



**T.C.**

**ÇANAKKALE ONSEKİZ MART ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
YÜKSEK LİSANS TEZİ**



**KENDİ KENDİNİ TEMİZLEYEN DİNAMİK YAĞ İTİCİ  
YÜZEYLERİN SENTEZİ**

**Özge MUTLU**

**Biyomühendislik ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**

**ÇANAKKALE**

**T.C.**  
**ÇANAKKALE ONSEKİZ MART ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**  
**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**KENDİ KENDİNİ TEMİZLEYEN DİNAMİK YAĞ İTİCİ**  
**YÜZEYLERİN SENTEZİ**

**Özge MUTLU**

**Biyomühendislik ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Tezin Sunulduğu Tarih: 16/01/2017**

**Tez Danışmanı:**

**Yrd. Doç. Dr. Uğur CENGİZ**

**ÇANAKKALE**

Özge MUTLU tarafından Yrd. Doç. Dr. Uğur CENGİZ yönetiminde hazırlanan ve 16/01/2017 tarihinde aşağıdaki jüri karşısında sunulan “**Kendi Kendini Temizleyen Dinamik Yağ İtici Yüzeylerin Sentezi**” başlıklı çalışma, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Biyomühendislik ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**' nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak oybirliği ile kabul edilmiştir.

**JÜRİ**

Yrd. Doç. Dr. Uğur CENGİZ .....

**Başkan**

Yrd. Doç. Dr. Hikmet OKKAY .....

**Üye**

Doç. Dr. Sermet KOYUNCU .....

**Üye**

Prof. Dr. Levent GENÇ

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

Sıra No:.....

Bu tez çalışması TÜBİTAK-MAG tarafından 114M475 numaralı projeden desteklenmiştir.

## İNTİHAL (AŞIRMA) BEYAN SAYFASI



**Bu tezde görsel, işitsel ve yazılı biçimde sunulan tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uyularak tarafımdan elde edildiğini, tez içinde yer alan ancak bu çalışmaya özgü olmayan tüm sonuç ve bilgileri tezde kaynak göstererek belirttiğimi beyan ederim.**

Özge MUTLU

## TEŐEKKÜR

Bu tezin gerekleřtirilmesinde, alıřmam boyunca benden bir an olsun yardımlarını esirgemeyen, bilgi ve tecübelerini aktaran ve alıřma iin bütn imkanları saėlayan saygı deėer danıřman hocam Yrd. Do. Dr. Uėur CENGİZ' e,

Bu arařtırma Trkiye Bilimsel ve Teknolojik Arařtırma Kurumu (TBİTAK) tarafından 114M475 no'lu 'Kendi kendini temizleyen yaė itici cam ve seramik yzeylerin sentezi' projesi ile desteklenmiřtir. Bu nedenle adı geen kuruma,

alıřma srecimin her ařamasında, desteėine ihtiyacım olduėu her anda bana ok yardımcı olan Ayře Senem KAYA' ya, arkadařıklarıyla hep yanımda olan İlkin KANTARCIOėLU ve Ece ZAKIR' a, hayatımın her evresinde bana destek olan dostlarıma ve benden sevgilerini ve sabrını eksik etmeyen her konuda hep yanımda olan deėerli aileme sonsuz teőkrlerimi sunarım.

Özge MUTLU  
anakkale, Ocak 2017

## SİMGELER VE KISALTMALAR

$\gamma$	Yüzey Gerilimi
$\theta$	Temas açısı
$^{\circ}\text{C}$	Derece Celcius
rpm	Dakikada devir sayısı
M	Molarite
N	Newton
RMS	Pürüzlülük faktörü
Nm	Nanometre
$\mu\text{L}$	Mikrolitre
Kpa	Kilo paskal
MA	Molekül ağırlığı
Tic	Ticari
CA	Temas açısı
TA	Kayma açısı
IPA	Iso propil alkol
HCl	Hidroklorik Asit
TMOS	Trimetoksi metil silan
TMMS	Trimetoksi (metil) silan
APTES	(3 aminopropil) trietoksisilan
TEOS	Tetraetil ortosilikat
$\text{SiO}_2$	Silisyum dioksit
TMCS	Klorometilsilan
VTMS	Viniltrimetoksisilan
FP	Perfluoroalkylmethacrylic
F13	Tridekaflorooktiltrietoksisilan
CTAC	Hekzadesiltrimetilamonyumklorit
PFAS	Floro alkil silan polimeri
DFMA	Dodekafluoro heptil metakrilat
g-MPS	G-metakriloksipropiltrimetoksisilan
DFHM	Dodekafloro heptil metakrilat
SIF	1H, 1H, 2H, 2H-perflorooktiltriethosisilan
SIP	P-P diphenil- N- (3- (trimetoksisilil) propil) fosfinik amid

HDFTES	Heptadekaflorotrietoksisilan
PDDA	Polidialkildimetilamonyum klorit
SiO <sub>2</sub>	Silisyum dioksit
CNT	Karbon nanotüpleri
NP	Nanopartikül
Uv	Ultraviyole
AFM	Atomik Kuvvet mikroskobu
SEM	Taramalı elektron mikroskobu



## ÖZET

### KENDİ KENDİNİ TEMİZLEYEN DİNAMİK YAĞ İTİCİ YÜZEYLERİN SENTEZİ

Özge MUTLU

Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Biyomühendislik ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Uğur CENGİZ

16/01/2017, 74

Bir yüzeyin kendi kendini temizleme özelliği yüzeyin sıvıya karşı süper itici özellik taşıması veya sıvının kayma açısı değerinin  $10^\circ$  ve altı değere sahip olması ile meydana gelir. Yağ damlası ile kirlenmeyen süper yağ-itici yüzeyler düşük yüzey enerjili organik hidrokarbon çözücüler ile  $150^\circ$ 'den büyük temas açısı veren yüzeyler olarak tanımlanır. Benzer şekilde, süper su-itici yüzeyler de su ile temas açısı  $150^\circ$ 'den büyük olan yüzeyler olarak ifade edilir. Her iki tip yüzey sentezinde de aynı prensipler geçerlidir: Öncelikle, düşük yüzey enerjili bir yüzey oluşturmak gerekir; ikinci olarak da pürüzlülüğü yüksek ve hava paketçiklerinin bu pürüzler içinde barındığı bir yüzey oluşturulmalıdır. Süper itici yüzeylerin yüksek pürüzlülüğü, yüzeyin mekanik olarak zayıflamasına ve matlaşmasına neden olur. Tezin amacı mekanik olarak iyi ve ışık geçiren bir yüzey sentezi olduğu için pürüzlülüğün artışı tezin nihai hedeflerine uymamaktadır. Bu yüzden bu tezde dinamik olarak yağ iten yüzeyler üzerinde durulmuştur. Kendi kendine temizleme özelliği olan dinamik yağ itici bir yüzeylerde asıl amaç  $5-10^\circ$  arası bir kayma açısına sahip bir yüzey sentezidir. Dinamik itici yüzelerde, yağ damlası yüzeyden küçük bir eğim ile yüzeyi kirlenmeden ve yüzeydeki biriken tozları da süpürerek yüzeyi terk eder. Böylece, yüzey hem kendi kendini temizleme özelliği kazanmış olur, hemde pürüzsüz olduğundan dolayı mekanik olarak kuvvetli ve ışık geçirgenliği yüksek bir yüzey sentezlenmiş olur.

Bu tez çalışması kapsamında FAS+siloksan ve FAS+siloksan+hidrofobik silika kompozit yüzeyler sol-gel tekniği ile üretilmiş ve kompozit çözeltiler cam üzerine döndürerek kaplama tekniği ile kaplanmıştır. Yüzey morfolojileri AFM ve SEM ile belirlenmiştir. Hazırlanan kompozit filmlerin su ve yağ damlaları denge temas açıları Attension-theta ölçme cihazı ile ölçülmüştür. Yüzeylerin kayma açısı ise Attension-theta



cihazına baęlı kayma aısı lme aparatı ile llmüřtür. Yapılan lümler ve denemeler sonucunda oktan, dekan, tertradekan ve hegzadekan gibi yaę damlarına karřı kendi kendini temizleyen dinamik olarak oleofobik, ışık geiren cam yüzeyleri elde edilmiřtir.

**Anahtar sözcükler:** Yaę İtici Yüzey, Kayma Aısı, Iřık Geirme, Kendi Kendini Temizleme



## ABSTRACT

### FABRICATION OF SELF CLEANING DYNAMICALLY OLEOPHOBIC SURFACE

Özge MUTLU

Çanakkale Onsekiz Mart University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Master of Science Thesis in Bioengineering and Materials Science Engineering

Advisor: Yrd. Doç. Dr. Uğur CENGİZ

16/01/2017, 74

Self cleaning surface were obtained that surface showed super repellent properties against the liquid or tilting angle value below  $10^\circ$ . Superoleophobic surfaces are defined as the surfaces where low surface tension hydrocarbon solvents form a contact angle larger than  $150^\circ$ . Similarly, superhydrophobic surfaces are defined as the surfaces where water forms a contact angle larger than  $150^\circ$ . Same principles are valid for the synthesis these surfaces: Firstly, solid surface having low surface free energy must be formed and secondly the roughness of these surfaces must be high to accommodate the air pockets within them. The roughness of surfaces negative effect on mechanical properties and surface become dull.

The aim of thesis the surfaces synthesise good mechanically and light-transmitting, the roughness increase to does not attain goals. So, we focused dynamic oil repellent in this thesis. Dynamic oil-repellent surface have tilting angle value below  $10^\circ$ . Thus, the oil drops leave from the surface with a small tilt angle and clean dusts on surface. The surfaces are self-cleaning, high light transmittance and strong mechanically.

Surfaces synthesise Flora alkyl silane (FAS) + siloxane and FAS + siloxane + hydrophobic silica powder composite surface by sol-gel technical. Polymer composite solution are coated on surface by spin coating method. Surface morphologies will be characterized by scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM) technique. Composite surfaces's contact angles are measured with water and oil drops by using Attention –Tetha contact angle device. The tilt angles of the coated surface are measured by tilt angle apparatus of Attention-Tetha devices .

As a result of measurements and experiments, oleophobic, light transmitting glass surfaces were obtained which self-cleaning against oil deposits like octane, decane,

tetradecane and hexadecane.

**Keywords:** Oil Repellent Surface, Tilting Angle, Transparent, Self Cleaning Surface



## İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
TEZ SINAVI SONUÇ FORMU .....	ii
İNTİHAL (AŞIRMA) BEYAN SAYFASI.....	iii
TEŞEKKÜR.....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR .....	v
ÖZET .....	vii
ABSTRACT.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	xiv
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xvi
BÖLÜM 1	
GİRİŞ.....	1
1.1. Temas Açısı.....	4
1.1.1. Temas Açısını Etkileyen Faktörler .....	5
1.1.2. Dinamik Temas Açısı.....	6
1.2. Kaplama Teknikleri.....	6
1.2.1. Döndürme ile Kaplama Yöntemi.....	6
1.2.2. Daldırma ile Kaplama Yöntemi.....	7
1.2.3. Püskürtme ile Kaplama Yöntemi.....	7
1.3. Sol-gel Yöntemi .....	7
BÖLÜM 2	
ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR .....	9
BÖLÜM 3	
MATERYAL VE METOT .....	15
3.1. Materyal .....	15
3.1.1. Deneylerde Kullanılan Malzemeler .....	15
3.1.2. Deneylerde kullanılan cihazlar .....	16
3.1.2.1. Manyetik Karıştırıcı ve Su Sirkülatörü.....	16
3.1.2.2. Etüv .....	16
3.1.2.3. UV-Ozon Temizleyici .....	16
3.1.2.4. Dönerek Kaplama Cihazı .....	16
3.1.2.5. Ultrasonik Banyo .....	17
3.1.2.6. Denge Temas ve Kayma Açısı Ölçme Cihazı.....	17
3.2. Yöntem.....	18

3.2.1. Kompozit Çözeltilerin Hazırlanması .....	18
3.2.1.1. FAS-TMOS-TMMS Kompozit Çözeltilerinin Hazırlanması.....	19
3.2.1.2. Hidrofobik Silika Nano Partikül İlavesi ile Pürüzlü Yüzeylerin Hazırlanması .....	20
3.2.2. Cam Temizliği.....	20
3.2.3. Kompozit Çözeltilerin Cam Yüzeyle Kaplanması.....	20
3.2.4. Karakterizasyonlar .....	21
3.2.4.1. Yüzey Karakterizasyonları.....	21
3.2.4.1.1. Yüzey Temas Açık Karakterizasyonları .....	21
3.2.4.1.2. Atomik Güç Mikroskobu (AFM).....	21
3.2.4.1.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) .....	21
3.2.4.2. Mekanik Yapı Karakterizasyonları .....	21
3.2.4.2.1. Yüzeyle Kimyasal Testlerinin Uygulanması .....	21
3.2.4.2.2. TMCS Sonrası Yüzey Değişimi.....	22
3.2.4.2.3. Çizme Testi .....	22
<b>BÖLÜM 4</b>	
<b>ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA .....</b>	<b>23</b>
4.1. Deneysel Optimizasyonlar .....	23
4.1.1. Sol-gel Reaksiyonlarında Süre ve Sıcaklık Optimizasyonu .....	23
4.1.1.1. FAS(Tic)-TMOS Reaksiyon Süresi Ayarlanması.....	23
4.1.1.2. FAS-TMOS Reaksiyon Sıcaklığının Ayarlanması .....	26
4.1.2. FAS(Tic)-TMMS Reaksiyonu Süre ve Sıcaklığın Yüzeyle Etkisi.....	30
4.1.3. Si/C Oranı Optimizasyonu.....	33
4.1.3.1. Farklı Si/C Oranlarında Hazırlanan FAS(Tic)-TMOS Kompozit Film Yüzey Özellikleri .....	33
4.1.3.2. Farklı Si/C Oranlarında Ticari ve Saf 'FAS-TMOS' Kompozit Film Yüzey Karşılaştırılması .....	35
4.1.3.3. Farklı Si/C Oranlarında FAS(Tic)-TMMS Kompozit Film Yüzey Özellikleri . .....	37
4.2. FAS(Tic)-Alkoksisilan Kompozit Film Yüzeylerinin Karşılaştırması .....	39
4.3. FAS(Tic)-TMMS-TMOS Kompozit Film Yüzey Özellikleri .....	41
4.4. Hidrofobik Silika Nano Partikül İlaveli Yüzeyler .....	42
4.4.1. FAS(Tic)-TMMS (Si/C= 3) Kompozit Çözeltilere Hidrofobik Silika Nano Partikül İlavesi.....	42

4.4.2. FAS-TMOS (Si/C= 2,5) Kompozit Çözeltilere Hidrofobik Silika Nano Partikül İlavesi.....	44
4.4.3. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,5) Kompozit Çözeltilere Hidrofobik Silika Nano Partikül İlavesi .....	46
4.4.4. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,25) Kompozit Çözeltilere Hidrofobik Silika Nano Partikül İlavesi .....	47
4.5. Kimyasal Testler .....	48
4.5.1. FAS(Tic)-Alkoksisilan Kompozit Filmlere Asit Muamelesi .....	49
4.5.2. FAS(Tic)-Alkoksisilan Kompozit Filmlere Baz Muamelesi .....	50
4.5.3. Klorometilsilan (TMCS) ile Yüzey Modifikasyonu ve Sonrası Asit/Baz Muamelesi.....	52
4.5.3.1. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) Kompozit Film Yüzeylerinin TMCS ile Modifikasyonu Sonrası Asit/Baz Muamelesi .....	52
4.5.3.2. FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 Yüzeyinin TMCS ve H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -NaOH Muamelesi....	54
4.6. Yüzey Karakterizasyon Sonuçları.....	57
4.6.1. SEM Görüntüleri .....	57
4.6.1.1. FAS(Tic)-Alkoksisilan Yüzeylerinin SEM görüntüleri .....	57
4.6.1.2. Farklı Reaksiyon Sıcaklık ve Sürelerde Hazırlanan FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) Yüzeyleri.....	59
4.6.1.3. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) Nano Partikül İlaveli Yüzeyler.....	60
4.6.2. AFM Görüntüleri.....	61
4.6.2.1. Asit/Baz Muamelesinin Yüzeye Etkisi .....	61
4.6.2.2. Reaksiyon Süresinin Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisi.....	62
4.6.2.3. Nano Partikül Miktarının Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisi .....	62
4.7. Çizme Test Sonuçları.....	63
4.8. Bulguların Tartışılması.....	63
<b>BÖLÜM 5</b>	
<b>SONUÇ VE ÖNERİLER.....</b>	<b>68</b>
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>70</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>I</b>

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa No

Şekil 1.1. Lotusun göl üzerindeki görüntüsü (A), büyütülerek çekilmiş lotus yaprağı (B), Lotus yaprağının SEM görüntüsü (C) (Liu, 2012) .....	1
Şekil 1.2. Katı yüzey ile sıvı damlası arasındaki ara yüzey gerilimleri (Erbil, 2006) .....	4
Şekil 1.3. Eğimli yüzeyde kayma açısı (Erbil, 2006) .....	6
Şekil 1.4. Sol-gel reaksiyon zinciri (Hoebbel, 2002).....	8
Şekil 2.1. MT-CS-silika nano kompozit yüzeyler üzerinde su, etilen glikol ve yağ için FP konsantrasyonuna karşı temas açısı değerleri .....	9
Şekil 2.2. SiO <sub>2</sub> miktarındaki artışa göre su, etilen glikol, hekzadekan denge temas açısı değişimleri .....	11
Şekil 2.3. Kaplanmış yüzeylere ısı işlem ve florlama uygulaması ile değişim morfolojisi	11
Şekil 2.4. Deneysel basamaklar .....	12
Şekil 2.5. Yüzey gerilimine göre su ve hekzadekan temas açısı değerleri.....	14
Şekil 3.1. Manyetik karıştırıcı ve su sirkülatörü (a), Etüv (b), UV-Ozon Temizleyici (c), Dönerek kaplama cihazı (d), Ultrasonik banyo (e) .....	17
Şekil 3.2. Temas açısı ölçme cihazı ve kayma açısı ölçme aparatı .....	18
Şekil 3.3. Kompozit çözelti hazırlama ve kaplama mekanizması .....	19
Şekil 4.1. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sürelerinde denge temas (a) ve kayma (b) açısı değerleri değişimi (Si/C=1; 25°C).....	24
Şekil 4.2. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sürelerinde denge temas (a) ve kayma (b) açısı değişimi (Si/C=1; 25°C) .....	25
Şekil 4.3. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sıcaklıklarında denge temas (a) ve kayma (b) açısı değişimi (Si/C=1; 4 saat) ...	27
Şekil 4.4. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı sıvıların denge temas (a) ve kayma (b) açısı değerleri değişimi (Si/C=2; 4 saat) .....	29
Şekil 4.5. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı değişen reaksiyon sürelerinde denge kayma açısı değerleri değişimi (Si/C=2; 50°C).....	30
Şekil 4.6. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sürelerinde denge temas (a) ve kayma (b) açısı değişimi (Si/C=3; 50°C) .....	31
Şekil 4.7. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sıcaklıklarında denge temas (a) ve kayma (b) açısı değişimi (Si/C=3; 50°C).....	33
Şekil 4.8. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS yüzeylerin yüzey gerilimine bağlı denge temas açısı değişimi (4 saat; 50°C) .....	34
Şekil 4.9. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS yüzeylerin yüzey gerilimine bağlı kayma temas açısı değişimi (4 saat; 50°C).....	35
Şekil 4.10. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (içi boş semboller) ile FAS(Saf)-TMOS (içi dolu semboller) yüzeylerin yüzey gerilimine bağlı kayma açısı değerleri karşılaştırılması (4 saat; 50°C).....	37
Şekil 4.11. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMMS kaplamalarının yüzey gerilimine bağlı denge temas açısı değişimi (4 saat; 50°C) .....	38
Şekil 4.12. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMMS kaplamalarının yüzey gerilimine bağlı kayma temas açısı değişimi (4 saat; 50°C) .....	39
Şekil 4.13. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) kaplamaların farklı silica miktarlarına bağlı su ve organik sıvılar ile denge (a) ve kayma (b) temas açısı değerleri değişimi (4 saat; 50°C).....	43
Şekil 4.14. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamaların farklı silica miktarlarına bağlı su ve	

organik sıvılar ile denge (a) ve kayma (b) temas açısı değerleri değişimi (4 saat; 50°C).....	45
Şekil 4.15.FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,5) kaplamaların farklı silica miktarlarına bağlı su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri değişimi (4 saat; 50°C) .....	47
Şekil 4.16.FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,25) kaplamaların farklı silica miktarlarına bağlı su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri değişimi (4 saat; 50°C) .....	48
Şekil 4.17.FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) yüzeylerin 500, 10000 ve 50000 büyütmeledeki SEM görüntüleri.....	57
Şekil 4.18.FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) yüzeylerin 500, 100000 büyütmeledeki SEM görüntüleri .....	58
Şekil 4.19.FAS(Tic)-TMMS (Si/C=2,5) yüzeylerinin 500 ve 100000 büyütmeledeki SEM görüntüleri .....	58
Şekil 4.20.FAS(Tic)-TEOS (Si/C=2,5) yüzeylerinin 500, 5000, 10000 ve 20000 büyütmeledeki SEM görüntüleri.....	59
Şekil 4.21.FAS(Ticari)-TMMS (Si/C=3) 50°C'de farklı sürelerde hazırlanan yüzeylerin 10000 büyütme SEM görüntüleri.....	60
Şekil 4.22.FAS(Ticari)-TMMS (Si/C=3) 4 saat 50°C ve 75°C koşullarında hazırlanan yüzeylerin 10000 büyütme SEM görüntüleri .....	60
Şekil 4.23.FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) farklı miktarlarda silika nano partikül ilaveli yüzeylerin 200 büyütmeledeki SEM görüntüleri (4 saat; 50°C).....	61
Şekil 4.24. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) yüzeyinin a) Asit ile b) Baz ile muamele sonrası AFM görüntüsü .....	61
Şekil 4.25.FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) 50°C'de farklı sürelerde hazırlanan yüzeylerin AFM görüntüleri .....	62
Şekil 4.26.FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) çözeltisine farklı yüzdelerde ilave edilen silika nano partiküllerle hazırlanan yüzeylerin AFM görüntüleri (4 saat; 50°C).....	62



## ÇİZELGELER DİZİNİ

### Sayfa No

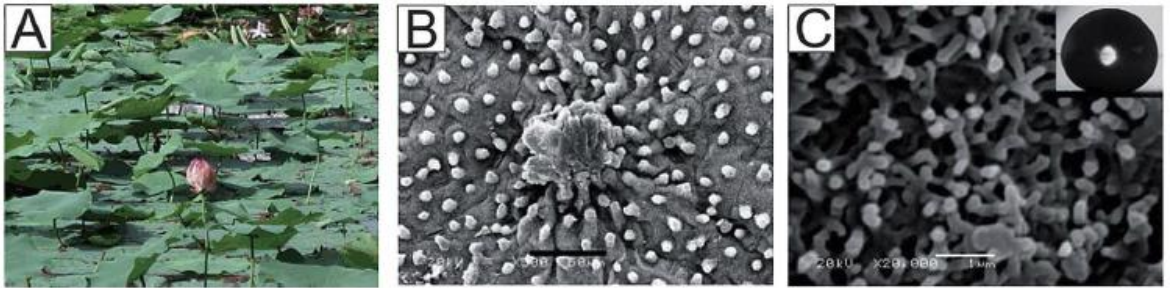
Çizelge 1.1. Temas açısı etkileyen faktörler .....	5
Çizelge 3.1. Deneylerde kullanılan kimyasallar .....	15
Çizelge 4.1. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=1; 25°C) .....	23
Çizelge 4.2. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=1; 25°C) .....	24
Çizelge 4.3. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=2; 25°C) .....	25
Çizelge 4.4. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=2; 25°C) .....	25
Çizelge 4.5. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=1; 4 saat) .....	27
Çizelge 4.6. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=1; 4 saat) .....	27
Çizelge 4.7. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=2; 4 saat) .....	28
Çizelge 4.8. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=2; 4 saat) .....	28
Çizelge 4.9. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin 4 ve 8 saat reaksiyon sürelerine bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=2; 50°C) .....	29
Çizelge 4.10. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=3; 50°C) .....	31
Çizelge 4.11. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=3; 50°C) .....	31
Çizelge 4.12. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=3; 4 saat) .....	32
Çizelge 4.13. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=3; 4 saat) .....	32
Çizelge 4.14. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS yüzeylerin su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	33
Çizelge 4.15. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS yüzeylerin su ve organik sıvılar ile kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	35
Çizelge 4.16. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Saf)-TMOS yüzeylerin organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	36
Çizelge 4.17. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Saf)-TMOS yüzeylerin organik sıvılar ile kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	36
Çizelge 4.18. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMMS yüzeylerin su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	37
Çizelge 4.19. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMMS yüzeylerin su ve organik sıvılar ile kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	39
Çizelge 4.20. FAS(Tic)-Alkoksisilan (Si/C=2,5) yüzeylerin denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	40
Çizelge 4.21. FAS(Tic)-Alkoksisilan (Si/C=2,5) yüzeylerin kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	40
Çizelge 4.22. FAS(Tic)-TMMS-TMOS (Si/C=3) yüzeylerin denge temas açıları değerleri (4 saat; 50°C) .....	41
Çizelge 4.23. FAS(Tic)-TMMS-TMOS (Si/C=3) yüzeylerin denge temas açıları değerleri	

(4 saat; 50°C).....	41
Çizelge 4.24. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	42
Çizelge 4.25. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) kaplamaların su ve organik sıvılar ile kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	43
Çizelge 4.26. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	44
Çizelge 4.27. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamaların su ve organik sıvılar ile kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	45
Çizelge 4.28. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,5) kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	46
Çizelge 4.29. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,25) kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C) .....	48
Çizelge 4.30. FAS(Tic)-TMOS, FAS(Tic)-TEOS, FAS(Tic)-TMMS, FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) kaplamalarının H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> muamelesi sonrası denge temas açısı değerindeki değişim .....	49
Çizelge 4.31. FAS(Tic)-TMOS, FAS(Tic)-TEOS, FAS(Tic)-TMMS, FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) kaplamalarının H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> muamelesi sonrası kayma temas açısı değerindeki değişim .....	50
Çizelge 4.32. FAS(Tic)-TMOS, FAS(Tic)-TEOS, FAS(Tic)-TMMS, FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) kaplamalarının NaOH muamelesi sonrası denge temas açısı değerindeki değişim .....	51
Çizelge 4.33. FAS(Tic)-TMOS, FAS(Tic)-TEOS, FAS(Tic)-TMMS, FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) kaplamalarının NaOH muamelesi sonrası kayma temas açısı değerindeki değişim .....	51
Çizelge 4.34. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) yüzeyinin asit/baz muamelesi sonrası denge temas açısı sonuçları .....	52
Çizelge 4.35. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamasının TMCS modifikasyonu ve asit/baz muamelesi sonrası yüzeyde meydana gelen denge temas açısı değişimleri .....	53
Çizelge 4.36. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) yüzeyinin H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ve NaOH ile muamelesi sonucu kayma temas açısı sonuçları .....	54
Çizelge 4.37. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamasının TMCS modifikasyonu ve asit/baz muamelesi sonrası yüzeyde meydana gelen kayma temas açısı değişimleri .....	54
Çizelge 4.38. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) yüzeyinin asit/baz muamelesi sonrası denge temas açısı sonuçları .....	55
Çizelge 4.39. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) kaplamasının TMCS modifikasyonu ve asit/baz muamelesi sonrası yüzeyde meydana gelen denge temas açısı değişimleri .....	55
Çizelge 4.40. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) yüzeyinin H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ve NaOH ile muamelesi sonucu kayma temas açısı sonuçları .....	56
Çizelge 4.41. FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 kaplamasının TMCS modifikasyonu ve asit/baz muamelesi sonrası yüzeyde meydana gelen kayma temas açısı değişimleri .....	56
Çizelge 4.42. FAS(Tic)-TMOS için Si/C oranına göre çizme testi sonuçları .....	63
Çizelge 4.43. FAS(Tic)-TMMS için Si/C oranına göre çizme testi sonuçları .....	63

## BÖLÜM 1

### GİRİŞ

Bir yüzeyin kendi kendini temizleme özelliği, yüzeyin sıvıya karşı süper itici özellik taşıması ve sıvının temas açısı karmaşasının (CAH, ilerleyen ve gerileyen temas açı farkı) veya sıvının kayma açısı (TA) değerinin 5-8° ve altı değere sahip olması ile meydana gelir (Dong, 2010; Bhushan, 2010; Liu, 2012). Kendi kendini temizleme özelliği doğada sıklıkla karşımıza çıkan bir özelliktir. Bazı bitki ve böceklerin yüzeylerinde bu özellik olduğu gözlemlenmiştir. Bunlara en bariz örnek Lotus çiçeğidir. Lotus çiçeğin yüzeyinde mikro/nano boyutlu hiyerarşik pürüzlülükler bulunmaktadır. Bu pürüzlülükler sayesinde yüzey kendi kendini temizleme özelliği kazanmaktadır. Pürüzlülükler aynı zamanda yüzeyin süperhidrofobik karakter (yüksek su temas açısı (CA) ve düşük kayma açısı (SA)) göstermesini sağlar. Lotus yüzeyinde, su damlaları yüzeyden yuvarlanırken (yüzeyin su damlasına karşı yüksek iticilik özelliğinden dolayı) yaprağın üzerindeki kirlilikleri de beraberinde götürür. Lotus yüzeyinin su ile temas açısı 164° olarak ölçülmüştür (Liu, 2012; Bhushan, 2010). Bilim adamları lotus çiçeğinde ilham alarak sıvı itici ve kendi kendini temizleyen yüzeyler yapmaya başlamışlardır (Baumann, 2003; Bhushan, 2010). Sıvı iticilik ve kendi kendini temizleme özellikleri olan yüzeyler anti-kirlenme, anti-buzlanma, biyomedikal sıvı taşıma, yakıt taşımacılığı, kendi kendini temizleyen pencereler ve optik cihazlar, leke tutmaz yüzeyler ve daha birçok alandaki uygulamalarda önemli bir rol oynamaktadır (Bhushan, 2010; Kessman, 2011).



