

**T.C.**  
**ÇANAKKALE ONSEKİZ MART ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**FİZİK ANABİLİM DALI**  
**DOKTORA TEZİ**

**SEÇİLMİŞ ORGANİK MALZEMELERİN İNCE FİLM**  
**VE ORGANİK BUHAR SENSÖRÜ ÖZELLİKLERİNİN**  
**İNCELENMESİ**

**Sibel ŞEN**

**Danışman**

**Prof. Dr. Mehmet Emin ÖZEL**

**Eş Danışman**

**Prof. Dr. Rifat ÇAPAN**

**Aralık, 2008**

**ÇANAKKALE**

**SEÇİLMİŞ ORGANİK MALZEMELERİN İNCE  
FİLM VE ORGANİK BUHAR SENSÖRÜ  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü  
Doktora Tezi  
Fizik Bölümü, Atom Molekül Fiziği Anabilim Dalı**

---

**Sibel ŞEN**

**Danışman**

**Prof. Dr. Mehmet Emin ÖZEL**

**Eş Danışman**

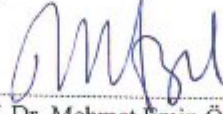
**Prof. Dr. Rifat ÇAPAN**

**Aralık, 2008**

**ÇANAKKALE**

YÜKSEK LİSANS/DOKTORA TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

SİBEL ŞEN, tarafından PROF. DR. MEHMET EMİN ÖZEL VE PROF. DR. RIFAT ÇAPAN yönetiminde hazırlanan "SEÇİLMİŞ ORGANİK MALZEMELERİN İNCE FİLM VE ORGANİK BUHAR SENSÖRÜ ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ" başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.



Prof. Dr. Mehmet Emin ÖZEL

Yönetici



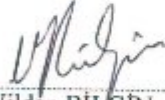
Prof. Dr. Osman DEMİRCAN

Jüri Üyesi



Doç. Dr. Asuman AYDIN

Jüri Üyesi



Doç. Dr. Vildan BİLGİN

Jüri Üyesi



Yard. Doç. Dr. Hilal GÖKTAŞ

Jüri Üyesi

Sıra No:.....

Tez Savunma Tarihi:04/12/2008

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

## TEŞEKKÜR

Öğrencileri olduğum andan itibaren öğrenimimin her aşamasında ve bu tezin hazırlanmasında değerli desteklerini benden esirgemeyen, hayatın her alanında beni doğruya teşvik eden danışmanlarım Sayın Prof. Dr. Mehmet Emin ÖZEL'e ve Sayın Prof. Dr. Rıfat ÇAPAN'a saygılarımı ve teşekkürlerimi sunmayı büyük bir borç bilirim.

Çalışmamızda kullanılan kimyasal materyalleri sentezleyen Balıkesir Üniversitesi Kimya Bölümü öğretim üyesi Sayın Doç. Dr. Hilmi NAMLI ve aynı bölümden Arş. Gör. Onur TURHAN'a, tez çalışmamızın Sheffield Hallam Üniversitesi Materyal Mühendisliği Bölümü'nde gerçekleşen kısmında büyük katkıları olan sayın Aseel HASSAN'a saygılarımı ve teşekkürlerimi sunarım.

Balıkesir Üniversitesi LB İnce Film Üretimi ve Karakterizasyonu Laboratuvarında çalışmaya başladığım ilk günden itibaren benden hem bilgi ve hem de manevi desteklerini esirgemeyen çalışma arkadaşlarım Arş. Gör. İnci ÇAPAN, Arş. Gör. Murat EVYAPAN, Yaser AÇIKBAŞ ve Zikriye ÖZBEK'e de çok teşekkür ederim.

Tezim esnasında maddi ve manevi yardım ve desteklerini esirgemeyen sevgili ailem ve özellikle eşime sabır ve destekleri için çok teşekkür ederim.

Sibel ŞEN

## SİMGELER VE KISALTMALAR

LB	: Langmuir-Blodgett,
SC	: Spin Kaplama, (Spin Coating),
QCM	: Kuartz Kristal Mikrobalans, (Quartz Crystal Microbalance ),
SE	: Spektroskopik Elipsometri, (Spectroscopic Ellipsometry),
UV	: Morötesi, (Ultraviolet),
SPR	:Yüzey Plazma Rezonansı, (Surface Plasmon Resonance),
$\gamma$	:Yüzey gerilimi,
$G$	: Gibbs serbest enerjisi,
$s$	:Yüzey alanı,
$T$	: Sıcaklık,
$P$	: Basınç,
$n_i$	: Bileşim,
$\eta$	: Sıvı akışkanlığı,
$\rho$	: Sıvı yoğunluğu,
$v$	: Sıvı akış hızı,
$\omega$	: SC tekniğinde dönüş frekansı,
$h_f$	: SC yöntemiyle elde edilen film kalınlığı,
$d$	: İnce film kalınlığı,
$A$	: Soğurma şiddeti,
$I_0$	: Yüzeğe gelen ışının şiddeti,
$I$	: Örnekten saçılan ışının şiddeti,
$\varepsilon$	: Molar soğurma katsayısı,
$b$	: Işığın madde içinde aldığı yol,
$c$	: Çözelti konsantrasyonu,
$N$	: LB ince film tabaka sayısı,
$\beta$	: İnce film faz kalınlığı,
$n_l$	: İnce filmin kırılma indisi,
$\lambda$	: Dalga boyu,
$\theta_1$	: Geliş açısı,
$r_{top}$	: Katlı saçılmalar için toplam yansıma,

- $R^P, R^S$  : Fresnel kırılma katsayıları,  
 $f_0$  : Boş kuartz kristalinin rezonans (tınılama) frekansı,  
 $\Delta m$  : Kuartz üzerine eklenen kütle,  
 $\rho_q$  : Kuartzın bilinen yoğunluğu (2,648g/cm<sup>3</sup>),  
 $\mu_q$  : Kuartzın kırılma modülü (2,947 x 10<sup>11</sup> g cm<sup>-1</sup> s<sup>-2</sup>),  
 $S$  : Gaz hassasiyeti,  
 $R_{gaz}$  : İnce filmin buharla etkileşmesi sırasındaki tepki,  
 $R_{hava}$  : Sisteme hava verildiğindeki tepkidir.

# SEÇİLMİŞ ORGANİK MALZEMELERİN İNCE FİLM VE ORGANİK BUHAR SENSÖRÜ ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

## ÖZET

Bu çalışmada seçilmiş bazı fitalimit türü moleküllerin p-fitalimidobenzoik asit (FİBA) ve (N-fitalimido) p-aminobenzoik asit (FİABA) ince film özelliklerinin belirlenmesi amacıyla Langmuir-Blodgett (LB) ve Spin Kaplama (SC) yöntemleri kullanılmış ve bu moleküller, kalınlıkları belirlenebilen ince filmler olarak elde edilmişlerdir. Elde edilen filmlerin yüzey tanımlaması (yüzey karakterizasyonu) Atomik Kuvvet Mikroskopisi (AFM) yöntemiyle yapılmıştır. Aynı ince filmlerin soğurma özellikleri de morötesi (UV)-görünür bölge spektroskopisi yöntemiyle belirlenmiş; SC ince filmlerin kalınlıkları ise Spektroskopik Elipsometri (SE) yöntemiyle elde edilmiştir. Söz konusu ince filmlerin pratik uygulamalı projeler açısından hangi organik buharlara duyarlı olduklarını belirlemek için de Yüzey Plazma Rezonansı (SPR) yöntemi uygulanmıştır. Sonuçta FİBA ve FİABA moleküllerinin benzen, siglohegzan, dikloroetan, diklorometan, ksilen, toluen, 2-propanol, etanol ve metanol buharlarına karşı tepkileri ölçülerek pratik gaz sensörü olarak potansiyelleri incelenmiştir. Bu organik bileşenlerden FİBA molekülüne ait filmlerin 2-propanol, etanol ve metanol buharlarına ve FİABA molekülüne ait filmlerin 2-propanol, etanol, metanol ve diklorometan buharlarına iyi tepki verdikleri tespit edilmiştir.

**Anahtar Sözcükler:** Fitalimitler, Langmuir-Blodgett ince film yöntemi, Spin kaplama ince film yöntemi, UV-görünür bölge spektroskopisi, Atomik kuvvet mikroskopisi, Spektroskopik elipsometri, Yüzey plazma rezonansı ve Gaz sensörleri

Hazırlanan bu Doktora tezi BAP tarafından 111/05 no'lu projeden desteklenmiştir.

# INVESTIGATION OF THIN FILM AND ORGANIC VAPOUR SENSOR PROPERTIES OF SELECTED ORGANIC MATERIALS

## ABSTRACT

In this study, for the determination of thin film properties of some phthalimide derivative molecules p-fitalimidobenzoik Asit (FIBA) ve (N-fitalimido) p-aminobenzoik asit (FIABA) were used Langmuir-Blodgett (LB) and Spin Coating (SC) methods and those molecules were obtained as the thin films which are determined their thickness. Surface investigations of obtained films were made using Atomic Force Microscopy (AFM). Absorption properties of same thin films were determined using Ultraviolet-visible spectroscopy; thicknesses of the spin coated thin films were obtained using Spectroscopic Ellipsometry (SE). For the practical application project, for the determination of those thin films, for which organic vapours sensitive were applied Surface Plasmon Resonance (SPR). As a result, responses of the FIBA and FIABA molecules were measured versus benzene, cyclohexane, dichloroethane, dichloromethane, xylene, toluene, 2-prophanol, ethanol and methanol vapours and potentials of those molecules were investigated as the gas sensors. FIBA thin films have good response for 2-prophanol, ethanol and methanol vapours and FIABA thin films have good response for 2-prophanol, ethanol, methanol and dichloromethane vapours were established.

**Key Words:** Phthalimides, Langmuir-Blodgett Thin Film Method, Spin Coating Thin Film Method, UV-visible Spectroscopy, Atomic force microscopy, Spectroscopic Ellipsometry, Surface Plasmon Resonance and Gas Sensors

The present Ph.D. thesis was supported by BAP under the project no of 111/05.

## İÇERİK



	<b>Sayfa</b>
TEZ SINAVI SONUÇ BELGESİ.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	iv
ÖZET.....	vi
ABSTRACT.....	vii
İÇERİK.....	viii
<b>BÖLÜM 1 - GİRİŞ.....</b>	<b>1</b>
<b>BÖLÜM 2 - LANGMUIR-BLODGETT VE SPİN KAPLAMA İNCE FİLM TEKNİKLERİ.....</b>	<b>3</b>
2.1. Langmuir-Blodgett İnce Film Tekniği.....	3
2.1.1. Yüzey Basınç / Alan Değişimleri.....	3
2.1.2. Langmuir-Blodgett Filmlerin Elde Edilmesi.....	5
2.1.3. Tekne Sisteminin Tanımlanması.....	6
2.1.4. Yüzey Basınç Ölçümü .....	7
2.1.5. Langmuir-Blodgett Film Çeşitleri.....	9
2.1.6. Langmuir-Blodgett Film Maddeleri.....	10
2.2. Spin Kaplama Yöntemi (Spin Coating Method(SC)).....	12
2.2.1. Spin Kaplama Yöntemi İçin Hidrodinamik Teori.....	13
<b>BÖLÜM 3- İNCE FİLM KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ .....</b>	<b>16</b>
3.1. UV-görünür Spektroskopisi.....	16
3.1.1. Beer-Lambert Yasası.....	16
3.2. Atomik Kuvvet Mikroskopisi .....	18
3.3. Spektroskopik Elipsometri .....	19
3.4. Yüzey Plazma Rezonansı .....	22
3.5. Kuartz Kristal Mikrobalans Tekniği.....	25

<b>BÖLÜM 4- GAZ SENSÖRLERİ.....</b>	<b>28</b>
4.1. Optik Sensörler .....	28
4.2. Elektrokimyasal Sensörler.....	29
<b>BÖLÜM 5- DENEYSEL BÖLÜM.....</b>	<b>31</b>
5.1. Giriş.....	31
5.2. P-Fitalimidobenzoik Asit ve (N-fitalimido) p-aminobenzoik Asit Molekülleri.....	31
5.3. P-fitalimidobenzoik Asit Maddesine Ait Ölçüm Sonuçları.....	33
5.3.1. Langmuir-Blodgett İnce Film Yöntemiyle Elde Edilen P-fitalimidobenzoik Asit İnce Filmlere Ait Deneysel Bulgular.....	33
5.3.1.1. Çözelti, Alttaş Hazırlama ve Teknenin Temizlenmesi .....	33
5.3.1.2. İzoterm Grafikleri.....	34
5.3.1.3. İnce Film Transfer İşlemi.....	35
5.3.1.4. UV-görünür Spektroskopisi Sonuçları.....	36
5.3.1.5. Atomik Kuvvet Mikroskopisi Sonuçları.....	39
5.3.2. Spin kaplama Yöntemiyle Elde Edilen P-fitalimidobenzoik Asit Filmlere Ait Deneysel Bulgular.....	44
5.3.2.1. Çözelti ve Alttaş Hazırlama.....	44
5.3.2.2. İnce Film Üretimi.....	44
5.3.2.3. UV-Görünür Bölge Spektroskopisi Sonuçları.....	45
5.3.2.4. Atomik Kuvvet Mikroskopisi Sonuçları.....	49
5.3.2.5. Spektroskopik Elipsometri Sonuçları.....	52
5.3.2.6. Yüzey Plazma Rezonansı Sonuçları.....	57
5.4. (N-fitalimido) p-aminobenzoik Asit Maddesine Ait Ölçüm Sonuçları.....	66
5.4.1. Langmuir-Blodgett İnce Film Yöntemiyle Elde Edilen (N-fitalimido) p-aminobenzoik Asit Filmlere Ait Deneysel Bulgular.....	66
5.4.1.1. İzoterm Grafikleri.....	66

5.4.1.2. İnce Film Transfer İşlemi.....	67
5.4.1.3. UV-Görünür Bölge Spektroskopisi Sonuçları .....	68
5.4.1.4. Atomik Kuvvet Mikroskopisi Sonuçları.....	71
5.4.2. Spin Kaplama Yöntemiyle Elde Edilen (N-fitalimido) p-aminobenzoik Asit Filmlere Ait Deneysel Bulgular .....	77
5.4.2.1. İnce Film Üretimi.....	77
5.4.2.2. UV-Görünür Bölge Spektroskopisi Sonuçları.....	77
5.4.2.3. Atomik Kuvvet Mikroskopisi Sonuçları.....	80
5.4.2.4. Spektroskopik Elipsometri Sonuçları .....	82
5.4.2.5. Yüzey Plazma Rezonansı Sonuçları.....	85
<b>BÖLÜM 6- SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....</b>	<b>93</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>97</b>
<b>Çizelgeler.....</b>	<b>i</b>
<b>Şekiller.....</b>	<b>ii</b>
<b>Yaşam Öyküsü.....</b>	<b>vi</b>

## BÖLÜM 1 - GİRİŞ

Organik ince filmler, çeşitli üretim yöntemleri kullanılarak ince tabakaların katı yüzey üzerine aktarılmasıyla elde edilmektedir. Bu filmlerin yaygın bir kullanım alanı olması nedeniyle uzun bir süredir araştırmacılar için büyük bir ilgi alanı oluşturmaktadır. Bu alanlardan bazıları, fizik, kimya, biyoloji, moleküler elektronik ve sensör çalışmaları olarak sıralanabilir.

Organik ince filmlerin elde edilmesi için koloid nano parçacıkların Self-assembly, Elektroaktarım, Sol-jel gibi kimyasal yöntemlerden başka, Elektrostatik self-assembly, Langmuir-Blodgett (LB) tekniği ve Spin Kaplama gibi birçok yöntemler mevcuttur (Cao, 2004).

LB ince film tekniği yaygın olarak ince film üretiminde kullanılmaktadır (Petty, 1996). Bu teknik sayesinde birçok molekülün katı yüzeyler üzerine oldukça düzenli yapıda ince filmler oluşturacak şekilde kaplama işlemi gerçekleştirilebilmektedir. Spin kaplama yöntemi ise LB yöntemine göre, çok pratik ve kısa sürede ince film elde edebilmeye imkan sağlaması açısından başta polimerler olmak üzere birçok molekülün ince film kaplamasında sıkça kullanılan bir yöntemdir.

Bu iki yöntem de ince film kaplamalarda oldukça iyi sonuçlar vermekle birlikte LB ince film yöntemi kullanılarak elde edilen filmlerin daha düzenli yapıya sahip olduğu bilinmektedir. Ayrıca LB ince film yöntemiyle elde edilen filmler için kalınlık kontrolü çok daha kolaydır. Spin kaplama yöntemi ise bize yaklaşık birkaç dakikada pratik ve ucuz şekilde ince film elde etme imkanı sağlaması açısından tercih edilecek bir yöntemdir. LB ve Spin Kaplama (Spin Coating(SC)) yöntemleri Bölüm 2’de detaylı bir şekilde anlatılacaktır.

Bu iki teknik yardımıyla elde edilen ince filmlerin karakterizasyon işlemlerinde kullanılan, Morötesi-görünür (Ultraviolet (UV)-visible) Spektroskopisi, Atomik Kuvvet Mikroskopisi (Atomic Force Microscopy (AFM)), Spektroskopik

Elipsometri (Spectroscopic Ellipsometry (SE)) , Yüzey Plazma Rezonansı (Surface Plasmon Resonance (SPR)) ve Kuartz Kristal Mikrobalsan (Quartz Crystal Microbalance (QCM)) teknikleri Bölüm 3’de anlatılmıştır.

Bu teknikler kullanılarak ince filmlerin birçok fiziksel ve sensör özellikleri hakkında bilgi sahibi olmak mümkündür. Filmlerin sensör özelliklerinin incelenmesi ve hangi gaz ya da buharlara tepki verdiğinin araştırılmasında kullanılan teknikler Bölüm 4’de kısaca özetlenmiştir.

5. Bölüm, doktora tezi kapsamında yapılan deneysel çalışmaları kapsamaktadır. Bu bölümde elde edilen deney sonuçları ve sonuçların değerlendirilmesi verilmektedir.

Bu tez çalışmasında, fizik, kimya ve biyoloji gibi temel bilim dallarının yanı sıra son zamanlarda özellikle ilaç uygulamalarında sıkça kullanılmakta olan fitalimit türevi p-fitalimidobenzoik asit (FİBA) ve (N-fitalimido) p-aminobenzoik asit (FİABA) molekülleri incelenmiştir (Ching ve diğ., 1998; Miyachi ve diğ., 1997; Lingappa ve diğ., 2007; Takami ve diğ., 2004; Verschueren ve diğ., 2005). Fitalimit türevi moleküller kolayca sentezlenmeleri ve ucuz maliyetleri sebebiyle bilimsel araştırmalarda sıkça tercih edilmektedirler. Benzer moleküller sensör araştırmalarında daha önce kullanılmıştır ve literatürde bu tür çalışmalar mevcuttur. (Vazquez ve diğ., 2004; Xing ve diğ., 2000; Ortica ve diğ., 2006). Bu moleküller yeni sentezlenmiş olup, ilk kez bu çalışmada kullanılmaktadır. İki moleküle ait ince film elde edilmesinde LB ince film ve Spin kaplama yöntemleri kullanılmıştır. Filmlerin üretim aşamasında UV-görünür spektroskopisinden yararlanılmıştır. İnce filmlerin yüzey morfolojilerinin incelenmesinde AFM yöntemi kullanılmıştır. SE yöntemi ise filmlere ait kalınlık ( $d$ ), kırılma indisi ( $n$ ), sönümlenme katsayısı ( $k$ ) gibi parametrelerin elde edilmesinde yardımcı olmuştur. SPR yöntemi, filmlerin organik buharlara tepkisinin araştırılmasındaki, sensör uygulamalarında kullanılmıştır.

Elde edilen sonuçların tartışılması 6. Bölümde yapılmıştır.

## BÖLÜM 2 - LANGMUIR-BLODGETT VE SPİN KAPLAMA İNCE FİLM TEKNİKLERİ

### 2.1. Langmuir-Blodgett İnce Film Tekniği

Sıvı yüzeylerin termodinamiği Gaines (Gaines, 1966) tarafından incelenmiş ve sıvı yüzeyindeki yüzey gerilimi ( $\gamma$ ) Denklem (2.1) ile tanımlanmıştır.

$$\gamma = \left( \frac{\partial G}{\partial s} \right)_{T,P,n_i} \quad (2.1)$$

$G$ : sistemin Gibbs serbest enerjisi,  $s$ : yüzey alanı,  $T$ : sıcaklık,  $P$ : basınç ve  $n_i$ : bileşimi olarak tanımlanır. Oda sıcaklığında ve atmosferik basınçta suyun yüzey gerilimi  $73 \text{ mNm}^{-1}$ 'dir (Roberts, 1990). Langmuir-Blodgett (LB) film maddeleri su yüzeyi üzerinde organize edilir.

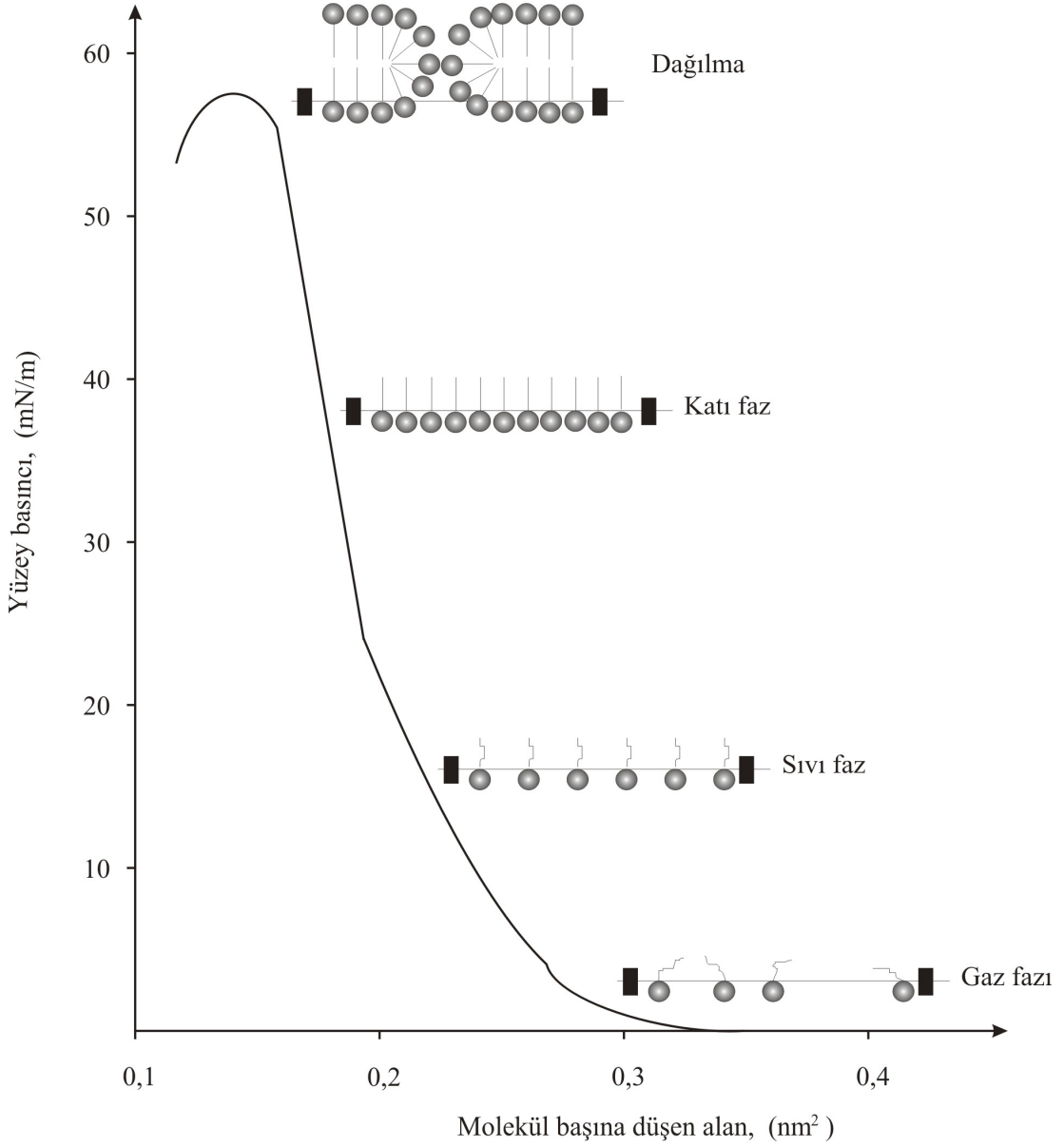
Organize edilen ince tabaka suyun yüzey geriliminde küçük bir etkiye sahiptir ancak moleküller birbirine temas edecek şekilde sıkıştırıldığında, basıncın iki boyutlu durumu 'yüzey basıncı' olarak adlandırılır ve  $\Pi$  harfiyle gösterilir. Yüzey basıncı Denklem (2.2)'de tanımlanmıştır.

$$\Pi = \gamma - \gamma_0 \quad (2.2)$$

$\gamma$ : tek tabakanın olmadığı durumdaki yüzey gerilimi ve  $\gamma_0$ : ise tek tabakanın varlığındaki yüzey gerilimini ifade eder. Bu bölümde LB ince film üretiminin detayları verilecektir.

#### 2.1.1. Yüzey Basıncı / Alan Değişimleri

Yüzey basınç/alan değişim grafiği su yüzeyindeki tipik bir LB molekülü için Şekil 2.1'de verilmektedir. Bu grafik izoterm grafiği olarak adlandırılır.



Şekil 2.1. Tipik bir LB ince film molekülüne ait yüzey basınç/alan grafiği.

Moleküller arası etkileşmenin az olduğu ve yüzey basıncının düşük olduğu durumlar 'gaz fazı' olarak tanımlanır. Şekil 2.1'de görüldüğü gibi moleküller arası uzaklık azaldığında, yüzey basıncı artmaktadır. Bu durum moleküller etkileşmenin arttığı şeklinde açıklanır ve 'sıvı faz' olarak tanımlanır. Moleküller birbirine yaklaşıp düzenli bir yapı oluşturduğunda, yüzey alanının sabit kalmasına karşın yüzey basıncı hızla artar. Bu durum 'katı faz' olarak adlandırılır ve LB üretimi bu durumda gerçekleştirilir. Daha fazla sıkıştırıldığında düzenli yapı bozularak moleküllerin

düzensiz bir şekilde gelişi güzel bir yapı oluşturduğu gözlenir. Bu durum ‘dağılma’ olarak adlandırılır.

### 2.1.2. Langmuir-Blodgett Filmlerin Elde Edilmesi

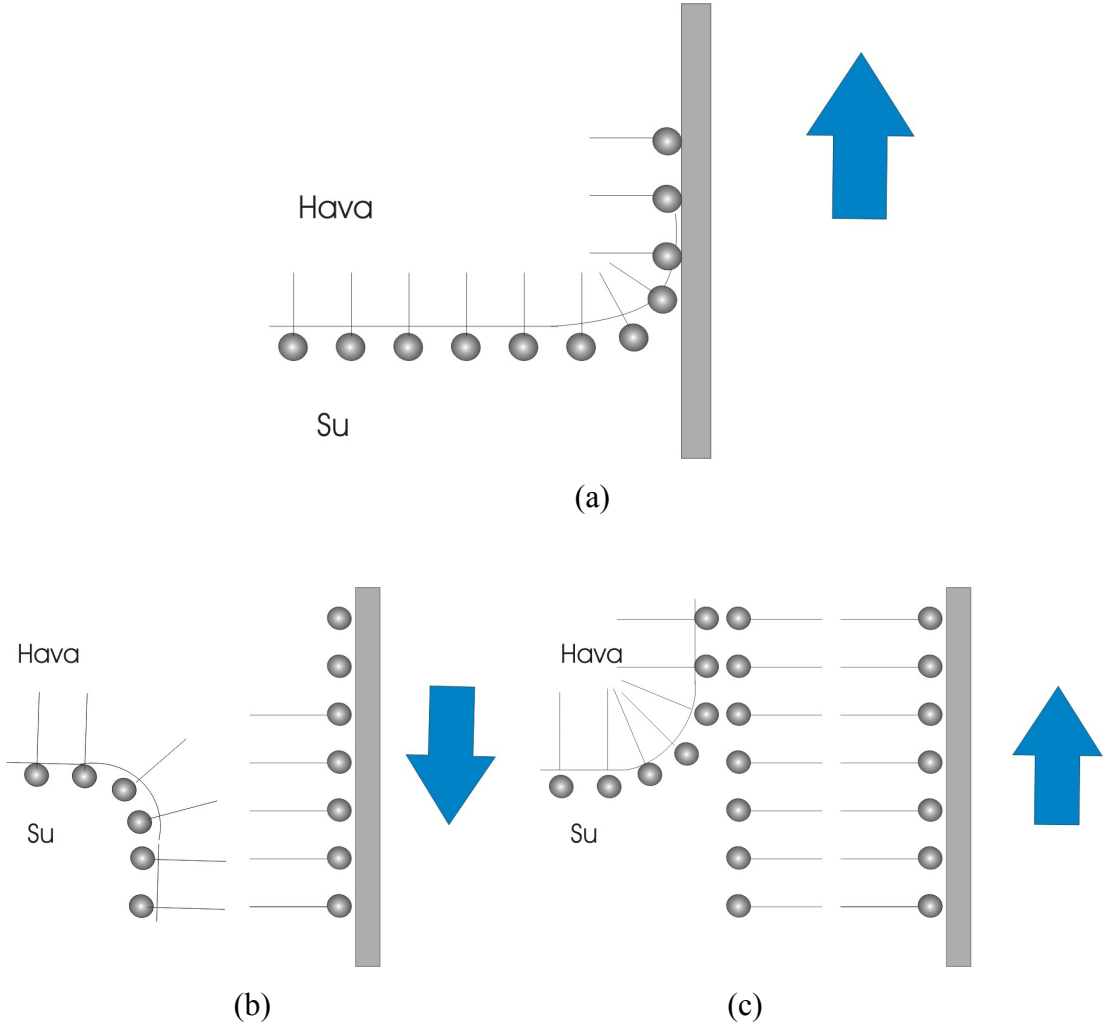
LB film kaplama işlemi, su yüzeyindeki tek tabaka, katı faz durumunda iken yapılır. Eğer üzerine kaplama yapılacak katı tabaka suyu seven özelliğe sahipse, transfer işlemi Şekil 2.2’deki gibi devam eder. Alttaş Şekil 2.2 (a)’daki gibi su içerisinden hava yüzeyine doğru hareket ettirilir. İkinci ince film tabakası Şekil 2.2 (b)’deki gibi devam eder. Burada ince tabakanın kuyruk gruplarıyla su yüzeyi üzerindeki ince tabakanın kuyruk grupları yüz yüze gelecek şekilde ikinci bir tabaka alttaş üzerine aktarılır. Üçüncü tabaka ise, ikinci tabakanın suyu seven grupları arasındaki etkileşmeler sonucunda Şekil 2.2 (c)’de gösterildiği gibi gerçekleşir.

Su yüzeyindeki tek tabakanın alttaş üzerine transfer oranı, elde edilen ince filmin kalitesi hakkında önemli bilgiler içerir ve su yüzeyindeki tek tabakadan ayrılan yüzey alanının tek tabakayla kaplanan alttaşın yüzeyine oranı olarak tarif edilir. Transfer oranı olarak bilinen  $\tau$  şu şekilde tanımlanır:

$$\tau = \frac{A_L}{A_S} \quad (2.3)$$

$A_L$ : su yüzeyinde bulunan tek tabakanın alanındaki azalma miktarı ve  $A_S$ : alttaş üzerinde kaplanan alandır.

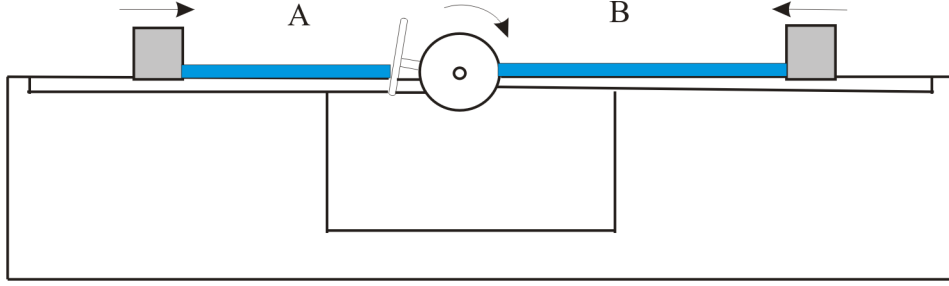




Şekil 2.2. LB ince film üretimi aşamaları.

### 2.1.3. Tekne Sisteminin Tanımlanması

Modern LB teknelerinin çoğu Şekil 2.3'deki gibi, alternatif LB tabaka transferi için döner dalış mekanizmasına sahiptir. Bu sistemde alttaş Poli(tetrafloroetilen) (PTFE)'den yapılmış ve tekneyi A ve B vagonlarına bölen bir döner mekanizma üzerinde sabitlenir. Dönüş esnasında şekilde görüldüğü gibi örnek, önce A vagonundaki tek tabakadan çıkar ve daha sonra B vagonundaki tek tabakaya doğru dalar. Alttaşın her dalışında veya çıkışında ince tabakalar alttaş üzerine transfer edilir.

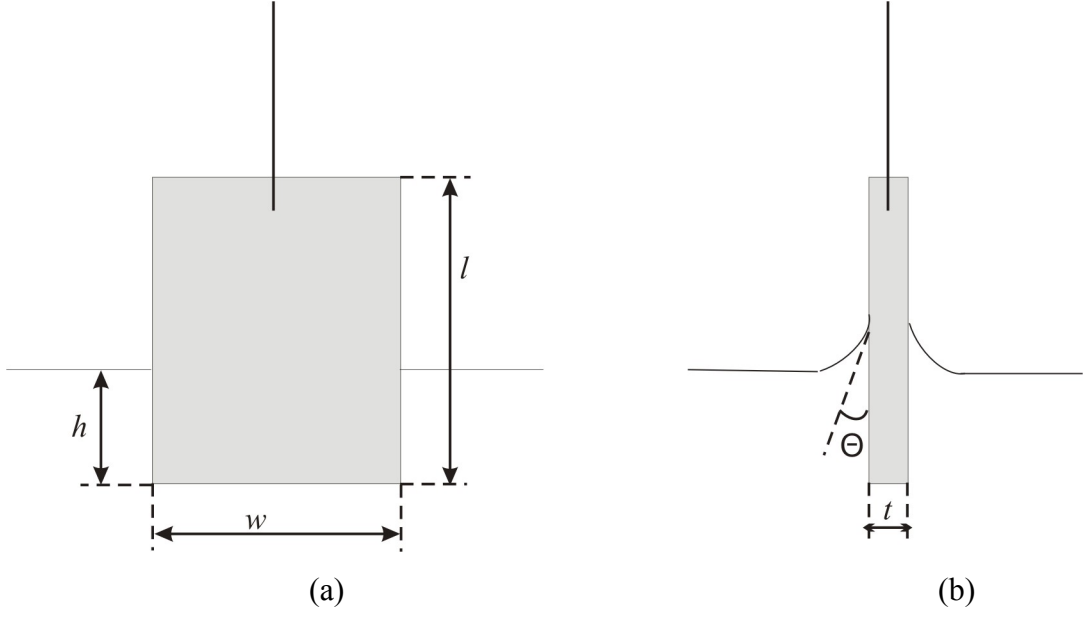


Şekil 2.3. Çift vagonlu LB film teknesi.

#### 2.1.4. Yüzey Basınç Ölçümü

Yüzey basıncı ölçümlerinde Langmuir denge (Langmuir, 1917) ve Wilhelmy tabaka (Roberts, 1990) olarak adlandırılan iki temel yaklaşım mevcuttur. Langmuir denge metodu LB ince film uygulamalarının ilk yıllarında kullanılmıştır. Burada ana unsur saf su yüzeyindeki tek tabakayla kaplı yüzeydir. Çubuktaki gerilme yüzey basıncıyla bağlantılıdır. Bu metodta yüzey basıncını tam olarak vermekle birlikte tekneyi oluşturan vagonların ayrılması, bölmelerin temizliği ve titreme gibi nedenlerden dolayı kullanım güçlükleri mevcuttur.

Günümüzde Wilhelmy plaka yöntemi sıkça kullanılmaktadır. Burada ölçüm sonucunu elde etmek için, su yüzeyine kısmen daldırılmış bir cisim kullanılır. Bu sayede yüzeydeki gerilim sebebiyle oluşan kuvvet ölçülebilir. Bu yöntemin hassasiyeti yaklaşık olarak  $5 \times 10^{-3} \text{ mNm}^{-1}$ 'dir. Şekil 2.4'de ölçüm sistemi görülmektedir. Tabakadaki kuvvet aktifliği kütle çekimi, aşağı doğru olan yüzey gerilimi ve yukarı doğru suyun kaldırmasıyla ilgilidir.



Şekil 2.4. Wilhelmy plakası (a) önden görünüş, (b) yandan görünüş.

$l$ ,  $w$  ve  $t$  dikdörtgen plakanın boyutlarıdır.  $\rho_p$ : tabakanın üretildiği materyalin yoğunluğu,  $h$ : batma derinliği ve  $\rho_L$ : sıvı yoğunluğu olmak üzere aşağı doğru net kuvvet  $F$  (Roberts, 1990);

$$F = \rho_p g l w t + 2\gamma(t + w) \cos\theta - \rho_L g l w t \quad (2.4)$$

formülüyle ifade edilir. Burada  $\gamma$ : sıvının yüzey gerilimi,  $\theta$ : katı tabakaya değme açısı ve  $g$ : kütle çekim sabitidir.

Wilhelmy denge tekniğinin kullanımı için alışılmış prosedürde tabakanın tamamen ıslanması gerekir ve yüzey basıncı değiştiğinde, ölçüm hem sabit tabaka için  $F$  hem de uygulanan sabit kuvvet için  $h$  değişir.  $\Delta F$  yüzey gerilimindeki değişikliği

$$\Delta \gamma = \Delta F / 2(t + w) \quad (2.5)$$

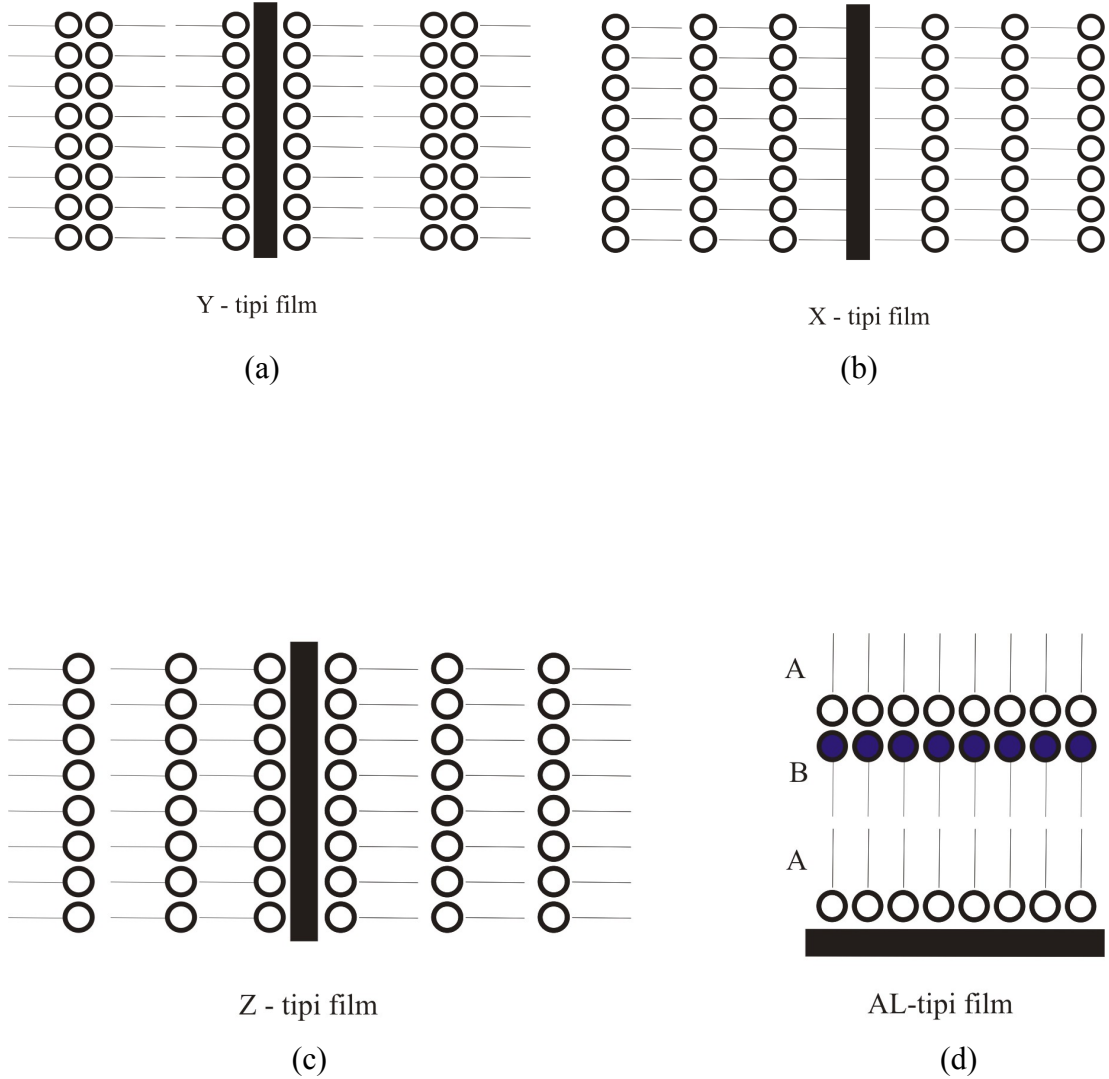
formülüyle ifade edilir. Tabaka için  $t \ll w$  durumunda formül

$$\Delta \gamma = \Delta F / 2w \quad (2.6)$$

şeklinde elde edilir. Tek tabaka ölçümlerinde yüzey basıncının ölçümleri önemlidir.

