

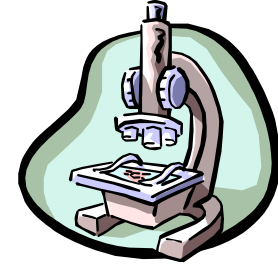
NANO MALZEMELERİN ÜRETİM SÜRECİ

Prof. Dr. Atilla EVCİN

Nanoteknoloji

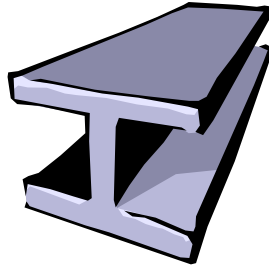
İyi yetişmiş bilim adamlarına ve mühendislere

- Uzun soluklu bir çabaya (5-15 yıl)
- İhtiyaç duyacaktır.



Nanoteknoloji önemli olacak çünkü

- Ağır endüstriye
- Büyük miktarda doğal kaynaklara
- Çok fazla ana paraya



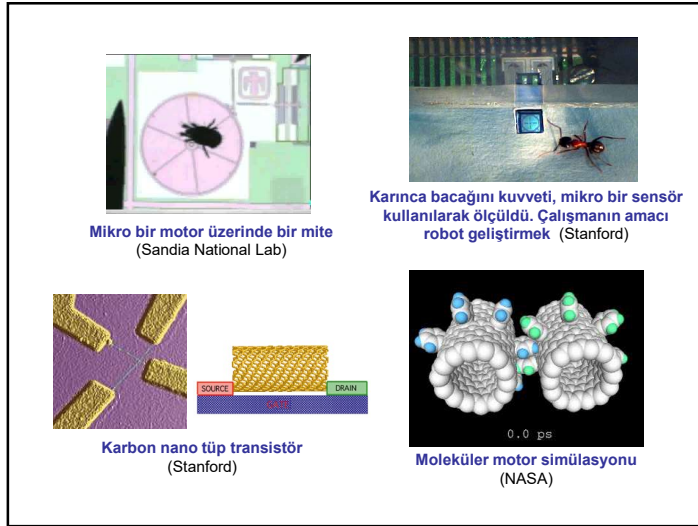
İHTİYAÇ
DUYULMAYACAKTIR

Aynı zamanda

- Herkesin fikirlerini paylaşması
- Birbiri ile ortak çalışması

gerekmektedir





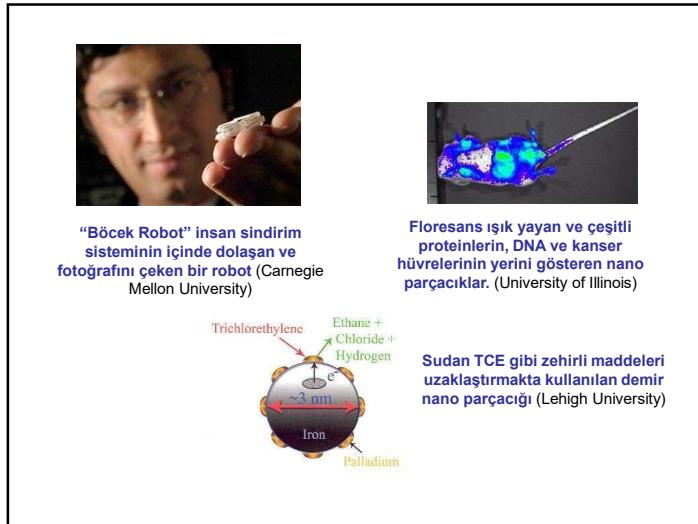
Bu boyutlardaki bir şeyi nasıl üretiriz?

“Yukardan-aşağı yaklaşım” – Büyük parçalardan başlayarak tıpkı heykel yapar gibi parçayı küçük boyutlarda şekillendirmek.

Nanoteknolojide: litografi yöntemi ile desen oluşturulması ve entegre devre üretiminde olduğu gibi desenin diğer taraflarının aşındırma yöntemiyle ortadan kaldırılması,

“Aşağıdan-yukarı yaklaşım” – Küçük parçalardan başlayarak büyük bir şeyin inşa etmek.

