenin hızı "etkili olarak sonsuz" olarak tanımlanır ve bu noktadan sonra monomer konsantrasyonunun düşük olması nedeniyle neredeyse hiç çekirdeklenme oluşmaz; (III) Çekirdeklenme büyümesinin ardından, monomerlerin çözelti yoluyla difüzyonunun kontrolü altında meydana gelir. Üç aşama, monomer konsantrasyonunun bir zamanın fonksiyonu olarak şematik olarak çizildiği Şekil 2.3'te gösterilmektedir (Thanh, Maclean, ve Mahiddine 2014).

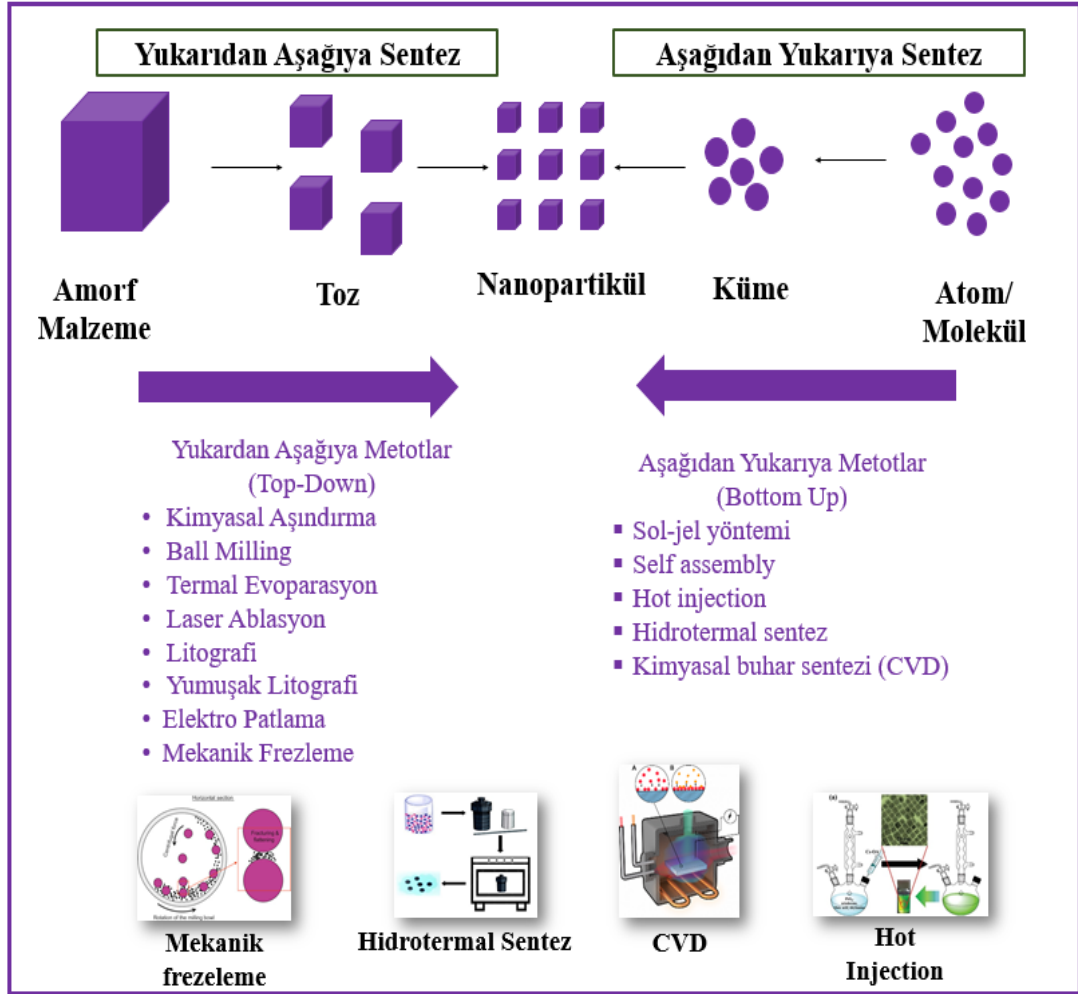
Genel olarak nanoyapılar, iki ana kategoriye ayrılan çeşitli yöntemler kullanılarak sentezlenir. Nanoyapıların üretim yöntemleri Şekil 2.4.'de gösterilmiştir. Nanomateryallerin sentezi, her birinin avantajları ve sınırlamaları olan farklı yukarıdan aşağıya (top down) (bilyalı öğütme, termal buharlaştırma, lazer ablasyon, püskürtme) ve aşağıdan yukarıya (bottom up) (CVD, hidrotermal, birlikte çökeltme, sol-jel) yaklaşımlarla gerçekleştirilir. Çeşitli nanomalzemeler için sentez yöntemleri,

mevcut birincil malzemelere, tesislere, bunların potansiyel uygulamalarına ve diğer çevresel ve ekonomik kısıtlamalara göre seçilir. Uygun bir sentez yöntemi belirlemek için öncelikle her bir sentez sürecinin altında yatan tüm mekaniği tam olarak anlamalıyız (Abid vd. 2022a).



Şekil 2.3. La-Mer Diagramı

Kaynak: Whitehead vd. 2019



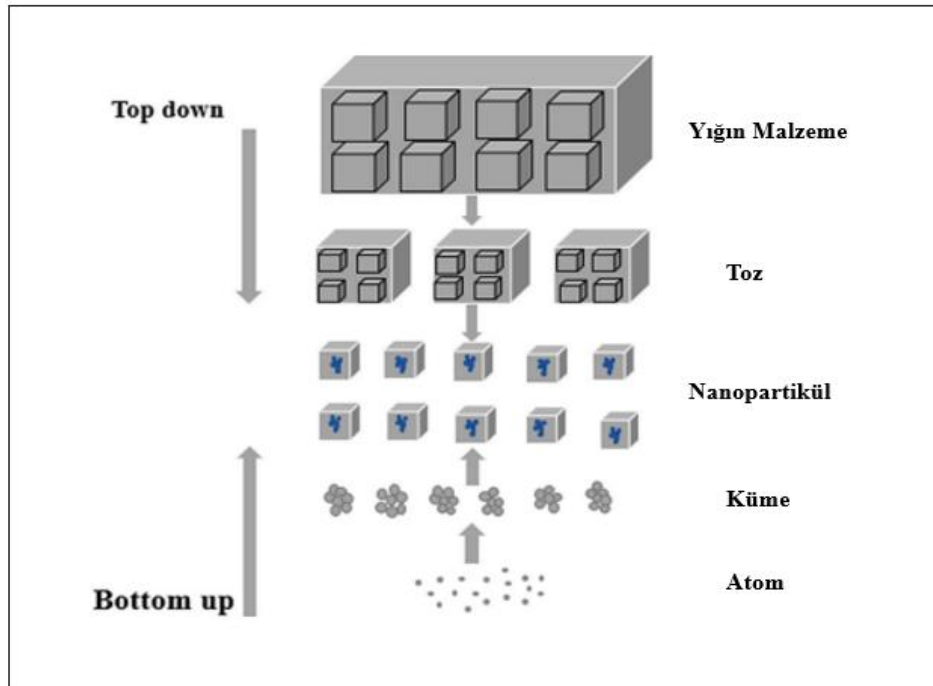
Şekil 2.4: Nanoyapıların Üretim Yöntemleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

2.1.1. Top Down Metotlar

Yukarıdan aşağıya yaklaşım adı verilen ilk metot, malzemenin bütün halinde işlenmeye başlanmasıyla karakterizedir ve malzeme bu süreçte küçük parçalara ayrılır. Bu temel yaklaşımda, kimyasal aşındırma ve özel işleme metotlarıyla birlikte litografi uygulanarak, mikroskobik ölçekteki bileşenlerin yapısal boyutları nanometre ölçeğine indirgenir. Aşağıdan yukarıya üretim yaklaşımında ise malzeme, atomların ve moleküllerin kimyasal reaksiyonlar sonucu boyutça büyümesi yoluyla sentezlenir. Atomik ve moleküler elemanlar, kontrollü bir şekilde bir araya getirilerek daha büyük sistemler, çok moleküllü yapılar, organik ağlar, kümeler ve sentezlenmiş makromoleküller oluşturacak şekilde bir arada toplanır (Ates ve Bahceci 2015).

Yıkıcı yöntem olarak da bilinen yukarıdan aşağıya yöntem, büyük malzemeleri daha küçük malzemelere dönüştürür ve bunlar daha sonra nano malzemelere dönüşür (Baig, Kammakam, ve Falath 2021). Günümüzde kullanımda olan büyük boyutlu malzemeler nano boyutlara indirgenmek amacıyla nano yapıya sahip malzeme üretilmesi sağlanır. Şekil 2.5.'de top-down (yukardan aşağı) ve bottom-up (aşağıdan yukarı) sentezi gösterilmiştir. Bu işlemler için, mekanik ve kimyasal işlemlere tabi tutulması ve yüksek miktarda enerji uygulanması gereklidir. Uygulanan enerji genellikle oldukça yüksek seviyelerdedir. Bu yöneme, fiziksel üretim yöntemi olarak da atıfta bulunulur. "Yukarıdan aşağıya" yöntemi, aynı zamanda mekanik, yüksek enerji, ısı (termal), kimyasal işlemler ve doğal yöntemler olarak da adlandırılır. (Tüylek 2016). Yukarıdan aşağıya metotlar; lazer ablasyonu, litografi (baskı), püskürtme, yüksek enerjili bilyeli öğütme, sonikasyon, elektro patlatma, elektro patlatma, dağlama, kimyasal, ısı, mekano-kimyasal işlemler ve doğal metotlardır. Bu yöntemlerde, genellikle büyük miktarlarda malzeme kullanılarak, onların şekillendirilmesi, yapılandırılması ve yeniden düzenlenmesi suretiyle istenilen ürün elde edilir. (Ates ve Bahceci 2015).



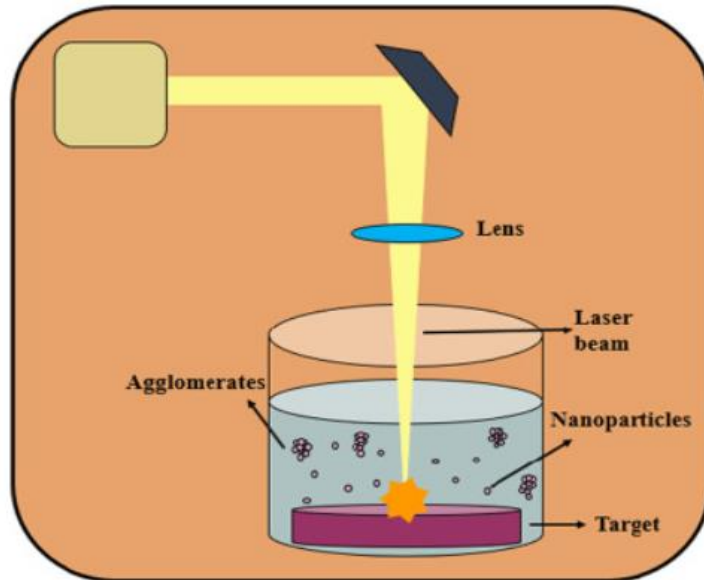
Şekil 2.5: Top-down (yukardan aşağı) ve bottom-up (aşağıdan yukarı) sentezi gösterimi

Kaynak: Abid vd. 2022a

Bu yöntemin ana dezavantajı istenilen parçacık boyutunu ve şeklini elde etmenin zorluğudur. Aynı büyüklükteki normal parçacıklarla karşılaştırıldığında, öğütme işlemiyle hazırlanan numunelerin manyetik özelliklerinde, öğütme işlemi nedeniyle geliştirilen kafes parametrelerindeki kusurlardan dolayı sapma gözlenir (Kolahalım vd. 2019).

Yumuşak litografi tekniği çok tercih edilen kolay bir yöntemdir. Bir elastomerden yapılan bir damga, bir tabaka üzerine uygulandığında, kendiliğinden düzenlenebilen tek bir tabaka oluşturacak şekilde özel bir mürekkeple kaplanır. Bu tek tabaka daha sonra, oyma veya yüzey reaksiyonu gibi sonraki işlemlerde bir maske olarak işlev görür. Damganın kendisi, bir kalıptan litografi yöntemiyle şekillendirilerek oluşturulur ve elektron ışınları gibi yüksek çözünürlüklü teknikler kullanılarak, parçalar 10 nm'ye kadar küçük boyutlara sahip olacak şekilde işlenir (Ates ve Bahceci 2015).

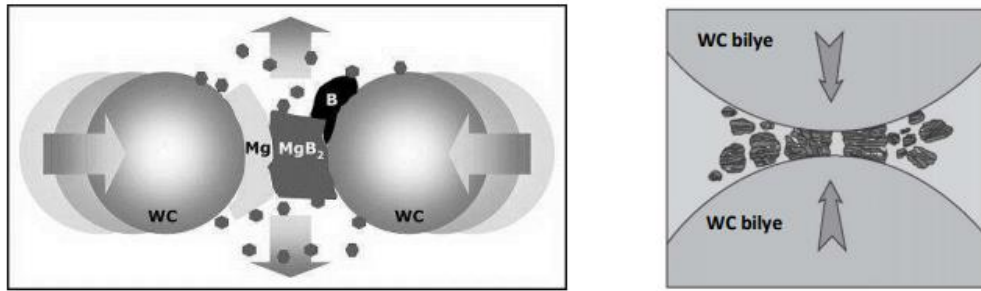
Lazer ablasyon tekniği kullanılarak farklı solventlerden nanopartikül sentezi kolay bir işlemdir. Mikro/nano yapıları partiküller oluşturmak için bir substrat yüzeyinden molekülleri çıkarmak için darbeli bir lazer kullanılır. Lazer ablasyonu, bir lazer ışını alt tabakanın üzerine odaklayarak maddeyi alt tabakadan ortadan kaldırmaya yönelik yukarıdan aşağıya bir yöntemdir. Bir madde erimeye ve buharlaşmaya yetecek kadar enerji sağladığında ablasyon meydana gelir (Abid vd. 2022b). Lazer ablasyonu şematik gösterimi Şekil 2.6.'da gösterilmiştir.



Şekil 2.6: Lazer ablasyonu şematik gösterimi

Kaynak: Abid vd. , 2022c

Mekanik öğütmenin çalışma prensibi, yüksek enerjili bilyalı öğütme ile parçacık boyutunun küçültülmesidir. Mekanik öğütmenin başarısı proses değişkeninden ve öğütme tozunun özelliklerinden etkilenir. Toz karışımına indüklenen mekanik enerjiye bağlı olarak düşük enerjili ve yüksek enerjili öğütme olarak sınıflandırılır. Nano boyutlu parçacıklar genellikle yüksek enerjili bilyalı öğütme işlemi kullanılarak üretilir (Jamkhande vd. 2019). Mekanik öğütmenin şematik gösterimi Şekil 2.7.'da verilmiştir.



Şekil 2.7: Mekanik öğütmenin şematik gösterimi

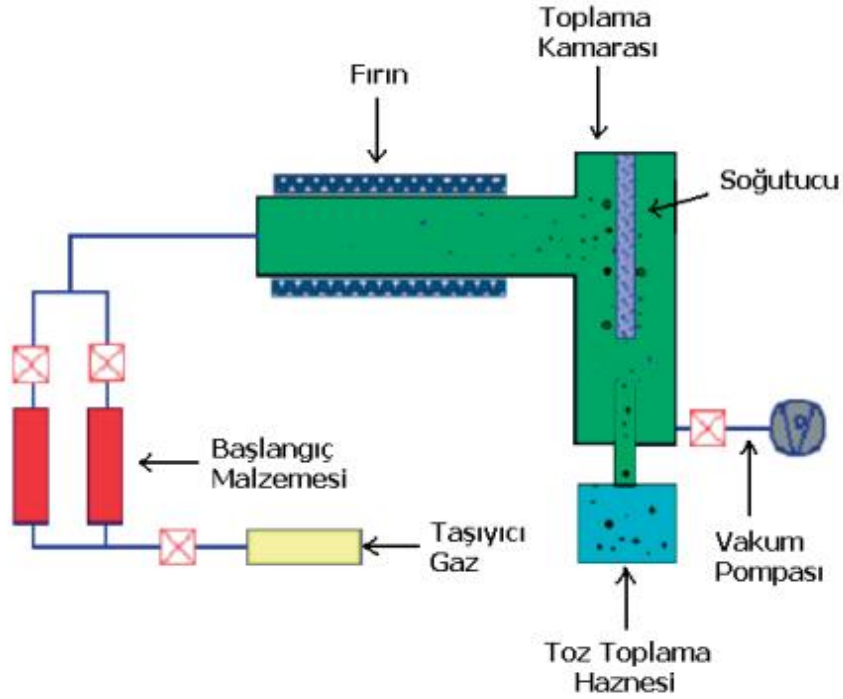
Kaynak: Ates v.d., 2015

2.1.2. Bottom Up Metotlar

Parçaların birleştirilmesi işlemi, genellikle "yukarıdan aşağıya" üretim yönteminin tersine işleyen bir yaklaşım olarak tanımlanır. Aşağıdan yukarıya yöntem, yukarıdan aşağıya yöntemin tam tersidir. İyi tanımlanmış şekli, boyutu ve kimyasal bileşimi olan nanomateryallerin, yapı taşları olarak atomların ve moleküllerin büyümesi ve kendiliğinden birleşmesi yoluyla oluşur (Kolahalam vd. 2019). Atom ve moleküler düzeyde işlemler gerçekleştirilerek, nano boyutundaki yapılar elde edilir ve bu yapılar kimyasal reaksiyonlara tabi tutularak yeni nanomalzemeler oluşturulur. (Tüylek 2016). CVD, sol-jel, eğirme, piroliz ve biyolojik sentez, aşağıdan yukarıya yöntemlerin örnekleridir (Kolahalam vd. 2019).

Kimyasal buhar sentezi (CVD), Nanoyapıların sentezi için başarılı bir yöntemdir. CVD prensibinde bir substrat üzerine gaz halindeki reaktanlardan oluşan ince bir kaplama yerleştirilir. Bir reaksiyon çemberinde, gaz ısıtılmış bir substratla temas ettiğinde kimyasal bir reaksiyon meydana gelir. Sonuç olarak altlık yüzeyinde ince bir

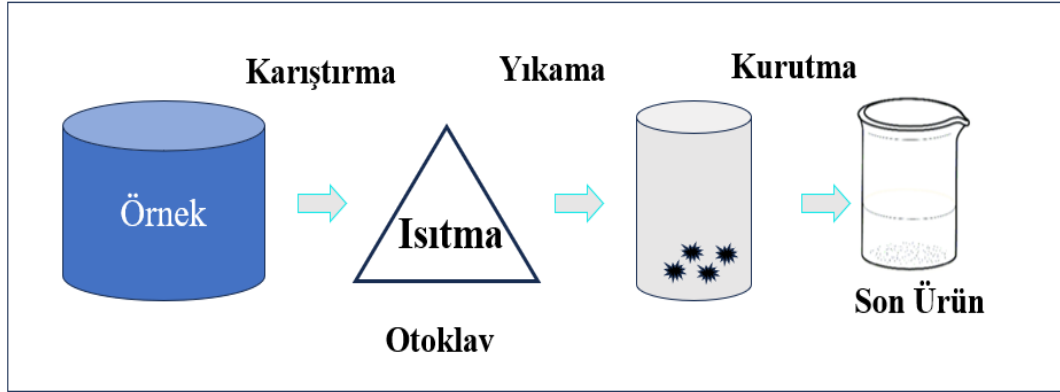
tabaka oluşur. Bu ince film kazınır ve kullanılır (Abid vd. 2022b). Şekil 2.8.'da kimyasal buhar sentezinin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.8: Kimyasal buhar sentezi(CVD) şematik gösterimi.

Kaynak: Gürmen v.d, 2008

Hidrotermal sentez, katı malzemenin sulu bir çözelti ile bir reaksiyon kabında yüksek sıcaklık ve basınçta reaksiyonuyla tanımlanır ve küçük parçacıkların birikmesine yol açar. Hidrotermal, çözelti reaksiyonuna dayalı bir yaklaşımdır. Bu yöntemde çözücü olarak su kullanıldığı için prosese hidrotermal adı verilmektedir. Hidrotermal işlem, işleme koşullarının sıcaklıklar ve/veya basınçlar ayarlanarak kontrol edildiği, otoklav olarak da tanımlanan çelik bir basınçlı kaptaki gerçekleştirilir. Sıcaklık, suyun kaynama sıcaklığının üzerine çıkarılarak buhar doygunluğuna ulaşılır. Hidrotermal yöntemin homojen yağış, düşük maliyet, çevre dostu olması, ölçek büyütme kolaylığı ve saf nihai ürün sağlaması nedeniyle modern bilim ve teknolojiye büyük katkısı vardır (Abid vd. 2022b). Şekil 2.9.'de Hidrotermal sentezin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.9.: Hidrotermal sentezin şematik gösterimi

Kaynak: Patil vd. 2021

2.1.2.1. Sol-Jel Prosesi

Sol-jel işlemi, çeşitli nanoyapıların, özellikle metal oksit nanopartiküllerinin sentezi için daha kimyasal bir yöntemdir. Sol-jel yöntemi, farklı kimyasal bileşime sahip nanopartiküllerin sentezi için geleneksel ve endüstriyel bir yöntemdir (Bokov vd. 2021). Moleküler öncülerin hidroliz ve kondenzasyonunu içeren sol- jel sentezi, inorganik malzemeler hazırlamak için geniş bir kapsamda yaygın olarak kullanılmaktadır. Sol- jel prosesi hem organik-inorganik hibrit hem de inorganik polimerlerin sentezlenmesinde çok avantajlı bir procestir (Toygun, Köneçoğlu, ve Kalpaklı 2013). Sol-jel yönteminin maliyeti yüksek ve zor olmasına rağmen nanomalzeme üretiminde kullanılmasında prosesin önemli avantajları öne çıkmaktadır. Bu tekniğin en avantajlı yönü tüm prosesin uyumlu koşullarda yürütülmesidir. Katı hal işlemlerine kıyasla, sol-jel prosesi reaksiyon sırasında moleküler seviyede kontrol imkanı sağlayarak son ürüne öncü türlerinin dönüşümüne olanak tanır. Bu sayede, sol-jel prosesi, yüksek saflıkta ve homojenlikte, düzgün kristal morfolojisine ve iyi tanımlanmış nanopartiküllerin sentezine olanak sağlar. (Toygun vd. 2013).

Organik ve inorganik bileşenlerin tek fazlı bir hibrit ağda birleşimi, farklı uygulamalar için istenen kaplama özelliklerini uyarlamak için yeni bir yol sağlar. Bu tür malzemeleri ince film kaplamalarda hazırlamak için uygun sentetik yol, bileşenler arasında moleküler ölçekte etkileşimlerin olduğu şeffaf hibrit kaplamaların oluşumuna yol açan sol-jel işlemidir. Jel tabakası, fiziksel ve kimyasal koruma maddeleri olarak görev yapar ve kaplanmış yüzeye, dekoratif, fonksiyonel ve fotoaktif kaplamalar,

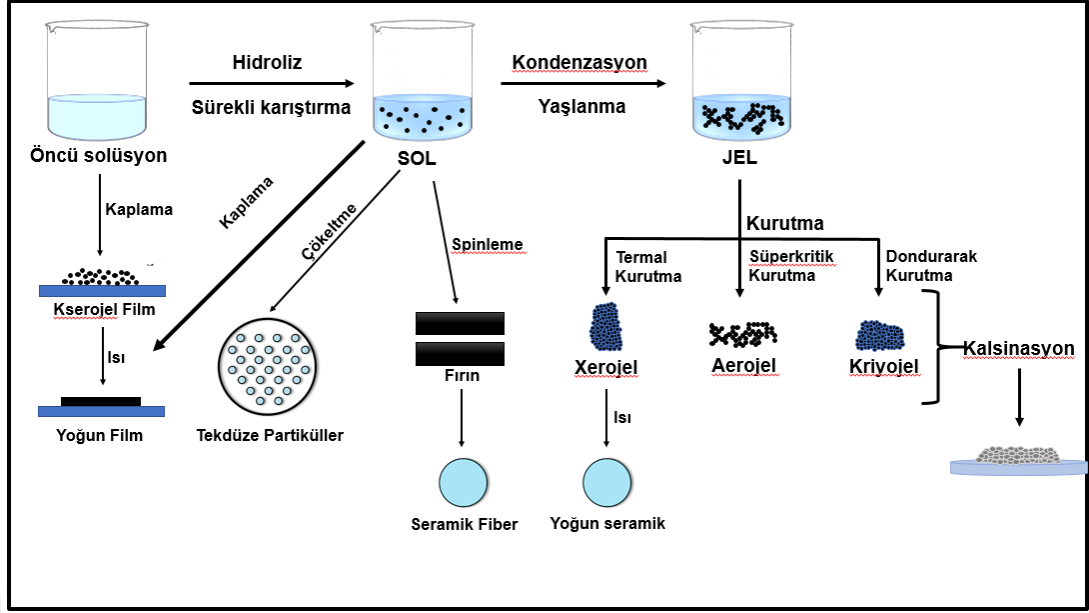
aşınmaya dirençli ve korozyona karşı koruyucu kaplamalar ve antistatik filmler gibi çok çeşitli alanlarda uygulama alanı bulan çok çeşitli özellikler sağlar (Amiri ve Rahimi 2016).

Sistemin maliyeti ve karmaşıklığına ek olarak, ana dezavantajı, çıkış ürün miktarının giriş materyaliyle kıyaslandığında oldukça düşük olmasıdır, yani verimliliğin sınırlı olmasıdır. (Ates ve Bahceci 2015). Ayrıca sentez protokolünün tekrarlanabilirliği ve tekrarlanabilirliğin başarılı olması için bir çok reaksiyon parametresi (sıcaklık, metal alkoksit öncülerinin hidroliz ve kondenzasyon hızı, karıştırma yöntemi, pH, oksidasyon hızı, vb.) vardır. Bunların kontrol edilebilmesi çok önemlidir (Toygun vd. 2013).

Sol-jel yöntemiyle elde edilen malzemeler çeşitli optik, elektronik, enerji, yüzey mühendisliği, biyosensörler, farmasötik ve ayırma teknolojilerinde (kromatografi gibi) kullanılmaktadır. Sol jel yöntemi, seramik yapma sürecinde kalıplama malzemesi olarak kullanılabilir ve çeşitli uygulamalarda ince metal oksit filmleri arasında bir ara madde olarak kullanılabilir (Bokov vd. 2021). Sol-Jel yöntemi, nano parçacıkların sentezinin yanı sıra, yoğun malzemelerin ve fiberlerin üretimi ile ince film yüzey kaplamalarında da kullanılmaktadır; ayrıca kaplama, fiber ve toz üretiminde de tercih edilmektedir. (Ates ve Bahceci 2015). Sol-jel prosesi ve bu prosesle üretilen malzemelerin gösterimi şekil 2.10'da verilmiştir.

Sol-jel kelimesi sollar veya koloidal süspansiyonlarından üretilen jellerin proseslerinin büyük aralıkta bir kümeyi tanımlar. Bu süreç, inorganik matrislerin üretimini kolaylaştırmak için koloidal süspansiyonun oluşumunu içerir ve solün jelleşmesi ve kurutulması sonrasında bu jelin xerogel (kuru jel) haline dönüşümünü sağlar, böylece bir grup jel oluşturulur. (Toygun vd. 2013).

Sol-jel, etanol gibi prosese uygun bir çözücü içerisinde gerçekleşir. Bir metal- organik ön başlatıcının hidroliz ve kondenzasyonu ile katalizörlü ya da katalizörsüz ortamda gerçekleşir.



Şekil 2.10.: Sol-jel prosesi ve bu prosesle üretilebilecek malzemelerin gösterimi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Katı materyallerin sentezi için sıklıkla kullanılan sol-jel yöntemi, genellikle hidroliz ve kondensasyon reaksiyonlarını içerir. Sol-jel kimyası, oksit ağdaki moleküler başlatıcıların dönüşümüne odaklanır ve genellikle hidroliz ve kondensasyon reaksiyonlarına dayanır. Alkol-su çözeltilerinde bulunan alkoksit grupları, asidik veya bazik katalizörlerin varlığında hidroliz yoluyla aşamalı olarak uzaklaştırılır ve hidroksil grupları ile yer değiştirerek -M-O-M- bağlarını oluşturur. Jelleşme, çözeltinin tamamını kapsayan bir ağ oluşturmak için büyüyen polimer ağlarının bir araya gelmesiyle meydana gelir. Bu jelleşme sürecinde, viskozite ve elastik modülü giderek artar. Jel daha sonra buharlaşma yoluyla xerogel oluşturmak veya süperkritik akışkan ekstraksiyonu ile aerogel elde etmek için kurutulabilir (Toygun vd. 2013).

Bu proses, sıvı “sol” aşamasından katı “jel” aşamasına geçişi kapsar. Sol jel prosesini özetleyecek olursak genel anlamda şu adımlardan oluşur: Ön başlatıcının hidrolizi, sol-jel aktif ürünlerinin alkol ya da su kondenzasyonu, jelleşme, yaşlanma, kurutma, yüksek sıcaklık işlemi.

İnorganik sol ve jeller, genellikle çözülmüş kimyasal reaktanların senteziyle doğrudan sıvı bir ortamda üretilir. Bu tür inorganik sol veya jeller, bir metal katyonunu içeren reaktanlar aracılığıyla sentezlenir ve kimyasal ön başlatıcılar olarak adlandırılır. Bu

yapıların kimyasal dönüşümü oldukça karmaşıktır ve solün jel haline dönüşümü de moleküler seviyede karmaşık reaksiyonlar içerir. Bu reaksiyonlar, sol içindeki koloidal parçacıkların kontrollü dağılımını veya jel içindeki aglomerasyonun kontrolünü sağlar. İnorganik sol ve jellerin üretimi, sıvı ortamda çözülmüş kimyasal reaktanların sentezi yoluyla gerçekleşir ve bu süreç, metal katyonları içeren reaktanlar aracılığıyla gerçekleştirilir (Toygun vd. 2013).

Ön başlatıcılar iki ana gruba ayrılır: metal tuzları ve metal alkoksitleri. M metal, X anyonik grup ve m, n stokiyometrik sabitler olmak üzere metal tuzlarının genel formülü M_mX_n 'dir. Alüminyum klorür metal tuzlarına örnek olarak verilebilir. $M(OR)_n$ genel formülüne sahip olan metal alkoksitleri içerdikleri yüksek elektronegatif OR grubu nedeniyle reaksiyonlara aktif olarak katılırlar. Metal alkoksitlerin yarattığı safsızlıklar temel olarak organik gruplardan kaynaklanır bu da metal tuzlarının tam tersi durumdur.

Metal tuzlarının ve metal alkoksitlerin çözelti kimyası oldukça farklıdır, bu nedenle başlatıcı türüne bağlı olarak çözücü seçimi önemlidir. Çözücü, su veya organik bir çözücü olabilir. Metal alkoksitlerin su ile karışmaması nedeniyle, sol-jel prosesinde reaksiyonların gerçekleşebilmesi için uygun bir çözücüye ihtiyaç vardır. Metal tuzları için su tercih edilirken, metal alkoksitler için alkoller kullanılır (Toygun vd. 2013).

Sol-jel prosesinde kullanılan katalizörler iki gruptur: asit katalizörler, baz katalizörler.

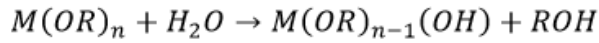
Hidroliz ve polikondenzasyon reaksiyonları çok sayıda bölgede başlatılır ve bu nedenle reaksiyonların kinetiği karmaşıktır. Belirli bir bölgede yeterli sayıda birbirine bağlı M-O-M bağları oluştuğunda, koloidal parçacıklar veya bir sol oluşturmak üzere işbirliği içinde etkileşime girerler. Zamanla koloidal parçacıklar üç boyutlu bir ağ oluşturacak şekilde birbirine bağlanır.

Başlangıçta, sol-jel prosesinin ilk adımı, son derece saf başlangıç malzemelerinin homojen çözeltilerinin hazırlanmasıdır. Ardından, alkoksitlerin su ile karıştırılması ve eklenmesiyle hidroliz süreci gerçekleşir. Çözeltinin pH'ı 7'den farklılık sergilediğinde, hidroliz reaksiyonu önemli seviyede ivmelenir; bu sebeple asit veya baz ilave edilmesi bu işlemi hızlandırır. Bu reaksiyon, asidik veya bazik şartlar içinde alkoksit ön maddelerinin hidrolizi ve hidrosillenmiş monomerlerin poli-kondenzasyonu ile sürece devam eder, bunun sonucunda gözenekli bir jel oluşur. Hidrolizden sonra çözeltinin asiditesinin pH 7'ye ayarlanması durumu jel oluşumunu harekete geçirir. Bu

adımında, mekanik olarak stabil olmayan ıslak jel elde edilir. Islak jelin kurutulmasıyla, xerogeller diğer bir deyişle kuru jeller oluşur. Xerogeller, şeffaf, stabil ve çok sayıda organik çözücüde çözünmeyen bir yapıya sahiptir. (Maruszewski vd. 2003).

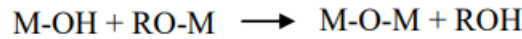
Alkoksit yönteminde, metal oksitler öncelikle kısmen hidrolize uğrar. Ardından, asidik veya bazik ortamlarda suyun serbest bıraktığı oksijen, titanyumu hedef alarak hidroliz oluşturur. Alkoksit ile H₂O'nun karışmaması nedeniyle, çözelti oluşturabilme amacıyla uygun bir çözücü seçilmelidir (Göksu 2016).

Hidroliz



Kondenzasyon reaksiyonları ikiye ayrılır:

Alkoliz:



Hidroliz:



Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda, kümeler bir araya gelerek jel oluştururlar. Bu kümelerin bağlanması, katı faz bağlarının kalıcı veya geri dönüşümlü olmasına bağlı olarak "güçlü" veya "zayıf" jeller olarak adlandırılır. Jelleşme, basitçe, partiküllerin çarpışması veya polimerlerin kondenzasyonu ile kümelerin büyümesi olarak tanımlanabilir. Sonuç olarak, bu bağların oluşumuyla tek bir büyük kümeyi meydana getirerek jel yapısı oluşur. Jelleşme, hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarından sonra olduğu için bu reaksiyonları etkileyen her faktörden etkilenir (Toygun vd. 2013).

Sol yapıdan jelin oluşum aşamasından sonra yaşlanma aşaması gelir. Islak bir jel, içindeki kimyasalların reaksiyonlarıyla kararlı hale gelmek için beklediği sürece

"yaşlandırma" denir (Pierre 2020). Bu süreçte meydana gelen değişiklikler, polimerleşme, sineriz, kabalaşma ve faz değişimi olarak kategorize edilebilir (Toygun vd. 2013).

Sıvının jel formundan buharlaşarak uzaklaştırılması işlemine kurutma denir, bu genellikle sıcaklık artışı veya basınç düşüşüyle gerçekleşir. Jel içindeki sıvı, jel gövdesinin iç kısmından yüzeyine doğru akar. Eğer ağ uyumlu ise, jelde bir büzülme olayı meydana gelir ve ağ deforme olur. Bu büzülme sürecinde, iç yüzeydeki OH grupları birbirlerine yaklaşarak reaksiyona girer ve yeni M-O-M köprüleri oluşabilir. Kurutma işlemi ilerledikçe, ağ giderek sertleşir ve gözeneklerin boyutu küçüldüğü için sıvı yüzey gerilimi artar (Göksu 2016). Kurutma işleminden sonra daha yüksek bir sıcaklıkta ısı işlem prosesi gerçekleştirilir.

Sol-jel prosesleri temel olarak metal alkoksitlerin hidrolizi ve yoğunlaşma reaksiyonlarına dayanmaktadır. Ortaya çıkan oksit malzemeler, reaksiyonların hızına ve sonraki kurutma ve işleme adımlarına bağlı olarak nanopartikülattan sürekli polimer jellere kadar değişen yapılar sunar. Silikon/organik bazlı sol-jel malzemeler diğer metal-organik bazlı öncüllerle karşılaştırıldığında daha gelişmiştir (Amiri ve Rahimi 2016).

a) Metal Alkoksitler

Metal alkoksitler, içerdikleri yüksek elektronegatif OR grubu sayesinde reaksiyonlarda aktif rol alırlar. Bu bileşikler, nem, ısı veya ışık varlığında oldukça reaktiftirler. Farklı olarak, metal tuzlarının aksine, oluşturdukları safsızlıklar genellikle organik gruplardan kaynaklanır (Toygun vd. 2013).

M-O-C bağı, metal alkoksitlerde vardır ve oksijen atomunun yüksek elektronegatifliği nedeniyle polar karakterdedir. Bununla birlikte, bağı polimerizasyon seviyesi, metal atomunun büyüklüğüne, elektronegatifliğine ve alkil gruplarında görülen dallanmaya bağlı olarak değişiklik gösterir (Şen 2007).

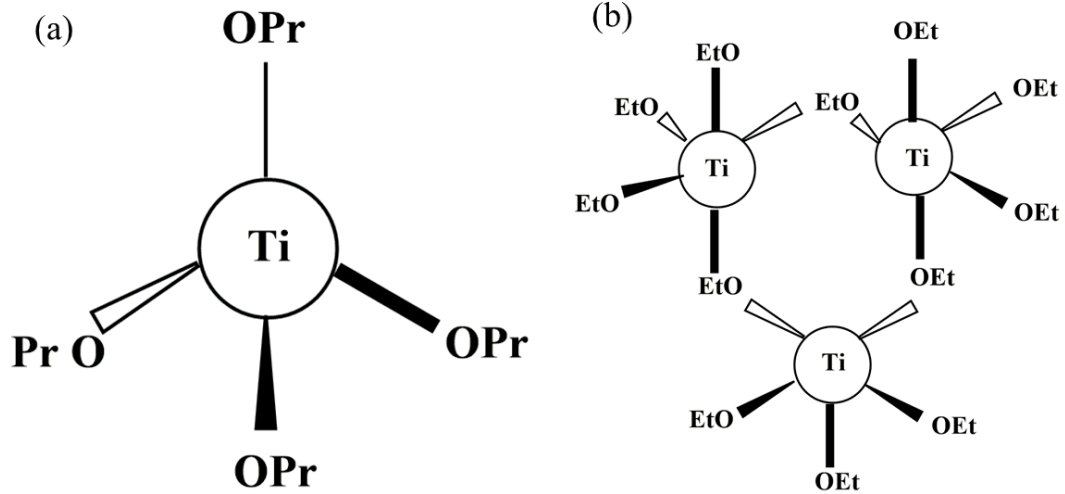
Alkoksil gruplarının hidroksil gruplarıyla etkileşimi ve ardından alkoksitlerin hidrolizi gözlemlenir. Polimer zincirlerin büyümesiyle sonuçlanan nano partiküllerin oluşumu teşvik edilir. Sol partiküllerin zincirleri arasındaki bağların oluşumu, jel oluşumuna neden olarak, fiziksel olarak makro bir yapı oluşmasını sağlar.

Metal alkoksit bileşiğindeki metal atomunun bir oksidasyon hali (Z) ve bir koordinasyon hali (N) vardır. Metal alkoksitin hidroliz kondenzasyon tepkimelerine

yatkınlığı N-Z ile belirlenir. Metal alkoksitin N-Z değeri büyükse daha kolay tepkimeye girer (Livage, Henry, ve Sanchez 1988). Sonuç olarak bir metal alkoksitin nükleofilik reaksiyonlara karşı reaktivitesi temel olarak: Nükleofilin gücüne, Metal atomunun elektrofilik karakterine, Koordinasyon sayısını (N) arttırabilme kabiliyetine (metal koordinasyonunun doymamışlığının en basit ifadesi olarak N-Z ifadesi verilebilir, burada N koordinasyon sayısı ve Z ise oksidasyon durumudur) bağlıdır.

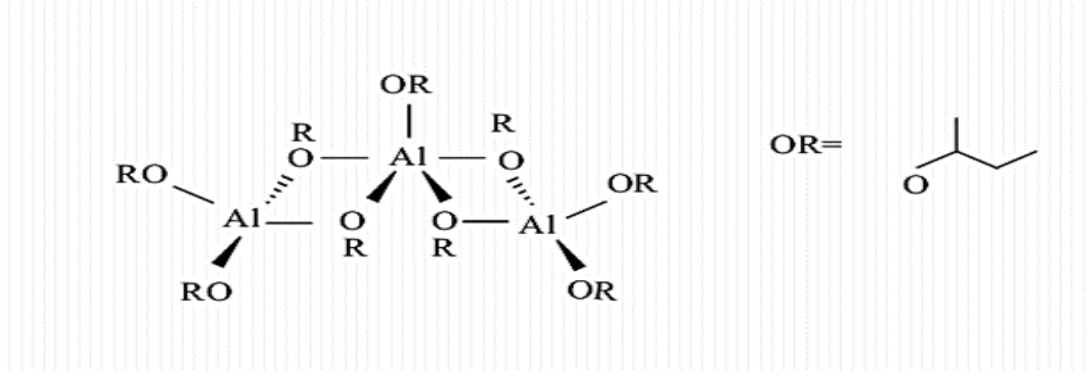
Metal alkoksitlerin bu şekilde değerlendirilen reaktiviteleri göz önüne alınırsa; benzer alkoksi gruplarının varlığı düşünülerek $\text{Si}(\text{OR})_4 \ll \text{Sn}(\text{OR})_4$ ve bunun yanında $\text{Ti}(\text{OR})_4 < \text{Zr}(\text{OR})_4 < \text{Ce}(\text{OR})_4$ sırası, hidrolize karşı reaktivite bakımından kolayca verilebilir. Açıkça görülmektedir ki silisyum alkoksitlerin reaktivitesi oldukça düşüktür ve bir katalizöre ihtiyaç duyulur. Fakat diğer alkoksitlerle çalışılırken kimyasal katkılar, kompleksleştiriciler kullanılarak tepkime kontrol altına alınmalıdır.

Şekil 2.11.'de dört değerlikli metal alkoksitlerin yapısı verilmiştir. Şekil 2.12'de $[\text{Al}(\text{O}i\text{Bu})_3]_3$ moleküler yapısı verilmiştir. Şekil 2.13'da (a) $\text{Ti}_2(\text{OPr})_6$ (izoöjenolat)₂ yapısı (b) $\text{Ti}_2(\text{OR})_6(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2)_2$ yapısı verilmiştir.



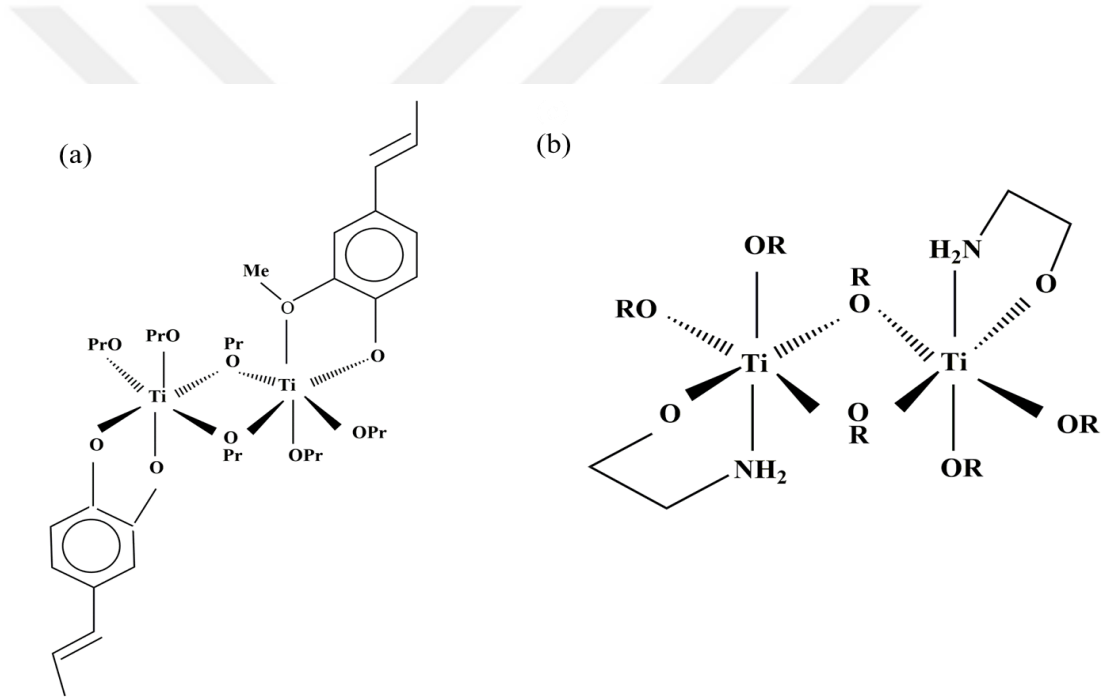
Şekil 2.11: Dört değerlikli metal alkoksitlerin moleküler yapısı, (a) $\text{Ti}(\text{OPr})_4$ hacimli alkoksit grupları oligomerizasyonu önler, (b) $[\text{Ti}(\text{OEt})_4]_3$ alkoksit köprüleri yoluyla koordinasyon genişlemesi.

Kaynak: Livage v.d ,1992



Şekil 2.12.: $[Al(OR)_3]_3$ bileşiğinin moleküler yapısı

Kaynak: Lichtenberger v.d, 2010



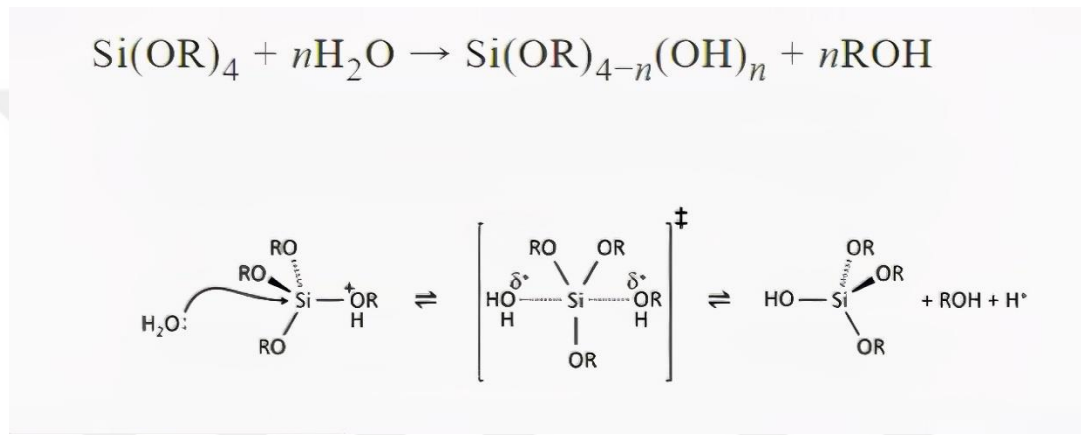
Şekil 2.13.: (a) $Ti_2(OPr)_6(izoöjenolat)_2$ yapısı (b) $Ti_2(OR)_6(OCH_2CH_2NH_2)_2$ yapısı

Kaynak: (Schubert, 2005)

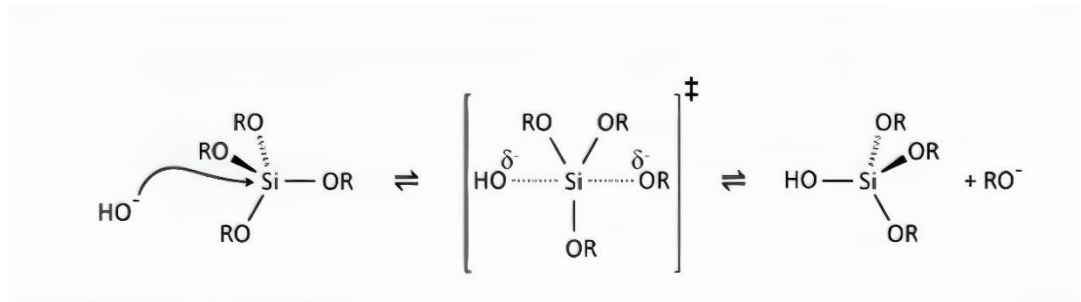
b) Silisyum Alkoksitler

Sol jel prosesi denince akla gelen en önemli alkoksitlerden biri Si alkoksitlerdir. Alkoksitleri sol jel kimyasında etkili kullanabilmek için hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarının anlaşılması gerekir. Hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarında , R

grubunun doğası, suyun alkoksit oranı ve katalizörlerin varlığı ve konsantrasyonu gibi proses parametrelerinden etkili bir şekilde değişebilir. Silikanın sol-jel kimyası, nötr reaksiyonun çok yavaş olması nedeniyle tipik olarak asit veya baz katalizörleri tarafından yönlendirilir. Ortaya çıkan jelin yapısı, katalizöre bağlı olarak önemli ölçüde farklıdır ve bu, hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarının göreceli hızlarından kaynaklanmaktadır. Hidroliz, hem asit (Şekil 2.14) hem de baz (Şekil 2.15) katalizeli sistemlerde bir alkoksi grubunun, beş koordinatlı bir geçiş durumuna sahip bir hidroksil ile değiştirilmesiyle sonuçlanır (Danks, Hall, ve Schnepf 2016).



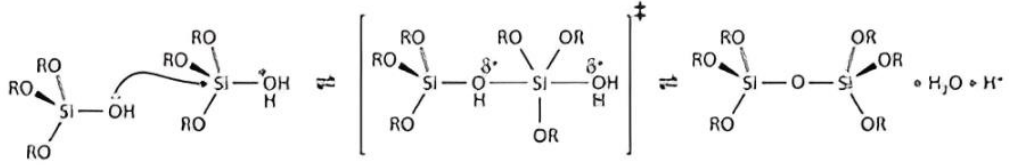
Şekil 2.14: Silisyum alkoksitlerin asit katalizli hidrolizi



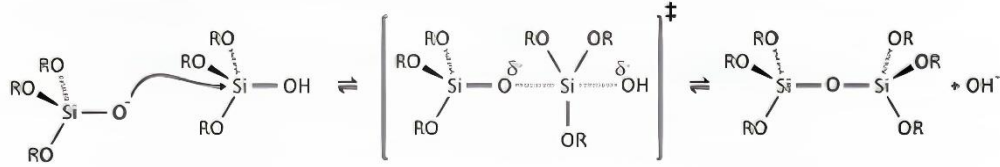
Şekil 2.15: Silisyum alkoksitlerin baz katalizli hidrolizi.

Her hidroliz adımının hızı, geçiş durumunun stabilitesine bağlıdır ve bu da -OH'a karşı -OR gruplarının bağl elektron çekme veya bağışlama gücüne bağlıdır. Sonuç olarak, ardışık hidroliz adımları asidik koşullar altında giderek yavaşlar ve bazik koşullar altında daha hızlı olur (Danks vd. 2016).

Yoğuşma da benzer bir model izler; asit (Şekil 2.16.) ve baz (Şekil 2.17.) tarafından katalize edilir ve siloksan bağlarının (veya diğer metaller için metaloksan bağlarının) oluşmasıyla sonuçlanır (Danks vd. 2016).



Şekil 2.16: Silikon alkoksitlerin asit katalizli kondenzasyon



Şekil 2.17: Silikon alkoksitlerin baz katalizli kondenzasyon

Kondenzasyonun ilerlemesi, en az bir silikon merkezinde bir silanol grubunun gerekli olması nedeniyle halihazırda meydana gelen hidroliz derecesine bağlıdır. Hidroliz, ilk kondenzasyon adımı gerçekleşmeden önce tamamlanırsa, ortaya çıkan $(OH)_3Si-O-Si(OH)_3$ ürünü, sonraki kondenzasyon adımları için 6 bölgeye sahiptir. Bu, hidroliz adımlarının giderek daha hızlı olduğu temel koşullarda gözlenir. Çoklu kondenzasyon adımları, 'sol'da küçük, oldukça dallanmış topakların oluşmasına neden olur ve bu topaklar sonunda koloidal bir jel oluşturmak üzere çapraz bağlanır. İlk hidroliz adımının tipik olarak en hızlı olduğu asidik koşullarda kondenzasyon, hidroliz tamamlanmadan önce başlar. Terminal silanollerde sıklıkla kondenzasyon meydana gelir ve bu da sol ve ağ benzeri jellerde zincir benzeri yapılara neden olur.

Asit ve baz katalizörlerine ek olarak diğer birçok faktör de hidroliz ve kondenzasyon oranlarını ve dolayısıyla silika jellerin yapısını etkileyebilir. Önemli bir etki, ya karışımı arttırmak için (çoğu silikon alkoksitler suyla karışmaz) ya da solvent moleküllerinin silikon merkezi ile doğrudan etkileşimini arttırmak için solventlerin

varlığıdır. Suyun kendisi önemlidir ve alkoksit:su oranı hidrolizi sınırlandırarak şekilde ayarlanabilir. Birçok farklı silikon alkoksit mevcuttur ve R grubunun endüktif ve sterik etkileri hidroliz hızlarını etkileyebilir. Ayrıca moleküler silikon kimyasının basit tetraalkoksitlerden çok daha çeşitli olduğu ve $SiR(OR)_3$, $SiR_2(OR)_2$ veya SiR_3OR genel yapısına sahip birçok bileşiğin mevcut olduğu da belirtilmelidir. Son olarak, asetilaseton gibi şelatlayıcı maddelerin varlığı da hidroliz ve yoğunlaşma oranlarını azaltan bir yöntem olabilir, ancak bu diğer metallerin sol-jel kimyasında daha önemli hale gelir (Danks vd. 2016).

2.2. Yüzey Kaplamaları

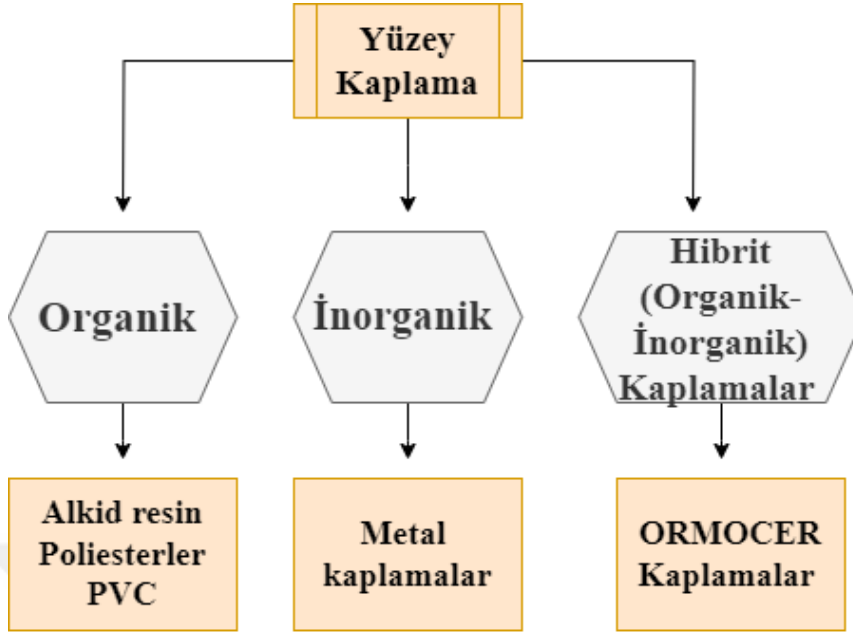
Yüzey kaplama, yüzey modifikasyonu için basit ve ucuz bir yöntemdir ve endüstriyel işlemlerde ve ayrıca kolaylıkla yapılabilmesi açısından avantajlıdır.

Nano kaplama, yeni işlevler kazandırmak amacıyla bir yüzey veya yüzeyi kaplayan nano ölçekli bir varlık üzerine ince bir katmanın (100 nm) biriktirildiği bir işlemdir. Geleneksel kaplamalarla karşılaştırıldığında nano kaplamalar uygun yapışma, daha yüksek esneklik ve daha iyi aşınma direnci avantajlarından yararlanır (Montazer ve Harifi 2020).

Yüzey kaplamaları temel olarak 3 kategoriye ayrılır; Organik kaplamalar, inorganik kaplamalar ve organik-inorganik kaplamalardır. Şekil 2.18'de yüzey kaplamaları çeşitleri verilmiştir.

Organik yüzey kaplamaları sınıflandırmasında polimer kaplamalar öne çıkmaktadır. Polimer kaplamalar içinde alkid resinler, poliesterler, plastisol kaplamalarda polivinil klorür ve kopolimerleri vardır.

Organik yüzey kaplamanın bileşimi basit olabilir (tek bir kimyasal) veya her biri belirli bir işleve sahip çeşitli malzemelerin karmaşık bir formülasyonu olabilir. Formülasyonlar genellikle nispeten kalıcı olması ve kuru filmde belirli işlevlere hizmet etmesi amaçlanan üç bileşene sahiptir. Bu kalıcı bileşenler pigment, taşıyıcı ve katkı maddeleridir. Organik yüzey kaplamalar esasen bir bağlayıcı ortam çözeltisi içinde dağılmış pigmentlerdir. Nanomateryallerin görünümü ve uygulanması kaplama endüstrisine yeni fırsatlar getiriyor. Kaplamalara nano malzemelerin eklenmesi, geleneksel kaplamaların özelliklerini geliştirir ve küçük parçacık boyutları nedeniyle yeni çok fonksiyonlu kaplama üretir (Mathiazhagan ve Joseph 2011).



Şekil 2.18.: Yüzey kaplamaları

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Alkid reçineleri, düşük maliyetleri ve çok yönlülükleri nedeniyle yüzey kaplama formülasyonlarında kullanılan bir polimer sınıfını temsil eder. Alkidlerin geniş kabul gören özel tanımı, alkidlerin yağ asitleri ile modifiye edilmiş polyesterler olmasıdır. Modifiye edilmemiş reçineler daha sonra doymuş polyesterler olarak adlandırılır (Tracton 2006).

Polyesterler tekrarlanan ester birimi $\sim\text{COO}\sim$ içeren polimerlerdir. Karboksil ve hidroksil içeren bileşikler arasındaki yoğunlaşma reaksiyonuyla oluşurlar (Tracton 2006). Polyesterlerin üretimi, katalizörlerin, destekleyicilerin, kürlenme maddelerinin, bağlayıcıların, çözücülerin ve pigmentlerin eklenmesini içerir. Polyesterlerin özellikleri arasında güçlü lifler, mekanik olarak dayanıklı, hidrofobik, orijinal formunu koruyan ve yıkanıp kurutulması kolay olan özellikler yer alır (Motlatle vd. 2022).

Plastisoller ve organosoller kaplama olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır. Birçok prosedürle uygulanabilirler. Daldırma kaplamalı alet sapları, bulaşık makinesi rafları, kaplama rafları ve iş ve bahçe eldivenlerine yönelik dekoratif veya koruyucu kaplamalar gibi ağır duvarlı ürünler, sıcak ve soğuk daldırma ile üretilebilir. Belirli

kateterler ve garip şekilli boru şeklindeki ürünler gibi özel ürünler, bir daldırma formunun önceden ısıtılması, gerektiğinde tekrar tekrar daldırma ve ardından akıtılması, suda soğutulması ve daha sonra eritme yoluyla plastisol içine sıcak daldırma yapılabilir. Düzensiz şekilli ürünler için sprey kaplama kullanılmaktadır. Otomobil tekme panelleri plastisol sprey kaplamalıdır (Tracton 2006).

İnorganik yüzey kaplamaları için metal kaplamalar ön plana çıkmaktadır. Metal malzemelerin yüksek mukavemet, işlenebilirlik, düşük maliyet ve geri dönüştürülebilirlik gibi arzu edilen niteliklere sahip olması bir çok alanda kullanabilme potansiyelini artırır. Bu nedenle, zorlu ortamlarla teması önlemek ve dolayısıyla orijinal özelliklerini korumak koşuluyla metalleri aşındırıcı hasarlardan korumak için yüzey özelliklerinin geliştirilmesi gerekmektedir. Bu gereksinimler için en uygun yöntem metal kaplamalardır. Bu nedenle, yüzey kaplamada inorganik nanopartiküllerin uygulanması, birçok metal üzerindeki koruyucu yüzey kaplamalarının antikorozyon ve çok işlevli modifikasyonu için fırsat yaratabilir (Jiang vd. 2017).

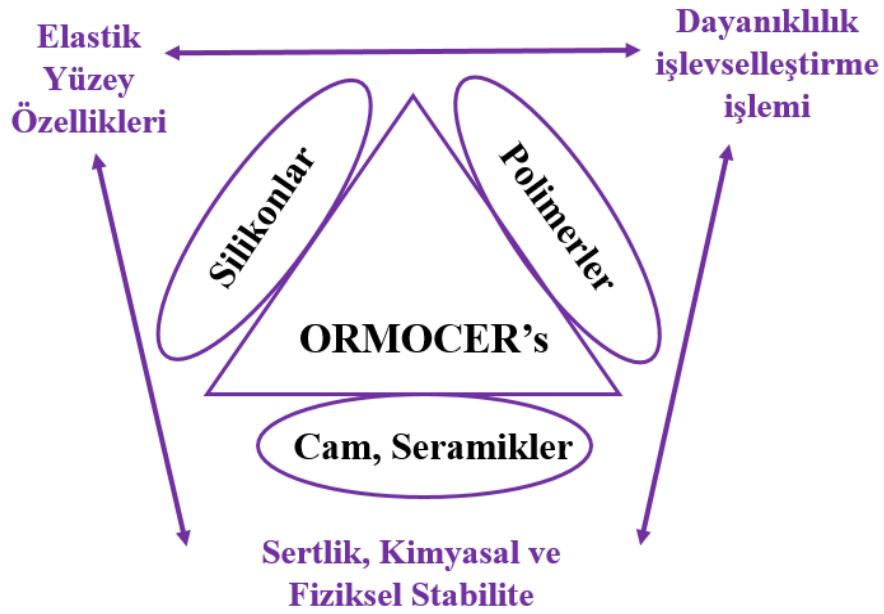
Organik ve inorganik yapıların tek bir kompozit veya hibrit malzemede kombinasyonu, malzemelere esnek organik veya polimerik yapılar olarak yüksek termal direnç ve iyi optik özellikler sağlar. Kompozit malzemede partikül boyutlarının kontrolü ile istenilen özelliklere sahip yeni malzemeler elde edilebilmektedir. (Arslan vd. 2007).

Hibrit organik-inorganik matrisin hazırlanması, ya kimyasal yöntemlerle yerinde sentez yoluyla ya da bileşenlerin karışıma doğrudan eklenmesiyle elde edilir. Bileşenlerin uygun oranda dağılması, ağırlık mukavemeti üzerinde nispeten yüksek bir etkiye sahiptir. Daha iyi bir dispersiyon sağlanarak kaliteli kaplama elde edilebilir (Arslan vd. 2007).

Basit karışımlar olan geleneksel kompozit yapılardan ayırt edilebilmesi için, farklı malzeme türlerinin etkileşim düzeyi nanometre düzeyinde, bazen de moleküler düzeyde olduğunda, malzemelere “hibrit malzeme” adını vermek gerekir. Bu tür hibrit malzemelerin sentezlenmesiyle, organik polimerde veya inorganik malzemede bağımsız olarak bulunmayan çok ilginç özelliklerin gözlemlenmesi mümkündür. Örnek olarak polimer yapılar esnektir ve ısıya karşı dayanıklı değildir, inorganik yapılar ise kırılmandır ve hazırlanması için yüksek sıcaklık uygulamaları gerektirir.

Ancak hibrit nanomalzemelerde plastiğe benzeyen ancak mükemmel mekanik dayanıma ve termal stabiliteye sahip bir malzeme gözlemleyebiliriz (Arslan 2014).

Organik olarak değiştirilmiş silanlar veya (ORMOSIL'ler) ve Organik Olarak Değiştirilmiş Seramikler (ORMOCER'ler) bu hibrit malzemelerin çok geniş örnekleridir. ORMOCER yani inorganik-organik hibrit kopolimerler durumunda, olası özellik kombinasyonları Şekil 2.19'da verilmiştir.



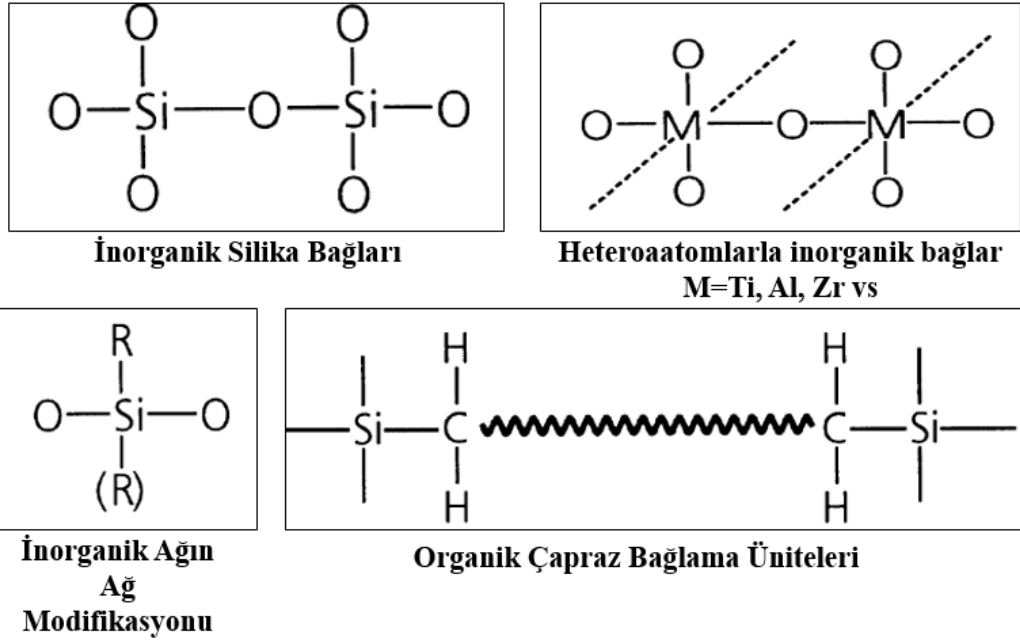
Şekil 2.19.: ORMOCER olası özellik kombinasyonları

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

ORMOCER'leri kaplama uygulamaları için çok çekici malzemeler haline getiren temel özellikleri şeffaflıkları, çeşitli yüzeylere iyi yapışmaları, kimyasal stabiliteleri ve ORMOCER'lerde ki inorganik yapılar nedeniyle iyi aşınma dirençleridir (Haas ve Wolter 1999).

ORMOCER'lerin inorganik ağ ve organik çapraz bağlama veya ağ değiştirici yapısal gösterimleri Şekil 2.20'de verilmiştir. ORMOCER'lerin temel özellikleri, bu temel yapısal birimlerin doğası ve miktarı ile kontrol edilebilir. Ana avantaj, sertlik (yüksek miktarda inorganik ağ yapısı) ve esneklik (organik çapraz bağlanmanın doğası ve

miktarı) kombinasyonudur. ORMOCER'lerin kimyasal işlevselleştirilmesi, inorganik ağa kovalent olarak bağlı organik grupların ağ tarafından değiştirilmesiyle mümkündür, böylece stabil (sızıntıya dirençli) işlevselleştirmeye yol açar.



Şekil 2.20.: ORMOCER'lerin yapısal elementleri gösterimleri

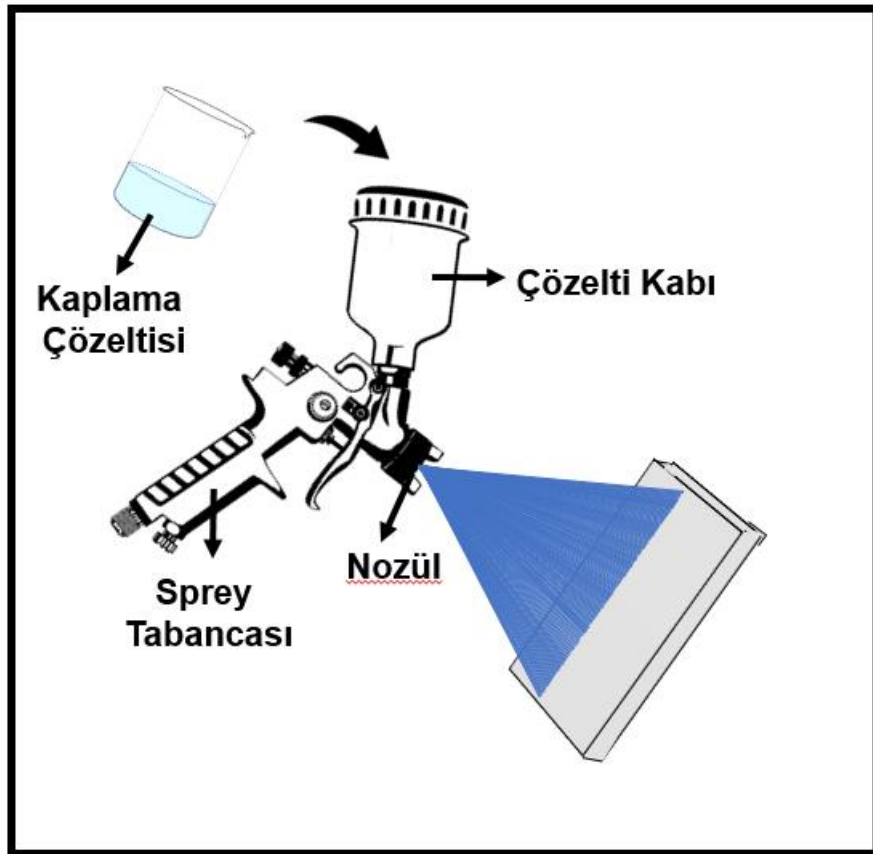
Kaynak: Haas, v.d , 1999

2.3. Kaplama Metotları

2.3.1. Püskürtme (Sprey) Tekniği

İstenilen özellikleri elde etmek için farklı kaplama yöntemleri kullanılır. Geleneksel püskürtme (sprey) kaplama yöntemi, düşük maliyeti ve özel ekipman eksikliği olabileceği gibi nedenlerle en sık kullanılan yöntemlerden biridir (Butt 2022). Bu yöntem, düzgün olmayan yüzeylerin, el tabancaları veya sabit püskürtme sistemleri kullanılarak kolayca kaplanmasını sağlar. (Avcıata t.y.). Püskürtme (sprey) kaplama tekniği, sürekli proses, düşük maliyet, karmaşık şekil kaplama kolaylığı, ucuz donanım maliyeti ve yüksek üretim hızı gibi avantajlara sahiptir. Ancak, kalınlığın her zaman homojen olmaması ve tekrarlanabilir kalınlık problemleri gibi dezavantajları da vardır (Atay 2008).

Bu teknikte çözeltinin basınçlı şekilde nozülden püskürtülmesiyle ince damlacıklar kaplama yapılacak yüzey üzerine püskürtülür. Püskürtme yapılan yüzey sıcak ya da soğuk olabilir (Atay 2008). Kaplamanın kalınlığı, tabancanın ağız büyüklüğü, mesafesi, çözeltinin viskozitesi ve atış hızına bağlı olarak değişebilir (Avcıata t.y.). Bu kaplama tekniğinde, yüzeye uygulanan kaplama, sıvı damlacıklar halinde değil, nanometre boyutundaki kuru küçük tanecikler biçiminde oluşur. (Atay 2008).



Şekil 2.21.: Püskürtme (Sprey) Tekniği

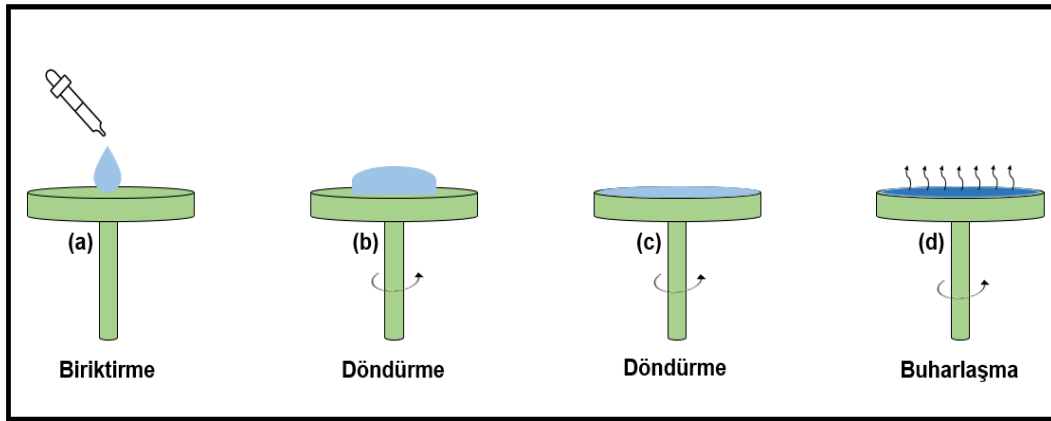
Kaynak: Al ,2022

2.3.2.Döndürme (Spin) Tekniği

Döndürerek kaplama, ince kaplamaların nispeten düz alt tabakalar üzerine hızlı bir şekilde biriktirilmesi için basit bir işlemdir. Kaplanacak olan alt-tabaka, döndürülebilir bir sabitleyici tarafından tutulur (alt-tabakanın yerine tutturulması için çoğunlukla

vakum kullanılarak) ve kaplama çözeltisi yüzeye dağıtılır; döndürme işlemi, çözeltinin yayılmasına ve alt tabakanın yüzeyi üzerinde seçilen malzemenin çok düzgün bir kaplamasını geride bırakmasına neden olur (Birnie 2004).

Döndürerek kaplama, düz alt tabakalara tekdüze ince filmler uygulamak için kullanılan bir prosedürdür. Küçük bir sıvı reçine birikintisinin bir substratın merkezine bırakılmasını ve ardından substratın yüksek hızda (genel olarak 3000 rpm civarında) döndürülmesiyle oluşur. Merkezkaç kuvveti, reçinenin alt tabakanın kenarına yayılmasına ve sonunda yüzeyde ince bir reçine filmi bırakmasına neden olacaktır. Nihai film kalınlığı ve diğer özellikler, reçinenin doğasına (viskozite, kuruma hızı, katı madde yüzdesi, yüzey gerilimi vb.) ve döndürme işlemi için seçilen parametrelere bağlı olacaktır (Tyona 2013). Şekil 2.22.'da döndürme (spin) kaplama tekniği gösterilmiştir.



Şekil 2.22.: Döndürme (Spin) Kaplama Tekniği Model

Kaynak: Butt, 2022

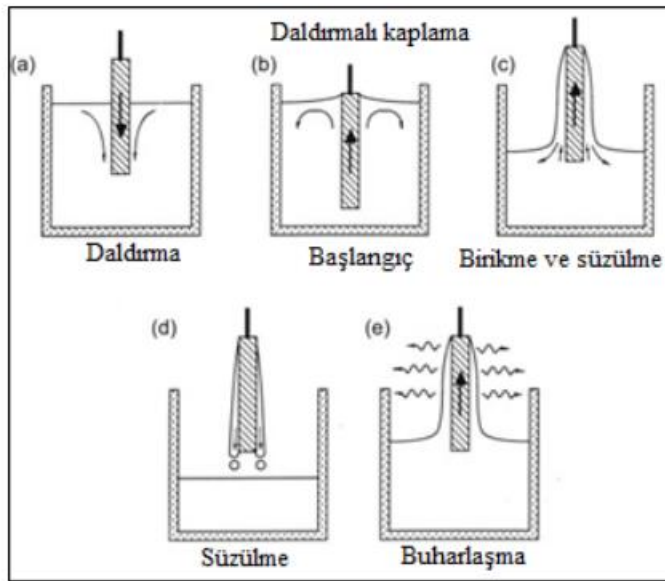
2.3.3. Daldırma (Dip) Tekniği

Islak kimyasal sol-jel işlemi, çeşitli inorganik ve hibrit kaplama malzemeleri için sıvı film biriktirme tekniklerinin çeşitliliğine ve kolaylığına giden yolu açıyor. Sıvı film biriktirme genel olarak bir alt tabaka üzerine bir sıvı öncül filmin uygulanmasını içerir ve bu daha sonra bir sonraki işlem sonrası istenen kaplama malzemesine dönüştürülür. Mevcut kaplama teknikleri arasında endüstriyel ve özellikle laboratuvar uygulamalarında en yaygın kullanılanı daldırma kaplamadır ve temel olarak basit

işleme, düşük maliyet ve yüksek kaplama kalitesine dayanmaktadır (Brinker vd. 1991).

Daldırma kaplama, bir alt tabakanın, özellikle de küçük levhaların ve silindirlerin üzerine, bir kaplama halinde katılma için tekdüze ince bir sıvı filminin biriktirilmesinin basit ve eski bir yoludur. Temel akış sabittir ve film kalınlığı, viskoz kuvvet, kılcal (yüzey gerilimi) kuvvet ve yerçekimi arasındaki rekabet tarafından belirlenir. Kalınlık ve tekdüzelik, sıvı banyosundaki ve gaz yükündeki akış koşullarına duyarlı olabilir. Substrat ne kadar hızlı geri çekilirse, biriktirilen film de o kadar kalın olur. Bu, uçucu çözünen maddeler kullanılarak ve yeterince hızlı kurutmanın temel sıvı akışıyla birleştirilmesiyle önlenebilir (Scriven 1988).

Daldırma kaplama, bir alt tabakanın sıvı bir kaplama ortamından çekilmesi yoluyla ıslak bir sıvı filmin biriktirilmesini ifade eder. Toplamda film oluşumu süreci, Şekil 2.23.'de gösterildiği gibi çeşitli teknik aşamaları içerir, ancak yine de altta yatan kimyasal ve fiziksel süreçler çoğunlukla örtüşür. Substratın daldırılmasıyla başlayarak, substratın kaplama sıvısından çekilmesi üzerine tutarlı bir sıvı film sürüklenir, bu daha sonra kuruyarak ve kimyasal reaksiyonlarla birlikte pekiştirilir. Nihai kaplama malzemesini elde etmek için normalde başka bir kütleme veya sinterleme aşaması (son işlem) gereklidir (Brinker vd. 1991).



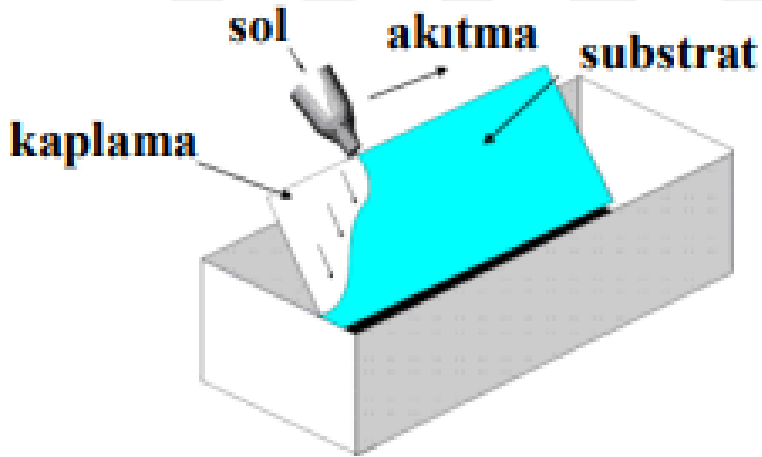
Şekil 2.23.: Daldırma (Dip) Tekniğinin Aşamaları

Kaynak: Barkınay , 2023

2.3.4. Akıtma (Flow) Tekniđi

Bu metodun en byk avantajları arasında byk ve dzlemsel olmayan numunelerin zorluk ıkarmadan kaplanabilmesidir. Tabaka kalınlıđı, kaplama zeltisinin viskozitesine, zelti ierisindeki solventin buharlařma hızına ve numunenin eđimine gre deđiřebilir. Homojen bir kaplama elde edilmek isteniyorsa numunenin dndrlmesi ařaması ok nemlidir. Numune istenen kořullarda dndrlmezse kaplama kalınlıđı istenen zellikte olmayacaktır. Byle durumlarda kaplama yukardan ařađıya dođru kalınlařabilir.

Akıtma yntemiyle kaplamada, kaplanacak para askıda tutulur ve zerine kaplama zeltisi dklr. Fazla zelti, malzemenin zerinden akarak bir tankta toplanır ve yeniden kullanılmak zere saklanır. (Atay 2008). Bu tekniđin uygulanıřı Őekil 2.24’de gsterilmiřtir.

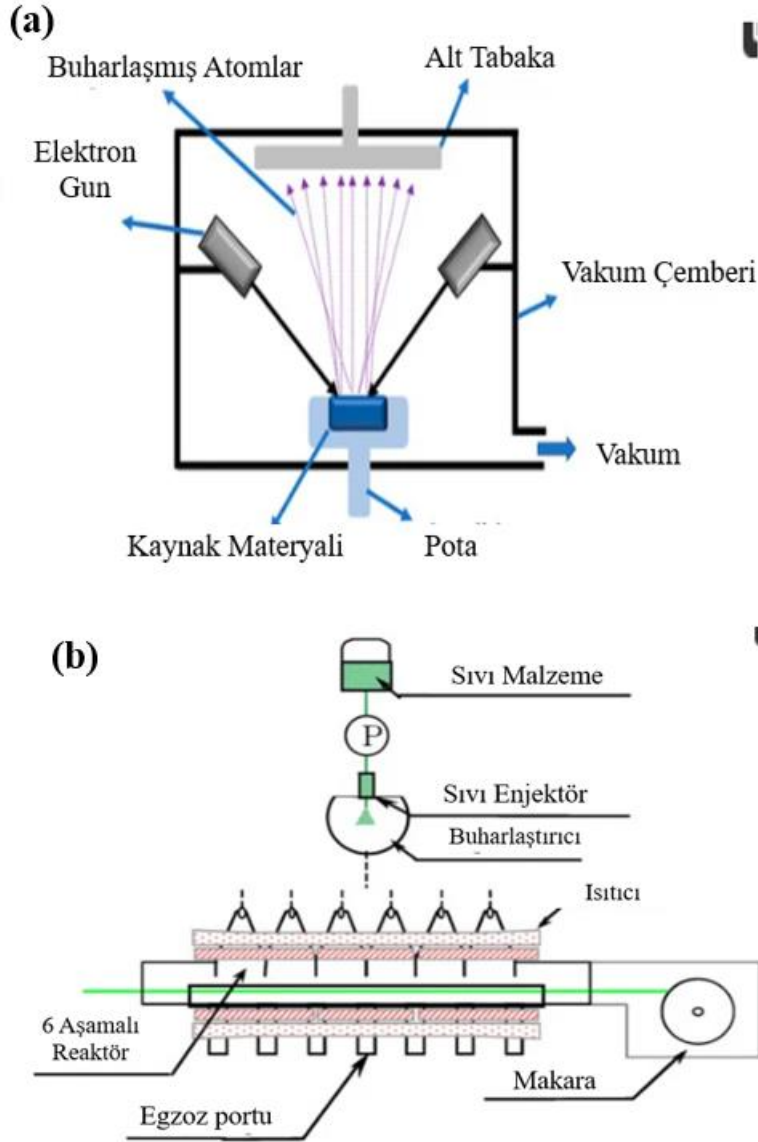


Őekil 2.24.: Akıtma (Flow) Tekniđi

Kaynak:

Kaplama metotlarına ek olarak ; Doctor Blade Kaplama, Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) Kaplama, Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD) Kaplama, Elektrodpozisyon Kaplama, Elektrolitik Biriktirme (ELD) Kaplama, Elektroforetik Biriktirme (EPD) Kaplama, Sol gel Kaplama gibi metotlarda bulunmaktadır. Őekil 2.25’de (a) Fiziksel

Buhar Biriktirme (PVD), (b) Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) metotlarının şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.25.: (a) Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD), (b) Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) metotlarının şematik gösterimi

Kaynak: Fotovvati v.d, 2019

2.4.Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar

Nanoyapılı malzemeler, son on yılda gerçekleştirilen nanoteknoloji araştırmalarının en önemli sonuçları arasındadır.(Salonitis vd. 2010a). Boyutları 1-100 nm aralığında olan nanopartiküller olarak belirtilen nano boyutlu malzemelerin ve

nanoteknolojinin temelini oluşturmaktadır (Ateş 2015). Nano parçacıkların boyutları oldukça küçük olduğundan, malzemelerin hacimsel yapılarına göre gözle görülmez ve bazı şartlar sağlandığında olağanüstü özellikler sergilerler.(Ates ve Bahceci 2015).

Teknolojinin hızla ilerlemesiyle, çok yönlü malzemelerin üretimi için araştırmalar artmaktadır. Birden fazla özelliği bir araya getiren malzemeler, farklı ihtiyaçlara uyum sağlayabilir. Bu nedenle, çeşitli taleplere cevap verebilen malzemelerin geliştirilmesine odaklanılmaktadır. Bunlara ek olarak malzemelerin ekonomik de olması gerekir (Nguyen-Tri vd. 2018).

Günümüzde nanokompozit kaplamalar malzemeler için koruma görevi görmeye kalmıyor, aynı zamanda çok işlevli nanopartiküllerin varlığı nedeniyle başka roller de oynuyor (Nguyen-Tri vd. 2018). Nanokompozit kaplamalar hidrofobik veya hidrofilik özellikler, aşınmazlık, çizilmezlik, optik özellikler, korozyon özellikleri gibi temel yapısal özellikler gösterebilir.

Nanokompozit kaplama, birbirinden arayüz bölgesi ile ayrılmış en az iki karışmayan fazdan oluşan bir malzemedir. Malzeme, dolgu maddelerinin dağıldığı matris adı verilen ana bileşenin en az bir boyutta nanometre ölçeğini içermesi gerekir. (Nguyen-Tri vd. 2018).

Ara yüzey malzemesinin, ayrı ayrı fazlar oluşturan malzemelerin özelliklerine kıyasla önemli ölçüde farklı özelliklere sahip olup olmadığı, iki faz arasındaki moleküller arası kuvvetler arasındaki farka bağlıdır (Fernando ve Sung 2009).

Nanokompozit sentez teknikleri arasında sol-jel kesinlikle en çekici olanlardan biridir çünkü çok yönlüdür; nanokompozitin hem matrisini hem de dolgu maddesini elde etmesine ve yapı ve özellikleri optimize etmek için arayüzü kimyasal olarak ayarlamasına olanak tanır (Guglielmi, Kickelbick, ve Martucci 2014).

