

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MAGNET TEKNOLOJİLERİ İÇİN YENİ YÜKSEK
SICAKLIK YALITKAN KAPLAMALARIN Ag
ALTLIKLAR ÜZERİNE ÜRETİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Met. ve Malz. Müh. Mustafa KAPLAN

Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜH.

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Eşref AVCI

Ocak 2008

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ


**MAGNET TEKNOLOJİLERİ İÇİN YENİ YÜKSEK
SICAKLIK YALITKAN KAPLAMALARIN Ag
ALTLIKLAR ÜZERİNE ÜRETİLMESİ**

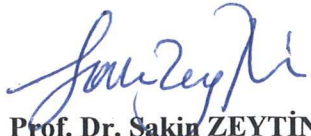
YÜKSEK LİSANS TEZİ


Met. ve Malz. Müh. Mustafa KAPLAN

Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Bu tez 28/01/2008 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.


Prof. Dr. Eşref AVCI
Jüri Başkanı


Prof. Dr. Sakin ZEYTİN
Üye


Doç. Dr. Erdal ÇELİK
Üye

TEŞEKKÜR

Tüm hayatım boyunca bana maddi ve manevi her türlü yardımlarını esirgemeyen ve bu günlere gelmeme sebep olan anneme ve babama sonsuz teşekkür ederim.

Her türlü laboratuvar imkanlarını sağlayan ve tez çalışmamın tamamlanmasında büyük emeği olan değerli hocam Doç.Dr. Erdal ÇELİK'e teşekkür ederim.

Tez çalışmalarım boyunca her türlü yardımlarını esirgemeyen tecrübelerini benimle paylaşan danışman hocam Prof.Dr. Eşref AVCI'ya teşekkür ederim.

Arş.Gör. M.Faruk EBEOĞLUGİL, Arş.Gör. Işıl BİRLİK ve Tekniker Dalyan ÖZKAN'a teşekkür ederim.

Prof.Dr. Sakin ZEYTİN, Doç.Dr. Ahmet ALP, Doç.Dr. Ahmet TÜRK'e ve tüm bölüm hocalarıma teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca her zaman bana destek olan kardeşlerim Mine ve Halime'ye teşekkür ederim.

Ocak 2008

Mustafa KAPLAN

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİLLER LİSTESİ	vii
TABLolar LİSTESİ.....	x
ÖZET.....	xi
SUMMARY.....	xii
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2.	
SOL-JEL TEKNİĞİ.....	3
2.1. Sol-Jel Metodu.....	3
2.1.1. Sol-jel yönteminde kullanılan bileşenler.....	4
2.1.1.1. Metal alkoksitler.....	4
2.1.1.2. Katalizörler.....	5
2.1.1.3. Alkoller.....	5
2.1.2. Sol-jel oluşumu.....	5
2.1.3. Sol-jel ile film kaplama yöntemleri.....	7
2.1.3.1. Daldırmalı kaplama tekniği (Dip coating).....	7
2.1.3.2. Döndürme kaplama tekniği (Spin coating).....	11
2.2. Sol-Jel Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları.....	12
2.2.1. Avantajları.....	12
2.2.2. Dezavantajları.....	13
2.3. Sol-jel Uygulamaları.....	13

BÖLÜM 3.

DİELEKTRİK VE DİELEKTRİK MALZEMELER	15
3.1. Giriş.....	15
3.2. Elektriksel Kutuplaşma.....	15
3.2.1. Kutuplaşma Türleri.....	16
3.2.1.1. Elektronik kutuplaşma.....	16
3.2.1.2. İyonsal kutuplaşma	17
3.2.1.3. Moleküler kutuplaşma.....	17
3.2.1.4. Yerel kutuplaşma.....	17
3.3. Dielektrik Özellikler.....	18
3.3.1. Dielektrik sabit.....	18
3.3.2. Dielektrik mukavemet.....	19
3.3.3. Ferroelektrik özellik.....	20
3.3.4. Piezoelektrik özellik.....	21
3.4. Frekansın Dielektrik Özelliklere Etkisi ve Dielektrik Kayıp	23
3.5. Sıcaklığın Dielektrik Özelliklere Etkisi	24
3.6. Dielektrik Malzemeler	25
3.6.1. Yalıtkan malzemeler	26
3.6.2. Kondansatör malzemeler	27
3.6.3. Piezoelektrik malzemeler.....	27

BÖLÜM 4.

DENEYSEL ÇALIŞMALAR	29
4.1. Çalışmanın Amacı.....	29
4.2. Ön İşlemler	29
4.2.1. Altlık malzemelerin hazırlanması	29
4.2.2. Malzemeler.....	30
4.2.3. Çözelti (sol) hazırlama.....	30
4.3. Kaplamaların Üretimi.....	32
4.4. Çözelti Karakterizasyonu.....	34
4.4.1. Türbidite (Bulanıklık).....	34
4.4.2. pH ölçümleri.....	34
4.5. Malzeme Karakterizasyonu.....	36

4.5.1. Diferansiyel termal analiz (DTA)/Termogravimetrik Analiz (TG).....	36
4.5.2. Fourier Transform Infrared (FTIR).....	36
4.5.3. X-Işınları Difraksiyonu (XRD).....	37
4.5.4. Taramalı Elektron Mikroskobu/Enerji Dispersif Spektrometre (SEM/EDS).....	37
4.6. Elektriksel ölçümler.....	37
4.6.1. Kırılma indisi.....	37
4.6.2. Optik band aralıkları.....	38
4.6.3. Dielektrik ölçümü.....	38
BÖLÜM 5.	
DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR.....	39
5.1. Çözelti Özellikleri.....	39
5.1.1. Turbidite (Bulanıklık).....	39
5.1.2. pH ölçümü.....	40
5.2. Malzeme Özellikleri.....	40
5.2.1. DTA-TG analizleri.....	40
5.3. FTIR Analizleri.....	44
5.4. Faz Analizleri.....	47
5.5. Mikroyapı Sonuçları.....	49
5.5.1. ZrO ₂ kaplamalar.....	49
5.4.2. Gd ₂ O ₃ –ZrO ₂ kaplamalar.....	51
5.4.3. Tb ₂ O ₃ –ZrO ₂ kaplamalar.....	54
5.4.4. Yb ₂ O ₃ –ZrO ₂ kaplamalar.....	60
5.6. Elektriksel Karakterizasyon.....	65
5.6.1. Kalınlık, refraktif indeks ve enerji aralığı.....	65
5.6.2. Dielektrik analizi.....	65
BÖLÜM 6.	
SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	69
6.1. Genel Sonuçlar.....	69
6.2. Öneriler ve Gelecek Planlar	70

KAYNAKLAR.....	72
ÖZGEÇMİŞ.....	76

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Daldırma kaplama tekniği şematik görünüşü.....	7
Şekil 2.2.	Daldırma kaplama yönteminin aşamaları.....	8
Şekil 2.3.	(a) Spin kaplama cihazı (spin coater) ve (b) kaplama sisteminin çalışma mekanizması.....	11
Şekil 3.1.	Elektriksel kutuplaşma türleri. a) Elektronik, b) İyonsal, c)Moleküler ve d) Yerel kutuplaşma.....	16
Şekil 3.2.	Elektriksel yük değişimi.....	18
Şekil 3.3.	Dielektrik histerezis eğrisi	21
Şekil 3.4.	Piezoelektrik etki ve BaTiO ₃ birim hücresi.....	22
Şekil 3.5.	Değişken elektriksel alanda elektriksel yük değişimi.....	23
Şekil 3.6.	Dielektrik sabitin ve dielektrik kaybın frekansla değişimi.....	24
Şekil 3.7.	Camın dielektrik sabitinin sıcaklıkla değişimi.....	25
Şekil 3.8.	Polimerlerde dielektrik sabitin sıcaklıkla değişimi.....	25
Şekil 4.1.	Sol-jel kaplama üretim akış şeması.....	32
Şekil 5.1.	150°C’de, 30 dakika ve hava atmosferinde kurutulan saf Zr esaslı kserojelin DTA/TG eğrileri.....	40
Şekil 5.2.	150°C’de, 30 dakika ve hava atmosferinde kurutulan Zr ve Gd esaslı kserojelin DTA/TG eğrileri.....	41
Şekil 5.3.	150°C’de, 30 dakika ve hava atmosferinde kurutulan Zr ve Tb esaslı kserojelin DTA/TG eğrileri.....	42
Şekil 5.4.	150°C’de, 30 dakika ve hava atmosferinde kurutulan Zr ve Yb esaslı kserojelin DTA/TG eğrileri.....	43
Şekil 5.5.	Çeşitli sıcaklıklarda 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılan Saf ZrO ₂ esaslı kserojelin FTIR absorbanans spektraları.....	44
Şekil 5.6.	Çeşitli sıcaklıklarda 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılan Gd ₂ O ₃ -ZrO ₂ esaslı kserojelin FTIR absorbanans spektraları.....	44

Şekil 5.7.	Çeşitli sıcaklıklarda 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılan $Tb_2O_3-ZrO_2$ esaslı kserojelin FTIR absorbands spektraları.....	45
Şekil 5.8.	Çeşitli sıcaklıklarda 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılan $Yb_2O_3-ZrO_2$ esaslı kserojelin FTIR absorbands spektraları.....	45
Şekil 5.9.	Ag altlıklar üzerine kaplanan $Gd_2O_3-ZrO_2$ ince filmlerin XRD paternleri.....	46
Şekil 5.10.	Ag altlıklar üzerine kaplanan $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmlerin XRD Paternleri.....	47
Şekil 5.11.	Ag altlıklar üzerine kaplanan $Yb_2O_3-ZrO_2$ ince filmlerin XRD Paternleri.....	47
Şekil 5.12.	$Zr[O(CH_2)_3CH_3]_4$ 'den hazırlanan % 100 ZrO_2 ince filmin ısıtıl işlem sonrası Zr ve O elementlerin X-ışınları haritası ve SEM mikroyapısı.....	48
Şekil 5.13.	Ag şerit üzerine kaplanmış saf ZrO_2 ince filmin mikroyapısı.....	49
Şekil 5.14.	Ag şerit üzerine kaplanmış %5 $Gd_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı.....	51
Şekil 5.15.	Ag şerit üzerine kaplanmış %8 $Gd_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı.....	52
Şekil 5.16.	Ag şerit üzerine kaplanmış %12 $Gd_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı	53
Şekil 5.17.	$Gd(CH_3COCHCOCH_3)_3$ 'den hazırlanan % 8 mol $Gd_2O_3-ZrO_2$ ince filmin ısıtıl işlem sonrası Zr, Gd ve O elementlerin X-ışınları haritası.....	54
Şekil 5.18.	Ag şerit üzerine kaplanmış %5 $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı.....	55
Şekil 5.19.	Ag şerit üzerine kaplanmış %8 $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı.....	56
Şekil 5.20.	Ag şerit üzerine kaplanmış %12 $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı.....	57
Şekil 5.21.	$Tb(CH_3COCHCOCH_3)_3$ 'den hazırlanan % 8 mol $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmin ısıtıl işlem sonrası Zr, Tb ve O elementlerin X-ışınları haritası.....	58

Şekil 5.22.	Ag şerit üzerine kaplanmış %5 Yb ₂ O ₃ - ZrO ₂ ince filmin mikroyapısı.....	60
Şekil 5.23.	Ag şerit üzerine kaplanmış %8 Yb ₂ O ₃ - ZrO ₂ ince filmin mikroyapısı.....	61
Şekil 5.24.	Ag şerit üzerine kaplanmış %12 Yb ₂ O ₃ - ZrO ₂ ince filmin mikroyapısı.....	62
Şekil 5.25.	Yb(CH ₃ COCHCOCH ₃) ₃ 'den hazırlanan % 8 mol Yb ₂ O ₃ -ZrO ₂ ince filmin ışıl işlem sonrası Zr, Yb ve O elementlerin X-ışınları haritası.....	63
Şekil 5.26.	Ag altlıklar üzerine kaplanan ZrO ₂ ince filmlerin iletkenlik-empedas grafiği.....	65
Şekil 5.27.	Ag altlıklar üzerine kaplanan %8 Gd ₂ O ₃ -ZrO ₂ ince filmin iletkenlik-empedans grafiği.....	65
Şekil 5.28.	Ag altlıklar üzerine kaplanan %8 Tb ₂ O ₃ -ZrO ₂ ince filmin iletkenlik-empedans grafiği.....	66
Şekil 5.29.	Ag altlıklar üzerine kaplanan %8 Yb ₂ O ₃ -ZrO ₂ ince filmin iletkenlik-empedans grafiği.....	66

TABLolar LİSTESİ

Tablo 3.1.	Bazı malzemelerin dielektrik özellikleri.....	19
Tablo 3.1.	Bazı kristallerin piezoelektrik katsayıları.....	28
Tablo 4.1.	Ag altlığın özellikleri.....	29
Tablo 4.2.	Başlangıç malzemelerin özellikleri.....	30
Tablo 4.3.	Sol-jel kaplama sıcaklıkları ve daldırma sayısı.....	31
Tablo 5.1.	Solüsyonların (çözeltiler) ölçülen türbidite ve pH değerleri	39
Tablo 5.2.	Üretilen % 8 mol $Gd_2O_3-ZrO_2$ ince filmin genel EDS analiz değerleri.....	54
Tablo 5.3.	Üretilen % 8 mol $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmin genel EDS analiz değerleri.....	59
Tablo 5.4.	Üretilen % 8 mol $Yb_2O_3-ZrO_2$ ince filmin genel EDS analiz değerleri.....	63
Tablo 5.5.	İnce film kaplamaların kalınlıkları, refraktif indeksleri ve enerji aralıkları.....	64
Tablo 5.6.	İnce film kaplamaların empedans ve iletkenlik değerleri.....	64

ÖZET

Anahtar kelimeler: Sol-jel, $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ kaplamalar, HTS, Magnet teknoloji

Bu çalışmada, magnet teknolojileri için Ag altlıklar sol-jel daldırma yöntemiyle $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ kaplanmıştır. Zr, Gd, Tb ve Yb esaslı kimyasal maddeler metanol ve glasiyel asetik asit kullanılarak çözeltiler hazırlanmıştır. Kaplama yapılmadan önce bu çözeltilerin türbidite ve asidik karakteristikleri incelenmiştir. Optimum proses tayinini sağlamak için FTIR ve DTA-TG çalışmaları yapılmıştır. Elde edilen jel kaplamalar $300^{\circ}C$ 'de ve 10 dakikada kurutulmuş, $500^{\circ}C$ 'de 5 dakika ısıl işleme tabi tutulmuş ve ardından da $800^{\circ}C$ sıcaklıkta 1 saat tavlama işlemi yapılmıştır. Daha sonra oluşturulan kaplamaların faz analizi mikroyapısı ve elektriksel özellikleri XRD, SEM/EDS, spektrofotometre ve empedans kullanılarak incelenmiştir. Solüsyondaki Zr, Gd, Tb ve Yb miktarları değiştirilerek 10 farklı grupta numuneler hazırlanmış ve bu farklılıkların mikroyapıya etkileri incelenmiştir.

Sonuç olarak; ilave edilen Gd, Tb, Yb esaslı alkoksitlerin yalıtkanlık üzerinde etkilerinin olduğu tesbit edilmiştir. Dolayısıyla, Yb esaslı alkoksit yalıtkanlığı teşvik ederken, Gd ve Tb esaslı alkoksitler yalıtkanlık açısından olumlu bir etkileri olmamıştır. $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ yalıtkan kaplamalar başarılı bir şekilde Ag altlıklar üzerine üretilmiştir.

FABRICATION OF NEW HIGH TEMPERATURE INSULATION COATINGS ON AG TAPES BY SOL-GEL TECHNIQUE FOR MAGNET TECHNOLOGIES

SUMMARY

Key words: Sol-gel, Gd_2O_3 / Tb_2O_3 / Yb_2O_3 - ZrO_2 insulation, HTS, Magnet technology

In this study, Gd_2O_3 - ZrO_2 , Yb_2O_3 - ZrO_2 and Tb_2O_3 - ZrO_2 films were deposited on Ag by using sol-gel dipping technique for magnet technologies, transparent solutions were prepared from Zr, Gd, Tb and Yb based precursors methanol and glacial acetic acid. The solutions were characterized using turbidimeter and pH meter. In order to determine an optimum heat treatment process FTIR and DTA-TG analyses were performed. According to these analyses, the obtained gel coatings were dried at 300°C for 10 min, heat treated at 500°C for 10 min and subsequently annealed at 800°C for 1 h in air. Four different solutions were prepared by changing Zr, Gd, Tb and Yb concentrations in the solutions and their effects on microstructures were scrutinized. The Gd_2O_3 - ZrO_2 , Tb_2O_3 - ZrO_2 and Yb_2O_3 - ZrO_2 films were characterized through XRD, SEM/EDS, and spectrophotometer and impedance machines.

As a result, the Gd_2O_3 - ZrO_2 , Tb_2O_3 - ZrO_2 and Yb_2O_3 - ZrO_2 dielectric coatings were successfully produced on Ag tape substrate for magnet technology.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Süperiletken magnetlerin sağladığı kararlılık ve homojen manyetik alanlar sayesinde süperiletken magnetlere daha fazla ihtiyaç duyulmaktadır. Ag veya AgMg kaplanmış Bi-2212 süperiletken şeritleri, süperiletkenlik teknolojisi uygulaması için önemli olan powder-in-tube (PIT) metoduyla üretilmiştir [1, 2]. Yüksek Sıcaklık Süperiletken (HTS) bobinleri için, uzun ve kritik akım yoğunluğuna sahip AgMg/Bi-2212 süperiletken şeritleri, PIT metoduyla yapılır, ama yinede süperiletken çekirdeğinde, süperiletkenlik düşüşüne neden olan homojenliğin tam sağlanamaması gibi sorunlarda mevcuttur [3,4]. Süperiletken çekirdeğinin yoğunluğu, deformasyona, toz paketleme metoduna, redüksiyon oranı gibi durumlara bağlıdır [4]. Süperiletken şeritlerindeki alternatif akım (AC) düşüşü ise güç uygulamalarında önem kazanmaktadır [5, 6].

Makaradan makaraya sol-jel (reel-to-reel sol-gel) prosesi, uzun Ag ve AgMg kaplı Bi-2212 şeritlerine ZrO₂ kaplanarak geliştirilmiş metodlardır. Bu şeritlere ZrO₂ kaplanma nedeni ise, HTS bobinleri için turn-to-turn elektriksel yalıtım sağlamaktır [7, 8]. Kaplamalar mikronaltı kalınlıklarda olabilir böylece mükemmel paket yoğunluğu sağlanır [9, 10]. Yalıtkan kaplamanın kalınlığı, solüsyonun viskozitesi ve konsantrasyonu ile ayarlanır [11, 12]. Üstelik sol-jel prosesi, yüksek homojenli kompleks oksit kompozisyonu hazırlamada kullanılan düşük sıcaklıkta yapılan bir tekniktir [13].

ZrO₂ in geçirgen yüzeylerdeki özelliklerinin incelenmesi mekanik ve fiziksel özelliklerini inceleyen çalışmalara göre yeni bir alandır. ZrO₂ kaplamalar yüksek termomekanik dirençlilik, düşük ısı iletkenliği ve kimyasal stabilitesi nedeniyle, metallerin yüksek sıcaklıkta oksitlenmesine ve elektrokimyasal korozyon dirençliliğini geliştirmek için kullanılır. ZrO₂ ince filmleri katkılı olarak

fotoluminesans ve elektroluminesans devrelerde optik aktif tabakalar olarak kullanılmaktadır [14]. Bunun yanında, ZrO_2 bazlı malzemeler, yüksek mekanik mukavemete ve kimyasal kararlılığa sahiptir. ZrO_2 'nin oda sıcaklığındaki kübik yapısı, yarı kararlıdır. Fakat CaO , MgO , Y_2O_3 , CeO_2 , Er_2O_3 , Ho_2O_3 , Gd_2O_3 , Tb_2O_3 , Yb_2O_3 ve diğer oksitlerin ilave edilmesi ile kararlı hale getirilebilir [15]. Buna bağlı olarak ZrO_2 kararlı hale gelerek kübik yapıya dönüşüm sıcaklığı düşmektedir. Dolayısıyla stabil bir yapı kazanmaktadır. İlave edilen oksitlerin iyon çaplarının ZrO_2 'ya yakın olması, oluşacak yapının dielektrik özelliğinin artmasına neden olmaktadır.

Magnet teknolojilerinde elektromıknatis üretiminde süperiletken fazların korunmasında kılıf olarak kullanılan Ag altlıklar üste üste gelen bobinlerde çalışma esnasında kısa devreler oluşturmaktadır. Bunu önlemek için Ag şeritler üzerine sol-jel daldırma metodu kullanarak ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ kaplanmış ve yüksek sıcaklık yalıtılması hedeflenmiştir. Bu bağlamda, Zr, Gd, Tb ve Yb esaslı çözeltiyi hazırlamak için Zr, Gd, Tb ve Yb alkoksitler, metanol ve glasiyel asetik asit kullanılmıştır. Üretilen saydam çözeltilerin türbidite ve pH ölçümleri yapılmıştır. Uygun ısıl işlem ve tavlama ısıtma rejimleri sağlamak için diferansiyel termal analiz-termograviometri (DTA-TG) ve fourier transform infrared (FTIR) cihazları kullanılarak sağlanmıştır. Üretilen ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ kaplamaların faz analizleri ve mikroyapısal incelemeleri X-ışınları difraksiyonu (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu- enerji dispersif spektrometre (SEM-EDS) ile karakterize edilmiştir. Bunlara ilave olarak, ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ kaplamaların kalınlık, refraktif indeks, enerji aralıkları ve dielektrik sabitleri tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, yüksek sıcaklık ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ yalıtkan kaplamaları Ag altlıklar üzerine başarılı bir şekilde üretildiği saptanmıştır.

BÖLÜM 2. SOL-JEL TEKNİĞİ

2.1. Sol-Jel Metodu

Sol-jel prosesi, bir sıvı faz içinde bulunan katı taneciklerden oluşan kolloidal süspansiyonların (sol) ve sonrasında sürekli bir sıvı faz içerisinde üç boyutlu katı inorganik ağ yapılarının (jel) oluşmasını içerir. Sol-jel teknolojisi, çözelti formundan yola çıkılarak farklı uygulama alanlarına yönelik olarak seramik, cam ve kompozit malzemeler üretim tekniğine verilen genel isimdir [16]. Bu yöntem, kolloidal boyuttaki kristal olmayan tanecikleri kullanarak sulu veya susuz bir ortamda, metal oksitlerin kararlı çözeltilerinin hazırlanmasına dayanır [17].

Moleküller arası Van Der Waals ve elektriksel itme kuvvetlerinin etkisi yerçekimi kuvvetine göre daha fazla olduğu için solü meydana getiren malzemeler dibe çökmez. İşte bu molekül çözelti içinde genişleyerek büyük bir boyuta ulaşırsa bu maddeye jel denir. Katı yapının devamlılığı, jele elastik bir özellik kazandırır [18]. Kolloidal olarak kullanılan tanecikler 500 nm ve daha altındaki boyutlara sahip taneciklerdir ve optik mikroskopla görülemezler, çünkü en büyük boyutları ışığın dalga boyuna eşittir [17].

Sol-jel yöntemi, teknolojide oldukça önemli bir yer tutmaktadır. Diğer kaplama yöntemlerine göre birçok avantajının olması sebebiyle bu yerini korumaktadır. Bu avantajlarını şöyle sıralayabiliriz; saf ve homojen filmlerin düşük ısılarda hazırlanabilmesi ve enerji tasarrufu sağlanması, değişik geometrilere sahip cisimler bu metotla homojen olarak kaplanabilmesi, kirliliğe sebep olmaması başlıca avantajlarıdır. Kimyasallarla ilgili bir sorun yoksa sol-jel yöntemi tehlikesizdir ve malzemeler kolay bulunur. En büyük avantajı ise, kaplanan filmin mikro yapısının kolayca kontrol edilebilir olmasıdır. Bu yöntem ile gözenekli yapı elde edilebildiği için düşük kırma indisli filmler yapmak mümkündür. Bunun yanı sıra çok katlı

kaplama yapmak mümkündür ve yöntem, cismin geometrisi ile sınırlı değildir. Bunlarla birlikte sol-jel yönteminin bazı dezavantajları vardır. Sol-jel yönteminin en olumsuz yanı kaplama işlemi sırasında çok fazla malzeme kaybı olmasıdır. Kullanılan kimyasal malzeme zor bulunuyor ise maliyetin yükselmesine sebep olmaktadır. Ayrıca, sol-jel metodunda hammadde maliyetinin yüksek olması, küçük gözeneklerin kalması, kullanılan kimyasalların sağlığa zararlı olması ve kaplama işleminin uzun sürmesi dezavantajlar olarak sayılabilir [18, 19].

2.1.1. Sol-jel yönteminde kullanılan bileşenler

Bu yöntemde temel özellik, sulu bir çözücü içerisinde metal bileşiklerini, kendi başlangıç birimlerine dağıtmaktır. Bu amaçla çeşitli başlangıç maddeleri (prekürsör) kullanılmaktadır. Sol-jel sentezlenmesi başlangıç maddelerine göre iki ayrılır. Bunlar metal-organik ve inorganik kimyasal maddeleridir. Metal-organik kimyasallar organik çözücülerde metal alkoksitlerle yapılır. İnorganik ise sulu çözeltilerde (klorür, nitrat, vb) metal tuzları ile yapılır. Bu yol ucuzdur fakat reaksiyonlarının kontrolü zordur [17].

2.1.1.1. Metal alkoksitler

Metal alkoksitler; sol oluşturmak için başlangıç maddesi olarak kullanılırlar. Genel gösterimi $M(OR)_n$ formülüyle ifade edilir.

- M ; kaplanacak metal malzemeyi,
- R ; CH_3 (metil), C_2H_5 (etil) gibi alkil grubunu,
- n ; metalin değerine göre değişen değerliğini gösterir, diğer bir deyişle valans durumunu temsil etmektedir. İçerdikleri yüksek elektro negatif *OR* grubu sebebiyle, metal alkoksitlerin reaksiyona katılımları yüksektir. *OR*'deki alkil grupları değiştirmekle fiziksel özelliklerde farklılıklar sağlanır.
- (metal) $\bullet OCH_3$ (metoksil), OC_2H_5 (etoksil) filmlerdeki C (karbon) fazlalığı buradan kaynaklanmaktadır [17,18].

2.1.1.2. Katalizörler

Hiçbir reaksiyona katılmayan ancak reaksiyon hızını arttıran malzemelere katalizör denir. Asitler ve bazlar sol-jel yönteminde katalizör olarak kullanılırlar. Asit katalizör grubu Organik ve inorganik olarak ikiye ayrılır. Asetik asit organik asittir, nitrik asit, hidroklorik asit ve hidroflorik asit inorganik asitlerdir. Baz katalizör grubunda ise amonyum hidroksit bulunmaktadır.

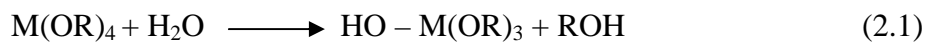
2.1.1.3. Alkoller

OH grubu ile bir alkil ya da başka bir molekülün birleşmesiyle alkoller oluşur. Alkoller sol-jel yönteminde başlangıçta kullanılırlar ve metal oksitlerle reaksiyona girerler. Çözücü alkoksitin özelliğine göre seçilir. $C_nH_{2n+1}OH$ genel yapıları olup 'n' sayısı değişerek farklı alkoller oluşur. n, 1 değerini aldığı anda metanol, 2 değerinde etanol ve 3 değerinde propanol, 4 değerinde butanoldür [17, 18].

2.1.2. Sol-jel oluşumu

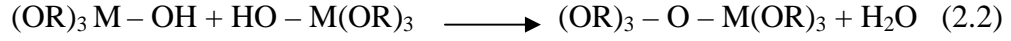
Sol-jel sentezlenmesi zamana bağlı bir dizi işlem adımı ile oluşur. İlk adım çözelti oluşturma adımıdır. Bu adımda çeşitli başlangıç maddeleri uygun çözücülerle reaksiyonu neticesinde homojen çözelti hazırlanır. Tipik olarak çözelti hazırlamadan sonra nihai yoğun ürüne kadar ki sol-jel adımları; hidroliz, polimerizasyon, yoğunlaşma, jelleşme, yıkama ve yaşlandırma şeklindedir. Normal olarak alkoksitler alkolde çözünür ve asidik/bazik yada nötr şartlarda su ilavesiyle hidroliz olur [17].

