

**İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ ENERJİ ENSTİTÜSÜ**

**GAMA İŞINLARINA MARUZ KALMIŞ ZrO<sub>2</sub> İNCE FİMLERİN  
KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Defne ABAYLI**

**Nükleer Araştırmalar Anabilim Dalı**

**Radyasyon Bilim ve Teknoloji Programı**

**ARALIK 2015**



**İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ ENERJİ ENSTİTÜSÜ**

**GAMA İŞINLARINA MARUZ KALMIŞ ZrO<sub>2</sub> İNCE FİLMERİN  
KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Defne ABAYLI  
(302131001)**

**Nükleer Araştırmalar Anabilim Dalı**

**Radyasyon Bilim ve Teknoloji Programı**

**Tez Danışmanı: Prof. Dr. Nilgün DOĞAN BAYDOĞAN**

**ARALIK 2015**



İ.T.Ü., Enerji Enstitüsü'nün 302131001 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi Defne ABAYLI, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “GAMA IŞINLARINA MARUZ KALMIŞ ZrO<sub>2</sub> İNCE FİLMERİN KARAKTERİZASYONU” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

**Tez Danışmanı :**      **Prof. Dr. Nilgün DOĞAN BAYDOĞAN** .....  
İstanbul Teknik Üniversitesi

**Jüri Üyeleri :**            **Prof. Dr. Filiz BAYTAŞ** .....  
İstanbul Teknik Üniversitesi

**Doç. Dr. Serço Serkis YEŞİLKAYA** .....  
Yıldız Teknik Üniversitesi

**Teslim Tarihi :**            **27 Kasım 2015**  
**Savunma Tarihi :**        **23 Aralık 2015**



*Aileme ve dostlarıma,*





## ÖNSÖZ

Bu tez çalışması boyunca üzerimde büyük emekleri olan ve bana yol gösteren hocam sayın Prof. Dr. Nilgün Doğan Baydoğan'a sonsuz minnetlerimi sunmak isterim. Ayrıca İ.T.Ü. Enerji Enstitüsü'ndeki gama ve beta sayımlarında Araş.Gör. Ertuğrul Demir'e ve Dr. Bülent Büyük'e, İ.T.Ü. Kimya–Metalurji Fakültesi'ndeki karakterizasyon çalışmalarında Araş.Gör. Faiz Muahaffel'e desteklerinden dolayı teşekkürlerimi sunarım.

Hayatımı şekillendirmemde bana en büyük desteği veren aileme; annem Sedef ABAYLI'ya ve babam Necati ABAYLI'ya en içten şükranlarımı belirtmek isterim. Hayatım boyunca yaşadığım her zorluk ve mutlulukta yanımda olan ve bana kardeşlik duygusunu aratmayan tüm sevgili dostlarıma sonsuz teşekkür ederim.

Aralık 2015

Defne Abaylı  
(Fizik Öğretmeni)



## İÇİNDEKİLER

### Sayfa

ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER .....	ix
KISALTMALAR .....	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xv
ŞEKİL LİSTESİ.....	xvii
ÖZET.....	xxi
SUMMARY .....	xxiii
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
1.1 Tezin Amacı .....	2
1.2 Literatür Taraması .....	2
1.3 Hipotez .....	5
<b>2. İNCE FİLMLEİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ VE ÖZELLİKLERİ.....</b>	<b>7</b>
2.1 Sol – Jel Yöntemi .....	8
2.1.1 Daldırarak kaplama yöntemi .....	12
2.1.2 Döndürerek kaplama yöntemi .....	13
2.2 İnce Filmlerin Optik Özellikleri .....	15
2.2.1 Temel optik kavramlar .....	15
2.2.2 Optik yapılar da elektronik geçiş tipleri ve optik bant aralıkları .....	18
<b>3. ZİRKONYUM OKSİT (ZrO<sub>2</sub>) İNCE FİLMLEİN .....</b>	<b>21</b>
3.1 ZrO <sub>2</sub> İnce Filmlerin Özellikleri .....	21
3.2 ZrO <sub>2</sub> İnce Filmlerin Kullanım Alanları .....	22
<b>4. RADYASYONUN MALZEME ÜZERİNE ETKİSİ .....</b>	<b>25</b>
4.1 Radyoaktivite ve Radyasyon Tipleri .....	25
4.1.1 Bozunma kanunu ve aktivite.....	27
4.2 Radyasyonun Malzemeyi Etkileme Mekanizmaları.....	28
4.2.1 Elektromanyetik radyasyonların madde tarafından absorpsiyonu .....	28
4.2.1.1 Fotoelektrik olay .....	29
4.2.1.2 Compton olayı .....	30
4.2.1.3 Çift oluşum olayı.....	31
4.2.2 Beta parçacıklarının madde ile etkileşimi .....	32
4.3 Radyoaktivite Birimleri .....	33
4.3.1 Soğurulan doz hesabı .....	35
<b>5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....</b>	<b>37</b>
5.1 ZrO <sub>2</sub> İnce Filmlerin Üretilmesi ve Gama ışınlarına Maruz Bırakılması .....	37
5.2 Gama Işınları Kullanılarak Yapılan Radyasyon İşlemleri .....	38
5.2.1 Çalışılan Co-60 ve Cs-137 radyoizotopunun tanıtımı.....	38
5.2.2 Gama geçirgenlik düzeneğinin tanıtımı .....	39
5.3 Beta Işınları Kullanılarak Yapılan Radyasyon İşlemleri.....	41
5.3.1 Çalışılan Sr-90 radyoizotopunun tanıtımı .....	41
5.3.2 Beta geçirgenlik düzeneğinin tanıtımı .....	42
5.4 Spektrofotometrik Ölçümler .....	43

5.5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi .....	44
5.6 Temas Açısı Analizi.....	46
<b>6. DENEY SONUÇLARI .....</b>	<b>49</b>
6.1 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları .....	49
6.2 ZrO <sub>2</sub> İnce Filmlerin Lineer Zayıflatma Katsayılarının Belirlenmesi.....	50
6.2.1 ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin gama ışınları için lineer zayıflatma katsayısının soğurulan doza bağlı olarak değişimi.....	50
6.2.2 ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin beta ışınları için lineer zayıflatma katsayısının soğurulan doza bağlı olarak değişimi.....	52
6.3 ZrO <sub>2</sub> İnce Filmlerin Optik Özellikleri.....	55
6.3.1 ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin ışınlama sonrası optik geçirgenliklerinin belirlenmesi .....	55
6.3.2 ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin ışınlama sonrası optik yansıtma özelliğinin belirlenmesi .....	58
6.3.3 ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin ışınlama sonrası optik soğurma özelliğinin belirlenmesi .....	62
6.3.4 ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin ışınlama sonrası optik sabitlerinin belirlenmesi.....	63
6.3.5 ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin ışınlama sonrası optik yoğunluklarının belirlenmesi ..	73
6.3.6 ZrO <sub>2</sub> ince filmlerde elektronik geçiş özelliklerinin ve optik bant aralıklarının belirlenmesi .....	75
6.4 Temas Açısı Analizi Sonuçları .....	78
<b>7. TARTIŞMA VE SONUÇ .....</b>	<b>80</b>
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>84</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>88</b>

## **KISALTMALAR**

<b>CA</b>	: Temas açısı
<b>DF</b>	: Dağılım Faktörü
<b>MCA</b>	: Çok kanallı analizör
<b>NIR</b>	: Yakın kızıl ötesi
<b>OIHMs</b>	: Organik-inorganik hibrid materyaller
<b>QF</b>	: Kalite faktörü
<b>SEM</b>	: Taramalı elektron mikroskobu
<b>TEOS</b>	: Tetraetoksisilan
<b>UV</b>	: Mor ötesi
<b>Vis</b>	: Görünür bölge



## SEMBOLLER

<b>A</b>	: aktivite
<b>A</b>	: optik soğurma
<b>Co-60</b>	: kütle numarası 60 olan Kobalt
<b>Cs-137</b>	: kütle numarası 137 olan Sezyum
<b>d</b>	: kalınlık
<b>D</b>	: ışınlama doz şiddeti
<b>E</b>	: enerji
<b>E<sub>g</sub></b>	: optik bant aralığı
<b>h</b>	: plack sabiti
<b>I</b>	: ışık şiddeti
<b>I</b>	: ortamdan geçen elektromanyetik radyasyon şiddeti
<b>k</b>	: söndürme katsayısı
<b>m</b>	: kütle
<b>n</b>	: kırılma indisi
<b>R</b>	: optik yansıtıcılık
<b>T</b>	: optik geçirgenlik
<b>v</b>	: hız
<b>W</b>	: çıkış işi
<b>x</b>	: soğurucu malzeme kalınlığı
<b>x<sub>1/2</sub></b>	: soğurucu malzemenin yarı kalınlığı
<b>ZrO<sub>2</sub></b>	: zirkonyum oksit
<b>α</b>	: optik soğurma katsayısı
<b>λ</b>	: dalga boyu
<b>λ</b>	: radyoaktif bozunma sabiti
<b>μ</b>	: lineer soğurma katsayısı
<b>v</b>	: elektromanyetik dalga frekansı
<b>v<sub>0</sub></b>	: fotoelektrik olayda eşik frekansı
<b>η</b>	: viskozite
<b>ρ</b>	: yoğunluk
<b>ε</b>	: dielektrik sabiti
<b>Υ</b>	: yüzey gerilimi





## ÇİZELGE LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
<b>Çizelge 6.1 :</b> Işınlanan ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin gama radyasyonu için lineer zayıflatma katsayıları .....	51
<b>Çizelge 6.2 :</b> Işınlanan ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin beta radyasyonu için lineer zayıflatma katsayıları .....	54
<b>Çizelge 6.3 :</b> Soğurulan doza bağlı olarak, ZrO <sub>2</sub> filmdeki tane boyutunun değişimi ile optik sabitlerin değişimi arasındaki ilişki.....	71
<b>Çizelge 6.4:</b> Işınlanan ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin temas açısı değerleri.....	77



## ŞEKİL LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1 : İnce film üretim yöntemleri.....	8
Şekil 2.2 : Sol-jel kaplama işlem aşamaları.....	10
Şekil 2.3 : Daldırarak kaplama yöntemi.....	12
Şekil 2.4 : Döndürerek kaplama yöntemi.....	14
Şekil 2.5 : Doğrudan geçişli ve dolaylı geçişli bant aralıklarının gösterimi.....	18
Şekil 3.1 : ZrO <sub>2</sub> 'nin a) kübik b) tetragonal c) monoklinik kristal yapısı.....	21
Şekil 4.1 : Elektromanyetik spektrum.....	27
Şekil 4.2 : Fotoelektrik olayın şematik gösterimi.....	30
Şekil 4.3 : Compton olayının şematik gösterimi.....	30
Şekil 4.4 : Çift oluşum olayının şematik gösterimi.....	31
Şekil 4.5 : Gama ışınlarının kurşun içinde doğrusal soğurma katsayıları.....	32
Şekil 5.1 : Üretilen ve gama ışınlarına maruz bırakılan ZrO <sub>2</sub> ince filmler.....	38
Şekil 5.2 : Gama geçirgenlik düzeneğinde kullanılan Co-60 radyoizotopu.....	39
Şekil 5.3 : Gama geçirgenlik düzeneğinde kullanılan Cs-137 radyoizotopu.....	39
Şekil 5.4 : Geçirgenlik prensibiyle kaynak dedektör düzeninin kolimasyon şeması.....	40
Şekil 5.5 : (a) Gama geçirgenlik düzeneğinde kullanılan dedektör ve (b) gama geçirgenlik testlerinin yapıldığı sayım düzeneği.....	41
Şekil 5.6 : (a) Gama geçirgenlik düzeneğinde kullanılan kolimatör ve (b) ZrO <sub>2</sub> ince filmin gama geçirgenlik düzeneğine yerleşimi.....	41
Şekil 5.7 : Beta geçirgenlik düzeneğinde kullanılan (a) 2558 µCi ve (b) 0.0513 µCi aktiviteli Sr-90 radyoizotop kaynaklar.....	42
Şekil 5.8 : (a) Beta parçacıklarını zırlamak için kullanılan alüminyum bloklar (b) beta geçirgenlik düzeneği.....	42
Şekil 5.9 : (a) Optik ölçüm sistemi ve (b) kullanılan UV-Vis-NIR spektrofotometre.....	43
Şekil 5.10 : Optik ölçümlerde kullanılan spektrofotometrenin a) geçirgenlik ve b) yansıtıcılık ölçümleri.....	44
Şekil 5.11 : Taramalı elektron mikroskobu (SEM)'nin temel bileşenlerinin şematik gösterimi.....	45

<b>Şekil 5.12 :</b> Yüzey serbest enerjisi vektörleri ve temas açısı.....	46
<b>Şekil 5.13 :</b> Temas açısı analizi deney şeması.....	47
<b>Şekil 5.14 :</b> (a) Temas açısı ölçümleri ve (b) ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin goniometreye yerleşimi.....	47
<b>Şekil 6.1 :</b> Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin SEM görüntüleri.....	49
<b>Şekil 6.2 :</b> ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı olarak Co-60 radyoizotop için lineer zayıflatma katsayıları.....	50
<b>Şekil 6.3 :</b> ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı olarak Cs-137 radyoizotop için lineer zayıflatma katsayıları.....	51
<b>Şekil 6.4 :</b> Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin gama ışınları için lineer zayıflatma katsayıları.....	52
<b>Şekil 6.5 :</b> ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı 2558 µCi aktiviteli Sr-90 kaynağı için lineer zayıflatma katsayıları.....	53
<b>Şekil 6.6 :</b> ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı 0.0513 µCi aktiviteli Sr-90 kaynağı için lineer zayıflatma katsayıları.....	53
<b>Şekil 6.7 :</b> Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin beta ışınları için lineer zayıflatma katsayıları.....	54
<b>Şekil 6.8 :</b> 0.430 soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik geçirgenliği.....	55
<b>Şekil 6.9 :</b> 0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik geçirgenliği.....	56
<b>Şekil 6.10 :</b> 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik geçirgenliği.....	56
<b>Şekil 6.11 :</b> 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik geçirgenliği.....	57
<b>Şekil 6.12 :</b> Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin (a) optik geçirgenliği (b) grafiğin detaylı incelenmesi.....	58
<b>Şekil 6.13 :</b> 0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik yansıtıcılığı.....	59
<b>Şekil 6.14 :</b> 0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik yansıtıcılığı.....	59
<b>Şekil 6.15 :</b> 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik yansıtıcılığı.....	60
<b>Şekil 6.16 :</b> 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik yansıtıcılığı.....	60
<b>Şekil 6.17 :</b> ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı olarak (a) optik yansıtıcılıkları (b) elektromanyetik spektrumun 350-600 nm arasındaki yansıtıcılıkları.....	61
<b>Şekil 6.18 :</b> Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin optik soğurma özellikleri.....	62
<b>Şekil 6.19 :</b> 0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin kırılma indisi.....	63

<b>Şekil 6.20</b> : 0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin kırılma indisi.....	63
<b>Şekil 6.21</b> : 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin kırılma indisi.....	64
<b>Şekil 6.22</b> : 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin kırılma indisi.....	64
<b>Şekil 6.23</b> : Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin kırılma indisleri.....	65
<b>Şekil 6.24</b> :0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin söndürme katsayısı.....	66
<b>Şekil 6.25</b> :0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin söndürme katsayısı.....	66
<b>Şekil 6.26</b> : 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin söndürme katsayısı.....	67
<b>Şekil 6.27</b> : 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin söndürme katsayısı.....	67
<b>Şekil 6.28</b> : Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı olarak söndürme katsayıları.....	68
<b>Şekil 6.29</b> :0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin soğurma katsayısı.....	69
<b>Şekil 6.30</b> :0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin soğurma katsayısı.....	69
<b>Şekil 6.31</b> : 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin soğurma katsayısı.....	70
<b>Şekil 6.32</b> : 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin soğurma katsayısı.....	70
<b>Şekil 6.33</b> : Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı olarak soğurma katsayıları.....	71
<b>Şekil 6.34</b> :0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik yoğunluğu.....	72
<b>Şekil 6.35</b> :0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik yoğunluğu.....	72
<b>Şekil 6.36</b> : 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik yoğunluğu.....	73
<b>Şekil 6.37</b> : 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik yoğunluğu.....	73
<b>Şekil 6.38</b> : Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin optik yoğunlukları.....	74
<b>Şekil 6.39</b> : 0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik bant aralığı.....	75
<b>Şekil 6.40</b> :0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik bant aralığı.....	75

<b>Şekil 6.41:</b> 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik bant aralığı.....	76
<b>Şekil 6.42 :</b> 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO <sub>2</sub> ince filmin optik bant aralığı.....	76
<b>Şekil 6.43:</b> Farklı doz seviyelerinde ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin temas açıları.....	77
<b>Şekil 6.44:</b> ZrO <sub>2</sub> ince filmlerin soğurduğu doza bağlı olarak temas açısı ile kırılma indisleri arasındaki ilişki.....	78

## GAMA IŞINLARINA MARUZ KALMIŞ ZrO<sub>2</sub> İNCE FİMLERİN KARAKTERİZASYONU

### ÖZET

Zirkonyum oksit veya zirkonya (ZrO<sub>2</sub>) ince film, yüksek termal ve mekanik direnç, yüksek korozyon direnci, yüksek dielektrik sabiti, yüksek kırılma indisi ve mor ötesi-görünür-kızıl ötesi bölge olmak üzere geniş aralıkta optik saydamlık gibi eşsiz özelliklerinden dolayı son zamanlarda dikkat çeken zehirli olmayan inorganik bir malzemedir. Bu nedenle, ZrO<sub>2</sub> ince film kaplamalar, teknolojik uygulamalar ve sanayide geniş kullanım alanı bulmaktadır. Ayrıca, ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin sahip olduğu bu üstün özelliklerinin daha da geliştirilmesi için araştırmalar devam etmektedir.

ZrO<sub>2</sub> ince filmler sahip olduğu bu optik, elektrik ve kimyasal özelliklerinden dolayı, güneş pillerinde yansıtıcı ve yansıtıcı olmayan optik kaplamalar, optik yükseltici, fotonik aletler gibi optik uygulamalarda, yakıt hücreleri, jet ve dizel motorlar gibi yüksek sıcaklık uygulamalarının söz konusu olduğu termal bariyer kaplamalarda, oksijen hassasiyetinden dolayı sensör teknolojilerinde, yüksek dielektrik sabiti, düşük kaçak akım gibi elektrik özelliklerinden dolayı yarı iletken teknolojisinde tercih edilen bir malzemedir. Ayrıca, hem termal kararlılığı hem de radyasyona karşı direnci sayesinde de nükleer reaktör yakıt hücrelerinde de kullanılmaktadır.

Söz konusu yüksek lisans tez çalışmasında, ZrO<sub>2</sub> ince filmler, sol-jel daldırma yöntemi ile soda kireç silika cam taşıyıcılar üzerinde kaplanmıştır. Daha sonra Co-60 radyoizotop kullanılarak gama ışınlarına maruz bırakılmıştır. Gama radyasyonu ile ışınlama ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin yapısal özelliklerini etkilediğinden, bu etkileşimi belirleyebilmek için dört farklı soğurulma doz seviyesi uygulanmıştır.

Gama ışınları ile ışınlama işleminden sonra ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin yapısal özelliklerindeki değişimler taramalı elektron mikroskobu ile belirlenmiştir. Doz artışına bağlı olarak değişimler detaylı olarak incelenmiştir. ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin yapısal özelliklerindeki değişim optik özellikleri de etkilemiştir. Bu nedenle, ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin optik özelliklerindeki değişimler 190–1100 nm dalga boyu aralığında PG Instruments T80 UV-Vis-NIR spektrofotometre ile belirlenmiştir. ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı olarak geçirgenlik, yansıtıcılık ve soğurma eğrilerindeki ve optik sabitleri (kırılma indisi, söndürme ve soğurma katsayısı)'ndeki değişimler ayrıntılı olarak analiz edilmiştir. Ayrıca, optik yoğunluk, elektronik geçiş özellikleri ve optik bant aralıkları belirlenmiştir. ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin yüzey özelliklerinin ışınlamaya bağlı olarak değişimi belirlemek adına da temas açısı ölçümleri alınmıştır. Soğurulan doza bağlı olarak hidrofilik yapısındaki değişim değerlendirilmiştir.

Ayrıca ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin, soğurulan doza bağlı olarak gama ve beta ışınlarını geçirme özellikleri incelenmiştir. ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin gama ve beta ışınlarını yayılatma katsayıları soğurulan doz artışına bağlı olarak detaylı bir şekilde belirlenmiştir. ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin morfolojik yapısını, optiksel özelliklerini etkileyen doz değeri ayrıntılı bir şekilde tespit edilmiştir.





## THE CHARACTERIZATION OF ZrO<sub>2</sub> THIN FILMS IRRADIATED WITH GAMMA RADIATION

### SUMMARY

Zirconium oxide or zirconia thin film (ZrO<sub>2</sub>) have attracted special attention due to advantageous properties like good mechanical, chemical, thermal, optical and electrical properties for future thin layers technology. Additionally, it has a high refraction index, a very good transparency in the visible and near infrared region, large optical band gap, high dielectric constant, low leakage current level, a great chemical stability, high corrosion resistance and short wavelength photoluminescence (PL) emission property.

Because of all these properties, ZrO<sub>2</sub> thin film is widely used as essential material in several applications such as broadband interference filters, high-reflectivity mirrors, active electro-optical devices, optical coatings, photonic devices, solar energy converters, in semiconductor and super-conductor technology, fuel cells, radiation shielding, biomaterial for prostheses, gas sensor, scintillators and luminescent oxygen-sensors etc.

The optical properties of films are closely correlated with the microstructure of the films. Because of the link between them has been widely investigated. Nowadays, a lot of work still investigate the correlation between the structural character and the optical properties of films. ZrO<sub>2</sub> thin films with different morphologies are prepared by several methods such as chemical vapor deposition (CVD), spray pyrolysis, reactive RF sputtering, polyol route, hydrothermal method, bio template method, ultra-sound assisted precipitation method, room temperature precipitation method, solution combustion method and sol-gel method.

Among these techniques, the sol-gel method can be used in the produce of pure or doped oxide films for electronics and optics as an environment-protective method. The sol-gel method arouses interest because of several advantages such as its simplicity, low processing temperature, stoichiometry control and its ability to produce uniform, chemically homogenous films and simultaneous coating of two faces and possibility of forming multi and mixed layers. The sol-gel process involves the preparation of a 'sol' (mostly colloidal), the transformation of the sol into a solid 'gel' phase and crystallization by heating at increased temperatures (calcination).

In the present thesis, ZrO<sub>2</sub> thin film samples were produced by sol-gel dip coating method and irradiated by gamma radiation. A Co-60 radioisotope was used as a gamma ray source emitting the photons with two different energies (1.17 MeV and 1.33 MeV) and it was provided by assuming a monochromatic gamma rays beam at ~ 1.25 MeV. The used Co-60 radioisotope had an activity level of 0.018021 Ci. Four different absorbed dose levels (0.430 Gy, 0.672 Gy, 1.195 Gy and 2.690 Gy) were applied to the ZrO<sub>2</sub> thin films. The irradiation process was performed in room temperature. The thicknesses of irradiated ZrO<sub>2</sub> thin film samples were determined in the range ~ 80 nm by using a surface profilometer.

The application of the ionizing radiation is key parameter to control the optical properties and microstructures of the ZrO<sub>2</sub> thin film. The ionizing radiation like gamma radiation can change the microstructure and surface morphology of films, so their important characteristics may be controlled for the use in technological applications containing these thin films. It was investigated the changes in optical and structural properties of ZrO<sub>2</sub> thin films with the rise of the absorbed dose. Hence, it was possible to examine the details on the behaviours of the optical properties with the evaluation of the structural characterization of the irradiated ZrO<sub>2</sub> thin film samples.

The structural changes of the irradiated ZrO<sub>2</sub> thin films were evaluated by scanning electron microscope (SEM) according to increase of absorbed dose. The changes of the optical properties of the irradiated films supported the gathering of the grains at the surface of the film with the rise of the absorbed dose according to the SEM images.

The irradiation treatment by gamma radiation affected the surface morphology and optical properties of the ZrO<sub>2</sub> thin films. According to the SEM images, the dimension of grains in which induced by gamma irradiation at 0.672 Gy was the highest one with respect to the dimension of grains in other ones. The properties of the surface started to change obviously at 0.672 Gy. The absorbed dose of 0.672 Gy was important to investigate the optical properties of the thin film. It was interesting to note that when the absorbed dose of the specimen reached to 1.195 Gy, the dimension of the grains decreased again. Moreover, the gathering of the grains in the induced film took place more obviously at the certain places on the surface of the films. But it was determined that there was the combination of grains with each other on the surfaces of irradiated specimens. The changes of the thin film grains can be explained with the formation of new electronic order in defect centers while the gathering of small grains according to the absorbed dose.

The radiation shielding properties of a material are stated with the term linear attenuation coefficients, as the probability of radiation interacting with a material per unit path length. The magnitude of linear attenuation coefficients can vary with the incident radiation energy, the atomic number and the density of the shielding materials. The linear attenuation coefficient of a material can be measured experimentally using the application of Lambert–Beer's law with standard transmission method.

The changes in the linear attenuation coefficient for gamma and beta radiation of irradiated ZrO<sub>2</sub> thin film samples were determined using transmission method. The details in characteristic properties were assessed with respect to two different activity levels (respectively, 2558-0.0513 μCi) of Sr-90 radioisotope for beta transmission method and Co-60 and Cs-137 radioisotope for gamma transmission method.

The changes of gamma and beta transmission of the ZrO<sub>2</sub> thin films supported the variation of the grain size. It was determined that the linear attenuation coefficient for gamma and beta rays has increased linearly up to 0.672 Gy and then decreased to 2.690 Gy after the investigation of the gamma and beta transmittance method.

The optical properties of ZrO<sub>2</sub> thin films were determined by using optical transmittance and the reflectance measurements in the range between 190 – 1100 nm obtained from PG Instruments T80 UV-Vis spectrophotometer. The changes in the optical constants such as the extinction coefficient, absorption coefficient and refractive index, optical band gap and optical density determined with the rise of the absorbed dose.

The changes in optical transmittance, reflectance and absorbance of the irradiated ZrO<sub>2</sub> thin film samples were examined with the rise of the absorbed dose. The rise of the grain size according to the irradiation resulted with the decrease of the optical transmittance and reflectance and the increase of the optical absorbance of the irradiated thin film at 0.672 Gy.

The optical constants of ZrO<sub>2</sub> thin films were affected by the gamma irradiation. It was possible to determine the changes in optical constants such as the refractive index (n), extinction coefficient (k) and absorption coefficient ( $\alpha$ ) with the rise of the grain size in this study. There were the increases in n, k and  $\alpha$  values of the irradiated ZrO<sub>2</sub> thin film as the result of the increase in grain size. The increase of the optical constants of the irradiated films was related with the gathering of the grains at the surface of the film with the controlling of the absorbed dose according to the SEM images. Photoluminescence studies provide information about the electronic band transitions, structure, defects and chemical composition of the optical materials. For ZrO<sub>2</sub> thin film, the photoluminescence is of much interest for both theoretical and experimental investigations. A broad photoluminescence emission is observed at ~480 nm for ZrO<sub>2</sub> structures after the samples are induced by UV irradiation in the literature. In this study, it was determined that there were the dramatic changes in optical constants at ~ 480 nm. The photoluminescence effect at ~480 nm supported the rise of the optical transmittance and decrease of the optical absorbance slightly depending on the increase of the scattered photons. Besides, the decrease of the optical absorbance has led the decrease of the optical constants over ~ 480 nm. It was thought that the improvement of the grain sizes in irradiated ZrO<sub>2</sub> thin film at 0.672 Gy indicated the enhancement of the photoluminescence effect dominantly due to the coarse grains.

Similarly, the maximum change in optical density was determined at the thin film irradiated at 0.672 Gy which had coarse grains. Because of the photoluminescence effect over ~480 nm in the film structure, there was a characteristic change in optical density of the irradiated thin films especially at 0.672 Gy. It was determined that irradiated ZrO<sub>2</sub> thin films had direct band transition and the optical band gap was decreased with the rise of the grain size.

In addition, the contact angle measurement was applied to the irradiated ZrO<sub>2</sub> thin films and the changes of contact angle were determined according to the increase absorbed dose. The contact angle values of the ZrO<sub>2</sub> thin film decreased slightly and a minimum value of around 24.62° was obtained with the increase of the grain size when the absorbed dose was set to 0.672 Gy. The rise of the grain size led to increase the surface roughness and the decrease of contact angle values of the thin film resulted with the improvement of the hydrophilic properties. Hence, the contact angle was decreased by irradiation and wettability of hydrophilic nanostructured ZrO<sub>2</sub> surface was modified slightly with increasing surface roughness. The nanoscale roughness having coarse grains (~87 nm) has influenced the surface wettability slightly at 0.672 Gy. The ZrO<sub>2</sub> thin film derived on soda-lime glasses has presented a relation between the refractive index and hydrophilic properties as the result of the change in the size of the grains.

In the present thesis, the optical properties of ZrO<sub>2</sub> thin film irradiated at 0.672 Gy was enhanced as more anti-reflective and hydrophilic. The optical and surface properties of coatings with ZrO<sub>2</sub> thin film can be improved by irradiation with ionizing radiation. The applications including ZrO<sub>2</sub> coating irradiated by ionizing radiation can use in many industrial field such as optic, semiconductor, optoelectronics, automotive, etc.



## 1. GİRİŞ

Günümüzde nano tanecikli metal oksitler, sahip oldukları fiziksel ve kimyasal özellikleri sayesinde fotovoltaiik devreler, sensörler, transparant elektrotlar gibi bir çok alanda ilgi çeken malzemelerdir (Berlin ve Joy, 2015; Selvam ve diğ., 2013).

Zirkonya ( $ZrO_2$ ) ince filmler, termal kararlılık, redoks ve yüksek oksijen depolama gibi özelliklerinden dolayı çoğu araştırmacı tarafından dikkat çekmektedir. Fiziksel özelliklerinden dolayı, zirkonya yakıt hücreleri, iyonik iletkenlerde ve seramiklerde kullanılmaktadır. Zirkonya yapısal ve elektriksel amaçlar için kullanılan ve termal ve mekanik kararlılığa sahip zehirli olmayan inorganik bir malzemedir. Yüksek dielektrik katsayısına sahip malzemeler, metal-oksit-yarıiletken araçlarda silikanın yerini almaya başlamıştır. Zirkonya da yüksek dielektrik sabiti, düşük kaçak akım ve termal kararlılığı sayesinde silikanın yerini almaya adaydır (Padmamalini ve Ambujam, 2014). Ayrıca yüksek kırılma indisi, geniş optik bant aralığı ve görünür ve yakın kızıl ötesi bölgede yüksek saydamlık gibi üstün optik özellikleri vardır. Bu optik özelliklerinden dolayı filtreler, yansıtıcı aynalar, elektro-optik aygıtlar, optik kaplamalar gibi bu alanda oldukça geniş çapta kullanılmaktadır.

İnce filmlerin mikro yapıları, üretilme işlem ve koşullarına oldukça bağlıdır. Bir ince filmin optik özellikleri de mikro yapılarıyla ilişkilidir ve bu nedenle aralarındaki ilişkiye dair çalışmalar devam etmektedir (Zhao ve diğ., 2008).

$ZrO_2$  ince filmler çeşitli yöntemlerle elde edilebilirler. Bu yöntemler kimyasal buhar biriktirme (CVD), püskürtme, atomik katman biriktirme (ALD) ve sıvı fazda biriktirme (LPD) ve sol-jel sayılabilir (Cabello ve diğ., 2008).

Sol-jel işlemi ince film geliştirmek için büyük bir potansiyele sahiptir. Bu yöntemin en önemli avantajları düşük maliyet, film saflığını kontrol edebilmek, homojenlik, altlığın iki yüzünü eş zamanlı kaplayabilme ve çoklu film oluşturabilme olarak sayılabilir (Bensouyad ve diğ., 2010).

1896 yılında H. Becquerel'in uranyum tuzlarından gözle görülmeyen ve fotoğraf filmine etki eden ışınların yayıldığını farketmesiyle ortaya çıkan ve M. Curie ve

E. Rutherford tarafından yapılan çalışmalarla günümüze kadar gelişerek gelen nükleer tekniklerin önemi her geçen gün artmaktadır. Özellikle endüstride ve kalite kontrolde, pratik, ekonomik ve uygun sistemler olarak karşımıza çıkmaktadır. Nükleer teknikler belli bir kaç temel ilkeye dayanır ve bazı parametrelerinin değiştirilmesiyle uzay teknolojisinden gıda teknolojisine kadar endüstrinin bir çok alanında kullanılmaktadır (Bilge, 1991)

### **1.1 Tezin Amacı**

Bu tez çalışmasının amacı sol-jel daldırarak kaplama yöntemi ile üretilen ve gama ışınlarına maruz kalan  $ZrO_2$  ince filmlerin yapısal ve optik karakterizasyonunun yapılmasıdır.

Elde edilen dört farklı soğurulma doz seviyesine sahip  $ZrO_2$  ince filmlerin, optik geçirgenlik ve yansıtıcılık eğrileri elektromanyetik spektrumun mor ötesi, görünür ve yakın kızıl ötesi bölgelerde ölçüm alabilen spektrofotometre ile belirlenmesi ve soğurulan doza bağlı değişimlerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Buna ek olarak, kırılma indisi, söndürme ve soğurma katsayısı gibi optik sabitlerinin, optik bant geçişlerinin ve optik yoğunluklarının doz artışına bağlı olarak değişimlerinin incelenmesi hedeflenmiştir.

Ayrıca ışınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin yapısal özelliklerindeki değişimlerin daha ayrıntılı belirlenmesi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntülerinin elde edilmesi ve temas açısı değerlerinin belirlenmesi hedeflenmiştir. Bir diğer amaç ise, radyasyon karşısındaki davranışlarının belirlenmesi için gama ve beta transmisyon düzeneğiyle hem gama hem beta ışınlarını zayıflatma katsayılarının belirlenmesidir.

### **1.2 Literatür Taraması**

Literatür incelendiğinde, ince filmlerin mikro yapıları ile üretilme işlemleri ve optik, elektrik, mekanik gibi karakteristik özellikleri arasındaki ilişkiyi ortaya koymak adına bir çok çalışma yapıldığı görülmektedir. Ayrıca literatürde ince filmlerin özelliklerinin iyileştirilmesi için nükleer yöntemler gibi teknikler kullanıldığı ve radyasyonun ince filmi nasıl etkilediğinin belirlenmesine yönelik araştırmalar devam etmektedir.

Luo ve arkadaşları yaptıkları bir çalışmada ince film oluşturmak için sahip olduğu termal kararlılık, yüksek kırılma indisi ve dayanıklılık, kimyasal inertlik özelliklerinden dolayı zirkonyayı seçip mor ötesi ışınlarla iyileştirmişlerdir. Zirkonya nanoparçacıklı saydam ince filmleri daldırarak ve döndürerek sol-jel yöntemiyle cam yüzeyler üzerine kaplamışlardır. Sol-jel yöntemi yüksek vakum ortam gerektirmeyen, pahalı olmayan ve geniş yüzeylere uygulanabilen bir yöntem olduğu için tercih edilmiştir. Elde edilen ıslak jeller, 1 kW gücünde mor ötesi lamba kullanılarak en yüksek 365 nm dalga boyunda ışınlanmışlardır. Yaptıkları karakterizasyon çalışmaları sonucunda filmlerin kırılma indislerinin 632 nm dalga boyunda 1.63'ten 1.77'e çıktığını belirlemişlerdir. Ayrıca elde edilen filmlerin yüksek sertliğe ve Young modülüne sahip olduğu belirlenmiştir. Mor ötesi radyasyona maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> nano parçacıklara sahip ince filmin yansıtıcı olmayan kaplamalar, çizilmelere dayanıklı kaplamalar ve bariyer kaplamalar için uygun bir aday olabileceği belirtilmiştir (Lou ve diğ., 2009).

Yilbas yaptığı bir çalışmada, itriya katkılı zirkonyayı yüzey hidrofobikliğini geliştirmek için 2 kW gücünde lazerle ışınlamıştır. İyileştirilen zirkonya yüzeylerinin morfolojik ve metalurjik değişimleri taramalı elektron mikroskobu, atomal kuvvet mikroskobu, enerji dağılımlı spektroskopi ve X ışını kırınımı teknikleriyle belirlenmiştir. Lazerle ışınlanmış yüzeylerin ıslaklık seviyesi ise temas açısı ölçümleri ile değerlendirilmiştir. Yapılan bu karakterizasyon çalışmaları sonucunda, lazerle iyileştirilen yüzeylerin mikro ve nano boyutta oluklardan oluştuğu ve bunların yüzeylerin hidrofobikliğini geliştirdiği belirlenmiştir. Aynı zamanda lazerle iyileştirmeyle yüzeylerin pürüzlülüğünün 0.35 µm boyutuyla maksimum pürüzlülüğü oluşturduğu tespit edilmiştir. Ayrıca yüzeylerin lazerle iyileştirilmesi sonucunda yüzeylerin mikrosertliğinin iyileştiği belirtilmiştir (Yilbas, 2015).

Chernov ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada ise saf ZrO<sub>2</sub> tozları sol-jel yöntemiyle zirkonyum oksiklorür kullanılarak hazırlamıştır. Elde edilen ıslak jel oda sıcaklığında yaşlandırılmış ve 373 °K sıcaklıkta 30 dakika boyunca kurutulmuştur. Daha sonra elde edilen ıslak jeller kalsinasyon işlemi için 873-1273 °K aralığındaki farklı sıcaklık değerlerinde 30 dakika boyunca bekletilmiştir. Beta ışınlama işlemleri ise yaklaşık 5 Gy/dakika doz hızında 0.04 Ci aktivitedeki <sup>90</sup>Sr-<sup>90</sup>Y kaynak kullanılarak yapılmıştır. Beta ile ışınlanan örneklerin 340, 415, 470 and 540 °K'de termoluminesans pikleri verdiği belirlenmiştir. Kalsinasyon sıcaklığının ZrO<sub>2</sub>

duyarlılığını etkilediğini ve bu termoluminesans piklerinin ışınlamayla oluşan oksijen boşluklarıyla ilişkili olduğu belirlenmiştir. Saf ya da katkılı zirkonyanın iyonizan radyasyonla ya da mor ötesi ışınlarla ışınlamadan sonra yeterli yükseklikte termoluminesans verimine sahip olduğu belirtilmiştir (Chernov ve diğ., 2006).