Genel olarak nanoyapılı ve nanokompozit kaplamalar, zorlu çalışma koşulları içeren uygulamalar için büyük umut vaat ediyor. Özellikle bu kaplamalar ulaşım, havacılık ve üretim uygulamaları için ideal olabilir. Üstün mekanik özellikleri ve yüksek kimyasal ve yapısal stabiliteleri nedeniyle nanokompozit kaplamalar, çok sayıda endüstriyel sektörde mevcut olan haddeleme, döndürme, kaydırma, kesme, taşlama, doğrama, delme, frezeleme ve şekillendirme işlemleri sırasında sürtünmeyi ve aşınma

kayıplarını önemli ölçüde azaltabilir. Ayrıca bu tür operasyonlarda önemli enerji, çevre ve ekonomik faydalar da sağlayabilirler (Erdemir ve Voevodin 2010).

Malzemelerin yüzeylerini olduklarından daha güzel göstermek, farklı özellikler ekleyip yüzeylerin yapısal özelliklerini geliştirmek amacıyla kaplamalar yapılır (Avcı 2009). Genel olarak kaplamaların sağlam, kullanımı basit, ekonomik ve çevre dostu olması önemlidir. Bu özelliklerin elde edilmesinde en etkili yöntem nano kaplamalardır. Nano kaplama, malzeme yüzeylerini kaplayan bir tabaka içeren nano boyutlu yapıların kullanılmasıdır. Nano ölçekte, gözle görülemeyen kimyasal ve fiziksel özellikler, nano boyutlu taneciklerin yüzeye düzenli bir şekilde yerleştirilmesiyle elde edilir. Bu kaplamalar nanokompozit malzemeler eklenerek geliştirilir. Nanokompozit kaplama, birbirinden ara yüz bölgesi ile ayrılmış en az iki karışmayan fazdan oluşan bir malzemedir. Malzeme, matris olarak adlandırılan ana bileşenin, içinde dağıldığı en az bir boyutta nanometre ölçeğini içermelidir (Nguyen-Tri vd. 2018). Nanokompozit malzeme ile kaplamaya bazı fonksiyonalitye katan özellikler eklenir. Birçok farklı fonksiyonalityeyi birbirini örtmeden bir araya getirebilen kaplamalara multifonksiyonel nanokompozit kaplama denir. Bu kaplama sistemde homojen olarak dağıtılarak yüzeyin her bir köşesinde aynı özelliği gösterir.

Multifonksiyonel kaplamalar birçok özellik içerebilir. Farklı katkı maddeleri sayesinde kaplama aşınmaz, antibakteriyel, süperhidrofobik , termokromik gibi özellikler kazanabilir. Nanokompozit multifonksiyonel kaplamalarda mümkün olan özelliklerin bazıları Şekil 2.26.'da verilmiştir. Sonuç olarak multifonksiyonel nanokompozit malzemeler uygulandıkları yüzeylerin özelliklerini değiştirerek ya da yeni özellikler kazandırarak malzemelerin kullanım alanlarını genişletir, dayanıklılığını artırır, onlara değer kazandırır (Avcı 2009).

Kompozit malzemeler, malzemeyi oluşturmak için bir araya getirilen farklı malzemelerin uygun şekilde seçilmesiyle çok işlevliliğe ulaşabildikleri için çok işlevli olarak kabul edilebilir. Aslında çok işlevli malzemeler yani multifonksiyonel malzemeler doğadan ilham alınarak geliştirilmiştir. Bir malzemenin multifonksiyonel olması, malzemenin mikrodan makro ölçeğe kadar tasarlanmasıyla (aşağıdan yukarıya tasarım yaklaşımı), doğanın yarattığı yapısal oluşumlar taklit edilerek sağlanabilir (Salonitis vd. 2010b)

Çok işlevli malzemeler, daha önce ulaşılamayan performans ölçütlerini karşılamak için istenen belirli elektronik, manyetik, optik, termal veya diğer özellikleri sunan malzemeler olarak tanımlanabilir. Bu özellikler birbirleriyle veya sertlik, süneklik ve mukavemet gibi belirli mekanik özelliklerle birleştirilir. Bu tür malzemelerin üretime dahil edilmesi, tasarım felsefesini ve tasarlanan ürünlerin biçim ve yeteneklerini önemli ölçüde değiştirecektir (Salonitis vd. 2010b).



Şekil 2.26.: Multifonksiyonel Kaplama Özellikleri

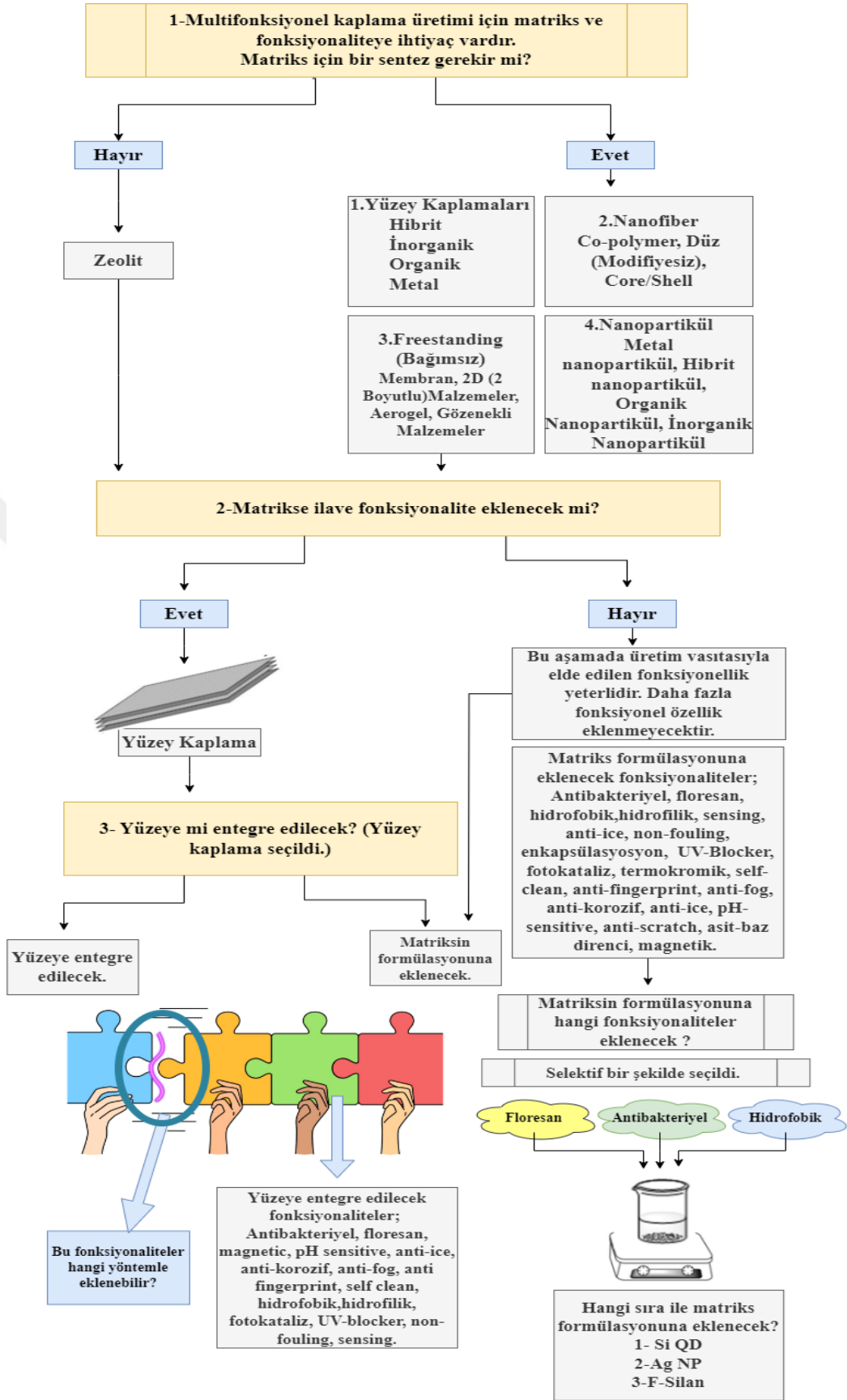
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

2.4.1. Multifonksiyonel Malzeme Yaklaşımı

Kompozit malzemelerin gelişimi, gereksinimleri karşılayabilen ve çok zorlu ortamlara dayanabilen özel malzeme kombinasyonlarıyla mühendislik uygulamalarına olanak sağlayacak şekilde gelişmiştir. Cam ve karbon fiber takviyeli plastikler gibi, son uygulamalarının gereksinimlerine uyacak şekilde (mukavemet ve sertlik dikkate

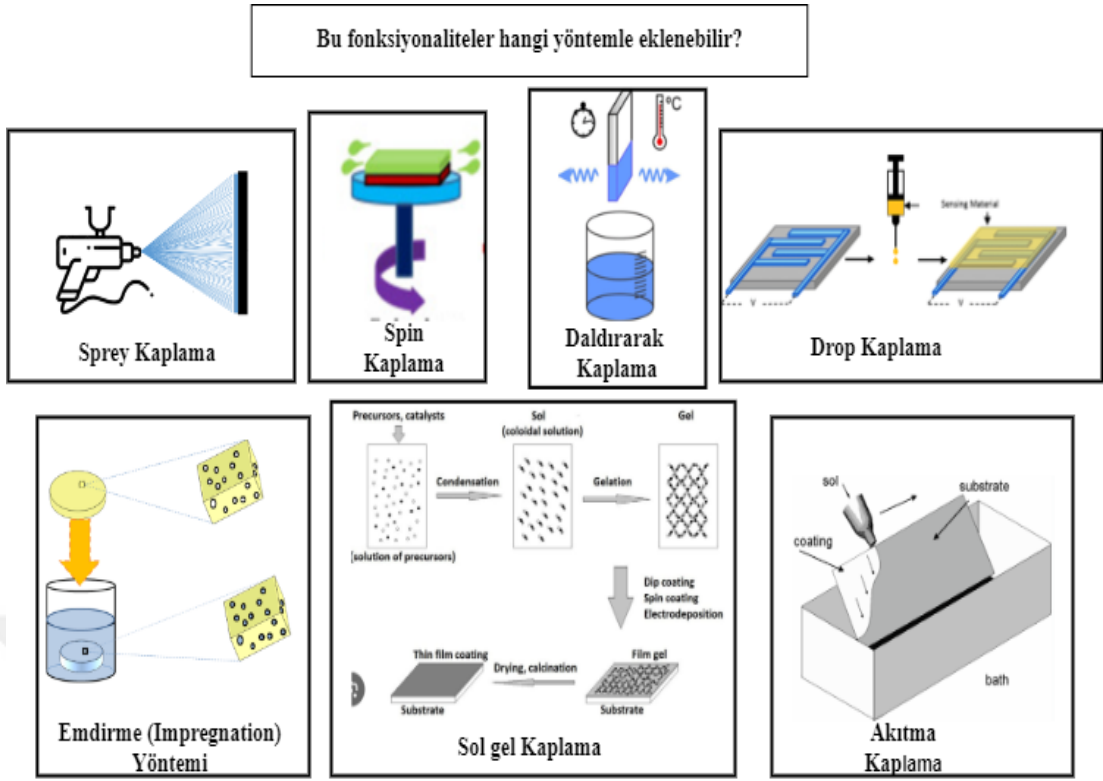
alındığında) kolaylıkla uyarlanabilen kompozitler, yalnızca tek bir özellik kombinasyonunu karşılayacak şekilde üretilebilir (Salonitis vd. 2010b).

Kaplama teknolojileri, birçok endüstriyel uygulamada malzemelerin korunması, yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi ve işlevselliklerinin artırılması için kritik öneme sahiptir. Kaplama sistemleri genellikle matriks ve takviye edici malzemelerden oluşur. Matriks, kaplama malzemesinin temel taşıyıcısıdır ve belirli özelliklere sahiptir. Takviye edici malzemeler ise matriksin özelliklerini iyileştirmek veya yeni fonksiyonlar eklemek için kullanılır. Multifonksiyonel nanokompozit kaplama üretimi için matriks ve fonksiyonallığa ihtiyaç vardır. Bu kapsamda multifonksiyonel nanokompozit kaplama üretiminin temel hedeflerinin daha iyi anlaşılabilmesi için Şekil 2.20 ve Şekil 2.21’de verilen algoritmalar çizilmiştir. Multifonksiyonel nanokompozit kaplama tasarımı için gereksinimler belirlenir. Bunlar; sistem bileşenlerinin işlevi, tasarım hedefi ve bileşenin tasarım üzerindeki kısıtlamaları olarak karşımıza çıkar. Matriks oluşturabilmek için bileşenin tasarım hedefi için bir amaç fonksiyonu geliştirilmelidir. Bu, bileşenin işlevi (yük değişkenleri), geometrisi ve bileşeni oluşturan malzeme özellikleriyle ilgili terimleri içerebilir. Serbest (belirtilmemiş) değişkenleri yani fonksiyonallıklar tanımlanabilir (Thomas ve Qidwai 2004). Böylece matriks için hangi sentezin doğru olduğu ve hangi sentezin kullanılmasının daha mümkün olduğu anlaşılabilir. Şekil 2.22’de matrikse fonksiyonallık entegrasyonu için düşünülen case study çalışması verilmiştir. Bu kapsamda ilave edilen fonksiyonallıkların nasıl ve hangi aşamalarda entegre edildiğinin anlatılması amaçlanmıştır. Şekil 2.22’de verilen case study çalışmasına göre multifonksiyonel nanokompozit kaplamalara entegre edilmek istenen fonksiyonallıkların en son aşamadan sonra sistemi olumsuz yönde etkileyecek şekilde tasarlanmış olması dikkat çekmektedir. Fonksiyonallıkların birbirini iptal etmeden sistemi başarılı bir şekilde çalıştırabilmesi için istenen tüm özelliklerin matriks formülasyonuna eklenmesi ile daha başarılı sonuç alınacaktır. Örnek vermek gerekirse, ilave edilen fonksiyonallıklar arasında katalitik özellik yer almaz. Hidrojen indirgemesi metal partiküllerle yapılır, metal partikülleri sentez esnasında matriks formülasyonuna eklenirse yeterli hidrojen indirgemesi için ihtiyaç duyulan metal yüzey için kaplama tarafından yüzeyin kapatılması ile hidrojenasyon için yeterli yüzeyin oluşmamasına neden olur. Bu yüzden katalitik özellik gösteremez.



Şekil 2.27.: Matriks üretimi için algoritma

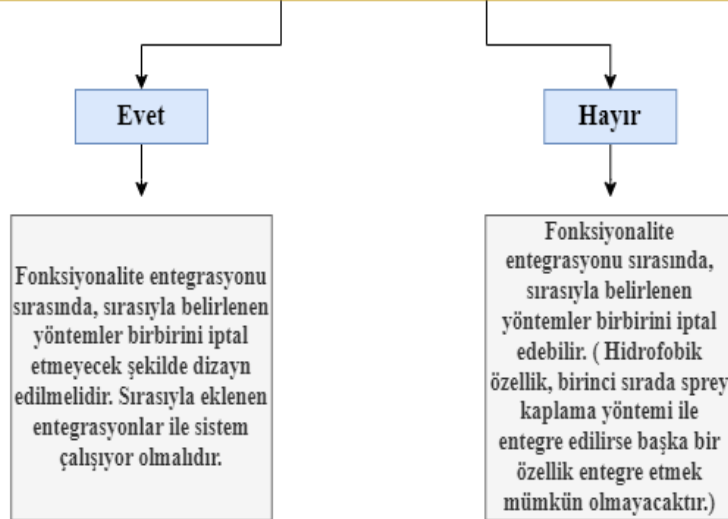
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



4-Yüzeze entegre edilen fonksiyonalteler ne olabilir?

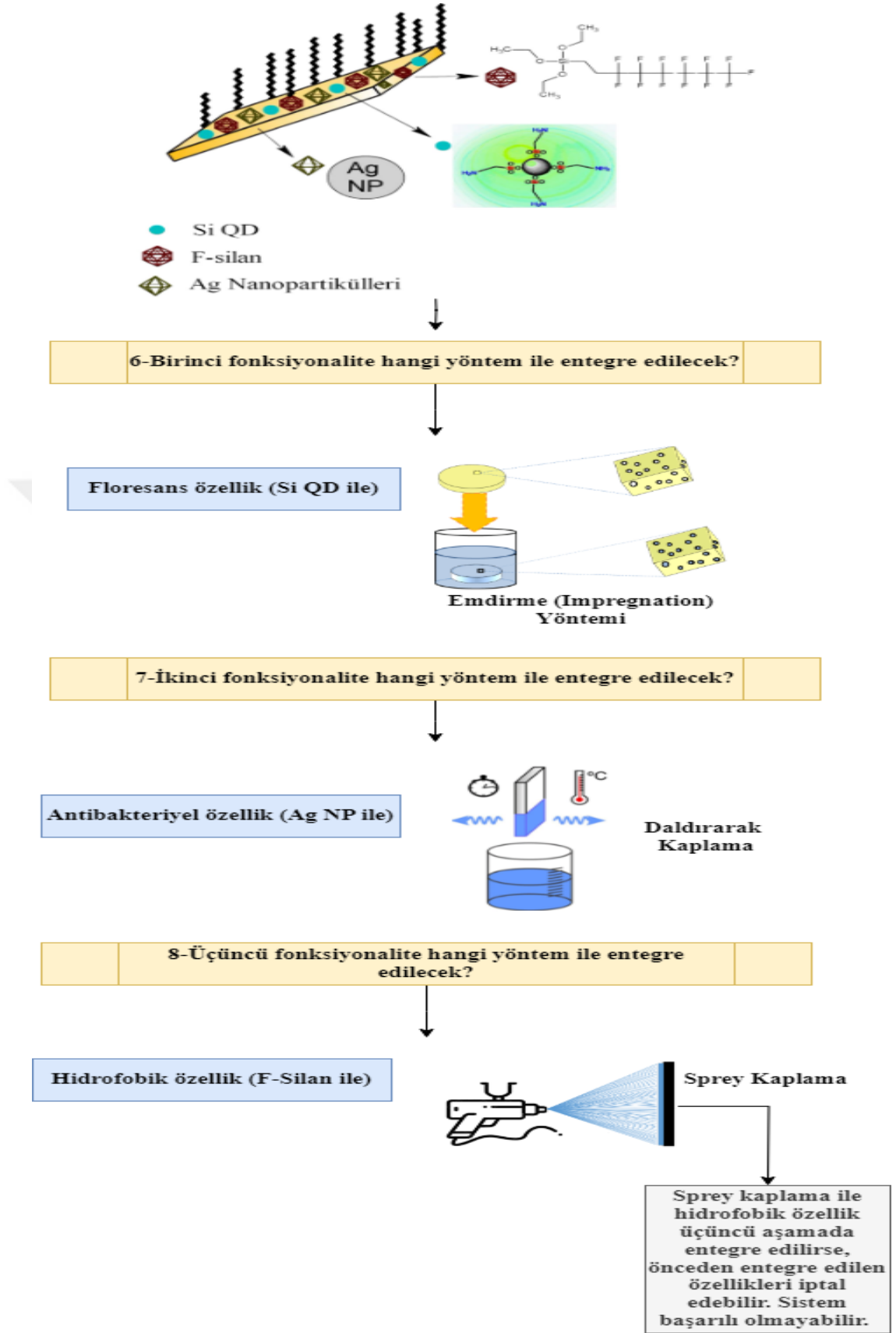


5-Fonksiyonalteler entegrasyonu için yöntemler belirlenirken dikkat edilecek kriterler var mı?



Şekil 2.28.: Matris üretimi için algoritma

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 2.29.: Matriks üretimi için algoritma

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Zeolitler, mikroporöz yapılarıyla bilinen doğal veya sentetik mineral bileşiklerdir. Bu mineraller genellikle alkali ve toprak alkali metaller, alüminyum ve silikat iyonlarından oluşur. Zeolitler, yüksek yüzey alanları ve emme kapasiteleri sayesinde endüstriyel, tarımsal ve çevresel uygulamalarda geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Bu özellikleri, moleküler tuzaklama, kataliz ve su arıtma gibi çeşitli uygulamalarda değerli hale getirir (Maesen 2007). Zeolitler, düzenli bir kristal yapısına ve nanoporöz özelliklere sahip doğal veya sentetik minerallerdir. Bu mineraller, yüksek yüzey alanına, özgül poroziteye ve kimyasal olarak değiştirilebilir yapıya sahiptirler. Bu özellikler, zeolitlerin kaplama matrikslerinde kullanımını son derece avantajlı kılar. Zeolitlerin nanoporöz yapısı, matriks içindeki diğer bileşenlerle etkileşime girerek malzemenin emme kapasitesini artırabilir ve kimyasal maddelerin adsorpsiyonunu sağlayabilir. Ayrıca, zeolitlerin yüzeyi, farklı fonksiyonel grupların kimyasal olarak bağlanabileceği aktif yerler içerir, bu da kaplama sisteminin özel fonksiyonlarla donatılmasını sağlar (Davis 2002).

Zeolitler, koruyucu kaplama sistemlerinde korozyon önleyici ve antioksidan özellikler sağlayabilir. Yüzeylerine kimyasal olarak bağlanan zeolit partikülleri, kaplama matriksinin çevresel faktörlere dayanıklılığını artırabilir. Zeolitlerin antibakteriyel özellikleri, kaplama yüzeylerinde mikrobiyal büyümeyi önlemek için kullanılabilir. Bu, tıbbi cihazlar, gıda ambalajları ve hijyenik yüzeyler gibi birçok alanda önemli bir uygulama potansiyeline sahiptir. Zeolitler, kaplama matrikslerine entegre edilerek kötü kokuları ve zararlı gazları emebilirler. Bu özellik, otomotiv, inşaat ve tekstil endüstrilerinde hava kalitesini iyileştirmek için kullanılabilir (Yao ve Wang 2014).

Nanofiberler, benzersiz fizikokimyasal özellikleri ve karakteristikleri nedeniyle geniş bir araştırma ve ticari uygulama alanı için tek boyutlu nanomalzemeler olarak ortaya çıkmıştır. Onlarca ila yüzlerce nanometre arasında değişen kesit çaplarına sahip bir nanomalzeme sınıfı olarak nanofiberler, son derece yüksek spesifik yüzey alanına ve yüzey alanı/hacim oranına sahiptir. Gözenekler arasında dikkate değer bir bağlantıya sahip, yüksek düzeyde gözenekli ağlardan oluşan ağlar oluşturma yeteneğine sahiptirler ve bu da onları uygulama için cazip bir seçim haline getirir (Lim 2017).

Nanofiberler, nanometre ölçeğindeki çaplarıyla karakterize edilen uzun ince liflerdir. Bu lifler genellikle polimerler, karbon, seramik veya biyo-uyumlu malzemelerden üretilir. Nanofiberlerin belirgin özellikleri arasında yüksek yüzey alanı, düşük ağırlık, esneklik ve mekanik dayanıklılık bulunur. Bu özellikler, nanofiberlerin

matrikslerde kullanılmasını son derece avantajlı kılar (Kalsoom, Nesterenko, ve Paull 2016). Nanofiberler, matriks içinde dağıldığında, kompozit malzemenin mekanik dayanıklılığını artırabilir. Karbon nanotüp veya seramik nanofiberler gibi termal iletken malzemelerin matrikslerde kullanılması, kompozit malzemenin termal iletkenliğini artırabilir. İletken polimer nanofiberlerin matrikslerde kullanılması, kompozit malzemenin elektriksel iletkenliğini artırabilir (Mohanty vd. 2015).

Freestanding malzemeler, kendiliğinden taşıyıcı bir yapıya sahip olan malzemelerdir ve genellikle ince filmler, tabakalar veya membranlar şeklinde üretilirler. Bu malzemeler genellikle polimerler, seramikler, karbon veya metal oksitler gibi çeşitli bileşenlerden oluşabilirler. Freestanding malzemelerin belirgin özellikleri arasında esneklik, hafiflik, yüksek yüzey alanı ve poröz yapı bulunur (Zhang ve Beyer 2021). Esnek polimer veya inorganik filmler, elektronik cihazlarda ve giyilebilir teknolojilerde kullanılan esnek ve hafif matriksler olarak kullanılabilir. Polimerik veya seramik membranlar, su arıtma, gaz ayırma ve kimyasal işlemlerde kullanılan matriksler olarak kullanılabilir. Biyopolimerik veya biyoaktif filmler, tıbbi implantlar, doku mühendisliği ve biyosensörler gibi biyolojik uygulamalarda kullanılan matriksler olarak kullanılabilir (Lee vd. 2019).

Nanoteknolojinin temel bileşeni nanopartiküllerdir. Nanopartiküller, boyutları 1 ila 100 nanometre arasında olan ve karbon, metal, metal oksitler veya organik maddelerden oluşan parçacıklardır. Nanopartiküller, daha yüksek ölçeklerdeki ilgili parçacıklarıyla karşılaştırıldığında nano ölçekte benzersiz bir fiziksel, kimyasal ve biyolojik özellikler sergiler (Anu Mary Ealia ve Saravanakumar 2017). Nanopartiküller, malzemelerinin yanı sıra çeşitli boyut, şekil ve boyutlara göre farklılık gösterir. Bir nanoparçacık, uzunluk, genişlik ve yüksekliğin tek bir noktada sabitlendiği sıfır boyutlu, örneğin nano noktalar olabilir; tek boyutlu, örneğin grafen olabilir; iki boyutlu, örneğin karbon gibi uzunluk ve genişliğe sahip olabilir. nanotüpler veya uzunluk, genişlik ve yükseklik gibi tüm parametrelerin bulunduğu üç boyutlu, örneğin altın nanopartiküller. Nanopartiküller farklı şekil, boyut ve yapıya sahiptir. Küresel, silindirik, boru şeklinde, konik, içi boş çekirdekli, spiral, düz vb. veya düzensiz olabilir ve boyutları 1 nm'den 100 nm'ye kadar farklılık gösterir. Yüzey, yüzey farklılıklarına sahip tekdüze veya düzensiz olabilir. Bazı nanopartiküller, gevşek veya topaklanmış tek veya çoklu kristal katılarla birlikte kristal veya amorfudur. Özellikleri geliştirmek ve üretim maliyetlerini azaltmak için çok sayıda sentez yöntemi

geliştirilmekte veya iyileştirilmektedir. Bazı yöntemler, optik, mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerini arttırmak amacıyla prosese özgü nanopartiküller elde etmek için değiştirilmektedir (Anu Mary Ealia ve Saravanakumar 2017).

Metal veya seramik nanopartiküller, polimerik matriksler içinde dağılarak malzemenin mekanik dayanıklılığını artırabilir. Termal veya elektriksel iletkenlik özelliklerine sahip nanopartiküller, matriks içinde dispers olarak kullanılarak kompozit malzemenin termal veya elektriksel özelliklerini iyileştirebilir. Özel optik veya manyetik özelliklere sahip nanopartiküller, kompozit malzemenin optik veya manyetik özelliklerini geliştirebilir (Yu vd. 2000). Bu parçacıkların belirgin özellikleri arasında yüksek yüzey alanı, büyük reaktivite, özgül optik, elektriksel veya manyetik özellikler bulunur. Bu özellikler sayesinde nanopartiküller matrikslerde kullanılabilir.

Nano kaplamalar, nanometre ölçeğindeki ince filmler veya katmanlardır ve genellikle metal, seramik, polimer veya karbon gibi malzemelerden üretilirler. Bu kaplamalar, yüzeylere uygulandıklarında yüzeyin özelliklerini değiştirebilir veya iyileştirebilirler. Yüzeylere istenilen fonksiyonalteler kaplamalar ile ilave edilebilir. Bu kaplamayı oluşturan matriks ve takviye özelliklerle sağlanabilir. Yüzey kaplamalarında bu fonksiyonel özellikler hem matriksin içine entegre edilebilir hem de bazı metotlar ile daha sonradan eklenebilir(Salonitis vd. 2010b).

Yüzey kaplamalarında özellikleri entegre etmek için kullanılan yöntemler şunlardır; sprej (püskürterek) kaplama, dip (daldırma) kaplama, spin (döndürerek) kaplama, flow (akıtma) kaplama'dır.

Multifonksiyonel malzemeler birden fazla özelliği bir arada gösteren, birden fazla özelliği bir arada gösterirken birbirini etkilemeyen malzeme konseptini anlatmaktadır.

Nanoparçacık yüzeyinin işlevselleştirilmesi, parçacıkların belirli uygulamalara uygun hale getirilmesini sağlayan bir tekniktir. Nanopartiküllerin yüzeyinin fonksiyonel moleküller/partiküller/polimerler tarafından modifiye edilmesi, çeşitli görevleri yerine getirmektedir: a.) Embriyonik parçacıkların büyümesini kontrol etmek ve büyüme sürecinde şekillerini belirlemek için çözelti içinde nanoparçacıkların stabilizasyonunu sağlamak. b.) Daha fazla fonksiyonaltite için yüzeyde fonksiyonel gruplar oluşturmak. c.) Farklı solventlerde nanoparçacık çözünürlüğünü artırarak uygulama alanlarını artırmak. d.) Kaplama katmanları kullanarak, parçacıkların elektronik, optik, spektroskopik ve kimyasal özelliklerini değiştirerek kontrol edilebilir nanoaraçlar

sağlamak. e.) Parçacıkları belirli dizilerde birleştirme yeteneğini değiştirerek veya istenen kimyasal, fiziksel veya biyolojik ortamları hedefleme yeteneğini artırarak. f.) Nanoparçacık yüzeyinin mekanik ve kimyasal performansını iyileştirerek, örneğin oksidasyona karşı koruma sağlamak (de Dios ve Díaz-García 2010).

Çok işlevli bir malzeme sistemi, toplam sistemin verimliliğini artırarak iki veya daha fazla farklı bileşenin ve/veya kompozitlerin/malzemelerin/yapıların işlevlerini kendi içinde entegre etmelidir (Ferreira, Nóvoa, ve Marques 2016).

Malzemelerin birbirine ne kadar iyi entegre edildiği çok önemlidir. Çeşitli fonksiyonları çok malzemeli sistemlere veya tek malzemelere entegre ederek çok işlevsellik elde edilebilir. Nanokompozitler veya çok katmanlı yapılar gibi nano veya mikro ölçekte dolgu maddelerinin eklenmesiyle elde edilebilir (Ferreira vd. 2016).

Multifonksiyonel bir kaplama sisteminde istenen özelliklerin birden fazlası entegre edilebilir. Bu özellikler entegre edilirken birbirlerini sönmülememeleri arzu edilir.

2.4.2. Multifonksiyonalite Özelliklerinin Tanımlanması

Ürün ve bileşenlerin verimliliğinde ve çok işlevliliğinde bir gelişim , bazı yeni çok değerlikli malzeme ve yapıların kullanımının ana avantajlarından biridir (Ferreira vd. 2016).

Elektriksel olarak iletken bir malzeme kablo ihtiyacını ortadan kaldırır, şekil değiştiren bir malzeme aktüatör ihtiyacını ortadan kaldırabilir, alev geciktirici bir malzeme ciddi yangın koruma mekanizmalarına olan ihtiyacı ortadan kaldırır, yenilenebilir bir malzeme ham maddelerin çıkarılmasına devam edilmesi ihtiyacını en aza indirir dolayısıyla bunların bir kombinasyonu, bunların hepsine ve belki de daha fazlasına olan ihtiyacı ortadan kaldırır, çünkü çoğu zaman malzemelerin kombinasyonu, tek başına malzemelerin hiçbirinde mevcut olmayan yeni fonksiyonalitelerle sonuçlanabilir. Ayrıca, çok fonksiyonlu malzeme kombinasyonları ve bunun sonucunda ortaya çıkan özellikler ve işlevler nedeniyle, mevcut tek işlevli malzemelere göre uygulamaya çok daha uygun olmaları gerekir. (Ferreira vd. 2016) .

Çizilme direncini geliştirmek için sol-jel türevli inorganik-organik hibrit kaplamalar sıklıkla UV ve termal kürlenmenin (yani ikili kürlenme) kombinasyonunu kullanır.

İnorganik nano fazın organik matris ile kovalent bağlar yoluyla bağlanması, çizilme direncinin artırılmasında önemli olduğunu göstermiştir (Fernando ve Sung 2009).

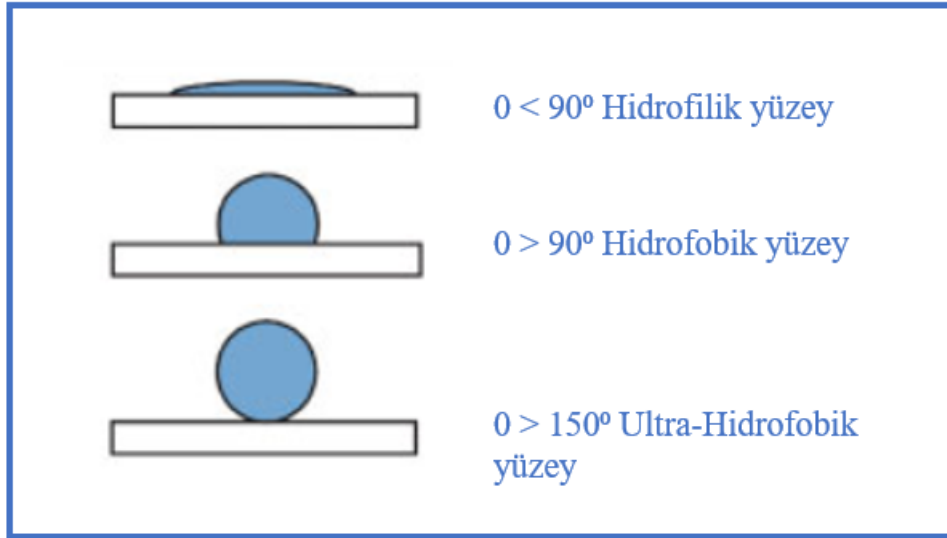
Metaller üzerindeki korozyona karşı koruma kaplamalarının özel bir modifikasyonu, paslanmaz çelik, PVD kaplı yüzeyler veya krom için parmak izi önleyici kaplama sistemleridir. Bu kaplama sistemleri temel olarak metalleri korozyona karşı korumayı amaçlamaz, ancak malzemeler metal yüzeylerin kararmasını azaltmak için tasarım yüzeyi olarak kullanılır. Gerekli şeffaflık nedeniyle nanokompozit kaplamalar esas olarak sol-jel kimyasına dayalı SiO₂ organik-inorganik yapılara dayanmaktadır (Guglielmi vd. 2014).

Titanyum dioksit (TiO₂) yüzeyi, UV radyasyonu ve oksijen veya nem varlığında organik bileşiklerin bozunmasını katalize edebilir. Antiseptik ve kendi kendini temizleyen yüzeyler oluşturmak için TiO₂'nin fotokatalitik aktivitesinin kullanılması gün geçtikçe yaygınlaşmıştır. Titanyum dioksitin fotokatalitik aktivitesinin bir başka faydası buğulanmayı önleyici yüzeylerin geliştirilmesidir (Fernando ve Sung 2009).

Hidrofobik malzemeler, su ve sulu çözeltilerin temas açısının 90°'den büyük olduğu malzemeler ve kaplamalar anlamına gelir. Hidrofobik ve süperhidrofobik malzemeler bir dizi benzersiz işlevsel özelliğe sahiptir; yani su geçirmez, korozyona dirençlidir ve biyolojik kirlenmeye, inorganik ve (bazı durumlarda) organik kirleticilere karşı stabildir (Boinovich ve Emelyanenko 2008). Şekil 2.30. Hidrofilik, hidrofobik ve ultra-hidrofobik yüzeylerin şematik gösterimleri verilmiştir. Pratik açıdan bakıldığında, temas açısı hidrofobiteyi tanımlayan tek önemli parametre değildir. Kendi kendini temizleyen yüzeyler için, su damlasının yüzeye düşük düzeyde yapışması önemlidir. Bir su damlasının bir yüzeye yapışması, belirli bir ağırlığa sahip bir sıvı damlasının eğimli düzlemden aşağı doğru kaymaya başladığı yüzeyin kritik eğim açısı ile karakterize edilebilir (Dodiuk vd. 2007).

Hidrofobik kaplamaların hazırlanmasında yaygın olarak kullanılan yöntem sol-jeldir. Oluşturulan sol-jel kaplamalar daldırma kaplama, sprej kaplama, döndürerek kaplama, laminer akışlı kaplama ve litografi yoluyla uygulanır. Bunlardan yaygın olarak kullanılan yöntemler döndürerek (spin) ve püskürterek (sprej) kaplamadır. Sol-jel için ilk adım, metal alkoksidin suyla reaksiyona girdiği hidrolizdir, ardından yoğunlaşma oluşturarak metal oksit türlerini oluşturan jelleşme formuna yol açar ve kuruduktan sonra (ısı işlem yoluyla) ince film, aerojel formunda olabilen son ürünleri

oluşturur. Sol-jelin çeşitli geleneksel tekniklere göre avantajları, düşük sıcaklıkta bir işlem olması, gerçekleştirilmesi kolay, uygun maliyetli olması ve farklı boyut ve şekillerde altlık üzerine kaplanabilmesidir (Dogra vd. 2023).



Şekil 2.30.: Hidrofilik, hidrofobik ve ultra-hidrofobik yüzeylerin şematik gösterimleri.

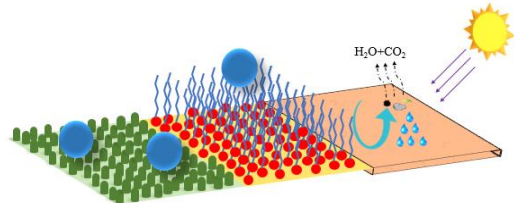


Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Gümüş nanopartiküller, yeni nesil antibakteriyel maddeler olarak kabul edilmektedir ve antibakteriyel yüzey kaplamalarında kullanılma potansiyeli büyüktür. Nanomalzemeler öncelikle geniş yüzey alanları ve boyuta/şekle bağlı fizikokimyasal özelliklerinden dolayı antibakteriyel uygulamalarda önemli bir rol oynayabilir (Guo vd. 2013).

Antibakteriyel nano kaplamalar, bakterilere dirençli kaplamalar ve bakterisidal kaplamalar olarak sınıflandırılabilir. Bakterilere dirençli kaplamalar, polietilen glikol, zwitterion içeren polimerler ve poli(N-vinilpirolidon) gibi proteinlerin antiadsorpsiyonunu gerçekleştirebilen moleküllerin immobilizasyonu veya fiziksel özelliklere dayalı olarak bakterilerin yapışmasını engellemek için nanoyüzey pürüzlülüğünün kullanılması yoluyla biyofilm oluşumunu önler (Montazer ve Harifi 2020).

Akıllı malzemelerin ışık yayma uygulamaları, fotolüminesans ve elektrolüminesans olmak üzere iki ana türe ayrılır. Lüminesans, bazı maddelerin ısısız bir şekilde elektromanyetik ışınım yayması sürecidir. Fotolüminesans uygulamaları, parlama özelliklerine göre floresan veya fosforesan olarak sınıflandırılabilir (Addington ve Schodek 2012). Floresan nanomalzemeler sıklıkla mükemmel fotofiziksel özellikler, renk ayarlanabilirliği ve kolay sentez sergiler (Shang ve Nienhaus 2013).

Tablo 2.1. Fonksiyonalite Özelliklerinin Gösterimi

FONKSİYONALİTE	KAPLAMA ÖRNEKLERİ
Kendi Kendini Temizleyen	
Hidrofobik	
Hidrofilik	
Anti-fouling	

Antibakteriyel	
Termokromik	
Korozyon Önleyici	
Çizilmez	
Antistatik	
Anti-fingerprint	

<p>Fotokatalitik</p>	
<p>Water-splitting</p>	

2.4.3. Sol jel Yönteminin Multifonksiyonel Malzeme Adaptasyonu

Tek fazlı hibrit ağda organik ve inorganik bileşenlerin kombinasyonu, çeşitli uygulamalar için istenen kaplama özelliklerini uyarlamak için yeni bir yol sağlar. Bu tür malzemeleri ince film kaplamalarda hazırlamak için uygun sentetik yol, bileşenler arasında moleküler ölçekte etkileşimlerin olduğu şeffaf hibrit kaplamaların oluşumuna yol açan sol-jel işlemidir. Hibritlerin malzeme özellikleri büyük ölçüde organik ve inorganik bileşenler arasındaki etkileşimlerin doğasına ve gücüne bağlıdır. Etkileşimlerin gücü, güçlü kovalent bağdan zayıf Van-der-Waals kuvvetlerine doğru giderek azalır ve organik ve inorganik türler arasındaki etkileşimin türüne veya kimyasal bağın doğasına bağlı olarak, organik-inorganik hibritler iki geniş aileye ayrılabilir. : Sınıf I'de iki faz arasında zayıf etkileşimler vardır ve Sınıf II'de iki yapı birimi arasında güçlü kimyasal etkileşimler görülür . Yapısal özellikler aynı zamanda çeşitli hibrit malzemeleri birbirinden ayırmak için de kullanılabilir (Amiri ve Rahimi 2016).

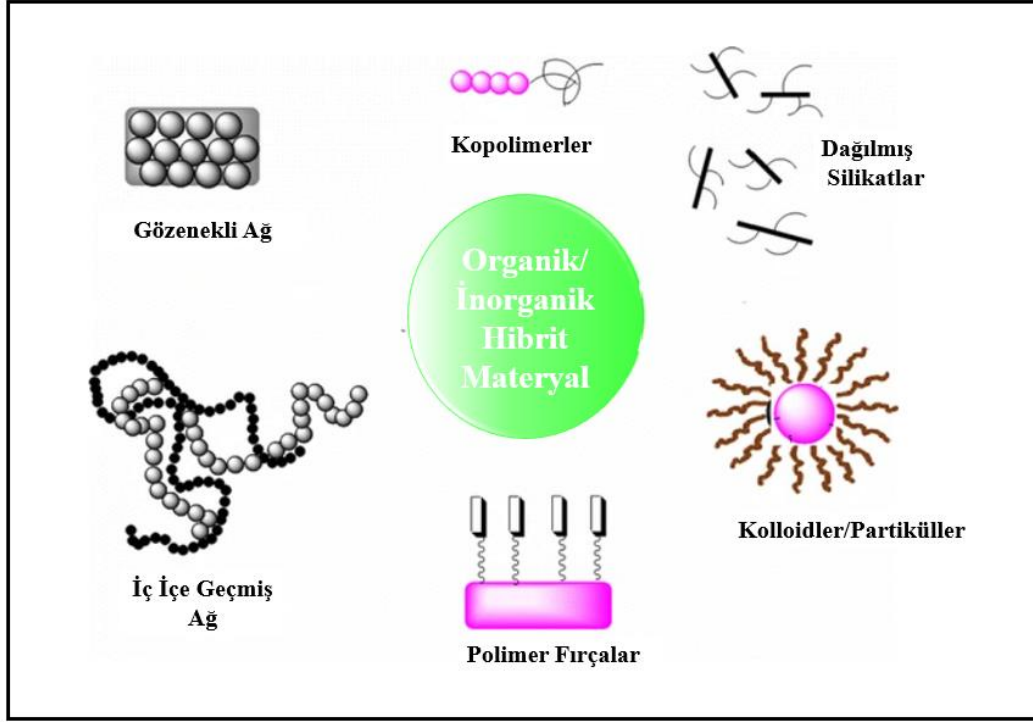
Organik olarak değiştirilmiş silikatlar (ormosiller), yüksek yansıtıcı optik malzemeler, sert kaplamalar, renkli camlar, aşınmaya dayanıklı, kirlenme önleyici ve buğulanmayı

önleyici kaplamalar gibi endüstriyel malzemelerin birçok dalında çeşitli yüzeylerde uygulanabilen organik/inorganik hibrit malzemelerdir (Amiri ve Rahimi 2016).

Hibrit yapıların sentezi, organik ve inorganik yapıların bir araya getirilmesi sürecini ifade eder. Bu süreç, son yıllarda giderek önem kazanan sol jel prosesi ile gerçekleştirilebilir hale gelmiştir. Sol jel sentezi, temelde inorganik bir polimerleşme işlemidir. Ancak, organik grupların çıkış maddelerine kimyasal olarak bağlanması ve polimerleşen inorganik ağın yanı sıra organik grupların da polimerleşmesiyle birlikte geniş bir uygulama alanı açılmıştır. Organik polimerlerin çeşitli yöntemlerle inorganik yapılarla birleştirilmesi, hibrit malzemelerle çalışma eğilimini büyük ölçüde artırmıştır (Schubert, Huesing, ve Lorenz 2002).

Sol-jel prosesleri ılımlı reaksiyon koşulları gösterir ve geniş bir solvent uyumluluğu gösterir, dolayısıyla önceden oluşturulmuş bir organik polimerin varlığında inorganik ağın oluşmasıyla veya sol-jel prosesinden önce, sırasında veya sonrasında organik polimerizasyonun gerçekleştirilmesiyle sonuçlanır. Nihai malzemelerin özellikleri, inorganik ve organik bileşenlerin özelliklerine, faz morfolojisine ve iki bileşen arasındaki ara yüzey bölgesine göre belirlenir. Hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarına giren fonksiyonel grupların organik monomerlere kovalent olarak bağlanması durumunda kovalent bağlantılar oluşturulabilir. İyi tanımlanmış organik polimerler, organik/inorganik hibrit malzemeler hazırlamak için inorganik kopolimerlere, parçacıklara, yüzeylere, camsı ağlara ve iç içe geçmiş polimer ağlarına bağlanmıştır (Pandey ve Mishra 2011). Şekil 2.31.'de organik/inorganik hibrit materyallere örnekler verilmiştir.

Hibrit yapıların sunduğu avantajlar oldukça cazip görünse de, maliyet ve gereksinimler açısından düşünüldüğünde, bir malzemenin tamamen bu şekilde sentezlenmesi yerine yüzeyinin istenen özelliklere uygun bir kaplama ile işlenmesi daha mantıklı görünmektedir. Son yıllarda yüzey kaplama işlemi önemli ilerlemeler kaydetmiştir, bu da bu düşünceyi desteklemektedir. Organik polimerler ve inorganik polimerler, yüzey kaplamada kullanılabilir. Ancak, her iki kaplamanın da benzersiz avantajları ve dezavantajları bulunmaktadır. Organik kaplamalar darbe ve çizilmeye karşı hassas olabilirken, inorganik kaplamalar kırılabilirlik ve esneklik sorunlarına neden olabilir (Nicole vd. 2014). Hibrit kaplamalar ise her iki sorunu da aşabilecek özelliklere sahiptir.



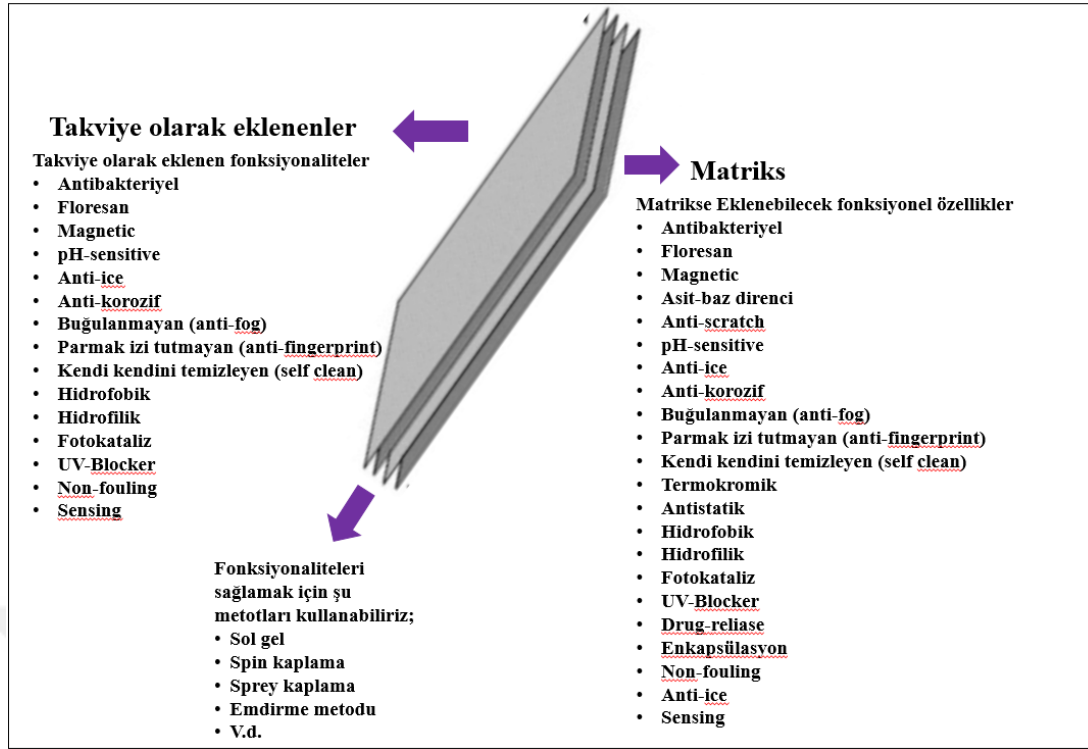
Şekil 2.31: Organik/İnorganik Hibrit Materyallere Örnekler

Kaynak: Pandey vd, 2011

Malzemelerin sol-jel tekniği ile hazırlanması, farklı parametrelerin değiştirilmesiyle kontrol edilebilir, böylece hazırlanan son kaplamaların özellikleri artırılabilir (Dogra vd. 2023).

2.4.4. Multifonksiyonel Malzeme Elde Etme Metodolojisi

Kompozitler bireysel aşamalardan oluşur; matris ve takviye olanlar. Matris fazı, takviyeninkini çevreler ve böylece konumunu korumak için destekleyici bir yapı sağlar. Takviye aşaması özel özelliklere katkıda bulunur ve matrisin özelliklerini geliştirir. Kompozitler, her biri nihai ürüne benzersiz bir karakter kazandıran malzemelerin bir kombinasyonundan oluşur (Salonitis vd. 2010b). Şekil 2.32'de matris ve takviye olanlar gösterilmiştir.



Şekil 2.32.: Matris ve takviye olanlar.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Farklı işlevleri tek bir malzeme sistemine entegre etmek, özellikle bu işlevler birbirini dışlıyor gibi görünüyorsa, temel bir zorluktur. İşlev-yapı ilişkilerini anlamak ve çok işlevliliğe yönelik sistem yaklaşımında yeterlilik geliştirmek, yaşam kalitesini artırabilecek ve önemli küresel zorlukları çözebilecek birçok modern uygulamaya olanak sağlar (Lendlein ve Trask 2018).

Nanopartiküller, çeşitli fiziksel ve kimyasal yöntemlerle birçok malzemenin sentezlenebilir; partiküllerin elementel bileşimi, şekli, boyutu ve kimyasal veya fiziksel özellikleri farklılık gösterir. Multifonksiyonel malzeme elde ederken temel olarak üç yapıdan bahsedilir: organik yapılar, inorganik yapılar ve hibrit denilen inorganik-organik yapılar.

Nano ölçekli boyutlarda, malzemenin özellikleri önemli ölçüde değişerek toplu benzerlerinden tamamen farklılaşabilir. Malzemenin boyutu küçüldükçe yüzey atomlarının oranı artar, bu da reaktiviteyi artırır ve onları temel katalitik işlemler için aktif merkezler olan yüzey atomları ile oldukça reaktif katalizörler haline getirir. Böylece nanopartiküller, nanometre ölçeğindeki boyutlarından dolayı açıkça ortaya

çıkaran benzersiz elektronik, optik, manyetik ve mekanik özelliklere sahiptir. Bu benzersiz özelliklerden dolayı kullanım alanı çok geniştir (Kango vd. 2013).

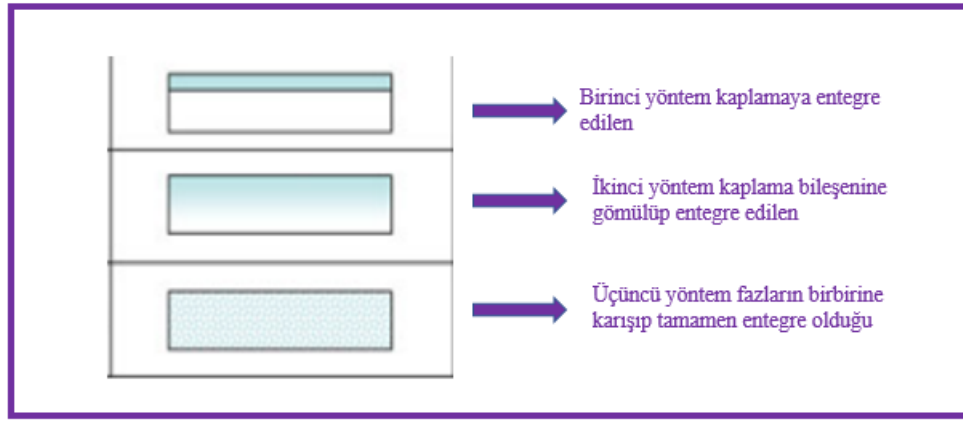
Organik ve inorganik yapıların tek bir kompozit veya hibrit malzemede kombinasyonu, esnek organik veya polimerik yapılar olarak malzemelere yüksek termal direnç ve iyi optik özellikler sağlar. Kompozit malzemedeki parçacık boyutlarının kontrol edilmesiyle istenilen özelliklere sahip yeni malzemeler elde edilebilmektedir. Hibrit organik-inorganik matrisin hazırlanması, ya kimyasal yöntemlerle yerinde sentez yoluyla ya da bileşenlerin karışıma doğrudan eklenmesiyle elde edilir. Bileşenlerin uygun oranda dağılması, ağırlık mukavemeti üzerinde nispeten yüksek bir etkiye sahiptir. Daha iyi bir dağılım sağlanarak yüksek kalitede kaplama elde edilebilir (Arslan vd. 2007).

Doğru nanopartikülün seçimi, elde edilen nanokompozitlerin istenen termal, mekanik ve elektriksel özelliklerine bağlıdır. Örneğin Al_2O_3 nanopartikülleri yüksek iletkenlikleri nedeniyle kullanılabilir; kalsiyum karbonat ($CaCO_3$) parçacıkları düşük maliyetlerinden dolayı seçilmektedir; ve silisyum karbür (SiC) nanopartikülleri, mukavemetleri, sertlikleri ve korozyon dirençleri nedeniyle kullanılmaktadır (Kango vd. 2013).

Bir malzemedeki multifonksiyonel özellikler, fazlar arasındaki bağlantının artmasıyla birlikte çeşitli ölçeklere entegre edilir. Bu ölçek Şekil 2.33'de gösterildiği gibi 3 şekilde olabilir. Birinci yöntemde fonksiyonallite genellikle yapısal bir bileşenle kaplamaya entegre edilir. İkinci yöntemde bir fonksiyonun diğerine, genellikle yapısal olarak bir bileşene gömülü olduğu aşamadır. Üçüncü yöntem de ise fonksiyonalliteler gerçek anlamda birbirine entegre olmuştur fakat aralarındaki fiziksel ayrım çok güçtür. Bu çalışmada odaklanılan kısım kaplamanın yapısal olarak entegre edilmiş hali ve bileşene gömülmüş halidir (Salonitis vd. 2010b).

Matrikse takviye edilen multifonksiyonalliteler çeşitli yöntemlerle kaplamaya eklenebilir. Bu yöntemler; spreyle kaplama, emdirme metodu, yüzey modifikasyonu ve döndürerek (spin) kaplamadır. Nanopartiküllerin kimyasal işlemlerle yüzey modifikasyonu, nanopartiküllerin çeşitli sıvı ortamlarda dağılım stabilitesini geliştirmek için yararlı bir yöntemdir. Şekil 2.'de 3-metakriloksipropil trimetoksisilan birleştirme maddesi ile modifiye edilmiş bir nanopartikül gösterilmektedir. Şekil 2.34'de, modifiye edilmemiş nanopartikülün yüzeyinin sadece -OH grupları ile

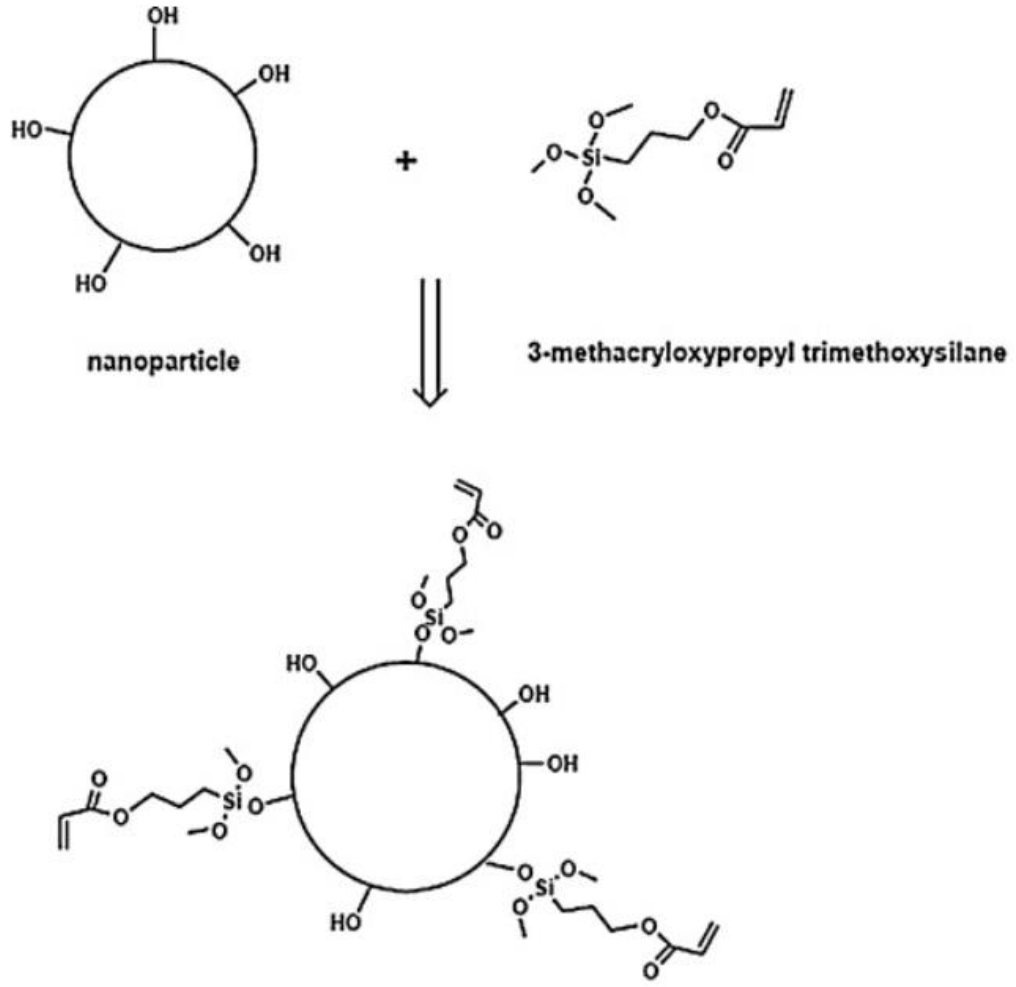
kaplandığı, silanla modifiye edilmiş nanopartikülün yüzeyinin ise 3-metakriloksipropil trimetoksisilan molekülleri ile kaplanmıştır. Modifiye edilmiş nanopartiküller, değiştirilmemiş nanopartiküllere kıyasla organik çözücüler veya polimer matrisleri içerisinde farklı davranır; örneğin, modifiye edilmiş nanopartiküller, her iki ortamda da nispeten daha iyi dağılım gösterir (Kango vd. 2013).



Şekil 2.33: İşlevsel olarak derecelendirilmiş malzeme türleri

Kaynak: (Salonitis vd. 2010b)

Emdirme yöntemleri dört kategoriye ayrılabilir: atmosferik basınçlı emprenye, düşük basınçlı emprenye, aşırı basınçlı emprenye ve bunların bir kombinasyonu. Emprenye yönteminin seçimi, kaplanan bileşenin boyutuna, gerekli penetrasyon derinliğine ve kaplama malzemesi ve uygulamaya göre seçilen sızdırmazlık maddesine bağlıdır. Düşük basınçlı veya aşırı basınçlı emprenye küçük bileşenler için uygundur. Daha büyük bileşenler için yalnızca atmosferik basınçlı emprenye ekonomik olarak uygundur. Düşük basınçlı emprenye işleminin verimliliği, gözeneklerden ve çatlaklardan nemin ve havanın uzaklaştırılmasına, böylece kılcal basınç tarafından yönlendirilen emprenye işlemine karşı etki eden karşıt kuvvetin azaltılmasına dayanır. Bu, artan bir penetrasyon derinliği sağlar. Aşırı buharlaşmayı önlemek için basınç seviyesi, mastiğin buhar basıncına göre ayarlanmalıdır. Aşırı basınç emprenyesi esas olarak dolgu macununun kaplama yüzeyini ıslatmadığı durumlarda kullanılır; başka bir deyişle temas açısı açıkça 90°'nin üzerindedir (Knuuttila vd. 1999).



Şekil 2.34: Bir nanopartikülün 3-metakriloksipropil trimetoksisilan ile modifikasyonu

Kaynak: (Kango vd. 2013)

Döndürerek (spin) kaplama, sıvı bir filmin dönen bir altlık üzerine merkezkaç kuvvetiyle yayıldığı bir toplu işlemdir. Yaklaşık 1000 ila 10000 devir/dakika gibi yüksek dönüş hızlarında, bu tür cihazlar düşük viskoziteli sıvıları birkaç mikrondan birkaç nanometreye kadar olan kalınlıklara döndürür ve kalınlık düzensizlikleri %1'den fazla değildir. Katılaştırılmış filmler, döndürülerek kaplanmış sıvı, uçucu bir çözücü içinde polimerler veya kolloidler içerdiğinde elde edilir. Çözücünün buharlaşması, yüksek eğirme hızlarının neden olduğu hava akışıyla büyük ölçüde hızlandırılır; böylece bir filmin uygulanması, kaplanması ve kurutulması bir dakikadan daha kısa sürede gerçekleştirilebilir. Hızı, basitliği ve düşük maliyeti nedeniyle

döndürerek kaplama, yüksek kapasiteli endüstriyel uygulamalarda bile faydalı olan bir toplu kaplama işlemi olarak alışılmadık bir durumdur (Birnie 2004).

Sprey kaplama, gelişmiş bir düşük sıcaklıkta kaplama teknolojisidir. Bu işlemde bir nozül, küçük çözelti damlacıklarını önceden ısıtılmış alt tabaka üzerine yüksek bir hızda püskürtür. Çözelti damlacıklarının hızlı bir gaz akışı halinde sağlanmasını sağlayan pnömatik püskürtme, en yaygın kullanılan spreycaplayıcıdır. Sprey kaplama işlemi dört adımdan oluşur: nozulda damlacığın oluşturulması, damlacığın alt tabakaya taşınması, damlacığın alt tabaka üzerinde birleşmesi ve kurutulması (Patel vd. 2022).



ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

ARAŞTIRMA YÖNTEMLERİ

3.1. Materyal

3.1.1. Kullanılan Kimyasallar

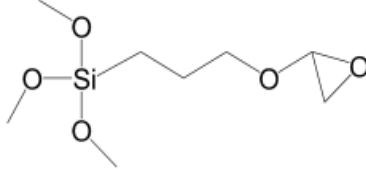
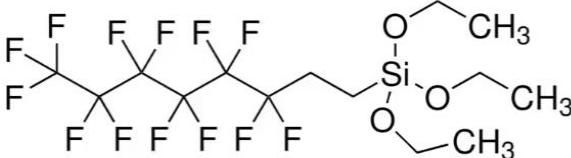
Multifonksiyonel nanokompozit kaplamaların deneyleri sırasında partikül sentezi ve modifikasyonu için F-silan (F-8261) , γ -glisidiloksipropiltrimetoksisilan (GPTMS), etanol, hekzan kullanılmıştır.

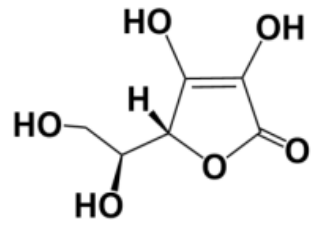
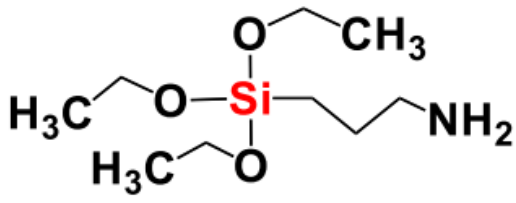
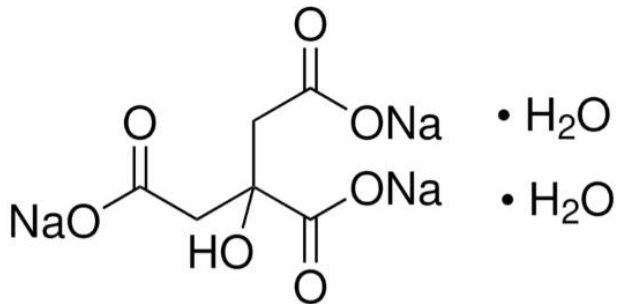
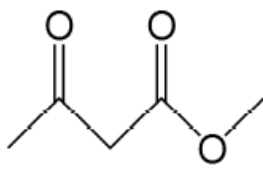
Silikon kuantum dot (Si QD) partiküllerinin sentezi için L-askorbik asit ve (3-Aminopropyl) trieoksisilan (APTES) kullanılmıştır.

Gümüş nanopartiküllerin sentezi için gümüş nitrat (AgNO_3) ISOLAB'dan ve trisodium citrate ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$) Alfa Asesar'dan temin edildi.

Hidrolizat hazırlamak için kullanılan HCl (hidroklorik asit), Merck'ten tedarik edildi. Si QD sentezi ve diğer tüm gerekli aşamalarda kullanılan su, iletkenliği $18,2 \mu\text{S}/\text{cm}$ olan saf su olarak temin edildi (Millipore Simplicity@UV, MERCK).

Tablo 3.1: Kullanılan kimyasalların isimleri ve formülleri

KİMYASAL ADI	KİMYASAL GÖSTERİMİ
GPTMS	
F-8261	

L-askorbik asit	
APTES	
Gümüş nitrat	AgNO_3
Sodium citrate tribasic dihydrate	
HAcacOEt	

3.1.2. Kullanılan Cihazlar

Kaplama uygulanacak metal plakaların yüzeylerinin temizliği ISOLAB Ultrasonik Banyo ile yapılmıştır.

Kaplama uygulanmış metal plakaların kurutulması ve kaplanmış metal plakaların sertleştirilmesi için Memmert UN55 etüv kullanılmıştır. Şekil 3.1’de için Memmert UN55 etüv gösterilmiştir.



Şekil 3.1.: Memmert UN55 etüv.

Si QD partikülleri eldesi için Şekil 3.2'deki OSRAM marka Ultravitalux 300W UV lambası kullanılmıştır.



Şekil 3.2.: OSRAM marka Ultravitalux 300W UV lambası

Kaplama karışımlarının homojen bir şekilde hazırlanması için Şekil 3.3'deki IKA EUROSTAR 20 markalı mekanik karıştırıcı (4000 rpm) kullanılmıştır.



Şekil 3.3.: IKA EUROSTAR 20 markalı mekanik karıştırıcı

Transmisyon elektron mikroskobu (TEM) , nanokristaller içerisindeki ve yüzeyindeki atom dağılımına ilişkin bir görüntü verir. Transmisyon Elektron Mikroskobunda bir elektron ışını, içinden geçerken yapıyla etkileşime giren nanomateryal veya ince bir yapı yoluyla iletilir. Elektronların etkileşimi nedeniyle görüntü büyütülerek odaklanır ve bilgisayar ekranına aktarılır veya CCD kamera gibi bir sensör tarafından algılanır. Elektronların de Broglie dalga boyu küçük olduğundan, nanokristallerin gözlemlenmesi için oldukça yüksek çözünürlükler elde etmek mümkündür (Arslan 2014).

TEM, aşağıdaki denkleme bağlı olarak, uygulanan elektron ışınları birkaç yüz kilovoltta hızlandırıldığında son derece kısa dalga boyu için nano ölçekte yüksek

özünürlük elde edebilir (Tang ve Yang 2017). Denklemde Λ dalga boyu ve V hızlanma voltajıdır :

$$\Lambda \sim 1.23 / \sqrt{V} \quad (1)$$



Şekil 3.4.: Tecnai G3 F30 modeli TEM cihazı

SEM, topolojik bir görüntü ve göreceli kompozisyon oluşturmak için numuneyle reaksiyona giren odaklanmış bir elektron ışını kullanan bir elektron mikroskobudur. Numuneyle temas ettiğinde, odaklanmış elektron ışını ikincil elektronlar , geri saçılan elektronlar ve karakteristik X-ışını üretecek ve bunlar daha sonra ilgili dedektörlerle tespit edilecek ve son olarak monitörde görüntülenecektir (Abd Mutalib vd. 2017). Tipik bir SEM'deki ana bileşenler, elektron kaynağını, elektromanyetik lensleri içeren sütunu, elektron detektörünü, numune odasını ve bilgisayar ekranını içerir. Quanta FEG 250 model FEİ, Hollanda SEM-EDX cihazı Şekil 3.5'de verilmiştir.

SEM-EDX, bir numunenin yüzeyini taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntülerken aynı zamanda enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX) ile elementel analiz yapılmasına olanak tanıyan bir cihazdır.

EDX analizinde Moseley Kanunu, saçılan X-ışınlarının enerjisi ile atom numarası arasındaki ilişkiyi ifade eder. Atom numarası arttıkça, saçılan X-ışınlarının enerjisi artar. Bu ilişkiyi matematiksel olarak ifade eden Moseley Kanunu şu şekildedir:

$$E=k \cdot (Z-\sigma)^2$$

E, saçılan X-ışınlarının enerjisi, Z, atom numarası, k, bir sabit, σ , ekranlama sabiti olarak belirtilir. Moseley, elementlerin X-ışınları tarafından saçılması sırasında ortaya çıkan enerji değişimlerini incelemiş ve atom numarasının karesi ile X-ışınlarının enerjisi arasında bir doğrusal ilişki olduğunu bulmuştur. Bu doğrusal ilişki, elementlerin atom numarası ile X-ışınlarının enerjisi arasında belirgin bir ilişki olduğunu gösterir ve bu da EDX analizinde kullanılan önemli bir bilgidir (Goldstein vd. 2017).

SEM analizleri için örnekler, etanol çözeltisinde hazırlandıktan sonra bazen bakır şeritler üzerine, bazen de karbon bantlara bir damla damlatılarak kurutulur. Yüzeyin iletkenliğini artırmak amacıyla yaklaşık 5 nm kalınlığında altın ile kaplanır. EDX analizleri 400 μm^2 alan üzerinde gerçekleştirilir.



Şekil 3.5.: Quanta FEG 250 model FEİ, Hollanda SEM-EDX cihazı

X-ışını radyografisi (XRD), bir nesnenin içinden geçen yoğunluğun, absorpsiyonun yerel değişimi nedeniyle iç yapısının görünür hale getirilmesini sağlayan filmler veya dedektörler kullanılarak kaydedilmesine dayanan bir görüntüleme tekniğidir. XRD yöntemleri, kristallerin X-ışınlarını karakteristik bir şekilde kırarak kristalin fazların yapısının kesin bir şekilde incelenmesine olanak sağlama yeteneğine dayanmaktadır. Kaydedilen kırınım desenleri, bir numunenin çeşitli mikro ve makroyapısal özelliklerinin ilave katkılarını içerir. Tepe konumu ile kafes parametreleri, uzay grubu, kimyasal bileşim, makro gerilimler veya niteliksel faz analizi araştırılabilir. Pik yoğunluğuna bağlı olarak kristal yapı (atomik konumlar, sıcaklık faktörü veya doluluk) ile doku ve niceliksel faz analizleri hakkında bilgi elde edilebilir. Son olarak tepe şekli, numune genişletme katkıları (mikro gerilimler ve kristalit boyutu) hakkında bilgi verir (Epp 2016).

d , Bragg Yasası ile hesaplanan kristalin düzlemler arası mesafesidir (d), λ x-ışınının dalga boyudur, θ kırılan dalganın açısıdır ve n kırılan ışının derecesi olarak bilinen tamsayıdır (Arslan 2014).

$$n \lambda = 2 d \sin (\theta) \quad (2)$$

XRD ölçümleri, STOE-STADI MP dikey sistemde, iletim modunda Cu'nun $K\alpha$ ($\alpha = 0.15406$ nm) ışını kullanılarak 2θ (Theta) = 10-80 aralığında ölçülür.



Şekil 3.6.: Thermo Scientific ARL X'TRA modeli XRD cihazı.

X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), geniş bir malzeme yelpazesine uygulanabilmesi ve incelenen malzemenin yüzeyinden değerli niceliksel ve kimyasal durum bilgileri sağlaması nedeniyle en yaygın kullanılan yüzey analiz tekniğidir (Aziz ve Ismail 2017).

XPS'de numune yumuşak x-ışınları (enerjileri ~6 keV'den düşük) ile ışınlanır ve yayılan elektronların kinetik enerjisi analiz edilmektedir. Yayılan fotoelektron, x-ışını enerjisinin çekirdek seviyesindeki bir elektrona tamamen aktarılmasının sonucudur. Bu matematiksel olarak Denklem 1'de ifade edilmiştir. Bu eşitliğe göre x-ışınının enerjisinin ($h\nu$), elektronun bağlanma enerjisine (BE) (bağlandığı atoma/orbitale ne kadar sıkı bağlandığı) artı kinetik enerjiye (KE) eşit olduğu belirtilmiştir. Yayılan elektronun artı spektrometre çalışma fonksiyonu (Φ_{spec}) sabit bir değerdir.

$$BE = h\nu - KE - \Phi_{spec}. \quad (1)$$

Bir elektronun bağlanma enerjisini belirlemek için Denklem 2'de ifade edilmiştir.

$$h\nu = BE + KE + \Phi_{spec}. \quad (2)$$



Şekil 3.7.: XPS analizi için kullanılan Thermo Scientific K-Alpha, ABD cihazı

Fotoelektron zirveleri, çıkarıldıkları element ve yörüngeye göre not edilmiştir. Örneğin “O 1s”, bir oksijen atomunun 1s yörüngesinden yayılan elektronları tanımlar. Bağlanma enerjisi x-ışını kaynak enerjisinden daha az olan herhangi bir elektron numuneden yayınlanmalı ve XPS tekniği ile gözlemlenmelidir. Bir elektronun bağlanma enerjisi maddi bir özelliktir ve onu fırlatmak için kullanılan x-ışını kaynağından bağımsızdır. Farklı x-ışını kaynaklarıyla deneyler yapıldığında fotoelektronların bağlanma enerjisi değişmeyecektir; ancak yayılan fotoelektronların kinetik enerjisi Denklem 1'de tanımlandığı gibi değişecektir(Stevie ve Donley 2020).

XPS, yüzey karakteri ve elementel kompozisyon ölçümleri için X-ışını fotoelektron spektroskopisi kullanılarak gerçekleştirilir.

Termogravimetrik analiz, sıcaklıktaki değişime bağlı olarak malzemelerin ağırlığındaki değişiklikleri ölçer. Bu nedenle analiz, ağırlık, sıcaklık ve sıcaklık değişiminin ölçümü için yüksek hassasiyet gerektirir. TG/DTA analizleri için genellikle 5-10 mg katı malzeme, 20 °C/dakika ısıtma hızıyla standart bir ağırlığa göre ayarlanarak, azot atmosferinde 900 °C'ye kadar ısıtılır.



Şekil 3.8.: Pelkin Elmer STA 6000 modeli TG-DTA cihazı

Fourier dönüşümü kızılötesi görüntüleme (FT-IR) analizi, numunelerin taranması için kızılötesi ışık kullanılarak organik, inorganik ve polimerik malzemelerin tanımlanması için kullanılır. FTIR, bilinmeyen malzemelerin tanımlanması ve karakterize edilmesinde, bir malzemedeki kirletici maddelerin tespit edilmesinde, katkı maddelerinin bulunmasında ve ayrışma ve oksidasyonun tanımlanmasında faydalıdır (Titus, Samuel, ve Roopan 2019).

Fourier dönüşümü, sinyalin, Denklem 3'e göre, gecikmenin bir fonksiyonu olduğu zaman alanından, frekansın bir fonksiyonu olduğu frekans alanına dönüştürüldüğü bir kod çözme prosedürüdür: burada x gecikmedir; $I(x)$ interferogram; ν herhangi bir dalga sayısıdır ve $S(\nu)$ spektrumdur.

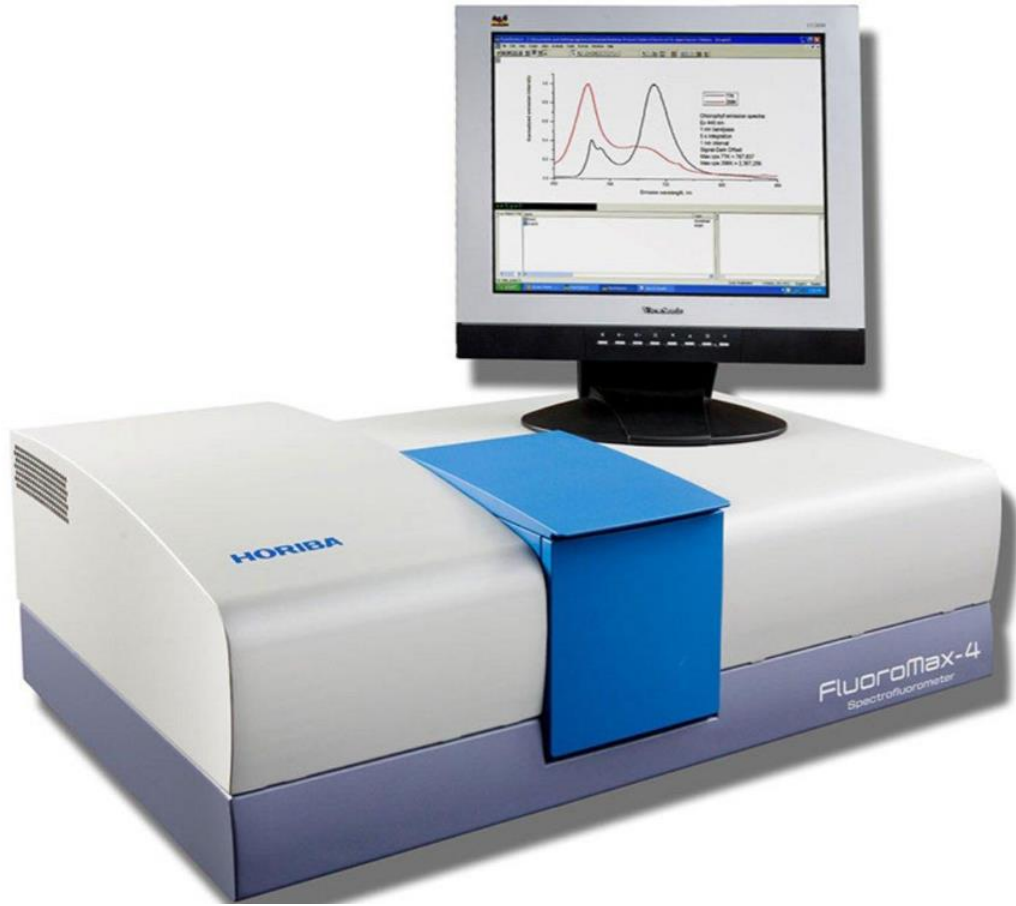
$$S(\nu) = 2 \int I(x) \cos(2\pi\nu x) dx \quad (3)$$

Partikül sentezi ve kaplamaların modifikasyonları için Shimadzu-IRTracer-100 (Japonya) model ATR modüllü FT-IR kullanılır.



Şekil 3.9.: Carry 600 serili ATR modüllü FT-IR cihazı

Fotoluminesans spektroskopisi (PL), fotonların kendiliğinden yayılmasıdır, oysa uyarılmış foton emisyonu, lazer malzemelerinin de PL çalışmasıyla analiz edildiği veya karakterize edildiği katı hal ve yarı iletken lazerlerde önemli bir rol oynar. PL spektroskopisi sıfır arka plan ölçümüdür ve dolayısıyla yarı iletkenler, yalıtkanlar, biyolojik ortamlar ve tıp dahil olmak üzere çeşitli inorganik ve organik malzemeleri karakterize etmek için hassas bir optik yöntemdir (Aoki 2012).



Şekil 3.10.: Horiba marka fluoromax-4 spektroflorometre

UV-Spektrofotometresi yöntemi ile, sırasıyla ultraviyole ve görünür bölge dalga boyları için bir döteryum veya tungsten lamba, numune ve referans ışınları, bir detektör ve bir monokromatörden oluşur. Numuneyi UV ışığına maruz bırakmak UV spektrumunu verecektir. Küvetler numune tutmak için kullanılır ve numuneleri ışık yoluna sokmak için cihazın içinde tutulur. Küvet olarak cam, plastik, silika veya

kuvars hücreler kullanılabilir. Plastik ve cam küvetler 310 nm'nin altındaki dalga boylarını emer, dolayısıyla bu dalga boyunun altındaki absorbans çalışmaları için kullanılamazlar. Bu nedenle kuvars küvetler, 180 nm'nin üzerindeki dalga boylarına karşı şeffaf olduklarından ultraviyole aralığındaki absorpsiyon ölçümleri için kullanılır (Titus vd. 2019).

Beer-Lambert yasası—Belirli bir dalga boyunda, bir numunenin absorbansı absorban maddenin konsantrasyonuyla doğru orantılıdır ve yol uzunluğu, yani ;

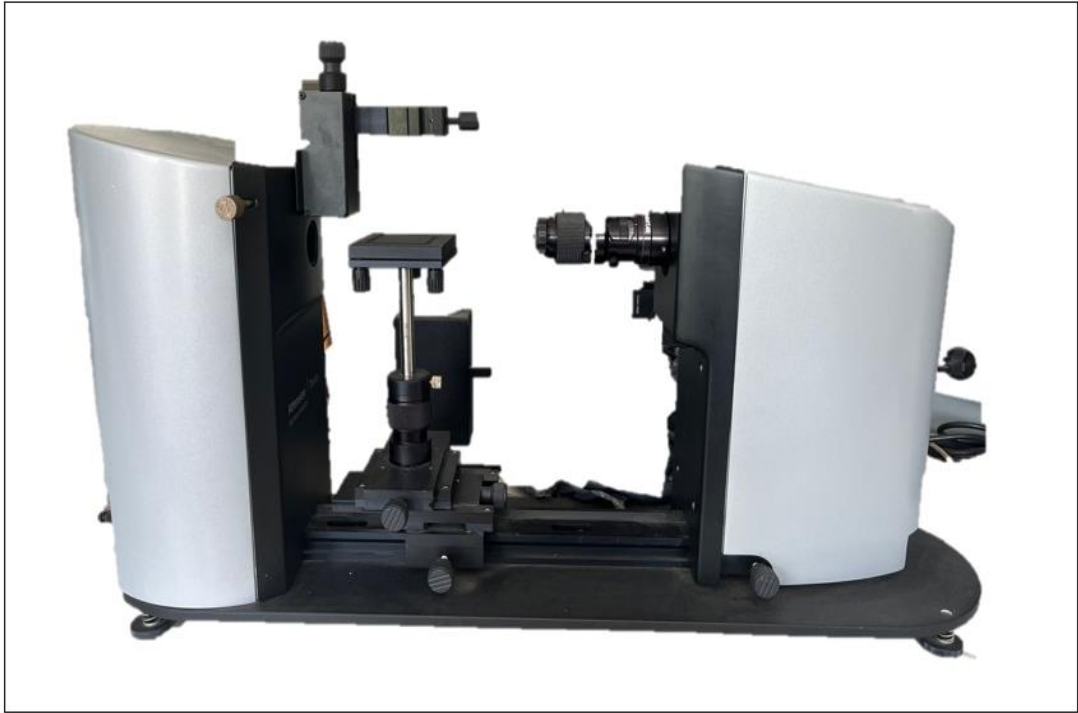
$$A=\epsilon cl$$

burada A absorbans, ϵ absorbtivite, c ise konsantrasyon ve l yol uzunluğudur (Titus vd. 2019).



Şekil 3.11.: Optima markalı SP-3000nano UV-VIS Spektrofotometresi

Temas açısı, yüzeylerin su veya diğer bazı spesifik sıvı iticiliğini veya afinitesini tespit etmek için kullanılır. Kaplamaların temas açısı ölçümleri için Şekil 3.12'deki Theta Attention Optical Tensiometers kullanılmıştır. Optik tensiyometrenin temelinde, sıvıların yüzeyinde oluşan şekilleri ve bu şekillerin değişimlerini izlemek için bir görüntüleme sistemi bulunur. Bu, genellikle yüksek çözünürlüklü kameralar veya mikroskoplarla sağlanır. Optik tensiyometreler, sıvı yüzeyinin şeklini aydınlatmak için genellikle bir ışık kaynağı kullanır. Bu ışık kaynağı genellikle homojen bir aydınlatma sağlar ve sıvı-yüzey arayüzündeki değişimleri izlemek için kullanılır. Sıvının yüzeyinde oluşan şekilleri izleyerek temas açısını ölçer. Temas açısı, sıvı damlacığının yüzeydeki bir madde ile temas ettiği açıdır. Bu, sıvının yüzey gerilimi ve yüzey özellikleri hakkında bilgi sağlar. Elde edilen görüntüler ve veriler, genellikle bilgisayar programları aracılığıyla işlenir ve analiz edilir. Bu analiz, temas açısının doğru bir şekilde ölçülmesini sağlar ve yüzey gerilimi gibi önemli parametreleri belirler.



Şekil 3.12.: Theta Attention Optical Tensiometers

3.2. Metot

3.2.1. Metal Plakalar İin Temizleme Metodu

alıřmada kullanılan metal plakalar, yzeylelerinde yer alan kirliliklerden arındırılmak iin mai sabun ile 60°C’de 1 saat boyunca ultrasonik banyoda tutuldu. Ultrasonik banyodan sonra yzeyler durulanıp saf sudan geirildi. Kuruması iin 90°C 1 saat etvde tutuldu. Őekil 3.13’de ultrasonik banyo ve etvde kurutma iřlemleri gsterilmiřtir.