### 2.1.5. Langmuir-Blodgett İnce Film Çeşitleri

LB film çeşitleri dört ayrı şekilde olup Şekil 2.5’de gösterilmiştir. Bunlardan Y-tipi kafa-kafa ve kuyruk-kuyruk düzenlenmesi şeklindedir. Bu tip LB film simetrik yapıdadır. X-tipi LB filmler kuyruk-kafa-kuyruk ve Z-tipi LB filmler kafa-kuyruk-kafa şeklinde organize olurlar. Alternata-layer (AL)-tipi LB filmler iki farklı molekül kullanılarak elde edilirler ve simetrik olmayan bir yapıya sahiptirler.



Şekil 2.5. LB film çeşitler (a) Y-tipi, (b) X-tipi, (c) Z-tipi, (d) AL-tipi.

### 2.1.6. Langmuir-Blodgett Film Maddeleri

LB film maddelerinden amfifilleri (Birdi, 1999) kısaca açıklamak oldukça yararlı olacaktır. Amfifiller, suda çözünmedikleri halde hidrofilik grup içeren moleküllerdir. Bu nedenle amfifiller aynı zamanda polar çözücülerde çözünebilen ancak molekülün hava su ara yüzeyinde batmamasını sağlayan hidrofobik kuyruk grubu içerir. Amfifillerin en bilinen örneği, sterik asit ( $C_{12}H_{25}CO_2H$ ) molekülüdür. Bu moleküldeki uzun hidrokarbon kuyruk  $C_{12}H_{25}$  hidrofobik özelliğe, karboksilik asit kafa grubu ise  $CO_2H$  hidrofilik özelliğe sahiptir. Amfifiller, hem hidrofobik ve hem de hidrofilik grup içerdiği için, hava ve su ara yüzeyinde kalabilirler. Bu özellikleri nedeniyle moleküller yüzey aktif maddeler olarak adlandırılırlar. Bununla birlikte, sudaki amfifilik moleküllerin kararlılığı, alkali zincir uzunluğu ve onun hidrofilik kafa grubundaki gücünün dengesine bağlıdır. LB film araştırmalarında kullanılan bazı organik maddeler Tablo 2.1'de başlıklar altında verilmiştir (Çapan, 2004).

Tablo 2.1. LB film arařtırmalarında kullanılan bazı organik maddeler (Çapan, 2004)

<b>Materyal</b>	<b>Bileşen sınıfı</b>	<b>Örnek</b>	<b>Referanslar</b>
Yağ asitleri ve türevleri	Alkoller	Steril alkol	(Honig ve diğ., 1973)
	Esterler	Etil sterat	(Villares, 2008)
	Aminler	Dokosil-amin	(Gaines, 1966)
Aromatik bileşenler	Benzen türevleri	Tetradesil-benzoik asit	(Naselli ve diğ., 1985)
	Polisilik aromatik hidrokarbanlar	Antrasen türevleri	(Hussain ve diğ., 2005)
	Heterosilik bileşenler	N-dokosil-piridinyum	(Teixier, 1985)
Boyalar		Siyanin, Hemisiyanin	(Jeđrzejewska ve Rudnicki, 2009)
Porpirin ve Fitalosiyeninler		Tetrapenilporpirin, Tetra-t-bütülfitalosiyenin	(Bull ve Bulkowski, 1983; Baker ve diğ., 1983)
Yük transfer kom pleksleri		Tetratifulvalen, Tetrasiyanoquinodimetan	(Bryce ve Petty, 1994)
Polimerler	Preform polimerler	Silikon kopolimer	(Gaines, 1966)
	Çift bağı karbon içeren polimerler	Vinil siterat	(Sekp ve Ichimura, 2002)
	Diasetlenler	Hidrofilik gruba sahip uzun zincirli diasetlenler	(Tieke ve diğ., 1977)
Biyolojik bileşenler	Fosfolipidler	1,2dipalmi-gliserefosfotidik asit (DPPA)	(Behera ve Raj, 2007)
	Pigmentler	Keratenoidler	(Williams ve diğ., 1993)
	Peptitler ve proteinler	Aminoasit ve polipeptitler	(Petty, 1996)

## 2.2. Spin Kaplama Yöntemi (Spin Coating Method (SC))

Spin kaplama yöntemi son on yıldır katı yüzeyler üzerine polimer kaplamada ve özellikle mikro elektronik cihazların üretiminde fotoresist depolamada kullanılan tekniktir. Dakikada binlerce dönüş yapan bir alttaş üzerine kaplama yapılacak maddeden elde edilen çözeltisi dökülür. Merkezil kuvvetin etkisi altında çözelti tüm alttaş üzerine düzgün şekilde yayılır. Dönme esnasında çözücünün buharlaşmasıyla alttaş üzerinde ince film tabakaları oluşur. Şekil 2.6 tipik bir spin kaplama cihazının fotoğrafını göstermektedir.



Şekil 2.6. Spin kaplama cihazı.

Spin kaplama işlemi teorik olarak dört aşamadan oluşur. (1) Katı yüzeye çözeltinin yayılması, (2) dönüş hızının belirli bir değere kadar artması, (3) bu hızda dönen çözeltinin hız ve akışkanlığa bağlı olarak ince film tabakasının oluşması, (4) çözücünün uçmasıyla birlikte ince film kaplamasının tamamlanması.

### 2.2.1. Spin Kaplama Yönteminde Hidrodinamik Teori

Hidrodinamik teorik model olan spin kaplama tekniğinin son iki aşaması, sıvı durumun ve buharlaşmanın hakim olduğu aşamalar için geliştirildi. Sıvı durumun hakim olduğu aşamada, merkezkaç ve akışkanlık arasındaki eşitlik şu şekilde tanımlanmıştır (Emslie ve diğ., 1958).

$$\eta \frac{\partial^2 v}{\partial z^2} = -\rho \omega^2 r \quad (2.7)$$

Burada  $z$  ve  $r$ , silindirik koordinatlarda sırasıyla düşey ve ışınsal yönleri gösterirler.  $\eta$  ve  $\rho$  sırasıyla sıvının akışkanlığı ve yoğunluğu'dur.  $v$  : akış hızı ve  $\omega = 2\pi f$  dönüş frekansıdır. Süreklilik şartları altında Denklem (2.7)'nin çözümü kalınlığa ( $h$ ) bağlı olarak (Meyerhofer, 1978)

$$\frac{dh}{dt} = -\frac{2\rho \omega^2}{3\eta} h^3 \quad (2.8)$$

şeklinindedir. Film kalınlığı ise aşağıdaki ifadeyle tanımlanmıştır.

$$h = h_0 \left[ 1 + \left( \frac{4\rho \omega^2}{3\eta} \right) h_0 t \right]^{-\frac{1}{2}} \quad (2.9)$$

$h_0$  : başlangıçtaki ( $t=0$ ) film kalınlığı'dır.

Dönen sıvıdan çözücünün uzaklaşması 4. aşama için göz önünde bulundurulmaz. Yani, sıvı yoğunluğu ve akışkanlığı işlem sırasında sabit kabul edilir. Katı spin filmin oluşumu için kritik bölüm olan çözücünün uzaklaşması süreklilik şartında  $e$ : buharlaşma oranı göz önünde bulundurularak aşağıdaki denklemlerle ifade edilir.



$$\frac{dh}{dt} = - \frac{2p\omega^2}{3\eta} h^2 - e \quad (2.10)$$

Bu denklemin çözümü oldukça zor olup sayısal hesaplamalar gerektirir. Denklem (2.10)'daki  $\rho$  ve  $\eta$  parametrelerinin her ikisi, çözücünün uzaklaşması esnasında spin filmin katılaşması sertleşmesi sebebiyle zamana bağlı olarak değişir. Bu parametreler başlangıçtaki çözeltinin,  $p_0$ : yoğunluk,  $\eta_0$ : akışkanlıktır.  $c_0$ : konsantrasyonu cinsinden  $e$ 'ye bağlı olarak (Meyerhofer, 1978).

$$(1 - c_0)^2 \frac{2p_0\omega^2}{3\eta_0} = e \quad (2.11)$$

denklemiyle ifade edilebilir. Bu durumda, akışkan terimi, Denklem (2.10)'un dışında kalır. Spin filmin beklenen sonuç kalınlığı için çözüm;

$$h_f = c_0(1 - c_0)^{-\frac{1}{3}} \left( \frac{p_0}{\eta_0} \right)^{\frac{1}{3}} \omega^{-\frac{2}{3}} e^{\frac{1}{2}} \quad (2.12)$$

denklemiyle ifade edilir.

Denkleme göre film kalınlığının dönüş hızına bağımlılığı  $h_f \sim \omega^{-\frac{2}{3}}$  şeklindedir.

Spin kaplama için uygun koşullar, çözücü tipi, çözelti konsantrasyonu, çözelti miktarı ve dönme parametreleri (dönüş hızı, zaman ve eğim) deneysel olarak bulunmuştur. Hehzan, benzen, toluen ve özellikle kloroform gibi yüksek uçuculuğa sahip çözücüler kullanıldığında, kalınlığın dönüş hızına bağımlılığı  $h_f \sim \omega^{-\frac{2}{3}}$  ve çözelti konsantrasyonuna bağımlılığı  $h_f \sim c$  olarak verilmektedir (Wang ve diğ., 2008; Şen ve diğ., 2008).  $h_f \sim \omega^{-\frac{1}{2}}$  durumu, etanol, metanol gibi uçuculuğu çok yüksek olmayan çözücüler kullanıldığında gözlenmiştir (Sukanek, 1991; 1997).

Spin kaplama yöntemi fotoresist kaplama gibi başka alanlarda da uygulamaya sahiptir. Sadece polimerler değil, farklı maddeler de spin kaplama yöntemi için uygundur. Aslında Langmuir-Blodgett yöntemiyle kaplanan bütün amfifilik moleküller spin kaplama yöntemiyle katı yüzeylere aktarılabilir (Nabok, 2005). Farklı organik boya molekülleri ya da organik makro moleküller ve kompleksler farklı uygulamalarda kullanılmak üzere spin kaplama yöntemiyle katı yüzeyler üzerine aktarılabilir (Suresh ve diğ., 2008; Machida ve diğ., 2008; Spadavecchia ve diğ., 2004). Doğal olarak oluşan filmler, LB tekniğinde olduğu gibi yüksek düzeyde organize olmuş ince film yapıları oluşturmaz. Spin kaplama, bu yönelimin gerekli olmadığı durumlarda rahatlıkla kullanılabilir.

## BÖLÜM 3 - İNCE FİLM KARAKTERİZASYON YÖNTEMLERİ

Bu bölümde ince filmlerin özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan yöntemlerden UV-görünür Spektroskopisi, Atomik Kuvvet Mikroskopisi (AFM), Spektroskopik Elipsometri (SE), Yüzey Plazma Rezonansı (SPR) ve Kuartz Kristal Mikrobals (QCM) sistemleri üzerinde durulacaktır.

### 3.1. UV-görünür Spektroskopisi

Spektroskopi elektromanyetik dalgaların atom ya da moleküllerle etkileşmesini inceler. Bir madde, üzerine düşürülen farklı dalga boylarındaki ışınlar ancak belirli dalga boyuna sahip olanlarını soğurabilir. Maddenin bu özelliğinden yararlanılarak yapısı, bileşimi, konsantrasyonu vb. özellikleri hakkında bilgi edinilebilir. Madde üzerine ışın düşürülüp hangi dalga boylarında ışın soğurduğuna bakılarak maddenin fiziksel ve kimyasal özellikleri tayin edilebilir. Bu çalışmada kullanılan maddeler açısından önemli olan morötesi (UV) ve görünür bölge spektroskopisi aygıtları 110 – 1000 nm dalga boyu aralığında çalışır.

Elektronik spektroskopide atom veya moleküllerin yörüngelerinde bulunan elektronlar, yörüngeler arası geçişi gerçekleştirebilecek enerjiye sahip elektromanyetik dalgalarla etkileşirler. Bu etkileşme sonucunda, elektron bir üst enerji düzeyine yükselir. Bu sebeple, morötesi ve görünür bölge spektroskopisi yörüngeler arası elektron geçişlerini inceleyen bilim dalı olarak da tanımlanabilir.

#### 3.1.1. Beer-Lambert Yasası

Işınlar materyalle etkileştiğinde, soğurucu madde miktarına bağlı olarak gelen ışının bir miktarı soğurulur, bir miktarı yansır ve maddenin kalınlığına bağlı olarak bir miktarı ortamdaki geçebilir. Işığın materyal tarafından ne kadar soğurulduğu madde miktarına bağlı olarak Beer-Lambert yasası ile belirlenebilir (Bloch, 2006). Beer yasası, gelen ışının homojen olarak kabul edilen soğurucu tarafından soğurulan miktarının soğurucu madde miktarı ile doğru orantılı olduğunu ifade eder. Lambert

yasasına göre ise gelen ışınının madde tarafından soğurulan miktarı, soğurucu ortam bir çözelti ise ışığın soğurulma miktarı çözelti derişimine ve ışığın çözelti içinde aldığı yola, yani kalınlığa bağlıdır.

Beer-Lambert yasası, çözelti derişimi ve kalınlığa bağlı olarak

$$A = \log \frac{I_0}{I} = \varepsilon b c \quad (3.1)$$

şeklinde ifade edilir. Burada  $A$ : soğurma şiddetini,  $I_0$ : gelen ışının şiddetini,  $I$ : örnekle etkileştikten sonra çıkan ışının şiddetini,  $\varepsilon$  : molar soğurma katsayısını,  $b$ : ışığın aldığı yolun uzunluğu olarak, kabın kalınlığını ve  $c$ : çözelti derişimini göstermektedir.

LB ince filmler için kalınlık

$$b = N \cdot d \quad (3.2)$$

olarak ifade edilebilir (Zeng ve diğ., 2008; Kang ve Ahn, 2008). Denklemde  $N$ : tabaka sayısı ve  $d$ : bir tabakanın kalınlığıdır. Bu durumda soğurma denklemi bir LB film için

$$A = \varepsilon c N d \quad (3.3)$$

şeklinde olur. Denklemden de anlaşıldığı gibi tabaka sayısı ve soğurma şiddeti birbirleriyle doğru orantılıdır.

Spin kaplama yöntemiyle üretilen filmler için kalınlık, Denklem (2.12)'de verilmişti. Bu denklem kullanılarak bir ince film için soğurma şiddeti dönüş hızına ( $\omega$ ) bağlı olarak

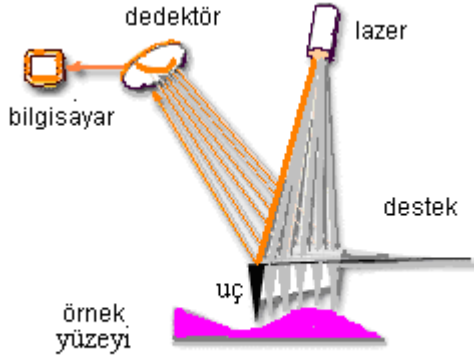
$$A = \varepsilon c_0^2 (1 - c_0)^{-\frac{1}{3}} \left( \frac{P_0}{\eta_0} \right)^{\frac{1}{3}} \omega^{-\frac{2}{3}} e^{\frac{1}{2}} \quad (3.4)$$

ifadesiyle verilir. Ancak uçuculuğu az olan çözücüler kullanılarak hazırlanan filmler için dönüş hızına bağımlılık  $\omega^{-\frac{1}{2}}$  şeklindedir (Nabok, 2005).

### 3.2. Atomik Kuvvet Mikroskopisi

Yüzey ölçüm bilgisi, yüzey dokusu yüzeyin görünüşü ve yüzey dayanıklılığı gibi nicelikler arasında ilişkiler kurmayı amaçlamaktadır. Yüzeyler hakkında bilgi edinmek için geliştirilen yöntemlerden birisi de Atomik Kuvvet Mikroskopisi (AFM)'dir. Bu yöntem, özellikle yüksek teknoloji araştırmaları ve uygulamalarında yüzey hakkında bilgi edinmekte en çok kullanılan görüntüleme yöntemlerinden birisidir (Cohen, 1999).

AFM tekniğinde, sistem moleküler derecede hassas bir algılayıcı ile kristal yüzeyinde boyuna ve enine hareket edebilen çok ince bir uçtan oluşur. Şekil 3.1'de sistem basitçe gösterilmektedir. Uç ve örnek arasındaki molekül sel kuvvetler desteğin hareketi sayesinde ölçülebilir. Bir lazer kaynağından gelen ışın destekten fotodedektöre yansıtılır. Desteğin hareketinden elde edilen 'fark sinyali' ölçülerek desteğin yer değişimi belirlenir. Uç ve örnek arasındaki kuvvet hesaplanabilir ve desteğin x, y ve z doğrultusundaki hareketi kaydedilerek bilgisayar ortamında iki veya üç boyutlu yüzey görüntüleri elde edilir.

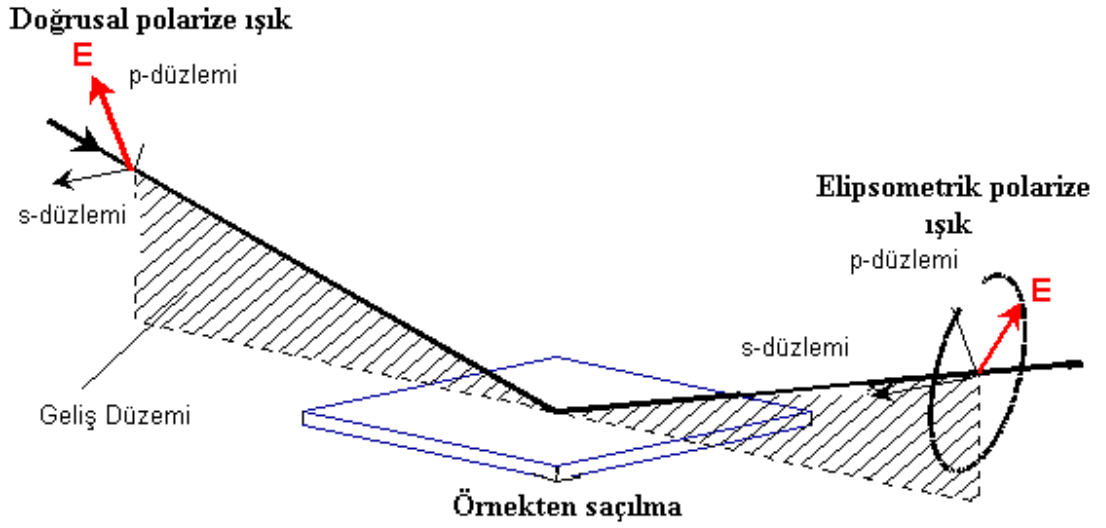


Şekil 3.1. Desteğin ve ucun örnek üzerindeki hareketi.

AFM ile alınan yüzey fotoğraflarında, üç farklı mod bulunmaktadır. Bunlar sırası ile temas, titreşim ve temas olmayan moddur. Bu çalışmada temas olmayan mod kullanılmıştır. AFM yüzey görüntüsü elde etmek için kullanılan bu yöntemde, desteğe ve örneğe ait moleküller arası mesafe itici ve çekici kuvvetlerinin aktif olacağı bir değerde olmalıdır. İnce uç temas etmeden yüzey üzerinde belli bir frekansta salınım yapar.

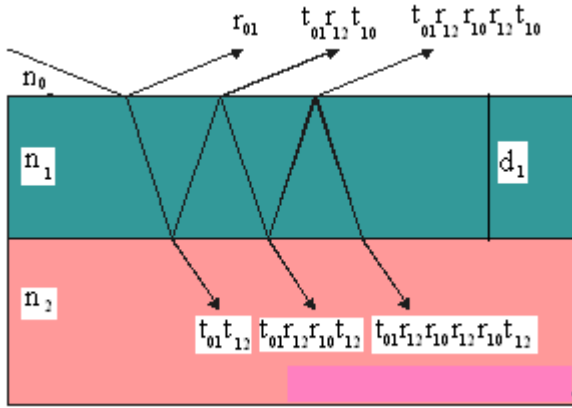
### 3.3. Spektroskopik Elipsometri

Elipsometri, optik spektroskopinin elementlerin fiziksel özellikleri tarafından polarizasyondaki değişimin ölçümü ve açıklanmasıyla ilgili olan bir daldır. Kutuplanması bilinen bir ışın demeti, Şekil 3.2’de görüldüğü gibi bir örnekten saçıldığı zaman, onun polarizasyon durumu da değiştirilmiş olur. Yüzeyin polarizasyon etkileşimini belirlemek için öncelikle gelen ışının polarizasyon durumunun bilinmesi gerekmektedir. Gelen dalga, örnek yüzeyi ile etkileşir ve saçılır. Işının örnekle etkileşmesi ışığın polarizasyonun lineer polarizasyondan, eliptik polarizasyona değişmesine neden olur. Bu değişiklik, örnekten saçılan ışın sayesinde bir çözümleyici (analizör) yardımıyla ölçülebilir (Vadgama, 2005).



Şekil 3.2. Polarize olmuş ışın.

Elipsometride polarizasyon değişimini tanımlayan iki parametre olan  $\psi$  ve  $\Delta$  ölçülür. Bu değerler sırasıyla  $s$  ve  $p$  polarize ışıkla bağlantılı olan  $R_p$  ve  $R_s$  Fresnel kırınım katsayılarının oranıyla ilgilidir (Connelly, 2002).



Şekil 3.3. Saçılan ve geçen dalgalar ( $n$ : ortamların kırılma indislerini  $r$ : yansıyan ışın şiddetini ve  $t$ : geçen ışın şiddetini göstermektedir. Alt indisler sırasıyla ışının geldiği ve yansıdığı veya geçtiği ortam numaralarını vermektedir).

Şekil 3.3 ince film tabakalarındaki saçılmaların, saçılan ya da geçen dalgaların sonsuz serisi şeklinde olduğunu ifade eder. İnce filmin kalınlığı ise şu şekilde ifade edilir (Nabok, 2005):

$$\beta = 2\pi \left( \frac{d_1}{\lambda} \right) n_1 \cos \theta_1 \quad (3.5)$$

Denklemden  $\beta$  : filmin faz kalınlığını,  $d_1$ : film kalınlığını,  $n_1$ : filmin kırılma indisini,  $\lambda$  : gelen ışının dalga boyunu ve  $\theta_1$  : ışının geliş açısını göstermektedir. Katlı saçılmalar için toplam yansıma ( $r_{top}$ ) ise;

$$r_{top} = r_{01} + t_{01}r_{12}t_{10}e^{-2i\beta} + t_{01}r_{12}^2r_{10}t_{10}e^{-4i\beta} + \dots \quad (3.6)$$

denklemleri ile verilir. Bu değerler, ışının  $s$ - ve  $p$ - bileşenleri için ayrı ayrı Fresnel kırılma katsayıları olan

$$R^P = \frac{r_{01}^P + r_{12}^P e^{-i2\beta}}{1 + r_{01}^P r_{12}^P e^{-i2\beta}} \quad (3.7)$$

$$R^S = \frac{r_{01}^S + r_{12}^S e^{-i2\beta}}{1 + r_{01}^S r_{12}^S e^{-i2\beta}}$$

olarak verilir. Elektromagnetik dalgaların farklı iki ortamı ayıran bir ara yüzeyde kutuplanma durumunun nasıl değişeceği bu denklemler kullanılarak incelenebilir. Fresnel denklemleri ile kırılma indisleri farklı iki ortamı ayıran bir ara yüzeye gelen, yansıyan ve ikinci ortama geçen dalgaların elektrik alanlarının genlikleri arasındaki ilişkinin bulunması mümkündür. Bu denklemler ışının farklı kırılma indisine sahip ortamlar arası geçişlerini tanımlar.

Elipsometri, bu iki değerlerin birbirine oranını ölçer.

$$\rho = \tan(\Psi) e^{i\Delta} = \frac{R_P}{R_S} \quad (3.8)$$

Bu oran bir karmaşık sayıdır ve yansıyan dalganın fazı hakkında oldukça doğru bilgiler içerir. Bu denklemde yer alan  $\Psi$  ve  $\Delta$ , ışınların örnek etkileşmesi sonucu

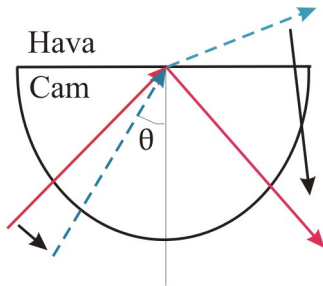


polarizasyon deęiřimiyle baęlantılıdır. Ancak bu iki deęer tek bařlarına bir orneęi karakterize etmek iin yeterli deęildir. Herhangi bir orneęin film kalınlıęı ve optik katsayıları gibi deęerlere, elde edilen sonuların analizi ile ulařılabilir. Bu sonular, lmlerde kullanılan ıřık ve materyalin yapısına baęlı olarak, tanımlanan rnek denklemlerden oluřan modeller sayesinde elde edilebilir.  $\Psi$  ve  $\Delta$  kullanılarak kurulan modeller sayesinde film kalınlıęı ve kırılma indisi elde edilebilir.

### 3.4. Yzey Plazma Rezonansı

Yzey Plazma Rezonansı (SPR), polarize bir ıřık demetinin, toplam dıř saılmalar altında bir metal filme arptıęında meydana gelen fiziksel bir olaydır. Bu olayın incelenmesi bize ince filmler ile ilgili yeni lm ve uygulama olanaęı saęlamaktadır.

řekil 3.4’de grldę gibi bir ıřın demeti, yarı dairesel prizmaya arptıęında, arayzey dzlemine doęru bklr. Geleř aısı (2) deęiřtike geri dnen ıřının miktarı da deęiřir ve kritik aıya ulařır. Bu noktada gnderilen tm ıřın yarı kresel prizmadan saılır. Bu durum ‘toplam dıř saılma’ olarak adlandırılır.



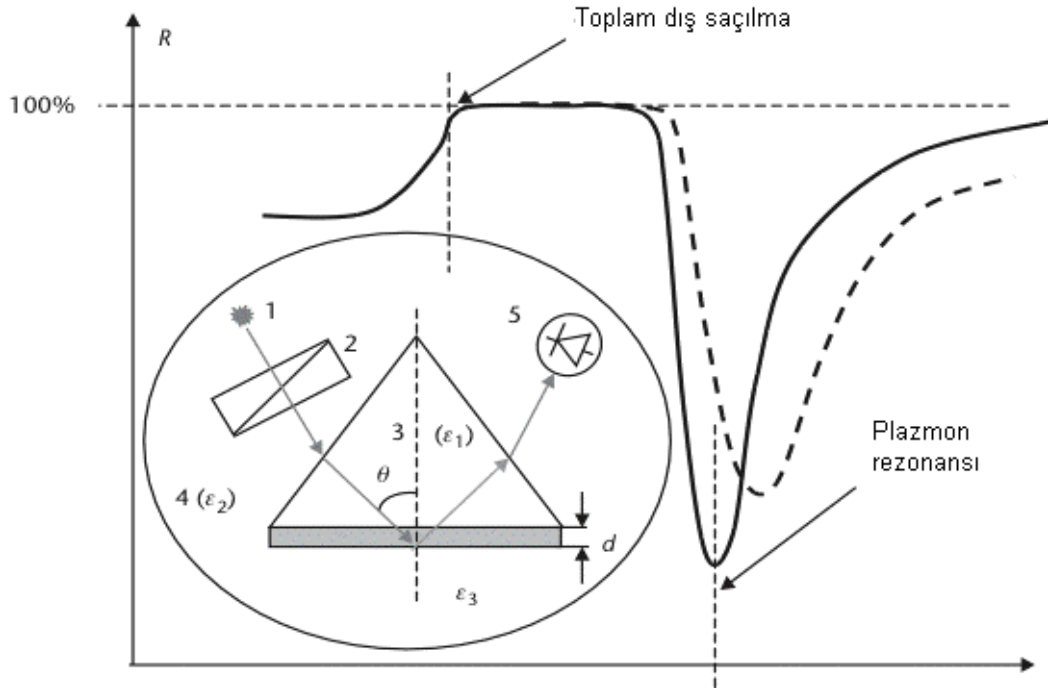
řekil 3.4. Toplam dıř saılma geometrisi.

Prizmada saılmanın olduęu yzey metal filmle kaplansın. Bu kaplama iin uygun bir saılma aısı ve dalga boyunda SPR sinyali verdięi iin genellikle altın kullanılır. Foton elektrik alanının belirli doęru deęerlerinde altın film kaplama zerindeki elektron bulutlarıyla etkileēebilir.

Kuantum teorisine uygun olarak bir plazmon elektron sıklık (yoğunluk) dalgalarının parçacık ismidir. Bu durumda toplam dış saçılma olayında fotonun kuantum enerjisi uygun değerde ise, fotonlar belirli bir saçılma ışın yoğunluğunda plazmonlara dönüşür. Bunlara ‘yüzey plazmonu’ denir.

Bu metotta Frensel denklemlerini kullanılarak ince film parametreleri elde edilebilir. SPR yüzey plazmonlarının, üzerlerine gelen elektromanyetik dalgalarla etkileşmesi ile ilgilidir (Örneğin, metal-dielektrik arayüzeyine yakın konumda bulunan metal filmlerdeki serbest elektron titreşimleri).

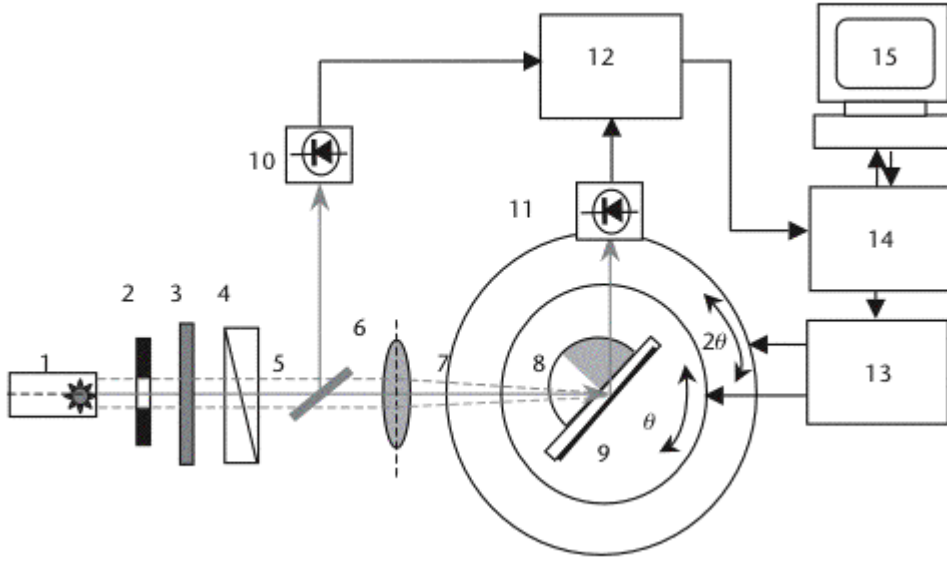
Bu sistemde polarize ışın demeti (genellikle He-Ne lazer) üst kısmı çok iyi iletken bir metal (altın, gümüş ya da bakır) ince filmle (40 ve 50 nm kalınlıklı) kaplı olan bir prizmaya çarpar. Alternatif olarak prizmanın üst tarafına metal filmle kaplı bir cam yerleştirilir. Cam ve prizma arasına optik bağlantıyı sağlamak için yüzeye indis eşleyici bir sıvı sürülür. Eğer dış geliş açısı toplam dış saçılma açısından daha büyükse, demet prizmanın tepesinden saçılır ve saçılan ışın yoğunluğu maksimum değere ulaştığında fotodedektör tarafından kaydedilir. Bununla birlikte eğer metal filme gelen kaybolan alanın  $k$ -vektörü (ya da  $f$  frekansı) plazmon salınımlarının frekansına  $f_p$  uyarsa enerji plazmonlara verilecektir ve saçılan dalgaların şiddeti azalacaktır. Bu koşullar yüzey plazmon rezonansı durumunu tarif eder. SPR geliş açısının menzili üzerinden demetin taraması sırasında  $k$  vektörünün  $x$  bileşen değişir ve buna bağlı olarak da ışının şiddeti ölçülerek kaydedilir. Tipik bir SPR eğrisi Şekil 3.5’de şematik olarak rezonans durumunu ve toplam dış saçılmayı da içine alacak şekilde gösterilmektedir.



Şekil 3.5. Cam prizmadan saçılmaya bağlı olarak oluşan SPR eğrisi.

SPR eğrisinin şekli (pozisyonu, minimum saçılması, SPR atmasının yarıgenişliği) metal filmin optik karakteristiklerine (kalınlık, kırılma indisi, sönümlenme katsayısı) bağlı olarak değişir.

SPR sisteminin şematik gösterimi Şekil 3.6'de verilmektedir. HeNe lazerinden (1) gelen ışın demeti açıklıktan geçerek (2) mekanik diliciyle (3) modüle edilir ve polarizörü (4) geçtiğinde p-polarize ışık haline gelir. Demetin bir kısmı demet bölücüden (5) saçılır ve fotodedektör (10) tarafından yakalanır ve referans işaret kanalı olarak kaydedilir. Demetin diğer bölümü mercekle (6) yardımıyla yarı silindirik prizma (8) üzerine ve oradan da indis eşleştirici sıvıyla prizmanın düz kısmına sabitlenmiş altın kaplı cam düzleme (9) odaklanır. Prizma  $\theta - 2\theta$  dönme seviyesinde (7) hareketine devam etmektedir. Buradan saçılan ışınlar fotodedektör (11) tarafından yakalanır ve ana işaret kanalı olarak kaydedilir. Ana ve referans kanallarının sinyalleri yükselteci (12) gönderilir ve kontrol birimi (14) sayesinde bilgisayara (15) kaydedilir. Aynı yazılım, aynı zamanda,  $\theta - 2\theta$  aşamasında dönen adım motorunu (13) da kontrol eder. Saçılan ışının yoğunluğunun  $R(\theta)$ , açıya bağımlılığı olarak bilgisayara kaydedilir.



Şekil 3.6. SPR sisteminin genel yapısını gösteren şema.

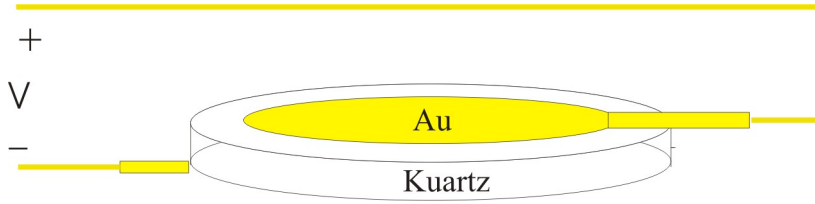
### 3.5. Kuartz Kristal Mikrobalsans Tekniği

1900'lü yıllarda önce Pierre ve Jacques Curie, kuartz ve turmalin gibi kristallerin yüzeylerine mekanik olarak bir kuvvet uygulandığında elektriksel potansiyel oluştuğunu keşfettiler. Bu olay günümüzde piezoelektrik etki olarak bilinir. Olay tersten ele alınırsa, kristallere bir dış elektrik alan uygulanırsa, bu alan piezoelektrik kristal yüzeylerinde mekaniksel deformasyona neden olur.

Piezoelektriklik ters dönme merkezi barındırmayan kristallerde vardır. Bu durumda, üzeri mekaniksel olarak bozulmuş olan kristal örgülerinde sıfır olmayan bir dipol momentleri vardır. Yönlendirilmemiş bir kristal yapıda toplam dipol momentleri sıfırdır. Kristale mekanik kuvvet uygulanırsa dipol momentlerinin düzenlenimlerinde bir zorlama meydana gelecektir. Bu durumda, toplam dipol momentleri sıfır olmaz. Literatürde belirlenen 32 kristal simetri sınıfının 21 tanesi simetri merkezi içermez ve bunlardan 20 tanesinde piezoelektrik etki gözlenmiştir. Bu sonuca rağmen sadece birkaç materyal farklı uygulamalarda kullanılmaktadır.

Kuartz doğal olarak yaygın şekilde bulunabilen bir kristaldir. Ancak istenilen şekil ve kalitede doğal kuartz kristali nadir olarak bulunur. Bu sebeple çoğu durumda hidrotermal sentez yoluyla elde edilen kültür kuartz tercih edilir. Ana kristalden bölünen kuartz tabakalarla kuartzın piezoelektrik özellikleri belirlenebilir. Kuartz, yüksek mekanik gerilim limitine ve yüksek yalıtma direncine sahiptir. Serttir fakat kırılmandır ve kimyasal ve termal olarak kararlıdır.

Bu teknikte temel olarak her iki tarafında elektrotlar olan ince kesilmiş kuartz kristaller kullanılır. Bir kuartz rezonatör, kuartz kristal altta, her iki yüzde bulunan metal elektrotlar ve akımın devreyi tamamlayacak iki kurşun telden oluşan üç ana bileşenden oluşur. İki metal elektrot, kristale etkiyen elektrik alanını saptamak için kullanılır ve sistem Şekil 3.7'deki gibi gösterilmiştir.



Şekil 3.7. Altın elektrotlara sahip kuartz kristal.

1959'da Sauerbey kuartz kristal rezonatördeki frekans kaymasının direkt olarak eklenen kütle ile orantılı olduğunu gösterdi (Vadgama, 2005). Bu konuyla ilgili ilk adım olarak çok küçük kütle değişimlerini ölçebilecek ultra hassas kütle algılayıcısı olarak kuartz kristal mikrobalsans (QCM) gibi yeni aletler geliştirildi. Ölçülen frekans, kuartz tabakanın kalınlığına, metal elektrotlara ve kristal yüzeyi üzerine kaplanan materyale bağlıdır. Kütle arttıkça frekans düşer. QCM üzerindeki kütle değişiminin sonucu olarak ortaya çıkan frekans değişimi arasındaki bağıntı, Sauerbrey eşitliği olarak şu şekilde ifade edilir.

$$\Delta f = - \frac{2f_0^2 \Delta m}{\sqrt{\rho_q \mu_q}} = 2,26 \times 10^6 f_0^2 \Delta m / S \quad (3.9)$$

$f_0$  : boş kuartz kristalinin rezonans frekansını,  $\Delta m$  : alınan kütle  $\rho_q$  : kuartzın bilinen yoğunluğu ( $2,648\text{g/cm}^3$ ),  $\mu_q$  : kuartzın kırılma modülünü ( $2,947 \times 10^{11} \text{ g cm}^{-1} \text{ s}^{-2}$ ) ve S: yüzey alanını göstermektedir.

## BÖLÜM 4 - GAZ SENSÖRLERİ

Günümüzde birçok farklı endüstri alanında ve çevresel kontrol işlemlerinde analitik tekniklerin geliştirilmesi için artan bir gereklilik mevcuttur. Sensör teknolojisindeki ve elektronikteki ilerleme, yeni malzemelerin sentezlenmesi, fiziksel ve kimyasal özelliklerinin incelenmesi sayesinde artış göstermektedir. Üreticiler günümüzde çok değişik özelliklere sahip cihazları kullanıma sunmaktadır. Bunlardan birisi gaz takip ve ölçümlerinde kullanılan alarm cihazlarıdır. Bu cihazlar uzun süre kullanılabilir ve standart kalibrasyon kontrolü haricinde özel bir bakım gerektirmezler.

Gazların ve organik buharların dedekte edilmesi için çok sayıda farklı kimyasal maddelerle elde edilmiş çok çeşitli sensörler mevcuttur. Bunlardan bazıları optik sensörler, elektro-kimyasal sensörler, akustik sensörler, metal-oksit (katıhal) sensörler, İnfrared (IR) dedektörler ve Ultraviyole (UV) dedektörler olarak sıralanabilir. Bu sistemlerin her birisi gazları algılamak için farklı bir algılama prensibine sahiptir.