Şekil 1.1. Lotusun göl üzerindeki görüntüsü (A), büyütülerek çekilmiş lotus yaprağı (B), Lotus yaprağının SEM görüntüsü (C) (Liu, 2012)

Yüzeylerin ıslanabilirliği temas açı değeri ile belirlenebilir. Bir sıvının bir yüzey ile denge temas açısı değeri 90° ve altı ise yüzey o sıvıyı seven yüzey olarak, eğer sıvı su ise hidrofil, yağ ise oleofil olarak tanımlanır. Bir sıvının yüzey ile denge temas açısı değeri 90°

ve üstü ise yüzey o sıvıyı sevmeyen yüzey olarak, eğer sıvı su ise hidrofop, yağ ise oleofop olarak tanımlanır (Erbil, 2002). Buna karşın pürüzsüz yüzeylerde  $65^\circ$  sıvı temas açısı değeri önemli bir sınır noktasıdır. Bir sıvı pürüzsüz bir yüzeyde  $65^\circ$  ve altı bir denge temas açısı değeri veriyorsa, yüzeyin pürüzlendirilmesi denge temas açısı değerini düşürme eğilimindedir ve bu düşme pürüzlülükle doğru orantılı olacaktır. Tam zıttı olarak, bir sıvı pürüzsüz bir yüzeyde  $65^\circ$  ve üstü denge temas açısı değeri veriyorsa, yüzeyin pürüzlendirilmesi denge temas açısı değerini yükseltme eğilimindedir ve bu yükselme pürüzlülükle doğru orantılı olacaktır (Vorger, 1998).

Oleofopluk tanımlaması, hidrofopluk kadar net değildir. Çünkü hidrofop kelimesi su itici yüzey demektir yani yüzey gerilimi  $72,8 \text{ mN/m}$  olan bir sıvıya karşı itici anlamındadır (Cengiz, 2012). Oleofobluk ise yağ sıvısına karşı itici anlamındadır ve yüzey gerilimi  $15,7$  ile  $27,5 \text{ mN/m}$  arası değişen oktan ( $21,6 \text{ mN/m}$ ) (Tuteja, 2007), dekan ( $23,8 \text{ mN/m}$ ) (Yang, 2011) ve hegzadekan ( $27,5 \text{ mN/m}$ ) (Tuteja, 2007) gibi sıvıları kullanarak oleofobik yüzey karakterize edilirken, yağ damlası olarak yüzey gerilimi  $35 \text{ mN/m}$  olan bir salata yağı kullanılarak da oleofobik yüzeyler karakterize edilmiştir (Li, 2001).

Süperhidrofob (süper su-itici) yüzeyler su ile denge temas açısı değeri  $150^\circ$ 'den büyük olan ve düşük CAH veren yüzeyler olarak ifade edilir (Guo 2011). Süperoleofobik (süper yağ-itici) yüzeyler ise üzerinde düşük yüzey enerjili organik hidrokarbon çözücüler ile (hegzadekan, dekan gibi)  $150^\circ$ 'den büyük temas açısı veren yüzeyler ve düşük CAH veren yüzeyler olarak ifade edilir (Yang, 2011; Xiong 2013). Her iki tip yüzey sentezinde de aynı prensipler geçerlidir. Öncelikle, düşük yüzey enerjili bir yüzey oluşturmak gerekir; daha sonra da yüzeydeki pürüzlülüğü arttırmak gereklidir. Pürüzlülük ile hava paketçiklerinden oluşan bir yüzey oluşturulur ve bu hava paketçileri sıvıların yüzeyden itilmesini sağlar (Tuteja, 2007; Kota, 2013).

Süperoleofobik yüzeylerin havadaki ve sudaki biyolojik veya organik kirleticilerden kendi kendini temizleme ve biyolojik kirlenmeyi önlemek için pratikte birçok uygulaması vardır ve son yıllarda oldukça ilgi görmektedir (Yang, 2011). Doğal veya yapay uygulamalardan çok sayıda süperhidrofobik yüzey sentezlemek mümkün iken yapay süperoleofobik yüzeylerin sentezlenmesi süperhidrofobik yüzeylerin sentezlenmesine kıyasla çok daha zordur (Cansoy, 2011). Bunun nedeni, yağların veya organik sıvıların düşük yüzey gerilimlerinden dolayı katı ile aralarındaki yüzey etkileşmelerinin daha yüksek olmasıdır (Tuteja, 2007). Yapay süperoleofobik yüzeyler, kısmen pürüzlü yüzeylerin düşük yüzey gerilimli perfloro kimyasallar kullanarak kimyasal modifikasyonu ile veya direkt olarak florlu materyallerin pürüzlendirilmesiyle sentezlenebilir (Ramos, 2010; Im, 2010).

Floropolimer kaplama ile oluşan hiyerarşik doku göz önüne alındığında, bu yüzeyler için ideal bir süper iticilik kombinasyonu yanı sıra düşük yüzey gerilimi de elde edilir (Hsieh, 2005; Ma, 2006). Floropolimerlerin, yüksek termal ve oksidatif stabilite, düşük dielektrik sabiti, düşük nem emme, düşük alevlenmeye, düşük yüzey enerjisi, mükemmel biyouyumluluk ve mükemmel direnç gösteren birçok alanda geniş teknolojik uygulamaları söz konusudur (Saito, 2014). Bu tür polimerler genellikle hidrofobik ve oleofobik yüzeyler elde etmek için kullanılırlar.

Ancak pratik uygulamalarda yüksek pürüzlülük yüzeylerin mekanik olarak zayıflamasına ve ışık kırınımı nedeniyle matlaşmasına neden olmuştur. Işık geçiren, kendi kendini temizleyen yağ itici bir yüzeyin sentezinde, yüzeylerin yüksek pürüzlülüğe sahip olmasının ve aynı zamanda mekanik dayanımlarının yüksek olmasının istenmesi çalışmanın en zor kısmıdır. Bunun sebebi bu iki olayın birbiri ile tezat bir şekilde ilerlemesidir. Yüksek yağ itme özelliği kazanımı ile pürüzlülüğün doğru orantılı olması sebebiyle pürüzlülüğün artması ile mekanik dayanım ve ışık geçirgenliğin düşmesi ters orantılıdır (Hikita, 2005; Park, 2013). Bu problem dinamik yağ itici yüzeylerin sentezi ile kısmen ortadan kaldırılmıştır (Park, 2013; Urata, 2012). Dinamik yağ itici yüzeyler, yağ damlası ile düşük denge temas açısı değeri verirken,  $10^\circ$  ve altı bir kayma açısı değeri ile yüzeyi terk eden yüzeyler olarak tanımlanır (Park, 2013). Bir sıvının bir yüzeyden düşük bir açı ile kayması için sıvının yüzeye takılmaması gerekmektedir. Sıvının yüzeye takılmaması için yüzeyin pürüzsüz olması gerekir. Pürüzsüz bir yüzey, pürüzlü bir yüzeye göre hem daha ekonomik, daha endüstriyel, mekanik olarak daha güçlü ve daha iyi ışık geçirgenliğine sahiptir. Bu avantajlar son zamanlarda dinamik yağ itici yüzeylerin sentezi konusundaki çalışmaları da arttırmıştır (Hozumi, 2010; Nagappan, 2013).

Bu sebeplerden dolayı, bu tez çalışmasında süper yağ itici yüzey sentezlemek yerine, düşük yağ itme özelliği olan, ancak yağ sıvısı ile kayma açısı  $10^\circ$  ve altı yüzeyler sentezlemeyi hedeflenmiştir. Yüzeyin süper yağ itici özelliğe sahip olmadan yağ damlarına karşı kirletici olmaması, ayrıca yüzeyde daha az bir flora bileşik kullanılmasını sağlayacaktır ve bu da yüzeyin daha ekonomik olarak üretilmesini sağlamaktadır. Işık geçiren, pürüzsüz ve/veya çok az pürüzlü ve mekanik olarak dayanıklı yüzeylerin tek basamakta sentezlenmesi tezin en önemli çıktılarından biridir.

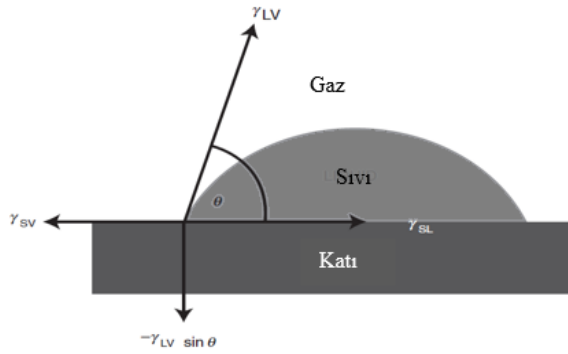
Tez çalışmasında öncelikle en uygun sol-gel prosesi için süre, sıcaklık ve zaman ve Si/C oranı (Park, 2013) optimizasyonları yapılmıştır. Ayrıca, yüzeyler üzerinde kullanılan polimerlerin tipi ve konsantrasyonu test edilmiştir. Kullanılan silika oranı, ortalama çap etkisi ve farklı fonksiyonel gruplara sahip silisyum alkoksit bileşiklerin etkisi incelenerek

yüzey oleofobisitesi kontrollü bir şekilde değiştirilmesi amaçlanmıştır. Yüzey pürüzlülüğünün yüzey denge ve kayma açısı üzerine etkisi kompozit çözeltilerdeki silika oranının kontrollü artırılmasıyla incelenmiştir. Böylece artan pürüzlülük ile yüzey özellikleri arasındaki ilişki rapor edilmiştir. Ayrıca tezin son aşamasında sentezlenen yüzeylerin kimyasal (asit/baz testi) ve mekanik (sertlik testi) testleri yapılmış ve yüzey denge ve kayma açısı değerlerini bu testlerin nasıl değiştirildiği detaylı olarak tartışılmıştır.

### 1.1. Temas Açısı

Bir yüzey, üzerinde duran bir sıvı damla üç kuvvet ile dengelenir. Bunlar katı-sıvı (sl), katı-buhar (sv) ve sıvı-buhar (lv) ara yüzey gerilimleridir (Şekil 1.2.). Temas açısı, sıvı, gaz ve katı maddenin kesiştiği noktada oluşan sıvı damlanın yüzeye teğet düzlem ile arasında oluşturduğu açıdır. Temas açısı, bir sıvının katıyı ıslatmadaki kantitatif ölçüsüdür. Sıvı ile katı yüzey arasındaki etkileşim düşük ise sıvı damlası katı yüzeyde yayılmaz, yüzeyi ıslatmaz ancak etkileşim kuvvetli ise sıvı yüzey tarafından çekilir ve sıvı damlası katı yüzeyde yayılma gösterir. Katı yüzey ne kadar düşük yüzey enerjisine sahip ise sıvıyı çekme kuvveti o derecede azalır (Erbil, 2006).

Şekil 1.2. Katı yüzey ile sıvı damlası arasındaki ara yüzey gerilimleri (Erbil, 2006)



Young eşitliği üç (sıvı, katı ve hava) fazın kesiştiği noktadaki kuvvetlerin vektörel toplamını verir.

$$\gamma_{sv} = \gamma_{ls} + \gamma_{lv} \cdot \cos\theta \quad (1.1)$$

Bu eşitlikte  $\gamma$  yüzey gerilimini gösterir. Denklem (1.1)'de  $\gamma_{sl}$  katı ile sıvı arasındaki yüzey gerilimini;  $\gamma_{lv}$  sıvı ile hava arasındaki yüzey gerilimini;  $\gamma_{sv}$  katı ile hava arasındaki yüzey gerilimini ve  $\theta$  ise denge temas açısını göstermektedir (Lenz, 1999; Erbil, 2006).

Temas açı ölçümleri kameralı ölçüm cihazları ile yapılır. Bu cihazlarda açıölçer bir

mikroskop merceđi kamera sistemine bađlıdır ve kamera görüntüleri bilgisayar programına aktarılır. Cihaz bilgisayar kontrolü ile yüzey gerilimi ve yüzey enerjisini esas alarak statik ve dinamik temas açısı ölçümü yapar (Erbil, 2006; Phani, 2006).

### 1.1.1. Temas Açısını Etkileyen Faktörler

Temas açısını etkileyen birçok faktör vardır. Bir yüzeyle bir sıvının oluşturduğu temas açısı, sıvının yüzey gerilimine ve katının yüzey enerjisine bađlıdır. Sıvının yüzey gerilimi artarsa veya yüzeyin enerjisi azaltacak bir morfoloji elde edilirse temas açısı değeri artar. Temas açısı değeri arttıkça, sıvı ile katının temas yüzeyi alanı azalır, böylece katı sıvı tarafından daha az ıslatılmış olur. Yüzey gerilimi azalır veya yüzey enerjisi artarsa temas açısı değeri azalır. Temas açısı değeri azaldıkça, sıvı ile katının temas yüzeyi alanı artar, böylece katı sıvı tarafından daha fazla ıslanır (Miwa 2000; Erbil, 2006).

Bir sıvının yüzeyini ıslatması veya kirlenmesi sıvı molekülleri arası kohezyon kuvvetlerine ve yüzey ile sıvı arasındaki adezyon kuvvetlerine de bađlıdır. Eğer, yüzey-sıvı arasındaki adezyon kuvveti kohezyondan fazla ise katı sıvıyı yüzeye doğru çeker ve adezyon/kohezyon kuvvet farkına göre sıvı, yüzeyi ıslatır. Sıvı molekülleri arası kohezyon kuvveti adezyondan fazla ise sıvı katı yüzeyinden itilir. Islanma ve kirlenme azalır (Erbil, 2006; Cansoy, 2013).

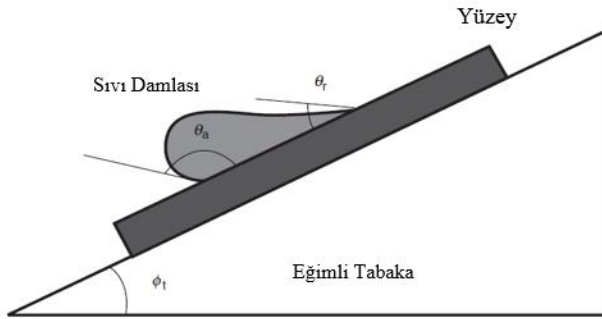
Çizelge 1.1. Temas açısını etkileyen faktörler

	Sıvı Seven Yüzeyler	Sıvı İten Yüzeyler
Yüzey Gerilimi	Düşük	Yüksek
Yüzey Enerjisi	Yüksek	Düşük
Adezyon Kuvvetleri	Yüksek	Düşük
Kohezyon Kuvvetleri	Düşük	Yüksek

Ayrıca yüzey pürüzlülüđü de temas açısını etkileyen önemli bir faktördür. Yüzey pürüzsüz iken sıvı seven özelliđe sahip bir yüzey ise pürüzlülük arttıkça sıvı yüzeye daha çok yayılır. Eğer yüzey sıvıya karşı itici özellikte ise yüzeyin pürüzlülüđü arttıkça yüzey sıvıyı daha da itici özellik kazanır.

### 1.1.2. Dinamik Temas Açısı

Dinamik temas açıları, üç faz sınırında (sıvı/katı/buhar) gerçek hareket halinde ölçülebilir açılarıdır. Katı yüzey düzlemi kritik eğime ulaştığında, damla kaymaya başlar (Quere, 2005; Erbil, 2006). Damla yüzeyden iz bırakmadan kayar ve böylece yüzey kendi kendini temizleme özelliği kazanır.



Şekil 1.3. Eğimli yüzeyde kayma açısı (Erbil, 2006)

Kayma değeri daha düşük olan yüzeyin kendi kendini temizleme veya kirlenmeme özelliklerinin daha üstün olacağı bilinmektedir (Zhang, 2011; Park, 2013).

## 1.2. Kaplama Teknikleri

Polimer çözeltilerini yüzeylere kaplamak için birkaç yöntem vardır. Bunlar daldırarak kaplama, döndürerek kaplama, sprey ile kaplama ve dökerek kaplama gibi yöntemlerdir (Yan, 2011, Darmanin, 2013).

### 1.2.1. Döndürme ile Kaplama Yöntemi

Döndürme ile kaplama yöntemi, ince film üretmek için kullanılan işlemlerden biridir. Küçük boyutlarda yüzeyler ile çalışılabilir. Kaplama safhasında yüzeye bir miktar sıvı dökülür. Yüzeyin dönmesiyle sıvı merkezci kuvvet sayesinde sıvı substrat yüzeyine yayılır. Böylece substrat yüzeyinde oluşan film düzgün bir şekilde dağılmış olur. Bunun sonucu olarak film kalınlığı, yüzey boyunca homojen bir özellik gösterir. Film kalınlığının düzgün olmasında iki ana kuvvet etkindir. Bunlar; yüzey üzerine damlatılan sıvının radyal bir şekilde dışa doğru akmasına neden olan merkezci kuvvet ve ters yöne doğru olan sürtünme kuvvetidir. Film kalınlığı dönme hızı değiştirilerek rahatlıkla değiştirilebilir. Düşük maliyetlidir ve işlem çok kısa sürede gerçekleşir (Hall, 1998; Tatar, 2007).



### **1.2.2. Daldırma ile Kaplama Yöntemi**

Daldırarak kaplama metodu, hazırlanan çözelti içine kaplanacak yüzeyin belirli bir hızla daldırılıp ve yine aynı hızla geri çekilmesi esasına dayanır. Böylece yüzeyin çözelti ile temasa giren kısımları kaplanmış olur. Bu aşamada yer çekimi kuvveti, çözelti ile yüzey arasındaki taşıyıcı kuvveti ile yüzey gerilim kuvvetleri etkilidir. Daldırma sonunda, fazla olan çözelti damlacıkları taban kenarlarından süzülerek yüzeyi terk ederken, süzülme işlemi ile yüzeyi terk edemeyen çözelti damlacıkları buharlaşarak uçar.

Daldırarak kaplamanın bir başka avantajı, her şekilde ve boyutta tabanların kaplanmasının mümkün olmasıdır. Bu işlem ile düzgün ve kontrol edilebilen bir kalınlık elde edilebilir. Bunun sonucu olarak da film kalınlığı, yüzey boyunca homojen bir özellik göstermektedir. Ön ve arka yüzün aynı anda kaplanması sağlanır. Neredeyse her türden materyalin kaplanmasına imkan tanır (Brinker, 1994; Kontos, 2007).

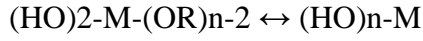
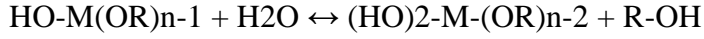
### **1.2.3. Püskürtme ile Kaplama Yöntemi**

Püskürtme yöntemi, elde edilecek filmler için hazırlanan sulu çözeltilerin karıştırılarak yüzey üzerine hava/azot gazı yardımıyla atomize edilerek püskürtülmesidir. Püskürtme yöntemi, ince film elde etme metotları arasında kolay ve ucuz olan metottur. Filmin kalitesi, sıcaklık, püskürtme oranı ve filmin kalınlığı gibi deneysel parametrelerle değişir. İnce film üretimi için vakum ortamına ihtiyaç duyulmaz. Göreceli olarak düzgün ve yüksek kalitede filmler elde edilebilir. Bu yöntemin en büyük avantajı geniş alanlara kolaylıkla kaplama yapılmayı sağlamasıdır. Bu nedenle otomasyona uygundur bu da seri üretim imkanı sağlar. Kontrol edilemeyen damlacık büyüklüğünden dolayı homojen olmayan filmlerin oluşması ise bu yöntemin bir dezavantajıdır (Shih, 2013; Li, 2014).

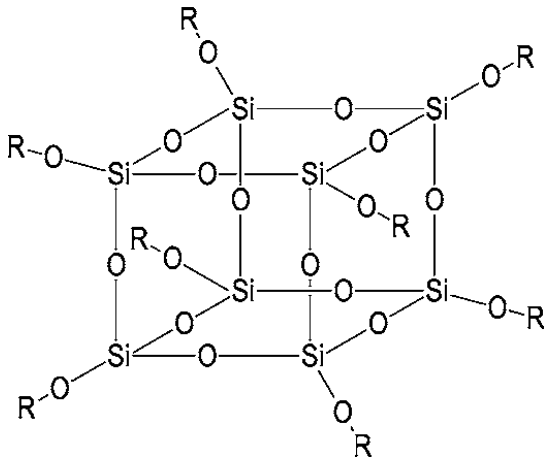
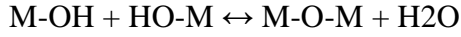
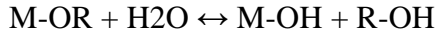
### **1.3. Sol-gel Yöntemi**

Sol-gel yöntemi su ve yağ itici yüzeyleri sentezlemek için oldukça avantajlıdır. Maliyeti yüksek değildir, düşük sıcaklıkta gerçekleşebilir ve büyük alanlara uygulanabilir. Sol-jel prosesinin esası; metal alkoksit çözeltileri veya metal tozları, nitratlar, hidroksitler ve oksitler gibi inorganik bileşiklerin belirli oranlarda su ve asitle birleştirilerek bir solüsyon meydana getirilmesi ve bu solüsyonun belirli sıcaklıklarda karıştırılması neticesinde solüsyon içerisinde birbirini izleyen bir dizi kimyasal reaksiyondur. Taneciklerin sahip olduğu yüzey yüklerinin elektrokimyasal etkileşimleri ile jelleşme meydana gelir. Reaksiyonlar iki aşamadan oluşur bunlar hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarıdır (Hoebbel, 2002; Hikita, 2005).

Hidroliz reaksiyonu şu basamaklardan oluşur;



Kondenzasyon reaksiyonu ise şu üç basamakta gerçekleşir:



Şekil 1.4. Sol-gel reaksiyon zinciri (Hoebbel, 2002)

Uygun reaktif gruplar ile metal alkoksitler ve organik oligomerleri gibi sıvı maddeler başlayarak inorganik bir ağın oluşumunu sağlayan Sol-jel yöntemi ılımlı çalışma koşulları sayesinde yaygın kullanılan hazırlama prosedürüdür. Alkoksilanlarla sol-jel işlemi nanometre mertebesinde bir boyuta sahip organik, anorganik, silikon bazlı, hibrid malzemelerin hazırlanması için uygun bir stratejidir (Goto, 2011).

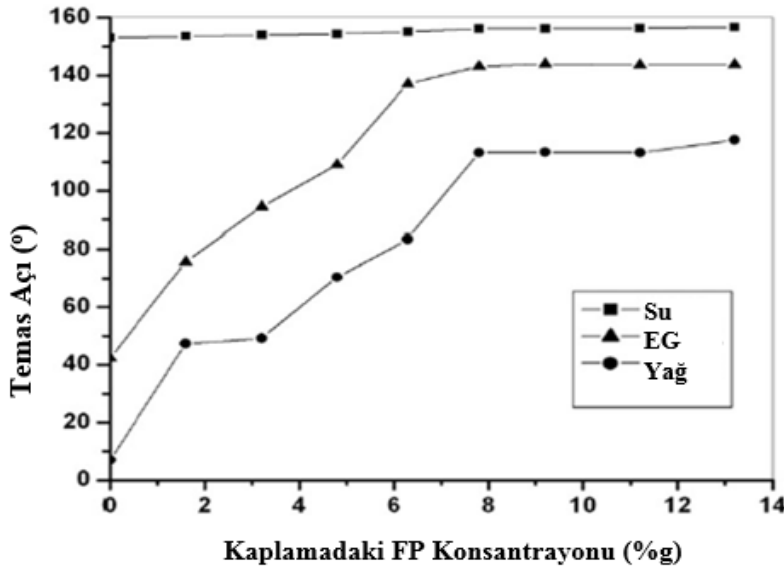
Sol-gel yöntemi ince film elde etmek için oldukça kullanışlı bir yöntemdir. Genel olarak sol-gel sürecinde sistem sıvı fazdan (sol) katı faza (jel) geçiş yapar. Saf ve küresel biçimli tozlar, ince film kaplamalar, seramik fiberler, mikro gözenekli inorganik zarlar, monolitik seramik ve camlar ya da aşırı gözenekli aerojel malzemeler üretmek mümkündür. Tipik bir sol-gel sürecinde ana malzeme çözücü içinde çözünüp bir seri hidroliz ve polimerizasyon tepkimeleri ile sol' e dönüşür. Kollaidal yapılar heterojon ile homojen arasındadır. Çözünen tanecikler çok küçük tanecikler olmasa da çökme meydana gelmez, çözücüden ayrılmazlar (Shimind, 1998).

## BÖLÜM 2

### ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Fabbri ve ark. (2006) su ve yağ itici yüzey uygulamaları yapmışlar ve çalışmalarında flor içeren bileşikler kullanmışlardır. Flor içeren polimerler düşük yüzey enerjisi sağlar ve adezyon kuvvetleri düşüktür. Poli [4,5-difloro-2,2-bis(triflorometil)-1,3-dioxol]-ko-tetrafloroetilen (TFD-ko-TFE) bileşiği ile döndürerek kaplama yöntemiyle çelik yüzeyler üzerine düzgün ve pürüzsüz ince film kaplamalar yapmışlardır. Kaplanan filmler 1 saat boyunca argon gazı içerisinde 100 ve 500°C sıcaklık aralıklarında termal tavlama maruz bırakılmışlardır. Filmler 400°C termal tavlama maruz bırakıldığında filmlerinde nano yarıçapları 8 nm'den 28 nm'ye yükselmiştir. Tavlama sıcaklığı 100°C'den 400°C'ye yükseldiğinde su ile temas açısı 122°'den 147°'ye, yağ temas açısı 85°'den 96°'ye yükselmiştir.

Lakshmi ve ark. (2012) sol-gel yöntemiyle silika nano partiküller ve perfluoroalkilmetaakrilik (FP) çözeltisini çeşitli konsantrasyonlarda hazırlamışlardır. Bu çözeltiler ile cam ve alüminyum yüzeye spray kaplama yapmışlardır. Bu çalışmada ayrıca sadece sol-gel kaplama ve floropolimerli sol-gel kaplama da karşılaştırılmıştır. Floropolimerler yüzey gerilimini düşürdüğünden daha hidrofob ve oleofob yüzeyler oluşmuştur. Çalışma sonucunda temas açıları su için 158°, etilen glikol için 146° ve motor yağı için 113° olduğu görülmüştür (Şekil 2.1.).

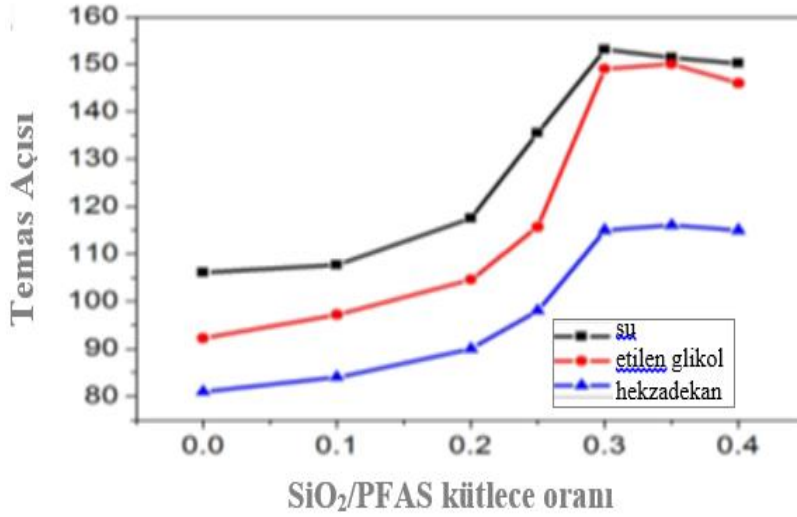


Şekil 2.1. MT-CS-silika nano kompozit yüzeyler üzerinde su, etilen glikol ve yağ için FP konsantrasyonuna karşı temas açısı değerleri

Pereira ve ark. (2011) silika nano partikülleri ile tridekaflorooktiltrietoksisilan (F13) fonksiyonu ile pamuk kumaş üzerine kaplama yapmışlardır. Tetraetoksiortosilikat (TEOS) ve F13 bileşiğinin, hegzadesiltrimetilamonyumklorit (CTAC) ile ko-kondenizasyon metodu kullanarak silika nano partikül katkılı kumaş yüzeyine kaplanacak kompozit çözelti hazırlamışlardır. TEOS/FAS mol oranı etkisi, pürüzlülük, fonksiyon derecesi ve hidrofobik/oleofobik etkiyi tartışmışlardır. Yüzey pürüzlülüğü silika nano parçacıklarla, düşük yüzey enerjisi organosilan ile sağlanmıştır. Bunun sonucunda süper hidrofobik kumaş elde edilmiştir. Florokarbon bileşiğinin etkisiyle hem su hem de yağ itici yüzey elde etmişlerdir.

Sung ve ark. (2013) basit ve pahalı olmayan sol-gel kaplama methodu kullanılarak geniş alanlara uygulanan hem su hem de yağ itici yüzeyler elde etmişlerdir. Polinorbornen karboksilik anhidrit ve floro silica kullanılarak elde ettikleri kompozit çözeltiler ile hidrofobik, oleofobik ve transparan kaplamalar yapmışlardır. Yüzeyler, su ile  $112^\circ$ , yağ ile  $87^\circ$  temas açısı vermişlerdir. Ayrıca renksiz ve transparanlıkları çok iyi yüzeyler elde etmişlerdir.

Luo ve ark. (2015) floro alkil silan kopolimeri (PFAS) ve silika nano partiküllerin birleştirilmesiyle transparan hem su hem yağ itici yüzeyler üretmişlerdir. Bunun için sol-gel yöntemi ile beraber radikal polimerizasyon methodlarını uygulamışlardır. Dodekafluoro heptil metakrilat (DFMA) ve g-metakriloksiopropiltrimetoksisilan (g MPS) monomerleri ve PFAS ile serbest radikal polimerizasyonu hazırlamıştır. Tetraetoksilan (TEOS) ve  $\text{SiO}_2$  nanopartikülleri PFAS çözeltisine ilave ederek homojen çözelti elde etmişlerdir. Bu hibrit çözelti cam yüzeylere dip daldırma yöntemi ile kaplanıp sonrasında kurutularak su ve yağ itici yüzeyler elde edilmiştir. Yüzeylerin ışık geçirgenliğini %85-90 arasında ölçmüşlerdir. Su, etilen glikol ve hegzadekan ile temas açısı sonuçları sırasıyla  $153^\circ$ ,  $150^\circ$  ve  $115^\circ$  olarak ölçmüşlerdir. Temas açısı değerlerinin silika miktarı arttıkça arttığını gözlemlemişlerdir (Şekil 2.2.). Hibrit kaplamanın sertlik değeri 1. sınıf ve adezyon değeri H olarak bulmuşlardır. Bu çalışma ile düşük maliyetli, hem su hem yağ itici transparan yüzeyler elde edilmiştir.