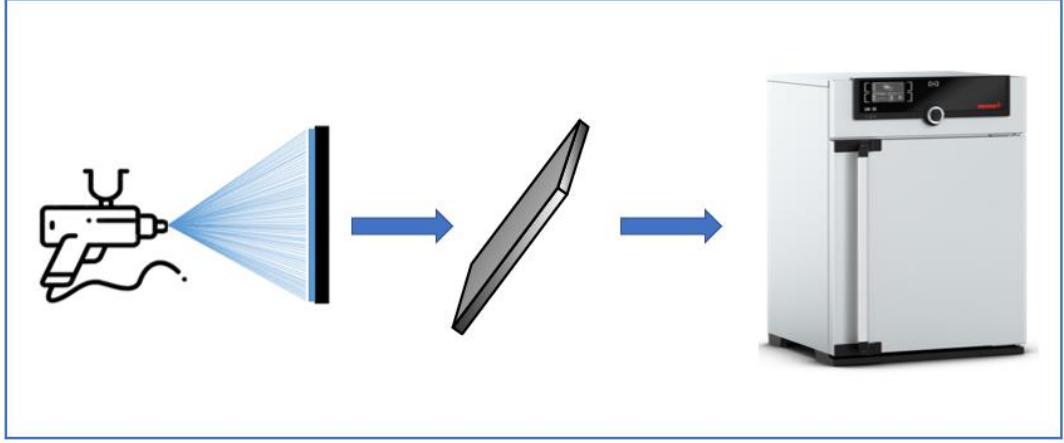


Őekil 3.13: Ultrasonik banyo ve etv grselleri

Kaynak: Arařtırmacı tarafından oluřturulmuřtur.

3.2.2. Kaplamaların Metal Plakalara Uygulanması

Bu alıřmada kaplamalar metal plakalara pskrtme(sprey) kaplama yntemiyle uygulanmıřtır. Sprey tabancasının haznesi yukardan monte edilmiřtir. Kaplama haznesi ve basınlı bir pskrtme sisteminden oluřan tabanca ile manuel bir Őekilde kaplama uygulanmaktadır. Manuel olarak, basınlı tabanca ile doldurulan multifonksiyonel nanokompozit kaplama malzemesi uygulanmıřtır. Kaplanan metal plakalar sertleřmesi iin etvde tutulmuřtur.



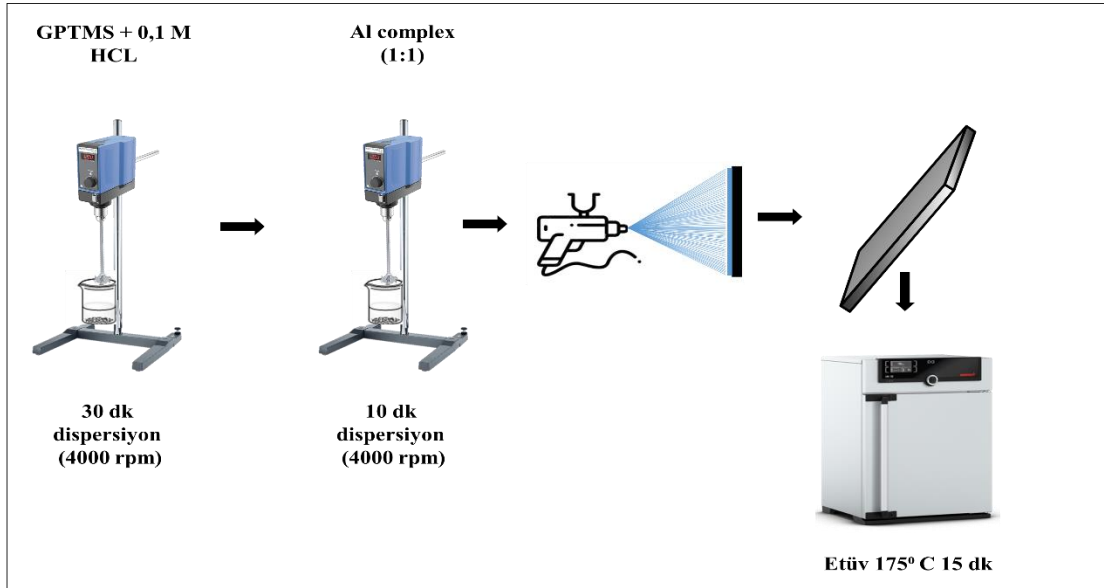
Şekil 3.14: Kaplamanın metal plakaya uygulanması ve etüvde kurutulması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

3.2.3. Multifonksiyonel Kaplama Hazırlanması

3.2.3.1. İnorganik-Organik Hibrit Kaplama

İnorganik-organik Hibrit bir kaplama elde edebilmek için bazı nanopartiküller sentezlenmiştir. Bu partiküllerin sentezi sonrası dispersiyon yapılmıştır. İnorganik-organik hibrit kaplamanın hazırlanması için Şekil 3.15.'deki adımlar izlenmiştir.

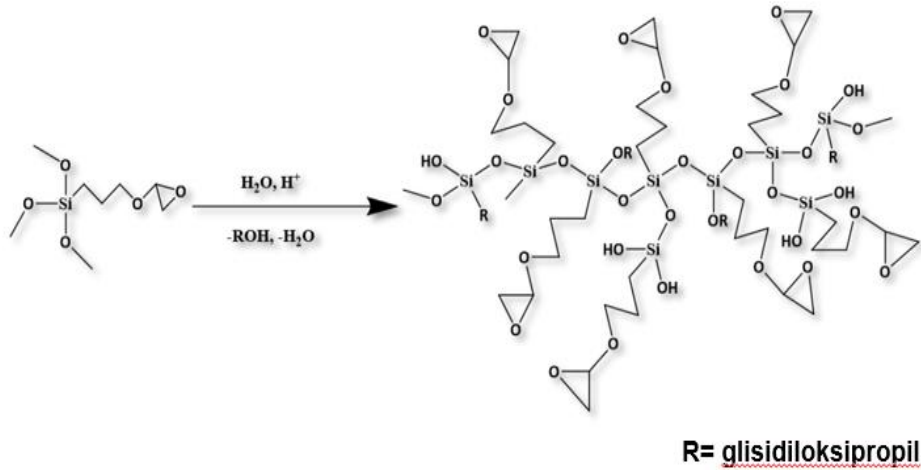


Şekil 3.15: İnorganik-organik Hibrit kaplamanın hazırlanması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

a) γ -glisidiloksipropiltrimetoksisilan bileşiminin ön hidrolizi

İnorganik-organik hibrit kaplamalar için γ -glisidiloksipropiltrimetoksisilan (GPTMS) bileşiminin ön hidrolizi çok önemlidir. Organik olarak modifiye edilmiş bir alkoksit parçası içeren epoksi halkası, yüksek reaktiviteye sahiptir, bu nedenle organik ve inorganik fazlar arasındaki etkileşimi güçlendirmek için birleştirme maddesi olarak sıklıkla kullanılır. γ -glisidiloksipropiltrimetoksisilan bileşiği multifonksiyonel nanokompozit kaplamada kullanılmadan önce hidroliz edilmesi gerekir. 1/1 mol oranında 0,1 M HCl çözeltisi ile 12 saat boyunca hidroliz edilir.



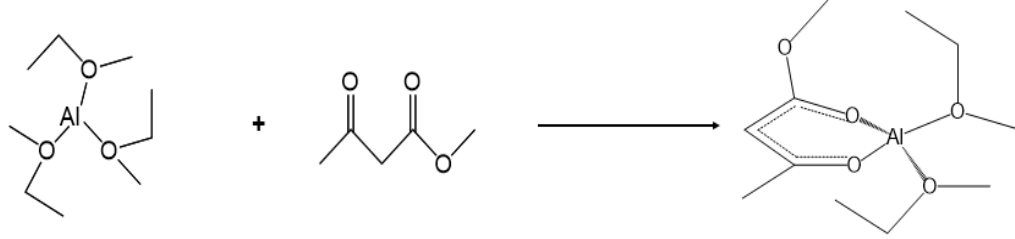
Şekil 3.16: GPTMS'nin Ön Hidrolizi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

b) Alüminyum trisec-bütoksit -HacacOEt (1:1) kompleksi oluşturma

Sol-jel işlemi, çeşitli bileşenlerin moleküler düzeyde karıştırılmasını sağlayarak çok bileşenli sistemlerin hazırlanmasını oldukça çekici kılar. Bu yöntemde, metal alkoksitler sıklıkla kullanılır çünkü çözelti içinde kolayca karışabilirler. Ancak, metal alkoksitlerin hidrolize yönelik reaktiviteleri farklılık gösterebilir, bu da çeşitli metal iyonlarının ortak bir ağ oluşturmasını zorlaştırabilir. Özellikle, alüminyum (Al) alkoksitler nem ve hidroliz ile ilgili sorunlar yaşarlar, bu da çok bileşenli sistemlerin hazırlanmasını zorlaştırır. Bu nedenle, Al alkoksitlerin kullanımıyla sol-jel işleminin daha iyi kontrol edilmesi ve nihai ürünün özelliklerinin ayarlanması için kimyasal

olarak modifiye edilmiş şelatlama ajanları (örneğin, β -ketoester bileşikleri) kullanılabilir.

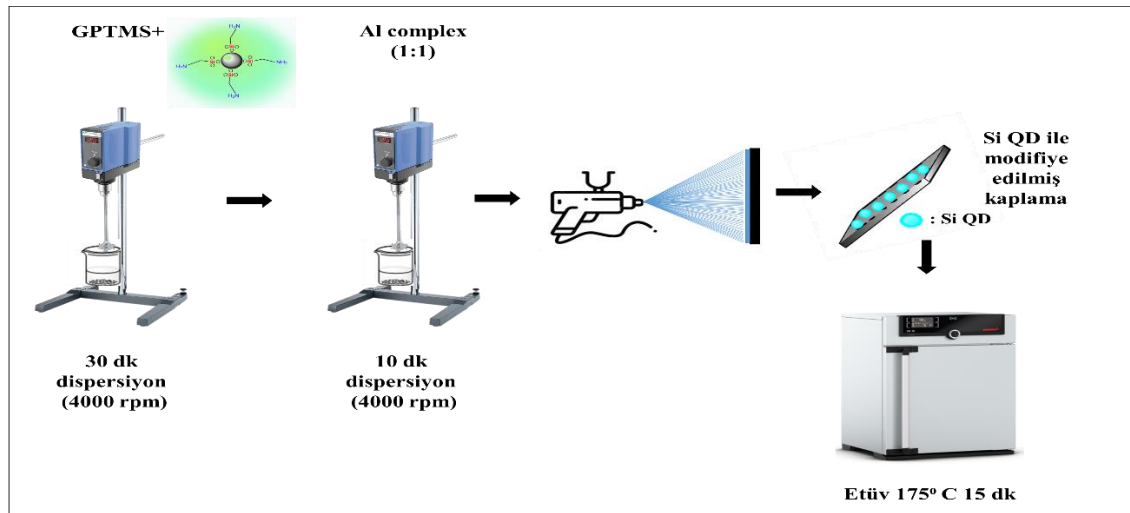


Şekil 3.17.: Alüminyum- trisec-bütoksit'in ligant (etilasetoasetat) ile kompleksi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

3.2.3.2.İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın Si QD ile Modifikasyonu

İnorganik-organik Hibrit kaplama hazırlandıktan sonra, ilave su (0,1 M HCl) yerine Si QD kullanılıp kaplamanın floresans özellik göstermesi amaç edinildi. Si QD partikülleri kullanılarak hazırlanan yeni kaplama çözeltisinin hazırlanma aşamaları Şekil 3.18.'da verilmiştir.

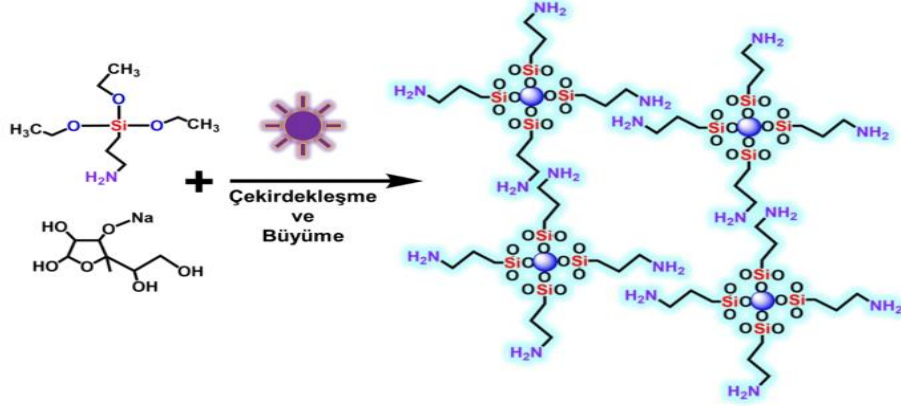


Şekil 3.18: İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın Si QD ile Hazırlanması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

a) Silikon Quantum Dot Hazırlanması

Si QD partikül üretimi için AMEO'nun içine %5 w/v L-askorbik asitten eklenerek 20 ml ye tamamlanır. Si QD partikülleri eldesi için OSRAM marka Ultravitalux 300W UV lambası kullanılmıştır. Manyetik karıştırıcı üzerinde belirli periyotlarla UV ışığına maruz bırakıldı. UV ışık kaynağı ile Şekil 3.19'de gösterildiği gibi reaksiyona sokulur.

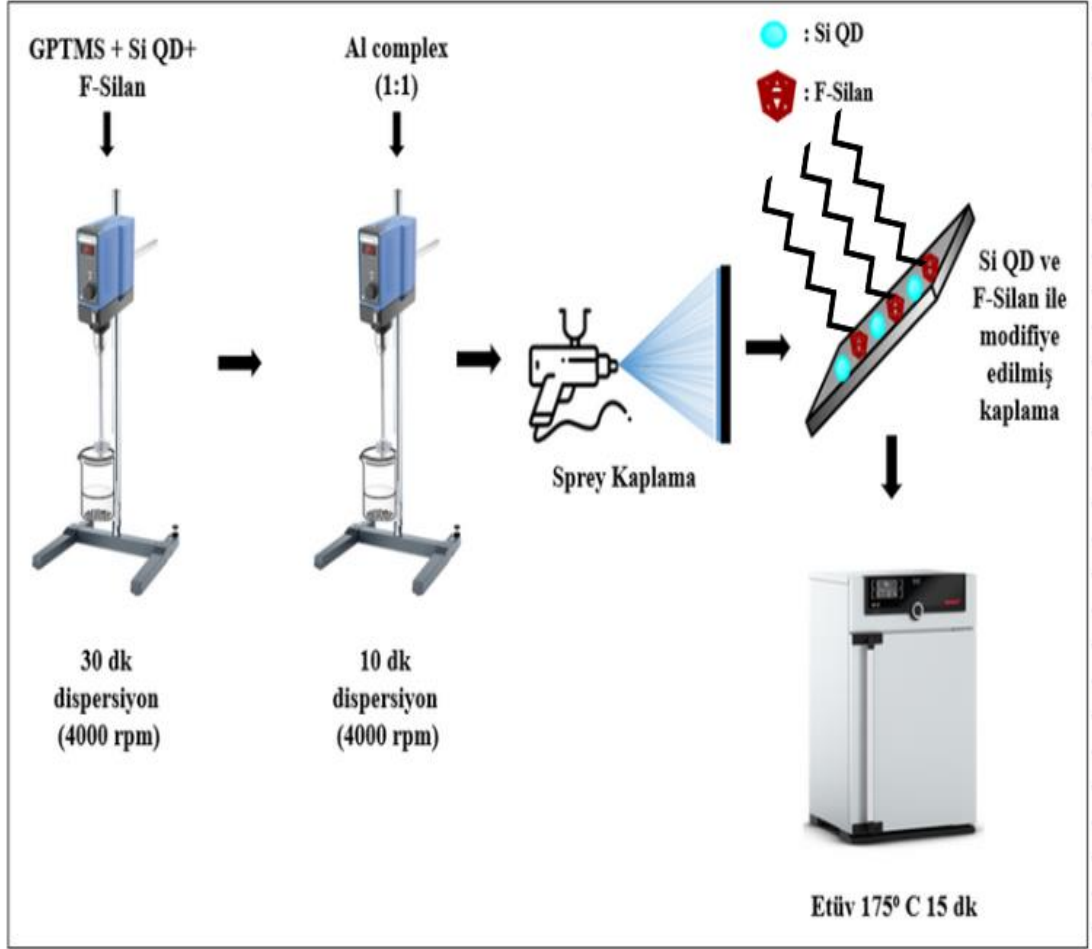


Şekil 3.19: Si QD partiküllerinin büyümesi ve bileşimi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

3.2.3.3.Si QD'lu İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın F-Silan ile Modifikasyonu

İnorganik-organik kaplama için Si QD eklenmiş kaplama çözeltisine F-silan ilavesi yapıldı. İlk yapılan deney çalışmalarında manyetik karıştırıcı kullanıldı ancak manyetik karıştırıcı ile hazırlanan hibrit kaplama çözeltisinin yeterli homojenliğe sahip olmaması nedeniyle bu çalışmadan itibaren devam çalışması olan çalışmalarda mekanik karıştırıcı kullanılmaya başlandı. Yüksek rpm hızı sebebiyle manyetik karıştırıcıya oranla daha hızlı ve istenilen homojenizasyonu sağlaması nedeniyle kaplamanın yüzey özelliklerini etkilediği gözlemlendi. Şekil 3.20.'da Si QD'lu inorganik-organik hibrit kaplamanın F-Silan ile hazırlanma aşamaları verilmiştir.

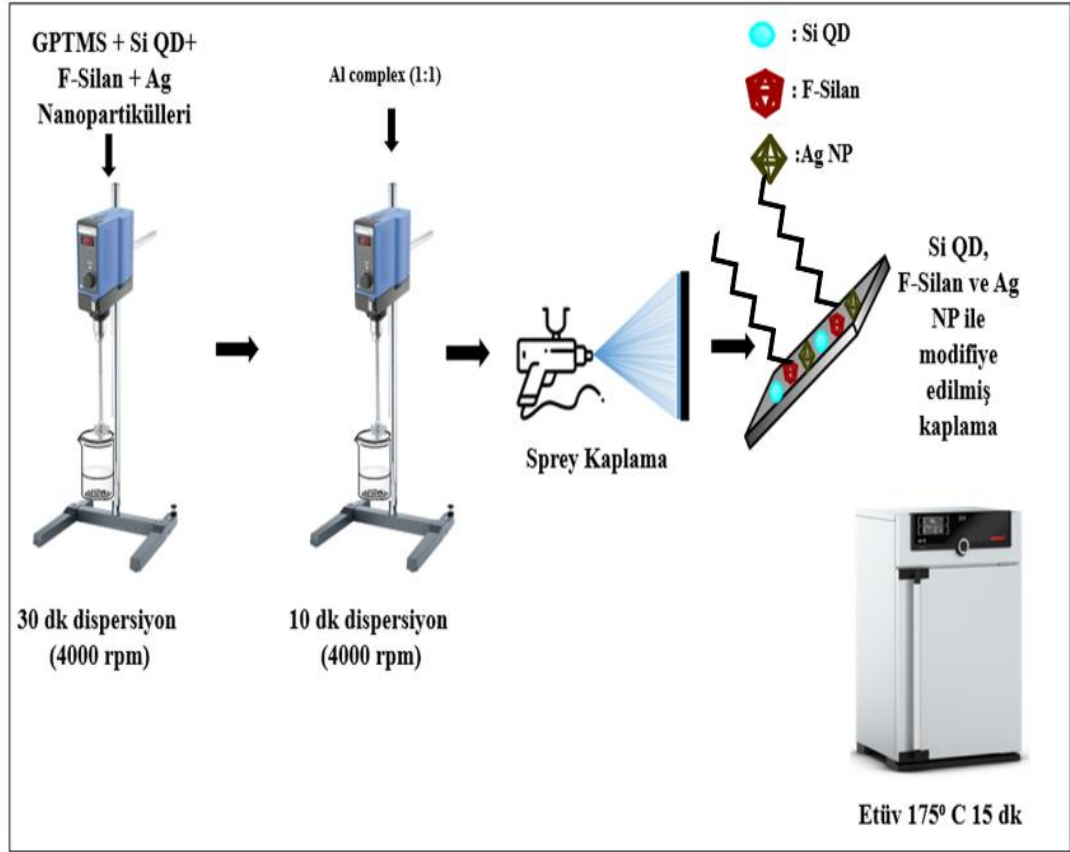


Şekil 3.20: Si QD'lu İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın F-Silan ile Hazırlanması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

a)F-Silan Ön Hidrolizi

F-8261, trimetoksisilan ($-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$) grupları içerir. Bu gruplar, suyla temas ettiklerinde hidroliz olabilirler ve silanol ($-\text{Si}(\text{OH})_3$) gruplarına dönüşebilirler. Hidroliz sonucu oluşan silanol grupları, kaplama yüzeyindeki diğer kimyasal gruplar veya yüzeylerle daha sağlam kimyasal bağlar oluşturabilir. Bu, kaplamanın yüzeye daha iyi tutunmasını sağlar ve dolayısıyla kaplamanın dayanıklılığını artırabilir. 1/1 mol oranında 0,1 M HCl çözeltisi ile 24 saat boyunca hidroliz edilir.

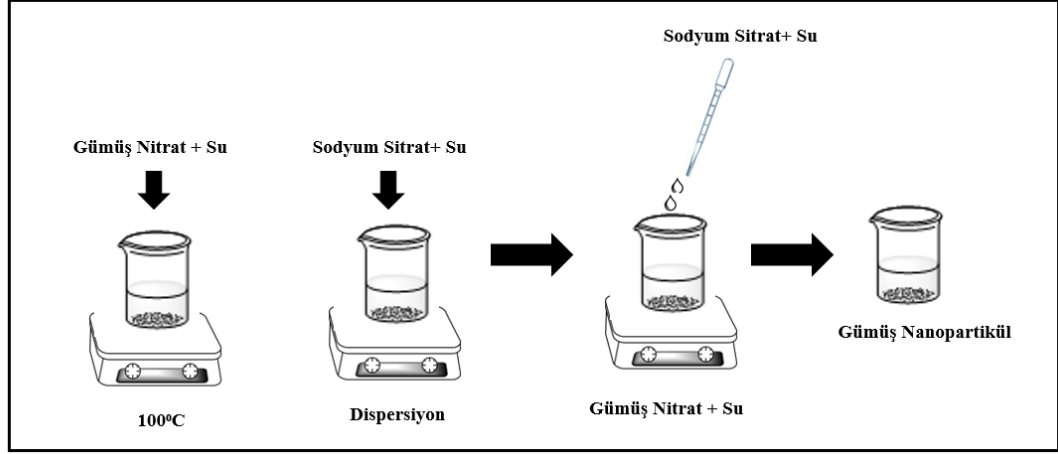


Şekil 3.22.: Si QD ve F-silan ile Modifiye Edilmiş İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın Ag nanopartikülleri ile Hazırlanması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

a)Gümüş Nanopartikül Sentezi

Gümüş (Ag) nanopartiküller Turkevich metodu ile sentezlenmiştir. Bir indirgeyicinin (sitrat, askorbik asit/askorbat) ve uygun reaksiyon koşulunun (sıcaklık, UV ışınması) kombinasyonu ile nanopartiküller sentezlenmektedir (Konnova vd. 2015). Şekil 3.23'de Ag nanopartiküllerinin sentezi verilmiştir.



Şekil 3.23.: Ag nanopartiküllerinin sentezi

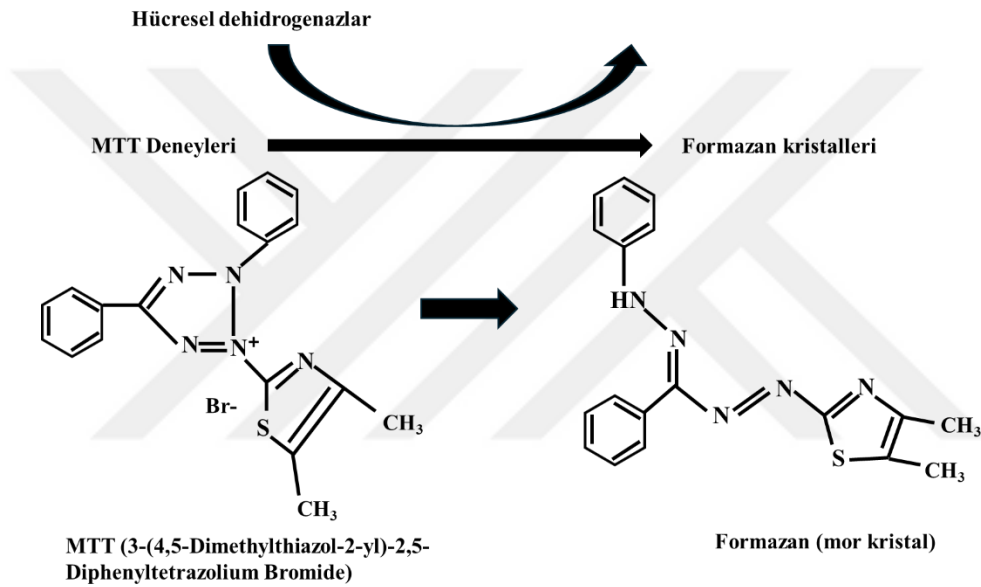
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

3.2.4. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar için Sitotoksosite Testi

Sitotoksosite, toksik maddelerin değerlendirilmesinin temel mekanizmalarından biridir. İn vitro sitotoksik aktiviteyi belirlemek için, test maddesinin neden olduğu insan veya hayvan hücrelerindeki fizyolojik süreçlerin bozulmasıyla ilgili değişiklikleri ölçmek için birden fazla teknik uygulanır. Sitotoksisiteyi değerlendirmek için kullanılan testler, sitotoksik aktiviteyi yansıtan farklı değişikliklerin doğrudan veya dolaylı olarak ölçülmesine olanak tanır, örneğin canlı ve ölü hücre sayısı, bazen hücre zarı bütünlüğünün belirlenmesiyle birlikte, hücre metabolizmasıyla ilgili enzim aktivitesinin ölçülmesi, hücre bölünme yeteneğinin belirlenmesi veya hücre kültüründeki toplam protein veya DNA'nın belirlenmesi (Twarużek vd. 2019). MTT testi, sarı renkli tetrazolyum tuzunun (MTT) mor renkli, suda çözünmeyen formazana dönüştürülmesine dayanan toksisite için kantitatif bir kolorimetrik testtir(Twarużek vd. 2019). Şekil 3.24'de hücre canlılığını ölçmek için MTT testinin formazan oluşumu gösterilmiştir.

MTT testleri için L929 hücre hattı kullanılmıştır. L929 hücre hattı, MTT testi ve diğer toksisite testlerinde kullanım için uygun bir modeldir çünkü bu hücreler yüksek proliferatif kapasiteleri, toksisiteye duyarlılıkları, genetik stabilite ve yaygın olarak kabul gören standart kültür koşullarına uygunlukları ile tanınırlar (Bhat vd. 2022).

MNK-1 (1), MNK-5 (2) ve MNK-4 (3)'in L929 hücre hatlarının canlılıkları üzerindeki etkisi MTT kolorimetrik testi ile belirlendi. Her hücre hattı, 96-kuyucuklu plakalarda kuyu başına 1×10^4 hücre yoğunluğunda ekildi ve 24, 48, 72 saat boyunca antibakteriyel kaplama maruziyeti ile işlendi. Daha sonra, her kuyucuğa 4 saat boyunca 10 µl MTT boyası (PBS'de 5 mg/ml) uygulandı. Mitokondriyal enzim aktivasyonu nedeniyle, MTT boyasından dönüştürülen formazan kristalleri 100 µl dimetil sülfoksit (DMSO) ile çözündürüldü. Süspansiyonun absorbansı, bir Biotek 800 TS Mikropilaka okuyucusu ile 590 nm'de ölçüldü.



Şekil 3.24.: Hücre canlılığını ölçmek için MTT testinin Formazan oluşumu.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

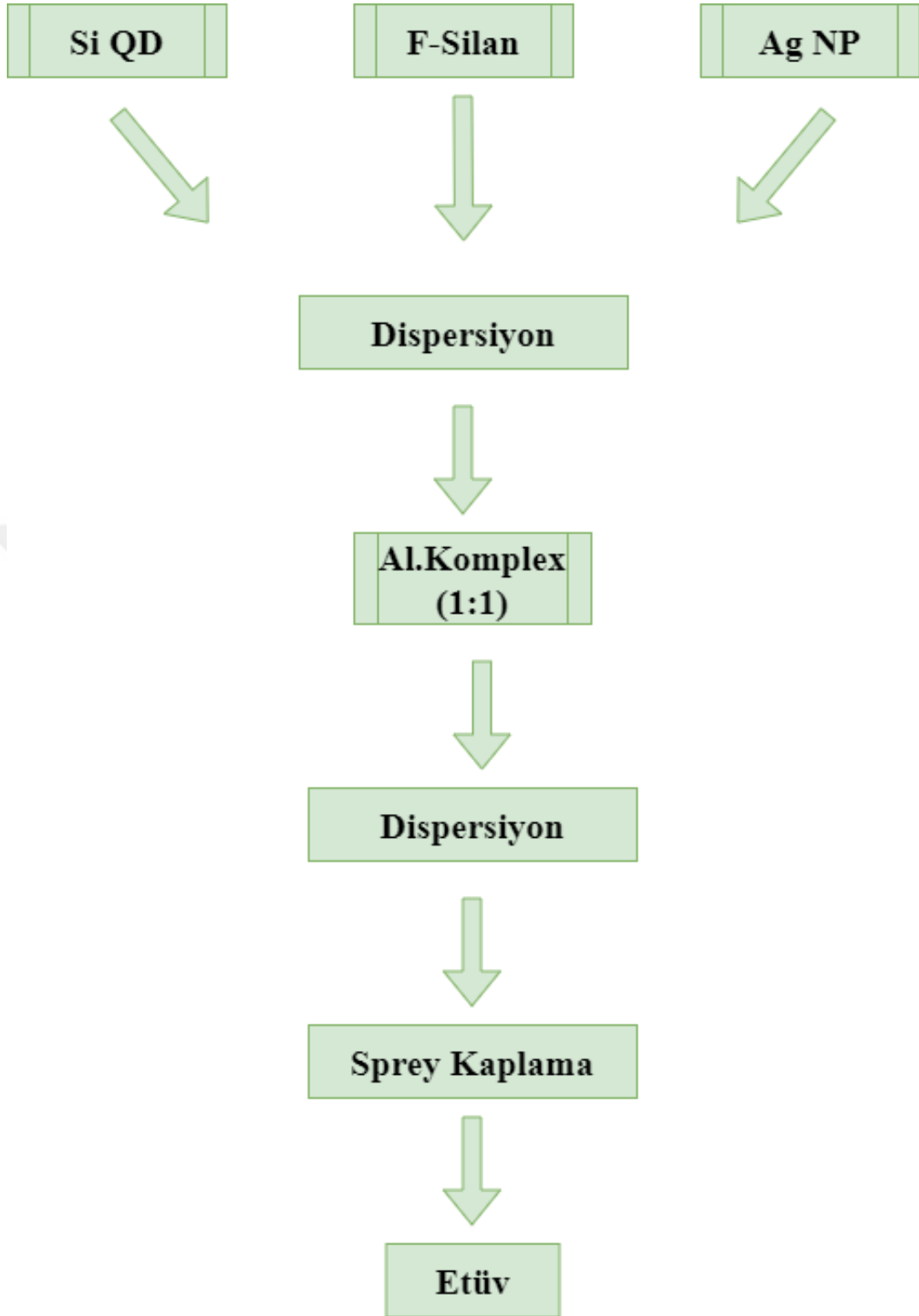
3.2.5. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar için Antibakteriyel Test

Multifonksiyonel nanokompozit kaplamaların antibakteriyel aktivitesini belirlemek için disk difüzyon testi kullanıldı. 18 saatlik besin suyu kültürlerinden, *E. coli* (ATCC 25922) ve *S. aureus* (ATCC 25923) süspansiyonları elde edildi ve 0,5 McFarland standart bulanıklığına (1,5108 CFU/mL) düzeltildi ve uygun bakteri yoğunluğuna (1:10) seyreltildi. Mueller-Hinton agar plakaları 0,1 mL bakteri süspansiyonu (1,5106 CFU/mL) ile yüklendi. Bakteri plakalı petri plakalarına yerleştirilmeden önce, yüzey kaplamaları 2 saat boyunca UV sterilizasyonuna tabi tutuldu. Disklerin etrafındaki

inhibisyon bölgesi, 37°C'de 24 saatlik inkübasyondan sonra dijital bir mikrometre kullanılarak ölçüldü.

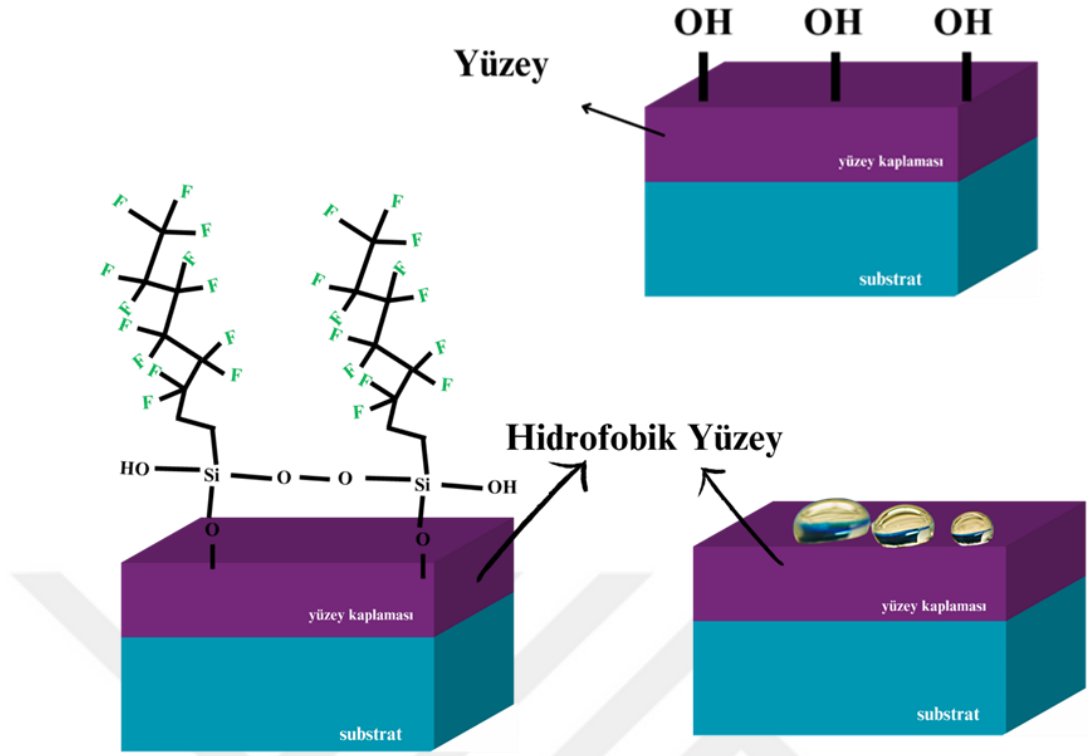
3.2.6. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamaların Oluşturulması için Akış Şeması

Multifonksiyonel nanokompozit bir kaplama elde edebilmek için çeşitli formülasyonlarla beraber inorganik-organik hibrit bir kaplama çözeltisi elde edilmiştir. Si QD ve F-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın Ag nanopartikülleri ile hazırlanması için Şekil 3.25.'deki akış şeması kullanılmıştır. Şekil 3.26'da F-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın sembolik gösterimi, Şekil 3.27'de Si QD ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın sembolik gösterimi, Şekil 3.28'de Ag NP ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın sembolik gösterimi, Şekil 329'da Si QD ve F-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın Ag nanopartikülleri ile hazırlanmış bir yüzey kaplamasının sembolik gösterimi verilmiştir. Tablo 3.2'de yapılan multifonksiyonel nanokompozit kaplamaların içerik listesi ve kaplama kodu verilmiştir.



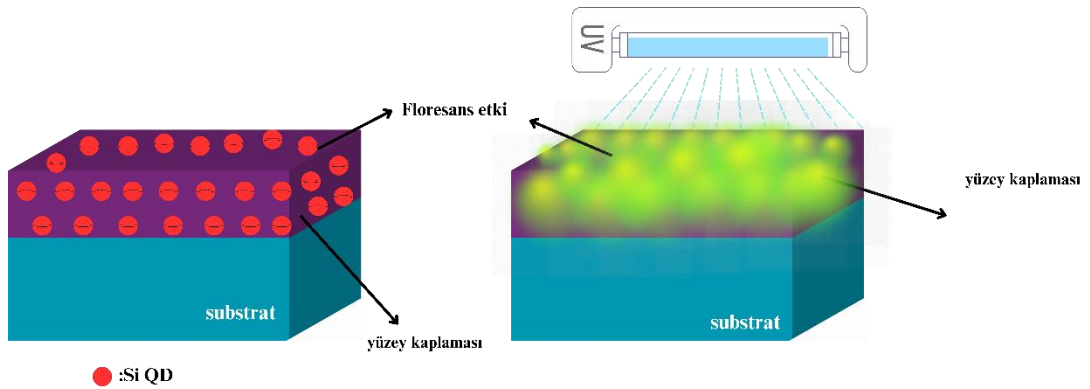
Şekil 3.25.: Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamanın Akış Şeması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



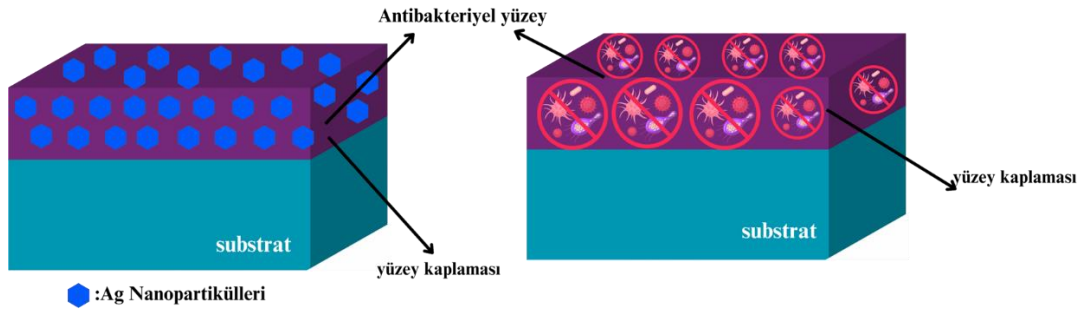
Şekil 3.26.: F-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın sembolik gösterimi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



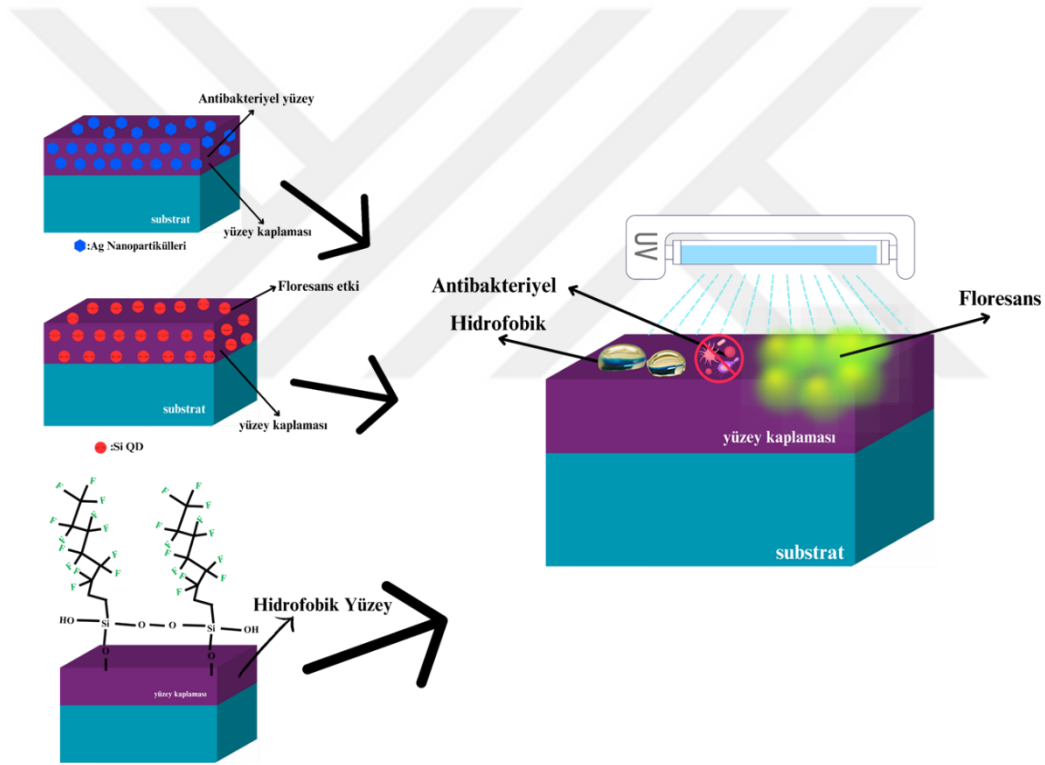
Şekil 3.27.: Si QD ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın sembolik gösterimi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 3.28.: Ag NP ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın sembolik gösterimi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 3.29.: Si QD ve F-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın Ag nanopartikülleri ile hazırlanmış bir yüzey kaplamasının sembolik gösterimi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 3.2. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplama Deneyleri ve İçerikleri

KAPLAMA KODU	GPTMS	Si QD	F-Silan	Ag Nanopartikülleri
MNK1	+	-	-	-
MNK2	+	+	-	-
MNK3	+	+	+	-
MNK4	+	+	+	+
MNK-5	+			+

DÖRDÜNCÜ BÖLÜM

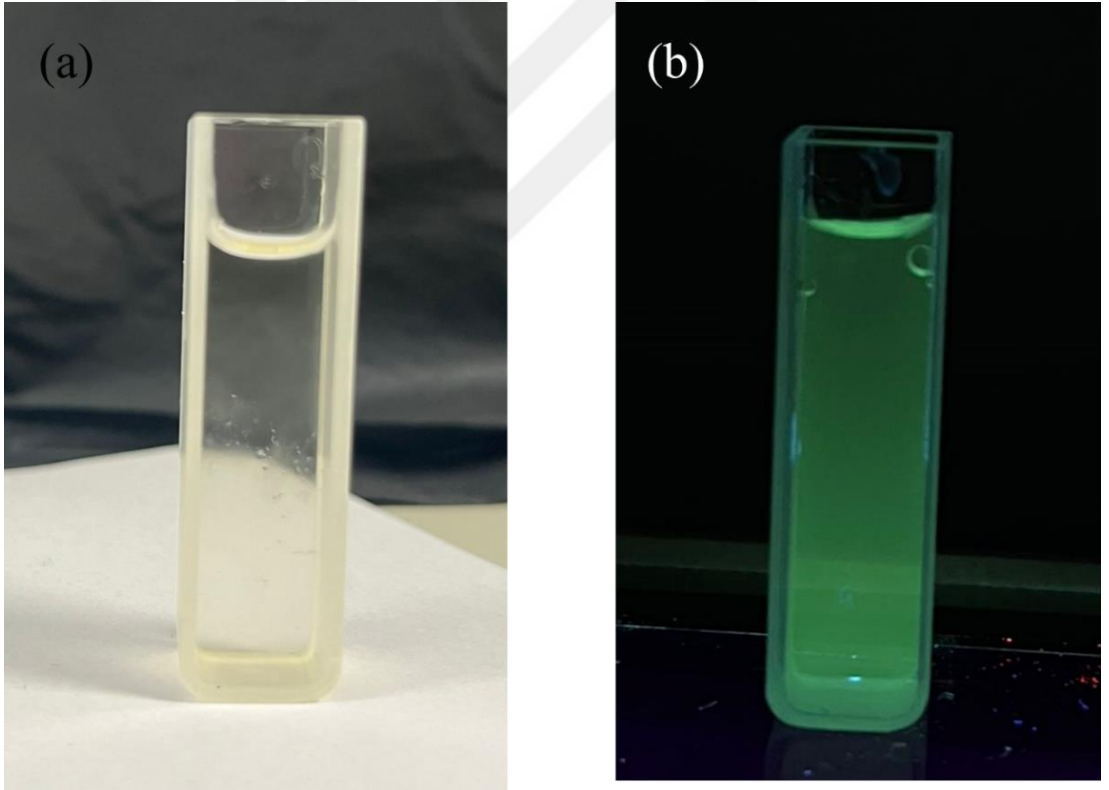
BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1.Partikül Sentezleri

4.1.1. Si QD Analizleri

Si QD sentezi, APTES'in UV aydınlatma altında sulu çözelti içinde sodyum askorbat ile indirgenmesiyle gerçekleştirildi.

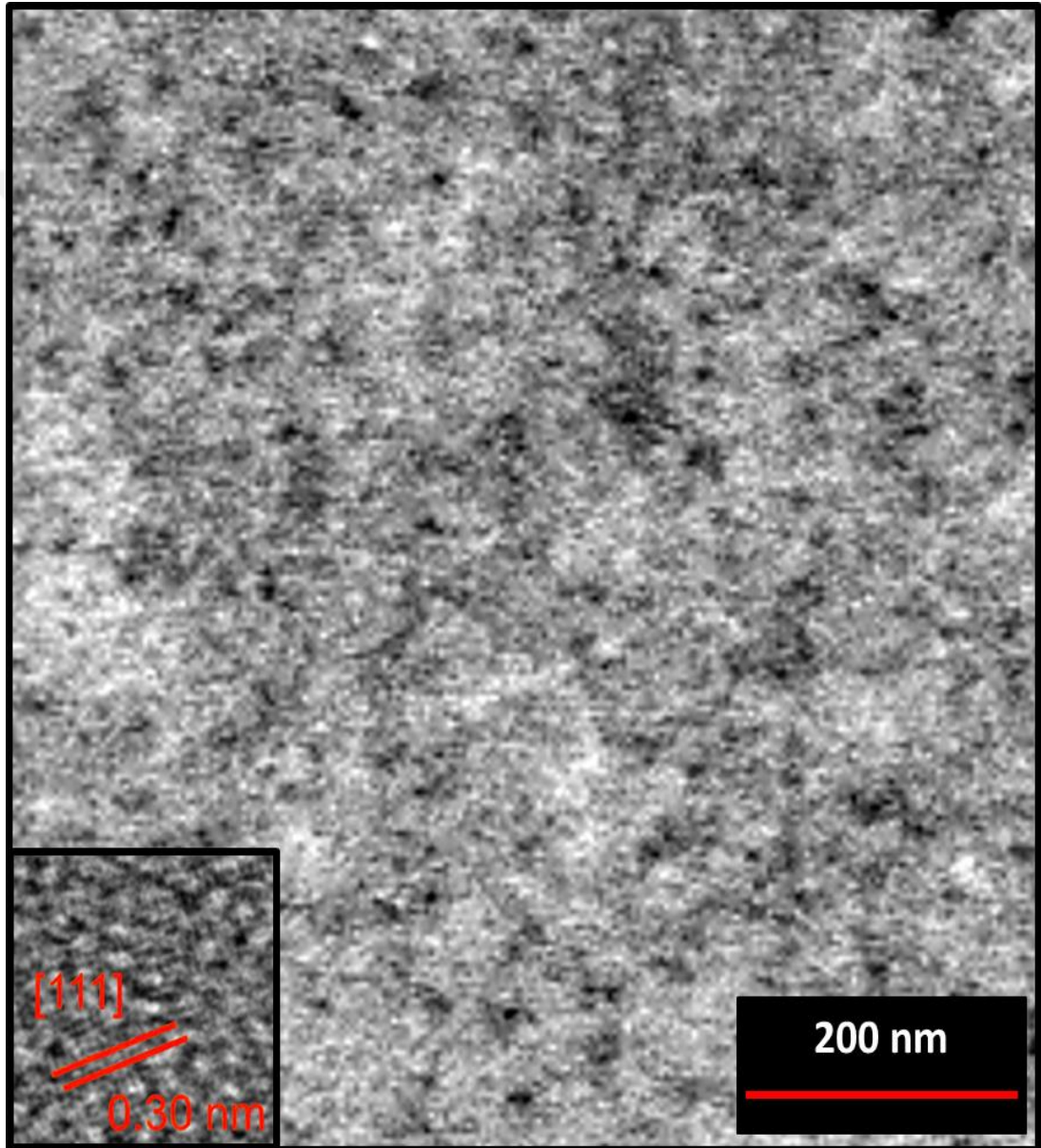
Görünür ışık ve UV uyarımı hallerinde Si QD partiküllerinin görünür emisyonları Şekil 4.1.'de verilmiştir. Si QD gün ışığında (Şekil 4.1.a) sarımsı-kahverengi bir renk verirken, UV uyarımı halindeyken (Şekil 4.2.a) parlak mavi-yeşil emisyon gösterdi.



Şekil 4.1: (a) Si QD'un gün ışığındaki görüntüsü, (b) Si QD'un UV uyarımı altında görünür emisyonu

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

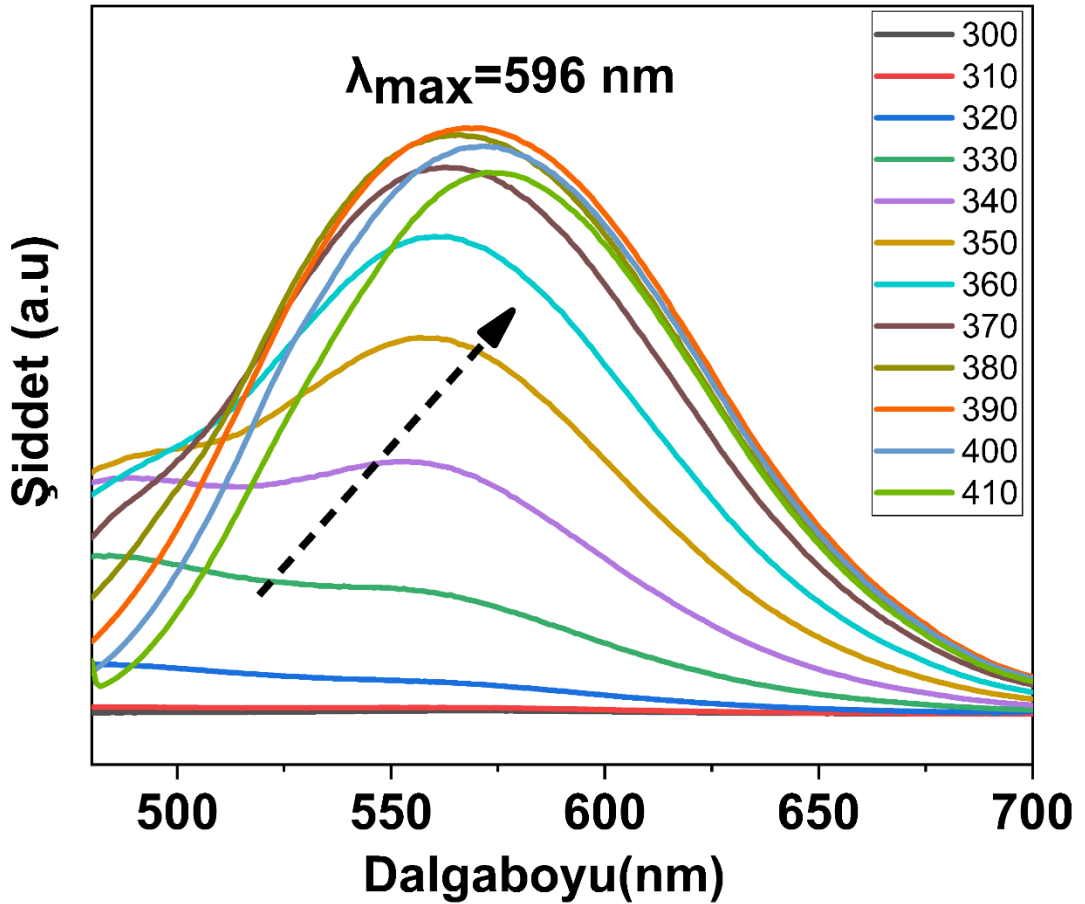
TEM analizi ile Si QD partiküllerinin parçacık boyutu ve dağılımının incelenmesi amaçlanmıştır. Sıfır kayıp koşulları altında 120 kV ile çalışan bir TEM cihazı ile analiz edildi. Si QD partikülleri için yapılan TEM analizleri Şekil 4.2’de verilmiştir. TEM tarafından görüntülediği gibi, Si QD partiküllerinin küresel bir şekle sahip çok küçük nanokristal boyutlarına sahip, tek dağılımlı olduğu görülmüştür.



Şekil 4.2: Si QD partiküllerinin TEM görüntüleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Fotoluminesans (PL) spektroskopisi, optik uyarım altında bir malzemeden kendiliğinden ışık emisyonunun araştırılmasıdır. PL analizi 318-800 nm dalga boyu aralığında kuvars küvette artma hızı 1 birim olacak şekilde analiz edilmiştir. SiQD'ların farklı dalga boylarındaki eksitasyonuna karşılık 350-700nm aralığındaki emisyonunun grafiği Şekil 4.3.'te verilmiştir. Bu grafik incelendiğinde Si QD 390 nm eksitasyonda 591nm ile maksimum şiddette emisyon gerçekleşmiş olduğu gözlemlenmiştir.

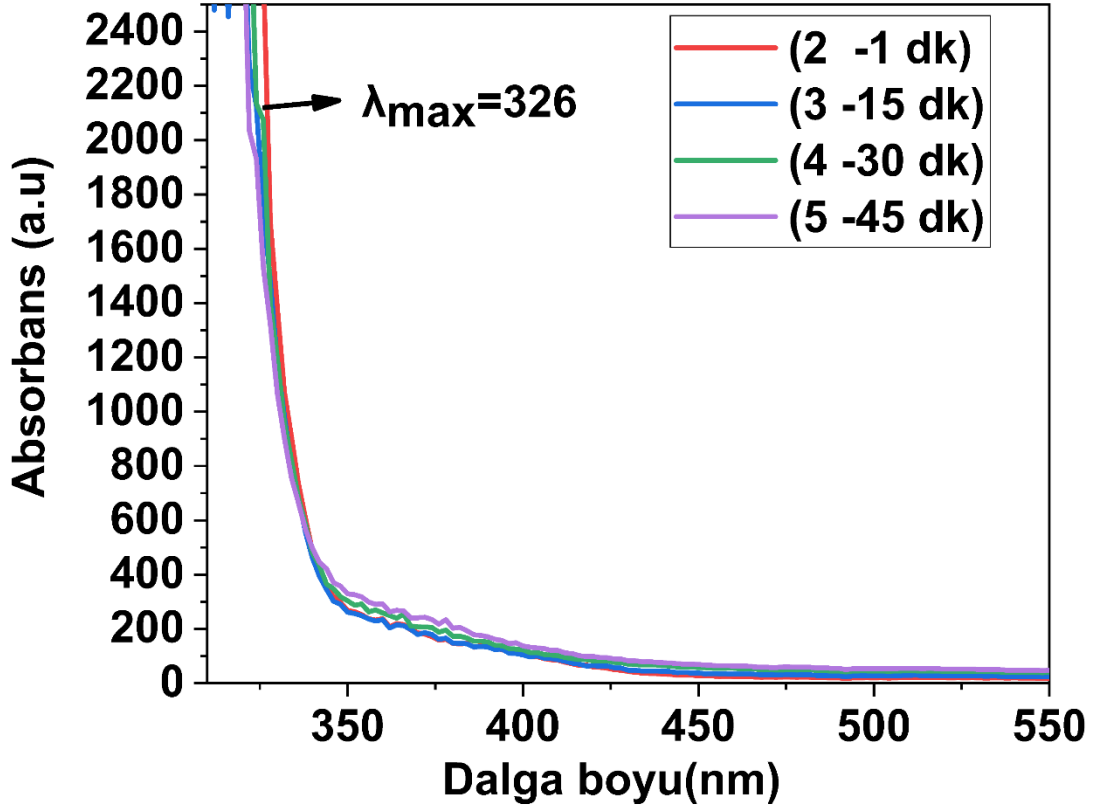


Şekil 4.3: Si QD farklı dalga boylarında uyarılması sonucu emisyon spektrumları

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Si QD partiküllerinin absorpsiyon özellikleri belirlenmesi amacıyla UV-Vis analizleri yapılmıştır. UV-Vis analizi artma hızı 2 birim olacak şekilde kuvars küvette 200-800 nm dalga boyu aralığında analiz edilmiştir. Si QD partiküllerinin 1-15-30 ve 45. Dakikalarında alınan aliquot örneklerinden UV-Vis analizi yapılmıştır. UV-Vis analiz

sonucuna göre λ_{max} değeri 326 nm'dir. Si QD partikülleri UV-Vis spektroskopisi ile 320-800 nm arasında analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre partiküllerin maviden yeşile kayan bir floresansa sahip olması anlaşılmıştır.



Şekil 4.4.: Si QD UV Spektrumu

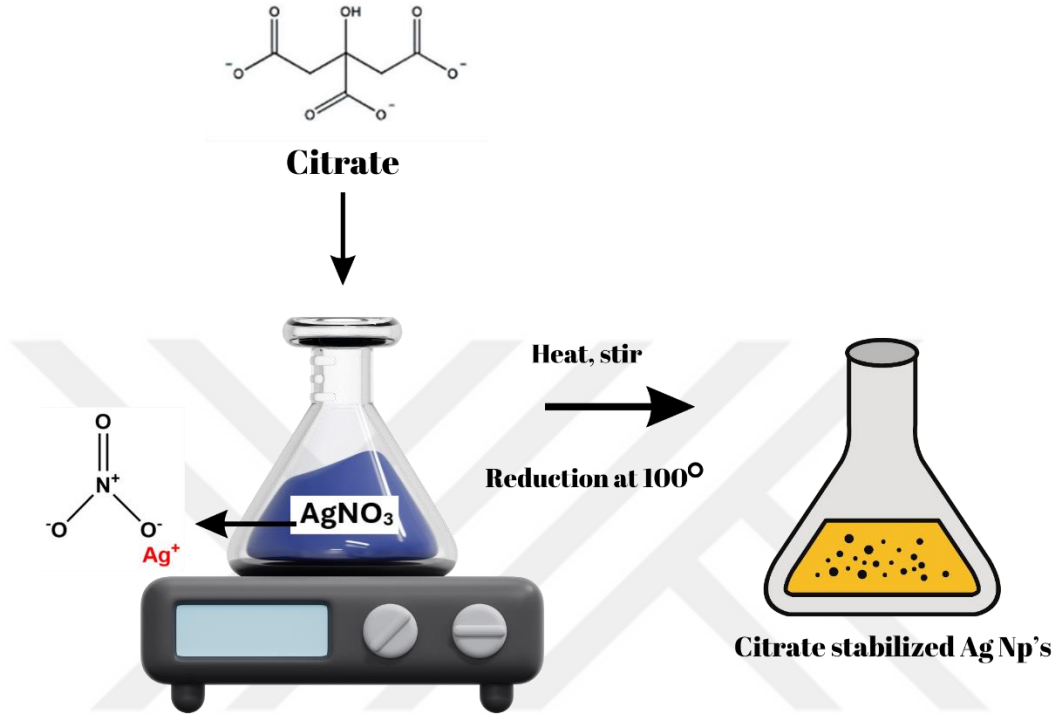
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

4.1.2. Gümüş Nanopartikül Analizleri

Gümüş nanopartiküllerinin bakterilere, virüslere ve diğer ökaryotik mikroorganizmalara karşı iyi antimikrobiyal etkinliği nedeniyle en etkili olduğu kanıtlanmıştır (Guo vd. 2013). Bu çalışmada gümüş nanopartiküllerin sentezlenmesi için Turkevich metodu uygulanmıştır. Konnova ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışma örnek alınarak Turkevich metodu ile gümüş partikül sentezlenmiştir (Konnova vd. 2015).

Gümüş nanopartiküllerin hazırlanmasında başlangıç maddeleri olarak gümüş nitrat ve trisodyum Sitrat tercih edildi. Gümüş kolloidi, kimyasal indirgeme yöntemi ile elde

edilmiştir. Reaktif maddelerin çözeltileri tamamen distile su kullanılarak hazırlandı. Spesifik konsantrasyonda 50 mL AgNO₃ çözeltisi kaynatıldı. Şekil 4.5’de Ag nanopartiküllerinin indirgenmesi şematik olarak gösterilmiştir.

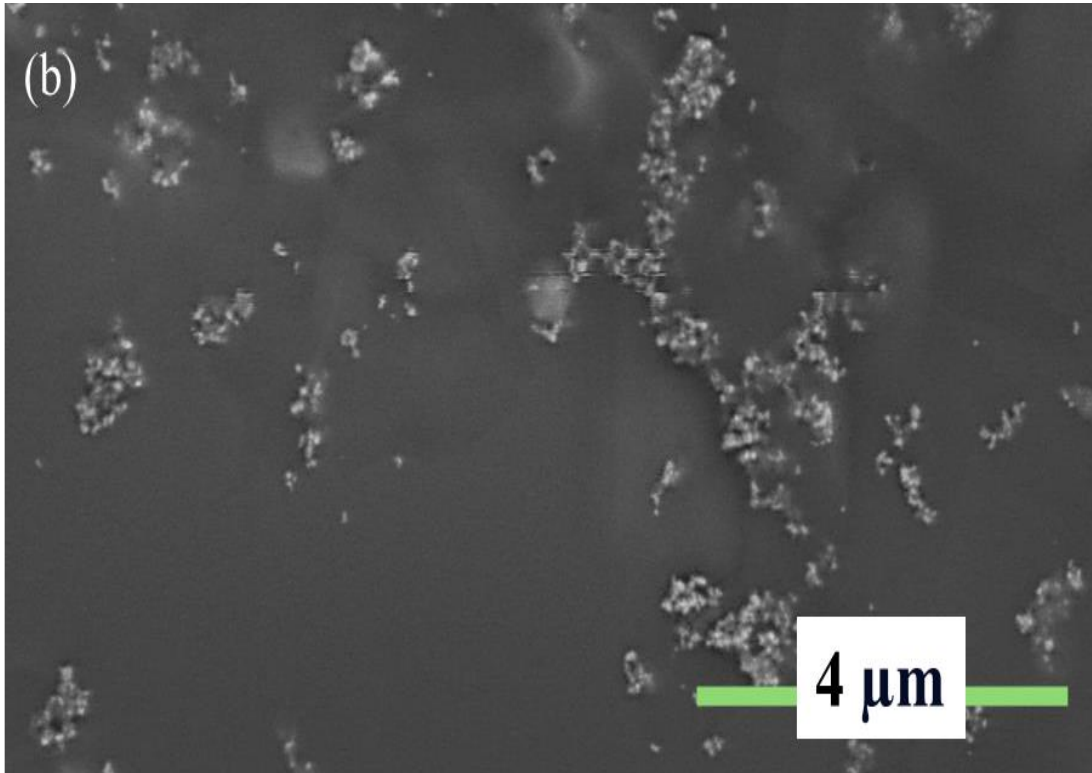
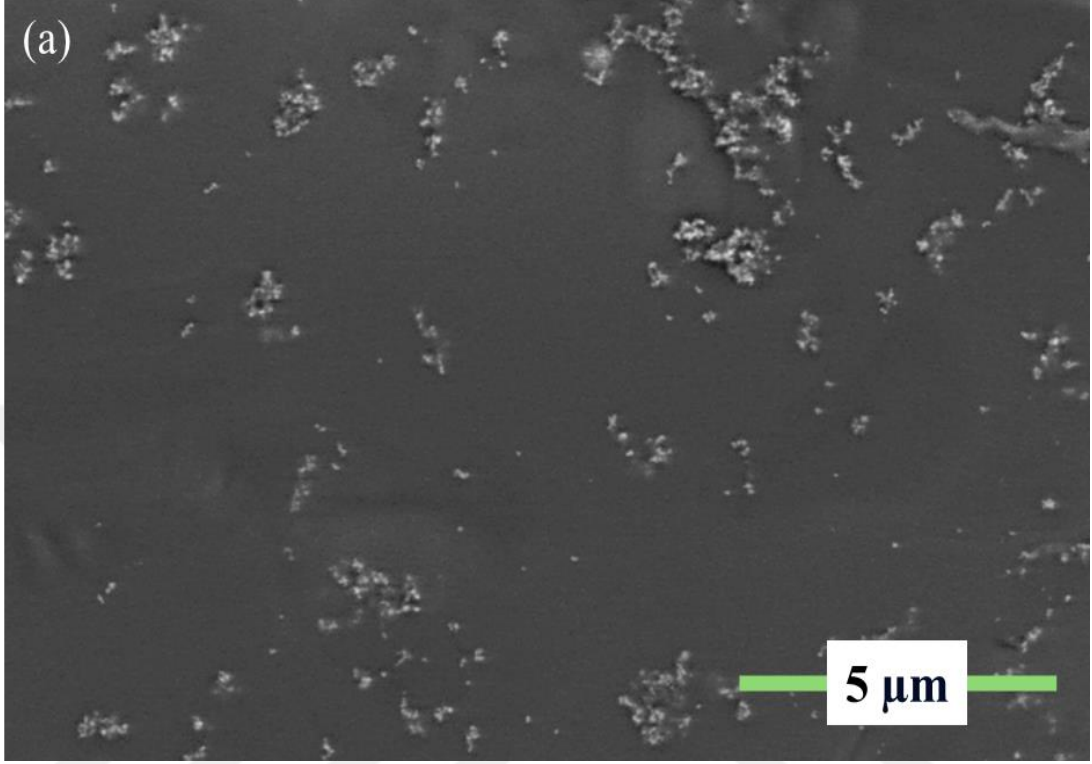


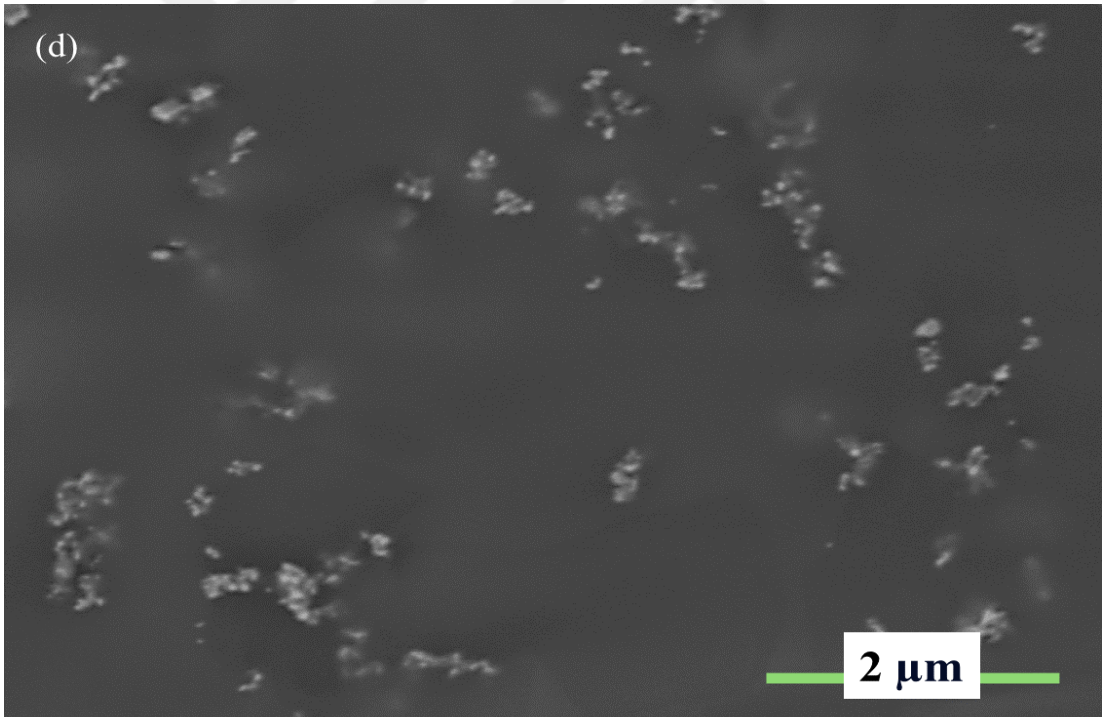
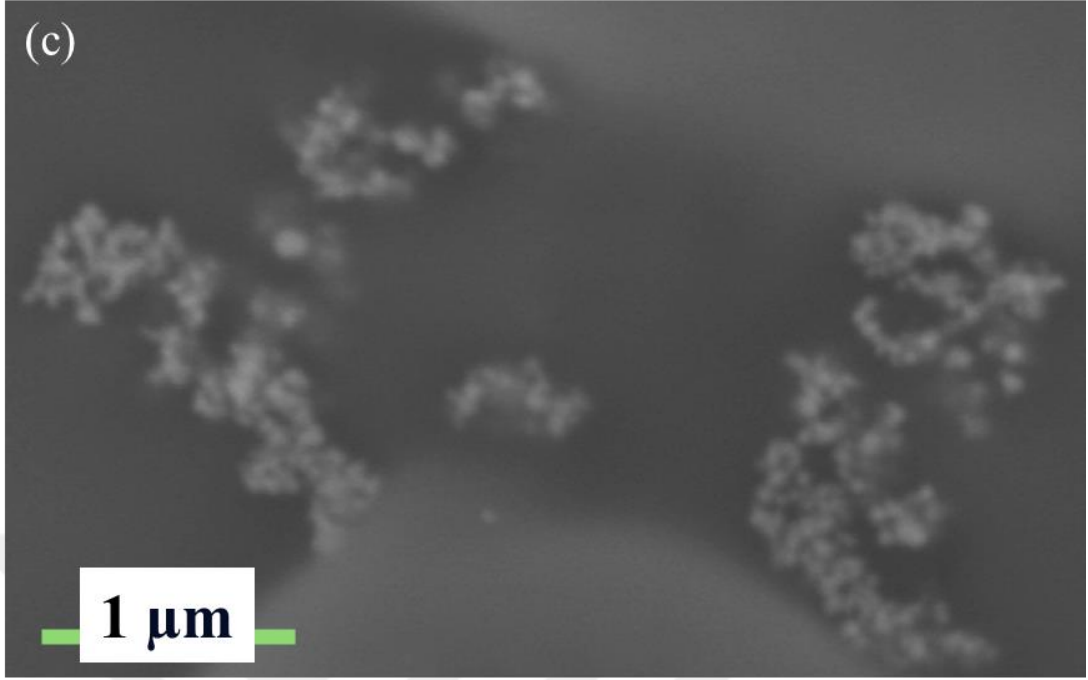
Şekil 4.5.: Ag nanopartiküllerinin indirgenmesi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Gümüş nanopartiküller sentezlendikten sonra SEM analizi yapılmıştır. SEM analizi, sentezlenen nanopartiküllerin boyut dağılımını belirlemek için kullanılır. Turkevich yöntemi genellikle 10-100 nm arasında nanopartikül boyutları üretir. SEM görüntüleri ve boyut analizi bu dağılımı gösterebilir. Gümüş nanopartiküllerinin şeklini ve yapılarını görsel olarak gösterir. SEM analizi, nanopartiküllerin yüzey pürüzlülüğü, düzgünlüğü ve porozitesi gibi özelliklerini gösterebilir. Bu özellikler genellikle sentez yönteminin detaylarına ve işlem koşullarına bağlı olarak değişir. SEM görüntüleri, nanopartiküllerin homojen dağılımını veya aglomerasyon durumunu gösterir. İyi bir sentez sonucunda, nanopartiküller genellikle homojen bir şekilde dağılmış olmalıdır. Aglomerasyon, nanopartiküllerin gruplar halinde bir araya gelmesi durumunu ifade

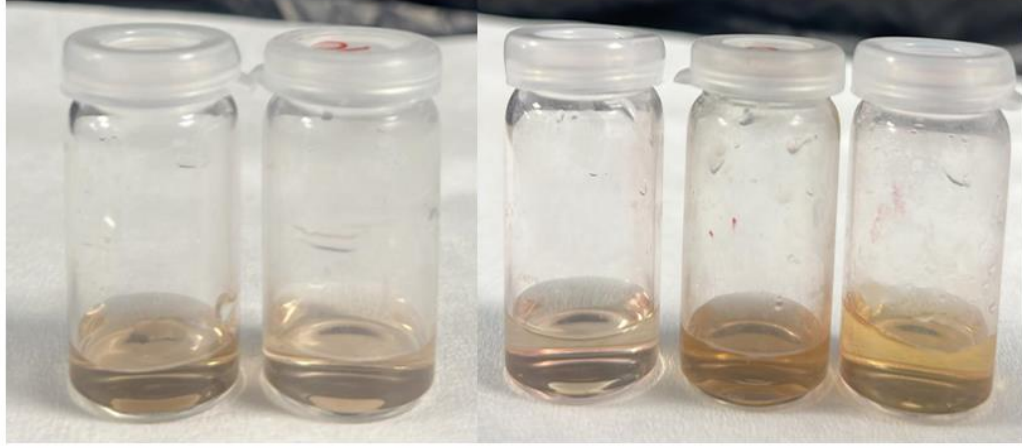
eder. Şekil 4.6'da Ag nanopartiküllerinin SEM görüntüleri verilmiştir. SEM görüntüleri detaylı olarak incelenecek olursa partikül dağılımı homojendir.





Şekil 4.6.: Ag nanopartiküllerinin SEM görüntüleri (a) 5 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 4 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 1 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 2 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

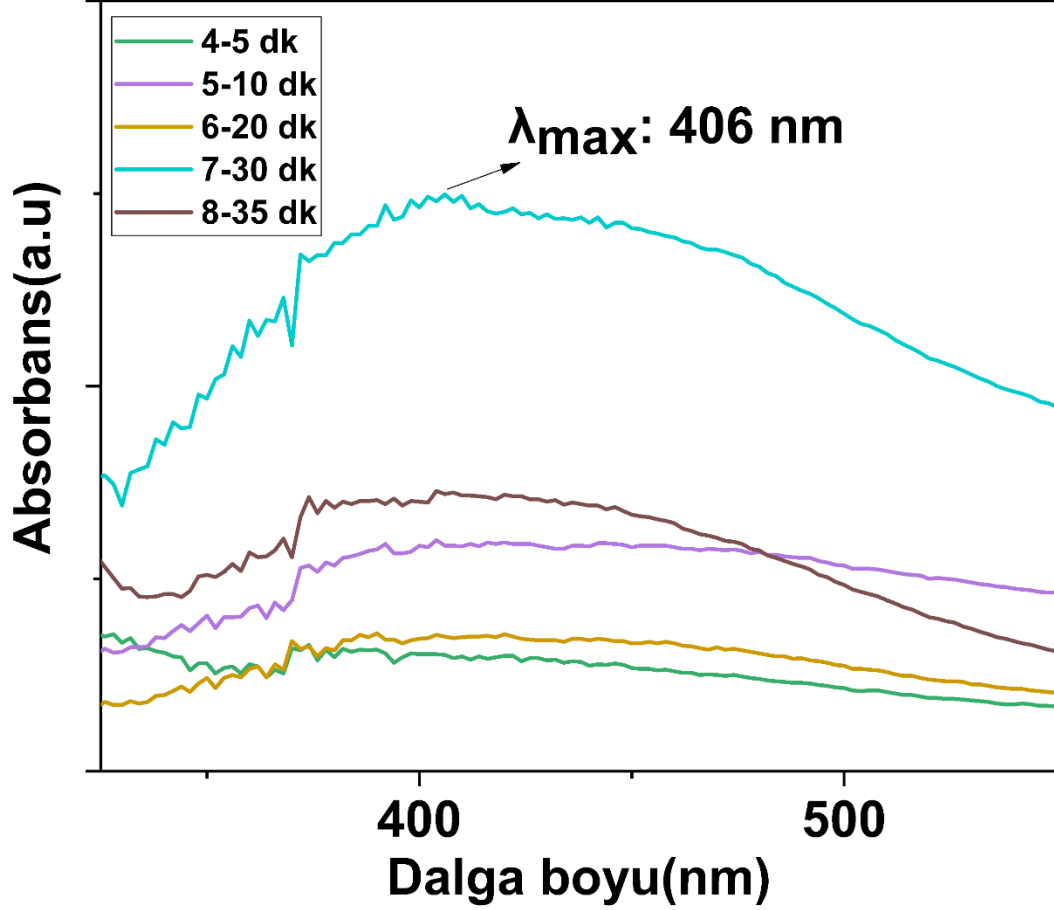


Şekil 4.7.: Ag nanopartiküllerinin sentezi sırasında 1-5-20-30-35.dk alınan aliquot örnekleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Ag nanopartikülleri sentezi sırasında 1-5-20-30-35.dk'larda alınan aliquot örnekleri Şekil 4.7'de verilmiştir. Bu görselde görüldüğü üzere partikül sentezi gerçekleştikçe renk açık kahverengiye dönmüştür.

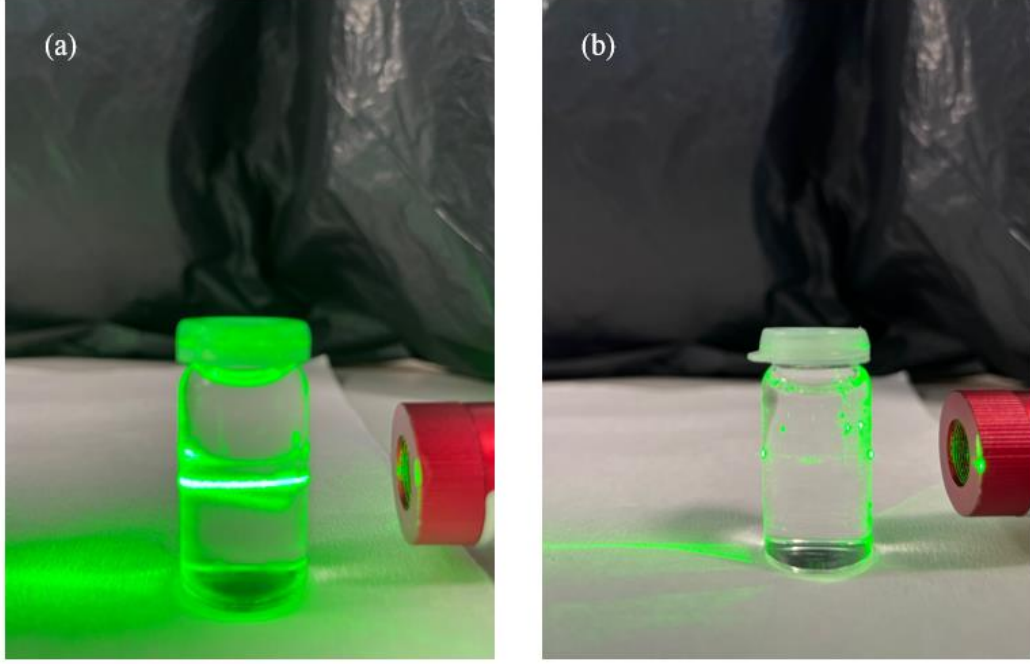
Ag Nanopartiküllerin farklı konsantrasyonlardaki UV Vis spektrumu Şekil 4.8'de verilmiştir.



Şekil 4.8.: Ag Nanopartiküllerin farklı konsantrasyonlardaki UV Vis spektrumu

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Gümüş nanopartiküllerin üzerinde Tyndall etkisini gözlemleyebilmek için lazer denemesi yapıldı. Işığın yolu üzerindeki madde parçacıkları tarafından saçılması olgusuna Tyndall etkisi denir. Toz parçacıklarını aydınlatarak bir ışık huzmesinin görünür hale gelmesini sağlar (King 2016). Şekil 4.9'da gümüş nanopartiküller (Şekil 4.9.a.) ve saf su (Şekil 4.9.b) üzerindeki tyndall etkisi taşınabilir lazer ile yapılan denemelerin görselleri verilmektedir.



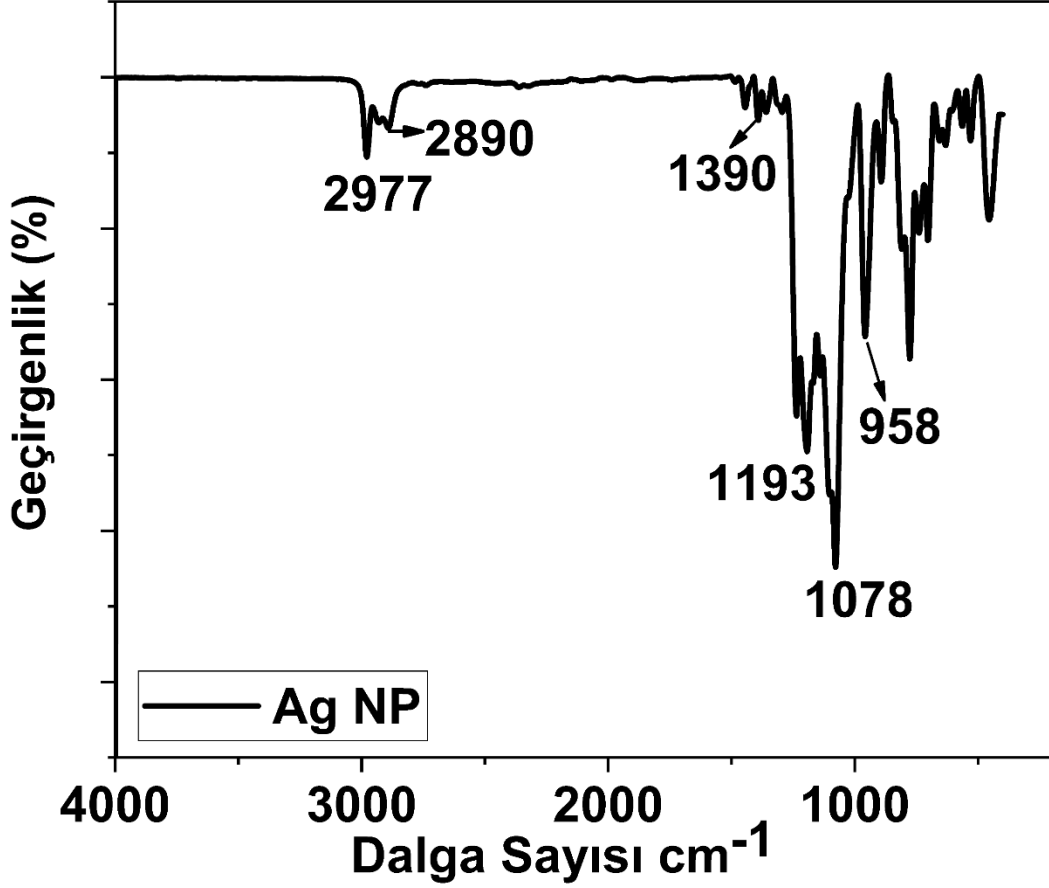
Şekil 4.9.: (a) gümüş partiküllerin tyndall etkisi görüntüsü, (b) saf suyun tyndall etkisi görüntüsü

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

4.1.3. F-Silan Analizleri

F-Silanlar, kaplanan yüzeylerin su itici özelliklerini artırabilir. Bu sayede suyun yüzeye teması azalır ve su damlacıkları yüzeyde yayılmaz, kolayca akar. Yüzeylerin hidrofiliğini azaltarak suyun temas ettiği yüzey alanını minimize eder. Bu özellik özellikle suya karşı direnç gerektiren uygulamalarda faydalıdır. Kaplanan yüzeylerin pürüzsüz olmasını sağlar ve bu sayede yüzeylerin temizlenmesini kolaylaştırır.

F-Silanlar için FT-IR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy - Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi) analizi, bileşiğin moleküler yapısını ve içerdiği fonksiyonel grupları belirlemek için kullanılır. Bu analiz, silanın kimyasal bağlarını ve bileşimini detaylı olarak incelemek için önemlidir. Şekil 4.10'da F-Silan için geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu verilmiştir. 2890 cm^{-1} 'de O-CH₃ pikleri gözlemlenmiştir. 2877 cm^{-1} 'de Si-CH₃ pikleri gözlemlenmiştir. 1078 cm^{-1} 'de Si-O-Si pikleri gözlemlenmiştir. 1193 cm^{-1} 'de C-C pikleri gözlemlenmiştir. 958 cm^{-1} 'de Si-C pikleri gözlemlenmiştir.



Şekil 4.10.: F-Silan için geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu

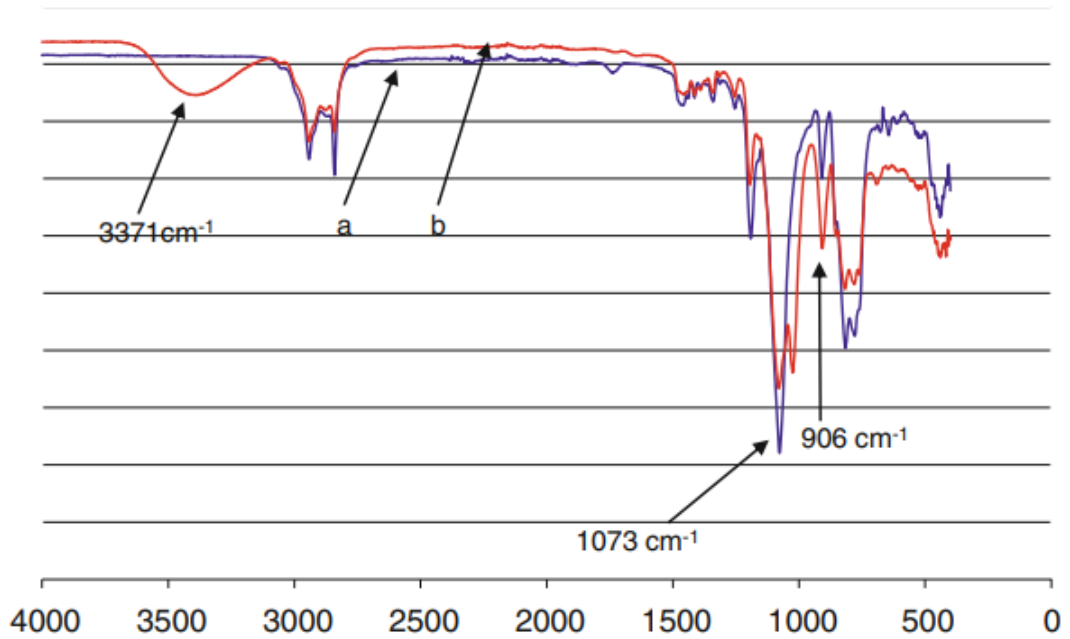
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

4.1.4. GPTMS ve Alüminyum- trisec-bütoksit'in ligant (etilasetoasetat) ile kompleksi Analizleri

GPTMS, trimetoksisilan ($-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$) grupları içerir. Bu gruplar, suyla temas ettiklerinde hidroliz olabilirler, yani $-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ grupları $-\text{Si}(\text{OH})_3$ gruplarına dönüşebilir. Hidroksil ($-\text{OH}$) grupları, kimyasal olarak daha reaktiftir ve çeşitli kimyasal gruplar ile reaksiyona girerek kaplama materyalinin yapısını güçlendirebilir. Hidroliz sonucu oluşan $-\text{Si}(\text{OH})_3$ grupları, metal oksitler veya diğer yüzey gruplarıyla kimyasal bağlar oluşturabilir. Bu bağlar, kaplamanın yüzeye daha sağlam bir şekilde tutunmasını sağlar ve kaplama tabakasının daha uzun ömürlü olmasına yardımcı olabilir.