Sol-jel prosesi iki tür tepkime sonucunda oluşurlar. Bunlardan ilki hidroliz reaksiyonudur.

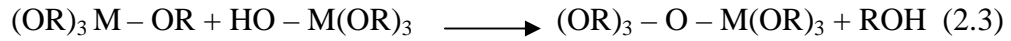


Bu ifade hidroliz reaksiyonunun genel ifadesidir. ROH alkol grubu bileşiğidir. H_2O ve katalizör durumuna göre OR grupları OH olana kadar reaksiyon devam eder.

İkinci reaksiyon türü ise yoğunlaştırma reaksiyonudur. İlk reaksiyonda hidrolize uğramış olan iki malzeme, oksijen köprüsü ile bağlanırlar.



Eğer bileşenlerden biri hidrolize uğramışsa



şeklinde reaksiyonlar gerçekleşir. Bu durumda reaksiyon ürünleri hidrolize uğrar. Bu ürünler tekrar birleşerek yoğunlaştırma reaksiyonunu gerçekleştirirler. Yoğunlaştırma reaksiyonuyla büyük silikon bazlı moleküller elde edilebilir. Bu olaya polimerizasyon denir [17].

Yoğunlaştırma süresinde ilk olarak karışım çözeltisi sol'e dönüşür. Sol sıvı içerisinde kolloidal katı taneciklerinin kararlı bir süspansiyonudur. Yoğunlaşmanın devam etmesiyle oluşan ilk bağlanmalar (mer), diğer taneciklere de bağlanarak polimerleri oluştururlar. Bu oluşum tüm çözeltideki büyük polimerlerin oluşması ve tüm çözeltinin katı polimer ağları ile kaplanmasına kadar devam eder. Buna da jel denir.

Sol-jel yönteminde polimerizasyon üç adımda oluşur;

1. Monomerlerin polimerizasyonu ile taneciklerin oluşması,
2. Taneciklerin büyümesi ve
3. Taneciklerin bir zincir içerisinde bağlanması ve sonra sıvı içerisinde ağ yapısı oluşması yoluyla kalınlaşarak jelleşmesidir.

Sol-jelde polimerizasyon adımlarının oluşmasında birçok faktör etkilidir. Bunlar pH, sıcaklık, reaksiyon süresi, konsantrasyon, katalizör ve miktarı, H₂O/Si molar oranı, yaşlandırma sıcaklığı ve yaşlandırma süresidir.

Polimerlerin kümeleşerek yoğunlaşmasıyla (kondenzasyon) jel salkımlarının büyümesine jelleşme denir. Jeller zayıf ve kuvvetli bağlardan oluştuğu gibi, mikron boyutunda birbirine bağlı olan gözeneklere sahip viskoelastik maddelerdir. Düşük

sıcaklıklarda yer alan solün jel'e dönüşmesiyle; kaplama, fiber ve hacimli şekillerin şekillendirilmesi yapılabilir. Kurutma, sol-jel prosesinde en kritik adımlardan birisidir. Gözeneklerdeki sıvıların uzaklaştırılması jellerin kurumasını oluşturur ve kserojel (xerogel) adını alır. Hacimsel değişmeler, gözeneklerdeki sıvı miktarının buharlaşması ile orantılı olarak gerçekleşir. Gözeneklerdeki sıvı, jel yüzeyinden buharlaşarak oluşan kılcal gerilmelerle katı jel ağ yapısı geri çekilir ve büzülme oluşur. Gözenekte kalan sıvılar buharlaşırken kılcal gerilmeler artar. Bu jel yapısının kırılmasına veya çatlamasına neden olur.

2.1.3. Sol-jel ile film kaplama yöntemleri

İnce film kaplamalarında sol-gel yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır. Sol-jel ile birçok kaplama şekli vardır. Bu kaplama yöntemleri daldırma, döndürme, püskürtme, elektroforesis, termoforesis, yerleştirme ve karışık yöntemdir.

2.1.3.1. Daldırmalı kaplama tekniği (Dip Coating)

Bu yöntem sol-jel ile kaplama yöntemlerinin en önemlilerinden birisidir (Şekil 2.1). Hemen hemen saydam iletken tabakaların üretiminde kullanılır. Yöntem, bir cam taşıyıcının hazırlanan sol içerisinde belli bir hızda daldırılıp aynı hızda geri çıkarılması yoluyla film kaplanması işlemidir. Bu yöntemle kaplama yapıldığı zaman film kalınlığı, taşıyıcı sole daldırılıp çıkarıldığı esnada, zamanla değişmez.

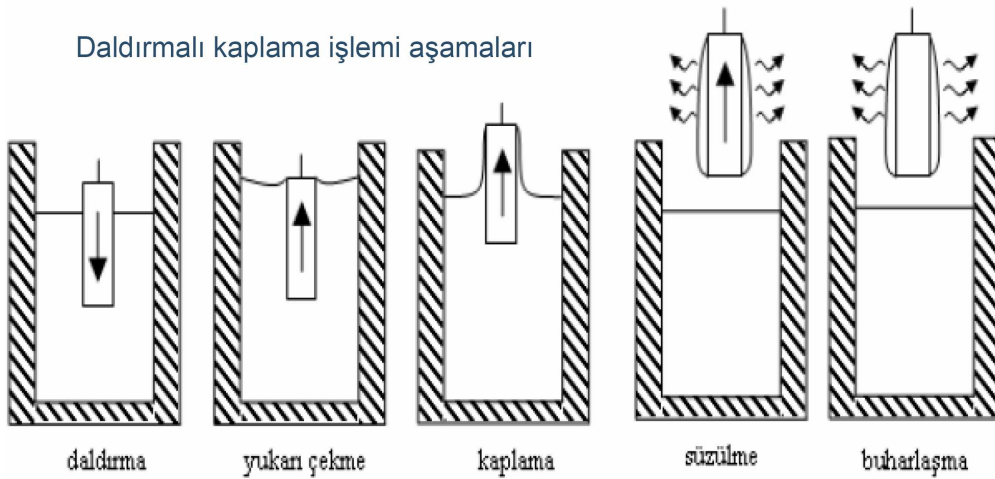


Şekil 2.1. Daldırmalı kaplama tekniği şematik görünüşü [20]

Daldırma ile kaplama metodu beş aşamada gerçekleşir.

1. Daldırma,
2. Çıkarma,
3. Kaplama,
4. Akıtma ve
5. Buharlaştırma

Şekil 2.2 bu beş aşamayı göstermektedir. Alkol gibi uçucu çözeltilerde buharlaştırma normal olarak çıkarma, kaplama ve akıtma adımlarında da olur. Sürekli daldırma ile kaplama işlemi Şekil 2.2 daha basittir, çünkü daldırma aşamasını diğer aşamalardan ayırıp çıkarmayı elimine eder ve akıtılan kısmı filme kaplar. Hareketli taşıyıcı kaplama bölgesinden dışarıya çıkarken sıvının bir kısmını dışarı sürükler ve bu sınır tabakayı ikiye böler. İç tabaka taşıyıcı ile yukarı hareket ederken dış tabaka banyoya geri döner.



Şekil 2.2. Daldırma kaplama yönteminin aşamaları [17]

Kaplanan filmin kalınlığı yukarıya ve aşağıya hareket eden tabakaları ayıran streamline çizginin durumu ile ilişkilidir. Film kalınlığını ve streamline'in durumunu film kaplama bölgesindeki 6 kuvvet kontrol eder.

1. Viskozite nedeniyle hareketli taşıyıcının yukarıya doğru çekme kuvveti,
2. Yerçekimi kuvveti,
3. Sıvının konkav menisküs eğrisinde yüzey gerilimi bileşke kuvveti,
4. Kaplama bölgesine gelen sıvının sınır tabakasının eylemsizlik kuvveti,

5. Yüzey gerilim gradyanı ve
 6. Ayırma ve birleştirme basıncı (1 µm' den küçük kalınlıktaki filmler için önemlidir).

Daldırma aşamasında taşıyıcı sabit bir hızla solün içine daldırılır ve yukarı çekme aşamasında, daldırıldığı hızla (10-10⁷ mm/dak) beklenmeden yukarı çekilir. Kaplama aşamasında, taşıyıcının sol ile temasa giren kısımları kaplanmış olur.

Bu aşamada etkili olan kuvvetler:

- yerçekimi kuvveti,
- sol ile taşıyıcı arasında ki sürtünme kuvveti ve
- solün taşıyıcıya tutunmasından oluşan yüzey gerilimi kuvvetidir.

Süzülme aşamasında yukarıda saydığımız kuvvetlerin etkisi altında bazı sol damlacıkları taşıyıcının kenarlarından süzülerek yüzeyi terk eder.

Buharlaştırma aşamasında; süzülme aşamasında süzilemeyen sol damlacıkları buharlaşarak uçar. En son olarak taşıyıcı üzerinde kalan sol, fırınlama işlemi sonucu film haline dönüşür. Bazı uygulamalar için açısız daldırma ile kaplama ve açısız döndürmeyle kaplama prosesleri geliştirilmiştir. Bu proseste kaplama kalınlığı altlık ve sıvı yüzey arasındaki açığa bağlıdır. Katman kalınlığı daldırma açısı da dahil edilerek hesaplanabilir.

Daldırma yönteminde kaplanan filmin kalınlığı; geri çekme hızı, sistemi Newtonyan rejiminde tutacak şekilde seçildiğinde aşağıdaki Landau–Levich tarafından türetilen bağıntısı ile hesaplanır.

$$h = 0.94 \frac{(\eta U)^{2/3}}{\gamma_{LV}^{1/6} (\rho g)} \quad (2.4)$$

Burada;

h : filmin kalınlığı,

η : sıvının viskozitesi,

U : daldırma hızı,

γ_{LV} : sıvı – buhar yüzey gerilimi,

ρ : solün yoğunluğu,

g : yerçekimi ivmesi.

$$h = 0.94 \frac{(\eta U)^{2/3}}{\gamma_{LV}^{1/6} (\rho g)^{1/2}} \quad (2.5)$$

Bağıntı incelendiğinde, taşıyıcının sole daldırılıp çıkarılma süresi film kalınlığını etkilememektedir. Ancak, daldırma hızı U 'nun film kalınlığı h ile doğru orantılı olduğu görülmektedir. Bunun sonucu olarak taşıyıcı sole ne kadar hızlı (veya yavaş) daldırılıp çıkarılırsa film o kadar kalın (veya ince) olacaktır.

Bu yöntemin avantajları şunlardır:

1. Her şekilde ve boyutta numune kaplaması yapılabilir (Tüp, boru çubuk gibi farklı geometriye sahip numuneler kolaylıkla kaplanabilir).
2. Düzgün kalınlık elde edilir.
3. Kalınlık kontrol edilebilir.
4. Katkı miktarını minimum düzeyde tutmak bu yöntem ile daha kolaydır.
5. Çözücü veya çözeltinin özelliklerine çok duyarlı değildir.
6. Fazla miktarda numune aynı anda ekonomik bir şekilde kaplanabilir.
7. Kolay bir yöntem olduğundan maliyeti daha ucuz olabilir.

Bu yöntemin olumsuz yönleri ise şunlardır:

1. Özellikle büyük taşıyıcılar için büyük miktarda çözelti gereklidir. Çözelti pahalı ise ve ya çözelti sabit değilse bu yöntem elverişli değildir.
2. Çapraz katkısından dolayı çok katmanlı sistemler için çok iyi bir yöntem değildir (fakat kullanılabilir).
3. İşlem sırasında taşıyıcının her iki tarafı kaplandığından sadece bir tarafına kaplama yapmak istendiğinde diğer yüze maskeleme yapmak gereklidir [17, 21].

2.1.3.2. Döndürme kaplama tekniği (Spin Coating)

Döndürme kaplama ince filmlerin üretiminde uzun yıllardır kullanılmaktadır. Tipik olarak proses bir çözelti damlasının bir altlığın merkezine damlatılması ve sonra altlığın yüksek dönme hızlarında (tipik olarak 3000 dev/dak) döndürülmesi esasına dayanır. Merkezi hızlandırma fazla çözeltinin uzaklaştırılmasına ve kalan çözeltinin ise altlık yüzeyine ince film şeklinde yayılmasına neden olur. Nihai film kalınlığı ve diğer özellikler çözelti özellikleri (viskozitesine, kuruma hızına, katı oranına ve yüzey gerilimleri) ile işlem şartlarına (devir, hızlandırma) bağlıdır.

Tipik olarak kaplama işlemi üç adımdan oluşur. Şekil 2.3’de bu kaplama sistemi ve çalışma mekanizması gösterilmiştir. Hazırlanan altlık üzerine çözelti damlatılması ile başlayan işlem yüksek hızlı döndürme ile fazla çözücünün uzaklaşması ve çözeltinin yayılması ve sonra kurutma ile çözeltinin buharlaştırma ile jelleştirme ile kaplama işlemi tamamlanır.



(a)



(b)

Şekil 2.3. (a) Spin kaplama cihazı (spin coater) ve (b) kaplama sisteminin çalışma mekanizması [22].

Çözeltinin dağıtılmasında dinamik ve statik olarak iki yaygın yöntem vardır. Statik dağıtım, çözelti damlasını altlığın merkezine veya merkezine yakın bölgeye damlatılmasıdır. Altlığın boyutlarına ve çözelti viskozitesine bağlı olarak gerekli çözelti miktarı 1-10 mikron arasında değişir. Yüksek viskozitelerde veya büyük altlıklarda yüksek dönme hızlarında altlığın yüzeyini tamamen kaplaması için daha fazla çözelti damlatılması gerekir. Dinamik dağıtım ise altlık düşük hızlarda dönerken çözeltinin damlatılmasıdır.

Bu proseste yaklaşık 500 dev/dak dönüş hızları kullanılır. Bu hızlar sıvının tüm altlık boyunca dağılmasını ve daha az çözelti kullanılmasını sağlar. Altlık veya çözelti zayıf ıslatma özelliğine sahip olduğunda ve bir avantaj sağlar ve filmde boşluk oluşmasını engeller [17, 22].

2.2. Sol-Jel Yönteminin Avantajları ve Dezavantajları

2.2.1. Avantajları

- 1) Klasik eritme ile üretim zor olan, erime sıcaklıkları yüksek ve soğuma sırasında kristalleşme eğilimi gösteren maddelerden düşük sıcaklıklarda camlar elde edilir.
- 2) Çok çeşitli elementlerin katılımıyla yeni ve değişik türde seramik ve camlar yapılır.
- 3) Ürünler yüksek saflıkta elde edilir. Ortamdan gelen safsızlıklar ve reaksiyon kabıyla etkileşim oldukça düşüktür. Bu özellikten dolayı optik ürünlerde önemli avantajlar sağlar.
- 4) Proses sırasındaki karıştırma moleküller düzeyinde olduğundan üretilen seramik ve camlar homojen bir yapıya sahiptir. Bu özellikten yine optik malzemeler üretiminde faydalıdır.
- 5) Polimerizasyon sırasında jel içinde değişik zincir uzunluğunda polimer moleküllerin bulunması ve ısıl işlem sırasında bunların kısmen faz ayırımına uğramaları nedeniyle seramik yapıda bileşim farklılığı göstermeden yapısal değişiklikler gösteren bölgelerin oluşabilmesi mümkündür.
- 6) Proses için gerekli ısıl işlem sıcaklıkları genellikle 1000°C'nin altında olduğundan önemli ölçüde enerji tasarrufu sağlanır.

- 7) Eritme prosesinde buharlaşmadan kaynaklanan kayıplar bu yöntemle en aza indirilir.
- 8) Jel yapısındaki porların büyüklük ve dağılımı kurutma işleminin kontrollü bir şekilde yapılmasıyla, asit veya baz katalizör kullanılmasıyla veya ısıl işlem sıcaklığı gibi proses parametrelerinin değiştirilmesiyle ayarlanabilir. Bu şekilde istenen porozitede ürünler üretilebilmektedir.
- 9) Camların ve yüksek sıcaklığa dayanıklı olmayan plastik gibi maddelerin yüzeyleri seramikle kaplanarak bu maddelerin çizilme, sürtünme, aşınma, mukavemet gibi fiziksel, optik ve kimyasal özellikleri gelişir.
- 10) Çözeltilerin reolojik özellikleri nedeniyle daldırma, enjeksiyon, döküm gibi yöntemlerle elyaf, film ve kompozit malzemeler üretilir.
- 11) Sol-jel prosesiyle organik-anorganik malzemelerin sentezi, seramik ile plastik malzeme özelliklerinin birleştiği yeni malzeme türlerinin üretilmesine olanak sağlar.

2.2.2. Dezavantajları

- 1) Hammadde fiyatları yüksek olduğundan uygulamalar bazı özel seramikler ve kaplama üretimiyle sınırlıdır.
- 2) Proses sırasının uzunluğunun üretim miktarını kısıtlayıcı bir faktördür. Yürüyen hat üzerinde kaplama mümkün değildir.
- 3) Kullanılan organik hammaddelerin sağlığa zararlı olmaları uygulamalarda özel koruyucu tedbirler alınmasına neden olduğundan maliyet artar.
- 4) Sinterlenme sırasında görülen yüksek daralma şekillendirmeyi zorlaştırır.
- 5) Jel içinde kalan porlar, hidroksil iyonları ve karbon atomları bazı özel amaçlı seramiklerde hataya neden olur.

2.3.Sol-Jel Uygulamaları

Gelişen teknolojiye paralel olarak malzeme teknolojileri de gelişmiştir. Cam üretimi ile ivmelenen sol-jel tekniği günümüzde film, fiber, monolit, toz, kompozit ve gözenekli ortamlar gibi çok farklı alanlarda kendine uygulama alanı bulmuştur.

Çelik yüzeylerinin sol-jel tekniği ile kaplaması yaygın olarak yüzeylerin paslanmaya, çizilmeye ve oksidasyona karşı koruyucu kaplamalarında kullanılmaktadır. Bu amaçla sol-jel yöntemiyle hazırlanmış seramik (SiO_2 , ZrO_2) esaslı kaplama uygulamaları yaygın olarak kullanılmaktadır.

BÖLÜM 3. DİELEKTRİK VE DİELEKTRİK MALZEMELER

3.1. Giriş

Elektriksel yalıtkanlarda, diğeri bir deyimle dielektrik malzemelerde serbest elektron yoktur, enerji aralığı 4 eV'tan büyüktür ve özgül dirençleri 10^4 ohm-m 'nin üzerindedir. Yalıtkanların özgül direnci metallerinkinin yaklaşık 10^{20} katı kadardır. Elektriğı iletmediklerinden çoğunlukla elektriksel yalıtkan olarak kullanılırlar. Ancak elektriğı iletmemelerine rağmen uygulanan elektriksel alandan etkilenirler. Elektriksel alan etkisinde elektriksel yüklü elektronlar, iyonlar yer değıştirir ve sürekli kutuplu moleküller yer değıştirir, dolayısıyla elektriksel yük merkezine kayarlar, bunun sonucunda elektriksel kutuplaşma oluşur. Oluşan elektriksel kutuplar malzeme yüzeyin elektriksel yük birikimi sağlar, bu nedenle kondansatör üretiminde kullanılırlar. Diğeri taraftan bazı dielektrik malzemelerde boyutlar elektriksel alan etkisinde değışir, ayrıca kuvvet etkisinde uçları arasında gerilim farkı doğar. Piezoelektrik denen bu özelliğe sahip kristaller transduserlerde ses iletişim araçlarında ve benzeri yerlerde kullanılırlar. Diğeri taraftan değışken elektriksel alanda kutuplar sürekli yön değıştirir, bu esnada iç sürtünme nedeni ile ısı enerji doğar. Bundan yararlanılarak mikrodalga ısıtıcıları geliştirilmiştir.

Aşağıda önce elektriksel kutuplaşma türleri tanıtılacak, sonra dielektrik özelliklerle ilgili dielektrik sabiti, dielektrik mukavemet, ferroelektrik ve piezoelektrik özellikler ele alınacaktır daha sonra ise dielektrik malzemeler hakkında bilgi verilecektir.

3.2. Elektriksel Kutuplaşma

Bir kütle içinde artı elektriksel yük merkezi ile eksi elektriksel yük merkezi çakışmazsa elektriksel kutuplaşma (polarizasyon) oluşur. Asimetrik veya polar

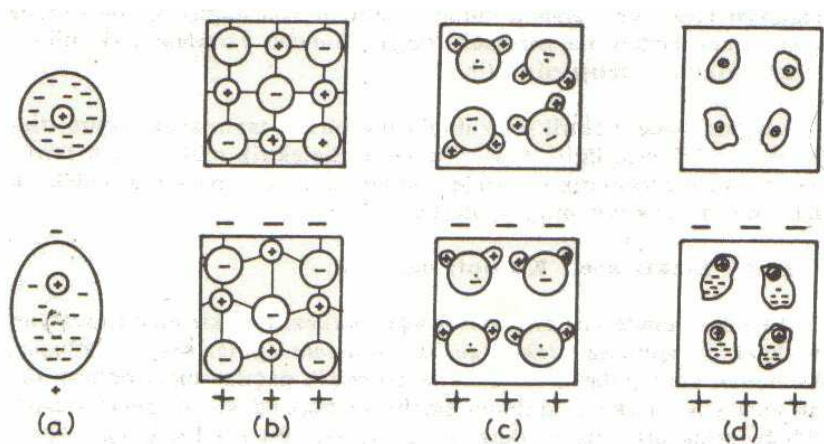
moleküllerde asimetrik dağılan elektronların ortak eksi yük merkezi, kütleinin ağırlık merkezindeki protonların sahip olduğu ortak artı yük merkezi ile çakışmaz. Bu şekilde oluşan kutuplaşma süreklidir. Diğer taraftan bireysel atomlarla simetrik molekülde zıt işaretli yük merkezleri çakışmıştır ve net kutuplaşma yoktur. Ancak bunlara elektrik alan uygulanırsa elektronların ortalama konumu artı elektroda, artı iyonunda eksi elektroda doğru bir miktar yer değiştirir. Böylece dış etki ile geçici kutuplaşma oluşur, alan kalkınca kutuplaşma kaybolur. Alternatif elektriksel alan uygulanırsa iç elektriksel yük merkezleri ve kutuplar tekrarlı yer değiştirir.

3.2.1. Kutuplaşma türleri

Yer değiştiren bireylere bağlı olarak elektronik kutuplaşma, iyonik kutuplaşma, moleküler kutuplaşma ve yerel kutuplaşma olmak üzere dört tür kutuplaşma olur.

3.2.1.1. Elektronik kutuplaşma

Şekil 3.1'de görüldüğü gibi, alan etkisi yokken elektronlar çekirdek çevresinde homojen dağılmıştır ve yük merkezleri çakışmıştır. Bir elektriksel alan uygulanınca eksi yüklü elektronlar alınan artı elektroduna, artı yüklü çekirdek eksi elektroda doğru çok az yer değiştirir. Elektronların duran dalga hareketlerinin frekansı 10^{16} Hz düzeyindedir. Frekansları 10^{14} Hz civarında olan ışık dalgaları elektronları kolaylıkla etkileyerek elektronik kutuplaşma oluşturur. Bütün malzemelerde oluşmasına rağmen elektronik kutuplaşmanın dielektrik sabitine katkısı çok azdır.



Şekil 3.1 Elektriksel kutuplaşma türleri. a) Elektronik, b) İyonik, c) Moleküler ve d) Yerel kutuplaşma [23].

3.2.1.2. İyonsal kutuplaşma

İyonsal malzemelerde net elektriksel yük sıfırdır ve kutuplaşma yoktur. Ancak bir elektriksel alan uygulanırsa Şekil 3.1’de görüldüğü gibi, artı iyonlar eksi elektroda, eksi iyonlar artı elektroda doğru yer değiştirir. Bu tür kutuplaşma, elektronik kutuplaşmada olduğu gibi, dış etki ile oluşan geçici kutuplaşma türüdür. İyonların kütlesi elektronlara göre çok büyük olduğundan yer değiştirmeleri daha güçtür; bu nedenle ancak frekansları 10^{13} Hz’in altındaki radyasyon dalgalarında oluşurlar. Bu frekansın üstünde olan ışık dalgaları iyonsal kutuplaşma oluşturamaz.

3.2.1.3. Moleküler kutuplaşma

Asimetrik moleküllerde kütlenin ağırlık merkezinde olan artı yük merkezi ile elektronların ortak eksi yük merkezi çakışmaz ve dolayısıyla sürekli kutuplaşma görülür. Buna moleküler kutuplaşma veya yönsel kutuplaşma denir. Elektriksel alan uygulanınca Şekil 3.1’de görüldüğü gibi, mevcut kutuplar alan yönünde paralel olmaya zorlanır. Bu hareket oldukça büyük bir kütle ile ilgili olduğundan ancak 10^8 Hz’in altındaki frekanslara tepki gösterirler. Alanın etkisi kaybolunca kutuplar geri dönmeye çalışır, malzemenin türüne ve sıcaklığına bağlı olarak dönmeler tam olmayabilir, bazıları dönük durumda kalabilir. Sürekli kutuplar molekül bireylerinde veya birim hücrelerde oluşabilir. Genelde bireysel kutup yönleri rastgeledir.

Bazı malzemelerde bireysel kutuplar grup halinde yönlenmiş durumda olup bir ortak yerel kutba sahiptirler. Üretim sürecinde bu yerel kutuplar yönlendirilerek malzemenin net bir kutuplaşmaya sahip olması sağlanabilir.

3.2.1.4. Yerel kutuplaşma

Bazı çok fazlı yapılarda fazlar arasına çökelen iletken fazların varlığı kuvvetli kutuplaşma sağlayabilir. Özellikle yalıtkan bir ana faz (seramik) içinde dağılmış çok küçük iletken parçacıklarda (metal) alan etkisinde büyük ölçüde elektron hareketi kuvvetli kutuplaşma oluşturur (Şekil 3.1). Örneğin, Al_2O_3 içinde dağılmış küçük Al parçacıklarında böyle davranış görülür. Bu tür malzemelerde yüksek frekanslarda dielektrik kaybı büyük olur. Yerel kutuplaşmalar ancak enerji bölgesindeki

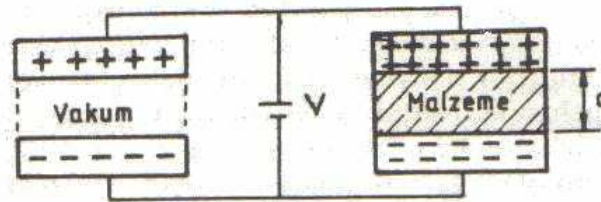
frekanslar etkisinde oluşabilir. 10^4 Hz'in üstündeki frekanslar etkili olmaz. TiO_2 gibi metal oksit parçacıkları içeren seramiklerde de yerel kutuplaşma görülür.

3.3. Dielektrik Özellikler

Dielektrik malzemelerin dört karakteristik özelliği vardır. Bunlar, dielektrik sabit, dielektrik mukavemet, ferroelektrik özellik ve piezoelektrik özelliktir. Bunlar aşağıda sırasıyla tanıtılacaktır.

3.3.1. Dielektrik sabit

Elektriksel alan etkisinde oluşan elektriksel kutuplaşma malzeme yüzeyine konan elektrotlarla elektriksel yük birimine neden olur. Dielektrik malzemede kalıcı kutuplaşma varsa yük birikimi kendiliğinden oluşur. Kalıcı kutuplaşması olmayan bir malzemeye elektriksel alan uygulanınca kutuplaşma meydana gelir, dolayısıyla dış etki ile elektrotlarda yük birikimi olur.



Şekil 3.2. Elektriksel yük değişimi [23].