Şekil 2.2. SiO<sub>2</sub> miktarındaki artışa göre su, etilen glikol, hekzadekan denge temas açısı değişimleri

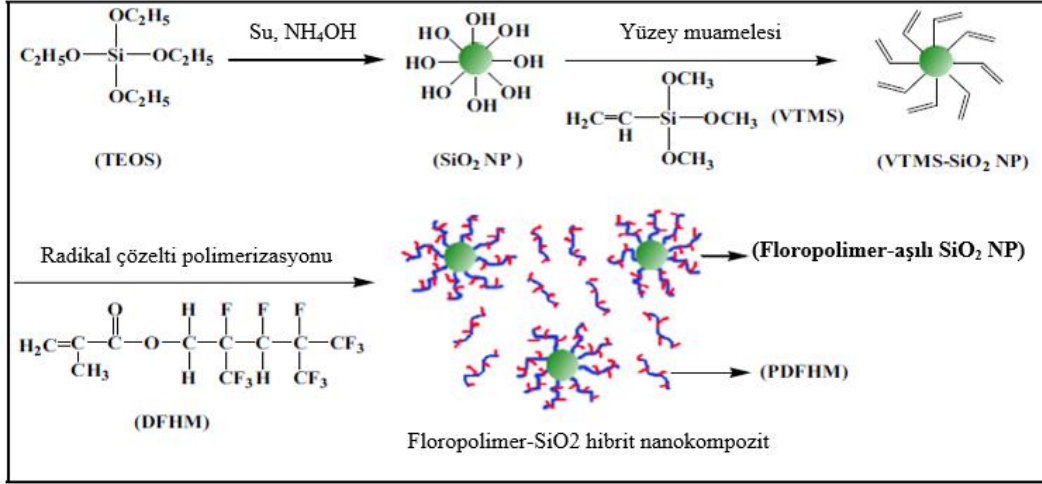
Zhu ve ark. (2014) yaptıkları çalışmada karbon nano tüpleri (CNTs) kullanarak transparan, süper su ve yağ itici kaplamalar elde etmeyi amaçlamışlardır. CNT ve SiO<sub>2</sub> kaplamasını sol-gel yöntemiyle üretmişler ve cam lamellere püskürterek kaplama yapmışlardır. Daha sonra ısıtma işlemi uygulamışlardır. Yüzeylerin transparanlığını arttırmak için yüzey florlama sprey yöntemiyle yapılmıştır (Şekil 2.3.). Bu florlama işlemiyle ve CNT lerin etkisiyle su ve organik sıvılara karşı süper itici yüzeyler elde etmişlerdir. Elde edilen yüzeylerin transparanlığı %80'nin üzerinde ölçülmüştür.



Şekil 2.3. Kaplanmış yüzeylere ısıtma işlemi ve florlama uygulaması ile değişim morfolojisi

Li ve ark. (2014) öncelikle Stober yöntemi ile tetraetoksiosilikat (TEOS) çözeltisinden silika nanopartikülleri (SiO<sub>2</sub>NPs) elde etmişlerdir. Elde ettikleri nanopartikülleri vinil trimetoksi silan (VTMS) ile muamele etmişlerdir. VTMS-SiO<sub>2</sub> NP ile floratlı monomerin (dodekaflo heptil metakrilat, DFHM) radikalik çözelti polimerizasyonu gerçekleştirmişlerdir. Polimerleşme sonucunda poli(dodekafloheptil

methacrlate) (PDFHM) ve floropolimer-SiO<sub>2</sub> nano kompoziti oluşmuştur (Şekil 2.4.). Fluoropolymer-SiO<sub>2</sub> cam yüzey üzerine dökerek kaplama yapılmıştır ve ısıl işlem ile kurutulmuştur. Temas açısı değerleri su ile 151°, hegzadekan ile 102° olarak ölçülmüştür. Böylece süperhidrofobik ve oleofobik yüzeyler elde edilmiştir.



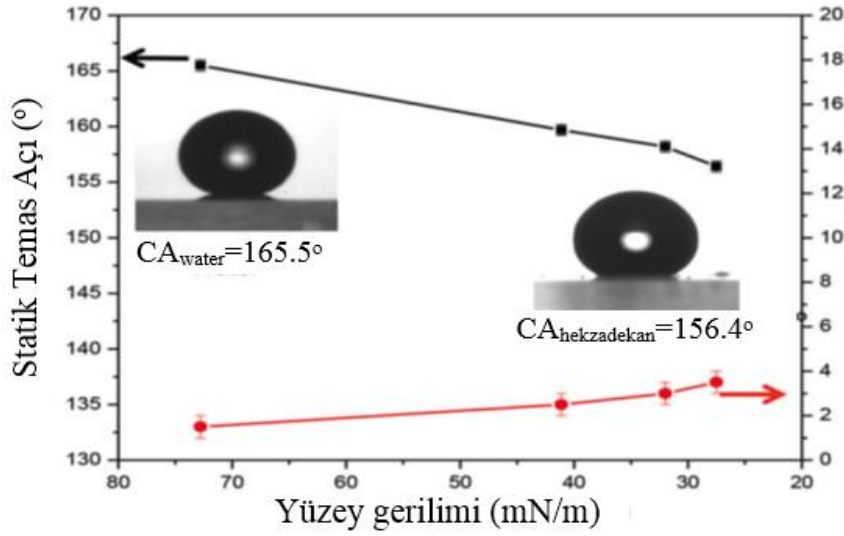
Şekil 2.4. Deneysel basamaklar

Vasiljevic ve ark. (2014) yaptıkları araştırmada, iki bileşenli bir sol-jel organik ya da inorganik hibrid kaplamaları bir pamuk lif yüzeyi üzerine hazırlamışlardır. 1H, 1H, 2H, 2H-perfloroetiltriethosisilan (SIF) ve P-P diphenil-N-(3-(trimetoksispropil) fosfinik amid (SIP) eşit mol sayısında sol karışımı pamuklu kumaş örnekleri uygulanmıştır. Kaplanmış pamuk kumaş örneklerinin fonksiyonel özellikleri, su ve n-hekzadekan ile statik temas açısı ölçümleri incelenmiştir. Ayrıca yüzey üzerinde buz testi, antibakteriyel test, termogravimetrik analiz ve yanıcılık testleri yapılmıştır. Testlerin sonuçları ile homojen pamuk lif yüzeyi üzerine dağıtılan nanokompozit iki bileşenli organik-inorganik hibrid polimerin yüzeyde ağ oluşumu yaptığını gözlemlemişlerdir. SiF ve SiP bileşenlerin ortak bir davranışları aynı anda süperhidrofobiklik ve yüksek oleofobiklik, pasif antibakteriyel etkinlik de dahil olmak üzere olağanüstü çok fonksiyonlu pamuklu kumaş geliştirmişlerdir. Bu iki bileşenin karışımı ile düşük yüzey enerjili kaplama elde etmişlerdir ve su ile temas açısının 150°, hegzadekan ile temas açısı değerinin 117° olarak ölçmüşlerdir. Su damlasının yüzeyden 27°de kaydığını görmüşlerdir. Ayrıca bu kaplamanın yüzeyin yanmazlık özelliklerine de katkıda bulunduğunu gözlemişlerdir.

Urata ve ark. (2012) alkoller (düşük yüzeye gerilimli sıvılar) ve alkanlar (polar olmayan düşük yüzey gerilimli sıvılar) gibi organik sıvılara karşı itici yüzey oluşturmuşlardır. Su itici yüzeylerinde temas açısı (CA)  $150^\circ$  den büyük ve eğim açısı (TA) en az  $10^\circ$  olan nilüfer yapraklarını taklit ederek yapay yüzey oluşturmuşlardır. Çalışmalarında alkiltrioksisilan bileşikleri ve TMOS bileşiği ile sol-gel reaksiyonu gerçekleştirmişlerdir. Alkil zincir uzunluğunun kayma açısına etkisini araştırmışlardır. Zincir uzunluğu 10 ve daha küçük olan bileşikler ile hazırlanan yüzeylerin daha pürüzsüz ve transparan olduklarını gözlemlemişlerdir. Ayrıca bu yüzeylerde alkan sıvıları ile (dekan, hegzadekan vb.)  $5^\circ$  altı kayma açısı değerleri ölçmüşleridir. Bu tip dinamik yağ itici yüzeyler, gıda ambalajı, leke tutmaz malzemeler, dokunmatik panel ekranlar, biyomedikal cihazlarda kullanılabilirlerdir.

Wong ve ark. (2012) su, alkanlar, ham petrol, kan ve ketçap dahil olmak üzere çeşitli sıvılara karşı mükemmel kaygan özelliği gösteren yağ itici yüzeyler bildirilmiştir. Önce bir perfluoroalkil silan nano/mikro gözenekli substrat hazırlanmış, daha sonra, perfloranmış sıvı ile kovalent olmayan şekilde bağlanmış kalın ve şeffaf bir sıvı film hazırlamışlardır. Çeşitli sıvıların kolay hareket ettiği son derece düşük kayma açısı veren dinamik itici yüzeyler elde etmişlerdir.  $3.6 \mu\text{L}$  n-hexane damlası ile kayma açısı (TA) değerini  $3^\circ$  gibi oldukça düşük bir değer bulmuşlardır.

Ge ve ark. (2014) tek adımda sprey kaplama ile transparan süper yağ ve su itici yüzey sentezi yapmışlardır. Çalışmaları için silika partikülleri ve tetraetilortosilikat (TEOS), heptadekaflorotrioksisilan (HDFTES) ile silika nano partikül/sol çözeltisi hazırlamış ve spray kaplama yöntemi ile cam yüzeye kaplama yapmışlardır. Çalışma sonucunda su/yağ temas açısı değeri  $150^\circ$ den büyük, kayma açısı  $10^\circ$ den küçük bulunmuştur. Şekil 2.5.'de görüldüğü gibi su için temas açısı  $165^\circ$ , hegzadekan için temas açısı  $156^\circ$  bulunmuştur. Kaplamaların ışık geçirgenlikleri %90'ın üzerinde olduğunu gözlemlemişlerdir. Su fişkırtma ve kum aşındırma ile mekanik testlerini yapmışlar ve 50 kpa kadar dayanıklılık tespit etmişleridir. Bu yöntemin sadece cam yüzeyler için değil aynı zamanda plastik, metal ve kumaş yüzeylerinde de uygulanabileceği öngörülmüştür.



Şekil 2.5. Yüzey gerilimine göre su ve heksadekan temas açısı değerleri

Park ve ark. (2013) 3,3,3-trifluoropropyltrimethoxysilane (FAS3) ve tetrametoksisilan (TMOS) içeren bir sol-jel karışımı hazırlamışlardır. Döndürerek kaplama yöntemi ile cam yüzeylere kaplamışlardır. Hekzadekan, dekan gibi sıvılara karşı dinamik itici yüzeyler elde etmişlerdir. Denge temas açısı değerleri düşük ancak 10°'den daha düşük kayma açıları veren dinamik itici yüzeyler elde etmişlerdir. Bu yüzeyleri yüzey pürüzlendirme ve uzun zincirli perfluoroalkylsilanes dayanmadan yapmışlardır. Böylece yüzey transparanlığını koruyarak kendi kendini temizleyen dinamik yüzeyler oluşturmuşlardır.

Brown ve ark. (2015) süperhidrofobik/süperoleofobik kaplamaları poli elektrot-florlu yüzeylerin silika nano partikülleri ile kompleks bileşiği ile pürüzlendirilmesiyle geliştirmişlerdir. Polidialkildimetilamonyum klorit (PDDA) polielektrod kompleksi, florlu yüzey katmanı yağ iticiliği sağlamıştır. Silika nano partiküllerin sağladığı pürüzlülük sayesinde heksadekan ile temas açısı 155° vermiştir. Kayma açısı 4°'den azdır. Hidrofilik olan kaplama, yağ-su ayırıcı özelliği uygulamıştır. Kaplamalar transparandır. Katman-katman teknolojisi ile yağ itici yüzey elde etmişlerdir.

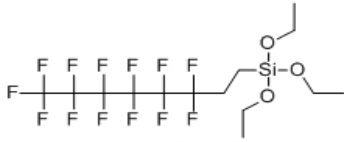
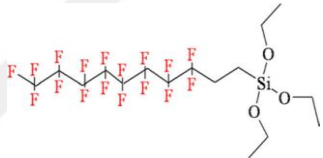
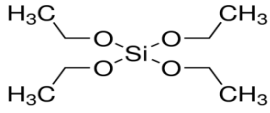
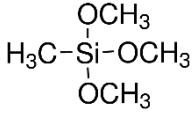
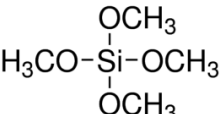
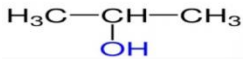


**BÖLÜM 3**  
**MATERYAL VE METOT**

**3.1. Materyal**

**3.1.1. Deneyleerde Kullanılan Malzemeler**

Çizelge 3.1. Deneyleerde kullanılan kimyasallar

Malzemenin Adı	Malzemenin İçeriği	Yapısal Formülü
1H,1H,2H,2H-perflorooktiltriethosisilane (FAS-tic)	$C_{14}H_{19}F_{13}O_3Si$ MA: 510.36 g/mol %95	
(Heptadekaflo-ro 1,1,2,2-Tetrahydrodesil) trimetoksisilan (FAS17-saf)	$C_{13}H_{13}F_{17}O_3Si$ MA: 568.30 g/mol	
Tetraetilortosilikat (TEOS)	$Si(OC_2H_5)_4$ MA: 208. 39 g/mol %99.99	
Trimetoksi(metil)silan (TMMS)	$CH_3Si(OCH_3)_3$ MA: 136. 22 g/mol %98	
Tetrametilortosilikat (TMOS)	$SiC_3H_{20}O_4$ MA: 152.25 g/mol %98	
İsopropil Alkol (IPA)	$C_3H_8O$ MA: 60.1 g/mol	
Hidroklorik Asit (HCl)	HCl MA: 36.46 g/mol	$H-Cl$
Hidrofo-bik Silika Nano Partikül HDK® H18	$SiO_2NP$	

Deneyisel çalışmalarda 2 çeşit florealil silan bileşiği kullanılmıştır. Evonik'ten tedarik edilen Ticari FAS daha kısa zincir uzunluğuna sahipken, Gelest'ten tedarik edilen saf-FAS daha uzun zincir uzunluğuna sahiptir. İki FAS bileşiğinin etkisi araştırılmıştır. Ayrıca dört çeşit alkoksisilan bileşikleri kullanılmış, bunların ayrı ayrı FAS bileşikleri ile etkisi araştırılmıştır. Çözücü olarak izopropil alkol, katalizör olarak hidroklorik asit kullanılmıştır. Sentetik, hidrofobik, amorf silika nano partiküller yüzey pürüzlendirme çalışmalarında kullanılmıştır.

### **3.1.2. Deneylerde kullanılan cihazlar**

#### **3.1.2.1. Manyetik Karıştırıcı ve Su Sirkülatörü**

Polimer kompozit çözeltiler "TOPS HSD 180" ısıtıcılı manyetik karıştırıcı (Şekil 3.1. (a)) ile hazırlanmıştır. Karıştırma hızı 800 rpm olarak ayarlanmıştır. Sıcaklık ısıtıcılı manyetik karıştırıcıya bağlı termo couple ile kontrol edilmiştir. "JSR -JSWB-22" su sirkülatörü (Şekil 3.1.(a)) geri soğutucuya bağlanmıştır. Geri soğutucu deney sistemine bağlarak sıcaklığa bağlı deneysel kayıpların önüne geçilmiştir.

#### **3.1.2.2. Etüv**

"JSR JSOF-150" (Şekil 3.1.(b)) markalı etüv hem kaplamadan önce temizlenen cam lamellerin kurululmasında hem de kaplama sonrası cam lamellerin kurutulmasında kullanılmıştır. Ayrıca silika nano partiküllerin nemini uçurmak için de etüv de kurutmaları yapılmıştır.

#### **3.1.2.3. UV-Ozon Temizleyici**

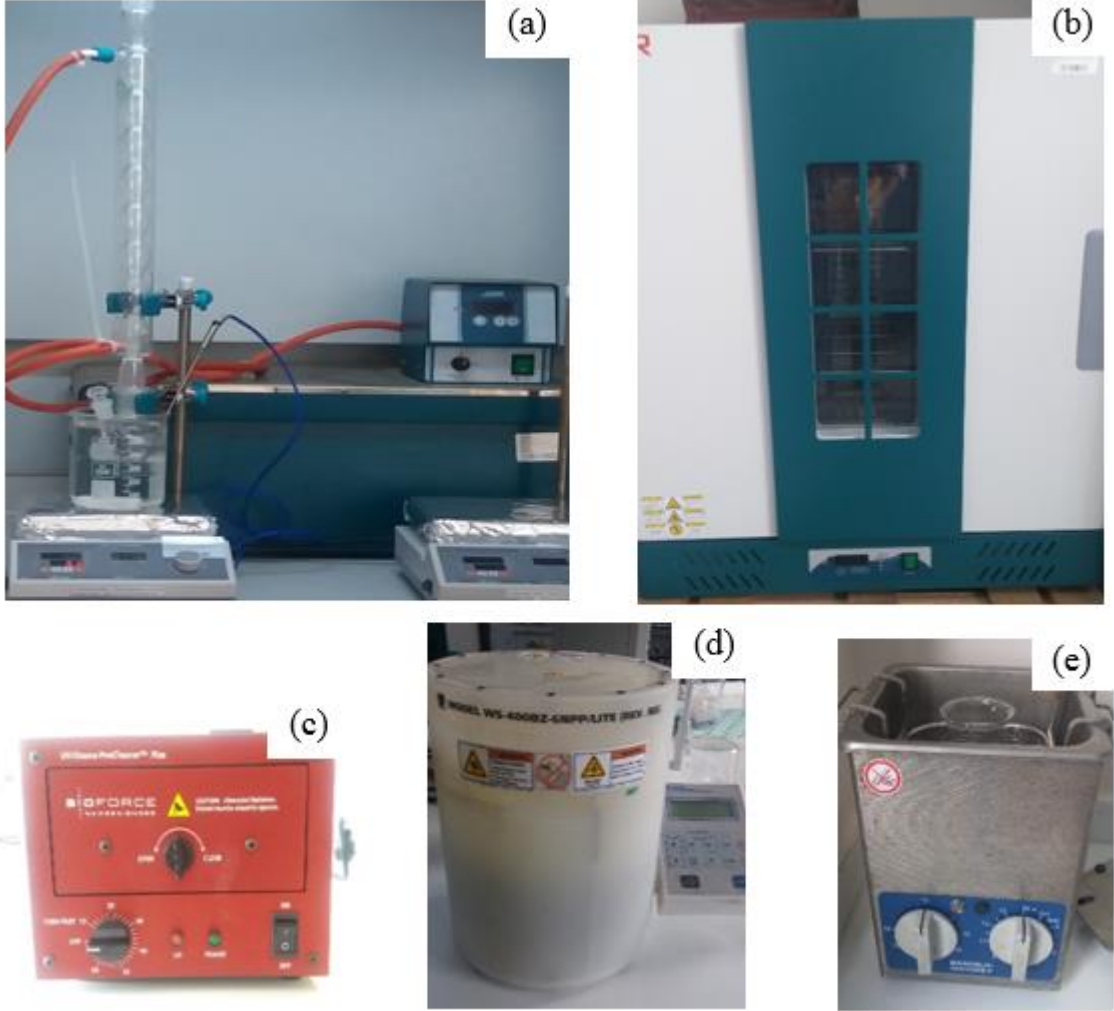
Cam lamel temizliğinin alkol temizliğinden sonraki aşaması "Bioforce Nanosciences" uv-ozon (Şekil 3.1.(c)) temizleyici ile yapılmıştır Cam lameller cihaz içerisine yerleştirilerek uv ışını ile kaplamadan önce temizlenmesi sağlanmıştır.

#### **3.1.2.4. Dönerek Kaplama Cihazı**

Kaplama tekniği olarak Laurell' s WS-400 series dönerek kaplama cihazı (Şekil 3.1.(d)) kullanılmıştır Temizlenen cam lamel yüzeylerine, yüzey alanlarına uygun oranlarda çözelti cam yüzeylere damlatılarak oda sıcaklığında kaplama uygulanmıştır. Kaplama hız ve süreleri pürüzsüz yüzeyler için 1000 rpm 5 sn+2000 rpm 10 sn şeklinde, silika nano partikül ilaveli çözeltiler ile yapılan pürüzlü yüzey kaplamaları için 2000 rpm 1 dk olarak ayarlanmıştır.

### 3.1.2.5. Ultrasonik Banyo

Kaplanmadan önce cam lamellerin alkol ile dezenfeksiyonu "Bandelin Sonorex" ultrasonik banyo (Şekil 3.1.(e)) içerisinde yapılmıştır. Ayrıca pürüzlü yüzeyleri hazırlamak için kullanılan hidrofobik silika nano partiküllerin polimer kompozit çözeltilere homojenize edilmesi de ultrasonik banyo ile sağlanmıştır.

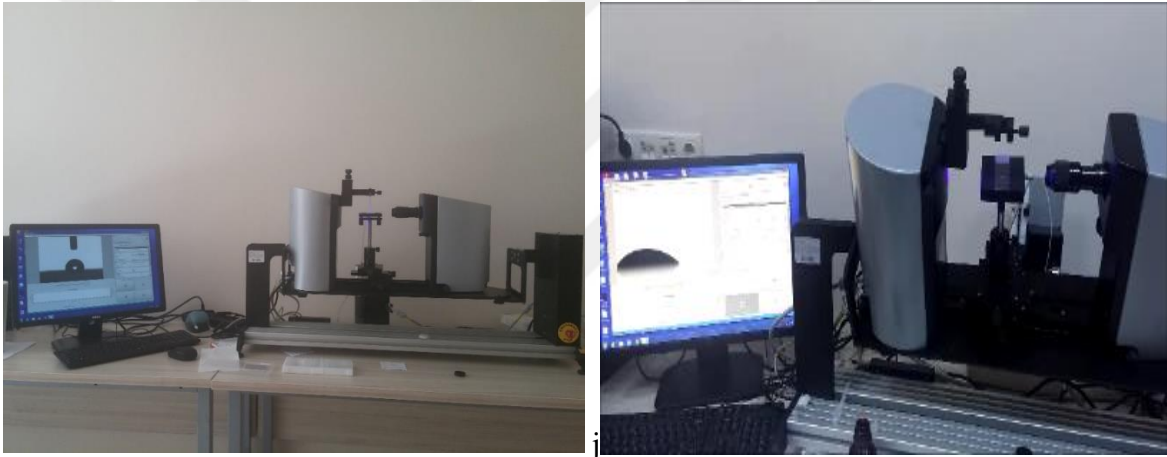


Şekil 3.1. Manyetik karıştırıcı ve su sirkülatörü (a), Etüv (b), UV-Ozon Temizleyici (c), Dönerek kaplama cihazı (d), Ultrasonik banyo (e)

### 3.1.2.6. Denge Temas ve Kayma Açısı Ölçme Cihazı

Yüzeyler üzerinde su ve yağ damlalarının denge temas açısı ve kayma açısı ölçümleri KSV-Attension Theta cihazı ve kayma açısı ölçme aparatı (Şekil 3.2.) kullanılarak yapılmıştır. Temas açısı ölçümlerinde görüntü kaydedilmesinde kullanılan sistem KSV-Attension Theta optik temas açısı ve yüzey gerilimi ölçüm sistemidir. Cihaz, LED (Light Emitted Diode) ışık kaynağı, ayarlanabilir numune standı, hızlı görüntü kaydedebilen firewire CCD kamera ve

kayma açısı ölçme aparatından oluşmaktadır. Sistemdeki LED ışık kaynağı, monokromatik olarak yaydığı ışınları doğrudan numuneye gönderir. Bu sayede arka beyaz fon üzerinde keskin görüntüler alınarak hassas ölçüm yapılır. Denge temas açısı ve kayma açısı ölçümleri için, yüzeyler üzerinde 5 µl hacminde Merck su ve diğer sıvı damlaları dispenser kontrollü bir hipodermik şırınga-iğne yoluyla oluşturulur. Ölçümler sırasında sıvı damlası ile iğnenin teması kesilir. Yüzey üzerinde damla oluşturulduktan sonra damlanın görüntüsü cihaz tarafından kaydedilir ve damlanın analizi yapılarak temas açısı ortalama değer olarak hesaplanır. Kayma açı ölçme aparatı ile cihaz 90°'ye kadar dönerek sıvı damlasının yüzey üzerinden kayıp kaymadığı, kaç derecede kaydığı gözlemlenir ve ölçümleri yapılır. Cihaz dönerken yüzeylerin düşmemesi için standın altından vakum verilerek yüzeyin sabit kalması sağlanır.



Şekil 3.2. Temas açı ölçme cihazı ve kayma açısı ölçme aparatı

### 3.2. Yöntem

Sol-gel yöntemi ile kompozit çözeltiler hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltiler temizlenmiş cam yüzeylere döndürerek kaplama yöntemi ile kaplanmıştır. Kaplanan yüzeyler etüvde kurutulmuş daha sonra da yüzey karakterizasyonları yapılmıştır.

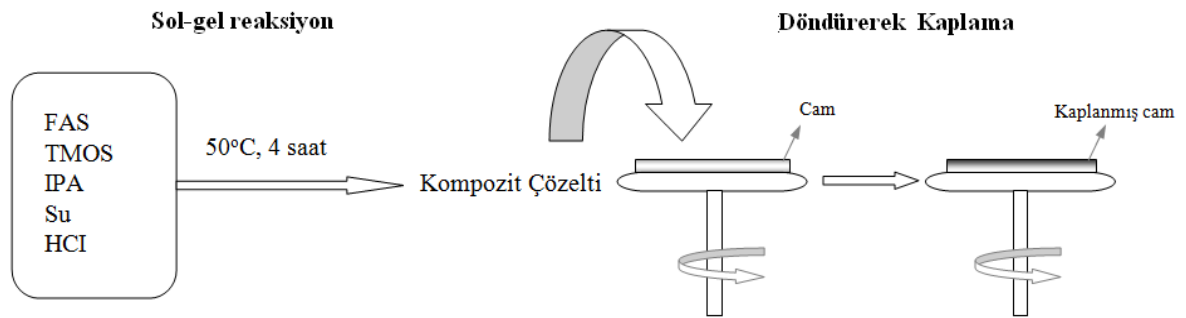
#### 3.2.1. Kompozit Çözeltilerin Hazırlanması

Deneysel çalışmalarda kullanılacak çözeltiler sol-gel yöntemi ile hazırlanmıştır. Sol-gel reaksiyonları 2 boyunlu balonlarda geri soğutucu altında gerçekleştirilmiştir. Reaksiyon ortamının sıcaklığını kontrol altında tutmak için, 2 boyunlu balonun yerleştirildiği su banyosuna temas eden manyetik karıştırıcıya bağlı termocouple ve direk balon içerisindeki reaksiyon ortamı ile temas halindeki cıvalı bir termometre kullanılmıştır.

Reaksiyonlarda çözücü ortamı olarak 2-propanol (IPA)-su kullanılmıştır. Bunlar arasındaki mol oranı; 2-propanol (IPA): su = 6,3: 1 şeklindedir. Sol-gel reaksiyonları asit ya da baz katalizöründe gerçekleşir. Bu çalışmada asit katalizör tercih edilmiş ve 0,01 M hidroklorik asit (HCl) kullanılmıştır. Reaksiyonların toplam mol oranı; FAS+Alkoksisilan (TMOS, TMMS, TEOS, APTES): IPA: Su: HCl = 1: 6,3: 1:  $1,8 \cdot 10^{-4}$  şeklindedir. Reaksiyon koşullarının belirlenmesi için süre ve sıcaklık optimizasyonları yapılmıştır.

Floroalkilsilan bileşikleri ile alkoksisilan bileşikleri arasında farklı oranlarda denemeler yapılmıştır. Bu oran, karışım içerisindeki silisyum ile karbonun kütlece oranlarıdır ve Si/C (Park, 2013) oranı olarak adlandırılmıştır. Si/C oranı 0,5 ile 3 arasında değiştirilerek su ve yağ damlaları denge temas ve kayma açıları incelenmiştir.

FAS-Alkoksisilan ile dinamik oleofobik yüzeyler elde etmek için öncelikle Si/C ayarı yapılmıştır. Si/C oranı arttıkça yüzeydeki flor atom oranında düşme olmaktadır. Si/C oranındaki Si, FAS ve organosilan bileşiklerinden gelen Si atomu sayısının ağırlıkça yüzdesini, C ise Si atomuna bağlı olmayan karbon atom sayısının (F veya H atomuna bağlı C sayısı, CF<sub>2</sub>, CF<sub>3</sub> ve CH<sub>2</sub> gibi) ağırlıkça yüzdesini temsil eder. Si/C oranı ayarı yüzeylerdeki F atom konsantrasyonunu kontrol için önemlidir.



Şekil 3.3. Kompozit çözelti hazırlama ve kaplama mekanizması

### 3.2.1.1. FAS-TMOS-TMMS Kompozit Çözeltilerinin Hazırlanması

Üç siloksanlı kompozit çözelti için aynı mol oranlarına sahip TMMS-TMOS ile FAS(Tic) bileşiğinin reaksiyonu kurulmuştur. Bu üç siloksanlı bileşik için Si/C oranı 3 olacak şekilde ayarlanmıştır. TMOS ve TMMS arasındaki mol oranları eşit ve farklı oranlarda ayarlanarak çözeltiler hazırlanmıştır.