### 4.1. Optik Sensörler

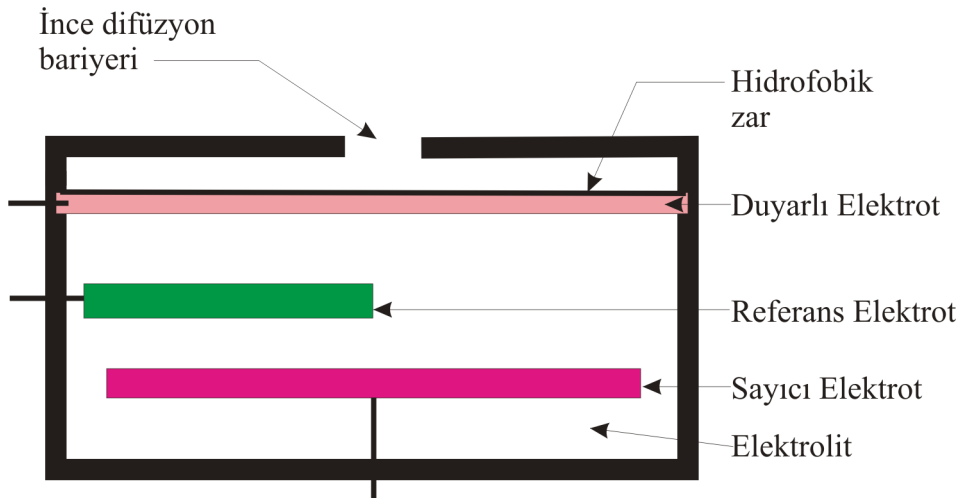
Çeşitli optik sistemler kullanılarak buhar ya da gazların algılanması gerçekleştirilebilmektedir. İnce filmlerin soğurmasını ölçebilen bir optik fiber yardımıyla gaz algılaması yapılabilmektedir. Işın materyalin üzerinden saçılır ve çıkan dalgalar sayesinde materyalin soğurma özellikleri elde edilebilir (Martellucci, 2000).

Maddelerin spektrumlarının ölçülmesi, onların elektron dizilişleri hakkında direkt olarak bilgi edinmemize yardımcı olur. Bilindiği gibi kalorimetri analitik kimyada bilinen bir tekniktir. Bu tür sensörler, üzeri analizi yapılacak maddeyle kaplı camlar kullanılarak yapılırlar. Bu tür ince filmlerin bileşimleri ve yapım aşamaları oldukça basittir. Bununla birlikte bu tür sensörlerin hassasiyeti oldukça düşük ve sistem için gerekli özel spektrometreler oldukça pahalıdır (Penza, 2006).

SPR, buhar ve gaz takibi için kullanılan yöntemlerden bir diğeridir. Yüzey plazma dalgaları metal ya da dielektrik materyallerde serbest elektronların toplam salınımlarına verilen isimdir. Bunların kuantumlanmış hali ise yüzey plazmonlarıdır. Bir dielektrik tabakanın ara yüzeyi üzerinde herhangi bir değişiklik olduğunda plazmonlar uyarılacaktır. Rezonans açısına yakın bir bölgede şartlarda (geliş açısı) herhangi bir değişiklik olduğunda bu durum örnekten saçılan ışınların yoğunluğunu etkileyecektir. Sisteme herhangi bir gaz etkideğinde, SPR eğrisinin minimumunda bir kayma gözlenecektir. Bu sayede incelenen sensör maddesinin hangi gaz ya da buharlara tepki verdiği anlaşılabilir.

## 4.2. Elektrokimyasal Sensörler

Elektrokimyasal (EK) sensörler birçok gaz ve buharın dedekte edilmesi için kullanılmaktadır. EK sensörler çalışma prensibi olarak Ohm kanununa göre değişen parametrelere bağlı olarak sınıflandırılabilir. Bu durumda, bir EK sensör potansiyometrik, kondaktimetrik ve amperometrik olmak üzere üç sınıfa ayrılabilir. Şekil 4.1’de bileşenleri verilen EK sensörlerde gaz, zara nüfuz eder. Elektrolit tabaka elektrotların arasına yayılmıştır. Çoğu durumda elektrolit sıvıdır. Jel şeklinde olanları da mevcuttur. Sensörün içinde üç çeşit elektrot vardır. Bunlar duyarlı, referans ve sayıcı elektrotlardır (McDermott, 2004).



Şekil 4.1. Elektrokimyasal sensörün bileşenleri.



**Metal-oksit (Katıhal) Sensörler:** Metal-oksit (MO) sensörler en yaygın olarak kullanılan katıhal cihazlardır. MO sensörler oldukça küçüktür ve etrafında platin metal tel sarılmış sıcak seramik alttaş üzerine kaplanmış metal (demir, bakır, kalay) karışımı metal oksit kaplamalardan yapılır. Hücre içerisine, iki elektrot arasına metal oksit materyalle beraber bir ısıtıcı ve kolektör (toplayıcı) yerleştirilerek elektrotlar arasına voltaj uygulanır. Hücre içinde, birisi aktif ve diğeri aktif olmayan madde bulunur. Bunlar Wheatstone köprüsü (Scott, 1987) şeklinde bir devre oluştururlar. Diğeri yarıiletken sensörler gibi MO sensörler de yarıiletkenin iletkenliğini değıştiren elektron konsantrasyonundaki değışime bağılı olarak çalışır (McDermott, 2004).

**Akustik Sensörler:** Herhangi bir maddenin titreşen bir hacminden belli bir miktar madde uzaklaştırıldığında ya da eklendiğinde, rezonans frekansında bir değışme gözlenir. Burada özel bir kesiliş ve kristalografik düzenlenime sahip piezoelektrik kuartz kullanılmaktadır. Kuartz yüzeyi üzerine fiziksel bir baskı uygulayan gaz ya da buhar molekülleri bu yöntem kullanılarak dedekte edilebilir (Toko, 2000).

**İnfrared Dedektörler:** Bu dedektörler, İnfrared (IR) ışınlarını soğuran maddeler kullanılarak yapılmıştır. Gaz ya da buhar IR ışınını soğurur ve soğurma sebebiyle örnek hücredeki ısı artışı ya da gelen ışın şiddetindeki azalma sistemin etkileştiğı buhar ya da gazın konsantrasyonuyla orantılıdır. Bu yöntem kullanılarak çoğunlukla (CO<sub>2</sub>) karbon dioksit gibi zehirli gazların algılanması sağlanabilmektedir (Stuart, 2004).

**Ultraviyole Dedektörler:** Bu çeşit dedektörler UV dalgaboyunu algılayabilen çeşitli kimyasal maddeler kullanılarak üretilir. Herhangi bir dalgaboyundaki UV soğurması spektrumda konsantrasyona bağılı olarak bir şiddet azalmasıyla sonuçlanır. Sistemin bu özelliğinden faydalanılarak sistemle etkileşen buhar ya da gazlar algılanabilir (Crompton, 1999).

## BÖLÜM 5 - DENEYSEL BÖLÜM

### 5.1. Giriş

Bu çalışmada kullanılan maddeler, ilk kez sentezlenmiş p-fitalimidobenzoik Asit (FİBA) ve (N-fitalimido) p-aminobenzoik asit (FİABA)'dır. Bu maddeler kullanılarak ince film özellikleri incelenmiş ve tek veya çok katlı tabakalar halinde katı yüzey üzerine transferleri gerçekleştirilmiştir. İnce film üretim yöntemi olarak, LB ince film ve spin kaplama yöntemleri seçilmiştir. Katı yüzey üzerindeki ince tabakaların ve yüzey morfolojilerinin incelenmesinde UV-görünür ve AFM yöntemleri kullanılmıştır.

Film kalınlıklarının elde edilmesinde, SE yönteminden faydalanılmıştır. İnce filmlerin uçucu buharlara olan tepkileri SPR yöntemi kullanılarak incelenmiş ve sentezlenen bu yeni kimyasalların hangi buharlara tepki verdiği araştırılmıştır.

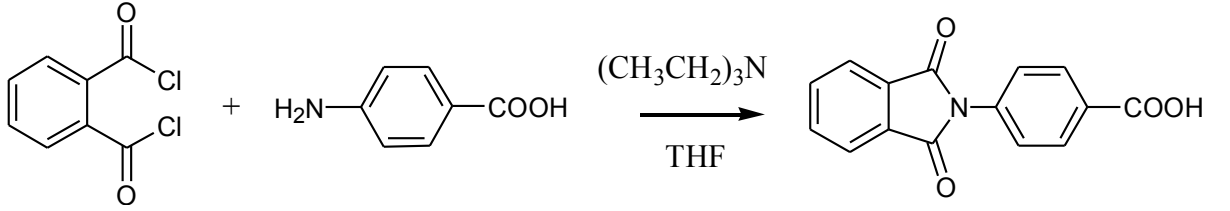
### 5.2. P-Fitalimidobenzoik Asit ve (N-fitalimido) p-aminobenzoik Asit Molekülleri

Bu çalışmada kullanılan maddelerin ilk kez sentezlenmesi, Balıkesir Üniversitesi Kimya Bölümü'nden Doç. Dr. Hilmi Namlı ve Arş. Gör. Onur Turhan tarafından gerçekleştirilmiştir.

Fitalimitler ve türevleri, fizik, kimya, biyoloji gibi temel bilim dallarının yanı sıra biyomedikal ve ilaç araştırmalarında da uygulama alanına sahiptir (Ching ve diğ., 1998; Miyachi ve diğ., 1997; Lingappa ve diğ., 2007). Bu alanlar haricinde benzer moleküller çeşitli gaz ve organik buharların algılanması için kullanılan sensörlerin yapımında da kullanılmıştır (Azquez ve diğ., 2004; Xing ve diğ., 2004; Ortica ve diğ., 2000).

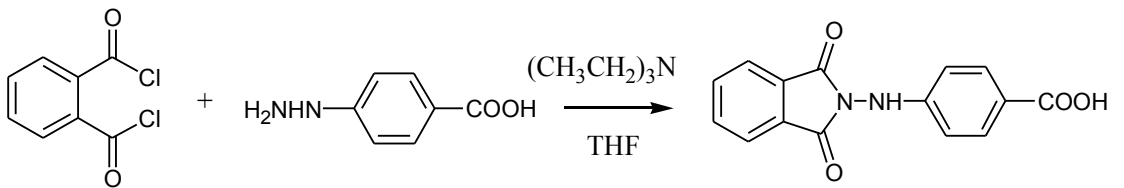
FİBA molekülünün sentezlenmesinde, (2,03 g, 10 mmol) ftaloildiklorür 100 ml tetrahidrofuran içinde çözüldü. Bu çözeltiye 1,37 g (10 mmol) 4-aminobenzoikasit

ve 2,02 g trietilamin (20 mmol) damla damla ilave edildi. Beyaz bir çökelek gözlemlendi. Reaksiyon karışımı 60 °C de 8 saat karıştırıldı. Oluşan beyaz trietilamin tuzu süzüldü ve süzüntü buharlaştırıldı. Elde edilen ürün asetonitril ile tekrar kristallendirildi. Sonuç olarak Şekil 5.1'deki şemada gösterilen amfifilik yapıdaki FİBA molekülü elde edildi.



Şekil 5.1. FİBA molekülünün kimyasal olarak elde edilmesinin şematik gösterimi.

FİABA molekülünün üretimi için fitalo diklorid (2,03 g, 10 mmol) tetrahidrofuran içinde çözüldü. Bu çözeltiye 4-hidrazinobenzikası (1,52 g, 10 mmol) ve trietilamin (2,02 g, 20 mmol) eklendi ve beyaz çökelek elde edildi. Reaksiyon karışımı 6 saat 60 °C'de dinlendirildi. Meydana gelen beyaz trietilamin hidroklorid tuzu süzüldü. Süzüldükten sonra kurutuldu. Elde edilen ürün etanol-su karışımında (8:2) kristallendirildi. Bu işlemler sonucunda Şekil 5.2'de kimyasal şekli verilen madde elde edildi.



Şekil 5.2. FİABA molekülünün kimyasal olarak elde edilmesinin şematik gösterimi.

### **5.3. P-fitalimidobenzoik Asit Maddesine Ait Ölçüm Sonuçları**

#### **5.3.1. Langmuir-Blodgett İnce Film Yöntemiyle Elde Edilen**

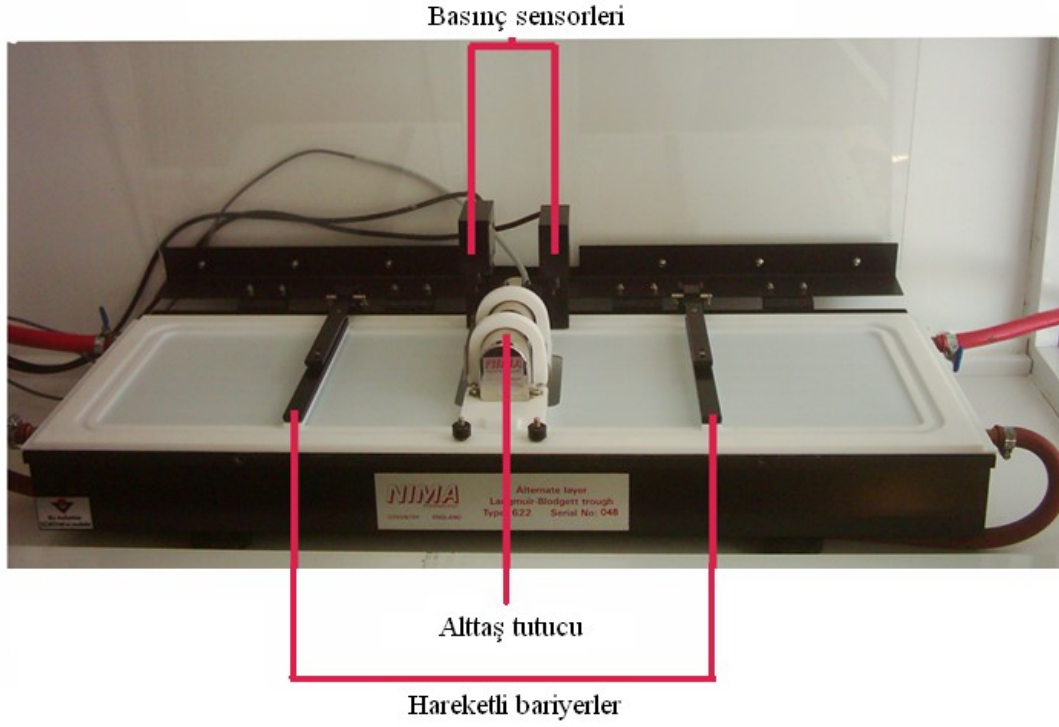
#### **P-fitalimidobenzoik Asit İnce Filmlere Ait Deneysel Bulgular**

##### **5.3.1.1. Çözelti, Alttaş Hazırlama ve Teknenin Temizlenmesi**

3 mg FİBA maddesi 7 ml kloroform ( $\text{CHCl}_3$ ) ve 3 ml DMSO ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{OS}$ ) kullanılarak çözelti haline getirildi. Çözeltinin hazırlanacağı balon jöjeler kloroformla üç kez temizlenip kurutulmuştur. Ayrıca çözeltinin homojen olarak elde edilmesi için çözelti 10 dk süreyle karıştırıldı.

Alttaş olarak cam ve kuartz cam kullanıldı. Elde edilen filmlerin homojen olabilmesi için alttaş yüzeyi üzerinde herhangi bir kirlilik bulunmaması gerekmektedir. Bu sebeple alttaşlar temizlenmiş ve saf su ile üç defa yıkanıp kurutulmuştur. UV-görünür ölçümleri için kuartz cam ve AFM görüntüleri için cam alttaşlar kullanıldı.

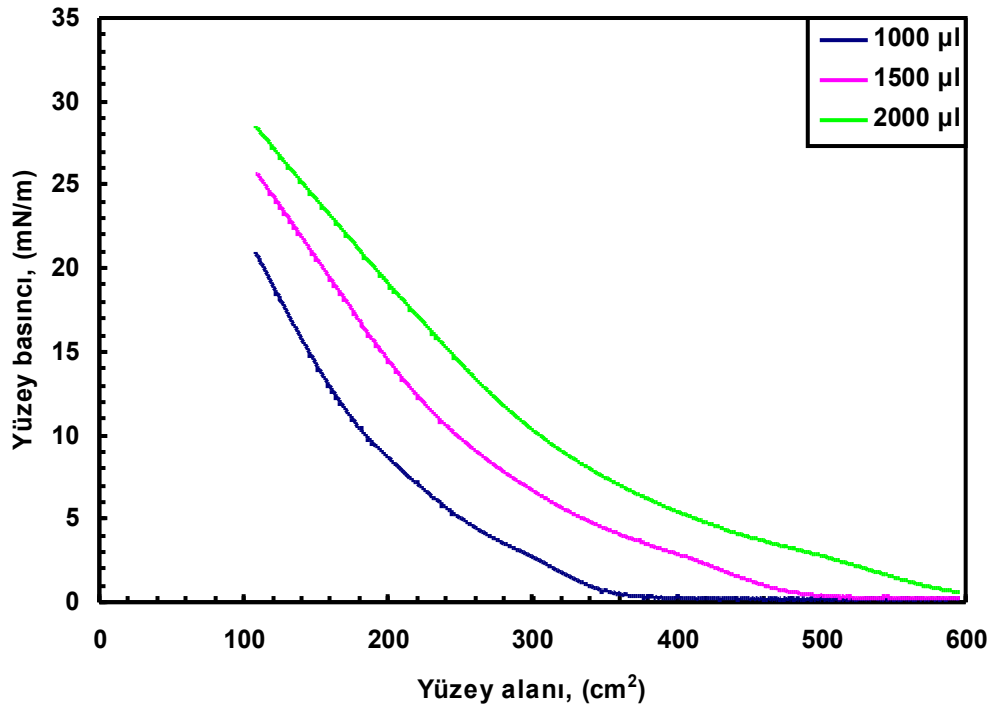
Transfer işleminin öncesi iki vagondan oluşan ve Şekil 5.3'de gösterilen LB ince film teknesi kloroform kullanılarak temizlendi. Daha sonra saf su ile durulandı ve tekrar saf su ile dolduruldu. Su yüzeyi üzerine çözelti yayılmadan önce yüzey iyice temizlendi. Bu işlem sonucunda tekne film üretimi için hazır hale getirildi.



Şekil 5.3. LB transfer sistemi.

### 5.3.1.2. İzoterm Grafikleri

İzoterm grafikleri NIMA 622 LB ince film teknesi yardımıyla elde edildi. Tekne Bölüm 5.3.1.1'deki tekne temizleme işleminin tamamlanmasından sonra FİBA çözeltisinden 1000, 1500 ve 2000  $\mu l$  miktarlarında su yüzeyi üzerine Hamilton mikro şırıngası yardımıyla serpildi. Çözücünün uçması için onbeş dakika beklendi. Hareketli bariyer sistemi yardımıyla yüzey alanı azaltılarak, yüzey basınç değişimleri gözlemlendi ve izoterm grafiği elde edildi. Şekil 5.4 FİBA maddesine ait izoterm grafiği göstermektedir.

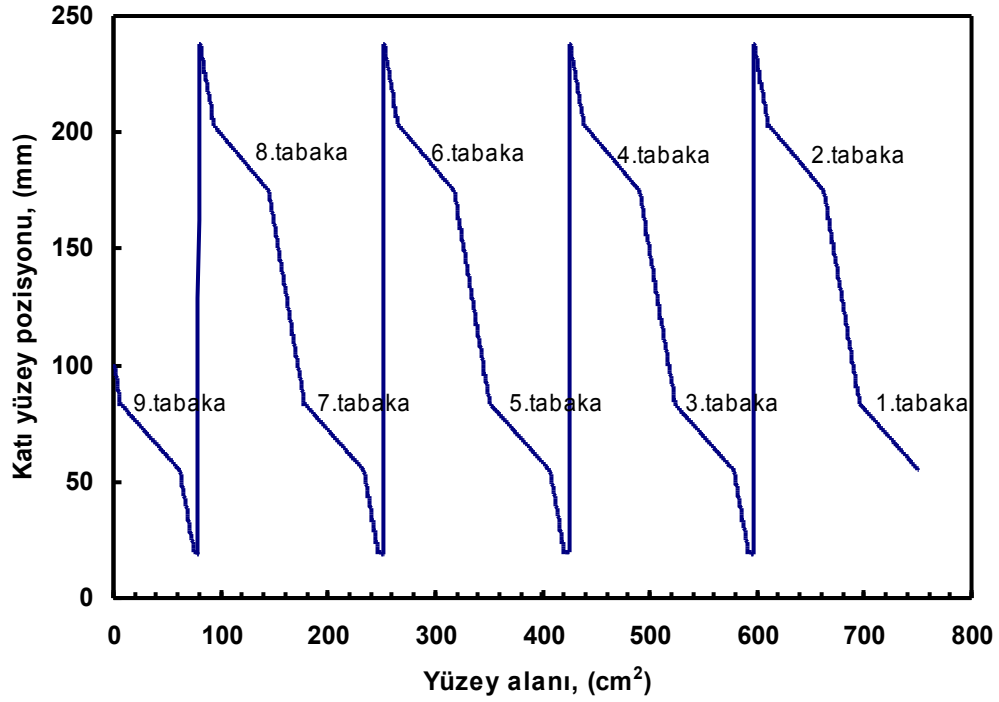


Şekil 5.4. FİBA maddesinin izoterm grafiği.

Bölüm 2.1.1’de açıklandığı gibi izoterm grafiği ince tabakaya ait faz geçişlerini gözlemek ve uygun basınç değerlerini bulmak için kullanılmaktadır. Kaplama işlemi ise su yüzeyindeki ince tabaka katı fazda iken yapılmaktadır. Şekil 5.4’te verilen üç grafik yardımıyla basınç değeri 15 mN/m olarak seçildi ve tüm LB transferleri bu değerde gerçekleştirildi.

### 5.3.1.3. İnce Film Transfer İşlemi

Bu bölümde cam ve kuartz camlar üzerinde çok katlı tabakalar şeklinde ince filmler elde edildi. Su yüzeyi üzerinde bulunan ince tabaka katı alttaş üzerine döner bir mekanizmayla transfer edildi. Şekil 5.5 LB film transfer grafiğini göstermektedir.



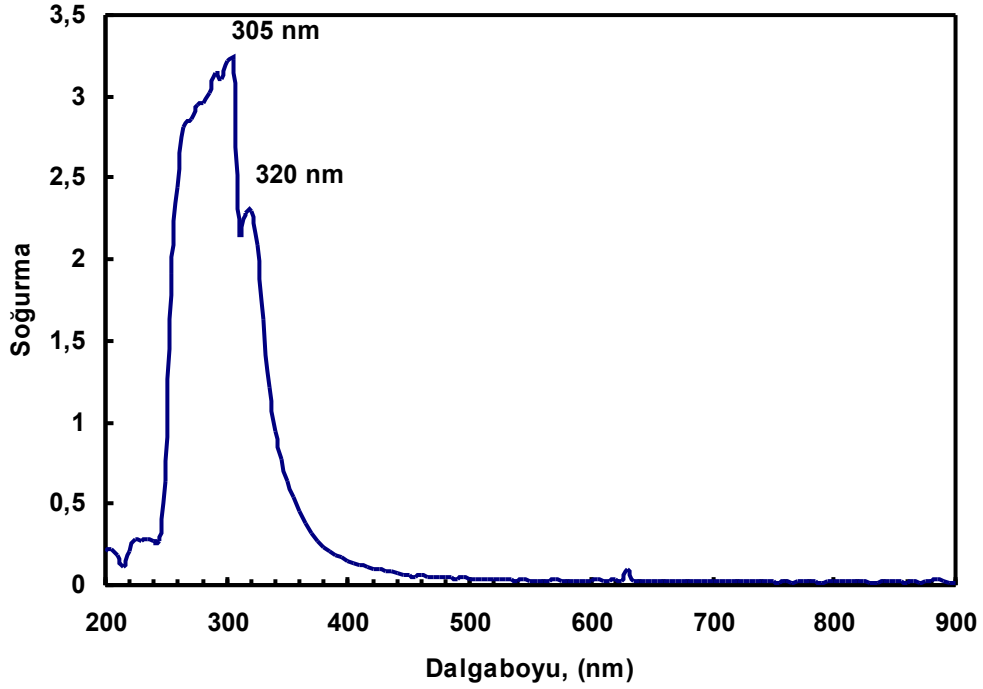
Şekil 5.5. FİBA molekülünün cam yüzey üzerine transfer grafiği.

Transfer işlemi yaklaşık 750 cm<sup>2</sup> civarında alttaşın suyun içinden havaya doğru hareket ettirilmesiyle başladı ve 750-703 cm<sup>2</sup> alan aralığında gerçekleşti. İkinci tabaka 664-616 cm<sup>2</sup> aralığında kaplandı. Alttaşın 360° dönmesi 9 tabaka ince film kaplandı ve grafikte tabaka başına gelen alanlar verildi. Her bir kaplamadaki toplam yüzey alanı yaklaşık olarak aynı değerdedir. Bu sonuca göre her kaplama esnasında eşit miktarda molekül alttaş üzerine transfer edildi.

#### 5.3.1.4. UV-görünür Spektroskopisi Sonuçları

UV-görünür spektroskopisi, alttaşlar üzerinde düzenli yapıda ince filmler oluşup oluşmadığının araştırılması için kullanıldı. İlk işlem olarak FİBA maddesine ait çözeltinin UV-görünür bölge spektrumu elde edildi. Şekil 5.6 çözelti spektrumunu göstermektedir. Çözelti 305 nm ve 320 nm civarında bir soğurma spektrumu vermiştir. Bu geçişler  $\pi \rightarrow \pi$  geçişleri olup benzer özellikte geçişlerin gözlemlendiği fitalimit türevi materyallere ait çalışmalar literatürde bolca yer almaktadır (Dierschke ve diğ., 2006; Xu ve diğ., 2008; Gao ve diğ., 2008). LB ince film transfer işlemi

sırasında çözücü ortamdan uzaklaştığı için, elde edilen çok katlı tabakalar ortamdaki çözücü varlığından etkilenmez. Dolayısıyla kuartz cam yüzey üzerine transfer edilecek olan ince tabakaların da bu bölge civarında soğurma spektrumu vermesi beklenir (Petty, 1996).

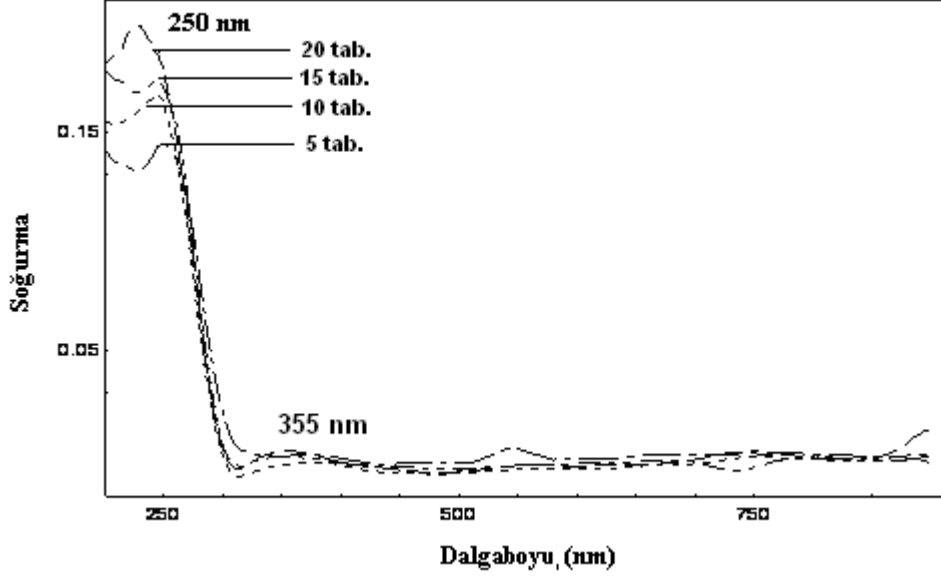


Şekil 5.6. FİBA molekülünün çözeltisinin UV-görünür spektrumu.

Şekil 5.7’de 5, 10, 15 ve 20 tabaka olarak elde edilen LB filmlerin dalga boyuna bağlı olarak soğurmasını gösteren grafik verilmiştir. Çözeltiye ait UV-görünür spektrumuna benzer şekilde 250 nm’de soğurma gözlenmektedir. Daha önce fitalimit türevi bir molekülle yapılan LB ince film çalışmasında ve hacimsel olarak incelenen benzer moleküllere ait UV-görünür spektrumlarında da soğurma tepeleri, bu bölgeye yakın dalga boylarında elde edilmiştir (Onah ve diğ., 2003; Ravindra ve diğ., 2006; Dierschke ve diğ., 2006). Bu sonuç alttaş üzerinde ince film tabakalarının oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca tabaka sayısı arttıkça soğurma şiddetinin de arttığı açıkça görülmektedir.

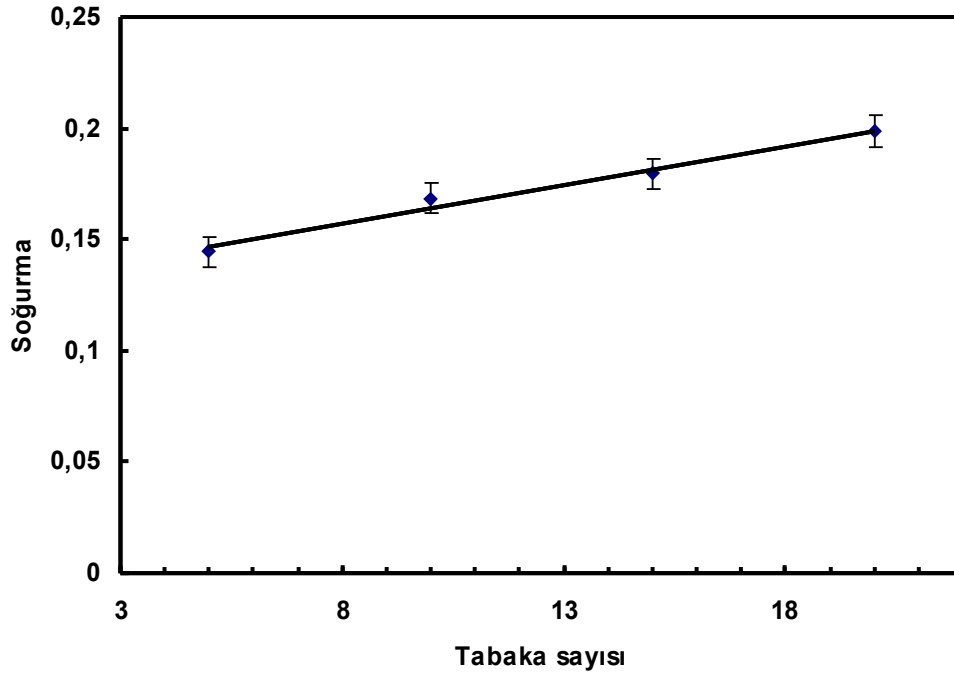


Çözelti spektrumu ve LB ince film spektrumu arasındaki piklerin kayması çözücü etkisinden kaynaklanmaktadır (Gündüz, 1993).



Şekil 5.7. FİBA LB ince filmlerine ait UV- görünür spektrumu.

Bölüm 3.1.1’de tartışılan Beer-Lambert yasası kullanılarak, 250 nm değerinde tabaka sayısının soğurmaya bağlılığı Şekil 5.8’de verildi. Bu yasaya göre tabaka sayısına bağlı olarak soğurma şiddeti, doğru orantılı olacak şekilde değişir ve Şekil 5.8’de bu ilişki gösterildi. Önceki LB ince film çalışmalarında tabaka sayısına ve dolayısıyla kalınlığa bağlı soğurma şiddetinin değişimiyle ilgili incelemeler yapılmış ve benzer sonuçlar elde edilmiştir (Açıkbaş ve diğ., 2007; Miettinen ve diğ., 2008; Xu ve diğ., 2008).

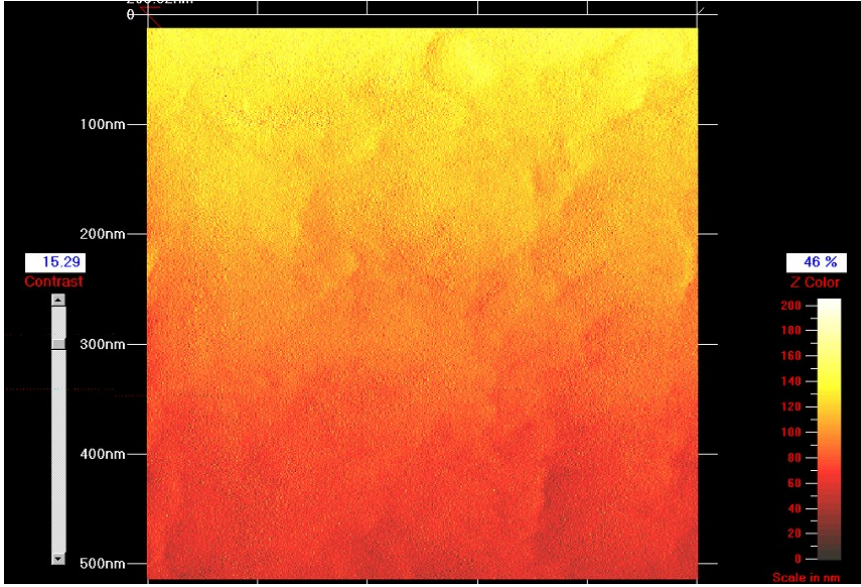


Şekil. 5.8. FİBA LB ince filmleri için tabaka sayısına bağlı soğurma grafiği.

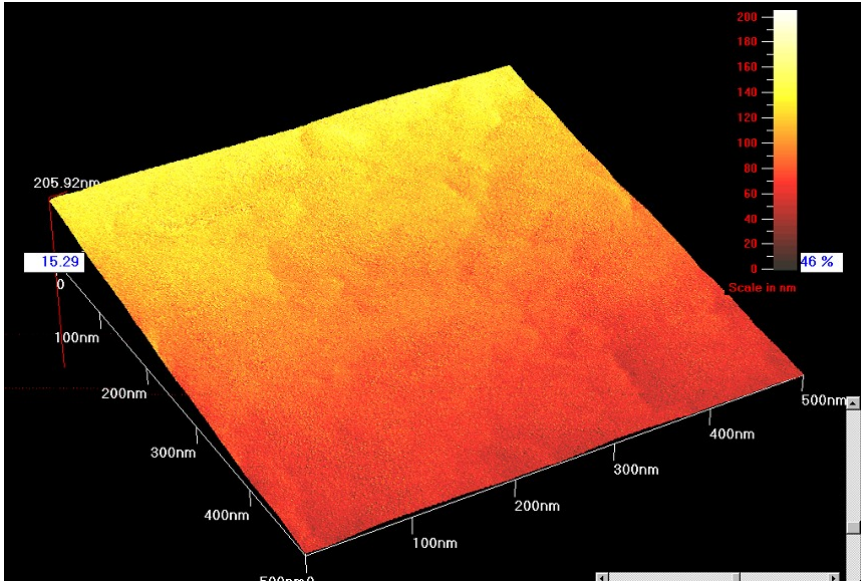
Sonuç olarak kullanılan FİBA maddesinin LB film üretimi esnasında her tabakanın birbiriyle özdeş olarak transfer edildiği gözlemlendi.

### 5.3.1.5. Atomik Kuvvet Mikroskopisi Sonuçları

20 tabaka FİBA LB filmine ait yüzey morfolojisinin incelenmesinde AFM tekniği kullanıldı. Şekil 5.9, Şekil 5.10 ve Şekil 5.11, ince film yüzeyinin değişik bölgelerine ait 500 nm x 500 nm alana sahip yüzey görüntülerini vermektedir. Şekillerdeki (a) olarak gösterilen kısımlar iki boyutlu, (b) olarak gösterilen kısımlar üç boyutlu AFM görüntülerini vermektedir. AFM görüntülerindeki renkler yüksekliklere göre değişmektedir. Renklerin aynı tonda olmaları film yüzeyinin uniform olduğunun bir göstergesidir.

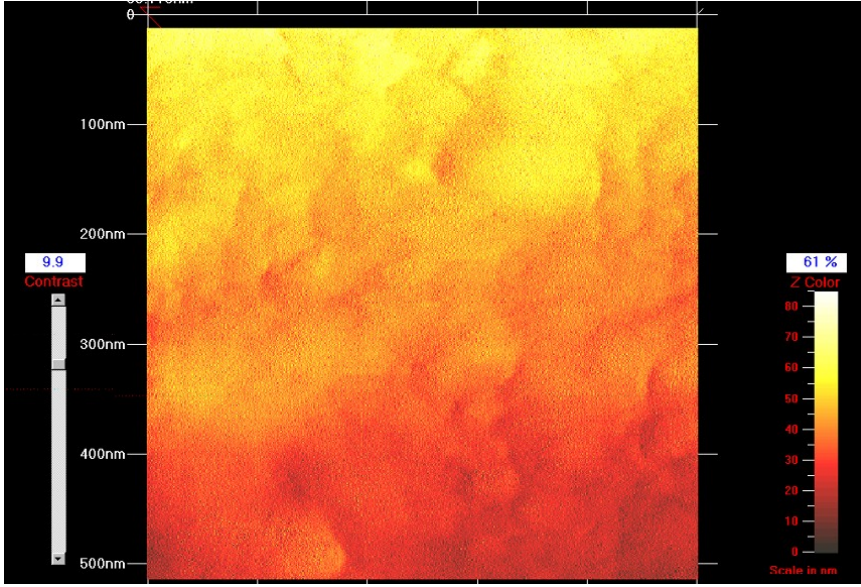


(a)

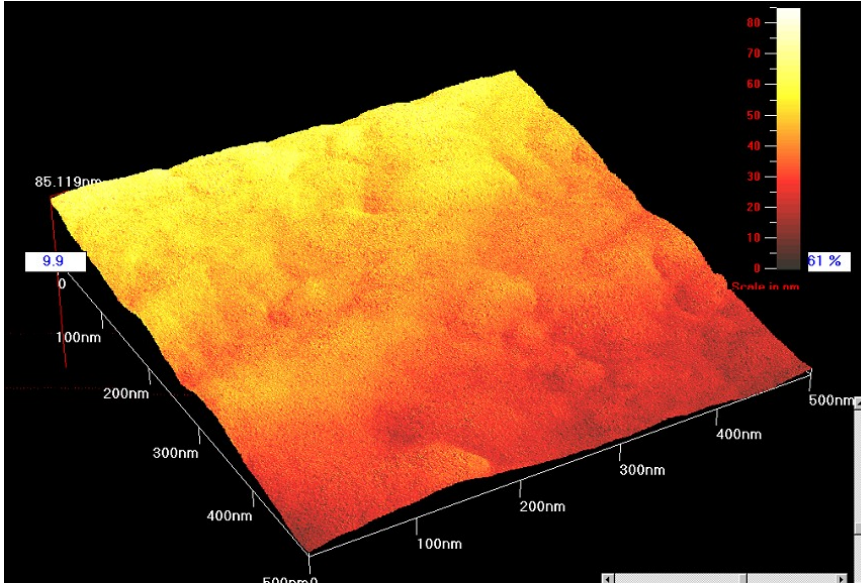


(b)

Şekil 5.9. FİBA LB filminin (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü.