Şekil 3.2'de görüldüğü gibi, birbirine paralel iki iletken levha arasındaki uzaklık d (m) ve uygulanan gerilim V (volt) ise oluşan elektriksel alan $E=V/d$ (V/m) olur. Alan etkisinde elektrotlarla 1 m^2 alanda biriken elektronların sayısı q elektriksel yük yoğunluğu olarak tanımlanır ve birimi el/m^2 dir. Burada q elektriksel yük yoğunluğu E alanı ile orantılıdır.

$$Q=kE \quad (3.1)$$

Buradaki orantı katsayısı k 'ya elektrik sabiti denir. İki elektrot arasında vakum varsa dielektrik sabit k_0 olur. Eğer elektrotlar arasına bu malzeme konursa bu değer k_m

olacaktır. Uygulamada bu mutlak dielektrik sabitler yerine bir malzemenin k_m dielektrik sabitinin vakumun k_0 dielektrik sabitine oranı olan k bağıl dielektrik sabiti kullanılır. Tablo 3.1’de bazı malzemelerin bağıl dielektrik sabitleri verilmiştir. Örneğin, bakalitin yüzeyinde elektrodta birikecek elektronların sayısı vakumdakinin 7.5 katı, mika ve camda 7, baryum titanatta ($BaTiO_3$) ise 1700 katı kadardır.

Tablo 3.1. Bazı malzemelerin dielektrik özellikleri [12, 23].

Malzeme	Dielektrik sabiti (k)	Özgül Direnç (ohm-m)	Dielektrik mukavemet (kV/mm)
Polietilen	2.3	10^{14}	20
Bakalit	7.5	10^{10}	12
Teflon	2.1	10^{12}	-
Polistiren	2.5	10^{16}	20
Polivinil klorür	7	10^{14}	-
Kauçuk	7	-	20
Cam	7	10^{13}	10
Mika	7	10^{11}	40
Alümina (Al_2O_3)	9	10^{12}	6
$BaTiO_3$	1700	-	-
$PbZrO_3+CaZrO_3$	3400	-	-
ZrO_2	21	-	-

3.3.2. Dielektrik mukavemet

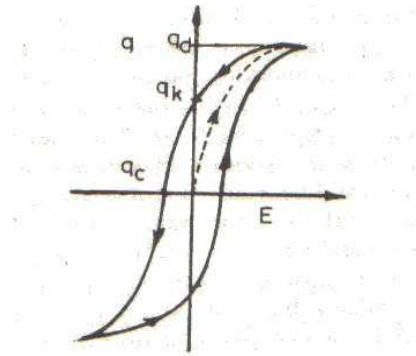
Elektriksel yalıtkanın temel özelliği özgül dirençtir. Gerçekte bir yalıtkanın dayanabileceği bir kritik elektriksel alan şiddeti, diğer bir deyimle kritik gerilim gradyanı (V/mm) vardır. Bu değer aşılmıca aşırı akım sonucu dielektrik malzeme yanma, kavrulma veya ergime şeklinde tahrip olur ve yalıtkanlık işlevi sona erer. Alanın bu kritik değerine dielektrik mukavemet denir ve birimi kilovolt/mm (kV/mm)’dir. Dielektrik mukavemetle özgül direnç aynı yönde değişmekle beraber aralarında arasında kesin bir ilişki kurmak zordur. Gerçekte yalıtkanlığın sona erdiği elektriksel göçmede dielektrik malzemenin enerji aralığına ek yük taşıyıcı sağlayan yabancı elemanlar, çökeltiiler, çatlaklar ve benzeri kusurlar önemli rol oynarlar. Elektriksel alan aşırı yükselince valans bandındaki veya enerji aralığındaki yük

taşıyıcılar iletim bandına geçer, serbest hale geçen bu yüksek enerjili elektronlar diğerlerine de çarparak bir elektronlar bulutu oluştururlar. Elektriksel göçme denen bu olay sonucu yalıtkan tahrip olur. Ayrıca sıcaklık elektronların enerjisini arttırdığından bu olayı kolaylaştırır. Tablo 3.1'de bazı yalıtkan malzemelerin dielektrik mukavemetleri verilmiştir.

3.3.3. Ferroelektrik özellik

Dielektrik malzemelerin bazılarında asimetrik iç yapı nedeniyle kendiliğinden sürekli kutuplaşma vardır. Örneğin, $BaTiO_3$ kristalinin birim hücresinde iyonların asimetrik dizilmesi sonucu bir ucu artı, bir ucu eksi kutuplu olur. Bazı malzemelerde yerel kutuplar rastgele dağınıktır ve malzeme net bir kutba sahip değildir. Bu dağınık kutuplar alan etkisi ile yönlendirilerek malzemeye net bir kutup kazandırılır.

Kutuplaşmanın etkinliği malzeme yüzeyinde sağladığı elektriksel yük yoğunluğunu ölçerek saptanır. Alan uygulanınca kutuplar dönerek alan doğrultusunda yönlenmeye zorlanır. Alan şiddeti arttıkça kutuplaşma etkinliği dolayısıyla q elektriksel yük yoğunluğu artar ve bir maksimum değere erişir, bundan sonra artmaya devam etse dahi kutuplaşmada değişme görülmez, elektriksel yük sabit kalır. Alan azalarak sıfıra yaklaşırken kutupların bir kısmı ilk konuma döner, bir kısmı yönlenmiş olarak kalır. Bunun sonucu olarak Şekil 3.3'de görüldüğü gibi, bir q_k kalıcı yük yoğunluğu oluşur. q_k kalıcı yükü yok etmek için ters yönde alan uygulamak gerekir. Alan ters yönde büyümeye devam ederse kutuplaşma yön değiştirerek artar. Böylece bir çevrim boyunca alanla yük değişimi kapalı bir histerezis eğrisi şeklinde olur. Elektriksel yükün değişken alanla böyle bir kapalı eğri şeklinde değişimi kutuplaşmanın tersinin olduğunu gösterir. Bu özelliğe ferroelektrik özellik ve buna sahip malzemelerde ferroelektrik malzemeler denir. Kapalı eğri içinde kalan alan bir çevrim boyunca kutupları döndürmek için sarf edilen enerjiyi verir. Dielektrik kayıp denen bu enerji ısı enerji halinde çevreye yayılır. Bu tür alanla kutuplaşma aynı anda maksimuma erişemeyebilir ve aralarından bir faz farkı doğabilir.



Şekil 3.3. Dielektrik histerezis eğrisi [23].

Ferroelektrik özelliğe sahip malzemeler ayrıca piezoelektrik özelliğe de sahiptirler. Bu tür malzemeler içinde en ilginç örnek olarak baryum titanat kristalin yapısı ve davranışlarıdır.

3.3.4. Piezoelektrik özellik

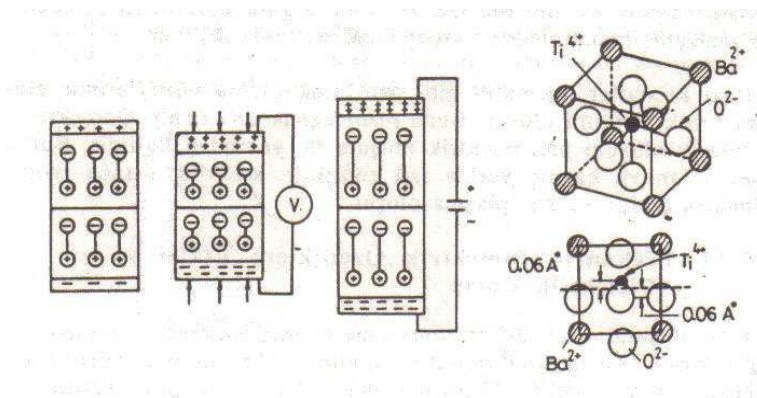
Sürekli kutuplaşmaya sahip bir asimetric iyon sal kristale basınç uygulanırsa kutuplar arası uzaklık azalır, yüzeyinde yük birikimi artar, dolayısıyla iki uç arasında bir gerilim farkı doğar ve bir iletkenle birleştirilirse akım akar. Böylece mekanik etki elektriksel büyüklüğe dönüşür. Diğer taraftan aynı kristalin iki ucu arasında bir gerilim uygulanırsa eksi yükler artı elektroda, artı yükler eksi elektroda doğru çekilir, eksi ve artı yük merkezleri arasında uzaklık artar ve bunun sonucu kristalin boyu büyür. Alanın yönü değişirse aynı işaretli yükler birbirini iter ve kristalin boyu kısalmır. Böylece elektriksel etki mekanik büyüklüğe dönüşür. Bu davranışa piezoelektrik özellik denir.

Baryum titanat (BaTiO_3), kurşun zirkonat (PbZrO_3) ve kuvarz kristali çok kullanılan önemli piezoelektrik malzemelerdir. Piezoelektrik özelliğe sahip malzemelerde yerel kutuplar rastgele yönlenmiş haldeyken parça net bir kutba sahip olamaz. Bu durumda belirli bir sıcaklıkta (Curie sıcaklığı) kuvvetli elektriksel alan uyarlayarak yerel kutuplar yönlendirilir. Böylece parça net bir kutup sahibi olur.

Piezoelektrik özelliğin iç yapıda nasıl oluştuğunu anlamak için Şekil 3.4’de görülen baryum titanat birim hücrelerini ele alalım. Kübik birim hücrenin köşelerinde birer

adet Ba^{2+} iyonu, yüzeylerinde O^{2-} iyonları ve içeride bir Ti^{4+} iyonu vardır. Titanyum iyonunun çapı yüzey merkezlerinde bulunan iki oksijen iyonu arasında kalan boşluktan biraz büyüktür, bu nedenle titanyum iyonu tam küpün merkezinde olmaz. Küpün merkezinden geçen bir yatay düzlem göz önüne alınırsa Şekil 3.4'de görüldüğü gibi, Ti^{4+} iyonu düzlemin biraz üstünde, O^{2-} iyonları ise biraz altındadır. Bu nedenle artı yük merkezi ile eksi yük merkezi arasında 0,012 nm kadar bir mesafe vardır. Baryum titanat birim hücrelerinde iyonların bu şekilde asimetrik dizilişi sonucu sürekli bir elektriksel kutuplaşma oluşur.

Şekil 3.4'de görüldüğü gibi, Ti^{4+} iyonu merkezin biraz üstüne olduğundan birim hücrenin üst ucu artı kutup, dolayısıyla alt ucu eksi kutuptur. Birim hücrenin üstüne artı elektrotu, alt yüzeyine eksi elektrot bağlayarak bir alan uygulanırsa Ti^{4+} iyonu artı alan etkisi ile merkezin aşağısına doğru, O^{2-} iyonları ise üste doğru itilir. Bu durumda birim hücrenin kutuplaşması ters yöne döner. Aynı değişiklik basınç uygulayarak da yapılabilir. Buradan kutuplaşmanın ne şekilde tersinir yapıldığı açıkça anlaşılmaktadır. Değişken alanda kutuplaşmanın tersinir olması bir ferroelektrik davranıştır. Buna göre baryum titanatın hem piezoelektrik, hem de ferroelektrik malzeme olduğu açıkça görülür.



Şekil 3.4. Piezoelektrik etki ve $BaTiO_3$ birim hücresi [23].

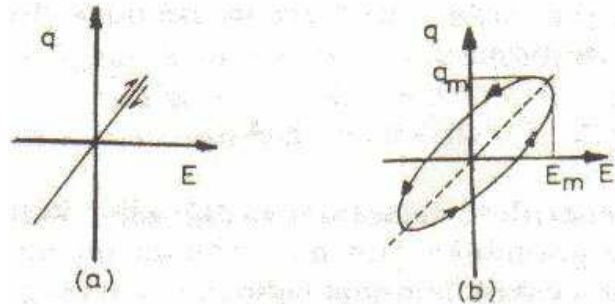
Kuvartz kristalin (SiO_2) piezoelektrik özelliğe sahiptir. Alan etkisinde kutuplaşmanın etkisi artıp eksilebilir, ancak kutuplar yön değiştiremez ve tersinir olamaz. Bu sonuca göre kuvartz bir piezoelektrik malzeme olduğu halde ferroelektrik malzeme değildir.

Bazı kristaller, turmalin gibi, ısıtılacak olursa yüzeylerinde elektriksel yük birikimi oluşur. Buna piroelektrik etki denir. Gerçekte piroelektrik oluşum piezoelektrik

oluşum ile yakından ilgilidir. Burada etken, alan ve basınç yerine ısı enerjidir. Sıcaklık artınca iyonlar asimetrik dizilir ve kutuplaşma olur.

3.4. Frekansın Dielektrik Özelliklere Etkisi ve Dielektrik Kayıp

Kutuplaşmalar genellikle tersinir olaylardır, değişken alanda yön değiştirirler. Ancak elektronların, atomların ve kutup çiftlerinin yön değiştirmesi ve hareket etmesi için belirli bir süreye gerek vardır. Kutuplaşmanın tüm oluşumu ve yön değiştirmesi için geçen süreye rölaksasyon süresi tersine rölaksasyon frekansı denir. Süre yeterli değilse kutuplaşma alanın gerisinde kalır veya hiç oluşamaz. Alanla kutuplaşma, dolayısıyla yük yoğunluğu değişimi eş zamanlı ise bir çevrim boyunca Şekil 3.5’de görüldüğü gibi, eğik bir doğru boyunca değişirler ve enerji kaybı olmaz. Eğer kutuplaşma alanın gerisinde kalırsa aralarında δ kadar bir faz farkı doğar. Alanla yük yoğunluğu farklı zamanlarda maksimuma erişirler, bir çevrim boyunca kapalı bir histerezis eğrisi üzerinde kalırlar. Histerezis eğrisinin alanı kayıp enerjiyi verir. Dielektrik kayıp $k \tan \delta$ olarak tanımlanır. Burada k dielektrik sabit, δ faz farkıdır. Δ faz farkı frekansa kutuplaşma türüne ve sıcaklığa bağlıdır. Alternatif alanın frekansı kutuplaşmanın rölaksasyon frekansına eşit olunca dielektrik kayıp en büyük olur.



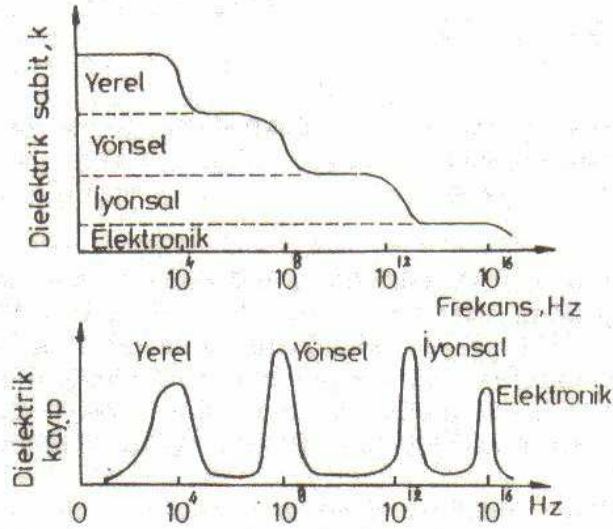
Şekil 3.5. Değişken elektriksel alanda elektriksel yük değişimi [23].

Şekil 3.6’da kutuplaşma türlerinin etkili olduğu ve kayıpların en yüksek olduğu frekans bölgeleri görülmektedir. Yerel kutuplaşma 10^4 Hz’in altında oldukça düşük frekanslarda olduğundan önemsizdir.

Yönsel kutuplaşmaya polar moleküllerde ve polimerlerde rastlanır. Bu tür kutuplaşmada genellikle 10^8 Hz civarında dielektrik kayıp en büyüktür. Polar moleküllü malzemeler rezonans frekanslarına eşit frekanslı elektriksel alan etkisinde ısıtılabilir. Mikrodalga fırınlarda bu özellikten yararlanır. Metalleri yapıştırmakta kullanılan polimer adezifler benzer şekilde mikrodalgalarla ısıtılarak sertleştirilirler, işlem sürecinde metallerin sıcaklığı değişmez.

İyonsal kutuplaşmada dielektrik kayıplar oldukça küçüktür. 10^{13} Hz in üzerinde bu tür kutuplaşma oluşamaz.

Elektronik kutuplaşmada çok az enerjiye gerek vardır. Frekansları 10^{14} ile 10^{15} Hz arasında olan ışık dalgalarının enerjisi bu tür kutuplaşma için yeterlidir. Buradan anlaşılacağı gibi dielektrik özellikler ile optik özellikler arasında yakın ilişki vardır. 10^{16} Hz'in üstündeki frekanslar elektronik kutuplaşma oluşturmaz.

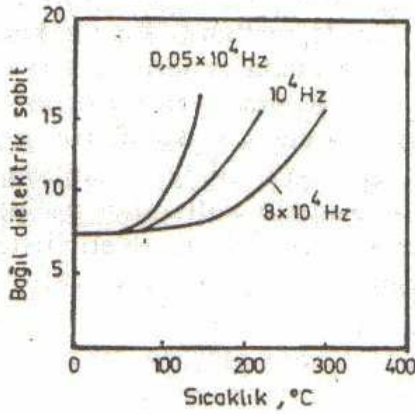


Şekil 3.6. Dielektrik sabitin ve dielektrik kaybın frekansla değişimi [23].

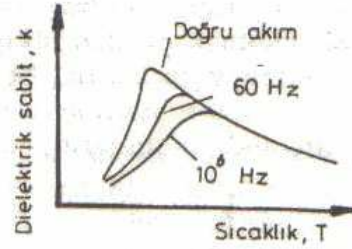
3.5. Sıcaklığın Dielektrik Özelliklere Etkisi

Elektronların ve atomların enerjileri sıcaklıkla arttığından kutuplaşma kolaydır. Şekil 3.7'de görüldüğü gibi, bir seramik malzeme olan cam da dielektrik sabit sıcaklıkla artmaktadır.

Polimerlerde camsız sıcaklığın altında bağ dönmesi oluşmaz, yalnız elektronik kutuplaşma dielektrik sabiti etkiler. Camsız sıcaklığın üzerinde bağ dönmesi oluşur ve dielektrik sabit hızla artar. Ancak sıcaklık daha da yükselirse ısıl titreşimler artar, kutupların hareketleri rastgele olur ve dolayısıyla dielektrik sabit azalır. Aynı sıcaklıkta dielektrik sabitin frekansla azaldığı Şekil 3.8’de görülmektedir.



Şekil 3.7. Camın dielektrik sabitin sıcaklıkla değişimi [23].



Şekil 3.8. Polimerlerde dielektrik sabitin sıcaklıkla değişimi [23].

Bazı lineer polar moleküller elektriksel alan etkisi ile paralel hale getirilerek kristal yapıya benzer düzenli bir yapı oluşturabilirler. Alan etkisi kalkınca tekrar ilk düzensiz hale dönerler. Bu özelliğe sahip malzemelere sıvı kristaller denir. Bunlar hem sıvı, hem de kristal karakteri gösterirler. İki cam arasında konan ince film haline getirilen siyanobifenil gibi sıvı kristallerde belirli büyüklükte dış etki ile yerel kutuplaşma sağlanabilir. Değişik yöndeki kutuplar ışığı seçimli yansıtma ve kırma ile varlıklarını gösterirler. Bu özellikten yararlanarak elektrik cihazlarında sayısal gösterim elde edilir.

3.6. Dielektrik Malzemeler

Dielektrik malzemeler kullanım alanlarına göre üç grupta toplanabilir. Bunlar yalıtkan, kondansatör ve piezoelektrik malzemelerdir.

3.6.1. Yalıtkan malzemeler

Elektrik devrelerinde yalıtkan olarak kullanılacak malzemelerin özgül direnci ile dielektrik mukavemeti yüksek, dielektrik sabiti küçük dolayısıyla dielektrik kayıp küçük olmalıdır. Yalıtkan malzemelerin özgül direnci 10^{10} ohm-m üzerinde, dielektrik mukavemetleri 10-20 kV/mm arasındadır.

İletkenlerin yalıtımı için en elverişli ve en yaygın olarak kullanılan malzeme polimerdir. Üretilmeleri kolay ve ucuzdur, ancak yüksek sıcaklık uygulamalarına elverişli değildir. Özellikle termoplastikler sıcaklıkla kolay yumuşarlar. Priz, fiş, sigorta gövdeleri gibi yüksek sıcaklığa maruz kalmaları olası yerlerde termoset plastikler (fenol formaldehid gibi) kullanılmalıdır.

Seramikler yüksek sıcaklığa ve yüksek gerilime maruz devrelerde yalıtkan olarak kullanılmaya elverişlidirler. Örneğin, aşırı sıcak ve yüksek gerilim etkisinde kalan motor bujileri için en uygun malzeme alüminadır (Al_2O_3). Yüksek gerilim hatlarında kullanılan porselen yalıtkanlar %50 kil, %25 SiO_2 ve %25 feldspat içerirler. Plastik halde şekil verildikten sonra fırında sinterlenerek sertleştirilirler. Porselen yalıtkanlarda iki tür elektriksel göçme oluşabilir. Birincisi iç göçme olup bunda daha önce belirtildiği gibi bileşimindeki yabancı elemanlar, çatlaklar ve benzeri kusurlar önemli rol oynar. İç göçmede malzeme tahrip olur. Bu tür göçmeleri önlemek için arı malzeme ile özenli üretim gerekir. İkinci tür olan yüzeysel göçme elektrik arkı şeklinde oluşur. Bunlardan gözenekli dış yüzeylerdeki birikintiler ve rutubet önemli etkenlerdir. Porselen yalıtkanın yüzeyi gözeneksiz ve düzgün hale getirilirse bu tür göçme olasılığı azaltılır. Diğer taraftan dielektrik sabit yüksek olursa, yüzeyde yük birikimi artar, bu da yüzeysel göçmeyi kolaylaştırır. Bu sakıncayı önlemek için dielektrik sabiti düşük yalıtkan kullanılır. Yüksek frekanslı uygulamalarda alkali iyonları içermeyen dolayısıyla dielektrik kaybı düşük seramikler (alümina gibi) daha uygundur.

3.6.2. Kondansatör malzemeler

Kondansatörler üzerinde elektriksel yük biriktirerek ani akım değişimlerinde aşırı yük artmasını önlerler, böylece diğer devre elemanlarını korurlar ve ayrıca biriktirdikleri yükü tekrar geri verirler. Bu amaçla üretilen kondansatör iki iletken levha arasında konan uygun bir dielektrik malzemeden oluşur. Dielektrik malzeme olarak genellikle polimerler ya da seramikler kullanılır.

Polimerlerin dielektrik sabitleri seramiklere göre oldukça düşüktür. Bununla beraber üretilmesi kolay ve ucuzdur, özellikle düşük sıcaklıklarda ve düşük frekanslarda kullanılmaya elverişlidirler.

Seramik türü malzemelerin dielektrik sabitleri polimerlerinin yaklaşık 10^3 katı kadardır. Özellikle baryum titanat ve kurşun titanat gibi asimetrik kristal yapılı seramiklerde kutuplaşmalar çok etkindir, dolayısıyla küçük bir hacimde çok büyük bir elektriksel yük depolanabilir. Tablo 3.1’de görüleceği gibi, cam, mika ve kauçuk gibi dielektrik malzemelerde bağlı dielektrik sabitin 7 civarında olmasına karşın bu tür seramikler 1700-6500 arasındadır.

3.6.3. Piezoelektrik malzemeler

Piezoelektrik malzemeler yukarıda açıklandığı gibi elektriksel etkiyi mekanik büyüklüğe ve mekanik etkiyi elektriksel büyüklüğe çeviren genellikle simetri merkezi olmayan kristallerdir. Bir piezoelektrik malzemenin karakteristik değeri birim alan etkisinde oluşan birim boy değişmesidir. Bir E elektriksel alan (V/m) uygulandığında oluşan şekil değiştirme oranı ϵ (mm/mm) aşağıda görüldüğü gibi alan şiddeti ile orantılıdır.

$$E = g \cdot E \quad (3.2)$$

Burada g piezoelektrik sabit olup, birimi (m/V) tur. Tablo 3.2’de bazı kristallerin piezoelektrik katsayıları verilmiştir.

Tablo 3.2. Bazı kristallerin piezoelektrik katsayıları [23].

Malzeme	g (m/V)
Kuvartz (SiO ₂)	2.3 x 10 ⁻¹²
BaTiO ₃	100 x 10 ⁻¹²
PbZrTiO ₆	250 x 10 ⁻¹²

Kuvartz kristalinin piezoelektrik katsayısının küçük olmasına karşın çok ilginç bir özelliği vardır. Belirli boyutlarda hassas olarak işlenmiş bir prizmatik kuvartz kristalinin alternatif alanda rezonans frekansı sabittir. Ancak 1/10⁸ kadar bir sapma olabilir. Bu nedenle saatlerde ve radyo yayınlarında frekans kontrolü sağlamada kuvartz kristalinden yararlanır.

BaTiO₃ un piezoelektrik katsayısı oldukça yüksektir ve çok yaygın kullanım alanına sahiptir. Örneğin transduserlerde, iletişim araçlarında, pikap iğnelerinde, ultrasonik temizleme aygıtlarında bu kristalden yararlanır.

Piezoelektrik kristallerde uygulanan elektriksel alanla oluşan gerilme ile şekil değiştirme arasında lineer bağlantı vardır. Kristallerin gerilme etkisinde lineer elastik cisim olduğu varsayılır. Kristale etkiyen σ gerilmesi (N/mm²) şekil değiştirme oranı ϵ (mm/mm) ile orantılıdır.

$$\sigma = K \cdot \epsilon \quad (3.3)$$

Burada K kristalin elastisite modülüdür ve boyut N/mm²'dir. Örneğin, baryum titanat kristalinin elastisite modülü 7100 N/mm² kuvartz kristalininki 7400 N/mm²'dir. Bir kristalde σ gerilmesi etkisinde boyutlarda oluşacak ϵ şekil değiştirme oranı ve bunu doğuracağı gerilim farkı yukarıdaki bağıntılar yardımı ile hesaplanabilir [23].

BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. Çalışmanın Amacı

Magnet teknolojilerinde kullanılan yalıtkan ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ kaplamalar Ag altlıklar üzerine sol-jel yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Gd, Tb, Yb ve Zr esaslı çözeltiyi hazırlamak için Zr, Gd, Tb ve Yb ve esaslı alkoksitler, metanol ve glasiyel asetik asit kullanılmıştır. Bu amaç doğrultusunda, üretilen saydam çözeltilerin karakterizasyonu türbidimetre ve pH metre kullanılarak yapılmıştır. Uygun ısıl işlem ve tavlama ısıtma rejimleri sağlamak için diferansiyel termal analiz-termogravimetri (DTA-TG) ve fourier transform infrared (FTIR) cihazları kullanılmıştır. Üretilen ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ kaplamaların faz analizleri ve mikroyapısal incelemeleri X-ışınları difraksiyonu (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu- enerji dispersif spektrometre (SEM-EDS) ile karakterize edilmiştir. Ayrıca, ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ kaplamaların kalınlık, refraktif indeks, enerji aralıkları ve dielektrik sabitleri tespit edilmiştir.

4.2. Ön İşlemler

4.2.1. Altlık malzemelerin hazırlanması

Deney malzemeleri olarak nominal boyutları 65mm x 0.0125mm x 7mm olan ticari Ag şeritler kullanılmıştır. Bu numunelerin yüzeyleri aseton ile temizlenmiştir.

Kaplama ve altlık yapı ilişkilerinin anlaşılması bakımından şeritler şeklindeki altlık özelliklerin bilinmesi çok önemlidir. Bu çalışmada kullanılan Ag altlığın özelliği Tablo 4.1'de verilmiştir.

Tablo 4.1. Ag altlığın özellikleri

Özellikler	Ag
Yoğunluk (gr/cm ³)	10.5
Ergime noktası (°C)	961.9
Özgül ısı (jg.K)	237
Termal iletkenlik (W/mK)	429
Termal genişleme (I/K)	0.004
Young modülü (GPa)	82.7
Sertlik (HB)	44
Elektriksel direnç (μΩm)	1.63

4.2.2. Malzemeler

Gd₂O₃-ZrO₂, Tb₂O₃-ZrO₂ ve Yb₂O₃-ZrO₂ yalıtkan filmler hazırlamak için, Gadolinium 2.4 pentanedionate %99.9 Gd(CH₃COCHCOCH₃)₃, Terbiyum 2.4 pentanedionate %99.9 Tb(CH₃COCHCOCH₃)₃, Yterbiyum 2.4 pentanedionate %99.9 Yb(CH₃COCHCOCH₃)₃, ve Zirkonyum tetrabutoxide Zr[O(CH₂)₃CH₃]₄ kullanılmıştır. Gadolinium, Terbiyum ve Yterbiyum esaslı alkoksitleri kimyasal toz olduğundan çözmek için metanol solventi ve kompleksleşme reaksiyonlarını oluşturmada ve tozların çözümünü kolaylaştırmak için glasiyel asetik asit kullanılmıştır. Sol-jel daldırma kaplama tekniği kullanılarak Ag altlıklar üzerine Gd₂O₃-ZrO₂, Tb₂O₃-ZrO₂ ve Yb₂O₃-ZrO₂ kaplamaları yapılmıştır.