### **3.2.1.2. Hidrofobik Silika Nano Partikül İlavesi ile Pürüzlü Yüzeylerin**

#### **Hazırlanması**

Yüzey nano pürüzlülüğü ile ilgili çalışmalarda öncelikle FAS(Tic)-TMMS Si/C=3, FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5, FAS(Tic) -TMOS Si/C=0,5, FAS(Tic) -TMOS Si/C=0,25 oranlarında 50°C-4 saate çözeltiler hazırlanmıştır. FAS ve TMOS' un toplam kütle değeri belirlenen farklı silika miktarlarına oranlanarak yüzde silika hesabı yapılmıştır. Hesaplanan miktarda hidrofobik silika nano partiküller tartılarak içerisindeki nemin uçması için 105°C' de 1 saat kurutulmuştur. Kurutulan silika nano partiküller çözeltilere ilave edilmiştir. Silikalı çözeltilere homojenize etmek için ultrasonik banyo içerisinde karıştırılmıştır. Silikalı çözeltiler daha önceden temizlenmiş cam yüzeylere döndürerek kaplama yöntemiyle 1 dk sürede 2000 rpm hızında kaplanmıştır ve 150° etüvde 1,5 saat kurumaları sağlanmıştır. Daha sonra da yüzey karakterizasyonları yapılmıştır.

#### **3.2.2. Cam Temizliği**

Kaplama yapılmadan önce cam lamellerin temizliği oldukça önemlidir. Kaplama yapılacak cam lameller önce içerisinde aseton bulunan beher içerisinde yerleştirilerek ultrasonik su banyosunda temizliği sağlanmıştır. Aseton içerisinde çıkarıldıktan sonra aynı şekilde isopropil alkol ile temizleme işlemi yapılmıştır. Bu temizleme işleminden sonra camlar kuruması için vakum etüvünde 60°C'de bekletilmiştir. Kaplamadan önce etüvden çıkarılan camların yüzeyinin tamamen temiz olması için azot gazından geçirilmiştir. Bu işleminden sonra temizliğin son aşaması olarak cam lameller uv-ozon temizleyici içerisinde 10-15 dakika bekletilmiştir. UV-Ozon temizliği sonrası camlar bekletilmeden kompozit çözelti ile kaplanmıştır.

#### **3.2.3. Kompozit Çözeltilerin Cam Yüzeylere Kaplanması**

Kaplama tekniği olarak dökerek kaplama yöntemi kullanılmıştır. Temizlenen cam lamel yüzeylerine, yüzey alanı ile orantılı miktarda kompozit çözelti damlatılarak oda sıcaklığında, kaplama yapılmıştır. Kaplama hız ve süreleri 1000 rpm 5 sn+2000 rpm 10 sn şeklinde kaplama yapılmıştır. Kaplanan camlar 150°C'de etüvde 1,5 saat kurutulmuştur. Daha sonra oda sıcaklığına soğutularak bu koşullarda saklanmıştır.

Hidrofobik silika nano partikül ile hazırlanan çözeltiler 2000 rpm 1 dakika şeklinde kaplanmıştır. Kaplanan camlar 150°C'de etüvde 1,5 saat kurutulmuştur. Daha sonra oda sıcaklığına soğutularak bu koşullarda saklanmıştır.

### **3.2.4. Karakterizasyonlar**

#### **3.2.4.1. Yüzey Karakterizasyonları**

Hazırlanan ince film yüzeylerin karakterizasyonları yapılmıştır. İlk olarak denge temas ve kayma açıları ölçülmüştür. Kaplanan yüzeylerin en iyi sonuç verenleri ile bazı silikalı yüzeyler için Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yüzey özellikleri incelenmiştir.

##### **3.2.4.1.1. Yüzey Temas Açısı Karakterizasyonları**

Denge temas ve kayma açıları KSV-Attention Temas açısı ölçme cihazı ve kayma açısı ölçme aparatı ile ölçülmüştür. Ölçüm için kullanılan sıvılar; su, hekzadekan, dekan, oktan, tetradekan, dodekan ve salata yağıdır.

##### **3.2.4.1.2. Atomik Güç Mikroskobu (AFM)**

Hazırlanan ince filmlerin yüzey morfolojisini incelemek ve pürüzlülük değerlerini elde etmek için Atomik Güç Mikroskobu ile yüzey görüntüleri alınmıştır.

##### **3.2.4.1.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)**

Hazırlanan yüzeylerin topografik görüntülerini elde etmek için Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılmıştır.

### **3.2.4.2. Mekanik Yapı Karakterizasyonları**

#### **3.2.4.2.1. Yüzeyle Kimyasal Testlerinin Uygulanması**

Kaplama yüzeylerinin asit ve baz çözeltileri ile etkileşimleri gerçekleştirilerek kaplamanın zarar görüp görmediği tespit edilmeye çalışılmıştır. Bunun için kütlece %2,5'lük sülfürik asit ( $H_2SO_4$ ) ve sodyum hidroksit (NaOH) çözeltileri hazırlanmıştır. Kaplama yapılan cam lameller bu çözeltiler içerisinde 15 dakika bekletilmiştir. Daha sonra yüzeyler saf su ile yavaşça yıkanmıştır. Yüzeyler kuruması için vakum etüvünde  $50^{\circ}C$ ' de bekletilmiştir. Temas ve kayma açısı değerleri ölçülerek asit ve baza maruz kalmamış yüzeylerin değerleri ile karşılaştırma yapılmıştır. Ayrıca Atomik Güç Mikroskobu (AFM) görüntüleri incelenerek kimyasal testlerin yüzey morfolojisine nasıl etki ettiği incelenerek yorumlanmıştır.

#### **3.2.4.2.2. TMCS Sonrası Yüzey Değişimi**

Klorometilsilan (TMCS) bileşiğinin yüzey üzerine etkisini araştırmak için izopropil alkol (IPA) ile hacimce %5 TMCS çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltiler 50 ml'lik beherlere koyulmuştur. Daha önceden hazırlanan FAS(Tic) -TMOS Si/C=2,5 ve FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 yüzeyleri beherlerin içerisine daldırılmıştır. 30 dakika TMCS-IPA çözeltisi içerisinde bekletilen yüzeyler alınarak etüvde 100°C'de 1 saat kurutulmuştur. Hazırlanan yüzeylerin denge ve kayma temas açısı ölçümleri yapılmıştır. Ayrıca hazırlanan bu yüzeyler üzerinde kimyasal testler de gerçekleştirilmiştir. Testlerin öncesi ve sonrası değerler karşılaştırılarak TMCS çözeltisinin yüzeye etkisi incelenmiştir.

#### **3.2.4.2.3. Çizme Testi**

Çizme testi, sertleşmiş organik kaplama filminin yüzey sertliğini, standard sertlikteki kurşun kalemler kullanılarak belirlemeye yarayan bir test yöntemidir. Kalem sertliği testlerinde, yumuşaktan serte doğru standard sertlikteki kalemler kullanılır: 6B, 5B, 4B, 3B, 2B, B, HB, F, H, 2H, 3H, 4H, 5H, 6H, 7H, 8H, 9H. Zımpara kağıdı kullanılarak ucu kare kesiti verecek biçimde şekillendirilen kalemlerle kaplı yüzey çizilir. Kurşun kalem yüzey üzerinde çizik oluşturmak için 45° açı yapacak şekilde sabit basınçla hareket ettirilir. Bir dizi testin akabinde görsel analiz ile hangi kalemin yüzeye zarar verdiği tespit edilir. Kaplama yüzeyinde kalıcı iz bırakan en yumuşak kalemde bir kademe yumuşak olan sertlik derecesi, filmin kalem sertliği olarak belirlenir.



## BÖLÜM 4

### ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

#### 4.1. Deneysel Optimizasyonlar

Sol-gel reaksiyonlarının deney şartlarını belirlenmiştir. Reaksiyon şartları için Si/C oranı ve reaksiyon süresi sabit tutularak farklı sıcaklıklarda, yine Si/C oranı ve reaksiyon sıcaklığı sabit tutularak farklı sürelerde FAS(Tic)-TMOS kaplamaları yapılmıştır.

#### 4.1.1. Sol-gel Reaksiyonlarında Süre ve Sıcaklık Optimizasyonu

##### 4.1.1.1. FAS(Tic)-TMOS Reaksiyon Süresi Ayarlanması

FAS(Tic)-TMOS reaksiyonları Si/C oranı 1 ve 2 olacak şekilde ayarlanarak 25°C sıcaklıkta farklı sürelerde tekrarlanarak optimum süre denemesi yapılmıştır. 4, 8, 24 ve 48 saat süren reaksiyonlar sonrası çözeltiler cam yüzeylere kaplanıp yüzeyleri su ve yağ denge temas açısı değerleri ölçülmüştür.

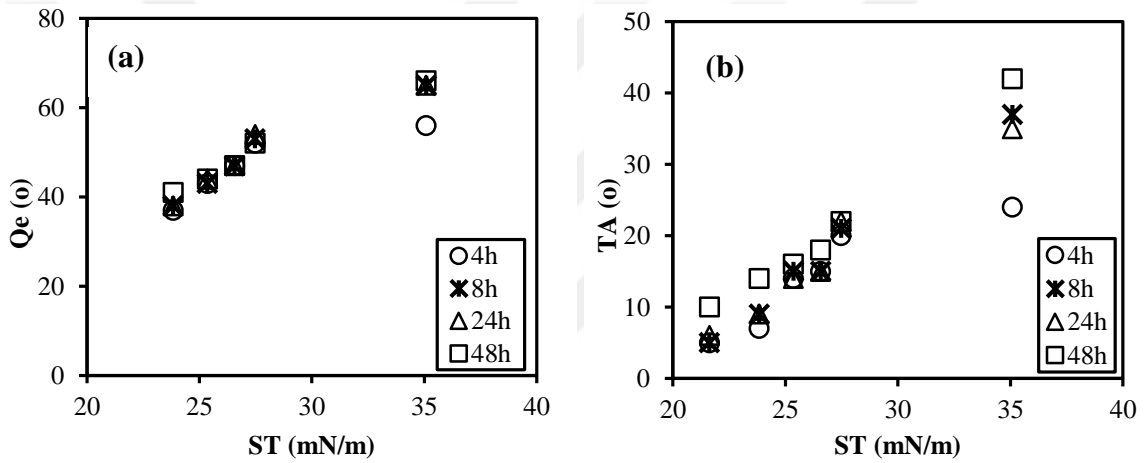
Sabit Si/C=1'de ve sabit oda sıcaklığında (25°C), farklı reaksiyon sürelerinde yapılan denemeler sonucunda sıvıların ölçülen denge temas açısı değerlerinde süre arttıkça değişim olmadığı Çizelge 4.1.'de görülmüştür. Şekil 4.1.(a)'da görüldüğü gibi sıvıların yüzey gerilimi arttıkça doğrusal olarak denge temas açısı değerleri de artmıştır. Bu veriler ışığında reaksiyon süresinin denge temas açısı üzerinde etki etmediğini söylemek mümkündür. Ölçüm yapılan sıvıların kayma temas açılarını incelediğimizde ise süre arttıkça kayma açısı değerlerinde artma gözlenmiştir (Çizelge 4.2.). Şekil 4.1.(b)'de görüldüğü gibi salata yağının kayma açısında reaksiyon süresi arttıkça artış görülmüştür.

Çizelge 4.1. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=1; 25°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Reaksiyon Süresi (saat)			
		4	8	24	48
Oktan	21,62	28	30	31	27
Dekan	23,83	37	38	38	41
Dodekan	25,35	43	43	44	44
Tetradekan	26,56	47	47	47	47
Hekzadekan	27,47	52	53	54	52
Salata Yağı	35,08	56	65	65	66
Su	71,97	102	104	106	104

Çizelge 4.2. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=1; 25°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Reaksiyon Süresi (saat)			
		4	8	24	48
Oktan	21,62	5	5	6	10
Dekan	23,83	7	9	9	14
Dodekan	25,35	14	15	14	16
Tetradekan	26,56	15	15	15	18
Hekzadekan	27,47	20	21	22	22
Salata Yağı	35,08	24	37	35	42



Şekil 4.1. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sürelerinde denge temas (a) ve kayma (b) açısı değerleri değişimi (Si/C=1; 25°C)

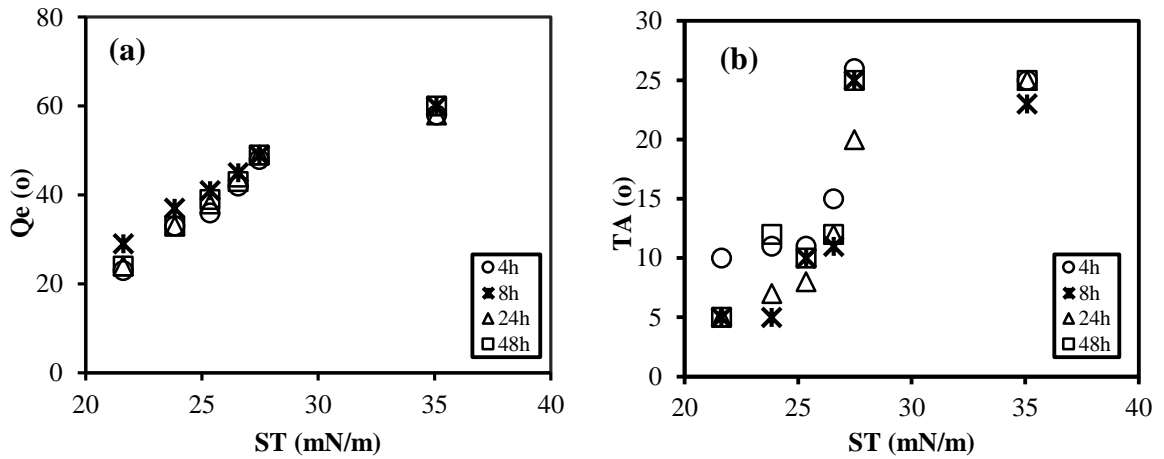
Si/C oranı 2 ve sabit sıcaklıkta yapılan reaksiyon süresi denemelerinde Çizelge 4.3.'de belirtildiği gibi denge temas açısı değerlerinde süre artışı ile sadece 1-2 derecelik farklılıklar olduğu gözlenmiştir. Bu veri ile reaksiyon süresinin denge temas açısı değerini değiştirmede sonucunu bir kez daha ispatlamıştır. Sıvıların yüzey gerilimi arttıkça denge temas açılarının da orantılı olarak arttığı Şekil 4.2.(a)'da görülmektedir. Çizelge 4.4.'te de görüldüğü gibi özellikle yüzey gerilim değeri en düşük olan Oktan'ın kayma açısı 4 saatlik reaksiyon sonucunda 10° iken diğer saatlerde 5° ölçülmüştür. Diğer sıvıların ise kayma açıları ise sıcaklık değişimi ile önce azalış sonra artış göstermiştir (Şekil 4.2.(b)).

Çizelge 4.3. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=2; 25°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Reaksiyon Süresi (saat)			
		4	8	24	48
Oktan	21,62	23	29	24	24
Dekan	23,83	33	37	33	33
Dodekan	25,35	36	41	38	39
Tetradekan	26,56	42	45	44	43
Hekzadekan	27,47	48	49	49	49
Salata Yağı	35,08	58	60	58	60
Su	71,97	100	102	100	100

Çizelge 4.4. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=2; 25°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Reaksiyon Süresi (saat)			
		4	8	24	48
Oktan	21,62	10	5	5	5
Dekan	23,83	11	5	7	12
Dodekan	25,35	11	10	8	10
Tetradekan	26,56	15	11	12	12
Hekzadekan	27,47	26	25	20	25
Salata Yağı	35,08	25	23	25	25



Şekil 4.2. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sürelerinde denge temas (a) ve kayma (b) açısı değişimi (Si/C=1; 25°C)

Bu verilerden çıkan sonuca göre reaksiyonların 4 veya 8 saat olarak hazırlanmasının daha uygun olduğu belirlenmiştir. Sürenin daha kısa tutulması zamandan ve enerjiden tasarruf sağlar ayrıca endüstriyel açıdan da önemlidir.

#### **4.1.1.2. FAS-TMOS Reaksiyon Sıcaklığının Ayarlanması**

FAS-TMOS reaksiyonları Si/C oranı 1 ve 2 olacak şekilde ayarlanarak, sabit 4 saat reaksiyon süresinde 25, 50 ve 75°C sıcaklıklarda tekrarlanarak optimum sıcaklık denemesi yapılmıştır. Farklı sıcaklıklardaki reaksiyonlar sonrası çözeltiler cam yüzeylere kaplanıp yüzeyleri su ve organik sıvılar ile denge ve kayma temas açısı değerleri ölçülmüştür.

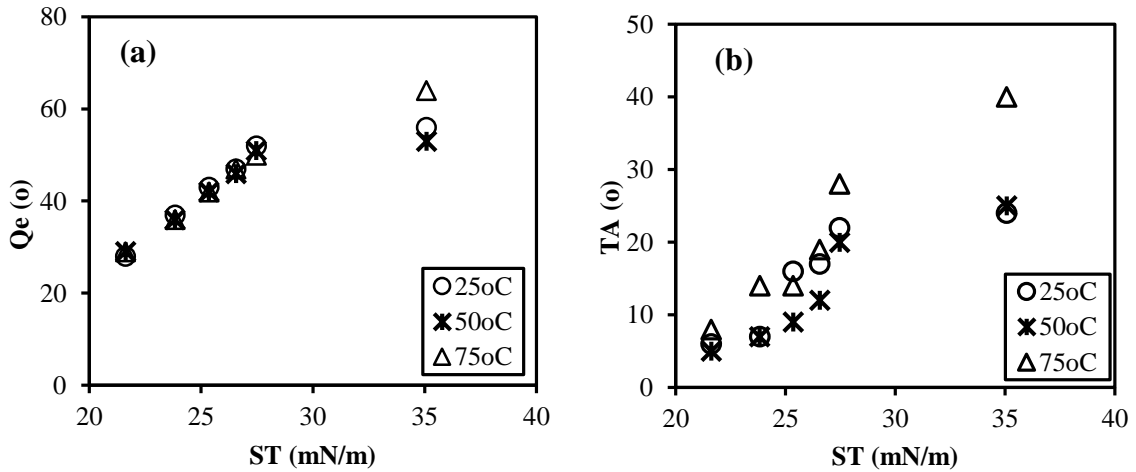
Sabit Si/C oranı (Si/C=1) ve reaksiyon süresinde (4 saat) farklı sıcaklıklarda yapılan reaksiyonlar sonucunda denge temas açısı değerlerinde her üç sıcaklıkta da çok büyük bir farklılık görülmemiştir (Çizelge 4.5.). Her üç sıcaklık değerinde de sıvı yüzey gerilimi değeri (ST, mN/m) arttıkça, denge temas açısı değerlerinin doğrusal olarak arttığı Şekil 4.3.(a)'da görülmüştür. Kayma açısı değerleri karşılaştırıldığı zaman FAS(Tic)-TMOS yüzeylerinde su sıvısının herhangi bir kayma açısı değeri vermediği ve yüzeye yapıştığı görülmüştür. Bununla birlikte, yağ sıvıları kayma açısı değerleri, artan yüzey gerilimine bağlı olarak farklı sıcaklıklarda 5°'den 40°'ye kadar üstel bir şekilde arttığı görülmüştür (Çizelge 4.6., Şekil 4.3.(b)). Şekil 4.3.(b) incelendiği zaman, artan yüzey gerilimi değeri ile en düşük kayma açısı değerlerini 50°C reaksiyon şartında yakalandığı görülmüştür. Diğer yandan, 75°C'de yapılan kompozit çözeltilerin kaplanması sonucu elde edilen filmlerin kayma açısı değerleri, 25 ve 50°C'ye göre ciddi farklılıklar olduğu gözlenmiştir. Hem yüksek sıcaklığın ilave maliyeti hem de yüksek kayma açısı değeri bu sıcaklığın denemelerde kullanılmayacağını göstermiştir. Diğer yandan, 25°C ve 50°C'de yapılan kompozit çözeltilerin kaplanması sonucu elde edilen filmlerin yağ damlaları (5 µm) kayma açısı değerlerinin çok farklı olmadığı (Şekil 4.3.(b)), özellikle dekan ve oktan sıvılarında eşit olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.5. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=1; 4 saat)

Sıvı	ST(mN/m)	Sıcaklık (°C)		
		25	50	75
Oktan	21,62	28	29	29
Dekan	23,83	37	36	36
Dodekan	25,35	43	42	42
Tetradekan	26,56	47	46	47
Hekzadekan	27,47	52	51	50
Salata Yağı	35,08	56	53	64
Su	71,97	102	102	104

Çizelge 4.6. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=1; 4 saat)

Sıvı	ST(mN/m)	Sıcaklık (°C)		
		25	50	75
Oktan	21,62	6	5	8
Dekan	23,83	7	7	14
Dodekan	25,35	16	9	14
Tetradekan	26,56	17	12	19
Hekzadekan	27,47	22	20	28
Salata Yağı	35,08	24	25	40



Şekil 4.3. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sıcaklıklarında denge temas (a) ve kayma (b) açısı değişimi (Si/C=1; 4 saat)

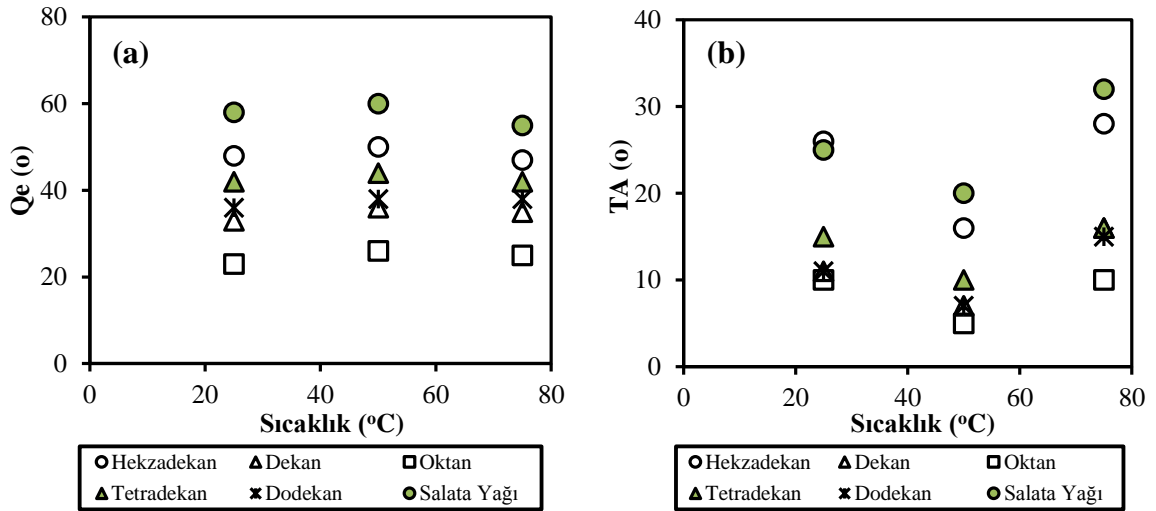
Si/C=2 için sıcaklık denemeleri reaksiyon süresi 4 saat tutularak sıcaklık denemeleri yapılmıştır. 25 ve 50°C’de yapılan kompozit çözeltilerin kaplanması sonucu elde edilen filmlerin yağ damlaları kayma açısı farkı da 50°C lehine artmıştır ve en düşük kayma açısı değerleri 50°C reaksiyon şartında yakalandığı görülmektedir (Şekil 4.4.(b)). Bu sebeple reaksiyon sıcaklığı olarak 50°C seçilmiştir. Diğer yandan sıcaklığın denge temas açısı üzerinde çok bir etkisi olmadığı görülmektedir (Şekil 4.4.(a)).

Çizelge 4.7. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=2; 4 saat)

Sıvı	ST(mN/m)	Sıcaklık (°C)		
		25	50	75
Oktan	21,62	23	26	25
Dekan	23,83	33	36	35
Dodekan	25,35	36	38	38
Tetradekan	26,56	42	44	42
Hekzadekan	27,47	48	50	47
Salata Yağı	35,08	58	50	55
Su	71,97	100	101	102

Çizelge 4.8. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=2; 4 saat)

Sıvı	ST(mN/m)	Sıcaklık (°C)		
		25	50	75
Oktan	21,62	10	4	10
Dekan	23,83	11	7	16
Dodekan	25,35	11	7	15
Tetradekan	26,56	15	10	16
Hekzadekan	27,47	26	15	28
Salata Yağı	35,08	25	21	32

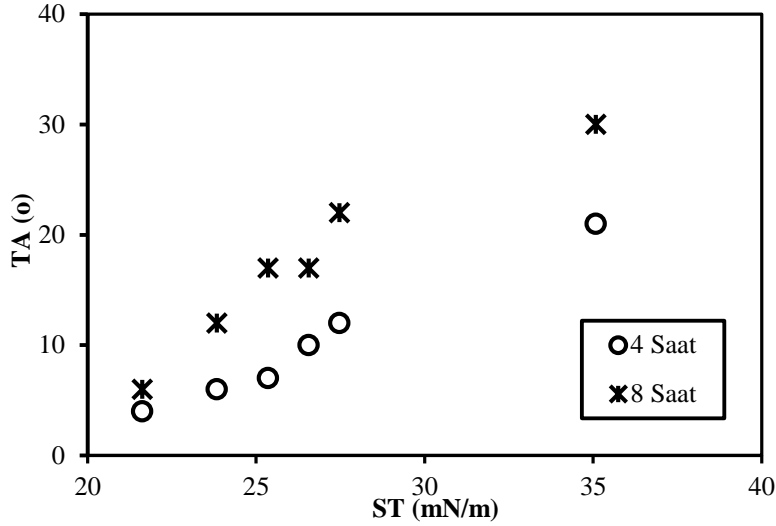


Şekil 4.4. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı sıvıların denge temas (a) ve kayma (b) açısı değerleri değişimi (Si/C=2; 4 saat)

En düşük kayma açısını 50°C'de elde edilmesinden dolayı reaksiyon sıcaklığı seçilmiştir. Reaksiyon süresi hakkında net karar vermek için Si/C=2-50°C denemesi aynı şartlarda 4 ve 8 saat için tekrarlanmıştır. Çizelge 4.9.'da görüldüğü gibi 50°C sıcaklıkta 8 saatte hazırlanan çözeltiden elde edilen ince film kayma temas açısı değerleri, 50°C sıcaklıkta 4 saatte hazırlanan çözeltiden elde edilene göre daha yüksek çıkmıştır. Ayrıca 4 saatte hazırlanan çözeltiden elde edilen filmlerin yüzey gerilimine bağlı kayma açısı değişimi daha doğrusal çıkmaktadır (Şekil 4.5.). Bu sonuçlar, tüm denemeler için çözelti hazırlama sıcaklığının 50°C ve çözelti süresinin 4 saat olarak seçilmesi gerektiğini göstermiştir.

Çizelge 4.9. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin 4 ve 8 saat reaksiyon sürelerine bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=2; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	(50°C-4saat)	(50°C-8saat)
Oktan	21,62	4	6
Dekan	23,83	6	12
Dodekan	25,35	7	17
Tetradekan	26,56	10	17
Hekzadekan	27,47	15	22
Salata Yağı	35,08	21	30



Şekil 4.5. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı değişen reaksiyon sürelerinde denge kayma açısı değerleri değişimi (Si/C=2; 50°C)

Burada sürenin artması veya sıcaklığın artması ile yüzeylerdeki kayma açısı değerleri değişiminin yüzey homojenliğinin bozulmasından kaynaklı olduğu düşünülmektedir. Çünkü sıcaklık ve süre kondensasyon hızını artırır ve dolayısıyla daha yüksek zincir uzunluğuna sahip yapılar oluşur ve bu da kaplama sonrası yüzeyde aglomerasyon ile pürüzlülüğe neden olmuştur. Pürüzlülük ise sıvının takılması ile kaymayı engellemiştir.

#### 4.1.2. FAS(Tic)-TMMS Reaksiyonu Süre ve Sıcaklığın Yüzeye Etkisi

FAS(Tic)-TMMS Sol-gel reaksiyonunda Si/C oranı 3 olacak şekilde ayarlanarak 50°C sıcaklıkta 4, 24 ve 48 saat süren reaksiyonlar sonrası çözeltiler cam yüzeylere kaplanıp farklı sürelerin yüzey özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. Hazırlanan bütün yüzeylerin su ve organik sıvılar ile denge (Çizelge 4.10.) ve kayma (Çizelge 4.11.) temas açısı değerleri ölçülmüştür. Şekil 4.6.'da görüldüğü gibi 4 saatlik reaksiyon sonrası kaplanan yüzeylerin denge ve kayma temas açıları en düşük olduğu görülmektedir.