Nanoteknolojide: kendiliğinde belli bir geometride bir araya gelen atom ya da moleküller.



TOP - DOWN METHOD

küçük nesnelere yapmak için araçlar
(daha küçük, daha küçük...)

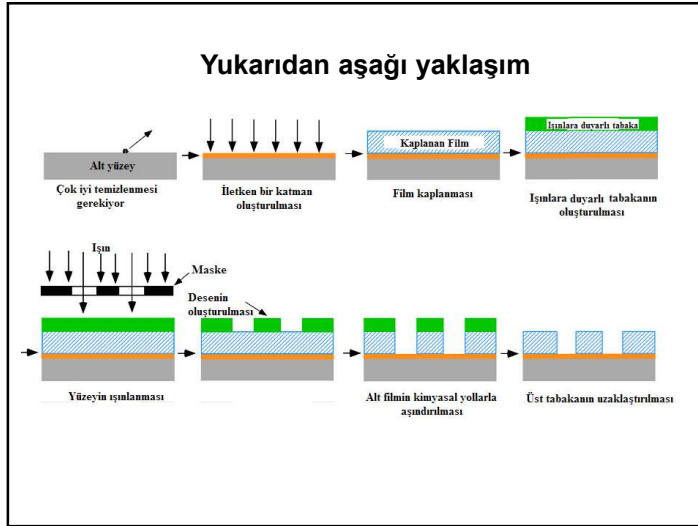


NANO MALZEMELER



Atomlardan ve moleküllerden

BOTTOM-UP METHOD



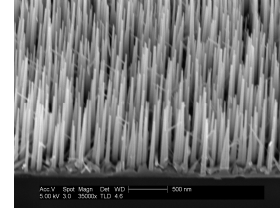
Yukarıdan aşağı yaklaşımın sınırları

- Kırınım etkisinden dolayı, optik litografinin pratik limiti yaklaşık 0.1 micron (100 nm) civarındadır.
- Daha küçük boyutlara inmek için, elektron ışını, "e-beams," (daha büyük dalga boyuna sahip) kullanılabilir. Böylece 20 nm den daha küçük desenler elde edilebilir.
- Fakat e-beam projeksiyon sistemlerinde kullanılacak maskeler henüz geliştirilememiştir. Bu yüzden "doğrudan şekil oluşturulan" e-beam litografi kullanılmaktadır.
- Optik litografi tekniği ile doğrudan altlıklar üzerine desen çıkarılabilirken (yüksek verime sahip), e-beam litografi de bir seri işlemin takip edilmesi gerekir (verim daha düşük).

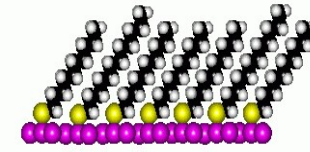
Aşağıdan yukarı yaklaşım

atom ve moleküllerin kimyasal ya da biyolojik prosesler kullanılarak belirli bir düzen içinde bir araya getirilmesi.

Günümüz örnekleri: nano boyutta altın parçacıklarının katalizör olarak kullanılarak nano çubukları üretilmesi veya çözelti içinde moleküllerin tek tabaka halinde toplanması "Self-assembled monolayers (SAM)".



Nano çubukların SEM fotoğrafı (Stanford)



Moleküler transistör yapımında kullanılmak üzere oluşturulan tek tabaka moleküller (Yale)

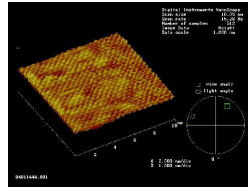
Aşağıdan yukarı yaklaşımın sınırları

- Yapıların bizim istediğimiz şekilde ve yerde büyütülebilmesi
- Kompleks şekillerin elde edilebilmesi
- Sağlam yapıların üretilmesi
- Bazı genel stratejiler:
 - istenilen yerde büyümenin sağlanması için katalizör ve maske gibi araçların kullanılması
 - Yukarıdan aşağı yaklaşımın aşağıdan yukarı yaklaşımla birlikte kullanılması ve silikon yüzey üzerinde büyümenin yapılması.