Alüminyum-tris(asetoasetoksi) bütoksit kompleksi, yüzeydeki diğer metal oksitler veya organik gruplarla kimyasal bağlar oluşturabilir. Bu bağlar, kaplamanın yüzeye tutunmasını güçlendirir ve kaplama tabakasının daha uzun ömürlü olmasını sağlar.

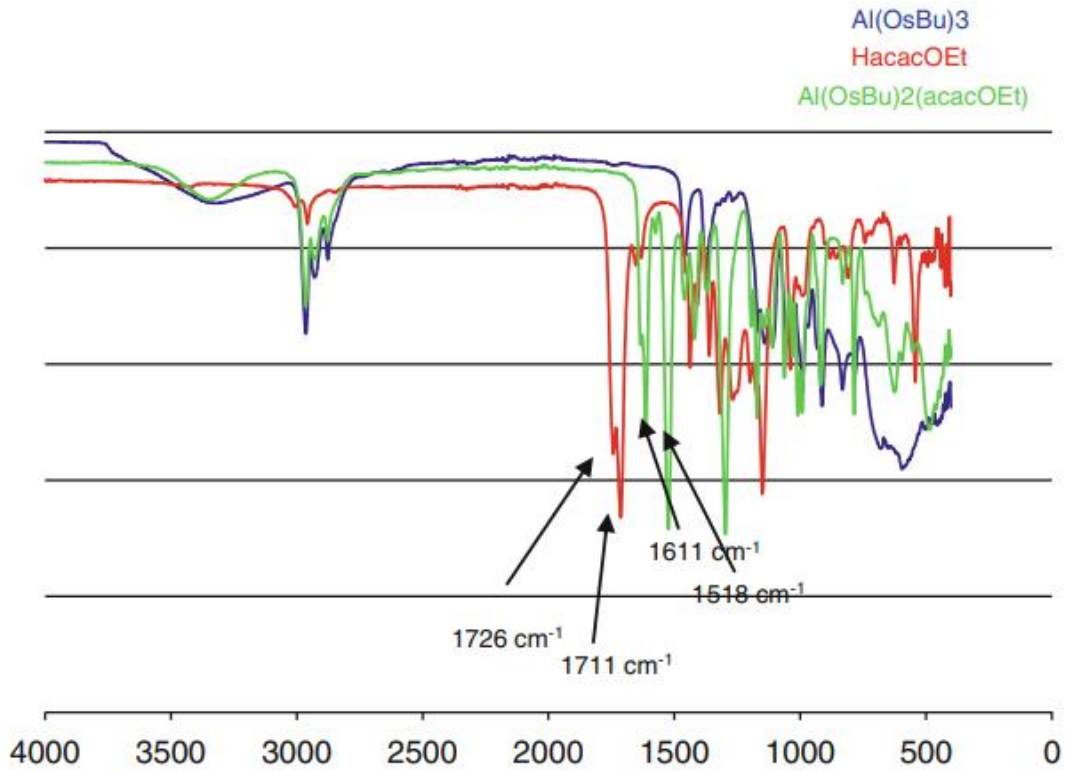
Arslan ve arkadaşlarının “Aşınmaya Dirençli Kaplama Olarak Silikonkarbür Gömülü Hibrit Nanokompozitler” makalesinde GPTMS ve $Al(OsBu)_3/HacacOMe$ kompleksi oluşumu ile ilgili FT-IR spektrumları verilmiştir. Literatürdeki bu örneklere göre GPTMS hidrolizi için epoksisilan hidrolizi ilk olarak 0,1 M HCl çözeltisi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Epoksisilan bileşiğinin FT-IR analizi, saf epoksisilanın hiçbir silanol OH grubu içermediğini gösterir ancak hidrolizden sonra 3371 cm^{-1} civarındaki zirve, silanol gruplarının oluştuğunu açıkça kanıtlar. Organik kısımdaki epoksi halkası, spesifik FT-IR emilimiyle analiz edildi. 906 cm^{-1} 'deki pik, ilk hidrolizden sonra hala mevcut olan epoksi halkalarının gerilme zirvesine aittir. Muhtemelen epoksi halkası protonlanmış ancak hala kapalı formdadır. Si-C bağ zirvesi yaklaşık $1073-900\text{ cm}^{-1}$ arasında görünür ve muhtemelen SiC seramik tozu zirvesiyle örtüşür. Şekil 4.11’de (a) saf GPTMS, (b) kısmen hidrolize edilmiş GPTMS için FT-IR spektrumları verilmiştir.



Şekil 4.11.: (a) saf GPTMS, (b) kısmen hidrolize edilmiş GPTMS için FT-IR spektrumları

Kaynak: Arslan v.d, 2010

Al(OsBu)₃/HacacOMe kompleksi oluşumu ile ilgili FT-IR spektrumlarından açıkça görülebilmektedir. Metilasetoasetat (HacacOMe) ligandının saf FT-IR spektrumları, Al(OsBu)₃ ile kompleksleşmeden sonra değişen 1720 ve 1710 cm⁻¹ civarında 2t(C=O) germe bandını göstermektedir. Al(OsBu)₃ öncülünün neme karşı yüksek reaktivitesi, FT-IR ölçümü sırasında 3300 cm⁻¹ aralığında küçük OH gruplarının oluşmasına neden olur; bu durum göz ardı edilebilir ancak not edilmelidir. Modifikasyondan sonra yaklaşık 1611 ve 1521 cm⁻¹'de b-ketoesterlerin enolik formlarının t(C=O) ve m(C=C) gerilme titreşimlerine ait bantlar tespit edilmiştir (Arslan vd. 2010). Şekil 4.12'da Al(OsBu)₂(HacacOMe) kompleksi oluşumunun FT-IR spektrumları verilmiştir.



Şekil 4.12.: Al(OsBu)₂(HacacOMe) kompleksi oluşumunun FT-IR spektrumları

Kaynak: Arslan vd., 2010

4.2. Multifonksiyonel Kaplama Analizleri

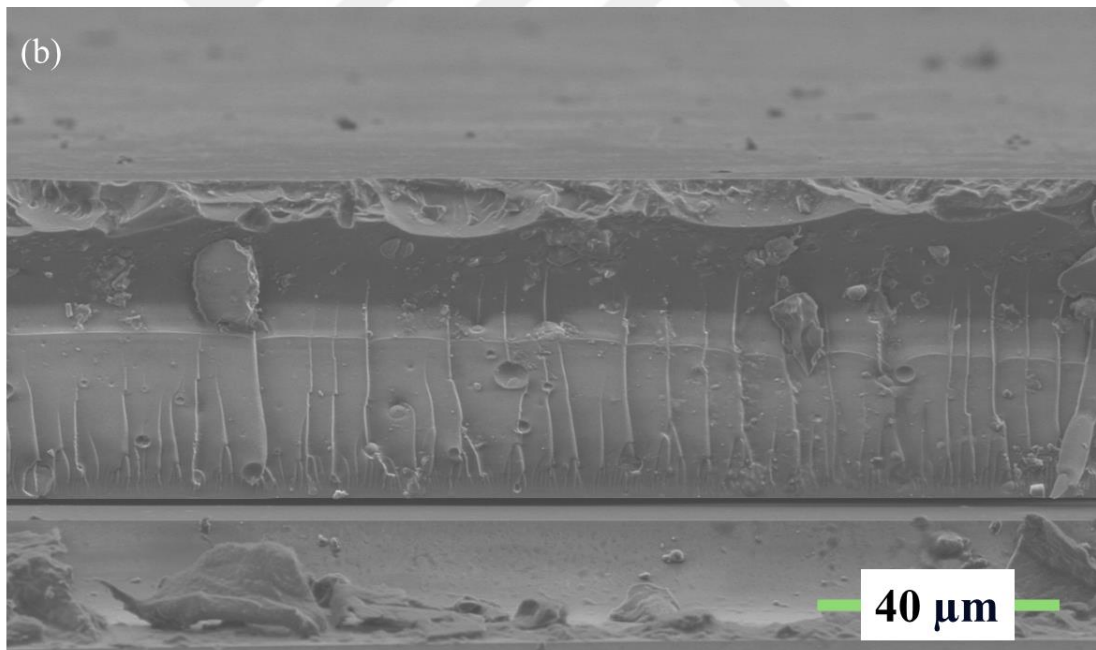
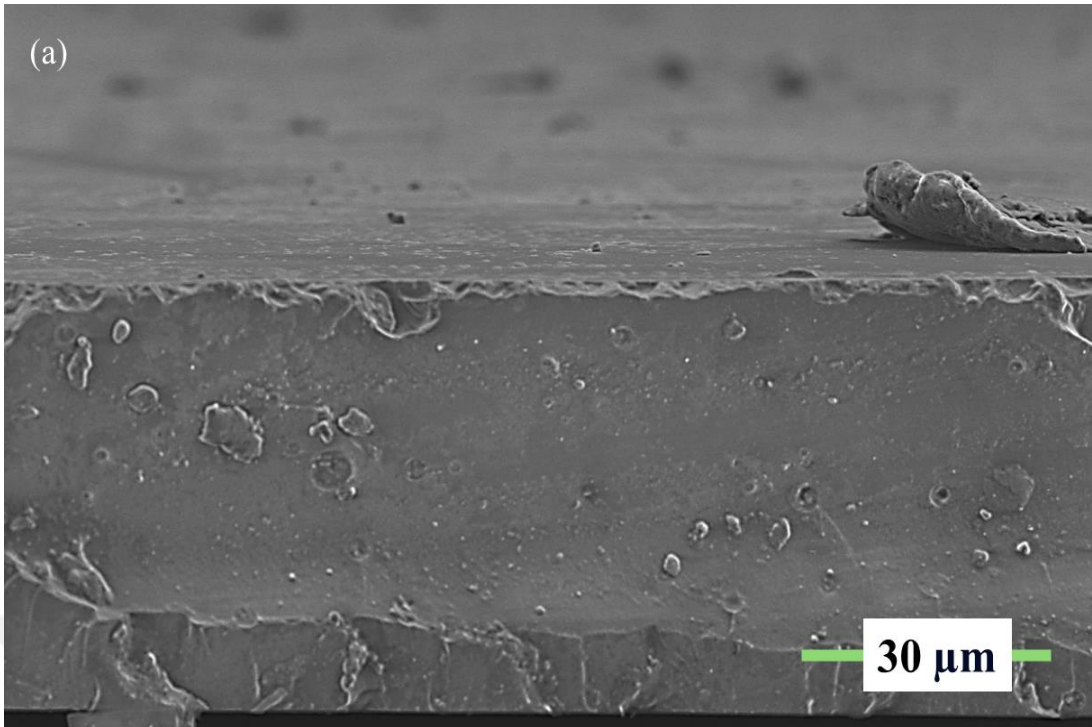
4.2.1. Kör Kaplama

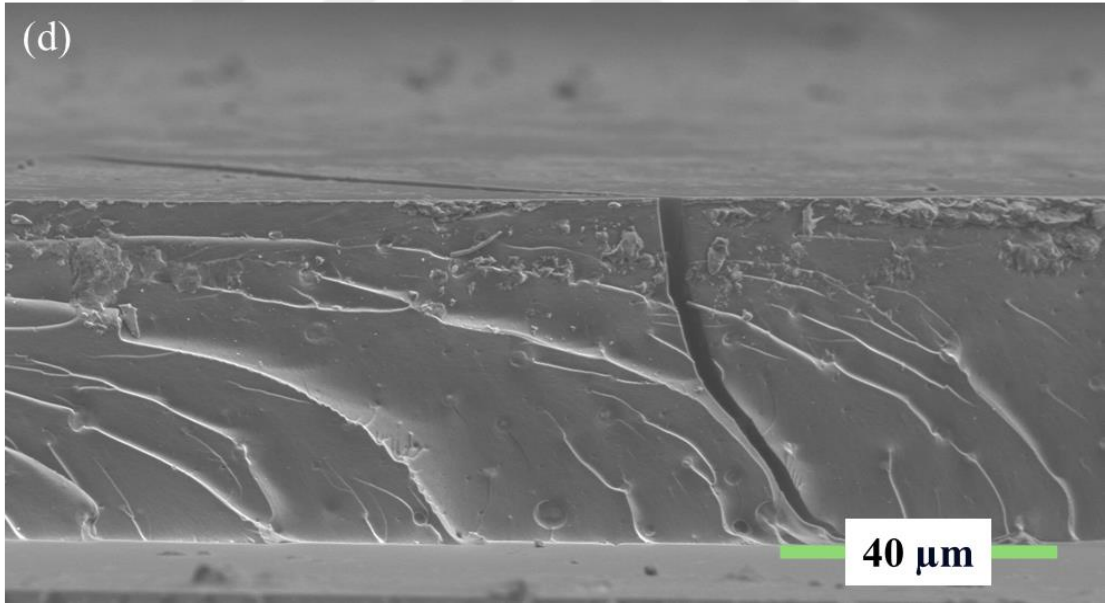
İnorganik-organik kaplama yani kör kaplama Si QD partikülleri içermeyen, sadece GPTMS ve Al.complex içeren bir kaplamadır. Multifonksiyonalite olarak bahsettiğimiz antibakteriyel, hidrofobiklik, floresan ve hibrit kaplama özelliklerini veren F-silan, Si QD ve Ag nanopartikülleri içermeyen, kör etkide olduğu söylenebilir. Partikül etkisinin dikkatle incelenebilmesi ve karşılaştırma yapılabilmesi için yüzey kaplama işlemi uygulanmıştır.

Farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüsü Şekil 4.13’de (a), (b), (c) ve (d) olmak üzere 4 farklı görselle verilmiştir. SEM analizleri sayesinde yüzey durumu, kesit morfolojisi (cross-section), katman yoğunluğu, katman yapışması ve element dağılımı gibi bilgilere ulaşılabilir. Kör kaplamanın SEM resimlerine göre yüzeyin düzgün yapıda olduğunu söyleyebiliriz. MNK-1 örneğinin SEM görüntüleri genel olarak incelendiğinde yüzey uniform ve çok büyük yükseltileri olmayan bir yapıdadır.

Şekil 4.13’de verilen görsellerden; (a) düşük vakum modunda 3000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır, (b) düşük vakum modunda 2000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır, (c) düşük vakum modunda 1000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır, (d) düşük vakum modunda 2000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır.

Substratla beraber arasındaki yoğunlukla beraber çok kolay diferans oluşturduğu söylenebilir. MNK1 kaplamanın metal yüzeye tutunduğu, nanokompozit kaplama çözeltisinin homojen bir şekilde dağıldığı ve disperse olduğu söylenebilir. MNK-1 örneği için kesit morfolojisi (cross-section) için bir inceleme yapılmıştır. Kesit alanından görünen özelliklere göre yapıda herhangi bir çatlama ve istenmeyen bir durum yoktur. Oldukça rijit katı bir kaplama yapısı vardır. (a) görselinde açıkça görülen çatlaklar ve kırılmalar örnek analize hazırlanırken oluşmuştur. Kaplamanın yapısından dolayı herhangi bir çatlama, tepecik oluşumu, krater ve gözenek oluşmamıştır. SEM analizi MNK-1 örneğinin morfolojik özelliklerini detaylı bir şekilde inceleme fırsatı sunmuş ve Glymo ve Al.complex ile oluşturduğu kaplamanın yüzeyde homojen bir dağılım sağladığını doğrulamıştır.





Şekil 4.13.: MNK-1 örneğinin SEM görüntüleri (a) 30 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 40 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 50 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 40 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

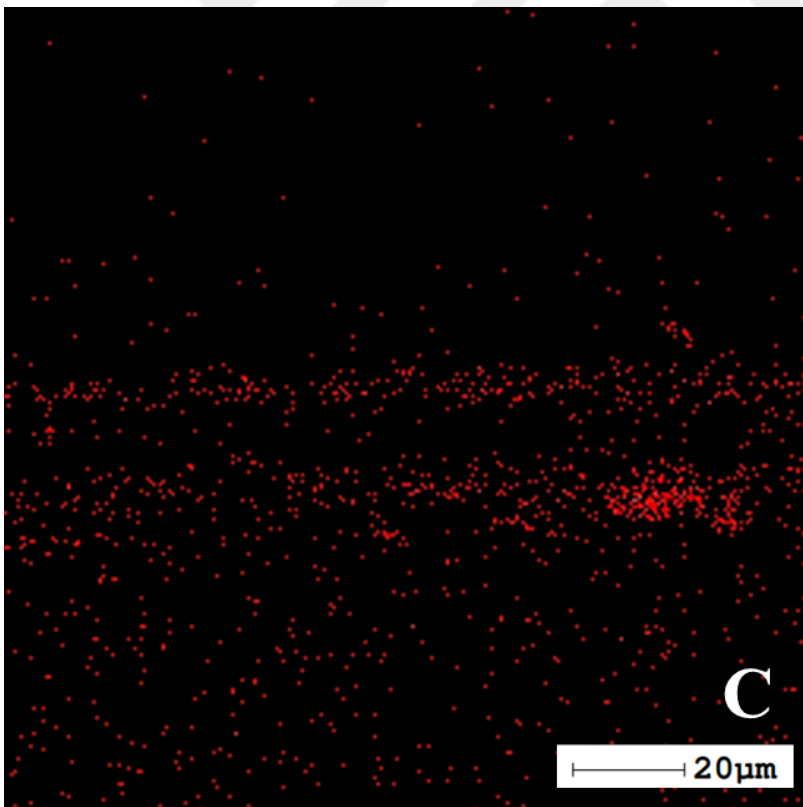
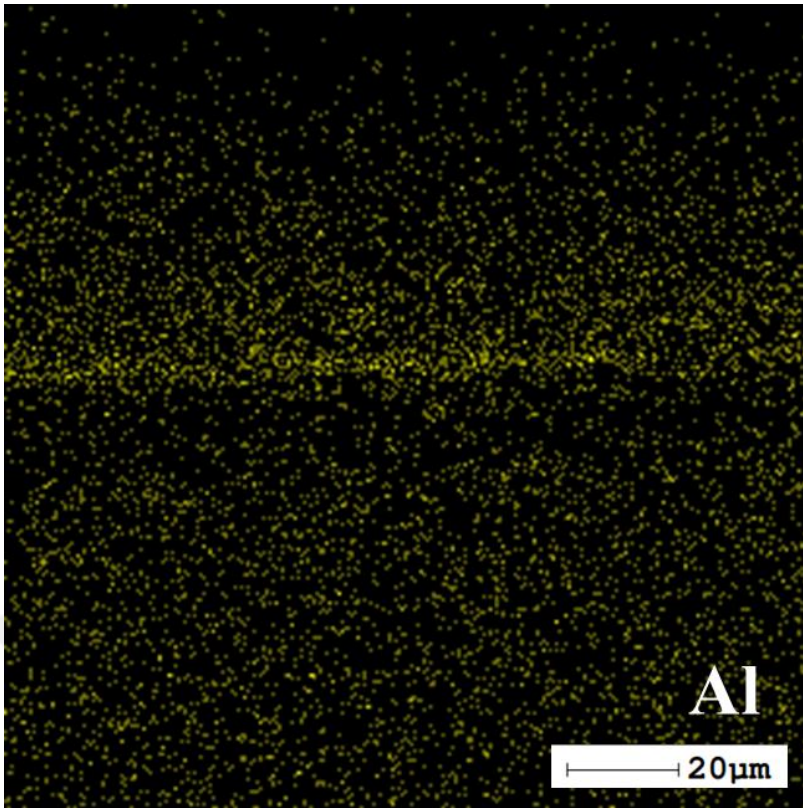
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

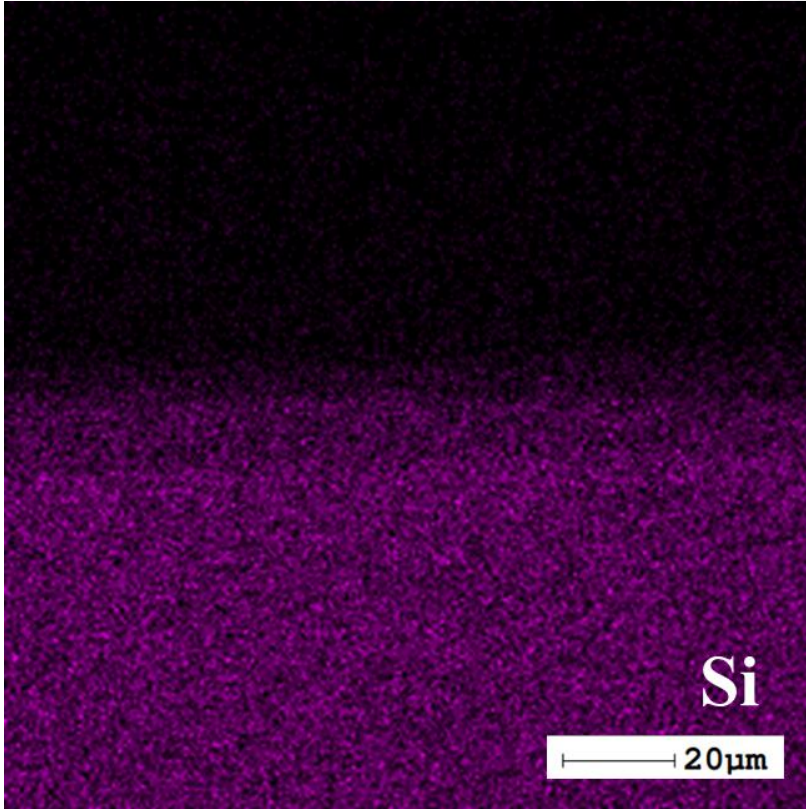
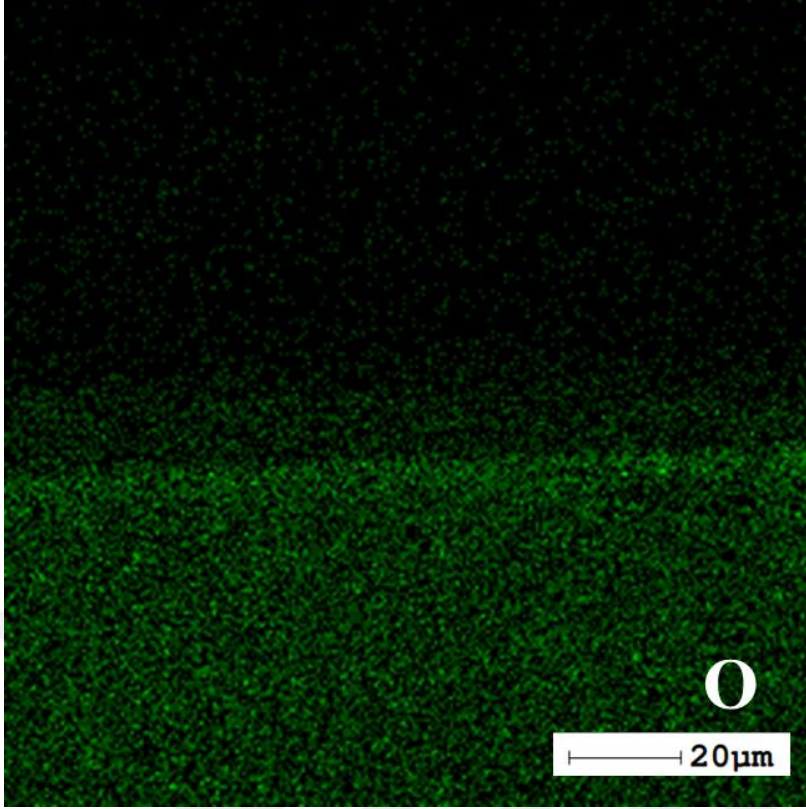
EDX analizi, numunenin yüzeyindeki elementlerin kimyasal bileşimini belirlemek için kullanılır. MNK-1 örneği GPTMS ve Al.complex içermektedir. GPTMS içinde bulunan bir bileşen olarak Si K elementi, Alüminyum-trisec-bütoksit kompleksi içinde bulunan ana element olarak Al K elementi, GPTMS ve etilasetoasetat kompleksi içinde bulunan bir bileşen olarak O K elementi, GPTMS, Alüminyum-trisec-bütoksit ve etilasetoasetat kompleksi içinde bulunan oksijen molekülleri, GPTMS ve etilasetoasetat kompleksi içinde bulunan bir bileşen olarak C elementi gözlemlenmelidir. Tablo 4.1’de verilen MNK-1 örneğinin EDX incelemesinde atom ağırlığı yüzdeleri %19.15 C, %42.16 O, %12.28 Al, %26.42 Si olarak elde edildi.

Tablo 4.1.: MNK-1 örneğinin EDX incelemesi

Element	Ağırlıkça %
C K	19.15
O K	42.16
Al K	12.28
Si K	26.42

Atomik haritalama (EDX ile elde edilen verilere dayalı) yorumlaması, kaplanan yüzeyin elementel bileşimini detaylı olarak görselleştirmeyi ve analiz etmeyi sağlar. Atomik haritalama, kaplama yüzeyinde her bir elementin dağılımını görsel olarak gösterir. Bu, kaplamanın homojenliği ve bileşimi hakkında bilgi sağlar. Elementlerin haritalaması, yoğunluklarına ve konsantrasyonlarına göre değişir. Örneğin, belirli bir bölgede daha yüksek bir Si yoğunluğu, GPTMS'in o bölgede daha fazla olduğunu gösterebilir. MNK-1 örneğinin atomik haritalamadan elde edilen görüntüler EDX analizinin sonuçlarını kanıtlar niteliktedir. MNK-1 örneğine ait Si, C, O, Al elementlerinin atomik haritalama ile görüntülenen tahmini dağılımı Şekil 4.14’de verilmiştir.





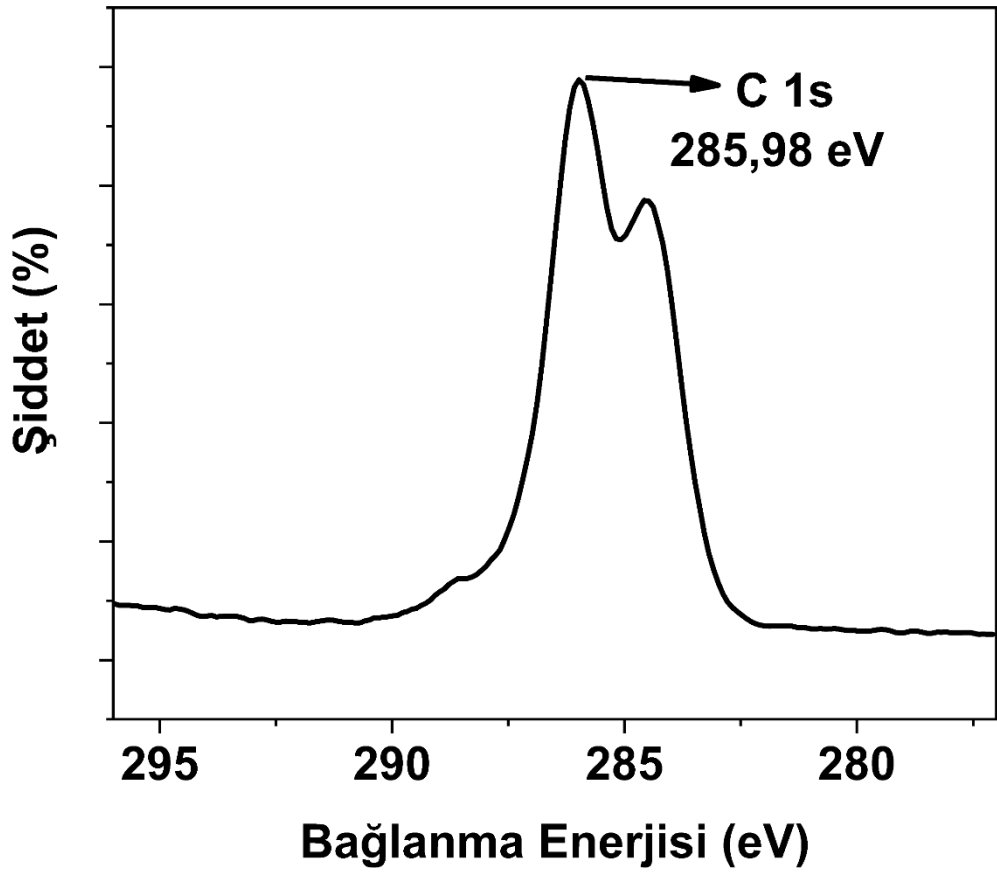
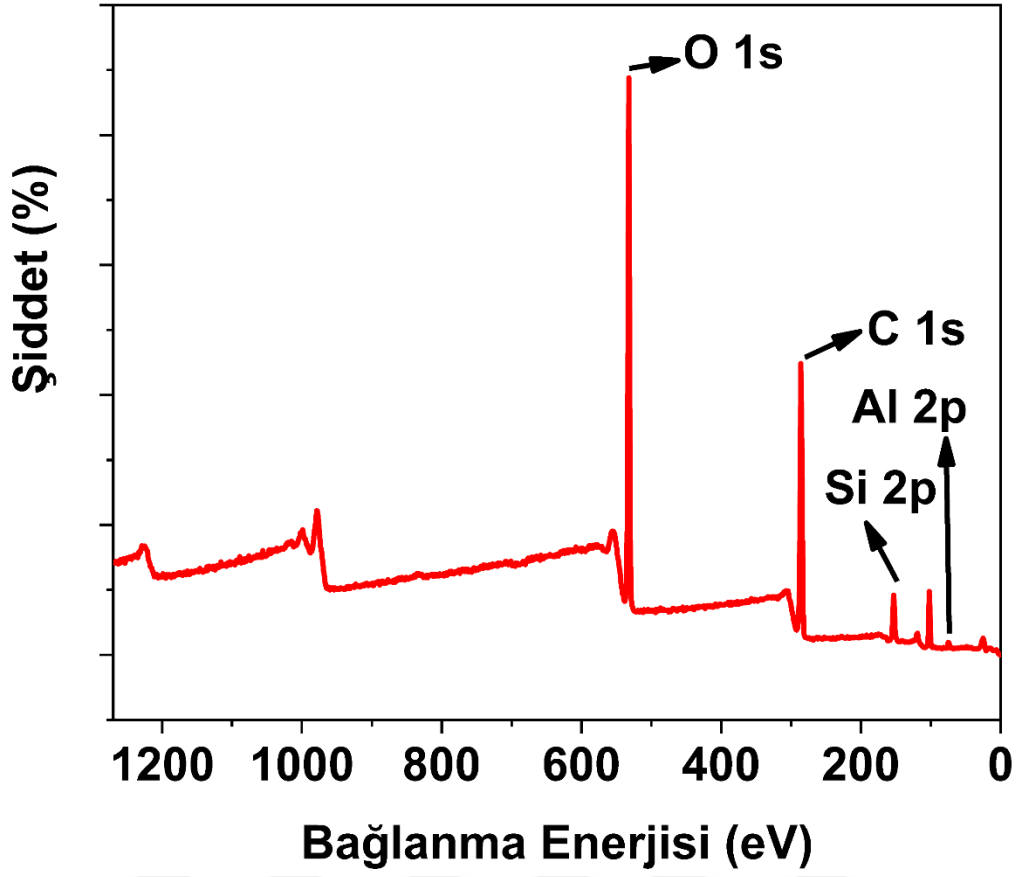
Şekil 4.14.: MNK-1 örneğine ait Si, C, O, Al elementlerinin atomik haritalama görüntüleri

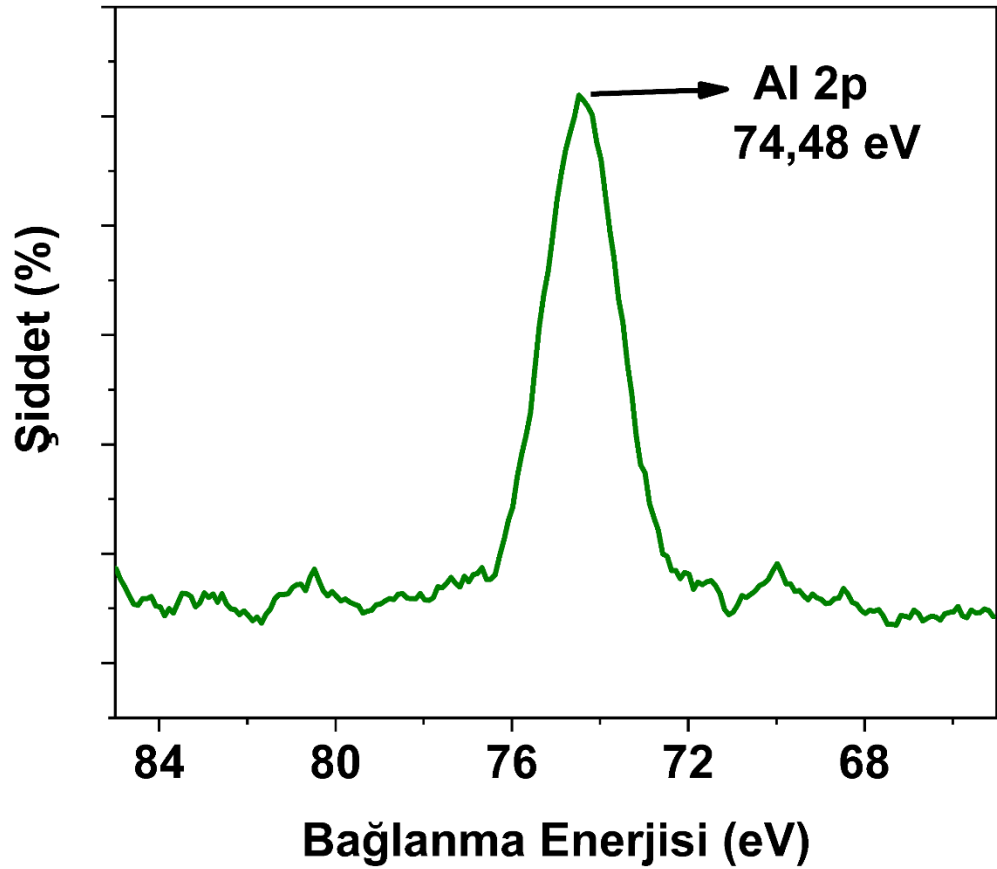
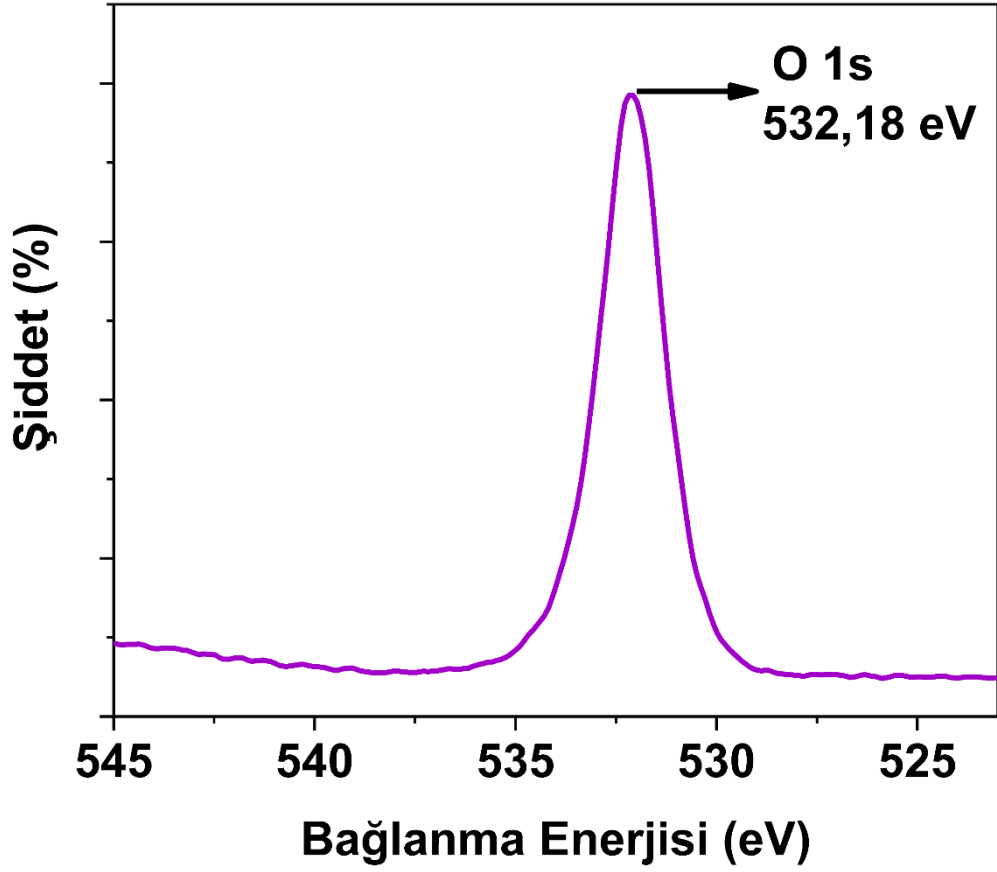
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

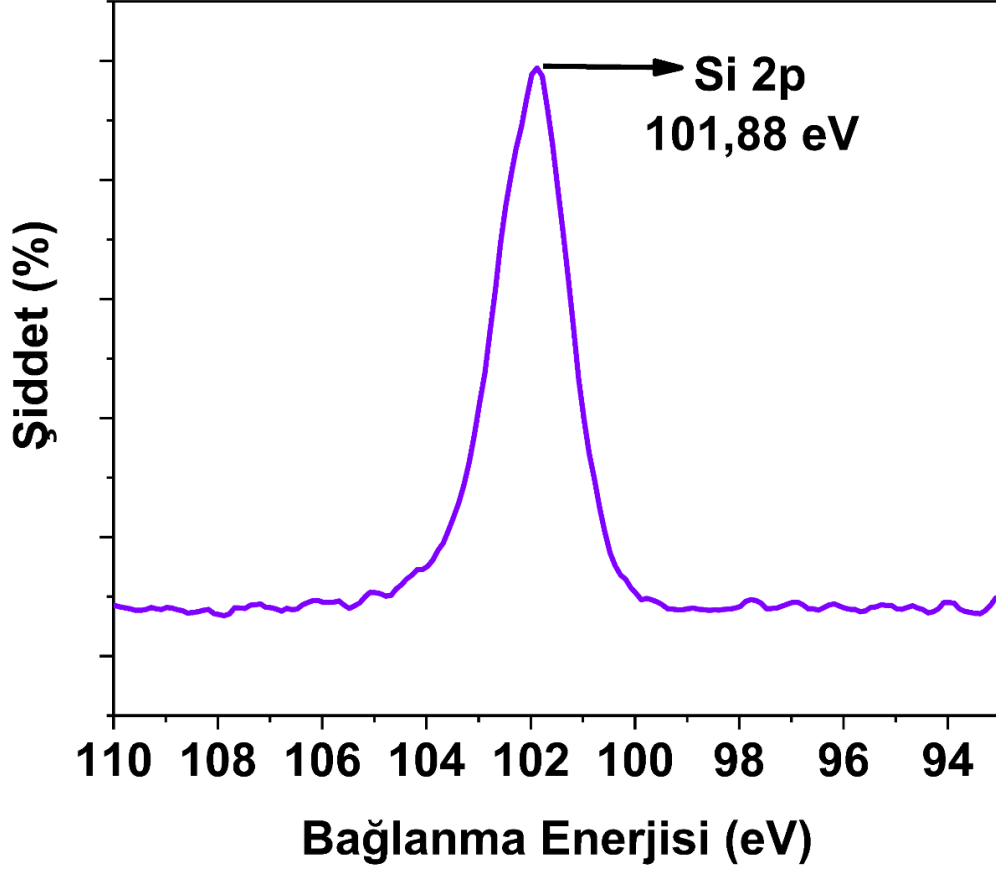
XPS, yüzey kaplamalarının elementel bileşimini tahmin etmek için yararlı olan niceliksel bir spektroskopik yüzey analizi tekniğidir. Multifonksiyonel nanokompozit kaplamaların yüzey kompozisyonu hakkında bilgi edinebilmek için XPS yöntemi tercih edilmiştir. Survey analizi sonrasında MNK-1 örneğinde Si, C, Al ve O piklerinin gözlemlenmesi beklenmiştir. Şekil 4.15’de MNK-1 yüzey kaplaması için yapılan XPS analizinde beklenen yüksek çözünürlükte Si, C, Al ve O atomlarının pikleri açıkça görülmektedir. XPS sonuçlarına göre Tablo 4.2’de verilen; O 1s 532,18 eV, C 1s 285,98 eV, Al 2p 74,48 eV, Si 2p 101,88 eV’de yüksek çözünürlüklü pik vermiştir.

Alüminyum trisec-bütoksit kompleksinden kaynaklanan Al 2p pikleri gözlemlenebilir. Al 2p genellikle yaklaşık 74-78 eV civarında bulunur. MNK-1 örneğinde de Al 2p pikleri 74,48 eV’da gözlemlenmiştir. GPTMS'den kaynaklanan silisyum pikleri gözlemlenebilir. Si 2p pikleri genellikle yaklaşık 99-102 eV civarında bulunabilir. MNK-1 örneğinde Si 2p pikleri 101,88 eV’da gözlemlenmiştir. Hem GPTMS hem de Alüminyum trisec-bütoksit kompleksinden kaynaklanan oksijen pikleri beklenir. O 1s pikleri genellikle 530-532 eV civarında bulunabilir. MNK-1 örneğinde O 1s pikleri 532,18 eV’da gözlemlenmiştir. Yine GPTMS'den kaynaklanan karbon pikleri gözlemlenebilir. C 1s pikleri genellikle 284-285 eV civarında bulunabilir. MNK-1 örneğinde C 1s pikleri 285,98 eV’da gözlemlenmiştir.

XPS analizi sonuçlarına göre; XPS dekonvülosyon grafiği, MNK-1 örneğinin kimyasal yapısını ve bileşenlerin dağılımını detaylı bir şekilde incelenmesini sağlar. Piklerin yoğunluğu, ilgili bileşenin kaplamadaki miktarını yansıtır. Örneğin, GPTMS'den kaynaklanan C atomları GPTMS'nin kaplama matrisinde ne kadar yoğun olduğunu gösterir. GPTMS, silan türevi bir bileşiktir ve yapısında C atomları bulunur. Kaplama işlemi sırasında GPTMS kaplama matrisinde kullanıldığından, XPS analizinde GPTMS'den kaynaklanan C atomları gözlenebilir. Şekil 4.16’da MNK-1 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi C atomu dekonvülosyon grafiği verilmiştir. Bu C atomları, genellikle 284 eV civarında bir bağlanma enerjisiyle XPS spektrumunda görünebilir. Alüminyum-trisec-bütoksit kompleksi ve etilasetoasetat ligandı da kaplama materyalinizin yapısında bulunan bileşenlerdir. Eğer etilasetoasetat ligandı kullanıldıysa, bu organik ligant da C atomları içerir ve XPS spektrumunda farklı bir C 1s bileşeni olarak görünebilir.





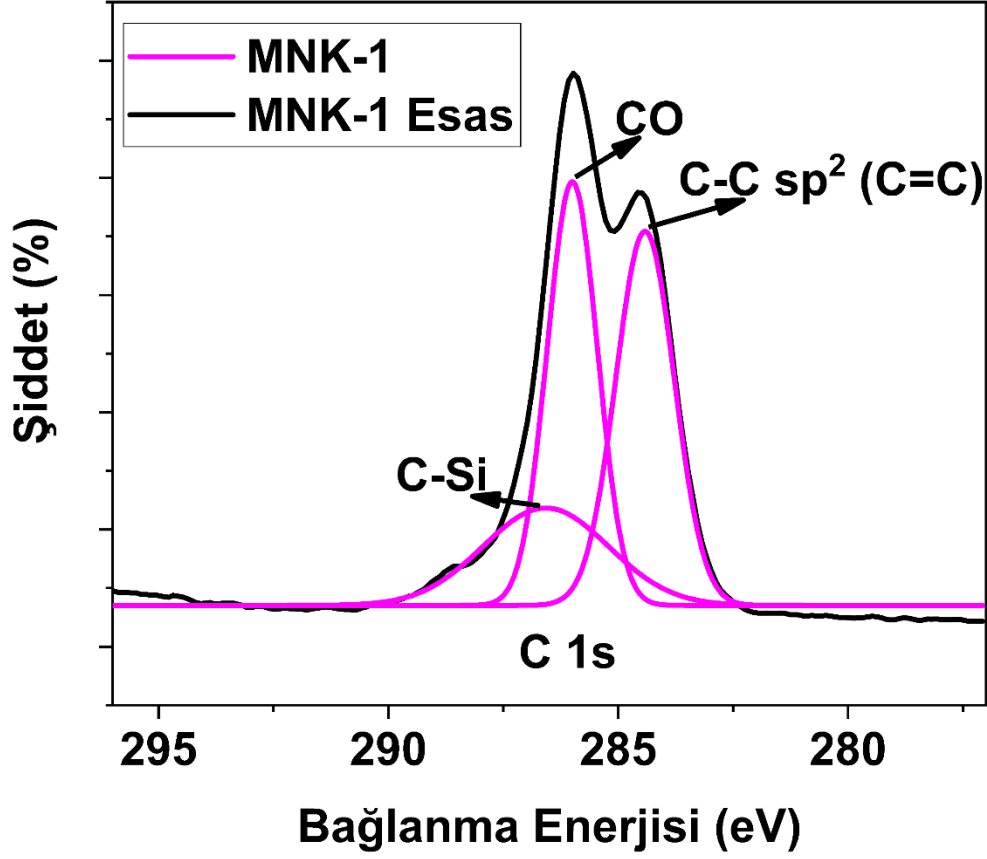


Şekil 4.15.: MNK-1 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.2.: MNK-1 örneğinin XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

Kaplama	O 1s	C 1s	Al 2p	Si 2p
MNK-1	532,18 eV	285,98 eV	74,48 eV	101,88 eV

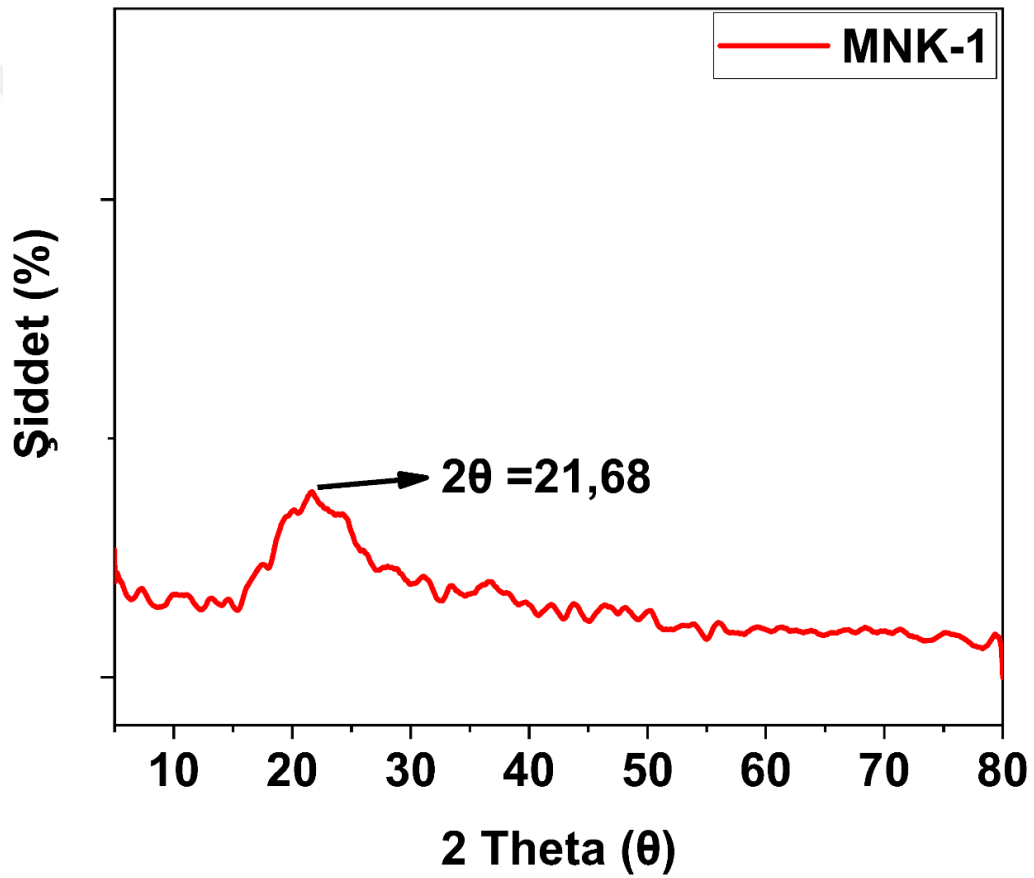


Şekil 4.16.: MNK-1 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi C atomu dekonvülosyonu

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

X-ışını saçılımında (XRD), gelen ve saçılan açının, polarizasyonun ve dalga boyunun veya enerjinin bir fonksiyonu olarak bir numuneye çarpan bir X-ışını ışınının saçılan yoğunluğu kaydedilir. Özellikle X-ışını toz kırınımı yöntemi, bazı durumlarda bilinmeyen kristalli malzemelerin ve karışımların tanımlanmasında çoğunlukla kullanılmaktadır. Bu yöntem aynı zamanda ince taneli minerallerin tanımlanmasını, birim hücre boyutlarının ve numune saflığının tanımlanmasını da mümkün kılar. XRD analizi ile multifonksiyonel nanokompozit kaplamaların kristal yapısının analiz edilmesi amaçlanmıştır. Şekil 4.17’de MNK-1 örneği için yapılan XRD analizinin grafiği verilmiştir. Yapılan XRD analizinde MNK-1 örneğinin kristal yapısı incelenmiş ve $2\theta=21.68^\circ$ ’de amorf pikler ile birkaç kristalli tepe noktası ile geniş kırınımlı pikler görülmektedir. MNK-1 örneğinin kristal yapı göstermediği belirlenmiştir.

MNK-1 örneğinin XRD analizi datasına göre $2\theta = 21.68$ derece değeri, XRD analizinizde belirli bir kristal yapı veya atomik düzenlemenin difraksiyon açısını temsil eder. Bu sonuç, MNK-1 örneğinin iç yapısını ve kristal düzenini anlamak için önemlidir ve kaplama sürecinin veya bileşenlerin XRD analizindeki etkilerini değerlendirilmesine yardımcı olur. Alüminyum trisec-bütoksit ($\text{Al}(\text{OBU})_3$) kompleksi, düşük 2θ değerlerinde (örneğin $2\theta \approx 10-30$ derece) belirgin pikler gösterebilir. Yine GPTMS içeren kaplamalarda, silikon (Si) pikleri genellikle orta 2θ değerlerinde (örneğin $2\theta \approx 20-40$ derece) gözlemlenebilir. Şekil 4.17’de görüldüğü üzere beklenen pikler grafikte çıkmıştır.



Şekil 4.17.: MNK-1'in XRD analizi

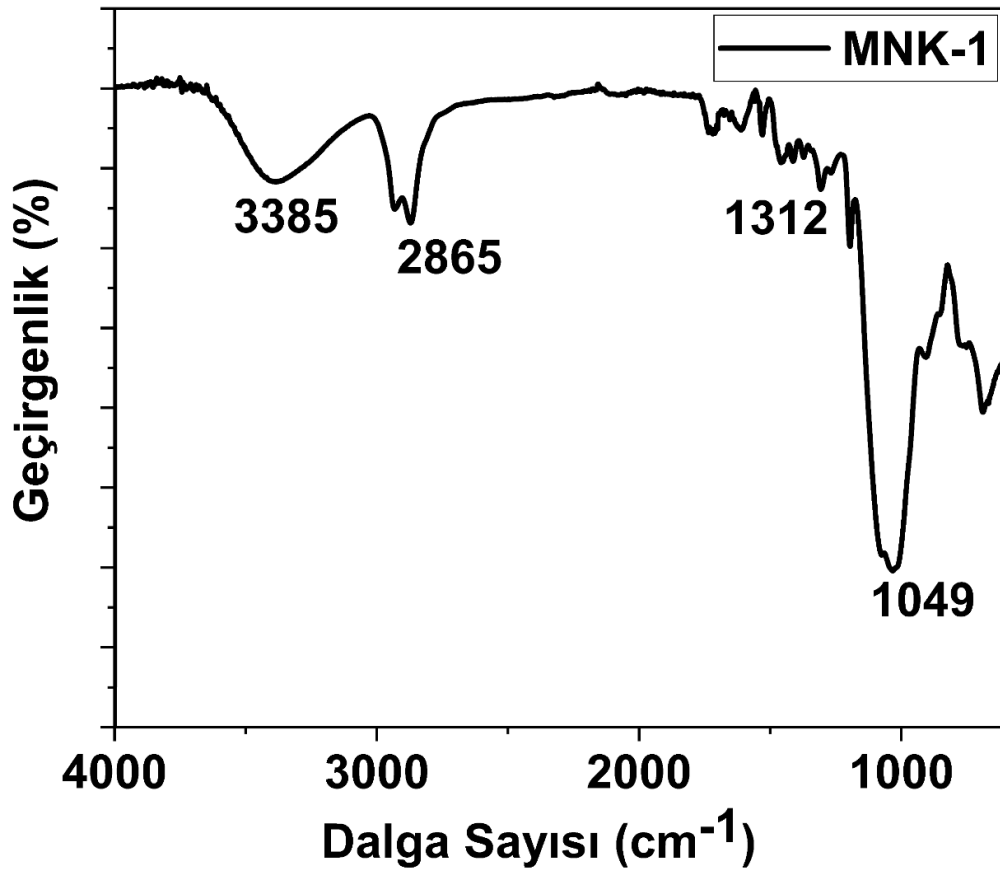
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR), yüzey kaplamalarında bulunan bağ türleri hakkında bilgi verir ve çoğu zaman kullanılan malzemenin tam olarak belirlenmesine olanak sağlar. FT-IR spektrumundaki piklerin pozisyonları ve

yoğunlukları, kaplamanın içerdiği bileşenlerin türünü ve miktarını belirlemeye yardımcı olur. Her bir pik, belirli bir kimyasal bağlantı veya fonksiyonel grubun varlığını gösterir ve kaplamanın sentez sürecinde kullanılan bileşenlerin doğruluğunu ve kaplamanın özelliklerini anlamak için değerlidir. MNK-1 örneği için yapılan FT-IR analizlerinde Şekil 4.18'de görüldüğü üzere 2865 cm^{-1} 'de $-\text{CH}$ gerilmeleri, uzun alkil zincirlerinden dolayı 1312 cm^{-1} 'de MNK-1 örneği için $-\text{CH}_2$ gerilmeleri görülmektedir. Parmak izi bölgesinden uzaklaşıp fonksiyonel grup bölgesine doğru incelendiğinde herhangi bir su adsorpsiyonu gözlenmemiştir. $3000-3500\text{ cm}^{-1}$ aralığında 33985 cm^{-1} 'de pik tespit edilmiştir. Dolayısıyla MNK-1 örneğinin $-\text{OH}$ grupları içerdiği söylenebilir. FT-IR grafiğinde $1200-650\text{ cm}^{-1}$ aralığında incelendiğinde Si-O-Si pikleri 1049 cm^{-1} 'de gerilim göstermiştir. C-H bağları (metil ve metilen grupları) ile $2800-3000\text{ cm}^{-1}$ arasında pikler gözlemlenebilir. Ayrıca, C-Si bağları da $1000-1200\text{ cm}^{-1}$ arasında belirgin olabilir. Bu pikler GPTMS'den kaynaklanan piklerdir. MNK-1 örneğinde 2865 cm^{-1} 'de $-\text{CH}$ gerilmeleri, Si-O-Si pikleri 1049 cm^{-1} 'de gerilim göstermiştir. C=O bağı (karbonsil grubu) ile 1700 cm^{-1} civarında pik gözlemlenebilir. Bu pik, etilasetoasetatın kaplamada bulunduğunu ve bu bileşiğin varlığını gösterir. Etilasetoasetat gibi bileşenlerden kaynaklanan C-C bağları, FT-IR spektrumunda genellikle $1200-1500\text{ cm}^{-1}$ arasında belirgin olabilir. Metil (CH_3) ve metilen (CH_2) grupları, genellikle organik bileşenlerden, örneğin GPTMS'den kaynaklanabilir. Bu grupların FT-IR spektrumunda C-H bağları, genellikle $2800-3000\text{ cm}^{-1}$ arasında görülür.

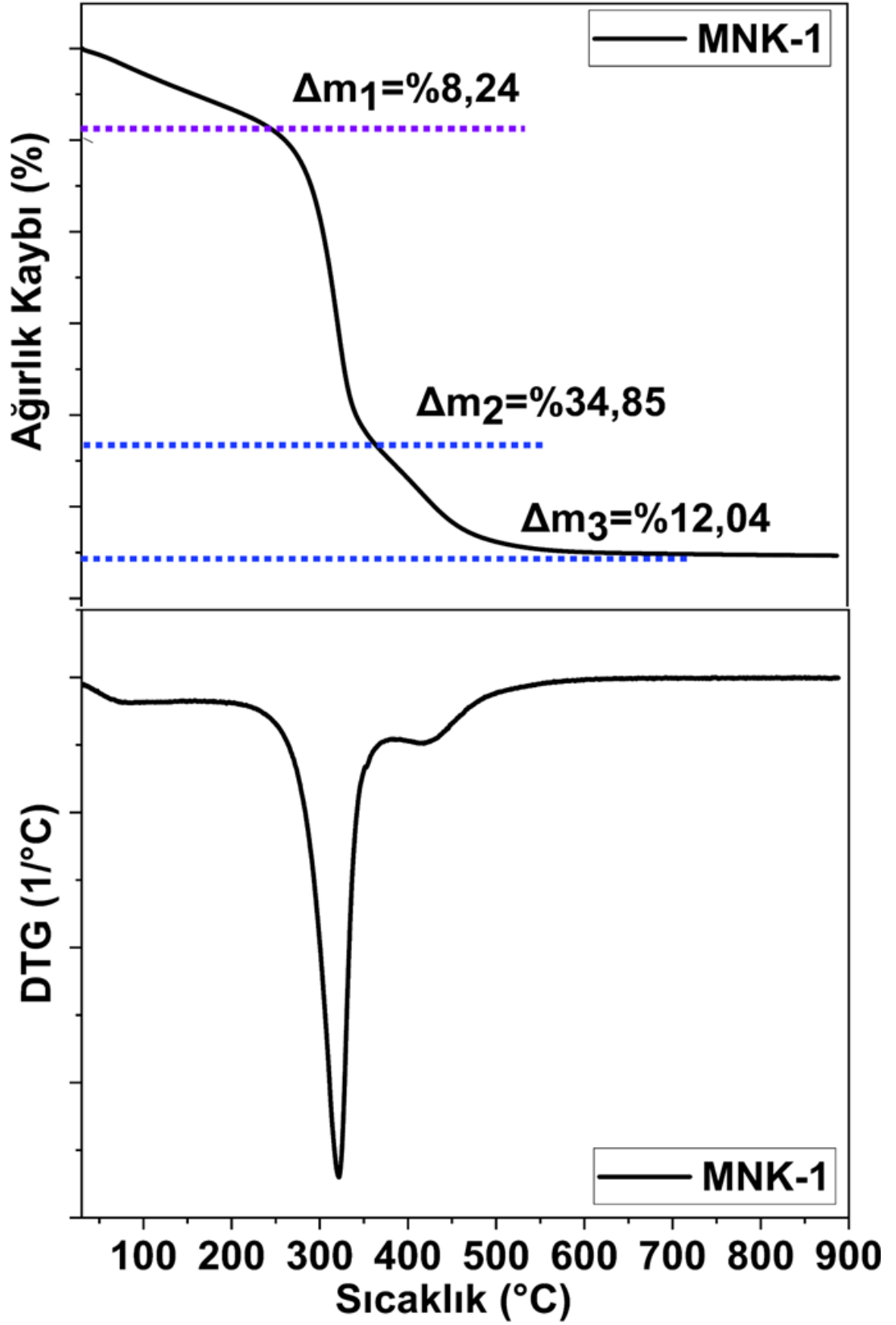
Termogravimetrik Analiz-Diferansiyel Termogravimetrik Analiz (TG-DTG) analizi, malzemelerin sıcaklık değişimlerine göre ağırlık değişimini ölçen bir tekniktir. DTG (Diferansiyel Termogravimetrik Analiz), malzemenin termal özelliklerini ve davranışlarını daha ayrıntılı bir şekilde analiz etmek için kullanılan bir tekniktir. TG eğrisinin sıcaklıkla türevini alarak elde edilen DTG eğrisi, termal ayrışma ve diğer olayların hızını ve yoğunluğunun belirlenmesine olanak tanır. MNK-1 örneği için yapılan TG-DTG analizlerin termal ağırlık kaybı toplamı Tablo 4.3'de verilmiştir. Şekil 4.19'da MNK-1'in termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli verilmiştir. MNK-1 örneğinin termal analizi incelendiğinde 3 farklı bölgede bozunma gerçekleştiği görülmektedir. $250\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar %8,24 ağırlık kaybı vardır. İlk aşamada genellikle yüzeyde bağlı olan suyun ve diğer uçucu bileşenlerin kaybı gerçekleşir. Bu kayıptan su ve diğer uçucu bileşenler sorumludur. $250-450^\circ\text{C}$ aralığında %34,85'lik bir ağırlık

kaybı gözlenmiş. Daha yüksek sıcaklıklarda organik bileşenlerin piroliz ve yanma süreçleri başlar. Bu sıcaklık aralığında, özellikle metal-organik komplekslerin ve organik bağların kırılması sonucu büyük bir ağırlık kaybı meydana gelebilir. Kaplamadaki organik yapılar, bu sıcaklıklarda genellikle ayrışır ve gaz haline gelir. Bu aralıktaki kayıp C bazlı okside olabilen yapıların uzaklaştığını kanıtlar niteliktedir. 450-700°C aralığında %12,04'lük bir ağırlık kaybı gözlenmiştir. Bu sıcaklık aralığında, oksidasyon sonrası gerçekleşen ilave reaksiyonlar atomik düzenlenmeler ve kalan bazı yapıların uzaklaştırılması gerçekleşmiştir. İlave kondenzasyon reaksiyonları sonrası olan kayıplar vardır. Toplam %55,13 ağırlık kaybı vardır.



Şekil 4.18.: MNK-1'in geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.19.: MNK-1'in termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

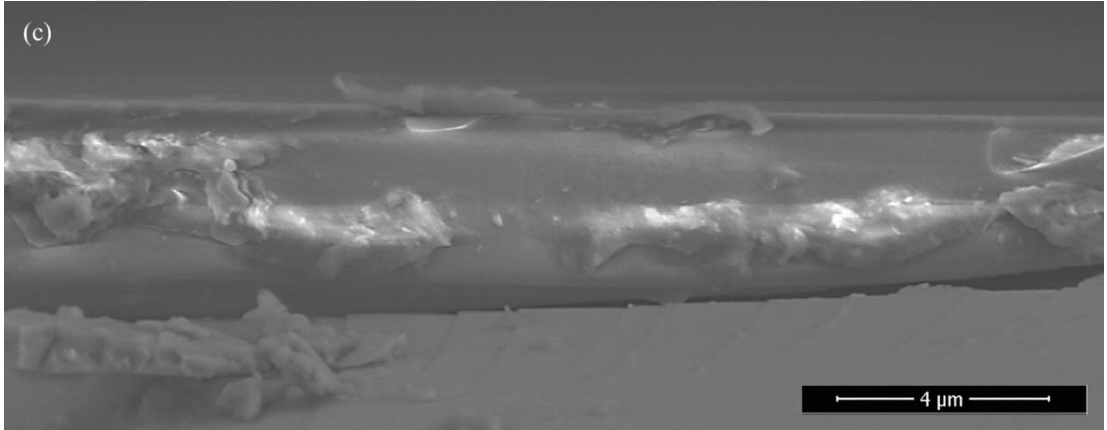
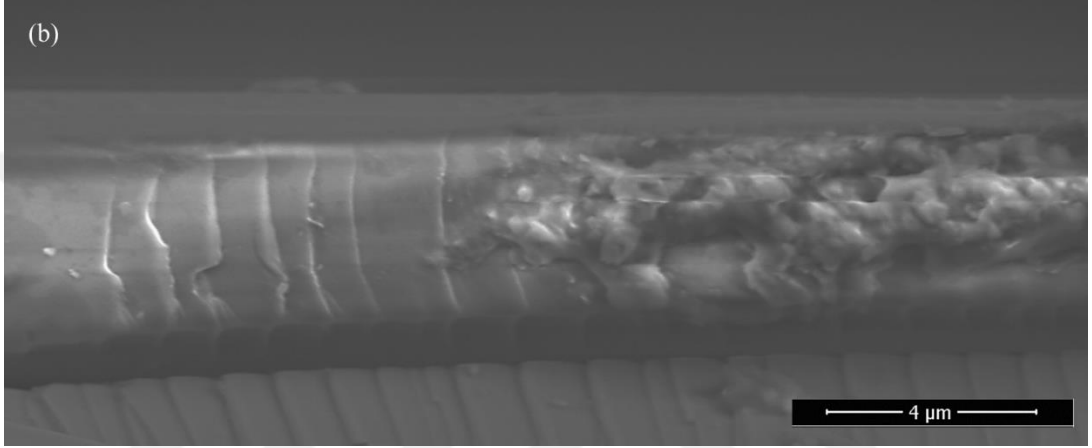
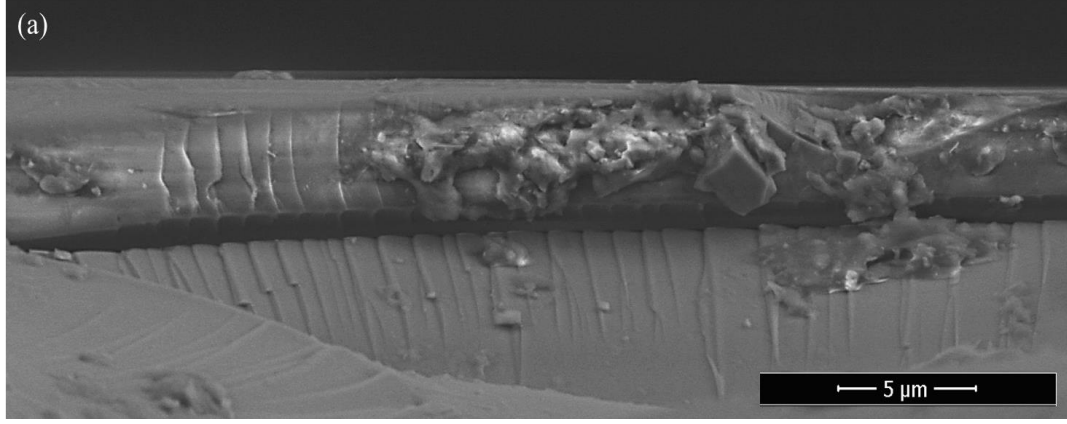
Tablo 4.3.: MNK-1 örneğinin termal ağırlık kaybı toplamı

$\frac{\% \Delta m}{^{\circ}C}$	MNK-1	
30-250	8,24	Su ve uçucu bileşiklerin kaybı
250-450	34,85	İçerikteki C bazlı ürünlerin uzaklaştırılması
450-700	12,04	İlave kondenzasyon dolasıyla olan kayıplar
Toplam, Δm	55,13	

4.2.2. İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın Si QD ile Modifikasyonu

İnorganik-organik hibrit kaplamanın Si QD ile modifikasyonu, yani multifonksiyonel nanokompozit kaplama 2 (MNK-2) GPTMS, Si QD ve Al.complex içeren bir kaplamadır. Multifonksiyonality olarak bahsettiğimiz antibakteriyel, hidrofobiklik, ve hibrit kaplama özelliklerini veren F-silan, ve Ag nanopartikülleri içermeyen, sadece floresan ve hibrit özellikleri gösteren bir kaplama olduğu söylenebilir. Partikül etkisinin dikkatle incelenebilmesi ve karşılaştırma yapılabilmesi için kaplama işlemi uygulanmıştır.

SEM analizi, kaplanan yüzeyin morfolojisini (şekil ve yapı), pürüzlülüğünü ve homojenliğini görsel olarak gösterir. SEM görüntüleri, kaplamanın homojenliğini değerlendirmek için kullanılır. Şekil 4.20’de verilen görsellerden; (a) düşük vakum modunda 10000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır, (b) düşük vakum modunda 20000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır, (c) düşük vakum modunda 20000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır.



Şekil 4.20.: MNK-2 örneğinin SEM görüntüleri (a) 5 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 4 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 5 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

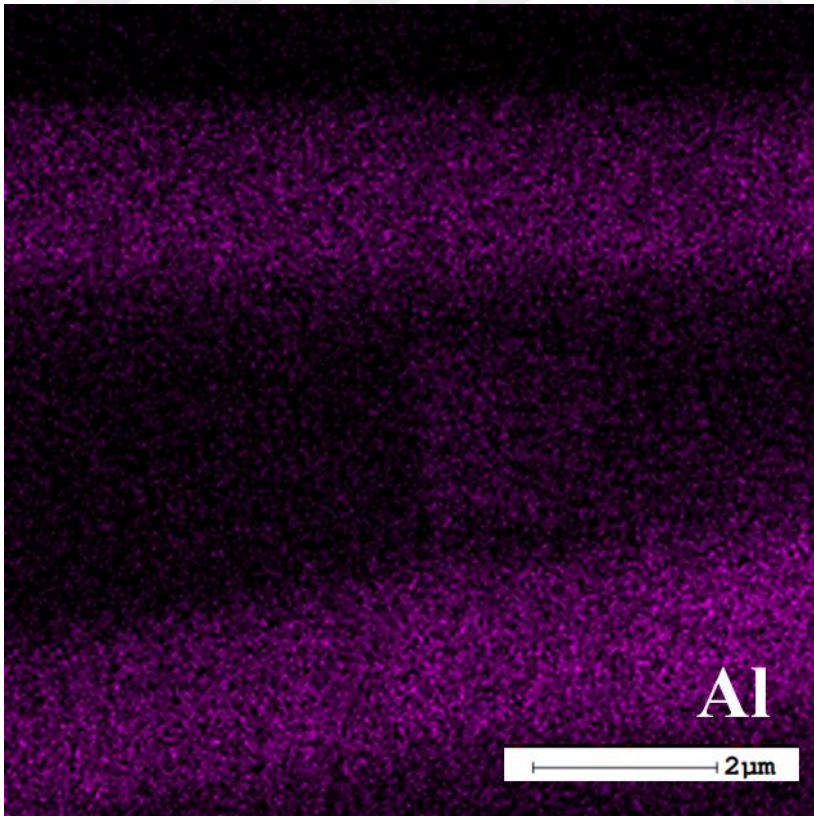
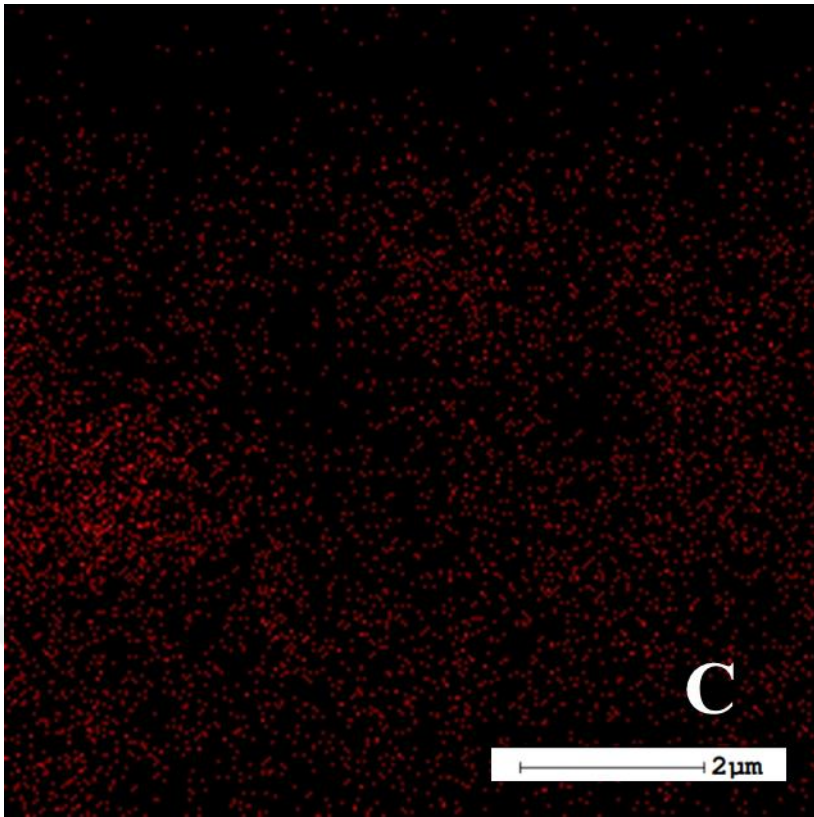
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

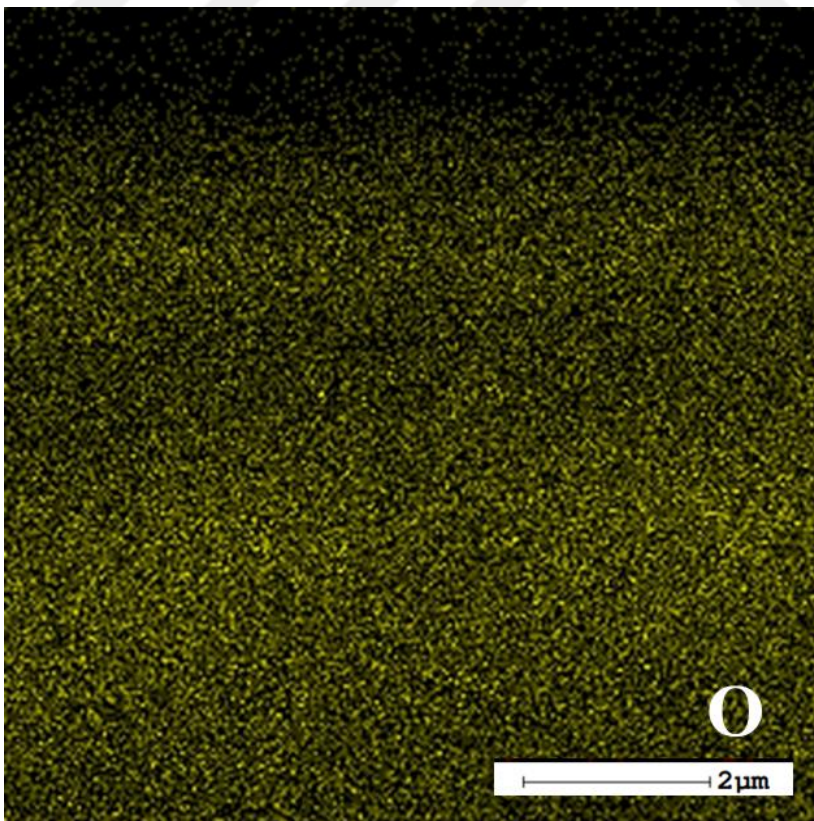
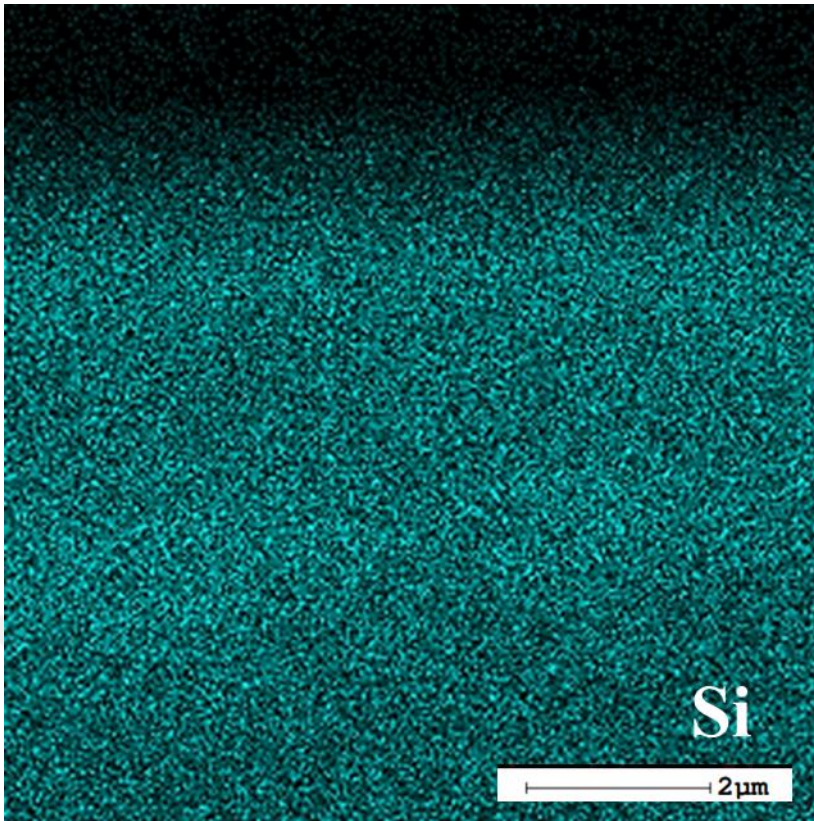
SEM analizinde, Si QD'ların kaplanmış yüzeydeki dağılımı ve büyüklük dağılımıdır. Özellikle Silikon kuantum dot gibi nano boyutlu malzemelerin homojen bir şekilde dağılıp dağılmadığını görmek için önemlidir. Gözlemlenen SEM görüntülerinde, Si QD'ların homojen bir şekilde yüzeye yerleştirildiği ve belirli bir büyüklük aralığında olduğu gözlenmiştir. Bu, kaplama işlemi sırasında SiQD'ların kontrol edilebilir bir şekilde entegre edildiğini ve kaplanmış yüzeyin optik ve elektronik özelliklerini iyileştirebileceğini işaret etmektedir. SEM görüntülerinde ilk olarak dikkat çeken nokta, kaplanmış yüzeylerin genel düzgünlüğü ve homojenliğidir. Glymo ve Al.complex kullanıldığında, yüzeyde homojen bir kaplama oluşturmuş ve bu Si QD'ların düzenli bir şekilde yerleştirilmesine olanak tanımıştır. Yüzeyin pürüzsüzlüğü, kaplama işleminin başarılı olduğunu ve Si QD'ların yüzeye etkin bir şekilde bağlandığını göstermektedir.

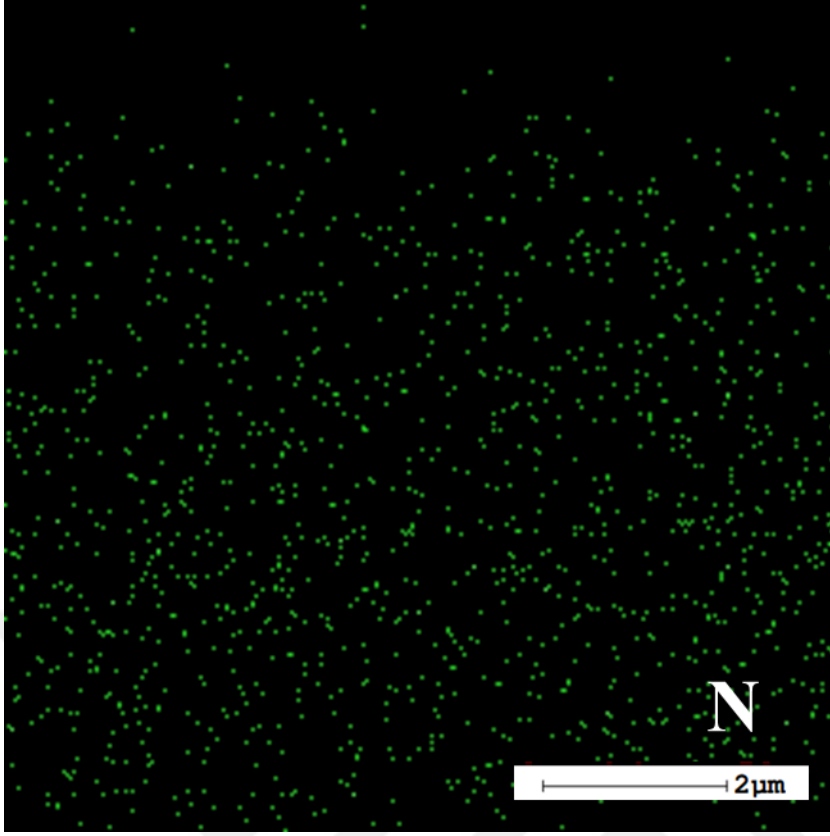
EDX analizi, numunenin yüzeyindeki elementlerin kimyasal bileşimini belirlemek için kullanılır. EDX analizi, her bir elementin numunedeki toplam atomik yüzdesini belirtir. Her bir element için EDX spektrumunda karakteristik enerji seviyelerine karşılık gelen pikler gözlemlenir. Bu piklerin yerleri ve intensiteleri, ilgili elementlerin varlığını ve miktarını gösterir. MNK-2 örneği için Alüminyum-trisec-bütoksit kompleksinden kaynaklanan Al elementi yoğunluğu, GPTMS ve etilasetoasetat ligantının varlığından dolayı C ve O elementi, Silikon kuantum dotların varlığından dolayı Si ve N elementleri gözlemlenir. Tablo 4.4'de verilen MNK-2 örneğinin EDX incelemesinde atom ağırlığı yüzdeleri %13.33 C, %49.40 O, %8.18 Al, %27.27 Si, %1.82 N elde edilir.

Tablo 4.4.: MNK-2 örneğinin EDX incelemesi

Element	Ağırlıkça %
C K	13.33
O K	49.40
Al K	8.18
Si K	27.27
N K	1.82







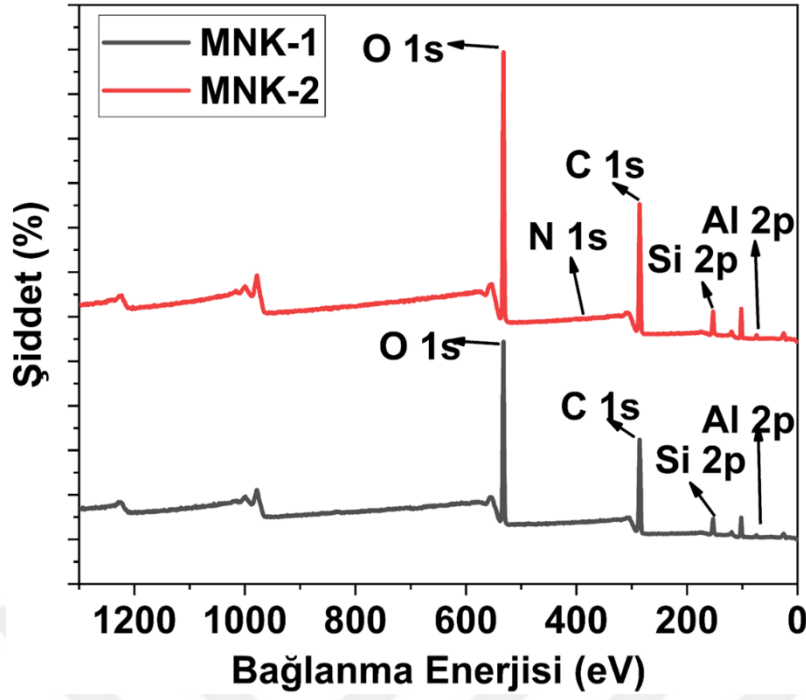
Şekil 4.21.: MNK-2 örneğine ait Si, C, O, Al, N elementlerinin atomik haritalama görüntüleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Atomik haritalama, kaplamanın yüzeyindeki elementlerin varlığını ve dağılımını gösterir. Her bir element için atomik haritalama, numunenin belirli bölgelerinde elementlerin yoğunluklarını gösterir. Bu, kaplamanın bileşimi ve homojenliği hakkında bilgi sağlar. MNK-2 örneğinin atomik haritalamadan elde edilen görüntüler EDX analizinin sonuçlarını kanıtlar niteliktedir. MNK-2 örneğine ait Si, C, O, Al, N elementlerinin atomik haritalama ile görüntülenen tahmini dağılım sırası Şekil 4.21’de verilmiştir.

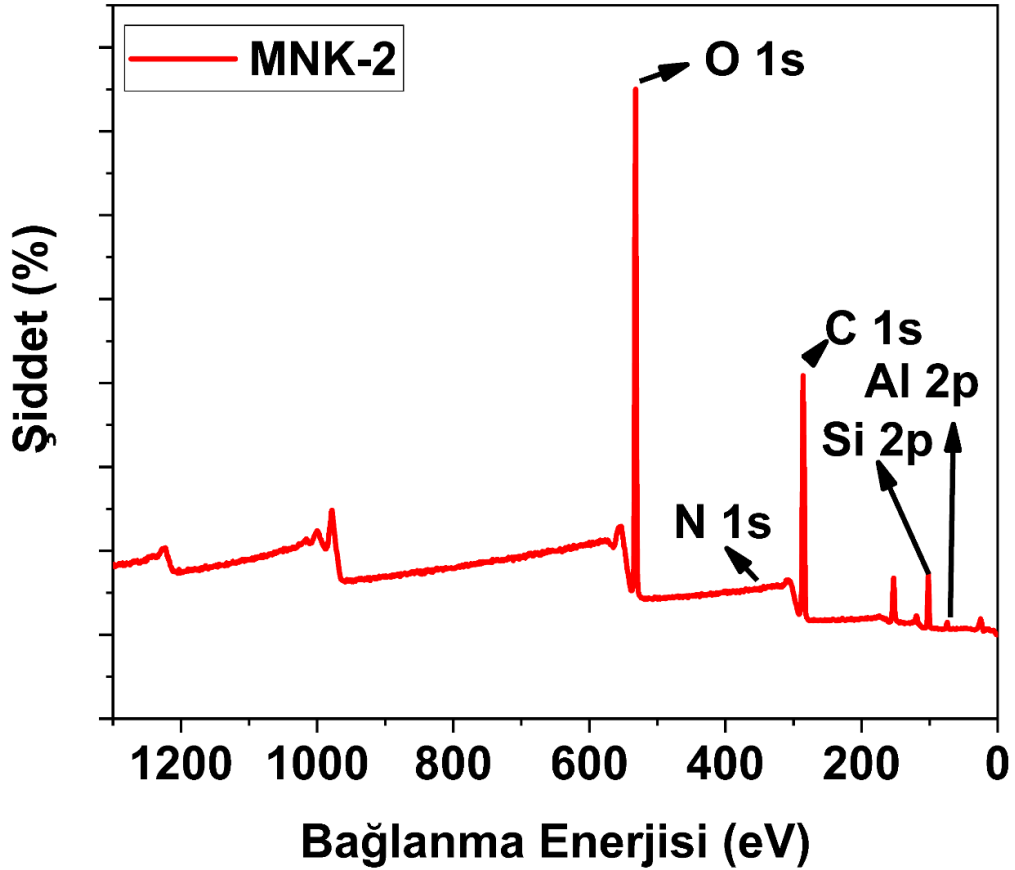
XPS analizindeki piklerin belirginliği ve pozisyonları, kaplamanın bileşenlerinin kimyasal bağlanma ve yüzey kimyası hakkında detaylı bilgi sağlar. Her bir elementin belirli bağlanma enerjisi veya XPS pik pozisyonu, onun kimyasal durumunu ve kaplamadaki rolünü anlamaya yardımcı olur. Silikon kuantum dotları gibi nano boyutlu yapılar, genellikle yüzeyin özelliklerinde belirgin değişiklikler yaratarak XPS spektrumunda tanımlanabilir.