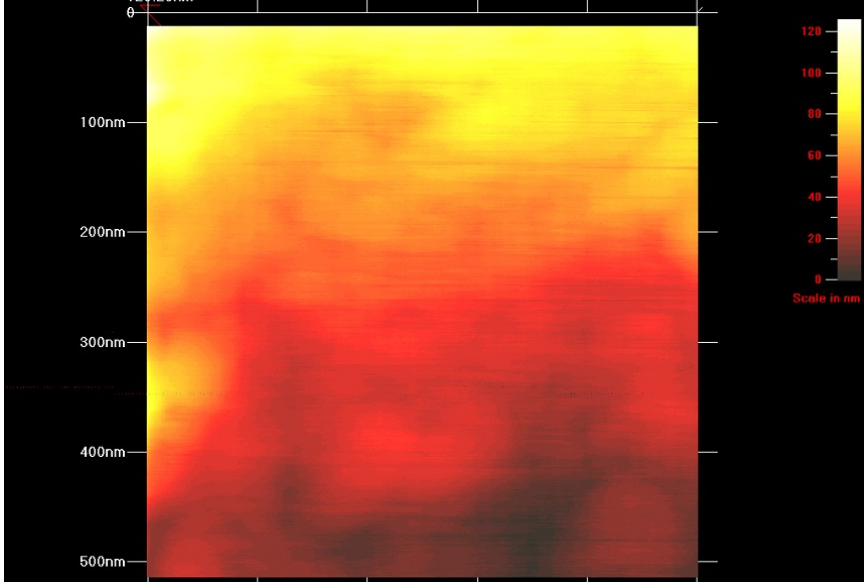


(a)

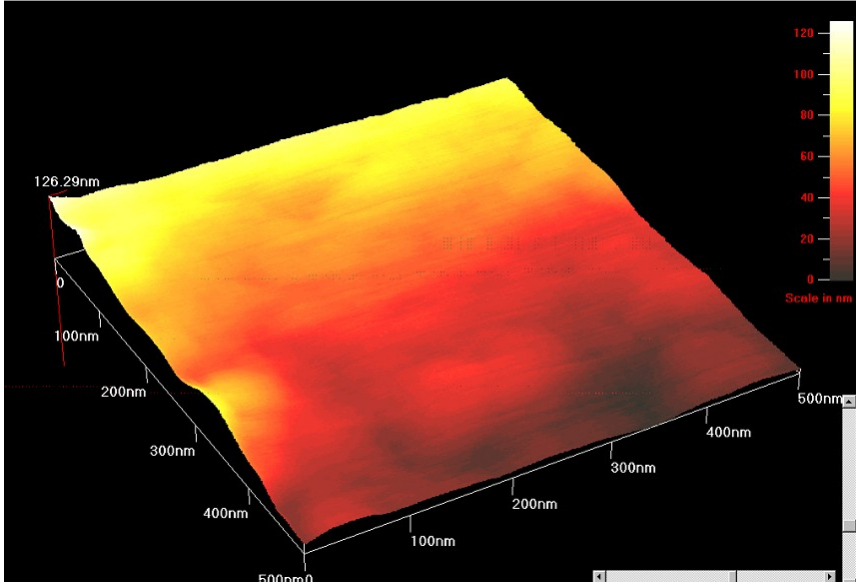


(b)

Şekil 5.10. FİBA LB filminin diğer bir bölgesinden elde edilen (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü.



(a)

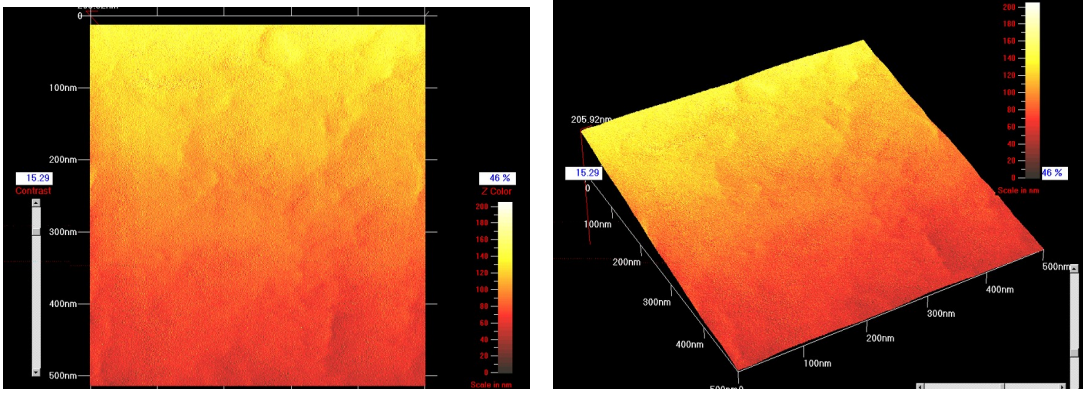


(b)

Şekil 5.11. FİBA LB filminin farklı bir bölgesinden elde edilen (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü.

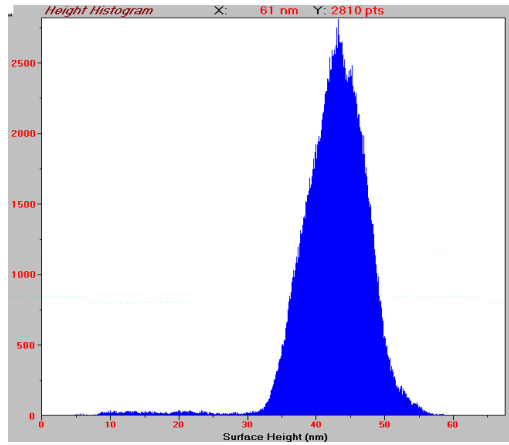
Elde edilen LB ince film görüntülerinde fazla bir ton farklılığı gözlenmedi. Bu sonuç filmin görüntülenen noktalarının yaklaşık olarak aynı yükseklikte olduğunu gösterir. Yukarıda verilen şekiller filmin farklı noktalarına aittir. Bu durumda filmin genel olarak her bölgesinin homojen ve düzgün yapıya sahip olduğunu anlaşıldı. Benzer yüzey özelliği, diğer fitalimit LB ince filmlerde de gözlenmiştir (Evyapan ve diğ., 2006; Onah, 2003).

Şekil 5.12. (a), (b) ve (c), sırasıyla iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ve bu yüzeye ait yükseklik dağılımını göstermektedir. Film kalınlığının maksimum olduğu değer 43 nm olup, değişiminin 33-53 nm aralığında olduğu görülmektedir.



(a)

(b)



(c)

Şekil 5.12. FİBA LB filminin (a) iki boyutlu AFM görüntüsü, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü. (c) yüzey yüksekliği dağılımı.

### **5.3.2. Spin kaplama Yöntemiyle Elde Edilen**

#### **P-fitalimidobenzoik Asit Filmlere Ait Deneysel Bulgular**

##### **5.3.2.1. Çözelti ve Alttaş Hazırlama**

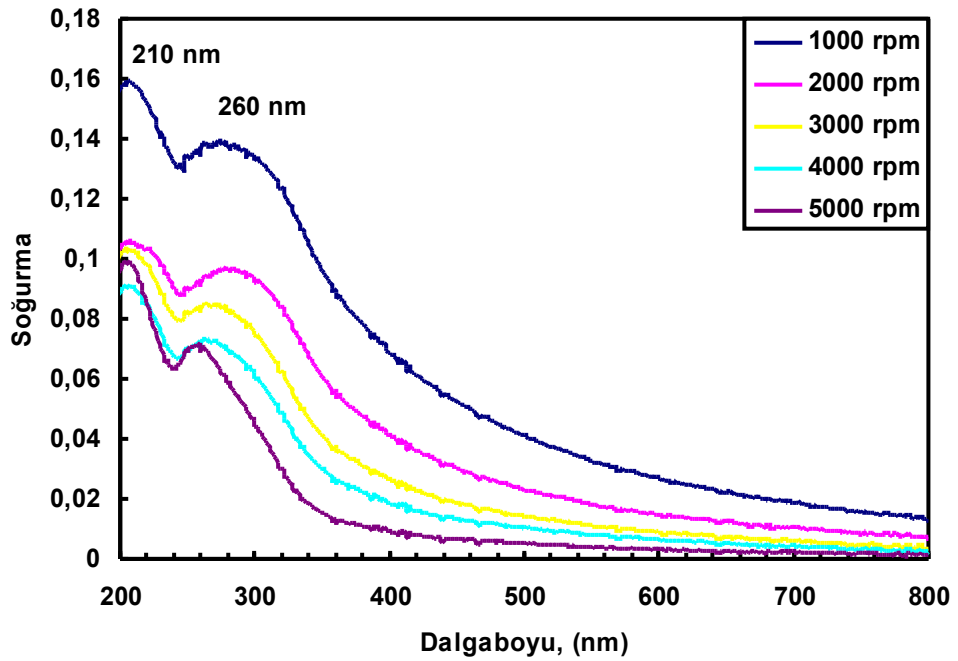
Kaplama işleminin yapılabilmesi için FİBA materyali öncelikle çözelti haline getirildi. Spin kaplama yöntemiyle ince film elde edilirken çözelti belirli bir hızla dönen alttaş üzerine damlatılır. Su yüzeyi üzerinde ince film oluşumu sırasında çözücü buharlaşarak uçar. Çözücünün uçuculuğunun iyi olması ince film oluşumu süresini kısaltır. Bu sebeple çözelti elde edilmesinde kullanılacak olan çözücü uçuculuğunun iyi olması gerekmektedir. Çözelti, 2 mg FİBA ve 10 ml etanol kullanılarak 2 mg/ml derişiminde hazırlandı. Çözeltinin homojen olarak elde edilmesi için ultrasonik karıştırıcı kullanıldı. Kaplama işleminde kullanılacak alttaşlar öncelikle içinde asit olan bir kaba yerleştirildi ve 5 dakika ultrasonik karıştırıcıda bekletildi. Birkaç kez saf su ile yıkanarak üzerindeki asitle birlikte diğer kirliliklerden arındırıldı ve basınçlı azot gazıyla kurutuldu. Deneyslerde kullanılacak sistemlerine bağlı olarak cam, kuartz cam, silikon ve üzeri altın kaplanmış cam yüzeyler alttaş olarak kullanıldı.

##### **5.3.2.2. İnce Film Üretimi**

İnce film kaplama işlemlerinde fotoresist döndürücü (Microsystem model 4000) kullanıldı. Kaplanacak olan alttaş spin kaplama sisteminde yerine yerleştirildi ve kontrol paneli yardımıyla sistemin dönüş hızı ve süresi ayarlandı. Dönme esnasında alttaşın sabit durmasını sağlamak için vakum sistemi kullanıldı. Hız istenen değere ulaştığında otomatik pipet yardımıyla çözeltinin 10  $\mu l$ 'si dönen alttaş üzerine hızlı bir şekilde boşaltıldı. Çözeltinin buharlaşmasıyla birlikte ince film oluşumu gerçekleşti ve sistemin hızı azaltılarak durduruldu. Bu işlem sonunda yüzey üzerinde ince film elde edildi.

### 5.3.2.3. UV-Görünür Bölge Spektroskopisi Sonuçları

UV-görünür ölçümlerinde alttaş olarak kuartz cam kullanıldı ve ölçümler Varian CARY 50 spektrometre ile elde edildi. Deneylerin ilk kısmında ince film kalınlığının dönüş hızına bağımlılığı araştırıldı. Çeşitli dönüş hızlarında hazırlanan her bir ince filmin UV-görünür grafikleri elde edildi ve Şekil 5.13’de değişim verildi.



Şekil 5.13. İnce filmlerin farklı dönüş hızlarındaki soğurma grafiği.

Elde edilen spektrum, Şekil 5.6’da verilen FİBA çözeltisinin UV-görünür spektrumuna benzemektedir. Bu şekilden 210 nm ve 260 nm dalga boylarında soğurma tepeleri olduğu gözlemlendi. Önceki çalışmalarda fitalimit türevleri ile yapılan ince filmlere ve hacimsel olarak incelenen benzer moleküllere ait UV-görünür spektrumlarında da soğurma tepeleri, bu bölgeye yakın dalga boylarında elde edilmiştir (Koh ve Kim, 1998; Onah ve diğ., 2003).

Alttaş üzerinde FİBA ince film elde edildi ve ince film kalınlığının dönüş hızına bağımlı olarak değiştiği gözlemlendi. Dönüş hızı arttıkça film kalınlığı



azalmaktadır. Bu deęişimin incelenmesi için dönüş hızına baęlı olarak soęurma incelendi ve 260 nm'deki deęişim Şekil 5.14'de verildi.

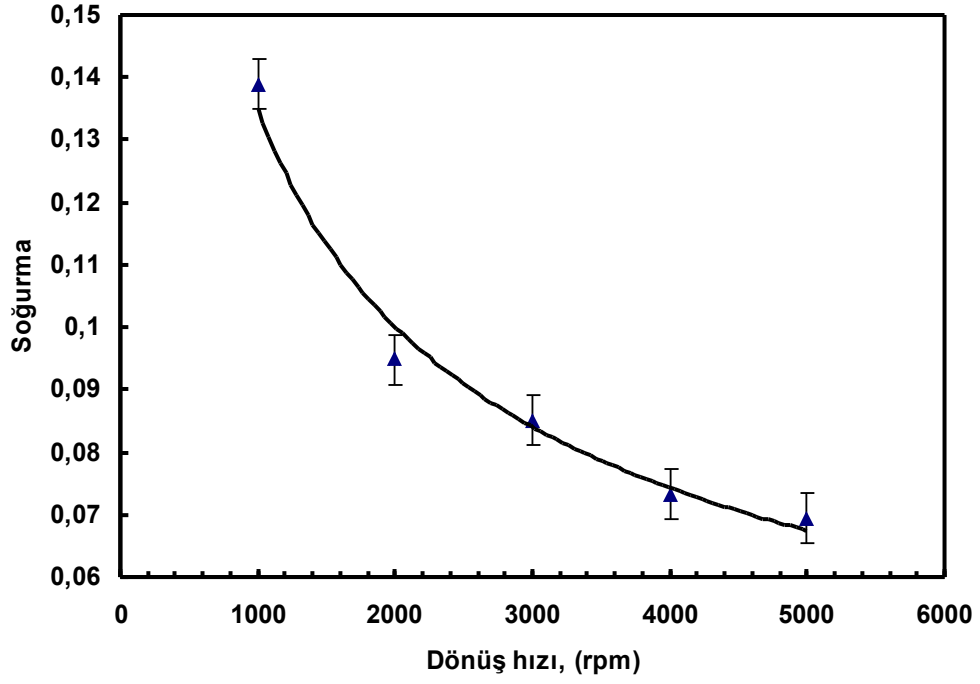
Dönüş hızına baęımlılıkta çözelti önemli bir rol oynamaktadır. Bu deneyde hızlı buharlaşma özellięi gösteren etanol çözücüsü kullanıldı ve çözelti etkisi en aza indirildi (Nabok, 2005).

Soęurmanın dönüş hızına baęımlılığı şu şekilde tanımlanır;

$$A = \varepsilon c_0^2 (1 - c_0)^{-\frac{1}{3}} \left( \frac{P_0}{\eta_0} \right)^{\frac{1}{3}} \omega^{-\frac{1}{2}} e^{\frac{1}{2}} \quad (5.1)$$

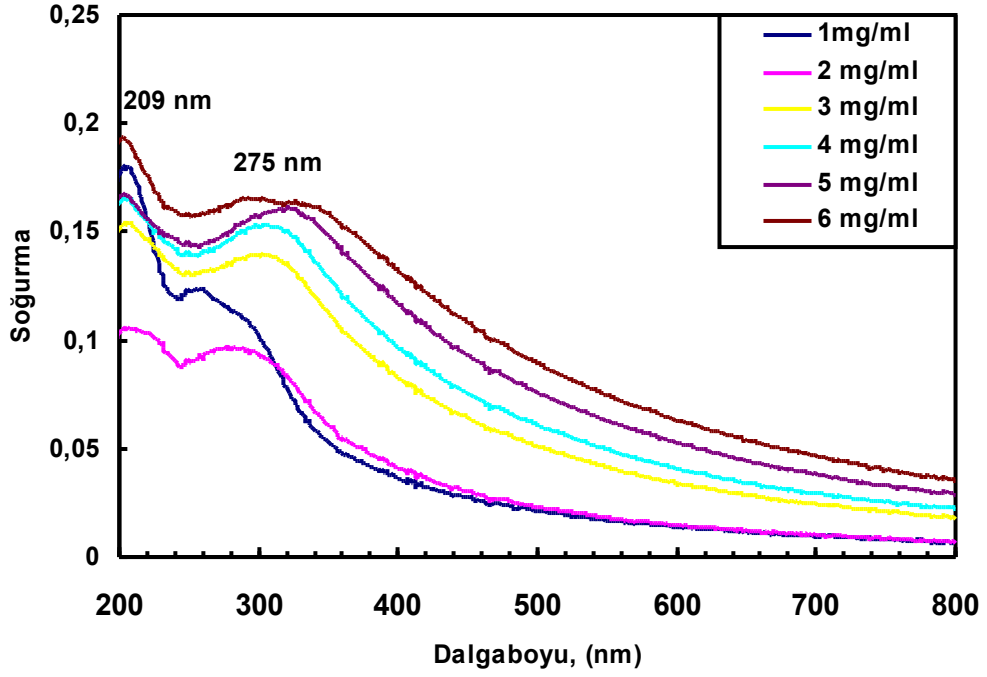
Bu formülde,  $\eta_0$ :  $\rho_0$ : ve  $c_0$ : sırasıyla sıvının akışkanlığı, yoğunluğu ve konsantrasyonudur.  $\omega$ : sistemin dönüş hızını göstermektedir. Denklem (5.1)'den,

Soęurma şiddetinin dönüş hızına baęımlılığı  $A \sim \omega^{-\frac{1}{2}}$  şeklindedir. Soęurma şiddetinin dönüş hızına göre deęişimi Şekil 5.14'de verildi. Bu şekil için  $A \sim \omega^{-0.43}$  olarak hesaplandı ve soęurma şiddetinin dönüş hızına göre deęişiminin Denklem (5.1)'e yaklaşık olarak uygun olduęu gözlemlendi. Bu sonuç dönme hızına baęlı soęurma şiddeti ve dolayısıyla alttaş üzerine aktarılan filmin kalınlıkları ile ilgili literatürle uyumludur (Leech ve Zeidler, 2003).



Şekil 5.14. İnce filmlerin dönüş hızına bağlı soğurma şiddeti değişimi.

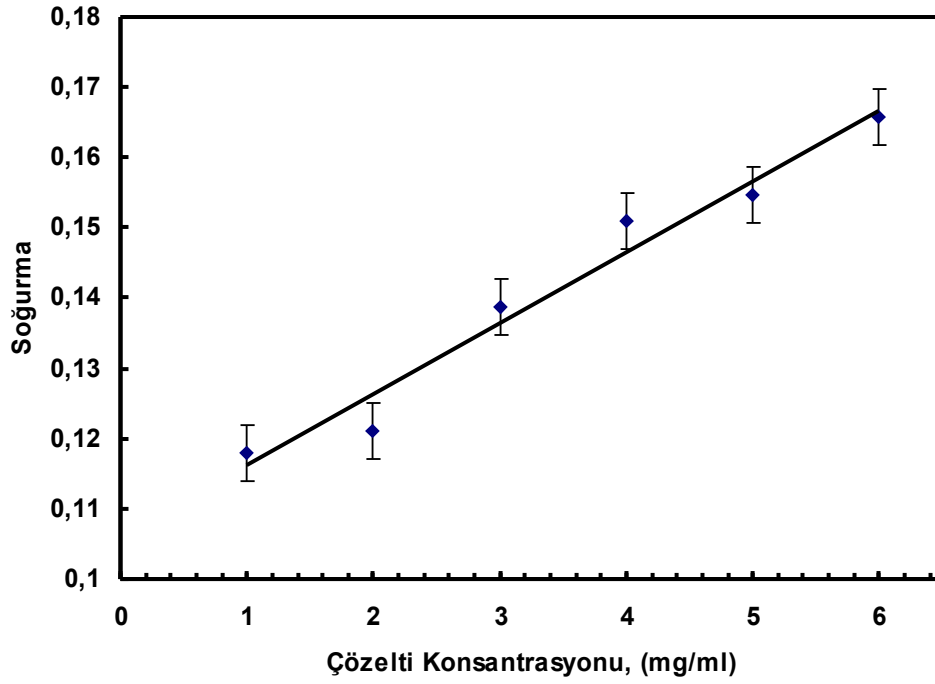
Dönüş hızı 2000 rpm değerinde sabit tutularak soğurma şiddetinin çözelti konsantrasyonuna bağlı değişimi incelendi. 1, 2, 3, 4, 5 ve 6 mg/ml konsantrasyon değerlerinde çözeltiler hazırlandı ve bu şekilde hazırlan UV-görünür spektrumları elde edildi. Şekil 5.15’de UV-görünür grafikleri gösterilmektedir.



Şekil 5.15. Çözelti konsantrasyonuna bağlı UV-görünür spektrumları.

Şekil 5.6’da verilen çözeltinin UV-görünür spektrumuna benzer soğurma tepeleri oluştuğu ve bu tepelerin soğurma şiddetinin konsantrasyona bağlı olarak değiştiği gözlemlendi. Bu sonuca göre alttaş üzerinde ince film elde edildi ve çözelti konsantrasyonu arttıkça soğurma şiddetinin de arttığı gözlemlendi.

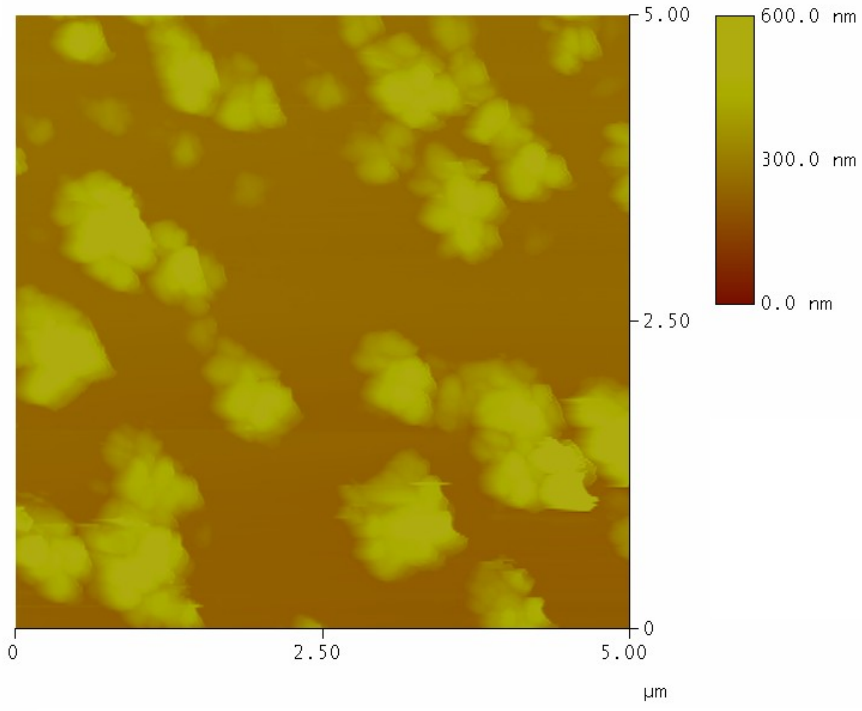
Soğurma şiddetinin konsantrasyona bağımlılığı Beer-Lambert yasasına göre Denklem (3.1)’de tanımlanmıştı (Bloch, 2006). Şekil 5.16, FİBA molekülüne ait çözelti konsantrasyonunun soğurma şiddeti ile değişimini göstermektedir. Bu değişimin doğrusal olduğu gözlemlendi. Grafikte bazı noktalarda çizgisellikten sapma gözlenmesine rağmen genel olarak elde edilen sonuç literatürle uyumludur (Nabok, 2005; Wang ve diğ., 2008). Madde miktarı arttıkça ince tabakalardaki soğurma şiddetleri de artmaktadır.



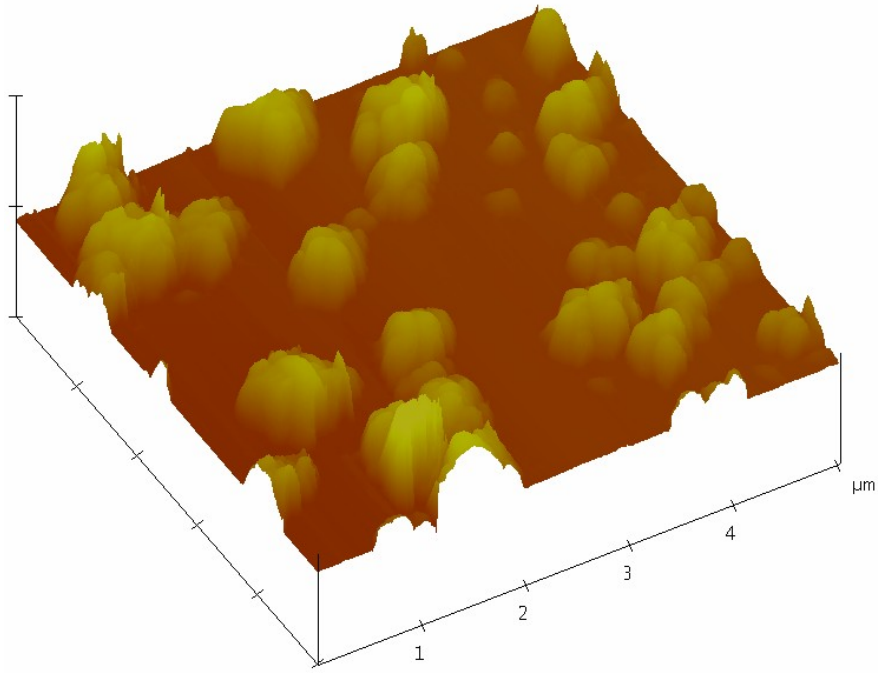
Şekil 5.16. Çözelti konsantrasyonuna bağlı soğurma şiddeti değişimi.

#### 5.3.2.4. Atomik Kuvvet Mikroskopisi Sonuçları

AFM ile yüzey görüntüleri elde edilecek olan ince filmlerde alttaş olarak oldukça düzgün yüzey yapısına sahip olması sebebiyle silikon kullanıldı. 2 mg/ml derişime sahip çözelti kullanılarak 2000 rpm dönüş hızında kaplama yapıldı.  $5 \mu l \times 5 \mu l$  ve  $10 \mu l \times 10 \mu l$  alanlarındaki filmlerin AFM görüntüleri, Şekil 5.17 ve Şekil 5.18'deki gibi kontak olamayan moda elde edildi.

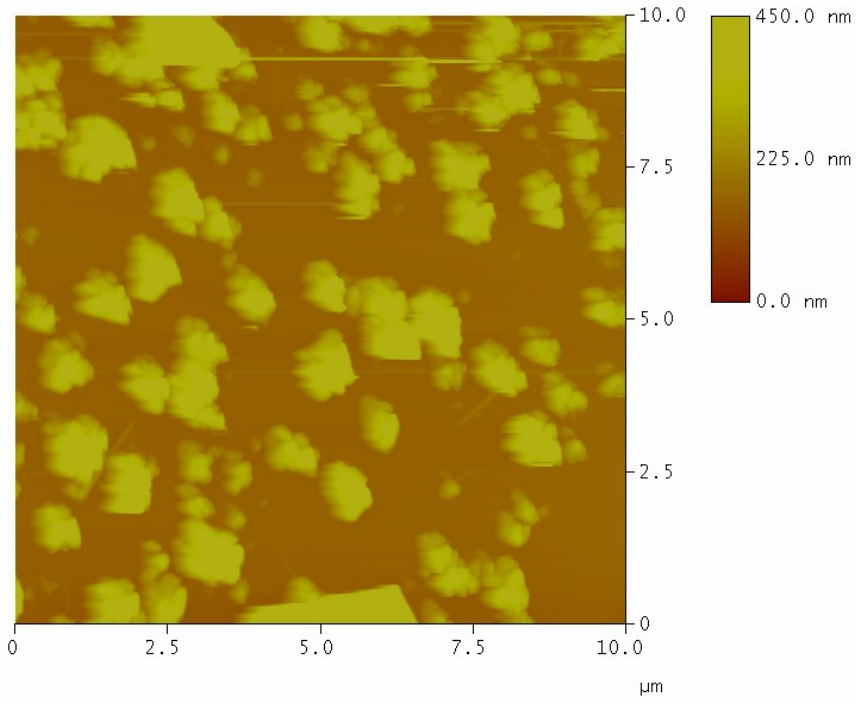


(a)

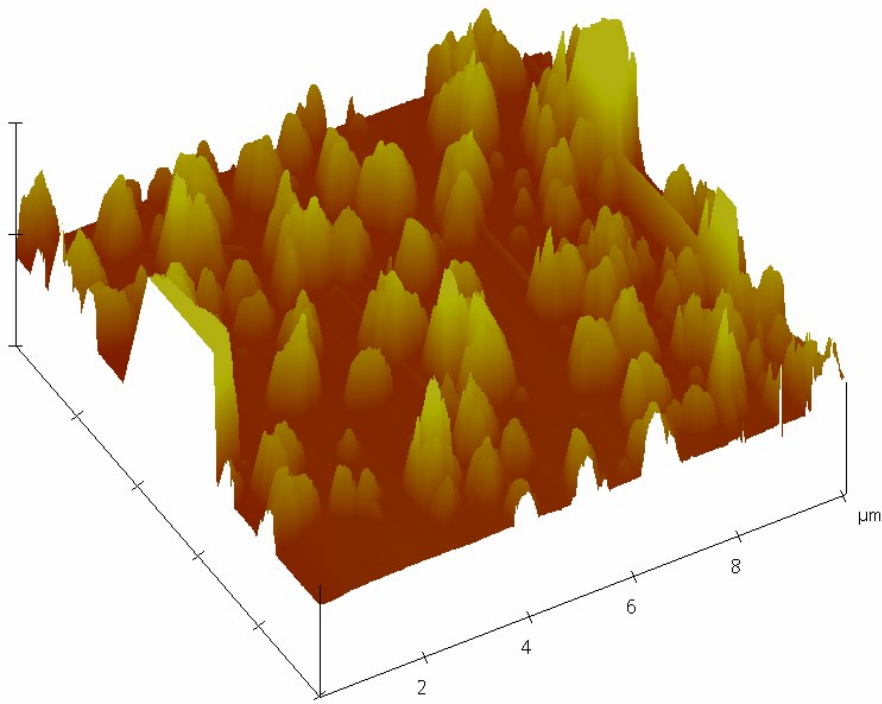


(b)

Şekil 5.17. İnce filme ait (a) iki boyutlu (b) üç boyutlu AFM görüntüsü.



(a)



(b)

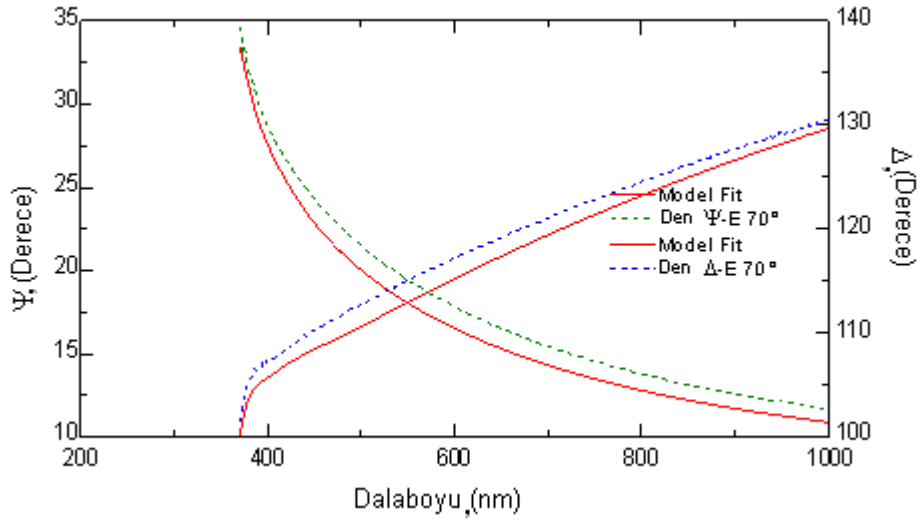
Şekil 5.18. İnce filmin diğer bir bölgesinden elde edilen (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü.

Görüntüler üzerindeki nokta şeklinde görülen aydınlık alanlar yüzey üzerindeki tepecikler göstermektedir. Yüzey görüntüleri pürüzlü yapıya sahip olup düz ve uniform yapıda değildir. Film yüzeyi farklı kalınlıklarda olmakla beraber silikon yüzey alanında kaplama işlemi gerçekleştirildi.

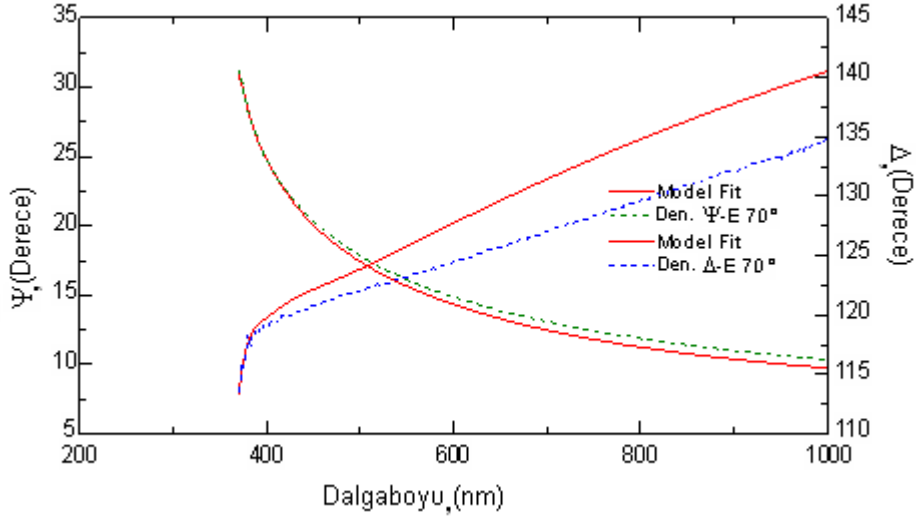
SC metodunda moleküller merkezkaç kuvvetin etkisi altında, birbirleri üzerinden ötelenerek ince bir tabaka oluşturmaktadır. Bu sebeple, LB filmere nazaran SC filmlerin yüzeyi daha düzensizdir. Bu beklentiye uygun olacak şekilde aynı molekül kullanılmasına rağmen iki farklı yöntemle elde edilen, ince filmlerin yüzeylerinin birbirinden çok farklı yapıda olduğu görülmektedir. LB filmler düzenli ve homojen bir yapıya sahipken spin filmlerin yüzeyleri parçacıklı yapıya sahiptir. Bu sonuç elde edilen filmlerin yüzey morfolojilerinin kullanılan kaplama yöntemiyle doğrudan bağlantılı olduğu göstermektedir. Bu tür moleküller için spin kaplama yöntemiyle elde edilen filmlerin LB ince film yöntemiyle elde edilenlere göre daha düzensiz yapıya sahip olduğu gözlemlendi. Farklı maddelerle yapılan diğer bir çalışmada benzer sonuçlar gözlenmiştir (Evyapan ve diğ., 2006).

### **5.3.2.5. Spektroskopik Elipsometri Sonuçları**

SE ölçümleri için kaplama işlemi silikon alttaşlar üzerine yapıldı ve deneysel verilerin elde edilmesi için J.A. Woollam M2000V döner kompasatör SE kullanıldı. İnce film elde etmeden önce kaplama yapılacak silikon tabakanın üzerinde bulunan silikon oksit tabakanın kalınlığı  $d_{ox} = 2.692$  nm olarak elde edildi. Bu işlemten sonra FİBA maddesi için 2 mg/ml derişiminde çözelti hazırlandı. Bu çözelti kullanılarak 1000-6000 rpm aralığında dönüş hızlarında altı ayrı ince film için deneysel veriler elde edildi. Şekil 5.19, 5.20, 5.21, 5.22, 5.23 ve 5.24 farklı dönüş hızlarında elde edilen ince filmlere ait  $\Psi$  ve  $\Delta$  'nın dalga boyuna bağlı olarak değişimini göstermektedir. Grafiklerdeki düz çizgiler modele ait verileri ve noktalı çizgiler deneysel verileri göstermektedir. Bu grafikler incelendiğinde fit işleminde kullanılan analiz modelinin deneysel verilerle yaklaşık olarak uygun olduğu görüldü.

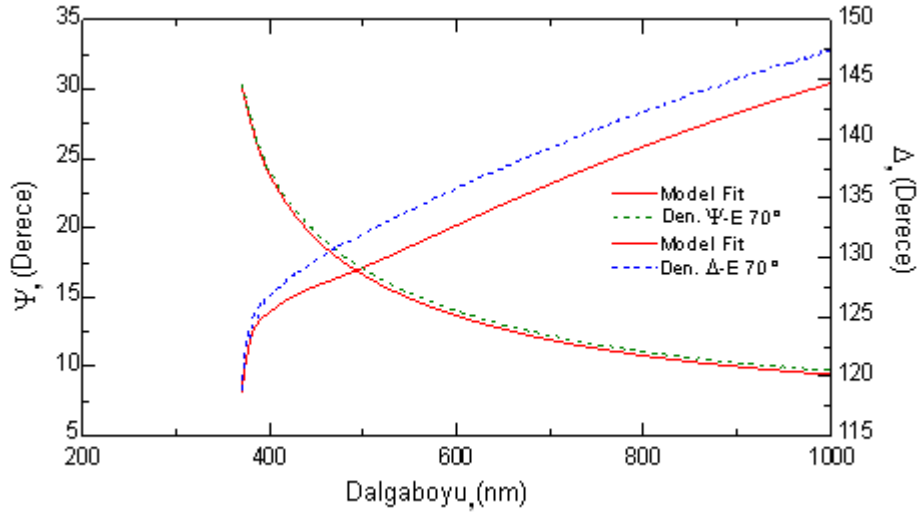


Şekil 5.19. 1000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait  $\Psi$  ve  $\Delta$  fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi.

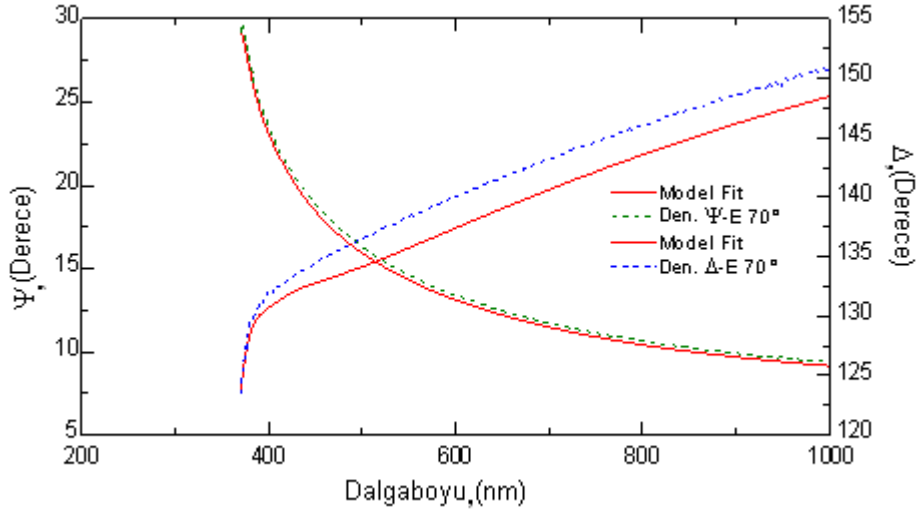


Şekil 5.20. 2000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait  $\Psi$  ve  $\Delta$  fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi.

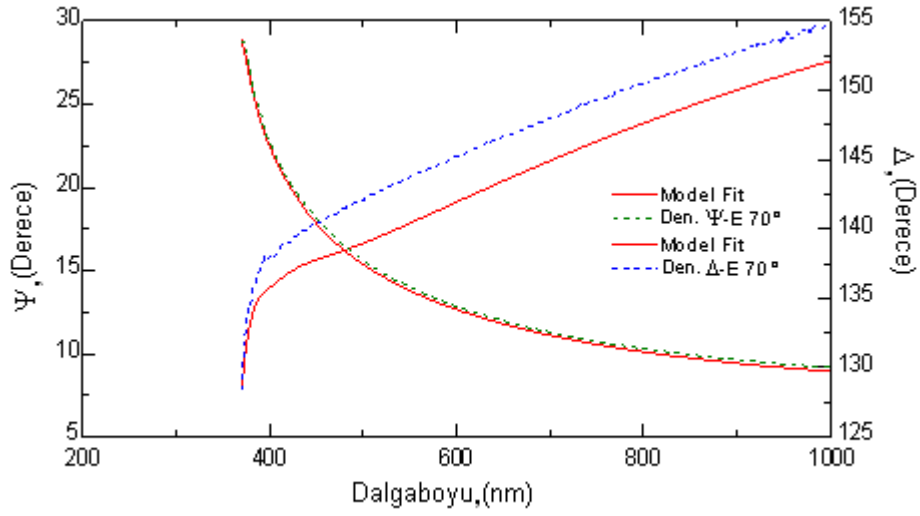




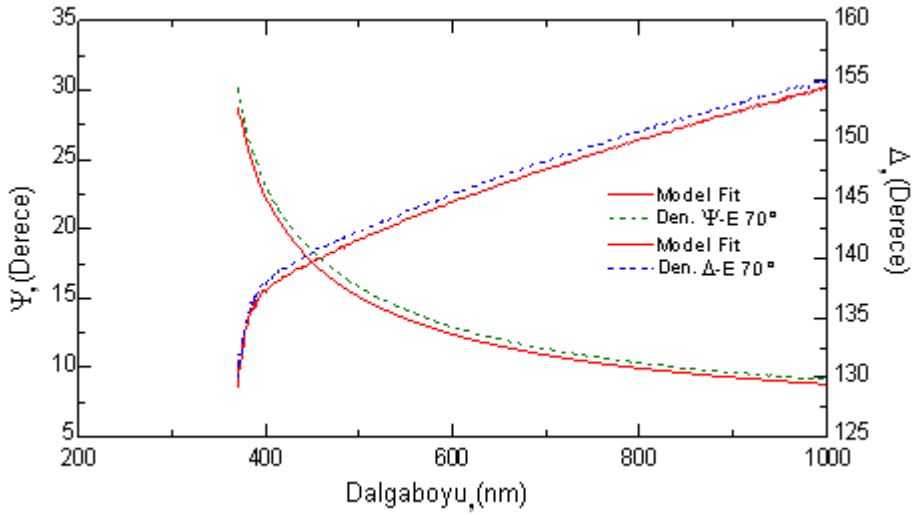
Şekil 5.21. 3000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait  $\Psi$  ve  $\Delta$  fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi.