4.2.3. Çözelti (sol) hazırlama

Karıştırma, hidroliz, jelleşme ve yoğunlaşma işlemleri homojen ve düzgün kaplamaların üretilmesi oldukça önemli işlem kademeleri olup, çözelti hazırlamanın temelleri oluşturduğundan dolayı detaylı bir şekilde incelenmiştir.

Zr esaslı çözeltiler genellikle zirkonyum tetra butoksit kimyasal malzemesinden hazırlanmıştır. Sıvı ve katı kimyasal maddelerin çözünmesini sağlamak amacıyla çözücü olarak metanol ve hidroliz reaksiyonları hızlandırmak ve çilat kompleks yapıları oluşturmak katı malzemeler glasiyel asetik asit kullanılmıştır.

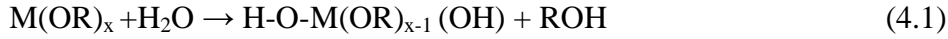
Özellikle çözünme yüzeyini artırmak için katı maddeler toz haline getirildikten sonra 100 rpm dönme hızında metanol ile çözünmüş ve oda sıcaklığında 60 dk. manyetik karıştırıcı cihazında ve şişe içinde karıştırılmıştır. Tablo 4.2’de başlangıç malzemelerin özellikleri verilmiştir.

Tablo 4.2. Başlangıç malzemelerin özellikleri

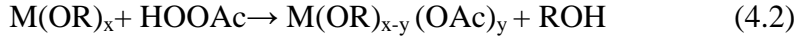
Kaplamalar	Kimyasal maddeler	Formül
ZrO ₂	Zirkonyum tetra butoksit	Zr[O(CH ₂) ₃ CH ₃] ₄
	Metanol	CH ₃ OH
	Glasiyel Asetik asit	CH ₃ COOH
Gd ₂ O ₃ -ZrO ₂	Zirkonyum tetra butoksit	Zr[O(CH ₂) ₃ CH ₃] ₄
	Metanol	CH ₃ OH
	Glasiyel Asetik asit	CH ₃ COOH
	Gadolinyum 2.4 pentanedionate	Gd(CH ₃ COCHCOCH ₃) ₃
Tb ₂ O ₃ -ZrO ₂	Zirkonyum tetra butoksit	Zr[O(CH ₂) ₃ CH ₃] ₄
	Metanol	CH ₃ OH
	Glasiyel Asetik asit	CH ₃ COOH
	Terbiyum 2.4 pentanedionate	Tb(CH ₃ COCHCOCH ₃) ₃
Yb ₂ O ₃ -ZrO ₂	Zirkonyum tetra butoksit	Zr[O(CH ₂) ₃ CH ₃] ₄
	Metanol	CH ₃ OH
	Glasiyel Asetik asit	CH ₃ COOH
	Yterbiyum 2.4 pentanedionate	Yb(CH ₃ COCHCOCH ₃) ₃

Zr esaslı çözeltilerin hidroliz ve jelleşme mekanizması basit olarak standart pH metre ile tesbit edilmiştir. Çözeltilerin pH değerinin dengeye geldiği anda Denklem 4.1 ve 4.2’ ye göre hidroliz ve jelleşme tamamlandığından bu durumdaki değerler hidroliz ve çilasyon zamanı olarak değerlendirilmiştir.

Hidroliz;



Çilasyon ;



Burada; M: Zr, Gd, Tb ve Yb'dur.

4.3. Kaplamaların Üretimi

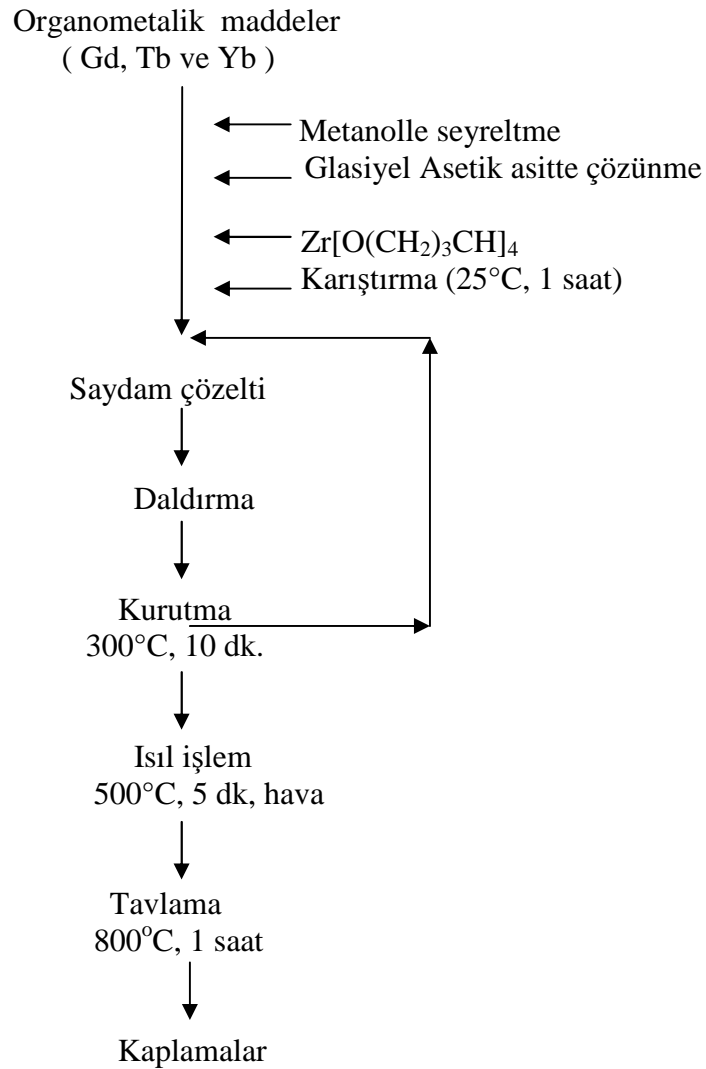
Seramik kaplamalar oda sıcaklığında şerit altlık numunelerin manuel olarak sol-jel kaplama sisteminde çözeltilere daldırılmasıyla üretilmiştir. Sol-jel kaplama sistemleri arasında hız olarak fazla bir fark yoktur. Fakat sürekli sistem manuel sisteme göre daha ekonomik olup, zaman tasarrufu ve iş gücü bakımından aynı şartlarda süperiletken malzemelerin kaplanması açısından 1 haftada yapılan kaplamayı 2 günde gerçekleştirdiği için çok avantajlıdır. Deneye başlamadan önce fırının sıcaklığı optimize edilmiştir. Sol-jel kaplama sıcaklıkları ve daldırma sayısı Tablo 4.3' de gösterilmiştir.

Tablo 4.3. Sol-jel kaplama sıcaklıkları ve daldırma sayısı

Kaplamalar	Altlık	Daldırma sayısı	Kurutma T(°C), t(dk)	Isıl işlem T(°C), t(dk)	Tavlama T(°C), t(dk)
ZrO ₂	Ag	6-10	300, 10	500, 5	800, 60
Gd ₂ O ₃ -ZrO ₂	Ag	6-10	300, 10	500, 5	800, 60
Tb ₂ O ₃ -ZrO ₂	Ag	6-10	300, 10	500, 5	800, 60
Yb ₂ O ₃ -ZrO ₂	Ag	6-10	300, 10	500, 5	800, 60

Magnet teknolojileri için sol-jel kaplama tekniği Ag altlıkların üzerine ZrO₂, Gd₂O₃-ZrO₂, Tb₂O₃-ZrO₂ ve Yb₂O₃-ZrO₂ kaplamaları oluşturmada kullanılmıştır. Şekil 4.1'de bu metodun akış şemasını göstermektedir. Bu proseste, üretimin ilk aşamasını Gd-Zr, Tb-Zr ve Yb-Zr esaslı saydam çözeltilerinin hazırlanması oluşturmaktadır.

Bu işlemde toz halinde bulunan Gadolinyum 2.4 pentanedionate, Terbiyum 2.4 pentanedionate ve Yiterbiyum 2.4 pentanedionate alkoksitlerini metanol solventin yardımıyla çözündürülmektedir. Gadolinyum, Terbiyum ve Yiterbiyum stokiometrik oranda hassas terazide tartıldıktan sonra, şişe içerisine konulmuştur. Metanol ilavesiyle ve manyetik karıştırıcı yardımıyla çözünme işlemi gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, bu işlem yapılırken glasiyel asetik asit hem katalizör hem de kompleksleşme reaksiyonlarını oluşturmak amacıyla elde edilen çözeltiliye ilave edilmiştir. Bu karışım oda sıcaklığında 60 dakika karıştırılarak saydam çözeltiler elde edilmiştir.



Şekil 4.1. Sol-jel kaplama üretim akış şeması

Gadolinium, Terbiyum, Yiterbiyum ve zirkonyum farklı dopant (katkı) miktarında seyreltme şartlarının film morfolojisine etkileri incelenmiştir. Bu amaçla, metanol ve glasiyel asetik asit miktarı sabit tutularak % 0, % 5, % 8 ve % 12 mol oranlarında Gd₂O₃, Tb₂O₃ ve Yb₂O₃ çözeltiler hazırlanmıştır.

Sol-jel kaplama sisteminde çözeltiye daldırarak geçirilen altlıklar yaklaşık 300°C’de ve 10 dk. kurutmaya ve yeterli kaplama sayısına ulaşıldıktan sonra 500 °C’de ve 5 dk. ısıtma işlemi, hemen ardından da 800 °C’de 60 dk. tavlama işlemi tabii tutulmuş ve fırın içerisinde oda sıcaklığına soğutulmuştur. 10 ayrı solüsyona batırılan 10 ayrı Ag altlığına bu işlem teker teker uygulanmıştır. Bu işlem film kalınlıklarını arttırmak için yaklaşık 6-10 arasında tekrar edilmiştir. Üretim akış şeması Şekil 4.1’de verilmiştir.

4.4 Çözelti Karakterizasyonu

4.4.1. Türbidite (Bulanıklık)

Türbidite ölçümleri; “TB 1 Turbidimeter velp scientifica” adlı cihaz yardımıyla yapılmıştır. Bu cihazla hazırlanan solusyonların transparanlığı ölçülmektedir. Bu cihazda 0-1000 arasında değerler alınmaktadır. Ölçülen değer sıfıra yakınlığı derecesinde transparanlığı artmaktadır. Bu da istenen durumdur. Türbidite ölçümleri yapılmadan önce cihaz kalibre edilmekte ve ardından ölçüm yapılabilmektedir.

4.4.2. pH ölçümleri

pH bir çözeltinin asitlik veya bazlık derecesini tarif eden ölçü birimidir. 0’dan 14’e kadar olan bir skalada ölçülür. pH teriminde p; eksi logaritmanın matematiksel sembolünden, ve H ise Hidrojenin kimyasal formülünden türetilmişlerdir. pH tanımı hidrojen konsantrasyonunun eksi logaritması olarak verilebilir:

$$\text{pH} = -\log[\text{H}^+] \quad (4.3)$$

pH hidrojen iyonun aktivitesi cinsinden bir asit veya bazın derecesini ifade etme yoluyla ihtiyaç duyulan kantitatif bilgiyi sağlar.

Bir maddenin pH değeri hidrojen iyonu $[H^+]$ ile hidroksil iyonunun $[OH^-]$ derişimlerinin oranına direk bağlıdır. Eğer H^+ derişimi OH^- derişiminden fazla ise maddemiz asidik; yani pH değeri 7 den düşüktür. Eğer OH^- derişimi H^+ derişiminden fazla ise maddemiz bazik; yani pH değeri 7 den büyüktür. Eğer OH^- ve H^+ iyonlarından eşit miktarlarda mevcut ise, madde 7 pH değerine sahip olmak üzere nötraldir.

Yaklaşık bir pH belirlemesi, pH seviyesi değıştikçe değışik renk alan pH kağıtları veya göstergeleri ile elde edilebilir. Bu tip göstergelerin doğruluklarında sınırlamalar mevcuttur, ve renkli veya koyu örneklerde doğru olarak sonuç elde etmek zorlaşabilir.

Daha doğru pH ölçümleri bir pH metre ile elde edilebilir. pH ölçümü üç parçadan oluşur: pH ölçüm elektrodu, referans elektrodu, ve yüksek empedans girişli bir cihazdır. Bu açıdan pH elektrodu, ölçülen çözeltinin pH'ına göre voltaj veren bir pil gibi düşünülebilir. pH ölçüm elektrodu hidrojen iyonuna hassas bir cam haznedir. Haznenin içinde ve dışındaki bağıl hidrojen konsantrasyon değışimine göre farklı milivolt çıkışı verir.

Referans elektrodu çıkışı hidrojen iyonu aktivitesi ile değışmez. pH elektodunun iç direnci çok yüksektir. pH değışimine göre ortaya çıkan voltaj değışimini ölçmede zorluk çıkarır. pH metrenin giriş empedansı ve kaçak dirençler önemli faktörler haline gelir. pH metre temel olarak yüksek empedanslı bir yükseltici olup anlık elektrod voltajlarını ölçüp sonuçları analog veya dijital bir göstergede pH birimi cinsinden gösterir. Bazı hallerde, özel kullanım alanları veya iyon-seçici ya da Oksidasyon-İndirgeme Potansiyeli (ORP) elektrodlar için voltaj da okunabilir [24].

4.5. Malzeme Karakterizasyonu

4.5.1. Diferansiyel Termal Analiz (DTA)/Termogravimetrik Analiz (TG)

Başlangıç kimyasal maddeleri çözeltilerin fiziksel ve kimyasal olaylarını, özellikle ekzotermik ve endotermik reaksiyonları ve seramik oksit dönüşüm sıcaklığını belirlemek amacıyla DTA cihazı (Perkin Elber DTA 7) kullanılmıştır. Çözeltiler oda sıcaklığında 24 saatte ve 250 °C'de, daha sonra 10 dk'da kurutularak eksrojeller şeklinde kullanılmıştır. Eksrojeller 15 ve 20 mg arasında tartılarak potaya konulmuştur. Seramik yapı elde etmek için oksijen ve sistemin ayarlanması hava atmosferlerinde, 10°C/dk'da artan sıcaklıklarda başlatılmıştır. DTA ölçümlerinde referans malzeme olarak 60 mesh'lik Al₂O₃ tozu kullanılmıştır.

Oda sıcaklığındaki çözeltilerin 24 saat kurutularak elde edilen eksrojellerdeki kimyasal olayları tespit etmek için Hardware konfigürasyon metodlu TGA (perkin Elber TGA 7) cihazı kullanılmıştır. Oksit esaslı seramik yapılar elde etmek için oksijen ve sistemin ayarlanması hava atmosferinde 40°C/dk artırılan sıcaklıklarda başlatılmıştır. TGA ölçümlerinde referans kap olarak platin pota kullanılmıştır. Numunelerin ağırlıkları 150 ile 200 mg arasında tercih edilmiştir. Kimyasal reaksiyonlar, bozunma olayları solvent ve suyun değerlendirilmesi ve oksidasyon olayları bu cihazla incelenmiştir. Ölçümlerin sonuçları analiz edilerek reaksiyonların formasyonu değerlendirilmiştir. Ayrıca, jel yapılardan oksit oluşum sıcaklıkları tespit edilerek ısı işlem ve tavlama ile ilgili değerlendirmeler yapılmıştır.

4.5.2. Fourier Transform Infrared (FTIR)

Film üretiminde, ara sıcaklıklardaki ürünlerin kimyasal yapısı saptamak için FTIR (Perkin Elber) cihazı kullanılmıştır. 100 °C, 300 °C, 500 °C ve 800 °C sıcaklıklarda ve 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılarak hazırlanan kserojel ve oksit yarıiletken numunelerin FTIR absorpsiyon spektrası oda sıcaklığında 4000 ve 400 cm⁻¹ dalga boylarında alınmıştır.

4.5.3. X-ışınları Difraksiyonu (XRD)

Sol-jel yöntemiyle üretilmiş kaplamalarda mevcut fazların tespiti, X-ışınları difraksiyon analiz yöntemiyle Rigaku marka difraktometre kullanılarak tespit edilmiştir. Ölçümler Cu tüpüne 40 kV voltaj ve 30 mA akım uygulanarak CuK_{α} ışınımı ($\lambda=0.15418$ nm) kullanılarak yapılmıştır. Işın demeti maddenin üç boyutlu kristal kafeslerini difraksiyona uğratmakta ve bu maddeye ait difraksiyon paternleri elde edilmiştir. Difraksiyon paternlerinin incelenmesi ve bileşiminin belirli standart ASTM paternleri ile karşılaştırılması sonucu maddenin kristal yapısı ortaya çıkmıştır.

4.5.4. Taramalı Elektron Mikroskobu/Enerji Dispersif Spektrometre(SEM/EDS)

Kaplamaların yüzey morfolojilerini belirlemek amacıyla JEOL JSM-6060 marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Taramalı elektron mikroskobu çalışmasını; yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronların bir numune üzerine gönderilmesi sonucu, elektronlarla numune atomları üzerinde oluşan çeşitli etkileşimlerden yararlanılarak yapılması prensibi ile oluşur. Ayrıca, üretilen filmlerin elementel analizleri enerji dispersif spektrometre (EDS) kullanılarak yapılmıştır. Elektron mikroskobuna bağlı olup birlikte çalışan EDS aparatı kaplama yüzeyinden bilgi toplamak amacıyla kullanılır. Analiz sırasında oluşturulan grafikteki piklere bağlı olarak incelenen bölgede hangi elementin bulunduğunu % miktarına bağlı olarak belirlenmektedir.

4.6. Elektriksel Ölçümler

4.6.1. Kırılma indisi

Üretilen yalıtkan filmlerin kırılma indisi yüksek duyarlılıklı Abbe tipi refraktometre kullanılarak oda sıcaklığında ve görünür ışıktaki tespit edilmiştir. Kırılma indisleri filmlerin kalınlıklarını ve enerji aralıklarını tespit etmede kullanılmıştır.

4.6.2. Optik band aralıkları

Oluşturulan filmlerin film kalınlıkları ve optik band aralıkları (band gap) ölçülmüştür. Camlar üzerine oluşturulan filmlerin optik absorbe spektrumu V-530 JASCO UV/VIS spektrometre ile incelenmiştir. Kırılma indisleri filmlerin kalınlıklarını ve enerji aralıklarını tespit ettikten sonra bu cihazda kullanılmıştır. Cam altlıklar üzerine oksit esaslı yarıiletken filmlerin optik band aralığıyla ilgili olarak, indirekt geçiş olarak karakterize edilen cam gibi amorf malzemede absorpsiyon katsayısı foton enerjisi ile Tauch bağıntısına göre değişir [25].

$$\sqrt{\alpha h\nu} = B(h\nu - E_{opt}) \quad (4.4)$$

Burada, ν gelen fotonun frekansı, E_{opt} optik band aralığı, h Planck sabiti ve B sabittir. Enerjinin $(h\nu)$ fonksiyonu olarak $(\alpha h\nu)^{1/2}$ 'nin değişimi enerji aralığına yakın lineer davranışını gösterir. Enerji band aralığının değeri enerji eksenine bağlı olarak düz çizginin kesişimi ile verilmektedir.

4.6.3. Dielektrik ölçümü

Üretilen yalıtkan filmlerin dielektrik sabiti Alpha-N Resolution Dielectric Analyzer tipi dielektrik analiz cihazı ile ölçülmüştür. Test edilecek numunenin dielektrik sabiti; kalınlık ve yüzey alanı cihaza girilmesiyle belirlenmiştir. Dolayısıyla dielektrik sabiti numunenin kalınlığı ve yüzey alanıyla yakından ilişkilidir. Analiz için istenilen frekans aralığı 10^{-3} ile 10^7 Hz arasında belirlenir. Sonuçta dielektrik sabiti ve kayıp faktörü belirlenmektedir.

BÖLÜM 5. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR

5.1. Çözelti Özellikleri

5.1.1. Turbidite (Bulanıklık)

Kaplama öncesi çözeltilerin çözünüp çözünmediğini tespit etmede filmlerin morfolojisi hakkında bilgiler sunmaktadır. Ölçüm aralıkları 0 ve 1000 ntu şeklinde alınmıştır. Bu değer 0 ntu'ya yaklaşması çözeltiye giren toz esaslı kimyasal maddelerin tam çözündüğünü, 1000 ntu'ya ulaşmasıyla da çözünmediği, partiküllerin sıvı çözeltide asılı şekilde kaldığını göstermektedir. Buradan saydam çözeltinin değeri 0 ntu'ya yaklaşmasıyla, bulanık çözeltinin ise 1000 ntu'ya yaklaşmasıyla elde edileceği sonuç çıkartılmaktadır. Homojen, sürekli ve ince filmlerin üretilmesi bulanıklık değerinin 0 ntu olmasıyla direkt ilişkilidir [26-28].

Üretilen çözeltilerin bulanıklık (turbidite) değerleri Tablo 5.1'de verilmiştir. Çözeltilerin turbidite değerleri arasında fark olmasına rağmen, bu değerlerin 0 ntu'ye yaklaşması iyi sonuçlar olarak düşünülmektedir. Çözeltilerin turbidite değerleri 4 ile 83 ntu arasında bulunmuştur. Buna göre en saydam %5 Yb₂O₃-ZrO₂ çözeltisidir. Bu tabloda ifade edilen turbidite değerleri toz esaslı kimyasal maddelerden saydam çözeltilerin elde edildiğini ispatlamaktadır. Buda çözeltilerin ileri kademeleri hakkında önemli ip uçları vermektedir. Özellikle çözünmeyen çözeltilerden saydam çözeltiler hazırlanamadığından film morfolojisi düzgün olmayan yapıların üretimi sağlanır. Bu da elektriksel özellikler açısından optimum sonuçlar vermez. Bu turbidite değerleri ile mikroyapıda da açıklanacağı gibi uyumlu ilişkiler mevcuttur.

Tablo 5.1. Solüsyonların (çözeltiler) ölçülen türbidite ve pH değerleri

Çözeltiler	Türbidite (ntu)	pH
Saf ZrO ₂	12.42	4.05
%5 Gd ₂ O ₃ -ZrO ₂	7.92	0.81
%8 Gd ₂ O ₃ -ZrO ₂	15.36	0.76
%12 Gd ₂ O ₃ -ZrO ₂	24.3	2.57
%5 Tb ₂ O ₃ -ZrO ₂	7.26	2,72
%8 Tb ₂ O ₃ -ZrO ₂	82.76	1,8
%12 Tb ₂ O ₃ -ZrO ₂	63.56	0,97
%5 Yb ₂ O ₃ -ZrO ₂	4.24	2,81
%8 Yb ₂ O ₃ -ZrO ₂	31	2,97
%12 Yb ₂ O ₃ -ZrO ₂	62.8	2,82

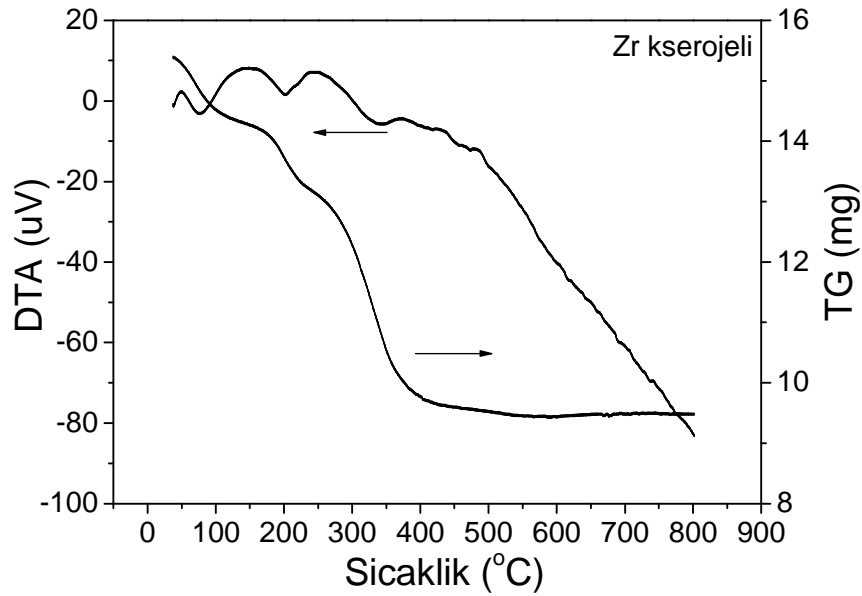
5.1.2. pH ölçümü

Organik/inorganik malzemelerin hazırlanmasında sol-jel reaksiyonları anahtar rolü oynar; sol-jel prosesin temel bilgilerine bakılmaksızın bunların hazırlanmasını anlamak zor olmaktadır. Sıcaklık, pH, kataliz, solventin doğası, tuz ve alkoksit prekürsörlerin tipi ve miktarı gibi çoğu faktörler sol-jel prosesinde hidroliz ve kondensasyon hızlarını etkilemektedir [29, 30]. Bu parametrelerin içinden, çözeltilerin pH değerleri önemli konular arasındadır. Bu gerçek doğrultusunda, çözeltilerin pH değerlerinin genelde asidik karakterde olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmada çözeltilerin pH değerleri 0.76 ile 4.2 arasında bulunmuştur (Tablo 5.1).

5.2. Malzeme Özellikleri

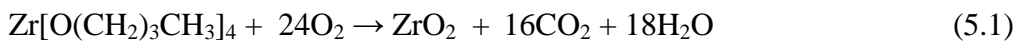
5.2.1. DTA-TG analizleri

Üretilen ince filmlerde reaksiyon tiplerini belirlemek ve uygun proses rejimini sağlamak amacıyla DTA/TG analiz çalışmaları yapılmıştır. Bu nedenle üretilen metal esaslı kserojellerin termal özellikleri Şekil 5.1-5.4'te verilmektedir. 4 numunede de üç termal olay tespit edilmiştir. Bunlar solventin buharlaşması, karbon esaslı maddelerin yanması ve oksidasyondur.

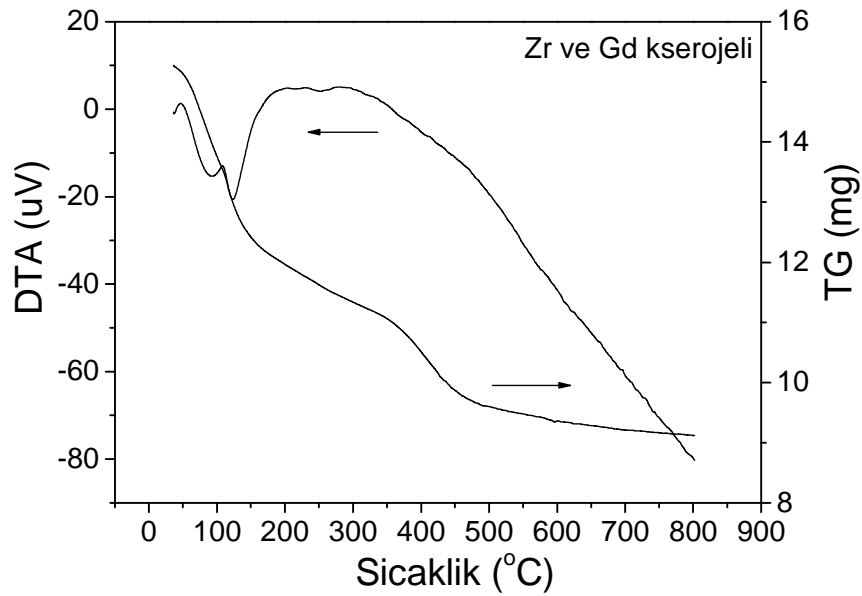


Şekil 5.1. 150°C’de, 30 dakika ve hava atmosferinde kurutulan saf Zr esaslı kserojelin DTA/TG eğrileri

Şekil 5.1’deki DTA eğrisi saf ZrO₂ esaslı kserojel bileşiğinin termal değişimini ifade etmektedir. Bu egride mekanizmayı açıklayan üç temel olay vardır. Bunlardan biri endotermik reaksiyonuna tekabül eden sıcaklık 80-90°C’dir. Bu noktada kserojeldeki kristal suyu şeklinde bulunan solventler yapıdan buharlaşmaya başlamıştır. Diğer olay ise ekzotermik reaksiyonların gerçekleştiği organik malzemelerin yanması ve organik grupların termal bozunmaya uğramasıdır. Bu olaylar maksimum 200 °C-320 °C’lerde gerçekleşmiştir. Yaklaşık 500°C’de ise oksidasyon piki elde edilmiştir. Yine aynı şekilde nümunedeki meydana gelen ağırlık kaybını gösteren TG eğrisi görülmektedir. ZrO₂ kserojelini oluşturan Zr[O(CH₂)₃CH₃]₄, CH₃COOH ve CH₃OH bileşenlerin karışımı ısıtılınca denklem 5.1, 5.2 ve 5.3 gerçekleşmiştir.