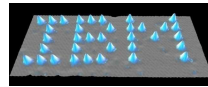
- Tabiki bu boyutta bir şeyin üretilebilmesi onu analiz edecek, görüntüleyecek ve gerekirse düzenlenmesine yardımcı olacak aygıtların var olması ile mümkündür.



AFM uç, atomik boyutta düzenleme, görüntüleme ve ölçüm yapma amacıyla kullanılır.



Mika yüzeyindeki atomların AFM görüntüsü

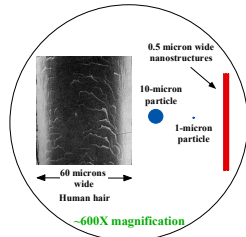


Tek bir atomun STM kullanılarak yönlendirilmesi (Ni üstünde Xe). Eigler, IBM, 1990.



BİLKENT ULUSAL NANOTEKNOLOJİ ARAŞTIRMA MERKEZİ

-Çok temiz bir çalışma ortamı gerekir: “temiz oda”



Temiz odada bulunabilecek istenmeyen maddeler



Wafer üzerinde böyle bir kirliliğin görüntüsü



Laba girmeden önce özel kıyafetlerin giyilmesi gerekiyor.

Bu boyutta yaşanabilecek bazı sorunlar

- Özellikle seramik ve benzeri uygulamalarda uniform bir dağılımın elde edilmesinde son ürünün özellikler bakımından önemli rol oynamaktadır. Bu boyuttaki tozlarda yaşanan en önemli sorun tozların oluşturdukları yığınlardır. Ancak bu problem ortama **amonyum sitrat ve oleyil alkol** gibi dağıtıcılar katılarak giderilebilecek bir sorundur.
- Diğer bir sorun küçük boyutlara indikçe artan **sürtünme kuvvetidir**. Bir maddenin **sürtünme kuvveti onun yüzey alanının küpüyle doğru orantılı** olarak artmaktadır. Nano boyutta bir malzemeyi işlemek için normalden binlerce kez daha küçük bir matkap gerekecektir. Bu ise matkabın gücünde binlerce kat bir azalma demektir. Yani günümüz teknolojisi bu alanda yetersiz kalacaktır.

- Benzeri şekilde yüzey gerilimi karşılaşılan diğer bir problemdir. Yüzey alanında yaşanan artışla ortaya çıkan **yüzey gerilimiyle** bu boyutta parçaları kuvvetli şekilde birbirine yapışacaktır. Bu sebepler mikro boyuttaki cihazları kullanılması mümkün görülmemektedir.
- Elde edilmek istenilen yapıların bir çoğu oldukça kompleks yapılardır ve özellikle aşağıdan yukarı yaklaşımda termodinamik açıdan atomların o düzen içine girmesi oldukça zordur.
- Bu konudaki tek pozitif örnek kristal büyütme yöntemiyle elde edilen çubuklardır. Ancak bu bile nano teknoloji ile ortaya çıkmış yeni bir şey değildir, yüzlerce yıldır bilinen bir teknolojidir.

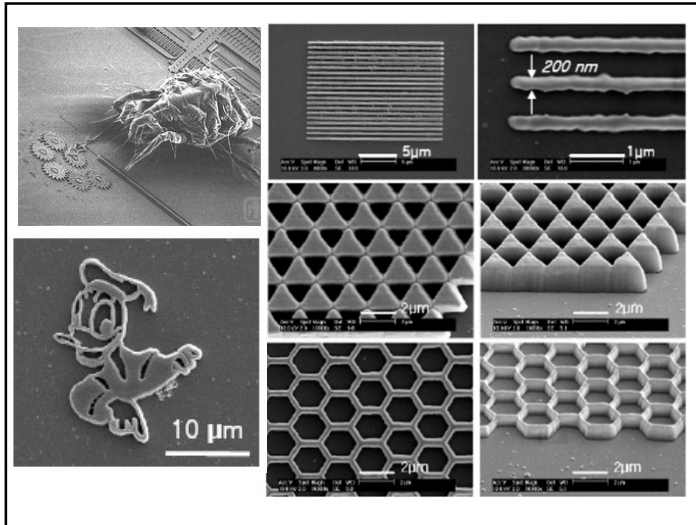
Potansiyel Riskleri ?