Şekil 5.22. 4000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait  $\Psi$  ve  $\Delta$  fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi.



Şekil 5.23. 5000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait  $\Psi$  ve  $\Delta$  fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi.



Şekil 5.24. 6000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait  $\Psi$  ve  $\Delta$  fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi.

Film kalınlıkları deneysel spektrumun iki elipsometrik parametresiyle hesaplandı. Bunlar  $\Psi$  ve  $\Delta$  parametreleridir ve sırasıyla SE’de kullanılan polarize ışığın  $p$ - ve  $s$ -bileşenlerinin  $A$ : genlik oranı ve  $\phi$  : faz kayması olarak tarif edilirler.

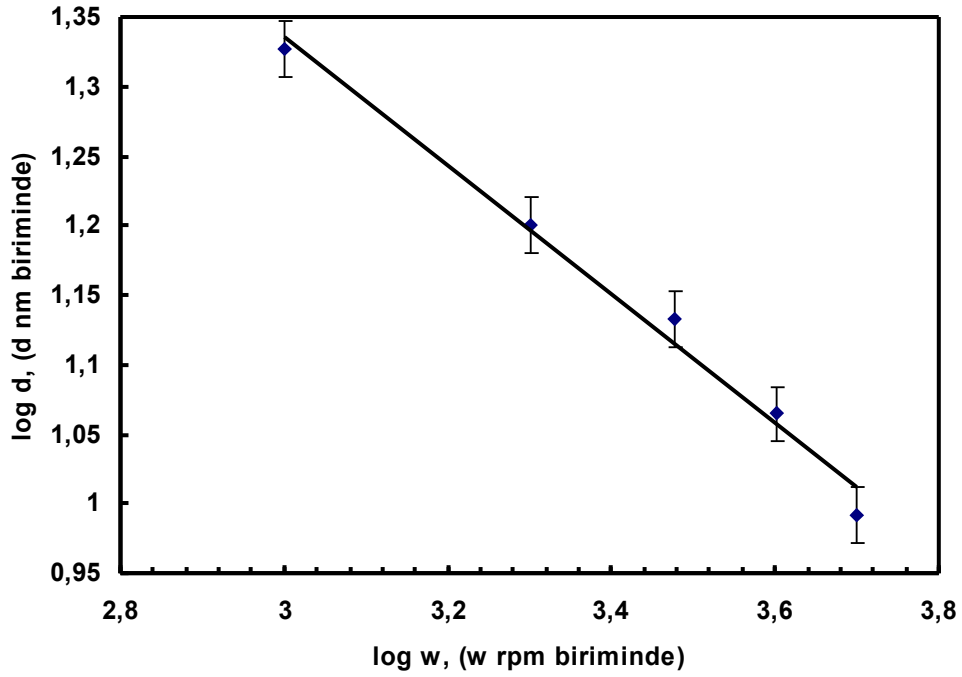
$$\Psi = \arctan\left(\frac{A_p}{A_s}\right), \quad \Delta = \varphi_p - \varphi_s \quad (5.2)$$

Deneysel  $\Psi$  ve  $\Delta$  spektral değerlerinin fit etme işlemi sayısal olarak ana elipsometrik denklemin çözümüne dayanmaktadır.

$$\tan(\Psi) e^{i\Delta} = \frac{\bar{R}_p}{\bar{R}_s} \quad (5.3)$$

polarize ışığın  $p$ -ve  $s$ - bileşenleri ile değişen bu denklemdeki Fresnel katsayıları  $R_p$  ve  $R_s$  filmlere ait kırılma indisi ( $n$ ), sönümlenme katsayısı ( $k$ ) ve kalınlığa ( $d$ ) bağlı olarak değişir (Suryajaya ve diğ., 2008) ve ince filmlerin kalınlıkları deneysel verilerin teorik değerlere fit edilmesi sayesinde hesaplanır (Khoshman ve ark., 2007; Ahmada ve Alsaad, 2006; Aoki ve ark., 2007; Çelik ve Şafak, 2002). Bu çalışmada deneysel verilerin fit edilmesi için ticari yazılım olarak VWASE32 kullanıldı (Guide to using VWASE32, J.A. Woollam co. Inc., 2002).

Fit etme işleminde filmler saydam olduğu için  $k=0$  olarak ve kırılma indisi literatürden 1.62 olarak alındı (<http://www.texloc.com>). İnce filmlerin kalınlıkları farklı spin hızlarında hesaplandı. Elde edilen kalınlık değerleri ve dönüş hız değerleri logaritmik olarak grafiğe geçirilerek Şekil 5.25'de verildi.



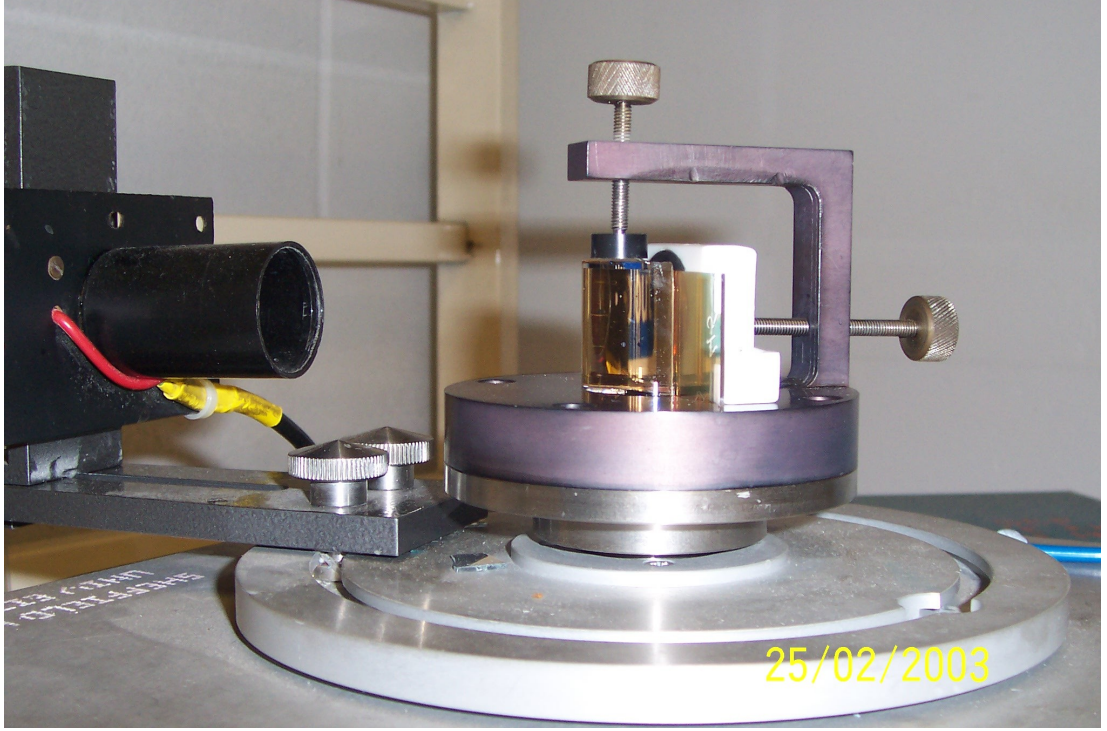
Şekil 5.25. Film kalınlığının, dönüş hızına bağımlılığı.

Bu sonuca göre film kalınlığı, dönüş sayısı arttıkça azalmaktadır. Film kalınlığının dönüş hızına bağımlılığı çizgisel davranış göstermekte olup kalınlığın devir hızına bağımlılığı  $d \sim \omega^{-0.4}$  olarak bulunmuştur. Bu sonuç literatürdeki spin kaplama filmleri için verilen değerle uyumludur (Sukanek, 1991, 1997 ; Capan ve diğ., 2003).

### 5.3.2.6. Yüzey Plazma Rezonansı Sonuçları

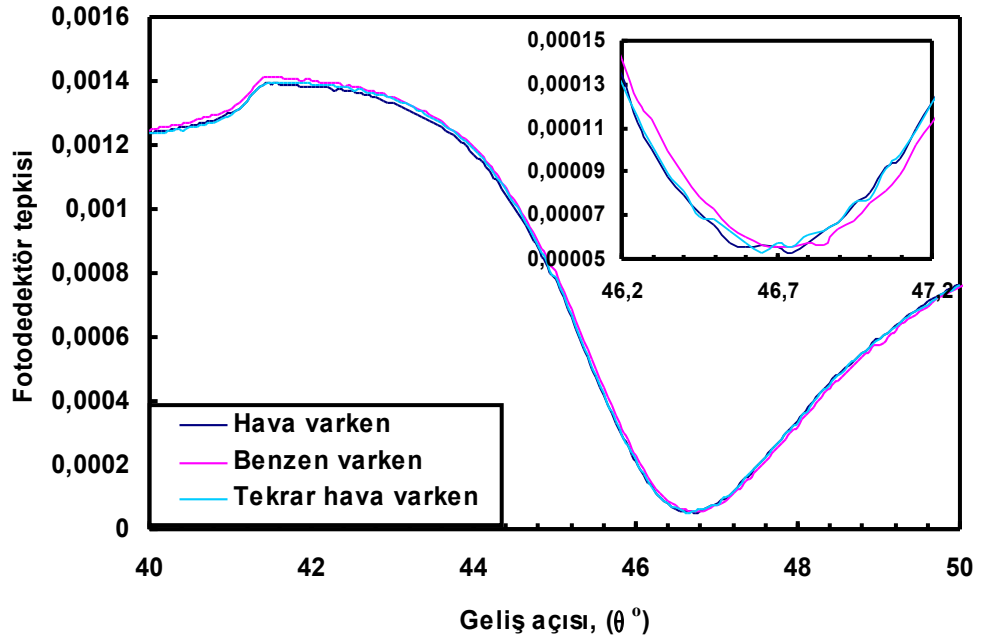
SPR ölçümleri için öncelikle cam alttaşlar ultrasonik olarak temizlendi ve ısısal buharlaştırıcı yardımıyla, buharlaşma hızı  $1 \text{ nm s}^{-1}$  ve  $10^{-4} \text{ Pa}$  ortam basıncında 45 nm kalınlığında altınla kaplandı. Altın kaplı cam alttaşların üzeri 2 mg/ml derişiminde çözelti kullanılarak 2000 rpm dönüş hızında ince film kaplandı. Filmlerin kalınlık ve gaz hassasiyeti özelliklerinin bulunması için Kretschmann tipi SPR sistem kullanıldı. Elde edilen ince filmler, film kaplı tarafları dışa gelecek şekilde, Şekil 5.26'da gösterilen yarı silindirik prizma ( $n_p=1.515$ ) üzerine, prizma ve cam alttaşın arasına indis eşleştirici bir sıvı etilsalisilet sürülerek yerleştirildi.

Sistemde ışın kaynağı olarak He-Ne ( $\lambda = 633nm$ ) lazer kullanıldı ve her bir dönüş hızında elde edilen filmlere ait SPR eğrileri elde edildi.

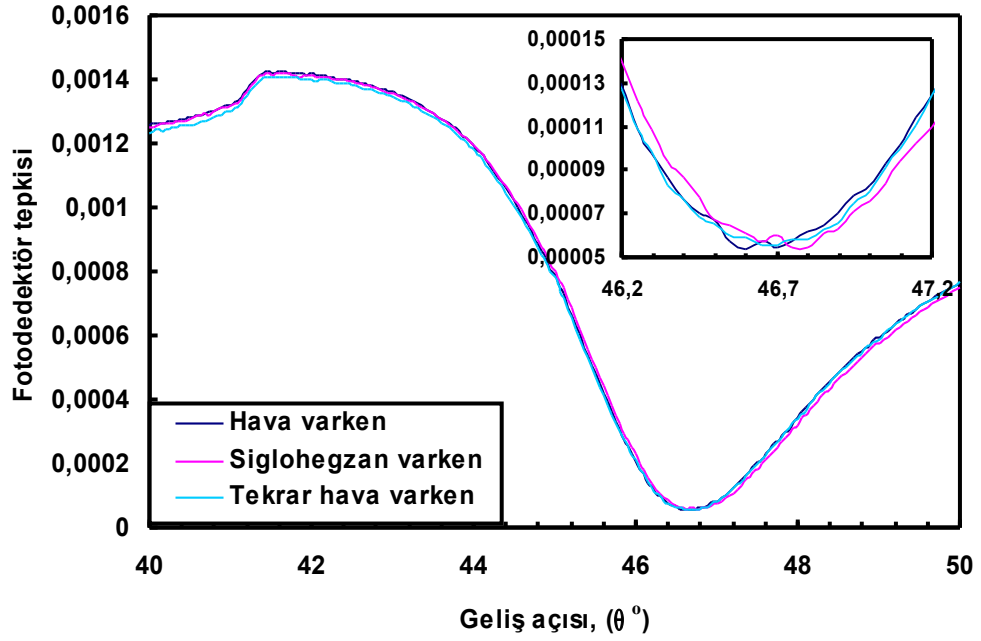


Şekil 5.26. Yarı silindirik prizma ve gaz hücresine ait fotoğraf.

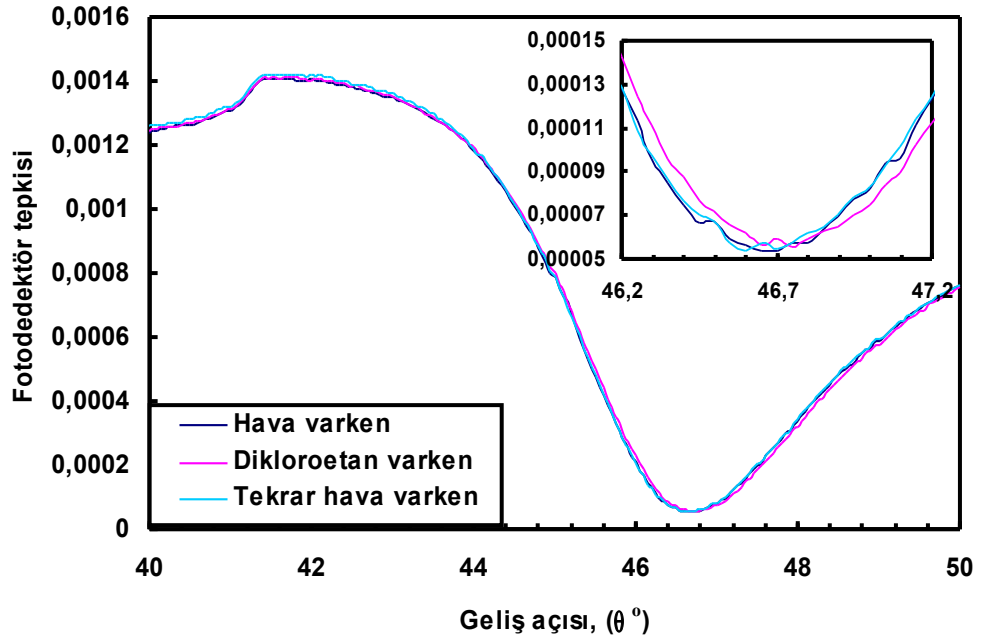
SPR ölçümlerinde FİBA ince filmleri sekiz ayrı uçucu organik bileşen buharıyla etkileştirildi. Filmin dış tarafta kalan kısmına, dışarıdan hava almayacak şekilde filmlerin gazlarla etkileşmesini sağlayacak gaz hücresi Şekil 5.26'da görüldüğü gibi sisteme yerleştirildi. İnce filmlerin gaz hücresi yardımıyla organik buharla etkileşmesi sağlandı. Filmlere buhar verilmesi bir enjektör yardımıyla gerçekleştirildi. Filmlerin buharlarla her etkileşmesi sonunda geri dönüşümlerini incelemek amacıyla gaz hücresine hava enjekte edildi. Benzen ( $C_6H_6$ ), siglohegzan ( $C_6H_{12}$ ), dikloroetan ( $C_2H_4Cl_2$ ), ksilen ( $C_8H_{10}$  ( $C_6H_4C_2H_6$ )), toluen ( $C_7H_8$  ( $C_6H_5CH_3$ )), 2-propanol ( $(CH_3)_2CHOH$ ), etanol ( $C_2H_6O$ ) ve metanol ( $CH_3OH$ ) için buhar ve geri dönüşüme ait SPR eğrilerinin yer aldığı grafikler Şekil 5.27'den, Şekil 5.34'e kadar verilmektedir.



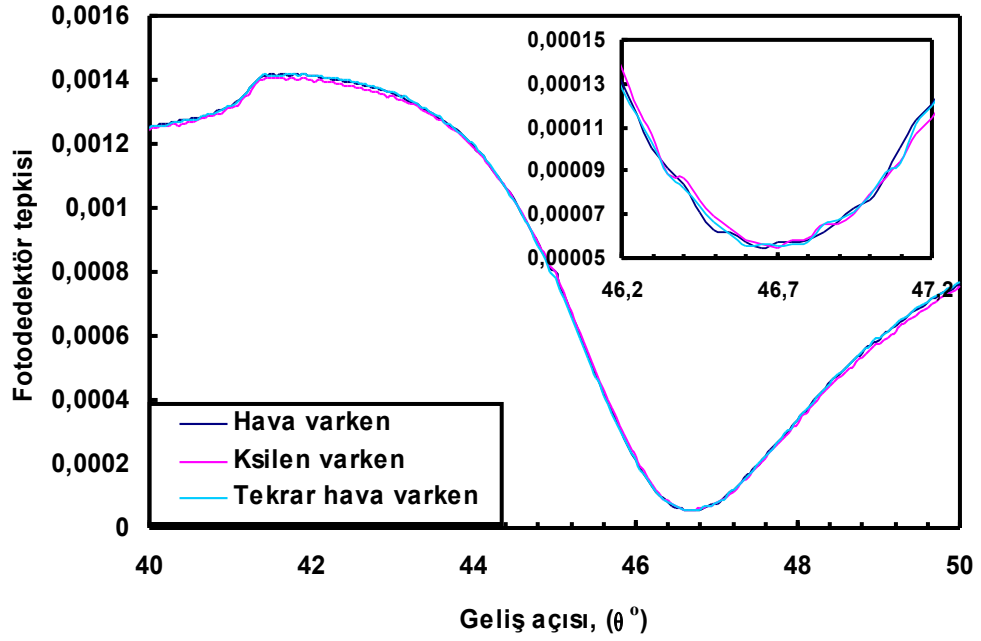
Şekil 5.27. FİBA filminin benzen buharıyla etkileşmesi.



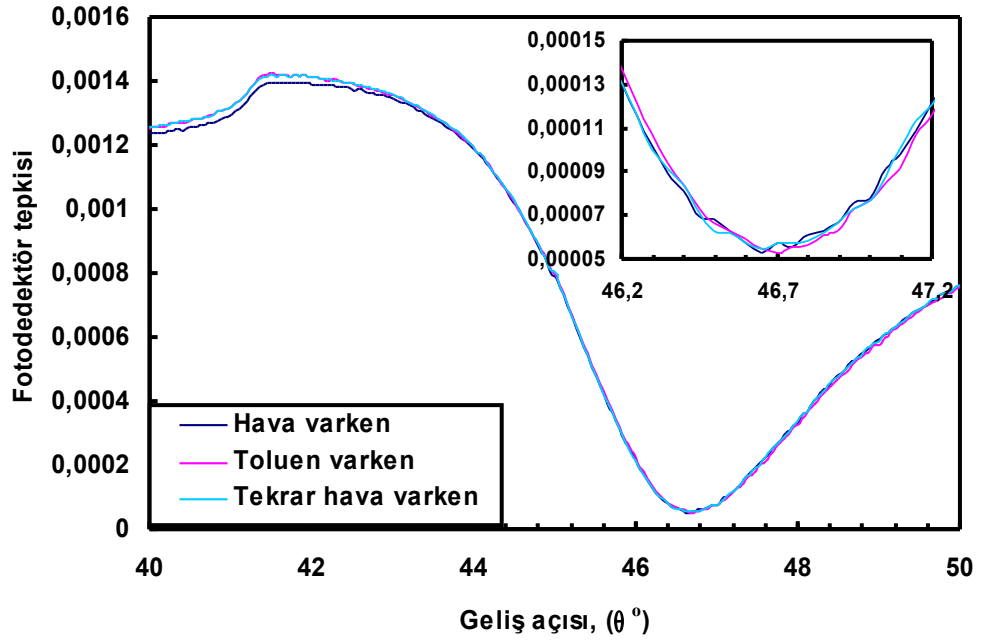
Şekil 5.28. FİBA filminin siglohegzan buharıyla etkileşmesi.



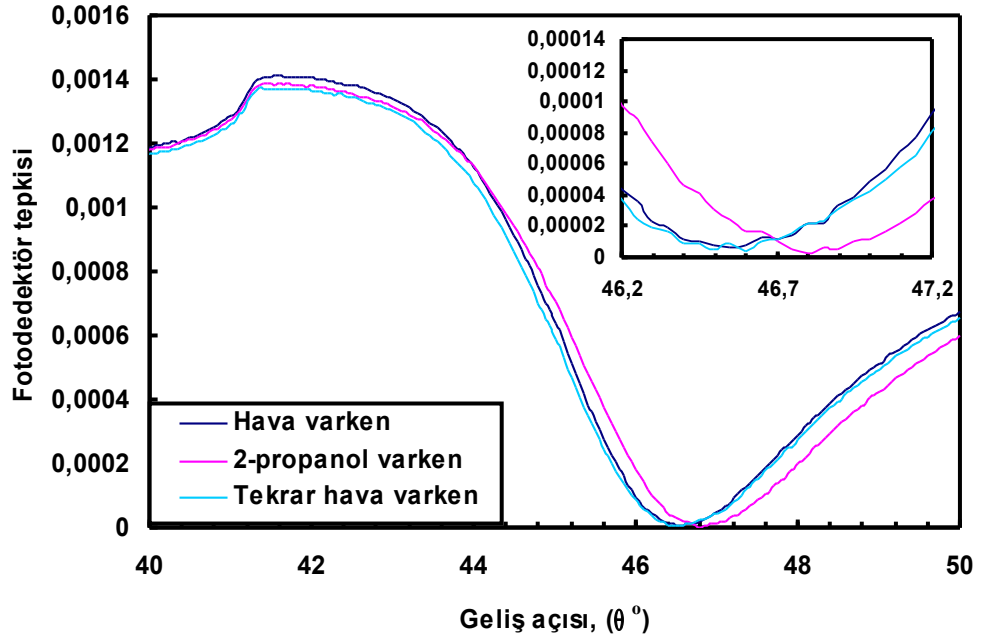
Şekil 5.29. FİBA filminin dikloroetan buharıyla etkileşmesi.



Şekil 5.30. FİBA filminin ksilen buharıyla etkileşmesi.

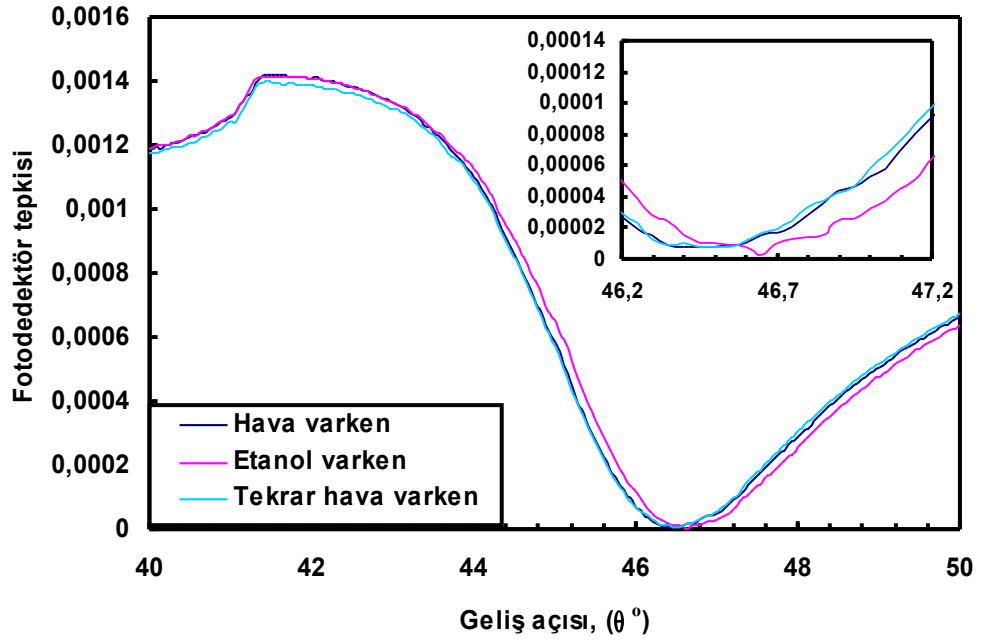


Şekil 5.31. FİBA filminin toluen buharıyla etkileşmesi.

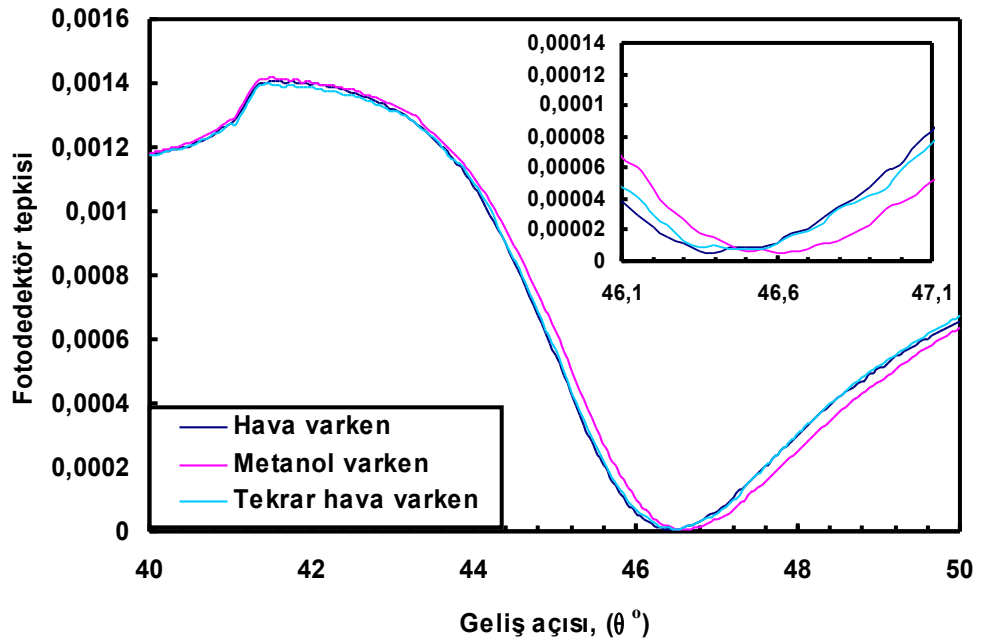


Şekil 5.32. FİBA filminin 2-propanol buharıyla etkileşmesi.





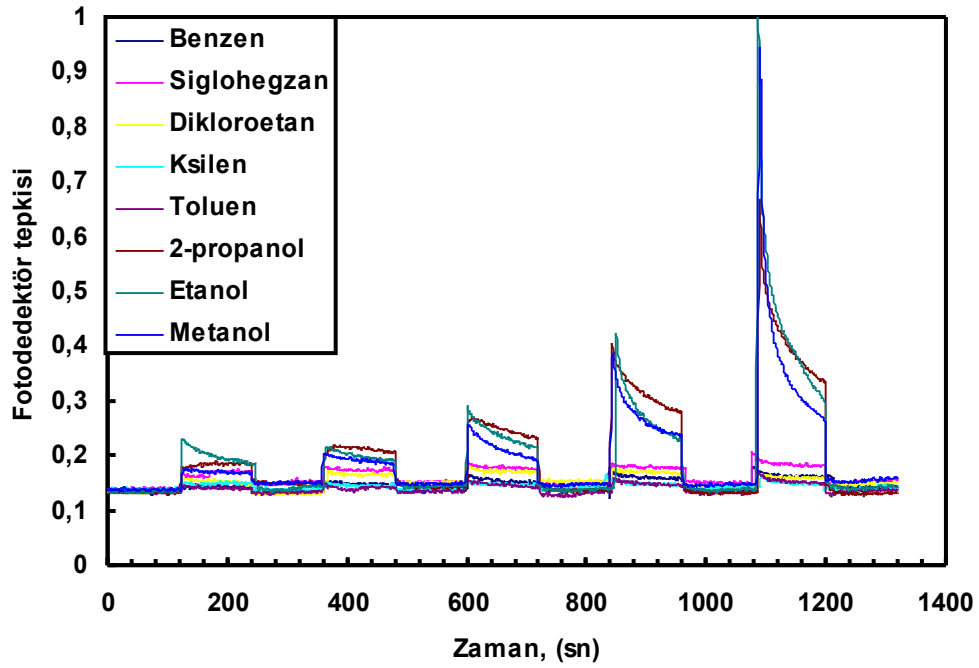
Şekil 5.33. FİBA filminin etanol buharıyla etkileşmesi.



Şekil 5.34. FİBA filminin metanol buharıyla etkileşmesi.

Yukarıdaki SPR grafiklerinden, film yüzeyine organik buhar verildiğinde ve buhardan sonra hava verildiğinde eğrinin değişimi görülmektedir. SPR eğrilerinde, ince filmler organik buharlarla etkileştirildiğinde rezonans noktalarının  $\Delta \theta$  kadar sola kaydığı görülmektedir. Bu kayma, alttaş üzerinde bulunan ince film halindeki FİBA tabakasının kırılma indisinin değişmesi ve organik buhar moleküllerinin film yüzeyine yapışmasıyla filmin şişmesinin bir sonucu olarak ortaya çıkar (Sen ve diğ., 2008; Podgorsek ve diğ., 1997; Nabok ve diğ., 2000). Bu kayma iyi tepki veren gazlarda daha büyüktür. FİBA maddesiyle yapılan ince filmler etanol, metanol ve 2-propanol buharlarına karşı iyi tepki vermiştir. FİBA filmi, bu üç organik maddeye ait buhar ile, organik maddelerin –OH grupları sayesinde etkileşir. Benzer sonuçlar farklı yöntemlerle üretilen diğer moleküllere ait ince filmler için de yine SPR yöntemi kullanılarak elde edilmiştir (Neri ve diğ., 2005; Fernández ve diğ., 2005; Wilde ve diğ., 1998; Torsi ve diğ., 2004). Sonuç olarak bu buharlar FİBA molekülünün ince filmleriyle algılanabilir. Bunun yanında filmlerin geri dönüşümünün bu üç buhar için iyi olduğu gözlenmektedir. Bu da FİBA ile yapılacak organik buhar sensörlerinin kullanılabilceğini göstermektedir.

İnce filmlerin buharlara verdiği tepkinin zamana bağlı olarak elde edildiği ölçümler, kinetik grafikleri olarak adlandırılır. Bu ölçümleri yapabilmek için lazer ışınlarının geliş açısı SPR eğrilerinden elde edilen bir geliş açısına sabitlenir. İnce film ve gaz hücresi yarı silindirik prizma üzerine yerleştirildi. Fotodedektör tepkisi 2 dakika süreyle öncelikle gaz hücresi içerisinde hava varken elde edildi. Bu süre sonunda filme buhar enjekte edildi ve iki dakika süre ile fotodedektörden sensör maddesine ait tepki kaydedildi. Daha sonra tekrar iki dakika kadar sisteme hava enjekte edilerek aynı işlem tekrarlandı. Her geri dönüşüm sonrası gaz hücresine verilen buhar oranı iki kat arttırıldı ve bu işleme enjektördeki buharın havaya olan oranı 1 olana kadar devam edildi.



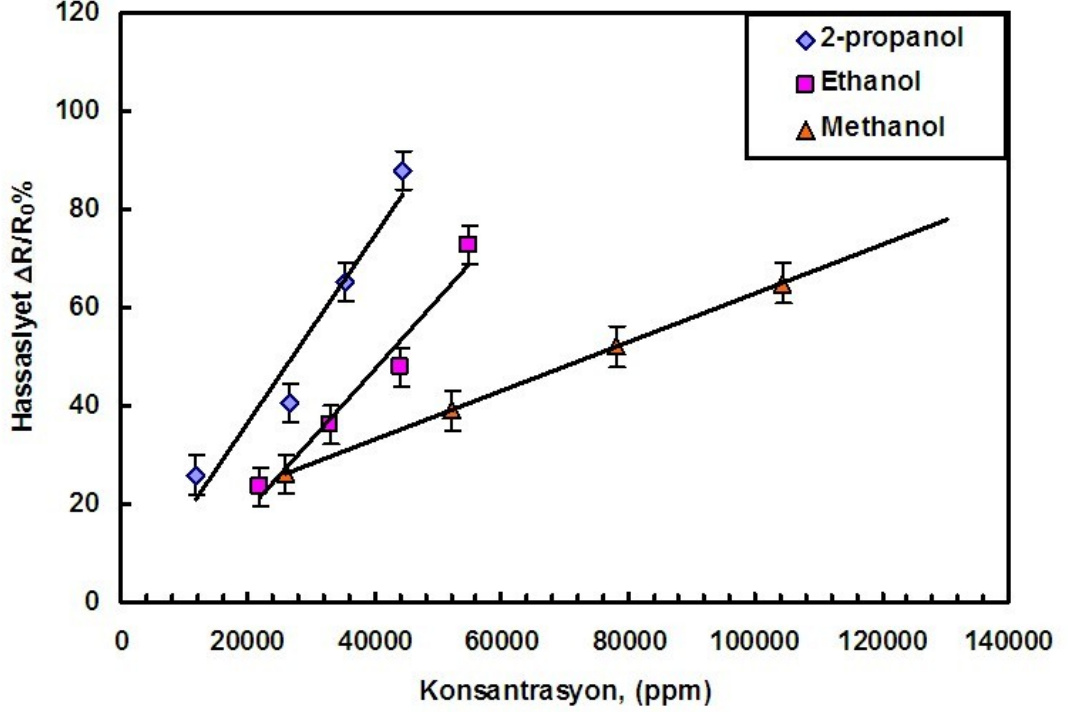
Şekil 5.35. Çeşitli organik buharlar için elde edilen kinetik grafiği.

Şekil 5.35, ince filmin buharla etkileştiğinde verdiği ilk tepkileri göstermektedir. En yüksek tepki 2-propanol buharına aittir. Diğer tepkilerle karşılaştırıldığında, FİBA maddesiyle yapılan ince filmlerin 2-propanol, etanol ve metanol buharlarına verdiği tepkiler oldukça yüksek, hızlı ve tamamen geri dönüşüme sahiptir. Tepki ve geri dönüşüm süresi birkaç saniye kadardır. Buhar konsantrasyonu arttıkça filmlerin buhara verdiği tepkilerin bu üç buhar için benzer oranda arttığı görülmektedir .

Bu üç buhara karşı hassasiyetin konsantrasyona bağlılığı Şekil 5.36'da verilmiştir. Hassasiyetin hesaplanmasında şu eşitlik kullanılmıştır (Arshak ve Gaidan, 2006).

$$S = \frac{R_{gaz} - R_{hava}}{R_{hava}} \times 100 \quad (5.4)$$

$R_{gaz}$  filmin buharla etkileşmesi sırasındaki ve  $R_{hava} = R_0$  sisteme hava verildiğindeki tepkiyi göstermektedir.



Şekil 5.36. Hassasiyetin buhar konsantrasyonuna bağlı değişimi.

Şekil 5.36’da incelenen konsantrasyon aralığında filmleri alkol buharlarına verdiği tepkilerin literatüre uygun olacak şekilde çizgisel olduğu görülmektedir (Conoci., 2002; Conoci ve diğ., 2002; Hassan ve diğ., 2001). Konsantrasyon arttıkça tepki de artmaktadır ve 2-propanol için en yüksek hassasiyet gözlenmektedir.

Denklem (5.4) kullanılarak FİBA filmlerin hassasiyetleri bulunmuş ve Tablo 5.1’de gösterilmiştir. Tablodaki kalınlık değerleri, SPR eğrilerinin en küçük-kare küçültme (least-square minimization) yöntemi kullanılarak Frensel denklemlerine fit edilmesiyle elde edilmiştir (Şen ve ark., 2008; Capan ve ark., 2003, 2005).

Tablo 5.1. FİBA molekülüne ait bazı ince film parametreleri

Etkiyen buharlar	$\Delta \theta$ (deg) Buharla etkileştiğindeki rezonans kayması	Film kalınlığı ( $\mu m$ )		$\Delta d$ ( $\mu m$ )	S
		Buhardan önce	Buharla etkileştiğinde		
Etanol	0,15	12,45	12,91	0,46	72
2-propanol	0,1	12,54	12,72	0,18	87
Metanol	0,1	12,10	12,19	0,09	65

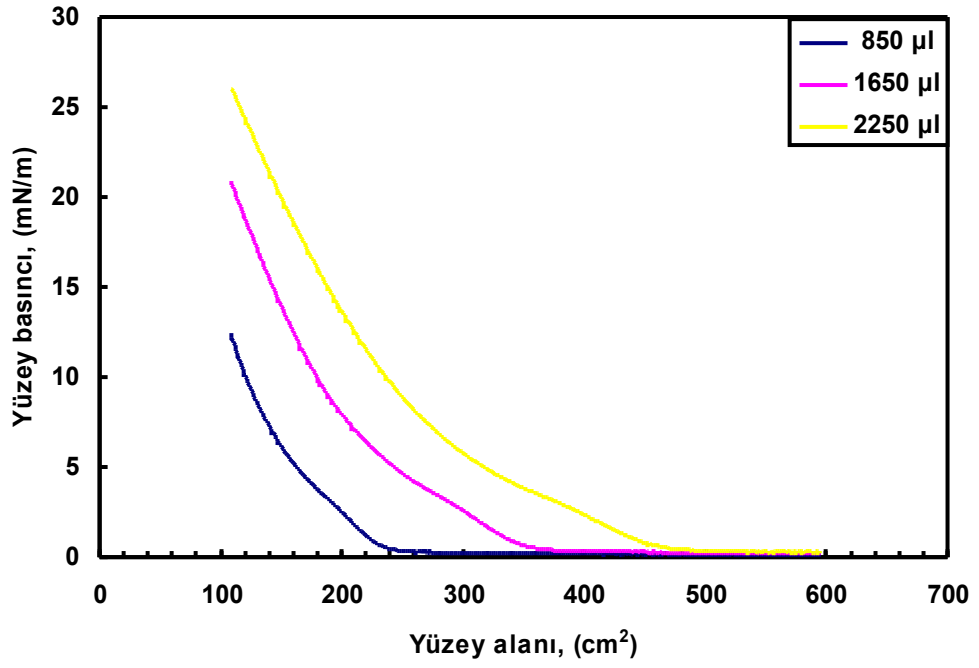
#### 5.4. (N-fitalimido) p-aminobenzoik Asit Maddesine Ait Ölçüm Sonuçları

##### 5.4.1. Langmuir-Blodgett İnce Film Yöntemiyle Elde Edilen (N-fitalimido) p-aminobenzoik Asit Filmlere Ait Deneysel Bulgular

Bölüm 5.3.1.1’de verilen çözelti alttaş ve tekne temizliği prosedürlerinin aynısı burada tekrarlanmış ve aşağıdaki ölçümler alınmıştır.

###### 5.4.1.1. İzoterm Grafikleri

İzoterm grafikleri için 850, 1650 ve 2250  $\mu l$  miktarlarında FİABA çözeltisi kullanıldı ve elde edilen sonuçlar Şekil. 5.37’de verildi.