Sickafus ve arkadaşları yaptığı bir çalışmada; Y, Ca ve Er katkılayarak kararlı hale getirilmiş ve kararlı olmayan saf halde monoklinik yapıdaki zirkonyanın radyasyon karşısındaki davranışlarını, Rutherford geri saçılmalı spektrometre, X ışını kırınımı analizi ve geçirimli elektron mikroskobu kullanarak değerlendirmişlerdir. Zirkonya örnekleri  $340\pm 400$  keV enerji  $Xe^{++}$  iyonlarıyla 170-300 °K derece aralığında, 72 MeV enerjili  $^{127}I$  iyonlarıyla ise 300-1170 °K derece aralığında ışınlanmıştır. Yapılan karakterizasyon çalışmaları sonucunda, 72 MeV enerjili  $^{127}I$  iyonlarıyla ışınlama durumunda zirkonyanın mikro yapısında bazı kusurlar gözlenmiştir. Xe iyonlarıyla yapılan ışınlamada zirkonyanın yapısında oluşan kusurların üç aşamada kendini gösterdiği belirlenmiştir. (1) izole olmuş kusur yığınlarının oluşumu (2) kusur yığınlarının ve oluşan dislokasyonların bağlantı kurmasından dolayı, küçük bir iyon dozunun üzerinde zararın hızlı arttığı bir geçiş aşaması (3) kusur yığınlarının iyon dozuyla beraber yavaşça doyuma ulaştığı aşama. Kararlı hale getirilen zirkonyanın kristal yapısında doza bağlı bu üç aşamayla önemli bir şekilde değiştiği gözlemlenmemiştir. Kararlı olmayan ve monoklinik yapıdaki zirkonyanın ise daha yüksek simetrik tetragonal ve kübik faza dönüştüğü gözlenmiştir (Sickafus ve diğ., 1999).

Joy ve arkadaşları, oldukça saydam yapıya sahip nano kristal zirkonya ince filmi,  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  öncül solüsyon kullanarak sol-jel daldırarak kaplama yöntemiyle üretmişlerdir. Üretilen zirkonya filmler 200, 300, 400 ve 500 °C olmak üzere dört farklı sıcaklıkta tavlansmıştır. X ışını kırınımı analizi (XRD) sonuçlarına göre 400 °C sıcaklıkta tavlanan filmlerin 13.6 nm boyutlu parçacıklardan oluşan tetragonal fazda oluştuğu belirlenmiştir. En şiddetli fotoluminesans bandının 391 nm dalga boyunda ve 300 nm merkezli geniş bir bant aralığında olduğu belirlenmiştir. Tavlama sıcaklığının artmasıyla meydana gelen fotoluminesans şiddetindeki artışın OH gruplarının indirgenmesine ve filmin kristalliğindeki artışa bağlıdır. Nano kristal yapıdaki zirkonya ince filmdeki kusurların enerji transferinde önemli bir rolü olduğu belirtilmiştir (Joy ve diğ., 2011).



### **1.3 Hipotez**

Zirkonya ( $ZrO_2$ ) ince film, sol-jel daldırarak kaplama yöntemi ile üretilip gama ışınlarına maruz bırakılarak, radyasyon karşısında değişen yapısal ve optik özellikleri belirlenebilir.  $ZrO_2$  ince filmlerin karakteristik özelliklerinin iyileştirilmesi için gama ışınlarına maruz bırakarak ince filmin mikro yapısı değiştirilebilir.  $ZrO_2$  ince filmin optik ve yapısal özelliklerini olumlu yönde etkileyecek doz seviyesi belirlenebilir.



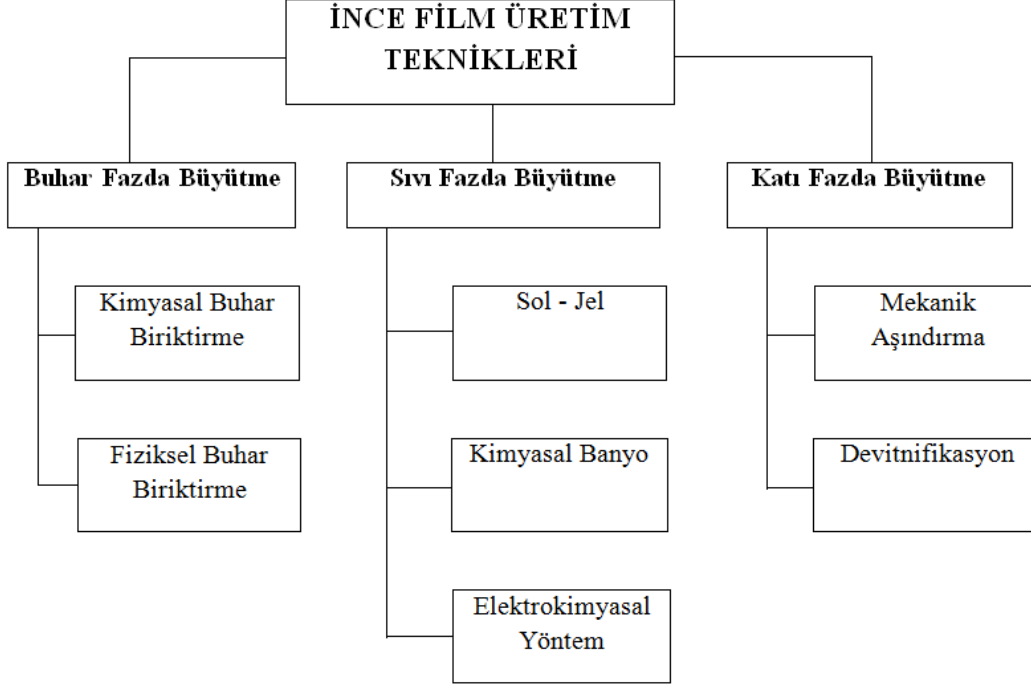
## 2. İNCE FİMLERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ VE ÖZELLİKLERİ

İnce filmler, kaplanacak malzemenin atomlarının ya da moleküllerinin film oluşturulacak bir taban üzerine mikro ve nano boyutta dizilmesi ile oluşturulan malzemelerdir. İnce filmler, optoelektronik malzeme endüstrisinin temelini oluşturduğundan dolayı teknolojik ve bilimsel araştırmalarda önemli bir yer tutmaktadır (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).

Teknolojik gelişmelerin temel ve belirleyici unsurlarından biri olan ince filmler, çeşitli özellikleri sayesinde farklı teknolojik uygulamalarda kullanılır. Elektriksel özellikleri sayesinde direnç, kapasitör ve endüktans gibi pasif ve aktif devre elemanı, transistör, diyot vb. yarı iletken ve süper iletken cihazlarda, yalıtım ve iletim kaplamalarda, optiksel özelliklerinden dolayı yansıtıcı ve yansıtıcı olmayan kaplamalarda, girişim filtrelerinde, optiksel disklerde, manyetik özelliklerinden dolayı hafıza disklerde, kimyasal özelliklerinden dolayı malzeme uygulamalarında aşınmayı, ısınmayı, oksidasyonu veya korozyonu engelleyici, koruyucu tabaka olarak, sensörler gibi dış etkenleri algılayıcı cihazların yapımında ve bunlar gibi birçok uygulamada ince filmler kullanılmaktadır (Sönmezoğlu ve diğ., 2012; Türhan ve Tepehan, 2009).

İnce filmler istenen özellikleri gösterebilmek için uygun karakteristik özelliklere sahip olmalıdır. Dolayısıyla, farklı üretim teknikleri ve birbirinden farklı altlık malzemelerin üzerinde daha kaliteli ince filmlerin üretimi sağlanmaktadır.

İnce film üretim yöntemleri; malzeme yüzeylerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerinin değiştirilmesine imkan sağlayan, katı, sıvı ve gaz olmak üzere üç farklı fazda gerçekleştirilen teknikler olarak Şekil 2.1’de gösterildiği gibi üç ana grupta toplanabilir (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).



**Şekil 2.1 :** İnce film üretim yöntemleri (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).

## 2.1 Sol – Jel Yöntemi

Sol-jel yönteminin kökeni Fransız kimyacı J.J.Ebelmen'in hidroksitin ısıtılmasıyla uranyum oksitini sentezlenebildiğini rapor ettiği 1842 yılına dayanır. 1950'lerde R.Roy ve meslektaşları, yeni seramik oksitlerin sentezi olarak sol-jel işlemini değiştirdiler ve sol-jel silikat tozlarını endüstride popüler hale getirdiler. 1971 yılında, katyonik yüzey aktif madde varlığında tetraetoksisilanın (TEOS) hidrolizini içeren düşük yoğunluklu silikanın üretiminin patenti alındı. 1980'lerin ortalarında, birçok malzeme bilim adamları ve kimyacıları, H.Schmidt ve G.L.Wilkes tarafından temsil edilen, organik-inorganik hibrid materyalleri (OIHMs) sol-jel işlemiyle üretmeye başladı ve bir seri öncü makaleler yayınlandı. Bundan sonra, sol-jel teknolojisi, özellikle seramik, polimer, kimya, organik ve inorganik kimya, fizik alanlarında oldukça dikkat çekti ve özgün OIHMs hazırlanmasında kaçınılmaz bir rol oynadı (Wang ve Bierwagen, 2009).

Sol-jel işlemi, öncelikli olarak cam ve seramik gibi inorganik materyallerin hazırlanmasında kullanılan bir kimyasal sentez yöntemidir (Wang ve Bierwagen, 2009). Sol-jel teknolojisi ile, yüksek sıcaklık kimyası olarak bilinen geleneksel seramik ve cam teknolojisinin aksine, oda sıcaklığında ve laboratuvar koşullarında üç boyutlu cam ve seramik materyaller üretilebilmektedir. Ayrıca, geleneksel seramikler

çoğunlukla sadece inorganik malzemelerden oluşurken, sol-jel teknolojisi ile metal-organik ve organik bileşenlerden malzemeler üretmek mümkündür (Klein, 1994).

Sol-jel yöntemi ince film elde etmek ve kaplama yapmak için oldukça kullanışlı bir yöntemdir ve genel olarak bu yöntemde sistem sıvı fazdan (sol) katı faza (jel) geçiş yapar. Bu yöntemle, saf ve küresel biçimli tozlar, ince film kaplamalar, seramik fiberler, mikro gözenekli inorganik zarlar ya da aşırı gözenekli aerjel malzemeler gibi birçok seramik ve cam malzeme üretmek mümkündür (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).

Sol-jel işleminin aşamaları temel olarak aşağıda verilmiştir. Farklı uygulama ve teknolojiler için her aşama özelleştirilebilir, burada sadece sol-jel teknolojisinin genel ilkelerinden bahsedilmektedir (Klein, 1994).

1. sol ya da çökeltme başlatıcı toz yapma, bir kalıpta solü jelleştirme (ya da ince film durumunda bir altlıkta)
2. kurutma,
3. fırınlama ve sinterleme (Klein, 1994).

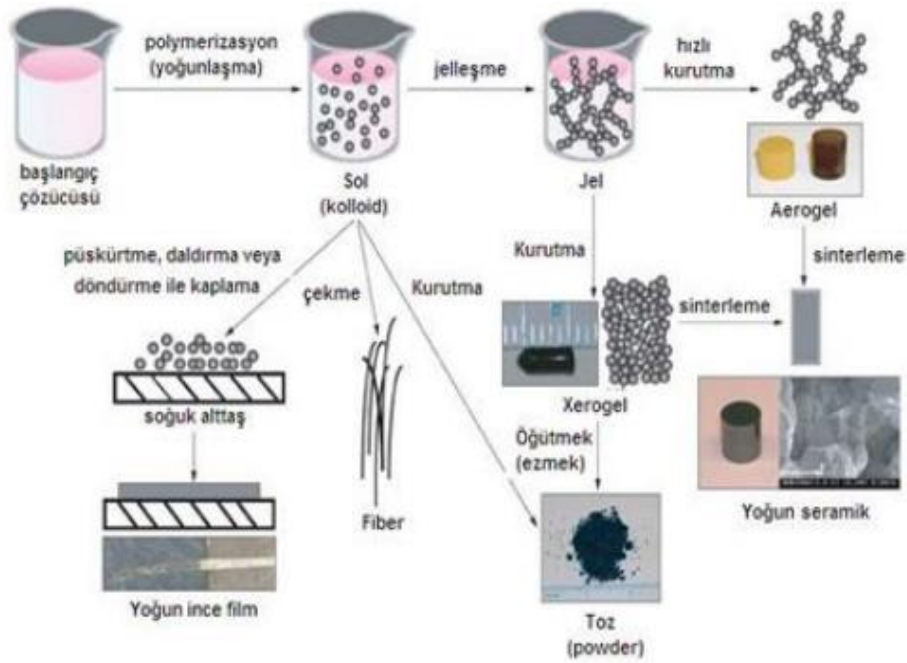
Bu yöntemde kullanılan sol terimi solüsyondan farklıdır. Solüsyon tek fazlı bir sistemken, sol genellikle sıvı olan diğer temel fazdaki bir fazın küçük parçacıklarının süspansiyonudur. Eğer sol, jel haline dönüşmezse, genellikle dağınık fazın çok küçük parçacıklarından dolayı solüsyon olarak stabil kalır ve yerçekimi kuvveti yoksanabilir. Soldeki parçacıklar biraraya gelip ağırlaşmaya başladıkları zaman, yoğunlaşıp çökmeye başlarlar. Onlar genellikle üç boyutlu ve devamlı bir network oluştururlarsa, hareketliliğini kaybederek jel formunu oluştururlar. Jel genellikle yumuşak ve düşük elastik modülüne sahip bir katıdır.

Jel formuna dönüşebilen bir sol oluşturmak için iki temel olasılık vardır: 1) moleküller polimerizasyon yapabilir (alkoksit jel), 2) sıvı ortam içinde dağınık partiküller çeşitli mekanizmalar sonucu bir network oluşturabilir (partikül jel) (Klein, 1994).

Sol için başlangıç malzemeleri inorganik tuzlar ya da metal inorganik bileşenlerdir. Genellikle başlangıç malzemeleri olarak alkoksitler kullanılır, ki bunlar  $M(OR)_n$  yapısındaki organometalik maddelerdir. (M: n değerliğinde metal, R: alkil grup

$C_xH_{2x+1}$ ). Hidroliz ve kondensasyon olmak üzere iki grup reaksiyon sayesinde, alkoksitler üç boyutlu bağlantılı bir örgüyle çevrilir (Bach ve Krause, 1997).

Sol-jel işleminde ana malzeme bir çözücü içinde çözünüp, hidroliz ve polimerizasyon tepkimeleri ile kolloidal bir yapı olan sole dönüşür. Sol üzerinde devam eden süreçler sonunda farklı formlarda seramik malzemeler ya da bir alt tabaka üzerine solün çeşitli yöntemlerle kaplanmasıyla ince film üretilebilir. İnce film üretmek için bir altlık üzerine kaplanan sol ıslak jel (xerojel) haline dönüşür. Sol içindeki moleküller arası Van Der Waals ve elektriksel itme kuvvetlerinin etkisi yerçekimi kuvvetine göre daha fazladır ve bu nedenle çökme olayı meydana gelmez. Bu kuvvetlerin etkisiyle, çözelti genişleyerek büyük bir boyuta ulaşırsa bu maddeye jel denir (Sönmezoğlu ve diğ., 2012). Sonrasında oluşan jel, ısı işlemleri ( $400 - 1000^\circ\text{C}$ ) ile yoğunlaştırılır (Bach ve Krause, 1997). Sol-jel işleminin aşamaları Şekil 2.2'de gösterilmiştir (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).



**Şekil 2.2** : Sol-jel kaplama işlem aşamaları (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).

Çözeltideki reaksiyonlar birçok parametreye bağlıdır:

- Kullanılan alkoksit ya da çözücülerin kompozisyon ve konsantrasyonları,
- Eklenen su miktarı,
- Kullanılan katalizör (yapısı, konsantrasyonu),

- Yardımcı ilaveler ve karıştırma koşulları ( yüzey-hacim oranı, atmosfer gibi),
- Karıştırma zamanı,
- Sıcaklık (Bach ve Krause, 1997).

Sol-jel yöntemi optik malzemeler üretmek için de oldukça elverişlidir. Fakat optik materyaller için kullanılacak uygulamaya göre, saydamlık, hidrofilik, kırılma indisi ya da gözenekliliğin kontrolü gibi özel özellikler gerekir. Metal alkoksitlerin kimyasal modifikasyonu polimerizasyon süreci boyunca kimyasal bir kontrol sağlar. ORMOCER (organik olarak modifiye edilmiş seramik malzemeler) olarak bilinen hibrid organik-inorganik materyaller gözenekli olmayan saydam matrisler olarak sol-jel optiklerinde kullanılmaktadır. Organik çözücülerde metal oksitlerin düşük sıcaklıkta sentezi, alkoksit çözücüye organik bileşenlerin eklenmesi olasılığını oluşturur. Hidroliz ve kondensasyon, organik moleküllerin tutunduğu oksit bir networkun oluşmasını sağlar. Bu şekilde oluşturulan sol-jel kaplamalar ya da filmler, kimyasal sensör ya da lüminesans malzeme gibi optik uygulamalarda kullanılır (Klein, 1994).

Sol – jel yönteminin birçok önemli avantajı vardır:

- Bu yöntemde kullanılan alet ve malzemeler çok basittir (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).
- Bu yöntemle elde edilmiş filmlerin kalınlığı yüzeyin her yerinde aynıdır ve saf bir kaplama elde edilir (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).
- Saf ve homojen filmlerin düşük ısılarda hazırlanabilmesi (oda sıcaklığına yakın bir değerde) enerji tasarrufu sağlar, hazırlanan ortamla etkileşimde bulunmaz (Sönmezoğlu ve diğ., 2012; Wang ve Bierwagen, 2009).
- En büyük avantajı ise, kaplanan filmin mikro yapısının kolayca kontrol edilebilir olmasıdır. Bu yöntem ile gözenekli yapı elde edilebildiği için düşük kırılma indisli filmler yapmak mümkündür (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).
- Bunun yanı sıra çok katlı kaplama yapmak mümkündür. Bu yöntem, cismin geometrisi ile sınırlı değildir. Sıvı başlatıcılar kullanıldığı için, her türlü geometrik şekle sahip malzemeler üzerine bu yöntemle kaplama yapılabilir (Sönmezoğlu ve diğ., 2012; Wang ve Bierwagen, 2009).

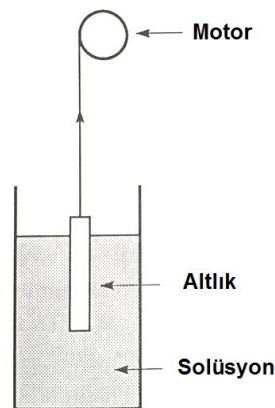
- Sol-jel filmler yeşil kaplama teknolojilerini oluşturur. Bu işlemden, son üründe safsızlıkların kalmadığı bileşikler kullanılır, atık oluşturmaz ve yıkama işlemi gerektirmez (Wang ve Bierwagen, 2009).

Ancak sol-jel yöntemini bazı dezavantajları da vardır. Bunlar; kaplama sırasında malzeme kaybı fazla olabileceği için maliyet fazla olabilir. Ayrıca kullanılan kimyasallar sağlığa zararlı olabilir (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).

### 2.1.1 Daldırarak kaplama yöntemi

Daldırarak kaplama yöntemi, ilk sol-jel kaplama yöntemi olarak kullanıldı ve 1959 yılında ticarileşti (Klein, 1994). Daldırarak kaplama yöntemi, altlık malzemenin çözelti içine belirli bir hızla daldırılıp, aynı hızla geri çekilmesi esasına dayanır. Daldırarak kaplama yöntemi; daldırma, yukarı çekme, kaplama, süzülme ve buharlaşma olmak üzere beş aşamadan oluşur (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).

Daldırma aşamasında altlık sabit bir hızla solün içine daldırılır, yukarı çekme aşamasında ise aynı sabit hızla beklenmeden yukarı çekilir. Üçüncü aşama olan kaplamada ise, altlık malzemenin sol ile temas giren kısımları kaplanmış olur. Bu aşamada etkili olan kuvvetler yer çekimi kuvveti, sol ile altlık arasındaki taşıyıcı kuvveti ile yüzey gerilimi sayılabilir. Daldırma sonunda, fazla olan sol damlacıkları altlık kenarlarından süzülerek yüzeyi terk eder, yüzeyi terk edemeyen sol damlacıkları ise buharlaşır. Tüm bu aşamaların ardından altlık üzerinde kalan sol tavlama işlemiyle ince film haline dönüşür (Sönmezoğlu ve diğ., 2012). Daldırarak kaplama yönteminin şematik gösterimi Şekil 2.3'te gösterilmiştir.



Şekil 2.3 : Daldırarak kaplama yöntemi (Klein, 1994).



Film kalınlığı ile altlık hızı arasındaki ilişki Eşitlik 2.1'deki yaklaşım ile açıklanabilir:

$$d = \left[ \frac{\eta v}{\rho} \right]^{1/2} \quad (2.1)$$

d: film kalınlığı,

$\eta$ : sıvının viskozitesi,

v: altlık hızı,

$\rho$ : sıvının yoğunluğu (Klein, 1994).

Daldırarak kaplama yönteminin , diğer yöntemlere kıyasla birçok avantaja sahiptir:

- Düşük maliyetle yapılabilen basit bir kaplama yöntemidir.
- Bu teknikle, her şekilde ve boyutta altlıkların kaplanması mümkündür. Böylece, düzgün ve kontrol edilebilen, yüzey boyunca homojen bir kalınlık elde edilebilir.
- Bu teknikle, kontaminasyonu minimum düzeyde tutmak ve gerekli atmosfer şartlarını kontrol etmek kolaydır. (Sönmezoğlu ve diğ., 2012; Klein, 1994).

Daldırarak kaplama yönteminin bazı dezavantajları da vardır:

- Geniş yüzeylerin kaplanması için kısmen daha fazla solüsyon gerekir. Bu da maliyeti arttırmaktadır.
- Çapraz kontaminasyondan dolayı çok tabakalı kaplamalar için iyi olmayan bir yöntemdir.
- Altlığın iki tarafı birden kaplandığı için, tek taraflı kaplama gerektiren bir uygulama için uygun olmayabilir (Klein, 1994).

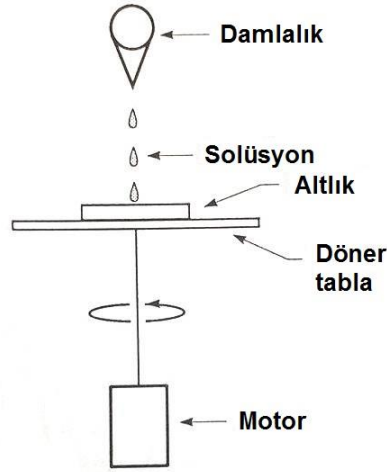
### **2.1.2 Döndürerek kaplama yöntemi**

Döndürerek kaplama yöntemi, mikroelektronik endüstrinin hızlı ve etkili kaplama yöntemi ihtiyacından doğmuştur. Bazı limitlerine rağmen, hızlı ve geleneksel sol-jel kaplama yöntemlerinden biridir (Klein, 1994).

Döndürme yöntemi ile film kaplama işlemi, kaplama, döndürme, döndürmeyi sonlandırma ve buharlaştırma olmak üzere dört aşamaya ayrılabilir. Kaplama aşamasında, yüzey üzerine bir miktar sol dökülür ve ikinci aşama olan döndürmede

sol merkezci kuvvetin etkisiyle taşıyıcı yüzeyin dışına doğru akar. Döndürme işleminin sonunda fazla olan sol taşıyıcı yüzeyinden taşar. Bu şekilde akışkanlığa karşı olan direncin büyümesi ile film incelmeye başlar. Bu sırada, uçucu olmayan madde konsantrasyonundaki artış, akışkanlığa karşı bu direncin artmasına sebep olur. Filmlerin incelmesindeki son ve en önemli aşama ise buharlaşmadır.

Döndürerek kaplama yönteminde, solün viskozitesi değişmedikçe film kalınlığı aynı kalır ve bu durumdan sorumlu kuvvetler, merkezci kuvvet ve sürtünme kuvvetidir. Döndürme aşamasındaki merkezci kuvvet, yer çekimi kuvvetinin ihmal edilmesine sebep olur (Sönmezoğlu ve diğ., 2012). Döndürerek kaplama yönteminin şematik gösterimi Şekil 2.4'te gösterilmiştir.



**Şekil 2.4 :** Döndürerek kaplama yöntemi (Klein, 1994).

İdeal bir sistemde, kaplama kalınlığı Eşitlik 2.2'deki yaklaşımla belirlenebilir.

$$d = \left[ \frac{1}{v} \right]^{1/2} \quad (2.2)$$

d: kaplama kalınlığı,

v: dönme hızı (Klein, 1994).

Döndürerek kaplama yönteminin avantajları aşağıdaki gibi sıralanabilir.

- Bu teknikle elde edilen ince film, yüzey boyunca homojen bir özellik gösterir.
- Bu işlemlerle, sert bir tabaka veya az eğimli altlıklar üzerine ince film üretilebilir ve kullanılan altlıklar daha küçük bir boyuta indirilebilir (Sönmezoğlu ve diğ., 2012).

- Geniş altlıklar için bile sadece küçük bir miktar solüsyon gereklidir ve işlem oldukça hızlıdır.
- Çoklu tabaka kaplamaları için oldukça iyidir. Uygulama arasında kullanılan altlık kaplayıcıda kalabilir. Tüm ticari ekipmanlar için uygundur (Klein, 1994).

Bu yöntemin dezavantajları ise;

- Gerçekten sadece dairesel altlıklar için iyi bir yöntemdir ve oldukça geniş yüzeylerde homojen kaplama yapmak zordur.
- Bu yöntem Newton uyumlu akışkanlar için uygundur ve kullanılacak çözücünün iyi seçilmesi gerekir.
- Ayrıca kaplama sistemini temiz tutmak zordur (Klein, 1994).

## **2.2 İnce Filmlerin Optik Özellikleri**

### **2.2.1 Temel optik kavramlar**

Işık optik bir ortama düştüğünde kısmen geçme, soğurma ve yansıma işlemlerine maruz kalır (Aydoğan, 2011). İnce film optiği tarafından araştırılan ışığın bu temel fiziksel özellikleri; filmin kompleks kırılma indisi ve kalınlığının bir fonksiyonu olarak ışığın elektromanyetik teorisinden belirlenmektedir. Yansıtma ve geçirgenlik Fresnel denklemlerine uyarlar ve soğurucu ortam için ise soğrulma (A), yansıma (R) ve geçirgenlik (T) toplamı 1'e eşittir (Sorar, 2008).

Malzemenin kristal düzlemine gelen elektromanyetik dalganın (ışığın) kristalde bulunan elektriksel yüklerle etkileşmesi sonucu enerji kaybına uğraması soğurma olarak adlandırılır (Tombak, 2012). Soğurma, ışığın malzeme içinde yayılması sırasında, eğer ışığın frekansı ortamdaki atomların geçiş frekansı ile rezonansa ise oluşur. Bu durumda, ışın demeti ortam içinde zayıflar ve soğurulmayan ışık ortamı geçer. Sonuç olarak, ortamın geçirgenliği açıkça soğurma ile ilgilidir (Sorar, 2008).

Soğurma ölçümü yapılırken, bir görünür/morötesi ışık demeti kararlı şartlar altında bir numune üzerine düşürülür ve numunenin diğer yüzeyine iletilen ışık bir spektrometre yardımıyla bir fotodedektör ile kaydedilir. Böylece bir numunenin geçirgenliği ve soğurması dalga boyunun fonksiyonu olarak bulunabilir (Aydoğan, 2011).

Soğurma t kalınlıklı numuneye  $I_0$  ışık şiddetli ve  $\lambda$  dalga boyu bir ışık demeti gönderilir. Geçen ışığın şiddeti gelen ışığın şiddetine, fotonun dalga boyuna ve numunenin kalınlığına bağlı olarak Eşitlik 2.3'teki gibidir (Şener, 2006).

$$I = I_0 e^{-\alpha t} \quad (2.3)$$

$$e^{\alpha t} = \frac{I_0}{I} \quad (2.4)$$

$$\alpha = \frac{1}{t} \ln \left( \frac{I_0}{I} \right) \quad (2.5)$$

elde edilir.  $\alpha$  katsayısı soğurma katsayısı olarak bilinir ve birimi  $\text{cm}^{-1}$ 'dir. Bu sayı fotonun dalga boyuna ve numuneye bağlı olarak değişir (Şener, 2006).

Elektromanyetik spektrumun mor ötesi ve görünür bölge spektrumu ile elde edilen geçirgenlik dalga boyu grafiğinden, her bir dalga boyuna karşılık geçirgenlik değerleri elde edilir. Bu grafikten yararlanarak  $\alpha$  soğurma katsayısı,

$$\alpha = \left( \frac{1}{t} \right) \ln \left( \frac{100}{T} \right) \quad (2.6)$$

denklemi ile hesaplanır.

t: Filmin kalınlığı

T: Geçirgenlik (Şener, 2006).

Geçirgenlik, bir ortamdan geçen ışığın şiddetinin numuneye gelen ışığın şiddetine oranı olarak ifade edilir ve (2.7) numaralı eşitlikle bulunabilir. Geçen ışığın miktarı, ön ve arka yüzeylerdeki yansıma ve ortam boyunca ışığın yayılmasıyla da ilgilidir (Sorar, 2008).

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (2.7)$$

Geçirgenlik ve soğurma arasındaki ilişki ise,

$$A = -\log T \quad (2.8)$$

eşitliği ile verilir (Tombak, 2012).

Işığın yansıyan kısmı, yansıma miktarını bulmak için toplanabilir ve Fresnel denklemleri ile verilen yansıyan ışığın gelen ışığa oranı ile (2.9) numaralı eşitlikle belirlenebilir:

$$R = \left| \frac{E_r}{E_i} \right|^2 = \left( \frac{n-1}{n+1} \right)^2 \quad (2.9)$$

Bu eşitlikte,  $E_r$  ve  $E_i$  sırasıyla yansıyan ve gelen ışığın enerjileri ve  $n$  ise ortamın kırılma indisini ifade etmektedir (Aydoğan, 2011).

Malzeme üzerine düşürülen ışığın malzeme ile yaptığı etkileşimlerden biri de kırılmadır. Kırılma, ortam üzerine düşen ışığın malzemenin içine geçerken doğrultu değiştirmesi olayıdır ve ışığın bu ortamda serbest ortama göre daha düşük hızda yayılmasına neden olur. Kırılmanın kendisi yayılan ışık dalgasının şiddetini etkilemez (Sorar, 2008; Tombak, 2012).

Metallerin optik özellikleri genellikle, kırılma indisi ( $n$ ) ve söndürme katsayısı ( $k$ ) ile karakterize edilir. Bu iki optik sabitten meydana gelen kompleks kırılma indisi  $N$ ;

$$N = n + ik \quad (2.10)$$

eşitliği ile verilir (Sorar, 2008).

Kırılma indisi, ışığın vakumdaki hızının ortamdaki hızına oranıdır. Söndürme katsayısı ise ortam boyunca ilerleyen dalganın eksponansiyel azalmasıyla ilgilidir ve absorpsiyonun bir ölçüsüdür. Bu sabitler dalgaboyu ve sıcaklığa bağlı olarak değişir (Sorar, 2008).

Optik bir ortam tarafından,  $\lambda$  dalgaboyundaki ışığın, soğurulmasını ifade eden soğurma katsayısı  $\alpha$  ile söndürme katsayısı,  $k$  arasında (2.11) numaralı eşitlikteki gibi bir ilişki vardır (Sorar, 2008).

$$\alpha = 4\pi k/\lambda \quad (2.11)$$

Bir malzemenin kırılma indisi dalgaboyunun bir fonksiyonudur ve yüksek kırılma indisine sahip daha fazla yansıtma özelliğine sahip olurlar. Atom numarası büyük olan ortamların elektron sayısının da fazla olmasından dolayı fotonlar daha fazla kırılmaya uğrarlar. Bu nedenle bir malzemenin kırılma indisi ve dielektrik sabiti arasında bir ilişki vardır.

Bir malzeme için kompleks dielektrik sabiti ( $\epsilon$ ) olmak üzere,

$$\epsilon = \epsilon_1 + i\epsilon_2 \quad (2.12)$$

eşitliği ile verilir.

Yapılan optik ölçümler sonucunda yansıtma katsayısı, kırılma indisi ve sönüm katsayısı doğrudan ölçülebilirken, dielektrik sabiti ( $\epsilon$ ) doğrudan ölçülemez. Bu nedenle, dielektrik sabiti ( $\epsilon$ ) ve kırılma indisi ( $n$ ) arasında

$$n = \sqrt{\epsilon} \quad (2.13)$$

ilişkisi vardır.

Dielektrik sabitinin gerçel kısmı (2.14) ve sanal kısmı ise (2.15) numaralı eşitliklerle ifade edilmektedir (Tombak, 2012).

$$\epsilon_1 = n^2 - k^2 \quad (2.14)$$

$$\epsilon_2 = 2nk \quad (2.15)$$

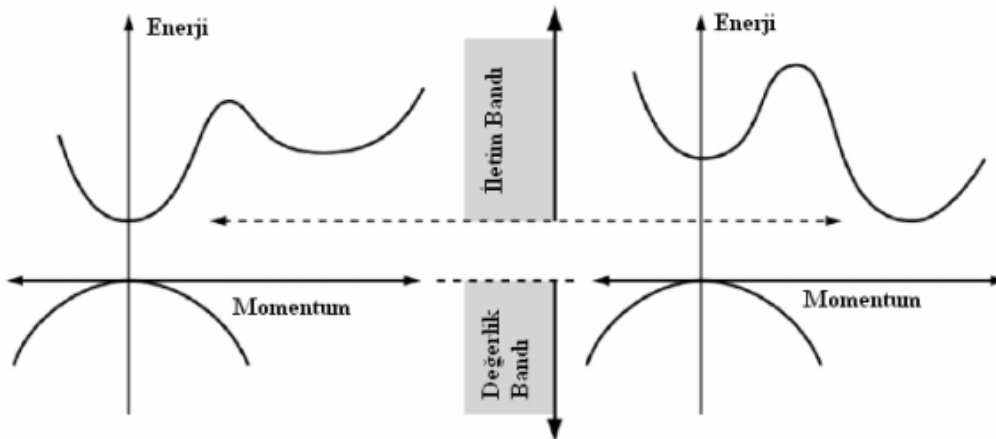
Optik yoğunluk ise hem film kalınlığı hem de soğurucu malzemenin konsantrasyonu ile orantılıdır (Hassanien ve Akl, 2016). İyonik safızlıklar, renk merkezleri ve yapıdaki kristal hatalar optik yoğunluktaki değişimleri açıklarken önemlidir. İnce filmlerin optik yoğunlukları (2.16) numaralı eşitlikle belirlenebilir (Baydoğan ve Tugrul, 2012).

$$D = \alpha t \log_{10} e - \log_{10} (1-R)^2 \quad (2.16)$$

Burada, D optik yoğunluğu,  $\alpha$  soğurulmayı, t ince film kalınlığını, R yansıtıcılığı ifade etmektedir.

### 2.2.2 Optik yapılarda elektronik geçiş tipleri ve optik bant aralıkları

Kristal ve amorf yapılarda doğrudan ve dolaylı olmak üzere iki çeşit bant geçişi vardır ve Şekil 2.5'te gösterilmiştir.



**Şekil 2.5 :** Doğrudan geçişli ve dolaylı geçişli bant aralıklarının gösterimi (Tombak, 2012).

Doğrudan geçiş durumu, malzemenin değerlik bandının maksimumu ile iletim bandının minimumunun aynı momentuma sahip olması durumunda görülür. Değerlik

bandındaki bir elektron momentum deęerinde deęişme olmadan bir foton soęurur ve fotondan aldığı enerji ile iletim bandına geçer.

Dolaylı bant aralığına sahip malzemelerin iletim bandının minimum enerjisi deęerlik bandının maksimumundakinden farklıdır. İletim bandındaki elektronlar hızlı bir şekilde minimum bant enerjisine inerler. Aynı ölçüde hollerde deęerlik bandının maksimumuna ulaşırlar. Bundan dolayı, doğrudan geçişli bir yarıiletkenin elektron ve deşiklerin momentumları eşit iken, dolaylı geçişli yarıiletkenlerin bu momentumları eşit deęildir. Bu sonuç azınlık taşıyıcıların ömürleri ve yarı iletkenlerin optik özelliklerinin sonucudur (Tombak, 2012).

Bantlar arası geçişlerde foton enerjisi ile soęurma katsayısı arasında şu ilişki vardır:

$$\alpha = A (h\nu - E_g)^m \quad (2.16)$$

Burada A bir sabit ve  $E_g$  yasak bant aralığıdır. m ise geçiş türünü belirler ve doğrudan, dolaylı ve yasak geçişler için sırasıyla 1/2, 2 ve 3/2 deęerlerine sahiptir. Foton enerjisi  $h\nu$ 'ye karşı  $(\alpha h\nu)^{1/m}$  eğrileri çizilip lineer kısımlar enerji eksenine ekstrapole edilirse  $E_g$  bulunmuş olur (Sorar, 2008).