Nano teknolojinin potansiyel riskleri üç grupta toplanabilir.

- Nano malzemelerin yaratacağı sağlık ve çevre problemleri.
- Kötü amaçlarla kullanımı
- Sosyal riskler.

2005 yılında Amerika'da oluşturulan 50 kişilik bir ekip nanoteknolojinin sosyal etkileri üzerinde çalışmalar yapmıştır.

2006 yılında Geoffrey Hunt ve Michael Mehta nanoteknolojinin evresel, etik etkileri üzerine bir kitap yazılmıştır.



- Büyük boyutta zararsız olan parçacıkların nano boyutta farklı etkiler göstermesi mümkündür.
- Nano parçacıklar vücuda pek çok yoldan girebilir. **Solunması, yenilmesi, deri tarafından absorbe edilmesi yada tıbbi uygulamalar sırasında vücuda geçmesi** bu yollardan bazılarıdır. Bir kere vücuda alındıktan sonra bu küçük parçacıkların oldukça rahat ve hızlı hareket edecekler ve kan-beyin bariyerini kolayca aşacakları düşünülmektedir
- Vücuda alındığında patojen gibi algılanmak vücudun diğer patojenlere karşı savunmasını azaltacaktır.

Çevresel etkiler?

- Üretimleri sırasında nano parçacıklar hava ve suya salınabilir. Ve bu zamanla toprakta suda ve bitkilerde birikimlere sebep olacaktır.
- Aynı zamanda üretilmiş nanomalzemelerin ömürlerini dolduktan sonra imha edilmesi gerekir. Ancak bunun nasıl yapılacağı bilinmemektedir. Çünkü mevcut filtrasyon sistemleri o boyuttaki parçaları temizleyebilecek nitelikte değildir.
- Aynı zamanda nano malzemeleri ürettiği firmalarda ya da bu malzemelerin test edildiği laboratuvarlarda çalışanların bu tozlardan mevcut korunma yöntemleriyle korunması mümkün değildir.
- Bu malzemelerin zararlarının tespit edilmesi için nano malzemelerin etkin oldukları sürenin değerlendirilmesi gerekir. Çünkü bu malzemelerin zararlı etkileri doğada buldukları süre boyunca değişim gösterebilir.

- Nanoteknoloji geliştirilecek yeni nano sensörler aracılığı ile askeri alanda istihbarat teknolojilerinde gelişme sağlayacaktır. Ancak bunun kötü amaçlarla kullanılma riski oldukça yüksektir.
- Bu teknolojilerin kimyasal silahların yapılmasında kullanılması da diğer önemli bir tehlikedir. Bu boyuttaki silahlar mevcut sistemlerden daha tehlikeli sistemler olacaktır.

- Yapılan çalışmalar genel olarak parçalar ne kadar küçülürse o kadar toksik olacağını göstermiştir. Bu ağırlık / hacim oranlarının parçacık boyutu azaldıkça artmasından kaynaklanmaktadır.
- Belki yalnızca kötü bir senaryo ama nano teknoloji ile üretilen bazı organizmalar kontrol dışında kendi kendine çoğalmaya başlıya bilirler. Doğal olan maddelerin yine doğa tarafından sayıları kontrol altında tutulurken bu maddeler kontrol altında tutulamayacaktır.

- Nano teknoloji geliştirmekte olan ülkeler için bazı sorunların çözümü olabilir. Bu şekilde su temizleme yöntemleri, enerji sistemleri, ilaç, beslenme ve gıda sektörleri, iletişim teknolojileri gelişebilir.
- Ancak bu ülkelerde de daha önce adı geçen benzeri riskler söz konusu olacaktır. Ayrıca geliştirmekte olan ülkelerdeki işçi sağlığını koruyan kanunların yetersiz oluşu bu ülkeler için riski artıracaktır.