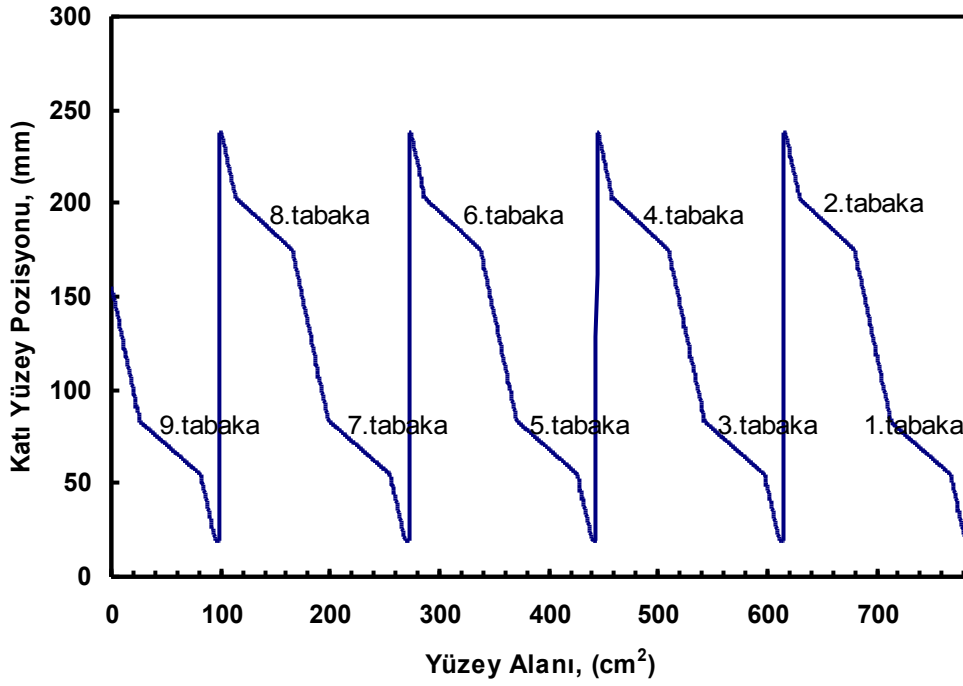


Şekil 5.37. FIABA maddesinin izoterm grafiği.

Elde edilen grafikler için transfer işlemine ait basınç değeri 9 mN/m olarak belirlenmiştir.

### 5.4.1.2. İnce Film Transfer İşlemi

Şekil 5.38’da cam yüzey üzerine LB film transfer grafiği görülmektedir.

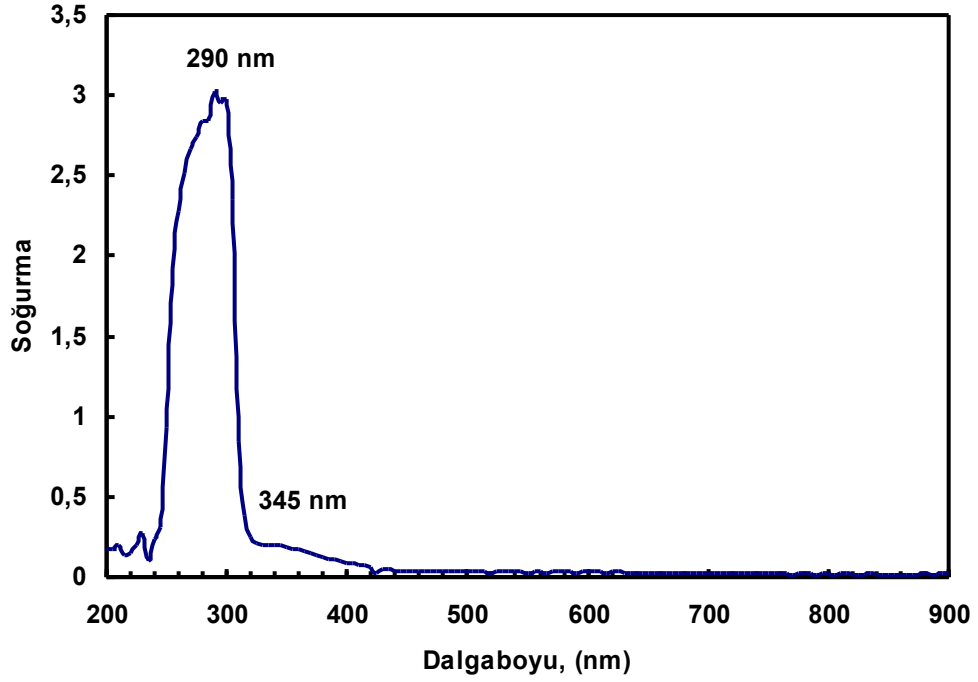


Şekil 5.38. FİABA molekülüne ait transfer grafiği.

1. tabaka transfer işlemi 769-719 cm<sup>2</sup> alan aralığında, ikinci ince tabaka transferi ise 682-634 cm<sup>2</sup> aralığında gerçekleşmiştir. Aynı işlemin tekrarlanması sonucunda cam yüzey üzerine 9 tabaka ince film kaplanmıştır. Her bir kaplamadaki yüzey alanı yaklaşık aynı oranda olup her tabakanın eşit miktarda transfer edildiği gözlenmiştir.

### 5.4.1.3. UV-Görünür Bölge Spektroskopisi Sonuçları

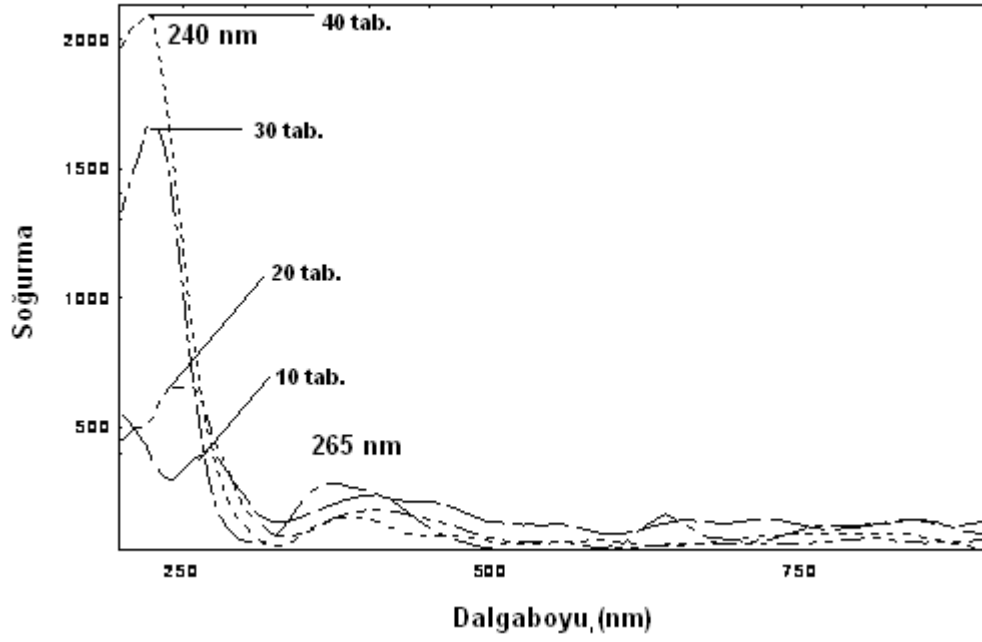
FİABA maddesine ait çözeltinin UV-görünür bölge spektrumu elde edildi ve Şekil 5.39'da verildi. Çözelti, 290 ve 345 nm dalga boylarında soğurma spektrumlarına sahiptir.



Şekil 5.39. FİABA molekülünün çözeltisinin UV-görünür spektrumu.

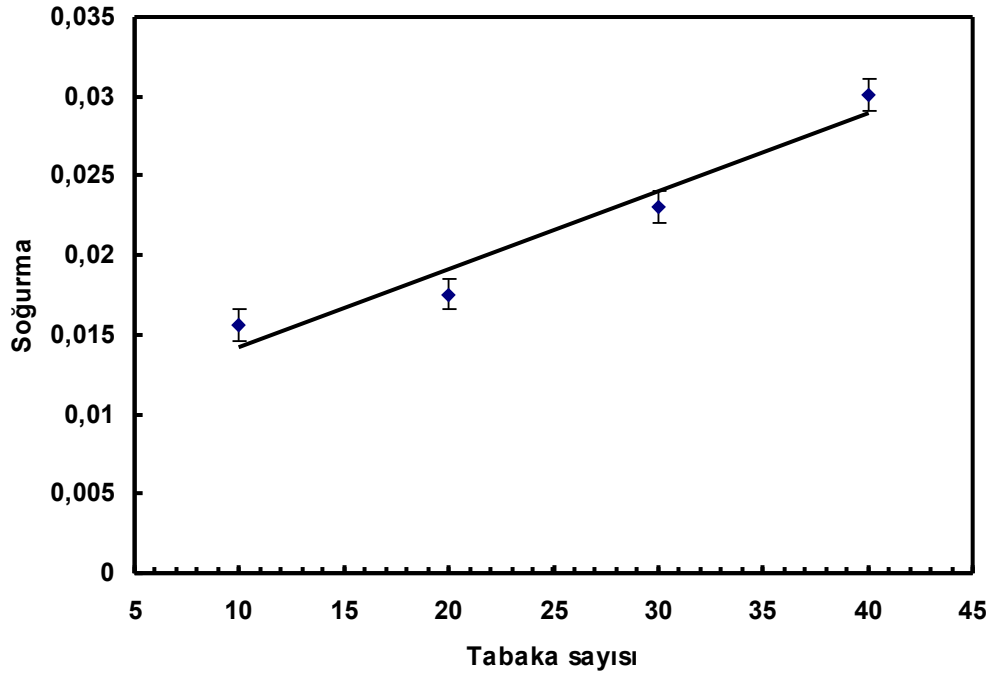
10, 20, 30 ve 40 tabaka olarak elde edilen LB filmlerin dalga boyuna bağlı olarak soğurmasını gösteren grafik Şekil 5.40'ta görülmektedir. Bu grafikte çözeltiye ait UV-görünür spektrumundakine benzer şekilde 240 ve 265 nm'lerde soğurmaların olduğu görülmekte ve transfer işleminin gerçekleştiği anlaşılmaktadır. Soğurma tepeleri FİBA molekülüne ait soğurma tepelerine yakın bir dalga boyunda gözlenmektedir. Benzer bir molekülle yapılan önceki bir LB ince film çalışmasında ve hacimsel olarak incelenen fitalimit türevi moleküllere ait UV-görünür spektrumlarında da soğurma tepeleri, bu bölgeye yakın dalga boyunda elde edilmiştir (Onah ve diğ., 2003; Ravindra ve diğ., 2006; Vijayalakshmi Rao ve Shridhar, 2002; Gao ve diğ., 2008).





Şekil 5.40. FİABA molekülünün LB ince filmlerine ait UV- görünür spektrumu.

Beer-Lambert yasası doğrultusunda tabaka sayısı ve soğurma arasındaki ilişki 240 nm’de incelenmiş ve Şekil 5.41’de verilmiştir. Burada FİABA molekülündeki gibi önceki LB ince film çalışmalarında elde edilen sonuçlarla tamamen uyuşacak şekilde çizgisel bir ilişki gözlemlendi (Niu ve diğ., 2008; Pavinatto ve diğ., 2008).

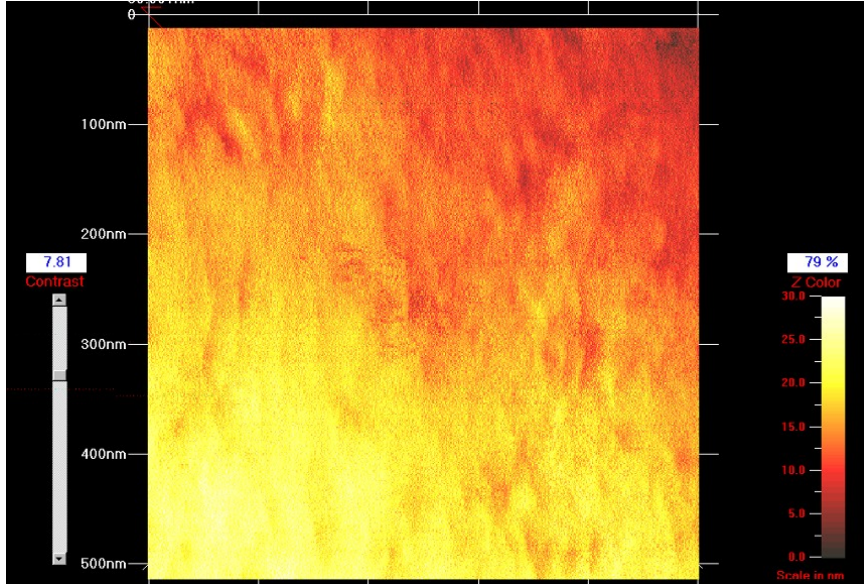


Şekil 5.41. FİABA LB ince filmleri için tabaka sayısına bağlı soğurma grafiği.

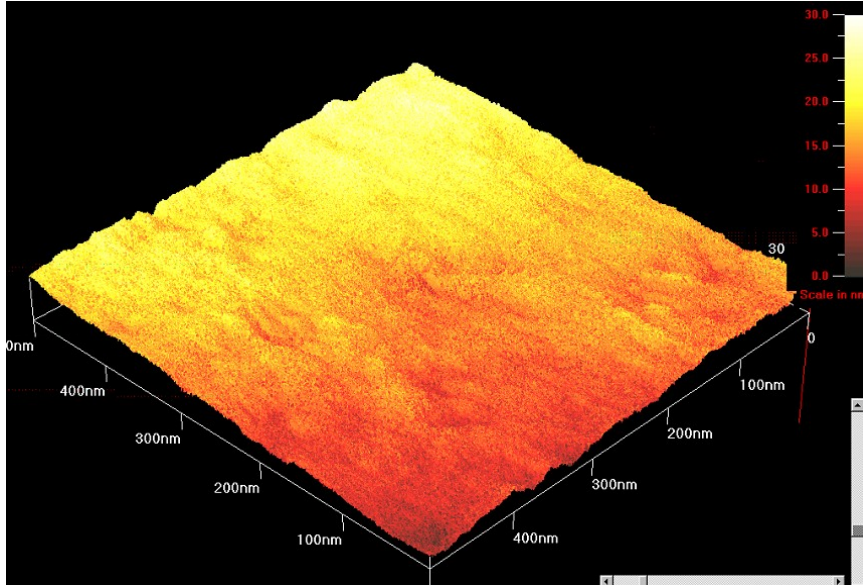
Bu grafik, soğurma şiddetinin tabaka sayısı ile dolayısıyla ince film kalınlığıyla doğru orantılı olarak değiştiğini göstermektedir.

#### 5.4.1.4. Atomik Kuvvet Mikroskopisi Sonuçları

FİABA maddesi ile cam alttaş üzerine 15 tabaka olacak şekilde transfer edilen ince filmlerin yüzey morfolojilerine ait AFM görüntüleri Şekil 5.42, Şekil 5.43, Şekil 5.44 ve Şekil 5.45'te verilmiştir.

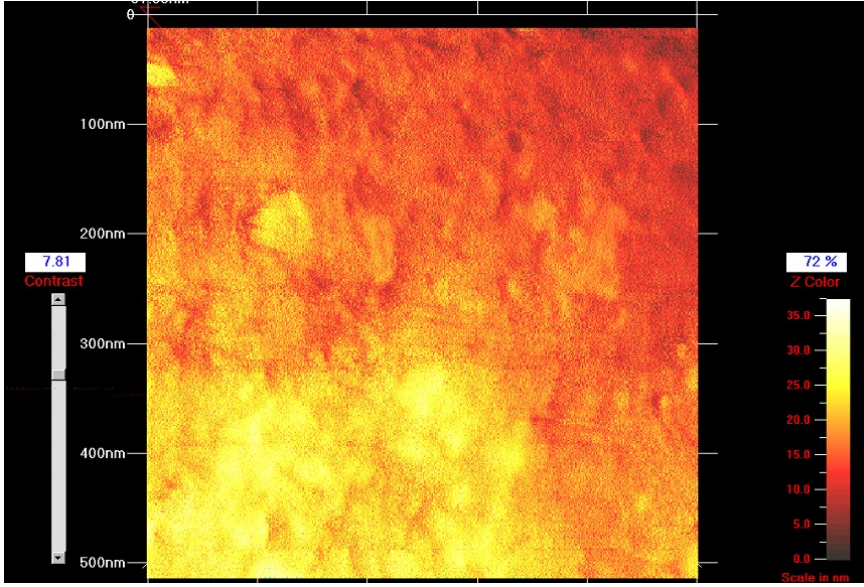


(a)

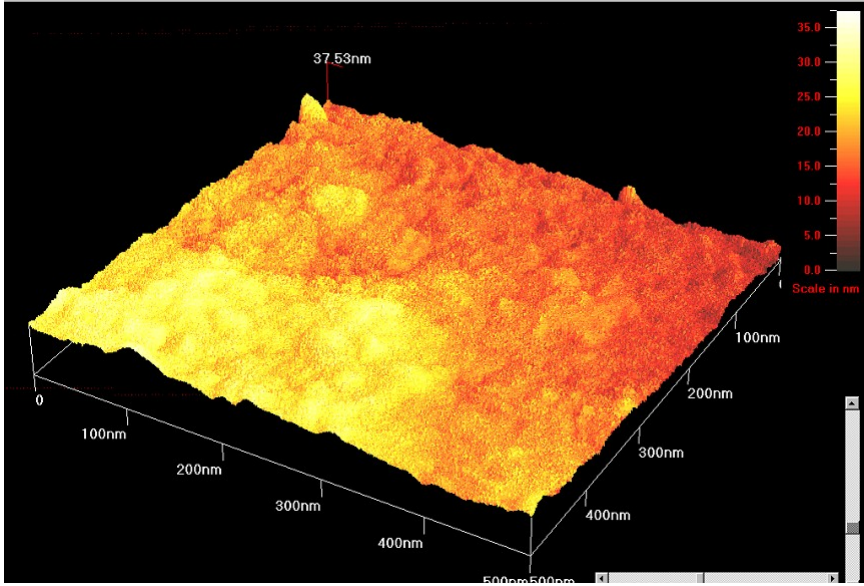


(b)

Şekil 5.42. F1ABA LB filminin (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü.

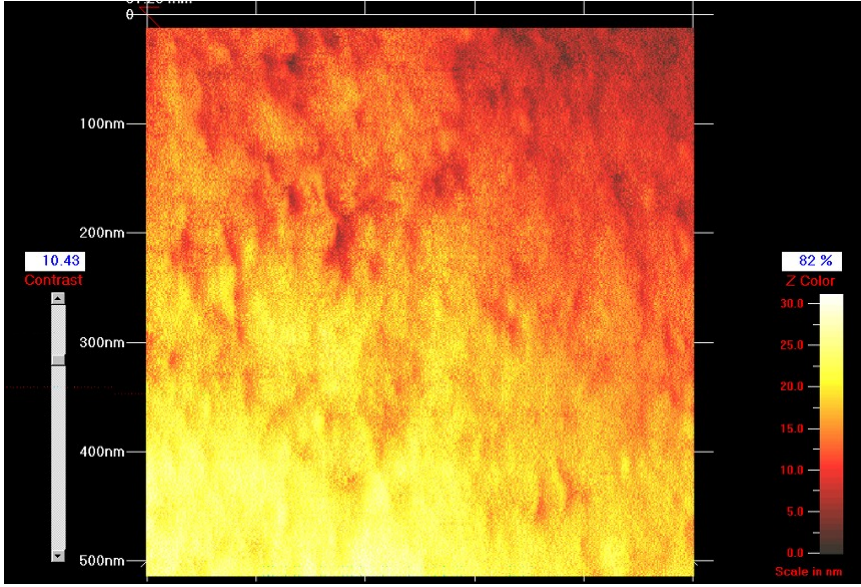


(a)

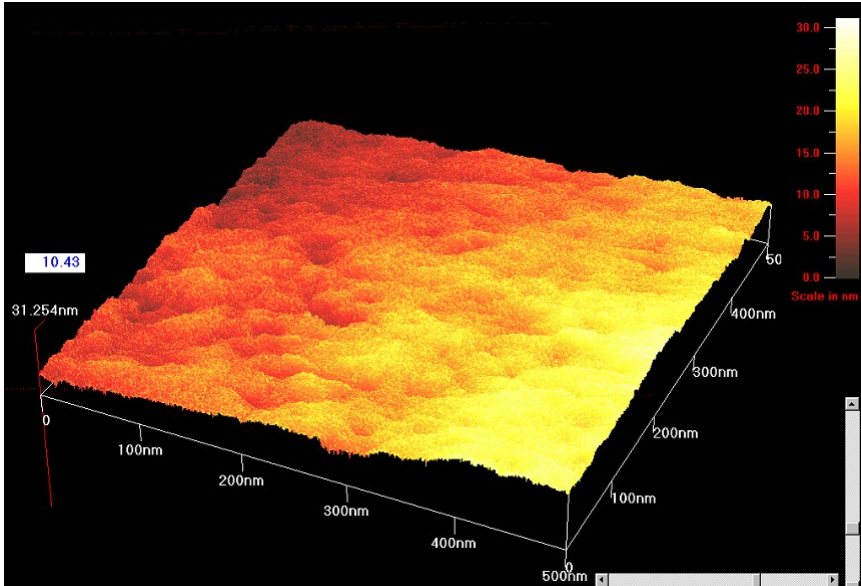


(b)

Şekil 5.43. FIABA LB filminin (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü.

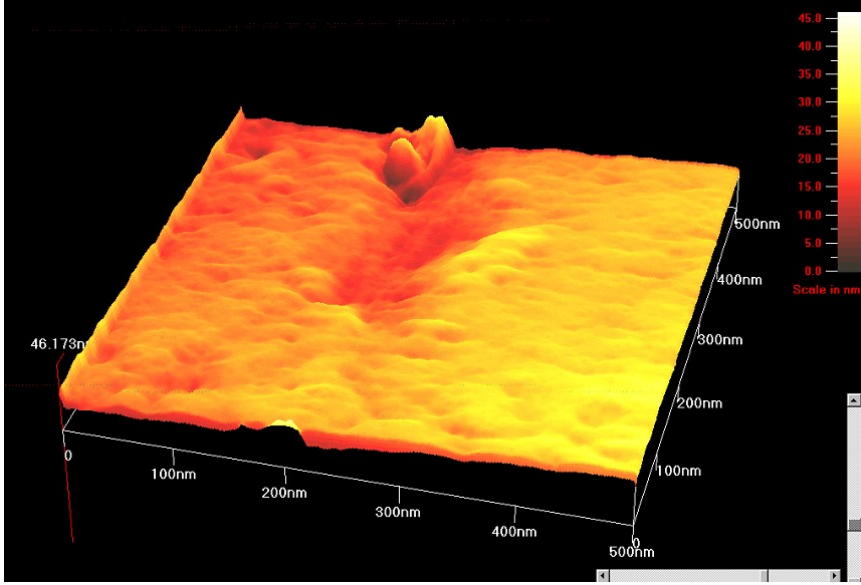


(a)



(b)

Şekil 5.44. FIABA LB filminin (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü.

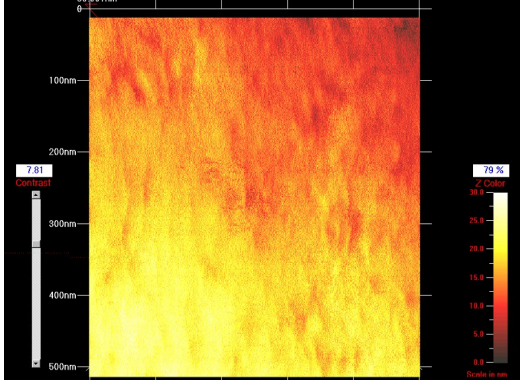


Şekil 5.45. F1ABA LB filminin üç boyutlu AFM görüntüsü.

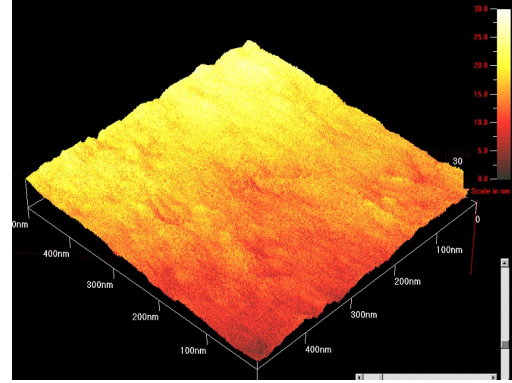
AFM sonuçlarındaki görüntülerde LB ince film yüzeyleri incelendiğinde yüzeyler üzerinde fazla yükseklik farkı görülmemektedir. AFM sonuçları yüzeyin düzgün ve homojen yapıda olduğunu gösterir. Benzer yüzey özelliği F1ABA molekülünde ve diğer fitalimit LB ince filmlerinde de gözlenmiştir (Evyapan ve diğ., 2006; Onah ve diğ., 2003).

Şekil 5.45’de filmin kenarında büyük bir parçacık görülmektedir. Bu parçacık üretim aşaması esnasında ortamdan veya alttaştan kaynaklanan toz parçacığıdır. Yüzeyin diğer taraflarından alınan AFM fotoğraflarında başka bir toz parçacığına rastlanmamıştır.

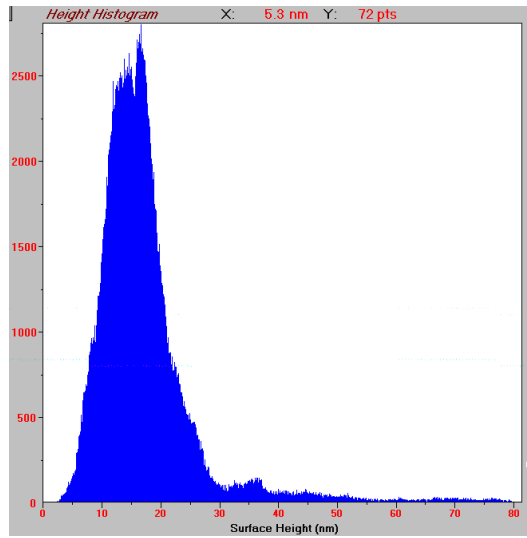
Şekil 5.46 (a), (b) ve (c), sırasıyla iki ve üç boyutlu AFM görüntüleri ve bu yüzeye ait yükseklik dağılımını göstermektedir. Film kalınlığının maksimum olduğu değer 20 nm civarındadır. Diğer dağılım ise 4-30 nm aralığındadır.



(a)



(b)



(c)

Şekil 5.46. FIABA LB filminin (a) iki boyutlu AFM görüntüsü, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü. (c) yüzey yüksekliği dağılımı.

## 5.4.2. Spin Kaplama Yöntemiyle Elde Edilen

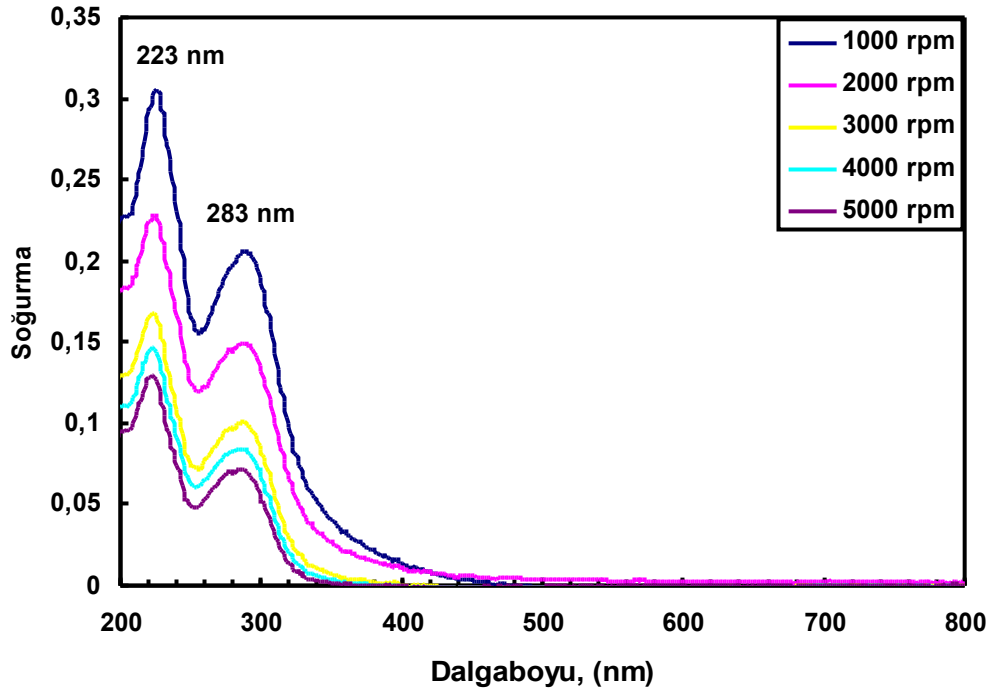
### (N-fitalimido) p-aminobenzoik Asit Filmlere Ait Deneysel Bulgular

#### 5.4.2.1. İnce Film Üretimi

Bölüm 5.3.2.2'deki ince film hazırlama prosedürü aynen FİABA için de takip edildi.

#### 5.4.2.2. UV-Görünür Bölge Spektroskopisi Sonuçları

İnce film kalınlığının dönüş hızına bağımlılıkları araştırıldı. Dönüş hızları 1000, 2000, 3000, 4000 ve 5000 rpm olarak hazırlanan ince filmlerin UV-görünür spektrumları elde edildi. Şekil 5.47 elde edilen spektrumları vermektedir.

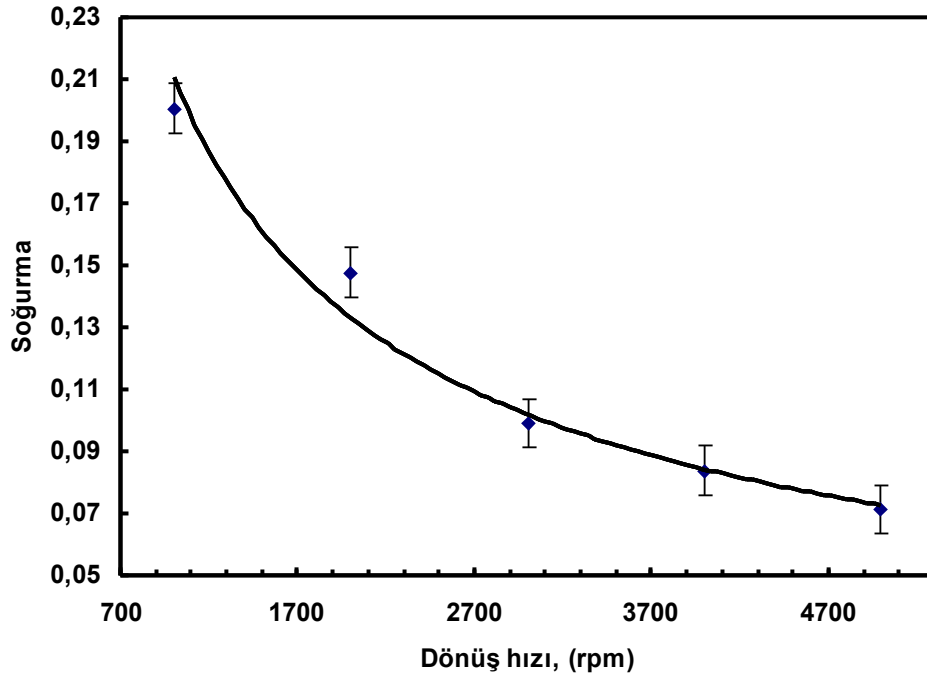


Şekil 5.47. FİABA ince filmlerin UV grafikleri.

Şekil 5.47'de verilen spektrum sonuçlarında, Şekil 5.39'da verilen FİABA çözeltisinin UV-görünür spektrumuna benzer şekilde 223 ve 283 nm civarında

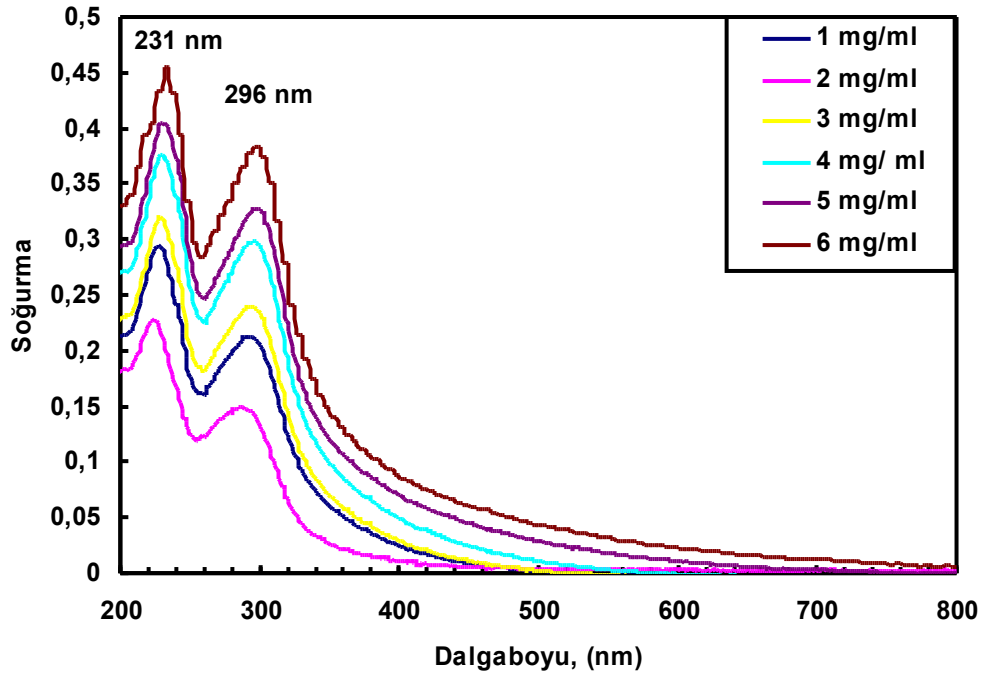


soğurma tepeleri gözlenmektedir. Fitalimitlerle yapılan önceki UV-görünür bölge çalışmalarında elde edilen sonuçlarda dalga tepeleri, benzer dalga boylarında gözlenmiştir (Onah ve diğ., 2003; Dierschke ve diğ., 2006). İnce filmlerinin soğurma oranlarının dönüş hızına bağımlı olduğu görülmüştür. Soğurma ile dönüş hızı arasındaki ilişki Şekil 5.48’de verildi.  $A \sim \omega^{-0.66}$  olarak elde edildi. Sonucun literatüre yaklaşık olarak uyduğu gözlemlendi (Leech ve Zeidler, 2003).



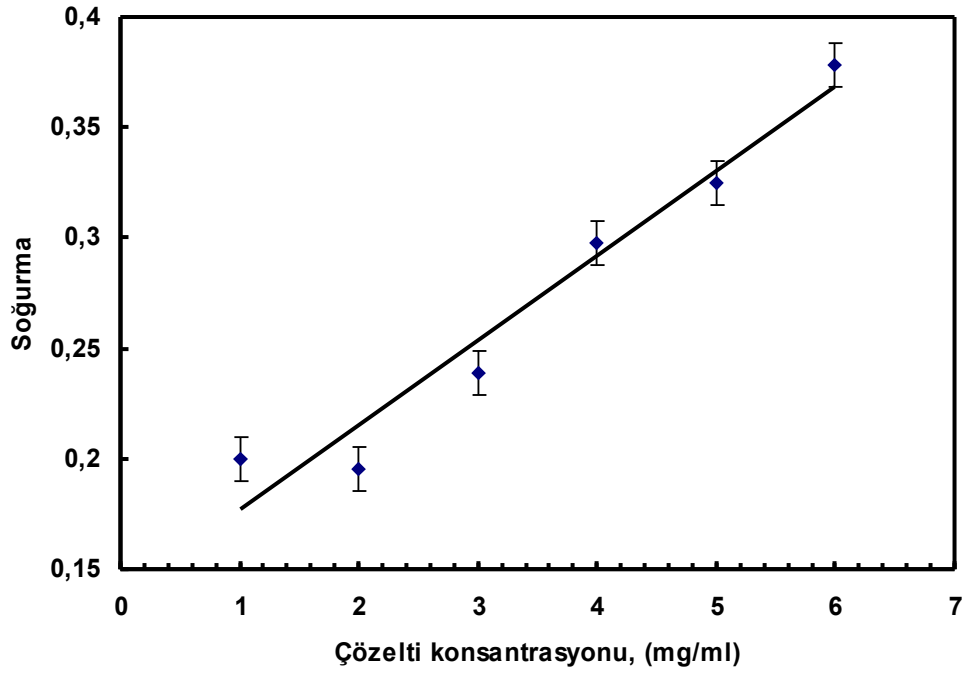
Şekil 5.48. İnce filmlerin 283 nm’deki dönüş hızına bağlı soğurma şiddeti değişimi.

Dönüş hızı 2000 rpm kullanılarak soğurma şiddetinin çözelti konsantrasyonuna bağlı değişimi incelendi ve UV-görünür spektrumları elde edildi. Şekil 5.49’da elde edilen UV-görünür grafiği verilmiştir.



Şekil 5.49. FİABA ince filmine ait farklı konsantrasyonlardaki çözeltiler UV-görünür grafiği.

Bu grafik, çözelti için elde edilen UV-görünür spektrumuna benzerlik göstermektedir. Soğurma şiddeti, konsantrasyona bağlı olarak lineer şekilde değişmektedir.

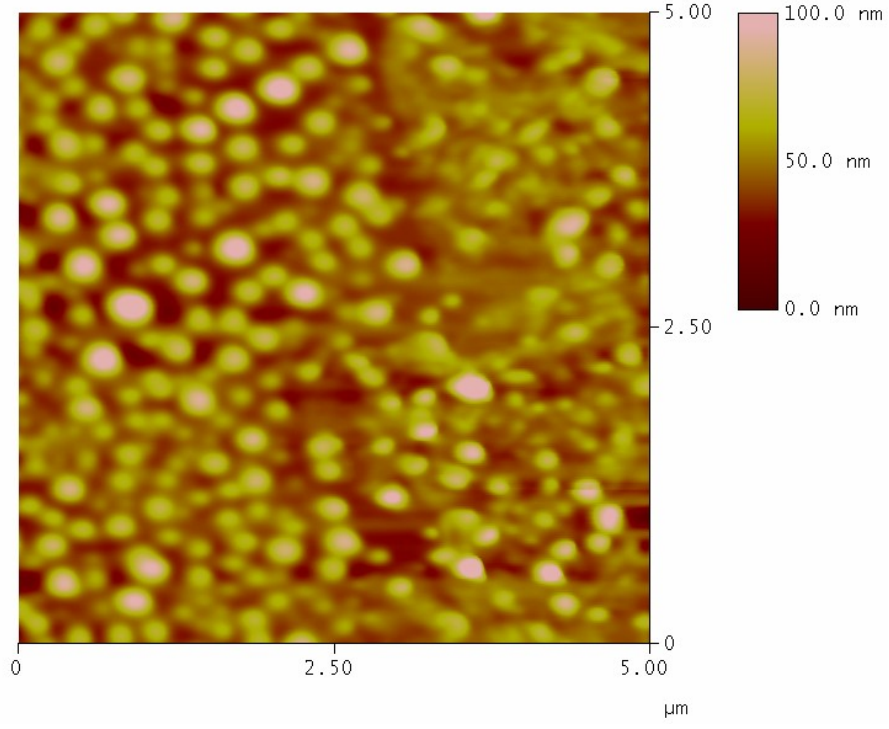


Şekil 5.50. FİABA ince filmlerinin konsantrasyona bağlı soğurma grafiği.

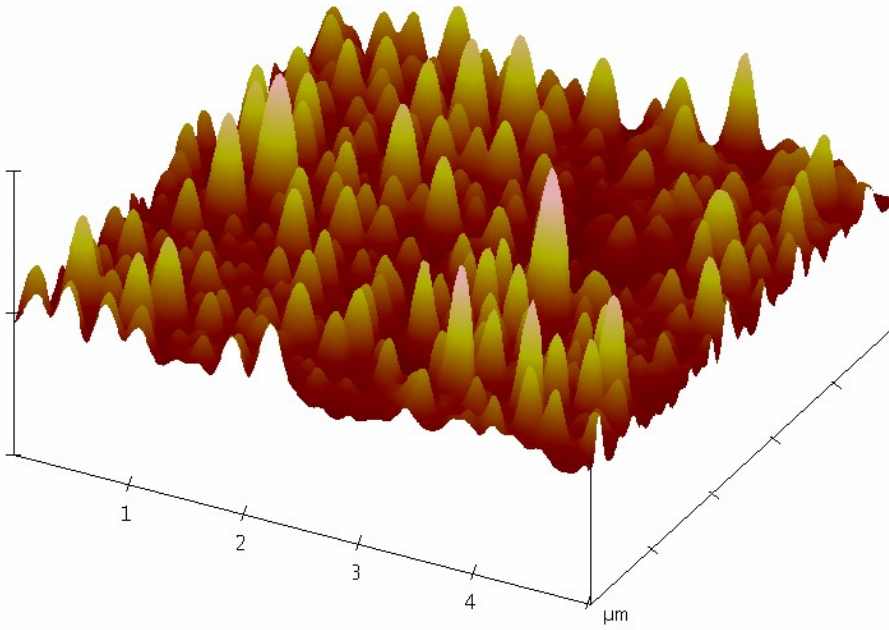
Şekil 5.50'deki değişimin doğrusal olduğu görülmektedir. Bu sonuç ince film oluşumunun konsantrasyon değerine lineer olarak bağlı olduğunu gösterir.