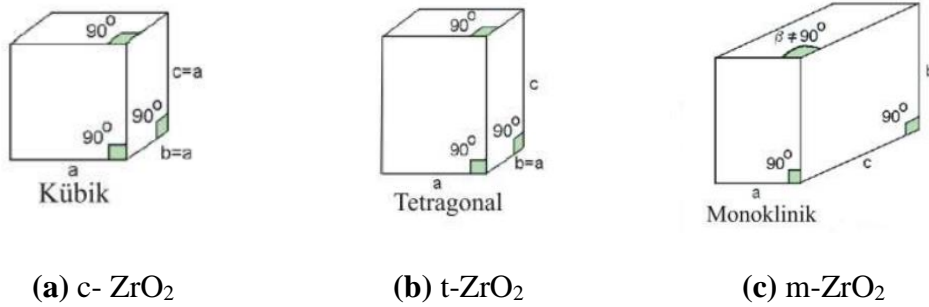
### 3. ZİRKONYUM OKSİT (ZrO<sub>2</sub>) İNCE FİLMLER

#### 3.1 ZrO<sub>2</sub> İnce Filmlerin Özellikleri

Zirkonyum (Zr) elementi periyodik cetvelin 4B grubunda olan geçiş elementlerindedir. Atom numarası 40, atom ağırlığı 91.22 g/mol'dir. Yoğunluğu 6.5 g/cm<sup>3</sup>, valansı 2 ve 4'tür. Doğada toplam 14 zirkonyum minerali bulunmaktadır ve bunlardan en önemlileri zirkon (ZrSiO<sub>4</sub>) ve zirkonya (ZrO<sub>2</sub>)'dır (Ramazanoğlu, 2002). Zirkonyum oksit ya da zirkonya (ZrO<sub>2</sub>), sahip olduğu termal, mekanik, optik ve elektrik özellikleri sayesinde oldukça ilgi çeken inorganik ve zehirli olmayan bir malzemedir (Lakshmi ve diğ., 2011; Bensouyad ve diğ., 2010). Zirkonyum oksit (ZrO<sub>2</sub>), ilk olarak 1789 yılında Alman kimyager Martin Heinrich Klaproth tarafından zirkon taşının ısıtılmasıyla elde edilip, 1824 yılında İsveçli kimyager Jöns Jacob Berzelius tarafından izole edilmiştir (Bultan ve diğ., 2010). Zirkonya, 1727 °C' nin altındaki sıcaklıklarda zirkonyumun kararlı yapıda bulunabilen tek oksididir (Evcin ve diğ., 2010).

Zirkonya (ZrO<sub>2</sub>), yüksek erime noktasına (2400 °C), yüksek yoğunluğa (5.83 g/cm<sup>3</sup>), yüksek kırılma tokluğuna (17.2 MPa.m<sup>0.5</sup>) ve mikro sertliğe (Vickers ölçeğine göre 700) sahiptir (Vemuri, 2009).

Zirkonya, monoklinik (m-ZrO<sub>2</sub>), tetragonal (t-ZrO<sub>2</sub>) ve kübik (c-ZrO<sub>2</sub>) olmak üzere üç farklı kristal formda bulunur. Zirkonyanın üç kristal yapısı şematik olarak Şekil 3.1'de gösterilmiştir.



Şekil 3.1 : ZrO<sub>2</sub>'nin a) kübik b) tetragonal c) monoklinik kristal yapısı (Url-1).

Şekil 3.1’de gösterildiği gibi kübik sistemin tüm boyutları birbirine eşittir. Tetragonal sistem ise tipik bir kare tabanlı dik prizmadır. Monoklinik yapı ise üç boyutu birbirinden farklı olan dikdörtgen tabanlı eğik prizmadır (Bultan ve diğ., 2010). Zirkonya’nın oda sıcaklığındaki doğal formu monoklinik ve 1170 °C’ye kadar kararlıdır. 2370 °C’ye kadar tetragonal faz kararlıdır, bu sıcaklıkta kübik yapıya dönüşüm gözlenir ve daha yüksek sıcaklık değerlerinde kübik fazda kalır (Evcin ve diğ., 2010).

ZrO<sub>2</sub> diğer oksitler gibi iyonik bağlı olup, saydamlık, ısı ve elektrik iletimine direnç, diamanyetizma, kimyasal kararlılık ve yüksek sıcaklıklarda iyonik iletkenlik gibi üstün özelliklere sahiptir. Ayrıca yüksek elastik modül ve sertlik, gevreklik, korozyona direnç ve yüksek sıcaklıkta düşük buhar basıncına sahip olması gibi avantajları da mevcuttur (Ramazanoğlu, 2002). Ayrıca, ZrO<sub>2</sub> düşük termal iletkenliğe, yüksek elektriksel dirence ve yüksek sıcaklıkta iyonik iletkenliğe sahip olan bir bileşiktir (Evcin ve diğ., 2010).

ZrO<sub>2</sub>’nin optik özellikleri temel olarak; yüksek kırılma indisi (2-2.5), görünür ve yakın kızıl ötesi bölgede yüksek geçirgenlik ve lazer akısına yüksek direnç olarak sayılabilir. Ayrıca zirkonya doğrudan geniş bant aralığına (5.0–5.85 eV) sahip bir metal oksittir (Bensouyad ve diğ., 2010; Zhao ve diğ., 2008). Buna ek olarak, ZrO<sub>2</sub> yüksek dielektrik sabitine (~25) ve düşük kaçak akıma sahiptir. Bu özellikleri ve termal kararlılığı sayesinde metal oksit yarı iletken yapılarda silika (SiO<sub>2</sub>)’nin yerine kullanılmaya aday bir malzemedir (Zhao ve diğ., 2008; Padmamalini ve Ambujam, 2014). Bunların dışında ZrO<sub>2</sub> üstün kimyasal kararlılığa, katalitik özelliklere, yüksek oksijen depolama kapasitesine ve redoks özelliklerine sahiptir (Bultan ve diğ., 2010; Zhao ve diğ., 2008).

### **3.2 ZrO<sub>2</sub> İnce Filmlerin Kullanım Alanları**

Zirkonyum oksit ya da zirkonya (ZrO<sub>2</sub>), sahip olduğu geniş özellikleri sayesinde çeşitli teknolojik uygulamalar için önemli bir malzemedir (Pamu ve Raju, 2012).

ZrO<sub>2</sub> ince filmler sahip oldukları üstün optik özelliklerinden dolayı geniş çapta optoelektronik cihazlarda kullanılmaktadır. Yansıtıcı ayna, girişim filtresi, optik depolama elemanları, ayarlanabilir lazerler, sintilasyon-lüminesans ve oksijen-NO<sub>x</sub> sensörler, optik kaplama, güneş pili gibi bir çok uygulamada kullanıma uygun bir

malzemedir. (Ravichandran ve diğ., 2014; Larjani ve diğ., 2014; Lakshmi ve diğ., 2011).

ZrO<sub>2</sub> ince filmler sahip oldukları yüksek dielektrik sabiti ve düşük kaçak akım gibi elektriksel özelliklerinden ve termal kararlılık gibi fiziksel özelliklerinden dolayı optik ince film uygulamaların yanında termal bariyer kaplamaları, süper iletken kaplamalarda tampon katman olarak ve yüksek dielektrik sabite sahip oksit olarak kullanılmaktadır (Ramazanoğlu, 2002; Pamu ve Raju, 2012). Bunların dışında yarı iletken teknolojisinde SiO<sub>2</sub>'ye iyi bir alternatif olarak düşünülmektedir (Larjani ve diğ., 2014). ZrO<sub>2</sub> ince filmler süper iletken seramikler için tampon tabaka olarak ve gaz sensörlerinde de kullanılmaktadır (Bensouyad ve diğ., 2010).

Bunların dışında zirkonyum oksit (ZrO<sub>2</sub>) demir-çelik, seramik, boya, kağıt, tekstil, nükleer santraller, makina, uçak, elektrik-elektronik,, kimya ve deri endüstrisi gibi çok çeşitli alanlarda gittikçe artan miktarlarda kullanılmaktadır. (Ramazanoğlu, 2002; Pamu ve Raju, 2012).

Günümüzde düşük ısı iletkenliği, dayanıklılığı ve korozyona karşı oldukça dirençli olması sayesinde; çelik eldesinde, flaş ampullerinde, patlayıcılarda ve yapay ipek yapımında kullanılır. Zirkonyum oksit, ısı şokuna dayanıklı laboratuvar malzemeleri üretiminde, metalürjik fırınların kaplanması ve ısıya dayanıklı madde olarak cam-seramik endüstrilerinde kullanılır. Zirkonyanın mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikleri sayesinde biyomedikal sektörde de kullanılmaktadır. Radyasyona karşı çok dirençli olduğu için nükleer reaktör yakıtlarının yalıtımında kullanılır (Bultan ve diğ., 2010).



## 4. RADYASYONUN MALZEME ÜZERİNE ETKİSİ

### 4.1 Radyoaktivite ve Radyasyon Tipleri

Nükleer fizikte önemli gelişmelere yol açan radyoaktivite olayı 1896 yılında H. Becquerel'in uranyum tuzlarından bazı gözle görülmeyen ve fotoğraf filmine etki eden ışınların yayıldığını farketmesiyle ortaya çıkmıştır. Daha sonraları H. Becquerel, M. Curie ve E. Rutherford tarafından yapılan çalışmalarla bu çeşitli ışınların birçok izotopda da mevcut olduğu anlaşılmıştır (Şeker ve Çerezci, 1997). Radyoaktivite atom çekirdeklerinin bazı parçacıklar ve enerji yayınlamak suretiyle kendiliğinden bozulması olayı olarak tanımlanır ve bu bozulma çekirdek kararlı bir duruma geçinceye kadar devam eder. Radyasyon ise boşlukta yayılabilen bir enerji şekli olup çoğunlukla elektromanyetik dalga radyasyonu ve parçacık radyasyonu olmak üzere iki ayrı sınıfta incelenebilir (Göksel, 1973).

Radyasyon madde içinden geçerken söz konusu malzemeye enerji aktarır. Bazı durumlarda madde içindeki elektron atom yörüngesinden ayrılmak için yeterli enerji alabilir. Bunun sonucunda geride kalan atom veya molekül elektriksel olarak pozitif yüklü hale gelir. Yüksüz atom veya molekülün yüklü hale gelmesi işlemine iyonlaşma denir. İyonlaşmaya neden olan her radyasyon iyonlaştırıcı radyasyon olarak bilinir. Alfa ve beta parçacıkları elektrikçe yüklü oldukları için doğrudan; gama, X ışınları ve nötronlar ise dolaylı iyonlaştırıcı radyasyon olarak tanımlanır (Url-2). İyonlaştırıcı olmayan radyasyon ise elektromanyetik radyasyonlardır ve boşlukta elektrik ve manyetik alanlar biçiminde yayılırlar. Bu grup içerisinde radyo dalgaları, ısı, ışık, kızıl ve mor ötesi ışınlar sayılabilir (Şeker ve Çerezci, 1997).

Alfa ( $\alpha$ ) ışınları: Bir radyoaktif atomdan, bu atoma bağlı olarak, çok büyük bir hızla (ışık hızının 1/10 – 1/15'i kadar) yayınlanan, iki defa pozitif yüklü helyum çekirdekleridir. Alfa parçacıklarının enerjileri 4–8 MeV arasında değişir ve bir radyoelementin verdiği alfa parçacıkları genellikle aynı enerjiye sahiptir, yani monokinetiktirler. Alfa parçacıkları az giricidir, birkaç cm kalınlığındaki hava veya

kalınlığı mm'nin birkaç yüzde birini geçmeyen alüminyum tabakasından geçebilir (Yaramış, 1985).

Beta ( $\beta^-$ ,  $\beta^+$ ) ışınları: Radyoaktif izotopların çoğunluğu tarafından yayınlanan, negatif veya pozitif yüklü olabilen parçacıklardır. Beta parçacıkları negatif parçacıklara verilen isimdir ve elektronlar ile özdeşdir. Pozitif beta parçacıkları da pozitronlarla aynıdır. Pozitronların serbest elektronla buluşmalarından önceki ömürleri çok kısa (mikro saniye mertebesinde) olup, karşılaştıklarında 0.51 MeV'lik iki gama fotonu yayınlanarak yok olurlar (Göksel, 1973).

Beta parçacıkları hemen hemen sıfırdan başlayıp izotopa göre değişen maksimum bir değere kadar uzanan sürekli bir enerji spektrumuna sahiptirler. Genellikle radyoizotoplardan yayınlanan beta parçacıklarının maksimum enerjileri 0.5 ile 5 MeV arasında bulunur. Beta ışınları katılar içindeki erişme uzaklıkları çok fazla olmamakla birlikte hava içinde oldukça uzun mesafelere kadar yayılabilirler (Göksel, 1973).

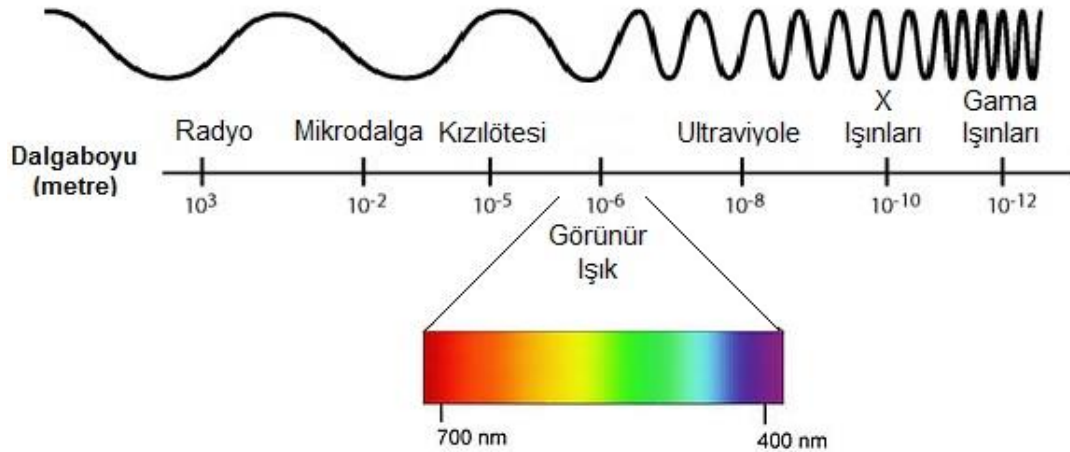
Nötronlar: Elektrik yükleri olmayan, kütleleri yaklaşık olarak protona eşit olan parçacıklardır. Çekirdek fisyonu, bazı hafif elemanların alfa tanecikleriyle bombardımanı ile döteryum veya trityum yüklü hedeflerin bir akseleratörde proton veya döteronlarla bombardımanı en önemli nötron kaynaklarını teşkil eder. Nötronlar büyük kütlelerine rağmen yüksüz oldukları için madde içine kolayca nüfuz edebilir ve bir atomun elektron yapısından geçebilir. Ancak bir çekirdeğe çarpmakla durdurulur veya yollarından saparlar (Göksel, 1973).

Nötronlar kinetik enerjilerine göre; termal nötronlar (0.025 eV), yavaş nötronlar (100 eV'ye kadar), ara nötronlar (100 eV – 100 keV arası), hızlı nötronlar (100 keV–10 MeV), çok hızlı (relativistik) nötronlar (10 MeV'in üstünde) olarak sınıflandırılır (Göksel, 1973).

Elektromanyetik radyasyon: Fotonlardan oluşan ve aynı zamanda dalgasal karaktere sahip radyasyonlara elektromanyetik radyasyon denir. Elektromanyetik radyasyon, X ve gama ışınları, görünür-görünmez ışıklarla radyo dalgaları gibi geniş bir dalga boyu aralığını kapsar. Gama ve X ışını, elektromanyetik radyasyonun kısa dalga boylu yani yüksek enerjili iki üyesidir. Her ikisinin de malzemeye giriciliği yüksektir (Özden, 1983). Her ikisi de elektromanyetik radyasyon olmakla beraber orjinleri

bakımından farklılık gösterirler (Göksel, 1973). İyonlaştırıcı değildirler, meydana getirdikleri elektronlarla iyonizasyona neden olurlar (Yaramış, 1985).

Gama ışınları bir atom çekirdeğinin yeniden düzenlenmesi sırasında yayınlanır ve çizgisel spektruma sahiptirler. Gama enerjilerinin çoğunluğu 0.1 MeV ile 3 MeV arasında bulunur. X ışınları ise ya hızlandırılmış elektronların ani durdurulması (frenleme-bremsstrahlung radyasyonu) ile ya da bir atomun yörünge elektronları arasında seviye değişikliğinden (karakteristik X ışınları) meydana gelir. Frenleme tipi X ışınları sürekli bir enerji spektrumuna sahipken, karakteristik X ışınları çizgi spektrumu verirler. Enerjileri birkaç keV ile onlarca MeV arasında değişiklik gösterir. X ve gama ışınlarının madde içinde nüfuz kabiliyeti yüksek olup belirli bir madde kalınlığı tarafından durdurulamazlar. Bunun yerine içinden geçtikleri ortamın eşit kalınlıkları bu ışınları belirli bir oranda absorblayacağından şiddetleri eksponansiyel olarak azalır (Göksel, 1973). Elektromanyetik spektrum Şekil 4.1'de gösterilmiştir.



Şekil 4.1: Elektromanyetik spektrum (Url-3).

#### 4.1.1 Bozunma kanunu ve aktivite

Bir radyoaktif elementin bozunan atom sayısı bu elementte mevcut olan atom sayısı ile orantılıdır ve radyoaktivite üstel olarak azalır. Bir radyoaktif elementte t anında bulunan atom sayısı dN olsun. Birim zamanda bozunan atom sayısı

$$\frac{dN}{dt} = -\lambda N \quad (4.1)$$

olur, t=0 anında N = N<sub>0</sub> alınarak (4.1) bağıntısının integrasyonundan

$$\ln N = \ln N_0 - \lambda t \quad (4.2)$$

$$N = N_0 e^{-\lambda t} \quad (4.3)$$

elde edilir. Bozunma sabiti ( $\lambda$ ), radyoaktif elementin bozunma olasılığını gösterir ve karakteristik bir özelliktir.

Radyoaktif elementin başlangıçtaki aktivitesi  $A_0$  ve bir  $t$  anındaki aktivitesi  $A$  ise (4.3) numaralı denklem yerine

$$A = A_0 e^{-\lambda t} \quad (4.4)$$

bağıntısı yazılır (Yaramış, 1985).

## 4.2 Radyasyonun Malzemeyi Etkileme Mekanizmaları

Radyasyon çeşitlerinin tanımlanması, ölçülmesi ve bunlardan korunma için bunların madde ile olan etkileşimlerinin bilinmesi gerekir. Eğer radyasyonun madde ile olan reaksiyonu oldukça zayıfsa (nötrino halinde olduğu gibi) radyasyon tanımlanamaz (Yaramış, 1985).

### 4.2.1 Elektromanyetik radyasyonların madde tarafından absorpsiyonu

Elektromanyetik radyasyon olarak gama ışınları, X ışınları ve bremsstrahlung radyasyonları düşünülür. Elektromanyetik radyasyonların örneğin gama radyasyonunun madde tarafından absorpsiyonu özellikle atomun elektronları ile olur ve enerjisinin bir kısmını veya tamamını tek bir olayda kaybedebilir. Radyasyonlar üstel bir kanuna göre absorplanır (Yaramış, 1985).

Homojen bir radyasyon demetinin ilk şiddeti  $I_0$ ,  $x$  kalınlığındaki bir absorplayıcı maddeden geçtikten sonraki şiddeti  $I$  ise,

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (4.5)$$

bağıntısı geçerlidir;  $\mu$  toplam veya lineer absorpsiyon katsayısı olup radyasyonun içinden geçtiği maddeye ve radyasyonun enerjisine bağlıdır. Yarı kalınlık adı verilen miktar elektromanyetik radyasyon şiddetinin yarıya inmesi için gerekli olan soğurucu malzeme kalınlığını gösterir. Yukarıdaki (4.5) numaralı bağıntıdan,

$$\ln(I/I_0) = -\mu x \quad (4.6)$$

$$2.303 \cdot \log(I/I_0) = -\mu x \quad (4.7)$$



$$2.303 \log(1/2I/I_0) = 2.303 \log 1/2 = -\mu x_{1/2} \quad (4.8)$$

$$x_{1/2} = \frac{0.693}{\mu} \quad (4.9)$$

bulunur; burada  $x_{1/2}$  yarı kalınlık,  $\mu$  absorpsiyon katsayısıdır.

Bir fotonun madde ile reaksiyonu soğurucu ortamdaki atomlarının çekirdeğiyle, bir elektronuyla ya da çekirdeğin alanı ile olur. Bu çarpışmalar, inelastik ya da fotonun tamamıyla absorpsiyonu şeklinde olur. Fakat gama ışınlarının absorpsiyonunda esas itibariyle şu üç olay meydana gelmektedir (Yaramış, 1985).

1. Fotoelektrik olay,
2. Compton olayı,
3. Çift oluşum olayı.

#### 4.2.1.1 Fotoelektrik olay

Fotoelektrik olay, yeter frekanslı bir radyasyonun bütün enerjisini kaybederek atomdan elektron koparıp, bir iyon çifti meydana getirmesi olayıdır. Meydana gelen elektronlara fotoelektron denir. Fotoelektrik olay, düşük radyasyon enerjisinde (0.5 MeV'den daha az) meydana gelir ve içinden geçtikleri maddenin atom numarasının büyüklüğü ile hızla artar. Fotoelektrik absorpsiyon olasılığı  $\sim Z^5/E_\gamma^{7/2}$  dir.

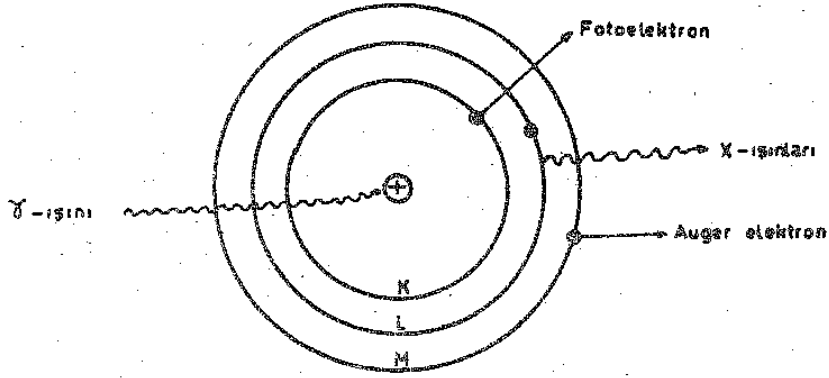
Gelen gama radyasyonunun enerjisi  $h\nu$  ise fotoelektrik olayda,

$$h\nu = W + \frac{1}{2}mv^2 \quad (4.10)$$

Einstein bağıntısı geçerlidir. Burada  $W$ , elektronun çekirdeğin elektrik alanından koparılması için gereken enerjidir (çıkış işi) ve her metal için bir sabittir.  $\frac{1}{2}mv^2$  ise elektronun kinetik enerjisidir. O halde gelen radyasyonun enerjisi, elektronu bulunduğu seviyeden koparmaya ve bir de  $h\nu - W$  farkına eşit elektronun kinetik enerjisine harcanmıştır.  $h$  Planck sabiti olup  $h = 6.62 \times 10^{-27}$  erg.s. Eğer  $h\nu = W$  ise, fotoelektronların hızı sıfır olur. O halde minimum bir  $\nu_0$  frekansı vardır ve bundan daha küçük frekanslı bir radyasyon için fotoelektrik olay meydana gelmez. Buna göre (4.10) numaralı denklem

$$h\nu = h\nu_0 + \frac{1}{2}mv^2 \text{ veya } \frac{1}{2}mv^2 = h(\nu - \nu_0) \quad (4.11)$$

olur.  $\nu_0$  eşik frekans metalin cinsine bağlıdır (Yaramış, 1985).

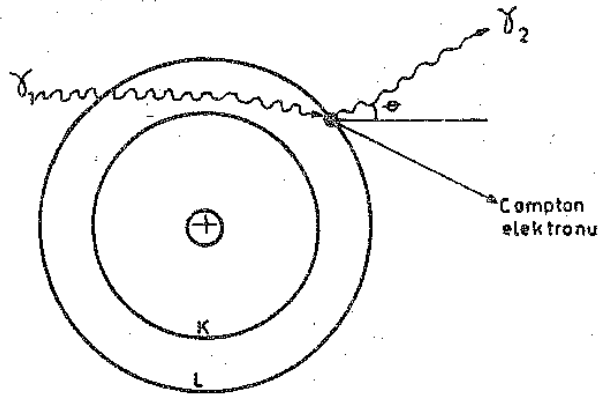


Şekil 4.2: Fotoelektrik olayın şematik gösterimi (Bilge, 1991).

Fotoelektrik olay şematik olarak Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Fotoelektronun atılmasından sonra, dış yörüngeden diğer bir elektron boşluk bulunan yörüngeye geçer ve bu geçişte karakteristik X ışınları yayınlanır. X ışını fotonunun atılması, sık sık dış yörünge elektronunun, Auger elektronunun atılmasına neden olur (Bilge, 1991).

#### 4.2.1.2 Compton olayı

Compton olayı, bir gama ışınının malzeme içerisinde geçerken, daha düşük frekanslı bir gama ışını ile bir elektronun meydana gelmesi olayıdır. Gama ışını ile atomdaki elektron arasındaki çarpışma sonucunda, gama ışını enerjisinin bir kısmını elektrona aktararak, daha düşük enerji ile başka bir doğrultuda gider (Yaramış, 1985). Compton olayı şematik olarak Şekil 4.3’te gösterilmiştir.



Şekil 4.3: Compton olayının şematik gösterimi (Bilge, 1991).

Gelen fotonun enerjisi (E) ile saçılan foton enerjisi (E') arasındaki bağıntı aşağıdaki (4.12) numaralı eşitlikte gösterilmiştir.

$$E' = \frac{0.51}{1 - \cos\theta + \frac{0.51}{E}} \quad (4.12)$$

Burada  $\theta$ , fotonun sapma açısıdır. Eğer sapma açısı  $\theta$  küçükse  $\cos\theta = 1$  olur ve E' yaklaşık olarak E'ye eşit olur. Bu da çok yüksek enerjide gelen gama ışınının enerji kaybının ihmal edilebilecek kadar küçük olduğunu belirler. Diğer taraftan,  $\theta = 90^\circ$  olursa  $\cos\theta = 0$ 'dır. Yukarıdaki (4.12) eşitliğinden aşağıdaki bağıntı elde edilir.

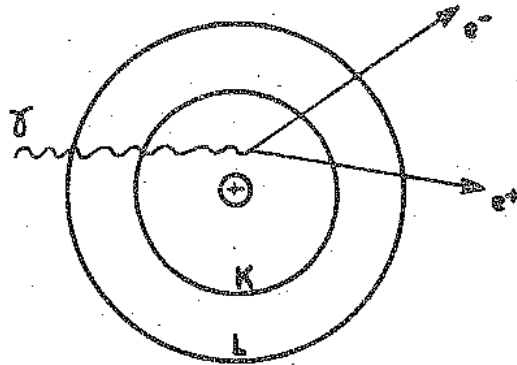
$$E' = \frac{0.51 E}{E + 0.51} < 0.51 \text{ MeV} \quad (4.13)$$

Sonuç olarak saçılan fotonun enerjisi 0.51 MeV'den büyük olamaz.

Compton saçılması foton ve elektron arasında gerçekleştiğinden, miktarı soğurucu atomun elektronlarının sayısına, yani atom numarasına bağlıdır. Saçılan foton ortamdan kaçmaz ve daha düşük enerjili olduğundan ortamdaki atomlarla fotoelektrik etkileşme yapmaya başlar (Bilge, 1991).

#### 4.2.1.3 Çift oluşum olayı

Bir gama ışınının enerjisi 1.02 MeV ( $2 \times 0.51 \text{ MeV}$ )'dan daha büyük ise, radyasyonun enerjisi şiddetli bir manyetik alanda, örneğin çekirdek çevresinde bir pozitif ve bir negatif elektrona dönüşür. Enerji fazlası meydana gelen elektronların kinetik enerjisine harcanır (Yaramış, 1985). Çift oluşum olayının şematik gösterimi Şekil 4.4'te gösterilmiştir.

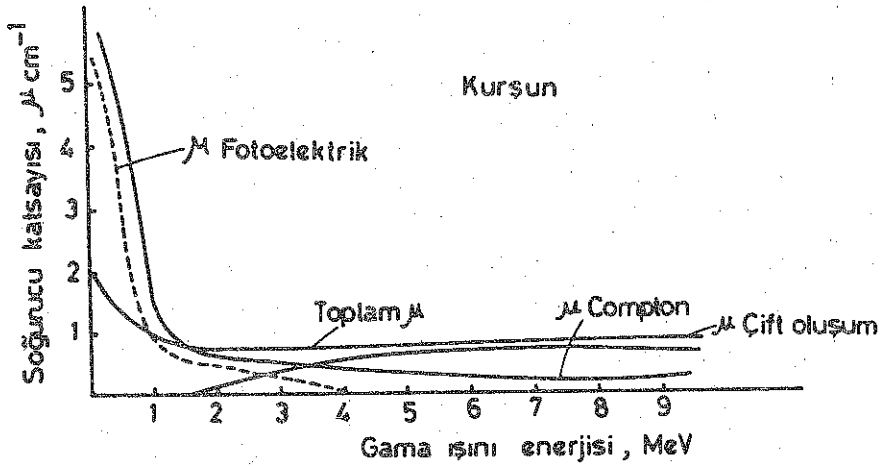


Şekil 4.4 : Çift oluşum olayının şematik gösterimi (Yaramış, 1985).

(4.5) numaralı denklemde görülen toplam absorpsiyon katsayısı, yukarıda özetlenen üç farklı olaya ait absorpsiyon katsayılarının toplamıdır.

$$\mu = \tau + \sigma + k \quad (4.14)$$

(4.14) numaralı eşitlikte  $\mu$  toplam ya da lineer absorpsiyon katsayısı,  $\tau$  fotoelektrik absorpsiyon katsayısı,  $\sigma$  Compton absorpsiyon katsayısı ve  $k$  da çift oluşum absorpsiyon katsayısıdır. Gama ışınlarının kurşun içinde doğrusal soğurma katsayıları Şekil 4.5'teki grafikte gösterilmiştir (Yaramış, 1985).



Şekil 4.5 : Gama ışınlarının kurşun içinde doğrusal soğurma katsayıları (Yaramış, 1985).

#### 4.2.2 Beta parçacıklarının madde ile etkileşimi

Elektrik yüklü parçacıkların maddeden geçerken uğradıkları enerji kaybının en önemli kısmı ortam atomlarının elektronları ile olan reaksiyonlardan ileri gelir. Yüklü parçacık çekirdeklerle de reaksiyon verebilir, ancak atomun çapı çekirdeğinkinden çok daha büyük olduğundan, atomun bir elektron ile reaksiyon olasılığı daha muhtemeldir. Bir beta parçacığının atomun elektronları ile reaksiyonunda atom veya moleküllerin uyarılması ya da iyonlaşması olayları kendini gösterir. Uyarılma olayında elektron düşük enerjili bir seviyeden daha yüksek enerjili bir seviyeye geçer. Fakat elektron yüksek enerjili seviyede uzun süre kalamayacağından tekrar düşük enerjili seviyelere döner ve bu sırada bir foton yayınlanır. İyonlaşmada ise elektron, atom ya da molekülden tamamiyle ayrılır ve bir iyon çifti oluşur. Bir iyon çifti kısa bir süre var olabilir, bu yüzden ya tekrar

birleşirler ya da başkalarıyla nötralleşirler. Beta parçacıklarında ortalama 35 eV enerji kaybı bir iyon çifti teşekkül eder (Yaramış, 1985).

Bir beta parçacığı bütün enerjisini bir tek çarpışmada veya çok sayıda iyonizasyon ve uyarılma olayları ile kaybedebilir. Bununla birlikte kütlesi ve yükünün çok küçük olması nedeniyle beta radyasyonunun bir ortamla etkileşme olasılığı az olduğundan erişme uzaklığı bir alfa parçacığına göre daha büyük olmaktadır (Göksel, 1973). Bundan başka beta parçacıkları soğurucu malzeme çekirdekleri tarafından alfa parçacıklarına göre çok daha kolay saptırılırlar. Bu nedenle betaların yörüngeleri bir doğru parçası değildir (Yaramış, 1985).

Yüksek enerjili beta parçacıkları, bir çekirdeğin coulomb alanından geçtiği zaman hızları değişir ve sürekli bir spektrum teşkil eden X ışınları yayınlar. Bu X ışınlarına frenleme ışınları veya bremsstrahlung ışınları adı verilmektedir. Beta ışınlarının enerjilerinin ve absorblayıcı ortamın atom numarasının artmasıyla, bu olay beta ışınları için önemli bir enerji kaybı mekanizması haline gelir (Göksel, 1973).

#### **4.3 Radyoaktivite Birimleri**

Aktivite birimi: Bir radyoaktif numunenin aktivitesini belirtmek için birim zamanda bozulan atom sayısı alınır. Saniyede  $3.7 \times 10^{10}$  bozunma (dezentegrasyon) veren bir radyoaktif cismin aktivitesine 1 Curie (Ci) denir. Bu bir gram radyumun bir saniyede verdiği alfa parçacığı sayısıdır. Yukarıda yapılan tarif, bozunmada yayınlanan parçacığın cinsine bağlı değildir ve bütün çekirdek bozunmalarına uygulanır. Saniyede  $10^6$  bozunma veren bir radyoaktif cismin aktivitesine 1 rutherford (rd) denir (Yaramış, 1985). SI birim sisteminde, bir radyoaktif çekirdeğin aktivite birimi olan Becquerel (Bq), bir saniyede bir parçalanma yapan çekirdeğin aktivitesi olarak tanımlanır ve  $1 \text{ Bq} = 2.7 \times 10^{-11} \text{ Ci} = 1 \text{ parçalanma} / \text{saniye}$  olur (Şeker ve Çerezci, 1997).

Işınlama birimi: Bir madde ile etkileşen herhangi bir radyasyon dozunu belirtmek için çeşitli birimler vardır. Röntgen (R), normal şartlar altında, kuru havanın 1kg'ında  $2.58 \times 10^{-4}$  Coulomb (C)'luk elektrik yükü değerinde pozitif ve negatif iyonlar meydana getiren gama veya X ışını miktarı olarak tanımlanır. SI birim sisteminde ışınlama birimi (C/kg)'dır. Buna göre 1 C/kg, normal şartlarda kuru havanın 1kg'ında 1C'luk elektrik yükü değerinde pozitif ve negatif iyonlar meydana

getiren gama ya da X ışınımı miktarı olarak tanımlanır. O halde,  $1 \text{ C/kg} = 3.876 \times 10^3 \text{ R}$  ve  $1 \text{ R} = 2.58 \times 10^{-4} \text{ C/kg}$  olur (Şeker ve Çerezci, 1997).

Soğurulma doz birimi: Radyoaktif çekirdeklerden çıkan alfa, beta, nötron gibi parçacıklar geçtikleri ortama enerji aktarırlar ve enerji soğuran maddenin birim kütlesinde soğurulan enerji için bazı birimler kullanılır. Radyasyon soğurma dozu (rad), radyasyonu soğuran malzemenin bir kilogramında  $10^{-2} \text{ j}$ 'lük enerji depolayan radyasyon miktarı olarak tanımlanır. SI birim sisteminde kullanılan Gray (Gy) ise maddeye 1 joule'lik enerji veren ışınım miktarıdır.

$1 \text{ rad} = 10^{-2} \text{ J/kg}$  ve  $1 \text{ Gy} = 1 \text{ J/kg} = 10^2 \text{ rad}$  olur. Ayrıca  $1 \text{ rad} \cong 1 \text{ R}$ 'dir (Şeker ve Çerezci, 1997).

Doz eşdeğer birimi: Radyasyonun biyolojik sistemler üzerinde meydana getireceği hasar yalnızca doz miktarına bağlı değildir. İki ayrı radyasyondan soğurulan enerjiler aynı olsa bile, enerji soğuran biyolojik sistem üzerinde bu ışınların etkileri farklı olacaktır. Bu yüzden biyolojik etkiyi de göz önüne alacak birimlere ihtiyaç duyulur. Bunlardan rem, 1 R'lık ışınımın meydana getirdiği hasara eşdeğer etkiyi oluşturan ışınım olarak tanımlanır. Biyolojik veya eşdeğer doz ünitesi olarak joule / kg kabul edilmiştir. 1974 yılında Uluslararası Radyolojik Korunma Komisyonu (ICRP) bunun sievert (Sv) olarak adlandırılmasını önermiştir. 1 sievert 100 rem'e eşdeğerdir ( $1 \text{ Sv} = 100 \text{ rem}$ ).

Doz eşdeğer birimi (rem) = soğurulan doz (rad) x relatif biyolojik etki olur. Burada relatif biyolojik etki (RBE), ışınımın neden olduğu iyonizasyona bağlıdır. Belli bir radyasyon türü için RBE değerleri dokudan dokuya değişiklik göstermektedir. Son zamanlarda rad sayısını rem sayısına dönüştürme faktörü olarak RBE yerine QF (kalite faktörü) kullanılmaktadır. İki farklı radyasyonun belli bir radyasyon dozu aynı biyolojik etkiyi oluşturuyorsa kalite faktörü (QF) aynıdır. Dahili ışınlamada (radyonüklidlerin organizmaya alınması halinde) radyoaktivitenin vücut içerisinde dağılımı homojen olmadığından rem cinsinden radyasyon korunma dozu hesabında ayrıca dağılım faktörü (DF) de hesaplanır (Şeker ve Çerezci, 1997).

$$\text{Radyasyon dozu (rem)} = \text{rad cinsinden doz} \times \text{QF} \times \text{DF} \quad (4.15)$$

### 4.3.1 Soğurulan doz hesabı

Aktivitesi (A) mCi olan ve her bozunmada enerjisi E olan bir gama ışını yayınlayan bir S noktasal radyoaktif kaynağı düşünelim. S kaynağından d uzaklığındaki bir P noktasındaki radyasyon şiddetini hesaplayabilmek için merkezi S'de olan d yarıçapında bir küre ve P noktasının bu küre yüzeyi üzerinde olacağını varsayalım.

Saniyede yayınlanan gama ışını sayısı  $3.7 \times 10^7 A$  ve saniyede yayınlanan toplam gama ışını enerjisi  $3.7 \times 10^7 A E$  MeV/s olmaktadır. P noktasındaki radyasyon şiddeti ise  $\frac{3.7 \times 10^7 A E}{4 \pi d^2}$  MeV.s<sup>-1</sup>.cm<sup>-2</sup> olarak kabul edilmektedir.