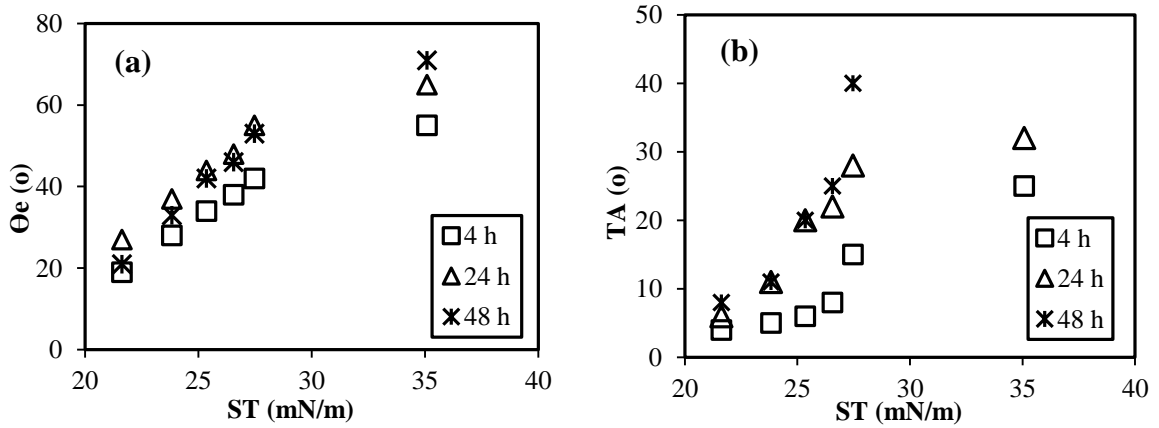


Çizelge 4.10. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=3; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Reaksiyon Süresi (saat)		
		4	24	48
Oktan	21,62	19	27	21
Dekan	23,83	28	37	33
Dodekan	25,35	34	44	42
Tetradekan	26,56	38	48	46
Hekzadekan	27,47	42	55	53
Salata Yağı	35,08	55	65	71
Su	71,97	97	102	104

Çizelge 4.11. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sürelerine bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=3; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Reaksiyon Süresi (saat)		
		4	24	48
Oktan	21,62	4	6	8
Dekan	23,83	5	11	11
Dodekan	25,35	6	20	20
Tetradekan	26,56	8	22	25
Hekzadekan	27,47	15	28	40
Salata Yağı	35,08	25	32	-
Su	71,97	30	-	-



Şekil 4.6. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sürelerinde denge temas (a) ve kayma (b) açısı değişimi (Si/C=3; 50°C)

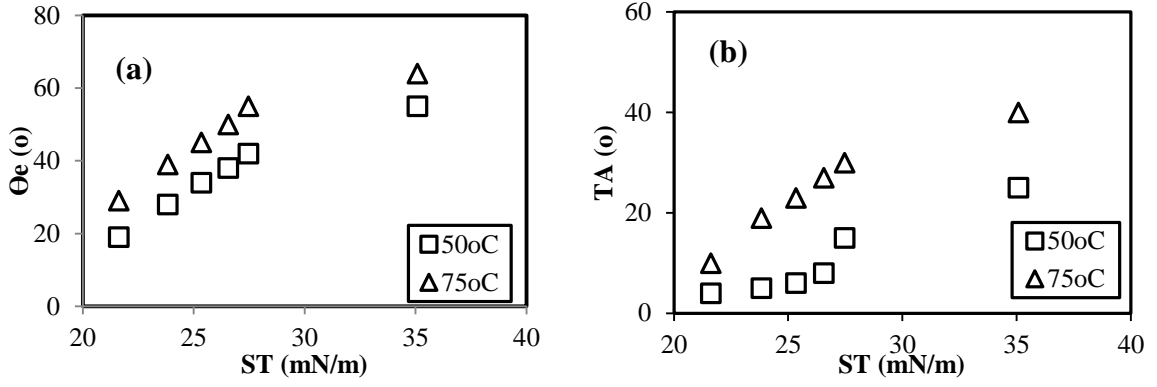
Yüzeye sıcaklığın etkisini incelemek için ise 4 saat süre sabit tutularak 50 ve 75°C'de reaksiyonlar kurulmuştur. Çizelge 4.12. ve 4.13.'te ve Şekil 4.7.'de görüldüğü gibi hem denge temas açısı değerlerine hem de kayma açısı değerlerine bakıldığında 75°C'deki değerlerin 50°C'den daha yüksektir. Bunun sebebi sıcaklık değerindeki artış yüzeyde pürüzlülük yaratmış olmasıdır.

Çizelge 4.12. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı denge temas açısı değerleri (Si/C=3; 4 saat)

Sıvı	ST(mN/m)	Sıcaklık (°C)	
		50	75
Oktan	21,62	19	29
Dekan	23,83	28	39
Dodekan	25,35	34	45
Tetradekan	26,56	38	50
Hekzadekan	27,47	42	55
Salata Yağı	35,08	55	64
Su	71,97	97	103

Çizelge 4.13. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin değişen reaksiyon sıcaklıklarına bağlı kayma temas açısı değerleri (Si/C=3; 4 saat)

Sıvı	ST(mN/m)	Sıcaklık (°C)	
		50	75
Oktan	21,62	4	10
Dekan	23,83	5	19
Dodekan	25,35	6	23
Tetradekan	26,56	8	27
Hekzadekan	27,47	15	30
Salata Yağı	35,08	25	40
Su	71,97	30	-



Şekil 4.7. FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinin yüzey gerilimine bağlı farklı reaksiyon sıcaklıklarında denge temas (a) ve kayma (b) açısı değişimi (Si/C=3; 50°C)

#### 4.1.3. Si/C Oranı Optimizasyonu

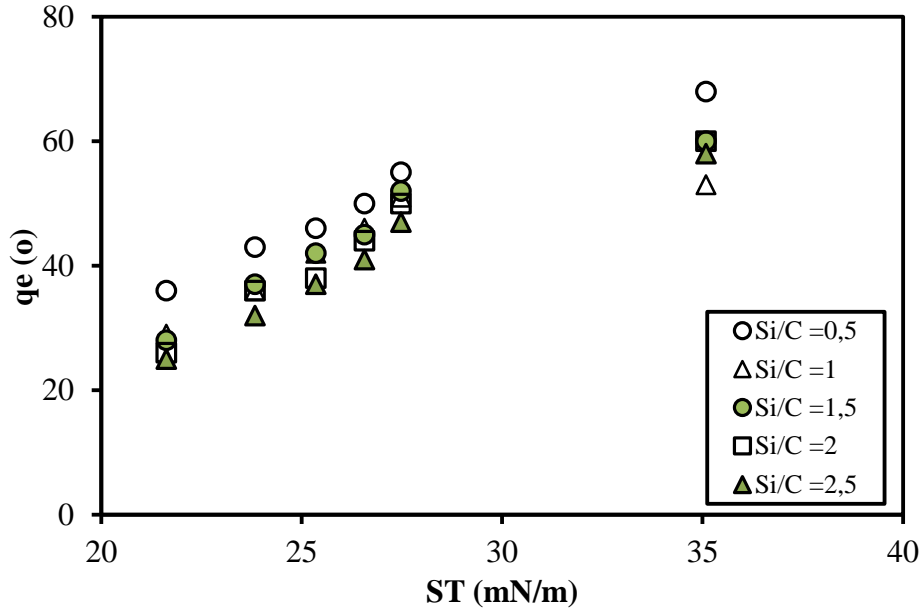
##### 4.1.3.1. Farklı Si/C Oranlarında Hazırlanan FAS(Tic)-TMOS Kompozit Film

##### Yüzey Özellikleri

Fas(Tic)-TMOS çözeltileri Si/C= 0,5 ile 3 arası değiştirilerek denge ve kayma açısı değerleri incelenmiştir. Reaksiyonların süresi 4 saat ve sıcaklığı ise 50°C'dir. Kaplamalarının denge temas açısı değerlerinin değişimi Çizelge 4.14.'te verilmiştir. Si/C oranı değişiminin denge temas açısı üzerine etkisi incelendiği zaman, Si/C oranı arttıkça, yapıdaki FAS miktarı dolayısıyla Flor miktarı oranı azaldığı için denge temas açısı değerlerinde düşme görülmektedir (Şekil 4.8.).

Çizelge 4.14. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS yüzeylerin su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Si/C Oranı				
		0,5	1	2	2,5	3
Oktan	21,62	36	29	26	25	24
Dekan	23,83	43	36	36	32	30
Dodekan	25,35	46	42	38	37	39
Tetradekan	26,56	50	46	44	41	42
Hekzadekan	27,47	55	51	50	47	48
Ayçiçek yağı	35,08	68	53	60	58	55
Su	71,97	106	102	101	101	100

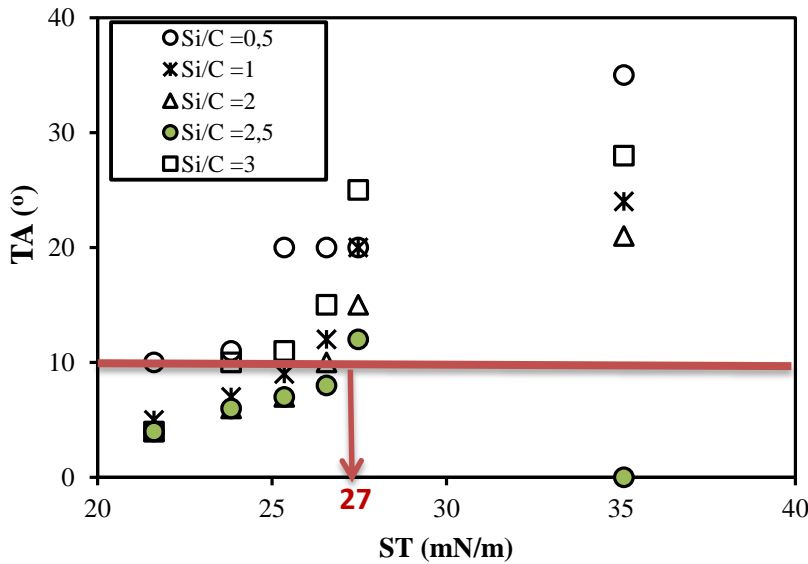


Şekil 4.8. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS yüzeylerin yüzey gerilimine bağlı denge temas açısı değişimi (4 saat; 50°C)

Kayma açısı değerleri için Çizelge 4.15.'e baktığımızda Si/C=1 ile 2 kıyaslandığında Si/C=2 oranında kayma açısı değerleri daha düşükken, Si/C=3 oranında artmaktadır. Bu sebeple Si/C oranı 2 ile 3 arası en iyi sonucu verdiği düşünülmektedir. Kayma temas açısı değerleri incelendiği zaman, en düşük kayma temas açısı değerinin Si/C=2,5 değerinde yakalandığı görülmektedir. Kayma açı değerlerinin yüzey gerilimine göre değişimi Şekil 4.9.'da görülmektedir. Şekildeki kırmızı çizgi kayma açı değeri 10°'yi göstermektedir. Bu değer ulaşmayı hedeflediğimiz noktadır. Şekilde de görüldüğü gibi, Si/C=2,5 değerinde oktan, dekan, dodekan ve tetradekan sıvıları 10° altı kayma açısı değerleri verirken, hekzadekan sıvısı (27 mN/m) bu çizginin 2° üzerindedir. Sonuç olarak tüm Si/C oranı denemeleri sonrası Si/C=2,5 oranında en iyi sonuçların alındığı görülmektedir.

Çizelge 4.15. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS yüzeylerin su ve organik sıvılar ile kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Si/C Oranı				
		0,5	1	2	2,5	3,0
Oktan	21,62	10	5	4	4	4
Dekan	23,83	11	7	6	6	10
Dodekan	25,35	20	9	7	7	11
Tetradekan	26,56	20	12	10	8	15
Hekzadekan	27,47	20	20	15	12	25
Ayçiçek yağı	35,08	35	24	21	20	28



Şekil 4.9. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS yüzeylerin yüzey gerilimine bağlı kayma temas açısı değişimi (4 saat; 50°C)

#### 4.1.3.2. Farklı Si/C Oranlarında Ticari ve Saf 'FAS-TMOS' Kompozit Film Yüzey Karşılaştırılması

Fas(Saf)-TMOS çözeltileri için de Si/C oranı 0,5 ile 3 arası değiştirilerek denge ve kayma açısı değerleri incelenmiştir. Kaplamalarının denge temas açısı değerlerinin değişimi Çizelge 4.16.'da, kayma açısı değerleri Çizelge 4.17.'de verilmiştir. Si/C oranı değişiminin denge temas açısı üzerine etkisi incelendiği zaman, Si/C oranı arttıkça, yapıdaki FAS miktarı dolayısıyla Flor miktarı oranı azaldığı için denge temas açısı değerlerinde de düşme

görülmektedir. Çizelge 4.17’de görüldüğü gibi kayma açısı değerleri hepsi 10°nin üzerindedir.

Çizelge 4.16. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Saf)-TMOS yüzeylerin organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

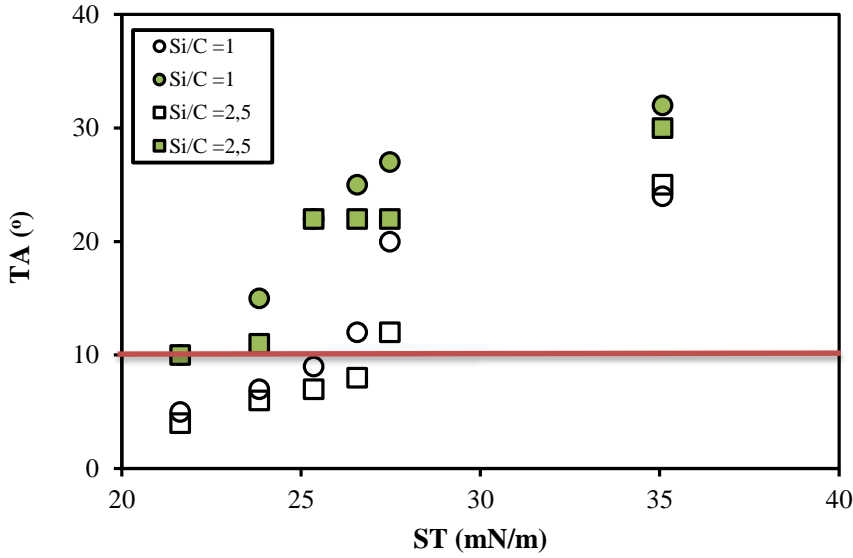
Sıvı	ST (mN/m)	Si/C Oranı			
		0,5	1	2	2,5
Oktan	21,62	56	57	54	53
Dekan	23,83	43	42	38	40
Dodekan	25,35	35	33	33	34
Tetradekan	26,56	52	52	50	49
Hekzadekan	27,47	47	47	45	46
Ayçiçek yağı	35,08	67	66	67	67

Çizelge 4.17. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Saf)-TMOS yüzeylerin organik sıvılar ile kayma açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Si/C Oranı			
		0,5	1	2	2,5
Oktan	21,62	20	27	23	22
Dekan	23,83	12	15	11	11
Dodekan	25,35	11	10	11	10
Tetradekan	26,56	18	25	17	22
Hekzadekan	27,47	18	22	18	22
Ayçiçek yağı	35,08	32	32	35	30

FAS(Saf)-TMOS yüzeylerin hem denge temas açısı değerleri hem de kayma temas açısı değerlerinin FAS(Tic) ile yapılan kaplamalara göre daha yüksek çıktığı görülmüştür. Cam yüzeydeki Flor atom miktarının, aynı Si/C oranı olsa da FAS yapıları farklıdır. Çünkü ticari ve saf FAS kaplamaların denge temas açısı değerlerinde 15-25° arasındaki fark ancak Flor atomu farkından kaynaklanabilir. Diğer yandan, kimyasal farklılıklar yüzeydeki aglomerasyona dolayısıyla pürüzlülüğe neden olacaktır. Şekil 4.10.’da Ticari ve Saf FAS ile

yapılan Si/C=1 ve 2,5 oranlarındaki denemelerin kayma açısı değerlerinin yüzey gerilimine karşı karşılaştırılması görülmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi, 10° sınırı olan kırmızı çizginin altında Ticari FAS denemeleri görülürken, sadece 1 örnekte (oktan) kırmızı çizgi üzerinde Saf FAS değerleri görülmektedir. Bu değerlere bakıldığında Ticari FAS ile yapılan reaksiyonlar daha olumlu sonuçlar vermektedir.



Şekil 4.10. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (içi boş semboller) ile FAS(Saf)-TMOS (içi dolu semboller) yüzeylerin yüzey gerilimine bağlı kayma açısı değerleri karşılaştırılması (4 saat; 50°C)

#### 4.1.3.3. Farklı Si/C Oranlarında FAS(Tic)-TMMS Kompozit Film Yüzey

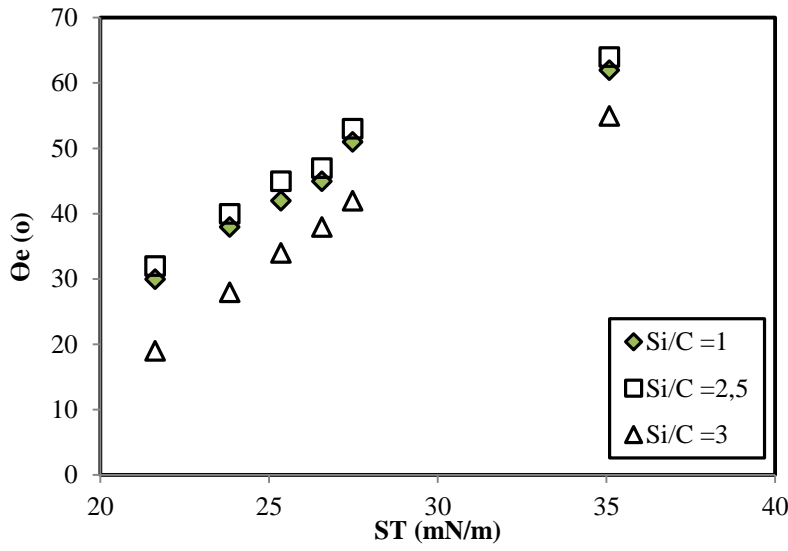
##### Özellikleri

FAS(Tic)-TMMS için Si/C=1, 2,5 ve 3 oranlarında ve 4 saat-50°C koşullarında hazırlanan çözeltiler ile yapılan kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge ve kayma temas açısı sonuçlarına bakılmıştır.

Denge temas açısı sonuçlarına baktığımızda Si/C=1 ve 2,5 arasında fazla fark olmamakla beraber Si/C=3 değerinde denge temas açısı diğerlerine göre düşmüştür (Çizelge 4.18.). Bunun nedeni Si/C oranı arttıkça çözeltideki FAS miktarında azalma olmasıdır. FAS miktarı azalında çözelti içerisindeki flor atom miktarı da azalmaktadır. Flor atomu iticiliği güçlendiren bir yapıya sahip olduğu için flor miktarı azaltıkça yüzeyin iticilik özellikleri azalmakta yani temas açısı değerlerinde düşme gözlenmektedir (Şekil 4.11.).

Çizelge 4.18. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMMS yüzeylerin su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Si/C=1	Si/C=2,5	Si/C=3
Oktan	21,62	30	32	19
Dekan	23,83	38	40	28
Dodekan	25,35	42	45	34
Tetradekan	26,56	45	47	38
Hekzadekan	27,47	51	53	42
Salata Yağı	35,08	62	64	55
Su	71,97	103	107	97



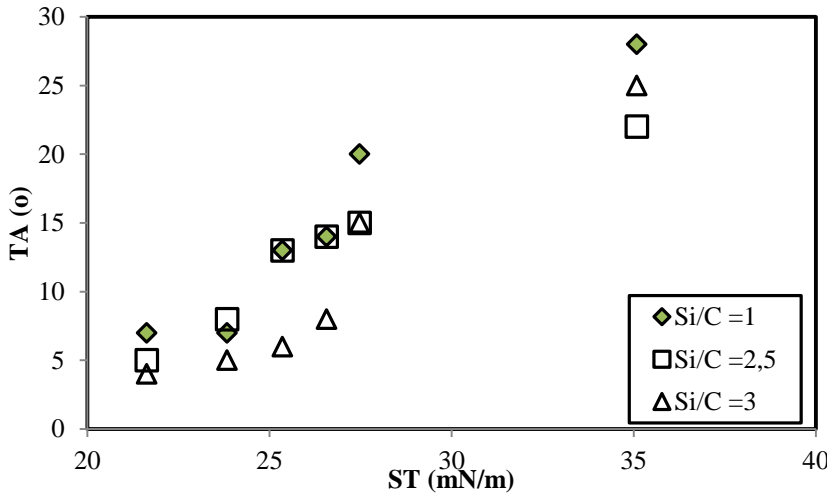
Şekil 4.11. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMMS kaplamalarının yüzey gerilimine bağlı denge temas açısı değişimi (4 saat; 50°C)

Şekil 4.12.'de görüldüğü gibi kayma açı değerlerine baktığımızda Si/C=1 ve 2.5 oranında sadece oktan ve dekan sıvıları ile 10° altı kayma açısı verirken Si/C=3 oranında oktan, dekan, dodekan ve tetradekan sıvıları 10° altı kayma açısı değerleri vermiştir. Ayrıca Çizelge 4.19'a baktığımızda su için kayma açısı değeri Si/C=2,5'da 40° iken Si/C=3'te 30°'ye düştüğü görülmüştür.



Çizelge 4.19. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMMS yüzeylerin su ve organik sıvılar ile kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Si/C=1	Si/C=2,5	Si/C=3
Oktan	21,62	7	5	4
Dekan	23,83	7	8	5
Dodekan	25,35	13	13	6
Tetradekan	26,56	14	14	8
Hekzadekan	27,47	20	15	15
Salata Yağı	35,08	28	22	25
Su	71,97	-	40	30



Şekil 4.12. Farklı Si/C oranlarında hazırlanan FAS(Tic)-TMMS kaplamalarının yüzey gerilimine bağlı kayma temas açısı değişimi (4 saat; 50°C)

#### 4.2. FAS(Tic)-Alkoksisilan Kompozit Film Yüzeylerinin Karşılaştırması

Fas(Tic)-Alkoksisilan reaksiyonlarında FAS(Tic)-TMOS, TMMS, TEOS, APTES gibi farklı alkoksisilanlar kullanılarak 50°C sıcaklık, 4 saat süre ve Si/C=2,5 oranında denemeler yapılmıştır. Çizelge 4.20 ve 4.21’te sırasıyla tüm FAS(Tic)-Alkoksisilan kaplamaların denge ve kayma açısı değerleri görülmektedir.

Fas(Tic)-TEOS kaplamaların su sıvısı ile bir kayma açısı değeri vermemiştir ve yağ kayma açısı değerleri de yüksek çıkmıştır. Yüzeyler incelendiğinde nano pürüzlülük değerlerinin farklı oldukları görülmektedir. Sıvı damlaları bu nano pürüzlülüklere takıldıkları için yüzeyden akarak uzaklaşması güçleşmektedir. Aynı şartlarda TMMS ile yapılan denemelerde elde edilen Fas(Tic)-TMMS kaplamalarda ilk defa su sıvısı ile 40° gibi yüksek bir değerde olsa kayma açısı veren yüzeyler bu denemelerde sentezlenmiştir. Diğer

yandan APTES ile yapılan Fas(Tic)-APTES yüzeylerin kayma açısı değerleri oldukça yüksek olmakla beraber, su yanında salata yağı ile de kayma açısı değeri vermemiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde yüzeyde dalgalı morfolojiye sahip bir pürüzlülükler olduğu görülmektedir. Bu pürüzlülük salata yağının yüzeye tamamen takılmasına ve diğer yağlarında yüksek kayma açısı vermesine neden olmuştur.

Kayma açısı sonuçları bize, Fas(Tic)-TMOS ve Fas(Tic)-TMMS yüzeylerin kayma açısı değerlerinin diğerlerine göre daha düşük olduğunu ve bu iki kaplama üzerinde durulması gerektiğini göstermiştir. Fas(Tic)-TMMS yüzeyi kayma temas açısı değerlerinin Fas(Tic)-TMOS a göre bir kaç derece yüksek olmasına karşılık, su sıvısı ile kayma açısı değeri vermesi önemli bir noktadır.

Çizelge 4.20. FAS(Tic)-Alkoksisilan (Si/C=2,5) yüzeylerin denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	FAS(Tic)- TMOS	FAS(Tic)- TEOS	FAS(Tic)- TMMS	FAS(Tic)- APTES
Oktan	21,62	25	42	32	25
Dekan	23,83	32	50	40	33
Dodekan	25,35	37	50	45	38
Tetradekan	26,56	41	57	47	44
Hekzadekan	27,47	47	60	53	50
Salata Yağı	35,08	58	70	64	52
Su	71,97	101	112	107	98

Çizelge 4.21. FAS(Tic)-Alkoksisilan (Si/C=2,5) yüzeylerin kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	FAS(Tic)- TMOS	FAS(Tic)- TEOS	FAS(Tic)- TMMS	FAS(Tic)- APTES
Oktan	21,62	4	28	5	28
Dekan	23,83	6	30	8	30
Dodekan	25,35	7	40	13	22
Tetradekan	26,56	8	42	14	23
Hekzadekan	27,47	12	50	15	35
Salata Yağı	35,08	25	60	22	-
Su	71,97	-	-	40	-

### 4.3. FAS(Tic)-TMMS-TMOS Kompozit Film Yüzey Özellikleri

TMMS ve TMOS' un mol oranları aynı tutularak hazırlanan FAS(Tic)-TMMS-TMOS Si/C=3 (4 saat-50°C) çözeltisi ile yapılan kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge temas açısı sonuçları Çizelge 4.22.'de verilmiştir. Sıvıların yüzey gerilimi ile denge temas açısı değerleri arasında doğru orantılı bir artış olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.22. FAS(Tic)-TMMS-TMOS (Si/C=3) yüzeylerin denge temas açıları değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Si/C=3
Oktan	21,62	30
Dekan	23,83	41
Dodekan	25,35	45
Tetradekan	26,56	50
Hekzadekan	27,47	55
Salata Yağı	35,08	58
Su	71,97	102

Çizelge 4.23.'de görüldüğü gibi kayma temas açısı değerleri FAS-TMOS ve FAS-TMMS karışımlarına göre daha yüksek çıkmıştır.

Çizelge 4.23. FAS(Tic)-TMMS-TMOS (Si/C=3) yüzeylerin denge temas açıları değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	Si/C=3
Oktan	21,62	12
Dekan	23,83	15
Dodekan	25,35	15
Tetradekan	26,56	18
Hekzadekan	27,47	20
Salata Yağı	35,08	20

#### 4.4. Hidrofobik Silika Nano Partikül İleveli Yüzeyler

Yüzey nano pürüzlülüğünün yüzey özelliklerine etkisini incelemek için farklı Si/C oranlarında hazırlanan kompozit çözeltilere hidrofobik silika nano partiküller homojenize edilerek kaplama yapılmıştır. Artan silika miktarlarına göre denge ve kayma temas açısı değişimleri arasında karşılaştırmalar yapılmıştır.

##### 4.4.1. FAS(Tic)-TMMS (Si/C= 3) Kompozit Çözeltilere Hidrofobik Silika Nano Partikül İlavesi

Silika yüzdelerine göre yüzeylerin denge ve kayma temas açıları değişimleri aşağıdaki Çizelge 4.24. ve şekil 4.13.(a)'da gösterilmiştir. Su ve yüzey gerilimi 35 mN/m olan salata yağı dışındaki sıvıların yüzeyde artan silika miktarına bağlı olarak denge temas açısı değerleri düşmüştür. Bir sıvının denge temas açısı değeri 65° ve altı bir değer veriyor ise, artan pürüzlülük ile sıvı yüzeye daha çok yayılır, tam tersi eğer sıvı damlası pürüzsüz yüzeylerde 65° ve üstü denge temas açısı veriyorsa bu durumda temas açısı değeri pürüzlülük ile artış gösterir. Salata yağı denge temas açısı değeri 65° sınırına çok yakın olduğundan bu kural doğrultusunda denge temas açısı değerinde artma gözlenmiştir. Diğer yandan su temas açısı değerleri hızlıca artarak en yüksek pürüzlülük değerinde, 170° üzeri (sıvı damlası yüzeyde durmuyor) denge temas açısı değeri vererek süperhidrofobik yüzeyler elde edilmiştir. İlâveten salata yağı ile denge temas açısı değeri, %15 silika içeren yüzeylerde 90° üzerine çıkmıştır ve yüzeyler oleofobik karakter göstermiştir.

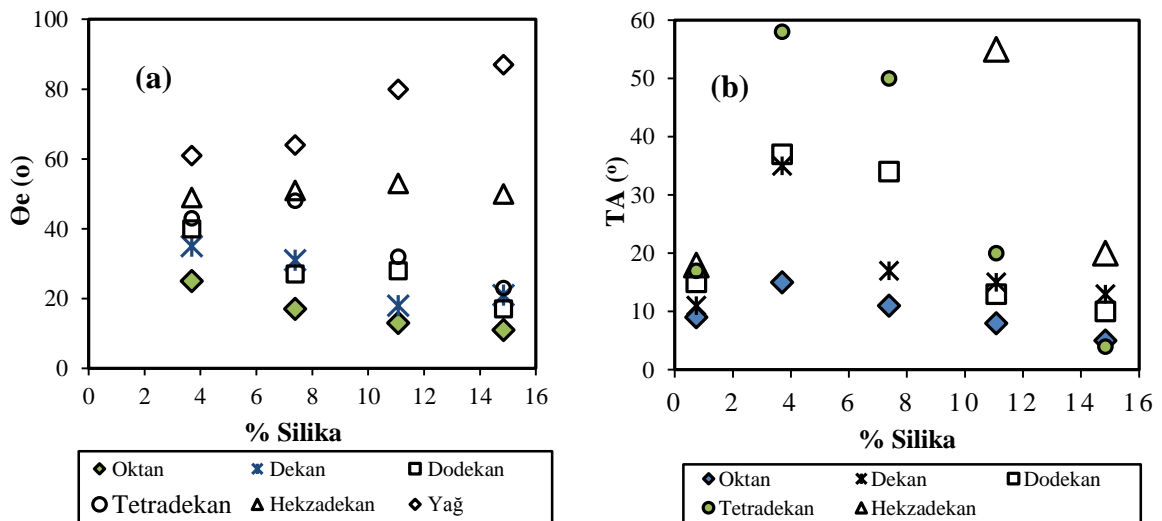
Çizelge 4.24. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	% Silika Miktarı				
		0,75	3	7,5	11	15
Oktan	21,62	25	17	13	11	9
Dekan	23,83	35	31	18	21	13
Dodekan	25,35	40	27	28	17	10
Tetradekan	26,56	43	48	32	23	5
Hekzadekan	27,47	49	51	53	50	26
Salata Yağı	35,08	61	64	80	87	92
Su	71,97	101	108	130	141	> 160

Yüzeylerin kayma temas açısı değerleri incelendiği zaman Şekil 4.13.(b)'de görüldüğü gibi oktan, dekan, dodekan, tetradekan sıvılarının kayma açısı değerleri önce artmış sonra tekrar azalma göstermiştir. Hekzadekan kayma açısı %3 ve 7.5 silikalı yüzeyde kayma göstermezken daha yüksek oranda silikalı yüzeylerde tekrar kayma açısı vermiştir. Yağ açısı ise %3'ten daha yüksek silikalı yüzeylerde kaymamıştır. Su hiç bir yüzeyde kaymamıştır. %15 silika içeren yüzeylerde hekzadekan haricinde sıvılarla düşük kayma açısı değerleri (5-12° arası) ölçülmüştür (Çizelge 4.25.). Yüzeyin salata yağı ile kayma açısı vermemesine karşılık, aynı pürüzlülük değerinde (%15) süperhidrofobik karakter taşımasından dolayı su ile 5° altı kayma açısına sahiptir.