ZrO₂ kserojelini TGA ölçümleri DTA sonuçlarını desteklemiş ve 50°C ile 140°C sıcaklıklar arasında kristal suyu buharlaşarak yapıdan ayrılmıştır. 150 °C ve 250 °C 'lerde ise zirkonyum tetrabutoksit, metanol ve glasiyel asedik asit yapısında bulunan karbon esaslı maddeleri oksijen ile yanarak CO₂ veya CO gazlarına dönüşmüştür. Tam yanmanın olduğu durumlarda yapı tamamen CO₂'e, yetersiz yanmanın olduğu anlarda ise CO₂ ve CO gazlarına dönüşmüştür. Zr esaslı organometalik bileşik ise 400°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda tamamen ZrO₂ ve CO₂ dönüşerek TGA eğrisi kararlı hale gelmiştir [31, 32].

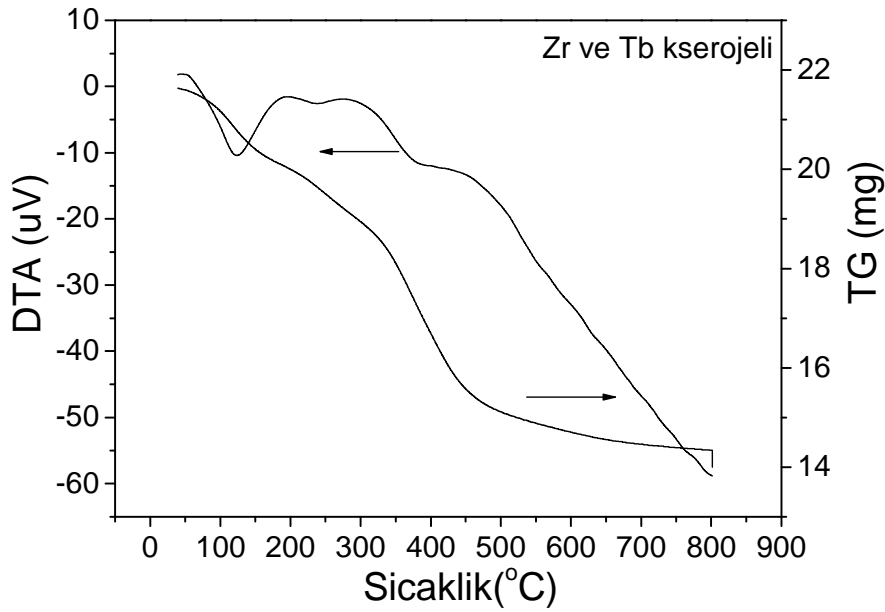


Şekil 5.2. 150°C'de, 30 dakika ve hava atmosferinde kurutulmuş Zr ve Gd esaslı kserojelin DTA/TG eğrileri

Zirkonyum tetra butoksit ve gadolinyum 2.4 pentanedionate'den hazırlanan ve 150°C'de kurutulmuş Gd ve Zr kserojelin DTA/TG eğrisi Şekil 5.2'de verilmiştir. DTA eğrisinde mekanizmayı açıklayan iki temel olay vardır. Bunlardan biri endotermik reaksiyonuna tekabül eden sıcaklık 90-110 °C'dir. Bu noktada kimyasal bileşikteki kristal suyu şeklinde bulunan solventler yapıdan buharlaşmaya başlamıştır. Diğer olay ise ekzotermik reaksiyonların gerçekleştiği organik malzemelerin yanması ve organik grupların termal bozunmaya uğramasıdır. Bu olaylar maksimum 200°C-400°C'lerde gerçekleşmiştir. 450 °C'de ise oksidasyon

olayı tespit edilmiştir. Şekil 5.2’de bu kimyasalın sıcaklığa bağlı olarak kütledeki değişim ise TG eğrisi tarafından verilmiştir.

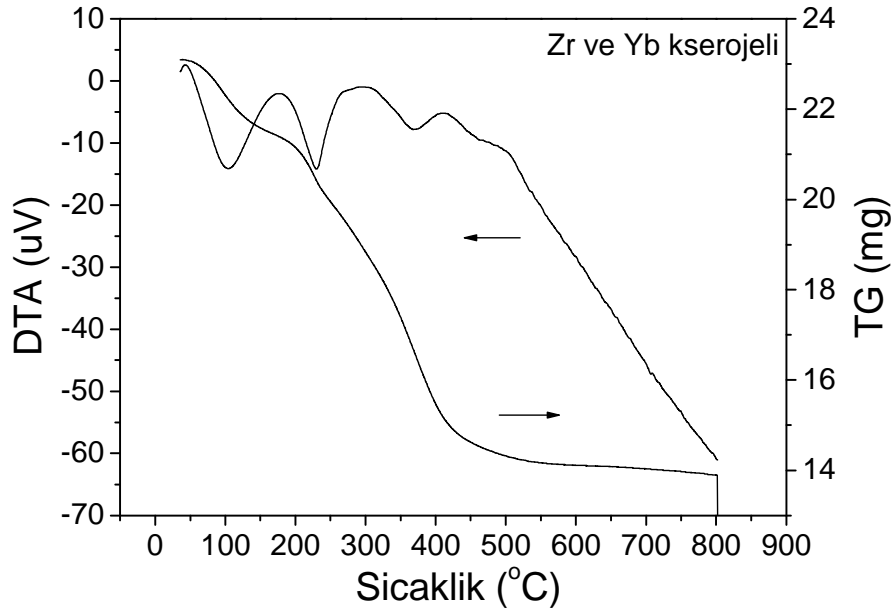
Şekil 5.3’de 150°C ve 30 dakika ve hava atmosferinde bekletilen Zr ve Tb esaslı kserojellerin DTA-TG eğrilerini vermektedir. Zr ve Tb esaslı numunelerin termal özellikleri genelde üç ana kategoride incelenebilir. Bunlardan biri 48 ile 193 °C arasındaki sıcaklıklarda solventin uçmasıdır. Bu değerler Tb miktarına bağlı olarak değişmiştir. Bu sıcaklıklarda ekzotermik reaksiyonlar uçucu organik bileşenlerin buharlaşmasından dolayı oluşmuştur. İkinci ekzotermik pikler şeklinde kendini gösteren termal etki ise 193 °C ile 320 °C arasında OR grupların yanmasıdır. Son termal olay ise 456°C sıcaklık değerleri arasında seramik oksitlerin oluşumudur.



Şekil 5.3. 150°C, 30 dakika ve hava atmosferinde kurutulmuş Zr ve %8 Tb esaslı kserojelin DTA/TG eğrileri

Şekil 5.4’de Yb ve Zr esaslı kserojelin oda sıcaklığından itibaren seramik oksit oluşumuna kadar geçen sıcaklıklarda diğer kaplamalarda görüldüğü gibi solventin buharlaşması, organik grupların yanması ve seramik oksitlerin oluşumu tespit edilmiştir. Kserojeldeki nemin ve solventin buharlaşması 120°C’ye kadar sürmüş, organik grupların yanması hafif olarak iki kademe gerçekleşmiştir. Bunlardan biri 200°C’, diğeri ise 270 °C’ aralığındadır. Bu aralıkta yapılar genellikle Zr-O-Zr, Zr-O-

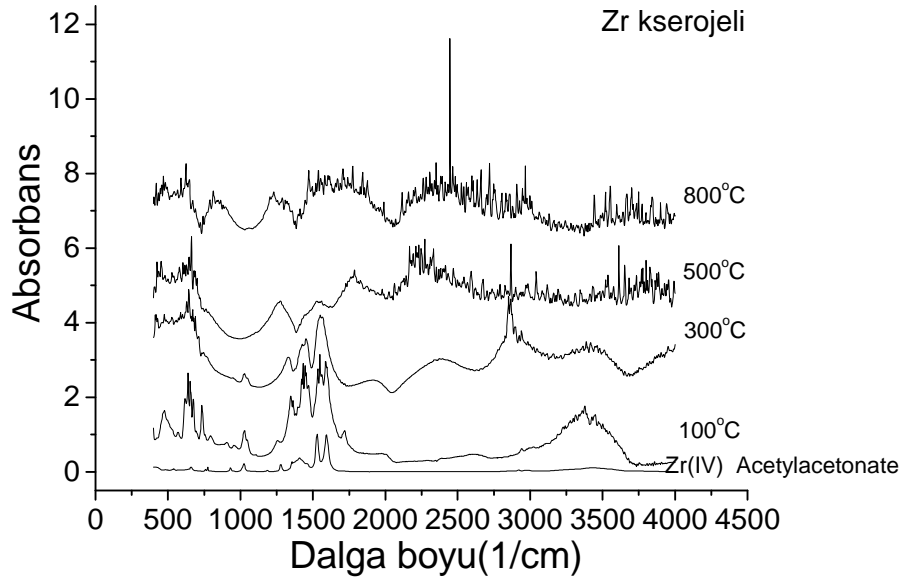
C, Yb-O-Gd ve Gd-O-C şekliyle amorf özellikler göstermiştir. Bu sıcaklıkların üzerinde ise Zr-O-Zr, Zr-O-C, Yb-O-Gd ve Gd-O-C yapılarındaki C tamamen yanarak CO₂'ye dönüşmüş ve böylece kaplamalardan ayrılmıştır. Sonuçta Gd₂O₃-ZrO₂ Ag altlık üzerinde ayrılarak kaplamaları oluşturmuştur [31, 32].



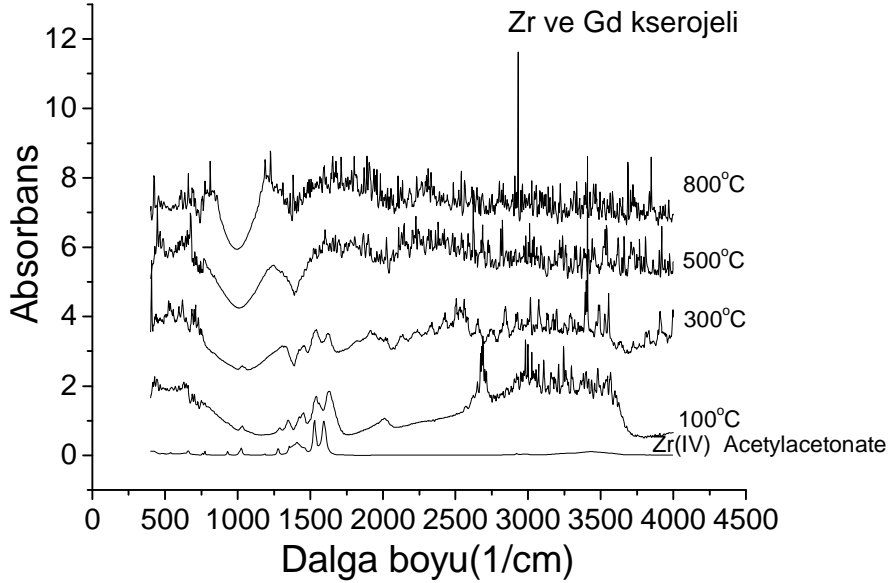
Şekil 5.4. 150°C, 30 dakika ve hava atmosferinde kurutulmuş Zr ve Yb esaslı kserojelin DTA/TG eğrileri

5.3. FTIR Analizleri

100 °C, 300 °C, 500 °C ve 800 °C sıcaklıklarda, 30 dakikada ve havada ısıtılan Zr, Gd, Tb ve Yb esaslı tozların FTIR absorban spektralleri Şekil 5.5-5.8'de verilmektedir. Kserojellerin FTIR absorban spektralleri tesbit edilirken Zirconium (IV) Acetylacetonate faz yapısı Zr, Gd, Tb ve Yb kserojellerin faz yapısına benzer bir absorban bandı göstermiştir. Tüm grafiklerde Zirconium (IV) Acetylacetonate ile beraber diğer kserojeller sırasıyla verilmiştir.



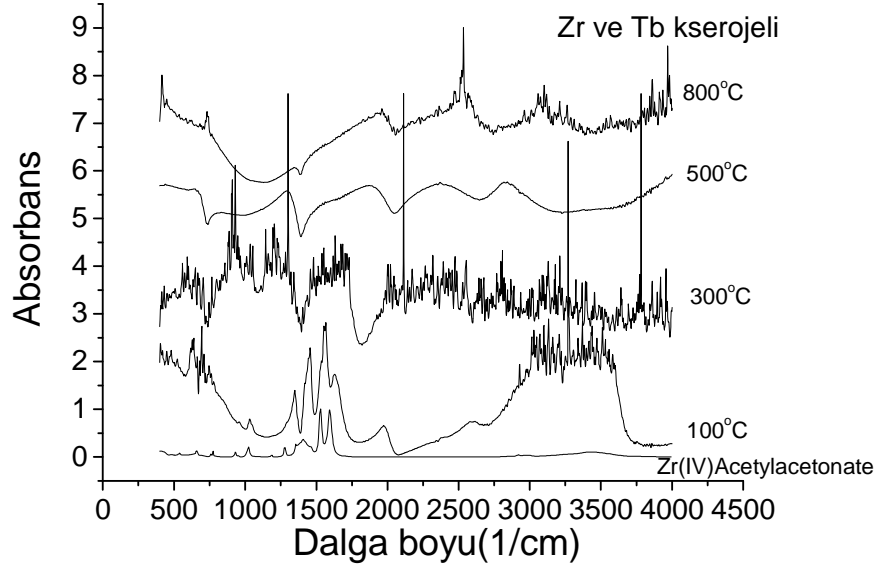
Şekil 5.5. Çeşitli sıcaklıklarda 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılan Saf ZrO_2 esaslı kserojelin FTIR absorbans spektralleri



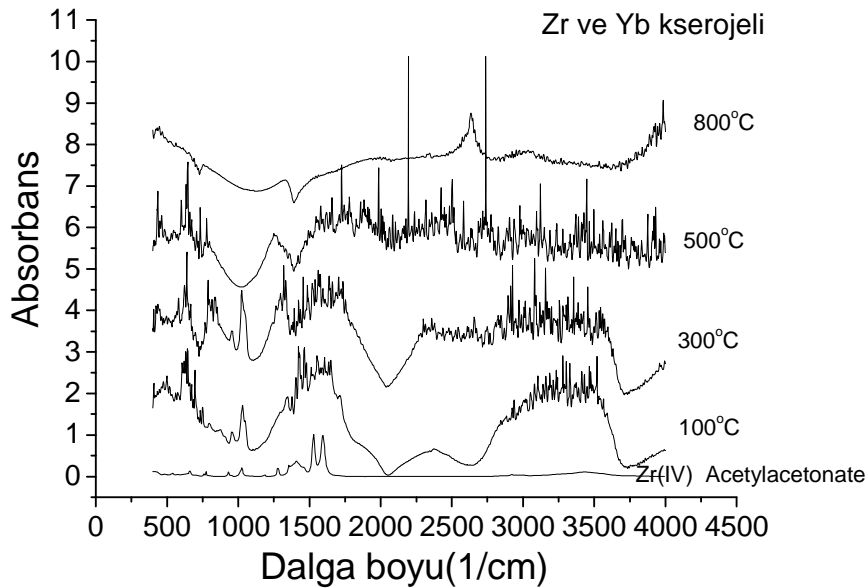
Şekil 5.6. Çeşitli sıcaklıklarda 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılan %8 $Gd_2O_3-ZrO_2$ esaslı kserojelin FTIR absorbans spektralleri

Şekil 5.5'de $100^\circ C$, $300^\circ C$ sıcaklıklarda kurutulmuş Saf ZrO_2 esaslı tozların 1400 ve 1600 cm^{-1} dalga boylarındaki bandlar O-H gruplarını temsil etmektedir. $2250-2800\text{ cm}^{-1}$ dalga boyundaki pikler ise C-H gerilme frekanslarını göstermektedir. 1350 cm^{-1}

dalga boyundaki band C-O yapısının gerilme frekansını oluşturur. 1010 cm^{-1} dalga boyundaki band zayıf bağlı HOOC-R şeklinde asetik asit molekülüdür. Bu özellikler 100°C ve 300°C 'lerde kurutulan numunelerde benzer özellikler göstermişlerdir. Fakat OH bandı azda olsa düşük frekanslara kaymıştır. Saf ZrO_2 esaslı numunelerde olduğu gibi, ısıl işlem sıcaklıkları 100°C 'den 500°C 'ye çıkartıldığında O-H, C-H, C=O ve M-OCOO-M bandların frekans değerleri düşmüştür [33].



Şekil 5.7. Çeşitli sıcaklıklarda 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılan %8 $\text{Tb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ esaslı kserojelin FTIR absorbans spektralleri

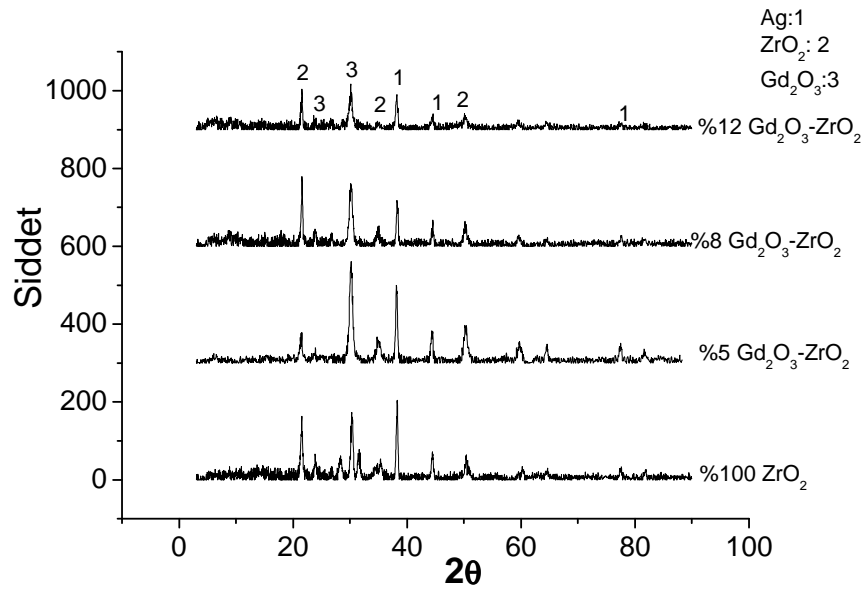


Şekil 5.8. Çeşitli sıcaklıklarda 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılan %8 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ esaslı kserojelin FTIR absorbans spektralleri

5.4. Faz Analizleri

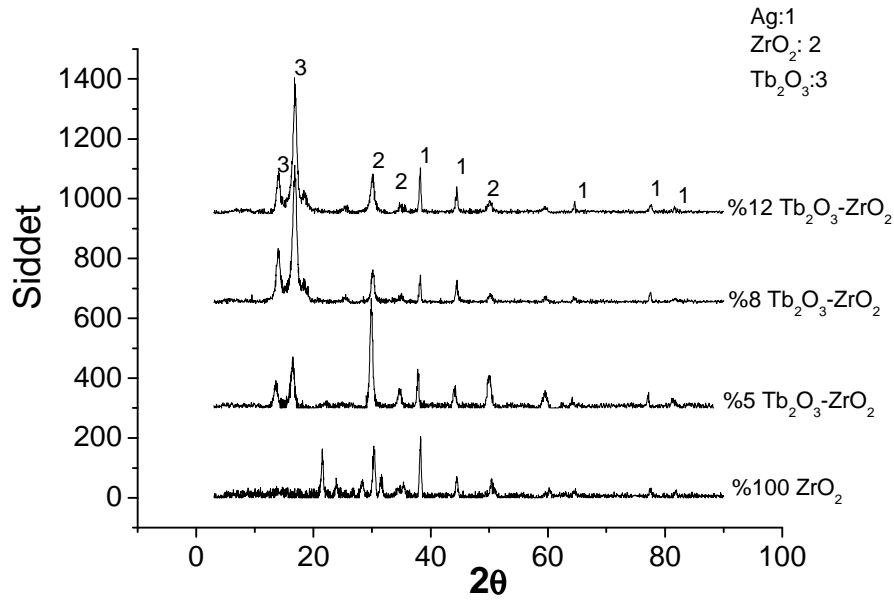
Şekil 5.9-5.11’de Ag altlıklar üzerine değişik oranlarda üretilmiş ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ ince filmlerin X-ışınları difraksiyon paternlerini göstermektedir. XRD analizleri sonucunda kristalleşme davranışları hakkında bilgiler elde edilmiştir.

Şekil 5.10’de Ag altlık üzerine %0, %5, %8 ve %12 Gd_2O_3 içeren $Gd_2O_3-ZrO_2$ filmlerin X-ışınları difraksiyon paternleri görülmektedir. Bu kaplamalarda Ag, ZrO_2 ve Gd_2O_3 fazı tespit edilmiştir. $Gd_2O_3-ZrO_2$ filmlerin farklı miktarlarda Gd_2O_3 içermesi fazların şiddetini çok az düşürmüştür.



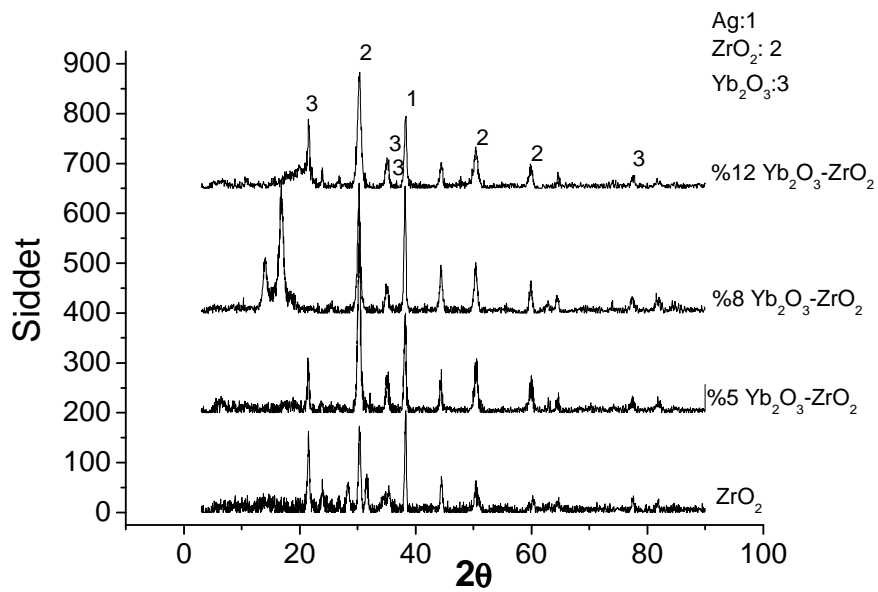
Şekil 5.9. Ag altlıklar üzerine kaplanan $Gd_2O_3-ZrO_2$ ince filmlerin XRD paternleri

Şekil 5.10’de Ag altlık üzerine %0, %5, %8 ve %12 Tb_2O_3 içeren $Tb_2O_3-ZrO_2$ filmlerin X-ışınları difraksiyon paternleri görülmektedir. Bu kaplamalarda Ag, ZrO_2 ve Tb_2O_3 fazı tespit edilmiştir. $Tb_2O_3-ZrO_2$ filmlerin farklı miktarlarda Tb_2O_3 içermesi, kaplamadaki yüzde ZrO_2 miktarı düşmüş, bu da ZrO_2 ve Ag fazların şiddetinin azalmasına, Tb_2O_3 fazın şiddetinin artmasına neden olmuştur.



Şekil 5.10. Ag altlıklar üzerine kaplanan $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmlerin XRD paternleri

Şekil 5.11’de Ag altlık üzerine %0, %5, %8 ve %12 Yb_2O_3 içeren $Yb_2O_3-ZrO_2$ filmlerin X-ışınları difraksiyon paternleri görülmektedir. Bu kaplamalarda Ag, ZrO_2 ve Yb_2O_3 fazı tespit edilmiştir. $Yb_2O_3-ZrO_2$ filmlerin farklı miktarlarda Yb_2O_3 içermesi, fazların şiddetini değiştirmemiştir.