Röntgen başına enerji akısı  $88/(\mu_a/\rho)_{\text{hava}}$  erg/cm<sup>2</sup>'ye eşittir. P ile S arasındaki etkileşmeler yok sayıldığında P noktasındaki ışınlama doz şiddeti:

$$D = [ 198 (\mu_a/\rho)_{\text{hava}} E ] \frac{A}{d^2} \text{ R/saat} \quad (4.16)$$

olacaktır. (4.16) numaralı denklemde büyük parantez içindeki miktar, hava içinde belirli bir radyonüklid için k ile gösterilen bir sabittir. “Özgül gama ışını sabiti” veya “k-faktörü” olarak bilinir. Böylece P noktasındaki  $\dot{D}$  ışınlama doz şiddeti:

$$\dot{D} = K_\gamma \frac{A}{d^2} \quad (4.17)$$

olarak bulunur. Fiziksel olarak  $K_\gamma$ 'nın tanımı aktivitesi 1 mCi olan noktasal bir kaynaktan 1 cm uzaklıktaki ışınlama doz şiddetidir (Göksel, 1973).

Eşitlik 4.17 nolu denklemde yer alan  $\dot{D}$  (rad / saat) doz hızını,  $K_\gamma = 1.32$  (Rm<sup>2</sup> / h Ci) gama sabitidir ve alınan gama dozunun miktarı doz hızı ile ışınlama süresinin çarpımı şeklinde tespit edilmektedir (Sepet, 2010).





## 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

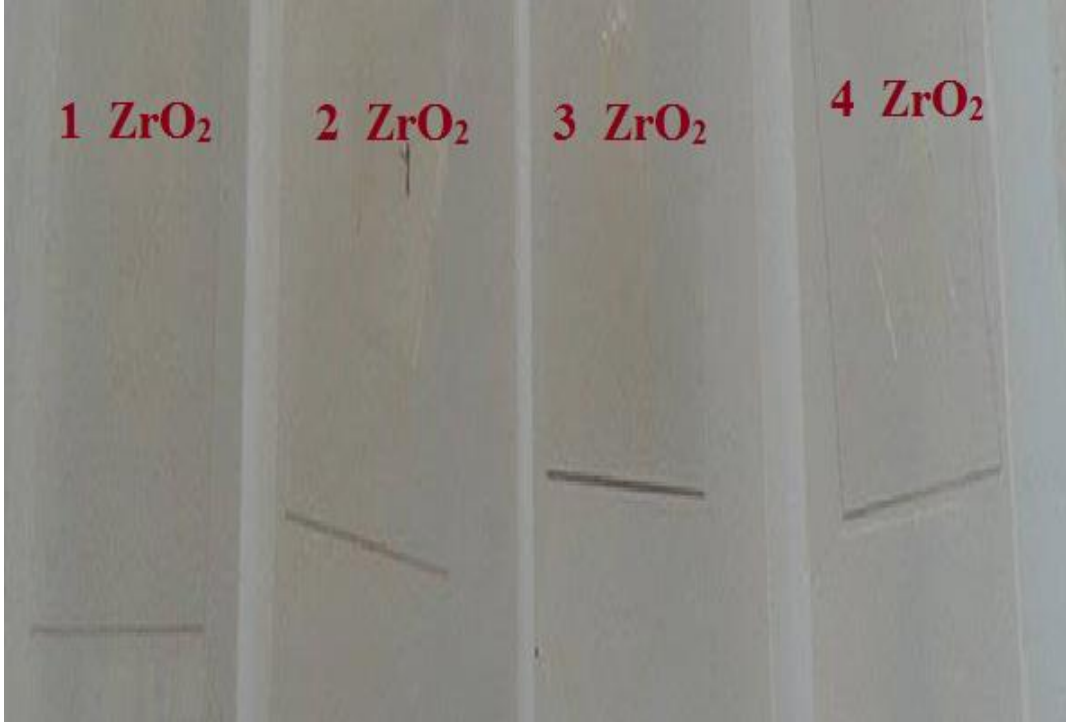
### 5.1 ZrO<sub>2</sub> İnce Filmlerin Üretilmesi ve Gama ışınlarına Maruz Bırakılması

ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin üretilmesi için inorganik öncül solüsyon olan zirkonyum oksiklorür oktahidrat (ZrOCl<sub>2</sub>•8H<sub>2</sub>O) ve çözücü olarak 2-bütanol ve etanol (1:1 oranında) karışımı kullanılmıştır. Zirkonyum oksiklorür oktahidrat (2 wt.%) içeren homojen solüsyon, 2-bütanol ve etanol karışımının toplam hacminin 1/3'ünde 1 mol zirkonyum oksiklorür oktahidrat karıştırılarak üretilmiştir. Solüsyon, 45 dk manyetik karıştırıcı kullanılarak karıştırılmıştır. Hidroliz için su ve oksidasyon için nitrik asit (oranı, su: HNO<sub>3</sub>: asetil aseton =20: 0.4: 3) tuz-alkol solüsyonuna eklenmiştir. Karıştırıcı, net ve belirgin sol solüsyonu elde edene kadar bir 90 dk daha çalıştırılmaya devam edilmiştir. Öncül solüsyon 60 °C'ye kadar ısıtılmış ve temiz bir cam yüzey üzerine kaplanmıştır. Daldırarak kaplama parametreleri, 10 cm/dk kaldırma hızı ve 90° düşey kaldırma olarak belirlenmiştir. Daldırarak kaplanan filmler oda sıcaklığında kurutulmuş ve 150 °C'de ön fırınlama yapılmıştır. Bu kaplama ve kurutma işlemi 9 kere tekrarlanmıştır. ZrO<sub>2</sub> ince film örnekleri, kristallendirme için hava ortamında 1 saat boyunca 500 °C'de tavlanmıştır (Berlin ve diğ., 2011). ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin üretilme işlemleri İ.T.Ü. Kimya-Metalurji Fakültesi'nde yapılmıştır.

ZrO<sub>2</sub> ince filmler 0.018021 Ci aktiviteye sahip Co-60 radyoizotop kaynak kullanılarak, yüksek enerjili gama fotonlarıyla ışınlanmıştır. Malzemenin aldığı toplam doz önemli bir parametredir. Bu amaçla gama kaynağı olarak kullanılan Co-60 radyoizotopu, 1.17 MeV ve 1.33 MeV olmak üzere iki farklı enerjide foton yayınlar ve bu durumda yaklaşık 1.25 MeV enerjide monokromatik gama kaynağı olarak sayılabilir.

Bu tez çalışması kapsamında, ZrO<sub>2</sub> ince filmler radyoizotop kaynağın etrafına 1 cm, 1.5 cm, 2 cm ve 2.5 cm uzaklıklarda yerleştirilmiş ve gama radyasyonuna 2 ay sürece maruz bırakılmıştır. Tüm ışınlama işlemleri, oda koşullarında kurşun hücre içerisinde

yapılmıştır.  $ZrO_2$  ince filmler 0.430 Gy, 0.672 Gy, 1.195 Gy ve 2.690 Gy olmak üzere dört farklı doz seviyesine maruz bırakılmıştır.  $ZrO_2$  ince filmlerin gama radyasyonuna maruz bırakılma işlemi İ.T.Ü. Enerji Enstitüsü Radyoizotop Laboratuvarı'nda yapılmıştır. Işınlama işleminden sonraki  $ZrO_2$  ince filmlerin görüntüsü Şekil 5.1'de verilmektedir.



**Şekil 5.1 :** Üretilen ve gama ışınlarına maruz bırakılan  $ZrO_2$  ince filmler.

Işınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin kalınlıkları Veeco Dektak 6M Stylus marka profilometre kullanılarak belirlenmiş ve ~ 80 nm olarak tespit edilmiştir.

## **5.2 Gama Işınları Kullanılarak Yapılan Radyasyon İşlemleri**

### **5.2.1 Çalışılan Co-60 ve Cs-137 radyoizotopunun tanıtımı**

Co-60 radyoizotop kaynağının yarı ömrü 5.3 yıldır. 1.33 MeV (% 100) ve 1.17 MeV (% 100) enerjili gama radyasyonu yayınlar (Bilge, 1991).

Gama geçirgenlik düzeneğinde, ışınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin gama ışını geçirgenlik katsayısını belirlemek için Şekil 5.2'de gösterilen, İ.T.Ü. Enerji Enstitüsü Radyoizotop Laboratuvarı'nda bulunan 1998 yılında, 0.063 mCi aktiviteye sahip Co-60 radyoizotopu gama kaynağı olarak kullanılmıştır. Deneyin yapıldığı günkü aktivitesi 0.00682 mCi olarak hesaplanmıştır.



**Şekil 5.2 :** Gama geçirgenlik düzeneğinde kullanılan Co-60 radyoizotopu.

Cs-137 radyoizotop kaynağının yarı ömrü 30 yıldır. 0.662 MeV (%95) enerjili gama radyasyonu yayınlar (Bilge, 1991).

Gama geçirgenlik düzeneğinde ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin gama ışını geçirgenlik katsayısını belirlemek için kullanılan bir diğer gama kaynağı ise, Şekil 5.3'te gösterilen İ.T.Ü. Enerji Enstitüsü Radyoizotop Laboratuvarı'nda bulunan 1964 yılında 0.1013x10<sup>-3</sup> mCi aktiviteye sahip Cs-137 radyoizotop kaynak kullanılmıştır. Deneyin yapıldığı günkü aktivitesi 3.1189x10<sup>-5</sup> mCi olarak hesaplanmıştır.



**Şekil 5.3 :** Gama geçirgenlik düzeneğinde kullanılan Cs-137 radyoizotopu.

### **5.2.2 Gama geçirgenlik düzeneğinin tanıtımı**

Gama geçirgenlik düzeneğinde eğer tek enerjili radyasyon kaynağı kullanılıyorsa, 4. Bölüm'de verilen (4.5) numaralı üstel geçirgenlik bağıntısı kullanılarak, kalınlığı bilinen malzemenin zayıflatma katsayısı bulunabilir. Kalınlığı bilinen bir malzemenin lineer zayıflatma katsayısı Eşitlik 5.1'de verilen bağıntıyla hesaplanabilir (Bilge, 1991).

$$\mu = \frac{\ln(I_0/I)}{x} \quad (5.1)$$

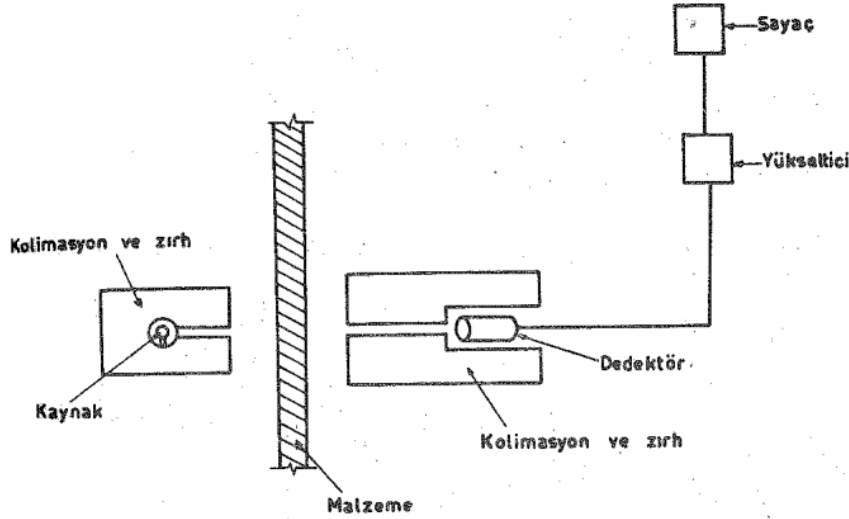
I: Kaynak ile dedektör arasında bulunan ve malzemeden geçen radyasyon şiddeti.

$I_0$ : Malzeme olmadan elde edilen radyasyon şiddeti.

$\mu$ : Soğurma katsayısı.

x: Malzeme kalınlığı.

Işınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin Denklem (5.1)'den yararlanılarak gama ışınlarını zayıflatma katsayıları hesaplanmış ve doza bağlı lineer zayıflatma katsayılarındaki değişim belirlenmiştir. Geçirgenlik prensibiyle kaynak dedektör düzeninin kolimasyon şeması Şekil 5.4'de verilmiştir (Bilge, 1991).



**Şekil 5.4 :** Geçirgenlik prensibiyle kaynak dedektör düzeninin kolimasyon şeması.

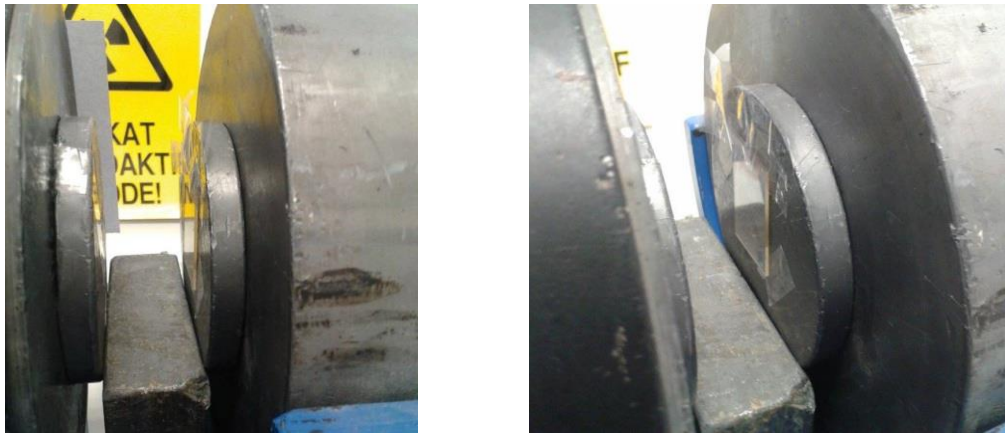
Deney sistemi kurulurken kaynak ile dedektör arası mesafe 5 cm olarak ayarlanmıştır. Ölçüm zamanı 600 s olarak belirlenmiştir. Gama ışınlarını zırlamak için Şekil 5.5 (a)'da gösterilen kurşun kolimatörler kullanılmıştır.  $ZrO_2$  ince filmlerin lineer zayıflatma katsayısı, çok kanallı analizöre (MCA) bağlı Canberra dedektör içeren spektrometre kullanılarak belirlenmiştir. Şekil 5.5 (b)'de gösterilen sistemin bilgisayarla bağlantısı Ortec Çok Kanallı Analizör (MCA) uygulama ile sağlanmıştır. Ortam sayımı ve ölü zaman düzeltmeleri net sayımlarda göz önüne alınmıştır. Işınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin gama geçirgenlik düzeneğinde kullanılan kolimatör Şekil 5.6 (a)'da ve önünde yerleşimi Şekil 5.6 (b)'de gösterilmektedir.



(a)

(b)

**Şekil 5.5 :** (a) Gama geçirgenlik düzeneğinde kullanılan dedektör ve (b) gama geçirgenlik testlerinin yapıldığı sayım düzeneği



(a)

(b)

**Şekil 5.6 :** (a) Gama geçirgenlik düzeneğinde kullanılan kolimatör ve (b) ZrO<sub>2</sub> ince filmin gama geçirgenlik düzeneğine yerleşimi.

### 5.3 Beta Işınları Kullanılarak Yapılan Radyasyon İşlemleri

#### 5.3.1 Çalışılan Sr-90 radyoizotopunun tanıtımı

Sr-90 radyoizotop kaynağının yarı ömrü 28 yıldır. 0.545 MeV (%100) ve 2.26 MeV (%100) enerjili beta radyasyonu yayımlar (Bilge, 1991).

Beta geçirgenlik düzeneğinde, ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin beta ışını geçirgenlik katsayısını belirlemek için İ.T.Ü. Enerji Enstitüsü Radyoizotop Laboratuvarında bulunan iki farklı aktivitede Sr-90 radyoizotop kaynak kullanılmıştır. Bunlardan ilki Eylül 1959 tarihinde 9.6 mCi aktiviteye sahiptir ve deneyin yapıldığı günkü aktivitesi 2558 µCi olarak hesaplanmıştır. Şekil 5.7 (a)'da gösterilmiştir. Diğeri ise Mart 1987 tarihinde 0.0001 mCi aktiviteye sahiptir ve deneyin yapıldığı günkü aktivitesi 0.0513 µCi olarak hesaplanmıştır. Şekil 5.7 (b)'de gösterilmiştir.



(a)



(b)

**Şekil 5.7 :** Beta geçirgenlik düzeneğinde kullanılan (a) 2558  $\mu\text{Ci}$  ve (b) 0.0513  $\mu\text{Ci}$  aktiviteli Sr-90 radyoizotop kaynaklar.

### 5.3.2 Beta geçirgenlik düzeneğinin tanıtımı

Deney düzeneği oluşturulurken, radyasyon kaynağı ve ince film arasındaki mesafe 23 cm, kaynak ile dedektör arası 39 cm ve ince film ile dedektör arası mesafe 18 cm olarak belirlenmiştir. Deneyler 2558  $\mu\text{Ci}$  ve 0.0513  $\mu\text{Ci}$  olmak üzere iki farklı aktiviteye sahip Sr-90 radyoizotop kaynak kullanılarak yapılmıştır. Ölçüm süresi 300 s olarak belirlenmiştir.  $\text{ZrO}_2$  ince filmlerin lineer zayıflatma katsayısı, çok kanallı analizöre (MCA) bağlı Canberra dedektör içeren spektrometre kullanılarak belirlenmiştir. Sistemin bilgisayarla bağlantısı Ortec Çok Kanallı Analizör (MCA) uygulama ile sağlanmıştır. Ortam sayımı ve ölü zaman düzeltmeleri net beta sayımlarında göz önüne alınmıştır. Şekil 5.8 (a)'da da gösterildiği gibi deney sırasında beta ışınlarını zırlamak için alüminyum malzemeler kullanılmıştır. Beta geçirgenlik düzeneği Şekil 5.8 (b)'de görülmektedir.



(a)



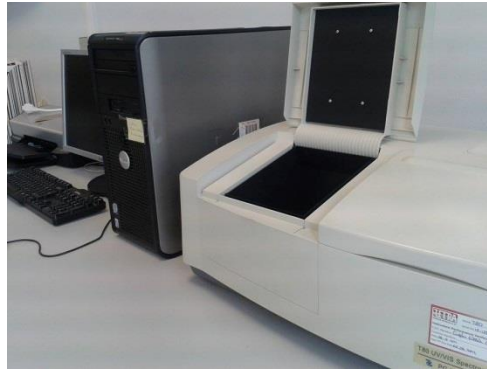
(b)

**Şekil 5.8 :** (a) Beta parçacıklarını zırlamak için kullanılan alüminyum bloklar (b) beta geçirgenlik düzeneği.

Işınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin, Eşitlik 5.1'deki denklemden yararlanılarak, beta ışınlarını zayıflatma katsayıları hesaplanmış ve doza bağlı lineer zayıflatma katsayılarındaki değişim belirlenmiştir.

#### 5.4 Spektrofotometrik Ölçümler

UV-Vis spektroskopisi, nano malzemelerin optik ve elektrik özelliklerini belirlemede basit ve kullanışlı optik tekniklerden bir tanesidir. Bu yöntem temel olarak ışığın malzeme ile etkileşimine dayanır (Zhang, 2009). Işınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin optik özelliklerin belirlenmesinde, PG Instruments marka elektromanyetik spektrumun mor ötesi, görünür ve yakın kızıl ötesi (UV-Vis-NIR) bölgelerinde ölçüm alabilen spektrofotometre kullanılmıştır. Optik ölçüm sistemi ve kullanılan spektrofotometre Şekil 5.9 (a-b)'de gösterilmiştir.



(a)



(b)

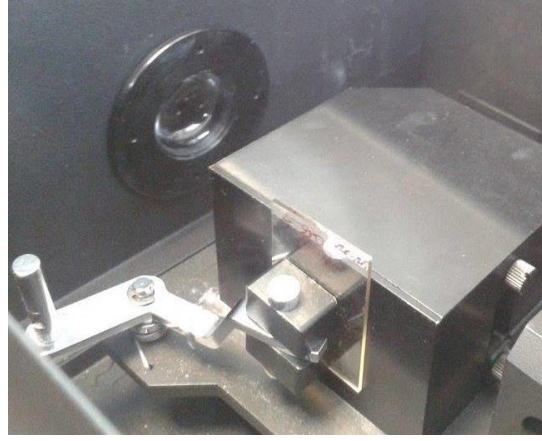
**Şekil 5.9 :** (a)Optik ölçüm sistemi ve (b) kullanılan UV-Vis-NIR spektrofotometre.



Ölçümlerde cihazın azami ölçüm aralığı olan 190 – 1100 nm dalga boyu aralığı seçilmiştir ve ölçümlerde 0.5 nm adım ayarı yapılmıştır. Cihaz aracılığıyla ince filmlerin optik geçirgenlik ve yansıtma özellikleri incelenmiştir. Optik ölçümlerde kullanılan spektrofotometrenin geçirgenlik ve yansıtıcılık ölçümleri Şekil 5.10 (a-b)'de gösterilmektedir.



(a)



(b)

**Şekil 5.10 :** Optik ölçümlerde kullanılan spektrofotometrenin (a) geçirgenlik ve (b) yansıtıcılık ölçümleri.

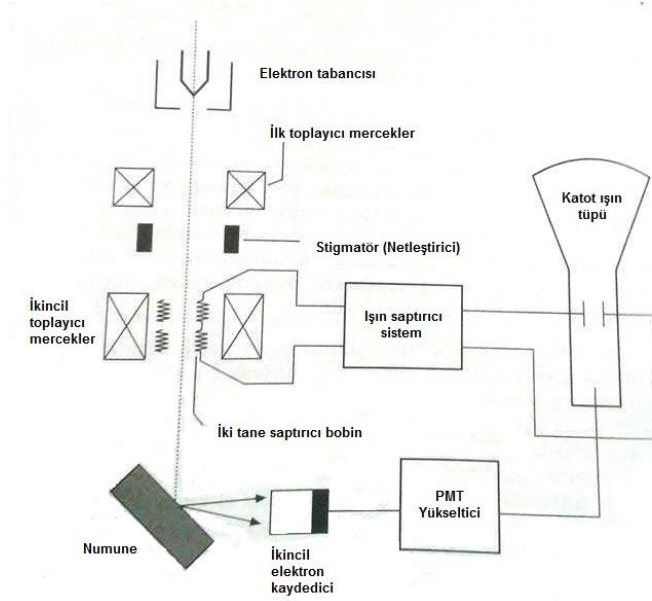
Ölçümler sonucunda elde edilen verilerden ince filmlerin doza bağlı yansıtma, geçirgenlik ve soğurma özelliklerinde meydana gelen değişiklikler, optik sabitleri ve optik bant aralıkları hesaplanmıştır.

### **5.5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi**

Nano malzemeler için yapısal karakterizasyon oldukça gereklidir. Nano yapılar, geleneksel optik mikroskopla görüntülenemeyecek kadar küçük olduğundan, moleküler ve atomik boyutta yapılarının ve yüzeylerinin karakterizasyonu için uygun araçlar kullanmak önemlidir. Taramalı elektron mikroskobu analizi, nano malzemelerin sadece temel özelliklerini anlamak değil teknolojik uygulamalarda fonksiyonel ve teknik performanslarının belirlenmesi için de önemli bir karakterizasyondur (Zhang, 2009). Bu karakterizasyonu yapan teknikler arasında taramalı elektron mikroskobu (SEM), herhangi bir malzemenin yaklaşık 1 nm çözünürlükle yüzey görüntüsünün elde edilebileceği en yaygın karakterizasyon



aracıdır ve şematik olarak Şekil 5.11’de gösterilmiştir (Zhang, 2009; Aydoğan, 2011).



**Şekil 5.11 :** Taramalı elektron mikroskobu (SEM)’nun temel bileşenlerinin şematik gösterimi.

Bu sistemde, elektron tabancası tarafından üretilen monokromatik elektronlar bir tungsten katottan termiyonik olarak veya alan emisyonu ile salınırlar ve çok dar bir demet halinde ardışık iki toplayıcı merceğe odaklanırlar (Zhang, 2009; Aydoğan, 2011). İki çift bobin numuneye elektron demetini yansıtır ve numune üzerine çarpan birincil elektronlar enerjilerini esnek olarak diğer atomik elektronlara transfer ederler (Aydoğan, 2011). Numune ile elektron demeti arasında olan bu etkileşim sonucunda enerjisi 50 eV’den daha düşük, yaklaşık birkaç angström derinlikten gelen ikincil elektronlar üremeye başlar (Zhang, 2009; Aydoğan, 2011). Birçok rastgele saçılma işlemi ile yüzeyi terk eden bazı birincil ve ikincil elektronlar numuneye bakan bir dedektör ile kaydedileceklerdir. Bir fotoçoğaltıcı (PMT) amplifikatör (yükseletç), katot ışını tüpünün şiddetini değiştirmek için ve sinyal yükseltmek için kullanılır. Araştırma niteliğindeki SEM’ler genellikle  $\sim 50 \text{ \AA}$  çözünürlüğe sahiptir (Aydoğan, 2011).

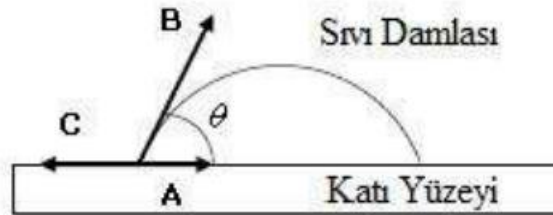
İkincil elektron yayınlanma verimi hassas bir şekilde numunenin yüzey geometrisine, yüzeyin kimyasal karakteristiğine ve kompozisyonuna bağlıdır. Bu nedenle SEM, daha çok numunenin yüzey morfolojisi, topolojisi ve kimyasal kompozisyonu hakkında bilgi sağlar (Zhang, 2009). Bunun dışında, numune döndürülerek yapı

içinde (SEM kesit alanı) farklı tabakaların kalınlıkları hakkında bilgi de elde edilebilir (Aydoğan, 2011).

Işınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin SEM görüntüleri İ.T.Ü. Ulusal Membran Teknolojileri Araştırma Merkezi (MEMTEK)'nde çekilmiştir ve ince filmlerin soğurdukları doza bağlı olarak yapısal değişimleri incelenmiştir.

## 5.6 Temas Açısı Analizi

Sıvı katı bir yüzeye damlatıldığında, sıvı damlasının şekli damlatılan katı malzemenin fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre şekil alır (Ersoy ve Kuntman, 2008). Temas Açısı (CA), katının üzerinde sıvının oluşturduğu, Şekil 5.12'de gösterildiği gibi, üç faz üzerindeki iki ara yüzey arasında oluşan açı ( $\theta$ ) olarak tanımlanır. Bu üç faz, katı, sıvı ve gazdır (Duran, 2009). Bir sıvının temas açısı, sıvı damlasının katı yüzeyine dokunduğu noktadan, sıvı damlasının çizdiği dairenin tanjantıdır (Duran, 2009).



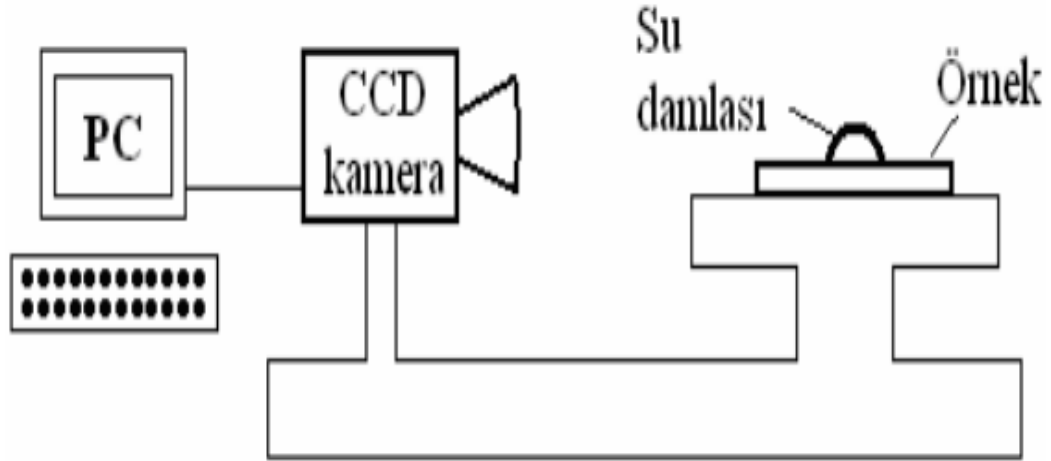
Şekil 5.12: Yüzey serbest enerjisi vektörleri ve temas açısı (Duran, 2009).

Yüzey gerilimi ve temas açısı arasındaki ilişki aşağıdaki gibidir.

$$\cos\theta = \frac{\gamma_{GS} - \gamma_{LS}}{\gamma_{GL}} \quad (5.2)$$

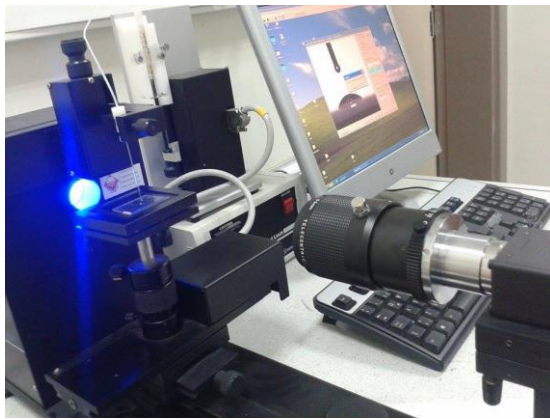
Burada  $\theta$  temas açısı,  $\gamma_{GS}$  gaz-sıvı arasındaki yüzey gerilimi,  $\gamma_{LS}$  sıvı-katı yüzey gerilimi ve  $\gamma_{GL}$  gaz-sıvı yüzey gerilimidir (Ersoy ve Kuntman, 2008). Eğer temas açısı ölçümlerinde sıvı olarak su damlası kullanırsa, temas açısı değerleri, katı yüzeyinin hidrofiliği veya hidrofobikliğini belirler (Duran, 2009). Yüksek enerjili yüzeylerde su yüzeyde düzgün olarak dağılır ve temas açısı sıfırdır. Bu durumda yüzey tamamen ıslanır ve hidrofilik denir. Düşük enerjili yüzeylerde ise temas açısı 90°'den büyüktür ve yüzey hidrofobiktir (Ersoy ve Kuntman, 2008).

Temas açısı ölçümleri genellikle goniometre adı verilen cihazla yapılır. Bu sistemde, sıvı damlasının yüksek kalitede fotoğrafları alınır ve bir bilgisayar programı yardımı ile temas açısı belirlenir (Duran, 2009). Temas açılarının ölçülmesi için kullanılan goniometre düzeneği şematik olarak Şekil 5.13'te gösterilmiştir.

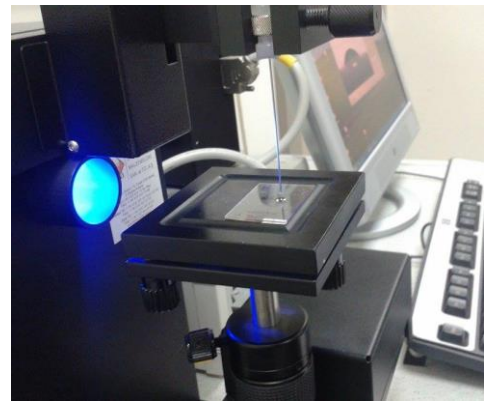


**Şekil 5.13:** Temas açısı analizi deney şeması (Ersoy ve Kuntman, 2008).

Işınlanmış  $ZrO_2$  ince film örneklerinin temas açıları, Şekil 5.14 (a)'da gösterilen İ.T.Ü. Kimya-Metalurji Fakültesi'nde bulunan, goniometreyle belirlenmiştir.  $ZrO_2$  ince filmlerin goniometreye yerleşimi Şekil 14 (b)'de gösterilmiştir. İnce filmlerin soğurulan doza bağlı temas açısı değişimleri analiz edilmiştir.



(a)



(b)

**Şekil 5.14:** (a) Temas açısı ölçümleri ve (b)  $ZrO_2$  ince filmlerin goniometreye yerleşimi.

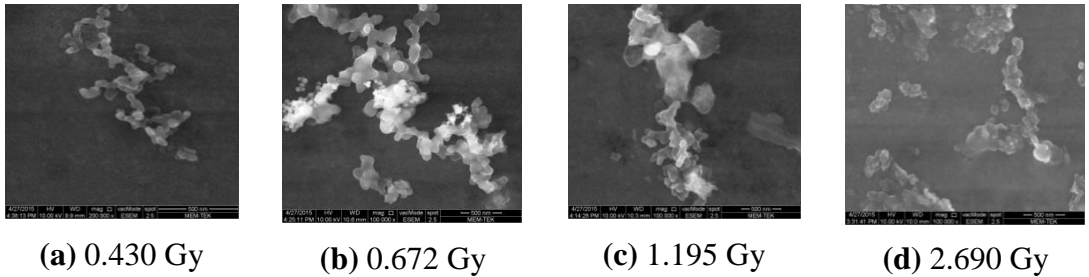


## 6. DENEY SONUÇLARI

### 6.1 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları

Işınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin yüzey morfolojisi SEM tekniği kullanılarak belirlenmiştir ve soğurulan dozun artmasıyla meydana gelen değişimlerin tane yapısına bağlı olduğu gösterilmiştir. Filmlerin yüzeylerinde bazı bölgelerde taneler arasında boşluklar olduğu görülmektedir. Şekil 6.1 (a)'da görüldüğü gibi 0.430 Gy doz alan filmin yüzeyinde  $\sim 50$  nm boyutunda eş eksenli taneler kendini göstermektedir. Şekil 6.1 (b)'de ise 0.672 Gy doz almış filmlerdeki taneler  $\sim 87.30$  nm boyutuyla maksimum düzeye ulaştığı görülmektedir. Şekil 6.1 (c)'de 1.195 Gy doz almış filmde ise tane boyutu  $\sim 74.44$  nm'dir ve yüzeyde birkaç bölgede biraraya gelip yığın oluşturmaya başlamaktadırlar. Şekil 6.1 (d)'de gösterilen 2.690 Gy doz alan filmdeki tane boyutu ise  $\sim 64.81$  nm boyutlarındadır.

Yüzey özellikleri net bir şekilde 0.672 Gy doz almış filmde değişmeye başlamıştır. 0.672 Gy soğrulma dozu filmlerin optiksel özelliklerini araştırmada önemli bir role sahiptir. Doz artışı ile birlikte tane boyutları küçülmekte fakat yığınlar oluşturmaktadır. Soğurulan doz miktarı ışınlanmış renk merkezlerine ve tane boyutlarındaki değişikliklere bağlı olarak önemli bir anahtar parametredir. Uygun tane boyutu, uygulama işlemlerine bağlı olarak soğurulan dozun değişimiyle beraber seçilebilir. Işınlanmış filmlerin küçük tanelerinin toplanması saf atom iyonlarının valans durumlarının değişimiyle ve kusur merkezlerinin yeni elektronik düzenlerinin oluşmasıyla açıklanabilir.

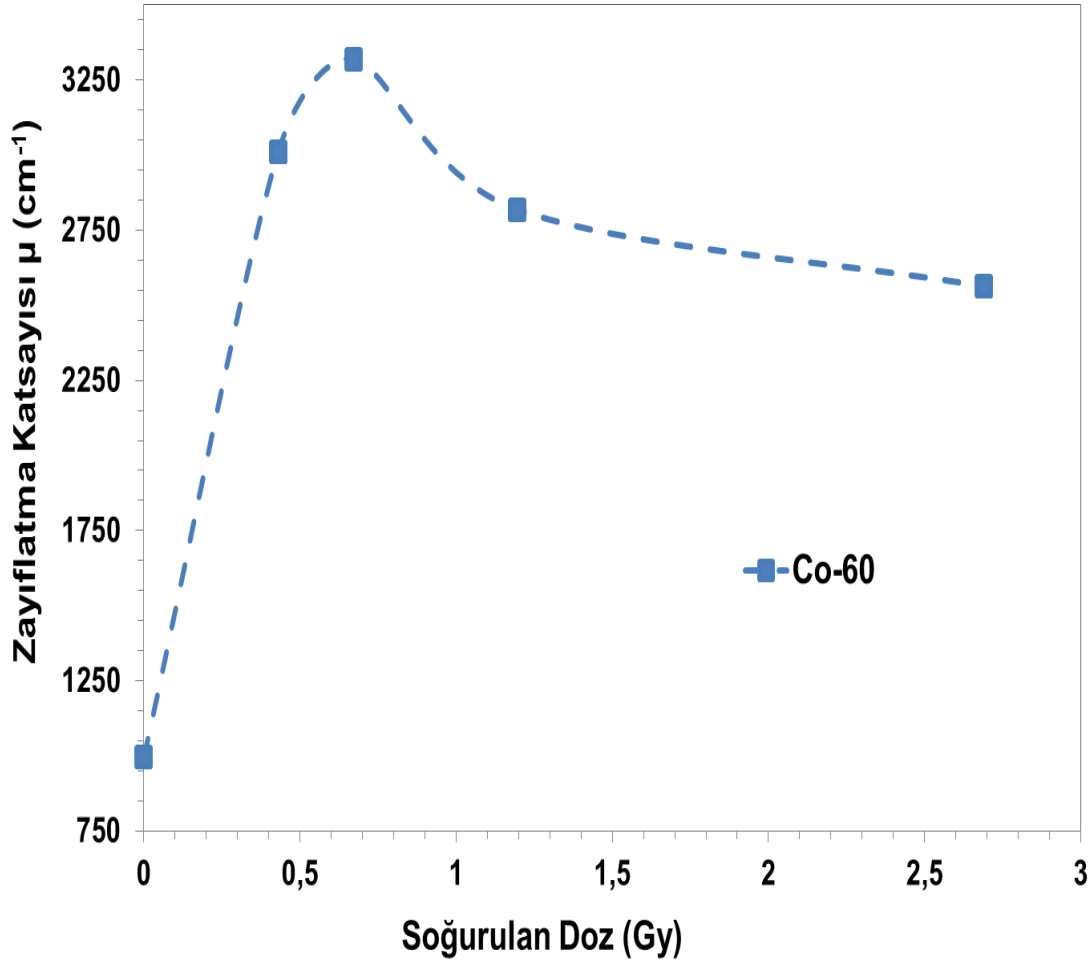


Şekil 6.1: Farklı doz seviyelerinde  $ZrO_2$  ince filmlerin SEM görüntüleri.