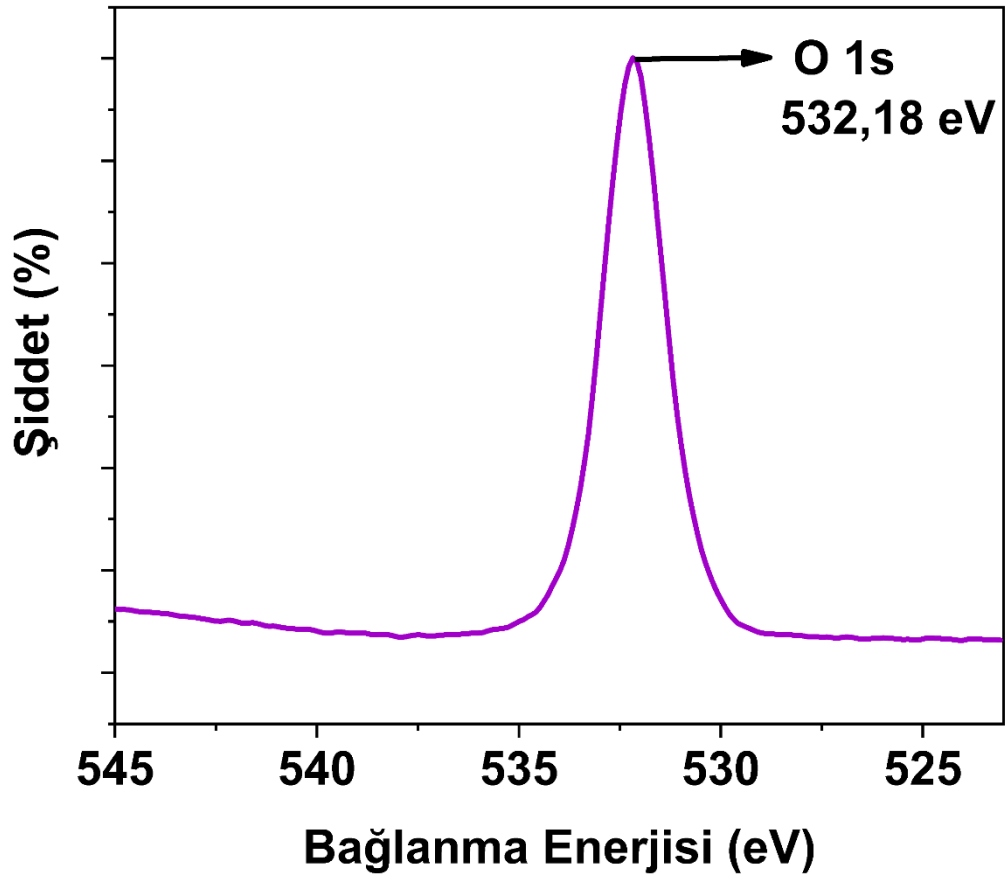
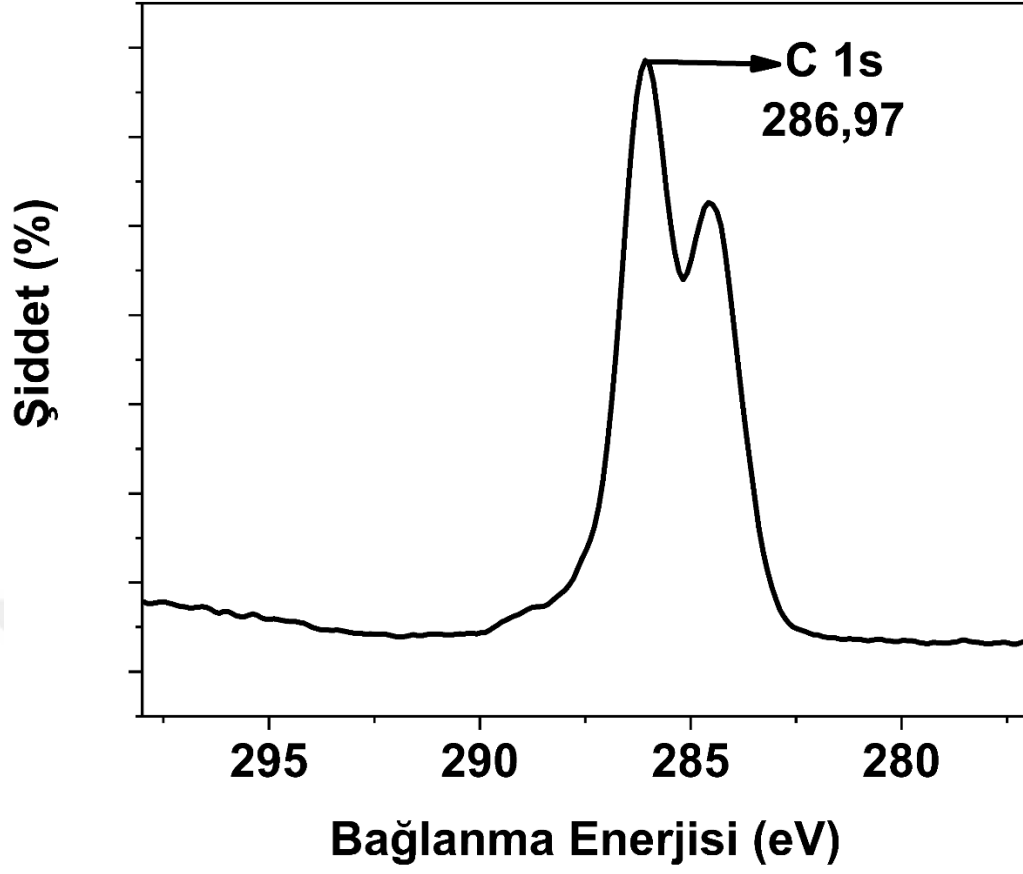
Şekil 4.22’de MNK-2 yüzey kaplaması için yapılan XPS analizinde beklenen yüksek çözünürlükte Si, C, Al, N ve O atomlarının pikleri açıkça görülmektedir. XPS sonuçlarına göre ; O 1s 532,18 eV, C 1s 286,97 eV, Al 2p 74,48 eV, N 399,08 eV, Si 2p 101,98 eV’de yüksek çözünürlüklü pik vermiştir. MNK-1 ile karşılaştırıldığında farklı olarak N atomlarının pikleri görülmektedir. Şekil 4.22’de MNK-1 ve MNK-2 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi karşılaştırması verilmiştir. MNK-2 örneğinin formülasyonuna eklenen Si QD partiküllerinin varlığı XPS grafiğinde görülen N atomlarının varlığı ile kanıtlanmıştır. MNK-2 örneğinin XPS tarafından tanımlanan yüzey elementlerinde gerekli atomik etkileşimler gözlemlenmiştir. Şekil 4.23’de MNK-1 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi verilmiştir. Alüminyum trisecbütoksit kompleksi içeren kaplamada Al 2p pikleri gözlemlenebilir. Al 2p pikleri genellikle yaklaşık 74-78 eV civarında bulunur. MNK-2 örneğinde Al 2p pikleri 71,48 eV’da gözlemlenmiştir. Silikon kuantum dot (QD) içeren kaplamada Si 2p pikleri beklenir. Si 2p pikleri genellikle yaklaşık 99 eV civarında bulunabilir. MNK-2 Si 2p pikleri 101,98 eV’da görülmüştür. Tüm bileşenlerden kaynaklanan oksijen pikleri gözlemlenebilir. O 1s pikleri genellikle 530-532 eV civarında bulunur. Ligant olarak kullanılan etilasetoasetat ve GPTMS'den kaynaklanan karbon pikleri beklenir. C 1s pikleri genellikle 284-285 eV civarında bulunabilir. Eğer etilasetoasetat gibi bir ligantta azot içeren gruplar varsa, N 1s pikleri gözlemlenebilir. N 1s pikleri genellikle 398-400 eV civarında bulunabilir. Si qd sentezi esnasında APTES kullanıldığı için N atomları bulunur. MNK-2 örneğinde XPS analizinden sonra UV-ışığı altındaki görüntüsü de N atomunun varlığının kanıtı niteliğindedir. Şekil 4.24’de MNK-2 örneğinin UV-ışığı altındaki görüntüsü verilmiştir.

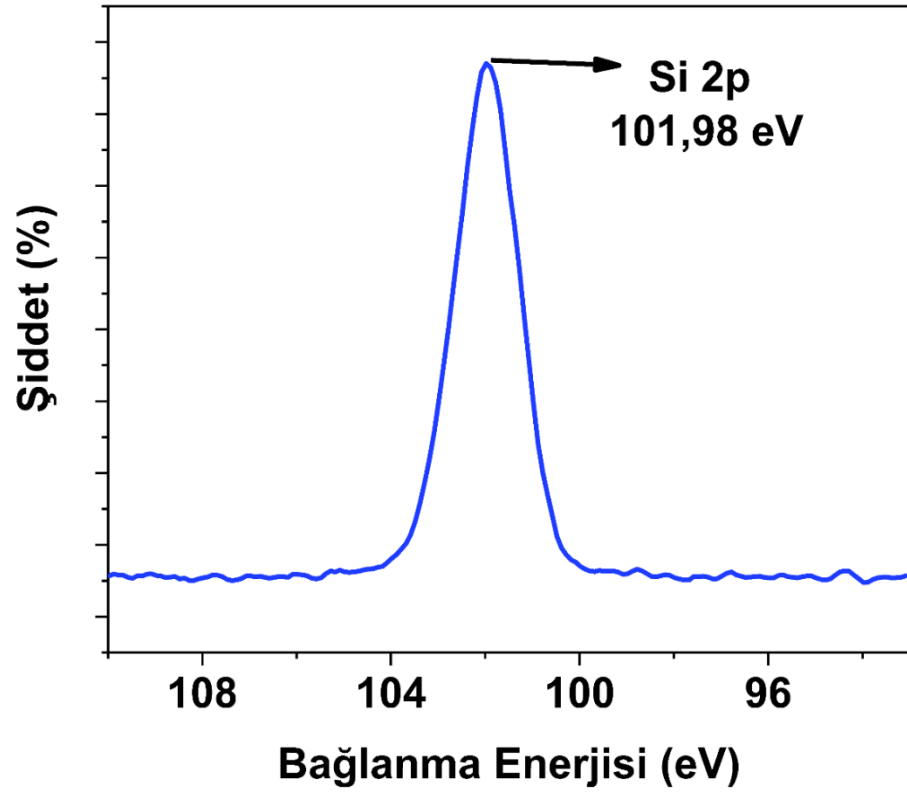
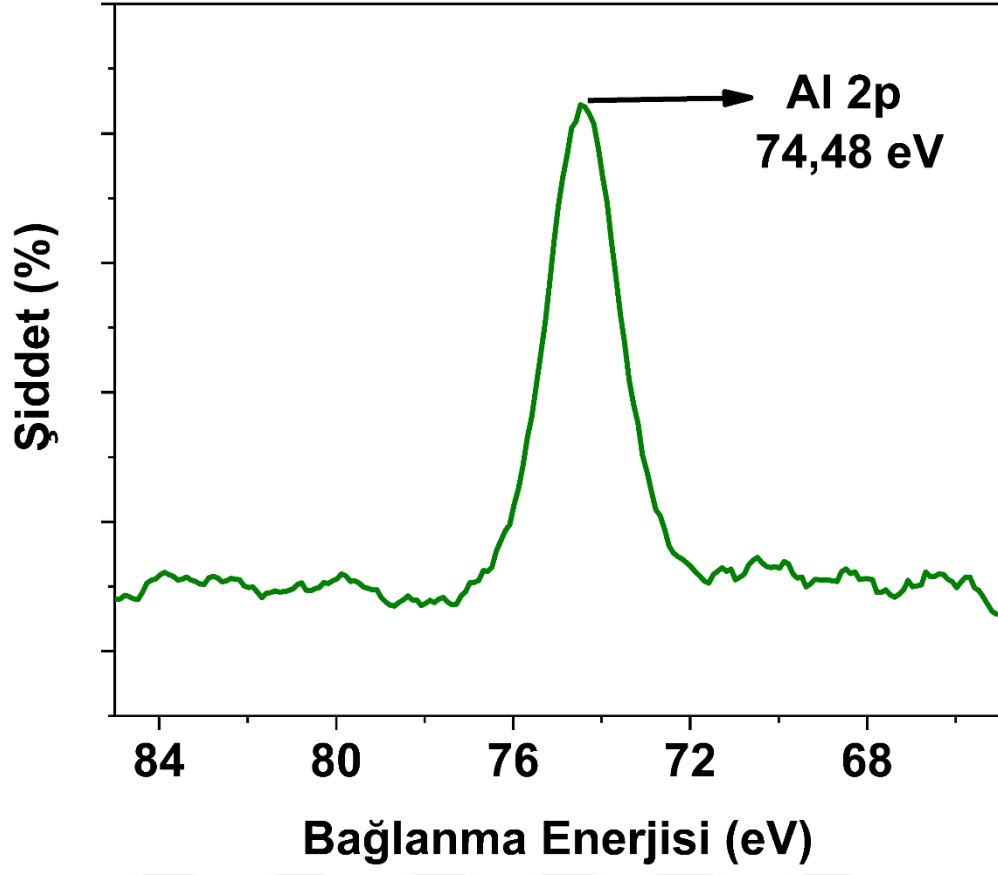


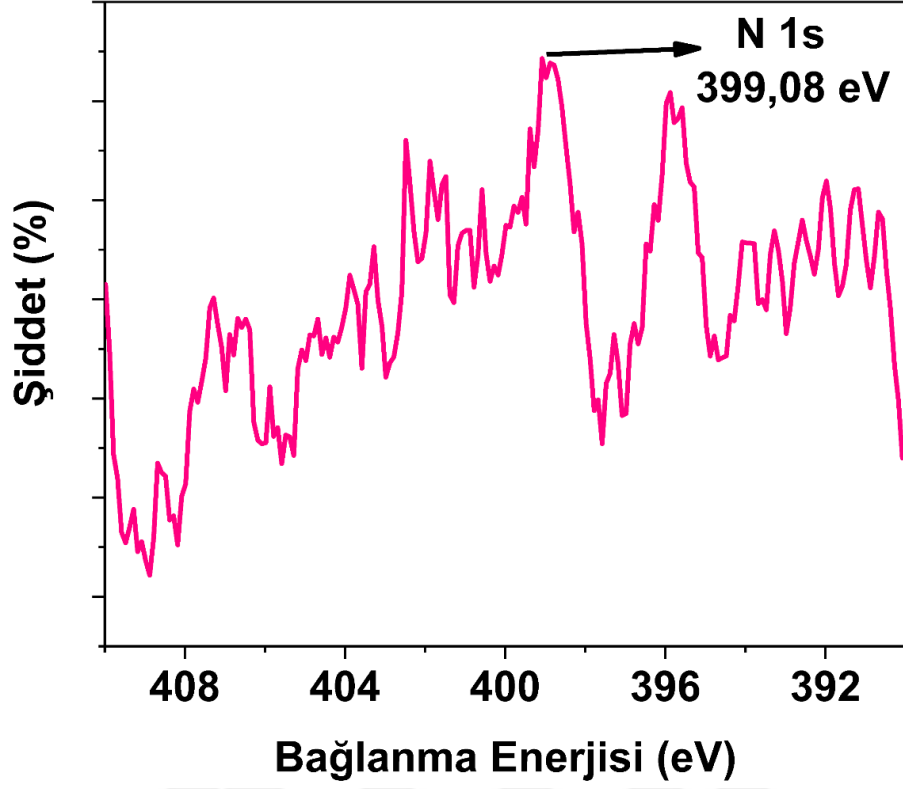
Şekil 4.22.: MNK-1 ve MNK-2 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi karşılaştırması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.









Şekil 4.23.: MNK-2 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.5.: MNK-2 örneğinin XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

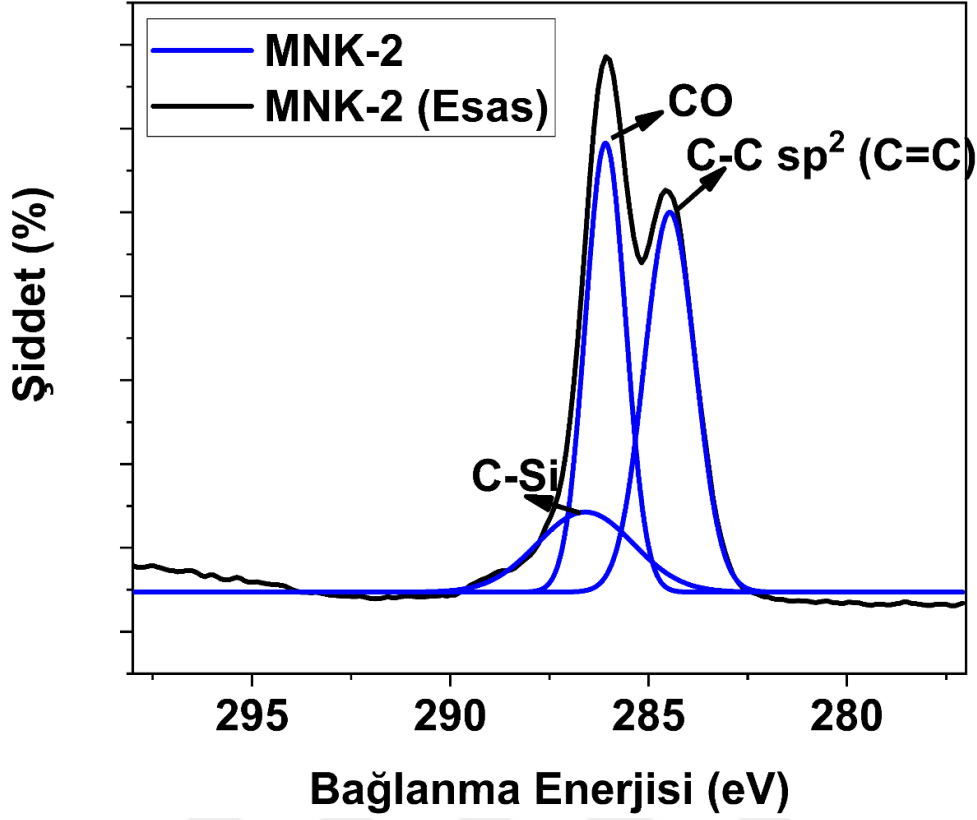
Kaplama	O 1s	C 1s	Al 2p	Si 2p	N 1s
MNK-1	532,18 eV	286,97 eV	71,48 eV	101,98 eV	399,08 eV



Şekil 4.24.: MNK-2 kaplamasının UV-ışığı altındaki görüntüsü

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

XPS analizindeki dekonvülosyon grafiği, C atomlarının kaplama üzerindeki farklı bileşenlerdeki kimyasal durumunu gösterir. Grafikteki C 1s pikleri, farklı bileşenlerin C atomlarını gösterir. Örneğin, etilasetoasetat ligantından gelen C atomları genellikle 284 eV civarında bir bağlanma enerjisine sahipken, silikon quantum dotlerden gelen C atomları farklı enerji seviyelerinde olabilir. Elde edilen XPS dekonvülosyon grafiği, MNK-2 örneğinin bileşenlerinin XPS yoluyla detaylı bir analizini sağlar. Şekil 4.25’de MNK-2 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi C atomu dekonvülosyonu verilmiştir.

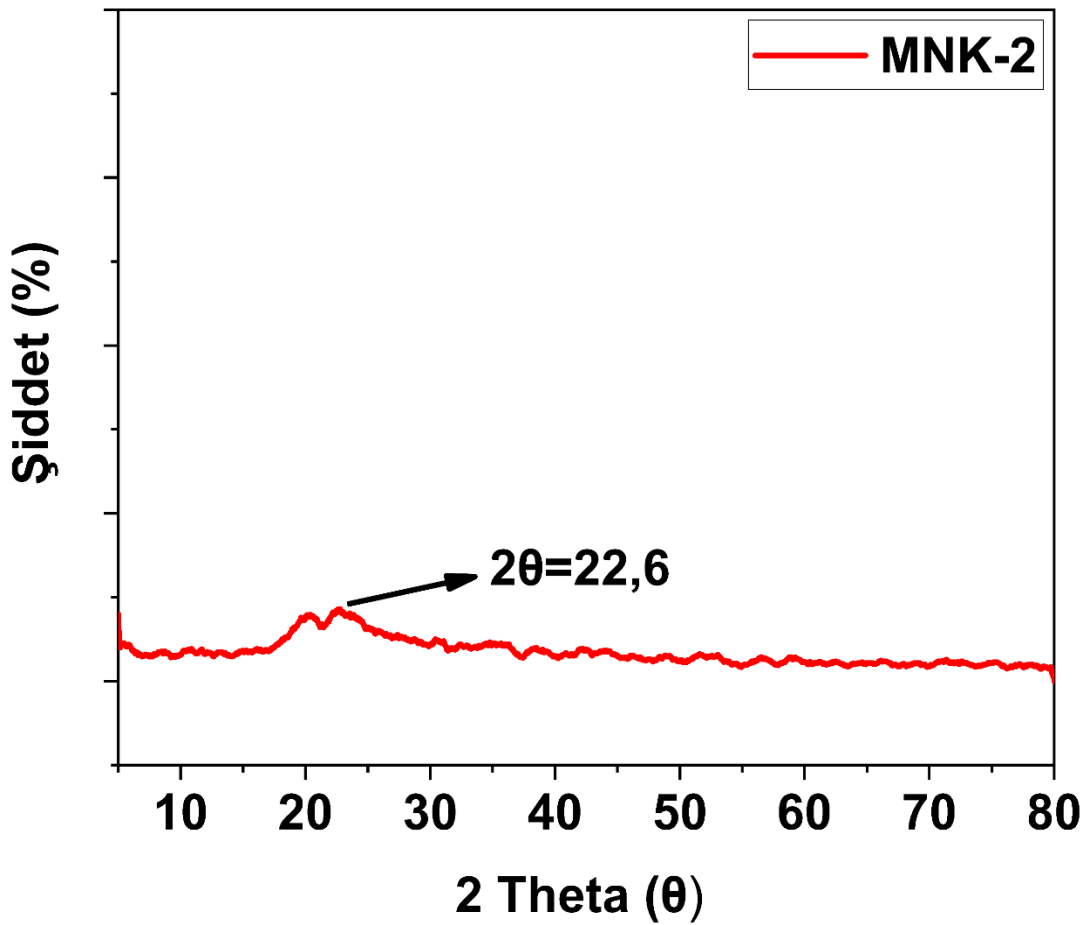


Şekil 4.25.: MNK-2 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi C atomu dekonvülosyonu

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Şekil 4.25’de MNK-2 örneğinin XRD grafiği verilmiştir. MNK-2 örneğinin XRD grafiğine göre $2\theta = 22,6^\circ$ ’de yer alan pikine göre örneğin amorf durumda olduğunun kanıtı niteliğindedir. MNK-2 örneğinin XRD analizinde 2θ açısı, difraksiyon desenindeki piklerin konumunu belirtir. Her bir pik, kristal yapıda atomların düzenli dizilimi nedeniyle X ışınlarının belirli bir açıda saçılması sonucu oluşur. $2\theta = 22,6^\circ$, X ışınlarının kaplama materyalinde belirli bir kristal düzenlemeye sahip atomik düzenlemelerden saçıldığı açıyı ifade eder. Alüminyum trisec-bütoksit kompleksi içindeki Al pikleri genellikle düşük 2θ değerlerinde belirgin olabilir. Silikon kuantum dotları (QD) içindeki Si pikleri genellikle orta 2θ değerlerinde gözlemlenebilir. Eğer etilasetoasetat gibi bir organik ligant varsa, organik bağlara ait pikler de genellikle düşük 2θ değerlerinde görülebilir.

MNK-1 ve MNK-2 örneklerini kıyaslayacak olursak çok belirgin farklar yoktur fakat iki kaplama arasındaki XRD piklerinde görülen farklar, kullanılan bileşenlerin kristalin yapılarının farklı olmasından kaynaklanabilir. Silikon kuantum dotların eklenmesi, kaplamamın kristalliğinde ve atomik düzeninde belirgin değişikliklere neden olabilir. MNK-1 örneğinde sadece GPTMS ve Alüminyum trisec-bütoksit kompleksi kullanıldığı için, organik ligant olan etilasetoasetatın XRD deseninde belirgin katkısı olmaz. Bu kaplamada genellikle metalik veya metal oksit bileşenlerinden kaynaklanan pikler daha belirgin olacaktır.



Şekil 4.26.: MNK-2'nin XRD analizi

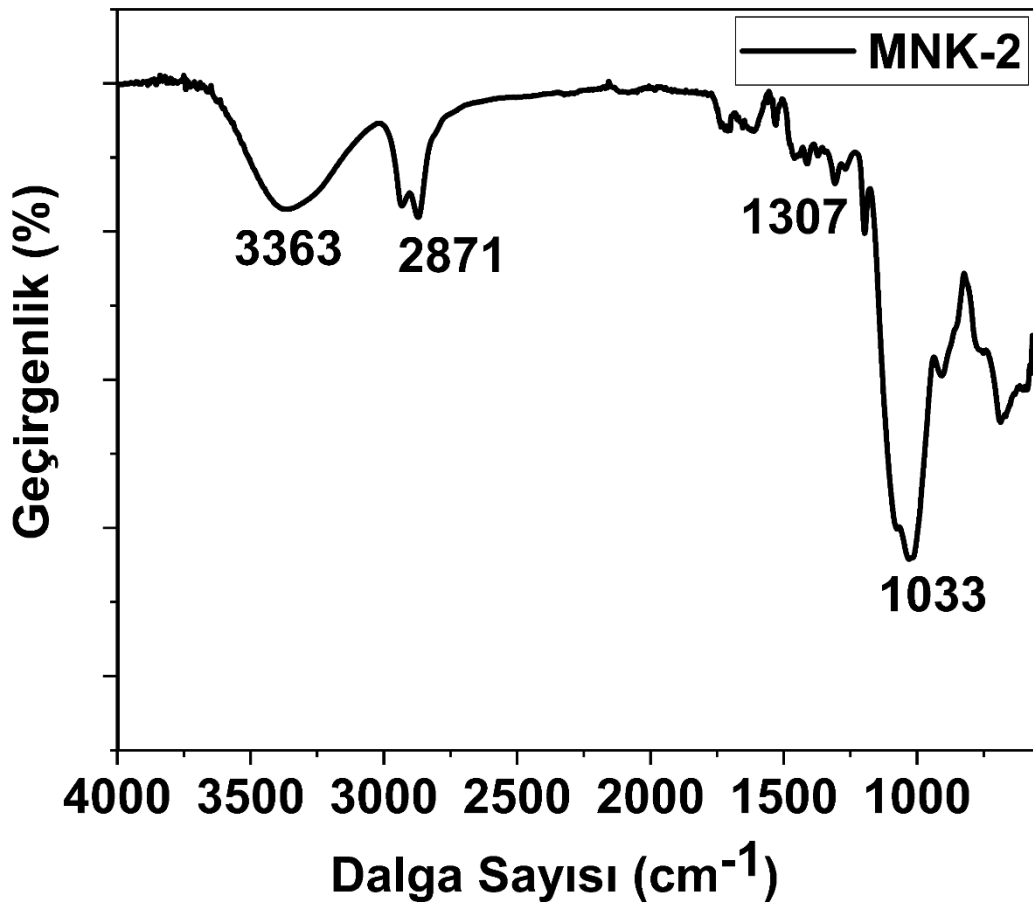
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Organik ligant olan etilasetoasetatın FT-IR spektrumunda belirli pikler beklenirken, XRD analizinde genellikle organik ligantların belirgin bir katkısı gözlenmez. MNK-2 örneğinde silikon kuantum dotlarının varlığı, XRD deseninde belirli 2θ açılarında

(silikonun kristal yapılarına bağlı olarak) ek pikler oluşturabilir. Bu pikler, silikonun kristalin düzenlemelerini yansıtır. MNK-2 örneği için yapılan FT-IR analizlerinde Şekil 4.26'da görüldüğü üzere 2871 cm^{-1} 'de $-\text{CH}$ gerilmeleri, uzun alkil zincirlerinden dolayı 1307 cm^{-1} 'de MNK-2 örneği için $-\text{CH}_2$ gerilmeleri görülmektedir. $3500\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ aralığında 3363 cm^{-1} 'de pik tespit edilmiştir. Dolayısıyla MNK-2 örneğinin $-\text{OH}$ grupları içerdiği söylenebilir. FT-IR grafiğinde $1200\text{-}650\text{ cm}^{-1}$ aralığında incelendiğinde Si-O-Si pikleri 1033 cm^{-1} 'de gerilim göstermiştir. MNK-1 ve MNK-2 örnekleri için FT-IR analiz sonuçlarında her iki örnekte de Al-O bağlarına ait pikler beklenirken, etilasetoasetat ligandının komplekse bağlanma şekli ve silikon kuantum dot'larının varlığı gibi özelliklerde farklılıklar gözlenebilir. İki durumda da etilasetoasetat ligandının C=O ve C-O bağlarına ait pikler bulunur. Ligandın komplekse bağlanma şekli ve etkileşimleri, piklerin yoğunluk ve konumlarında farklılıklara neden olabilir. Her iki kaplamada da Al-O bağlarına ait pikler görülmesi beklenir. Alüminyum-trisec-bütoksit kompleksinin FT-IR spektrumunda genellikle metal-oksijen (Al-O) bağlarına ait pikler gözlemlenebilir. Bu pikler, kompleksin oluşumunu ve stabilitesini gösterebilir. Etilasetoasetat ligandının FT-IR spektrumunda karbonil (C=O) ve ester (C-O) gruplarına ait karakteristik pikler bulunur. Bu pikler, ligandın komplekse bağlanma şeklini ve etkileşimlerini yansıtabilir.

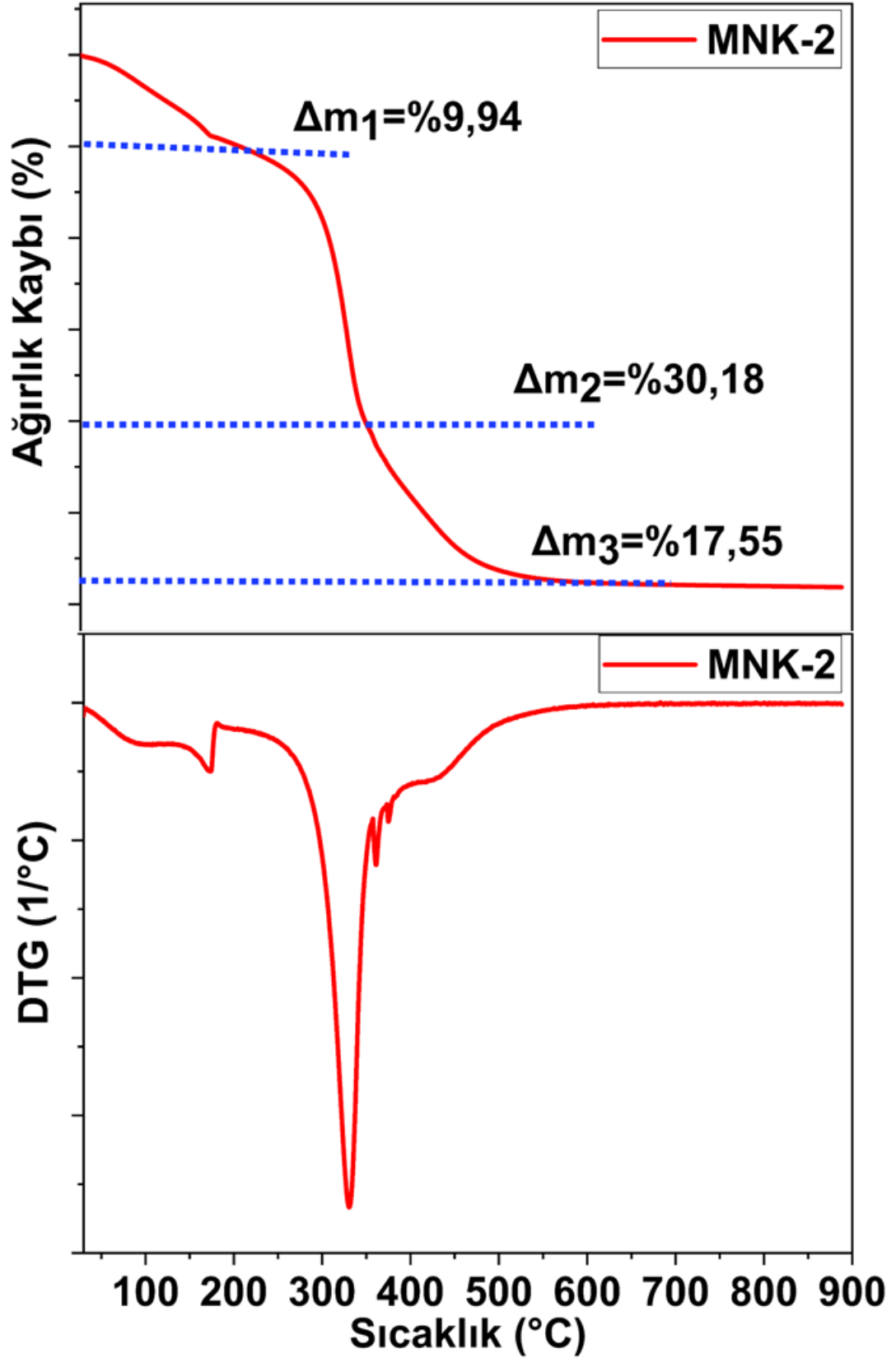
MNK-2 örneği için TG-DTG analizleri yapılmıştır. MNK-2 örneği için yapılan TG-DTG analizlerin termal ağırlık kaybı toplamı Tablo 4.6'da verilmiştir. Şekil 4.28'de MNK-1'in termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli verilmiştir. MNK-2 örneğinin termal analizi incelendiğinde 3 farklı bölgede bozunma gerçekleştiği görülmektedir. $250\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar %9,94 ağırlık kaybı vardır. Bu aralıkta su ve uçucu bileşiklerden kaynaklanan bir bozunma gerçekleşir. $250\text{-}450\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar %30,18 ağırlık kaybı vardır. Bu aralıktaki kayıp C bazlı okside olabilen yapıların uzaklaştığını kanıtlar niteliktedir fakat MNK-2 örneğinde bulunan Si QD genellikle yüksek sıcaklıklarda termal stabiliteye sahiptir ancak kaplamanın içindeki diğer organik bileşenlerin etkisiyle etkileşebildiği için bozunma artmıştır. $450\text{-}700\text{ }^\circ\text{C}$ aralığında %17,55'lik bir ağırlık kaybı gözlenmiştir. Bu sıcaklık aralığında, oksidasyon sonrası gerçekleşen ilave reaksiyonlar atomik düzenlenmeler ve kalan bazı yapıların uzaklaştırılması gerçekleşmiştir. İlave kondenzasyon reaksiyonları sonrası olan kayıplar vardır. Toplam %57,63 ağırlık kaybı vardır. Şekil 4.29'da MNK-1 ve MNK-2'in termal

bozunma eğrisi karşılaştırması verilmiştir. MNK-1 örneğinde daha düşük bir ağırlık kaybı ve daha belirgin bir ayrışma süreci, özellikle organik bileşenlerin ayrışması nedeniyle gözlemlenir. Metal komplekslerin ayrışması ve oksidasyonu daha belirgindir. MNK-2 örneğinde Si QD eklenmesi, kaplamanın genel termal davranışını etkileyebilir. Si QD genellikle yüksek sıcaklıklarda daha stabil olabilir, ancak kaplamadaki diğer organik bileşenler bu stabiliteyi etkileyebilir. MNK-2'nin daha fazla ağırlık kaybı göstermesi, Si QD'ların termal davranışını ve kaplamadaki diğer bileşenlerin etkileşimlerini göz önünde bulundurulması gerektiğini gösterir.



Şekil 4.27.: MNK-2'nin geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

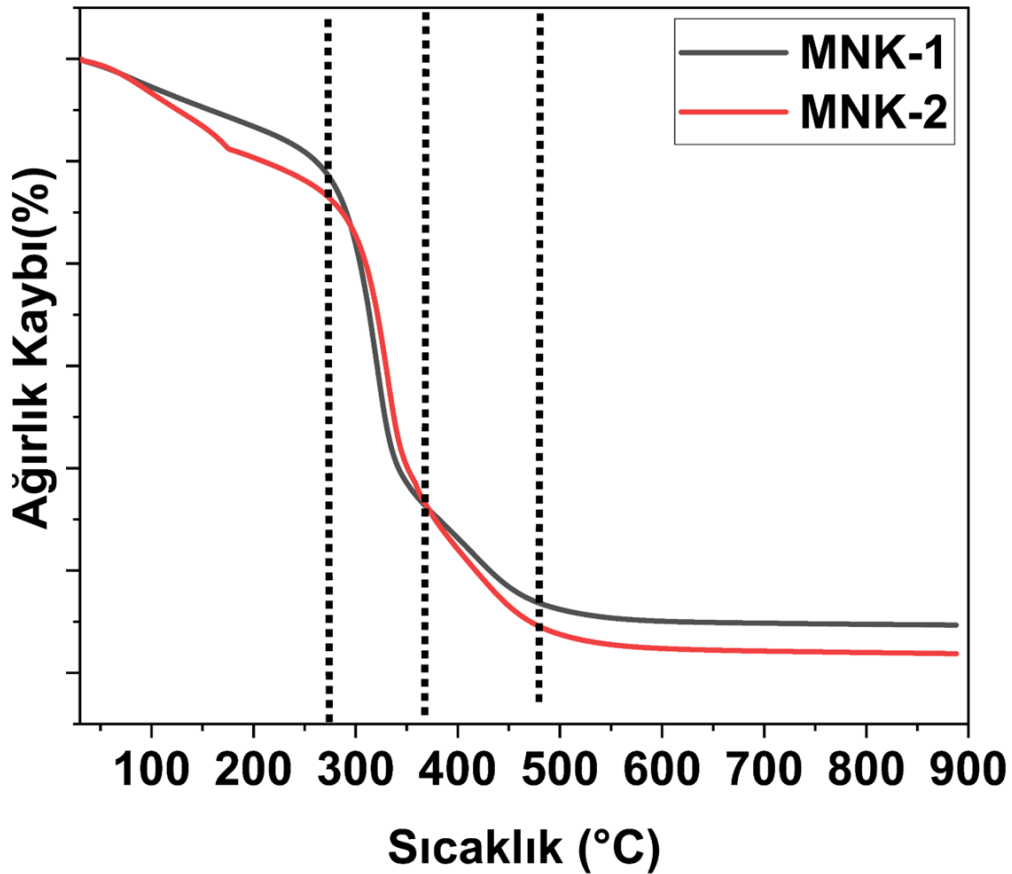


Şekil 4.28.: MNK-2'nin termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

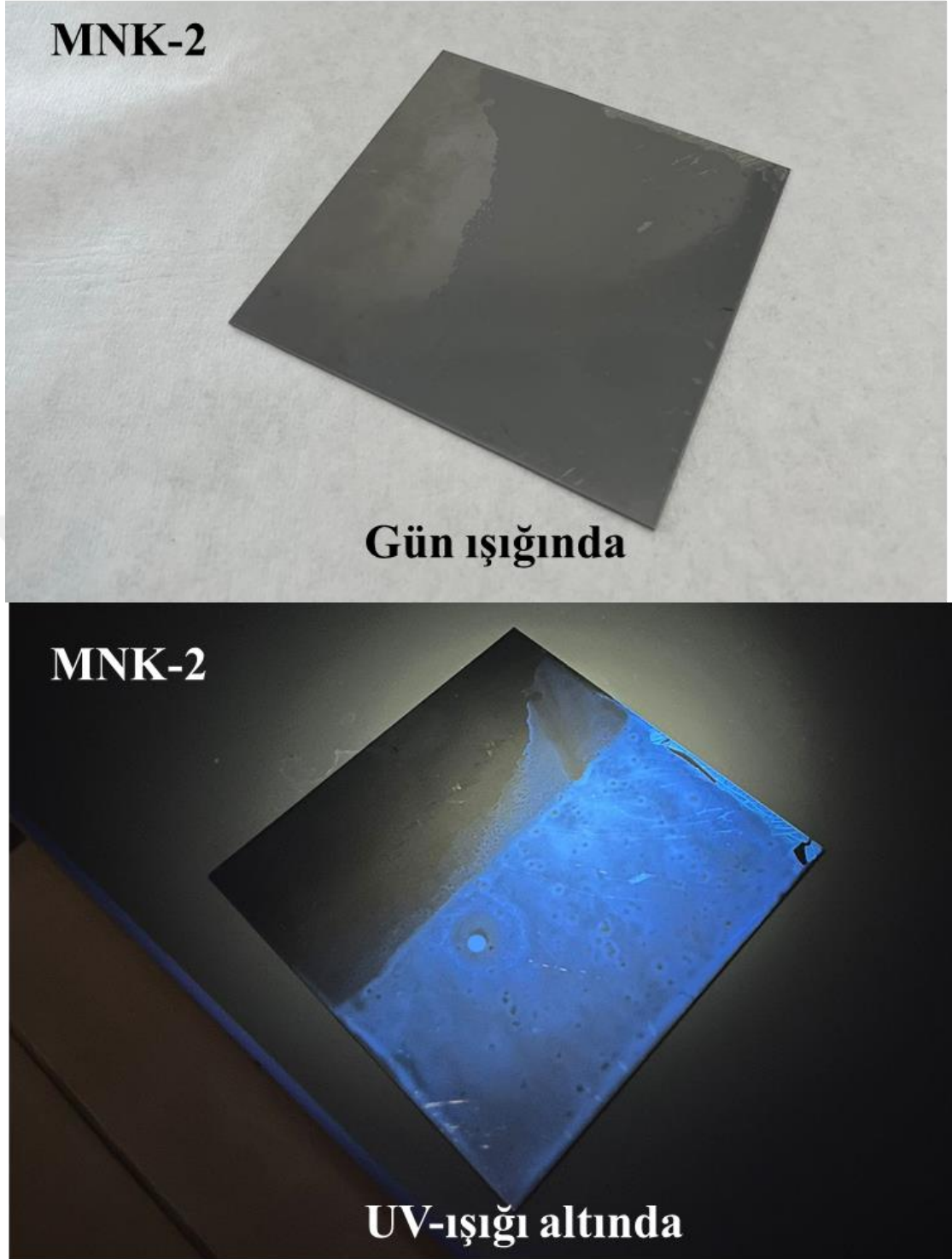
Tablo 4.6.: MNK-2 örneğinin termal ağırlık kaybı toplamı

$\frac{\% \Delta m}{^{\circ}\text{C}}$	MNK-2	
30-250	9,94	Su ve uçucu bileşiklerin kaybı
250-450	30,18	İçerikteki C bazlı ürünlerin uzaklaştırılması
450-700	17,55	İlave kondenzasyon dolasıyla olan kayıplar
Toplam, Δm	57,63	



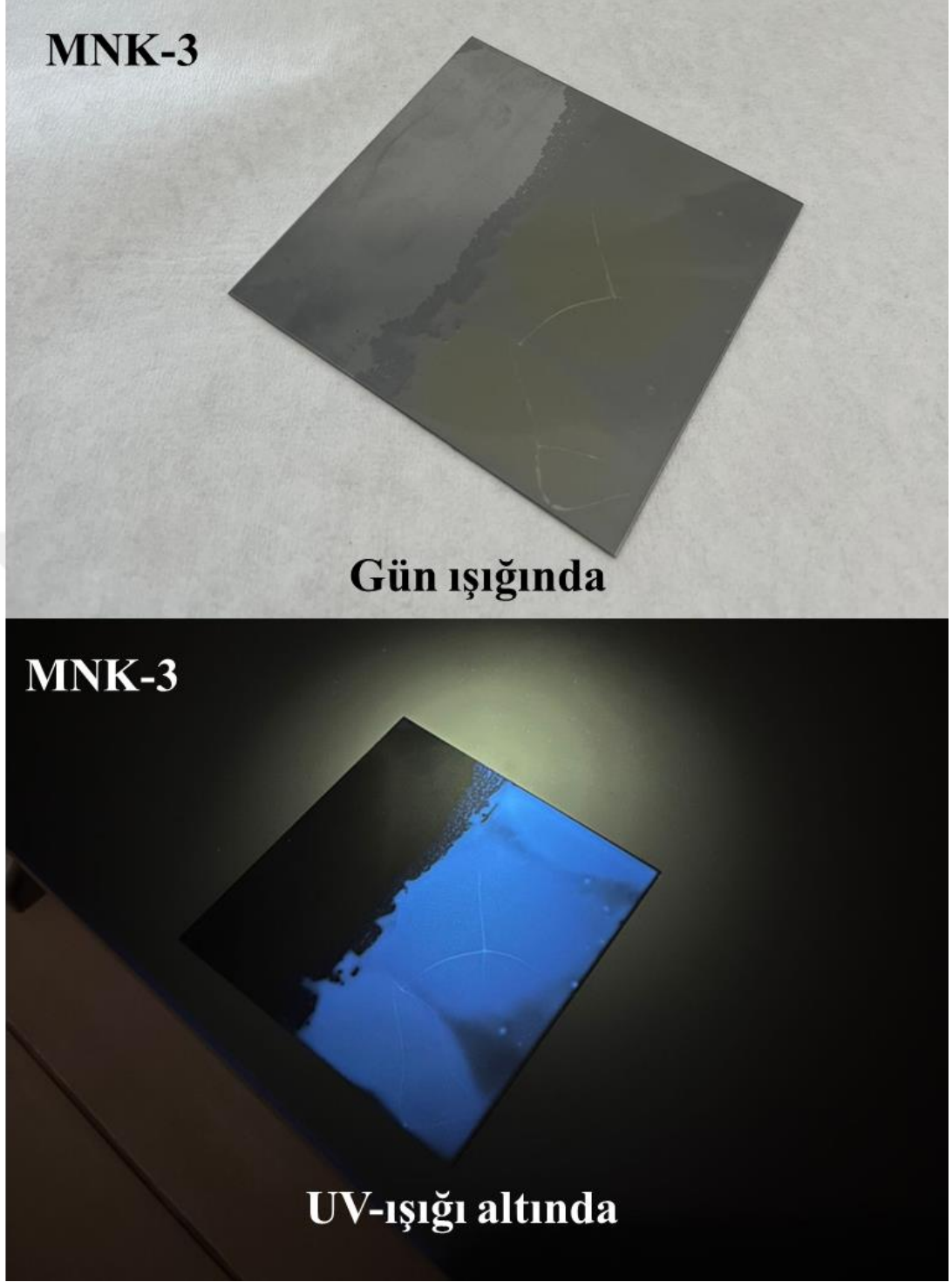
Şekil 4.29.: MNK-1 ve MNK-2'in termal bozunma eğrisi karşılaştırması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



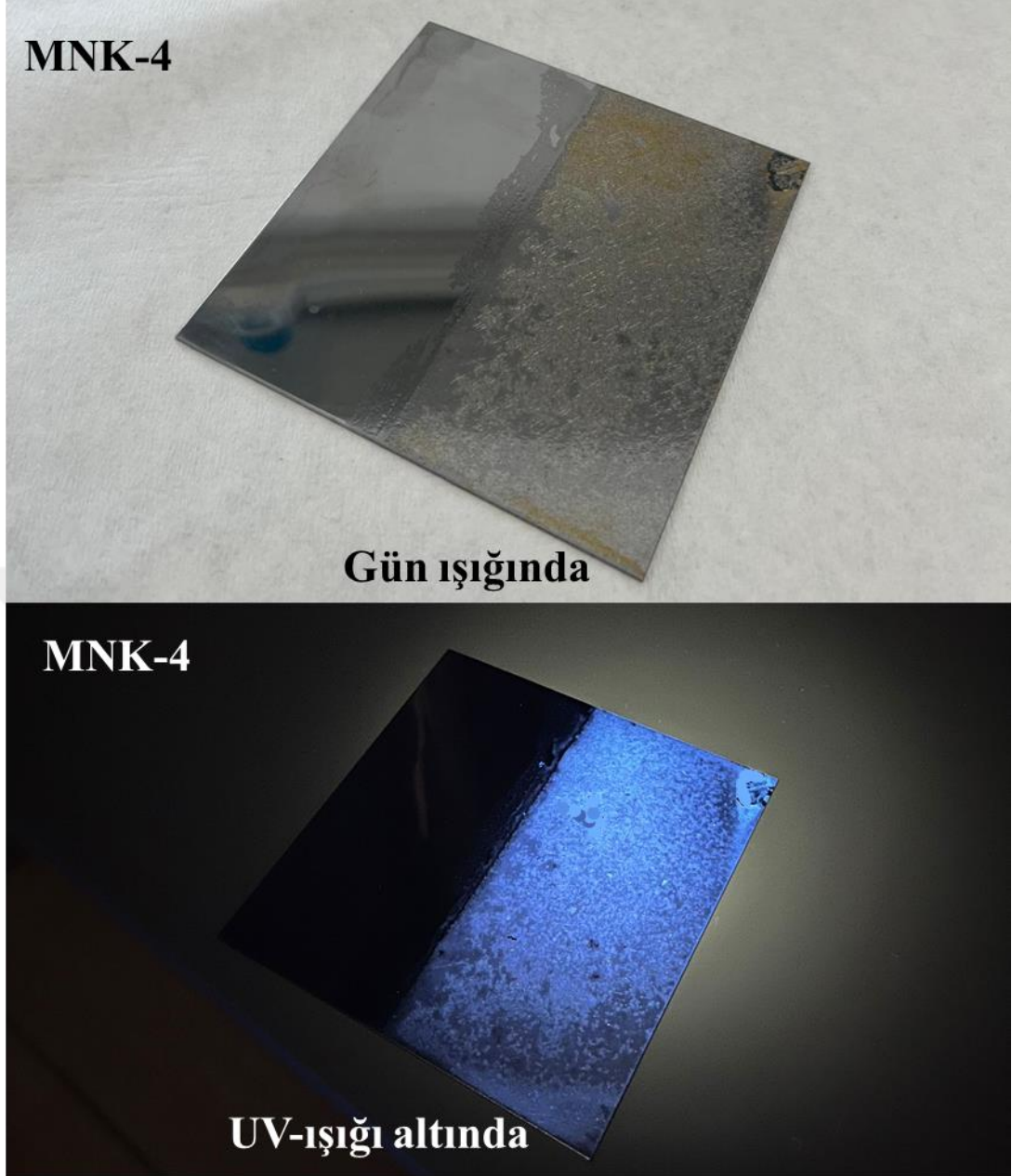
Şekil 4.30.: MNK-2 örneğinin gün ışığında ve UV-ışığı altında görüntüleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.31.: MNK-3 örneğinin gün ışığında ve UV-ışığı altında görüntüleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.32.: MNK-4 örneğinin gün ışığında ve UV-ışığı altında görüntüleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

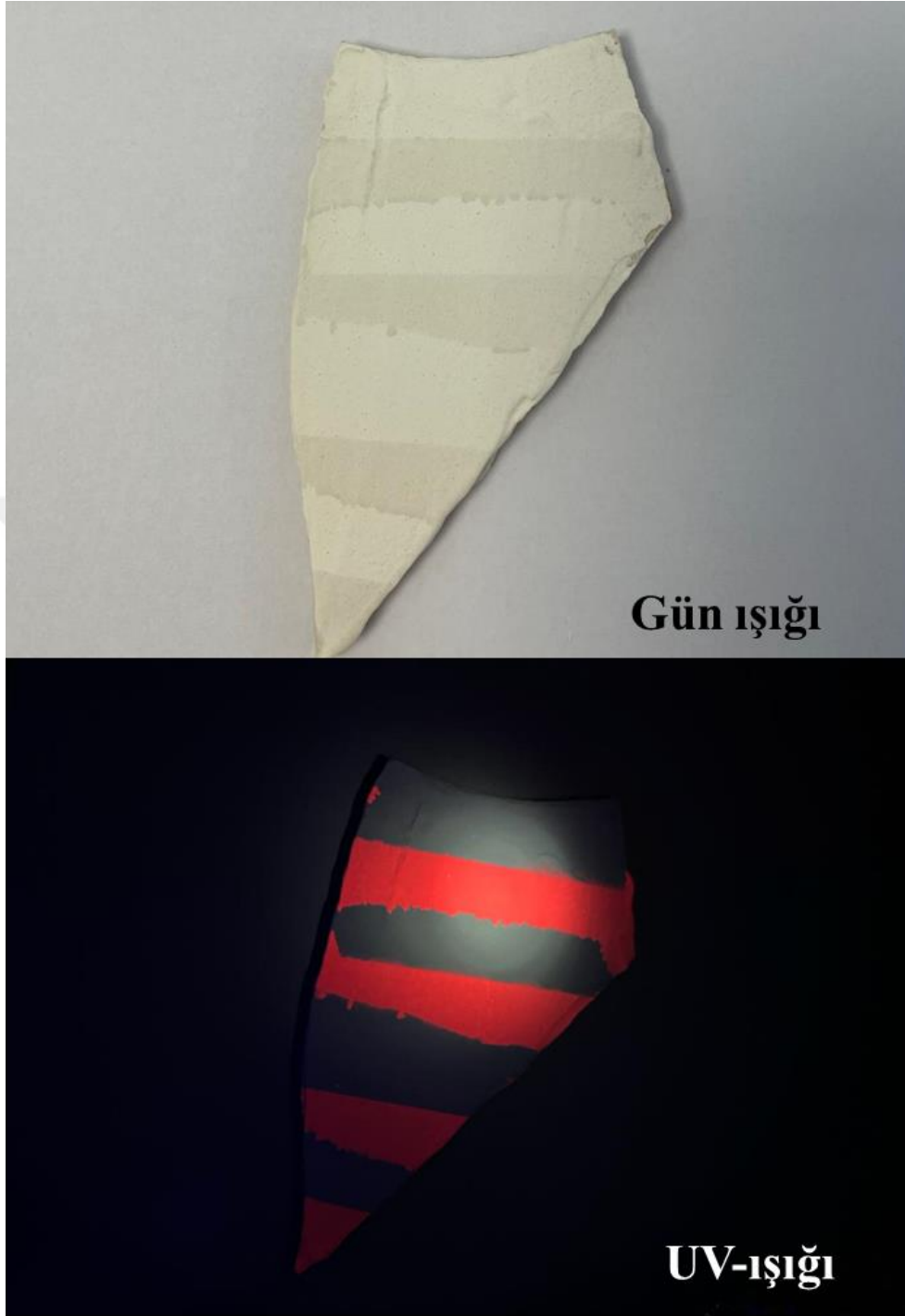
Si QD'lerin yüzey kaplamasına entegre edilmesi, kaplama matrisinin özelliklerine bağlıdır. Genellikle, organik veya inorganik bağlayıcılar kullanılarak Si QD'ler kaplama matrisine dahil edilir. Polimer bazlı matrisler (örneğin, epoksi, poliüretan) veya inorganik kaplamalar (örneğin, silika) bu işlem için uygun olabilir. Şekil 4.30'da MNK-2, Şekil 4.31'de MNK-3 ve Şekil 4.32'de MNK-4 örneklerinin gün ışığında ve

UV-ışığı altında görüntüleri verilmiştir. Si QD eklenen yüzey kaplamalarında UV-ışığı altında mavi ışığa görülmektedir.

Floresan özelliğini geliştirebilmek için Si QD sentezlenmeden önce Eviropyum (Eu) partikülleri kullanılmıştır. Bu kaplama sisteminde İzosiyanat ve PMA kimyasalları belli bir oranda falkonda hazırlanarak homojen bir hale gelene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Başka bir falkonda ise Eu dotlu partiküllerin de içinde bulunduğu Diol ve PMA kimyasalları homojen bir hale gelene kadar manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. Aynı ayrı hazırlanan bu karışımlar izosiyanat karışımı üzerine diol içeren karışım dökülmek üzere tek kaba alınarak son adım olan manyetik karıştırıcıda homojen hale getirme prosesi gerçekleştirildi. Bir sonraki adım olan kaplama prosesine hazır hale getirilmiş oldu.

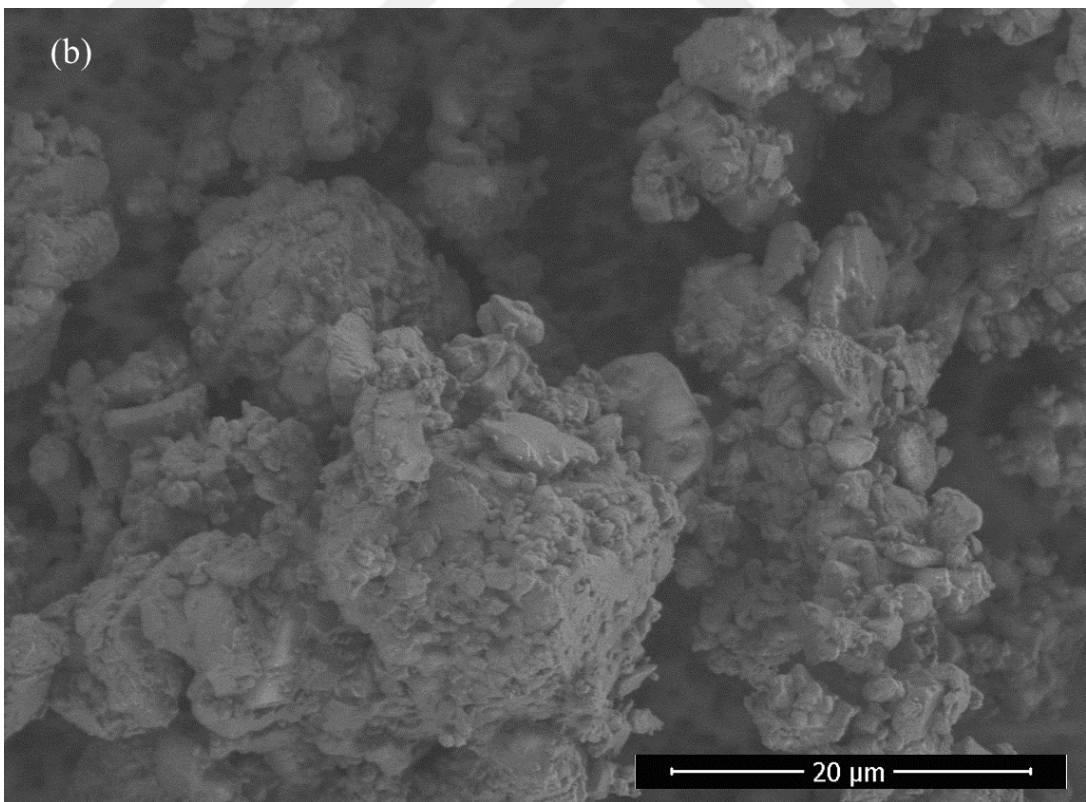
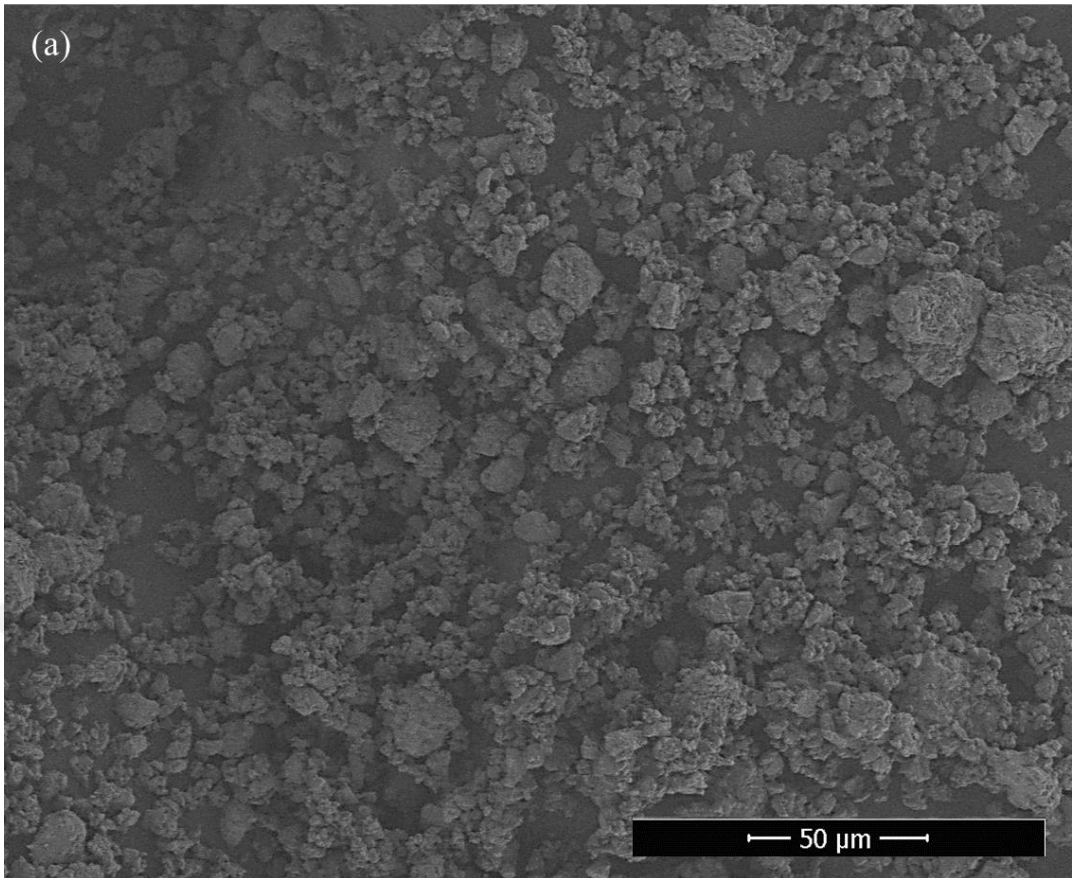
Nanokompozit kaplamanın içerisinde Eu dotlu partiküllerin kaplamanın yapısına etkisinin araştırılması amacıyla UV ışığı altında görüntüleri alınmıştır. Kaplamanın yapılmış olduğu yüzeyde homojen bir şekilde Eu partiküllerinin bulunduğu ve floresans özelliğinin kaplamanın diğer özellikleri tarafından örtülmediği kanıtlanmıştır. Şekil 4.33'de eviropyum dotlu nanokompozit kaplamanın gün ışığındaki görüntüsü ve UV ışığı altındaki görüntüsü verilmiştir.

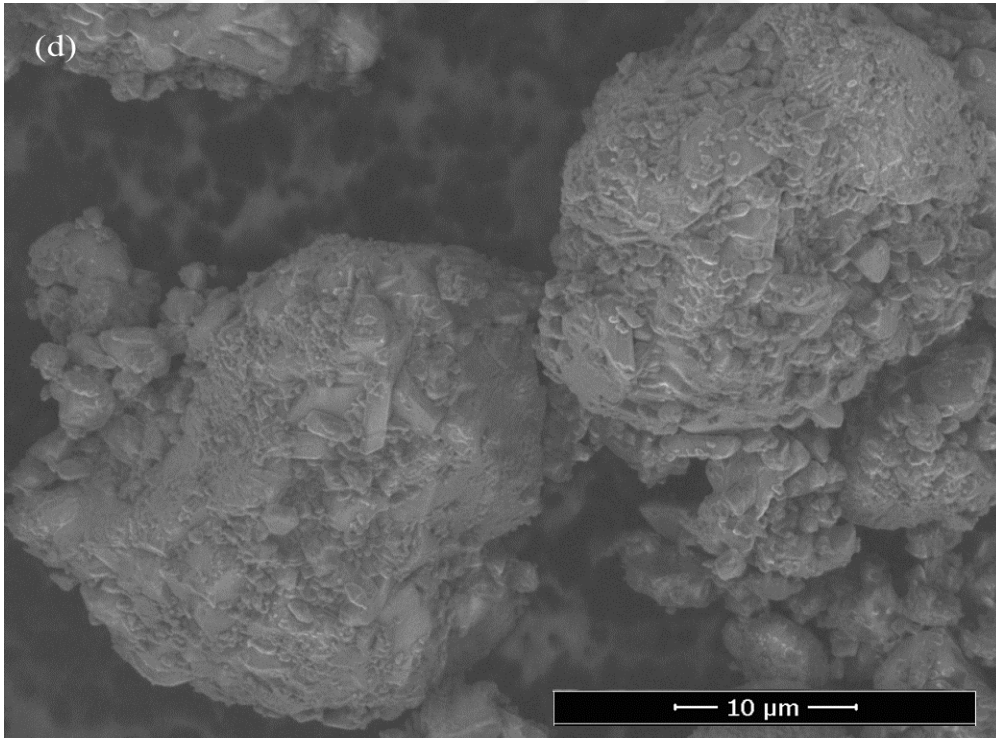
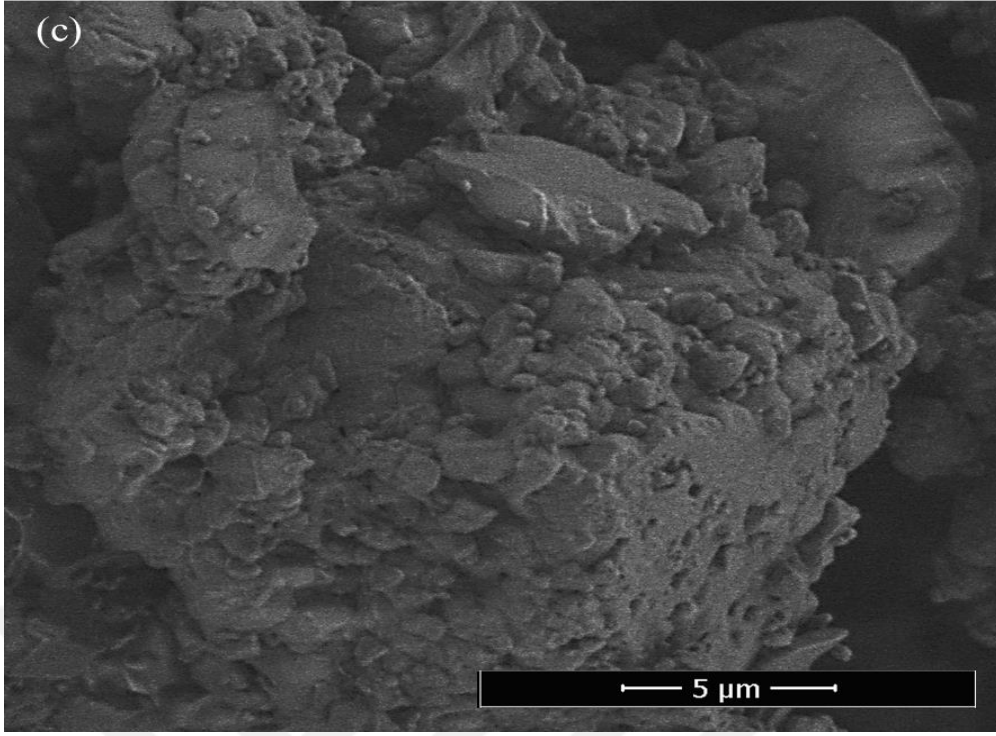
Eviropyum partikülleri, nanoskala boyutlarda yapılan eviropyum içeren nanotaneciklerdir. Eviropyum partikülleri, uyarıldıklarında belirli dalga boylarında floresan ışık yayabilirler. Eviropyum partikülleri UV ışığı altında kırmızı renk göstermektedir. Eviropyumun yapısının daha iyi anlaşılabilmesi için Eu partiküllerine SEM analizleri yapılmıştır. SEM görüntüleri, kaplamanın homojenliğini değerlendirmek için kullanılır. Şekil 4.34'de verilen görsellerden; (a) düşük vakum modunda 1000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır, (b) düşük vakum modunda 5000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır, (c) düşük vakum modunda 10000x yakınlaştırma ile görüntü alınmıştır. SEM görüntülerinde, eviropyum partiküllerinin homojen bir şekilde dağıldığı gözlenmiştir. Partiküllerin genel morfolojisinde düzenlilik ve belirgin bir şekil görünümü dikkat çekmektedir. Bu durum, partiküllerin üretim sürecinde ve sonrasındaki işlemlerde belirli bir kontrol ve yönetim altında üretildiğini göstermektedir. Yüzeydeki pürüzlülük düzeyi, partiküllerin yüzey etkileşimleri ve kimyasal reaktiviteleri üzerinde önemli bir rol oynayabilir.



Şekil 4.33.: Eviropyum dotlu nanokompozit kaplamanın gün ışığındaki görüntüsü ve UV ışığı altındaki görüntüsü

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.





Şekil 4.34.: Eviropyum partiküllerinin SEM görüntüleri (a) 50 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 20 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 5 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 10 μm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Eviropyum partikülleri için EDX incelemesi yapılmıştır. Tablo 4.7’de verilen Eviropyum partiküllerinin EDX incelemesinde atom ağırlığı yüzdeleri %47.71 O, %38.27 Zr, %14.02 Eu elde edilir. Zirkonyumun L-kenarı emisyonları, örnekte zirkonyumun bulunduğunu ve bu elementin evriropyum partiküllerine entegre edilmiş olabileceğini gösterir. Eviropyumun L-kenarı emisyonları, bu elementin örnekte var olduğunu ve evriropyum partiküllerinin içerisinde bu elementin yoğun bir şekilde bulunduğunu gösterir.

Tablo 4.7.: Eviropyum partiküllerinin EDX incelemesi

Element	Ağırlıkça %
O K	47.71
Zr L	38.27
Eu L	14.02

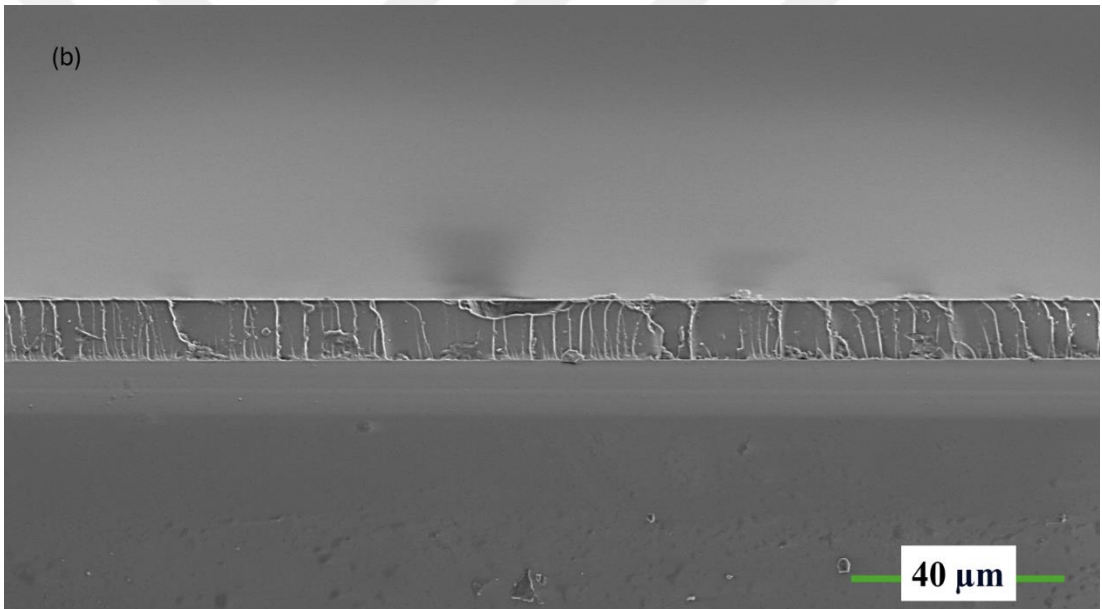
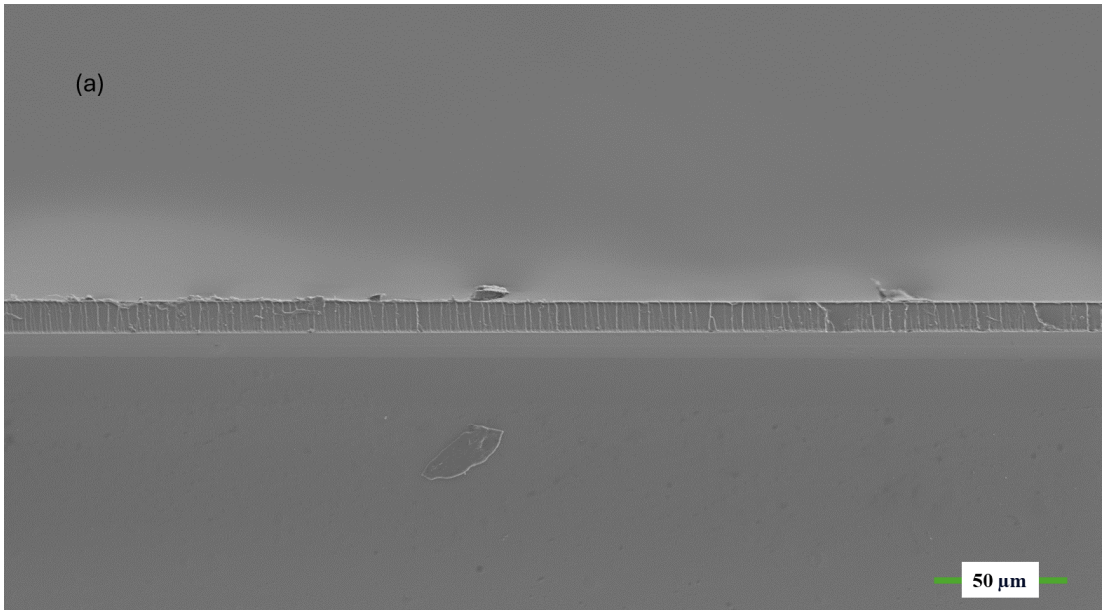
4.2.3. Si QD’lu İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın F-Silan ile Modifikasyonu

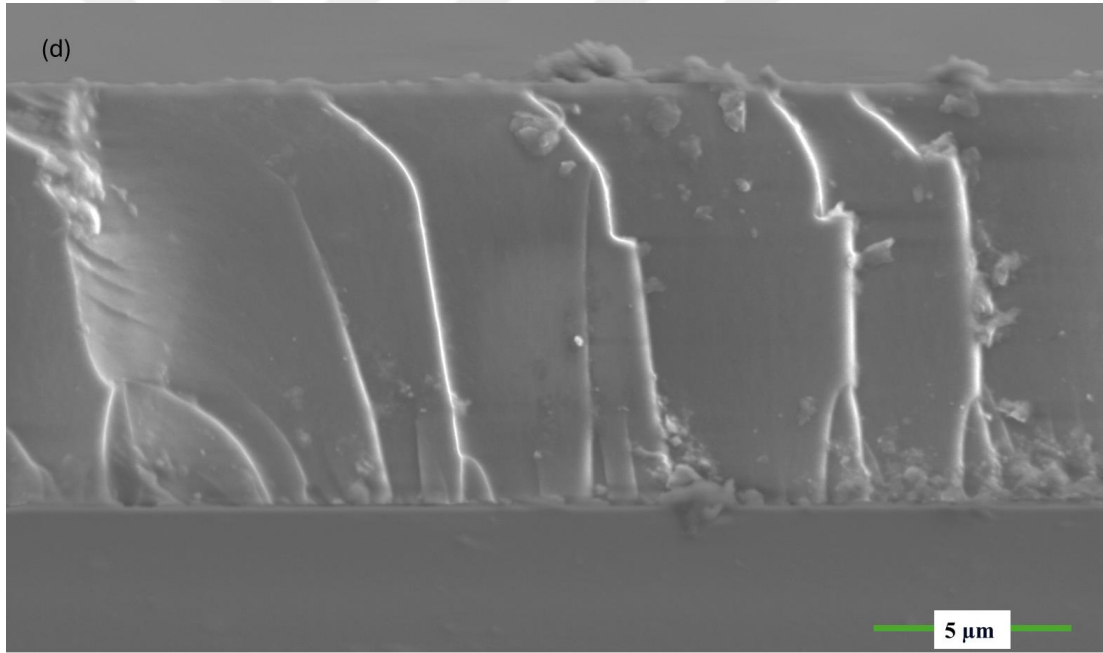
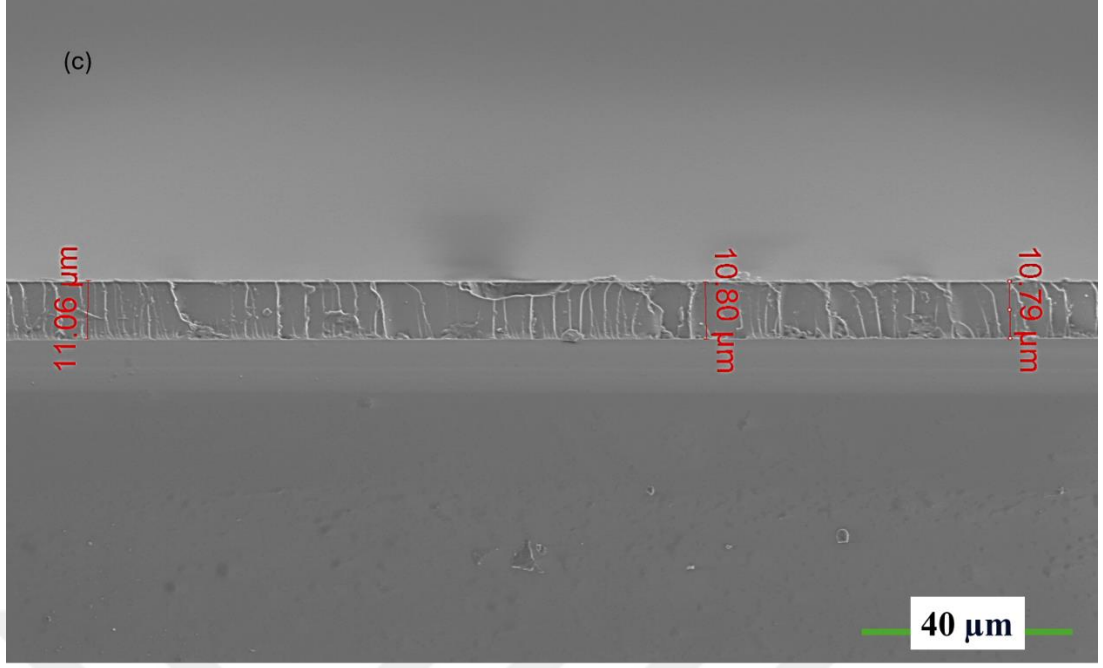
Si QD’lu inorganik-organik hibrit kaplamanın F-Silan ile modifikasyonu, yani multifonksiyonel nanokompozit kaplama 3 (MNK-3) GPTMS, Si QD, F-Silan ve Al.complex içeren bir kaplamadır. Multifonksiyonalite olarak bahsettiğimiz antibakteriyel hibrit kaplama özelliklerini veren Ag nanopartikülleri içermeyen, sadece floresan, hidrofobik ve hibrit özellikleri gösteren bir kaplama olduğu söylenebilir. Partikül etkisinin dikkatle incelenebilmesi ve karşılaştırma yapılabilmesi için kaplama işlemi uygulanmıştır.

MNK-1 örneğinde, sadece GPTMS ve Al.kompleks; bu kompleks etilasetoasetat ligandı ile stabilize edilmiştir. MNK-2 örneğinde, GPTMS ve Al.komplekse ek olarak Si QD içermekte olup, bu dotlar kaplamanın optik ve elektronik özelliklerini önemli ölçüde değiştirmektedir. MNK-3 örneğinde ise, GPTMS, Al.compleks, Si QD’ların yanı sıra F-silan adlı bir bileşen bulunmaktadır. F-silan, kaplamanın hidrofobik özelliklerini artırarak yüzey etkileşimlerini yönetme kapasitesi sunmaktadır.

MNK-3 örneđi için SEM analizleri yapılmıřtır. Őekil 4.35’de verilen görsellerden; (a) düşük vakum modunda 1000x yakınlařtırma ile görüntü alınmıřtır, (b) düşük vakum modunda 2000x yakınlařtırma ile görüntü alınmıřtır, (c) düşük vakum modunda 2000x yakınlařtırma ile görüntü alınmıřtır, (d) düşük vakum modunda 15000x yakınlařtırma ile görüntü alınmıřtır.

SEM görüntülerinde ilk olarak dikkat çeken nokta, kaplanmış yüzeylerin düzgünlüđü ve homojenliđidir. Glymo ve Al.complex, yüzeyde homojen bir kaplama oluřturmuř ve bu da Si QD’ların ve F-Silanın düzenli bir Őekilde yerleřtirilmesine olanak tanımıřtır. Yüzeydeki pürüzsüzlük, kaplama iřleminin bařarılı olduđunu ve Si QD’ların yüzeye etkin bir Őekilde bađlandıđını göstermektedir. SEM analizinde, F-Silan’ın kaplanmış yüzeydeki dađılımını incelenmiř ve bu bileřiđin yüzeyde homojen bir Őekilde dađıldıđı gözlenmiřtir. Bu durum, F-Silan’ın kaplama materyali ve substrat arasında güçlü bir bađ oluřturduđunu ve kaplanmış yüzeyin kimyasal stabilitesini artırdıđını göstermektedir. Cross-section (kesit) analizi, kaplanmış yüzeyin iç yapısını ve katmanlar arası iliřkilerini incelemek için kritik öneme sahiptir. Yüzey kaplamasının SEM görüntülerinde gözlemlenen homojenliđi, cross-section analizi ile dođrulanmıřtır. Kesit hazırlanması ve SEM görüntülerinin alınmasıyla, kaplanmış yüzeyin katmanlar arasındaki uyumlu yapısını gözlemlenmek mümkün olmuřtur. Cross-section görüntülerinde, ilk olarak yüzey altındaki substratın durumu incelenmiřtir. Glymo ve Al.complex, substratla güçlü bir Őekilde bađlanmış ve homojen bir ara yüzey oluřturmuřtur. Bu, kaplamanın mekanik dayanıklılıđını artırabilecek bir faktördür. Si QD’lar ve F-Silan, substrat üzerinde belirli bir kalınlıkta ve homojen bir Őekilde dađılmış olarak gözlenmiřtir. Bu da, kaplama iřleminin kontrollü ve bařarılı bir Őekilde gerçeleřtirildiđini ve kaplanmış yüzeyin istenen özelliklere sahip olduđunu göstermektedir. MNK-3 örneđinin yüzeyinde herhangi bir krater, çatlama, çukur ve gözenek bulunmamaktadır. Kaplama rijit bir yapıda katı bir görüntü sergilemektedir. Bunlara ek olarak, F-Silanın kendini temizleme özelliđi açıkça SEM görüntülerinde ortaya konmuřtur. Yüzeyde herhangi bir kirlilik veya pürüz yoktur. MNK-1 ve MNK-2 örneklerinin yanı sıra kalınlık ve yüzey temizliđi açasından MNK-3 örneđi istenen niteliktedir.





Şekil 4.35.: MNK-3 örneğinin SEM görüntüleri (a) 50 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 40 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 40 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (d) 5 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Yüzey kaplamasında bulunan her bir bileşenin kimyasal bileşimini belirlemek için EDX analizi yapılır. EDX, kaplamanın içindeki elementlerin varlığını ve miktarını belirleyebilir. Al elementi, trisec-bütoksit formunda kaplamada bulunan bir bileşen olarak belirlenebilir bu yüzden Al elementi EDX incelemesinde görüntülenir. Etilasetoasetat organik bir ligand olarak, karbon ve oksijen içeriği gösterir. EDX analizi, bu organik bileşiğin yüzeydeki dağılımını ve varlığını doğrulamak için karbon ve oksijen piklerini gösterebilir. Silikon kuantum noktaları, genellikle yüksek zayıf yoğunluklu elementlerdir. EDX analizi, silikonun yüzey kaplamasında nasıl dağıldığını ve hangi oranlarda bulunduğunu belirleyebilir. Flor, genellikle düşük yoğunlukta bulunur ve EDX spektrumunda karakteristik bir flor pikine sahiptir. Bu pik, kaplamanın yüzeyindeki florun varlığını ve dağılımını gösterir. Tablo 4.8'de verilen MNK-3 örneğinin EDX incelemesinde atom ağırlığı yüzdeleri %16.03 C, %51.43 O, %1.13 Al, %30.02 Si, %1.18 N, %0.21 N elde edilir.