Çizelge 4.25. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) kaplamaların su ve organik sıvılar ile kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	% Silika Miktarı				
		0,75	3	7,5	11	15
Oktan	21,62	9	15	11	8	5
Dekan	23,83	11	35	17	15	13
Dodekan	25,35	15	37	34	13	10
Tetradekan	26,56	17	58	50	20	4
Hekzadekan	27,47	18	-	-	55	20
Salata Yağı	35,08	32	28	-	-	-
Su	71,97	-	-	-	-	-



Şekil 4.13. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) kaplamaların farklı silika miktarlarına bağlı su ve organik sıvılar ile denge (a) ve kayma (b) temas açısı değerleri değişimi (4 saat; 50°C)

#### 4.4.2. FAS-TMOS (Si/C= 2,5) Kompozit Çözeltilere Hidrofobik Silika Nano

##### Partikül İlavesi

FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5 çözeltisine silika nano partikül ilavesiyle pürüzlendirme işlemi yapılmıştır. Bu yüzeylere ilave edilen silikaların yüzdeleri %0,75, 3, 7,5 11, 15 şeklinde artmaktadır. Çizelge 4.26. ve Şekil 4.14.(a)'da görüldüğü gibi yüzey gerilimi 30 mN/m altı olan sıvıların denge temas açısı değerleri azalırken, salata yağı ve su sıvılarının denge temas açısı değerleri artmıştır. %15 silika ilave yüzeylerde su ile 150° üzeri temas açısı değerleri ölçülmüştür. Bu durum bu yüzeylerimizin süperhidrofobik olduğunu gösterir. Ayrıca salata yağı ile denge temas açısı %15 silikalıda 90° üzerine çıkmıştır. Böylece ile oleofobik yüzey elde edilmiştir.

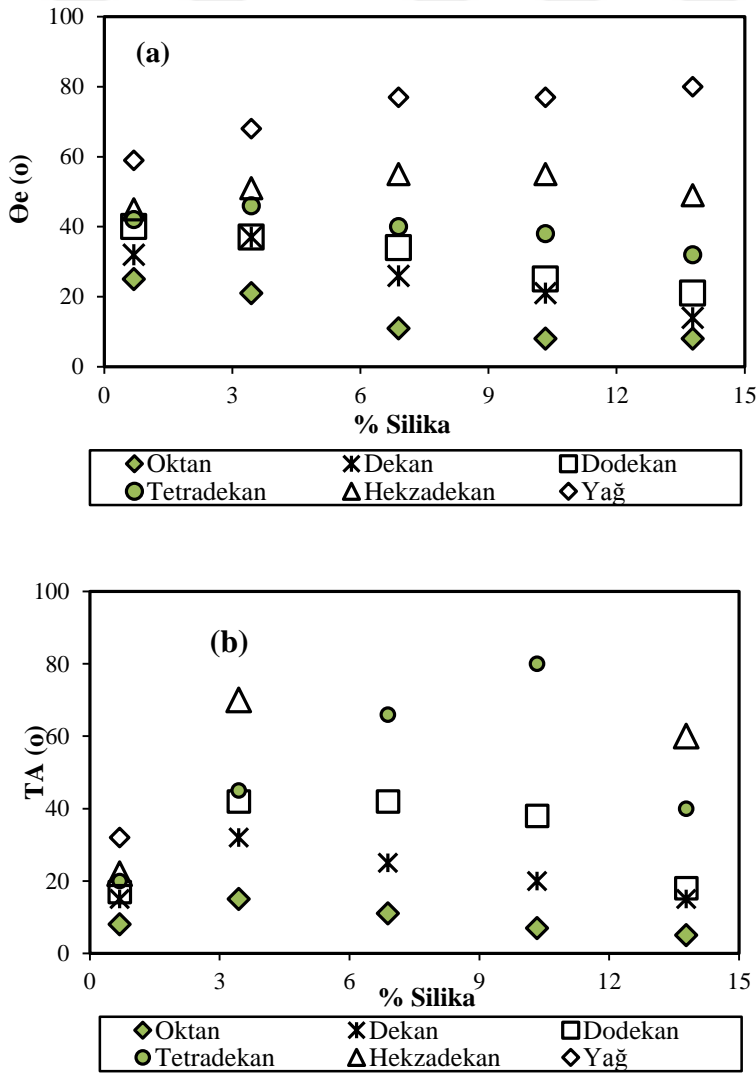
Çizelge 4.26. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	% Silika Miktarı				
		0,75	3	7,5	11	15
Oktan	21,62	25	21	11	8	8
Dekan	23,83	32	37	26	21	14
Dodekan	25,35	40	37	34	25	21
Tetradekan	26,56	42	46	40	38	32
Hekzadekan	27,47	45	51	55	55	49
Salata Yağı	35,08	59	68	77	77	80
Su	71,97	99	103	116	142	> 160

Çizelge 4.27.'de silika ilavesinin kayma açısı değerlerine etkisi görülmektedir. Oktan, dekan, dodekan, tetradekan gibi 30 mN/m'de daha düşük yüzey gerilimine sahip sıvılar ile kayma açısı değerleri silika miktarı arttıkça önce artış sonra azalma göstermiştir (Şekil 4.14. (b)). Bu durumun nedeni yüzeyde silikalar öncelikle dağınık dağılım gösterir. Ancak silika miktarı arttıkça partiküllerin aralarındaki boşluklar kapanmaya başlar. Bu boşlukların dolduğu yapıda damlanın takılmadan yüzey üzerinden yeniden kaymasını sağlar. Salata yağı sadece %0,75 ve 3 oranında silika ilaveli yüzeylerde 30° civarı kayma açısı göstermiş diğerlerinde kaymamıştır. Bunun sebebi salata yağının diğer organik sıvılardan daha yüksek yüzey gerilimine sahip olmasıdır. Su ise %15 ilaveli yüzey zaten süperhidrofobik olduğundan bu yüzeylerde damla durmamaktadır. Diğer yüzeylerde su ile kayma açısı gözlenmemiştir.

Çizelge 4.27. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamaların su ve organik sıvılar ile kayma temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	% Silika Miktarı				
		0,75	3	7,5	11	15
Oktan	21,62	8	15	11	7	5
Dekan	23,83	15	32	25	20	15
Dodekan	25,35	17	42	42	38	18
Tetradekan	26,56	20	45	66	80	40
Hekzadekan	27,47	22	70	-	-	60
Salata Yağı	35,08	32	-	-	-	-
Su	71,97	-	-	-	-	-



Şekil 4.14. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamaların farklı silika miktarlarına bağlı su ve organik sıvılar ile denge (a) ve kayma (b) temas açısı değerleri değişimi (4 saat; 50°C)

#### 4.4.3. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,5) Kompozit Çözeltilere Hidrofobik Silika

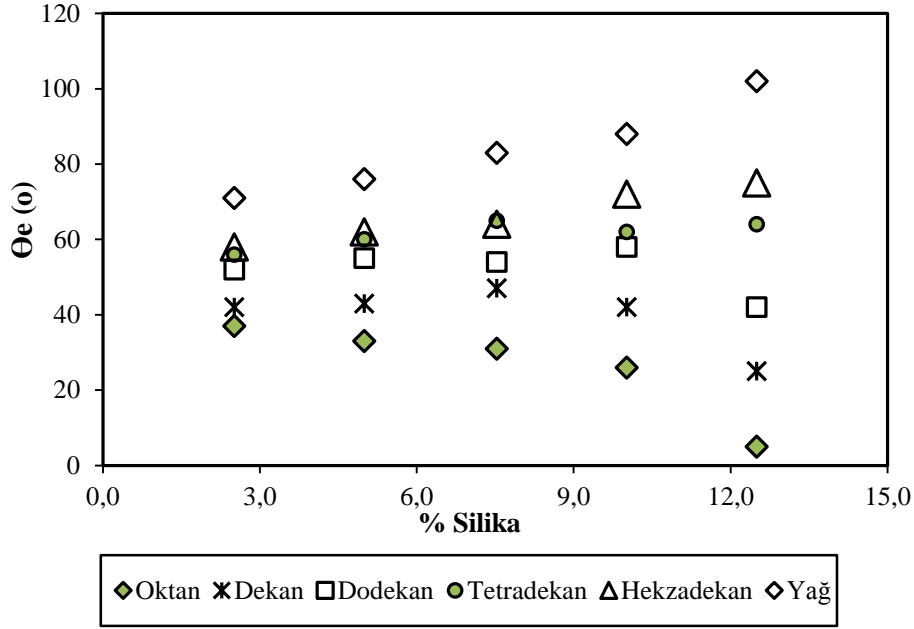
##### Nano Partikül İlavesi

Yüzeyin sıvı iticiliğini arttırmak için yüzey pürüzlendirmeye ek olarak iticiliği sağlayan en önemli etken olan flor oranını arttırmak gerekmektedir. Flor oranını arttırmak demek çözelti içerisindeki FAS(Tic) miktarını arttırmak anlamına gelir. Bu veriden yola çıkarak FAS(Tic)-TMOS için Si/C 0,5 oranında hazırlanan çözeltiye başlangıç silika miktarını daha da arttırarak %2,5 ile 15 arasında silika miktarları ilave edilmiştir. Çizelge 4.28. ve Şekil 4.15.'da denge temas açısı ölçüm sonuçlarına baktığımızda oktan için değerler 37°'den 5°'ye kadar düşmüştür. Dekan denge temas açısı ise önce silika miktarıyla fazla değişiklik göstermemiş %15 silikalı yüzeyde ise 5°'ye kadar düşmüştür. Dodekan, tetradekan ve hegzadekan da önce artma sonra yeniden azalma gözlenmiştir. Ancak bu sıvıların oktan ve dekana göre yüzey gerilimleri yüksek olduğu için açılarında çok büyük yükseliş ve düşüşler söz konusu değildir. Salata yağı ile denge temas açısı 71°'den 115°'ye kadar silika miktarı ile doğru orantılı olarak artış göstermiştir. %10 silika ilaveli yüzeylerde 100°'nin üzerine çıktığı için bunlar oleofobik yüzey olarak tanımlanabilir. Su ile denge temas açıları da salata yağında olduğu gibi silika miktarıyla doğru orantılı olarak artmaktadır. %12,5 ve 15 silikalı yüzeyler ise 150° üzeri denge temas açısı verdiği için süperhidrofobik özellik kazanmışlardır. Bu yüzeylerin hem flor miktarı hem de pürüzlülükleri yüksek olduğu için sıvıların hiç biri ile kayma temas açısı ölçülememiştir.

Çizelge 4.28. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,5) kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	% Silika Miktarı					
		2,5	5	7,5	10	12,5	15
Oktan	21,62	37	33	31	26	5	5
Dekan	23,83	42	43	47	42	25	5
Dodekan	25,35	52	55	54	58	42	35
Tetradekan	26,56	56	60	65	62	64	50
Hekzadekan	27,47	58	62	64	72	75	63
Salata Yağı	35,08	71	76	83	88	102	115
Su	71,97	102	114	132	137	150	> 160





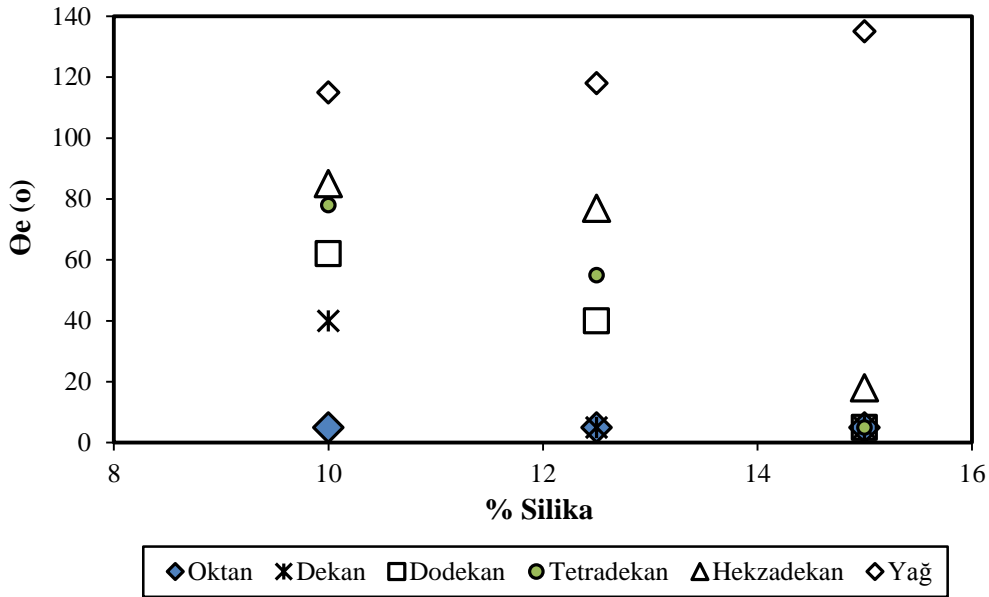
Şekil 4.15. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,5) kaplamaların farklı silika miktarlarına bağlı su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri değişimi (4 saat; 50°C)

#### 4.4.4. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,25) Kompozit Çözeltilere Hidrofobik Silika Nano Partikül İlavesi

Özellikle salata yağı ile denge temas açısını arttırmak için flor oranı biraz daha artırılmış ve Si/C oranı 0,25 olan yüzey hazırlanmıştır. Bu yüzeyleri hazırlamak için ilave edilen silika miktarları %10, 12,5 ve 15'tir. Şekil 4.16.'da görüldüğü gibi salata yağı dışındaki diğer organik sıvıların silika miktarı arttıkça denge temas açısı değerlerinin gittikçe düştüğü hatta yüzeye tamamen yayıldıkları gözlenmiştir. Çizelge 4.29.'da salata yağı ile ise gittikçe artan denge temas açıları değerleri ölçüldüğü görülmektedir. %15 silikalı yüzeyde değer 135°'ye kadar çıkmaktadır. Bu silika ilavesi ile hazırlanan bütün yüzeyler süperhidrofobik özellik taşımaktadır.

Çizelge 4.29. Farklı silika miktarları ile hazırlanan FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,25) kaplamaların su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri (4 saat; 50°C)

Sıvı	ST (mN/m)	% Silika Miktarı			
		0	10	12,5	15
Oktan	21,62	44	5	5	5
Dekan	23,83	50	40	5	5
Dodekan	25,35	57	62	40	5
Tetradekan	26,56	60	78	55	5
Hekzadekan	27,47	64	85	77	18
Salata Yağı	35,08	75	115	118	135
Su	71,97	110	> 160	> 160	> 160



Şekil 4.16. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=0,25) kaplamaların farklı silica miktarlarına bağlı su ve organik sıvılar ile denge temas açısı değerleri değişimi (4 saat; 50°C)

#### 4.5. Kimyasal Testler

Kimyasal testlerde amaç kaplamaların asidik ve bazik ortamdaki dayanıklılığıdır. Bu amaçla kaplanan lameller ağırlıkça %2,5 derişiminde H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaOH içerisine daldırılıp bekletilmiş ve lamellerin denge temas açısı ve kayma açıları değişimleri bulunmuştur.

#### 4.5.1. FAS(Tic)-Alkoksisilan Kompozit Filmlere Asit Muamelesi

Çizelge 4.30. ve 4.31.'de sırasıyla FAS(Tic)-TMOS, FAS(Tic)-TEOS, FAS(Tic)-TMMS, FAS(Tic)-APTES kaplamaların, Si/C= 2,5 oranındaki H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile muamele sonrası yüzeylerde meydana gelen denge temas açısı ve kayma temas açısı değerlerindeki değişim görülmektedir. Denge temas açısı sonuçlarında negatif bir değişim görülmektedir. Bunun sebebinin asit ile muamele sonrası denge temas açısı değerlerinin azalmasından kaynaklıdır. Diğer yandan bir kaç istisna dışında kayma açıları genelde bir yükselme ve dolayısıyla pozitif değişim mevcuttur. Asit muamelesi sonrası yüzeyde meydana gelen pürüzlülük düşük temas açısı değerlerini daha da düşürmüştür. Pürüzlülük artışı kayma açısı değerini artırır hatta hiç kaymama ya neden olabilir. Artan pürüzlülük ile sıvı damlalarının yüzeye takılarak kaymayı engellemektedir. Pratik olarak pürüzlülüğün artışı kendi kendini temizleme özelliğini artırması için ancak sıvının pürüzsüz yüzey denge temas açısı değerinin 65° ve üzerinden olması gerekmektedir. Burada olduğu gibi sıvıların pürüzsüz yüzey denge temas açısı değerleri düşükse artan pürüzlülük temas açısı değerini düşürür.

Çizelge 4.30. FAS(Tic)-TMOS, FAS(Tic)-TEOS, FAS(Tic)-TMMS, FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) kaplamalarının H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> muamelesi sonrası denge temas açısı değerindeki değişim

Sıvı	ST (mN/m)	Fas(Tic)- TMOS	Fas(Tic)- TEOS	Fas(Tic)- TMMS	Fas(Tic)- APTES
Oktan	21,62	-7	-10	-9	-3
Dekan	23,83	-11	-10	-12	-6
Dodekan	25,35	-17	0	-13	-6
Tetradekan	26,56	-16	-7	-2	-12
Hekzadekan	27,47	-10	5	-5	-10
Salata Yağı	35,08	-21	2	-6	2
Su	71,97	-4	-3	-5	-10

Çizelge 4.31. FAS(Tic)-TMOS, FAS(Tic)-TEOS, FAS(Tic)-TMMS, FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) kaplamalarının H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> muamelesi sonrası kayma temas açısı değerindeki değişim

Sıvı	ST (mN/m)	Fas(Tic)- TMOS	Fas(Tic)- TEOS	Fas(Tic)- TMMS	Fas(Tic)- APTES
Oktan	21,62	6	12	15	-8
Dekan	23,83	14	10	17	-2
Dodekan	25,35	9	-5	22	0
Tetradekan	26,56	10	-7	16	7
Hekzadekan	27,47	10	5	15	0
Salata Yağı	35,08	19	-	38	-
Su	71,97	-	-	-	-

#### 4.5.2. FAS(Tic)-Alkoksisilan Kompozit Filmlere Baz Muamelesi

Fas(Tic)-Alkoksisilan Si/C=2,5 oranındaki yüzeylerin NaOH ile muamelesi sonrası denge ve kayma temas açısı değerlerindeki değişim Çizelge 4.32 ve 4.33'de görülmektedir. NaOH ile muamele sonrası yüzeyler asit ile muameleyle göre fazla değişime uğramıştır. Denge temas açısı değerleri incelendiği zaman Fas(Tic)-TMOS yüzeyi denge temas açısı değerleri baz ile muamele sonrası 19-32° arası bir temas açısı artışına neden olmuştur. Diğer yüzeylerde değişimler çok fazla değildir. Diğer yandan kayma açısı değerleri incelendiği zaman bir tek Fas(Tic)-TMMS yüzeylerinin NaOH ile muamele sonrası kayma açısı değeri vermeye devam ettiği görülmüştür. Diğer yandan, Fas(Tic)-TMOS da NaOH ile muamele sonrası yüzeyler kayma açısı vermezken, Fas(Tic)-TEOS ve Fas(Tic)-APTES yüzeylerinde sadece oktan sıvısı kayma açısı değerleri görülmüştür.

Çizelge 4.32. FAS(Tic)-TMOS, FAS(Tic)-TEOS, FAS(Tic)-TMMS, FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) kaplamalarının NaOH muamelesi sonrası denge temas açısı değerindeki değişim

Sıvı	ST (mN/m)	Fas(Tic)- TMOS	Fas(Tic)- TEOS	Fas(Tic)- TMMS	Fas(Tic)- APTES
Oktan	21,62	32	3	-4	-7
Dekan	23,83	29	4	-1	10
Dodekan	25,35	29	9	-3	11
Tetradekan	26,56	27	3	3	8
Hekzadekan	27,47	19	3	-1	0
Salata Yağı	35,08	23	-12	0	14
Su	71,97	32	-3	-3	2

Çizelge 4.33. FAS(Tic)-TMOS, FAS(Tic)-TEOS, FAS(Tic)-TMMS, FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) kaplamalarının NaOH muamelesi sonrası kayma temas açısı değerindeki değişim

Sıvı	ST (mN/m)	Fas(Tic)- -TMOS	Fas(Tic)- TEOS	Fas(Tic)- TMMS	Fas(Tic)- APTES
Oktan	21,62	-	17	27	7
Dekan	23,83	-	-	37	-
Dodekan	25,35	-	-	37	-
Tetradekan	26,56	-	-	16	-
Hekzadekan	27,47	-	-	17	-
Salata Yağı	35,08	-	-	18	-
Su	71,97	-	-	-	-

\*''-'' işareti olanlar kayma açısı değeri vermeyen numuneler.

AFM görüntüleri incelendiğinde kimyasal testler sonucunda yüzeylerde pürüzlülüğün arttığı görülmüştür. Bu durumun sebebi, yüzeylerin kimyasallarla aşınmasıdır ve pürüzlü yüzeylerde aşınma daha fazla olur. Fas(Tic)-TMMS yüzeylerin hem asit hem de bazla kayma açıları iyi sonuçlar vermesi bu yüzeyin tamamen pürüzsüz olmasının da etkisi olmuştur.

### 4.5.3. Klorometilsilan (TMCS) ile Yüzey Modifikasyonu ve Sonrası Asit/Baz

#### Muamelesi

TMCS ile yüzey modifikasyonu çalışmalarında FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5 ve FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 yüzeyleri ile çalışılmıştır. Öncelikle bu yüzeylerin asit ve baz ile kimyasal testleri yapılmış daha sonra TMCS muamelesi sonra kimyasal test sonuçları karşılaştırılmıştır.

Yüzeylerin H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaOH muamelesi yapıldığında denge temas açılarında bir miktar düşme, kayma açılarında ise yükselme gözlemiştir. Bunların sebebi yüzeyde pürüzlülük artışıdır. Pürüzsüz yüzeyde 65° altı denge temas açısı değerine sahip sıvıların temas açıları pürüzlülükle azalır. Sıvı damlaları pürüzlü yüzeyde takılıp yüzeyden kayamadığı için kayma açıları yükselir.

#### 4.5.3.1. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) Kompozit Film Yüzeylerinin TMCS ile Modifikasyonu Sonrası Asit/Baz Muamelesi

Çizelge 4.34' de FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) pürüzsüz yüzeyi denge temas açısı sonuçları ile bu yüzeylerin asit ve baz sonrası değerleri görülmektedir. Tabloda da görüldüğü gibi asit ve baz sonrası yüzeylerin denge temas açılarında düşme meydana gelmiştir. Bunun nedeni yüzeyin aşınarak pürüzlenmesidir ve pürüzlülük sonucu denge temas açılarında düşme olmuştur.

Çizelge 4.34. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) yüzeyinin asit/baz muamelesi sonrası denge temas açısı sonuçları

Sıvı	ST (mN/m)	CA (°)	CA (°) (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sonrası)	CA (°) (NaOH sonrası)
Oktan	21,62	25	10	17
Dekan	23,83	32	21	26
Dodekan	25,35	37	29	31
Tetradekan	26,56	41	38	35
Hekzadekan	27,47	47	42	41
Salata Yağı	35,08	58	47	45
Su	71,97	101	95	98

Çizelge 4.35' de FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5 yüzeyinin TMCS ile modifikasyonu ve sonrasında H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaOH muamelesi ile yüzeylerde meydana gelen denge temas açısı değerleri değişimleri görülmektedir. TMCS muamelesi denge temas açısında pek bir değişikliğe sebep olmamıştır. TMCS sonrası asit uygulamasında denge temas açılarında -2 ile +5° arasında küçük değişiklikler gözlenmemiştir. TMCS sonrasındaki baz uygulamalarında ise denge temas açılarında +12 ile +40° varan yükselme görülmüştür. TMCS ile yüzey modifikasyonu yüzeyde az da olsa bir pürüzlülüğe sebep olmaktadır. NaOH da bunun üzerine daha fazla pürüzlülük meydana getirir. Bu durum da NaOH'dan sonra büyük açı değişimlerine sebep olmaktadır.

Çizelge 4.35. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamasının TMCS modifikasyonu ve asit/baz muamelesi sonrası yüzeyde meydana gelen denge temas açı değişimleri

Sıvı	ST (mN/m)	CA (°)		
		CA (°)	CA (°) (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sonrası)	CA (°) (NaOH sonrası)
Oktan	21,62	-2	+5	+31
Dekan	23,83	-1	+3	+24
Dodekan	25,35	0	+2	+25
Tetradekan	26,56	+2	+2	+36
Hekzadekan	27,47	+3	0	+33
Salata Yağı	35,08	+5	+7	+40
Su	71,97	+2	+3	+12

Çizelge 4.36'da yüzeyin kayma açı sonuçları ve asit-baz uygulaması sonrası kayma açılarındaki heksadekan ve salata yağının kayma açılarındaki 10° civarı bir yüklemeye gözlenmiştir. Burada da pürüzlenme sonrası damlanın yüzeye takılmasından dolayı kayma açısında artma gözlenmiştir. Diğer sıvıların kayma açılarındaki değişiklik oranı çok azdır.

Çizelge 4.36. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) yüzeyinin H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaOH ile muamelesi sonucu kayma temas açısı sonuçları

Sıvı	ST (mN/m)	TA (°)	TA (°)	TA (°)
			(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sonrası)	(NaOH sonrası)
Oktan	21,62	4	8	12
Dekan	23,83	6	20	20
Dodekan	25,35	7	25	26
Tetradekan	26,56	8	32	30
Hekzadekan	27,47	12	35	33
Salata Yağı	35,08	20	40	40
Su	71,97	-	-	-

Çizelge 4.37'de FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5 yüzeyinin TMCS ile modifikasyonu ve sonrasında H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaOH muamelesi ile yüzeylerde meydana gelen denge temas açısı değerleri görülmektedir. TMCS sonrası asit uygulamasında kayma açıları fazla bir değişiklik gözlenmemiştir. Yalnızca diğerlerine göre daha yüksek yüzey gerilimine sahip salata yağının kayma açısında 15° yükselme gözlenmiştir. TMCS sonrasındaki baz uygulamalarında kayma açıları da çok büyük yükselme görülmüştür.

Çizelge 4.37. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) kaplamasının TMCS modifikasyonu ve asit/baz muamelesi sonrası yüzeyde meydana gelen kayma temas açısı değişimleri

Sıvı	ST (mN/m)	TA (°)	TA (°)	TA (°)
			(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sonrası)	(NaOH sonrası)
Oktan	21,62	1	5	-
Dekan	23,83	0	0	-
Dodekan	25,35	1	6	-
Tetradekan	26,56	3	3	-
Hekzadekan	27,47	9	1	-
Salata Yağı	35,08	11	15	-

#### 4.5.3.2. FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 Yüzeyinin TMCS ve H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-NaOH Muamelesi

Çizelge 4.38.'de FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 yüzeyinin H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaOH ile muamele sonrası yüzeylerde meydana gelen denge temas açısı değerleri görülmektedir. Pürüzsüz yüzeylerin asit ve baz muamelesi sonrası denge temas açısı değerleri çok değişmemiştir.



Çizelge 4.38. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) yüzeyinin asit/baz muamelesi sonrası denge temas açısı sonuçları

Sıvı	ST (mN/m)	CA (°)	CA (°)	CA (°)
			(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sonrası)	(NaOH sonrası)
Oktan	21,62	30	20	12
Dekan	23,83	38	28	22
Dodekan	25,35	42	36	31
Tetradekan	26,56	45	42	37
Hekzadekan	27,47	51	46	43
Salata Yağı	35,08	62	58	54
Su	71,97	103	100	95

Çizelge 4.39'da FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 yüzeyinin TMCS ile modifikasyonu ve sonrasında H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaOH muamelesi ile yüzeylerde meydana gelen denge temas açısı değişim değerleri görülmektedir.

Çizelge 4.39. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) kaplamasının TMCS modifikasyonu ve asit/baz muamelesi sonrası yüzeyde meydana gelen denge temas açısı değişimleri

Sıvı	ST (mN/m)	CA (°)	CA (°)	CA (°)
			(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sonrası)	(NaOH sonrası)
Oktan	21,62	-8	-3	11
Dekan	23,83	-7	1	11
Dodekan	25,35	-6	0	7
Tetradekan	26,56	-3	-4	7
Hekzadekan	27,47	-6	-2	4
Salata Yağı	35,08	-4	1	8
Su	71,97	3	4	9

FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 yüzeyinin H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaOH ile muamele sonrası ve TMCS ile muamele sonrası yüzeylerde meydana gelen denge kayma açısı değerleri sırasıyla Çizelge 4.40 ve Çizelge 4.41'de görülmektedir. TMCS uygulama sonrasında yüzeylerin kayma açısı değerlerindeki değişim 1 ile -5° arasındadır. Aynı yüzeylerin TMCS sonrası asit uygulamasında kayma açısı değerleri tüm sıvılarla azalmıştır. Salata yağının TMCS modifikasyonu olmadan kayma açısı değeri 25°'den 65°'ye çıkmış olmasına karşılık aynı

yüzeyin TMCS ile modifikasyonu sonucu kayma açısı 30°'ye düşmüştür. Aynı yüzey su ile 30°'lik bir kayma açısı verirken asit ve baz muamelesi sonrası yüzeyden su kaymazken, TMCS ile modifikasyon sonrası tekrar 30°'lik bir kayma açısı vermiştir. Bu sonuçlar doğrultusunda bu yüzeyin asit veya baz muamelesine maruz kalmadan vermiş olduğu düşük kayma açısı değerlerine, TMCS modifikasyonu sonrası tekrardan asit ve baz sonrası çok yakın değerlerde yakalamış olduğunu görülmüştür.

Çizelge 4.40. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) yüzeyinin H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve NaOH ile muamelesi sonucu kayma temas açısı sonuçları

Sıvı	ST	TA (°)	TA (°)	TA (°)
	(mN/m)		(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sonrası)	(NaOH sonrası)
Oktan	21,62	4	12	10
Dekan	23,83	5	24	15
Dodekan	25,35	6	32	25
Tetradekan	26,56	8	33	32
Hekzadekan	27,47	15	36	41
Salata Yağı	35,08	22	65	-
Su	71,97	30	-	-

Çizelge 4.41. FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 kaplamasının TMCS modifikasyonu ve asit/baz muamelesi sonrası yüzeyde meydana gelen kayma temas açısı değişimleri

Sıvı	ST	TA (°)	TA (°)	TA (°)
	(mN/m)		(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sonrası)	(NaOH sonrası)
Oktan	21,62	1	-4	5
Dekan	23,83	1	-7	0
Dodekan	25,35	1	-12	-9
Tetradekan	26,56	2	-10	-14
Hekzadekan	27,47	-3	-16	-16
Salata Yağı	35,08	-5	-35	"35"
Su	71,97	0	"30"	"30"

\* Tırnak içerisindeki değerler değişim değildir, normalde salata yağı ve su ile kayma açısı vermeyen bir yüzey tırnak içerisindeki değeri kayma açısı olarak vermiştir.