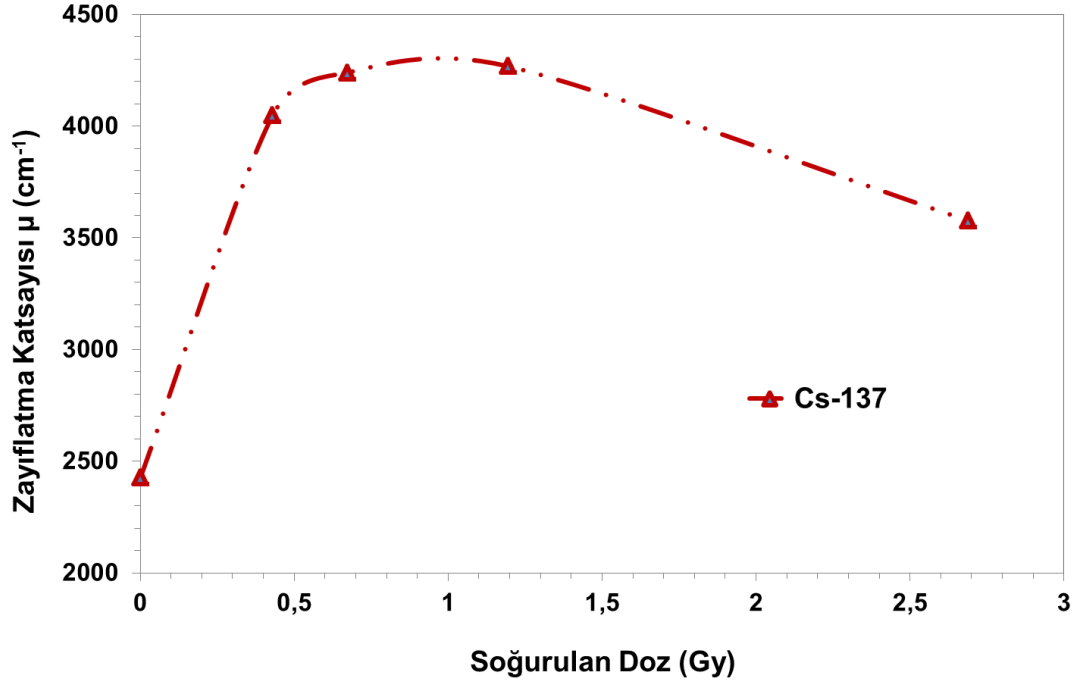
## 6.2 ZrO<sub>2</sub> İnce Filmlerin Lineer Zayıflatma Katsayılarının Belirlenmesi

### 6.2.1 ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin gama ışınları için lineer zayıflatma katsayısının soğurulan doza bağlı olarak değişimi

2.690, 1.195, 0.672 ve 0.430 Gy olmak üzere dört farklı doz seviyesine sahip ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin gama geçirgenlik düzeneği kullanılarak gama ışınlarını zayıflatma katsayıları belirlenmiştir. Co-60 ve Cs-137 radyoizotop kullanılarak, doz artışına bağlı olarak gama ışınlarını zayıflatma katsayılarını belirten grafikler çizilmiştir. Şekil 6.2'deki grafikte ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı Co-60 radyoizotop kaynak kullanılarak lineer zayıflatma katsayıları ve Şekil 6.3'teki grafikte ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı Cs-137 radyoizotop kaynak kullanılarak lineer zayıflatma katsayıları ayrıntılı bir şekilde gösterilmiştir.



Şekil 6.2: ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı olarak Co-60 kaynağı için lineer zayıflatma katsayıları.

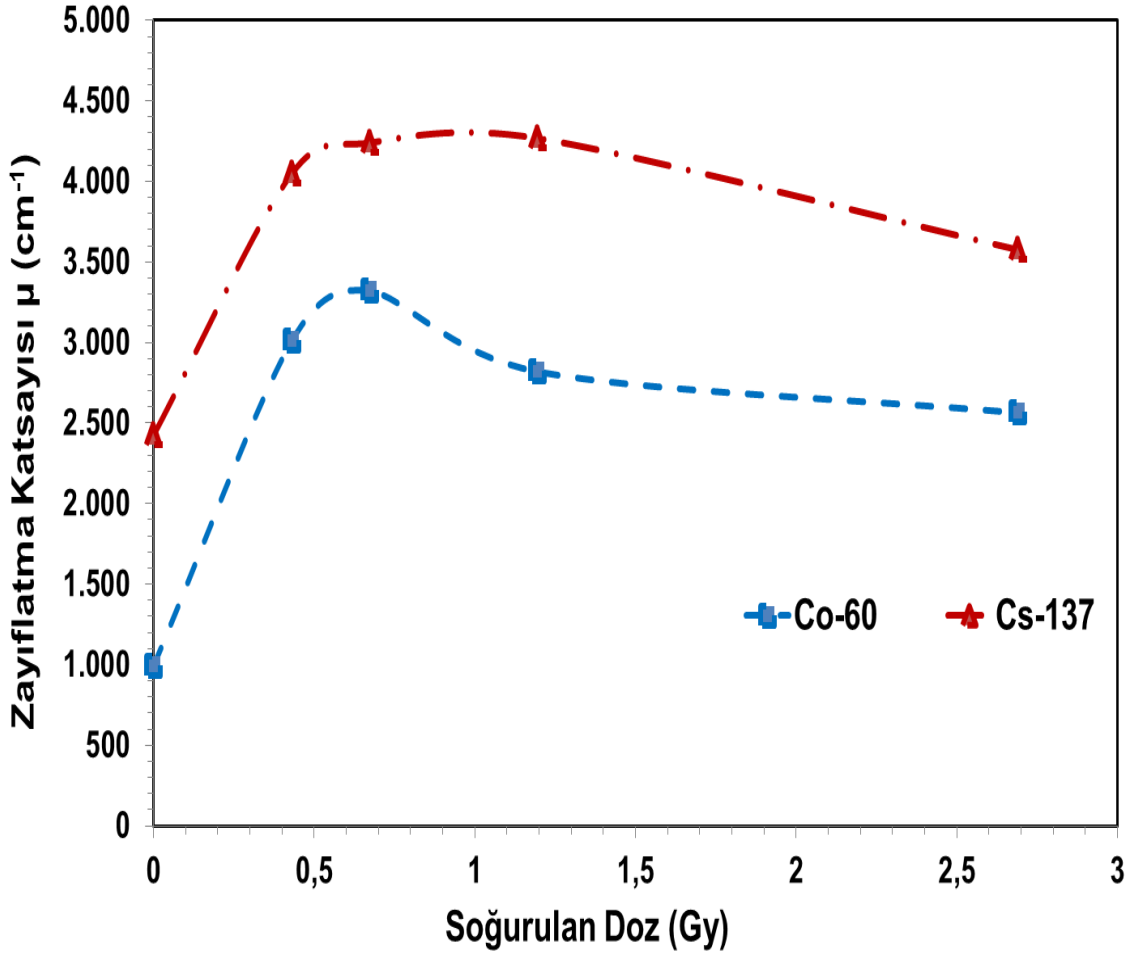


**Şekil 6.3:**  $\text{ZrO}_2$  ince filmlerin soğurulan doza bağlı olarak Cs-137 kaynağı için lineer zayıflatma katsayıları.

Lineer zayıflatma katsayısındaki değişim filmde geçen gama ışınının ölçüsünü göstermektedir. Daha yüksek gama enerjisine (~1.25 MeV) sahip Co-60 radyoizotop kullanıldığı zaman, daha düşük gama enerjisine sahip (0.662 MeV) Cs-137 radyoizotopu göre gama ışını filmlerden daha güçlü geçtiği için lineer zayıflatma katsayısı daha düşük olarak belirlenmiştir. Her iki gama enerjisindeki ölçümler sonucunda zayıflatma katsayısının, tane boyutunun en büyük değere ulaştığı doz seviyesi olan 0.672 Gy'e kadar arttığı, daha sonra doz artışıyla beraber azaldığı gözlenmiştir. İki farklı gama enerjisine sahip Co-60 ve Cs-137 radyoizotop kaynak kullanılarak belirlenen ışınlanmış  $\text{ZrO}_2$  ince filmlerin zayıflatma katsayıları Şekil 6.4'teki grafikte ve Çizelge 6.1'de gösterilmiştir.

**Çizelge 6.1 :** Işınlanan  $\text{ZrO}_2$  ince filmlerin gama radyasyonu için lineer zayıflatma katsayıları.

Soğurulan Doz (Gy)	Co-60 $\mu$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	Cs-137 $\mu$ ( $\text{cm}^{-1}$ )
0.430	3009.520	4048.514
0.672	3320.217	4239.548
1.195	2819.540	4267.887
2.690	2563.867	3576.349

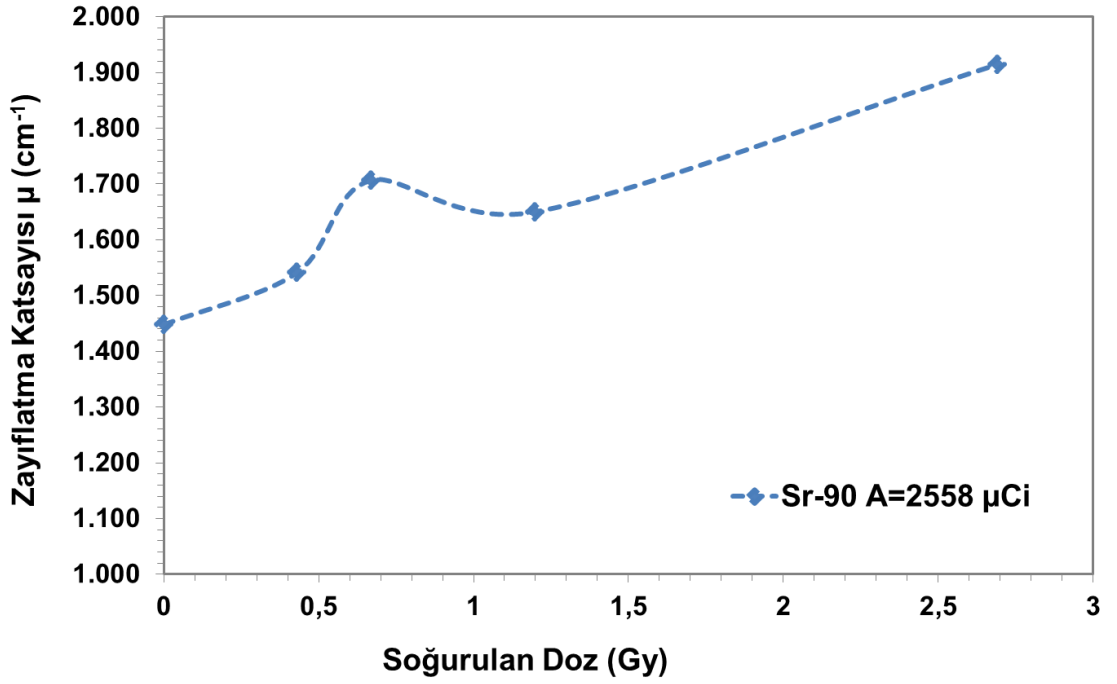


Şekil 6.4: Farklı doz seviyelerinde ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin gama ışınları için lineer zayıflatma katsayıları.

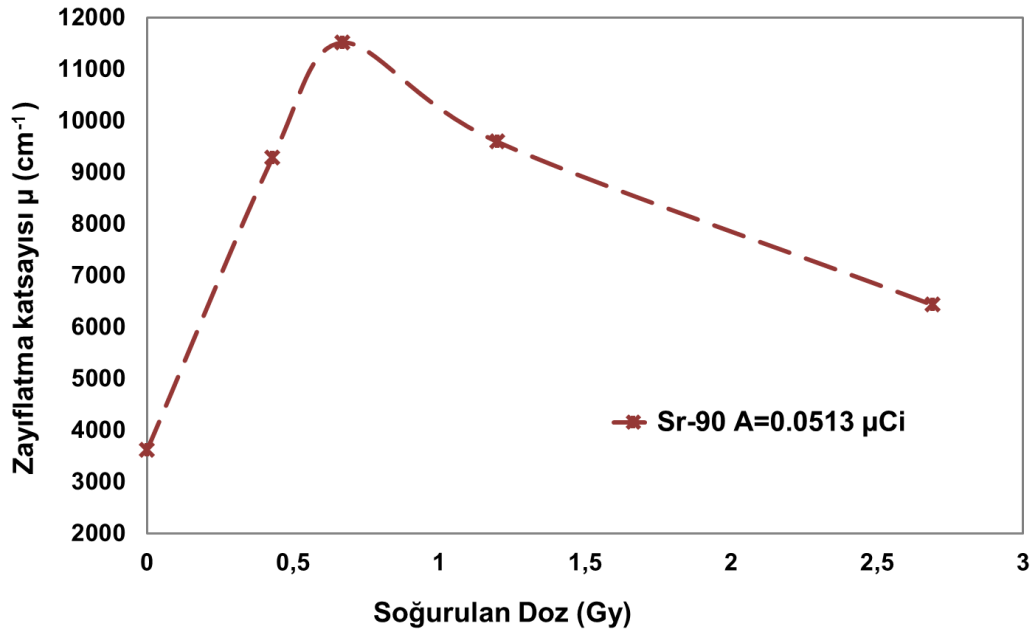
### 6.2.2 ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin beta ışınları için lineer zayıflatma katsayısının soğurulan doza bağlı olarak değişimi

Dört farklı doz seviyesine sahip ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin beta geçirgenlik düzeneği kullanılarak beta ışınlarını zayıflatma katsayıları belirlenmiştir. 2558  $\mu\text{Ci}$  ve 0.0513  $\mu\text{Ci}$  olmak üzere iki farklı aktiviteye sahip Sr-90 radyoizotop kaynak kullanılarak, doz artışına bağlı olarak beta ışınlarını zayıflatma katsayılarını belirten grafikler çizilmiştir. Şekil 6.5'teki grafikte ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı 2558  $\mu\text{Ci}$  aktiviteye sahip Sr-90 radyoizotop kaynak kullanılarak lineer zayıflatma katsayıları ve Şekil 6.6'daki grafikte ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı 0.0513  $\mu\text{Ci}$  aktiviteye sahip Sr-90 radyoizotop kaynak kullanılarak lineer zayıflatma katsayıları detaylı bir şekilde gösterilmiştir.





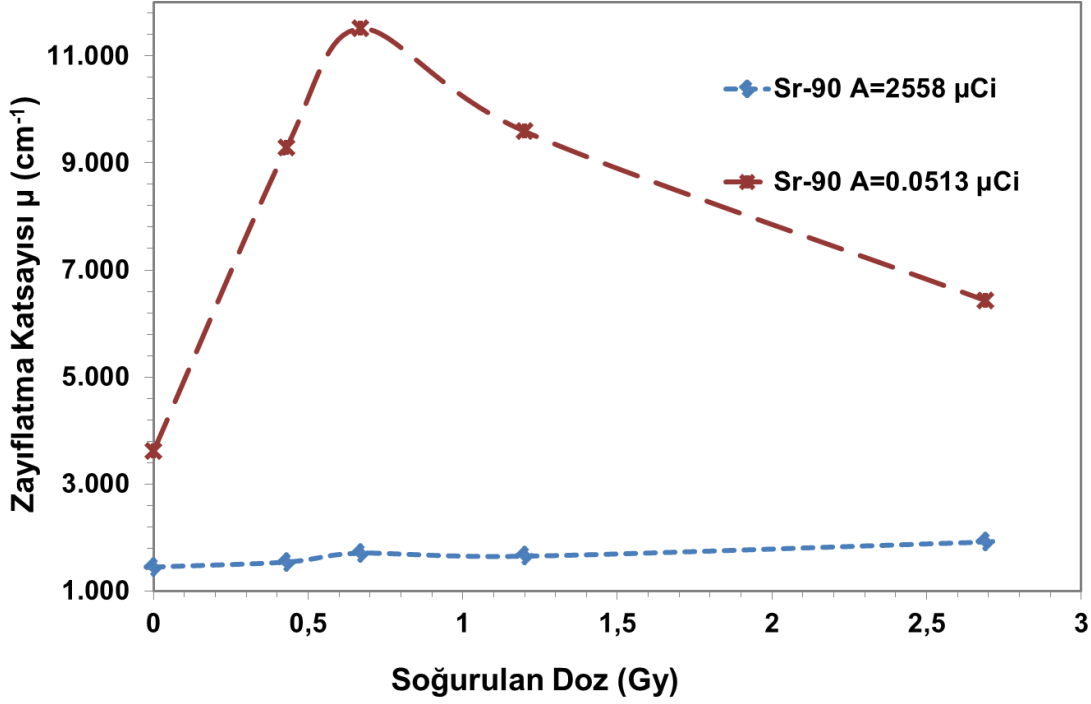
Şekil 6.5:  $\text{ZrO}_2$  ince filmlerin soğurulan doza bağlı 2558  $\mu\text{Ci}$  aktiviteli Sr-90 kaynağı için lineer zayıflatma katsayıları.



Şekil 6.6:  $\text{ZrO}_2$  ince filmlerin soğurulan doza bağlı 0.0513  $\mu\text{Ci}$  aktiviteli Sr-90 kaynağı için lineer zayıflatma katsayıları

Lineer zayıflatma katsayısındaki değişim filmde geçen beta ışınının ölçüsünü göstermektedir. Lineer zayıflatma katsayısı yüksek aktiviteye sahip kaynak kullanıldığında, beta ışını filmlerden daha güçlü geçtiği için daha düşük olarak

belirlenmiştir. Her iki aktiviteye sahip kaynak kullanıldığında da zayıflatma katsayısının,  $ZrO_2$  ince filmlerin soğurma doz seviyelerinden 0.672 Gy'e kadar arttığı, daha sonra doz artışıyla beraber azaldığı gözlenmiştir. 2558  $\mu Ci$  ve 0.0513  $\mu Ci$  olmak üzere iki farklı aktiviteye sahip Sr-90 radyoizotop kaynak kullanılarak belirlenen ışınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin zayıflatma katsayıları Şekil 6.7'deki grafikte ve Çizelge 6.2'de gösterilmiştir.



Şekil 6.7: Farklı doz seviyelerinde  $ZrO_2$  ince filmlerin beta ışınları için lineer zayıflatma katsayıları.

Çizelge 6.2 : Işınlanan  $ZrO_2$  ince filmlerin beta radyasyonu için lineer zayıflatma katsayıları.

Soğurulan Doz (Gy)	Sr-90 (A = 2558 $\mu Ci$ ) $\mu (cm^{-1})$	Sr-90 (A = 0.0513 $\mu Ci$ ) $\mu (cm^{-1})$
0.430	01540.03	09280.791
0.672	1706.940	11512.880
1.195	1650.226	09590.984
2.690	1914.410	06429.681

Gama ışınlarına maruz kalmış  $ZrO_2$  ince filmlerde zayıflatma katsayısındaki değişim, film yapısını oluşturan tanelerin boyutu büyüdükçe, tanelerden saçılan beta parçacıklarının ikincil saçılma etkisinin azalmasına bağlıdır. Bu değişim, beta parçacıklarının film yapısı içinde daha az çarpışma yaptığını ve büyük taneler

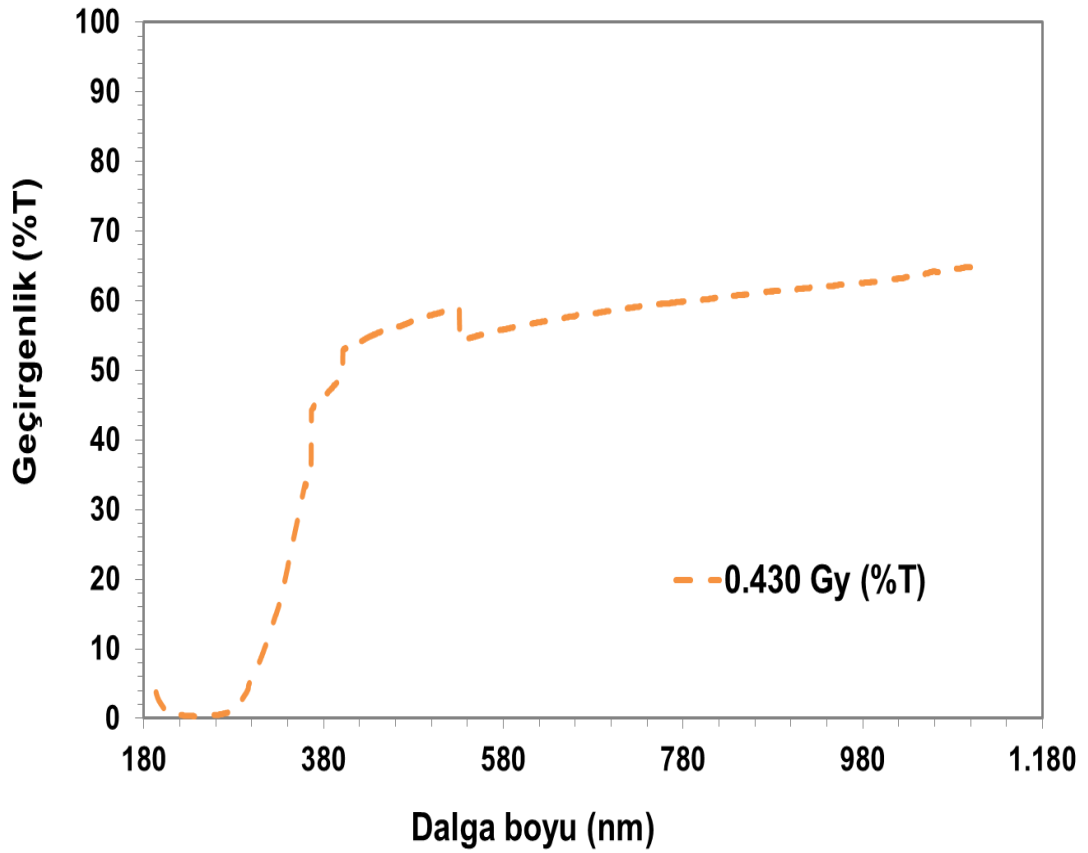
içindeki ortalama serbest yolunun arttığını göstermektedir. Bu etki de  $ZrO_2$  ince filmlerin, zırlama kapasitesini etkilemektedir.  $ZrO_2$  ince filmlerin maruz kaldığı radyasyon dozu arttıkça, yapıda Frenkel ve Shotky kusurları artmıştır. Böylece, yüklü beta parçacıkları film yapısında daha çok tuzaklanmıştır.

### 6.3 $ZrO_2$ İnce Filmlerin Optik Özellikleri

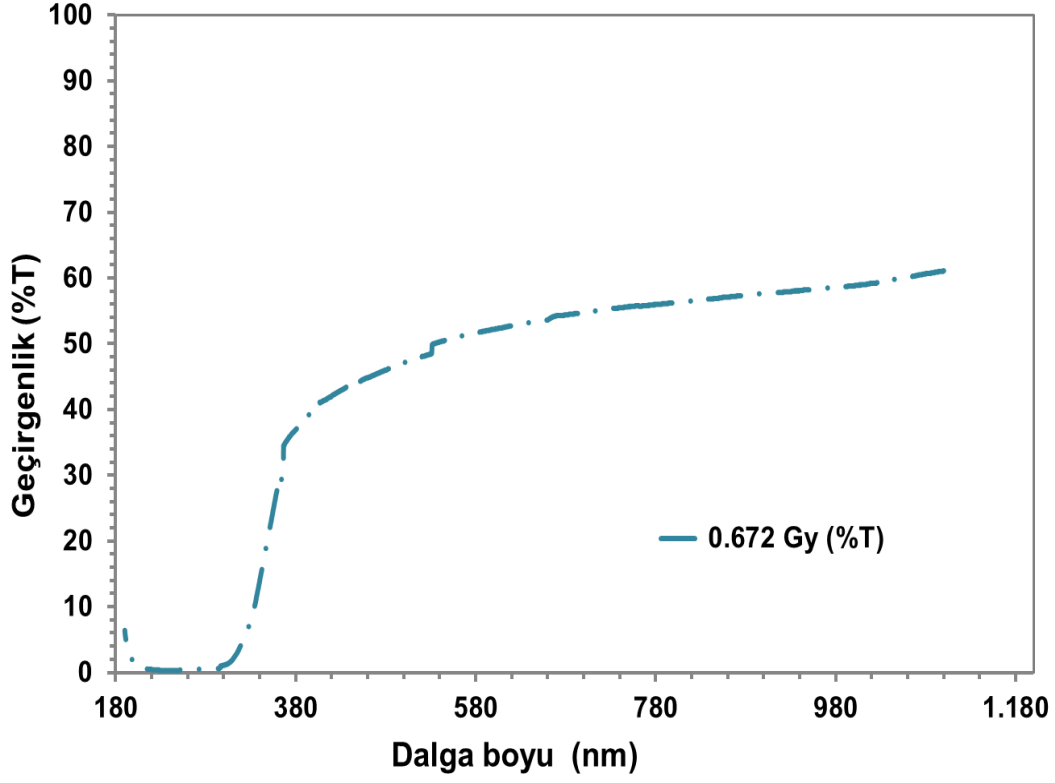
Gama ışınlarına maruz kalan ince filmlerin optik geçirgenlik ve yansıtıcılık özellikleri spektrofotometre kullanılarak incelenmiştir. 190–1100 nm dalga boyu aralığında ölçümler yapılmış olup, ölçümlerde 0.5 nm adım ayarı yapılmıştır.

#### 6.3.1 $ZrO_2$ ince filmlerin ışınlama sonrası optik geçirgenliklerinin belirlenmesi

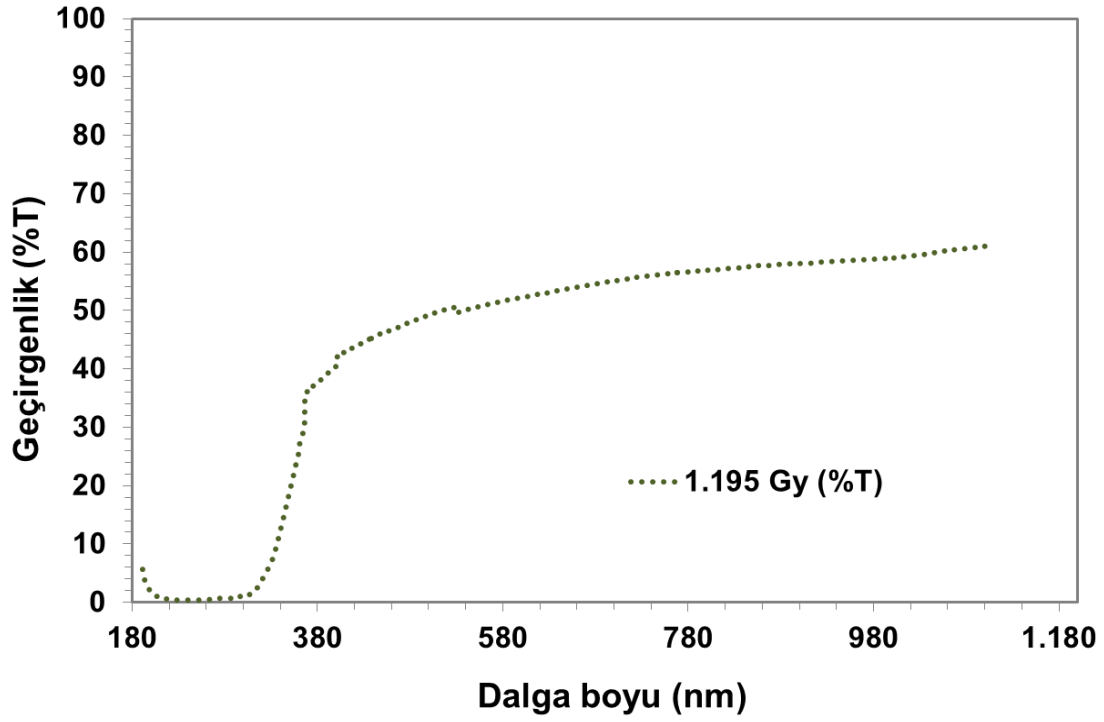
Co-60 gama ışını kullanılarak dört farklı dozda ışınlanan  $ZrO_2$  ince filmlerinin optik geçirgenlikleri 190-1100 nm elektromanyetik dalgaboylarına göre incelenmiştir. Şekil 6.8 – 6.11 grafikleri üzerinde ilgili sonuçlar görülmektedir:



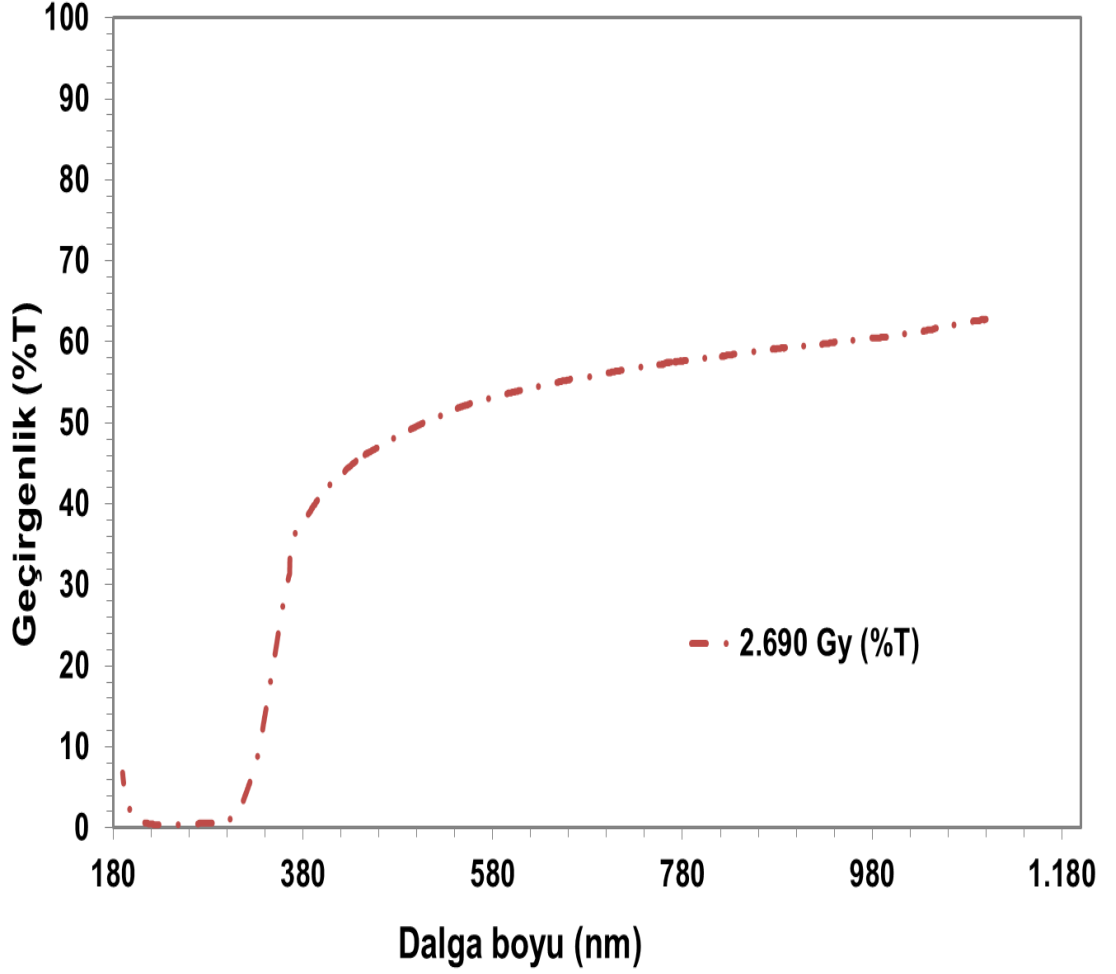
Şekil 6.8: 0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış  $ZrO_2$  ince filmin optik geçirgenliği.



Şekil 6.9: 0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik geçirgenliği.

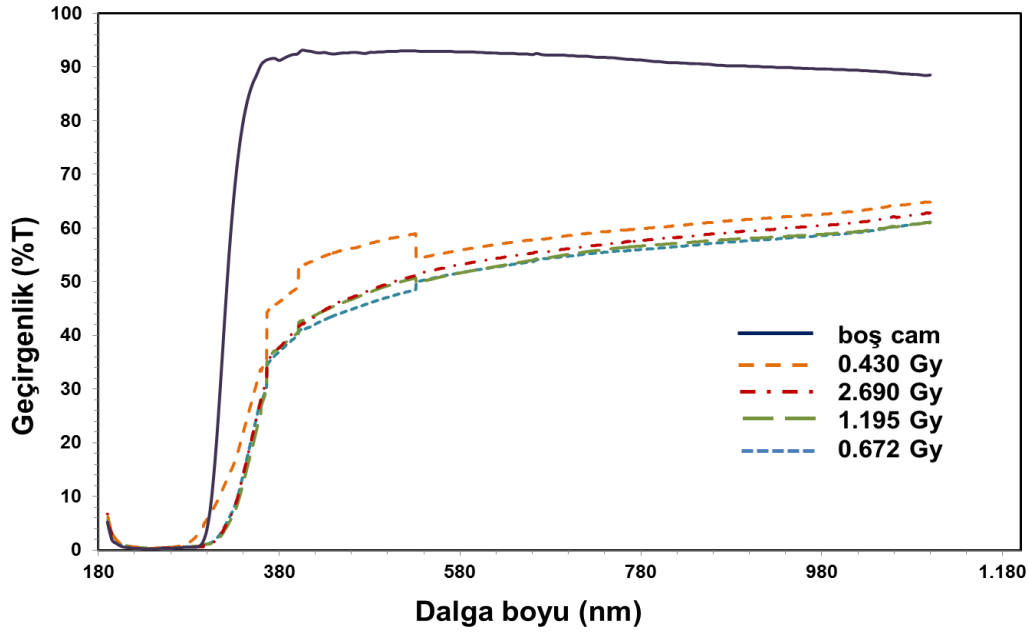


Şekil 6.10: 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik geçirgenliği.

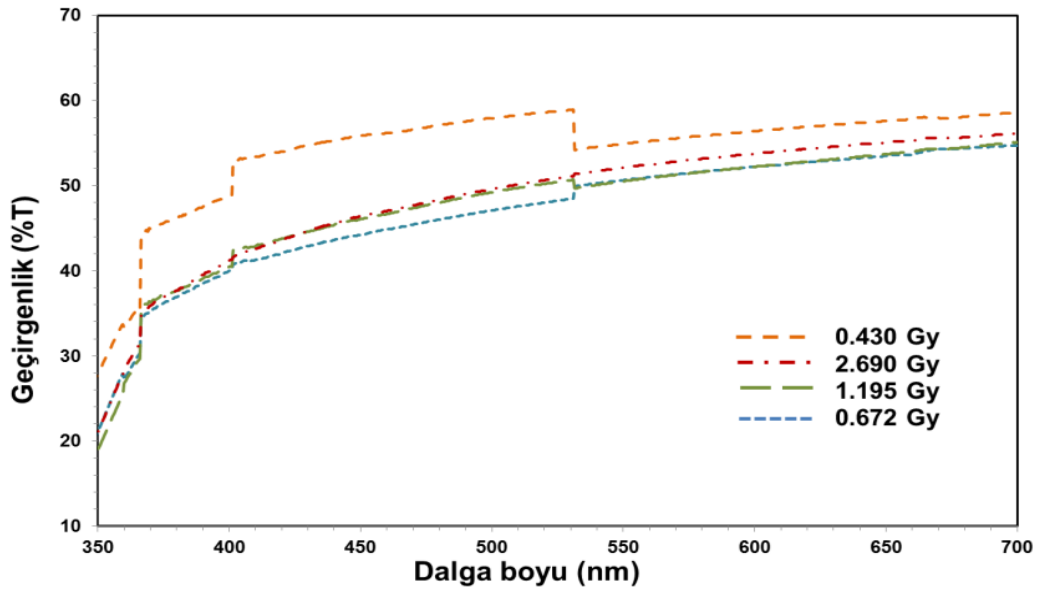


Şekil 6.11: 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik geçirgenliği.

Işınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin renkleri doz artışıyla beraber daha koyu bir hale dönüşmüştür. Co-60 radyoizotop ile ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin geçirgenliği, radyasyon dozu artışıyla beraber, özellikle mor ötesi bölgede azalmıştır. Işınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin optik geçirgenliğinin doz artışına bağlı olarak daha yüksek dalga boylarına kaydığı (kıızıla kayma) gözlenmiştir ve Şekil 6.12(a)'daki grafikte gösterilmiştir. Şekil 6.12 (b)'de ise grafiğin 350-700 nm arasında detaylı gösterimi verilmiştir. Bu kıızıla kaymanın nedeni olarak, film yapısını oluşturan tanelerin soğurduğu 0.672 Gy'lık radyasyon dozu sonucu bir miktar büyümesi (~50nm'den 87 nm'ye çıkması sonucu) nedeniyle, 190-1100 nm arasında incelenen elektromanyetik radyasyonu oluşturan fotonların, bu iri tanelerde daha fazla soğurulması nedeniyle, geçirgenliğinin bir miktar azaldığı belirlenmiştir.



(a)



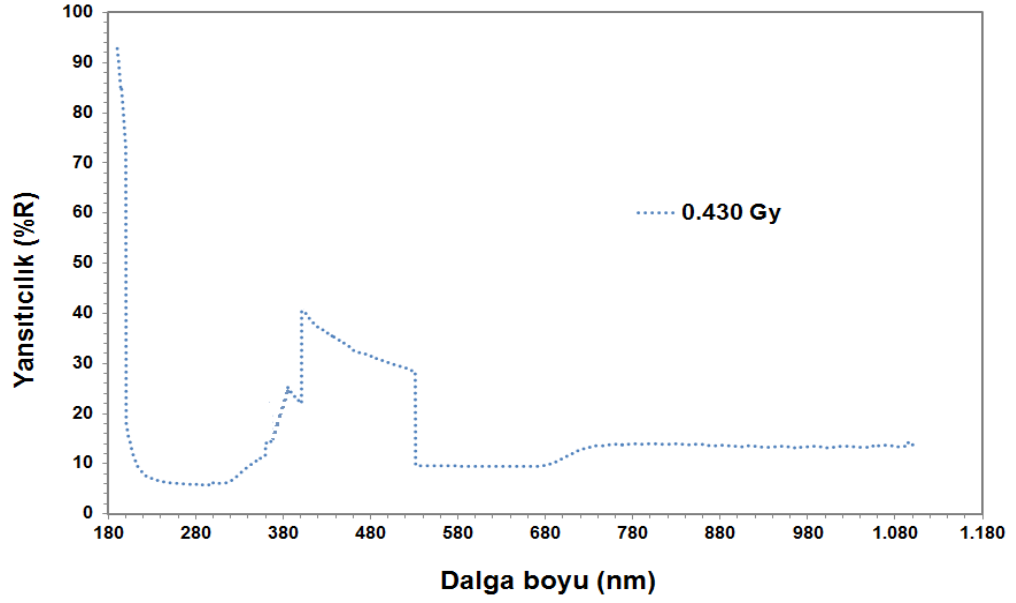
(b)

**Şekil 6.12:** Farklı doz seviyelerinde ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin (a) optik geçirgenlikleri (b) grafiğın detaylı incelenmesi.