#### 5.4.2.3. Atomik Kuvvet Mikroskopisi Sonuçları

AFM görüntülerinin elde edilmesi için alttaş olarak silikon kullanıldı. 2 mg/ml derişime sahip çözelti ile 2000 rpm hızında ince film hazırlandı. Filmin AFM görüntüsü, kontak olmayan modda elde edilmiş ve Şekil 5.51'de verilmiştir.



(a)



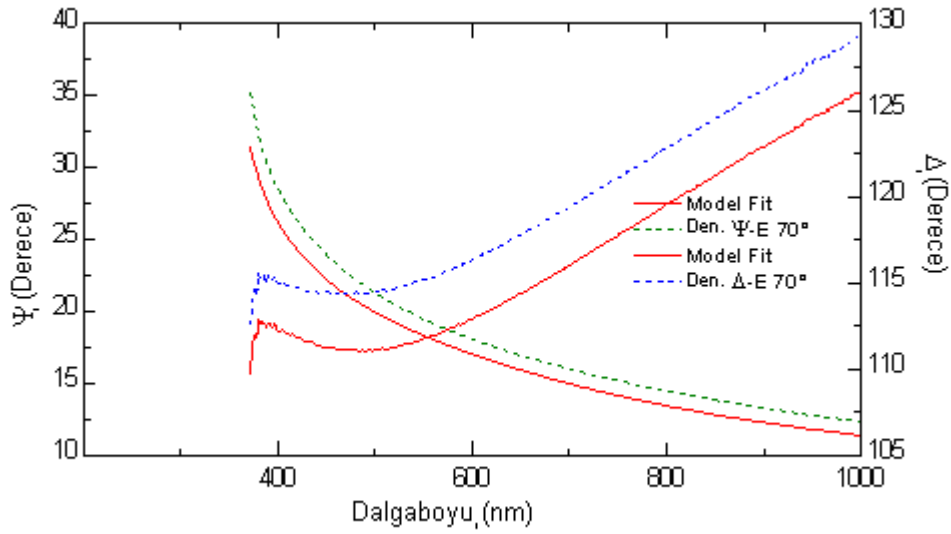
(b)

Şekil 5.51. FİABA ince filminin (a) iki boyutlu (b) üç boyutlu AFM görüntüsü.

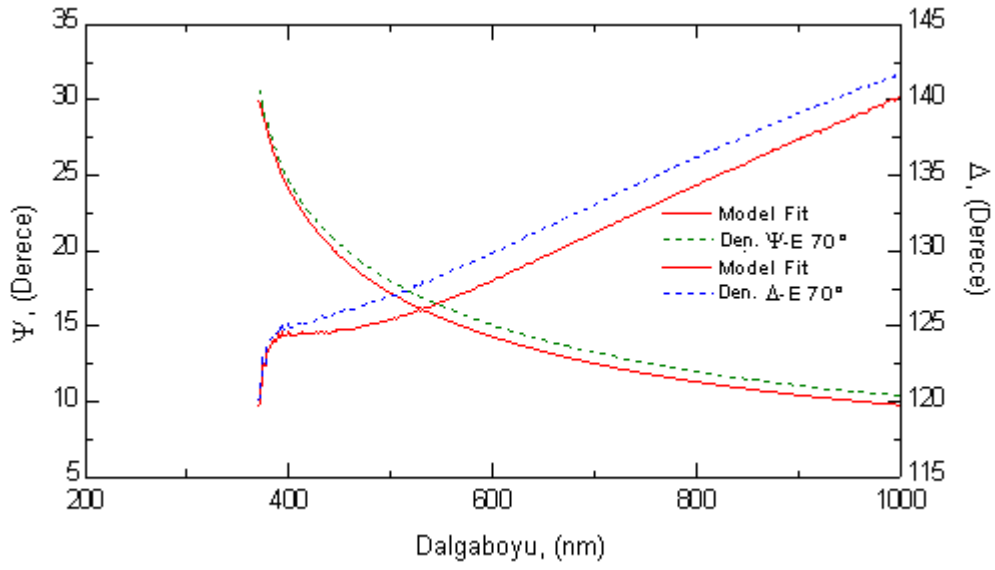
Yüzey görüntüleri sık sık görülen pürüzlü bir yapıya sahip olup kaplama işlemi başarıyla gerçekleşmiştir. Fitalimit türevi maddelere ait yüzey görüntülerinde de benzer bir yapı gözlenmiştir (Onah ve diğ., 2003).

#### 5.4.2.4. Spektroskopik Elipsometri Sonuçları

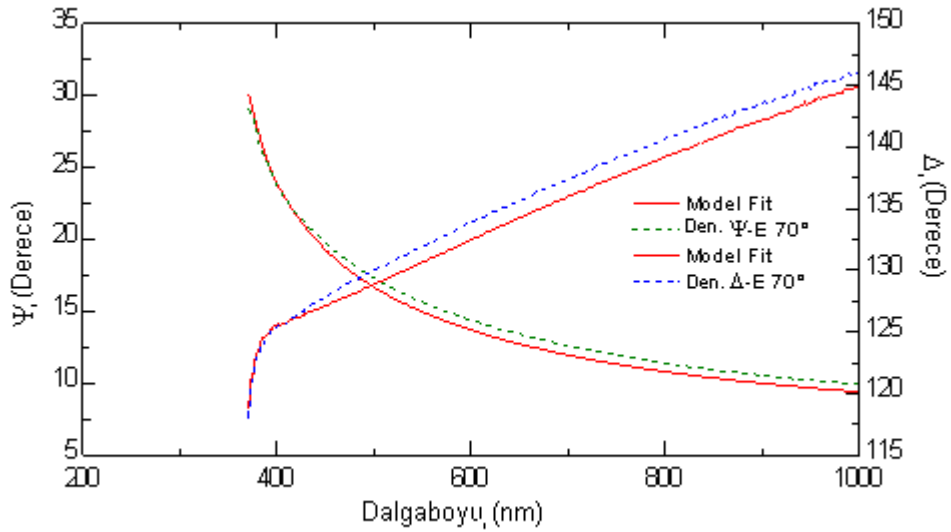
SE deneyleri için, silikon alttaşlar kullanıldı. Ölçümler, J.A. Woollam M2000V döner kompasatör spektroskopik elipsometre ile alındı. Silikon alttaşın üzerinde bulunan silikon oksit tabakanın kalınlığı  $d_{ox} = 2.692$  nm ve çözelti konsantrasyonu 2 mg/ml olarak kullanıldı. 1000 rpm'den 5000 rpm'e, 5 ayrı dönüş hızında filmler hazırlandı. SE'ye ait deneysel ölçümler, Şekil 5.52, 5.53, 5.54, 5.55 ve 5.56 ile verildi. Bu grafikler incelendiğinde fit işleminde kullanılan analiz modelinin deneysel verilerle yaklaşık olarak uygun olduğu görülmektedir.



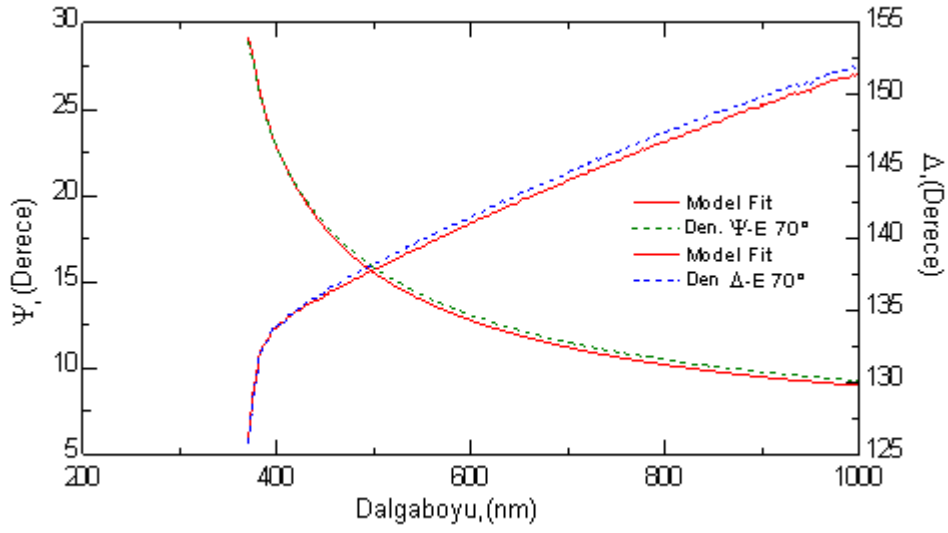
Şekil 5.52. 1000 rpm'deki FIABA ince film için, dalga boyuna bağlı  $\Psi$  ve  $\Delta$  grafiği.



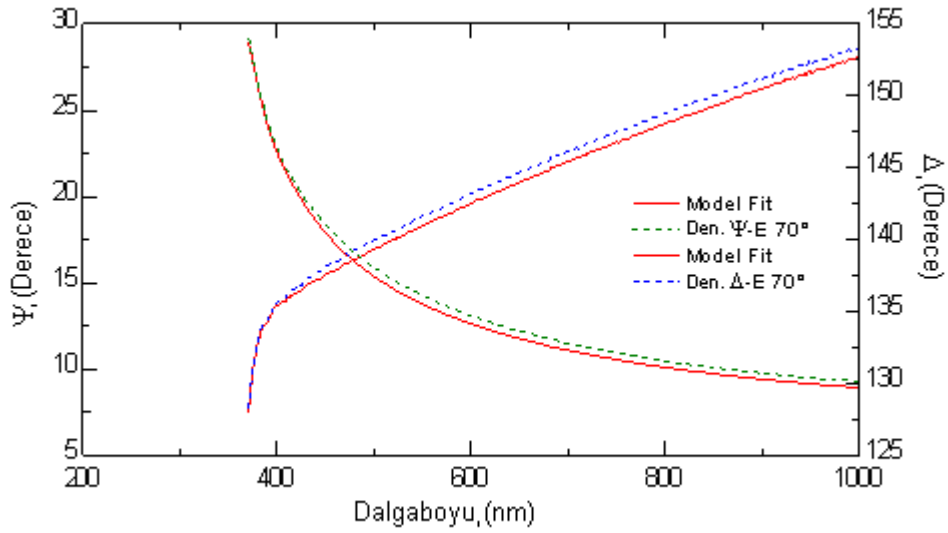
Şekil 5.53. 2000 rpm'deki FIABA ince film için, dalga boyuna bağlı  $\Psi$  ve  $\Delta$  grafiği.



Şekil 5.54. 3000 rpm'deki ince FIABA film için, dalga boyuna bağlı  $\Psi$  ve  $\Delta$  grafiği.

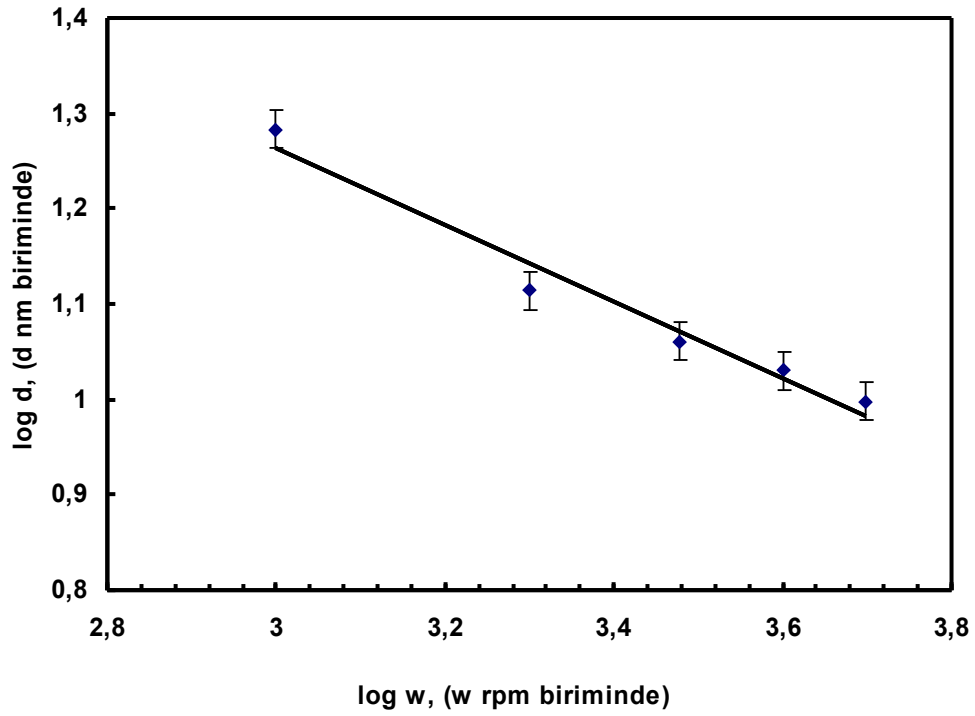


Şekil 5.55. 4000 rpm'deki ince FIABA film için, dalga boyuna bağlı  $\Psi$  ve  $\Delta$  grafiği.



Şekil 5.56. 5000 rpm'deki ince FIABA film için, dalga boyuna bağlı  $\Psi$  ve  $\Delta$  grafiği.

Filmlerin saydam olması nedeniyle  $k = 0$  ve kırılma indisi  $n = 1.62$  olarak alındı. (<http://www.texloc.com>). İnce filmlerin kalınlıkları farklı spin hızlarında hesaplandı ve kalınlık değerlerinin dönüş hızına göre değişimi elde edildi. Sonuçlar Şekil 5.57'de verildi.



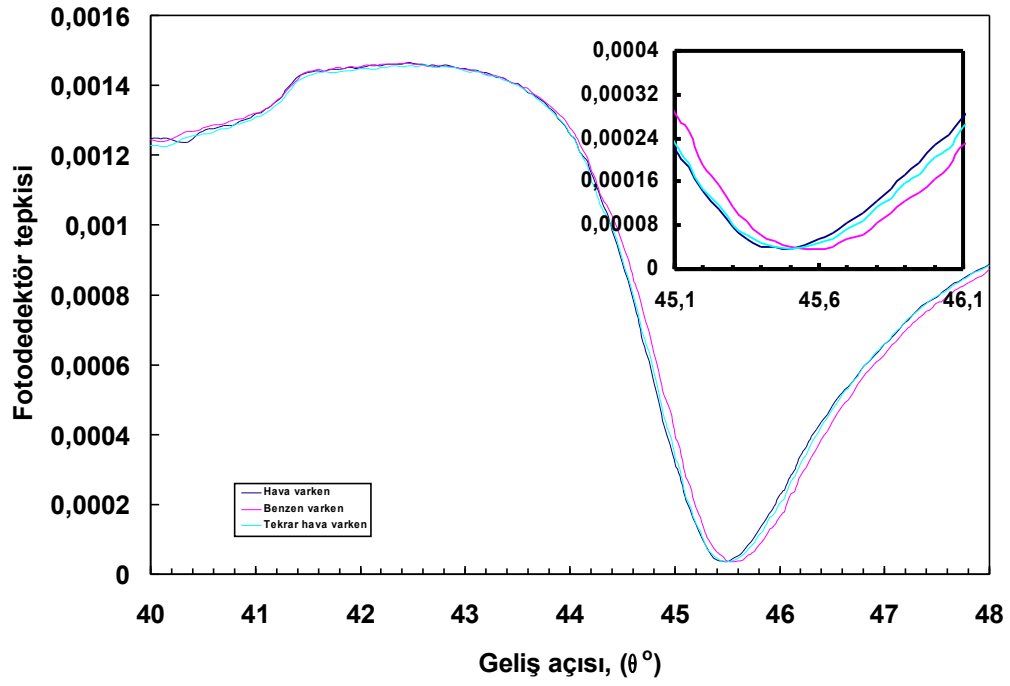
Şekil 5.57. FİABA film kalınlığının logaritmik olarak devir hızına bağımlılığı.

Film kalınlığının dönüş hızına göre değişimi lineer olarak elde edildi. Kalınlığın dönüş hızına bağımlılığı  $d \sim \omega^{-0.4}$  olarak bulundu. Bu sonuç literatürdeki spin kaplama filmleri için verilen değerle yaklaşık olarak uyumludur (Nabok, 2005; Sukanek, 1991, 1997; Hassan ve diğ., 2002).

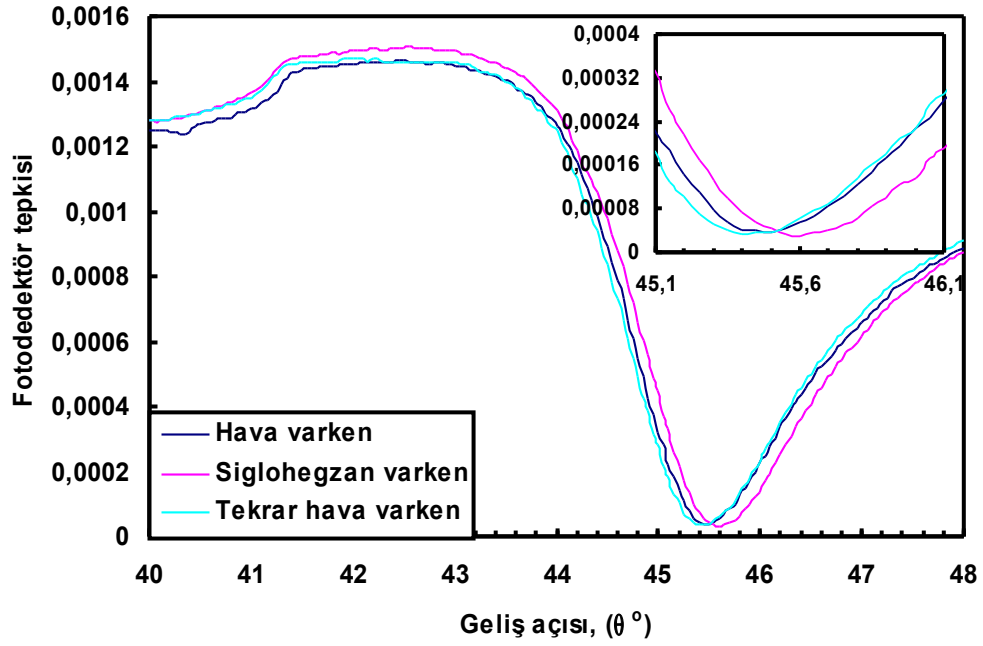
#### 5.4.2.5. Yüzey Plazma Rezonansı Sonuçları

45 nm kalınlığında altın üzerine 2 mg/ml'lik çözelti kullanılarak 2000 rpm dönüş hızında ince film kaplandı. SPR ölçümleri sekiz ayrı organik buharla etkileştirildi. Buhar verme işlemi bir enjektör yardımıyla gerçekleştirildi. Filmlerin buharlarla her etkileşmesi sonunda geri dönüşümlerini incelemek amacıyla gaz hücresine hava enjekte edildi. Benzen ( $C_6H_6$ ), siglohegzan ( $C_6H_{12}$ ), diklorometan ( $CH_2Cl_2$ ), ksilen ( $C_8H_{10}$  ( $C_6H_4C_2H_6$ )), toluen ( $C_7H_8$  ( $C_6H_5CH_3$ )), 2-propanol ( $(CH_3)_2CHOH$ ), etanol ( $C_2H_6O$ ) ve metanol ( $CH_3OH$ ) için SPR eğrilerinin yer aldığı grafikler Şekil 5.58'den, Şekil 5.65'e kadar verilmektedir.

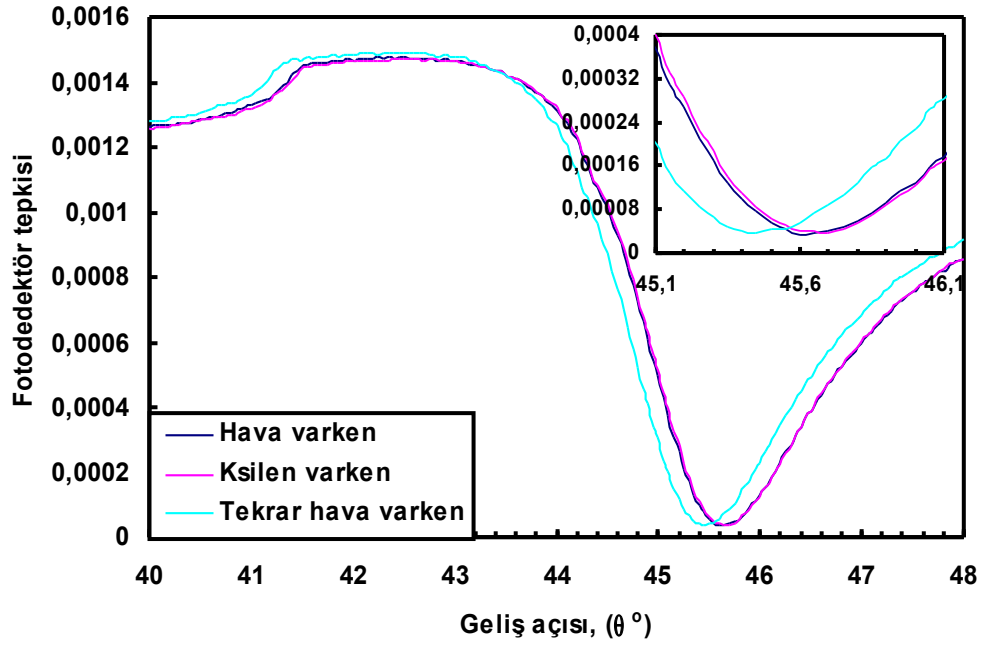




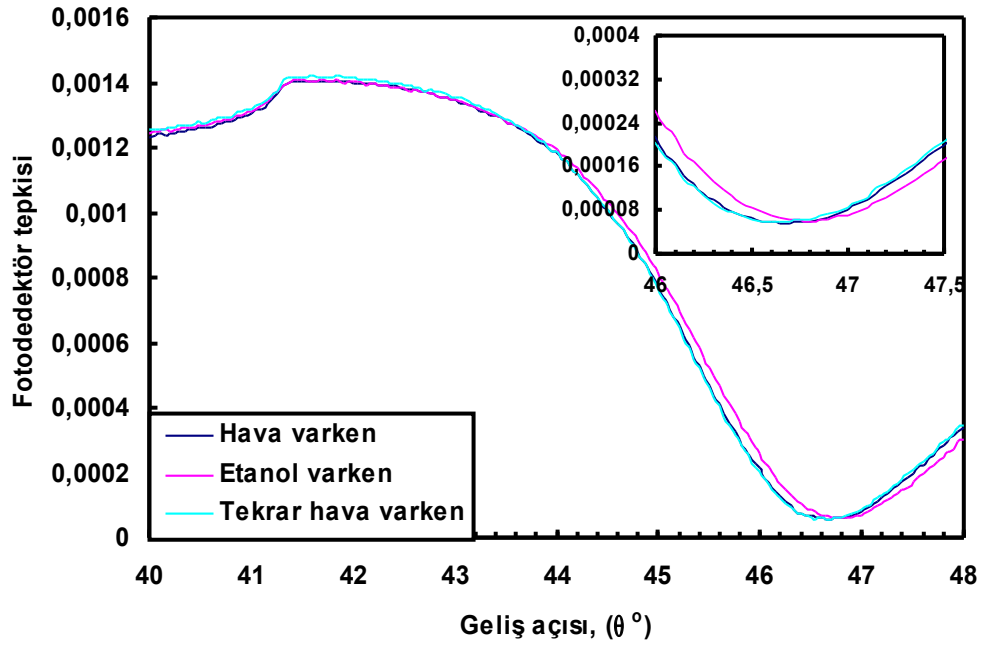
Şekil 5.58. FİABA filminin benzen ile etkileşmesi.



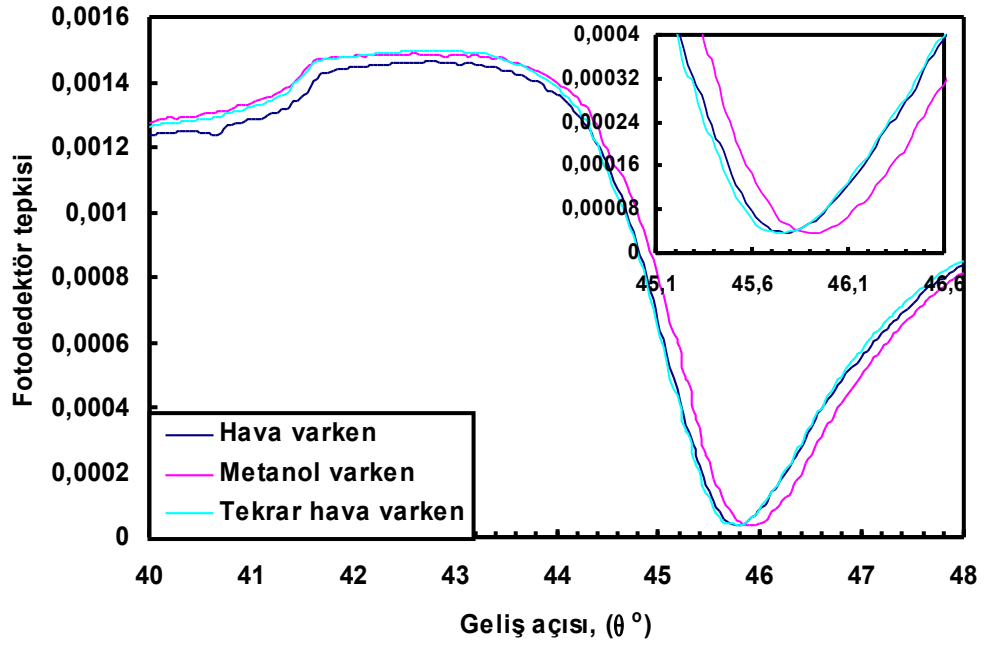
Şekil 5.59. FİABA filminin siglohegzan ile etkileşmesi.



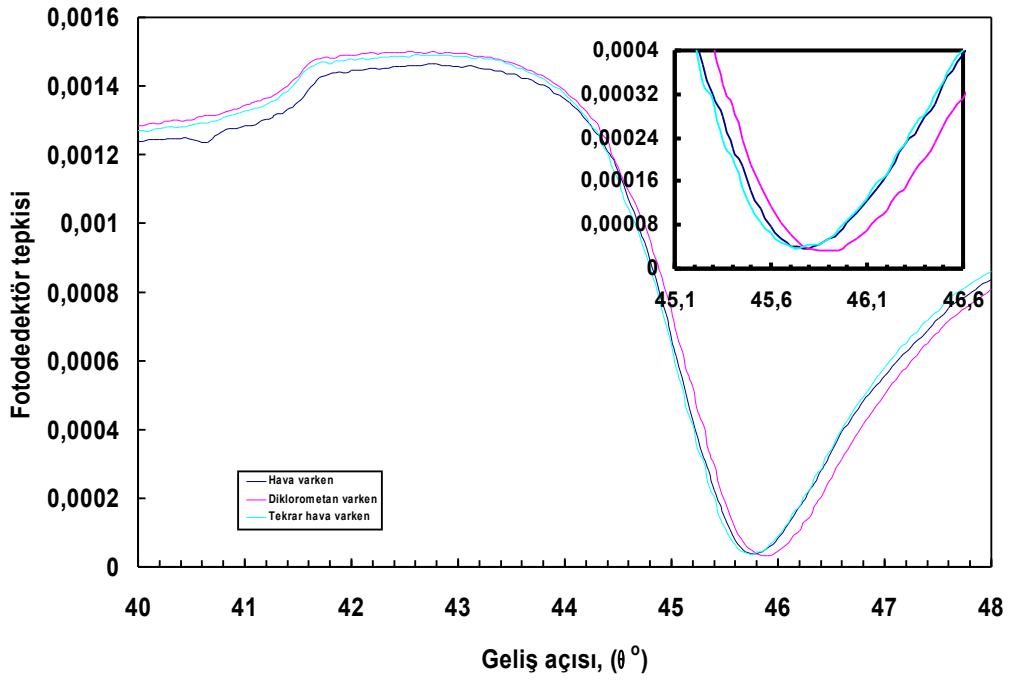
Şekil 5.60. FİABA filminin ksilen ile etkileşmesi.



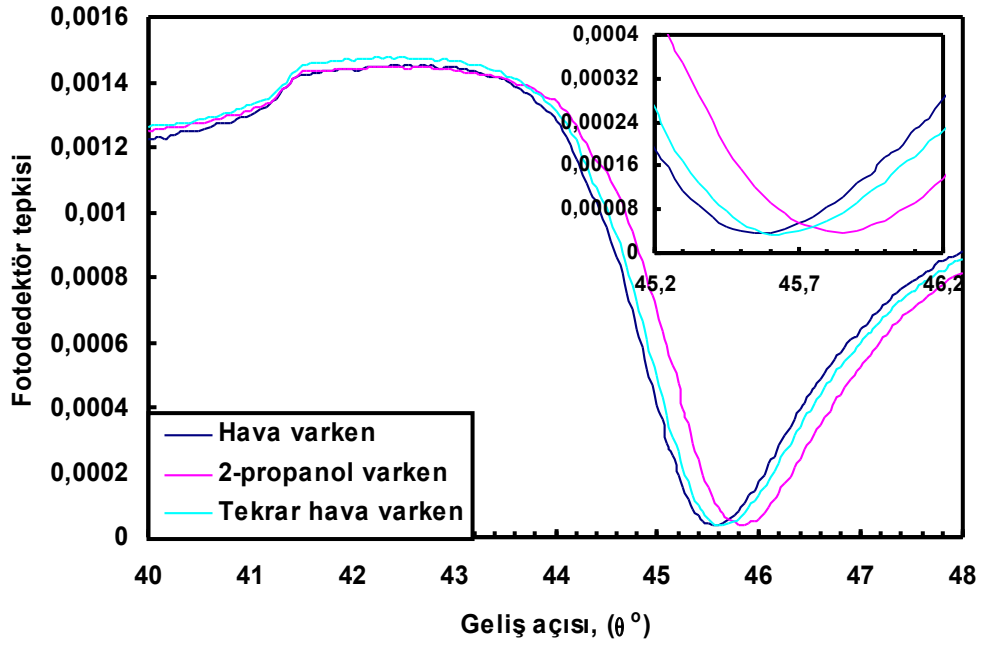
Şekil 5.61. FİABA filminin etanol ile etkileşmesi.



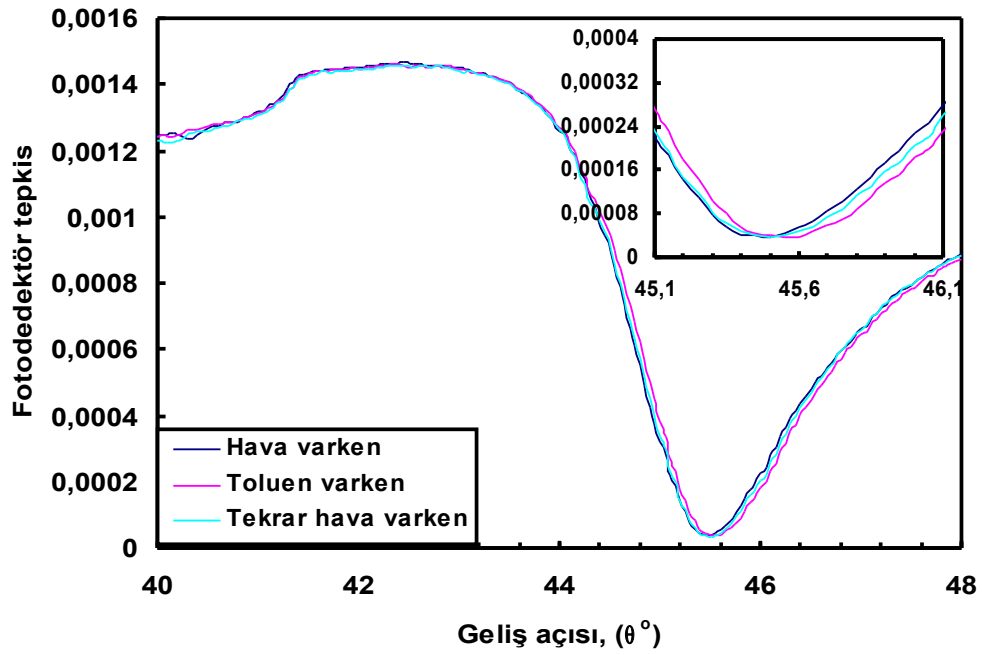
Şekil 5.62. FİABA filminin metanol ile etkileşmesi.



Şekil 5.63. FİABA filminin diklorometan ile etkileşmesi.



Şekil 5.64. FİABA filminin 2-propanol ile etkileşmesi.

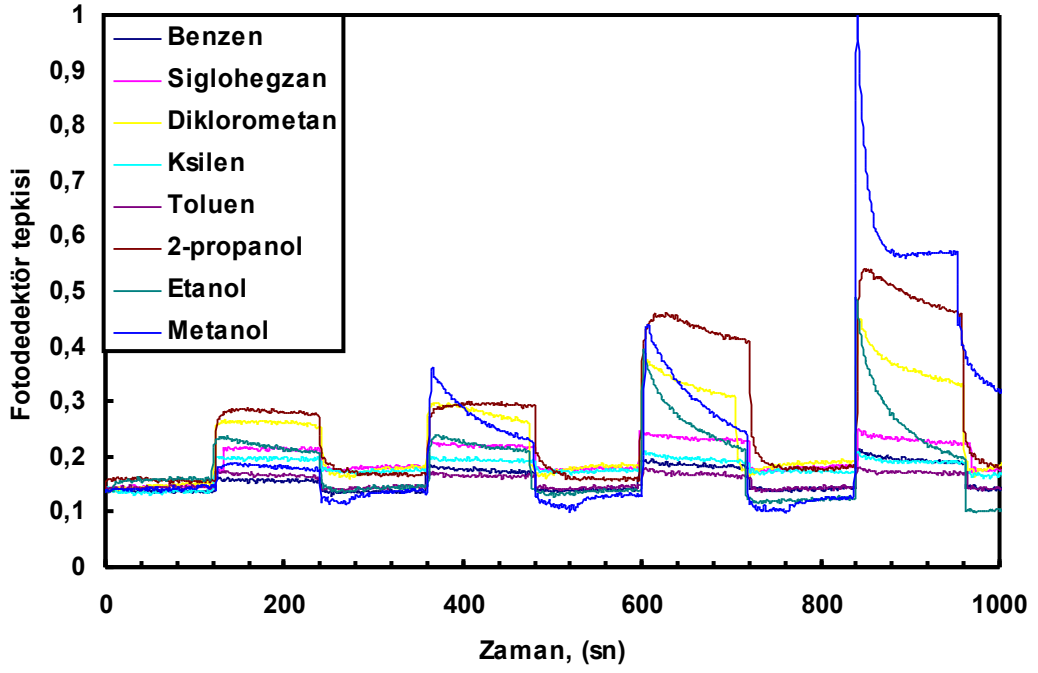


Şekil 5.65. FİABA filminin toluen ile etkileşmesi.

SPR grafiklerine göre filme gaz verildiğinde ve gazdan sonra hava enjekte edildiğinde eğrinin minimum noktasının değiştiği görülmektedir. SPR eğrisinde ince

film gazla etkileştirildiğinde rezonans noktası  $\Delta \theta$  kadar sağa kaymıştır. Bu kayma iyi tepki veren gazlarda daha büyük olacak şekilde gözlenmiştir. FİABA maddesiyle yapılan ince filmler etanol, metanol ve 2-propanol buharlarına iyi tepki vermiştir. Filmlerin geri dönüşümünün bu üç buhar için de iyi olduğu gözlemlendi. FİABA molekülünde olduğu gibi burada da organik buharlar diklorometan hariç olmak üzere, filmle –OH grupları sayesinde etkileşirler. Bu organik buharlar için benzer sonuçlar farklı yöntemlerle üretilen diğer moleküllere ait ince filmler için de yine SPR yöntemi kullanılarak elde edilmiştir (Conoci ve diğ., 2002(a); Casalini ve diğ., 1999; Neri ve diğ., 2005; Dubas ve diğ., 2006; Conoci ve diğ., 2002(b)). Diklorometan FİABA filmle farklı bir mekanizmaya göre etkileşir. Etkileşme, diklorometan'ın büyük (1.60 D (Dibay)) dipol momentinden kaynaklanmaktadır (Çapan ve diğ., 2008; Sih ve diğ., 2005). Yüksek dipol momentini sayesinde diklorometan'ın ince film yüzeyine yapışma kapasitesi ve dolayısıyla çözücülük etkisi artar. Bu sayede film şişer ve bu kalınlık artışı sistem tarafından iyi bir tepki olarak algılanır.

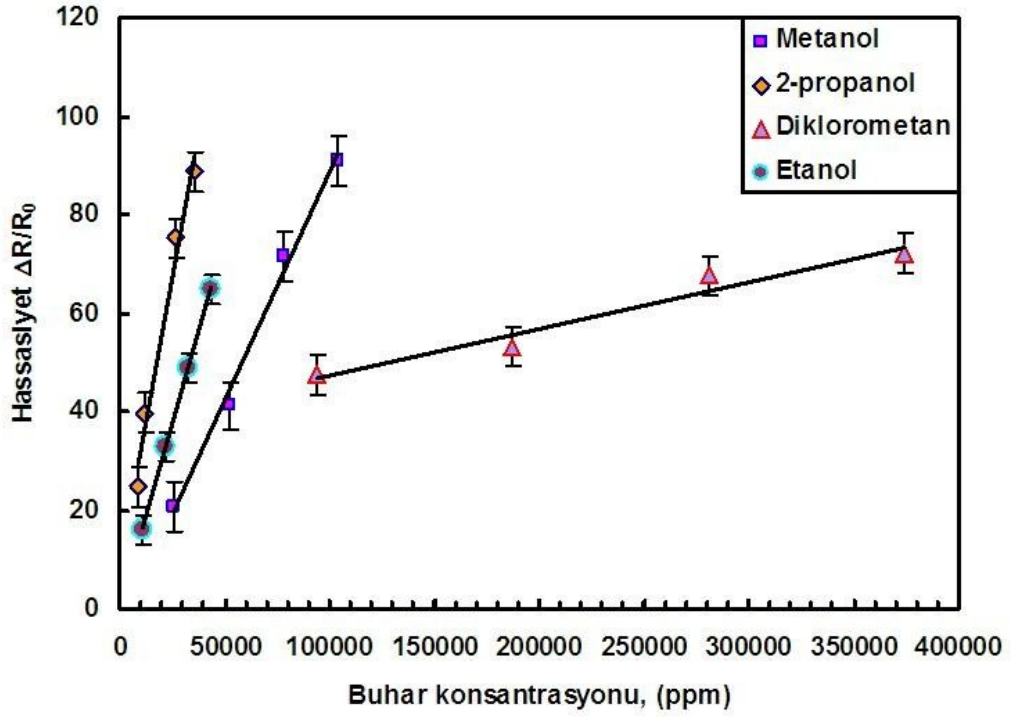
Filmlerin buhara verdiği tepkiler kinetik grafikleri yardımıyla incelendi ve Şekil 5.66'da verildi. Sistem  $\theta = 45,2^\circ$  değerine sabitlendi. Fotodedektör tepkisi iki dakika süreyle öncelikle gaz hücresine buhar verilmeden elde edildi. Bu süre sonunda filme buhar enjekte edildi ve iki dakika süre ile fotodedektör tepkisi kaydedildi. Daha sonra tekrar iki dakika kadar sisteme hava enjekte edilerek fotodedektör sinyali kaydedildi. Her geri dönüşüm sonrası gaz hücresine verilen buhar oranı iki kat arttırıldı ve bu işleme enjektördeki dört buhar oranı için tekrarlandı.



Şekil 5.66. Farklı organik buharlar için kinetik grafiği.

İnce filmin buharla etkileştiğinde en yüksek metanol buharına tepki verdiği gözlemlendi. Bunun yanında, FİABA filmi, 2-propanol, etanol, metanol ve diklorometan buharlarına da oldukça hassastır. Bu buharlara verdiği tepkiler yüksek, hızlı ve tamamen geri dönüşüme sahip olacak şekildedir. Buhar konsantrasyonu arttıkça filmlerin verdiği tepkiler de artmaktadır.

Filmlerin bu dört buhara karşı hassasiyeti Denklem (5.4) yardımıyla hesaplandı ve konsantrasyona bağlı olarak Şekil 5.67’de verildi.



Şekil 5.67. Buhar konsantrasyonu ile hassasiyet arası ilişki.

Şekil 5.67’de incelenen konsantrasyon aralığında filmlerin alkol buharlarına verdiği tepkilerin çizgisel olduğu görülmektedir. Sonuçlar literatürle uyumludur (Hassan ve diğ., 2001; Conoci ve diğ., 2002(a); Conoci ve diğ., 2002 (b); Çapan ve diğ., 2008). Konsantrasyon arttıkça tepki de artmaktadır ve metanol için en yüksek hassasiyet gözlenmektedir. Denklem (5.4) yardımıyla filmlerin hassasiyetleri hesaplandı ve Tablo 5.2’de gösterildi.