MİKRO-NANO ÜRETİM

- Bu sunumda nanometre ile yüzlerce mikrometre aralığında değişen ölçülerdeki yapıların üretimi için şu anda kullanılan mikro/nano üretim tekniklerinden en yaygın olarak kullanılan
 - litografi,
 - ince film oluşturma,
 - tortu bırakma ve asitle oyma ve
 - substrat bağlama
 tekniklerini ele alacağız.

LİTOĞRAFI

- Özel bir üretim aralığı için bilgisayar taslağının yaratılmasının ardından gelen başlangıç noktası fotomaskın oluşturulmasıdır.
- Bu işlem ince krom bir tabaka şeklinde istenilen forma ulaşan cam bir levha ortaya çıkaran fotografik işlem sürecini içermektedir. Fotomaskın üretiminin ardından litografi süreci şekilde gösterildiği gibi devam eder.



Şekil Litografi akış şeması

LİTOGRAFI

- Litografi** bir substrat (altlık) üzerinde (silikon, cam, GaAs vs.) bilgisayar tarafından hazırlanmış desenlerin aktarılması tekniğidir.
- Fotolitografinin**, yani UV ışık kaynağı kullanan litografinin mikro elektronik üretimi alanında bu güne kadar kullanılan en yaygın teknik olmasına rağmen **elektron dalgası (e-beam) ve X ışını litografisi** nano üretim ve mikro üretim alanında dikkat çeken diğer iki alternatif tekniktir.

İnce Film Oluşturma ve Katkı Maddesi

İNCE FİLM OLUŞTURMA

- İnce film oluşturma ve katkı maddesi ekleme mikro/nano üretim teknolojisinde yoğun bir biçimde kullanılmaktadır
- Aşağıda gereken özellikler hakkında bir fikir verecek şekilde mikro/nano üretimde kullanılan çökmüş ve/veya eklenmiş materyallere ilişkin birkaç yaygın uygulama listelenmiştir.
 - Mekanik yapılar
 - Elektrik izolasyonu
 - Elektrik bağlantısı
 - Asitle oyma veya katkı maddesi için maske

İNCE FİLM OLUŞTURMA

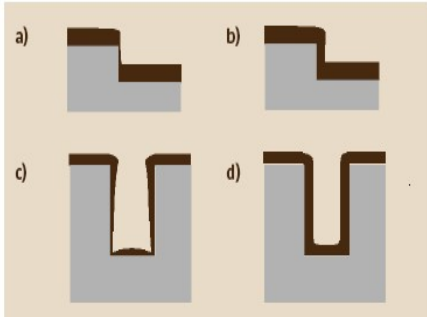
Çökeltme ile elde edilmiş ince filmlerin çoğu yine aynı durumdaki "malzeme" formlarının sahip olduğundan farklı özelliklere sahiptirler (mesela, metaller ince filmler gibi yüksek dayanıklılık sergilerler).

çökme tekniğinin seçilmesini etkileyebilen iki önemli özellik ise aşama kaplaması ve uyumluluktur. Şekil 2.3. bu kavramları göstermektedir.

İNCE FİLM OLUŞTURMA

Şekil 2.3 a-d: Uygunluk ve girintililik

- (a) yeterli olmayan girinti,
 (b) yeterli girinti,
 (c) uygun olmayan tabaka,
 (d) uygun tabaka.



Oksidasyon

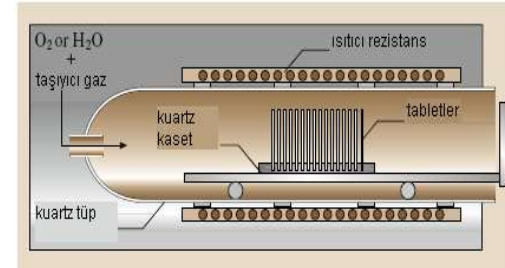
İNCE FİLM OLUŞTURMA

Silikonun oksidasyonu mükemmel kalitede ve homojen kalınlıkta SiO_2 ince film elde etmek için kullanılan bir prosestir.