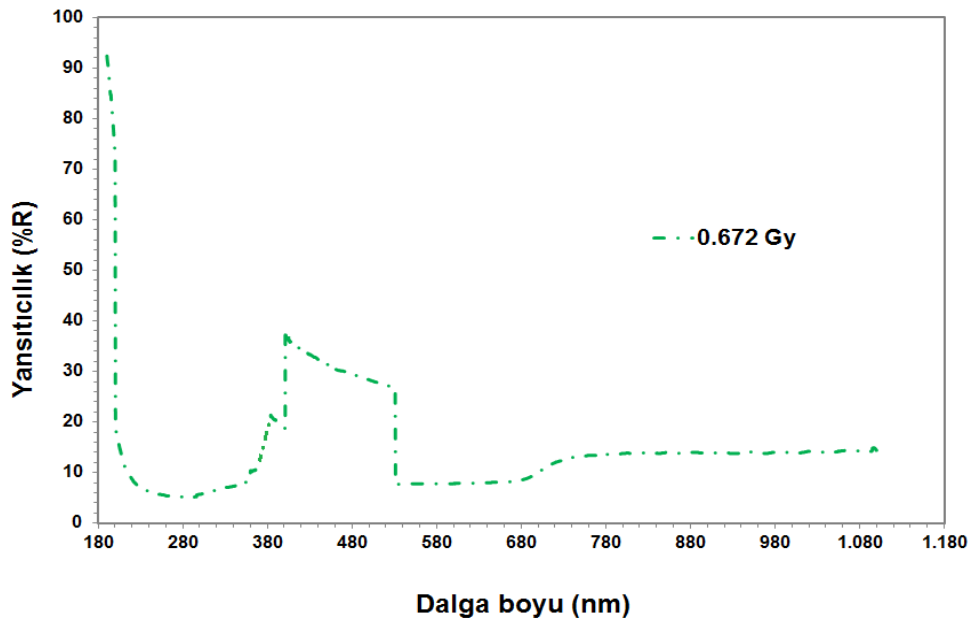
### 6.3.2 ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin ışınlama sonrası optik yansıtma özelliğinin belirlenmesi

Gama ışınlarına maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerinin optik yansıtıcılıkları 190-1100 nm elektromanyetik dalgalılarına göre incelenmiştir. Soda kireç silika

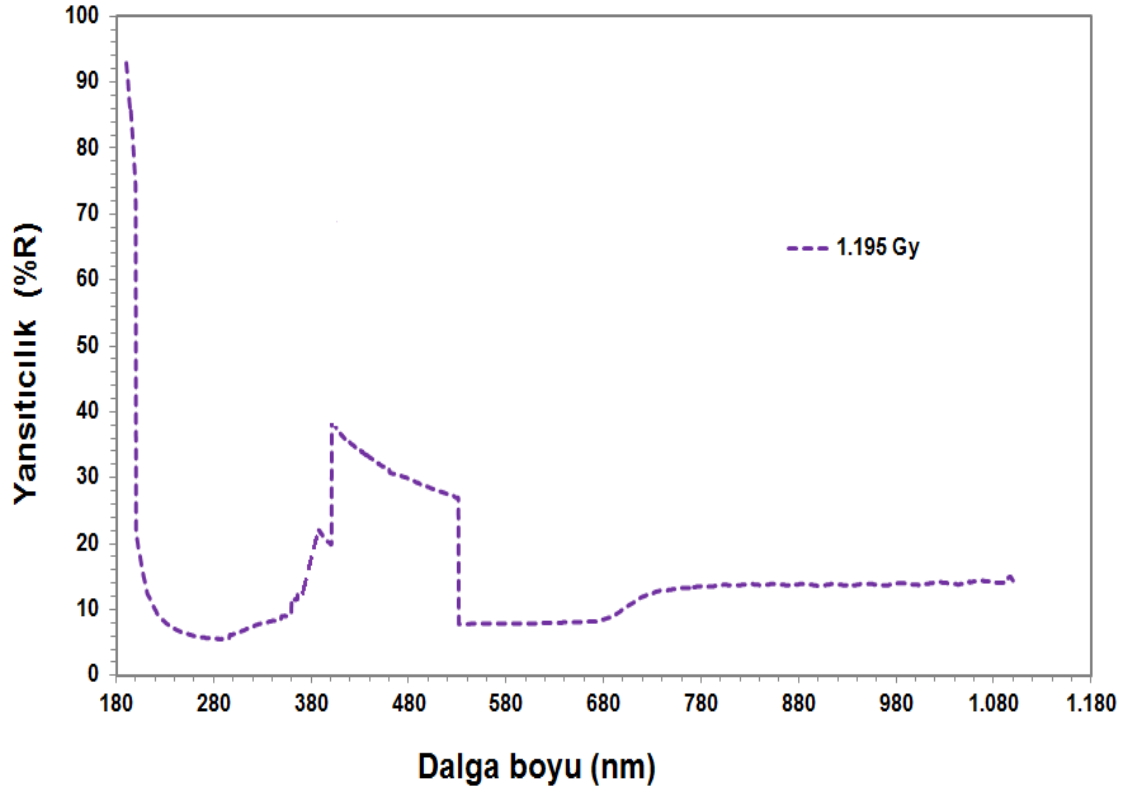
camın  $ZrO_2$  ince film ile kaplanmasıyla, yansıtıcılığın boş cama göre, bir miktar arttığı belirlenmiştir. Ancak, en düşük yansıtıcılık değerinin tane boyutu en büyük olan 0.672 Gy doza maruz kalmış filmde olduğu görülmektedir. Bunun nedeni, film yapısını oluşturan tanelerin, soğurduğu 0.672 Gy'lik radyasyon dozu sonucu bir miktar büyümesiyle (~50nm'den 87 nm'ye ulaşması) bu iri taneler arasındaki tane sınırlarının azalması nedeniyle, fotonların daha az yansımalarıdır.  $ZrO_2$  ince filmlerinin optik yansıtıcılıklarındaki değişimler, Şekil 6.13 – 6.16'da görülmektedir:



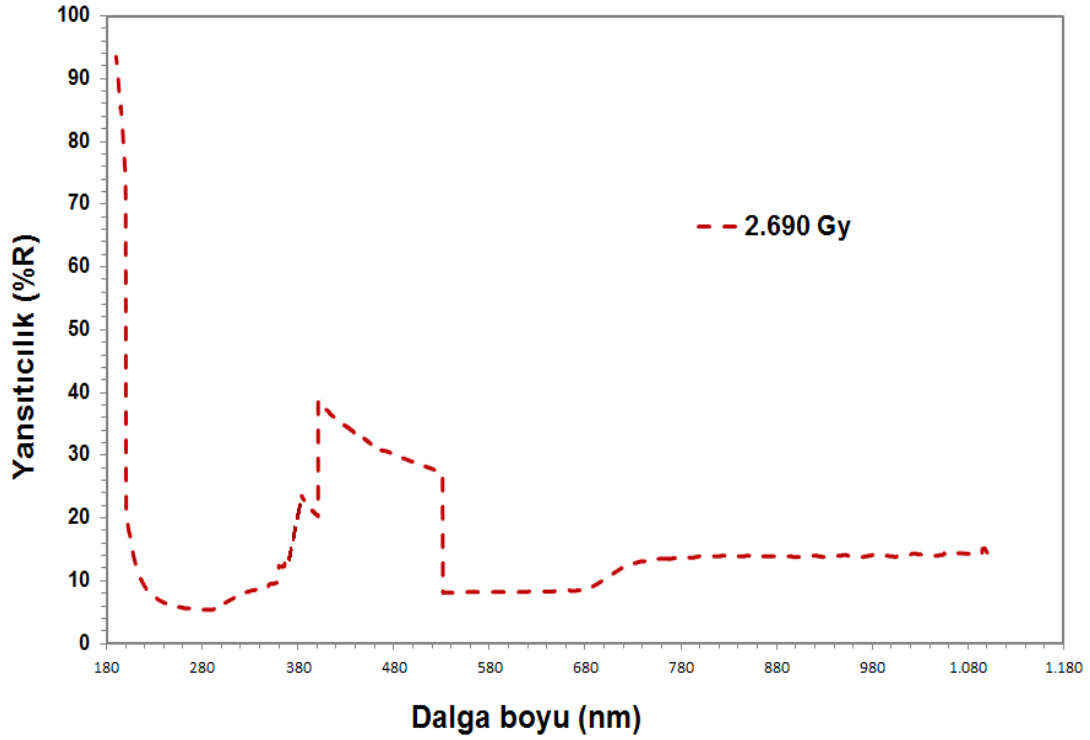
Şekil 6.13: 0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış  $ZrO_2$  ince filmin optik yansıtıcılığı.



**Şekil 6.14:** 0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik yansıtıcılığı.



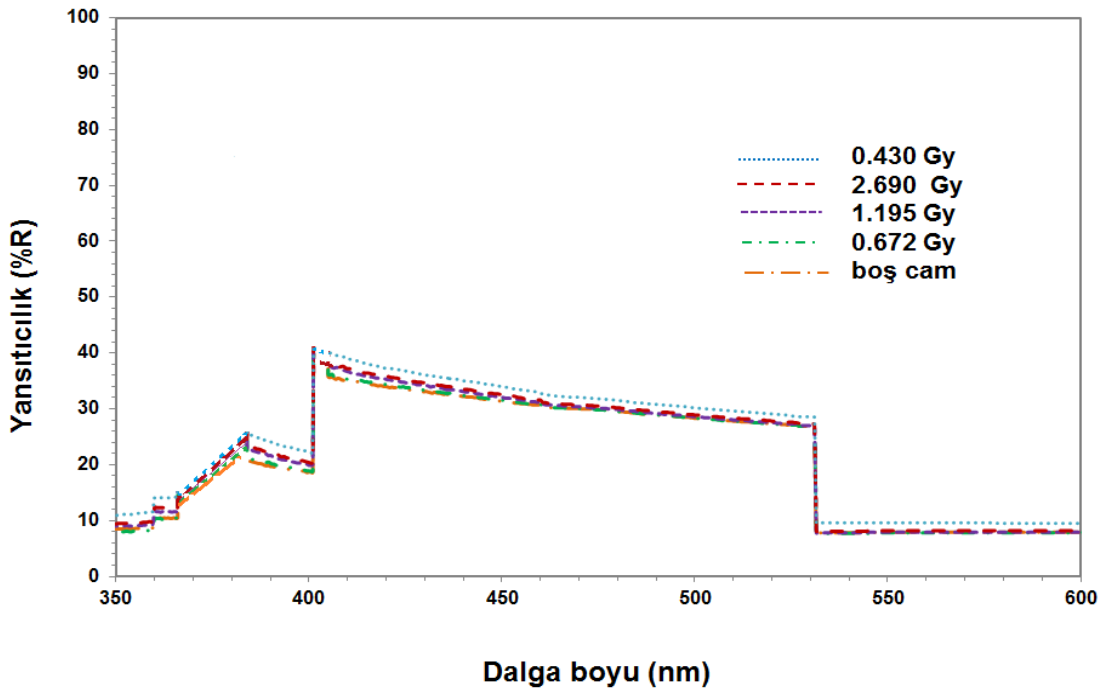
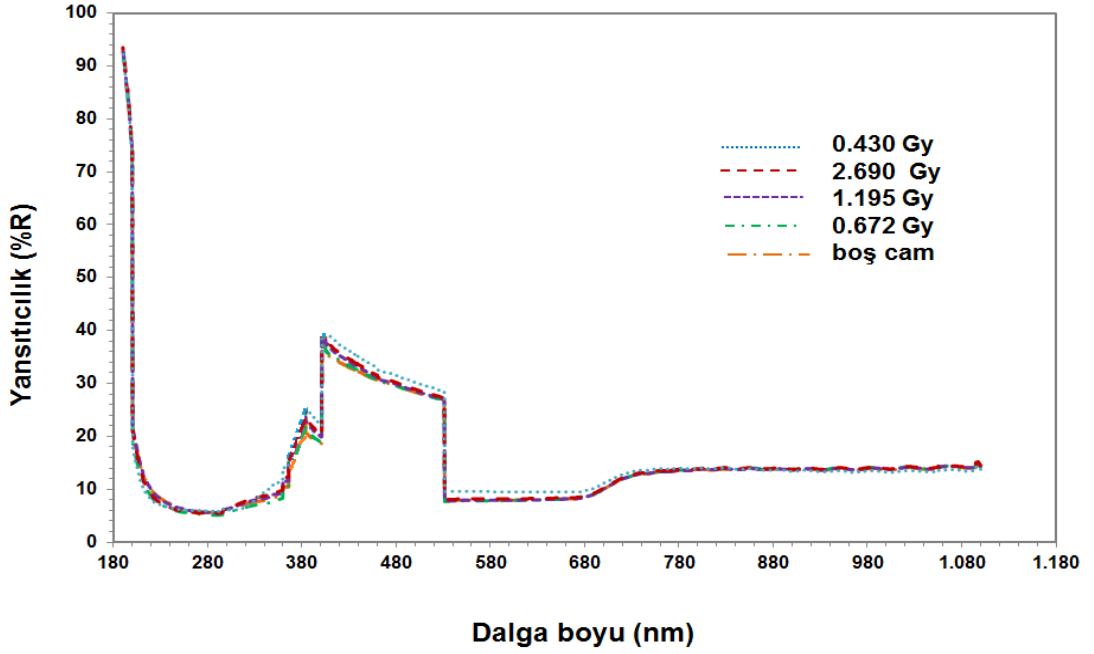
**Şekil 6.15:** 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik yansıtıcılığı.





**Şekil 6.16:** 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik yansıtıcılığı.

Co-60 radyoizotop ile ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin yansıtıcılığının geçirgenlik gibi doz artışına bağlı olarak ince filmin tane boyutunun büyümesiyle beraber bir miktar azaldığı Şekil 6.17 (a)'daki grafikte gösterilmiştir. Ayrıca grafiğin 350-600 nm arasındaki detaylı gösterimi Şekil 6.17 (b)'de verilmektedir.

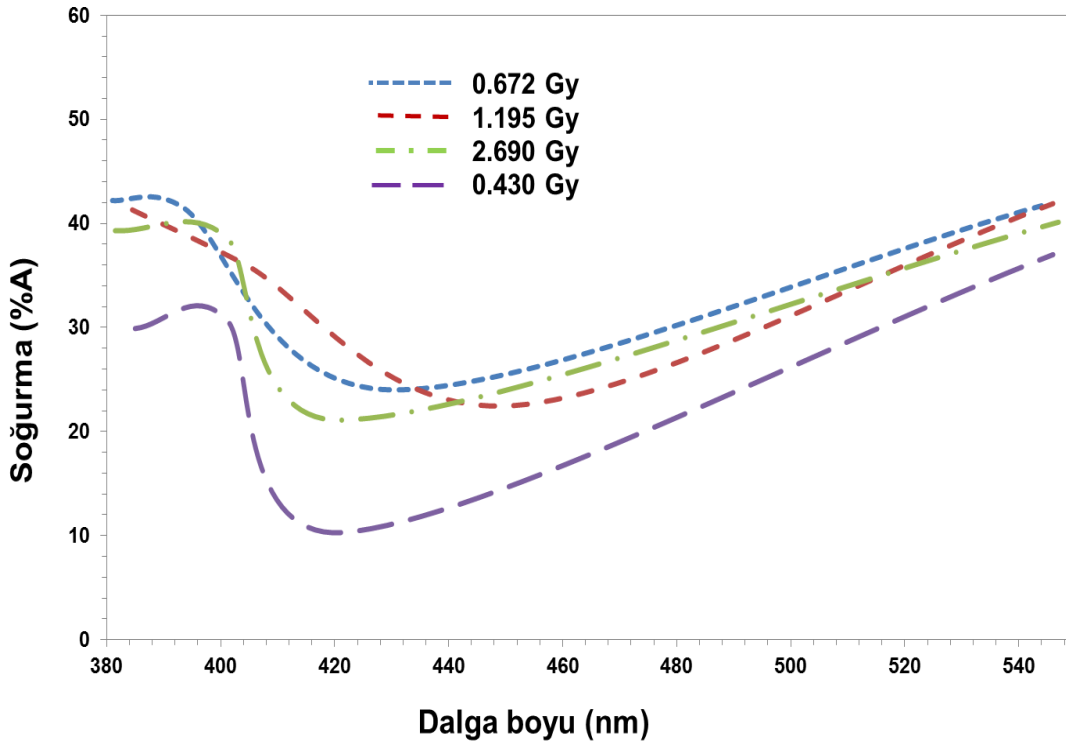


**Şekil 6.17:** ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurulan doza bağlı olarak (a) optik yansıtıcılıkları (b) elektromanyetik spektrumun 350-600 nm arasındaki yansıtıcılıkları.

SEM görüntülerine göre 0,672 Gy doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmde tane boyutu en büyük değere ulaşmakta ve sonuç olarak yansıtıcılığın en düşük 0.672 Gy doza sahip filmde olduğu belirlenmiştir.

### 6.3.3 ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin ışınlama sonrası optik soğurma özelliğinin belirlenmesi

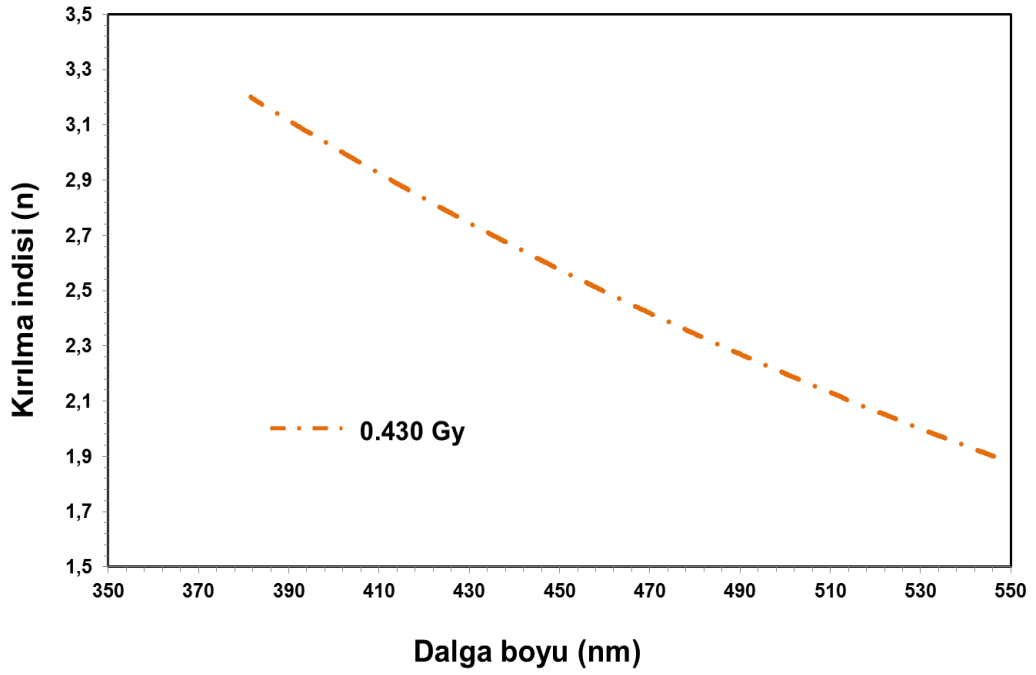
Literatürde, ZrO<sub>2</sub> bulk yapılarıdaki fotolüminesans yayınının ~ 480 nm’de ve ZrO<sub>2</sub> ince filmlerdeki fotolüminesans yayınının ~390 nm’de, etkin olduğu belirtilmektedir (Joy ve diğ., 2011). Dolayısı ile, dört farklı dozda ışınlanan ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin optik soğurma değerleri Şekil 6.18’de görüldüğü gibi, 380-540 nm dalgaboyları arasında incelenmiştir. Soğurulan doz artışı ile, ZrO<sub>2</sub> filmdeki tane boyutlarının değişimi, filmin optik soğurmasını da değiştirdiği belirlenmiştir. En yüksek optik soğurmanın, 0.672 Gy’deki radyasyona maruz kalan, en büyük taneli (~ 87 nm) ZrO<sub>2</sub> filmde gerçekleştiği tespit edilmiştir.



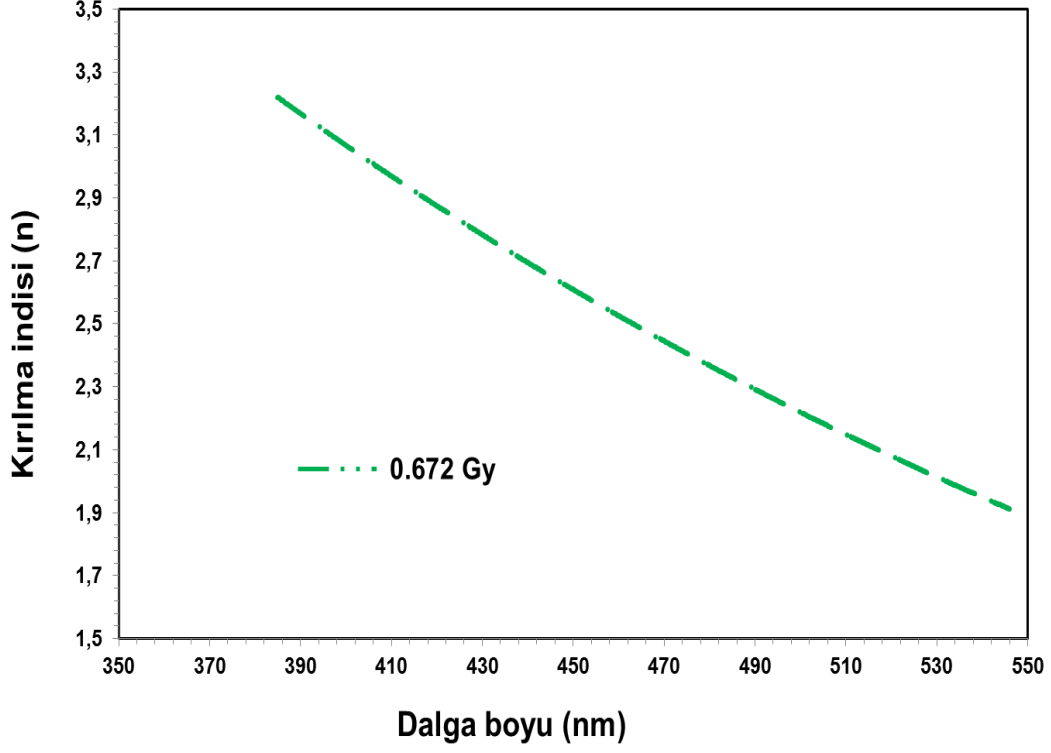
**Şekil 6.18:** Farklı doz seviyelerinde ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin optik soğurma özellikleri.

### 6.3.4 ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin ışınlama sonrası optik sabitlerinin belirlenmesi

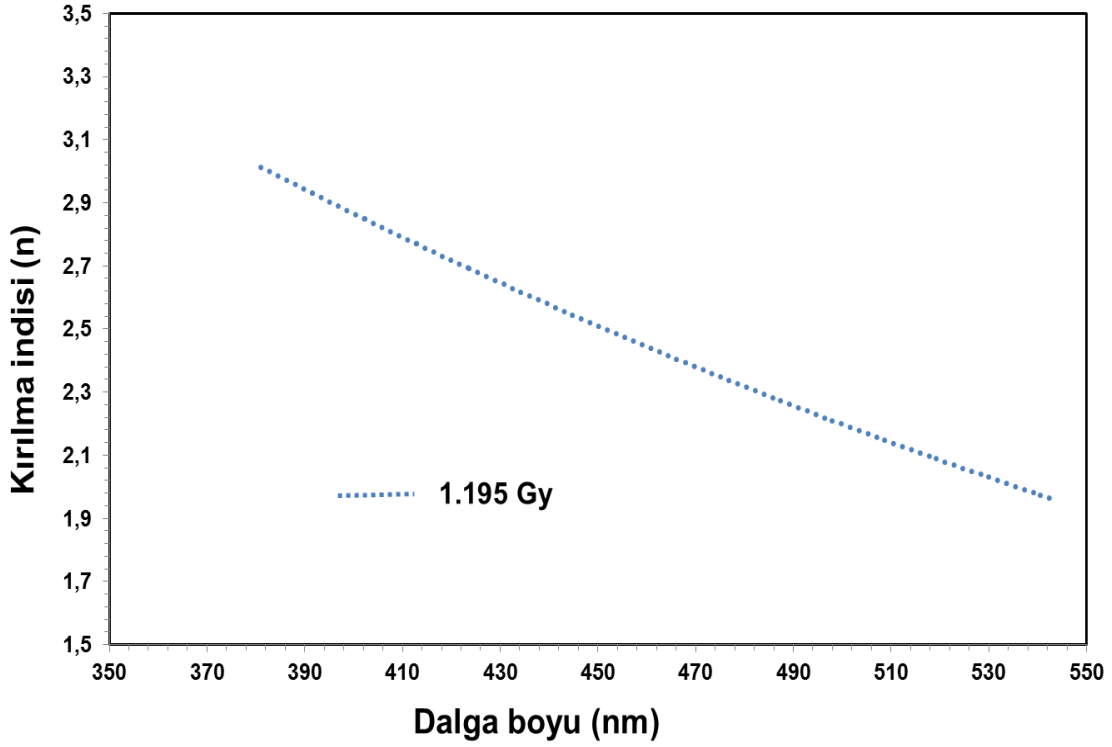
Söz konusu yüksek lisans tez çalışmasında, gama radyasyonuna maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin, kırılma indisi, söndürme ve soğurma katsayısındaki değişim doz artışına bağlı olarak belirlenmiştir. Şekil 6.19–6.22 grafikleri üzerinde kırılma indisi ile ilgili sonuçlar görülmektedir:



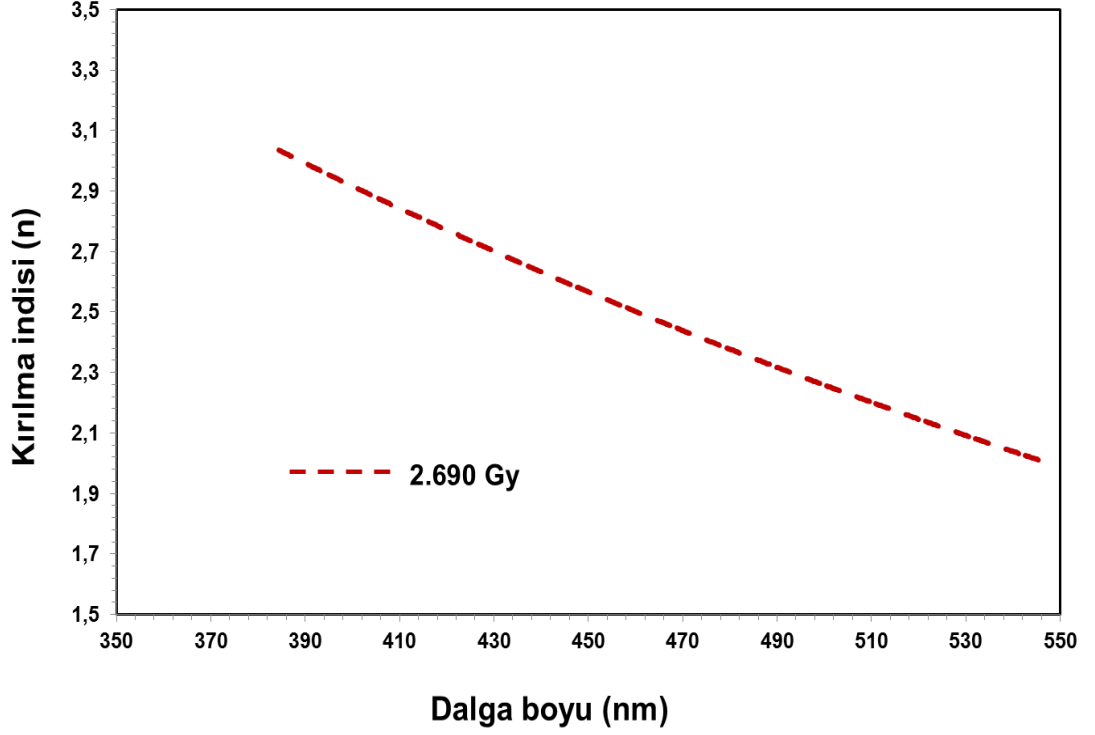
Şekil 6.19: 0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin kırılma indisi.



Şekil 6.20: 0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin kırılma indisi.



Şekil 6.21: 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin kırılma indisi.



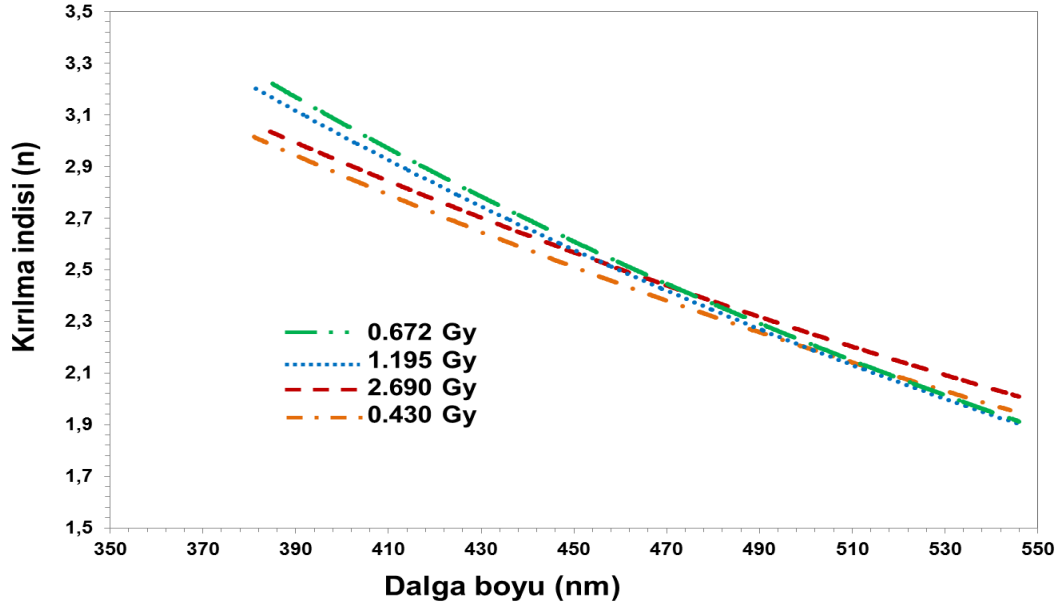
**Şekil 6.22:** 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin kırılma indisi.

Co-60 radyoizotop ile ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin kırılma indislerinin doz artışıyla beraber arttığı ve en yüksek değerine 0.672 Gy doza sahip filmde olduğu Şekil 6.23'teki grafikte gösterilmektedir. Kırılma indisindeki bu artış, ince filmlerin soğurduğu radyasyon dozundaki artış nedeniyle, (SEM fotoğraflarına göre) ışınlanan ince film yapısındaki tanelerin biraraya gelmesiyle açıklanabilir.

ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin fotoluminesans özellikleri üzerine literatürde yapılan çalışmalarda, ZrO<sub>2</sub> bulk yapılarında ~ 480 nm'de, ZrO<sub>2</sub> ince filmde ise ~390 nm'de, fotoluminesans yayılım meydana geldiği belirtilmektedir (Joy ve diğ., 2011). Bu çalışmada da, en büyük taneye sahip (~87 nm), 0.672 Gy'lik doza maruz kalan filmde, ~ 480 nm'den itibaren, oluşan fotoluminesans etkinin, daha belirgin olarak meydana geldiğini, Şekil 6.23'teki değişimler işaret etmektedir. ~ 480 nm civarında fotoluminesans etki sonucu açığa çıkan fotonlar, film yapısındaki tanelerde saçılırken enerjisini giderek kaybettiği düşünülmüştür. Böylece yapıda saçılan daha uzun dalgaboylu fotonlarında ortamda oluşmasına sebep oldukları düşünülmüştür.

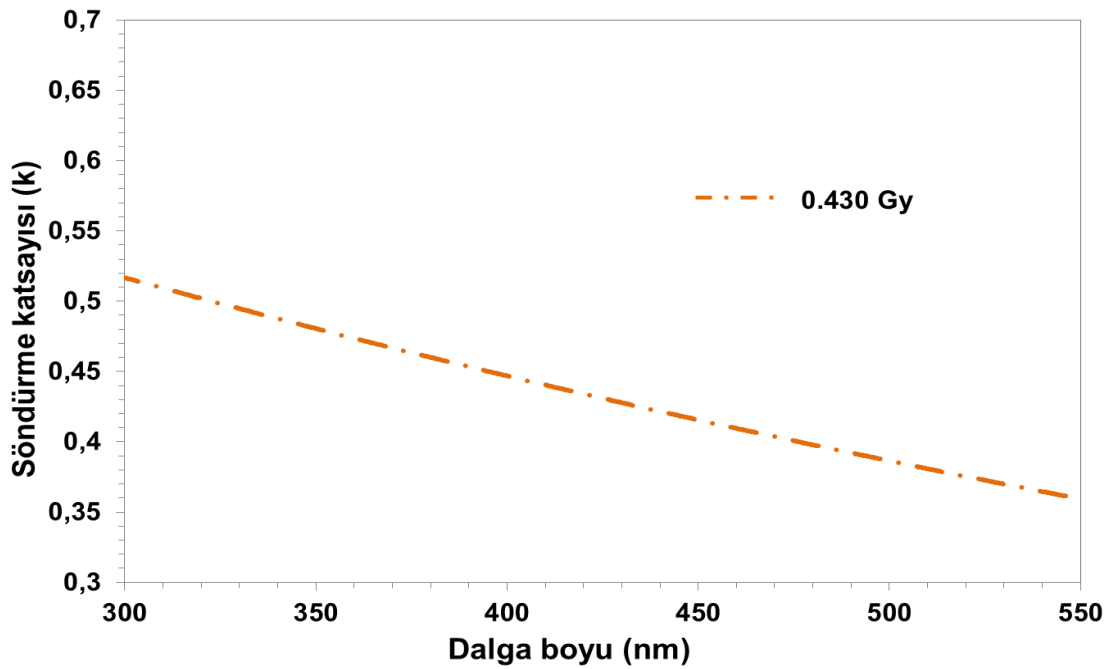
Film yapısında fotoluminesans etki sonucu oluşan fotonların, ortama yaptıkları katkıdan dolayı, ZrO<sub>2</sub> taneleri gelişmiş filmin kırılma indisinde, kendine özgü karakteristik bir değişim meydana gelmektedir. ZrO<sub>2</sub> tanelerin gelişimi sonucu,

oluşan nispeten daha şiddetli fotolüminesans etki nedeniyle, ~ 480 nm'den itibaren geçirgenliğin artışı, soğurmanın ve buna bağlı olarak kırılma indisinin azaldığı görülmektedir.