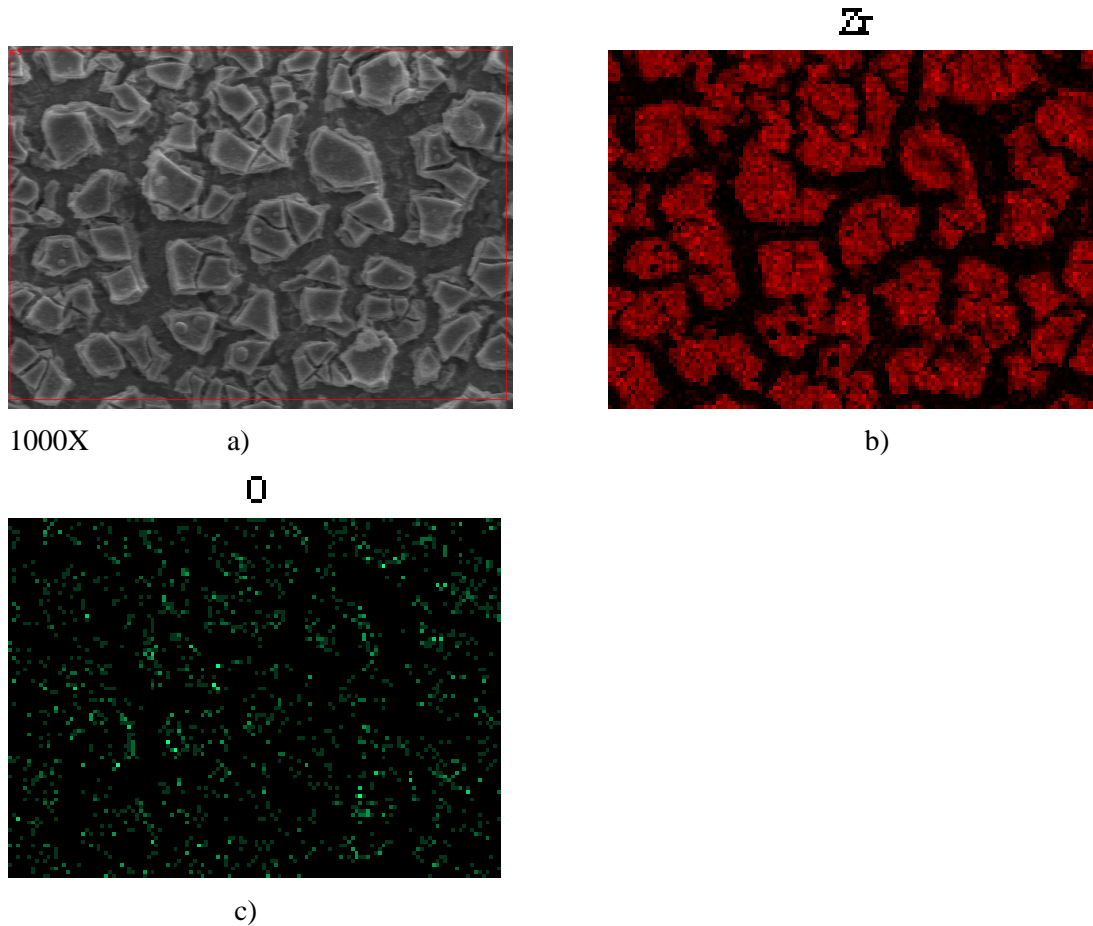
Şekil 5.11. Ag altlıklar üzerine kaplanan $Yb_2O_3-ZrO_2$ ince filmlerin XRD paternleri

5.5. Mikroyapı Sonuçları

5.5.1. ZrO₂ kaplamalar

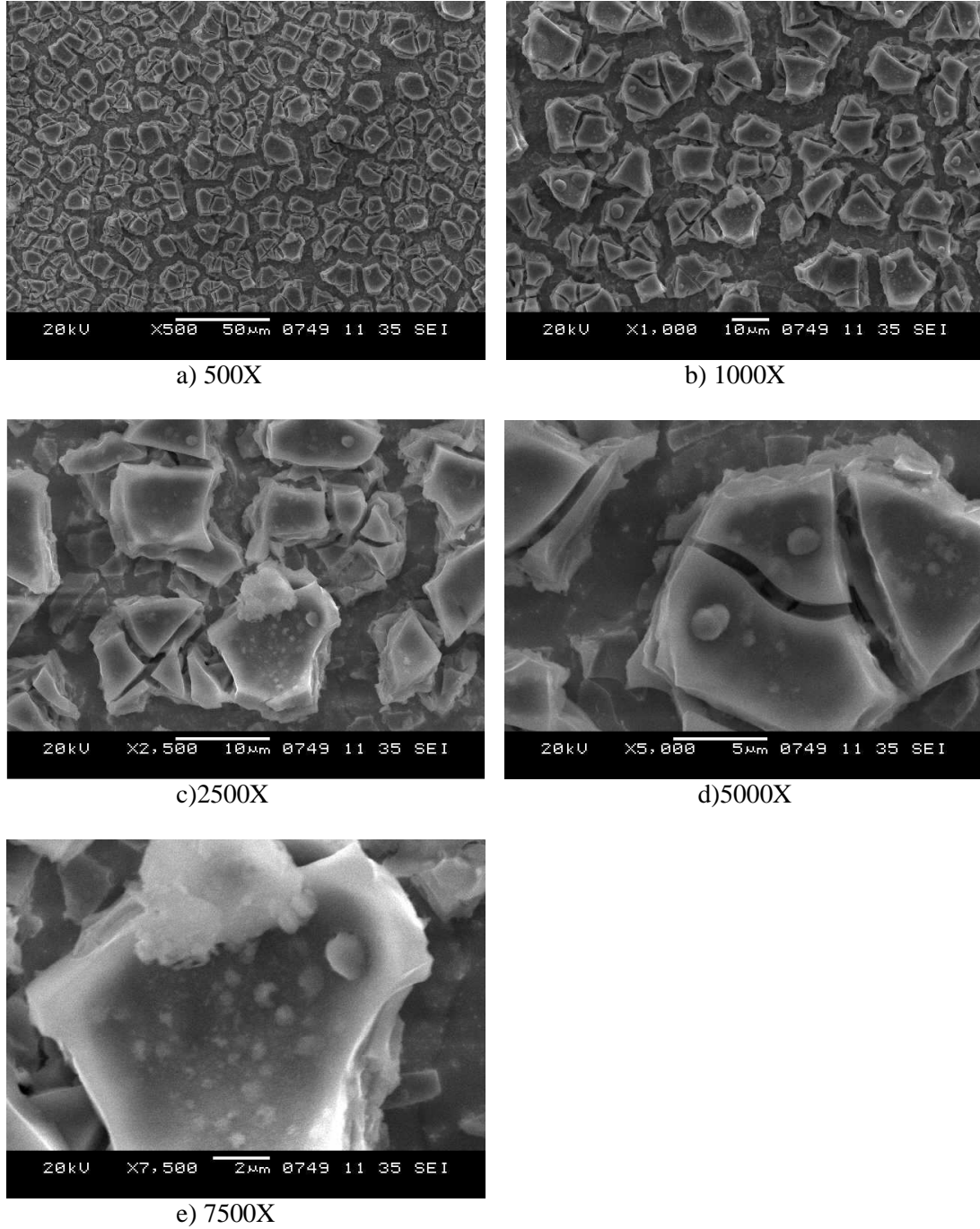
Sol-jel ZrO₂ kaplamalar gravitasyonel kuruma ve yoğunlaşma reaksiyonlarını içeren buharlaşma işlemleri ile Ag altlıkların yüzeylerine, hızlı bir şekilde yoğunlaştırılan Zr[O(CH₂)₃CH₃]₄ esaslı organometalik bileşikten oluşmuştur. ZrO₂ filmlerin oluşum mekanizması; kurutma, ısıl işlem ve tavlama işlemlerinin bir fonksiyonu olarak değişmiştir.

Aynı zamanda magnet teknolojilerinde kullanılan yalıtkan ZrO₂, Gd₂O₃-ZrO₂, Tb₂O₃-ZrO₂ ve Yb₂O₃-ZrO₂ kaplamalar Ag altlıklar üzerine sol-jel daldırma yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Bu nedenle, üretilen ZrO₂, Gd₂O₃-ZrO₂, Tb₂O₃-ZrO₂ ve Yb₂O₃-ZrO₂ filmlerin faz analizleri ve yüzey morfolojileri ayrıntılı olarak incelenmiştir.



Şekil 5.12. Zr[O(CH₂)₃CH₃]₄'den hazırlanan % 100 ZrO₂ ince filmin ısıl işlem sonrası a) SEM görüntüsü, b) Elementel Zr taraması (Zr haritası), c) Elementel O taraması(elementel O x-ışın haritası)

ZrO₂ filmlerin X-ışınları haritaları Şekil 5.12’de görülmektedir. Bu sonuçlara göre, ZrO₂ kaplama düzenli bir şekilde dağılım göstermiştir.



Şekil 5.13. Ag şerit üzerine kaplanmış saf ZrO₂ ince filmin mikroyapısı

Şekil 5.13’de görüldüğü gibi, kurutma (300°C, 10 dak.), ısıl işlem (500°C, 5 dak.) ve tavlama (800°C, 1saat) şartlarında Ag iletkenlerin üzerine saf ZrO₂ ince filmlerin farklı büyütmedeki tane yapıları görülmektedir. Şekil 5.14.a’da yapıların homojen bir

tane yapısının meydana geldiği kolaylıkla görülmektedir. Amorf yapıda adacıklı tane yapısını elde edilmiştir. Yapılan bir çalışmada ZrO_2 nın Ag/AgMg esaslı Bi-2212 altlık üzerine sol-jel yöntemi ile kaplanması sonucunda da bu çalışmada olduğu gibi, tanelerin adacıklar şeklinde şekillendiği görülmüştür [34]. Oluşan tanelerin boyutu ortalama $10\mu m$ olarak tespit edilmiştir. Şekil 5.13’de de görüldüğü gibi kurutma, ısıtma işlem ve tavlama sonucu tanelerde çatlaklar meydana gelmiş. Bunun yanında alt taneler de işlemler ardından oluşan tanelerin arası iyice kapanmıştır [34, 35].

5.4.2. $Gd_2O_3-ZrO_2$ kaplamalar

$Zr[O(CH_2)_3CH_3]_4$ ve $Gd(CH_3COCHCOCH_3)_3$ kimyasal maddelerinden; %5, %8 ve %12 miktarlarda $Gd(CH_3COCHCOCH_3)_3$ ilave edilerek, hazırlanan $Gd_2O_3-ZrO_2$ kaplamalar farklı mikroyapı özellikleri göstermiştir. Bu tür kaplamaların yüzey morfolojilerinin farklı karakterde olması çözelti hazırlamanın birer fonksiyonu olarak gözükmemektedir.

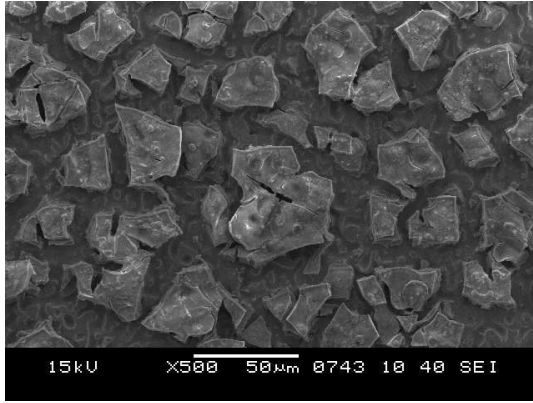
Şekil 5.14’de Ag şerit üzerine kaplanmış saf ZrO_2 ’ ya %5 Gd_2O_3 ilavesi sonucu oluşmuş mikroyapısı görülmektedir. Oluşan tane boyutları $10-20\mu m$ arasında değişmektedir. Dolayısıyla taneler tam homojen bir yapı göstermemekle beraber tane üzerlerinde tümseklikler ve çukurluklar görülmektedir. Bazı taneler kareye yakın bazıları da dikdörtgen şekilli oluşmuştur.

Şekil 5.15’de Ag şerit üzerine kaplanmış saf ZrO_2 ’ ya %8 Gd_2O_3 ilavesi sonucu oluşmuş mikroyapısı görülmektedir. Oluşan yapıda $70\mu m$ ’ ye kadar oluşan taneler mevcuttur. Tanelerde adacıklara ve bu adacıklarda oluşan daha çok küresel ve küresele yakın şekilli kubbelere rastlanılmaktadır. Tanelerin prosesin ilerleyişine bağlı olarak zamanla büyük taneler şeklinde oluşup ve daha sonra bu taneler ısıtma işlem ve tavlamanın etkisiyle çatlayıp daha küçük taneleri oluşturmuştur. Alt tanelerin ise kaplama sayısının bir fonksiyonu olarak neredeyse kaybolduğu görülmektedir.

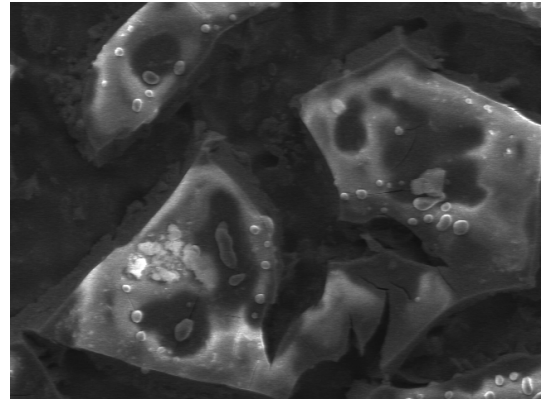
Şekil 5.16’de Ag şerit üzerine kaplanmış saf ZrO_2 ’ ya %12 Gd_2O_3 ilavesi sonucu oluşmuş mikroyapısı görülmektedir. Taneler adacıklar halinde oluşmuş ve değişik

geometrik şekil almışlardır. Tanelerin üzerinde platolar ve küçük tepelikler meydana gelmiştir.

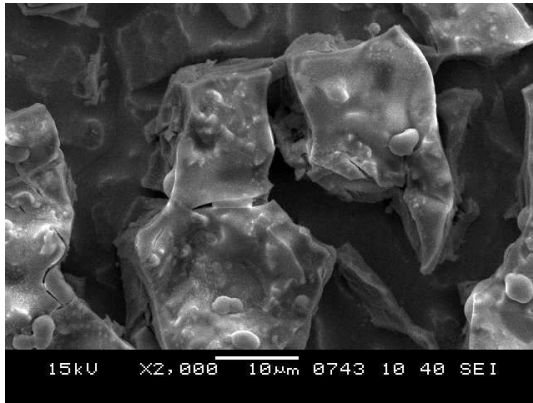
Saf ZrO_2 'ya %5, %8 ve %12 Gd_2O_3 ilavesiyle her üçünde de adacıklı yapılar oluşmuştur. Bu taneler artan Gd_2O_3 miktarıyla birlikte daha düzensiz geometrik şekiller aldığı görülmüştür. Bununla birlikte taneler üzerindeki oluşan küçük kubbeler de artmıştır.



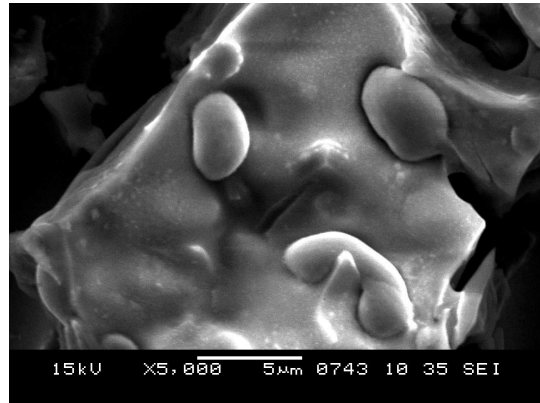
a) 500X



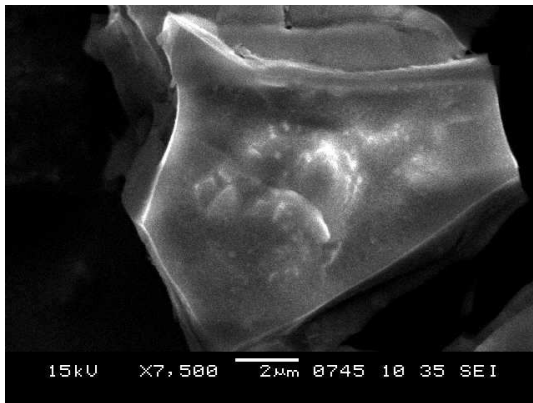
b) 1000X



c) 2000X

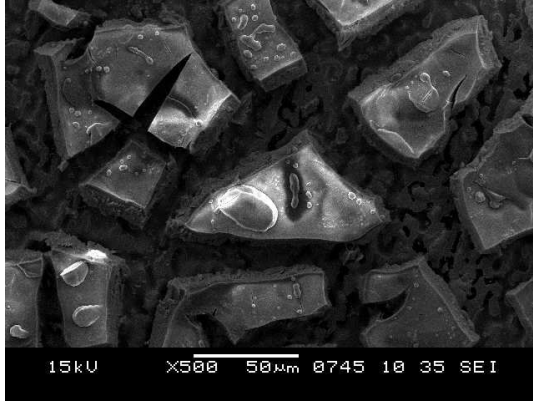


d) 5000X

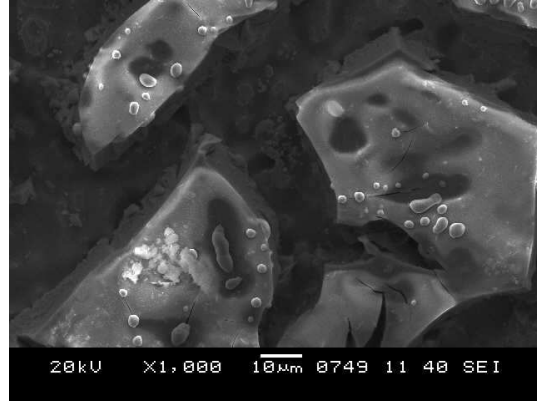


e) 7500X

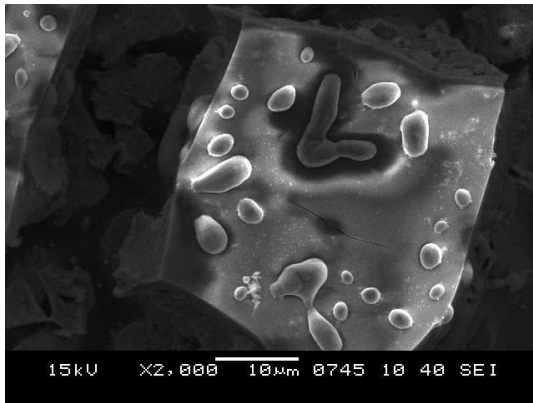
Şekil 5.14. Ag şerit üzerine kaplanmış %5 Gd_2O_3 - ZrO_2 ince filmin mikroyapısı



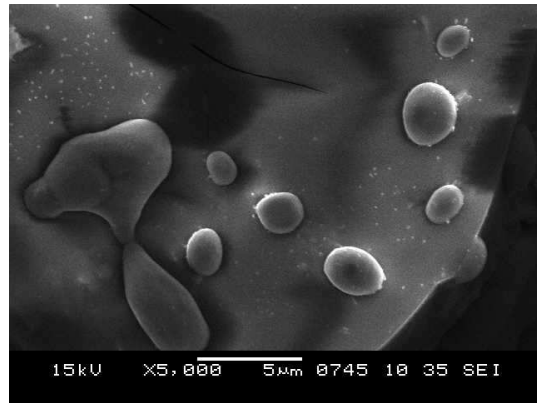
a) 500X



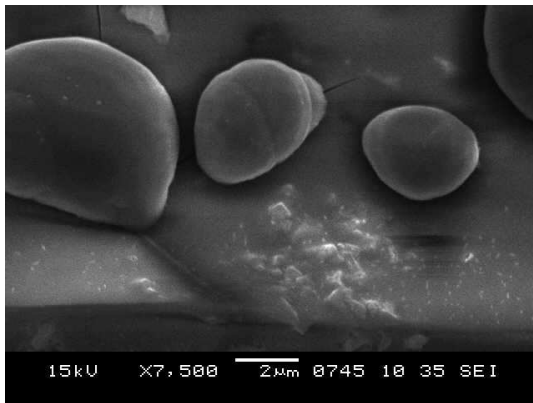
b) 1000X



c) 2000X

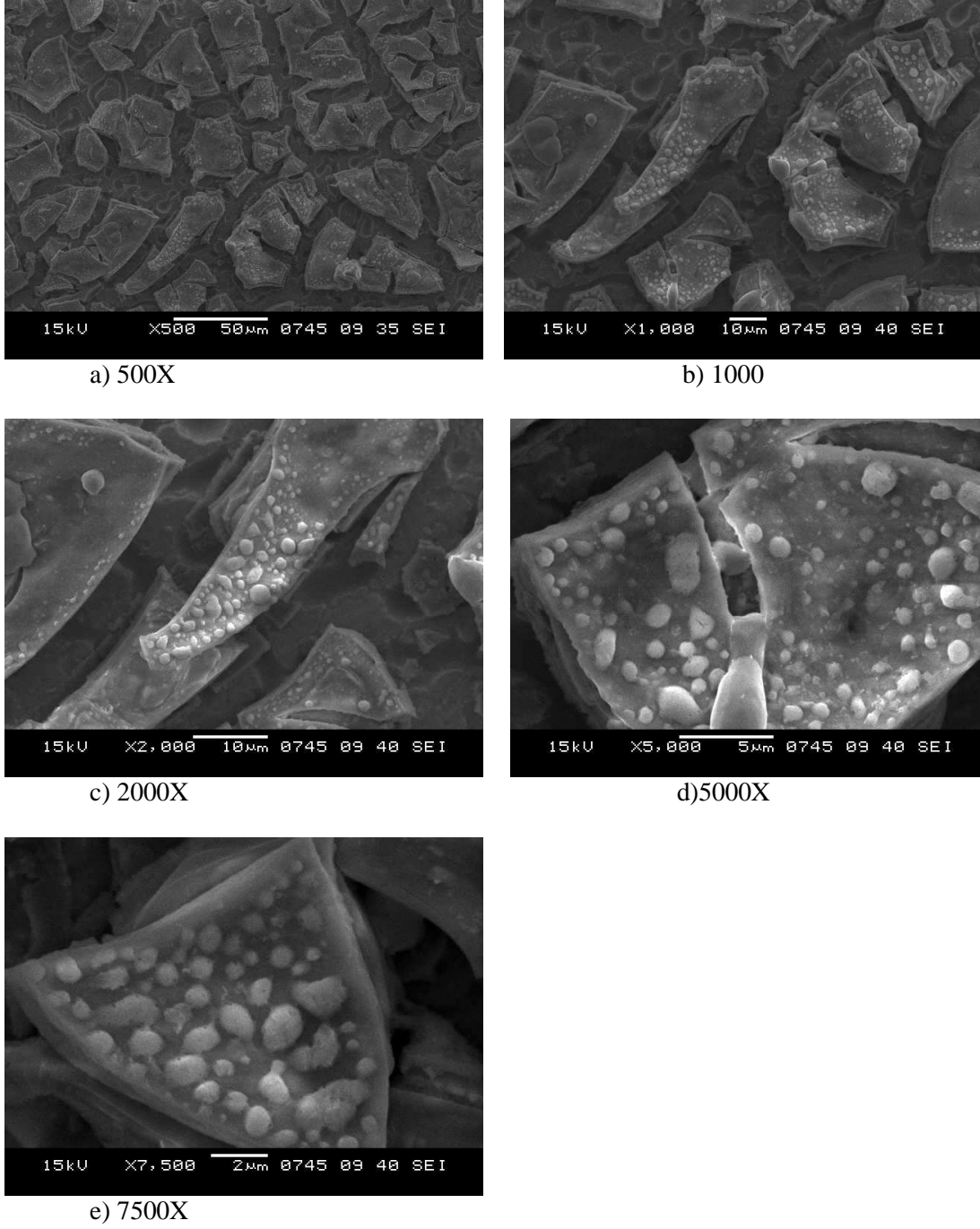


d) 5000X



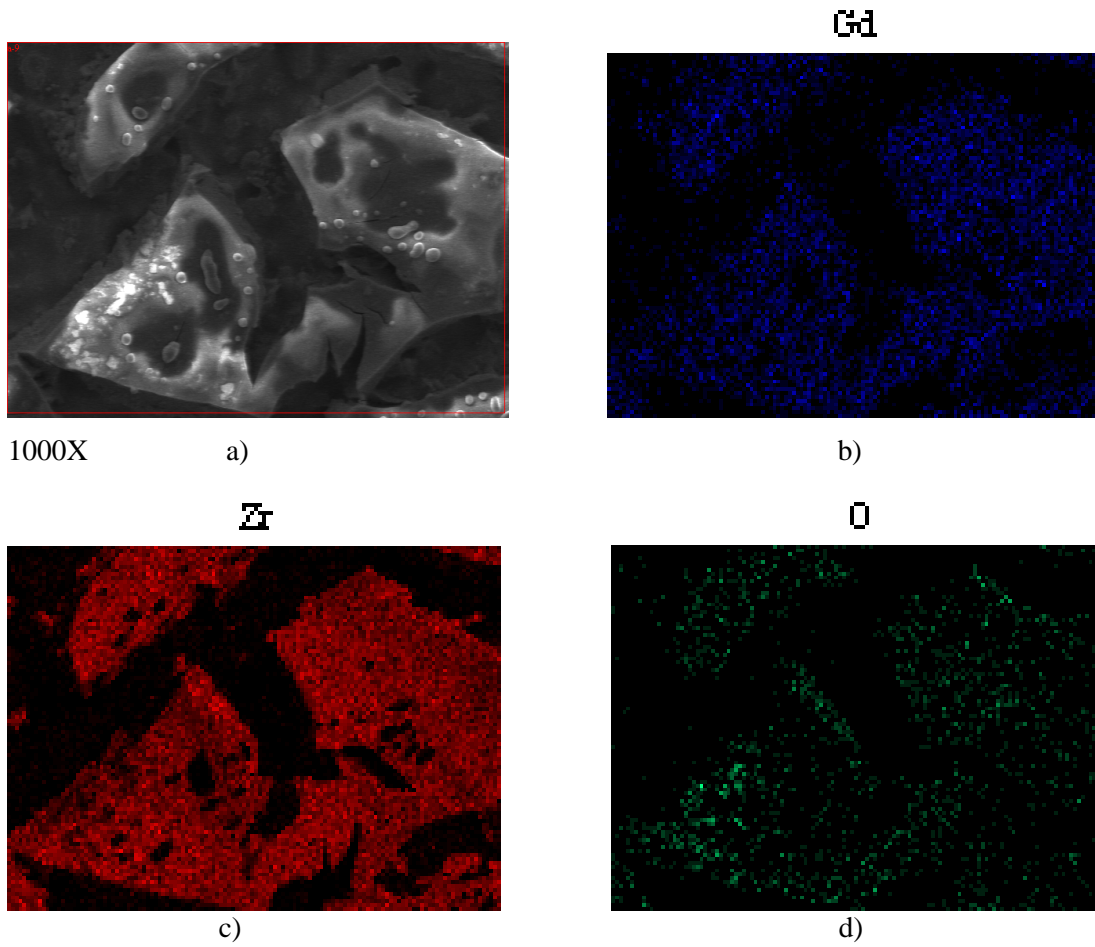
e) 7500X

Şekil 5.15. Ag şerit üzerine kaplanmış %8 $Gd_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı



Şekil 5.16. Ag şerit üzerine kaplanmış %12 $Gd_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı

Tablo 5.2' de üretilen kaplamaların EDS analiz değerleri verilmektedir. EDS analiz değerleri ilave edilen katkıları doğrulamaktadır. Ayrıca Gd ve Zr kaplama içinde homojen bir şekilde dağılmıştır.



Şekil 5.17. $\text{Gd}(\text{CH}_3\text{COCHCOCH}_3)_3$ 'den hazırlanan % 8 mol $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ince filmin ısıtılma işlemi sonrası a) SEM görüntüsü, b) Elementel Gd taraması (Gd haritası), c), Elementel Zr taraması (Zr haritası), d) Elementel O taraması (elementel O x-ışın haritası)

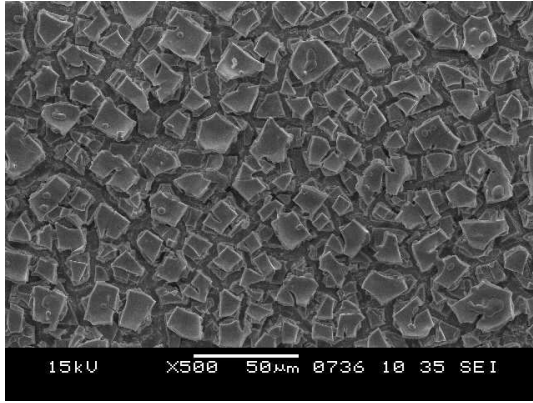
Tablo 5.2. Üretilen % 8 mol $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ince filmin genel EDS analiz değerleri

Bileşenler	Bileşen Yüzdesi (Ağ.%)
Zr	36.327
Gd	13.533
O	6.670
Ag	43.351
Toplam	100.000

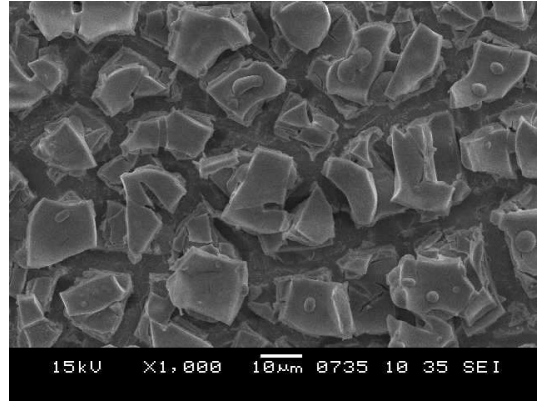
5.4.3. $\text{Tb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ kaplamalar

$\text{Zr}[\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3]_4$ ve $\text{Tb}(\text{CH}_3\text{COCHCOCH}_3)_3$ kimyasal maddelerinden; %5, %8 ve %12 miktarlarda $\text{Yb}(\text{CH}_3\text{COCHCOCH}_3)_3$ ilave edilerek, hazırlanan $\text{Tb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ kaplamalar farklı mikroyapı özellikleri göstermiştir.

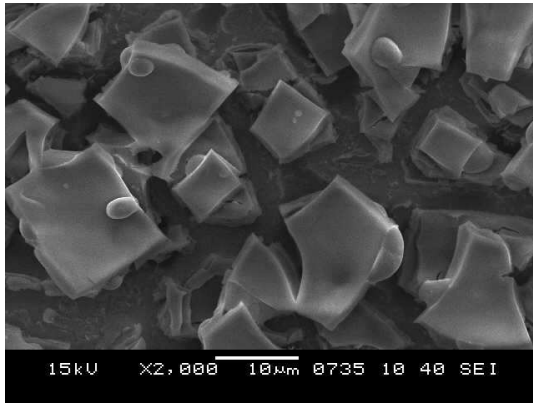
Şekil 5.18'de Ag şerit üzerine kaplanmış %5 $Tb_2O_3-ZrO_2$ 'nin mikroyapısı görülmektedir. Taneler homojen ve adacıklar halinde oluşmuştur. Düzgün bir tane yüzeyleri vardır.