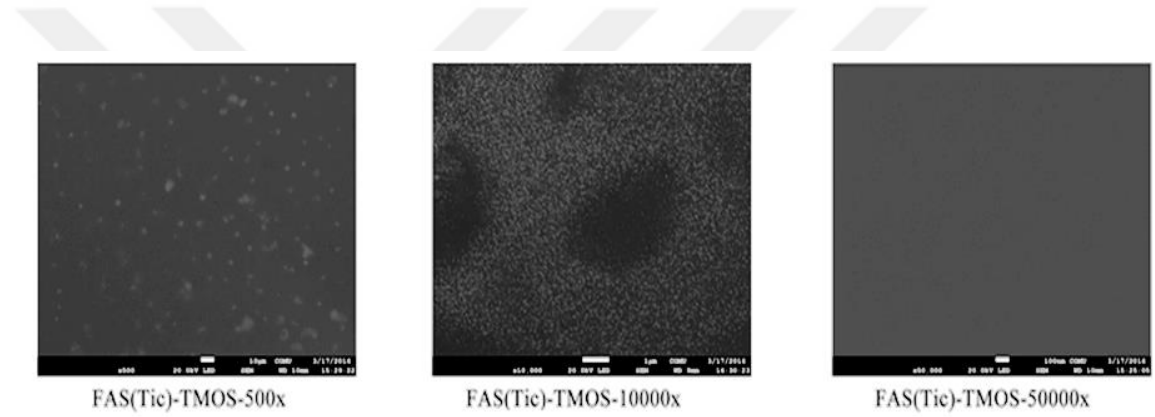
## 4.6. Yüzey Karakterizasyon Sonuçları

### 4.6.1. SEM Görüntüleri

#### 4.6.1.1. FAS(Tic)-Alkoksisilan Yüzeylerinin SEM görüntüleri

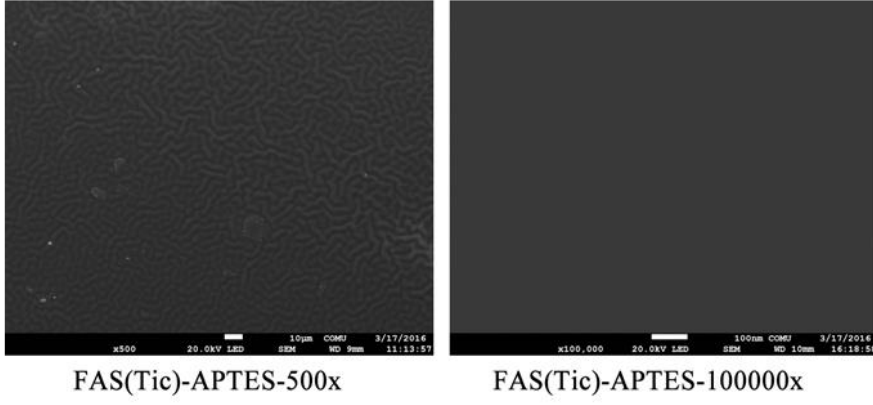
FAS(Tic) ve TMOS, APTES, TMMS ve TEOS bileşikleriyle Si/C oranı 2,5 olacak şekilde yüzeyler hazırlanmıştır. Yüzeylerin her biri için farklı büyütme oranlarında SEM görüntüleri alınmıştır. SEM görüntülerini de inceleyerek yüzeyler arasındaki denge ve kayma temas açısı farklarının sebepleri açıklanmıştır.

Fas(Tic)-TMOS yüzeylerinin 500, 10000 ve 50000 büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 4.17'de verilmiştir. Görüntüler incelendiği zaman 500 büyütmede yüzeyde pürüzlülükler olduğunu görülmüştür. 10000 büyütmede ise yüzeydeki nano boyutta partiküller halinde pürüzlülükler daha net şekilde görülmektedir.



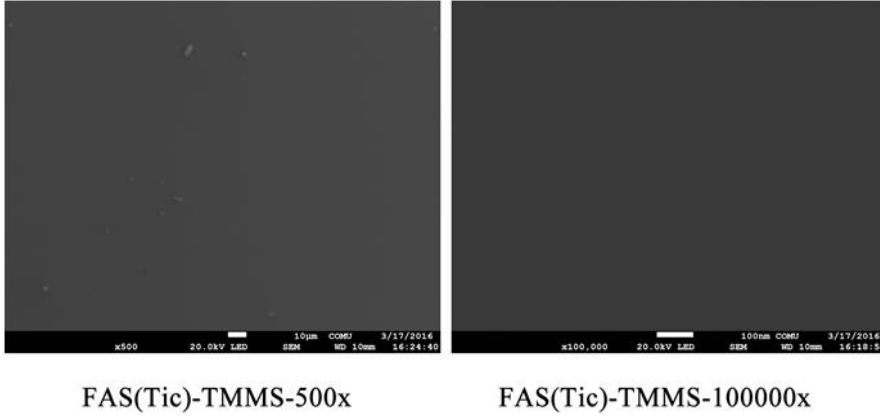
Şekil 4.17. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) yüzeylerinin 500, 10000 ve 50000 büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri

Fas(Tic)-APTES yüzeylerinin 500 ve 100000 büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri Şekil 4.18'de görülmektedir. 500 büyütme oranındaki resim incelendiği zaman yüzeyde dalgalı morfolojiye sahip yoğun bir pürüzlülük varlığı görülmüştür. Bu pürüzlülük ile yüzeyin yağ türevi sıvılar ile yüksek kayma açısı vermesinin sebebi anlaşılmıştır. Sıvılar yüzeydeki yoğun pürüzlülük nedeniyle yüzeyden kaymakta zorlanmışlardır.



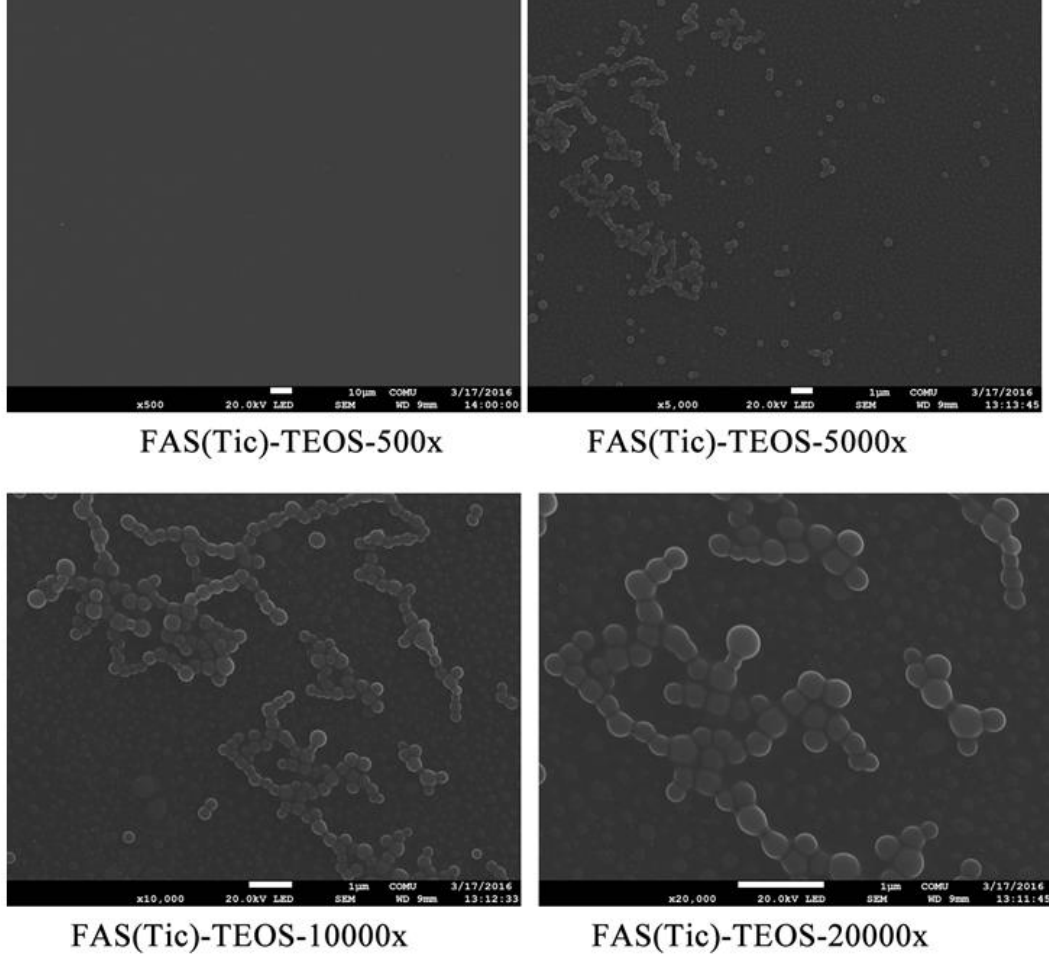
Şekil 4.18. FAS(Tic)-APTES (Si/C=2,5) yüzeylerin 500, 100000 büyütmelerdeki SEM görüntüleri

Fas(Tic)-TMMS yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 4.19’de görülmektedir. Hem 500 büyütmede hem de 100000 büyütmede görüldüğü gibi, yüzeyde herhangi bir kirlilik veya deformasyondan kaynaklı yerel bir pürüzlülük olmadığı gibi nano boyutta da bir pürüzlülük de görülmemiştir.



Şekil 4.19. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=2,5) yüzeylerinin 500 ve 100000 büyütmelerdeki SEM görüntüleri

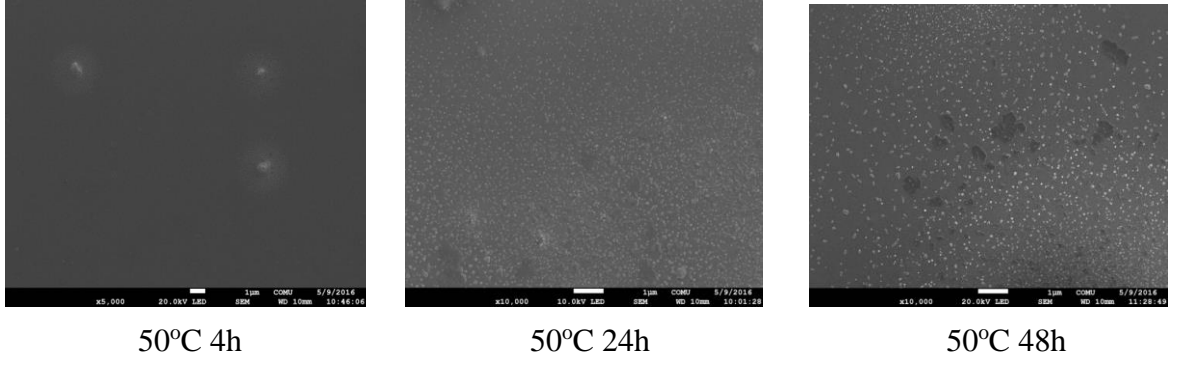
FAS(Tic)-TEOS yüzeyinin 500, 5000, 10000 ve 20000 büyütmelerdeki SEM görüntüleri şekil 4.20’de verilmiştir. SEM görüntülerinde yüzeyde küresel pürüzlülük mevcut olduğu görülmüştür. Sıvılar bu pürüzlülüklere takıldıkları için yüzeyden akarak uzaklaşmak için daha yüksek bir açı eğiklik açısına ihtiyaç duymaktadırlar.



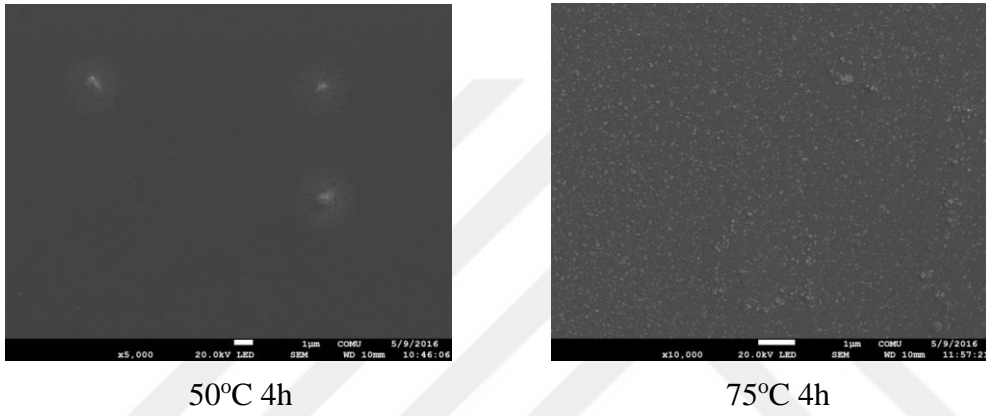
Şekil 4.20. FAS(Tic)-TEOS (Si/C=2,5) yüzeylerinin 500, 5000, 10000 ve 20000 büyütmelerdeki SEM görüntüleri

#### 4.6.1.2. Farklı Reaksiyon Sıcaklık ve Sürelerde Hazırlanan FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) Yüzeyleri

Reaksiyon şartlarının yüzeye etkisini incelemek için FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 oranında yüzeyler hazırlanmıştır. Reaksiyon süresinin etkisi için sabit 50° sıcaklıkta 4, 24 ve 48 saatlik reaksiyonlar sonucunda hazırlanan yüzeylerin 10000 büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 4.21’de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde 24 saat reaksiyon süresinde belli bir pürüzlenmenin oluştuğu ve 48 saate ulaşıncaya pürüzlülük çaplarının arttığını görülmüştür. Reaksiyon sıcaklığının etkisi için 4 saat süresinde ise 50° ve 75°’de reaksiyonlar sonucunda hazırlanan yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 4.22’de verilmiştir. Reaksiyon sıcaklığının 50°C’den 75°C’ye çıkması sonucunda yüzeyde pürüzlülük artmıştır. Bu sonuçlar uygun reaksiyon koşulunun 4 saat 50°C olduğunu göstermektedir.



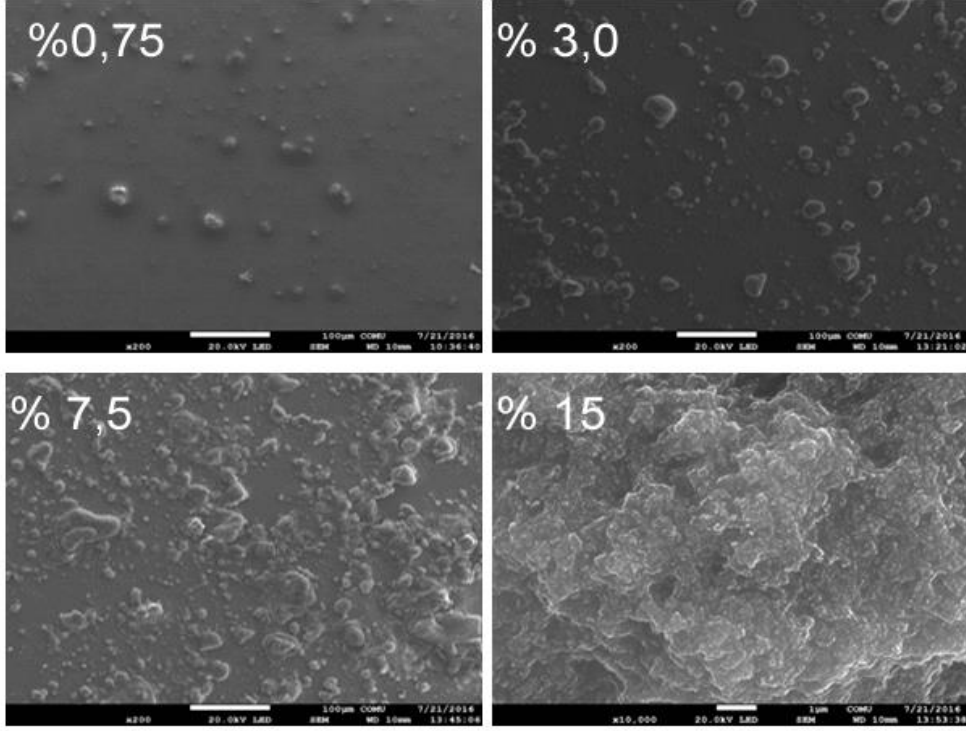
Şekil 4.21. FAS(Ticari)-TMMS (Si/C=3) 50°C’de farklı sürelerde hazırlanan yüzeylerin 10000 büyütme SEM görüntüleri



Şekil 4.22. FAS(Ticari)-TMMS (Si/C=3) 4 saat 50°C ve 75°C koşullarında hazırlanan yüzeylerin 10000 büyütme SEM görüntüleri

#### 4.6.1.3. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) Nano Partikül İlaveli Yüzeyler

FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5 oranındaki farklı silika ilaveli Yüzeylerin 200 büyütme SEM görüntülerin incelendiği zaman (Şekil 4.23.), silika içeriği arttıkça yüzeyin daha homojen bir pürüzlülüğe sahip olduğu görülmüştür. Ağırlıkça %0,75 silikalı yüzeyde kısmen boşlukların vardır ve silikanın yüzeyi tamamen kaplamamıştır. Artan silika miktarı artmıştır.

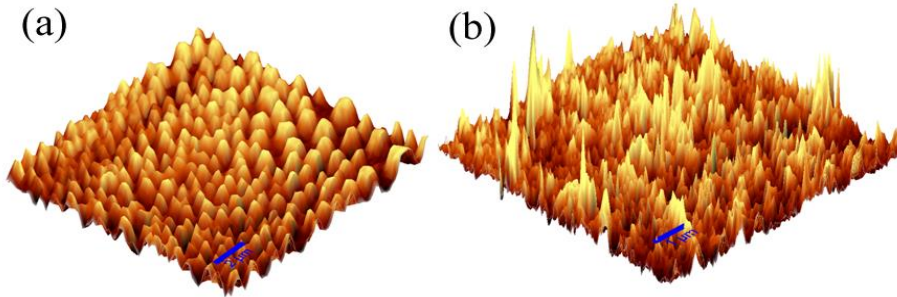


Şekil 4.23. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) farklı miktarlarda silika nano partikül ilaveli yüzeylerin 200 büyütmeledeki SEM görüntüleri (4 saat; 50°C)

#### 4.6.2. AFM Görüntüleri

##### 4.6.2.1. Asit/Baz Muamelesinin Yüze Etkisi

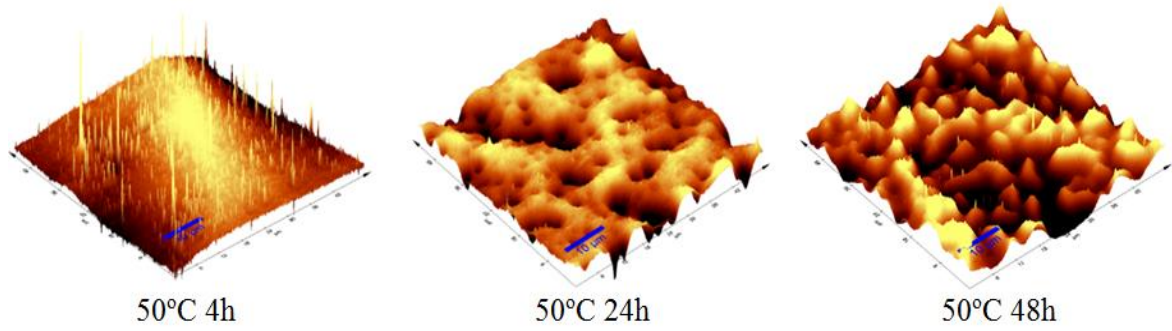
Fas(Tic)-TMOS yüzeyinde herhangi bir pürüzlülük görülmemiştir ve ortalama RMS değerleri 27 nm' dir. Şekil 4.24'te asit ve baz ile muamele görmüş Fas(Tic)-TMOS yüzeyleri görülmektedir. Asit muamelesi sonrası yüzeyde homojen bir pürüzlülük meydana gelmiş RMS değeri 48 nm' ye çıkmıştır. Baz muamelesi sonrası yüzey pürüzlülüğü daha da artmış RMS değeri 176 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.24. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) yüzeyinin a) Asit ile b) Baz ile muamele sonrası AFM görüntüsü

#### 4.6.2.2. Reaksiyon Süresinin Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisi

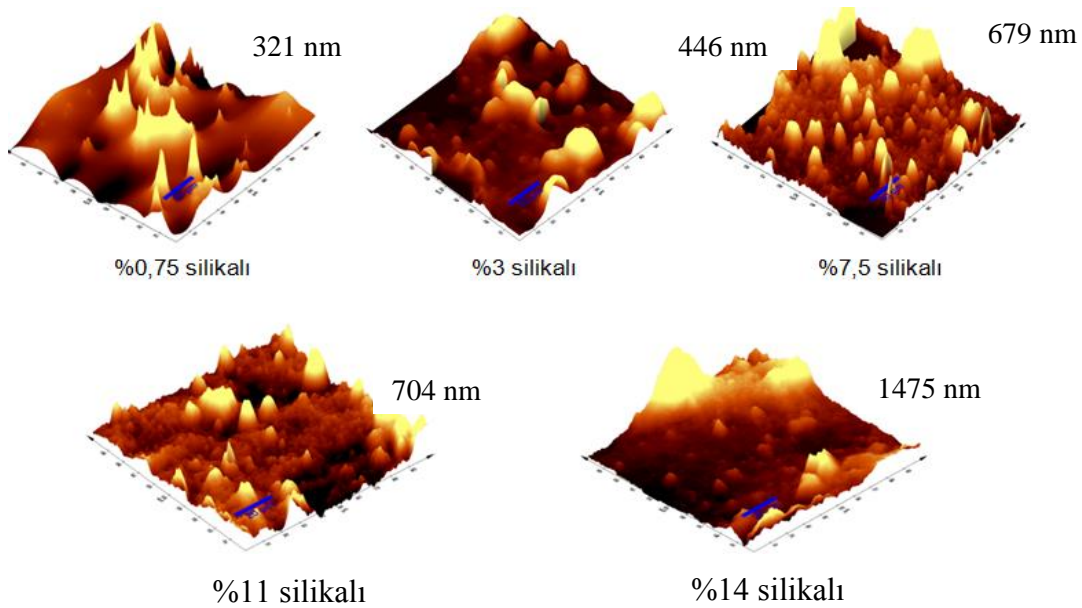
FAS(Tic)-TMOS Si/C=3 oranında farklı sürelerde hazırlanan yüzeylerin AFM görüntüleri Şekil 4.25'te verilmiştir. Görüntüler incelendiği zaman sabit sıcaklıkta artan süre ile RMS değeri 30 nm'den 85 nm'ye yükselmiştir. Bu pürüzlülük artışı da yüzeylerdeki kayma açılarında yükselmelere sebep olmaktadır.



Şekil 4.25. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) 50°C'de farklı sürelerde hazırlanan yüzeylerin AFM görüntüleri

#### 4.6.2.3. Nano Partikül Miktarının Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisi

FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5 Şekil 4.26'da görüldüğü gibi artan silika içeriği ile (0,75-14) yüzeylerin RMS değerleri 321 nm'den 1475 nm'ye arttığı görülmüştür. Pürüzlülük artışı yüzeylerin hidrofobik ve oleofobik özelliklerini geliştirmiştir.



Şekil 4.26. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5) çözeltisine farklı yüzdelerde ilave edilen silika nano partiküllerle hazırlanan yüzeylerin AFM görüntüleri (4 saat; 50°C)



#### 4.7. Çizme Test Sonuçları

Yüzeylerin mekanik testleri Erichsen çizme testi sertlik tayini ile yapılmıştır. Sertlik denemeleri FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 ve FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5 yüzeyleri için yapılmıştır. Görsel analiz ile hangi kalemin yüzeye zarar verdiği tespit edilmiştir. Kaplama yüzeyinde kalıcı iz bırakan en yumuşak kalemde bir kademe yumuşak olanı sertlik derecesi filmin sertliği olarak belirlenmiştir. Çizme testi sonuçları Çizelge 4.42 ve 4.43'te verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde her iki yüzeyde de artan Si/C oranı ile yüzeylerin sertlikten orta yumuşaklığa doğru kaydığı görülmektedir. Bu sebeple düşük Si/C oranındaki yüzeylerin mekanik olarak daha dayanıklı olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.42. FAS(Tic)-TMOS için Si/C oranına göre çizme testi sonuçları

Si/C oranı	Kalem sertliği
1	3H
1,5	2H
2	2H
2,5	HB

Çizelge 4.43. FAS(Tic)-TMMS için Si/C oranına göre çizme testi sonuçları

Si/C oranı	Kalem sertliği
1	3H
2	2H
2,5	HB
3	2B

#### 4.8. Bulguların Tartışılması

Bu tezin ana hedefi, yüzey gerilimi değerleri 30 mN/m altındaki sıvılar (yağ) ile düşük ( $10^\circ$  ve altı) kayma açısı değerleri veren ışık geçiren, pürüzsüz yüzeylerin sentezi ve mekanik dayanımın artırılması üzerinedir. Bu amaçlar doğrultusunda öncelikle sol-gel reaksiyon süresi ve sıcaklığı optimize edilmiştir. FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltisi Si/C oranı 1 ve 2 değerlerinde sabit tutularak 4, 8, 24 ve 48 saat süreli reaksiyonlar  $50^\circ\text{C}$  sabit sıcaklıkta kurularak denge (Çizelge 4.1. ve 4.3.) ve kayma (Çizelge 4.2. ve 4.4.) temas açısı değerleri ölçülmüştür. Reaksiyon süresi arttıkça özellikle salata yağı ve su açılarında artış olduğu görülmüştür (Çizelge 4.1. ve 4.3.). Optimizasyon en düşük kayma açısını veren sonuçlara göre yapılmıştır ve çizelgelerden de görüldüğü gibi 4 saat en optimum sonuçları vermektedir (Çizelge 4.2. ve 4.4.). Sıcaklık artışı ile yüzeylerin denge temas açısı değerleri (Çizelge 4.5.) ve kayma temas açısı değerleri (Çizelge 4.6.)  $25^\circ\text{C}$ 'den  $50^\circ\text{C}$ 'ye çıkarken çok fazla değişmezken,  $75^\circ\text{C}$ 'ye çıkınca ciddi bir artış gözlenmiştir (Şekil 4.3.). Ancak 25 ile  $50^\circ\text{C}$

sıcaklıklar karşılaştırıldığında 50°C reaksiyon sıcaklığında yapılan denemelerde kayma açısı değerleri 25°C'ye göre nispeten azalmıştır. Bu sebeple, reaksiyon sıcaklığı olarak 50°C olarak belirlenmiştir. Reaksiyon süresinin ve sıcaklığının artması kondensasyon hızını artırır ve daha yüksek zincir uzunluğuna sahip yapılar oluşmasına neden olur ve bu da kaplama sonrası yüzeyde aglomerasyona dolayısıyla pürüzlülüğe neden olur. Reaksiyon süresi ve sıcaklığın yüzeye etkisini daha iyi anlayabilmek için ise AFM (Şekil 4.25.) ve SEM görüntüleri çekilmiştir (Şekil 4.21. ve 4.22.). AFM görüntüleri incelendiği zaman pürüzlülüğün sabit sıcaklıkta artan süre ile 30 nm'den 85 nm'ye arttığı görülmektedir. Aynı şekilde SEM görüntüleri (Şekil 4.21.) bize, 24 saat reaksiyon süresinde belli bir pürüzlenmenin oluştuğu ve 48 saate ulaşıncaya pürüzlülük çaplarının arttığını göstermektedir. Diğer yandan, sabit 4 saat reaksiyon süresinde reaksiyon sıcaklığının 50°C'den 75°C'ye çıkması sonucunda yüzeyde pürüzlülük artmıştır (Şekil 4.22.). Pürüzlülük görüntülerinden partiküllerin detaylı bir çap analizine gerek duyulmamıştır, çünkü amacımız yüzey karakterizasyonunu detaylandırmak değil nihai hedefe ulaşmaktır. Bu sebeple, yüzeyde pürüzlülük eğer bir sıvı damlası ile süper itici olmuyor ise, bizim çalışmamız da herhangi bir sonuç getirmez.

Si/C oranı değiştirilerek 4 saat ve 50°C'de hazırlanan FAS(Tic)-TMOS çözelti kaplamalarının denge temas açısı değerlerinin sıvı yüzey gerilimine göre değişimi Şekil 4.8.'da, kayma açısı değerleri Çizelge 4.15.'de ve kayma açısı değerlerinin sıvı yüzey gerilimine bağlı değişimi ise Şekil 4.9.'da verilmektedir. Şekilde görülen kırmızı çizgi kayma açısı değeri 10°'yi gösteren çizgidir. Bu değer ulaşmayı hedeflediğimiz noktadır. Şekilde de görüldüğü gibi, Si/C=2,5 değerinde 4 yağ damlası istenilen düzeyde iken, hegzadekan sıvısı (27 mN/m) bu çizginin 2° üzerindedir. Sonuç olarak tüm zaman, sıcaklık ve Si/C oranı denemeleri sonrası, 50°C sıcaklıkta, 4 saat reaksiyon süresinde ve Si/C=2,5 oranında en iyi sonuçların alındığı görülmektedir. Si/C oranı değişimin denge temas açısı üzerine önemli bir etkisi olmadığı bulunmuştur (Şekil 4.8.). Diğer yandan, Si/C oranı 3 olduğu zaman kayma açısı değerlerinde artma gözlenmektedir. Bu istenilen bir şey değildir. Si/C=1 ile 2 kıyaslandığında Si/C=2 oranında kayma açısı değerleri daha düşükken, Si/C=3 oranında artmaktadır. Bu sebeple Si/C oranı 2 ile 3 arası en iyi sonucu verdiği düşünülmektedir. Si/C oranı 0,5 ile 2,5 arasında değişen değerlerde FAS(Tic)-TMOS denemeleri, Saf FAS ile tekrarlanmıştır. Fas(Saf)-TMOS kompozit film kaplamalarında, Si/C oranı değişiminin denge temas açısı üzerine etkisi incelendiği zaman, Si/C oranı arttıkça, yapıdaki FAS miktarı dolayısıyla Flor miktarı oranı azaldığı için denge temas açısı değerlerinde de düşme görülmektedir (Çizelge 4.16.). Kayma temas açısı değerleri

incelendiği zaman, en düşük kayma temas açısı değerini  $Si/C=2,5$  değerinde yakalandığı görülmektedir (Çizelge 4.17.). Ticari FAS ve Saf FAS ile yapılan denemeler karşılaştırıldığı zaman FAS(Saf)-TMOS yüzeylerin hem denge temas açısı değerleri, hem de kayma temas açısı değerlerinin ticari FAS ile yapılan kaplamalara göre daha yüksek çıktığı görülmüştür. Şekil 4.10.'da Ticari ve Saf FAS ile yapılan  $Si/C=1$  ve  $2,5$  oranlarındaki denemelerin kayma açısı değerlerinin yüzey gerilimine bağlı karşılaştırılması görülmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi, kırmızı çizginin altında Ticari FAS denemeleri görülürken, sadece 2 örnekte kırmızı çizgi üzerinde Saf FAS değerleri görülmektedir. Bu yüzden tezin kalan çalışmalarında endüstriyel açıdan olumlu olan Ticari FAS kullanılmıştır.