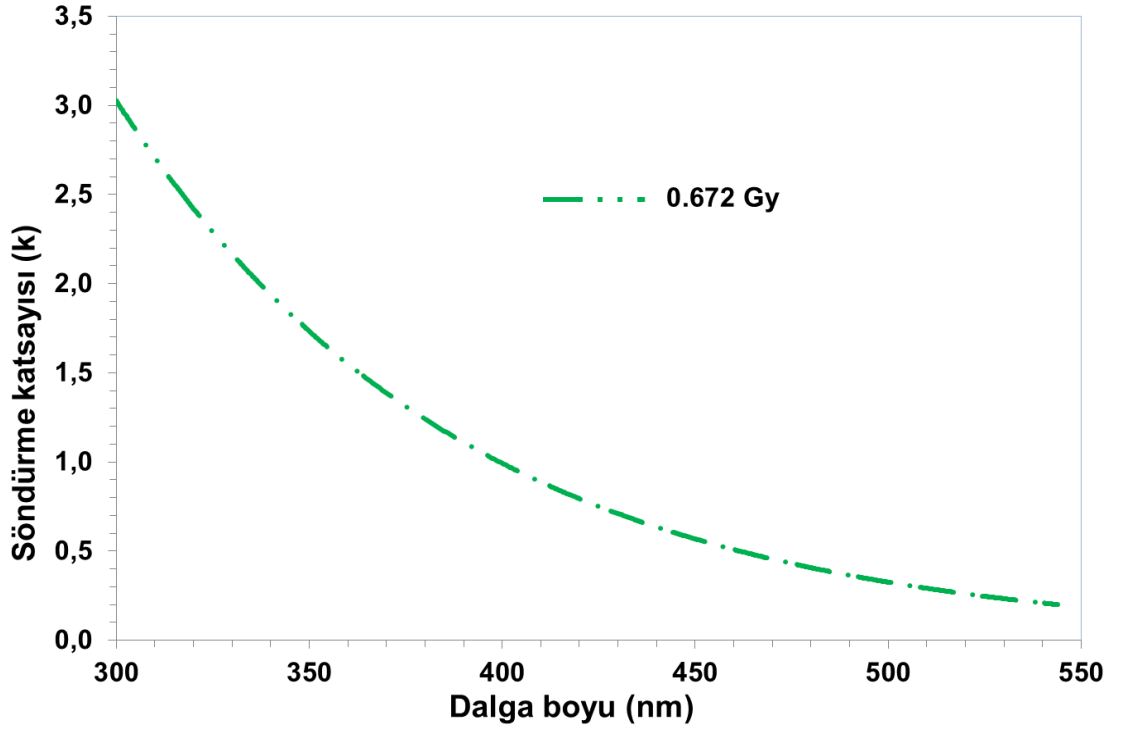


**Şekil 6.23:** Farklı doz seviyelerinde ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin kırılma indisleri.

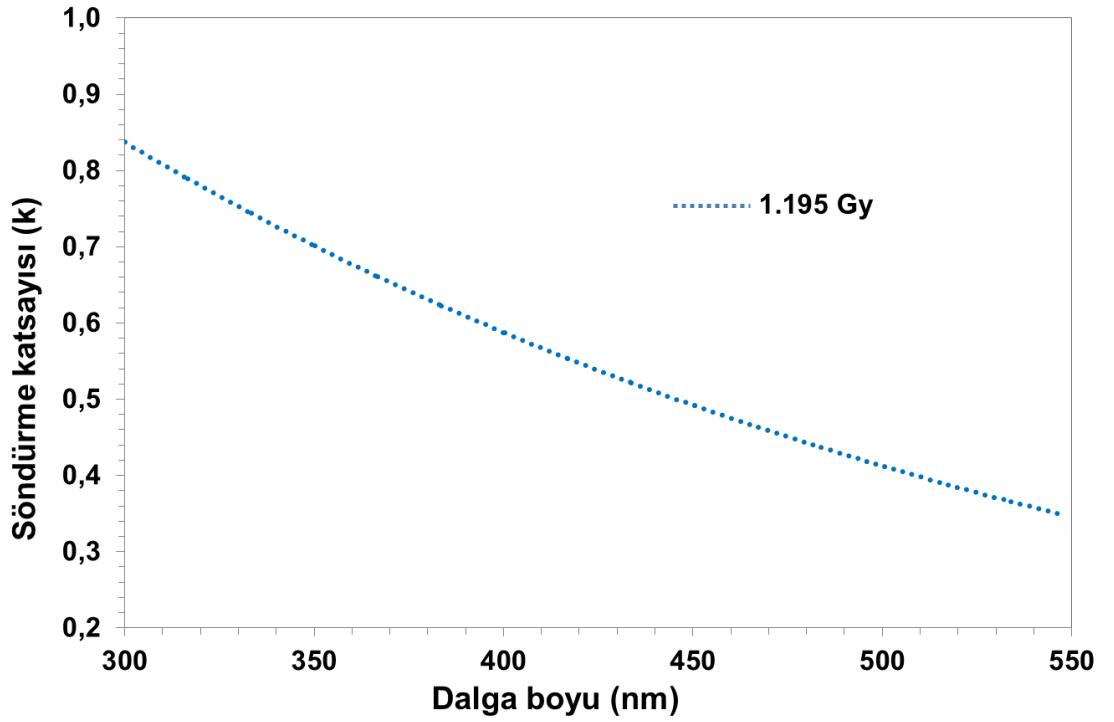
Gama radyasyonuna maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin, doz artışına bağlı olarak söndürme katsayısındaki değişim Şekil 6.24 – 6.27'deki grafikler üzerinde görülmektedir:



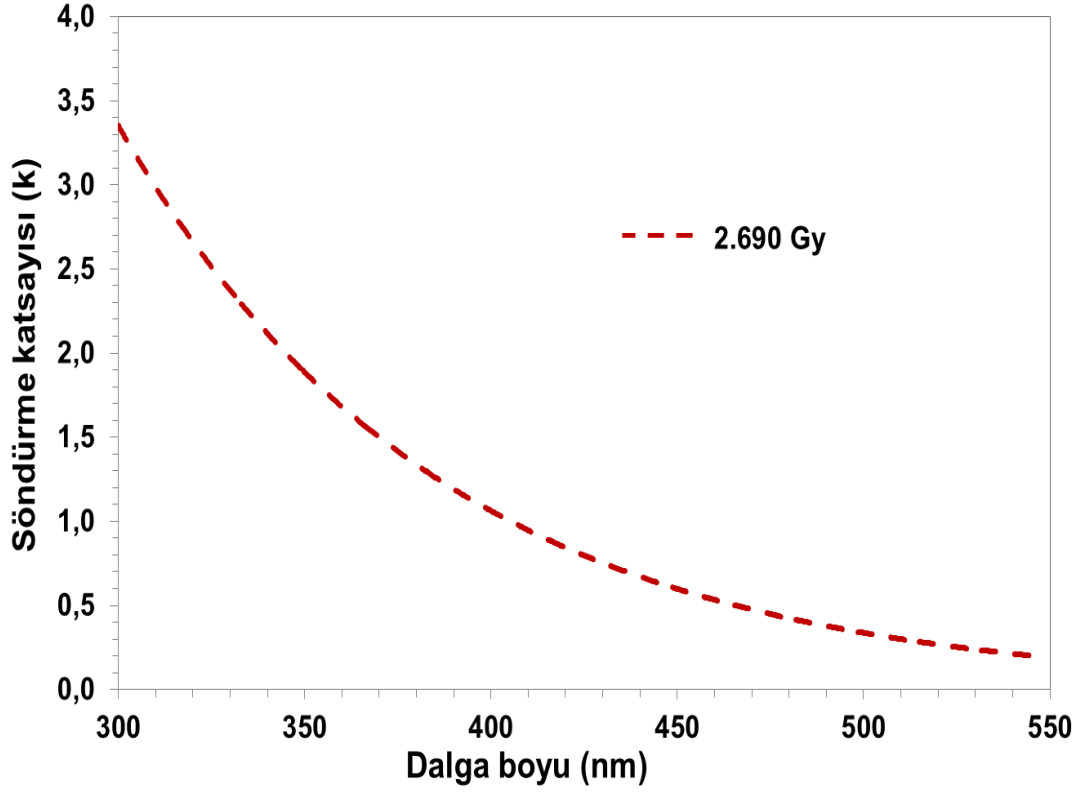
Şekil 6.24: 0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin söndürme katsayısı.



Şekil 6.25: 0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin söndürme katsayısı.



Şekil 6.26: 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin söndürme katsayısı.



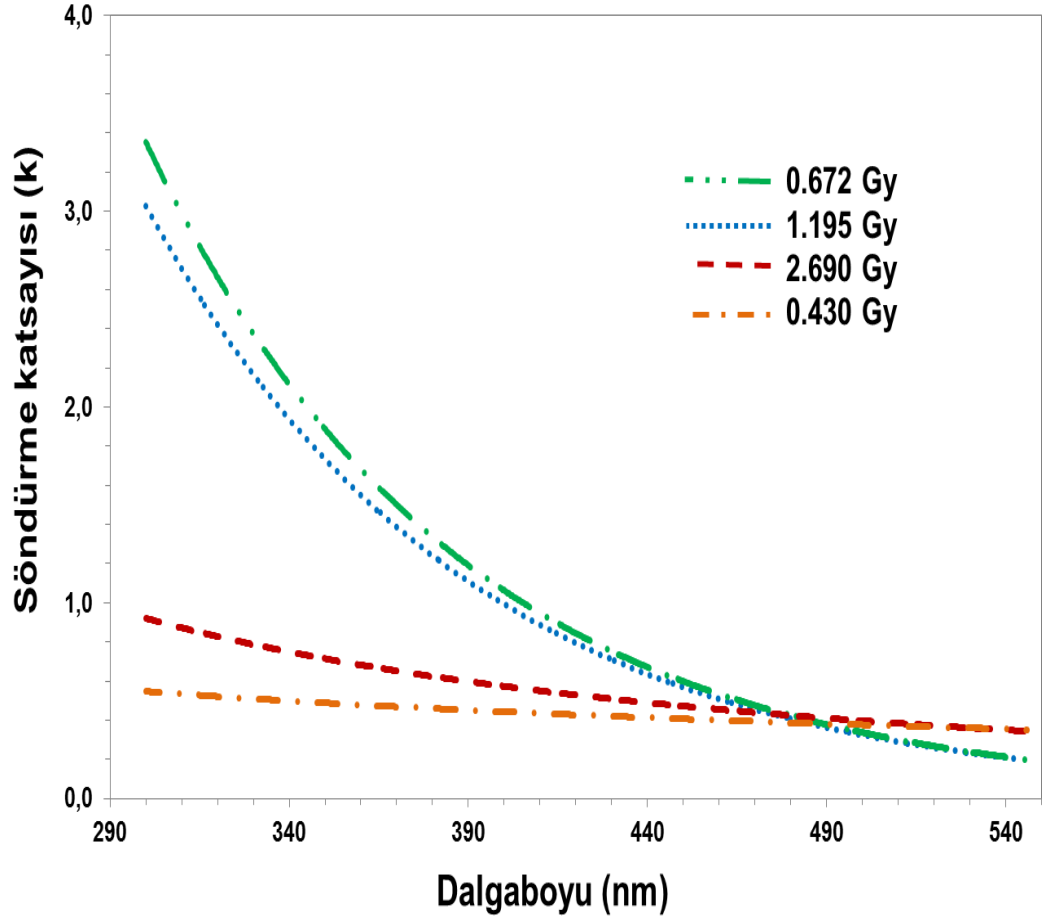
**Şekil 6.27:** 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış  $ZrO_2$  ince filmin söndürme katsayısı.

Işınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin, gama ile ışınlamanın iyonlaştırıcı etkisinden dolayı, Şekil 6.28'de görüldüğü gibi, 0.672 Gy'de, en büyük tane boyutuna sahip yapıda, söndürme katsayısının en yüksek olduğu görülmektedir.

En düşük söndürme katsayısı ise, en ince taneli film olan, 0.430 Gy doza maruz kalan filmde meydana gelmiştir. En büyük taneye sahip (~87 nm), 0.672 Gy'lik doza maruz kalan filmde, ~ 480 nm'den itibaren, oluşan fotoluminesans etkinin, söndürme katsayısını da belirgin bir şekilde etkilediği görülmektedir.

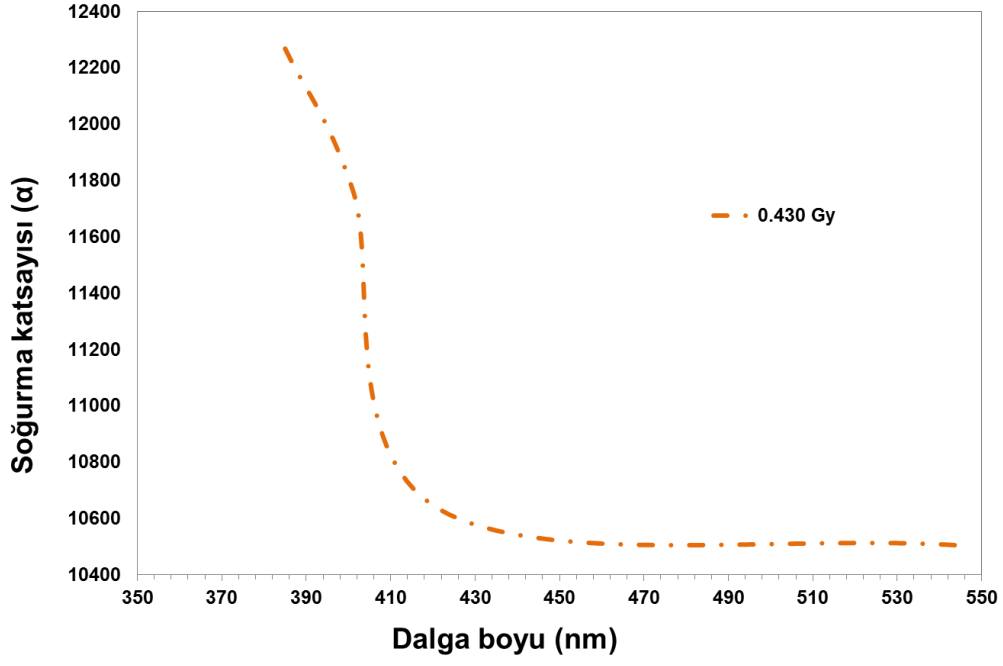
Film yapısında fotoluminesans etki sonucu oluşan fotonların,  $ZrO_2$  taneleri gelişmiş filmin söndürme katsayısında,  $ZrO_2$  yapıya özgü karakteristik bir değişim meydana gelmektedir.  $ZrO_2$  tanelerin gelişimi sonucu, yapıda daha şiddetli oluşan fotoluminesans etki nedeniyle, ~ 480 nm'den itibaren, filmde, geçirgenliğin artışı, soğurmanın ve buna bağlı olarak söndürme katsayısının azaldığı görülmektedir.



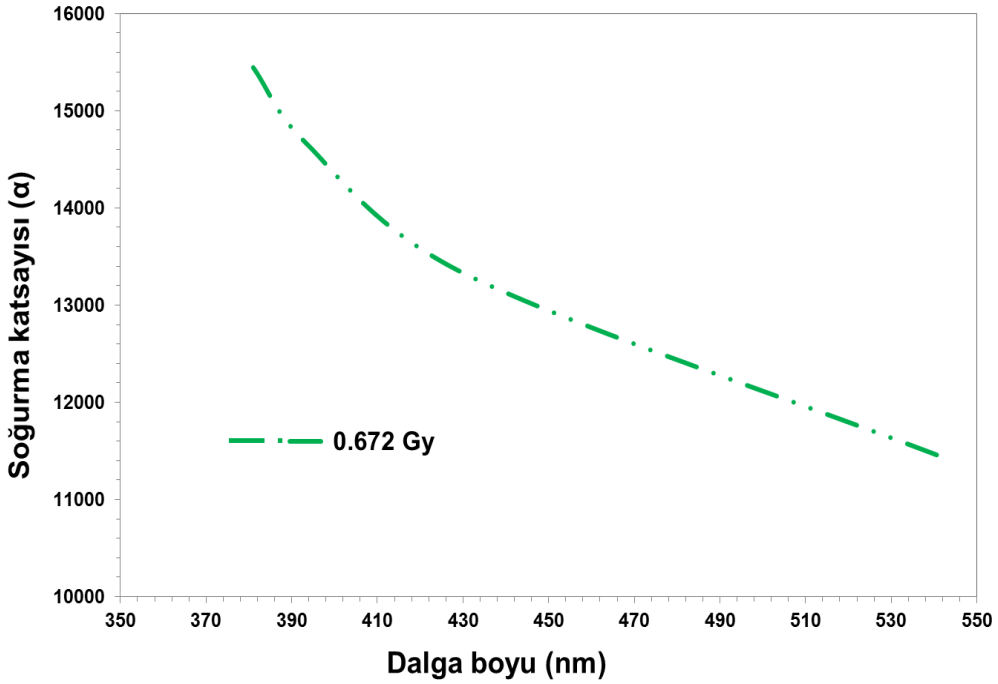


**Şekil 6.28:** Farklı doz seviyelerinde ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin söndürme katsayıları.

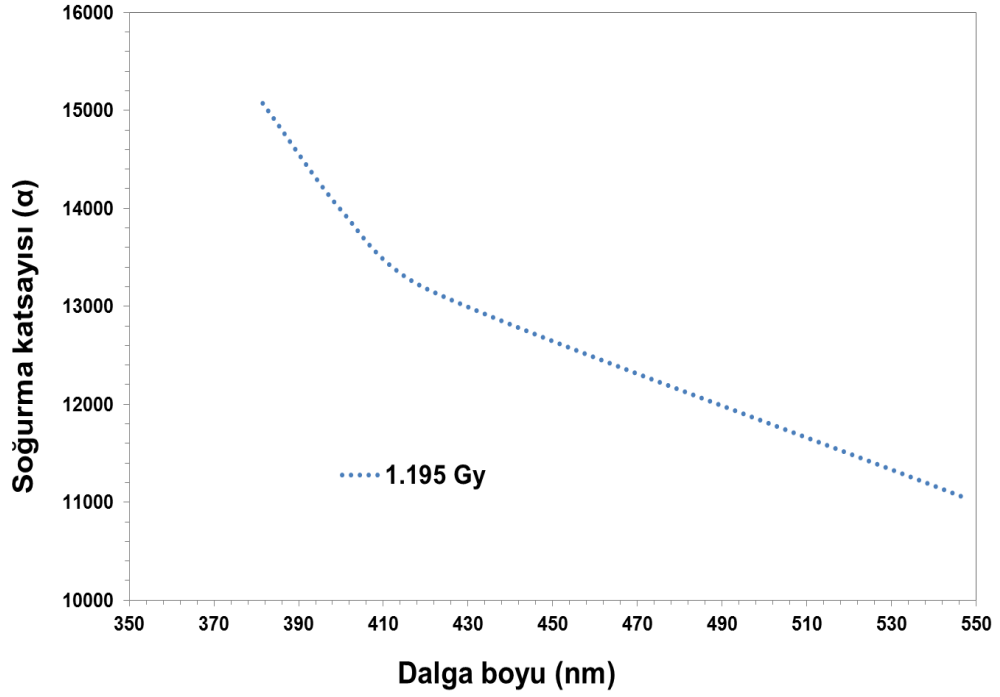
Gama radyasyonuna maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin, doz artışına bağlı olarak soğurma katsayısındaki değişim Şekil 6.29–6.32’deki grafikler üzerinde görülmektedir:



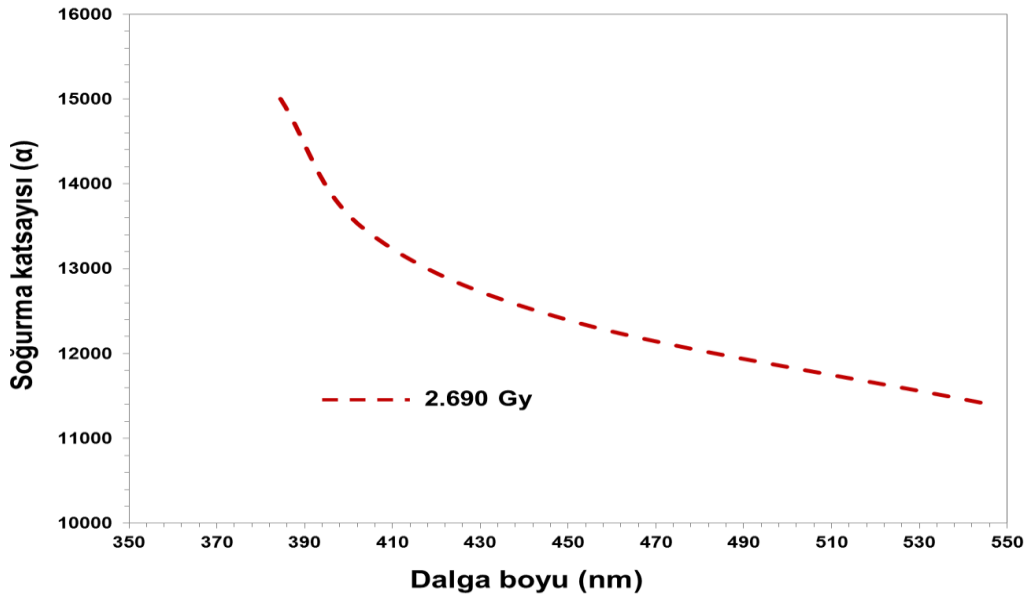
Şekil 6.29: 0.430 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin soğurma katsayısı.



Şekil 6.30: 0.672 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin soğurma katsayısı.



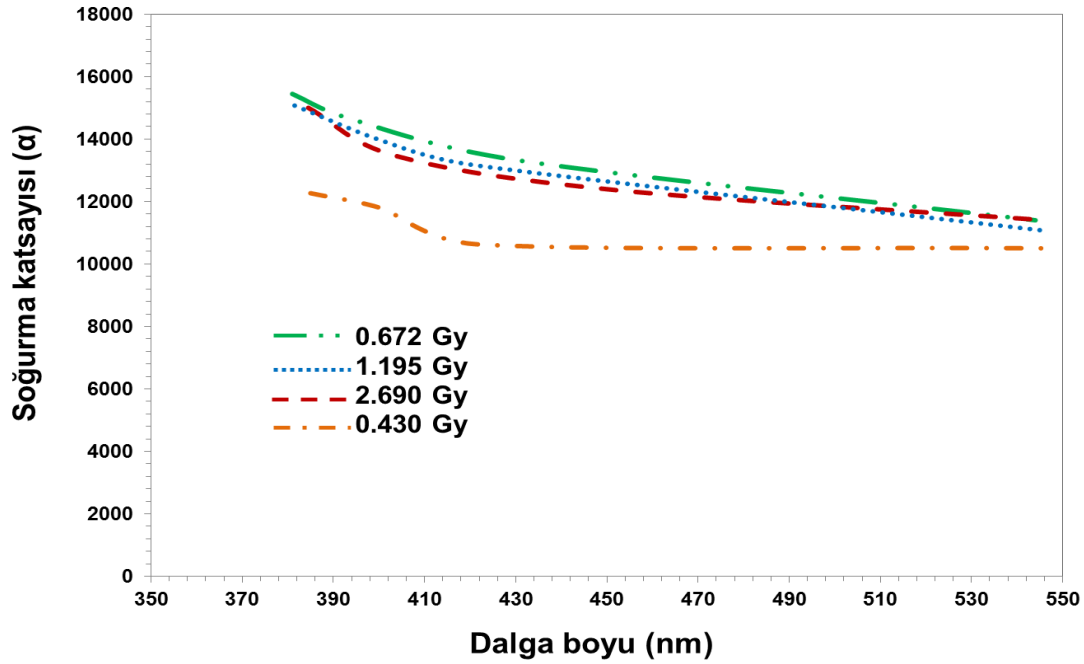
Şekil 6.31: 1.195 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin soğurma katsayısı.



Şekil 6.32: 2.690 Gy soğurulan doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin soğurma katsayısı.

Şekil 6.33'teki grafikte soğurma katsayısının 0.430 Gy doza maruz kalan en ince taneli filmde, taneler yeterince gelişmediğinden, soğurma katsayısının düşük olduğu görülmektedir. Ayrıca, 0.672 Gy'lik doza maruz kalan en iri taneli (~87 nm) filmde, ~ 480 nm'den itibaren, oluşan fotoluminesans etkinin, soğurma katsayısını belirgin

bir şekilde etkilendiği görülmektedir. ~ 480 nm civarında fotolüminesans etki sonucu açığa çıkan fotonlar, ZrO<sub>2</sub> taneleri gelişmiş filmde, soğurma katsayısını azaltmıştır.



**Şekil 6.33:** Farklı doz seviyelerinde ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurma katsayıları.

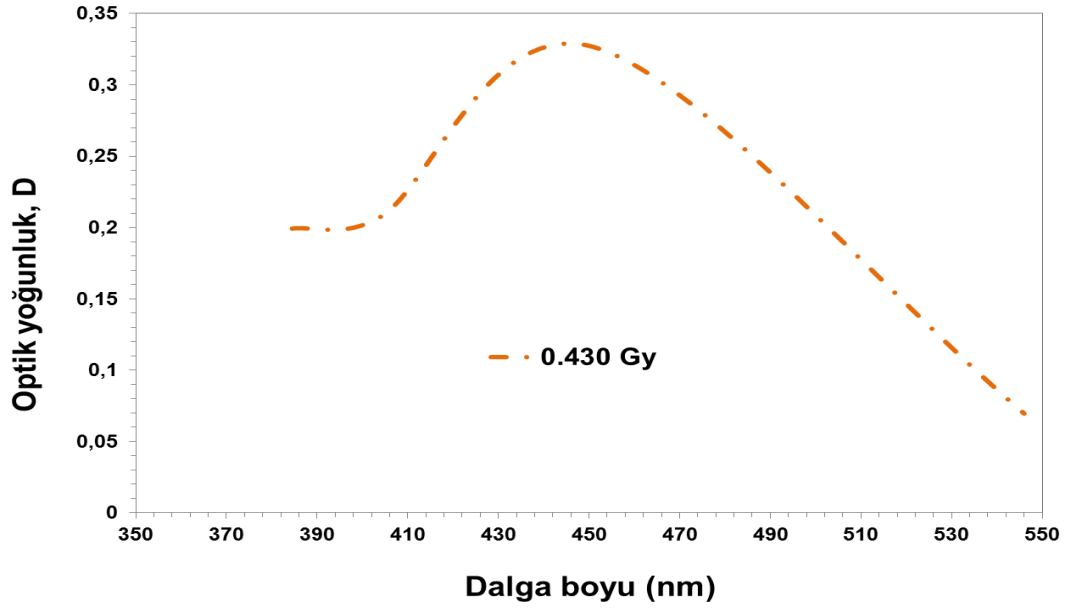
Soğurulan doza bağlı olarak, ZrO<sub>2</sub> kristal tane boyutunun değişimi ile optik sabitlerin değişimi arasındaki ilişki, Çizelge 6.3'te verilmiştir. Gama ışınlarına maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin optik sabitlerinde ~470-480 nm'de meydana gelen değişimler, fotolüminesans etki ile bağlantılıdır. Fotolüminesans etkinin ~480 nm'den sonra belirgin bir şekilde oluşmasından dolayı, ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin 470 nm'de optik sabitleri belirlenmiştir. ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurduğu radyasyon dozu arttıkça, filmdeki tane boyutu küçülürken,  $\alpha$ , soğurma ve k, söndürme katsayısı ve n, kırılma indisi artarken, film yüzeyindeki yansıtıcılığın azaldığı tespit edilmiştir.

**Çizelge 6.3 :** Soğurulan doza bağlı olarak, ZrO<sub>2</sub> filmdeki tane boyutunun değişimi ile optik sabitlerin değişimi arasındaki ilişki.

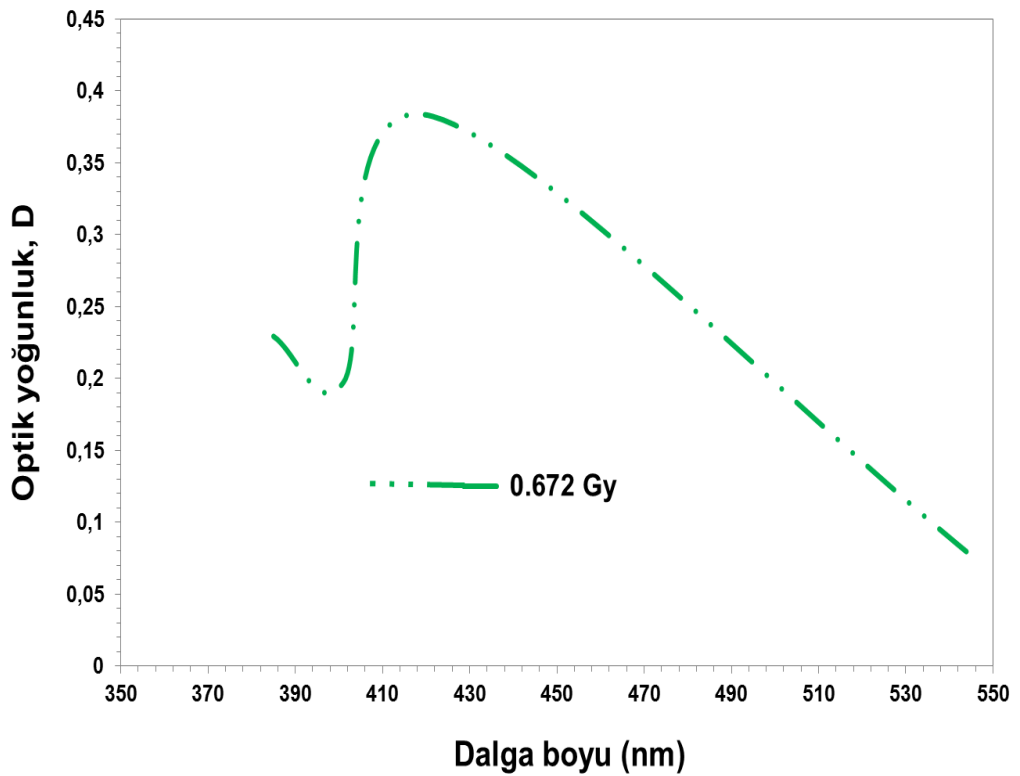
Soğurulan Doz (Gy)	Tane boyutu (nm)	Yansıtıcılık (%R)	Soğurma katsayısı, $\alpha$ (cm <sup>-1</sup> )	Kırılma indisi, n	Söndürme katsayısı, k
0.430	50	33.0	10800	2.40	0.40
0.672	87	30.0	13000	2.50	0.55
1.195	74	31.5	12500	2.45	0.50
2.690	64	31.8	12300	2.47	0.43

### 6.3.5 ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin ışınlama sonrası optik yoğunluklarının belirlenmesi

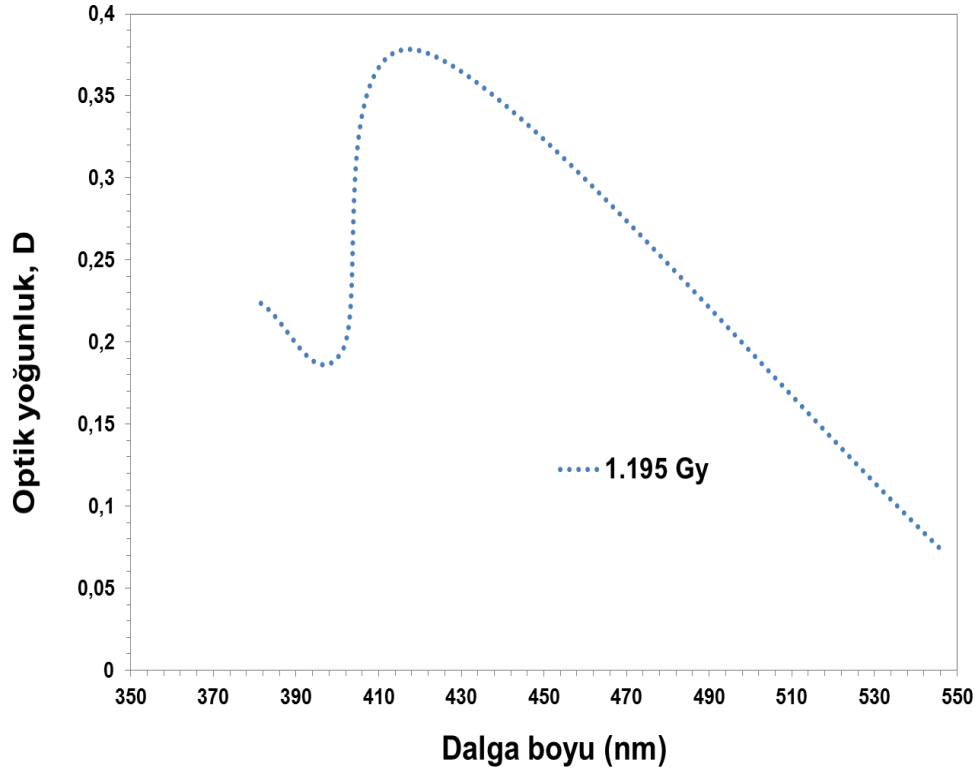
Co-60 gama ışını kullanılarak dört farklı dozda ışınlanan ZrO<sub>2</sub> ince filmlerinin optik yoğunlukları Şekil 6.34 – 6.37 grafikleri üzerinde ilgili sonuçlar görülmektedir:



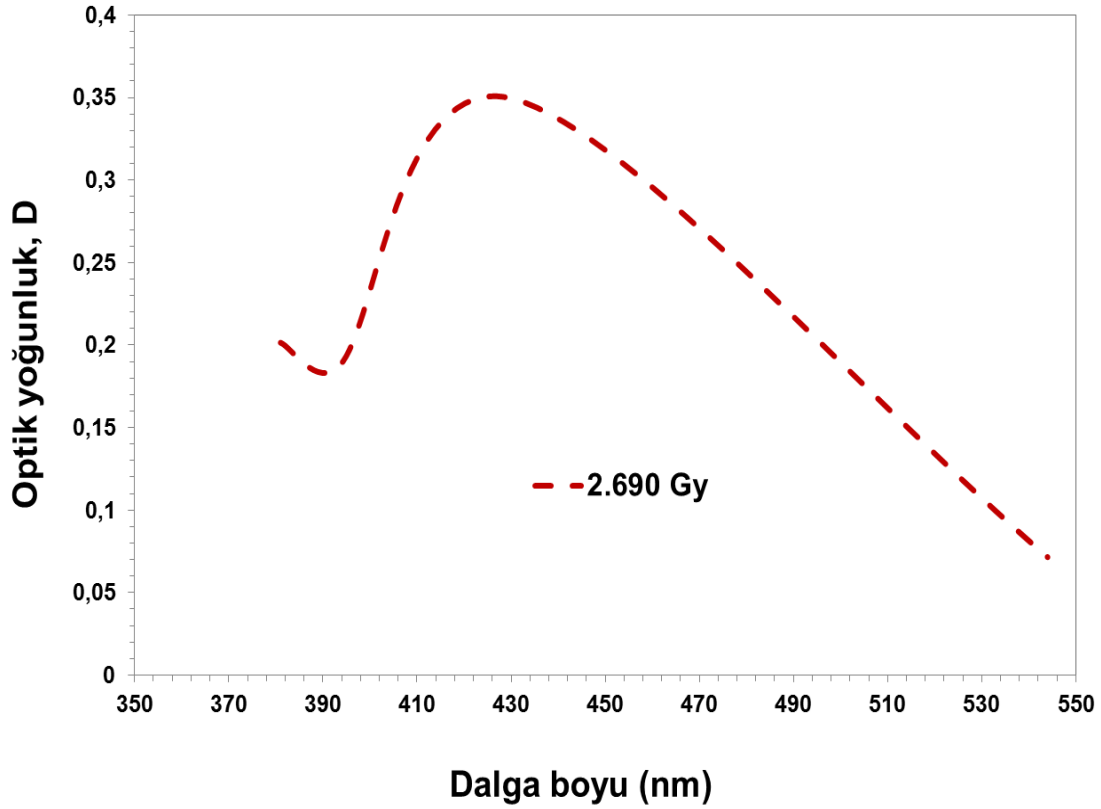
Şekil 6.34: 0.430 Gy doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik yoğunluğu.



Şekil 6.35: 0.672 Gy doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik yoğunluğu.

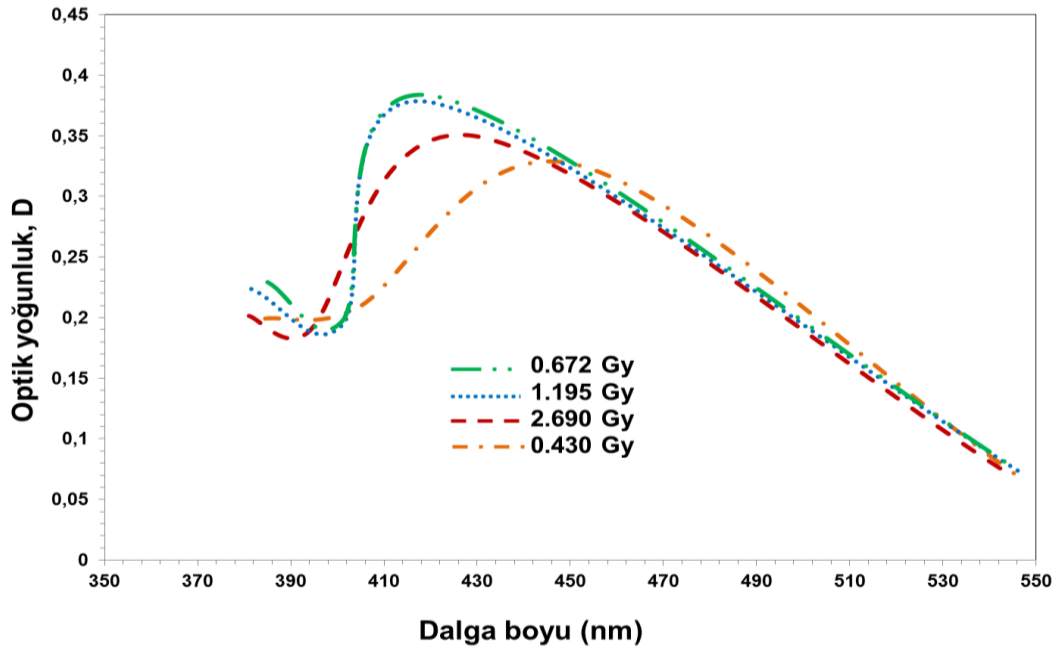


Şekil 6.36: 1.195 Gy doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik yoğunluğu.



Şekil 6.37: 2.690 Gy doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik yoğunluğu.

Bu tez çalışmasında, en iri taneli (~87 nm), 0.672 Gy'lik doza maruz kalan filmde, fotolüminesans etkinin, daha etkin olmasından dolayı, yapıda daha sonra saçılan daha düşük enerjili fotonların da oluşmasına sebep olmaktadır. Film yapısında oluşan fotolüminesans etki sonucu, ZrO<sub>2</sub> taneleri gelişmiş filmin optik yoğunluğunda da karakteristik bir değişime neden olmuştur. Optik yoğunluktaki en büyük değişim, Şekil 6.38'de verildiği gibi, ~0.67 Gy'lik doza maruz kalmış iri taneli filmde tespit edilmiştir. ZrO<sub>2</sub> tanelerin gelişimi sonucu, nispeten daha şiddetli meydana gelen fotolüminesans etki nedeniyle, ~ 480 nm'den itibaren geçirgenlikte artış meydana gelmektedir. İri taneli filmde, optik yoğunluğu en çok etkileyen parametrelerden biri, soğurmanın düşmesi ve geçirgenliğin artışıdır. ~480 nm'den itibaren oluşan fotolüminesans etki sonucu, optik yoğunluğun, iri taneli filmde dramatik bir şekilde hızla azaldığı görülmektedir. İnce taneli film yapısında, ~450 nm'de optik yoğunluk artarken, tanelerin irileşmesine bağlı, oluşan şiddetli fotolüminesans etki nedeniyle, optik yoğunluğun, ~ 420 nm'ye kaydığı tespit edilmiştir.