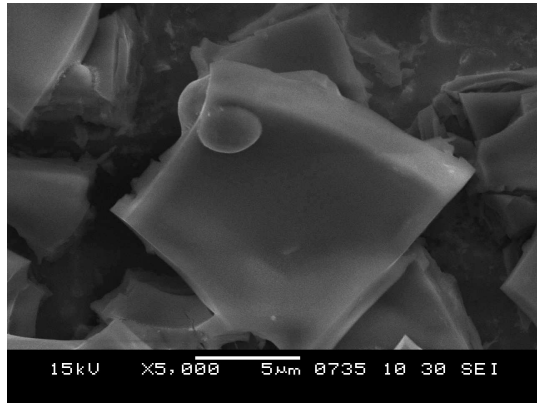
a) 500X



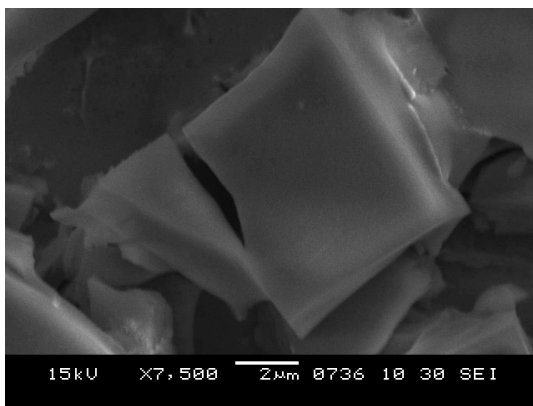
b) 1000X



c) 2000X



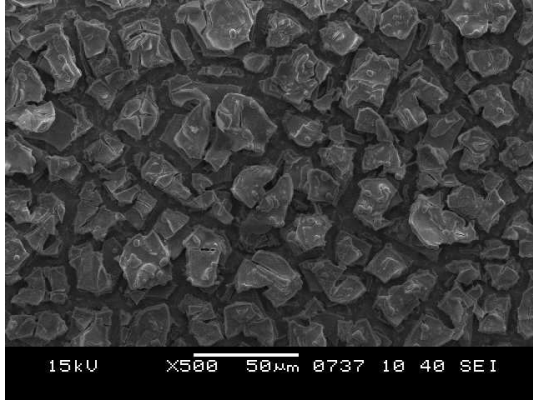
d) 5000X



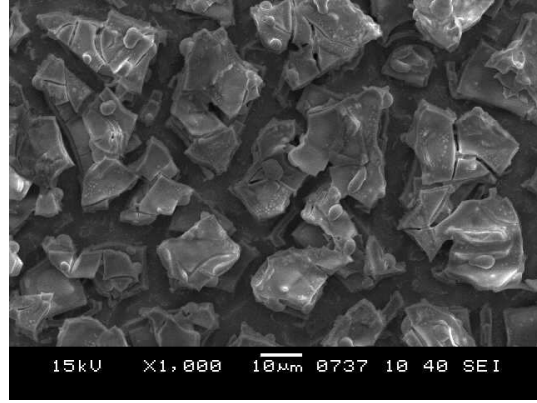
e) 7500X

Şekil 5.18. Ag şerit üzerine kaplanmış %5 $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı

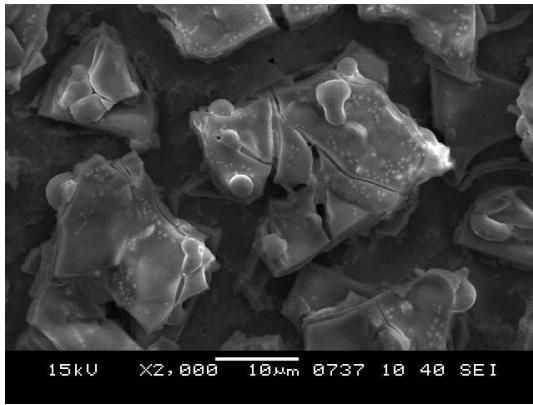
Şekil 5.19’de Ag şerit üzerine kaplanmış %8 Tb₂O₃- ZrO₂’ nın mikroyapısı görülmektedir. Adacıklar halinde oluşan taneler, prosesin ilerlemesiyle mikro çatlaklar oluşmuştur. Böylelikle tanelerin üzerinde çukurcuklar görülmektedir. Bunun yanında tanelerin üzerinde küçük kubbeler de görülmektedir.



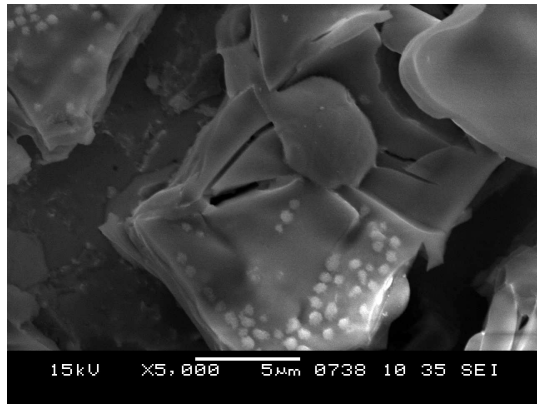
a) 500X



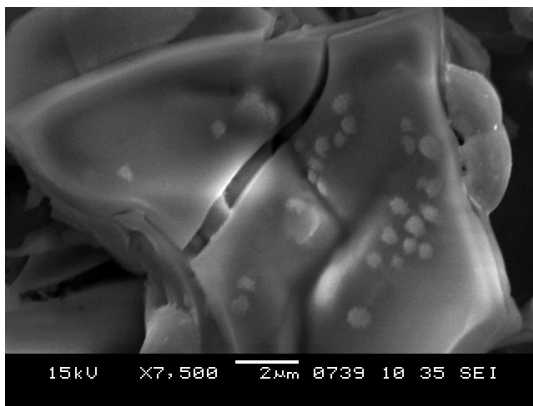
b) 1000X



c) 2000X



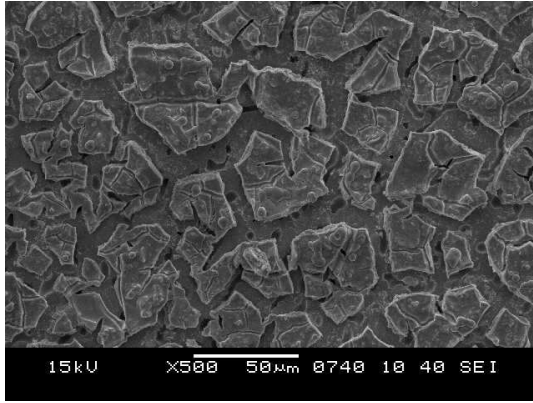
d) 5000X



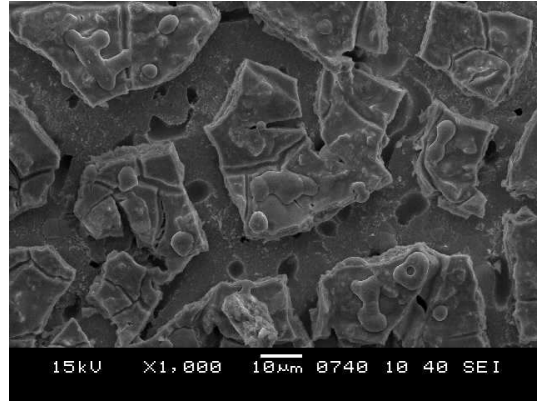
e) 7500X

Şekil 5.19. Ag şerit üzerine kaplanmış %8 Tb₂O₃- ZrO₂ ince filmin mikroyapısı

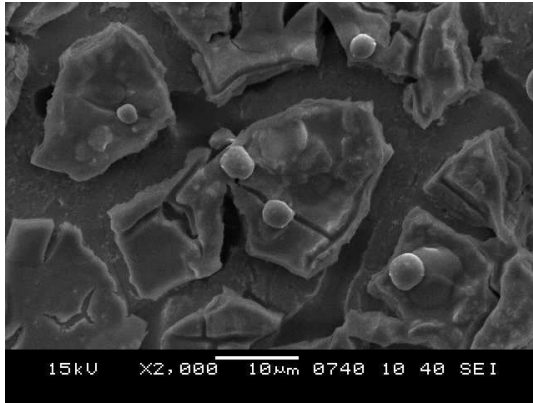
Şekil 5.20'de Ag şerit üzerine kaplanmış %12 $Tb_2O_3-ZrO_2$ ' nin mikroyapısı görülmektedir. Tane yüzeyleri düzgün olmayıp, mikroçatlaklar oluşmuştur. Bu mikroçatlakların hemen yanında kubbecikler meydana gelmiştir.



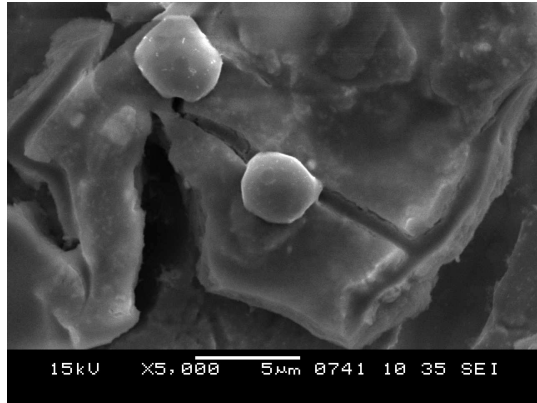
a) 500X



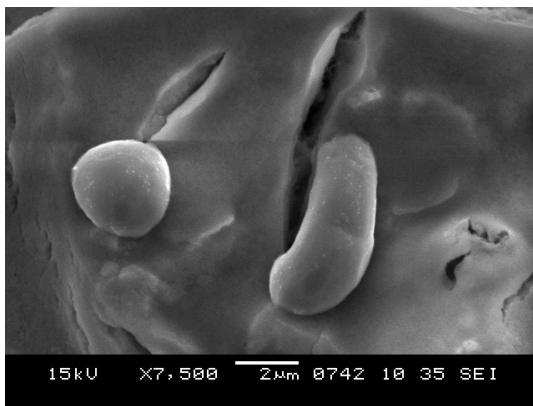
b) 1000X



c) 2000X



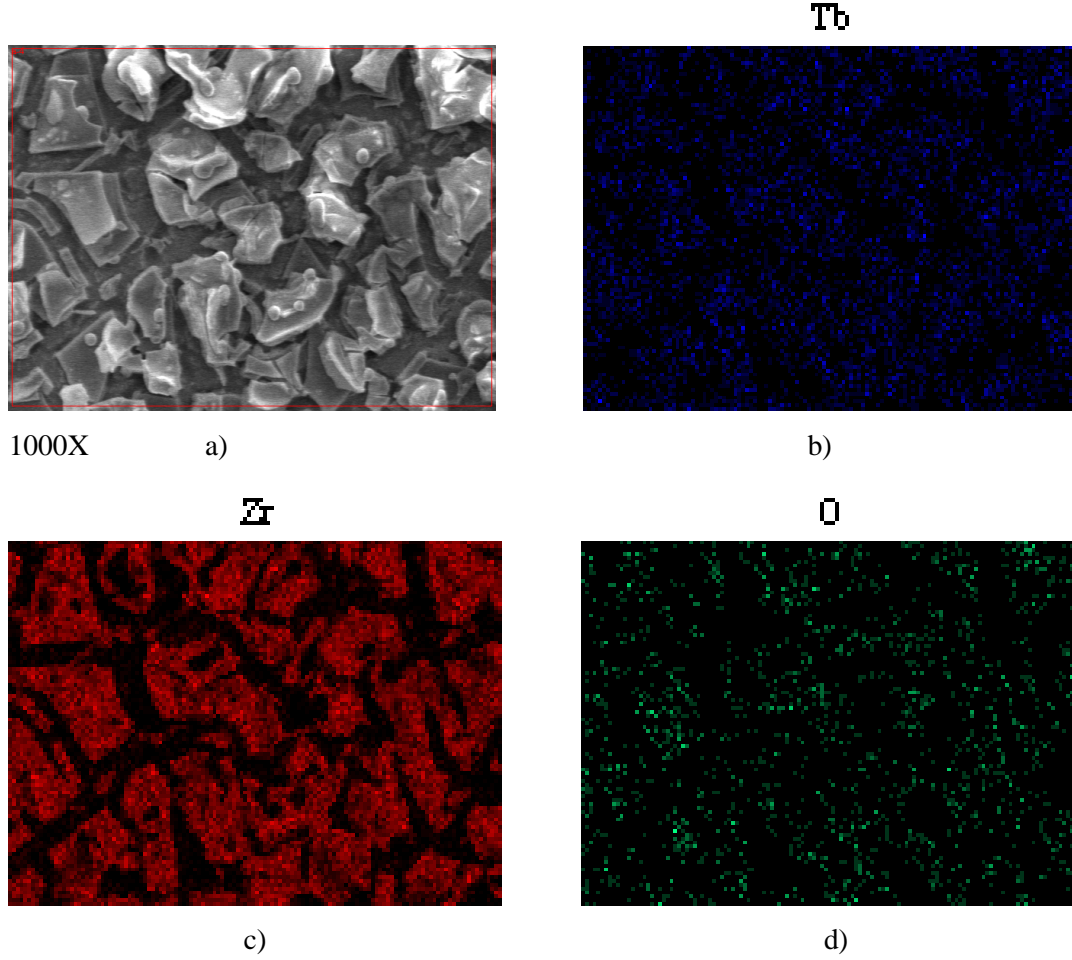
d) 5000X



e) 7500X

Şekil 5.20. Ag şerit üzerine kaplanmış %12 $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmin mikroyapısı

Filmlerin oluşumu genellikle katman üzerine katmanın gelmesi şeklinde gerçekleşmiştir. Tüm kaplamalarda SEM benzer özellik göstermiştir. Amorf yapılu katmanların adacık boyutları 5- 30 μ m olarak bulunmuştur. Saf ZrO₂ ile oluşan tane yüzeylerinde mikroçatlaklar ve kubbecikler oluşmuş, Gd₂O₃ ve Yb₂O₃ kaplamalarda ise bu durum daha yoğun bir şekilde kendini göstermiştir. Buna karşın Tb₂O₃ kaplamalarda tane yüzeyleri daha düzgün olarak tespit edilmiştir.



Şekil 5.21. Tb(CH₃COCHCOCH₃)₃'den hazırlanan % 8 mol Tb₂O₃-ZrO₂ ince filmin ışıllama işlemi sonrası a) SEM görüntüsü, b) Elementel Tb taraması (Tb haritası), c) Elementel Zr taraması (Zr haritası), d) Elementel O taraması (elementel O x-ışın haritası),

Şekil 5.21'de Tb(CH₃COCHCOCH₃)₃'den hazırlanan % 8 mol Tb₂O₃-ZrO₂ ince filmin Zr, Tb ve O elementlerin X-ışınları haritası görülmektedir. Bu elementler kaplama içinde homojen bir şekilde dağılmıştır. Tablo 5.3'de üretilen kaplamaların EDS analiz değerleri verilmektedir. EDS analiz değerleri ilave edilen katkıları doğrulamaktadır.

Tablo 5.3. Üretilen % 8 mol Tb₂O₃-ZrO₂ ince filmin genel EDS analiz değerleri

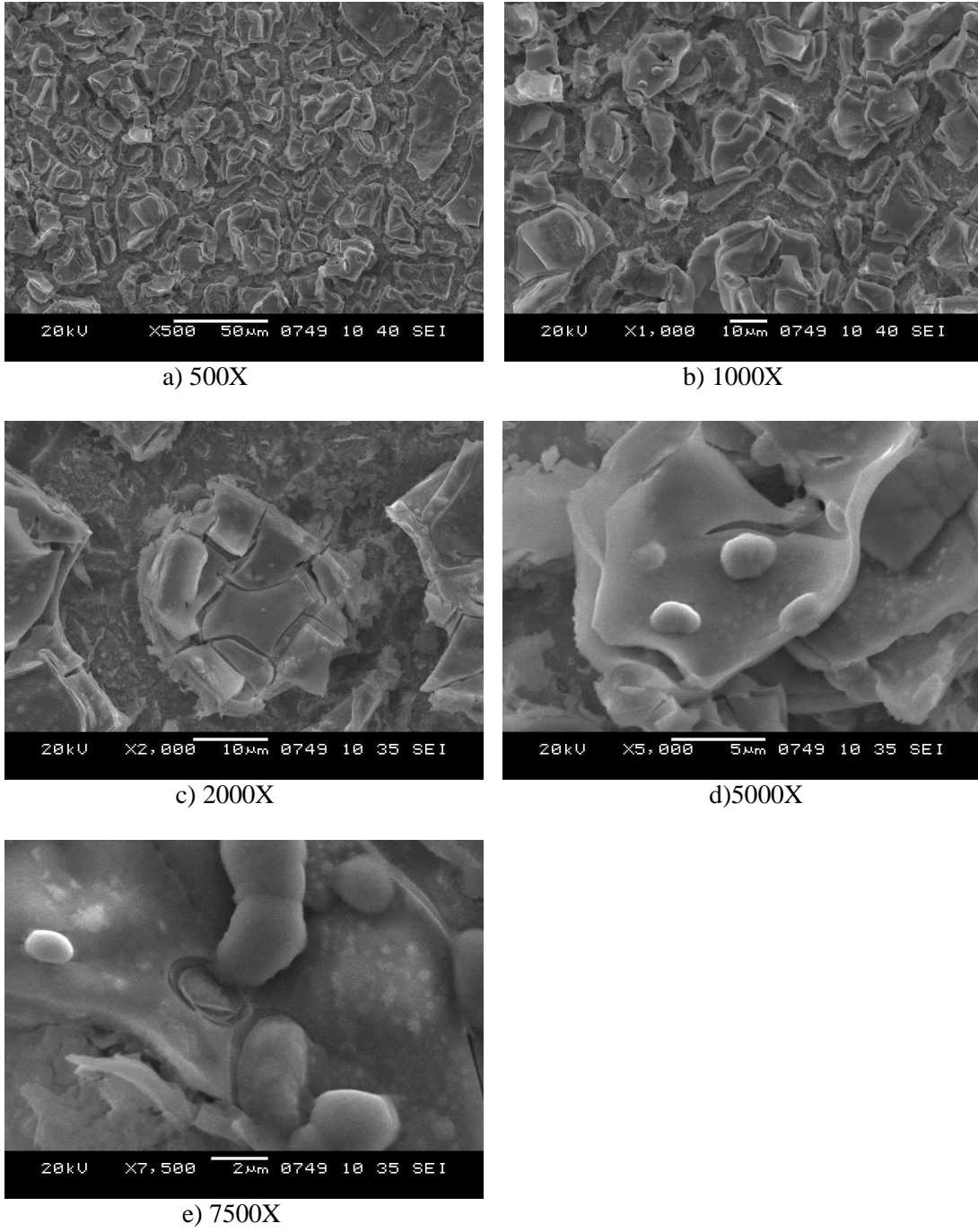
Bileşenler	Bileşen Yüzdesi (Ağ.%)
Zr	39.322
Tb	10.855
O	7.131
Ag	42.691
Toplam	100.000

5.4.4. Yb₂O₃-ZrO₂ kaplamalar

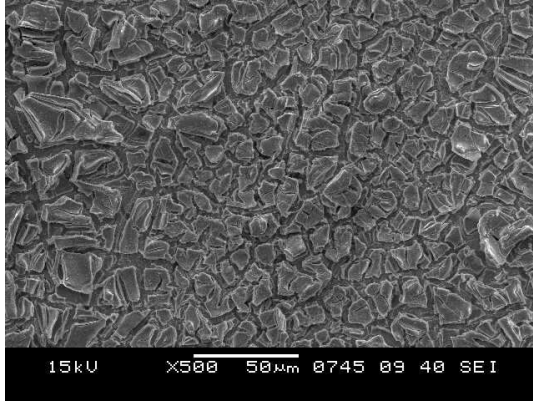
Zr[O(CH₂)₃CH₃]₄ ve Yb(CH₃COCHCOCH₃)₃ kimyasal maddelerinden; %5, %8 ve %12 miktarlarda Yb(CH₃COCHCOCH₃)₃ ilave edilerek, hazırlanan Yb₂O₃-ZrO₂ kaplamalar Ag şerit üzerinde genelde benzer büyüme karakterleri göstermiştir.

Şekil 5.22’de Ag şerit üzerine kaplanmış saf ZrO₂’ ya %5 Yb₂O₃ ilavesi sonucu oluşmuş mikroyapısı görülmektedir. oluşan tane boyutları 5-12µm arasında değişmektedir. Taneler adacıklı bir yapı kazanırken aynı zamanda mikro çatlaklar da görülmektedir. Bunun sonucunda da tane boyutları düşmüştür.

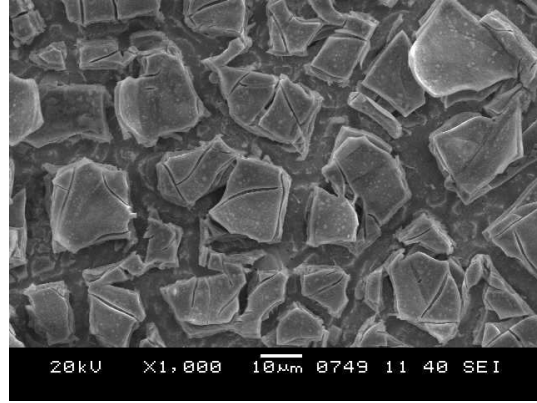
Şekil 5.23’de Ag şerit üzerine kaplanmış saf ZrO₂’ ya %8 Yb₂O₃ ilavesi sonucu oluşmuş mikroyapısı görülmektedir. Yapı adacık şeklinde tanelerden oluşurken tanelerde meydana gelen mikroçatlaklar tanelerin parçalanıp daha küçük taneler oluşturmasına sebep olmuştur.



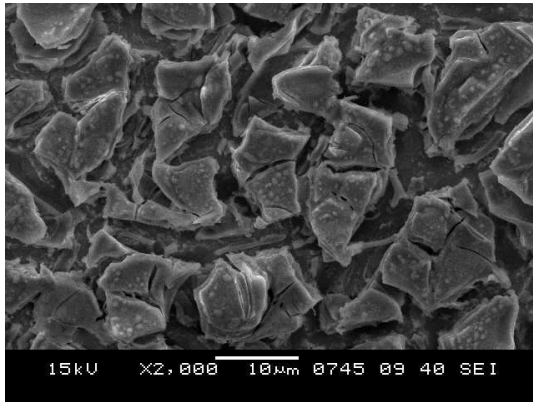
Şekil 5.22. Ag şerit üzerine kaplanmış %5 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ince filmin mikroyapısı



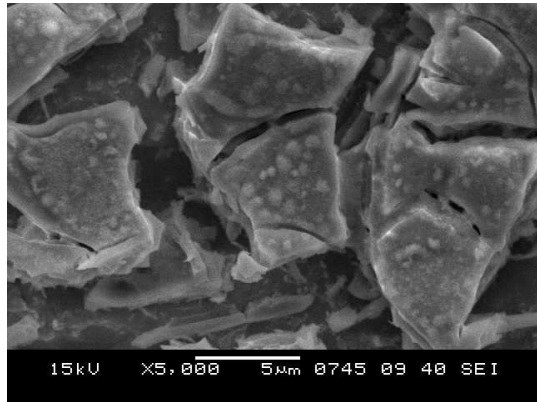
a) 500X



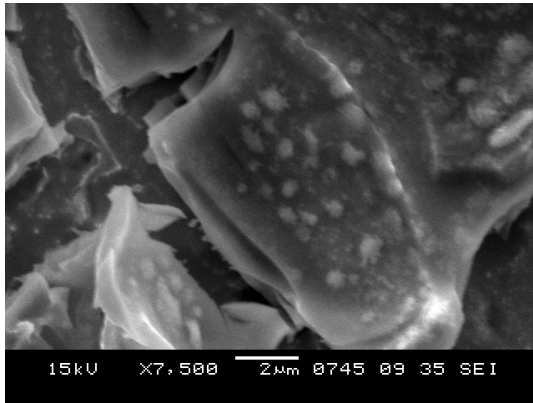
b) 1000X



c) 2000X

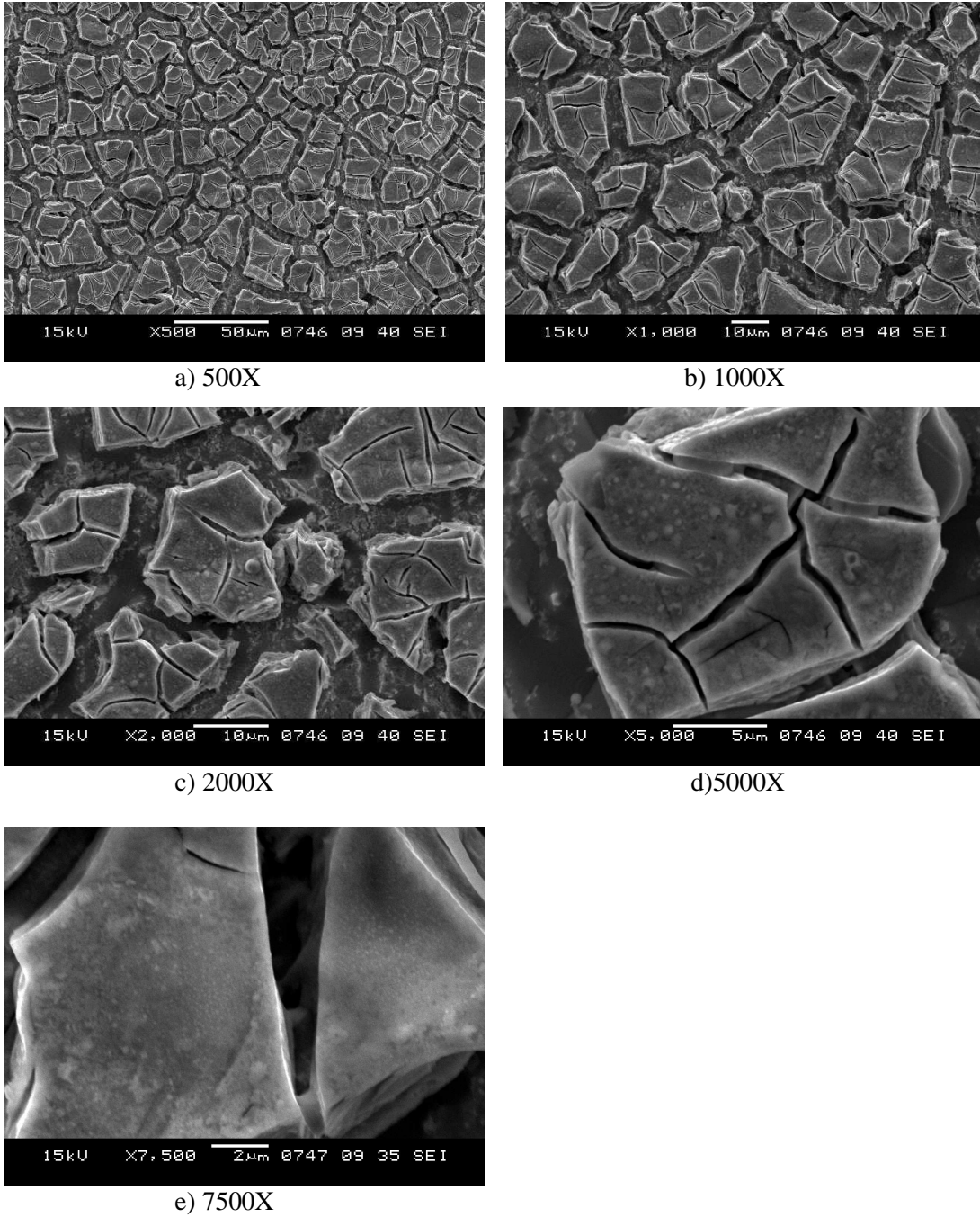


d) 5000X



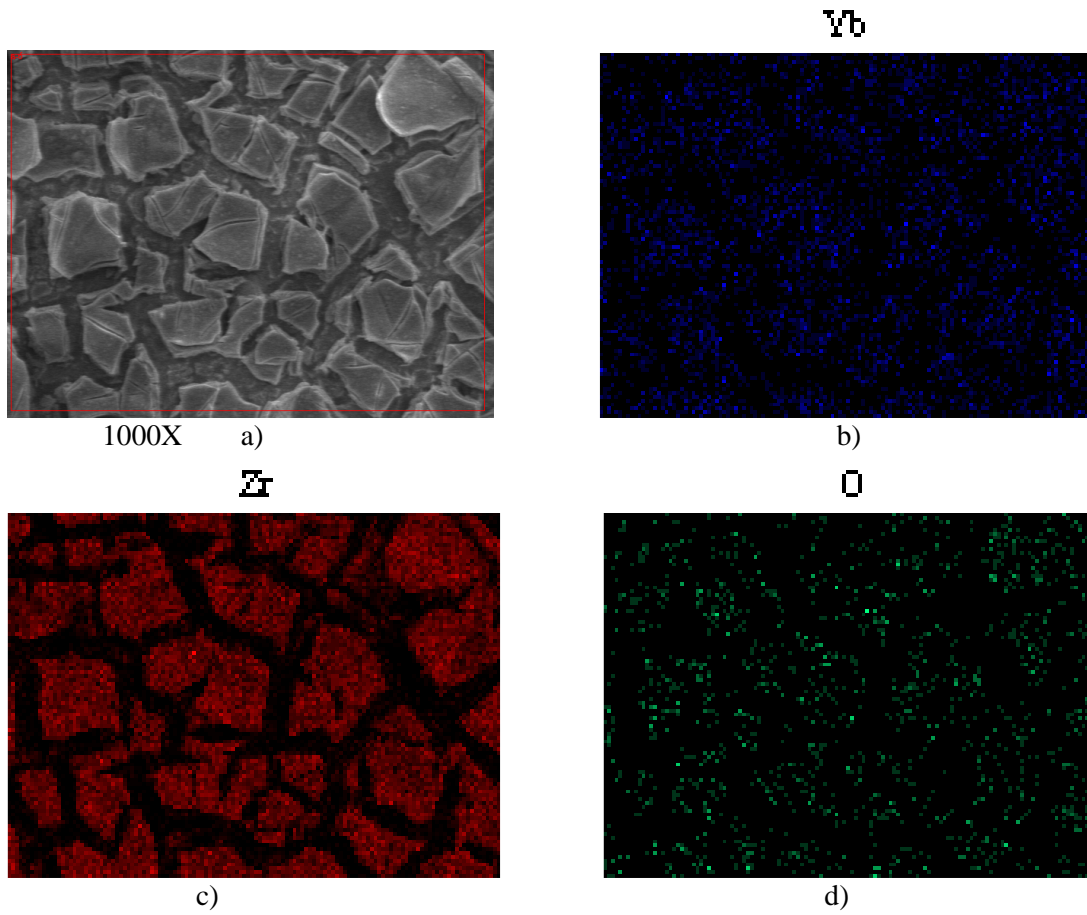
e) 7500X

Şekil 5.23. Ag şerit üzerine kaplanmış %8 Yb_2O_3 - ZrO_2 ince filmin mikroyapısı



Şekil 5.24. Ag şerit üzerine kaplanmış %12 Yb₂O₃-ZrO₂ ince filmin mikroyapısı

Şekil 5.24'de Ag şerit üzerine kaplanmış saf ZrO₂' ya %12 Yb₂O₃ ilavesi sonucu oluşmuş mikroyapısı görülmektedir. Mikro yapılar gene benzer şekilde adacıklar halinde oluşmuştur ve homojen yapılar meydana gelmiştir. Bunun yanında taneler üzerinde mikroçatlaklar görülmektedir.