TMOS yerine TEOS, TMMS ve APTES gibi farklı alkoksisilanlar kullanılarak  $50^{\circ}C$  sıcaklık, 4 saat süre ve  $Si/C=2,5$  oranında denemeler yapılmıştır. Çizelge 4.20.'de Fas(Tic)-Alkoksisilanlar ile hazırlanan kaplamaların denge ve Çizelge 4.21.'de ise kayma temas açısı değerleri görülmektedir. Fas(Tic)-TEOS kaplamaları su sıvısı ile bir kayma açısı değeri vermemiştir ve yağ kayma açısı değerleri de yüksek çıkmıştır. Bunun sebebi SEM görüntülerine bakıldığı zaman anlaşılmaktadır (Şekil 4.20.). SEM görüntülerinde de anlaşıldığı gibi yüzeyde küresel pürüzlülük mevcuttur ve sıvılar bu pürüzlülüklere takıldıkları için yüzeyden akarak uzaklaşmak için daha yüksek bir eğiklik açısına ihtiyaç duymaktadırlar. Aynı şartlarda TMMS ile yapılan denemelerde elde edilen Fas(Tic)-TMMS kaplamaların denge (Çizelge 4.18.) ve kayma (Çizelge 4.19.) temas açısı değerleri ve bu açıların yüzey gerilimine göre değişimi ise sırasıyla şekil 4.11. ve 4.12.'de verilmiştir. Tüm çalışmalar arasında su sıvısı ile  $40^{\circ}$  gibi yüksek bir değerde olsa kayma açısı veren yüzeyler bu denemelerde sentezlenmiştir. Fas(Tic)-TMMS yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 4.19.'de görülmektedir. Hem 500 büyütmede hem de 100 bin büyütmede görüldüğü gibi, yüzeyde herhangi bir kirlilik veya deformasyondan kaynaklı yerel bir pürüzlülük olmadığı gibi (500x), nano boyutta da bir pürüzlülük görülmemektedir (100000x). Diğer yandan APTES ile yapılan Fas(Tic)-APTES yüzeylerin denge ve kayma temas açısı değerleri sırasıyla, Çizelge 4.20. ve 4.21'de görülmektedir. Ancak Fas(Tic)-APTES yüzeylerin kayma açısı değerleri oldukça yüksek olmakla beraber, su yanında salata yağı ile de kayma açısı değeri vermemiştir. Fas(Tic)-APTES yüzeylerin SEM görüntüleri Şekil 4.18.'de görülmektedir. 500 büyütmeli resim incelendiği zaman yüzeyde dalgalı morfolojiye sahip bir pürüzlülük olduğu görülmektedir. Bu pürüzlülük salata yağının yüzeye tamamen takılmasına ve diğer yağlarında yüksek kayma açısı vermesine neden olmuştur. Diğer yandan Fas(Tic)-TMOS yüzeylerin SEM görüntüleri (Şekil 4.17.) incelendiği zaman yüzeyde özellikle 10 bin büyütmede yüzeyde nano boyutta partiküler halde pürüzlülük

görülmektedir. Bu sonuç bize yeni araştırma sorusunu çözmeye itmiştir. Yüzeydeki nano boyutta partiküler pürüzlülük, sıvıların yüzeyden kaymasına yardımcı olabilir mi? Bu sorunun cevabını sisteme nanopartikül ekleyerek bulmaya çalıştık. Bu amaçla, pürüzsüz yüzeylerde en düşük kayma açısı veren flimlerin kompozit çözeltilerine (FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5 ve FAS(Tic)-TMMS Si/C=3) silika nano partikül ilavesiyle pürüzlendirme işlemi yapılmıştır. Bu yüzeylere ilave edilen silikaların yüzdeleri ağırlıkça %0,75, 3, 7,5 11, 15 şeklinde artmaktadır. Su ve yüzey gerilimi 35 mN/m olan salata yağı dışındaki sıvıların, yüzeyde artan silika miktarına bağlı olarak denge temas açı değerleri düşmüştür (Çizelge 4.24. ve 4.26.). Yüzeylerin kayma temas açısı değerleri incelendiği zaman, %15 silika içeren yüzeylerde hegzadekan haricindeki sıvıların düşük kayma açısı değerleri (5-12° arası) yakalanmıştır (Çizelge 4.25. ve 4.27.). Yüzeyin salata yağı ile kayma açısı vermemesine karşılık, aynı pürüzlülük değerinde (%15) süperhidrofobik karakter taşımasından dolayı su ile 5 derece altı kayma açısına sahiptirler. Şekil 4.26'da görüldüğü gibi artan silika içeriği ile (0,75-14) yüzeylerin RMS değerlerinin 321 nm'den 1475 nm'ye arttığı görülmüştür. Yüzeylerin 200 büyütme SEM görüntülerin incelendiği zaman (Şekil 4.23.), silika içeriği arttıkça yüzeyin daha homojen bir pürüzlülüğe sahip olduğu, ağırlıkça %0,75 iken yüzeyde kısmen boşlukların olduğu ve silikanın yüzeyi tamamen kaplamadığı görülmektedir. Artan silika ile yüzeydeki silika oranının ve dolayısıyla aglomerasyonunda arttığı görülmektedir. Süperoleofobik bir yüzey sentezi için nano-mikro sıralı pürüzlülüğün yanında yüzeyin flor atomunca zengin olması gereklidir. Bu amaçla, salata yağı ile 150° ve üzeri bir temas açısı elde etmek için, FAS-TMOS çözeltilerinin Si/C değeri 2,5 altına düşürülerek yüzeydeki flor miktarı artırılmıştır. Elde edilen sonuçlar bize, düşen Si/C oranı ve artan pürüzlülük ile denge temas açısı değerlerinin arttığını göstermektedir (Çizelge 4.28. ve 4.29.). Ancak su ile süperhidrofobik yüzeyler Si/C=2,5 oranında elde edilirken, salata yağı ile ancak Si/C= 0,25 oranında (%15 silika içeren) 115°'ye sahip oldukça oleofobik yüzeyler elde edilmiştir.

TMCS ile yüzey modifikasyonu çalışmalarında da FAS(Tic)-TMOS Si/C=2,5 ve FAS(Tic)-TMMS Si/C=3 yüzeyleri ile çalışılmıştır. Öncelikle bu yüzeylerin asit ve baz ile kimyasal testleri yapılmış daha sonra TMCS muamelesi sonra kimyasal test sonuçları karşılaştırılmıştır. Öncelikle tüm FAS(Tic)-Alkoksisisilan (Si/C=2,5) kompozit yüzeyleri asit (Çizelge 4.30. ve 4.31.) ve baz (Çizelge 4.32. ve 4.33.) çözeltilerinde bekletilerek kimyasal olarak dayanımları test edilir. Çizelgelerde de görüldüğü gibi asit ve baz sonrası yüzeylerin denge ve kayma temas açıları değişimler meydana gelmiştir. Bunun nedeni yüzeyin aşınarak pürüzlülenmesidir ve pürüzlülük sonucu denge temas açıları düşme olmuştur (Şekil 4.24.). FAS(Tic)-TMOS kompozit yüzeylerin pürüzlülenme sonrası damlanın yüzeye

takılmasından dolayı kayma açısında artma gözlenmiştir. TMCS ile modifikasyon sonrası ise yüzeylerin hem denge (Çizelge 4.34.) hem de kayma (Çizelge 4.35.) temas açılarında gözlenir değişimler olmuştur. Çizelge 4.34. incelendiği zaman TMCS ile modifikasyon sonrası yüzeylerin denge temas açılarında TMCS ile modifikasyon öncesine göre çok bir değişiklik olmazken (-2 ile +5 arası), özellikle TMCS sonrası baz muamelesinde temas açısı değerlerinde +12 ile +40° varan artmalar gözlenmiştir. Aynı şekilde kayma temas açısı değerlerinde de gözle görülür bir artma gözlenmiştir.

FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) yüzeylerinin asit ve baz ile muamelesi ve TMCS ile modifikasyonu sonrası denge temas açısı ve kayma temas açısı değerleri Çizelge 4.38., 4.39., 4.40. ve 4.41.'da görülmektedir. FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) pürüzsüz yüzeylerinin asit ve baz muamelesi sonrası denge temas açısı değerleri çok değişmemiştir (Çizelge 4.38. ve 4.39.). Ancak asit ilerleme, FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3) pürüzsüz yüzeylerin kayma açısı değerlerinde görülmektedir. TMCS uygulaması sonrasında yüzeylerin kayma açısı değerlerindeki değişim 1 ile -5° arasındadır (Çizelge 4.40. ve 4.41.). Aynı yüzeylerin TMCS sonrası asit uygulamasında kayma açısı değerleri tüm sıvılarla azalmıştır. Salata yağının TMCS modifikasyonu olmadan kayma açısı değeri 25°'den 65°'ye çıkmış olmasına karşılık aynı yüzeyin TMCS ile modifikasyonu sonucu kayma açısı 30°'ye düşmüştür. Aynı yüzey su ile 30°'lik bir kayma açısı verirken asit ve baz muamelesi sonrası yüzeyden su kayma açısı vermezken, TMCS ile modifikasyon sonrası tekrar 30°'lik bir kayma açısı vermiştir. Yüzeylerin mekanik dayanımları çizme testi ile yapılmıştır. FAS(Tic)-TMOS ve FAS(Tic)-TMMS kompozit filmlerinde artan Si/C oranına bağlı olarak yüzey sertliğinin azaldığı ve yüzeylerin orta derece yumuşaklık gösterdiği bulunmuştur.

## BÖLÜM 5

### SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tezin ana hedefi, yüzey gerilim değerleri 30 mN/m altındaki sıvılarla (yağ) ile düşük ( $10^\circ$  ve altı) kayma açısı değerleri veren ışık geçiren, pürüzsüz yüzeylerin sentezi ve mekanik dayanımın artırılması üzerinedir. Bu amaçlar doğrultusunda, dinamik yağ itici yüzeyler oluşturmak için, FAS bileşiği ile TMOS, TMMS, TEOS ve APTES bileşiklerinin kompozit çözeltileri sol-gel tekniği ile sentezlenmiş ve ince film kaplamaları yapılmıştır. Sol-gel reaksiyon süresi ve sıcaklığı optimizasyonu tüm denemeler öncesi yapılmıştır. Bu amaçla,  $50^\circ\text{C}$  sabit sıcaklıkta, 4, 8, 24 ve 48 saat reaksiyon sürelerinde FAS(Tic)-TMOS kompozit çözeltileri hazırlanmış ve ince filmlerin yüzey özellikleri karakterize edilmiştir. Yapılan temas açısı sonuçlarına göre sol-gel reaksiyonları için optimum sıcaklık ve sürenin  $50^\circ\text{C}$  ve 4 saat olduğuna karar verilmiştir.

Tez çalışmasında önemli optimizasyonlardan biri de, Si/C optimizasyonudur. Si/C optimizasyonu ile kompozit çözelti monomer fraksiyonları ayarlanmıştır. Artan Si/C oranı ile çözelti içerisindeki FAS miktarında azalma olmaktadır. En iyi Si/C oranına yüzey karakterizasyonları sonucunda karar verilmiştir. En düşük kayma açısını veren yüzeylerin sentezlendiği Si/C oranı optimum olarak seçilmiştir. Yapılan denemeler sonucunda en iyi sonuçların 2 ile 3 arasında değiştiğine karar verilmiştir. FAS(Tic)-TMMS kompozit filmleri hariç diğer tüm FAS(Tic)-Alkoksisilanlarda Si/C=2,5 olarak sabit alınırken, FAS(Tic)-TMMS kompozit çözeltilerinde Si/C=3 alınmıştır.

Si/C=2,5 oranında 4 saat ve  $50^\circ\text{C}$  sıcaklıkta hazırlanan FAS(Tic)-Alkoksisilan kompozit çözeltilerinde FAS(Tic)-TMOS ve FAS(Tic)-TMMS kompozit film kayma temas açısı sonuçları tez hedeflerine uygun en iyi sonuçlar olarak görülmektedir. FAS(Tic)-TEOS ve FAS(Tic)-APTES kompozit filmlerinde kayma temas açısı değerlerinde yüzey morfolojisine bağlı ciddi yükselmeler gözlenmiştir. Diğer yandan Si/C=3 olarak ayarlanan FAS(Tic)-TMMS kompozit film kayma temas açısı değerleri ise Si/C=2,5 olan örneklerine göre daha düşük çıkmıştır. Yapılan denemeler sonucunda en iyi sonuçlar FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5; 4 saat;  $50^\circ\text{C}$ ) ve FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3; 4 saat;  $50^\circ\text{C}$ ) olarak bulunmuştur.

Tez çalışmasında tüm FAS(Tic)-Alkoksisilan kompozit film kaplamalar üzerine asit ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) ve baz (NaOH) çözeltileri ile kimyasal testler yapılmıştır. Kimyasal test sonuçlarında asit muamelesi sonrasında yüzey morfolojisine bağlı olarak yüzeylerin denge temas açısı değerlerinde artmalar gözlenirken, kayma temas açısı değerlerinde düşmeler gözlenmiştir. Baz deneme sonuçları incelendiğinde de ciddi değişimler gözlenmiş, özellikle

yüzeylerin kayma temas açısı değeri vermediği yani 90° ve üzerinde yüzeyi terk etmediği görülmüştür. Bunun üzerine en iyi kayma açısı sonucu veren FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5; 4 saat; 50°C) ve FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3; 4 saat; 50°C) yüzeyleri TMCS ile modifiye edildikten sonra tekrardan asit baz testlerine maruz bırakılmıştır. Yapılan yüzey karakterizasyonları sonucunda TMCS ile modifikasyon yapılmış yüzeylerin, yapılmamış olanlara göre daha iyi olduğu görülmüştür. FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5; 4 saat; 50°C) ve FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3; 4 saat; 50°C) yüzeyleri karşılaştırıldığı zaman TMCS modifikasyonu sonucu FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3; 4 saat; 50°C) yüzey sonuçlarının asit ve baza karşı daha dayanıklı olduğu görülmüştür.

Sonuç olarak, bu tezin nihai hedeflerine en uygun kompozit kaplamaların FAS(Tic)-TMOS (Si/C=2,5; 4 saat; 50°C) ve FAS(Tic)-TMMS (Si/C=3; 4 saat; 50°C) oldukları ve tez başlangıcında hedeflenen tüm kriterlere uygun oldukları görülmüştür. Bu kaplamalar yağ sıvılarına karşı kendi kendini temizleme özelliğine giren ( $TA < 10^\circ$ ), ışık geçiren, dinamik oleofilik yüzeyler olarak adlandırılabilir. Bu yüzeyler, otomotiv ve evlerde cam yüzeylerde, mutfak tezgahı gibi seramik yüzeylere uygulanarak katkı sağlayacak olan yeni malzeme oluşturma ve uygulamada daha ucuz ve daha yüksek performanslı yapıların kullanılabilirliği sağlanabilir. Örneğin; fırın içi yağ sıçraması ile kirlenen yüzeylerin kirlenmemesinde kullanımı çok rahat yapılabilir.  $10^\circ$  ve altında rahatça kayan yağ damlaları  $90^\circ$ lik bir uygulama alanında mükemmel sonuçlar verebilir. Ancak cam yüzeylere yapılan uygulamaların metal yüzeyler üzerindeki davranışları ayrı bir çalışma konusudur. Tez sonucunda daha sonraki çalışmalarda metal yüzeylere uygulama yapılıp gerekli modifikasyonlar ile kirlenmeyen fırın içi yüzeyler sentezlenmesi bir öneri olarak sunulmaktadır. Ayrıca bu tez Tübitak 114M475 nolu “Kendi kenini temizleyen cam ve seramik yüzeylerin sentezi” adlı projenin cam yüzey kısmını içermektedir. Sentezlenen en iyi kompozit çözeltilerin seramik yüzeylere kaplanması ile mutfak tezgahlarında yağ damlaları ile kirlenmesi önlenir.

## KAYNAKLAR

- Baumann M., Sakoske G., Poth L., Tünker G., 2003. Learning From The Lotus Flower Selfcleaning Coatings On Glass. *Glass Processing Days*, 15: 330-333.
- Bhushan B., Jung Y.C., 2010. Natural and biomimetic artificial surfaces for superhydrophobicity, self-cleaning, low adhesion, and drag reduction. *Progress in Materials Science*, 56: 1–108.
- Brinker J. C., Hurd A.J., 1994. Fundamentals of Sol-Gel Dip-Coating. *J. Phys. III France*, 4: 1231-1242.
- Brown P. S., Bhushan B., 2015. Mechanically durable, superoleophobic coatings prepared by layer-by-layer technique for anti-smudge and oil-water separation. *Scientific Reports*, 5: 8701.
- Cansoy C.E., Cengiz U., 2014. The effect of perfluoroalkyl and hydrocarbon liquid chain lengths on oleophobic behaviors of copolymer surfaces. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 441: 695– 700.
- Cengiz U., Gengec N.A., Erbil H. Y., 2012. Surface characterization of flat and rough films of perfluoromethacrylate-methylmethacrylate statistical copolymers synthesized in CO<sub>2</sub>-expanded monomers. *Colloid Polym Sci*, 291: 641–652.
- Darmanin T., Guittard F., 2014. Wettability of conducting polymers: From superhydrophilicity to superoleophobicity. *Progress in Polymer Science*, 39: 656–682.
- Dong F., Ha C., 2010. Superhydrophobic and Oleophobic Surfaces Fabricated from Incompletely Condensed Polyhedral Oligomeric Silsesquioxane. *Macromolecular Research*, 19: 101-104.
- Erbil H.Y., 2006. *Surface Chemistry Of Solid and Liquid Interfaces*. Blackwell Publishing, Oxford, 368.
- Fabbri P., Messori M., Montecchi M., Pilati F., Taurino R., Tonelli C., Toselli M., 2006. Surface Properties of Fluorinated Hybrid Coatings. *Journal of Applied Polymer Science*, 102: 1483–1488.



- Ge D., Yang L., Zhang Y., Rahmawan Y., Yang S., 2014. Transparent and Superamphiphobic Surfaces from One-Step Spray Coating of Stringed Silica Nanoparticle/Sol Solutions. *Part. Part. Syst. Charact.*, 31: 763–770.
- Goto Y., Takashima H., Takishita K., Sawada H., 2011. Creation of coating surfaces possessing superhydrophobic and superoleophobic characteristics with fluoroalkyl end-capped vinyltrimethoxysilane oligomeric nanocomposites having biphenylene segments. *Journal of Colloid and Interface Science*, 362: 375–381.
- Guo Z., Liu W., Su B.L., 2011. Superhydrophobic surfaces: From natural to biomimetic to functional. *Journal of Colloid and Interface Science*, 353: 335–355.
- Hall D.B., Underhill P., Torkelson J.M., 1998. Spin Coating of Thin and Ultrathin Polymer Films. *Polymer Engineering and Science*, 38: 2039-2045.
- Hikita M., Tanaka K., Nakamura T., Kajiyama T., Takahara A., 2005. Super-Liquid-Repellent Surfaces Prepared by Colloidal Silica Nanoparticles Covered with Fluoroalkyl Groups. *Langmuir*, 21: 7299-7302.
- Hoebbel D., Weber C., Schmidt H., 2002. Synthesis and Properties of Perfluoroalkyl Groups Containing Double Four-Ring Spherosilicate (Siloxysilsesquioxane) Precursors. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 24: 121–129.
- Hozumi A., McCarthy T.J., 2010. Ultralyophobic Oxidized Aluminum Surfaces Exhibiting Negligible Contact Angle Hysteresis. *Langmuir*, 26: 2567–2573.
- Hsieh C., Wu F, Chen W., 2009. Superhydrophobicity and superoleophobicity from hierarchical silica sphere stacking layers. *Materials Chemistry and Physics*, 121: 14–21.
- Kessman A.J., Cairns D.R., 2011. Template-assisted encapsulation of fluorinated silanes in silica films for sustained hydrophobic–oleophobic functionality. *Journal of Colloid and Interface Science*, 360: 785–792.
- Kontos A.I., Kontos A.G., Tsoukleris D.S., Vlachos G.D., Falaras P., 2007. Superhydrophilicity and Photocatalytic Property of Nanocrystalline Titania Sol–Gel Films. *Thin Solid Films*, 515: 7370–7375.

- Kota A.K., Li Y., Mabry J.M., Tuteja A., 2013. Hierarchically Structured Superoleophobic Surfaces with Ultralow Contact Angle Hysteresis. *Adv. Mater.*, 24: 5838–5843.
- Lakshmi R.V., Bharathidasan T., Bera P., Basu B.J., 2012. Fabrication of superhydrophobic and oleophobic sol–gel nanocomposite coating. *Surface & Coatings Technology*, 206: 3888–3894.
- Lenz P., 1999. Wetting Phenomena on Structured Surfaces. *Adv. Mater*, 11: 18.
- Li Y., Zhu X., Zhou X., Ge B., Chen S., Wu W., 2014. A facile way to fabricate a superamphiphobic surface. *Appl. Phys. A.*, 115:765–770.
- Li W., Junyan L., Ling H., 2014. Superhydrophobic and oleophobic surface from fluoropolymer–SiO<sub>2</sub> hybrid nanocomposites. *Journal of Colloid and Interface Science*, 435: 75–82.
- Liu X., Liang Y., Zhou F., Liu W., 2012. Extreme wettability and tunable adhesion: biomimicking beyond nature. *Soft Matter*, 8: 2070–2086.
- Luo Z. K., Chen P. Q., Wang F., Pang Y., Xu Y. H., Hong Y. R., Zhao X., 2015. Preparation of amphiphobic coating by combining fluoroalkyl silane with nano-SiO<sub>2</sub>. *Phys. Status Solidi A*, 1–6.
- Ma M., Hill R.M., 2006. Superhydrophobic surfaces. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 11: 193–202.
- Miwa M, Nakajima A, Fujishima A., Hashimoto K., Watanabe T., 2000. Effects of the Surface Roughness on Sliding Angles of Water Droplets on Superhydrophobic Surfaces. *Langmuir*, 16: 5754-5760.
- Nagappan S., Choi M.C., Sung G., Park S. S., Moorthy M.S., Chu S. W., Lee W. K., Ha C.S., 2013. Highly Transparent, Hydrophobic Fluorinated Polymethylsiloxane/Silica Organic-Inorganic Hybrids for Anti-Stain Coating. *Macromolecular Research*, Vol. 21, 6: 669-680.
- Park J., Urata C., Mashed B., Cheng D.F., Hozumi A., 2013. Long perfluoroalkyl chains are not required for dynamically oleophobic surfaces. *Green Chem.*, 15: 100–104.
- Pereira C., Alves C., Monteiro A., Magen C., Pereira A.M., Ibarra A., Ibarra M.R., Tavares P.B., Araujo J.P., Blanco G., Pintado J.M., Carvalho A.P., Pires J., Pereira M.F.R.,

- Freire C., 2011. Designing Novel Hybrid Materials by One-Pot Co-condensation: From Hydrophobic Mesoporous Silica Nanoparticles to Superamphiphobic Cotton Textiles. *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 3: 2289–2299.
- Phani A.R., 2006. Structural, morphological, wettability and thermal resistance properties of hydro-oleophobic thin films prepared by a wet chemical process. *Applied Surface Science*, 253: 873–1881.
- Quere D., 2005. Non-sticking drops. *Rep. Prog. Phys.*, 68: 2495–2532.
- Saito T., Tsushima Y., Sawada H., 2015. Facile creation of superoleophobic and superhydrophilic surface by using fluoroalkyl end-capped vinyltrimethoxysilane oligomer/calcium silicide nanocomposites—development of these nanocomposites to environmental cyclical type-fluorine recycle through formation of calcium fluoride. *Colloid Polym Sci.*, 293: 65–73.
- Schmidt H., 1998. Chemistry of Material Preparation by the Sol-gel Process. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 100: 51-64.
- Shih S.J., Choy Y.J., Panjaitian L.V.P., 2013. Synthesis and Characterization of Spray Pyrolyzed Mesoporous Bioactive Glass. *Ceramics International*, 39: 8773–8779.
- Sung G., Choi M.C., Nagappan S., Lee W., Han M., Ha C., 2013. Polynorbornene/fluorosilica hybrids for hydrophobic and oleophobic coatings. *Polym. Bull.*, 70: 619–630.
- Tatar P., Kiraz N., Asiltürk M., Sayılkan F., Arpaç E., 2007. Antibacterial Thin Films on Glass Substrate by Sol–Gel Process. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 17: 525-533.
- Tuteja A., Choi W., Ma M., Mabry J. M., Mazzella S.A., Rutledge G.C., McKinley G.H., Cohen R. E., 2007. Designing Superoleophobic Surfaces. *Science Mag*, Vol. 318.
- Urata C., Mashedier B., Cheng D. F., Hozumi A., 2012. How To Reduce Resistance to Movement of Alkane Liquid Drops Across Tilted Surfaces Without Relying on Surface Roughening and Perfluorination. *Langmuir*, 28: 17681–17689.
- Vasiljevic J., Tomsic B., Jerman I., Orel B., Jaksa G., Kovac J., Simoncic B., 2014. Multifunctional superhydrophobic/oleophobic and flameretardant cellulose fibres

- with improved ice-releasing properties and passive antibacterial activity prepared via the sol-gel method. *J Sol-Gel Sci Technol.*, 70: 385–399.
- Vogler E.A., 1998. Structure and reactivity of water at biomaterial surfaces. *Advances in Colloid and Interface Science*, 74: 69-117.
- Wang S., Guo X., Xie Y., Liu L., Yang H., Zhu R., Gong J., Peng L., Ding W., 2012. Preparation of superhydrophobic silica film on Mg–Nd–Zn–Zr magnesium alloy with enhanced corrosion resistance by combining micro-arc oxidation and sol-gel method. *Surface & Coatings Technology*, 213: 192–201.
- Xiong D., Liu G, Duncan E.J.S., 2013. Robust amphiphobic coatings from bi-functional silica particles on flat substrates. *Polymer* 54: 3008-3016.
- Yan L., Lv H., Wang C., Yua X., 2011. Hydro-oleophobic silica antireflective films with high laser-damage threshold. *Optics & Laser Technology*, 43: 232–236.
- Yang H., Zhang X., Cai Z., Pi P., Zheng D., Wen X., Cheng J. a, Yang Z., 2011. Functional silica film on stainless steel mesh with tunable wettability. *Surface & Coatings Technology*, 205: 5387–5393.
- Zhang J., Seeger S., 2011. Superoleophobic Coatings with Ultralow Sliding Angles Based on Silicone Nanofilaments. *Angew. Chem. Int. Ed.*, 50: 6652 –6656.
- Zhu X., Loo H., Bai R., 2013. A novel membrane showing both hydrophilic and oleophobic surface properties and its non-fouling performances for potential water treatment applications. *Journal of Membrane Science*, 436: 47–56.

## ÖZGEÇMİŞ

### KİŞİSEL BİLGİLER

**Adı Soyadı:** Özge MUTLU

**Doğum Yeri:** Çan/Çanakkale

**Doğum Tarihi:** 15/03/1989

### EĞİTİM DURUMU

**Lisans Öğrenimi:** Gazi Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü (2007-2013)

**Yüksek Lisans Öğrenimi:** Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Biyomühendislik ve Malzeme Mühendisliği Bölümü (2014-2016)

**Bildiği Yabancı Diller:** İngilizce

### BİLİMSEL FAALİYETLERİ

#### Bildiriler:

Mutlu Ö., **Cengiz U.**, "Sol-gel tekniği ile ışık geçiren süperhidrofobik yüzey sentezi" 27. Ulusal Kimya Kongresi, ÇANAKKALE, 23-28 Ağustos, 2015. (POSTER).

**Cengiz U.**, Mutlu Ö. " The roughness effect on dynamic oleophobic organic/inorganic hybrid surface" 2 nd International Conference on Organic Electronic Material Technologies (OEMT2016), TURKEY, May 17-19, 2016.

**Cengiz U.**, Mutlu Ö. "Fabrication of dynamically oleophobic surfaces by sol-gel method" 6<sup>th</sup> International Colloids Conference, GERMANY, 19-22 June, 2016. (POSTER).

Mutlu Ö., **Cengiz U.**, "Dinamik yağ itici Polimer Kompozit Yüzey Sentezi" 6. Ulusal Polimer Bilim ve Teknolojisi Kongresi, Ankara, 04-09 Ekim, 2016.

#### Katıldığı Projeler

Proje No: TUBİTAK-MAG, 114M475

Proje İsmi: Kendi kendini temizleyen yağ itici cam ve seramik yüzeylerin sentezi

### İŞ DENEYİMİ

Çalıştığı Kurumlar ve Yıl :

## **İLETİŞİM**

**E-posta Adresi:** [mutluozge17@gmail.com](mailto:mutluozge17@gmail.com)