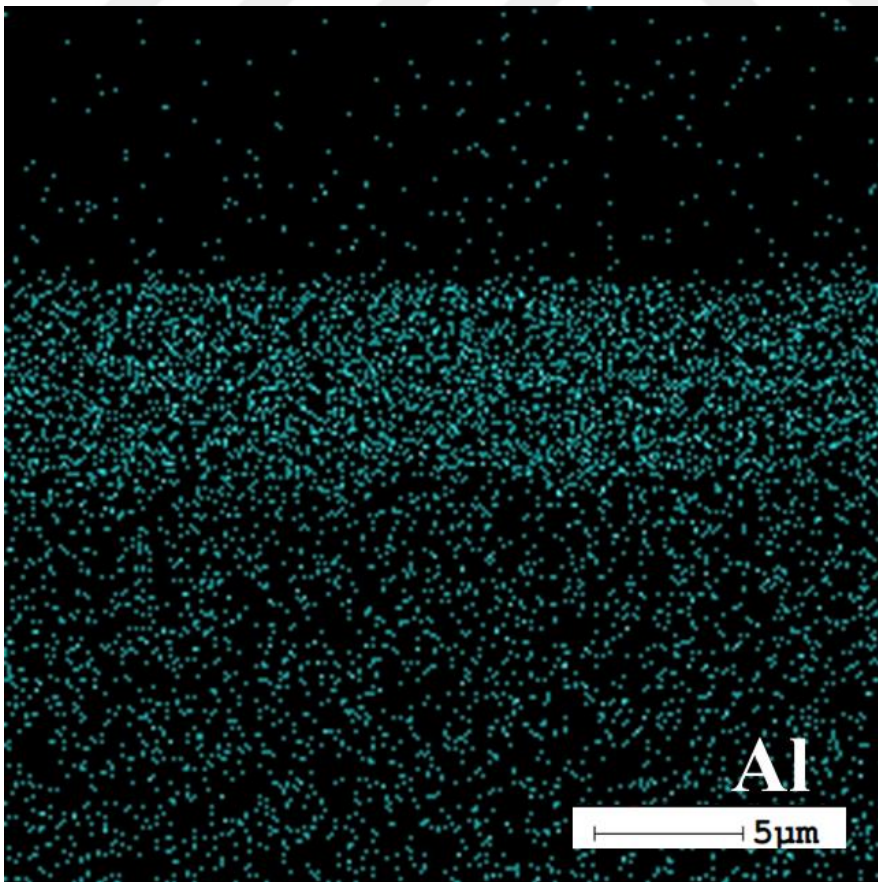
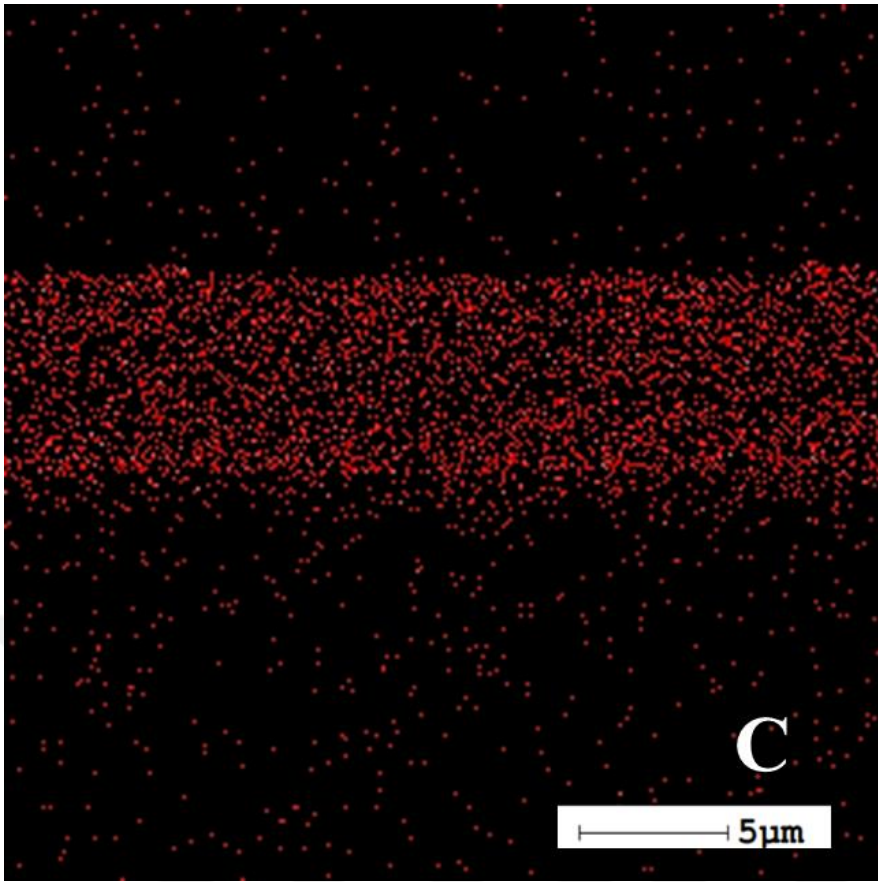
Tablo 4.8.: MNK-3 örneğinin EDX incelemesi

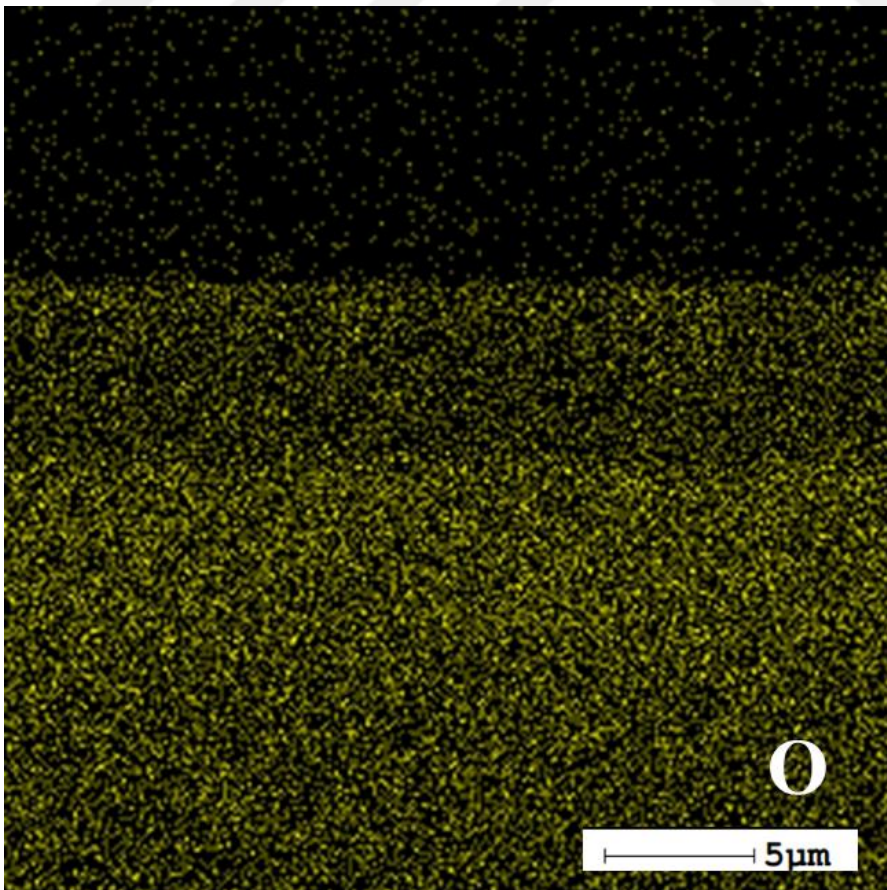
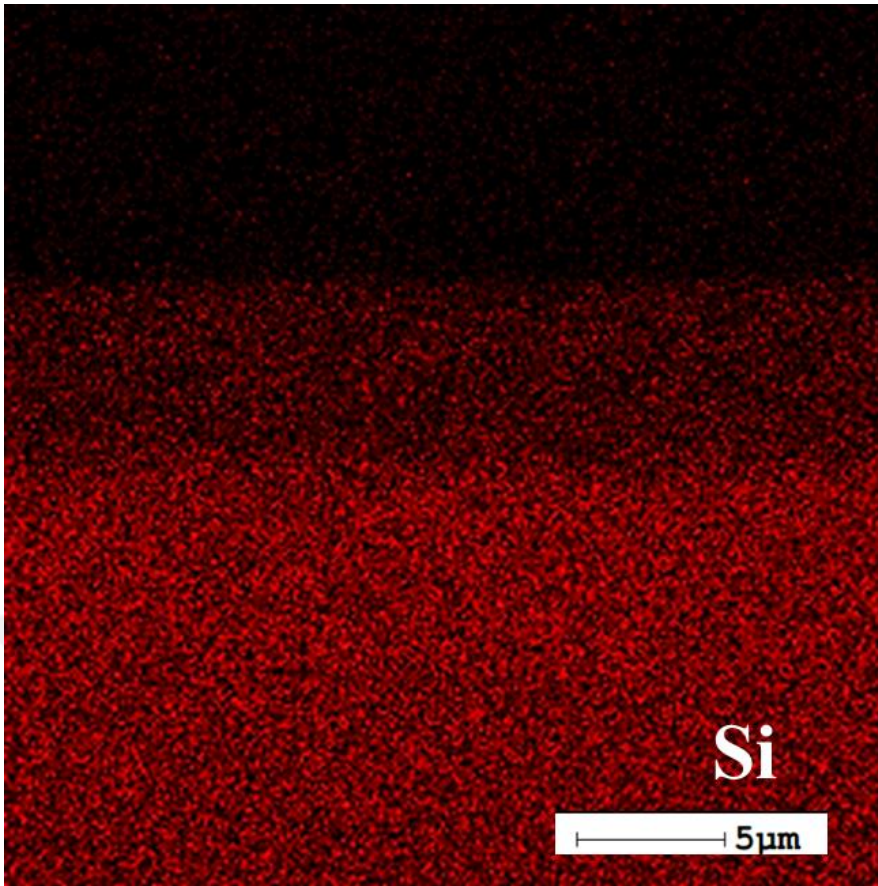
Element	Ağırlıkça %
C K	16.03
O K	51.43
Al K	1.13
Si K	30.02
N K	1.18
F K	0.21

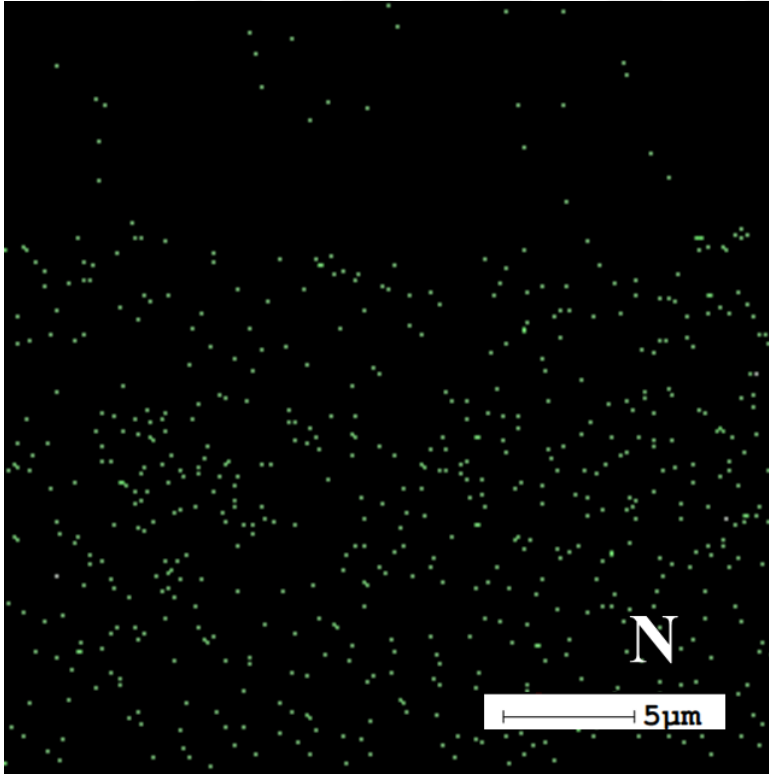
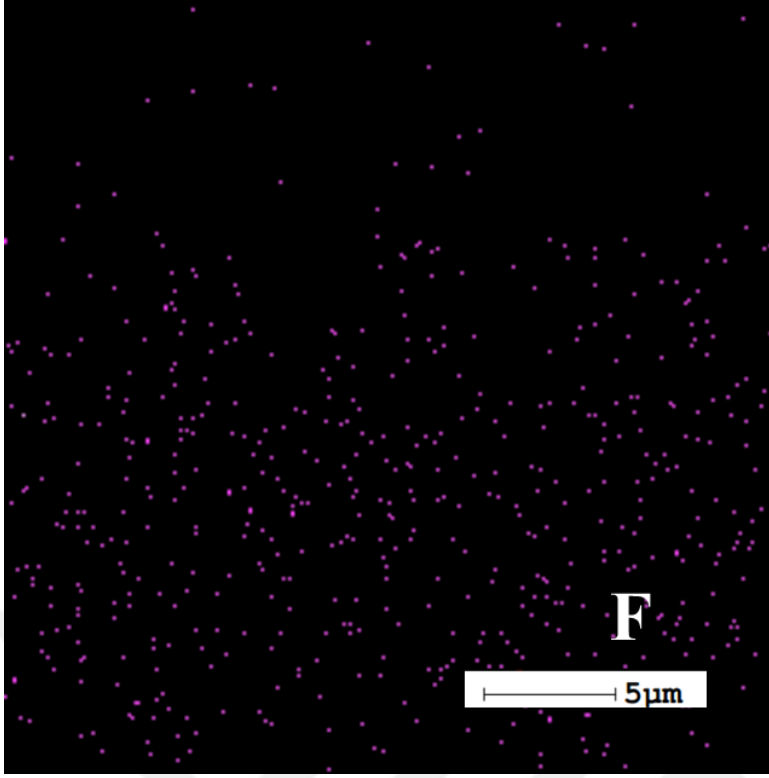
Bu çok bileşenli MNK-3 örneğinin atomik haritalama sonuçları, bu kaplamanın içinde bulunan her bir elementin yüzey üzerindeki dağılımını ve yoğunluğunu gösterir. Atomik haritalama genellikle taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılan bir teknik olup, yüzeydeki farklı bölgelerdeki elementlerin yoğunlukları ve dağılımları

hakkında detaylı bilgi sağlar. Atomik haritalama sonuçları, kaplamanın yüzeyinde bulunan her bir elementin lokalizasyonunu gösterir. Örneğin, Al, Si, F gibi elementlerin hangi bölgelerde yoğun olduğunu belirler. EDX analizinde MNK-3 örneği için C, O, Al, Si, N ve F elementlerinin atom ağırlıkları görülmüştür. MNK-3 örneğinin atomik haritalamadan elde edilen görüntüler EDX analizinin sonuçlarını kanıtlar niteliktedir. MNK-3 örneğine ait Si, C, O, Al, N, F elementlerinin atomik haritalama ile görüntülenen tahmini dağılım sırası Şekil 4.36'da verilmiştir.

Şekil 4.38'de MNK-3 yüzey kaplaması için yapılan XPS analizinde beklenen yüksek çözünürlükte Si, C, Al, N, O ve F atomlarının pikleri açıkça görülmektedir. XPS sonuçlarına göre ; O 1s 533,18 eV, C 1s 291,68 eV, Al 2p 75,08 eV, N 402,18 eV, Si 2p 103,28 eV, F 1s 688,78 eV'de yüksek çözünürlüklü pik vermiştir. Şekil 4.37'de MNK-1 ve MNK-3 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi karşılaştırması verilmiştir. MNK-1 ile karşılaştırıldığında farklı olarak N ve F atomlarının pikleri görülmektedir. MNK-2 ile karşılaştırıldığında farklı olarak F atomlarının pikleri görülmektedir. F-Silan içeren bu MNK-3 örneği, XPS analizinde florun karakteristik zirvelerini gösterir. F 1s zirvesi genellikle 684-688 eV civarında bulunur. Bu zirve, F-Silanın yüzeydeki dağılımı ve kimyasal durumu hakkında bilgi sağlar. Bu analizde F 1s 688,78 eV'de yüksek çözünürlüklü pik vermiştir. Kompleks formdaki alüminyumun bu zirvenin şekli ve enerjisi, alüminyumun bağlandığı ligandlara ve kompleksin yapısına bağlı olarak değişebilir. Al 2p zirvesi genellikle 73-74 eV civarında bulunur. Bu analizde Al 2p 75,08 eV'de pik vermiştir.

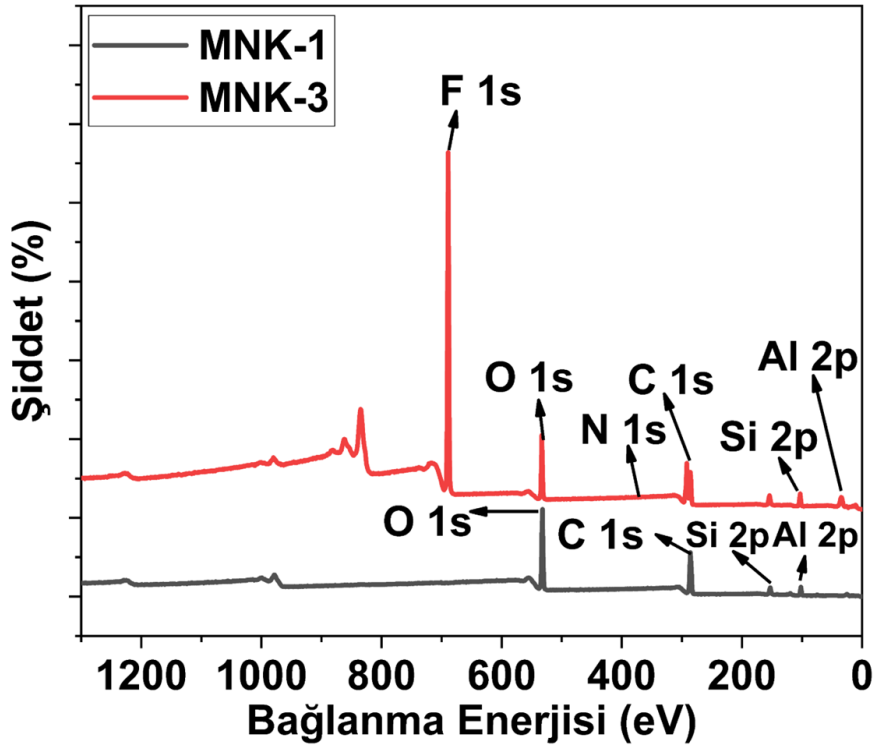






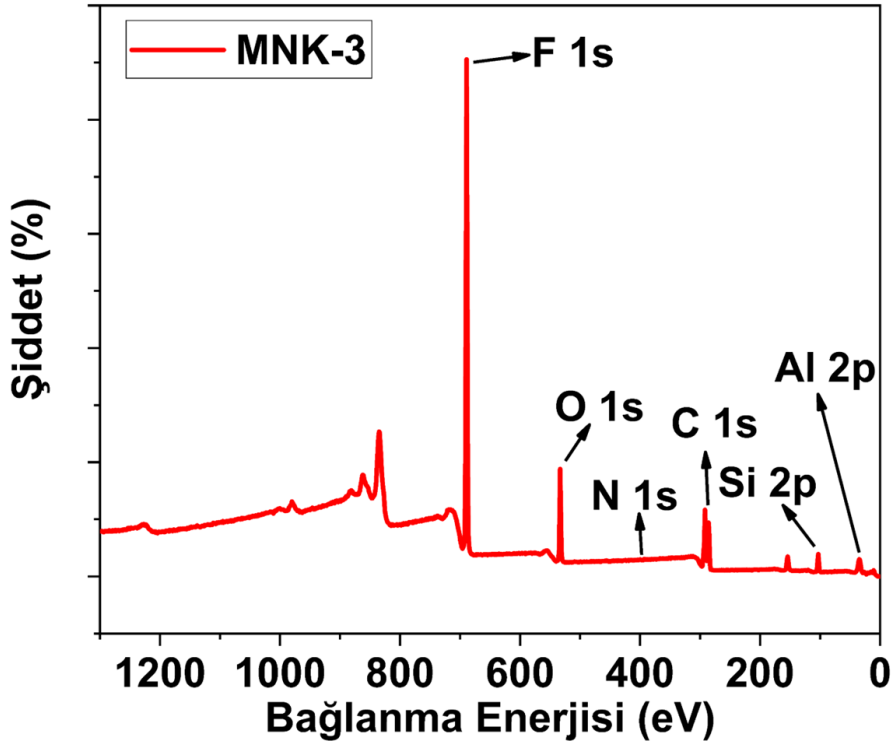
Şekil 4.36.: MNK-3 örneğine ait Si, C, O, Al, N, F elementlerinin atomik haritalama görüntüleri

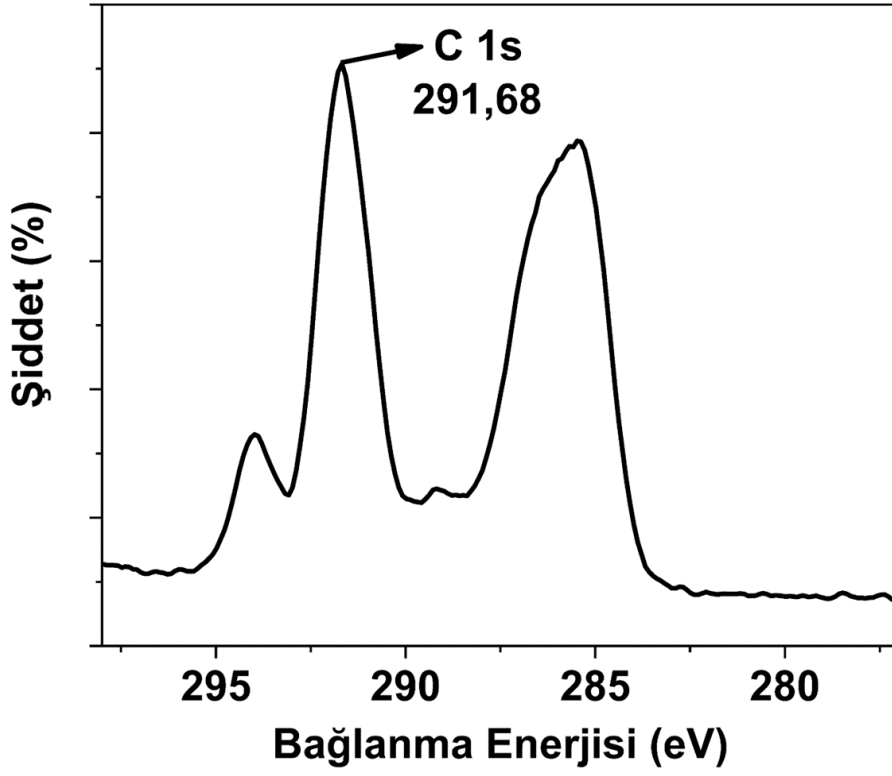
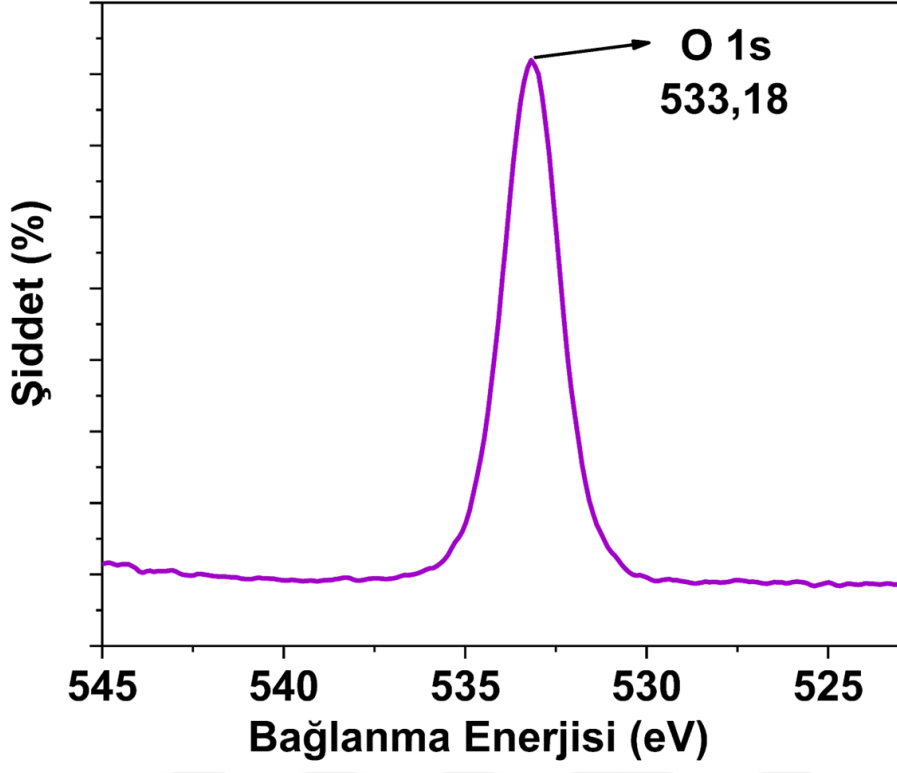
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

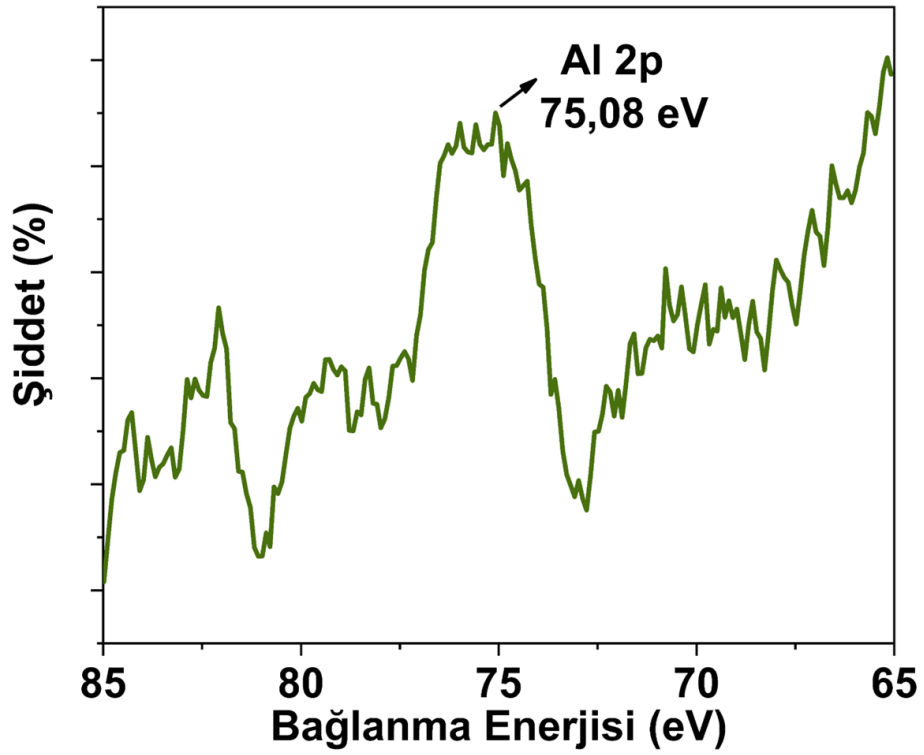
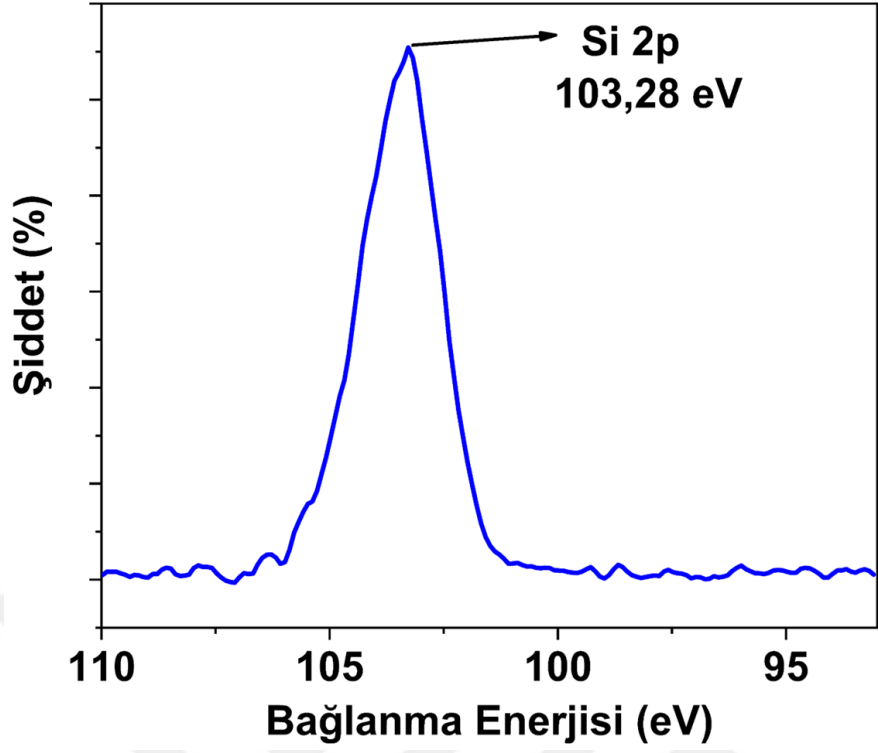


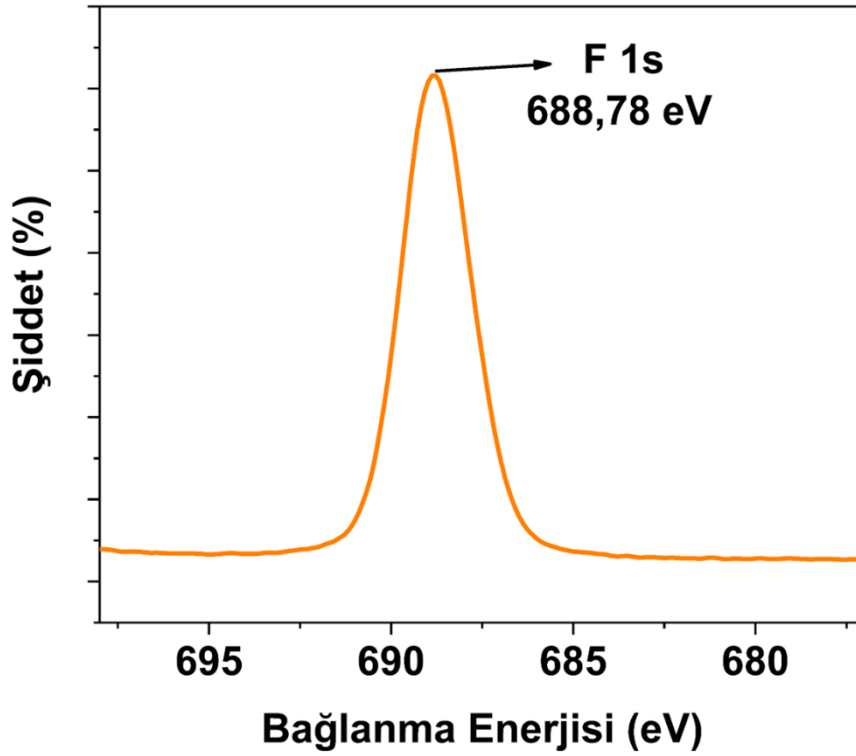
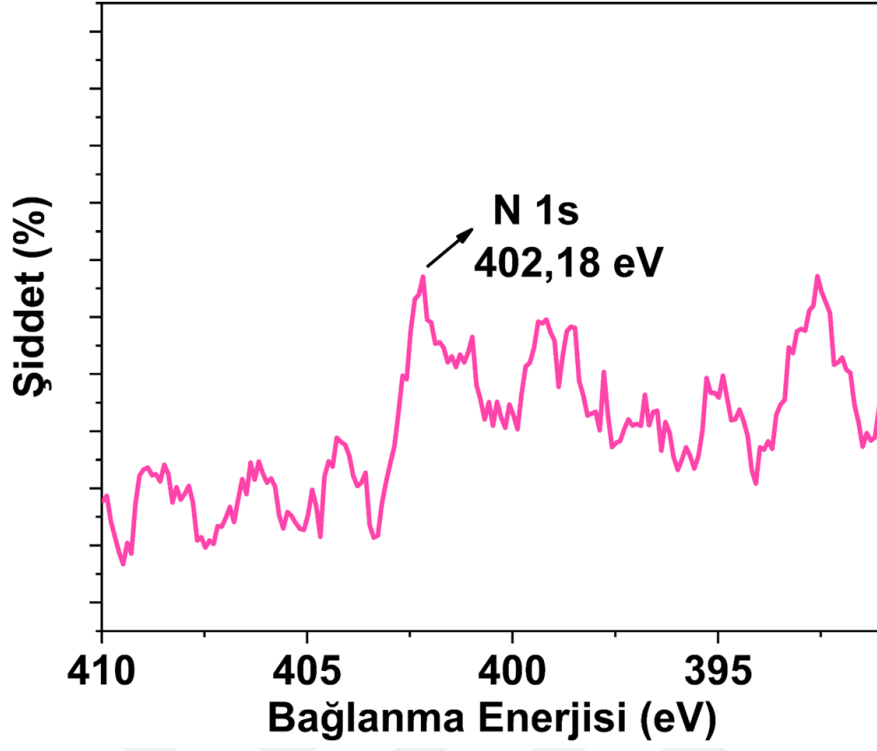
Şekil 4.37.: MNK-1 ve MNK-3 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi karşılaştırması.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.









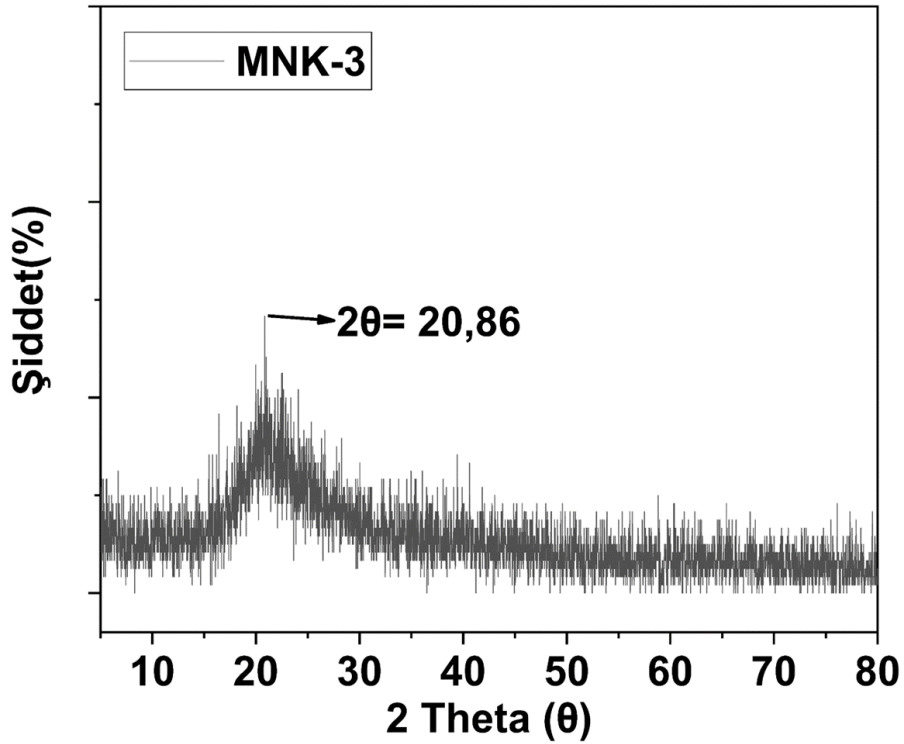
Şekil 4.38.: MNK-3 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.9.: MNK-3 örneğinin XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

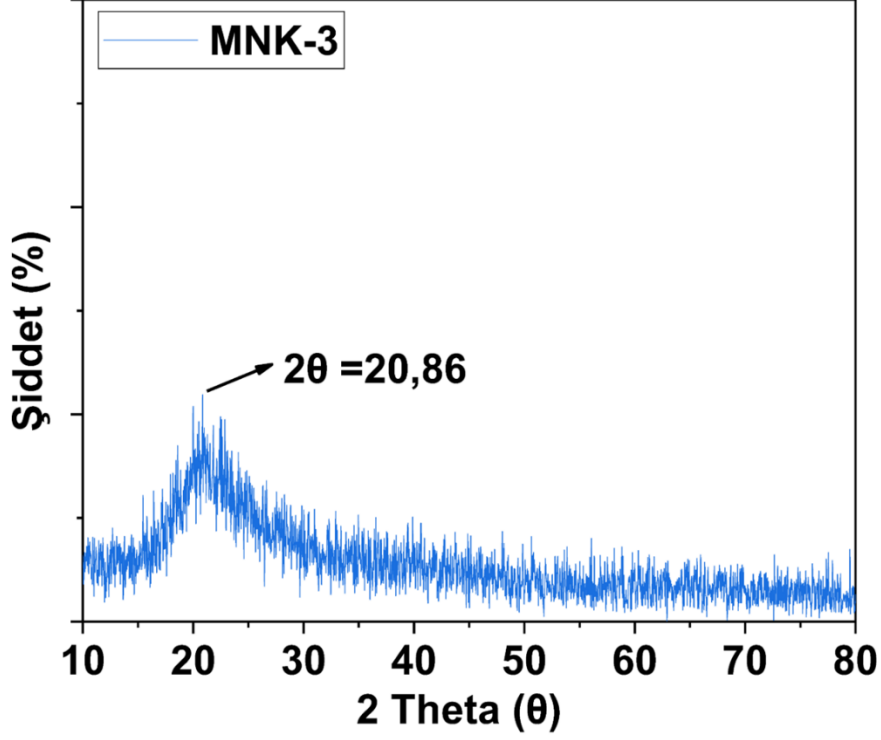
Kaplama	O 1s	C 1s	Al 2p	Si 2p	N 1s	F 1s
MNK-1	533,18 eV	291,68 eV	75,08 eV	103,28 eV	402,18 eV	688,78 eV

Yapılan XRD analizinde MNK-3 örneğinin kristal yapısı incelenmiş ve $2\theta=20.86^\circ$ de amorf pikler ile birkaç kristalli tepe noktası ile geniş kırınımlı pikler görülmektedir. MNK-3 örneğinin kristal yapı göstermediği Şekil 4.39. ve 4.40'daki XRD grafikleri ile kanıtlanır niteliktedir.



Şekil 4.39.: MNK-3 örneğinin XRD analizi

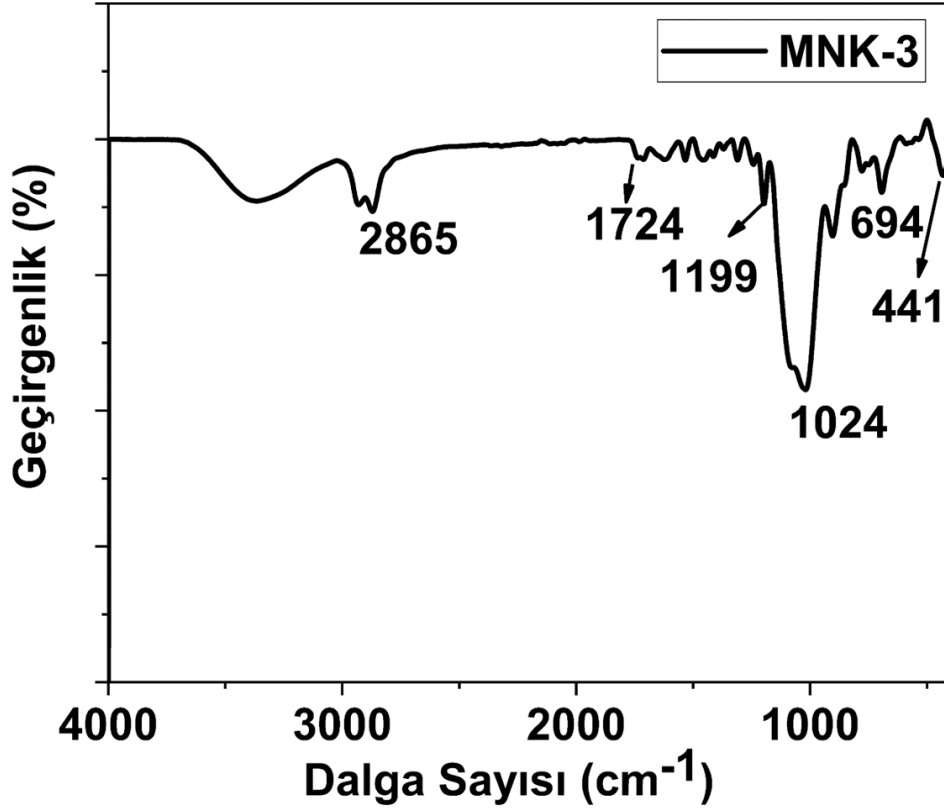
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.40.: MNK-3 örneğinin smoothlanmış XRD analizi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

FT-IR spektrumu, yüzey kaplamasındaki her bir bileşenin kimyasal varlığını ve bağlanma durumunu belirlemek için kullanılır. Şekil 4.41’de MNK-3’ün geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu verilmiştir. Alüminyum-trisec-bütoksit, FT-IR spektrumunda genellikle organik bileşenlerden farklı olarak metalik veya inorganik sinyaller üretmez. Bu kompleksin etilasetoasetat ligandı ile birleşmesi, organik karakterde C=O (karbonil) gruplarına ve CH₃ gruplarına ait sinyallerin görünmesine neden olabilir. Etilasetoasetatın FT-IR spektrumunda karakteristik C=O gerilme pikleri 1724 cm⁻¹’de gerilim göstermiştir. 2865 cm⁻¹’de F-C pikleri vardır. Epoksi gruplarına ait C-O-C gerilme modları 1199 cm⁻¹’de görülmüştür. GPTMS, silan grupları içerir, bu nedenle FT-IR spektrumunda, 1024 cm⁻¹’de Si-O-Si pikleri görülmüştür. Al-O bağları, FT-IR spektrumunda 694 cm⁻¹ civarında karakteristik bir pik olarak görünebilir. Bu pik, kaplamanın içindeki alüminyumun varlığını ve bu bileşenin kimyasal durumunu belirlemeye yardımcı olur. FT-IR spektrumunda Si-O (silikon-oksijen) pikleri 441 cm⁻¹’de görülmüştür, bu pik MNK-3 örneğinin içinde bulunan silikon kuantum dotların varlığını kanıtlar niteliktedir.



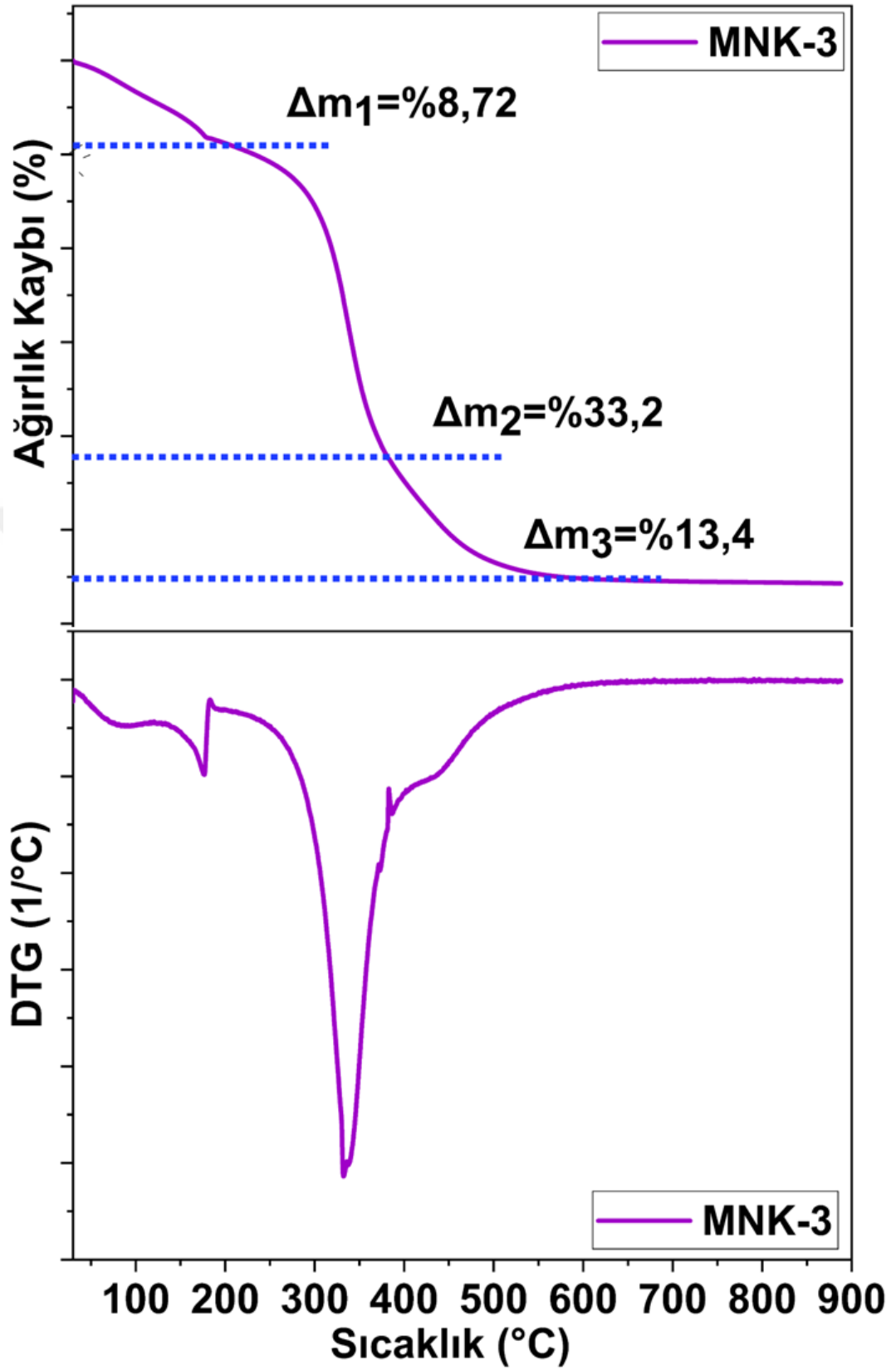
Şekil 4.41.: MNK-3'ün geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

MNK-3 örneği için TG-DTG analizleri yapılmıştır. MNK-3 örneği için yapılan TG-DTG analizlerin termal ağırlık kaybı toplamı Tablo 4.10'da verilmiştir. Şekil 4.42'de MNK-3'ün termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli verilmiştir. MNK-3 örneğinin termal analizi incelendiğinde 3 farklı bölgede bozunma gerçekleştiği görülmektedir. 250 °C'ye kadar %8,72 ağırlık kaybı vardır. Bu aralıkta su ve uçucu bileşiklerden kaynaklanan bir bozunma gerçekleşir fakat F-Silan düşük sıcaklıklarda uçucu olabilir. 250-450°C'ye kadar %33,22 ağırlık kaybı vardır. Bu aralıktaki kayıp C bazlı okside olabilen yapıların uzaklaştırılması kanıtlar niteliktedir fakat MNK-3 örneğinde bulunan Si QD genellikle yüksek sıcaklıklarda termal stabiliteye sahiptir ancak kaplamanın içindeki diğer organik bileşenlerin etkisiyle etkileşebildiği için bozunma artmıştır. 450-700°C aralığında %13,4'lük bir ağırlık kaybı gözlenmiştir. Bu sıcaklık aralığında, oksidasyon sonrası gerçekleşen ilave reaksiyonlar atomik düzenlenmeler ve kalan bazı yapıların uzaklaştırılması gerçekleşmiştir. İlave kondenzasyon reaksiyonları sonrası olan kayıplar vardır. Toplam %55,32 ağırlık kaybı vardır. Şekil 4.43'de MNK-1 ve MNK-3'ün termal bozunma eğrisi karşılaştırması verilmiştir. Si QD ve F-silan

eklenmiş kaplama yani MNK-3, benzer ağırlık kaybı profillerine sahip olmakla birlikte, bazı değişiklikler gözlemlenebilir. Silikon kuantum noktalarının ve F-silanın etkisiyle, özellikle yüksek sıcaklıklarda ağırlık kaybı artabilir.

MNK-1 ve MNK-2 örneklerinde yüzey kaplamalarının floresan ve hibrit özellikleri incelendi. MNK-3 örneğinde formülasyona ilave edilen F-Silanın hidrofobik özelliklerini inceleyebilmek adına temas açıları ölçüldü. Bir yüzeyin hidrofobik sayılabilmesi için genellikle suyun bu yüzey üzerinde oluşturduğu temas açısının belirli bir değerin üzerinde olması gerekmektedir. Bu değer genellikle 90 derece veya daha fazla olarak kabul edilir. Yani, su damlası yüzeye temas ettiğinde oluşturduğu açı 90 dereceden büyükse, yüzey hidrofobik olarak nitelendirilebilir. Temas açısı, su damlasının yüzeyde ne kadar yayıldığını veya toplandığını gösteren bir ölçüttür. Hidrofobik bir yüzeyde su damlaları genellikle küresel bir şekil alır ve yüzey üzerinde minimum temas alanıyla otururlar. Bu durum, yüzeyin suyu itici (hydrophobic) özellikler sergilediğini gösterir (Adamson ve Gast 1967). Çalışma kapsamında kullanılan yüzey kaplama formülasyonunda, MNK-3 örneği %3 F-silan içermektedir. Yapılan çalışmalar sonucunda elde edilen veriler, MNK-3 örneğinin, F-silan içerdiği için temas açılarını önemli ölçüde etkilediğini göstermiştir. F-silanın kaplama yüzeyindeki suyun yayılmasını daha da azaltarak hidrofobiklik özelliğini iyileştirdiği belirlenmiştir. Şekil 4.44'de MNK-1 ve MNK-2 örneklerinin hidrofobik özellik göstermediği gösterilmiştir. Şekil 4.45'de ise MNK-3 örneğinin damlacık halinde kaldığı ve yüzeyden zorlanmadan aktığı gözlemlenmiştir; yani hidrofobik özellik gösterdiği gösterilmiştir. MNK-3 örneği için Theta Attention Optical Tensiometers ile temas açıları ölçülmüştür. Temas açısı ölçümü için yüzey kaplamalarının birden farklı yerinden ölçüm alınmıştır. Yüzey kaplamasının farklı yerlerinden alınan ölçüm sonucunda ortalama olarak 108°C bulunmuştur. Bu ortalama değer MNK-3 örneğinin hidrofobik özellik gösterdiğini kanıtlar niteliktedir. Şekil 4.46'da MNK-3 örneğinin Theta Attention Optical Tensiometers ile ölçülmüş temas açısını göstermektedir.

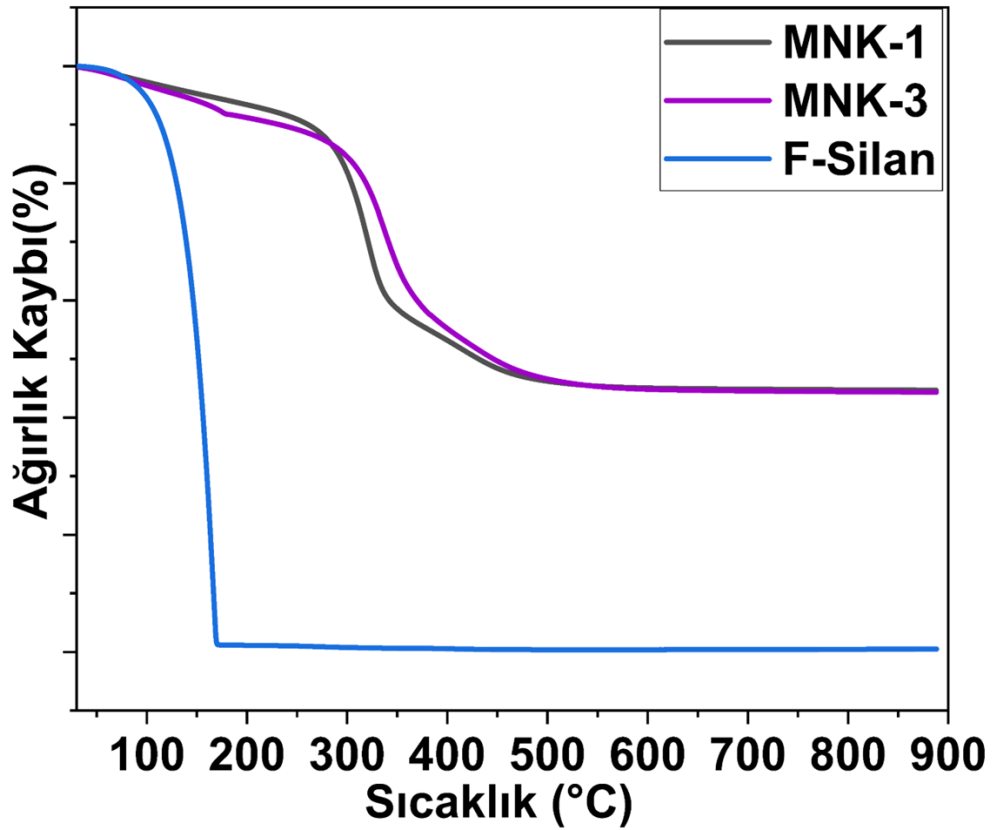


Şekil 4.42.: MNK-2'nin termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.10.: MNK-3 örneğinin termal ağırlık kaybı toplamı

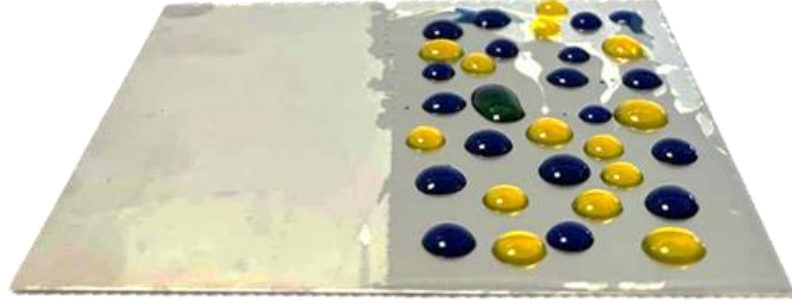
$\frac{\% \Delta m}{^{\circ}C}$	MNK-2	
30-250	8,72	Su ve uçucu bileşiklerin kaybı
250-450	33,2	İçerikteki C bazlı ürünlerin uzaklaştırılması
450-700	13,4	İlave kondenzasyon dolasıyla olan kayıplar
Toplam, Δm	55,32	



Şekil 4.43.: MNK-1 ve MNK-3 ve F-Silan'ın termal bozunma eğrisi karşılaştırması

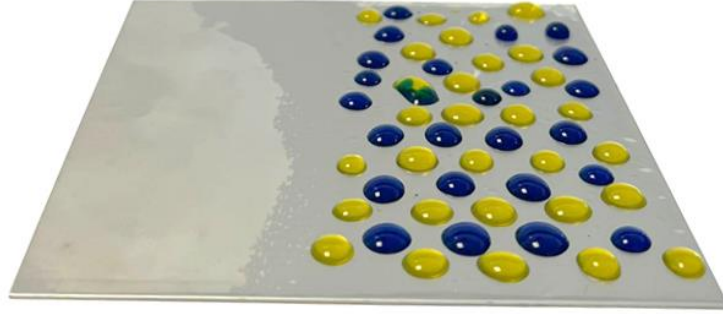
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

(a)



MNK-1

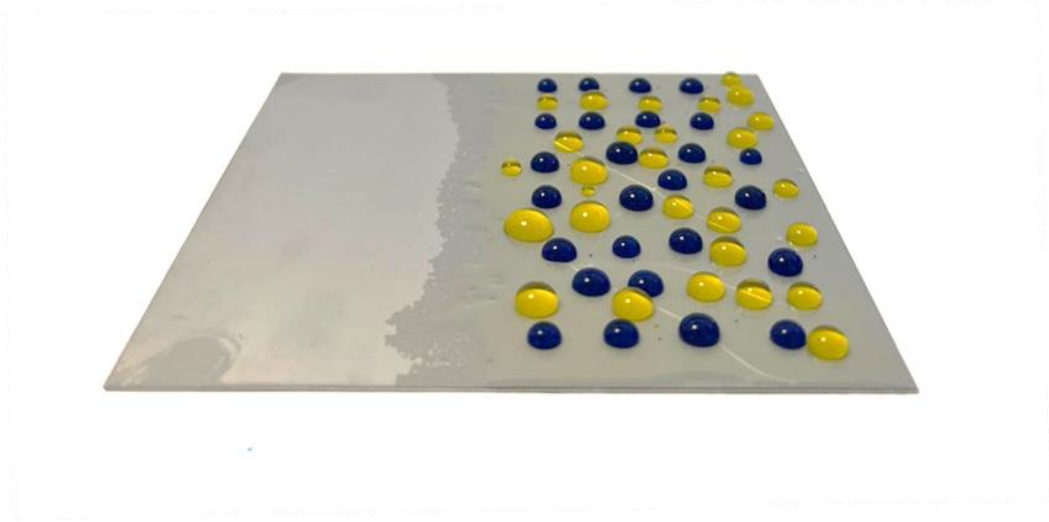
(b)



MNK-2

Şekil 4.44.: (a) MNK-1 örneğinin hidrofobik olmadığına dair görseller (b) MNK-2 örneğinin hidrofobik olmadığına dair görseller

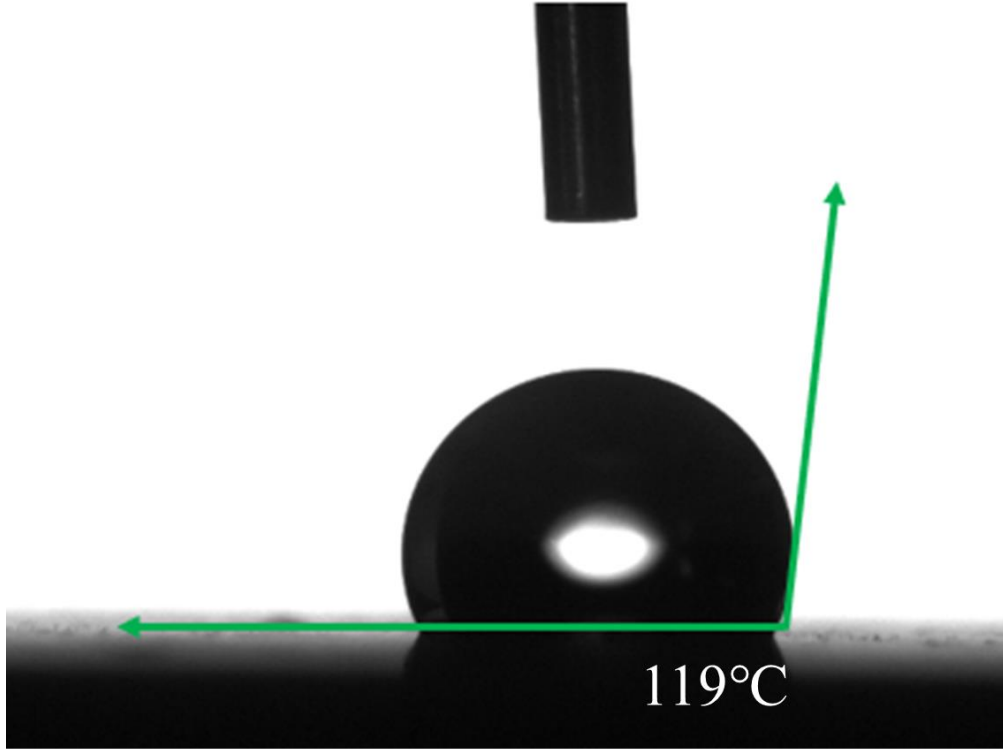
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



MNK-3

Şekil 4.45.: MNK-3 örneğinin hidrofofik görselleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.46.: MNK-3 örneğinin temas açısı

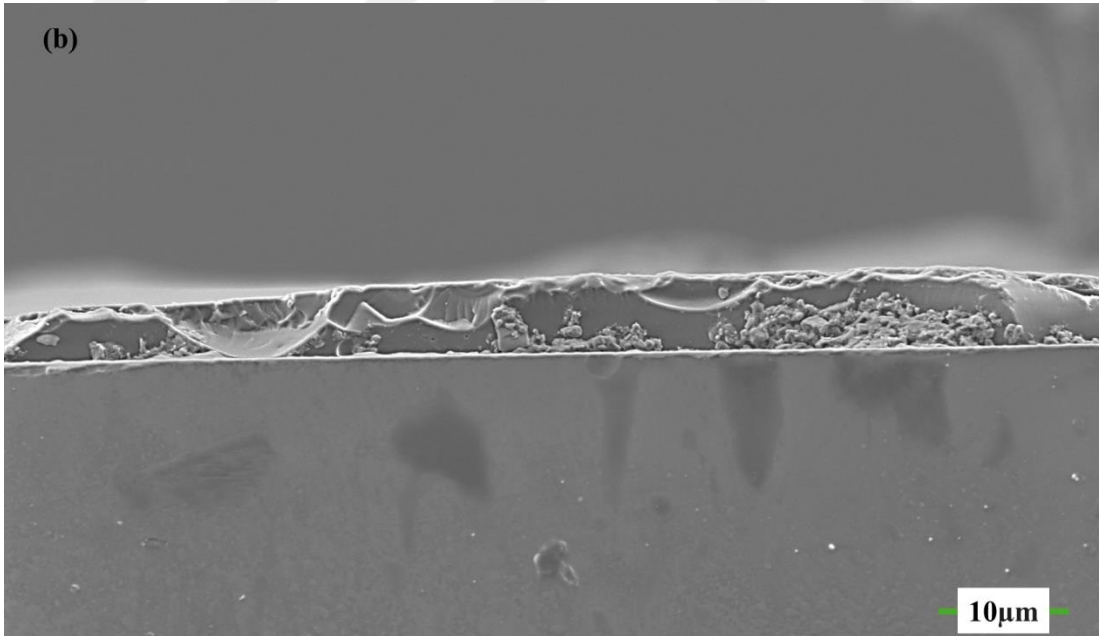
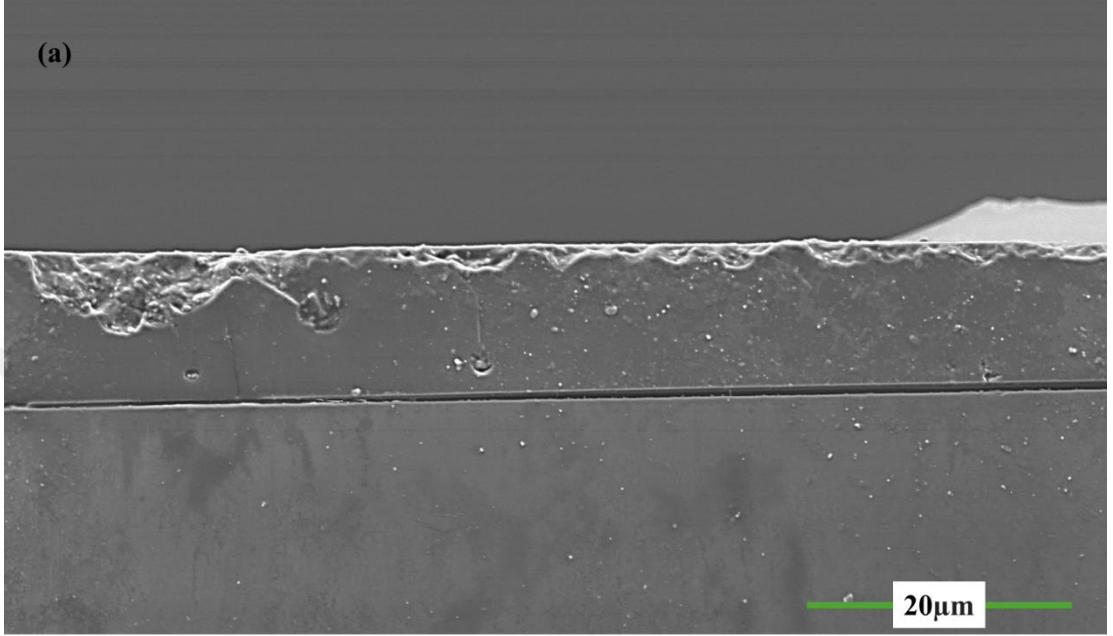
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

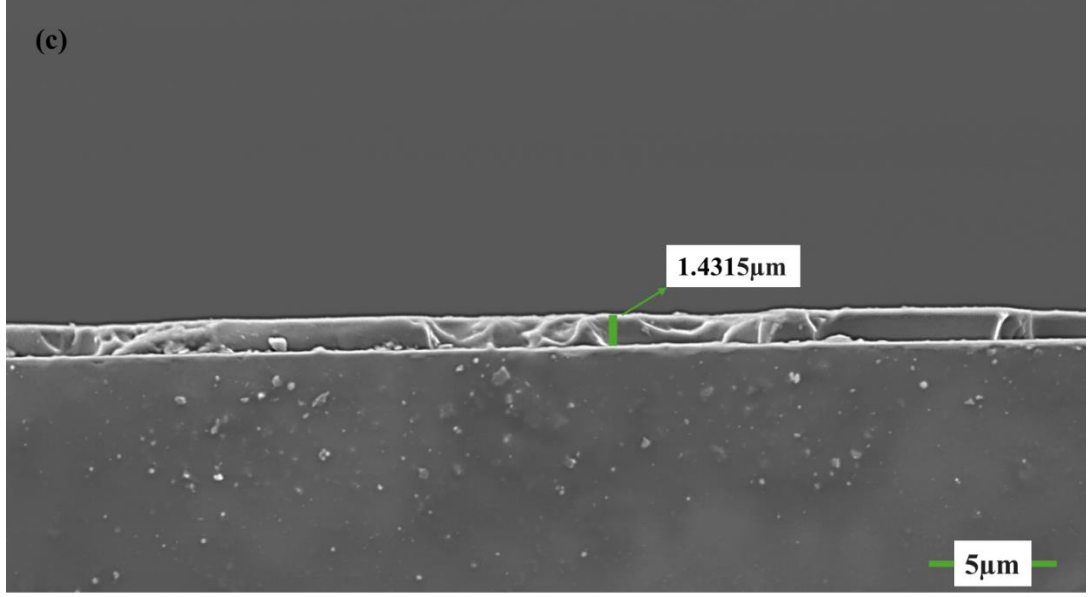
4.2.4. Si QD ve F-silan ile Modifiye edilmiş İnorganik-Organik Hibrit Kaplamanın Ag nanopartikülleri ile Modifikasyonu

Si QD ve F-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın Ag nanopartikülleri ile modifikasyonu, yani multifonksiyonel nanokompozit kaplama 4 (MNK-4) GPTMS, Si QD, F-Silan, Ag nanopartikülleri ve Al.complex içeren bu çalışma için yapılan son kaplamadır. Multifonksiyonalite olarak bahsedilen hibrit, floresan, hidrofobik ve antibakteriyel özelliklerin hepsini birbirini iptal etmeden gösteren bir kaplama olduğu söylenebilir. Partikül etkisinin dikkatle incelenebilmesi ve karşılaştırma yapılabilmesi için kaplama işlemi uygulanmıştır.

Si QD ve F-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın Ag nanopartikülleri ile modifikasyonu ile elde edilmiş olan MNK-4 örneği için SEM analizleri yapılmıştır. SEM (Tarayıcı Elektron Mikroskobu) analizleri, yüzey kaplamalarının mikroskobik yapısını ve morfolojisini ayrıntılı bir şekilde incelemek için yapılır. SEM analizleri sayesinde yüzey durumu, kesit morfolojisi (cross-section), katman yoğunluğu, katman yapışması ve element dağılımı gibi bilgilere ulaşılabilir. Şekil 4.47’de MNK-4 örneğinin SEM görüntüleri (a) 20 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 10 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 5 µm’de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü verilmiştir. MNK-4 örneği için kesit morfolojisi (cross-section) için bir inceleme yapılmıştır. SEM görüntülerinde, kaplamanın yüzeyinde bulunan nanopartiküller ve kuantum noktaları homojen bir dağılım gösterip göstermiştir. Nanopartiküllerin veya kuantum noktalarının aglomerasyon (topaklanma) yapmadığı görülmektedir. Farklı bileşenlerin boyut ve şekil dağılımı homojendir. SEM analizleri, kaplamanın yüzeyinde belirgin bir homojenlik gösterdiğini ve nanopartiküllerin düzgün bir şekilde dağıldığını ortaya koydu. Gümüş nanopartikülleri, kaplamanın yüzeyinde eşit şekilde dağılmış olup, aglomerasyon göstermemektedir. Alüminyum-trisec-bütoksit ve etilasetoasetat komplekslerinin yüzeyde oluşturduğu yapı, kaplamanın pürüzsüz bir yüzey sağladığını ve kaplama kalınlığının yeterli olduğunu göstermektedir. Genel olarak, SEM sonuçları, kaplamanın homojen bir yapıya sahip olduğunu ve hedeflenen özellikleri sağladığını göstermektedir. MNK-4 örneğinin yüzeyinde herhangi bir krater, çatlama, çukur ve gözenek bulunmamaktadır. Kaplama rijit bir yapıda katı bir görüntü sergilemektedir. Kaplamanın kalınlığı, SEM görüntüleriyle yaklaşık olarak 1.413 µm olarak ölçülmüştür. Kaplama kalınlığı, malzemenin koruyucu özelliklerini yeterli

seviyede sađlamakta ve yzeyde homojen bir kaplama tabakası sunmaktadır. Kaplamanın yzey pürzlülüđü, SEM analizleriyle deđerlendirildiđinde, genel olarak pürzsüz ve düzenli bir yzey profili sergilemektedir.





Şekil 4.47.: MNK-4 örneğinin SEM görüntüleri (a) 20 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (b) 10 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü (c) 5 μm 'de ölçeklendirilmiş SEM analizi görüntüsü.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Yüzey kaplamalarında EDX analizi, kaplamanın kimyasal bileşenleri hakkında kapsamlı bir bilgi sunmaktadır. EDX, kaplamanın içindeki elementlerin varlığını ve miktarını belirleyebilir. EDX spektrumları, kaplamanın ana elementlerini doğru bir şekilde tespit etmiştir. MNK-4 örneğinde C, O, Al, Si, N, F, Ag elementleri tespit edilmiştir. Bu sonuçlar, kaplamanın bileşenleri olan Ag nanopartikülleri, Al.complex, Si QD, F-silan ve GPTMS'nin yüzeyde varlığını doğrulamaktadır. Genel olarak, EDX analizi, kaplamanın kimyasal bileşenlerinin başarılı bir şekilde entegre edildiğini ve homojen bir dağılım gösterdiğini ortaya koymaktadır. Tablo 4.11'de verilen MNK-4 örneğinin EDX incelemesinde atom ağırlığı yüzdeleri %23.82 C, %56.96 O, %47.59 Al, %335.15 Si, %0.64 N, %3.85 F, %17.40 Ag elde edilir. EDX sonuçları, kaplamanın karmaşık bir kimyasal yapıya sahip olduğunu ve çeşitli bileşenlerin başarılı bir şekilde entegre edildiğini göstermektedir. Özellikle yüksek oksijen ve alüminyum içeriği, kaplamanın metal oksit ve silikat bazlı bir yapı içerdiğini desteklerken, yüksek silikon ve karbon içeriği, organik ve nanoyapılı bileşenlerin kaplamadaki rolünü vurgular. EDX sonuçları, kaplamanın karmaşık bir kimyasal yapıya sahip olduğunu ve çeşitli bileşenlerin başarılı bir şekilde entegre edildiğini

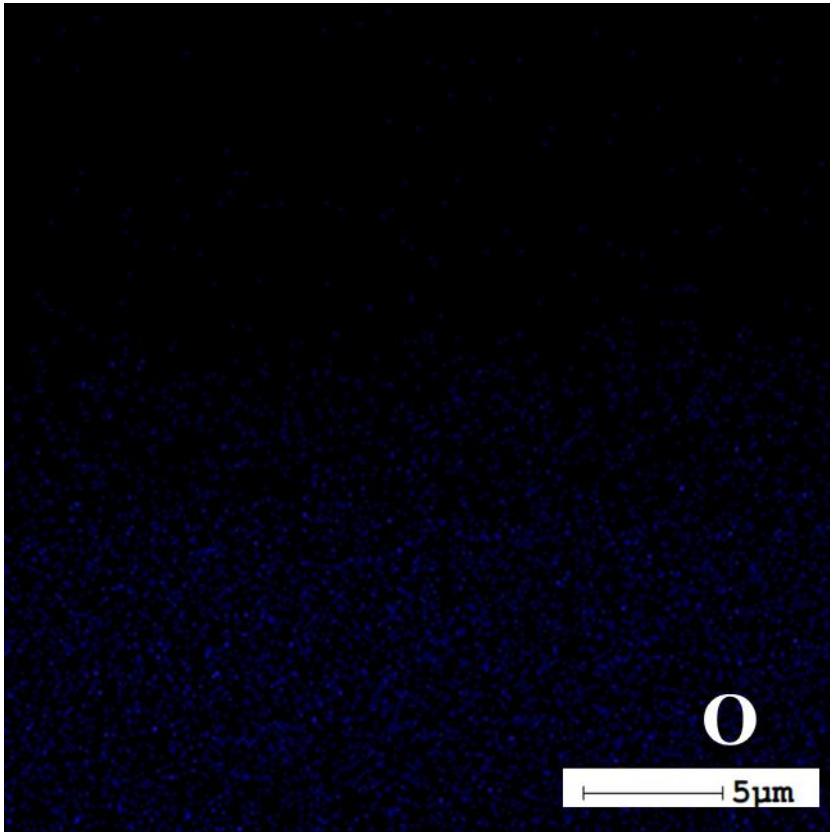
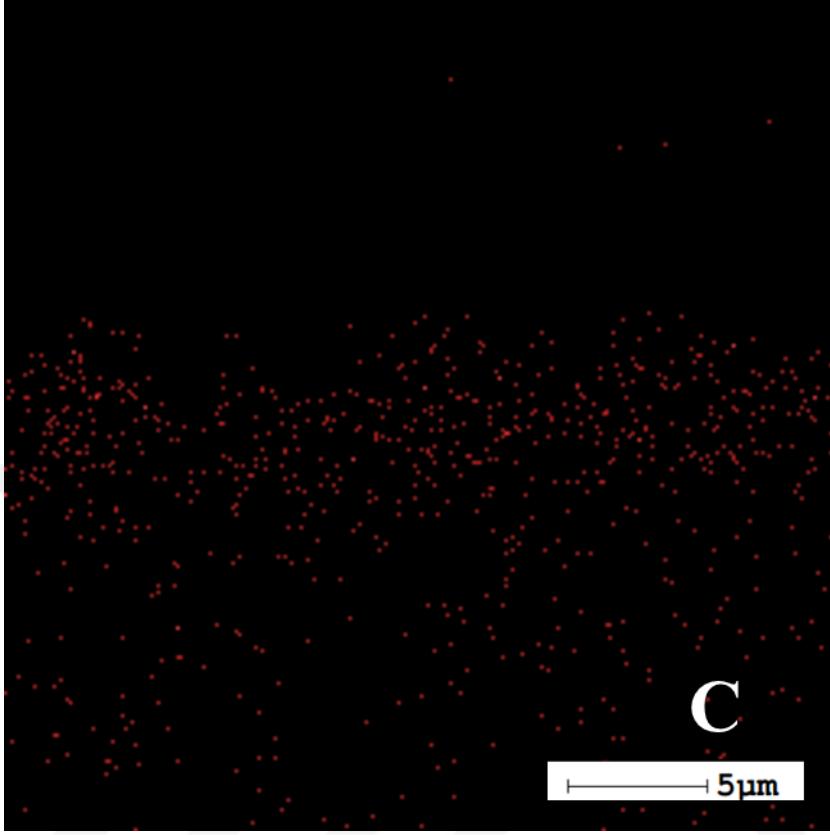
göstermektedir. Özellikle yüksek oksijen ve alüminyum içeriği, kaplamanın metal oksit ve silikat bazlı bir yapı içerdiğini desteklerken, yüksek silikon ve karbon içeriği, organik ve nanoyapılı bileşenlerin kaplamadaki rolünü vurgular.

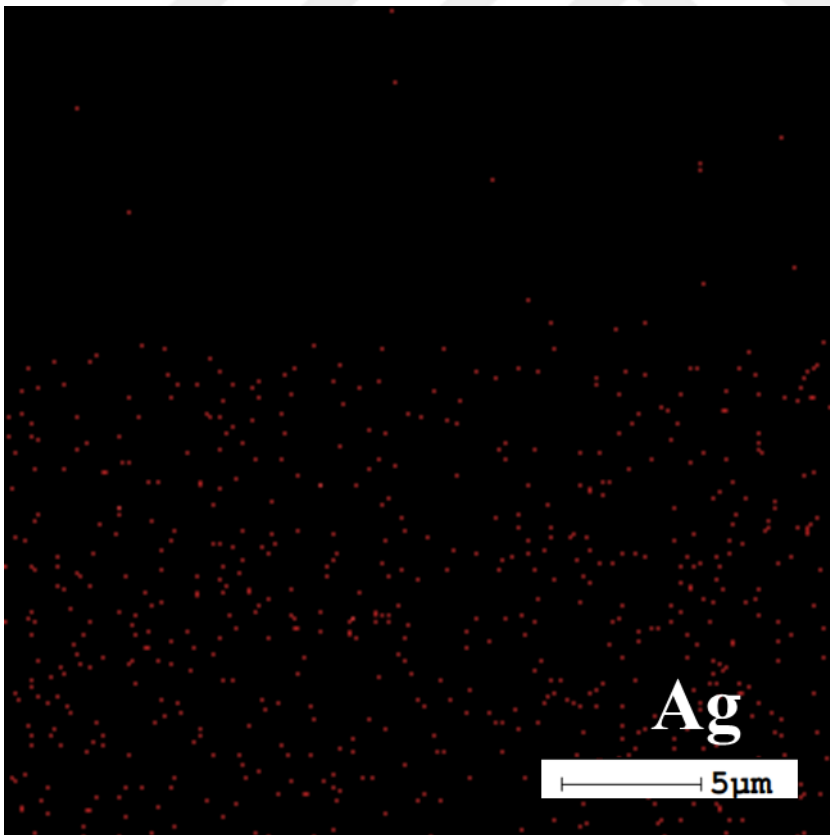
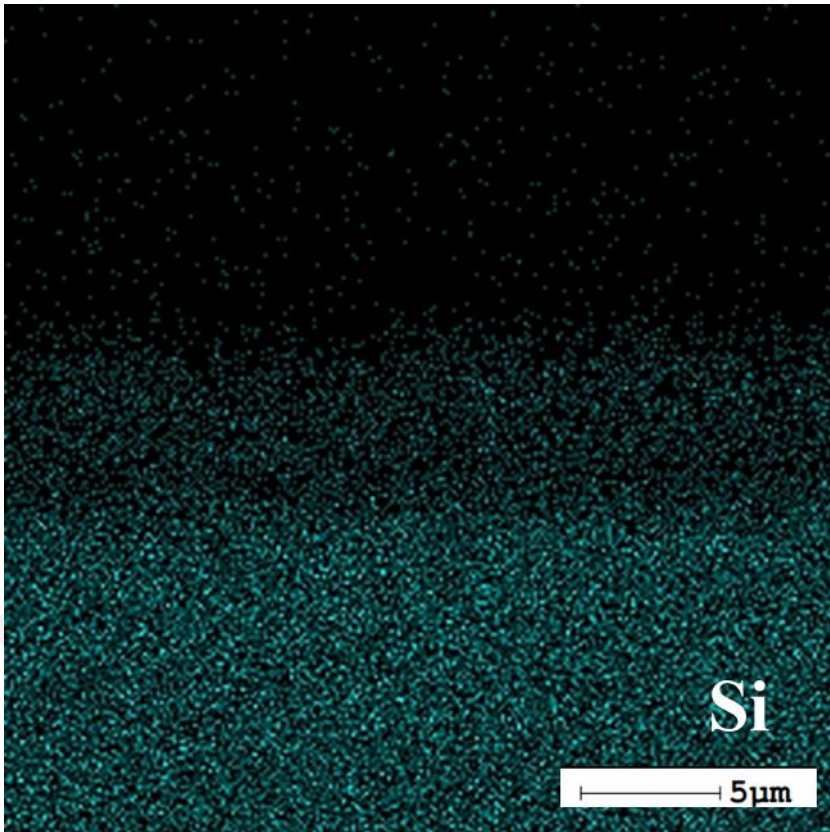
Tablo 4.11.: MNK-4 örneğinin EDX incelemesi

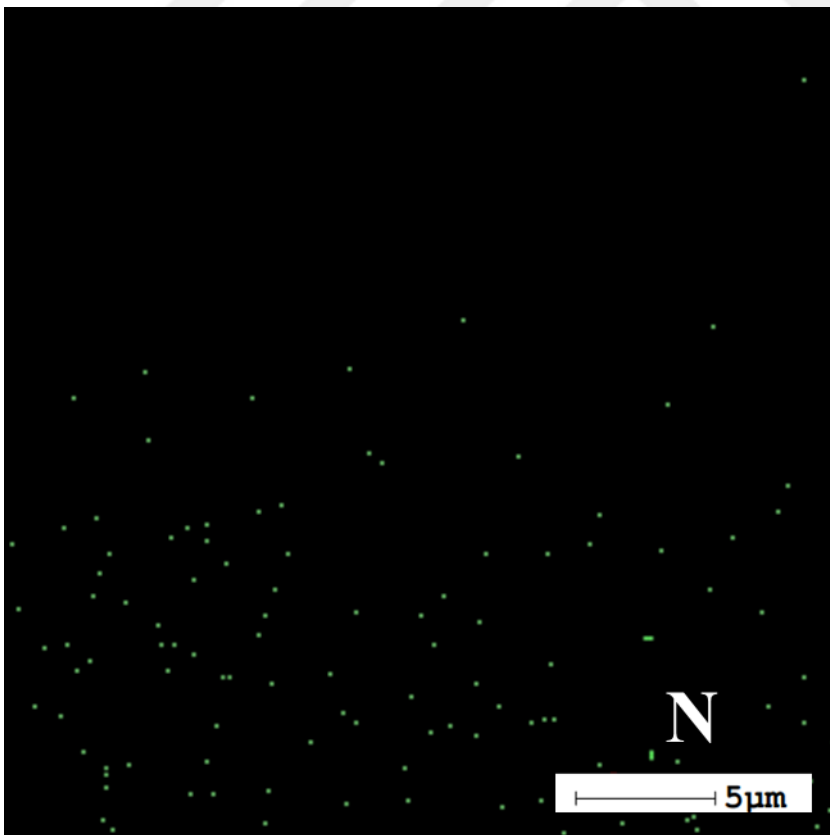
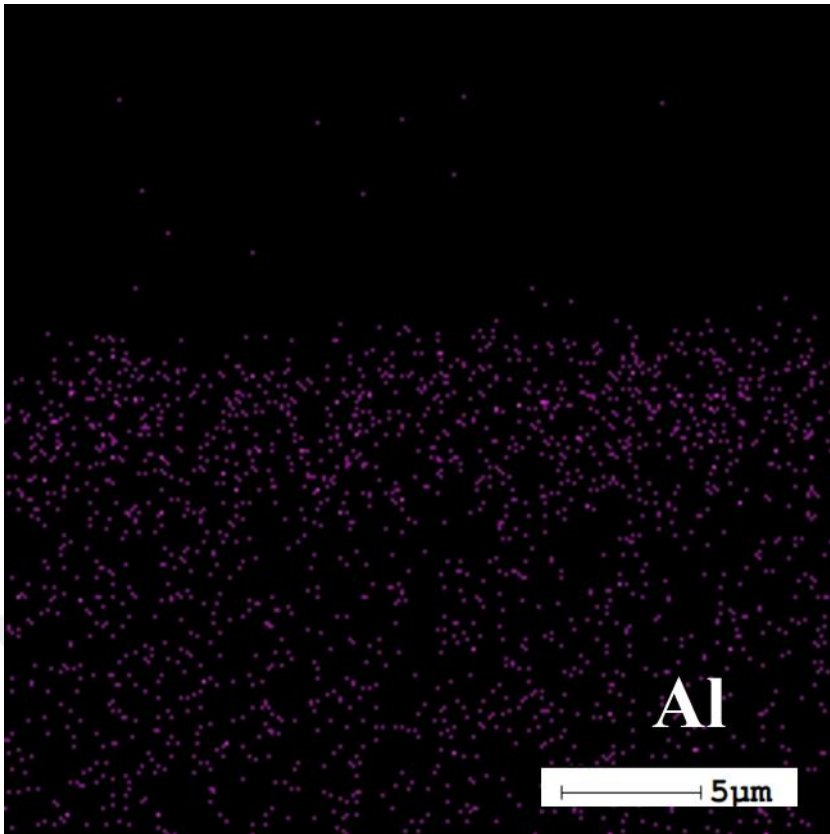
Element	Ağırlıkça %
C K	23.82
O K	56.96
Al K	47.59
Si K	335.15
N K	0.64
F K	3.85
Ag L	17.40

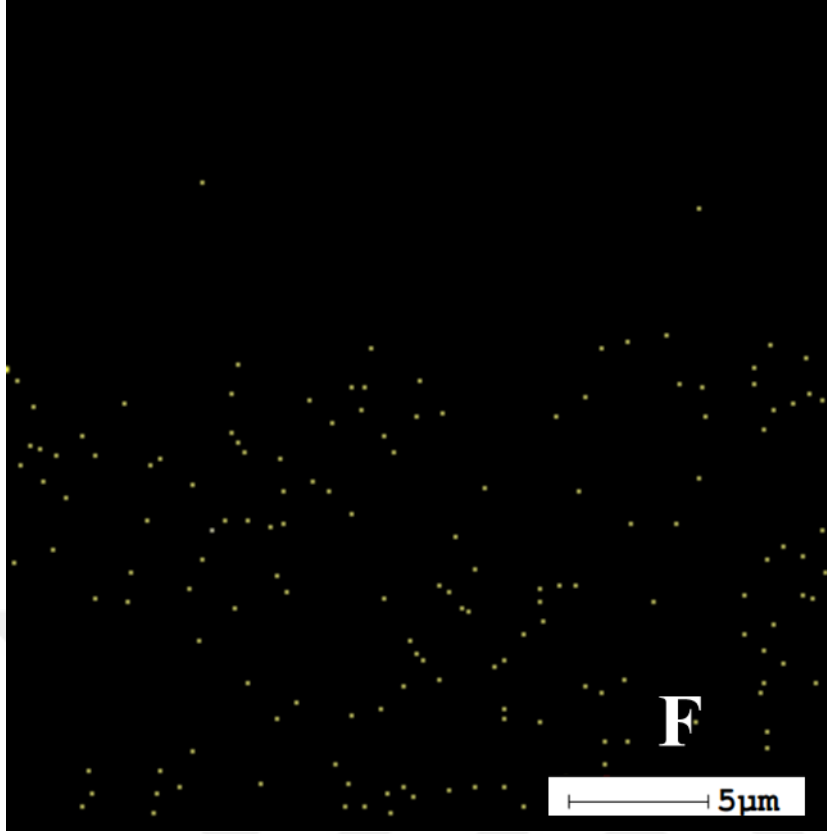
MNK-4 örneği için atomik haritalama analizi yapılmıştır. Bu çok bileşenli MNK-4 örneğinin atomik haritalama sonuçları, bu kaplamanın içinde bulunan her bir elementin yüzey üzerindeki dağılımını ve yoğunluğunu gösterir. Analiz, kaplamada kullanılan bileşenlerin yüzeydeki dağılımını değerlendirmek için gerçekleştirilmiştir. Atomik haritalama, gümüş nanopartiküllerinin kaplama yüzeyinde eşit ve homojen bir şekilde dağıldığını göstermektedir. Gümüşün yüzeydeki bu düzenli dağılımı, kaplamanın antimikrobiyal özellikler gibi hedeflenen fonksiyonel özellikleri sağlayabilmesi için önemlidir. Flor atomlarının dağılımı, f-silanın kaplamadaki varlığını ve etkileşimini yansıtır. Atomik haritalama sonuçları, kaplamanın yüzeyinde bulunan her bir elementin lokalizasyonunu gösterir. Örneğin, Al, Si, F gibi elementlerin hangi bölgelerde yoğun olduğunu belirler. EDX analizinde MNK-4 örneği için C, O, Al, Si, N, F ve Ag elementlerinin atom ağırlıkları görülmüştür. MNK-4 örneğinin atomik haritalamadan elde edilen görüntüler EDX analizinin sonuçlarını

kanıtlar niteliktedir. MNK-3 örneğine ait Si, C, O, Al, N, F, Ag elementlerinin atomik haritalama ile görüntülenen tahmini dağılım sırası Şekil 4.48’de verilmiştir.