Şekil 5.25 $\text{Yb}(\text{CH}_3\text{COCHCOCH}_3)_3$ 'den hazırlanan % 8 mol $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ince filmin ısıtılma işlemi sonrası a) SEM görüntüsü, b) Elementel Yb taraması (Yb haritası), c) Elementel Zr taraması (Zr haritası), d) Elementel O taraması (elementel O x-ışın haritası),

Tablo 5.4. Üretilen % 8 mol $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ince filmin genel EDS analiz değerleri

Bileşenler	Bileşen Yüzdesi (Ağ.%)
Zr	36.881
Yb	11.211
O	5.361
Ag	46.548
Toplam	100.000

Şekil 5.25'de $\text{Yb}(\text{CH}_3\text{COCHCOCH}_3)_3$ 'den hazırlanan % 8 mol $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ince filmin ısıtılma işlemi sonrası Zr, Yb ve O elementlerin X-ışınları haritası görülmektedir. X-ışınları haritası, precursor maddelerini doğrular yönde yoğunluk göstermektedir. Tablo 5.4' de üretilen kaplamaların EDS analiz değerleri verilmektedir. Daha önceki bileşimlerde olduğu gibi, EDS analiz değerleri ilave edilen katkıları doğrulamaktadır.

5.6. Elektriksel Karakterizasyon

5.6.1. Kalınlık, refraktif indeks ve enerji aralığı

Tablo 5.5’de ince film kaplama sonrası kalınlıkları, refraktif indeksleri ve enerji aralıkları verilmektedir. Buna göre kaplama kalınlıkları 1.053 ile 1.721 μm arasında değişmiştir. En düşük film kalınlığı %8 $\text{Tb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ve en yüksek film kalınlığı %5 $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ kaplamalarda tespit edilmiştir. Kaplamaların refraktif indeks değerleri 1.3539 ile 1.655nD arasında değişmiştir. Ölçülen en düşük değer %8 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ve en yüksek değer ise %5 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ kaplamalarda tespit edilmiştir. Tablo 5.5’e göre ölçülen enerji aralığı değerleri 3.003724 ile 2.46769eV arasında değişmiştir. Ölçülen en düşük değer %8 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ve en yüksek değer ise %5 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ kaplamalarda tespit edilmiştir.

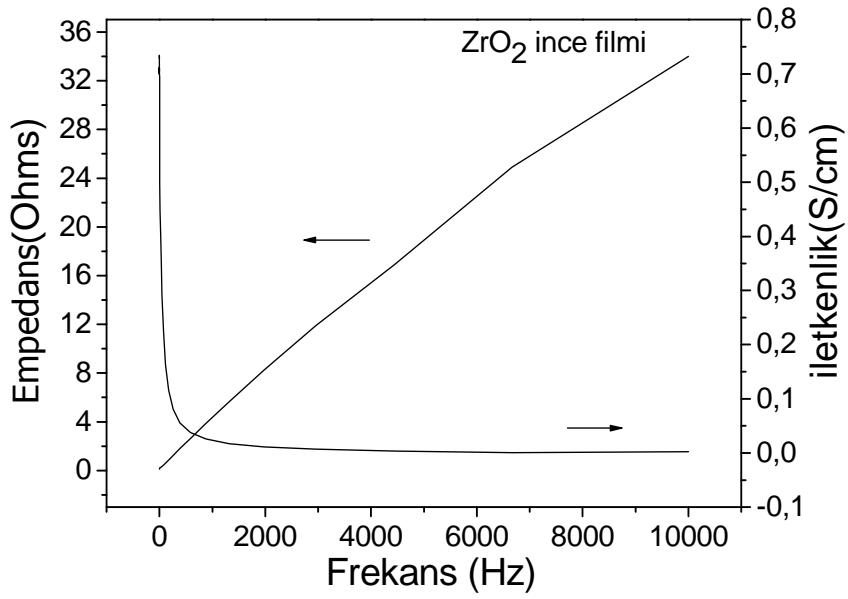
Tablo 5.5. İnce film kaplamaların kalınlıkları, refraktif indeksleri ve enerji aralıkları

İnce film kaplamalar	Kalınlık (μm)	Refraktif indeks (nD)	Enerji aralığı (eV)
Saf ZrO_2	1.219	1.3606	3.00366
%5 $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.721	1.3560	2.53827
%8 $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.107	1.3588	2.8271
%12 $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.287	1.3600	2.8271
%5 $\text{Tb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.157	1.3603	2.46769
%8 $\text{Tb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.053	1.3589	3.03724
%12 $\text{Tb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.125	1.3617	2.54081
%5 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.152	1.3655	3.05166
%8 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.076	1.3539	3.02133
%12 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	1.356	1.3572	3.02836

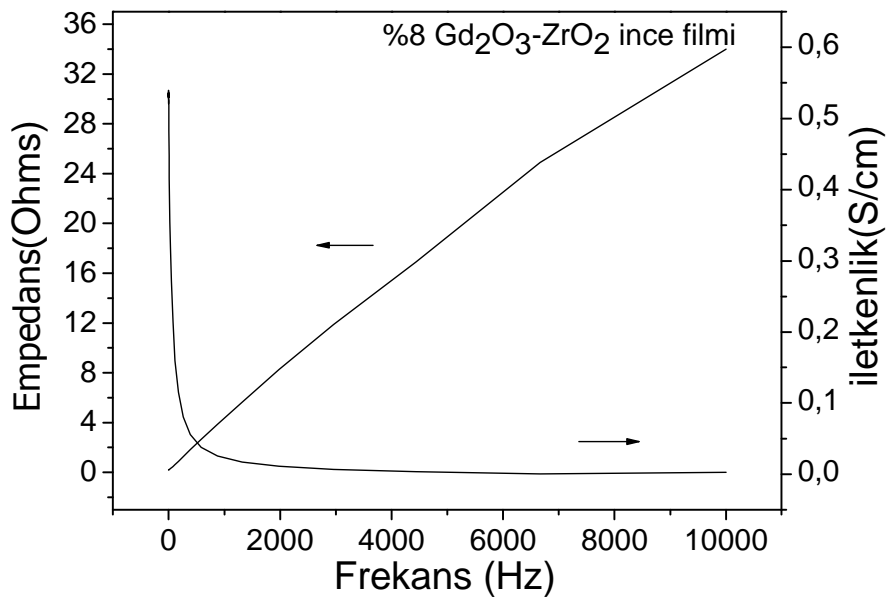
5.6.2. Dielektrik Analizi

Tablo 5.6. İnce film kaplamaların Empedans ve İletkenlik değerleri

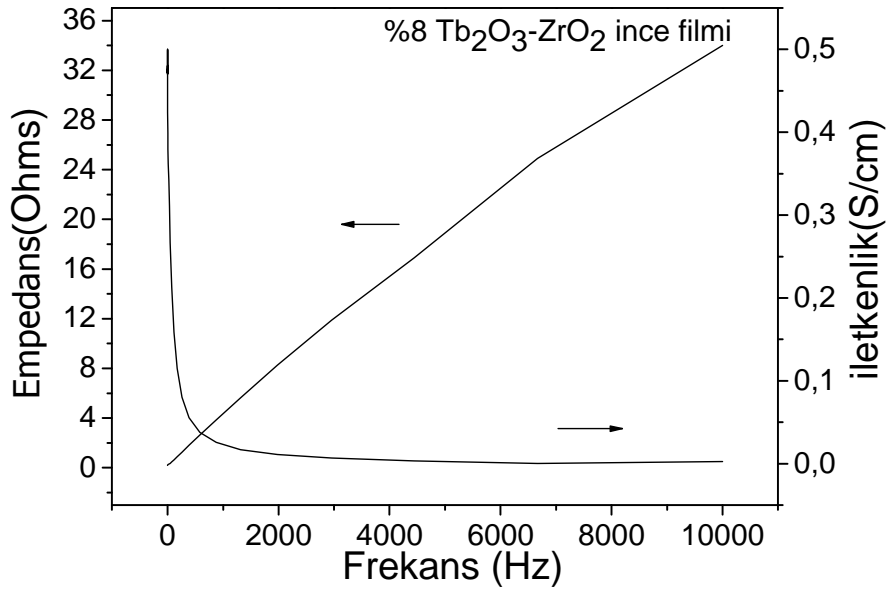
İnce film kaplamalar	Empedans (ohms)	İletkenlik(S/cm)
ZrO_2	2.52	0.488
%8 $\text{Gd}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	2.56	0.377
%8 $\text{Tb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	2.57	0.341
%8 $\text{Yb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	2.51	0.550



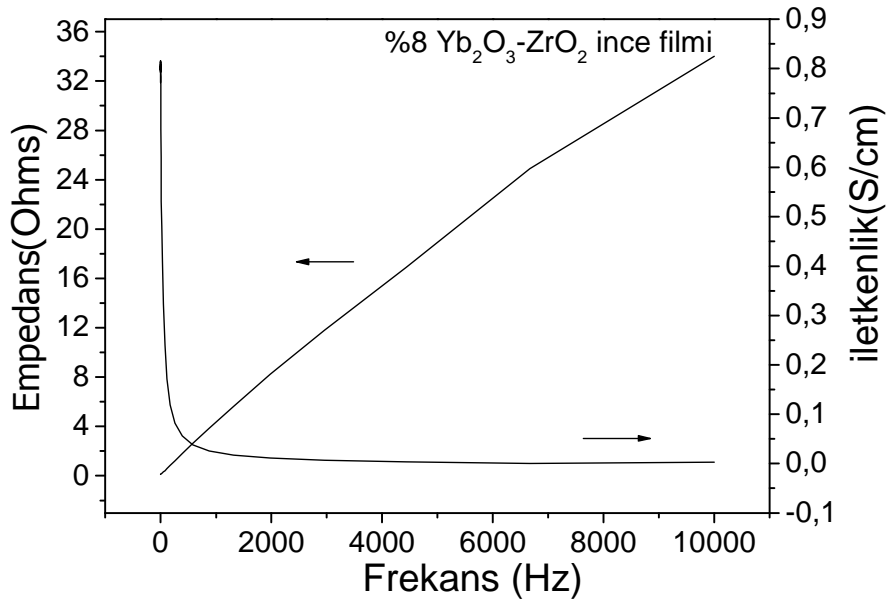
Şekil 5.26. Ag altlıklar üzerine kaplanan ZrO₂ ince filmin iletkenlik-empedans grafiği



Şekil 5.27. Ag altlıklar üzerine kaplanan %8 Gd₂O₃-ZrO₂ ince filmin iletkenlik-empedans grafiği



Şekil 5.28. Ag altlıklar üzerine kaplanan %8 Tb₂O₃-ZrO₂ ince filmin iletkenlik-empedans grafiği



Şekil 5.29. Ag altlıklar üzerine kaplanan %8 Yb₂O₃-ZrO₂ ince filmin iletkenlik-empedans grafiği

Şekil 5.26-5.29'de görüldüğü gibi, grafikler benzer eğriler vermiştir. Tablo 5.6'a bakıldığı zaman bu değerler daha net görülmektedir. Buna göre ZrO_2 'a ilave edilen %8 $Gd_2O_3-ZrO_2$ ve %8 $Tb_2O_3-ZrO_2$ ince filmlerinde iletkenlik düşük olduğu görülürken, %8 $Yb_2O_3-ZrO_2$ ince filminde bu değer daha yüksektir.

BÖLÜM 6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

6.1. Genel Sonuçlar

Magnet teknolojilerinde elektromıknatıs üretiminde süperiletken fazların korunmasında kılıf olarak kullanılan Ag altlıklar üste üste gelen bobinlerde çalışma esnasında kısa devreler oluşturmaktadır. Bunu önlemek için Ag altlıkların üzerine ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ yalıtkan kaplamalar sol-jel yöntemiyle üretilmiştir. Bu amaçla hazırlanan metal esaslı çözeltilerin, bulanıklık ve pH özellikleri tespit edilmiştir. Ara sıcaklıklardaki ürünlerin kimyasal yapısı ve reaksiyon tipleri, termal özellikleri verilmiş, üretilen filmlerin faz ve ince film gibi yapısal analizleri ve yüzey morfolojileri sunulmuştur. Ayrıca kaplanan yüzeylerin elektriksel ve dielektrik özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmalarda elde edilen sonuçlar dört ana grup altında toplanabilir. Bunlar;

1. Çözeltilerin türbidite değerleri arasında fark olmasına rağmen, bu değerlerin 0 ntu'ye yaklaşması iyi sonuçlar olarak düşünülmektedir. Çözeltilerin türbidite değerleri 4 ile 83 ntu arasında bulunmuştur. Buna göre en saydam %5 $Yb_2O_3-ZrO_2$ çözeltisidir. Elde edilen türbidite değerleri toz esaslı kimyasal maddelerden saydam çözeltilerin elde edildiğini ispatlamaktadır. Buda çözeltilerin ileri kademeleri hakkında önemli ip uçları vermektedir. Özellikle çözünmeyen çözeltilerden saydam çözeltiler hazırlanamadığından film morfolojisi düzgün olmayan yapıların üretimi sağlanır. Bu da elektriksel özellikler açısından optimum sonuçlar vermez. Bu türbidite değerleri ile mikroyapıda da açıklandığı gibi uyumlu ilişkiler mevcuttur.
2. Çözeltilerin pH değerleri genelde asidik karakterde olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmada çözeltilerin pH değerleri 0.76 ile 4.2 arasında bulunmuştur.
3. 100 °C, 300 °C, 500 °C ve 800 °C sıcaklıklarda, 30 dakika ve hava atmosferinde ısıtılan Zr, Gd, Tb ve Yb esaslı tozların FTIR absorbans spektralleri incelenmiş ve bununla beraber kserojellerin FTIR absorbans spektralleri tespit edilirken Zirconium

(IV) Acetylacetonate faz yapısı Zr, Gd, Tb ve Yb kserojellerin faz yapısına benzer bir absorbands bandı göstermiştir.

4. Zirkonyum (IV) Acetylacetonate faz yapısı Zr, Gd, Tb ve Yb kserojellerin faz yapısına benzer bir absorbands bandı göstermiştir. Gd, Tb, Yb ve Zr esaslı kserojelin oda sıcaklığından itibaren seramik oksit oluşumuna kadar termal özellikler olarak genelde üç ana kategoride incelenebilir. Bunlar solventin buharlaşması, organik grupların yanması ve seramik oksitlerin oluşumu tespit edilmiştir. Sonuçta ZrO_2 , $Gd_2O_3-ZrO_2$, $Tb_2O_3-ZrO_2$ ve $Yb_2O_3-ZrO_2$ yalıtkan kaplamalar Ag altlık üzerinde ayrışarak kaplamaları oluşturmuştur.

5. Oluşan tanelerin boyutu ortalama $10\mu m$ olarak tespit edilmiştir. Kurutma, ısıl işlem ve tavlama sonucu tanelerde çatlaklar meydana gelmiştir. Bunun yanında alt taneler de işlemler ardından oluşan tanelerin arası iyice kapanmıştır. Böylelikle hedeflenen adacıklı yapılar elde edilmiştir. Dopantların ilave edilmesiyle yapılar genellikle adacık şeklinde tanelerden oluşurken, tanelerde meydana gelen mikro çatlaklar tanelerin parçalanıp daha küçük taneler oluşturmasına sebep olmuştur. Tanelerin prosesin ilerleyişine bağlı olarak zamanla büyük tanelerin oluşup ve daha sonra bu tanelerin ısıl işlem ve tavlamanın etkisiyle çatlayıp daha küçük taneleri oluşturmuştur. Alt tanelerin ise kaplama sayısının bir fonksiyonu olarak neredeyse kaybolduğu görülmüştür.

Sonuç olarak magnet teknolojileri için yeni yüksek sıcaklık yalıtkan (HTS) kaplamaların Ag altlıklar üzerine başarıyla üretilmiştir.

6.2. Öneriler ve Gelecek Planlar

Gelecekte yapılacak çalışmalara ışık tutması amacıyla bu çalışmada elde edilen veriler yorumlandığında konuyla ilgili öneriler ve gelecekle ilgili planlar aşağıya sıralanmıştır.

Solusyon hazırlama işlemi sırasında metanol ve glasiyel asetik asitten oluşan karışıma ZrO_2 'nin ilave edilmesi sırasında sıvı olan ZrO_2 hava ile reaksiyona girerek katılaşması söz konusu idi.

Stokiyometrik hesaba göre ilave edilmesi gereken ZrO_2 miktarının ayarlanmasında güçlük yaşanmaktadır. ZrO_2 'nin ilavesi vakum ortamında yapılması zaman ve malzeme kaybını asgariye çekecektir.

Gd, Tb ve Yb alkoksitlerin yanısıra Dy, Nd Ce, Sm, Pm ve Er gibi alkoksitlerin de kullanılabilirliğinin denenmesi yapılabilir. Böylelikle precursor malzemelerin proses başlangıcındaki maliyetleri aşağıya çekilebilir. Bunun sonucunda daha fazla çalışmanın yapılmasına imkan sağlanabilir.

KAYNAKLAR

- [1] HARNG, L. and TAIC. H., “Critical persistent current for a loop formed by a Bi-2223 Ag-sheathed superconducting tape,” IEEE Transactions on Applied Superconductivity, vol. 11, pp. 3006–3009, 2001.
- [2] ÇELİK, E., AVCI E., and HASÇİÇEK Y. S., “High temperature sol-gel insulation coatings for HTS magnets and their adhesion properties,” Physica C, vol. 340, pp. 193–202, 2000.
- [3] ÇELİK, E., MUTLU I. H., and HASÇİÇEK Y. S., “Ceramic insulation for Nb Sn wires and magnets,” Physica C, vol. 370, pp. 125–131, 2002.
- [4] HA, H.-S., OH S.-S., HA D.-W., KIM S.-C., KWON Y.-K., RYU K.-S., and JOO J.-H., “The effects of drawing parameters and critical current density of Bi-2223/Ag HTS wires,” IEEE Transactions on Applied Superconductivity, vol. 11, pp. 3748–3751, 2001.
- [5] HASSLER, W., SCHUBERT M., RODİNG C., HAAS V., LEGHİSSA M., and BERTHOLD T., “Microstructure and electrical properties of BSCCO tapes with ceramic barriers,” IEEE Transactions on Applied Superconductivity, vol. 11, pp. 2951–2954, 2001.
- [6] ECKELMANN, H., NAST R., SCHMİDT, C., and W GOLDACKER., “Coupling current losses and time constants in multifilamentary Bi-2223 tapes with resistive barriers in external magnetic fields,” IEEE Transactions on Applied Superconductivity, vol. 11, pp. 2955–2958, 2001.
- [7] ÇELİK E., MUTLU I. H., and HASÇİÇEK Y. S., “High Temperature Compatible Insulation for Superconductors and Method of Applying Insulation to Superconductors,” USA Patent, 6 344 287, 2002.
- [8] ÇELİK E., SCHWARTZ J., AVCI E., and HASÇİÇEK Y. S., “Evaluation of adhesive strength of sol-gel ceramic insulation for HTS magnets,” IEEE Transactions on Applied Superconductivity, vol. 9, pp. 1916–1919, 1999.
- [9] ÇELİK, E., MUTLU, I. H., and HASÇİÇEK, Y. S., “Method of Applying High Temperature Compatible Insulation to Superconductors,” USA Patent, 6 387 852 B1, 2002.

- [10] ÇELİK, E., AVCI, E., and HASÇİÇEK, Y. S., “MgO-ZrO₂ insulation coatings on Ag/AgMg sheathed Bi-2212 superconducting tapes by sol-gel technique,” *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, vol. 46, pp. 291–296, 2000.
- [11] ÇELİŞK, E., MUTLU, I. H., and HASÇİÇEK, Y. S., “Y₂O₃-ZrO₂ insulation coatings on AgMg sheathed Bi-2212 superconducting tapes by sol-gel technique,” *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, vol. 10, pp. 1341–1344, 2000.
- [12] ÇELİK, E, MUTLU, I. OKUYUCU, H., H., and HASÇİÇEK, Y. S., “Electrical characterization of ceramic insulation coatings for magnet technology,” *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, vol. 11, pp. 2881–2884, 2001.
- [13] ATİK, M., MESSADDEQ, S. H., LUNA, F. P., and AEGERTER, M. A., “Zirconia sol-gel coatings deposited on 304 and 316L stainless steel for chemical protection in acid media,” *J. of Materials Science Letters*, vol. 15, pp.2051–2054, 1996.
- [14] BALABAN, .M, “ZrO₂ İnce Filmlerin Elde Edilmesi, Daldırma Kaplama Yöntemi İle Biriktirilmesi ve Karaterizasyonu”, Bitirme Çalışması, İ.T.Ü. Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, İstanbul, 2006
- [15] ÇELİK, E., AVCI, E., and YILMAZ, F., “Evaluation of interface reactions in thermal barrier ceramic coatings,” *Surface and Coatings Technol.*, vol. 97, pp. 361–365, 1997.
- [16] LUISA, F. CUETO, ENRIQUE SANCHEZ, LETICIA, M. TORRES-MARTINEZ A, GUSTAVO A. HIRATA, “On the optical, structural, and morphological properties of ZrO₂ and TiO₂ dip-coated thin films supported on glass substrates”, *Materials Characterization* 5, 2005.
- [17] EVCİN, A. “Kaplama Teknikleri Ders Notları”, Afyonkarahisar Kocatepe Üniversitesi, Afyonkarahisar, 2006.
- [18] PEHLİVAN, E., “Al₂O₃ katkılı ZrO₂ İnce Filmlerinin Optik Özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2000
- [19] TIĞLI, Sema, “ZrO₂-TiO₂ İnce Filmlerinin Oluşturulması ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2000.
- [20] AKINCI ,H.,V.,”Nadir Element Katkılı Seramik Malzemelerin Sol-jel Daldırma Yöntemiyle Cam Üzerine Kaplanmasının İncelenmesi”, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 1995.
- [21] SATIO, M.,TANG, Z., CHIBA, T., “Theoretical Study on positron 2D-Acar for Semiconductors, p.p 1165-1171, China, 1996.

- [22] ÇELİK, E., AVCI, E., HASÇİÇEK, Y.S., Growth characteristics of ZrO₂ insulation coatings on Ag/AgMg sheathed Bi-2212 superconducting tapes, Mater. Sci. Eng., B 110 (2) 213–220, 2004.
- [23] ONARAN, K., “Malzeme Bilimi,” vol. 8, pp. 127-139, 2000.
- [24] www.bilimfeneri.gen.tr, 19. 07.2007.
- [25] www.sinarinstruments.com, 21.08.2007.
- [26] MONCUR N.K., WILLSON P.D. and EDWARDS T.H., “Simultaneous Analysis of The V₁+V₂ And V₂+V₃ Bands of Hydrogen Telluride”, Journal of Molecular Spectroscopy, Volume 52, Issue, Pages 181-195, 2 August, 1974.
- [27] ÇELİK E., AYBAR C. U., EBEOĞLUGİL M.F., KAYATEKİN I., “Low Temperature Sol-Gel Synthesized Ag₂O-TiO₂ Coatings to UV-Blocking Treatment for Cotton Fabrics”, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 106, pp. 514-525, June 2007.
- [28] ÇELİK E, AYBAR C.U,EBEOĞLUGİL M.F., KAYATEKİN I, ÇULHA O. and AK-AZEM N.F., “ITO Films on Glass Substrate by Sol-gel Technique: Synthesis, Characterization and Optical Properties”, Journal of Materials Processing Technology, 2007.
- [29] KAYATEKİN, Işıl, “Bufer Katmanların ve YBa₂Cu₃O_x Süperiletken Filmlerin Kimyasal Çözelti Depozitleme Yöntemi İle Sentezlenmesi Ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, DEU, Temmuz, 2006.
- [30] BRINKER, C.J. and SCHERER, G.W., “Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing”, Academic Press, San Diego, p.2,656, 1990.
- [31] ÇELİK, E., “Magnet Teknolojisi için Süperiletken Şerit ve Tellerin Sol-Jel Tekniğiyle Yalıtılması”, SAU, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Sakarya, 2000.
- [32] ÇELİK E., E. AVCI, Y.S. HASÇİÇEK, Synthesis and characterization of high temperature compatible ZrO₂ insulation coatings on Ag/AgMg sheathed Bi-2212 wires and tapes, Surf. Coat. Technol., 161 (2/3) 179–187, 2002.
- [33] GARBOUT, A., BOUATTOUR S., ELLOUZE M., KOLSI A.W., “Synthesis, FT-IR and X-ray diffraction investigations of gadolinium substituted pyrochlore oxide Gd_{1.82}Cs_{0.18}Ti₂O_{6.82} via a sol-gel process, Journal of Alloys and Compounds, 425, 88–95, 2006
- [34] ÇELİK, E, AVCI, E, HASÇİÇEK, Y. S., “Growth characteristics of ZrO₂ insulation coatings on Ag/AgMg sheathed Bi-2212 superconducting tapes” Materials Science and Engineering, 110, 213–220, 2004

- [35] ÇELİK, E, AVCI, E, HASÇİÇEK, Y. S., “Adhesion properties of MgO-ZrO₂ insulation coatings for 5 Tesla HTS coils”, *Materials Science and Engineering*, 25-33, 97, 2003.

ÖZGEÇMİŞ

Mustafa Kaplan, 04.06.1981 de Konya'da doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Konya'da tamamladı. 2000 yılında Karatay Lisesi'nden mezun oldu. 2001 yılında başladığı Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünü 2005 yılında bitirdi. Aynı yıl Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Ana Bilim Dalında yüksek lisans çalışmalarına başladı. Halen yüksek lisans eğitimine devam etmektedir.