Tablo 5.2. FİABA molekülüne ait bazı ince film parametreleri

Etkiyen gazlar	$\Delta \theta$ (deg) Buharla etkileştiğindeki rezonans kayması	Film kalınlığı ( $\mu m$ )		$\Delta d$ ( $\mu m$ )	S
		Buhardan önce	Buharla etkileştiğinde		
Etanol	0,05	8,17	8,52	0,35	65
2-propanol	0,25	8,85	10,16	1,31	87
Metanol	0,2	7,91	9,07	1,09	91
Diklorometan	0,2	8,17	8,87	0,7	72

## BÖLÜM 6 - SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu tez çalışmasında kullanılan maddeler, ilk kez sentezlenmiş olup p-fitalimidobenzoik Asit (FİBA) ve (N-fitalimido) p-aminobenzoik asit (FİABA) adı verildi. Bu maddeler kullanılarak hazırlanan ince filmlerin, film oluşum özellikleri incelendi. İnce film üretim yöntemi olarak, Langmuir-Blodgett (LB) ince film ve spin kaplama (SC) teknikleri seçildi. Katı yüzey üzerine kaplanan ince tabakaların ve yüzey morfolojilerinin incelenmesinde, UV-görünür spektroskopisi ve atomik kuvvet mikroskopisi (AFM) yöntemleri ve SC yöntemiyle elde edilen filmlerin kalınlıklarının hesaplanması için spektroskopik elipsometri (SE) teknikleri kullanıldı. SC yöntemiyle elde edilen filmlerin organik buharlara verdiği tepkiler yüzey plazma rezonansı (SPR) yöntemiyle incelendi.

FİBA molekülü kullanılarak uygun konsantrasyonda çözelti elde edildi ve bu çözelti yardımı ile LB ince filmler kaplandı. Her kaplamada eşit miktarda molekülün cam yüzey üzerine transfer edildiği gözlemlendi. UV-görünür bölge spektroskopisi, alttaşlar üzerinde düzenli yapıda ince filmler oluşumunun incelenmesi için kullanıldı. 5, 10, 15 ve 20 tabaka olarak elde edilen LB filmlerin dalga boyuna bağlı olarak soğurması incelendi. Bölüm 3.1.1’de tartışılan Beer-Lambert yasasına uygun şekilde, tabaka sayısının soğurmaya bağlılığı lineer olarak bulundu. Bu durum LB ince filmlerin üretimi esnasında her tabakanın birbiriyle özdeş olarak transfer edildiği sonucunu doğruladı. FİBA LB filmlerin soğurma yaptığı bölgede elde edilen spektrumların, molekülün çözeltisine ait spektrumlarla uyumlu olduğu gözlemlendi.

FİBA maddesi kullanılarak cam alttaş üzerine 20 tabaka olacak şekilde kaplanan ince filmlerin yüzey morfolojilerine dair bilgilerin elde edilmesi için AFM kullanıldı ve AFM görüntülerinden, LB filmlerin homojen ve düzgün yapıya sahip olduğunu anlaşıldı.

Aynı moleküle ait ince filmler SC yöntemi kullanılarak hazırlandı. Dönüş hızları 1000, 2000, 3000, 4000 5000 ve 6000 rpm ve toplam dönüş süresi 1 dakika olarak seçildi ve her bir ince filmin UV-görünür grafikleri elde edildi. Bu grafiklerin



soğurma bölgesinin çözeltiye ait UV-görünür spektrumuyla uyumlu olduğu gözlemlendi. Bunun yanında soğurma şiddetinin literatüre uygun şekilde dönüş hızına bağlı ve üstel olarak değiştiği gözlemlendi.

Dönüş hızı 2000 rpm'de sabit tutularak değişik konsantrasyonlardaki çözeltilerle elde edilen ince filmler için UV-görünür spektrumları incelendi. Konsantrasyona bağlı değişimin çizgisel olduğu gözlemlendi.

2000 rpm'de hazırlanan SC filmlerin AFM görüntüleri incelendi ve yüzey görüntülerinin aynı molekülün LB filmlerinin aksine pürüzlü yapıya sahip olduğu görüldü. Bu sonuç elde edilen filmlerin yüzey morfolojilerinin kullanılan kaplama yöntemiyle doğrudan bağlantılı olduğu gösterdi.

SE ölçümleri için kaplama işlemi silikon alttaşlar üzerine yapıldı. Deneysel verilerin teorik değerler ile fit edilmesiyle farklı dönüş hızlarında kaplanan ince filmlerin kalınlıkları hesaplandı. Film kalınlığının dönüş hızına bağımlılığı çizgisel davranış göstermekte olup kalınlığın devir hızına bağımlılığı  $d \sim \omega^{-0.4}$  olarak hesaplandı.

SPR ölçümlerinde alttaş olarak üzeri altın kaplı camlar kullanıldı ve ince filmlerin organik buharlara karşı hassasiyetleri incelendi. 2000 rpm dönüş hızında elde edilen ince filmler benzen, siglohegzan, dikloroetan, ksilen, toluen, 2-propanol, etanol ve metanol buharları ile etkileştirildi. Filmlerin bu buharlardan 2-propanol başta olmak üzere etanol ve metanol buharlarına daha çok tepki verdiği gözlemlendi. Bu buharlara verilen tepkiler yüksek, hızlı ve tamamen geri dönüşüme sahiptir.

FİABA molekülü kullanılarak LB ince filmler üretildi. Yüzey alanındaki azalmanın kaplama esnasında yaklaşık olarak eşit değerde olduğu gözlemlendi ve eşit miktarda molekül cam yüzey üzerine transfer edilerek düzenli tabakalara sahip ince filmler elde edildi.

UV-görünür bölge spektroskopisi ölçümleri için FİABA çözeltisine ait UV-görünür spektrumu elde edildi. 10, 20, 30 ve 40 tabaka olarak hazırlanan LB filmlerin dalga boyuna bağlı olarak, soğurması incelendi. Bu filmlerin UV-görünür spektrumu ile çözelti spektrumu arasında uyumluluk olduğu gözlemlendi. Tabaka sayısının kalınlığa bağlılığı lineer olarak elde edildi.

FİABA maddesi kullanılarak cam alttaş üzerine 15 tabaka olacak şekilde kaplanan ince filmlerin yüzey morfolojilerine dair bilgilerin elde edilmesi için AFM kullanıldı. Bu görüntülerden filmlerin her bölgesinin homojen ve düzgün yapıya sahip olduğu gözlemlendi.

FİABA molekülü kullanılarak SC yöntemiyle ince filmler hazırlandı. 1000 rpm'den 5000 rpm'e kadar hazırlanan ince filmlere ait UV-görünür grafikleri incelendi. Bu grafiklerin soğurma bölgesinin, çözelti spektrumuyla uyumlu olduğu gözlemlendi. Soğurma şiddetinin dönüş hızına bağlı ve üstel olarak değiştiği elde edildi.

Dönüş hızı 2000 rpm olan farklı konsantrasyonlardaki çözeltilerle hazırlanan ince filmler için UV-görünür spektrumları elde edildi. Konsantrasyona bağlı soğurma değişiminin çizgisel olduğu gözlemlendi.

2000 rpm'de hazırlanan FİABA ince filmi için AFM görüntüsü elde edildi ve yüzeyin pürüzlü yapıya sahip olduğu gözlemlendi. Yüzey morfolojisinin kullanılan kaplama yöntemiyle doğrudan bağlantılı olduğu sonucu bu molekül için de gözlemlendi.

SE ölçümleri için kaplama işlemi silikon alttaşlar üzerine yapıldı ve film kalınlıkları hesaplandı. Film kalınlığının dönüş hızına bağımlılığı çizgisel ve kalınlığın devir hızına bağımlılığı  $d \sim \omega^{-0.4}$  olarak elde edildi.

SPR yöntemi kullanılarak, filmlerin organik buharlara karşı tepkileri incelendi. 2000 rpm dönüş hızında hazırlanan ince filmler benzen, siglohegzan, diklorometan, ksilen, toluen, 2-propanol, etanol ve metanol buharlarına maruz bırakılarak bu buharlara olan tepkileri incelendi. Metanol, 2-propanol ve etanol ve diklorometan

buharlarına, filmlerin verdiği tepkilerin yüksek, hızlı ve tamamen geri dönüşüme sahip olduğu gözlemlendi.

Sonuç olarak, çeşitli alttaşlar üzerinde LB ve SC ince film yöntemleri kullanılarak ilk kez sentezleri yapılmış olan FİBA ve FİABA maddeleri ile uygun alttaşlar üzerinde ince film üretilebildiği gözlemlendi. Bu iki materyalin SC ince filmleri sekiz ayrı organik madde buharıyla etkileştirildi ve SPR yöntemi kullanılarak bu buharlara karşı gösterdikleri hassasiyet araştırıldı. FİBA filmlerin özellikle 2-propanol, metanol ve etanol buharlarına ve FİABA filmlerin ise 2-propanol, metanol, diklorometan ve etanol buharlarına karşı hassas olduğu gözlemlendi. Bu veriler doğrultusunda olan FİBA ve FİABA maddelerinin organik buharların tespitinde kullanılabilmesi anlaşılmış olup, bu yeni maddelerin sensör endüstrisinde uygulama alanına sahip olacağı belirlenmiştir.

Doktora tez çalışmamızda FİBA ve FİABA maddelerinin LB ince film yöntemiyle elde edilen ince filmlerinin gaz sensörü özelliklerine dair bir çalışma yapılmamıştır. Bu çalışmanın ileriki dönemde yapılması planlanmaktadır. Tez çalışmamızda kullanılan fitalimit türevi moleküler ve benzer özelliğe sahip diğer fitalimit türevleri gaz sensörü olarak oldukça iyi sonuçlar vermiştir. Bunun haricinde kolay sentezlenebilmeleri ve ucuz maliyetleri sebebiyle birçok bilimsel çalışmada ve gaz sensörü uygulamalarında kullanılmış ve kullanılmaktadır. Bu sebeple sonraki çalışmalarda benzer maddeler kullanılarak ince filmler üretilecek ve bunların organik buharlara karşı olan hassasiyetleri araştırılacaktır.

## KAYNAKLAR

- Açıkbaş Y., Evyapan M., Ceyhan T., Çapan R., ve Bekaroğlu Ö., 2007. Characterisation of Langmuir–Blodgett Films of New Multinuclear Copper and Zinc Phthalocyanines and Their Sensing Properties to Volatile Organic Vapours. *Sensors and Actuators B*, 123: 1017–1024.
- Ahmada A. ve Alsaad A., 2006. Optical Properties of ZnO Related to the dc Sputtering Power. *Eur. Phys. J. B*, 52: 41–46.
- Anonim, (18 Temmuz 2006). *Refractive Indexes of Some Materials*. 4 Aralık 2008, [http://www.texloc.com/closet/cl\\_refractiveindex.html](http://www.texloc.com/closet/cl_refractiveindex.html).
- Aoki S., Masuko M. ve Suzuki A., 2007. Application of Ellipsometry to the Characterization of Reaction Films Formed by Zndtps on Sliding Steel Surfaces. *Tribology International*, 40: 1454–1465.
- Arshak K. ve Gaidan I., 2006. Development of an Array of Polymer/MnO<sub>2</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Mixtures for Use in Gas Sensing Applications. *Sensors and Actuators B*, 118: (1-2) 386–392.
- Azquez M.E.V., Rothman D.M., ve Imperiali B., 2004. Liver X Receptor Antagonists With A Phthalimide Skeleton Derived From Thalidomide-Related Glucosidase Inhibitors. *Org. Biomolecular Chem.* 2: 1965-1970.
- Baker S., Petty M.C., Roberts G.G. ve Twingg M., 1983. The Preparation and Properties of Stable Metal-free Phthalocyanine Langmuir-Blodgett Films. *Thin Solid Films*, 99 (1-3): 53-59.
- Behera S. ve Raj C.R., 2007. Self-assembled Monolayers of Thio-substituted Nucleobases on Gold Electrode for the Electroanalysis of NADH, Ethanol and Uric Acid. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 128 (1): 31-38.

- Birdi K.S., 1999. *Self-Assembly Monolayer Structures of Lipids and Macromolecules at Interfaces*. Hingham, MA, USA, Kluwer Academic Publishers. 13-25.
- Bloch D., 2006. *Organic Chemistry Demystified*, McGraw-Hill Professional Publishing, USA. 224 p.
- Bryce M.R. ve Petty M.C., 1994. Second Harmonic Generation From LB Films of C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>-BT3CNQ. *Nature*, 374: 771-776.
- Bull R.A. ve Bulkowski J.E., 1983. Tetraphenylporphyrin Monolayers: Formation at the Air-Water Interface and Characterization on Glass Supports by Absorption and Fluorescence Spectroscopy. *J. Col. Int. Sci.*, 92 (1): 1-12.
- Cao G., 2004. *Nanostructures and Nanomaterials*. World Scientific Publishing Company, Incorporated, Singapore. 173-224.
- Capan R, Ray A.K., Tanrisever T. ve Hassan A.K., 2005. Spun Thin Films of Poly(methyl methacrylate) Polymer for Benzene Sensing, *Smart Mater. Struct.*, 14: 11–15.
- Capan R., Ray A.K., Hassan A.K. ve Tanrisever T., 2003. Poly(methyl methacrylate) Films for Organic Vapour Sensing. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 36: 1115–1119.
- Casalini R., Wilde J.N., Nagel J., Oertel U., Petty M.C., 1999. Organic Vapour Sensing Using Thin Films of a Co-ordination Polymer: Comparison of Electrical and Optical Techniques. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 57 (1-3): 28-34.
- Ching L.M., Browne W.L., Tchernegovski R., Gregory T., Baguley B.C. ve Palmer B.D., 1998. Theoretical Investigation of Stokes Shift of 3,4-Diaryl-Substituted Maleimide Fluorophores. *British J. Cancer*, 78: 336-340.
- Cohen S. H., 1999. *Atomic Force Microscopy/Scanning Tunneling Microscopy (3)*, Kluwer Academic Publishers, Hingham, MA, USA. 1-89.

- Connelly M. J., 2002. *Semiconductor Optical Amplifiers*. Secaucus, Kluwer Academic Publishers, NJ, USA. 26-30.
- Conoci S., Palumbo M., Pignataro B., Rella R., Valli L. ve Vasapollo G., 2002. Optical Recognition of Organic Vapours Through Ultrathin calix[4]pyrrole Films. *A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 198–200: 869–873.
- Conoci S., Valli L., Rella R., Marletta G. ve Pignataro B., 2002. Structural Study of Meso-octaethylcalixw4xpyrrole Langmuir–Blodgett Films Used as Gas Sensors. *Materials Science and Engineering C*, 19: 27–31.
- Crompton, T.R., 1999. *Determination of Organic Compounds in Natural and Treated Waters*, London, UK, Spon Pres. 7-15.
- Çapan İ., Tarımcı Ç., Hassan A.K., Tanrısever T., 2008. Characterisation and Optical Vapour Sensing Properties of PMMA Thin Films. *Materials Science and Engineering: C*, In Press, Corrected Proof, Available online 12 June 2008.
- Çapan R., 2004. Langmuir-Blodgett (Lb) Film Technique In Nanotechnology. *Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 8-2: 17-22.
- Çelik G. ve Şafak H., 2002. Bir Cam Malzemenin Kırılma İndisinin Elipsometrik Yöntemle Belirlenmesi, *S.Ü. Fen-Edebiyat Fakültesi Fen Dergisi*, 20: 39-47.
- Dierschke F., Jacob J. ve Müllen K., 2006. A Hybrid Polymer of Polyaniline and Phthalimide Dyes. *Synthetic Metals*, 156 (5-6): 433-443.
- Dubas S.T., Iamsamai C. ve Potiyaraj P., 2006. Optical Alcohol Sensor Based on Dye–Chitosan Polyelectrolyte Multilayers. *Sensors and Actuators B*, 113: 370–375.
- Emslie, A.G., Bonner F.T. ve Peck L.G., 1958. Flow of a Viscous Liquid on a Rotating Disk. *J. Appl. Phys.*, 29 (5): 858-862.

- Evyapan M., Çapan R., Namlı H., Turhan O., ve Stanciu G.A., 2006. Formation of Langmuir–Blodgett thin film of a novel N-dodecylphthalimide, *Materials Letters*, 60: 2371–2374.
- Fernández C. de J., Manera M.G., Spadavecchia J., Maggioni G., Quaranta A., Mattei G., Bazzan M., Cattaruzza E., Bonafini M., Negro E., Vomiero A., Carturan S., Scian C., Della Mea G., Rella R., Vasanelli L. ve Mazzoldi P., 2005. Study of The Gas Optical Sensing Properties of Au-Polyimide Nanocomposite Films Prepared by Ion Implantation. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 111-112: 225-229.
- Gaines G.L., 1966. *Insoluble Monolayers at Liquid*. New York, London, Sydney. 25-185.
- Gao F., Wang C., Zeng H. ve Ma S., 2008. Linear and Nonlinear Optical Properties in Langmuir–Blodgett Multilayers of New Cyanine Dye. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 321 (1-3): 7-10.
- Gündüz, T., 1993. *İnstrümantal Analiz (3. Baskı)*, A. Ü. Döner sermaye yayınları, Ankara. 350 s.
- Hassan A.K., Nabok A.V., Ray A.K. ve Kioussis G., 2002. The Interaction of ozone with Polyphenylsulfide Thin Films Studied by Ellipsometry and SPR *Materials Science and Engineering: C*, 22 (2): 197-200.
- Hassan A.K., Ray A.K., Nabok A.V. ve Davis F., 2001. Spun Films of Novel Calix[4]resorcinarene Derivatives for Benzene Vapour Sensing. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 77 (3): 638-641.
- Honig E.P., Hengst T.H. ve Engelsen D., 1973. Langmuir-Blodgett Deposition Ratios. *J. Col. Int. Sci.*, 45: 92-102.
- Hussain S.A., Deb S., Biswas S. ve Bhattacharjee D., 2005. Langmuir–Blodgett Films of 9-Phenyl Anthracene Molecules Incorporated Into Different

- Matrices. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 61 (11-12): 2448-2454.
- Jędrzejewska B. ve Rudnicki A., 2009. The Synthesis and Spectroscopic Investigation of Dichromophoric Hemicyanine Dyes. *Dyes and Pigments*, 80 (3): 297-306.
- Kang S.T. ve Ahn H., 2008. Dicyanopyrazine-linked Porphyrin Langmuir–Blodgett Films. *Journal of Colloid and Interface Science*, 320 (2): 548-554.
- Khoshman J.M. ve Kordesch M.E., 2007. Optical Constants and Band Edge of Amorphous Zinc Oxide Thin Films, *Thin Solid Films*, 515: 7393–739.
- Koh J.S., ve Kim J.P., 1998. Synthesis of Phthalimide-based Alkali-dischargeable Azo Disperse Dyes and Analysis of their Alkali-Hydrolysis Mechanism. *Dyes and Pigments*, 37 (3): 265-272.
- Langmuir I., 1917. The Constitution and Fundamental Properties of Solids and Liquids. *J. Am. Chem. Soc.*, 39: 1848-1906.
- Leech P.W. ve Zeidler H., 2003. Microrelief Structures for Anti-counterfeiting Applications. *Microelectronic Engineering*, 65 (4): 439-446.
- Lingappa Y., Rao S.S., Ravikumar S.S.N. ve Rao P.S., 2007. Lipase-Catalysed Resolution Of N-(3-Cyano-2-Hydroxy Propan-1-Yl)Phthalimide: Synthesis Of (R)-GABOB And (R)-Carnitine. *Radiat Eff. Defects Solids*, 162: 11-15.
- Machida S., Wakamatsu T., Masuo S., Jinnai H. ve Itaya A., 2008. Morphology and Photophysical Properties of Polymer Thin Films Dispersed With Dye Nanoparticle. *Thin Solid Films*, 516 (9): 2615-2619.
- Martellucci, S., 2000. *Optical Sensors and Microsystems : New Concepts, Materials, Technologies*, Hingham, MA, USA: Kluwer Academic Publishers. 350 p.



- Mazrzan L. ve Luis M., 2003. *Nanoscale Materials*, Kluwer Academic Publishers, NJ, USA. 303-330.
- McDermott, H.J., 2004. *Air Monitoring for Toxic Exposures*. Hoboken, John Wiley & Sons, Incorporated, NJ, USA. 299-305.
- Meyerhofer D., 1978. Characteristics of Resist Films Produced by Spinning. *J. Appl. Phys.*, 49 (7): 3993-3997.
- Miettinen K., Vuorimaa E., Cattaneo S., Efimov A., Lemmetyinen H. ve Kauranen M., 2008. Effect of The Deposition Type on the Structure of Terthiophene-vinylbenzoate Langmuir–Blodgett Films. *Thin Solid Films*, 516: 7764–7769.
- Miyachi H., Azuma A., Kitamoto T., Hayashi K., Kato S., Koga M., Sato B., ve Hashimoto Y., 1997. Potent Novel Nonsteroidal Androgen Antagonists With a Phthalimide Skeleton. *Bioorganic & Medicinal Chem. Lett.*, 7: 1483-1490.
- Nabok A., 2005. *Organic and Inorganic Nanostructure*, Artech House, Incorporated. Norwood, MA, USA. 13-53.
- Nabok A.V., Hassan A.K., ve Ray A.K., 2000. Condensation of Organic Vapours Within Nanoporous Calixarene Thin Films. *J. Mater. Chem.*, (10): 189-197.
- Naselli C., Rabe J.P., Rabolt J.F. ve Swalen J.D., 1985. Thermally Induced Order-Disorder Transitions in Langmuir-Blodgett Films. *Thin Solid Films*, 134 (1-3): 173-178.
- Neri G., Bonavita A., Rizzo G., Galvagno S., Capone S. ve Siciliano P., 2005. A Study of the Catalytic Activity and Sensitivity to Different Alcohols of CeO<sub>2</sub>–Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Thin Films. *Sensors and Actuators B*, 111–112: 78–83.
- Niu J.Z., Cheng G., Li Z., Wang H., Lou S., Du Z. ve Li L.S., 2008. Poly (3-dodecylthiophene) Langmuir–Blodgett Films: Preparation and

Characterization. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, In Press, Corrected Proof, Available online 31 July 2008.

Onah E.J., Oertel U., Heaubler L., Voigt D., Froeck C., Komber H., Voit B.I. ve Lunkwitz K., 2003. Induction Of *Hsp70* in Transgenic *Drosophila*: Biomarker of Exposure Against Phthalimide Group of Chemicals. *European Polymer Journal*. 39: 127–134.

Ortica F., Scaiano J.C., Pohlers G., Cameron J.F, ve Zampini A., 2006. A Phase-Matchable Nonlinear Optical Material *N*-(3-Nitrophenyl)Phthalimide: Synthesis, Crystal Growth And Characterization. *Chem. Mater.*, 12: 414-420.

Pavinatto F.J., Gameiro Jr. A.F., Hidalgo A.A., Dinelli L.R., Romualdo L.L., Batista A.A., Barbosa Neto N.M, Ferreira M. ve Oliveira Jr. O.N., 2008. Langmuir and Langmuir–Blodgett (LB) Films of Tetrapyrrolyl Metalloporphyrins. *Applied Surface Science*, 254 (18): 5946-5952.

Penza M., 2006. Acoustic and Optical VOCs Sensors Incorporating Carbon Nanotubes. *IEEE Sensors Journal*, 6 (4): 867-875.

Petty M.C., 1996. *Langmuir-Blodgett Films*, Cambridge University Press, Singapore.

Podgorsek R.P., Sterkenburgh T., Wolters J., Ehrenreich T., Nischwitz S., ve Franke H., 1997. Optical Gas Sensing by Evaluating ATR Leaky Mode Spectra. *Sens. Actuators B*, 349 (1-3): 38–39.

Ravindra H.J., Suresh Kumar M.R., Rai C. ve Dharmaprakash S.M., 2006. A Phase-matchable Nonlinear Optical Material *N*-(3-nitrophenyl) phthalimide: Synthesis, Crystal Growth and Characterization. *Journal of Crystal Growth*, 294: 318–322.

- Roberts G., 1990. *Langmuir-Blodgett Films*, Plenum Pres, New York. 18-108.
- Scott D.E., 1987. *An Introduction to Circuit Analysis*. McGraw-Hill, Boo Co. 76-90.
- Sekp T. ve Ichimura K., 2002. Dynamic Photocontrols of Molecular Organization and Motion of Materials by Two-Dimensionally Arranged Azobenzene Assemblies. *Photoreactive Organic Thin Films*, 487-512.
- Sen S., Çapan R., Özel M.E., Hassan A.K., Turhan O. ve Namli H., 2008. Phthalimide Thin Film for Methanol Vapor Detection. *Sensor Letters*, 6: 1–5.
- Sih B.C., Wolf M.O., Jarvis D. ve Young J.F., 2005. Calixarene Films As Sensitive Coatings For QCM-Based Gas Sensors. *J. Appl. Phys.*, 98: 114314.
- Spadavecchia J., Ciccarella G., Siciliano P., Capone S., Rella R., 2004. Spin-Coated Thin Films of Metal Porphyrin–Phthalocyanine Blend for an Optochemical Sensor of Alcohol Vapours. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 100 (1-2): 88-93.
- Stuart, B., 2004. *Infrared Spectroscopy : Fundamentals and Applications*, Hoboken, NJ, USA, John Wiley & Sons, Incorporated. 20-50.
- Sukanek P.C., 1991. Dependence of Film Thickness on Speed in Spin Coating, *J. Electrochem. Soc.*, 138: 1712-1719.
- Sukanek P.C., 1997. Anomalous Speed Dependence in Polyimide Spin Coating *J. Electrochem. Soc.*, 144: 3959-3962.
- Suresh P., Balaraju P., Sharma S.K., Roy M.S. ve Sharma G.D., 2008. Photovoltaic Devices Based on PPHT: ZnO and Dye-sensitized PPHT: ZnO Thin Films. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 92 (8): 900-908.

- Suryajaya A., Nabok A., Davis F., Hassan A., Higson S.P.J. ve Evans-Freeman J., 2008. Optical and AFM Study of Electrostatically Assembled Films of Cds and Zns Colloid Nanoparticles. *Applied Surface Science*, 254: 4891-4898.
- Takami A., Iwakubo M., Okada Y., Kawata T., Odai H., Takahashi N., Shindo K., Kimura K., Tagami Y., Miyake M., Fukushima K., Inagaki M., Amano M., Kaibuchi K. ve Iijima H., 2004. Corrigendum to “Design And Synthesis Of Rho Kinase Inhibitors. *Bioorganic Medicinal Chem.*, 12: 2115-2120.
- Teixier A.R., Vandevyver M. ve Barraud A., 1985. Infrared intensities as a quantitative measure of intramolecular interactions—XVI : 2-Substituted thiophenes and furans. *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, 120: 319-322.
- Tieke B., Graf H.J., Wegner G., Naegele B., Ringsdorf H., Banerjee A., Day D. ve Lando J.B., 1977. Synthesis of 1,14-dibutyl-5,10-diphenyl-tetradehydroannulene. *Col. Polym. Sci.*, 255: 521-531.
- Toko, K., 2000. *Biomimetic Sensor Technology*, West Nyack, NY, USA: Cambridge University Press. 95-101.
- Torsi L., Cristina Tanese M., Cioffia N., Gallazzi M.C., Sabbatini L. ve Zambonina P.G., 2004. Alkoxy-substituted Polyterthiophene Thin-Film-Transistors as Alcohol Sensors. *Sensors and Actuators B*, 98: 204–207.
- Vadgama P., 2005. *Surfaces and Interfaces for Bio-Materials*, Woodhead Publishing, Limited, Cambridge. 271-333.
- Vazquez M.E., Rothman D.M. ve Imperiali B., 2004. Biacore biosensor immunoassay for 4-nonylphenols: assay optimization and applicability for shellfish analysis. *Org. Biomolecular Chem.*, 2: 1965-1969.
- Verschueren W.G., Dierynck I., Amssoms K.I.E., Hu L.L., Boonants P.M.J.G., Pille G.M.E., Daeyaert F.F.D., Hertogs K., Surleraux D.L.N.G. ve Wigerinck P.B.T.P., 2005. Some Aspects of Nitroxide-Mediated Living Radical

- Polymerization of *N*-(*p*-vinylbenzyl)phthalimide. *J. Medicinal Chem.*, 48: 1930-1933.
- Vijayalakshmi Rao R. ve Shridhar M.H., 2002. Studies on the Optical and Electrical Properties of Poly(4-vinyl pyridine)/CuPc Composite Doped With Iodine. *Synthetic Metals*, 131: 111–121.
- Villares A., Donocadh P.L., Robinson B.J., Ashwell G.J., Royo F.M., Low P.J. ve Cea P., 2008. Langmuir–Blodgett films incorporating molecular wire candidates of ester-substituted oligo(phenylene–ethynylene) derivatives. *Surface Science*, 602(24): 3683-3687.
- Wang B., Zuo X., Cheng X. ve Wu Y., 2008. Preparation, Characterization and Gas Sensing Properties of Nickel Octa-iso-pentyloxynaphthalocyanine Spin-coating Films. *Thin Solid Films*, In Press, Corrected Proof, Available online 9 July 2008.
- Wilde J.N., Nagel J. ve Petty M.C., 1998. Optical Sensing of Aromatic Hydrocarbons Using Langmuir–Blodgett Films of a Schiff Base Coordination Polymer. *Thin Solid Films*, 327-329: 726-729.
- Williams G., Bryce M.R. ve Petty M.C., 1993. Langmuir-Blodgett Films of 1-T-Butyl-9-Hydrofullerene-60. *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, 229: 83-90.
- Xing Y., Lin H., Wang F. ve Lu P., 2006. Synthesis and in Vitro Antitumor Activity of Phthalimide-Based Polymers Containing Camptotheci. *Sens. Actuators, B*, 114: 28-33.
- Xu W., Li T., Zeng G., Ren F., Zhang S., Wu Y. ve Miyashita T., 2008. Molecular Arrangement and Photopatterning of Copolymer Containing Ketal-protected Group in Ultrathin Nanosheets. *Surface Science*, 602 (6): 1141-1148.

Zeng H., Gao F. ve Ma S., 2008. Spectroscopic ellipsometer studies on new cyanine dye in Langmuir–Blodgett Films Colloids and Surfaces, *A. Physicochemical and Engineering Aspects*, 321 (1-3): 2-6.

## Çizelgeler

	<b>Sayfa</b>
<b>Tablo 2.1.</b> LB film arařtırmalarında kullanılan bazı organik maddeler	11
<b>Tablo 5.1.</b> FİBA molekülüne ait bazı ince film parametreleri	66
<b>Tablo 5.2.</b> FİABA molekülüne ait bazı ince film parametreleri	92

## Şekiller

	<b>Sayfa</b>
<b>Şekil 2.1.</b> Tipik bir LB ince film molekülüne ait yüzey basınç/alan grafiği	4
<b>Şekil 2.2.</b> LB ince film üretimi aşamaları	6
<b>Şekil 2.3.</b> Çift vagonlu LB film teknesi	7
<b>Şekil 2.4.</b> Wilhelmy plakası (a) önden görünüş, (b) yandan görünüş	8
<b>Şekil 2.5.</b> LB film çeşitler (a) Y-tipi, (b) X-tipi, (c) Z-tipi, (d) AL-tipi	9
<b>Şekil 2.6.</b> Spin kaplama cihazı	12
<b>Şekil 3.1.</b> Desteğin ve ucun örnek üzerindeki hareketi	19
<b>Şekil 3.2.</b> Polarize olmuş ışın	20
<b>Şekil 3.3.</b> Saçılan ve geçen dalgalar	20
<b>Şekil 3.4.</b> Toplam dış saçılma geometrisi	22
<b>Şekil 3.5.</b> Cam prizmadan saçılmaya bağlı olarak oluşan SPR eğrisi	24
<b>Şekil 3.6.</b> SPR sisteminin genel yapısını gösteren şema	25
<b>Şekil 3.7.</b> Altın elektrotlara sahip kuartz kristal	26
<b>Şekil 4.1.</b> Elektrokimyasal sensörün bileşenleri	29
<b>Şekil 5.1.</b> FİBA molekülünün kimyasal olarak elde edilmesinin şematik gösterimi	32
<b>Şekil 5.2.</b> FİABA molekülünün kimyasal olarak elde edilmesinin şematik gösterimi	32
<b>Şekil 5.3.</b> LB transfer sistemi	34
<b>Şekil 5.4.</b> FİBA maddesinin izoterm grafiği	35
<b>Şekil 5.5.</b> FİBA molekülünün cam yüzey üzerine transfer grafiği	36
<b>Şekil 5.6.</b> FİBA molekülünün çözeltisinin UV-görünür spektrumu	37
<b>Şekil 5.7.</b> FİBA LB ince filmlerine ait UV- görünür spektrumu	38
<b>Şekil 5.8.</b> FİBA LB ince filmleri için tabaka sayısına bağlı soğurma grafiği	39
<b>Şekil 5.9.</b> FİBA LB filminin (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü	40
<b>Şekil 5.10.</b> FİBA LB filminin diğer bir bölgesinden elde edilen (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü	41



<b>Şekil 5.11.</b> FİBA LB filminin farklı bir bölgesinden elde edilen (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü	42
<b>Şekil 5.12.</b> FİBA LB filminin (a) iki boyutlu AFM görüntüsü, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü. (c) yüzey yüksekliği dağılımı	43
<b>Şekil 5.13.</b> İnce filmlerin farklı dönüş hızlarındaki soğurma grafiği	45
<b>Şekil 5.14.</b> İnce filmlerin dönüş hızına bağlı soğurma şiddeti değişimi	47
<b>Şekil 5.15.</b> Çözelti konsantrasyonuna bağlı UV-görünür spektrumları	48
<b>Şekil 5.16.</b> Çözelti konsantrasyonuna bağlı soğurma şiddeti değişimi	49
<b>Şekil 5.17.</b> İnce filme ait (a) iki boyutlu (b) üç boyutlu AFM görüntüsü	50
<b>Şekil 5.18.</b> İnce filmin diğer bir bölgesinden elde edilen (a) iki boyutlu (b) üç boyutlu AFM görüntüsü	51
<b>Şekil 5.19.</b> 1000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait $\Psi$ ve $\Delta$ fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi	53
<b>Şekil 5.20.</b> 2000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait $\Psi$ ve $\Delta$ fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi	53
<b>Şekil 5.21.</b> 3000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait $\Psi$ ve $\Delta$ fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi	54
<b>Şekil 5.22.</b> 4000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait $\Psi$ ve $\Delta$ fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi	54
<b>Şekil 5.23.</b> 5000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait $\Psi$ ve $\Delta$ fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi	55
<b>Şekil 5.24.</b> 6000 rpm’de hazırlanan ince filmlere ait $\Psi$ ve $\Delta$ fonksiyonlarının dalga boyu ile değişimi	55
<b>Şekil 5.25.</b> Film kalınlığının, dönüş hızına bağımlılığı	57
<b>Şekil 5.26.</b> Yarı silindirik prizma ve gaz hücresine ait fotoğraf	58
<b>Şekil 5.27.</b> FİBA filminin benzen buharıyla etkileşmesi	59
<b>Şekil 5.28.</b> FİBA filminin siglohegzan buharıyla etkileşmesi	59
<b>Şekil 5.29.</b> FİBA filminin dikloroetan buharıyla etkileşmesi	60
<b>Şekil 5.30.</b> FİBA filminin ksilen buharıyla etkileşmesi	60
<b>Şekil 5.31.</b> FİBA filminin toluen buharıyla etkileşmesi	61
<b>Şekil 5.32.</b> FİBA filminin 2-propanol buharıyla etkileşmesi	61
<b>Şekil 5.33.</b> FİBA filminin etanol buharıyla etkileşmesi	62

<b>Şekil 5.34.</b> FİBA filminin metanol buharıyla etkileşmesi	62
<b>Şekil 5.35.</b> Çeşitli organik buharlar için elde edilen kinetik grafiği	64
<b>Şekil 5.36.</b> Hassasiyetin buhar konsantrasyonuna bağlı değişimi	65
<b>Şekil 5.37.</b> FİABA maddesinin izoterm grafiği	67
<b>Şekil 5.38.</b> FİABA molekülüne ait transfer grafiği	68
<b>Şekil 5.39.</b> FİABA molekülünün çözeltilsinin UV-görünür spektrumu	69
<b>Şekil 5.40.</b> FİABA molekülünün LB ince filmlerine ait UV- görünür spektrumu	70
<b>Şekil 5.41.</b> FİABA LB ince filmleri için tabaka sayısına bağlı soğurma grafiği	71
<b>Şekil 5.42.</b> FİABA LB filminin (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü	72
<b>Şekil 5.43.</b> FİABA LB filminin (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü	73
<b>Şekil 5.44.</b> FİABA LB filminin (a) iki boyutlu, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü	74
<b>Şekil 5.45.</b> FİABA LB filminin üç boyutlu AFM görüntüsü	75
<b>Şekil 5.46.</b> FİABA LB filminin (a) iki boyutlu AFM görüntüsü, (b) üç boyutlu AFM görüntüsü. (c) yüzey yüksekliği dağılımı	76
<b>Şekil 5.47.</b> FİABA ince filmlerin UV grafikleri	77
<b>Şekil 5.48.</b> İnce filmlerin 283 nm'deki dönüş hızına bağlı soğurma şiddeti değişimi	78
<b>Şekil 5.49.</b> FİABA için spin kaplama yöntemi ile farklı konsantrasyonlarda çözeltiler kullanılarak elde edilen ince filmlerin UV grafiği	79
<b>Şekil 5.50.</b> FİABA ince filmlerinin konsantrasyona bağlı soğurma grafiği	80
<b>Şekil 5.51.</b> FİABA ince filminin (a) iki boyutlu (b) üç boyutlu AFM görüntüsü	81
<b>Şekil 5.52.</b> 1000 rpm'deki FİABA ince film için, dalga boyuna bağlı $\Psi$ ve $\Delta$ grafiği	82
<b>Şekil 5.53.</b> 2000 rpm'deki FİABA ince film için, dalga boyuna bağlı $\Psi$ ve $\Delta$ grafiği	83
<b>Şekil 5.54.</b> 3000 rpm'deki ince FİABA film için, dalga boyuna bağlı $\Psi$ ve $\Delta$ grafiği	83

<b>Şekil 5.55.</b> 4000 rpm'deki ince FİABA film için, dalga boyuna bağlı $\Psi$ ve $\Delta$ grafiği	84
<b>Şekil 5.56.</b> 5000 rpm'deki ince FİABA film için, dalga boyuna bağlı $\Psi$ ve $\Delta$ grafiği	84
<b>Şekil 5.57.</b> FİABA film kalınlığının logaritmik olarak devir hızına bağımlılığı	85
<b>Şekil 5.58.</b> FİABA filminin benzen ile etkileşmesi	86
<b>Şekil 5.59.</b> FİABA filminin siglohegzan ile etkileşmesi	86
<b>Şekil 5.60.</b> FİABA filminin ksilen ile etkileşmesi	87
<b>Şekil 5.61.</b> FİABA filminin etanol ile etkileşmesi	87
<b>Şekil 5.62.</b> FİABA filminin metanol ile etkileşmesi	88
<b>Şekil 5.63.</b> FİABA filminin diklorometan ile etkileşmesi	88
<b>Şekil 5.64.</b> FİABA filminin 2-propanol ile etkileşmesi	89
<b>Şekil 5.65.</b> FİABA filminin toluen ile etkileşmesi	89
<b>Şekil 5.66.</b> Farklı organik buharlar için kinetik grafiği	91
<b>Şekil 5.67.</b> Buhar konsantrasyonu ile hassasiyet arası ilişki	92

## Yaşam Öyküsü

11 Eylül 1974 yılında Çanakkale’de dünyaya gelmiştir. İlkokul eğitimini Çanakkale’nin Özbek Köyü’nde Özbek Köyü İlkokulu’nda, ortaokul eğitimini Çanakkale Merkez Orta Okulu’nda ve lise eğitimini Çanakkale Lisesi’nde tamamlamıştır. 1993 yılında kayıt yaptırdığı Ankara Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Mühendisliği Bölümü’nden 1997 yılında başarıyla mezun olmuştur. 2002 yılında “Yarıiletkenler ve Yarıiletkenlerin Elektriksel Özellikleri” başlıklı yüksek lisans teziyle Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı’ndan mezun olmuştur. 2000 yılından bu yana Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi’nde Araştırma Görevlisi olarak çalışmaktadır. Çalışma alanları katıhal fiziği, yarıiletkenler ve elektronik enerji düzeyleri, organik ince filmler ve gaz sensörleri olarak sıralanabilir.