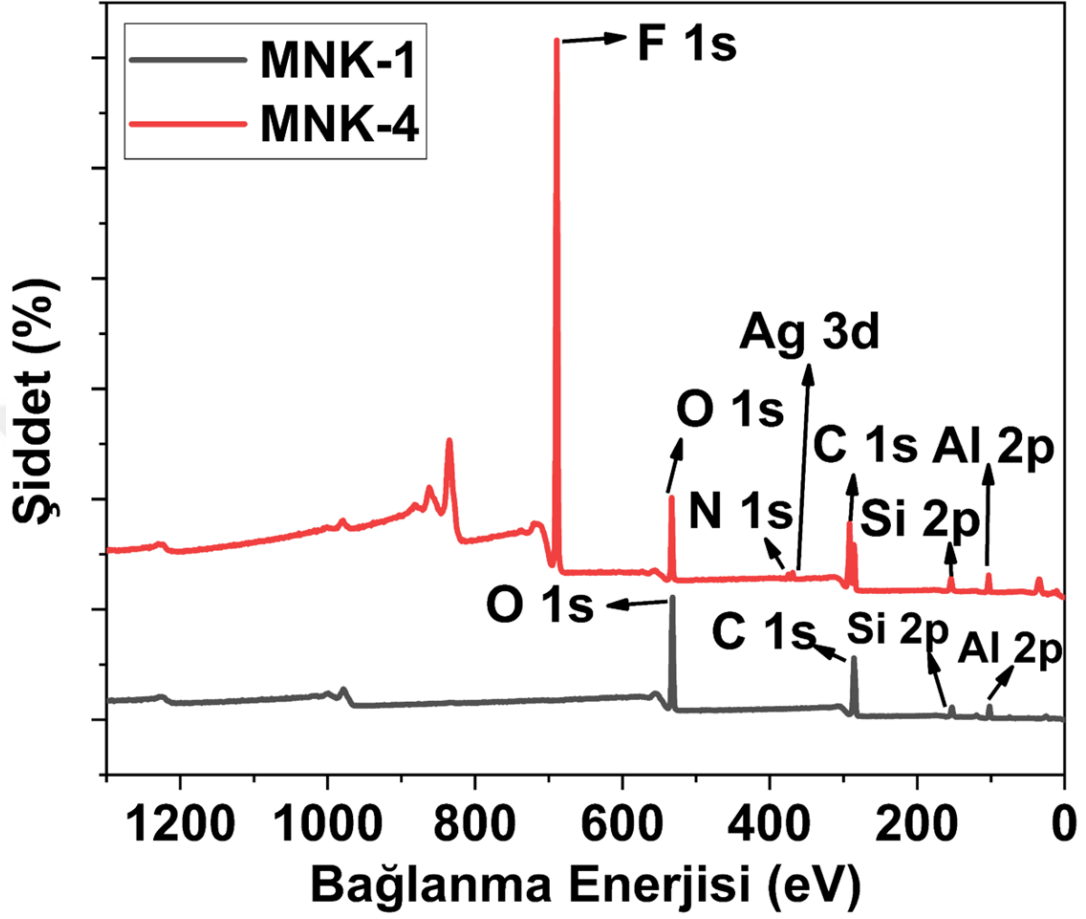


Şekil 4.48.: MNK-4 örneğine ait Si, C, O, Al, N, F, Ag elementlerinin atomik haritalama görüntüleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

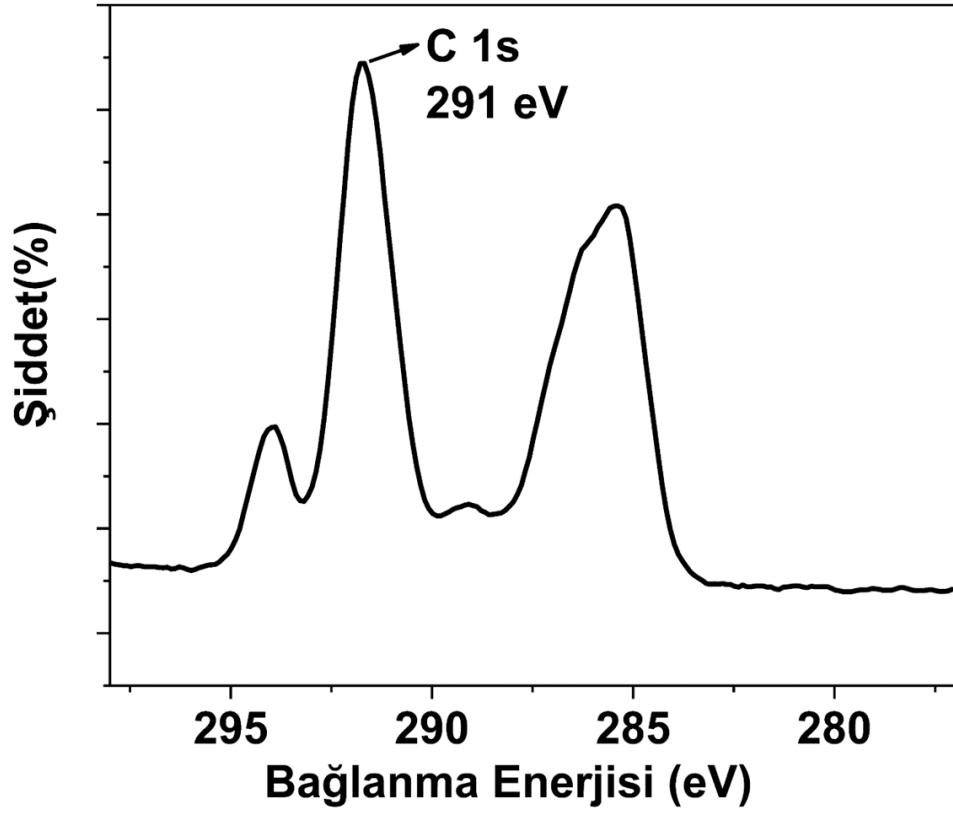
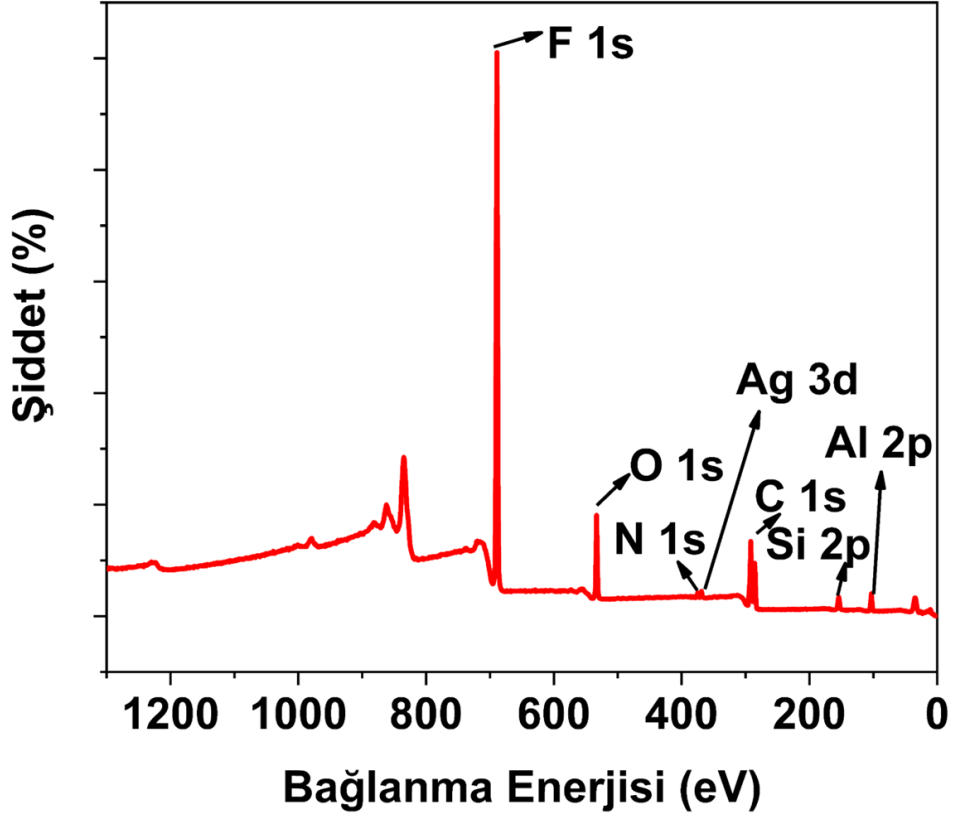
Şekil 4.50’de MNK-4 yüzey kaplaması için yapılan XPS analizinde beklenen yüksek çözünürlükte Si, C, Al, N, O, F ve Ag atomlarının pikleri açıkça görülmektedir. XPS sonuçlarına göre Tablo 4.12’de verilen ; O 1s 533,28 eV, C 1s 291 eV, Al 2p 75,48 eV, N 401,78 eV, Si 2p 103,08 eV, F 1s 688,78 eV, Ag 3d 368,98 eV’de yüksek çözünürlüklü pik vermiştir. Şekil 4.44’de MNK-1 ve MNK-4 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi karşılaştırması verilmiştir. MNK-1 ile karşılaştırıldığında farklı olarak Si, N, F ve Ag atomlarının pikleri görülmektedir. MNK-2 ile karşılaştırıldığında farklı olarak F ve Ag atomlarının pikleri görülmektedir. MNK-3 ile karşılaştırıldığında farklı olarak Ag atomlarının pikleri görülmektedir. Ag nanopartikülleri içeren bu MNK-4 örneği, XPS analizinde gümüşün karakteristik zirvelerini gösterir. Gümüşün XPS spektrumunda özellikle 3d fotoelektronları kullanılır ve genellikle bu pikin bağlanma enerjisi yaklaşık 368.2 eV ve 374.2 eV civarındadır. Bu zirve, gümüşün yüzeydeki dağılımı ve kimyasal durumu

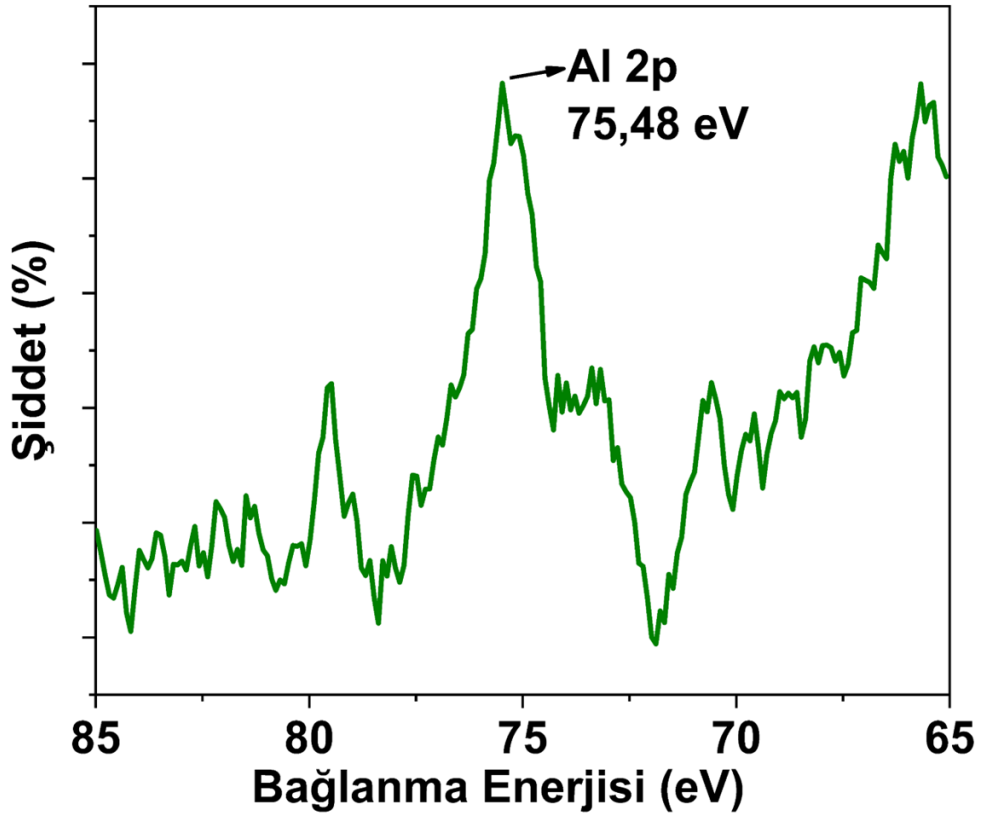
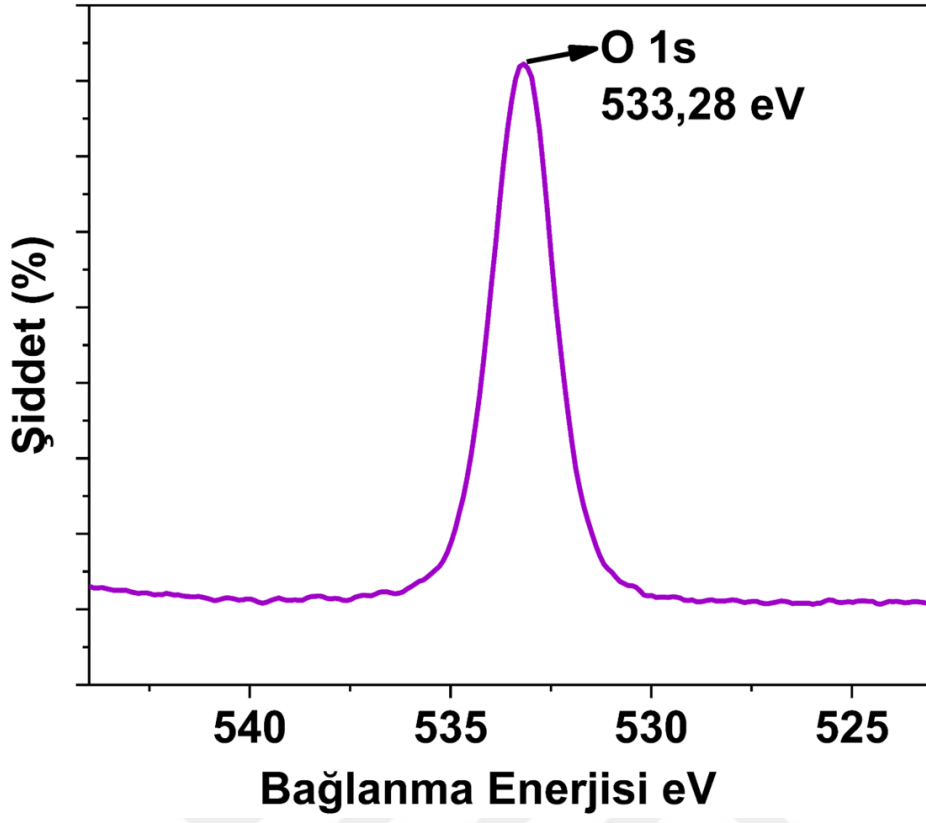
hakkında bilgi sağlar. Bu analizde Ag 3d 368,98 eV'de yüksek çözünürlüklü pik vermiştir.

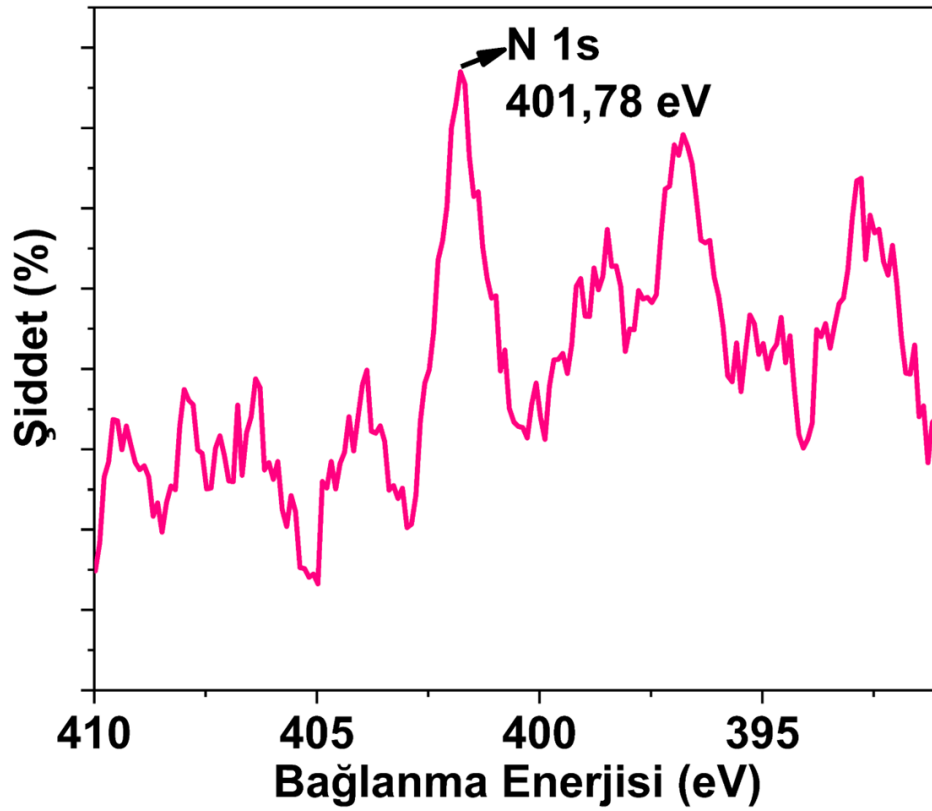
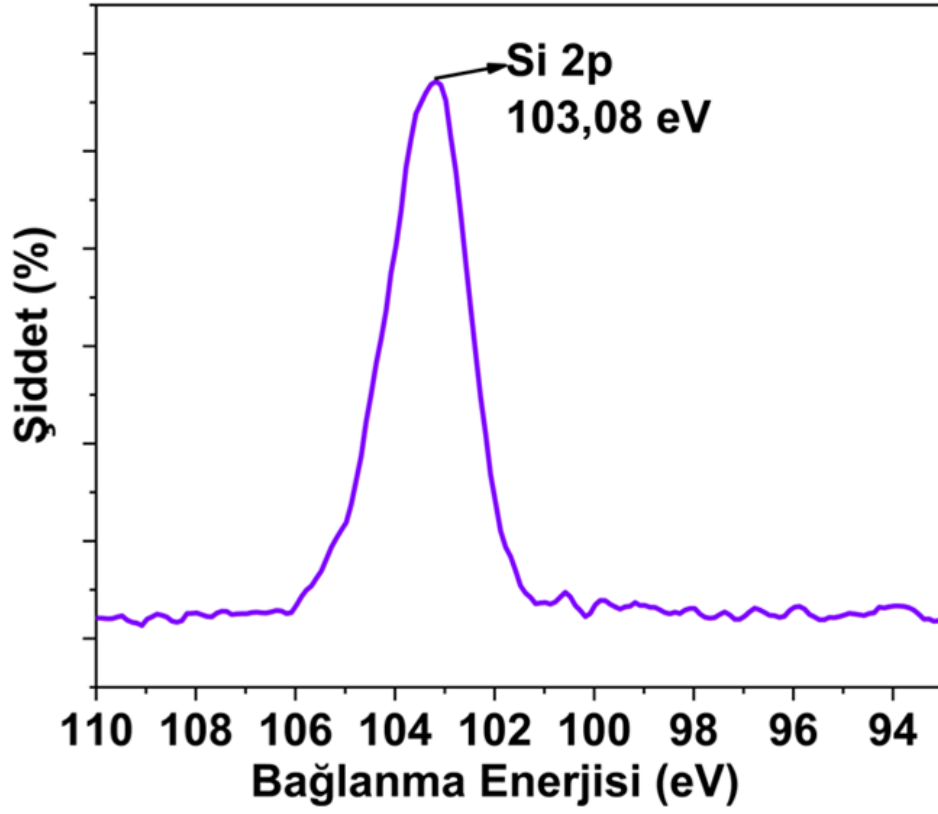


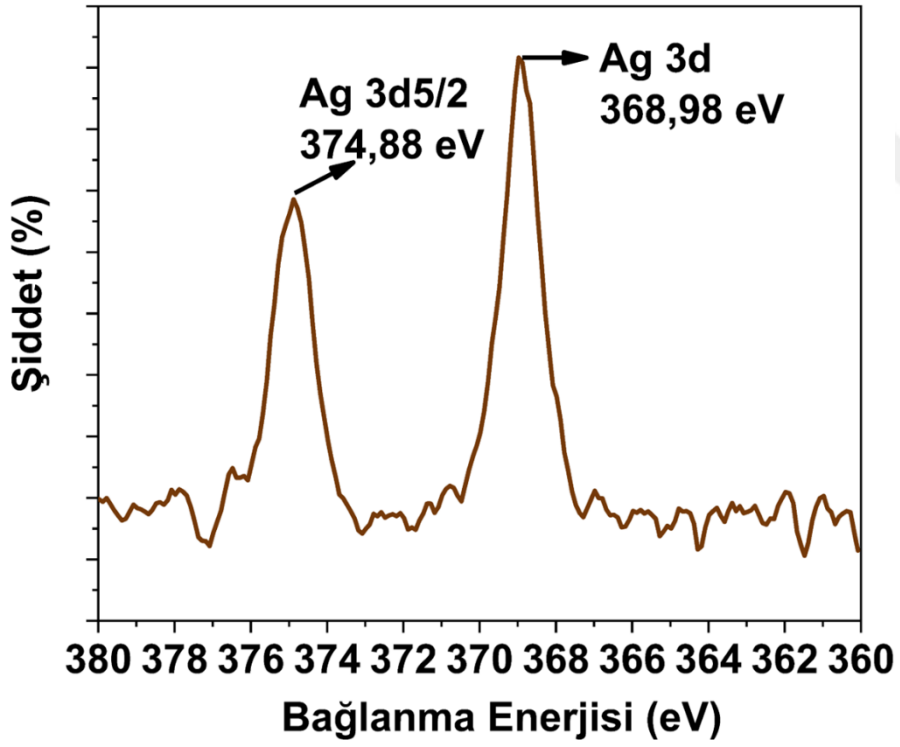
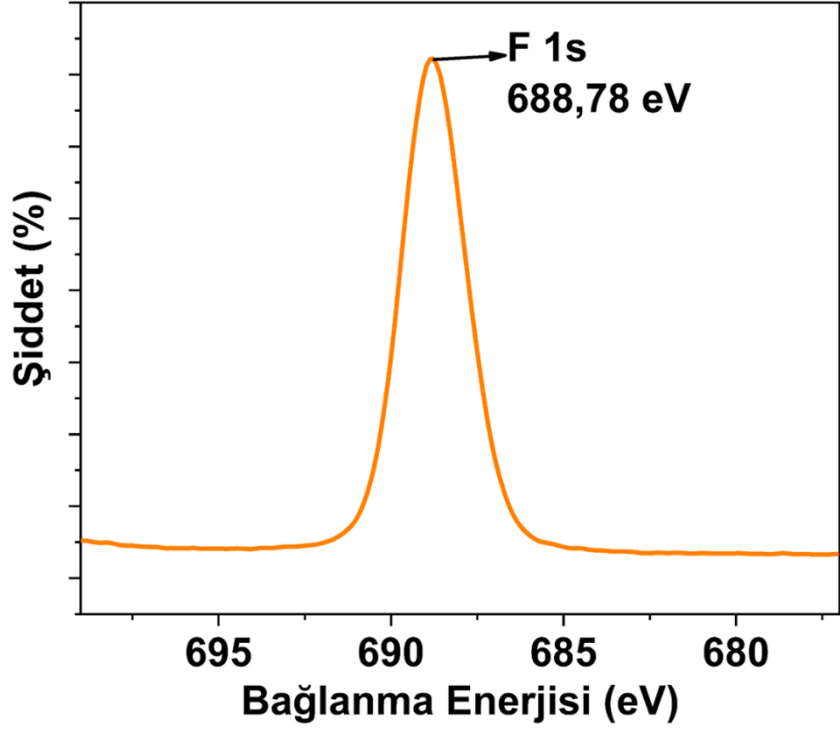
Şekil 4.49.: MNK-1 ve MNK-3 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi karşılaştırması.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.









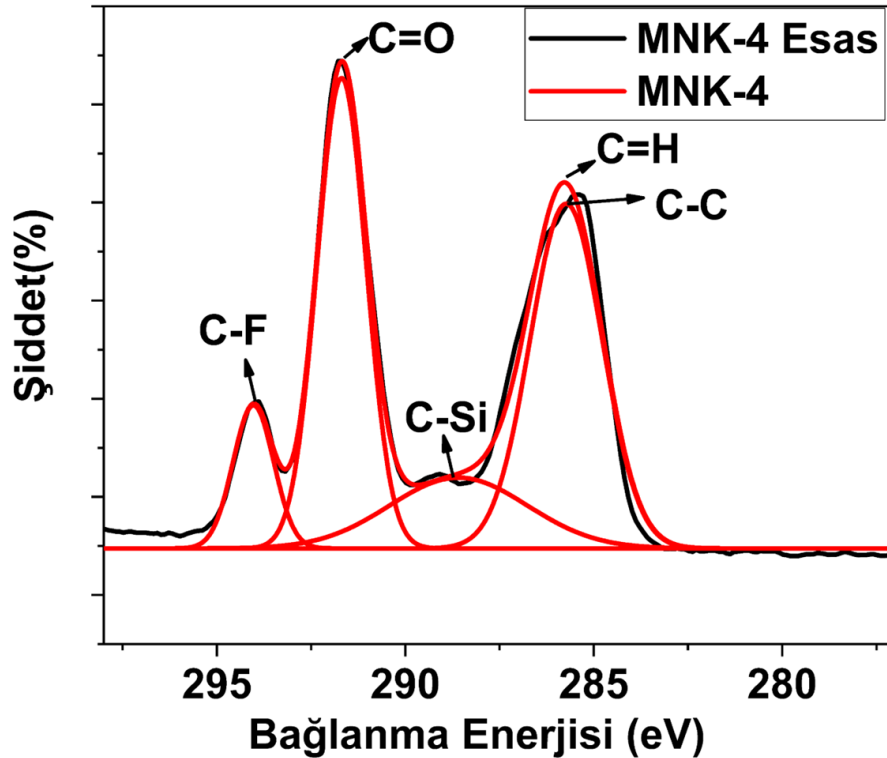
Şekil 4.50.: MNK-4 kaplamanın geniş spektrumlu XPS analizi ve yüksek çözünürlüklü XPS analizi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.12.: MNK-4 örneğinin XPS yüksek çözünürlüklü pikleri

Kaplama	O 1s	C 1s	Al 2p	Si 2p	N 1s	F 1s	Ag 3d
MNK-1	533,28 eV	291 eV	75,48 eV	103,08 eV	401,78 eV	688,78 eV	368,98 eV

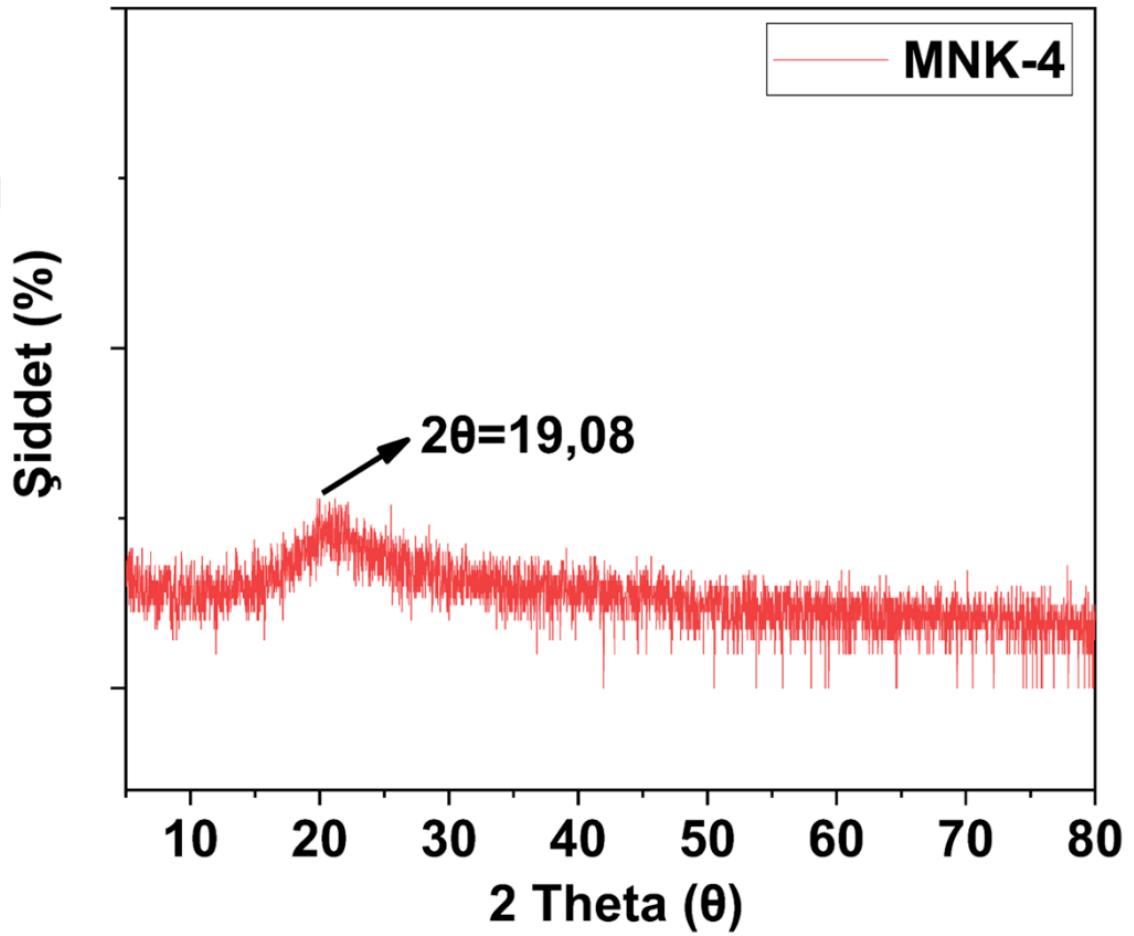
XPS analizindeki dekonvülosyon grafiği, C atomlarının kaplama üzerindeki farklı bileşenlerdeki kimyasal durumunu gösterir. Grafikteki C 1s pikleri, farklı bileşenlerin C atomlarını gösterir. Şekil 4.51’de MNK-4 örneğinin C atomlarının farklı pikleri açıkça gösterilmiştir. Silikon bazlı bileşiklerde karbonun silikonla bağlanması sebebiyle C-Si 286.5-287.0 eV civarında gözlemlenmiştir. Florlu silanlarla ilişkili karbon-flor bağları 289 eV civarında gözlemlenmiştir. GPTMS varlığından 285 eV civarında C=H bağları gözlemlenmiştir.



Şekil 4.51.: MNK-4 kaplamasının geniş spektrumlu XPS analizi C atomu dekonvülosyonu

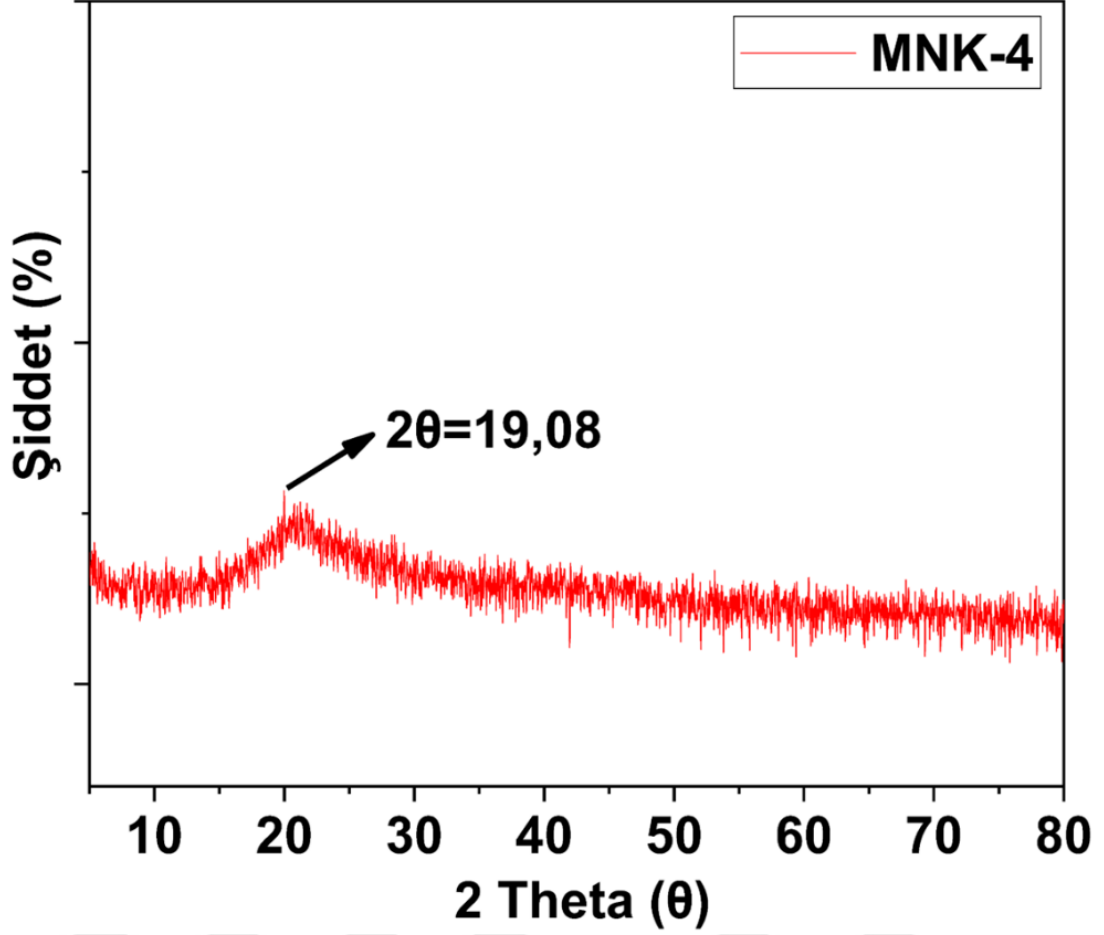
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

MNK-4 örneğinin XRD analizi, kaplamanın kristal yapısını ve faz bileşimini belirlemek için gerçekleştirilmiştir. Elde edilen XRD verileri, kaplamanın yapısal bütünlüğünü ve homojenliğini doğrular. Yapılan XRD analizinde MNK-4 örneğinin kristal yapısı incelenmiş ve $2\theta=19.08^\circ$ 'de amorf pikler ile birkaç kristalli tepe noktası ile geniş kırınımli pikler görülmektedir. MNK-4 örneğinin kristal yapı göstermediği Şekil 4.52. ve 4.53'deki XRD grafikleri ile kanıtlanır niteliktedir.



Şekil 4.52.: MNK-4 örneğinin XRD analizi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

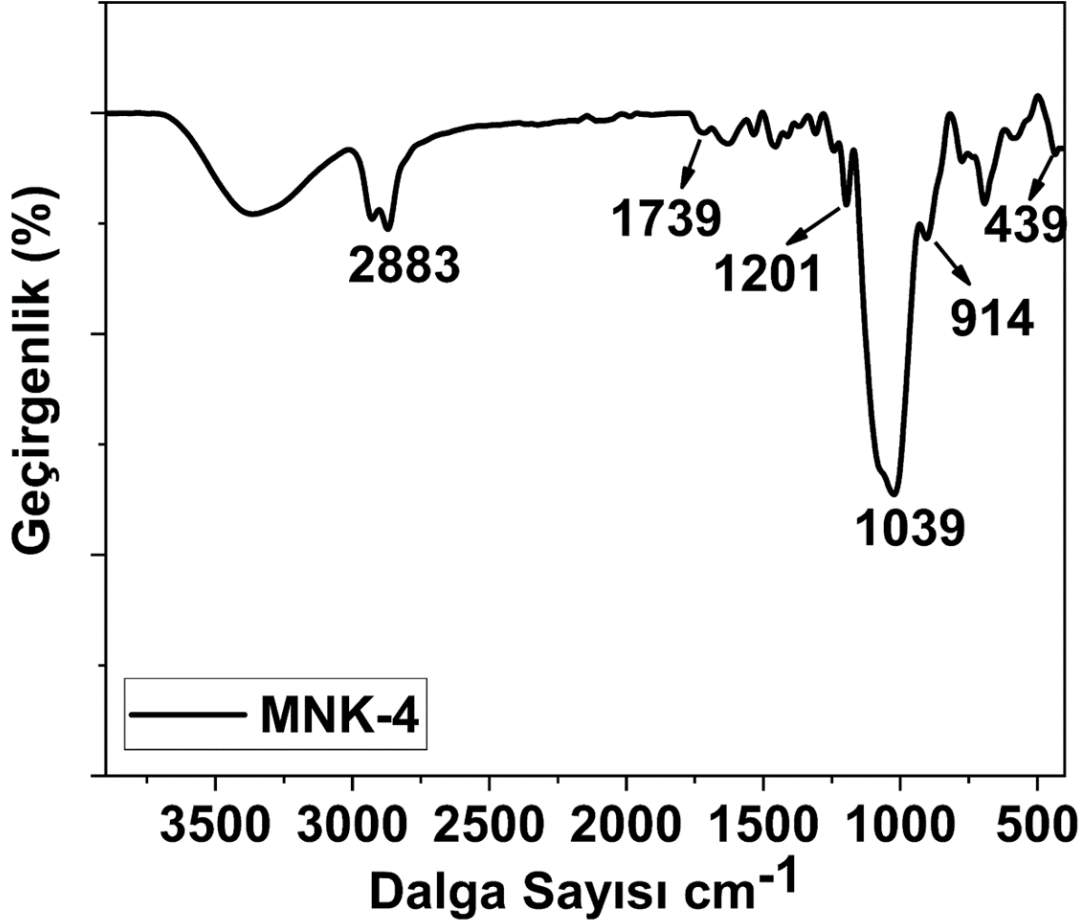


Şekil 4.53.: MNK-4 örneğinin smoothlanmış XRD analizi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

FT-IR analizi, bir malzemenin kimyasal yapısını ve fonksiyonel gruplarını belirlemek için kullanılır. FT-IR sonuçlarında hangi piklerin çıkacağı, yüzey kaplamasının bileşenlerine bağlı olarak değişir. MNK-4 örneğinin geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu Şekil 4.54'de verilmiştir. FT-IR spektrumlarında gümüş nanopartiküllerinin doğrudan karakterizasyonu genellikle zordur, ancak yüzeylerinde bulunan organik kaplamalar nedeniyle bazı pikler gözlemlenebilir. Alüminyum-trisecbütoksit, FT-IR spektrumunda genellikle organik bileşenlerden farklı olarak metalik veya inorganik sinyaller üretmez. Bu kompleksin etilasetat ligandı ile birleşmesi, organik karakterde C=O (karbonil) gruplarına ve CH₃ gruplarına ait sinyallerin görünmesine neden olabilir. Etilasetatın FT-IR spektrumunda karakteristik C=O gerilme pikleri 1739 cm⁻¹'de gerilim göstermiştir. 2883 cm⁻¹'de F-C pikleri vardır. Epoksi gruplarına ait C-O-C gerilme modları 1201 cm⁻¹'de görülmüştür. GPTMS,

silan grupları içerir, bu nedenle FT-IR spektrumunda, 1039 cm^{-1} 'de Si-O-Si pikleri görülmüştür. Al-O bağları, FT-IR spektrumunda 914 cm^{-1} civarında karakteristik bir pik olarak görünebilir. Bu pik, kaplamanın içindeki alüminyumun varlığını ve bu bileşenin kimyasal durumunu belirlemeye yardımcı olur. FT-IR spektrumunda Si-O (silikon-oksijen) pikleri 439 cm^{-1} 'de görülmüştür, bu pik MNK-4 örneğinin içinde bulunan silikon kuantum dotların varlığını kanıtlar niteliktedir.

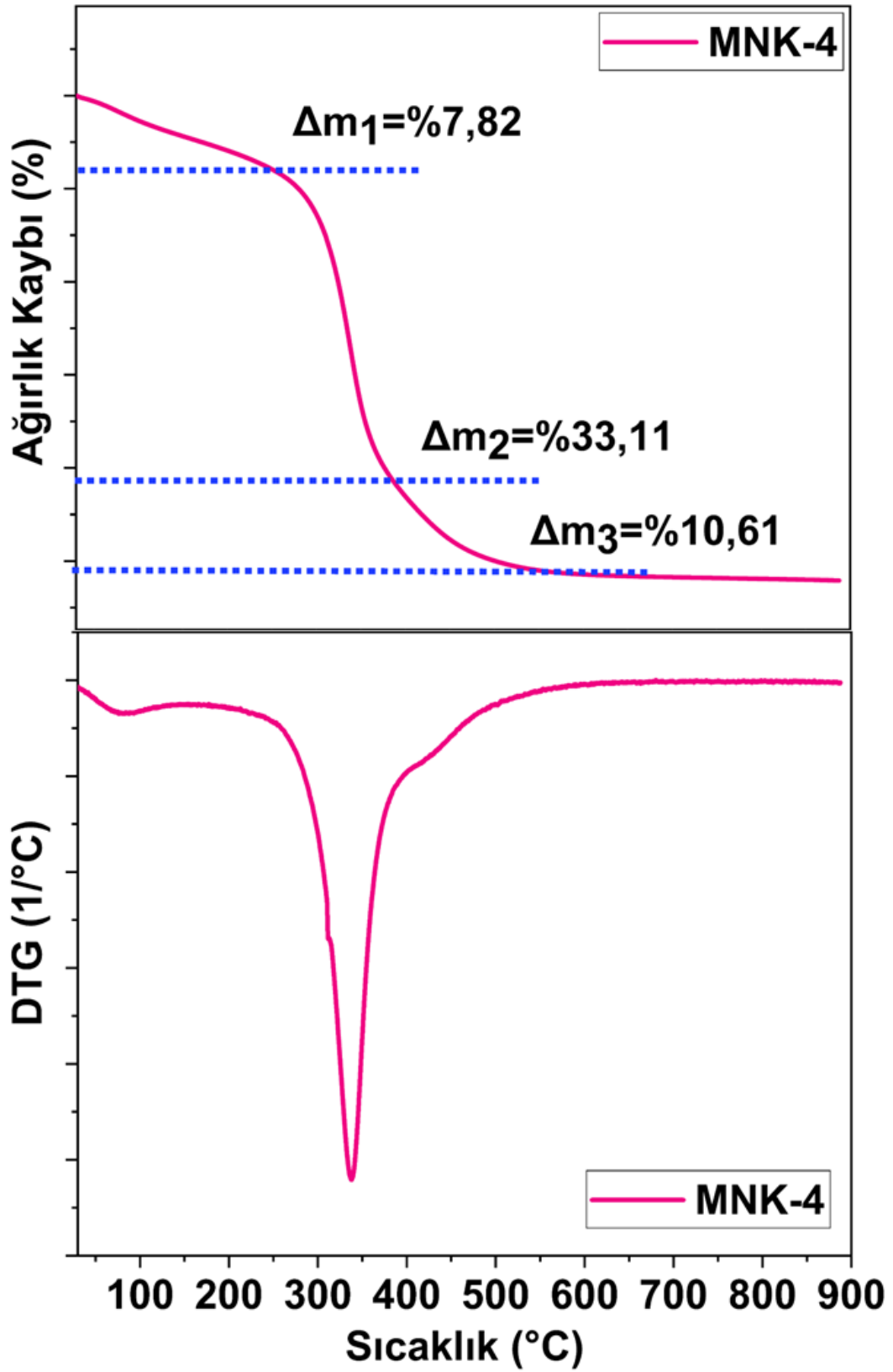


Şekil 4.54.: MNK-4'ün geniş spektrumdaki FT-IR spektrumu

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

MNK-4 örneği için TG-DTG analizleri yapılmıştır. MNK-4 örneği için yapılan TG-DTG analizlerin termal ağırlık kaybı toplamı Tablo 4.13'de verilmiştir. Şekil 4.55'de MNK-4'ün termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli verilmiştir. MNK-4 örneğinin termal analizi incelendiğinde 3 farklı bölgede bozunma gerçekleştiği görülmektedir. 250 °C 'ye kadar %7,82 ağırlık kaybı vardır. Bu aralıkta su ve uçucu bileşiklerden

kaynaklanan bir bozunma gerçekleşir fakat F-Silan düşük sıcaklıklarda uçucu olabilir. 250-450°C'ye kadar %33,11 ağırlık kaybı vardır. Bu aralıktaki kayıp C bazlı okside olabilen yapıların uzaklaştığını kanıtlar niteliktedir fakat MNK-4 örneğinde bulunan Si QD genellikle yüksek sıcaklıklarda termal stabiliteye sahiptir ancak kaplamanın içindeki diğer organik bileşenlerin etkisiyle etkileşebildiği için bozunma artmıştır. 450-700°C aralığında %10,61'lik bir ağırlık kaybı gözlenmiştir. Bu sıcaklık aralığında, oksidasyon sonrası gerçekleşen ilave reaksiyonlar atomik düzenlenmeler ve kalan bazı yapıların uzaklaştırılması gerçekleşmiştir. İlave kondenzasyon reaksiyonları sonrası olan kayıplar vardır. Toplam %51,54 ağırlık kaybı vardır. Şekil 4.56'de MNK-1 ve MNK-4'ün termal bozunma eğrisi karşılaştırması verilmiştir. MNK-1 örneğinde organik bileşenlerin ayrışması ve metal komplekslerinin dönüşümü ile belirgin ağırlık kayıpları gözlemlenir. MNK-4 örneğinde ise Si QD ve Ag nanopartiküllerinin eklenmesi, kaplamanın termal davranışında iyileşmeler sağlayabilir. MNK-4 örneğinde daha düşük ağırlık kaybı gösteriyor, bu da eklenen bileşenlerin kaplamanın genel termal stabilitesini artırmış olabileceğini gösterir. Kaplamalar arasındaki bu farklar, bileşenlerin eklenmesiyle kaplamanın termal özelliklerinde değişiklikler olduğunu ortaya koyar. Si QD ve Ag nanopartikülleri, kaplamanın yüksek sıcaklıklarda daha stabil olmasına ve termal ayrışma süreçlerinde daha iyi performans göstermesine yardımcı olabilir.

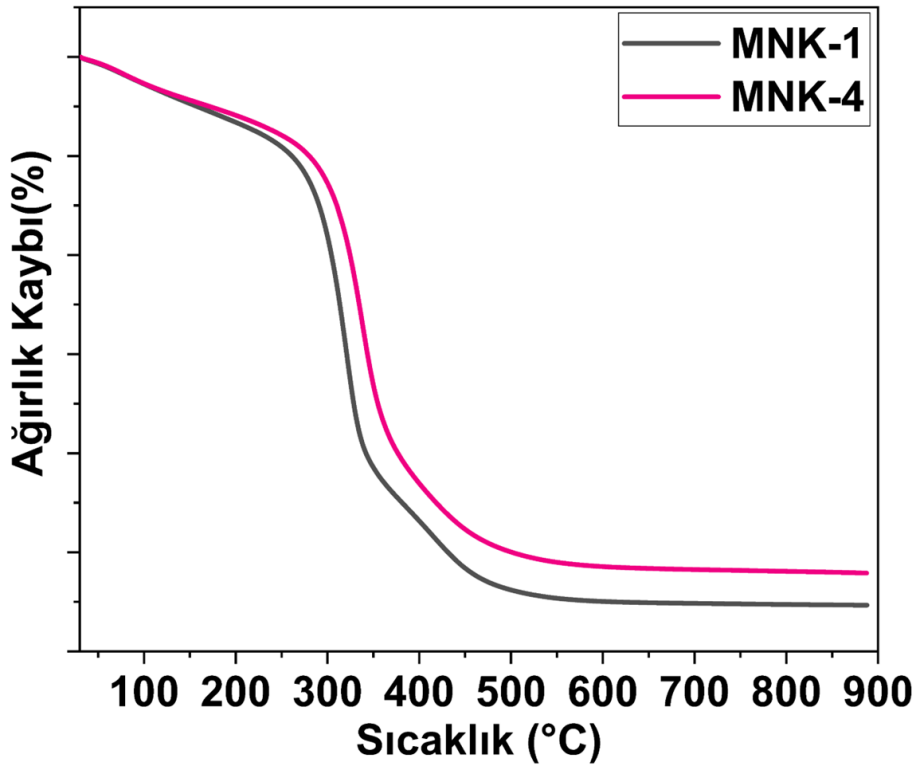


Şekil 4.55.: MNK-4'ün termal bozunma eğrisi ve diferansiyeli

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.13.: MNK-4 örneğinin termal ağırlık kaybı toplamı

$\frac{\% \Delta m}{^{\circ}C}$	MNK-4	
30-250	7,82	Su ve uçucu bileşiklerin kaybı
250-450	33,11	İçerikteki C bazlı ürünlerin uzaklaştırılması
450-700	10,61	İlave kondenzasyon dolasıyla olan kayıplar
Toplam, Δm	51,54	



Şekil 4.56.: MNK-1 ve MNK-4'ün termal bozunma eğrisi karşılaştırması

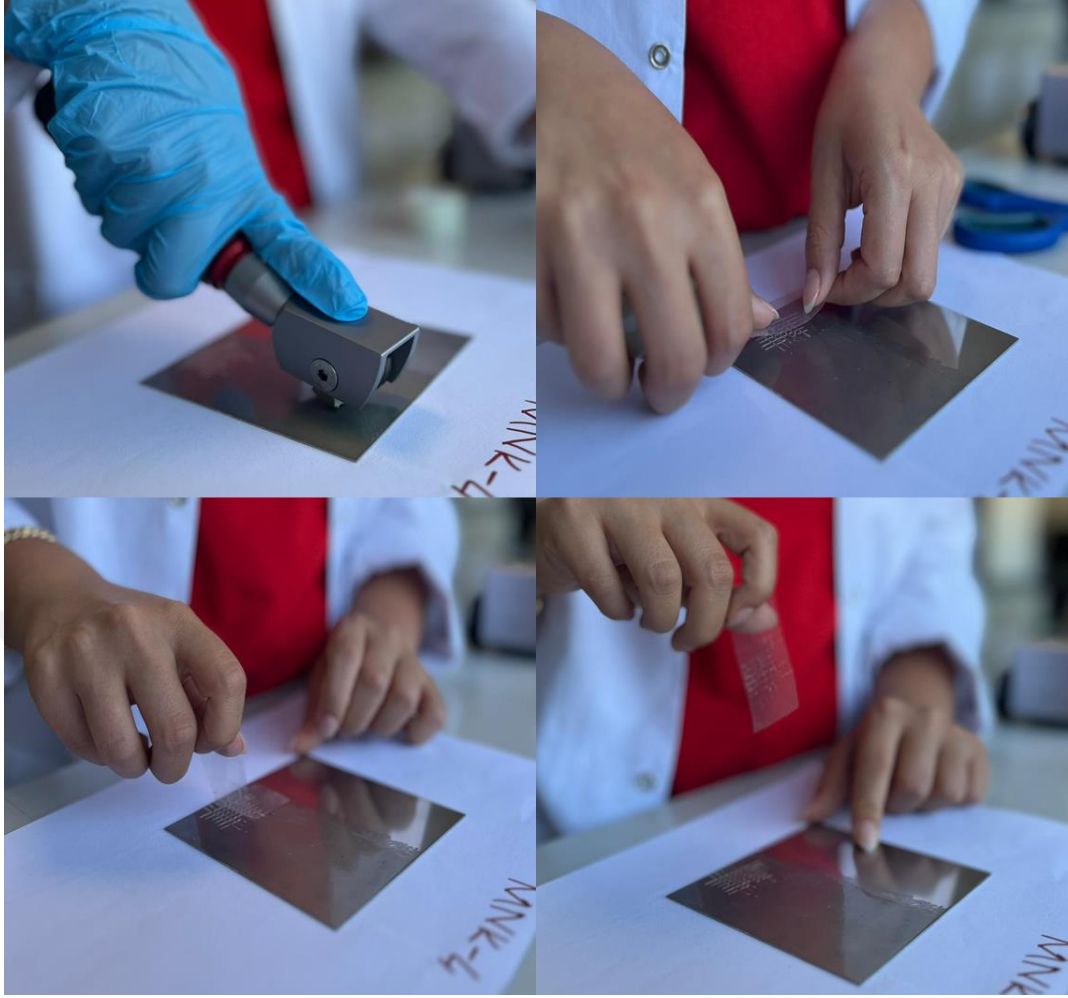
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

4.2.5. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar İçin Mekanik Testler

Multifonksiyonel nanokompozit kaplamaların dayanıklılığını değerlendirmek için kullanılan bir test yöntemi olarak çizme-tutunma testi yapılmıştır. Bu test, özellikle yüzey kaplamalarının mekanik hasarlara karşı dirençlerini ve uzun süreli kullanımda ne kadar sağlam olduklarını belirlemede kritik bir rol oynar. Çizme-tutunma testi, kaplamaların çizilmelere, aşınmalara ve dış etkenlere karşı gösterdikleri direnci ölçmek amacıyla uygulanır. Multifonksiyonel nanokompozit kaplamalar için çizme-tutunma testleri ASTM D3359 standartlarına uygun olarak, Multi Cross Cutter (Erichsen, type 295) markalı materyal ile yapıldı.

Kaplamalarda tutunma testinin yüzeye uygulanması Şekil 4.57'de gösterilmiştir. Kaplamanın yüzeyinde bir çizgi çizilir ve ardından bu ağ bölgesinde kaplamanın ne kadarının söküldüğü incelenir. Bir çizme ucu ile kaplamanın yüzeyinde bir "ağ" oluşturulur ve ardından yapışma testi yapılır. Sonuçlar, kaplamanın ne kadarının ağ bölgesinden ayrıldığını veya bozulduğunu ölçer. Tablo 4.14'de yüzeye tutunma testi için ASTM standartları verilmiştir. Şekil 4.58'de MNK-1, MNK-2, MNK-3 ve MNK-4 örneklerinin tutunma testinin sonuçları gösterilmiştir. MNK-1, MNK-2, MNK-3 ve MNK-4 örnekleri ASTM standartlarına göre 4B sınıfına girmektedir ve kayıp oranı %5'den azdır. 4B sınıfına göre yorumlanırsa çok az kaplama ayrılmış; kaplama çok iyi tutunmuş demektir.

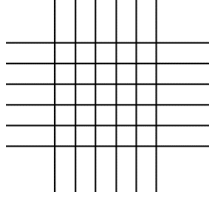
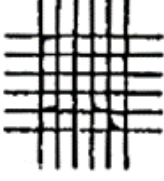
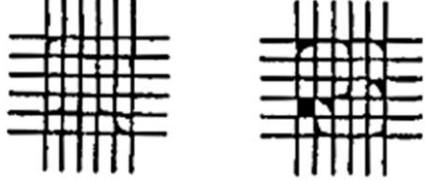
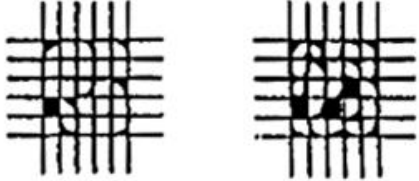
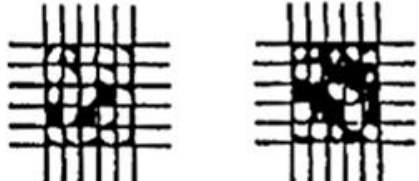

Kaplama örnekleri için çizme testi kurşun kalem ile çizilme direnci (sertlik derecesi) açısından KOH-I-NOOR HARDHMUTH marka kalemler ile yapılmıştır. Kalem sertlik ölçme cihazı Şekil 4.59'da gösterilmiştir. Kaplamalarda kurşun kalem ile çizme testi sonuçlarının değerlendirilmesi Tablo 4.15'de verilmiştir. Bu test yöntemi, sabit bir açı ve basınç altında, belirlenmiş sertlik derecelerine sahip kalemlerin yüzeyde hareket etmesi ile yapılır. Sertlik dereceleri 6B ile 6H arasında değişen kurşun kalemler kullanılarak analiz yapılır. Kaplamalar kurşun kalem ile çizilme direnci açısından değerlendirildiğinde MNK-1, MNK-2, MNK-3 ve MNK-4 örnekleri sertlik olarak 5B kaleme dayanıklıdır.

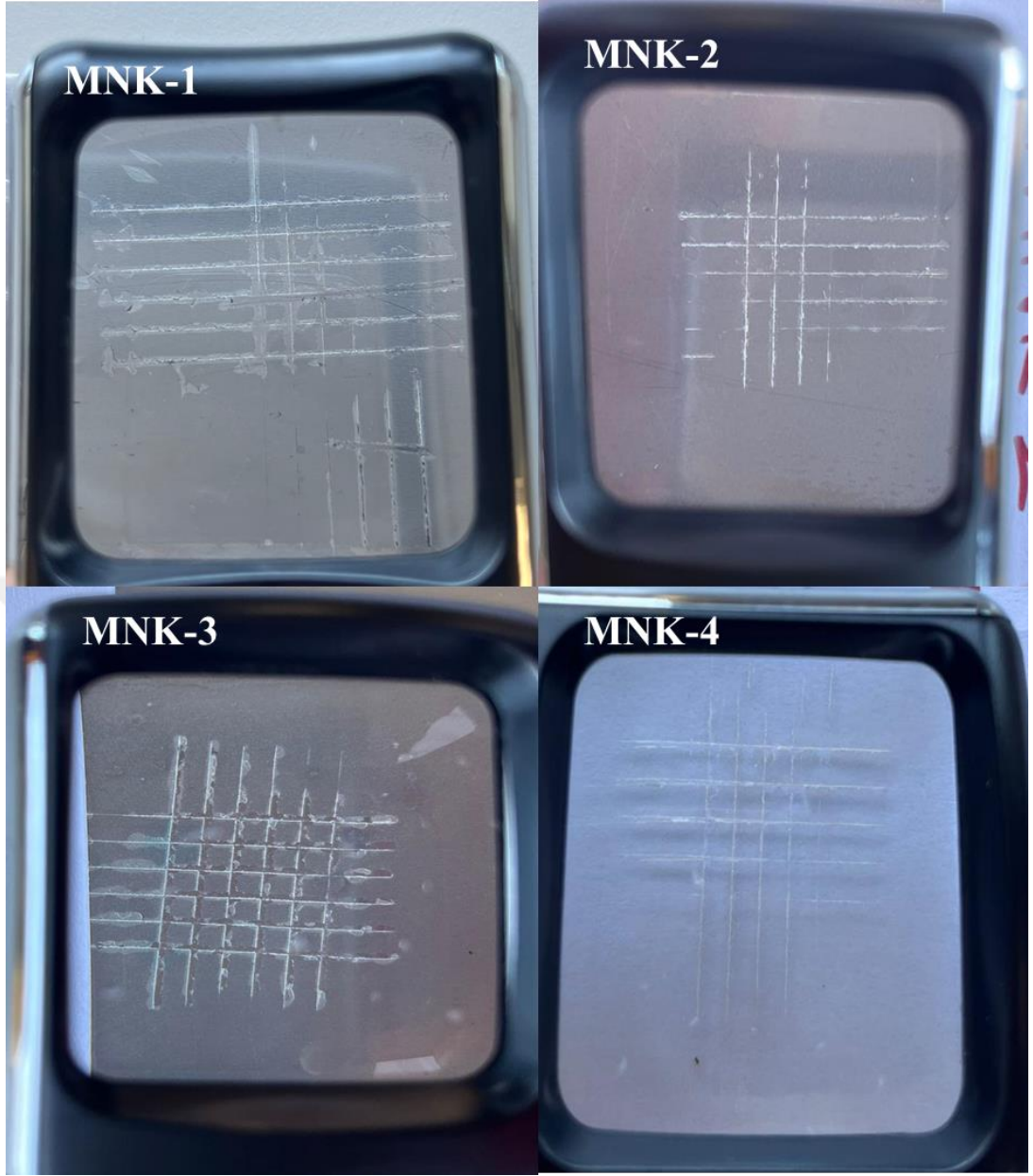


Şekil 4.57.: Tutunma testinin yüzeye uygulanması

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.14.: Yüzeye tutunma testi için ASTM standartları

Kaplamalar	Sınıflandırma	%Kayıp Oranı	Görünüm
	5B	%0	
MNK-1, MNK-2, MNK-3, MNK-4	4B	<%5	
	3B	%5'ten %15'e	
	2B	%15'ten %35'e	
	1B	%35'ten %65'e	
	0B	<%65	



Şekil 4.58.: MNK-1, MNK-2, MNK-3 ve MNK-4 örneklerinin tutunma testinin sonuçları.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.59.: Kalem sertlik ölçme cihazı.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Tablo 4.15.: Kaplamalarda kurşun kalem ile çizme testi sonuçlarının değerlendirilmesi

	Sertlik Derecesi
MNK-1	5B
MNK-2	5B
MNK-3	5B
MNK-4	5B

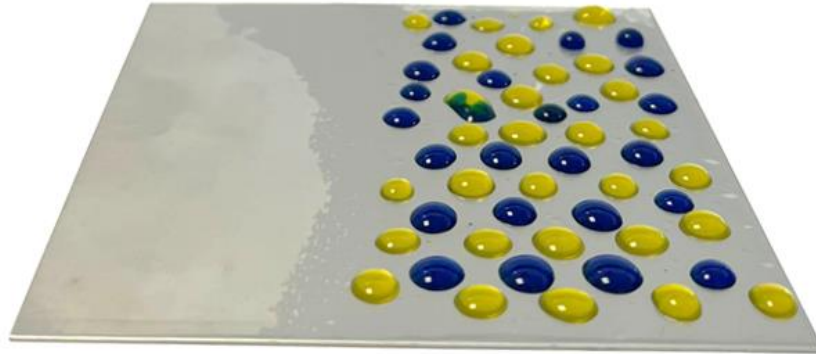
Multifonksiyonel nanokompozit kaplamalar için Theta Attension cihazı ile temas açısı ölçüldü. Örneklerin gözle görülür hidrofobikliğini görüntülemek için gün ışığında görüntüler alındı. Şekil 4.60'da MNK-1, Şekil 4.61'de MNK-2, Şekil 4.62'de MNK-3 ve Şekil 4.64'de MNK-4 örneklerinin gün ışığında hidrofobik görselleri verilmiştir. Temas açısı, bir sıvının bir katı yüzeyle oluşturduğu açıyı tanımlayan bir ölçümdür. Belirli bir sıvı damlası, yüzey üzerine dikkatlice bırakılır. Damlanın yüzey ile oluşturduğu açı, yüksek çözünürlüklü bir mikroskop veya kameralar kullanılarak görüntülenir. Görüntü üzerinde, damlanın kenarlarının yüzeyle yaptığı açı, temas açısı olarak ölçülür. Hidrofobik özellikler, özel kaplamalar veya yüzey modifikasyonları ile artırılabilir. Bu kaplamalar, yüzeyin suyla etkileşimini azaltarak su damlalarının yüzeyde daha yüksek bir açıyla yerleşmesine neden olur. MNK-1 ve MNK-2 örneklerinde yüzeyin suyla etkileşimini azaltacak bir modifikasyon yoktur. MNK-1 örneğinde suyun yüzeyle yaptığı temas açısı ortalama 66° olarak ölçülmüştür. MNK-2 örneğinde suyun yüzeyle yaptığı temas açısı ortalama 70° olarak ölçülmüştür. MNK-3 ve MNK-4 örneklerinde kullanılan F-Silan yüzey modifikasyonunu artırıp 90° 'nin üzerinde açı vermiştir. Hidrofobik bir yüzeyde, su damlaları genellikle 90° veya daha büyük bir temas açısı ile yüzey üzerinde durur. MNK-3 örneğinde ortalama olarak 106° ve MNK-4 örneğinde ortalama 109° açı elde ölçülmüştür. Şekil 4.64'de MNK-1, Şekil 4.65'de MNK-2, Şekil 4.66'da MNK-3 ve Şekil 4.67'de MNK-4 örneklerinin temas açıları verilmiştir.



MNK-1

Şekil 4.60.: MNK-1 örneğinin gün ışığında hidrofobik görselleri

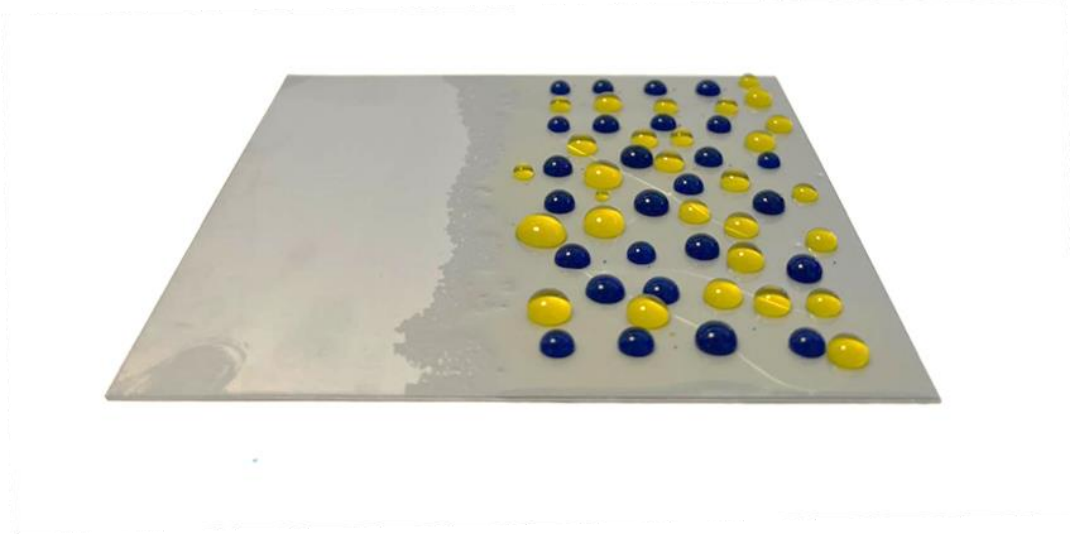
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



MNK-2

Şekil 4.61.: MNK-2 örneğinin gün ışığında hidrofobik görselleri

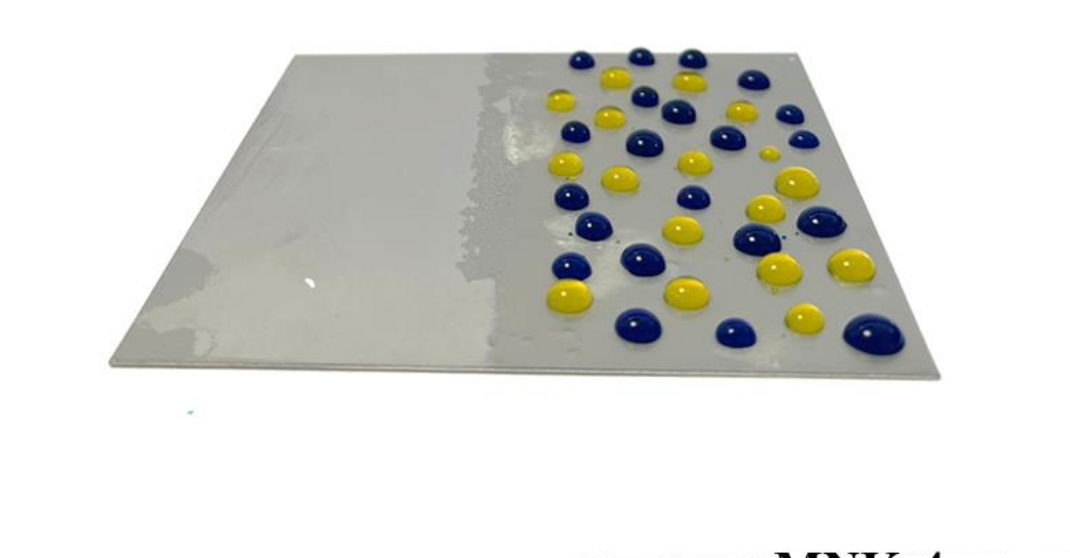
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



MNK-3

Şekil 4.62.: MNK-3 örneğinin gün ışığında hidrofobik görselleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

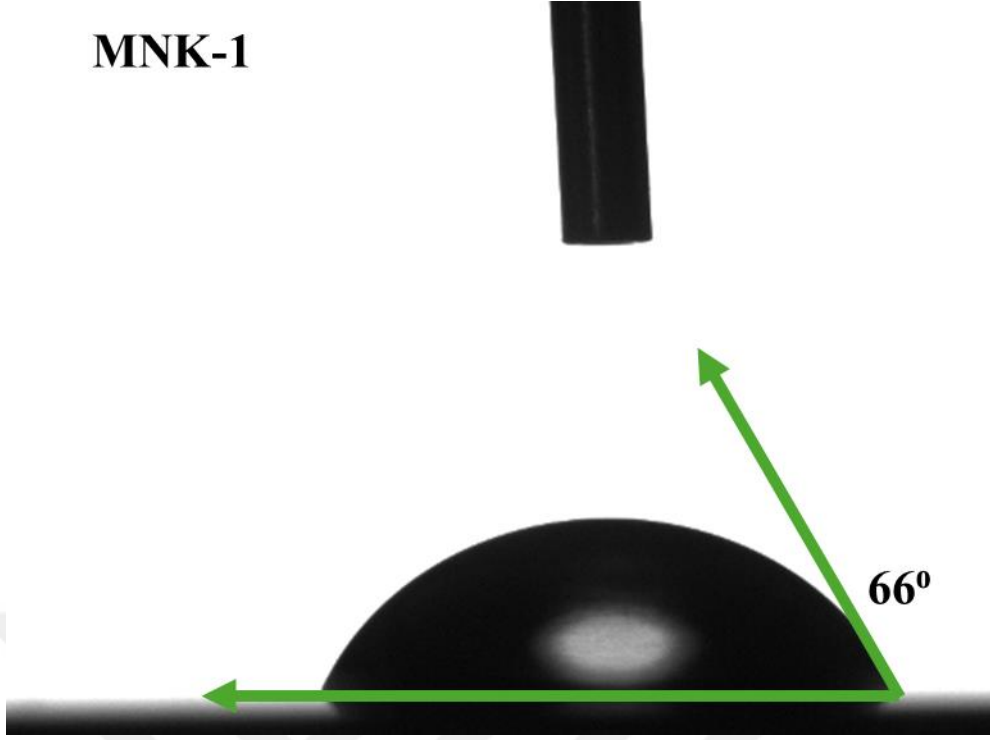


MNK-4

Şekil 4.63.: MNK-4 örneğinin gün ışığında hidrofobik görselleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

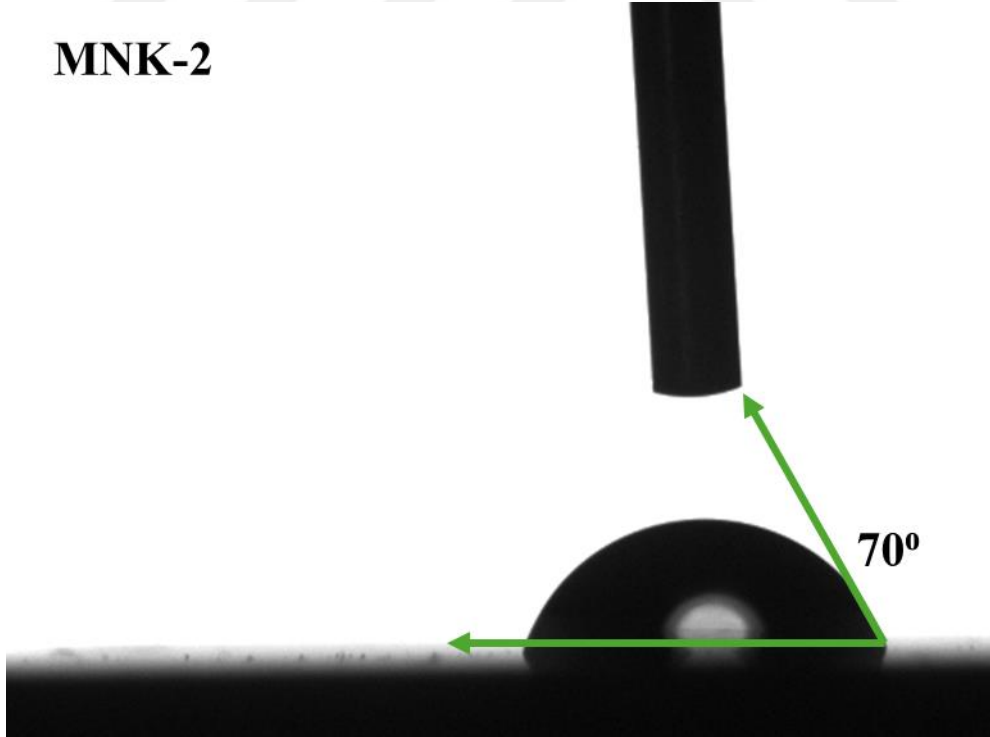
MNK-1



Şekil 4.64.: MNK-1 örneğinin temas açısı.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

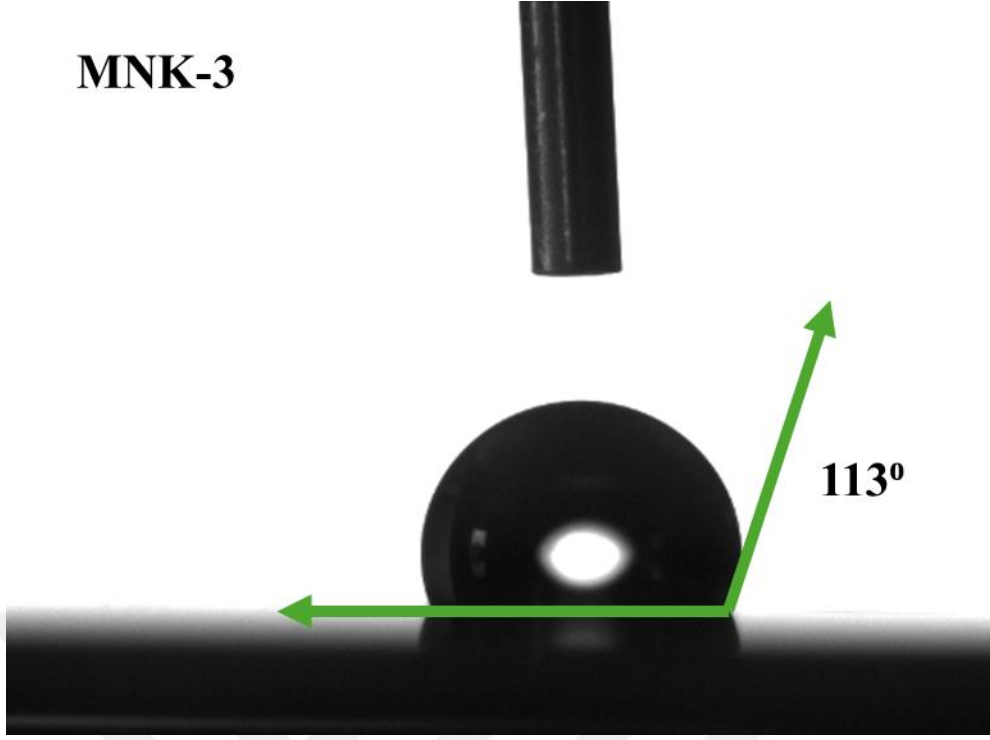
MNK-2



Şekil 4.65.:MNK-2 örneğinin temas açısı.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

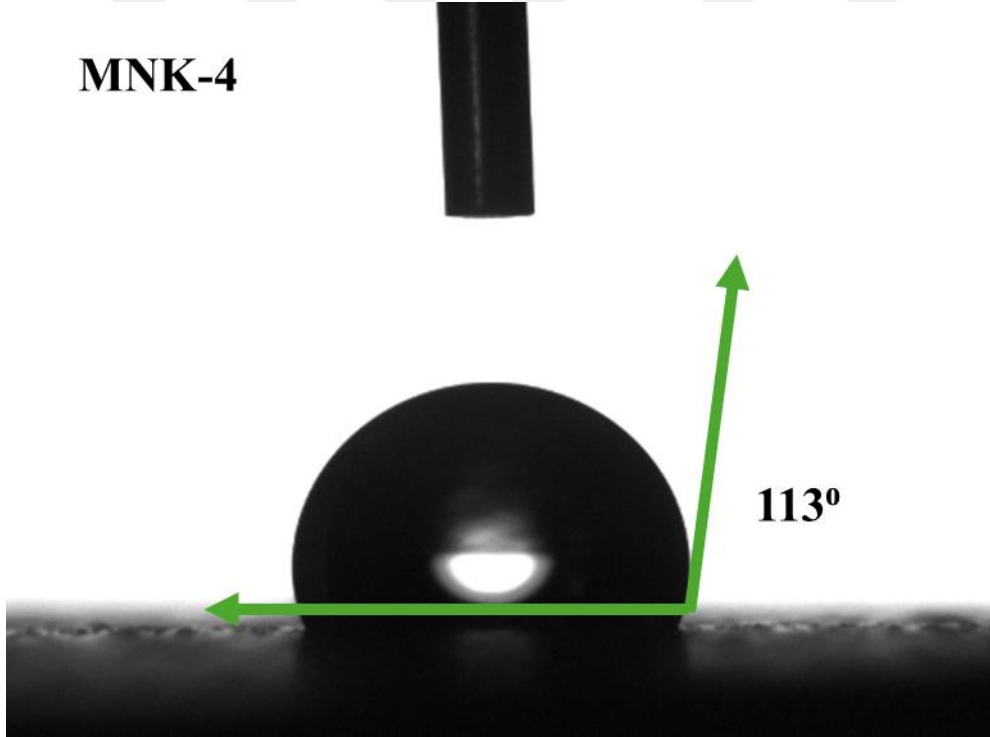
MNK-3



Şekil 4.66.: MNK-3 örneğinin temas açısı.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

MNK-4



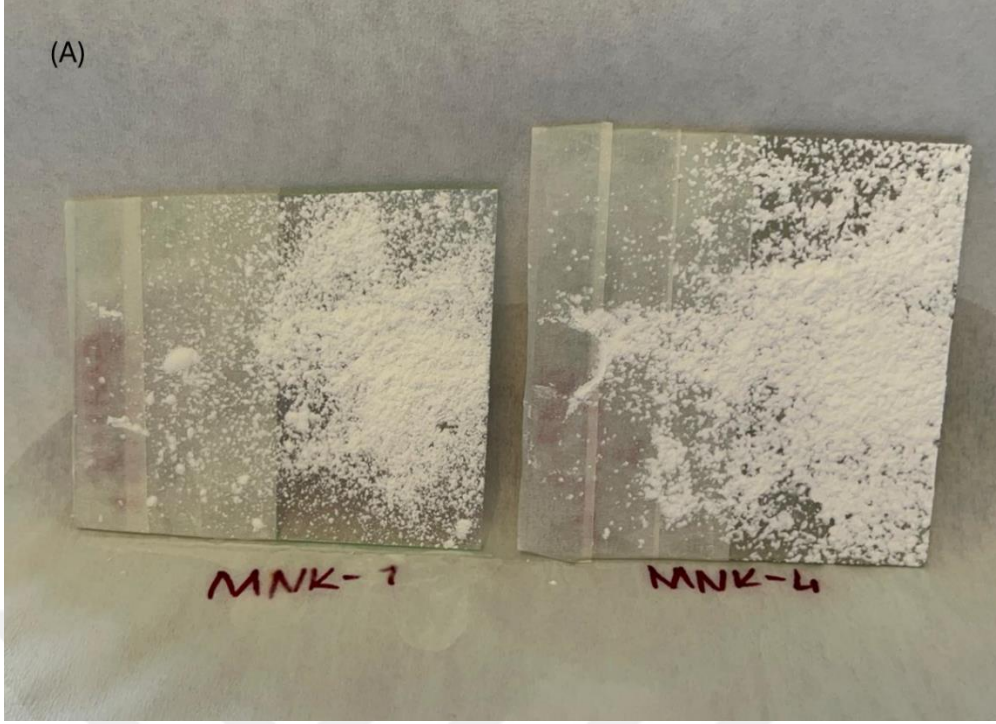
Şekil 4.67.: MNK-4 örneğinin temas açısı.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

4.2.6. Multifonksiyonel Nanokompozit Kaplamalar için Uygulamalar

Multifonksiyonel nanokompozit kaplamalar, birden fazla işlevi tek bir materyalde birleştiren yenilikçi çözümler sunan materyallerdir. Bu kaplamalar, hidrofobik, antibakteriyel, hibrit ve floresan özellikleri bir araya getirerek, hem multifonksiyonel bir performans hem de geniş bir uygulama yelpazesi sunmaktadır. Kaplama yapılmış yüzeylerin kendi kendilerini temizleme özelliğini test edebilmek için mekanik temizleme metodu, sitotoksitesite varlığını belirlemek için MTT kolorimetrik testi ve antibakteriyel testler yapılmıştır.

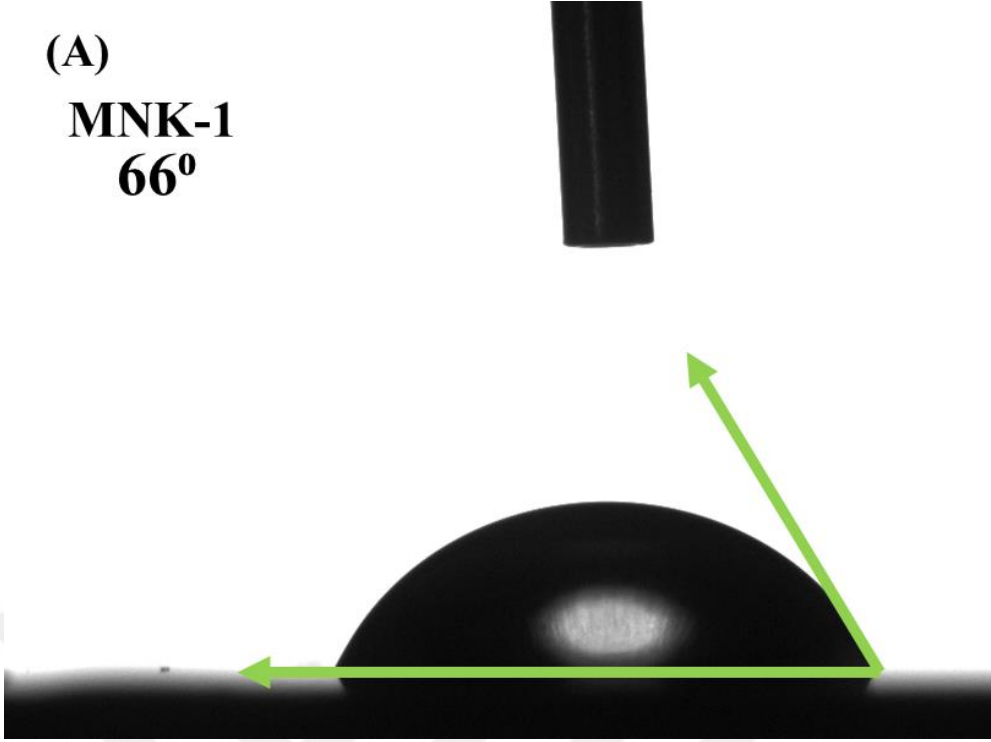
Kaplama yapılmış yüzeylerin kendi kendilerini temizleme özelliğini test edebilmek için mekanik temizleme metodu kullanıldı. Bu yöntem genellikle fiziksel müdahale gerektirir ve yüzeydeki kirleticilerin çıkarılmasını sağlar. Kendi kendini temizleme (self-cleaning) özelliklerini değerlendirirken, mekanik temizleme yöntemi kaplamanın dayanıklılığını ve kirleticilere karşı direncini ölçebilir. Sonuçları değerlendirirken, kaplamanın kirleticileri ne kadar kolay ve etkin bir şekilde temizlediğini göz önünde bulundurulmalı. Kaplama, mekanik temizleme testi sonrası yüzeyde önemli derecede temizlenmişse, bu, kaplamanın self-cleaning özelliklerini etkili bir şekilde desteklediğini gösterebilir. Kaplamanın yüzeyde birikmiş kirleri ve lekeleri ne kadar iyi temizleyebildiği, kaplamanın self-cleaning performansını doğrudan etkileyebilir. Kendi kendini temizleme özelliği (self-cleaning) sayesinde yüzeydeki kirliliklerin uzaklaştırılması beklenmektedir. MNK-1 ve MNK-4 örnekleri kullanılarak bu test yapılmıştır. MNK-1 örneği içerisinde ilave bir fonksiyonalitye olmayan örnektir. MNK-4 örneği ise si qd ve f-silan ile modifiye edilmiş inorganik-organik hibrit kaplamanın ag nanopartikülleri ile modifikasyonunu içermektedir. MNK-4 örneğinin yüzeye uygulanmasıyla suyun yüzeye yaptığı açı ortalama 109° , MNK-1 örneğinin yüzeye uygulanmasıyla suyun yüzeye yaptığı açı ortalama 66° olarak kaydedilmiştir. MNK-4 örneği kaplanmamış yüzeye göre kayma açısı (temas açısı histerezisi) daha yüksek olduğu için su damlacıkları yüzeyden kirlilikleri uzaklaştırabilir gözükmektedir. Kirlilikler fonksiyonalitye eklenmemiş MNK-1 örneğinde daha iyi tutunma göstermektedir. Şekil 4.68'de MNK-1 ve MNK-4 kaplamalarının kendi kendini temizleme etkisi gösterilmiştir. Şekil 4.69'da A- MNK-1 örneğinin suyun yüzeye yaptığı açısı, B- MNK-4 örneğinin suyun yüzeye yaptığı açısı verilmiştir.