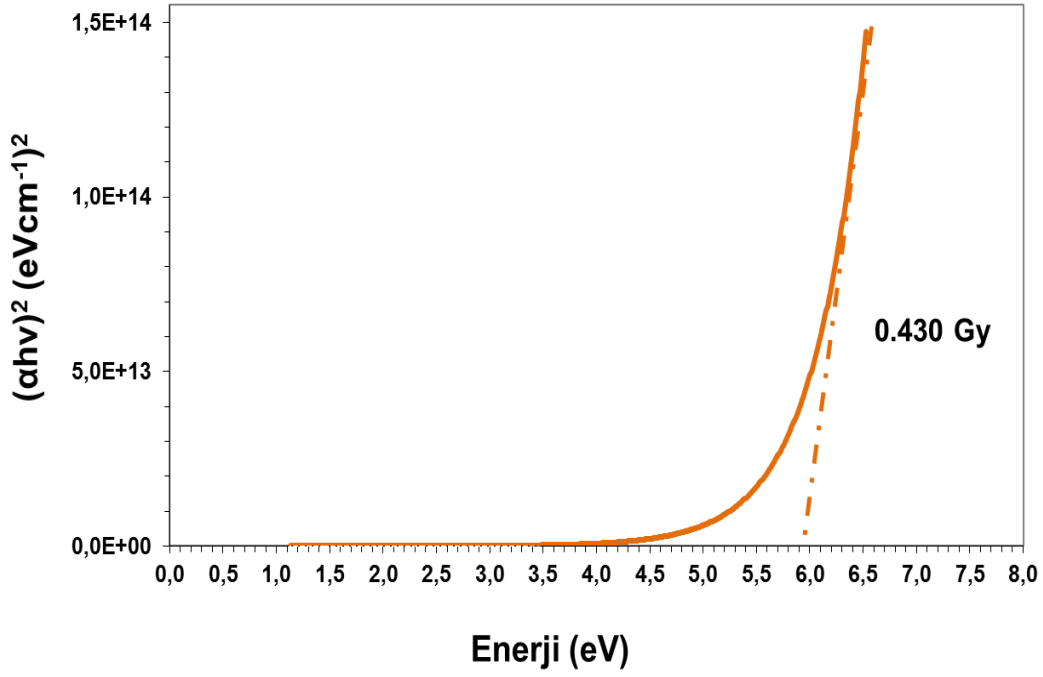


Şekil 6.38: Farklı doz seviyelerinde ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin optik yoğunluğu.

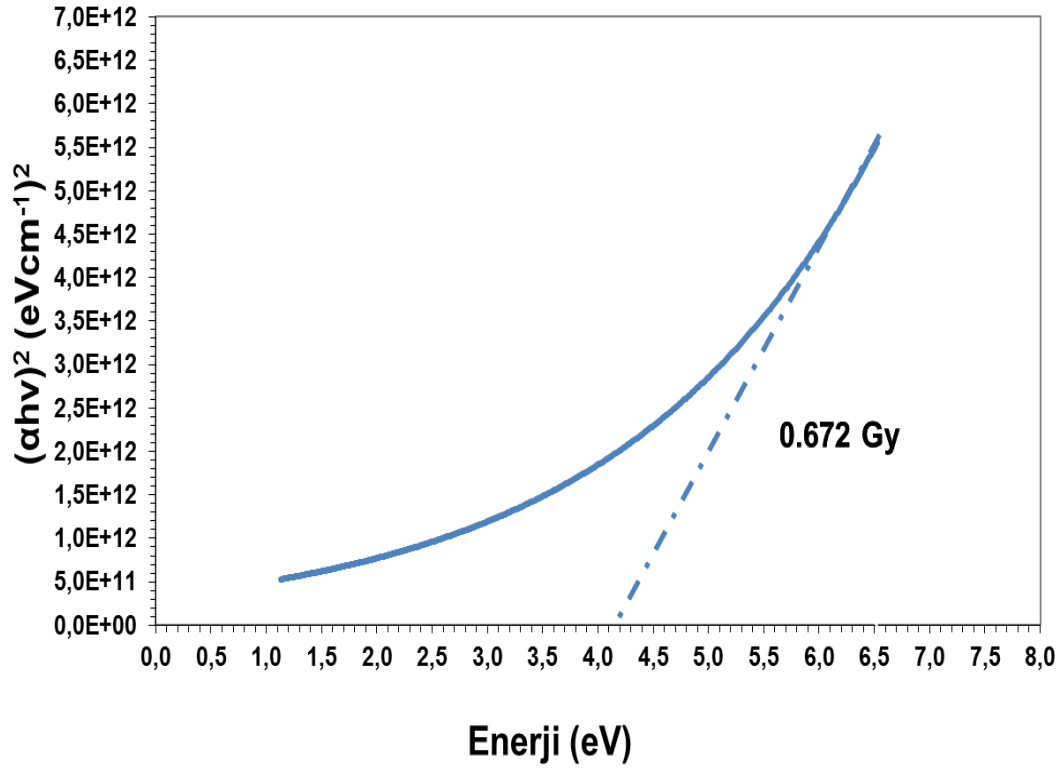
### 6.3.6 ZrO<sub>2</sub> ince filmlerde elektronik geçiş özelliklerinin ve optik bant aralıklarının belirlenmesi

Gama ışınlarına maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerinde direkt bant geçişi sergilediği tespit edilmiş ve bu elektronik geçişin literatüre uygun olduğu görülmüştür (Bensouyad ve diğ., 2010). Işınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin, doz artışına bağlı olarak

optik bant aralıklarındaki deęişim Şekil 6.39–6.42’deki grafikler üzerinde görölmektedir:

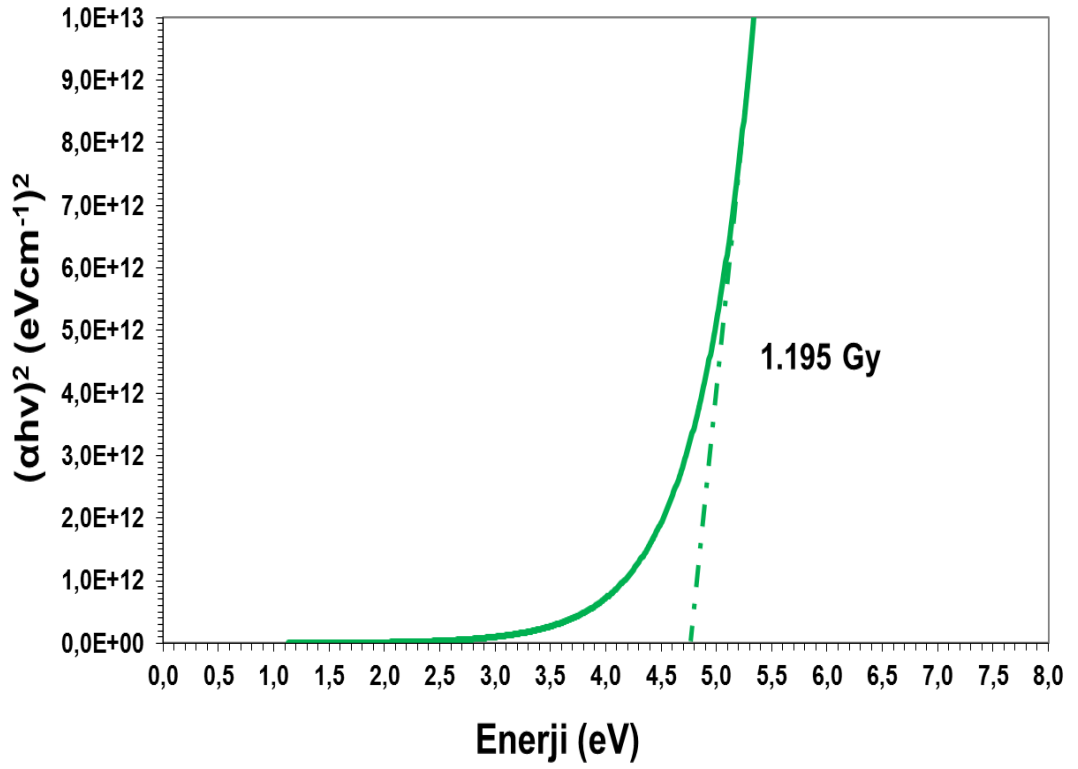


Şekil 6.39: 0.430 Gy doza maruz kalmış  $\text{ZrO}_2$  ince filmin optik bant aralığı.

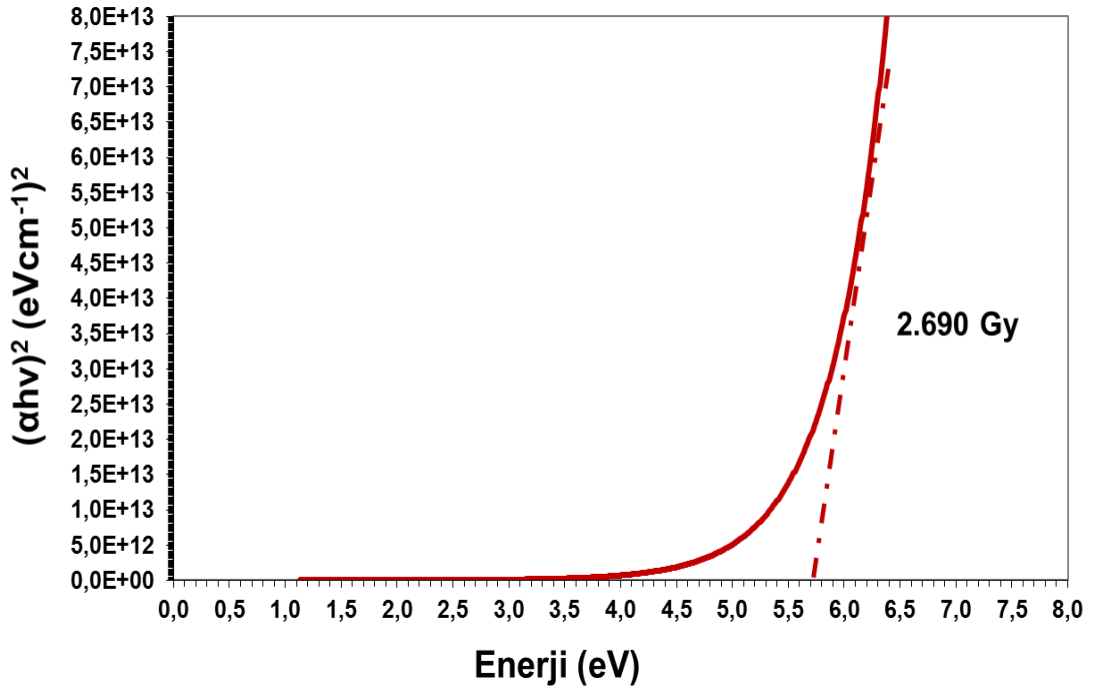


Şekil 6.40: 0.672 Gy doza maruz kalmış  $\text{ZrO}_2$  ince filmin optik bant aralığı.





Şekil 6.41: 1.195 Gy doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik bant aralığı.



Şekil 6.42: 2.690 Gy doza maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmin optik bant aralığı.

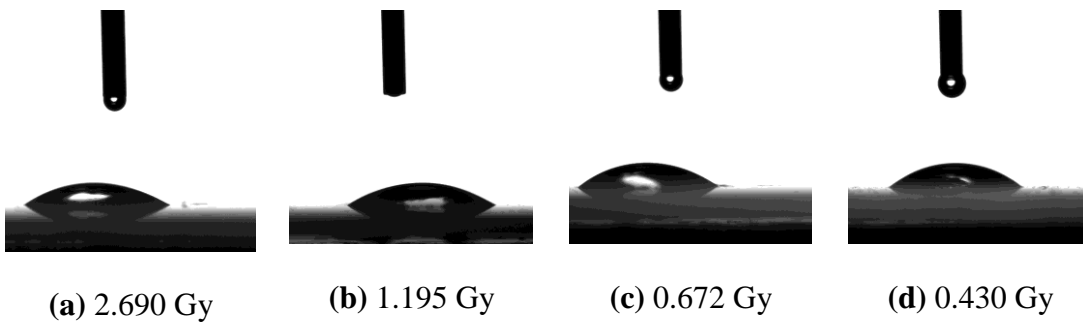
Filmde soğurulan doz sonucu tane boyutu artan filmlerin, optik bant aralığının azaldığı tespit edilmiştir. 0.43 Gy doza maruz kalan, en ince taneli ZrO<sub>2</sub> filmin, optik bant aralığı ~ 5,95 eV'dir. 0.672 Gy'lik radyasyon dozuna maruz kalan iri taneli filmde ise, optik bant aralığının ~ 4.25 eV'a düşürüldüğü tespit edilmiştir.

#### 6.4 Temas Açısı Analizi Sonuçları

Temas açısını etkileyen en önemli faktörlerden biri filmin pürüzlülüğüdür. Yüzey pürüzlülüğünün artması ise hidrofilik özelliklerin artmasına neden olabilmektedir (Yılbas, 2015). Pürüzlülük yüzeyle su damlası arasında aradaki etkileşme miktarını da etkilemektedir. Co-60 radyoizotop kullanılarak gama ışınlarına maruz bırakılmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin temas açıları goniometre ile Şekil 6.43'teki gibi belirlenmiştir. Çizelge 6.4'te, filmin soğurduğu doza bağlı olarak temas açısındaki değişimler gösterilmiştir. Işınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin hidrofilik yapıda olduğu tespit edilmiş olup, film yapısının tane büyüklüğündeki artışa bağlı olarak, temas açısında azalma olduğu belirlenmiştir.

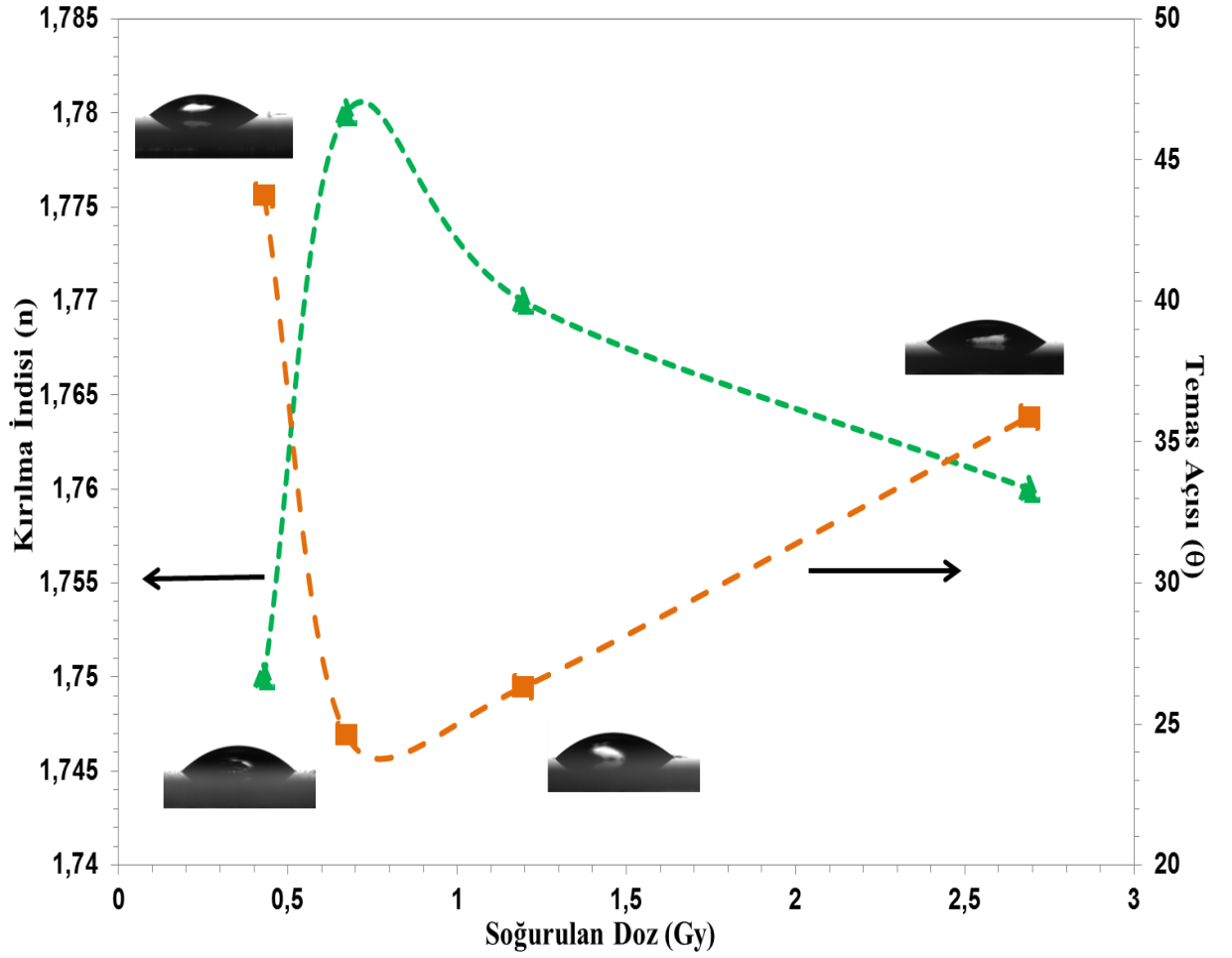
**Çizelge 6.4 :** Işınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin temas açısı değerleri.

Soğurulan Doz (Gy)	Temas açısı ( $\theta$ )
0.430	43.76
0.672	24.62
1.195	26.31
2.690	35.90



**Şekil 6.43:** Farklı doz seviyelerinde ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin temas açıları.

Şekil 6.44'te ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurduğu doza bağlı olarak, filmin temas açısı ile kırılma indisi arasındaki ilişki belirtilmektedir.



**Şekil 6.44:** ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurduğu doza bağlı olarak temas açısı ile kırılma indisi arasındaki ilişki.

Şekil 6.44'te görüldüğü gibi gama ışınlarına maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> filmin tane büyüklüğündeki artış, filmin temas açısı değerlerinin azalmasına neden olmuştur. 1.195 Gy'den daha büyük doz uygulandığında ise, ince taneli ZrO<sub>2</sub> filmin temas açısı değerlerinin, artık satürasyona uğradığı ve daha fazla değişmediği düşünülmüştür. Soğurulan radyasyon dozuna bağlı olarak, ZrO<sub>2</sub> ince filmin tane boyutundaki değişimle, kırılma indisi artarken, temas açısı değerleri azalmıştır. ZrO<sub>2</sub> filmin tane büyüklüğündeki artış, kırılma indisini artırırken, filmin hidrofilik özelliklerini yavaşça artırdığı tespit edilmiştir. 0.672 Gy'lik doza maruz kalan filmin, en iri taneli film yüzeyindeki pürüzlülüğün en yüksek seviyede olduğu düşünülmüştür. ~1 Gy'e kadar uygulanan dozlarda, filmin hidrofilik özelliklerinin yavaşça etkilendiği görülmüş ve daha üst dozlarda ise, hidrofilik özelliklerin stabil kaldığı tespit edilmiştir.

## 7. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu yüksek lisans tezi kapsamında, optik, elektrik, mekanik ve termal özellikleri sayesinde çeşitli teknolojik uygulamalarda yer alabilecek  $ZrO_2$  ince filmlerin, radyasyon karşısında davranışları ile optik ve yapısal özelliklerindeki değişimler incelenmiştir.

Sol-jel daldırarak kaplama yöntemiyle üretilen  $ZrO_2$  ince filmler Co-60 radyoizotopu kullanılarak, dört farklı radyasyon dozunda ışınlanmıştır.  $ZrO_2$  ince filmlere uygulanan dozlar 2.690, 1.195, 0.672 ve 0.430 Gy'dir.

Işınlanmış  $ZrO_2$  ince filmlerin yüzey morfolojisi SEM tekniği kullanılarak belirlenmiştir. Soğurulan dozun artmasıyla ince filmlerde meydana gelen optik ve radyasyon zayıflatma özelliklerindeki değişimlerin tane yapısına bağlı olduğu gösterilmiştir. Yüzey özellikleri net bir şekilde 0.672 Gy doz almış filmde değişmeye başlamıştır ve bu doz seviyesinin filmlerin optiksel özelliklerini araştırmada önemli bir role sahip olduğu görülmüştür. Soğurulan doz miktarının ışınlanmış renk merkezlerine ve tane boyutlarındaki değişikliklere bağlı olarak önemli bir parametre olduğu ve uygun tane boyutunun uygulama işlemlerine göre soğurulan dozun değişimiyle seçilebileceği belirlenmiştir.

Dört farklı doza maruz kalmış  $ZrO_2$  ince filmlerin radyasyon karşısındaki davranışlarının belirlenmesi için gama ve beta geçirgenlik düzeneği kullanılarak lineer zayıflatma katsayıları belirlenmiştir. Gama ve beta geçirgenlik ölçüm sonuçlarında, lineer zayıflatma katsayısındaki en büyük değişimin 0.672 Gy doz seviyesine maruz kalmış en iri tanelere sahip  $ZrO_2$  ince filmde olduğu görülmüştür.  $ZrO_2$  ince filmlerin zayıflatma katsayısındaki değişim, bu filmler gama ışınlarına maruz kaldıktan sonra değişmiştir. Böylece, filmdeki tane boyutu büyüdükçe, film yapısını oluşturan tanelerin, tane sınırlarından, beta parçacıklarının ikincil saçılma etkisi azalmıştır. Dolayısıyla, büyük taneler içinde, beta parçacıkları daha az çarpışma yapmakta ve ortalama serbest yolu uzamaktadır. Bu durum,  $ZrO_2$  ince

filmlerin zırlama kapasitesini etkileyebilmektedir. Filmin soğurduğu radyasyon dozu arttıkça, yapıda Frenkel ve Shotky kusurları artmış ve böylece, yüklü beta parçacıkları film yapısında daha çok tuzaklanma meydana gelmiştir.

ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin soğurduğu doz arttıkça, optik davranışların değiştiği tespit edilmiştir. Işınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin optik geçirgenliğinin doz artışıyla beraber özellikle mor ötesi bölgede azalma gösterdiği tespit edilmiştir. Ayrıca, ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin optik geçirgenliğinin doz artışına bağlı olarak, daha yüksek dalga boylarına kaydığı (kızıla kayma) belirlenmiştir. Bunun nedeni, film yapısını oluşturan tanelerin maruz kaldığı 0.672 Gy'lik radyasyon dozu sonucu, bu tanelerin bir miktar büyümesidir (~50nm'den 87 nm'ye çıkması). 190-1100 nm arasında, bu iri tanelerde daha fazla soğurulma meydana gelmesi sonucu, geçirgenlik bir miktar azalmıştır.

Soda kireç silika camın ZrO<sub>2</sub> ince film ile kaplanması sonucu, yansıtıcılığın boş cama göre, bir miktar arttığı tespit edilmiştir. Ancak, en düşük yansıtıcılık değerinin tane boyutu en büyük olan 0.672 Gy doza maruz kalmış filmde olduğu belirlenmiştir. Bunun nedeni olarak, film yapısını oluşturan tanelerin soğurduğu 0.672 Gy'lik radyasyon dozu sonucu, tanelerin bir miktar büyümesidir (~50 nm'den 87 nm'ye ulaşması). Bu iri taneler arasındaki tane sınırlarının azalması nedeniyle 190-1100 nm arasında daha az yansıma olduğu tespit edilmiştir.

ZrO<sub>2</sub> filmin soğurulan radyasyon dozunun artışı ile, tane boyutlarının değişimi, filmin optik soğurmasını etkilemiştir. En yüksek optik soğurmanın, 0.672 Gy'deki radyasyona maruz kalan, en büyük taneli (~87 nm) ZrO<sub>2</sub> filmde gerçekleştiği belirlenmiştir. Optik özelliklerin en belirgin olarak değiştiği radyasyon dozu, 0.672 Gy'dir.

Gama radyasyonuna maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin, kırılma indisi, söndürme ve soğurma katsayısındaki değişim, doz artışına bağlı olarak incelenmiştir.

Işınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin kırılma indislerinin doz artışıyla beraber değiştiği ve en yüksek değerine 0.672 Gy doza sahip filmde olduğu görülmektedir. 0.672 Gy'lik dozda gama ışınlarına maruz kalan ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin kırılma indisindeki artış, (SEM fotoğraflarına göre) ışınlanan ince filmdeki tanelerin biraraya gelmesiyle açıklanabilir.

Gama ışınlarının iyonlaştırıcı etkisi sonucu yapıda oluşan iyonizasyon, 0.672 Gy'de, ışınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin, en büyük tane boyutuna ulaşmasını sağlamıştır. Bu

yapıda, soğurma ve söndürme katsayısının en yüksek değere ulaştığı görülmektedir. En düşük soğurma ve söndürme katsayısı ise, taneler yeterince gelişip irileşmediği için, en ince taneli film olan, 0.430 Gy doza maruz kalan filmde meydana gelmiştir.

Bu çalışmada, en büyük taneye sahip (~87 nm), 0.672 Gy'lik doza maruz kalan filmde, ~ 480 nm'den itibaren, oluşan fotoluminesans etkinin, daha belirgin olarak meydana geldiğini, işaret etmektedir. ZrO<sub>2</sub> yapıda, özellikle ~ 480 nm civarında fotoluminesans etkinin belirgin şekilde oluştuğu ve oluşan fotonların, film yapısındaki tanelerde saçılırken enerjisini giderek kaybettiği düşünülmüştür. Film yapısında fotoluminesans etki sonucu, ZrO<sub>2</sub> taneleri gelişmiş filmin optik sabitlerinde (kırılma indisi, söndürme ve soğurma katsayısı), kendine özgü karakteristik bir değişim meydana gelmektedir. ZrO<sub>2</sub> tanelerin gelişimi sonucu, oluşan daha şiddetli fotoluminesans etki nedeniyle, ~480 nm'den itibaren geçirgenlik artmış, soğurma ve buna bağlı olarak optik sabitler azalmıştır.

ZrO<sub>2</sub> ince filmin soğurduğu radyasyon dozundaki artışa bağlı olarak, ince filmin optik yoğunluğunda bir miktar artış olduğu tespit edilmiştir. Optik yoğunluktaki en büyük artış, ~0.67 Gy'lik doza maruz kalmış en iri taneli filmde belirlenmiştir. İnce taneli film yapısında, ~450 nm'de optik yoğunluk artarken, tanelerin irileşmesine bağlı, oluşan şiddetli fotoluminesans etki nedeniyle, optik yoğunluğun, ~ 420 nm'ye kaydığı tespit edilmiştir.

Gama ışınlarına maruz kalmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerde, direkt bant geçişi meydana gelmektedir. Filmlerin soğurduğu radyasyon dozu arttıkça, optik bant aralığının azaldığı tespit edilmiştir. 0.43 Gy doza maruz kalan, en ince taneli ZrO<sub>2</sub> filmin, optik bant aralığının ~ 5,95 eV'dir. 0.672 Gy'lik radyasyon dozuna maruz kalan iri taneli filmde ise, optik bant aralığının ~ 4.25 eV'a düşürüldüğü tespit edilmiştir. Soğurulan doz sayesinde, ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin optik bant aralığının kontrol edilebileceği düşünülmüştür.

Film yapısındaki tanelerin irileşmesi sonucu, yüzey pürüzlülüğünün artması, filmin hidrofilik özelliklerini geliştirmiştir. Işınlanmış ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin tane büyüklüğündeki artışa bağlı olarak, temas açısında azalma olduğu belirlenmiştir.

Bu tez kapsamında, 0.672 Gy'de radyasyona maruz kalan filmlerin, daha antirefleksif özelliklere sahip olacak şekilde geliştirilmesi sağlanmıştır. 0.672 Gy'e kadar gama ışınlarına maruz bırakılarak taneleri irileştirilen ZrO<sub>2</sub> ince filmlerin,

hidrofilik özelliklerinin geliştiđi tespit edilmiştir.  $ZrO_2$  ince film içeren kaplamaların iyonizan radyasyon yardımıyla daha antirefleksif ve hidrofilik özelliklere kavuşması sayesinde, çeşitli endüstriyel (otomotiv, optoelektronik, vb.) alanlardaki uygulamalarda, bu yüzeylerin kullanıldığı ürünlerin performansının daha da geliştirebileceđi düşünölmüştür.

## KAYNAKLAR

- Aydođan Ő., 2011, Katihal Fiziđi : Nobel Yayın Dađıtım, 1.basım ,Ankara.
- Bach H., Krause D., 1997, Thin Films on Galss: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany.
- Baydogan N., Tugrul A.B., 2012, Borosilicate glass for gamma irradiation fields, *Solid State Sciences*, **14**, 1692-1697.
- Bensouyad H., Sedrati H., Dehdouh H., Brahimi M., Abbas F., Akkari H., Bensaha R., 2010, Structural, thermal and optical characterization of TiO<sub>2</sub>:ZrO<sub>2</sub> thin films prepared by sol-gel method, *Thin Solid Films*, **519**, 96-1005.
- Berlin J.I., Joy K., 2015, Optical enhancement of Au doped ZrO<sub>2</sub> thin films by sol-gel dip coating method, *Physica B*, **457**, 182-187.
- Berlin J.I., Lakshmi J.S., Lekshmy S.S., Daniel G.P., Thomas P.V., Joy K., 2011, Effect of sol temperature on the structure, morphology, optical and photoluminescence properties of nanocrystalline zirconia thin films, *Journal Of Sol-Gel Science and Technology*, **58**, 669-676.
- Bilge A.N., 1991, Nukleer Enerji Enstitüsü, Nukleer Uygulamalar Anabilim Dalı, İ.T.Ü.Yayın No:1445, Rektörlük Ofset Atölyesi, İstanbul.
- Bultan Ö., Öngül D., Türkođlu P., 2010, Zirkonyanın mikroyapılarına ve üretim Őekillerine göre sınıflandırılması, *İstanbul Üniversitesi DiŐhekimliđi Fakültesi Dergisi*, **44(2)**, 197-204.
- Cabello G., Lillo L., Caro C., Buono-Core G.E., Chornik B., Soto M.A., 2008, Structure and optical characterization of photochemically prepared ZrO<sub>2</sub> thin films doped with erbium and europium, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **354**, 3919-3928.
- Chernov V., Belykh A., Melendrez R., Barboza-Flores M., 2006, Beta radiation induced thermoluminescence in pure ZrO<sub>2</sub> prepared by sol-gel, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **352**, 2543-2547.
- Duran T., 2009, 2-Aminopridin'in Camsı Karbon Elektrot Yüzeyinde Temas Açısı Ölçüm Tekniđiyle Özelliklerinin İncelenmesi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi.
- Ersoy A., Kuntman A., 2008, Polimerik yalıtkanlarda yüzey özelliklerinin temas açısı ile incelenmesi, Elektrik-Elektronik-Bilgisayar Mühendisliđi Sempozyumu (ELECO2008), Bursa, Türkiye, 107-111.
- Evcin A., Irmak E., Küçük A., 2010, Sol-jel yöntemiyle alümina-zirkonya-silika (AZS) kompozit malzeme üretimi, 13th International Materials Symposium (IMSP'2010), Pamukkale Üniversitesi, Denizli, Türkiye.

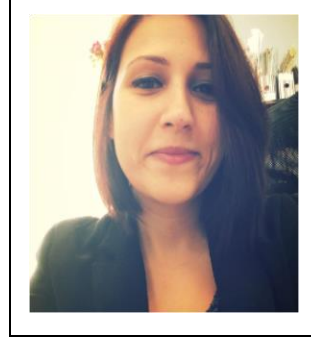


- Göksel S.A.**, 1973, Radyasyonların Biyolojik Etkileri ve Radyasyon Korunması, İTÜ, Nükleer Enerji Enstitüsü, Genel Yayınlar No:9, İTÜ Matbaası Gümüşsuyu, İstanbul.
- Hassanien A.S., Akl A.A.**, 2016, Effect of Se addition on optical and electrical properties of chalcogenide CdSSe thin films, *Superlattices and Microstructures*, **89**, 153-169.
- Joy K., Berlin I.J., Nair P.B., Lakshmi J.S., Daniel G.P., Thomas P.V.**, 2011, Effects of annealing temperature on the structural and photoluminescence properties of nanocrystalline ZrO<sub>2</sub> thin films prepared by sol-gel route, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, **72**, 673-677.
- Klein L.C.**, 1994, Sol-Gel Optics: Processing And Applications: Kluwer Academic Publishers.
- Lakshmi J.S., Berlin I.J., Daniel G.P., Thomas P.V., Joy K.**, 2011, Effect of calcination atmosphere on photoluminescence properties of nanocrystalline ZrO<sub>2</sub> thin films prepared by sol-gel dip coating method, *Physica B*, **406**, 3050-3055.
- Larijani M.M., Hasani E., Safa S.**, 2014, Annealing temperature effect on the optical properties of thermally oxidized nano-crystalline ZrO<sub>2</sub> thin films grown on glass substrates, *Applied Surface Science*, **290**, 490-494.
- Luo K., Zhou S., Wu L.**, 2009, High refractive index and good mechanical property UV-cured hybrid films containing zirconia nanoparticles, *Thin Solid Films*, **517**, 5974-5980.
- Özden N.**, 1983, Nükleer Çağın İlk 40 Yılı, Cilt2, İTÜ Nükleer Enerji Enstitüsü Genel yayınlar No:18, İstanbul
- Padmamalini N., Ambujam K.**, 2014, Optical and dielectric properties of ZrO<sub>2</sub>-V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanocomposites by co-precipitation calcination method, *Superlattices and Microstructures*, **76**, 376-384.
- Pamu D., James Raju K.C.**, 2012, Low Loss Microwave Dielectrics: Bulk and Thin Films: Lambert Academic Publishing.
- Ramazanoğlu Ş.**, 2002, Zirkonyum ve zirkon, SAU Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, **6(2)**.
- Ravichandran A.T., Pushpa C.S., Ravichandran K., Karthika K., Nagabhushana B.M., Mantha S., Swaminathan K.**, 2014, Effect of Al doping on the structural and optical properties of ZrO<sub>2</sub> nanopowders synthesized using solution combustion method, *Superlattices and Microstructures*, **75**, 533-542.
- Sepet L.**, 2010, ZnO Nanokristallerinde Elektromanyetik Radyasyon Etkisi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Enerji Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi.
- Sickafus K.E., Matzke H., Hartmann T., Yasuda K., Valdez J.A., Chodak P., Nastasi M., Verrall R.A.**, 1999, Radiation damage effects in zirconia, *Journal of Nuclear Materials*, **274**, 66-77.

- Sorar İ.**, 2008, Katkılı ve Katkısız Çinko Oksit (ZnO) İnce Filmlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi.
- Sönmezoğlu S., Koç M., Akın S.**, 2012, İnce film üretim teknikleri, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, **28(5)**, 389-401.
- Şeker Ş.S., Çerezci O.**, 1997, Çevremizdeki Radyasyon ve Korunma Yöntemleri, 1.basım.
- Selvam N.C.S., Manikandan A., Kennedy L.J., Vijaya J.**, 2013, Comparative investigation of zirconium oxide (ZrO<sub>2</sub>) nano and microstructures for structural, optical and photocatalytic properties, *Journal of Colloid and Interface Science*, **389**, 91–98.
- Şener D.**, 2006, Sol-gel Yöntemiyle Hazırlanan Metal Oksit İnce Filmlerin Elektriksel, Yapısal Ve Optiksel Özelliklerinin İncelenmesi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi.
- Tombak A.**, 2012, Al:ZnO İnce Filmlerin Optik Ve Elektriksel Özelliklerine Gama Işınlarmın Etkileri, Dicle Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi.
- Türhan İ., Tepehan G.G.**, 2009, Tantalum oksit katkı vanadyum oksit ince filmlerin özellikleri, *İtüdergisi/C Sfen Bilimleri* , **7(1)**, 27-37.
- Wang D., Bierwagen G.P.**, 2009, Sol–gel coatings on metals for corrosion protection, *Progress in Organic Coatings*, **64**, 327–338.
- Venkata Rama Sesha Ravi Kumar Vemuri**, 2009, Fabrication and Characterization of Zirconium Oxide Thin Films, The University Of Texas At El Paso, Department of Electrical and Computer Engineering, Yüksek Lisans Tezi.
- Yaramış, B.**, 1985. Nükleer Fizik: İ.T.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi Yayınları. Cilt 1 İstanbul.
- Yilbas B.S.**, 2015, Laser treatment of zirconia surface for improved surface hydrophobicity, *Journal of Alloys and Compounds*, **625**, 208–215.
- Zhang J.Z.**, 2009, Optical Properties and Spectroscopy of Nanomaterials :World Scientific Publishing, USA.
- Zhao S., Ma F., Xu K.W., Liang H.F.**, 2008, Optical properties and structural characterization of bias sputtered ZrO<sub>2</sub> films, *Journal of Alloys and Compounds*, **453**, 453–457.
- Url-1** <[http://www.yasareren.com/yasareren/pdfdosy/jeomuh\\_giris/Microsoft%20PowerPoint%20-%202011-jmg-mineraller.pdf/](http://www.yasareren.com/yasareren/pdfdosy/jeomuh_giris/Microsoft%20PowerPoint%20-%202011-jmg-mineraller.pdf/)>, erişim tarihi: 23.11.2015
- Url-2** <<http://www.slideshare.net/aguner/radyasyon-ve-etkilerinin-etik-acidan-incelemesi>>, erişim tarihi: 04.01.2016
- Url-3** <<http://www.acikbilim.com/wp-content/uploads/2014/01/sddff.jpg/>>, erişim tarihi: 04.11.2015



## ÖZGEÇMİŞ



**Ad Soyad** : Defne Abaylı  
**Doğum Yeri ve Tarihi** : Lüleburgaz / 24.08.1989  
**E-Posta** : abayli@itu.edu.tr

### ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2012, Dokuz Eylül Üniversitesi, Buca Eğitim Fakültesi, Fizik Öğretmenliği

### TEZDEN TÜRETİLEN YAYINLAR VE SUNUMLAR:

- Abayli D., Baydogan N., 2015. The Characterization of the Irradiated ZrO<sub>2</sub> Transparent Thin Films. *World Conference on Technology, Innovation and Entrepreneurship*, May 28-30, 2015 İstanbul, Turkey.
- Abayli D., Baydogan N., 2015. Structural and Optical Properties of ZrO<sub>2</sub> Transparent Thin Films Prepared by Sol-Gel Method. *Fifth International Conference on Environmental Management, Engineering, Planning and Economics (CEMEPE 2015) SECOTOX Conference*, June 14-18, 2015 Mykonos Island, Greece.
- Abayli D., Baydogan N., 2015. The Changes in Optical Density of ZrO<sub>2</sub> Thin Film with the Rise of the Absorbed Dose. *9th International Physics Conference of the Balkan Physical Union*, August 24-27, 2015 İstanbul, Turkey.
- Abayli D., Baydogan N., 2015. The Characterization of the Irradiated ZrO<sub>2</sub> Transparent Thin Films. *Procedia - Social and Behavioral Sciences*, **195**, 2117 – 2121.
- D. Abayli, N. Baydogan, 2015, The Changes in Optical Absorbance of ZrO<sub>2</sub> Thin Film with the Rise of the Absorbed Dose, Special Volume of The American Institute of Physics (AIP) Conference Proceedings (article in press).