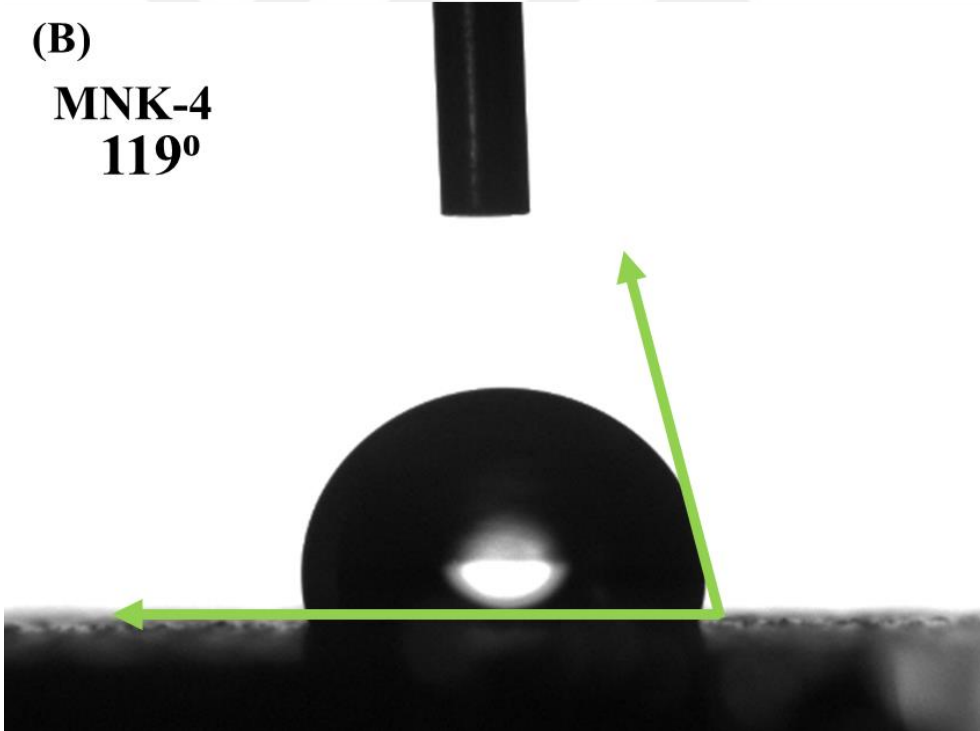
Şekil 4.68.: A- MNK-1 ve MNK-4 kaplamalarının kirletilmiş yüzey görüntüsü, B- MNK-1 ve MNK-4 kaplamalarının kendini temizleme etkisi

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

(A)
MNK-1
66°



(B)
MNK-4
119°



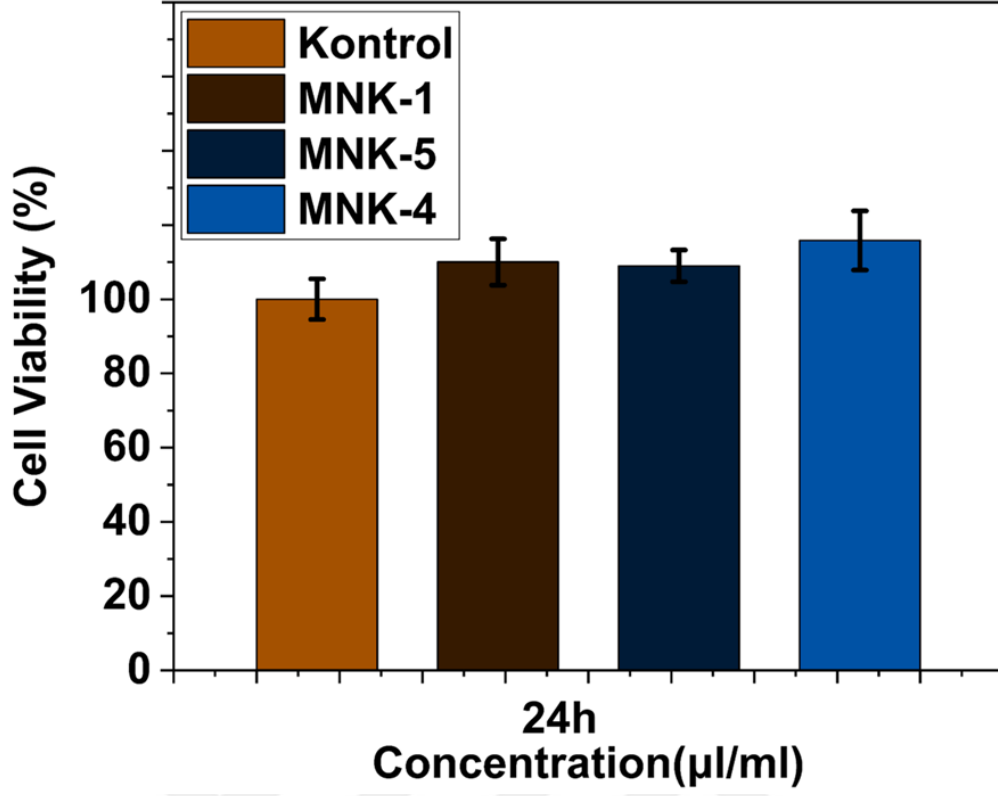
Şekil 4.69.: A- MNK-1 örneğinin suyun yüzeyle yaptığı açısı, B- MNK-4 örneğinin suyun yüzeyle yaptığı açısı.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Multifonksiyonel nanokompozit yüzey kaplamalarının toksisite oranını belirlemek için MTT kolorimetri testleri yapılmıştır. Bu test için MNK-1, MNK-4 ve MNK-5 örnekleri kullanılmıştır. Yüzey kaplama örneklerinin L929 hücreleri üzerindeki sitotoksitesi, MTT kolorimetri testi ile belirlenmiştir. 24, 48 ve 72 saatlik inkübasyon yapılmıştır. Sonuçlar Şekil 4.70'de 24 saat, Şekil 4.43'da 48 saat, Şekil 4.46'da 72 saat olacak şekilde verilmiştir. 24, 48 ve 72 saatlik inkübasyon sırasında doza bağlı hücrel toksisite göstermediği gözlemlenmiştir. Kontrol grubuna kıyasla 24,ve 48 saatlik zaman diliminde hücre canlılığının azalmadığı belirlenmiştir. ISO 10993-5:2009'a göre hücre canlılığı kontrol grubunun %70'ine düştüğünde sitotoksik etki ortaya çıkmaktadır (Thangaraju ve Varthya 2022). 72 saatlik inkübasyon sonrasında hücre canlılığının azaldığı gözlemlenmiştir fakat toksisite varlığı %70 azalma sonucu gerçekleşirse toksik olarak kabul edileceğinden bu azalma önemsizdir.

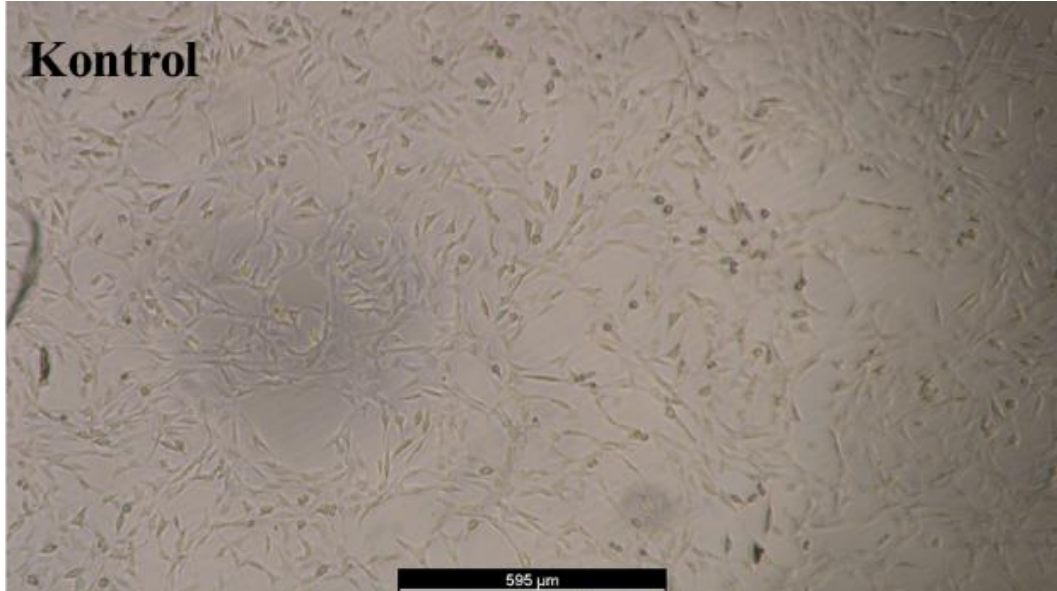
Şekil 4.72'de verilen 24 saatlik zaman dilimi sonuçlarına göre, kontrol grubuyla MNK-1, MNK-4 ve MNK-5 örnekleri kıyaslanacak olursa hücrelerin canlılığı gözlemlenmektedir. Özellikle gümüş nanopartikül içeren MNK-5 ve MNK-4 örneğinde 24 saatlik inkübasyon sonucunda hücrelerin canlılığını sürdürdüğü bu mikroskop görüntüleri ile kanıtlanmıştır.

MNK-1, MNK-4 ve MNK-5 örneklerinin 24, 48 ve 72 saat inkübasyon süreleri sonunda deney ve kontrol gözlemlerinin ortalama MTT değerleri Şekil 4.79'daki grafikte verilmiştir. Hücre morfolojileri incelendiğinde ise özellikle ilk 24 saatlik inkübasyon süresinde hücrelerde meydana gelen değişikliklerin uzun dönem (72 saat inkübasyon süresi) sonunda kontrol grubuyla yaklaşık aynı olduğu gözlemlendi. 72 saatte hücre canlılık oranları MNK-1 için %82, MNK-5 için %86, MNK-4'de %83, olarak bulunmuştur. 48 saatte hücre canlılık oranları MNK-1 için %105, MNK-5 için %108, MNK-4'de %109 olarak bulunmuştur. 24 saatte hücre canlılık oranları MNK-1 için %110, MNK-5 için %108, MNK-4'de %115 olarak bulunmuştur.



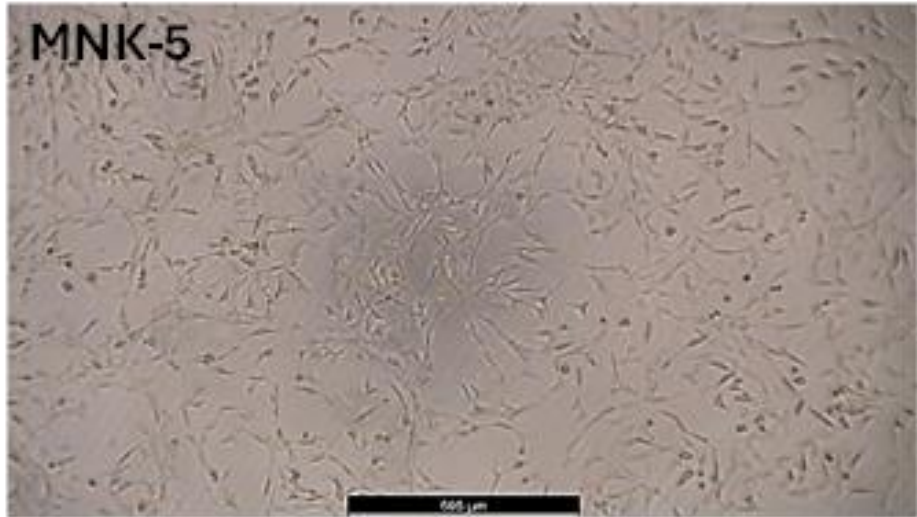
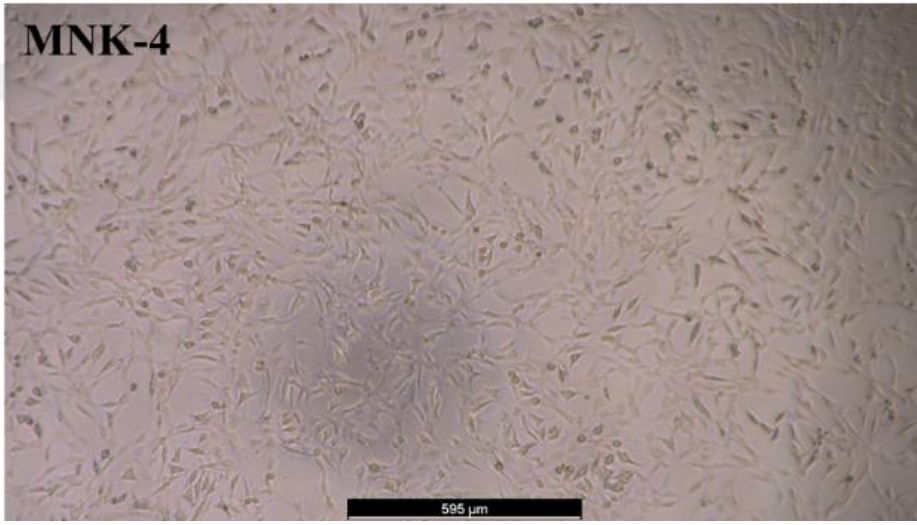
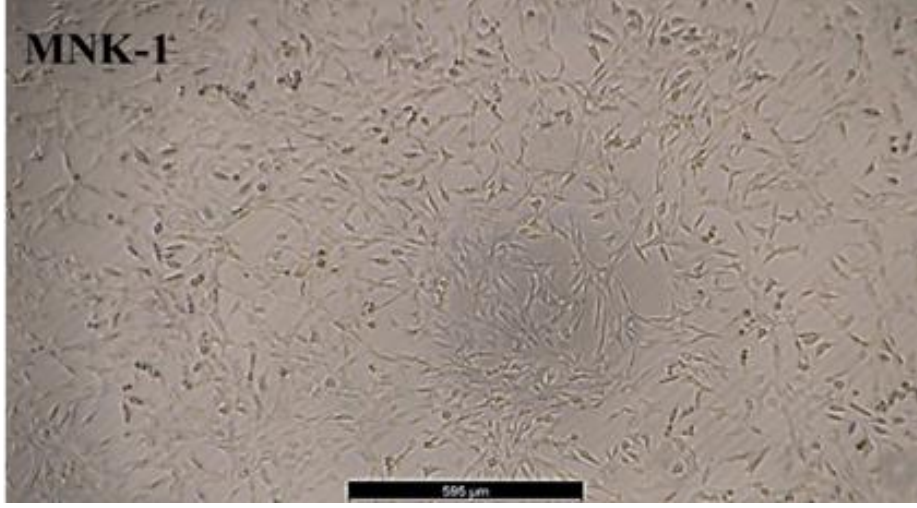
Şekil 4.70.: 24 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin hücre yaşama oranları.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



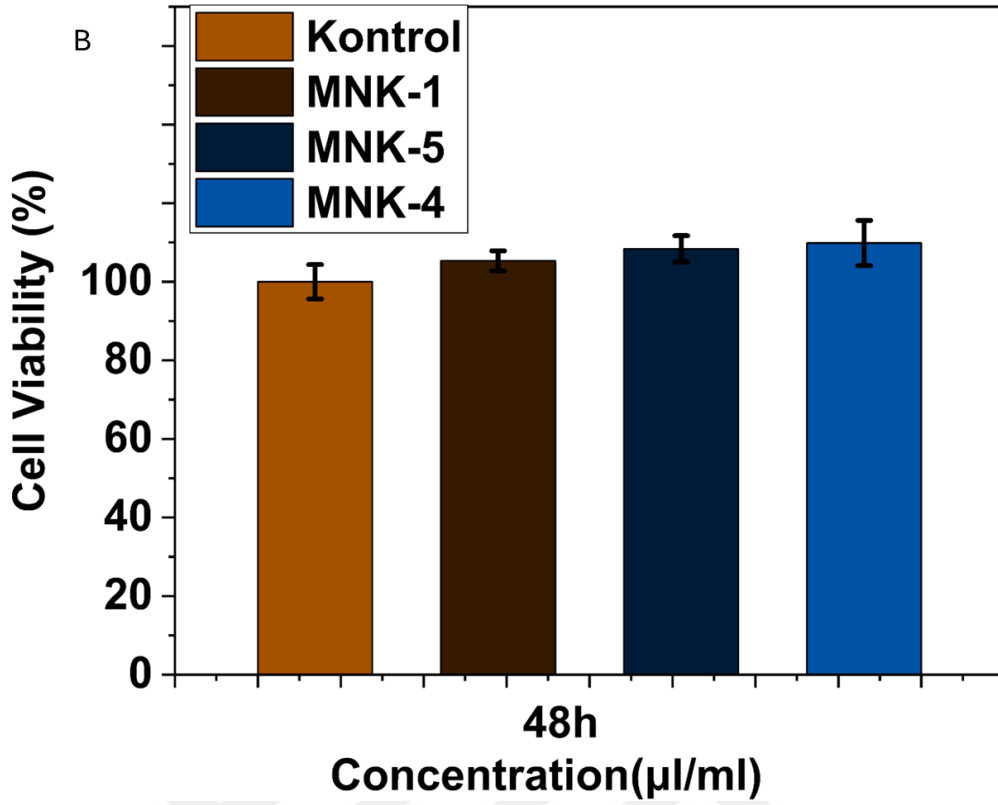
Şekil 4.71.: Kontrol grubunun 24 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



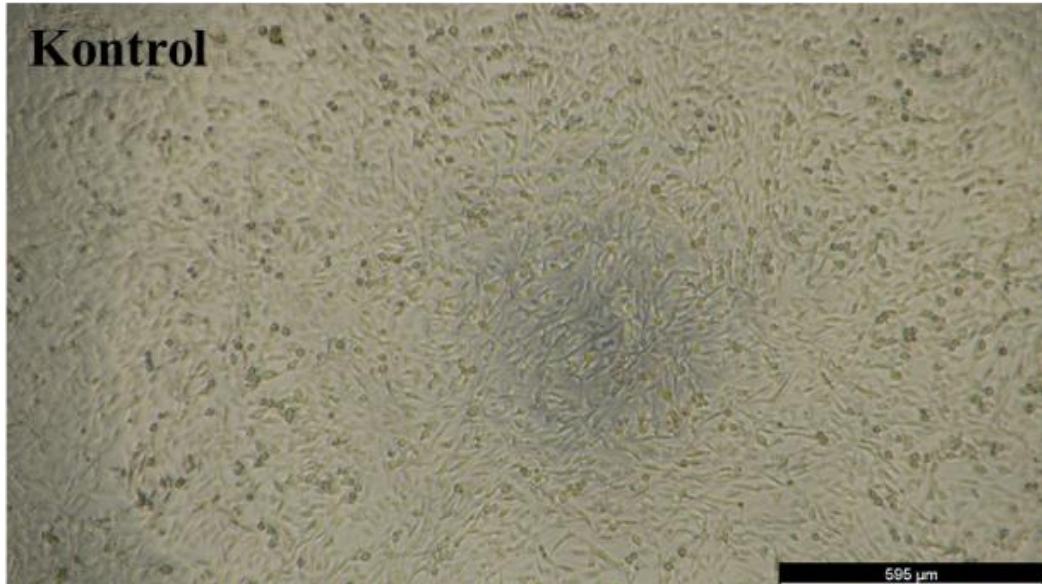
Şekil 4.72.: MNK-1, MNK-2, MNK-3 örneklerinin 24 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



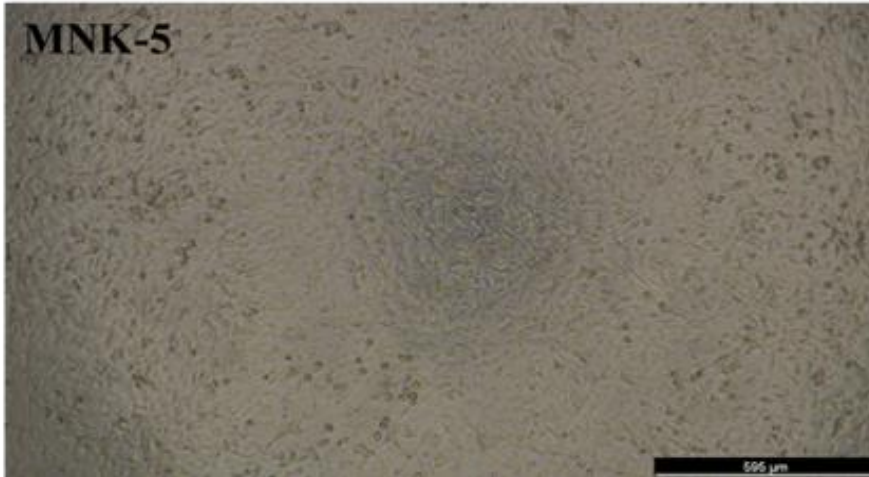
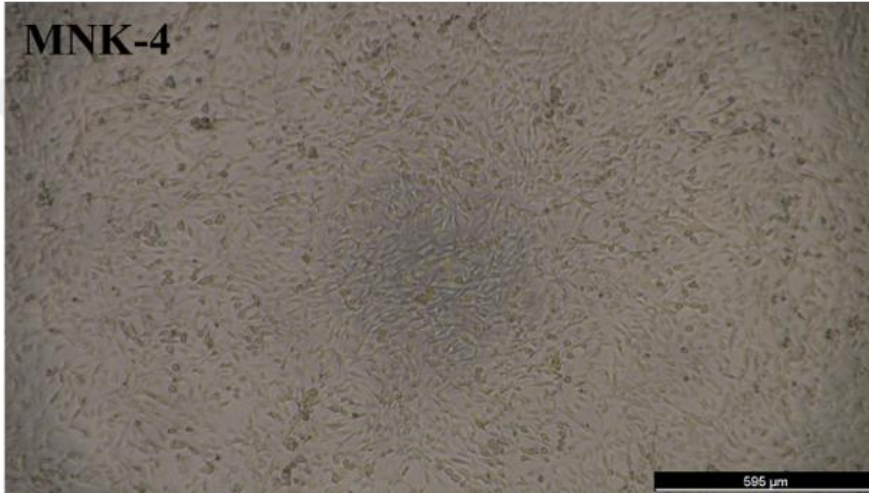
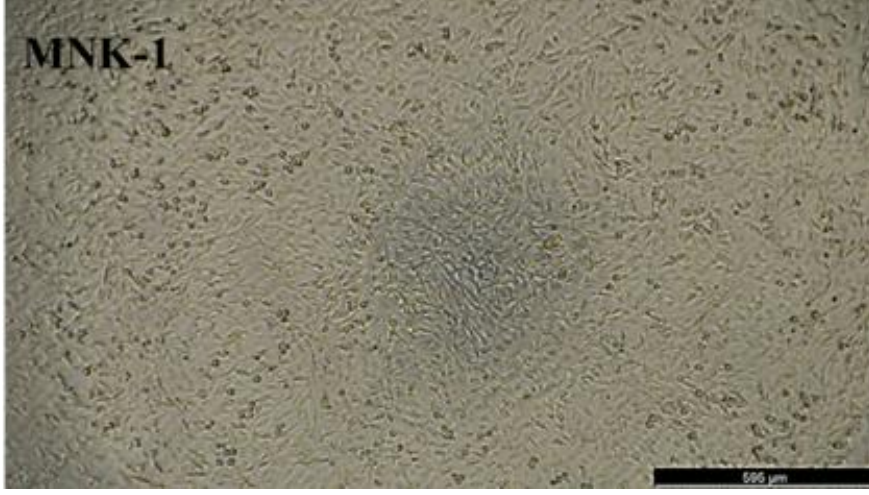
Şekil 4.73.: 48 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin hücre yaşama oranları.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



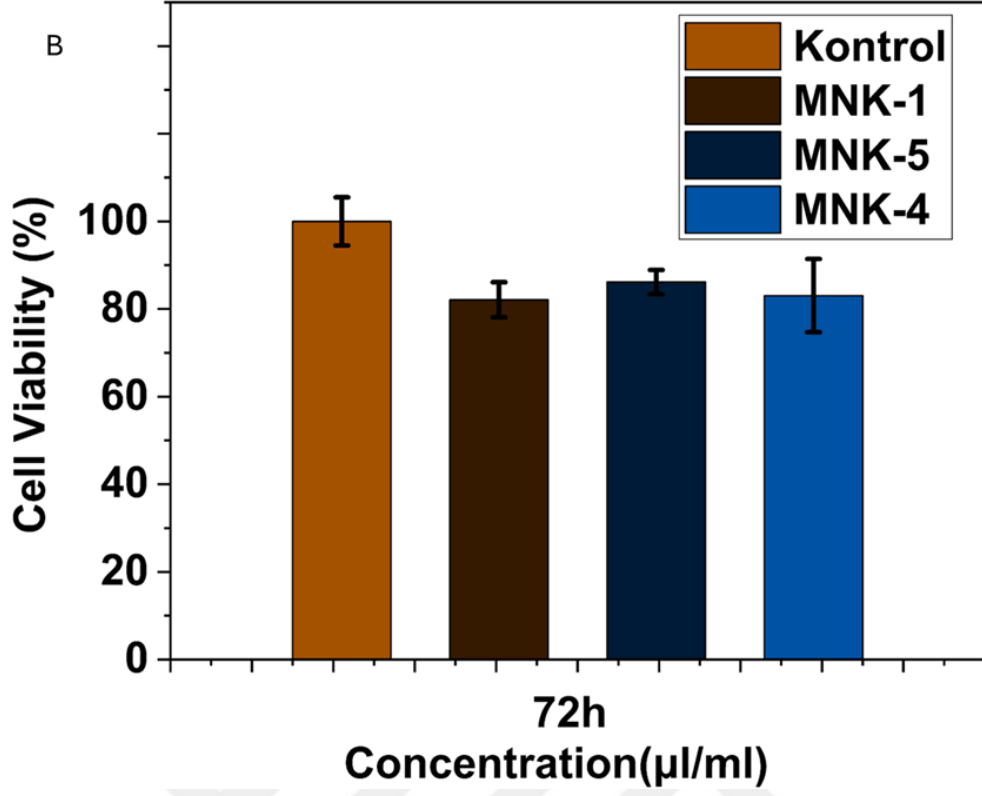
Şekil 4.74.: Kontrol grubunun 48 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



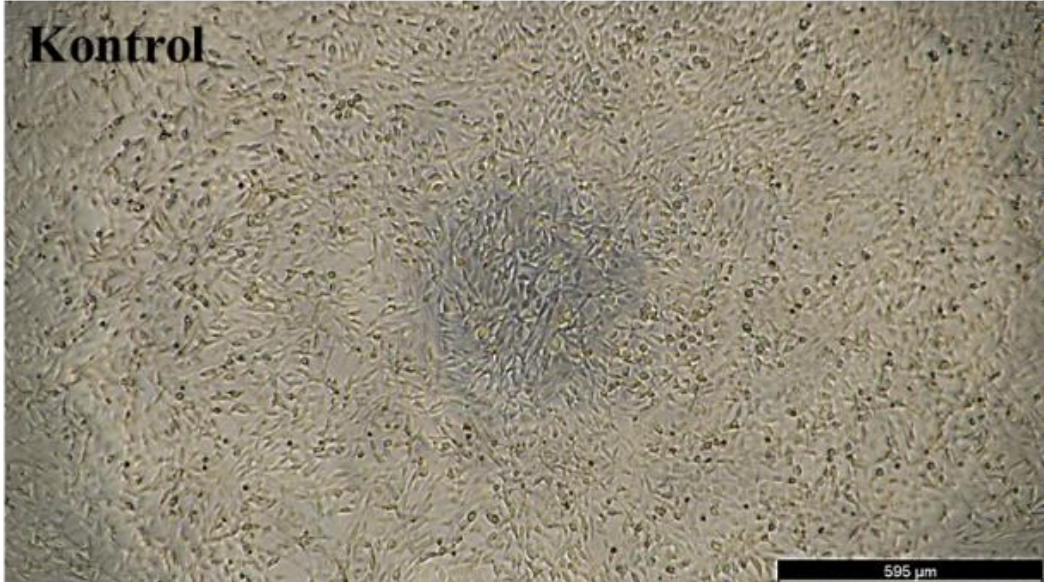
Şekil 4.75.: MNK-1, MNK-2, MNK-3 örneklerinin 48 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



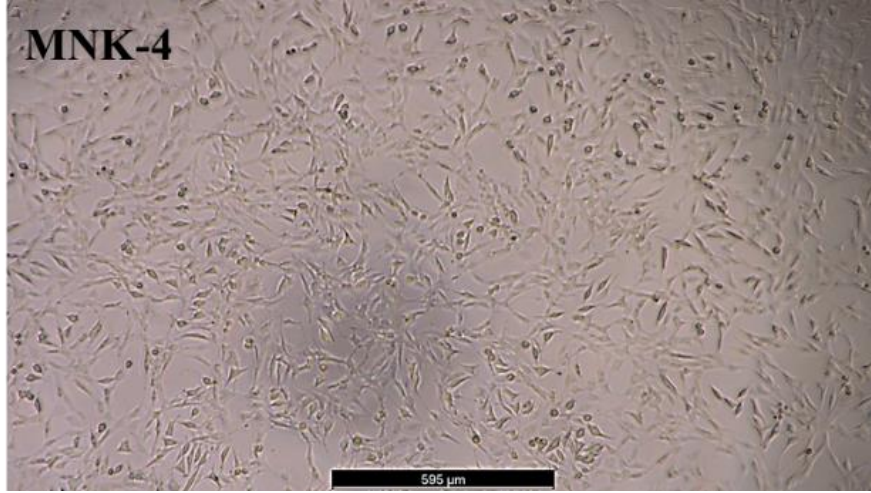
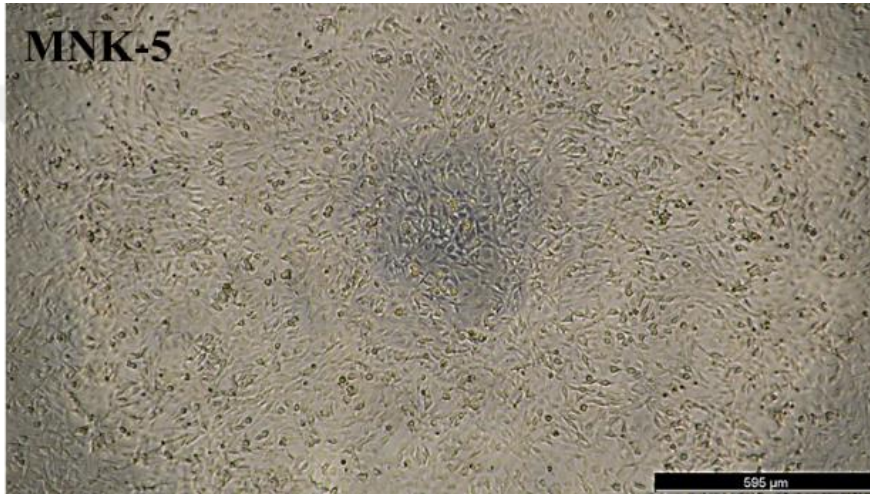
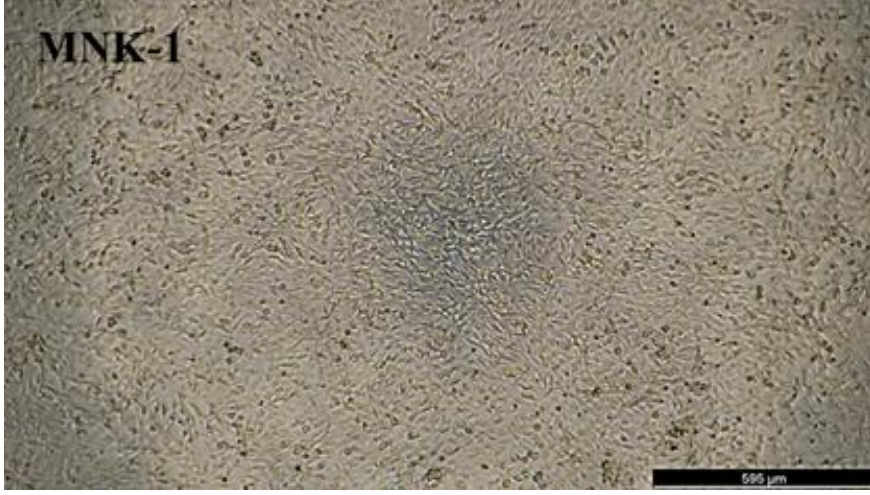
Şekil 4.76.: 72 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin hücre yaşama oranları.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



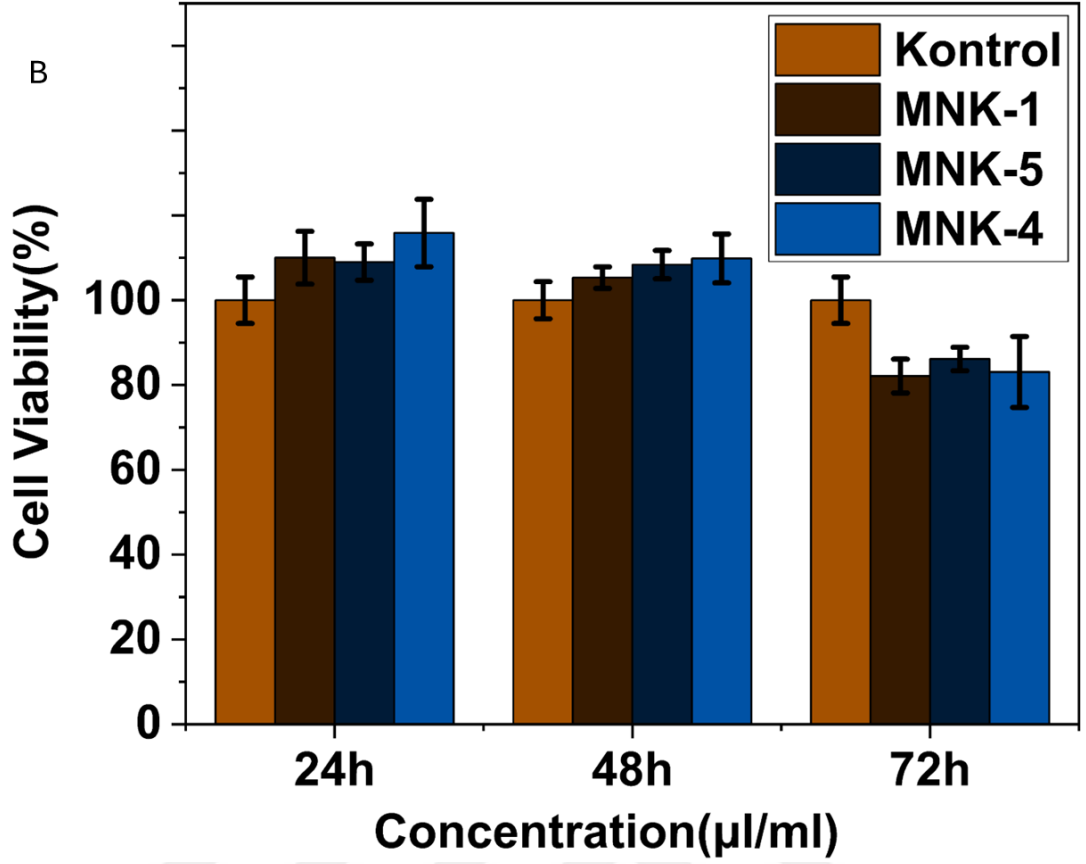
Şekil 4.77.: Kontrol grubunun 72 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.78.: MNK-1, MNK-2, MNK-3 örneklerinin 72 saatlik inkübasyon sonucu MTT kolorimetri testinin mikroskop görüntüleri.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

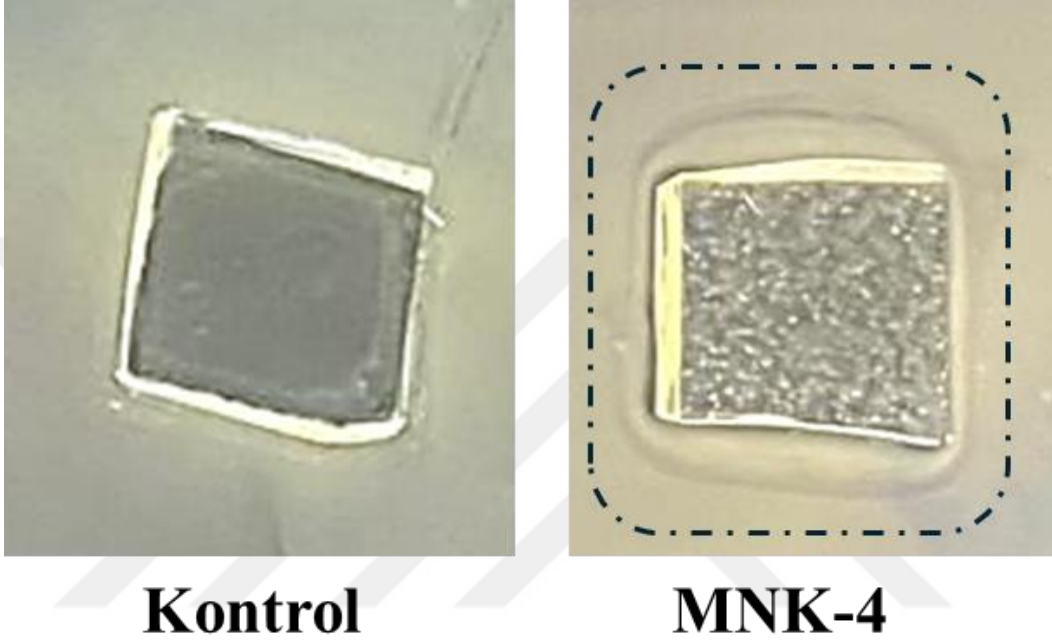


Şekil 4.79.: MNK-1, MNK-4 ve MNK-5 örneklerinin 24, 48 ve 72 saat inkübasyon süreleri sonunda ortalama MTT değerleri

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

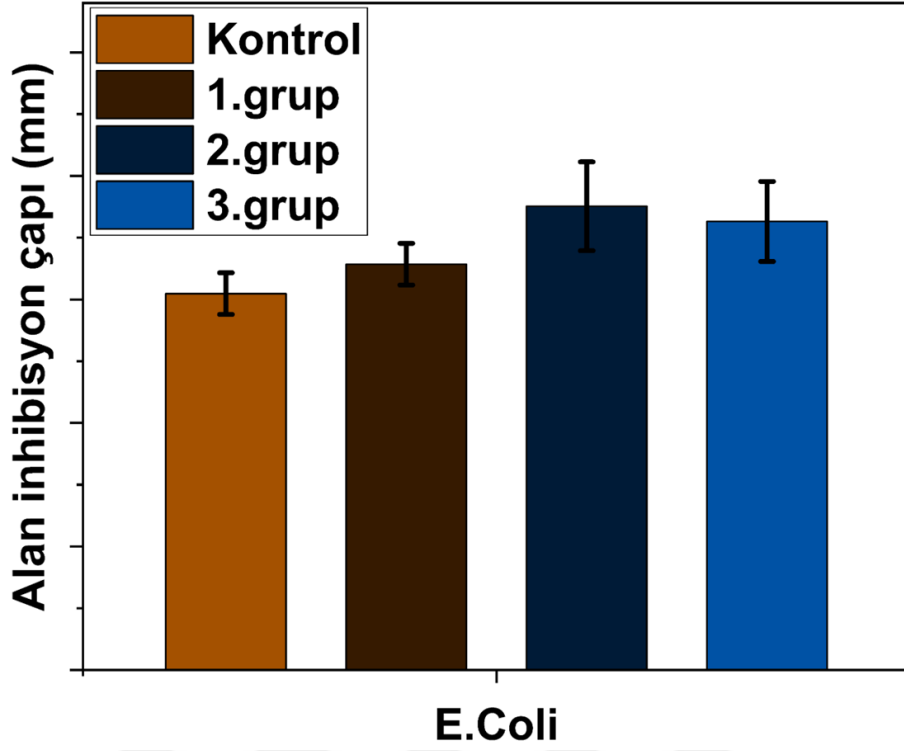
Multifonksiyonel nanokompozit kaplamaların antibakteriyel aktivitesini belirlemek için disk difüzyon testi kullanıldı. E.coli'ye karşı antibakteriyel aktivite MNK-1 ve MNK-4 gruplarında çalışıldı. MNK-1 ve MNK-4 örnekleri için üç paralel çalışılmıştır. Şekil 4.80'de 24 saatte multifonksiyonel yüzey kaplamalarının E. coli'ye karşı antibakteriyel etkileri ve 4.81'de E. coli inkübasyonu ile antibakteriyel duyarlılık testinden sonra elde edilen inhibisyon alanı çaplarının grafiği verilmiştir. Şekil 4.82'de 24 saatte multifonksiyonel yüzey kaplamalarının S. Aureus'a karşı antibakteriyel etkileri ve 4.82'de S. aureus inkübasyonu ile antibakteriyel duyarlılık testinden sonra elde edilen inhibisyon alanı çaplarının grafiği verilmiştir. E. coli inkübasyonunda alan çapı kontrol grubunda 15,23 mm, 1.grupta 16,4 mm, 2.grupta 18,74 mm, 3.grupta 18,15 mm olarak ölçülmüştür. S. Aureus inkübasyonunda alan çapı kontrol grubunda 13,23 mm, 1.grupta 17,15 mm, 2.grupta 14,39 mm, 3.grupta 14,39 mm olarak

ölçülmüştür. Gümüş nanopartiküller, geniş yüzey alanı nedeniyle bakteri hücre yüzeyiyle fiziksel olarak etkileşime girebilir ve daha iyi etkileşime olanak tanır ve bakteri hücrelerinde solunum zincirini etkileme olasılığı en yüksektir. Bu nedenle, multifonksiyonel nanokompozit kaplamalar bakterileri inhibe etti ve antibakteriyel etki gösterdi.



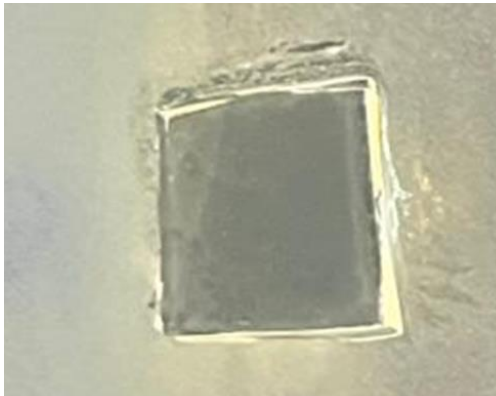
Şekil 4.80.: 24 saatte multifonksiyonel yüzey kaplamalarının E. coli'ye karşı antibakteriyel etkileri.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

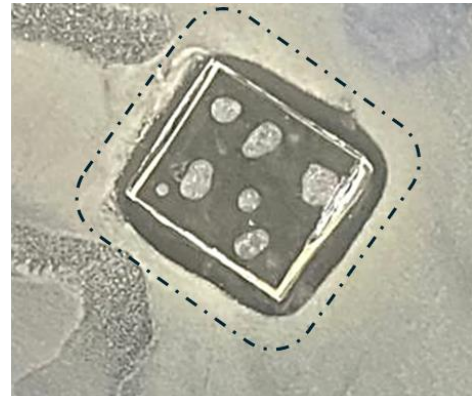


Şekil 4.81.: E. coli inkübasyonu ile antibakteriyel duyarlılık testinden sonra elde edilen inhibisyon alanı çaplarının grafiği.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



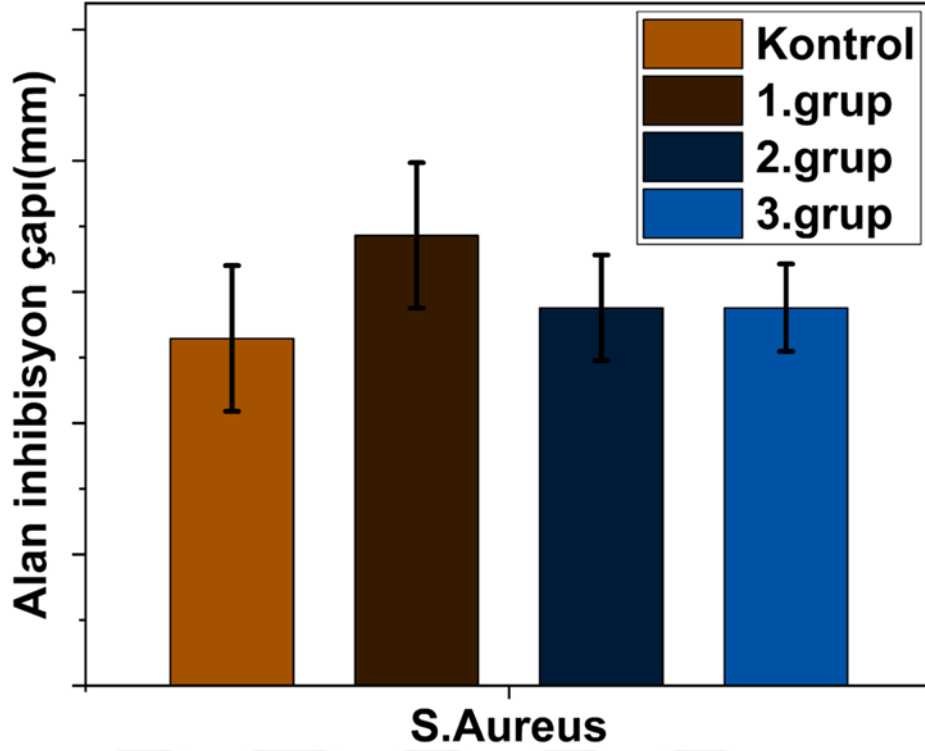
Kontrol



MNK-1

Şekil 4.82.: 24 saatte multifonksiyonel yüzey kaplamalarının S.Aureus karşı antibakteriyel etkileri.

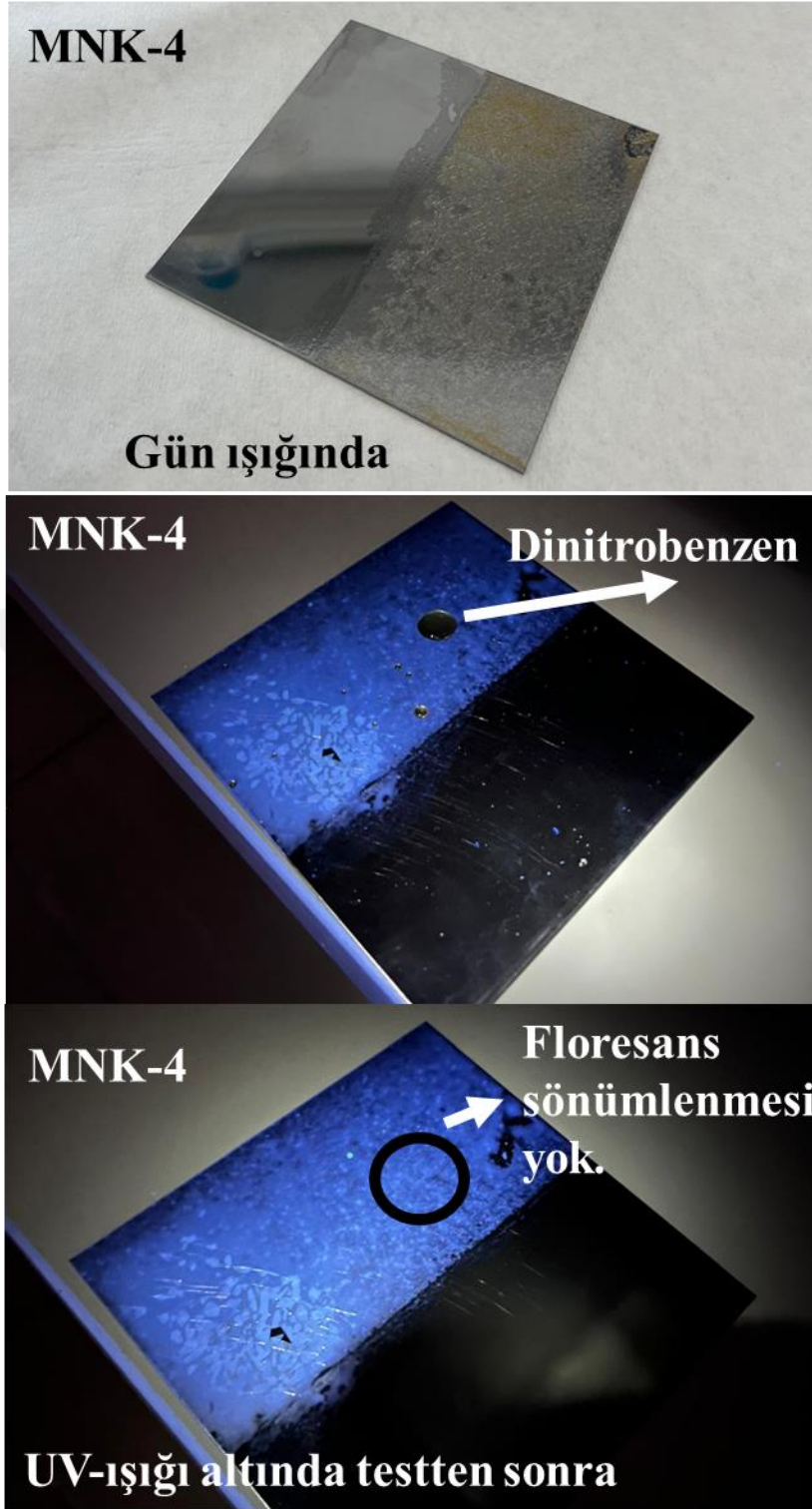
Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.



Şekil 4.83.: S.Aureus inkübasyonu ile antibakteriyel duyarlılık testinden sonra elde edilen inhibisyon alanı çaplarının grafiği.

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

Multifonksiyonel nanokompozit yüzey kaplamaları için kolorimetrik sensör testi yapılmıştır. Quenching olarak bilinen bir süreç olan floresans azalması testi yüzey kaplamasına dinitrobenzen damlatılarak yapılmıştır. Yapılan araştırmalara göre aromatik nitro bileşiklerinin (dinitrobenzen gibi) Si QD üzerinde quenching etkisi gösterdiği kanıtlanmıştır (Arslan, Aytac, ve Uyar 2017). Ancak yapılan deneyler sırasında multifonksiyonel yüzey kaplamalarında quenching mekanizması çalışmamaktadır. Hidrofobik kaplama, yüzeyin suyu itmesine neden olur. Bu, quenching sırasında kullanılacak sıvının yani dinitrobenzenin metal yüzeye etkili bir şekilde temas etmesini engeller. Kolorimetrik sensör olarak kullanılabilen Si QD'lar yüzeyin hidrofobik olması dolayısıyla istediğimiz etkiyi sağlayamadığından dolayı sadece floresans özellik göstermesi bu çalışma için yeterlidir. Şekil 4.84'de MNK-4 örneğinin quenching testinin aşamaları verilmiştir.



Şekil 4.84.: MNK-4 örneğinin quenching testinin aşamaları

Kaynak: Araştırmacı tarafından oluşturulmuştur.

SONUÇ

Bu tez çalışmaları kapsamında farklı sentez metotları ve nanomalzemeler kullanılarak birden fazla fonksiyonel özellik gösteren (floresans, antibakteriyel, biyolojik olarak uyumlu, çizilmeye karşı dayanıklı, süper hidrofobik) multifonksiyonel, inorganik-organik hibrit ve nanokompozit yüzey kaplamaları elde edilmiştir. Bu kaplamalar özellikle gıda endüstrisinde, hem mekanik olarak dayanıklı olması hem kendi kendini temizleme özelliği içermesi, hem antibakteriyel olması ve hemde optik uygulamalar amacı ile floresans yapıyı kullanması nedeniyle endüstriyel olarak yeni ve oldukça kullanışlı bir malzeme sağlar. Özellikle gıda güvenliğini sağlamak amacıyla üretimi programlanabilen bu yeni multifonksiyonel, inorganik-organik hibrit ve nanokompozit yüzey kaplamaları üretimi esnasındaki metotsal yeniliği ile hibrit yüzey kaplamaları alanında yeni bir alan açmaktadır.

Multifonksiyonel kaplamalar, birçok özelliği aynı anda bir arada sunarak çeşitli uygulama alanlarında geniş bir kullanım potansiyeline sahiptir. Sol jel teknolojisinin en önemli ürünlerinden olan inorganik-organik hibrit kaplamalar, kontrollü başlangıç maddelerinin reaksiyonları ile elde edilir ve bu yağı matris olarak kabul edilerek final malzemesinin içine ya da yüzeyine fonksiyonel gruplar eklenir. Bu sayede bir çok özelliği birbiri ile çakışmadan kullanabilen Smart (Akıllı) malzemeler meydana gelir ve performanslarını gösterirler. Zaten mekanik olarak yüksek dayanım gösteren ve inorganik içeriği vasıtası ile organik nanokompozitlerden çok farklı bir davranış sergileyen bu hibrit yapılar malzeme endüstrisi için oldukça yeni ufuklar açmaktadır. Aşağıdaki maddelerle bu tezde gerçekleştirilen çalışmaların bir özeti sunulabilir.

- a) Bu tez çalışması, birden fazla fonksiyonel özellik gösteren ve multifonksiyonel olarak kısaltılabilecek, inorganik-organik hibrit ve nanokompozit yüzey kaplamalarının sentezi ve karakterizasyonunu ele almıştır.
- b) Çalışmanın başlangıcında, gümüş nanopartikülleri ile antibakteriyel özellik gösteren, flor silan komponenti ile (süper)hidrofobik ve kendini temizleme özelliği, kir tutmama avantajı gösteren, Silisyum kuantum partikülleri ile floresan özellikleri ve kolorimetrik sensör özelliğini gösterebilecek bir kaplama planı elde etmek için gerekli plan ortaya konulmuştur.
- c) Temel olarak multifonksiyonel nanomalzeme konseptini bir plan ve programa

oturtabilmek için bir akım şeması geliştirilmiştir. Bu akım şeması ile ilk defa bilim tarihinde multifonksiyonel yapılar için bir yöntem sağlanmıştır. Bu amaçla seçilen temel matriks malzemelerinin içine gömülü olarak veya yüzeyine farklı birleşme veya bağlanma metotları ile gerekli nanoyapıların entegrasyonu gerçekleştirilmiştir.

- d)** Multifonksiyonel malzeme oluşumu için ortaya konan akım şeması farklı malzeme özellikleri gösteren yapılar için değişik yöntemler sunmaktadır. Ancak metodoloji, fiber malzemeleri, kaplamalar, gözenekli yapılar, iç kısımlarında çeşitli galeri yapıları olan zeolitler gibi bir çok malzeme için geçerlidir.
- e)** İlk olarak tez hibrit kaplamalar üzerine planlandığı için Si QD sentezi, Ag nanopartikülleri sentezi ve Flor Silan bileşiğinin miktarı ve bunların yüzey kaplamalarına entegrasyonu multifonksiyonel yapı için adım adım planlanmıştır.
- f)** Floresan Silisyum kuantum partikülleri için bir alkoksi silan bileşiği bir indirgeyici ile beraber kullanılmış ve UV sentez metodu sonrası elde edilen yapının optik özellikleri belirlenmiştir.
- g)** Hidrofobiklik sağlamak için F-Silan malzemesi kaplamanın içine farklı oranlarda ilave edilerek denemeler gerçekleştirilmiştir. Beklenenin aksine F-Silan bileşiğinin aşırı miktarda kullanımı süperhidrofobik avantaj yerine tutunmada ve su iticiliğinde istenen özellikleri sağlamayan bir yapı ortaya koymakla birlikte %3-4 oranı limiti bu kaplama sistemi için belirlenmiştir.
- h)** Antibakteriyel özelliklerin elde edilmesi için Turkevich metod kullanılarak gümüş nanopartikülleri kontrollü bir şekilde sentezlendikten sonra multifonksiyonel yapı içerisine en başta ilave edilmiştir. Normalde diğer fonksiyonliler yokken sadece hibrit kaplama ve Ag nanopartikülleri gümüşün oksitlenmesi ile kahverengi bir renge dönüşürken multifonksiyonel kaplamalar aktif transparan ve berrak görüntüsünü yitirmemektedir. Bu da multifonksiyonel yapıların tekli fonksiyonel yapılar üzerine sağladığı önemli avantajlardan biridir.
- i)** Turkevich metodu ile elde edilen Ag nanopartikül sentezindeki temel hedef olan partikül boyutunun nano boyutlarda tutulması ve morfolojik olarak

düzenli, küresel yapılar elde edilmesi SEM sonuçlarının da doğruladığı üzere istenildiği şekilde sağlanmıştır.

- j)** Silisyum kuantum partiküllerinin TEM resimleri ile doğrulandığı şekilde küresel bir şekle sahip 2-2,5 nm boyutlarında çok küçük nanokristal yapısına sahip olduğu gözlenmiştir.
- k)** Sol jel prosesi özellikle hibrit matriks sentezinde kontrol edilebilen ve istenen her türlü metotla (spin kaplama metodu, sprej kaplama metodu, daldırma metodu ...) farklı matrikslere uygulanabilen bir yöntem ve multifonksiyonel akıllı malzemeler için esnek bir ilerleme sağlamıştır.
- l)** Elde edilen final multifonksiyonel akıllı malzeme özellikle mutfak tezgahları, mutfak davlumbazları, mutfaklardaki metal ve yağ tüten yüzeyler, fırınların cam iç yüzeyleri, fırınların metal yüzeyleri, kolayca yağ ve kir tutan yüzeylerde ve çevresel olarak antibakteriyel ürünlerin gerekli olduğu yerlerde yani gıda üretimi ve çevresel alanlarda kolayca kullanım alanı bulabilir.
- m)** Silisyum kuantum partikülleri multifonksiyonel yapıya yüksek seviyede floresan özellikler kazandırır. Bu özellik, kaplamanın görünürlük ve izleme işlemlerinde kullanılabilirliğini artırır. Aynı zamanda yapılan testler kolorimetrik sensör olarak da kullanılan silisyum kuantum partiküllerinin bu multifonksiyonel yapıda muhtemelen yüksek hidrofobik etkileşim nedeniyle istenen düzeyde sönümlenme yapmadığını ortaya koymuştur. Başka matrikslerde kolaylıkla kullanılabilen kolorimetrik sensörlere ait ilginç bir özellik olarak hidrofobik etkileşimlerin kolorimetrik sensörleri etkilediği ortaya konulmuştur.
- n)** Kaplama formülasyonuna baştan ilave edilen ve Turkevich metodu ile sentezlenmiş gümüş nanopartikülleri, bakteriyel büyümeyi etkili bir şekilde inhibe eder. Yapılan antibakteriyel testler, kaplamanın bakterilere karşı yüksek derecede etkili olduğunu göstermektedir.
- o)** Formülasyonda kullanılan GLYMO ile silikat bağları ve epoksi polimerizasyonu benzer zamanlarda yürür ve çapraz bağlanma kaplamanın mekanik özelliklerini daha sağlam bir hale getirir.
- p)** Multifonksiyonel kaplamanın yüksek hidrofobik özellik gösterdiği ve su ile

yaklaşık 120 derecelik kontakt açısı sağladığı ortaya konulmuştur. Aynı zamanda gerçekleştirilen fiziksel testler yapının kendi kendini temizleme deneylerinde büyük avantaj sağladığını ortaya koymaktadır. Bu da kir önleme ve kolay temizlenebilir yüzeyler için büyük avantaj sağlamaktadır.

- q) Kaplamanın yüzeyde biriken kirlerin ve lekelerin zamanla temizlenmesine yardımcı olacak şekilde tasarlanmış olması ve multifonksiyonel karakteri gıda teknolojilerindeki bakım sıklığını azaltabilecek ve uzun süreli performans sağlayacak bir durum sağlamaktadır.
- r) Multifonksiyonel bir kaplama sisteminde istenen özelliklerin bir taneden daha fazlası aynı anda sisteme entegre edilmiştir ve bu özellikler birbirlerini sönmümeden kullanılabilir halde elde edilmiştir. Multifonksiyonel akıllı malzemeler konseptinin bu noktası yeni geliştirilen bu alanın geleceği hakkında büyük umutlar sağlamaktadır.
- s) İnsan temasına uygun olduğu ve toksik özellik göstermediği sitotoksosite testleri ile gösterildiği için günlük hayatta gıda endüstrisine ilaveten herkesin ulaşabildiği noktalarda mesela yürüyen merdiven korkuluklarında veya tuvaletlerin kapı kollarında bu kaplama kullanılabilir. Kirlilik tutmayacağı ve antibakteriyel olduğu için kolaylık sağlayacaktır.

Bu çalışmanın sonuçları, multifonksiyonel, inorganik-organik hibrit ve nanokompozit yüzey kaplamalarının sentezinde ve karakterizasyonunda önemli bir ilerleme sağlamıştır. Bu sonuçlar, yüzey kaplamalarının fonksiyonel özelliklerinin geliştirilmesi ve uygulanmasında gelecekteki araştırmalar için önemli bir temel oluşturur ve yeni bir alan tanımlar.

KAYNAKÇA

- Abd Mutalib, M., M. A. Rahman, M. H. D. Othman, A. F. Ismail, ve J. Jaafar. 2017. “Scanning electron microscopy (SEM) and energy-dispersive X-ray (EDX) spectroscopy”. Ss. 161-79 içinde *Membrane characterization*. Elsevier.
- Abid, Namra, Aqib Muhammad Khan, Sara Shujait, Kainat Chaudhary, Muhammad Ikram, Muhammad Imran, Junaid Haider, Maaz Khan, Qasim Khan, ve Muhammad Maqbool. 2022a. “Synthesis of nanomaterials using various top-down and bottom-up approaches, influencing factors, advantages, and disadvantages: A review”. *Advances in Colloid and Interface Science* 300:102597.
- Abid, Namra, Aqib Muhammad Khan, Sara Shujait, Kainat Chaudhary, Muhammad Ikram, Muhammad Imran, Junaid Haider, Maaz Khan, Qasim Khan, ve Muhammad Maqbool. 2022b. “Synthesis of nanomaterials using various top-down and bottom-up approaches, influencing factors, advantages, and disadvantages: A review”. *Advances in Colloid and Interface Science* 300:102597.
- Abid, Namra, Aqib Muhammad Khan, Sara Shujait, Kainat Chaudhary, Muhammad Ikram, Muhammad Imran, Junaid Haider, Maaz Khan, Qasim Khan, ve Muhammad Maqbool. 2022c. “Synthesis of nanomaterials using various top-down and bottom-up approaches, influencing factors, advantages, and disadvantages: A review”. *Advances in Colloid and Interface Science* 300:102597.
- Adamson, Arthur W., ve Alice Petry Gast. 1967. *Physical chemistry of surfaces*. C. 150. Interscience publishers New York.
- Addington, Michelle, ve Daniel Schodek. 2012. *Smart materials and technologies in architecture*. Routledge.
- Al, Ebru. 2022. “Yağların ışık kaynaklı oksidasyonunun önlenmesi amacıyla boyut kontrollü oleat@zno kuantum partikül sentezi ve bunların hibrit kaplamaları”. Yüksek Lisans, İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi, YÖK.

- Amiri, Sahar, ve Azam Rahimi. 2016. "Hybrid Nanocomposite Coating by Sol–Gel Method: A Review". *Iranian Polymer Journal* 25(6):559-77. doi: 10.1007/s13726-016-0440-x.
- Anu Mary Ealia, S., ve M. P. Saravanakumar. 2017. "A Review on the Classification, Characterisation, Synthesis of Nanoparticles and Their Application". *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 263:032019. doi: 10.1088/1757-899X/263/3/032019.
- Aoki, Takeshi. 2012. "Photoluminescence Spectroscopy". Ss. 1-12 içinde *Characterization of Materials*, editör E. N. Kaufmann. Wiley.
- Arslan, O., E. Arpaç, F. Sayılkan, ve H. Sayılkan. 2007. "Hybrid Sol–Gel Coating on Al". *Journal of Materials Science* 42(6):2138-42. doi: 10.1007/PL00021937.
- Arslan, Osman. 2014. *Synthesis, Characterization and Surface Modification of Titanium and Zinc Oxide Nanostructures for Nanotoxicity, Visible Light Emission and Photocatalytic Studies*. 1. Aufl. Göttingen: Optimus-Verl.
- Arslan, Osman, Ertugrul Arpac, ve Hikmet Sayılkan. 2010. "Siliconcarbide Embedded Hybrid Nanocomposites as Abrasion Resistant Coating". *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials* 20(2):284-92. doi: 10.1007/s10904-010-9360-y.
- Arslan, Osman, Zeynep Aytac, ve Tamer Uyar. 2017. "Fluorescent Si QD decoration onto a flexible polymeric electrospun nanofibrous mat for the colorimetric sensing of TNT". *Journal of Materials Chemistry C* 5(7):1816-25.
- Atay, Burçak. 2008. "Nanofilm fotokromik kaplamalar". Master's Thesis, Anadolu University (Turkey).
- Ates, Hakan, ve Ersin Bahceci. 2015. "Nano Malzemeler için Üretim Yöntemleri".
- Ateş, Hakan. 2015. "Nano Parçacıklar ve Nano Teller".
- Avcı, G. 2009. "İşlevsel Nano Kaplamalar". *Bilim ve Teknik Dergisi* 497:48-49.
- Avcıata, Oğuzhan. t.y. "Nano tozların sentezi ve karakterizasyonu".

- Aziz, M., ve A. F. Ismail. 2017. "X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)". Ss. 81-93 içinde *Membrane Characterization*. Elsevier.
- Baig, Nadeem, Irshad Kammakakam, ve Wail Falath. 2021. "Nanomaterials: A review of synthesis methods, properties, recent progress, and challenges". *Materials Advances* 2(6):1821-71.
- Barkınay, Atakan. 2023. "Sol-jel yöntemi ile süperhidrofobik kaplama üretimi= Production of superhydrophobic coating by sol-gel method". Master's Thesis, Sakarya Üniversitesi.
- Bhat, Pradeep, Vinayak Upadhya, Ganesh R. Hegde, Harsha V. Hegde, ve Subarna Roy. 2022. "Attenuation of dermal wounds through topical application of ointment containing phenol enriched fraction of *Caesalpinia mimosoides* Lam." *Frontiers in Pharmacology* 13:1025848.
- Birnie, D. P. 2004. "Spin Coating Technique". Ss. 49-55 içinde *Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users*, editör M. A. Aegerter ve M. Mennig. Boston, MA: Springer US.
- Boinovich, Lyudmila Borisovna, ve Aleksandr Mikhailovich Emelyanenko. 2008. "Hydrophobic materials and coatings: principles of design, properties and applications". *Russian Chemical Reviews* 77(7):583.
- Bokov, Dmitry, Abduladheem Turki Jalil, Supat Chupradit, Wanich Suksatan, Mohammad Javed Ansari, Iman H. Shewael, Gabdrakhman H. Valiev, ve Ehsan Kianfar. 2021. "Nanomaterial by sol-gel method: synthesis and application". *Advances in Materials Science and Engineering* 2021:1-21.
- Brinker, C. Jeffrey, G. C. Frye, A. J. Hurd, ve C. S. Ashley. 1991. "Fundamentals of sol-gel dip coating". *Thin solid films* 201(1):97-108.
- Butt, Muhammad A. 2022. "Thin-film coating methods: A successful marriage of high-quality and cost-effectiveness—A brief exploration". *Coatings* 12(8):1115.

- Danks, Ashleigh E., Simon R. Hall, ve ZJMH Schnepp. 2016. "The evolution of 'sol-gel' chemistry as a technique for materials synthesis". *Materials Horizons* 3(2):91-112.
- Davis, Mark E. 2002. "Ordered porous materials for emerging applications". *Nature* 417(6891):813-21.
- de Dios, Alejandro Simón, ve Marta Elena Díaz-García. 2010. "Multifunctional nanoparticles: analytical prospects". *Analytica chimica acta* 666(1-2):1-22.
- Dodiuk, H., P. F. Rios, A. Dotan, ve S. Kenig. 2007. "Hydrophobic and Self-cleaning Coatings". *Polymers for Advanced Technologies* 18(9):746-50. doi: 10.1002/pat.957.
- Dogra, Vaishally, Chandra Kishore, Abhilasha Mishra, Amit Gaur, ve Akarsh Verma. 2023. "Sol-Gel preparation and wetting behaviour analysis of hydrophobic Zirconium based nano-coating: Implications for solar panel coating". *Chemical Engineering Journal Advances* 15:100507.
- Epp, J. 2016. "X-ray diffraction (XRD) techniques for materials characterization". Ss. 81-124 içinde *Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods*. Elsevier.
- Erdemir, Ali, ve Andrey A. Voevodin. 2010. "Nanocomposite coatings for severe applications". Ss. 679-715 içinde *Handbook of deposition technologies for films and coatings*. Elsevier.
- EREN, Nadiye BARIŞ. 2022. "DÜNYADA VE TÜRKİYE'DE NANOTEKNOLOJİ". *SAGLIK & BİLİM 2022: NANOTIP* 7.
- Fernando, Raymond H., ve Li-Piin Sung, ed. 2009. *Nanotechnology Applications in Coatings*. C. 1008. Washington, DC: American Chemical Society.
- Ferreira, André Duarte BL, Paulo RO Nóvoa, ve António Torres Marques. 2016. "Multifunctional Material Systems: A state-of-the-art review". *Composite Structures* 151:3-35.

- Fotovvati, Behzad, Navid Namdari, ve Amir Dehghanghadikolaei. 2019. "On coating techniques for surface protection: A review". *Journal of Manufacturing and Materials processing* 3(1):28.
- Goldstein, Joseph I., Dale E. Newbury, Joseph R. Michael, Nicholas WM Ritchie, John Henry J. Scott, ve David C. Joy. 2017. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. springer.
- Göksu, Erol. 2016. "Sol-jel yöntemiyle anti bakteriyel ince film kaplanması". Master's Thesis, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Guglielmi, Massimo, Guido Kickelbick, ve Alessandro Martucci. 2014. *Sol-Gel Nanocomposites*. Springer.
- Guo, Liya, Weiyong Yuan, Zhisong Lu, ve Chang Ming Li. 2013. "Polymer/nanosilver composite coatings for antibacterial applications". *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 439:69-83.
- Gürmen, Sebahattin, Burçak Ebin, ve M. İtü. 2008. "Nanopartiküller ve üretim yöntemleri-1". *Metallurji Dergisi* 150:31-38.
- Haas, Karl-Heinz, Sabine Amberg-Schwab, ve Klaus Rose. 1999. "Functionalized coating materials based on inorganic-organic polymers". *Thin Solid Films* 351(1-2):198-203.
- Haas, Karl-Heinz, ve Herbert Wolter. 1999. "Synthesis, properties and applications of inorganic-organic copolymers (ORMOCER® s)". *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 4(6):571-80.
- Jamkhande, Prasad Govindrao, Namrata W. Ghule, Abdul Haque Bamer, ve Mohan G. Kalaskar. 2019. "Metal nanoparticles synthesis: An overview on methods of preparation, advantages and disadvantages, and applications". *Journal of drug delivery science and technology* 53:101174.

- Jiang, Cong-cong, Yan-ke Cao, Gui-yong Xiao, Rui-fu Zhu, ve Yu-peng Lu. 2017. “A review on the application of inorganic nanoparticles in chemical surface coatings on metallic substrates”. *RSC advances* 7(13):7531-39.
- Kalsoom, Umme, Pavel N. Nesterenko, ve Brett Paull. 2016. “Recent developments in 3D printable composite materials”. *RSC advances* 6(65):60355-71.
- Kango, Sarita, Susheel Kalia, Annamaria Celli, James Njuguna, Youssef Habibi, ve Rajesh Kumar. 2013. “Surface modification of inorganic nanoparticles for development of organic–inorganic nanocomposites—A review”. *Progress in polymer science* 38(8):1232-61.
- King, Martyn. 2016. “Management of Tyndall effect”. *The Journal of clinical and aesthetic dermatology* 9(11):E6.
- Knuuttila, J., P. Sorsa, T. Mäntylä, J. Knuuttila, ve P. Sorsa. 1999. “Sealing of Thermal Spray Coatings by Impregnation”. *Journal of Thermal Spray Technology* 8(2):249-57. doi: 10.1007/s11666-999-0002-2.
- Kolahalam, Lalitha A., IV Kasi Viswanath, Bhagavathula S. Diwakar, B. Govindh, Venu Reddy, ve Y. L. N. Murthy. 2019. “Review on nanomaterials: Synthesis and applications”. *Materials Today: Proceedings* 18:2182-90.
- Konnova, S. A., A. A. Danilushkina, G. I. Fakhrullina, F. S. Akhatova, A. R. Badrutdinov, ve R. F. Fakhrullin. 2015. “Silver nanoparticle-coated ‘cyborg’ microorganisms: Rapid assembly of polymer-stabilised nanoparticles on microbial cells”. *RSC Advances* 5(18):13530-37.
- Lee, Hoyeon, Ki-In Choi, Jae-Hak Choi, Jeseung Yoo, Young-Soo Seo, Sushil Satija, ve Jaseung Koo. 2019. “Free-Standing Janus Graphene Oxide with Anisotropic Properties for 2D Materials as Surfactant”. *ACS Applied Nano Materials* 2(7):4203-10. doi: 10.1021/acsanm.9b00660.
- Lendlein, Andreas, ve Richard S. Trask. 2018. “Multifunctional materials: concepts, function-structure relationships, knowledge-based design, translational materials research”. *Multifunctional Materials* 1(1):010201.

- Lichtenberger, Robert, ve Ulrich Schubert. 2010. "Chemical modification of aluminium alkoxides for sol-gel processing". *Journal of Materials Chemistry* 20(42):9287-96.
- Lim, Chwee Teck. 2017. "Nanofiber technology: current status and emerging developments". *Progress in polymer science* 70:1-17.
- Livage, Jacques, Marc Henry, ve Clément Sanchez. 1988. "Sol-gel chemistry of transition metal oxides". *Progress in solid state chemistry* 18(4):259-341.
- Livage, Jacques, ve Clément Sanchez. 1992. "Sol-gel chemistry". *Journal of Non-Crystalline Solids* 145:11-19.
- Maesen, Theo. 2007. "The zeolite scene—an overview". *Studies in surface science and catalysis* 168:1-12.
- Maruszewski, K., W. Stręk, M. Jasiorski, ve A. Ucyk. 2003. "Technology and Applications of Sol-Gel Materials". *Radiation Effects and Defects in Solids* 158(1-6):439-50. doi: 10.1080/1042015021000052106.
- Mathiazhagan, A., ve Rani Joseph. 2011. "Nanotechnology-a New prospective in organic coating-review". *International Journal of Chemical Engineering and Applications* 2(4):225.
- Mekuye, Bawoke, ve Birhanu Abera. 2023. "Nanomaterials: An Overview of Synthesis, Classification, Characterization, and Applications". *Nano Select* 4(8):486-501. doi: 10.1002/nano.202300038.
- Mohanty, Smita, Sanjay K. Nayak, B. S. Kaith, ve Susheel Kalia, ed. 2015. *Polymer Nanocomposites Based on Inorganic and Organic Nanomaterials*. 1. bs. Wiley.
- Montazer, Majid, ve Tina Harifi. 2020. "Antibacterial nanocoatings". Ss. 399-413 içinde *Nanotoxicity*. Elsevier.
- Motlatle, Abesach M., Suprakas Sinha Ray, Vincent Ojijo, ve Manfred R. Scriba. 2022. "Polyester-based coatings for corrosion protection". *Polymers* 14(16):3413.

- Nasrollahzadeh, Mahmoud, S. Mohammad Sajadi, Mohaddeseh Sajjadi, ve Zahra Issaabadi. 2019. "An introduction to nanotechnology". Ss. 1-27 içinde *Interface science and technology*. C. 28. Elsevier.
- Nguyen-Tri, Phuong, Tuan Anh Nguyen, Pascal Carriere, ve Cuong Ngo Xuan. 2018. "Nanocomposite coatings: preparation, characterization, properties, and applications". *International Journal of Corrosion* 2018.
- Nicole, Lionel, Christel Laberty-Robert, Laurence Rozes, ve Clément Sanchez. 2014. "Hybrid materials science: a promised land for the integrative design of multifunctional materials". *Nanoscale* 6(12):6267-92.
- Pabbati, Ranjit, Venkateswar Reddy Kondakindi, ve Firdoz Shaik. 2021. "Applications of Nanomaterials in Biomedical Engineering". Ss. 51-86 içinde *Nanotechnology for Advances in Medical Microbiology, Environmental and Microbial Biotechnology*, editör N. R. Maddela, S. Chakraborty, ve R. Prasad. Singapore: Springer Nature Singapore.
- Pandey, Sadanand, ve Shivani B. Mishra. 2011. "Sol–Gel Derived Organic–Inorganic Hybrid Materials: Synthesis, Characterizations and Applications". *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 59(1):73-94. doi: 10.1007/s10971-011-2465-0.
- Patel, Mayur, Himangshu Baishya, Ritesh Gupta, Rabindranath Garai, ve Parameswar Iyer. 2022. "Thin Film Solution Processable Perovskite Solar Cell".
- Patil, Nilesh, RAJVEER Bhaskar, VISHAL Vyavhare, RAHUL Dhadge, VAISHNAVI Khaire, ve YOGESH Patil. 2021. "Overview on methods of synthesis of nanoparticles". *Int. J. Curr. Pharm. Res* 13(2):11-16.
- Pierre, Alain C. 2020. *Introduction to sol-gel processing*. Springer Nature.
- Salonitis, Konstantinos, John Pandremenos, John Paralikas, ve George Chryssolouris. 2010a. "Multifunctional Materials: Engineering Applications and Processing Challenges". *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 49(5-8):803-26. doi: 10.1007/s00170-009-2428-6.

- Salonitis, Konstantinos, John Pandremenos, John Paralikas, ve George Chryssolouris. 2010b. "Multifunctional Materials: Engineering Applications and Processing Challenges". *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 49(5-8):803-26. doi: 10.1007/s00170-009-2428-6.
- Schubert, Ulrich. 2005. "Chemical modification of titanium alkoxides for sol-gel processing". *Journal of Materials Chemistry* 15(35-36):3701-15.
- Schubert, Ulrich, Nicola Huesing, ve Anne Lorenz. 2002. "Hybrid Inorganic-Organic Materials by Sol-Gel Processing of Organofunctional Metal Alkoxides". *ACS Publications*. Geliş tarihi 08 Mayıs 2024 (<https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/cm00059a007>).
- Scriven, L. E. 1988. "Physics and Applications of DIP Coating and Spin Coating". *MRS Proceedings* 121:717. doi: 10.1557/PROC-121-717.
- Shang, Li, ve G. Ulrich Nienhaus. 2013. "Small fluorescent nanoparticles at the nano-bio interface". *Materials Today* 16(3):58-66.
- Stevie, Fred A., ve Carrie L. Donley. 2020. "Introduction to x-ray photoelectron spectroscopy". *Journal of Vacuum Science & Technology A* 38(6).
- Sudha, Parappurath N., Kirubanandam Sangeetha, Kumar Vijayalakshmi, ve Ahmed Barhoum. 2018. "Nanomaterials History, Classification, Unique Properties, Production and Market". Ss. 341-84 içinde *Emerging Applications of Nanoparticles and Architecture Nanostructures*. Elsevier.
- Şen, Lale. 2007. "Sol-jel prosesi ile aminoasitlerin metal alkolatlarla olan reaksiyonlarının incelenmesi". Master's Thesis, Kocaeli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Tang, C. Y., ve Z. Yang. 2017. "Transmission electron microscopy (TEM)". Ss. 145-59 içinde *Membrane characterization*. Elsevier.
- Thangaraju, Pugazhenthana, ve Shoban Babu Varthya. 2022. "ISO 10993: Biological Evaluation of Medical Devices". Ss. 163-87 içinde *Medical Device Guidelines and Regulations Handbook*, editör P. S. Timiri Shanmugam, P.

Thangaraju, N. Palani, ve T. Sampath. Cham: Springer International Publishing.

Thanh, Nguyen T. K., N. Maclean, ve S. Mahiddine. 2014. "Mechanisms of Nucleation and Growth of Nanoparticles in Solution". *Chemical Reviews* 114(15):7610-30. doi: 10.1021/cr400544s.

Thomas, James P., ve Muhammad A. Qidwai. 2004. "Mechanical design and performance of composite multifunctional materials". *Acta materialia* 52(8):2155-64.

Titus, Deena, E. James Jebaseelan Samuel, ve Selvaraj Mohana Roopan. 2019. "Nanoparticle characterization techniques". Ss. 303-19 içinde *Green synthesis, characterization and applications of nanoparticles*. Elsevier.

TOYGUN, Şafak, Gülhan KÖNEÇOĞLU, ve Yasemen KALPAKLI. 2013. "General principles of sol-gel". *Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences* 31(4):456-76.

Tracton, Arthur A. 2006. *Coatings materials and surface coatings*. CRC press.

Tüylek, Zülfü. 2016. "Küçük şeylerin hikâyesi: Nanomalzeme". *Nevşehir Bilim ve Teknoloji Dergisi* 5(2):130-41.

Twarużek, Magdalena, Ewa Zastempowska, Ewelina Soszczyńska, ve Iwona Alłyn. 2019. "The use of in vitro assays for the assessment of cytotoxicity on the example of MTT test".

Tyona, M. D. 2013. "A theoretical study on spin coating technique". *Advances in materials Research* 2(4):195.

Whitehead, Christopher B., Saim Özkar, ve Richard G. Finke. 2019. "LaMer's 1950 Model for Particle Formation of Instantaneous Nucleation and Diffusion-Controlled Growth: A Historical Look at the Model's Origins, Assumptions, Equations, and Underlying Sulfur Sol Formation Kinetics Data". *Chemistry of Materials* 31(18):7116-32. doi: 10.1021/acs.chemmater.9b01273.

- Yao, Jianfeng, ve Huanting Wang. 2014. “Zeolitic imidazolate framework composite membranes and thin films: synthesis and applications”. *Chemical Society Reviews* 43(13):4470-93.
- Yu, Min-Feng, Oleg Lourie, Mark J. Dyer, Katerina Moloni, Thomas F. Kelly, ve Rodney S. Ruoff. 2000. “Strength and Breaking Mechanism of Multiwalled Carbon Nanotubes Under Tensile Load”. *Science* 287(5453):637-40. doi: 10.1126/science.287.5453.637.
- Zhang, Xianghui, ve André Beyer. 2021. “Mechanics of free-standing inorganic and molecular 2D materials”. *Nanoscale* 13(3):1443-84.
- Zhu, Qiang, Ming Hui Chua, Pin Jin Ong, Johnathan Joo Cheng Lee, Kang Le Osmund Chin, Suxi Wang, Dan Kai, Rong Ji, Junhua Kong, ve Zhaogang Dong. 2022. “Recent advances in nanotechnology-based functional coatings for the built environment”. *Materials Today Advances* 15:100270.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Ad Soyadı : Gökçe ASAN

Eğitim ve Öğretim

Lisans 2020, İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi
Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Gıda
Mühendisliği (İngilizce)

Yüksek Lisans Devam Ediyor, İstanbul Sabahattin Zaim
Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

İş Deneyimi

Ocak 2022 – Aralık 2023 Gıda Mühendisi- Proje
Sorumlusu
Hacızade Gıda İnş. San. Ve Tic.
Ltd. Şti.

Haziran 2019 – Temmuz 2019 Stajyer Mühendis
Ülker Çikolata A.Ş.

Beceriler

Dijital Beceriler Microsoft Office
OriginPro
ChemDraw

Yabancı Dil İngilizce, C1

Alınan Eğitimler

Temel Gıda Hijyen Eğitimi

TS EN ISO 9001-2015 Kalite Yönetim Sistemi

TS EN ISO 22000 Gıda Güvenliği Yönetim Sistemi Temel Eğitimi

İç Tetkikçi Eğitimi

İnovasyon ve Kariyer Etkinliği

Ar-Ge Yetkinlik

Yayınlar

Bildiriler

- Gökçe ASAN, Merve Esra ÇELİK, YÜKSEL ABALI, OSMAN ARSLAN (13.12.2023-14.12.2023), Multifonksiyonel Akıllı Nanokompozit Kaplamalar: Eu Katkılı Hibrit Poliüretanların Yapı Malzemelerinde Görünür Bölge Emisyonu Sağlayan Yüzey Kaplaması Uygulamaları, Yayın Yeri: V. Ulusal Üniversite-Sanayi İşbirliği, Ar-Ge ve İnovasyon Kongresi, 2023
- Merve Esra ÇELİK, Gökçe ASAN, YÜKSEL ABALI, OSMAN ARSLAN (13.12.2023-14.12.2023), Multifonksiyonel Akıllı Nanofiber Malzemeler: Elektrospin ile Elde Edilen, Silisyum QD Modifiye Selüloz Asetat Nanofiberlerin Kolorimetrik Sensör Olarak Kullanılması, Yayın Yeri: V. Ulusal Üniversite-Sanayi İşbirliği, Ar-Ge ve İnovasyon Kongresi, 2023

Kitap

- Asan, G., Üngör, M. E., Abalı, Y., & Arslan, O. (2024). Multifonksiyonel Akıllı Nanokompozit Kaplamalar: Eu Katkılı Hibrit Poliüretanların Yapı Malzemelerinde Görünür Bölge Emisyonu Sağlayan Yüzey Kaplaması Uygulamaları. In Mühendislik, Fen ve Sağlık Bilimlerinde Ar-Ge ve İnovasyon Çalışmaları (pp. 125–132). Sidas Medya Ltd. Şti.
- Üngör, M. E., Asan, G., Abalı, Y., & Arslan, O. (2024). Multifonksiyonel Akıllı Nanofiber Malzemeler: Elektrospin ile Elde Edilen Silisyum QD Modifiye Selüloz Asetat Nanofiberlerin

Kolorimetrik Sensör Olarak Kullanılması. In Mühendislik, Fen ve Sağlık Bilimleri'nde AR-GE ve İnovasyon Çalışmaları (pp. 197–205). Sidas Medya Ltd. Şti.

Projeler

- Kurumsal (BAP V.B.), Sütün Kalite Testlerinde Kullanılan Hibrit Kaplamaların Üzerine Hidrofobik Ağ Dönüştürücülerin Etkisi, Yürütülen Kuruluş: İstanbul Sabahattin Zaim Üniversitesi (Yurt İçi), Haziran 2023, Haziran 2024.