Tam anlamıyla bir çökeltme olmasa da sonuç aynıdır, yani yüzeyi kaplayan yeni bir materyalden elde edilen ince film söz konusudur.

Oksidasyon süreci O_2 (kuru oksidasyon) veya H_2O (sulu oksidasyon) varlığı içerisinde gerçekleştirilir.

İNCE FİLM OLUŞTURMA



Şekil 2.4: Tipik oksidasyon fırınının şematik gösterimi

İNCE FİLM OLUŞTURMA

Zamanlama, sıcaklık ve kuvars tüpüne gaz akışının sıkı sıkıya kontrol ederek istenen kalınlık doğru bir şekilde elde edilebilir.

Silikon oksidasyonu ile elde edilen SiO_2 'nin iyi olan kalitesine rağmen bu prosesin kullanımı genelde üretimin ilk aşamalarıyla sınırlıdır, çünkü yapıların oluşumu esnasında eklenen bazı materyaller yüksek sıcaklığa dayanamayabilir.

İNCE FİLM OLUŞTURMA

İyon implantasyonu dozun (her bir birim ünite için kullanılan katkı maddesinin toplam miktarı) ve katkı maddesi özelliklerinin (konsantrasyon ve derinlik) daha sağlam bir biçimde kontrol edilmesini sağlar.

İNCE FİLM OLUŞTURMA

Katkı Maddesi (Doping)

- Bir yarı iletkene saflığını değiştiren bazı maddelerin eklenmesi onun **elektriksel, kimyasal ve hatta mekanik özelliklerini** değiştirebilir.
- Diyotlar ve transistörler gibi temel unsurların üretimi için mikro elektronik endüstrisinde kullanılan temel proses **katı maddesi** ilave etmektedir.
- Bir yarı iletken substrata katkı maddeleri eklemenin iki farklı tekniği vardır:
 - difüzyon ve
 - **iyon implantasyonu.**

İNCE FİLM OLUŞTURMA

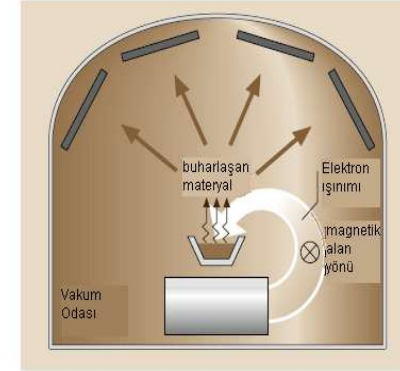
Kimyasal Buhar Çökmesi (CVD-KBÇ)

İyon implantasyonunda kimyasal buhar çökmesi (KBÇ) çökelmiş ince bir film oluşturmak için **gaz fazındaki kimyasalların** tepkimelerini kullanan bütün çökeltme tekniklerini içermektedir.

Kimyasal tepkimenin oluşması için gereken enerji substratın yüksek sıcaklıkta tutulmasıyla sağlanır. Mikro üretimde kullanılan en yaygın KBÇ yöntemi DBKBÇ (Düşük basınçlı KBÇ) ve YPKBÇ (Yüksek plazmalı KBÇ) yöntemleridir.

Fiziki Buhar Çökmesi (PVD, FBÇ Buharlaştırma ve Camlaştırma)

- Fiziki çökme sisteminde çökeltilecek olan materyaller her ikisi de aynı odada olan bir kaynak levhaya doğru aktarılır. İki fiziki ilke bu işlemi gerçekleştirir:
 - buharlaştırma ve
 - camlaştırma.



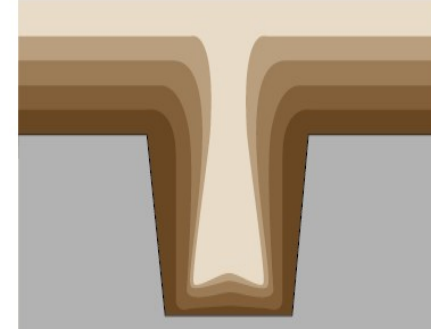
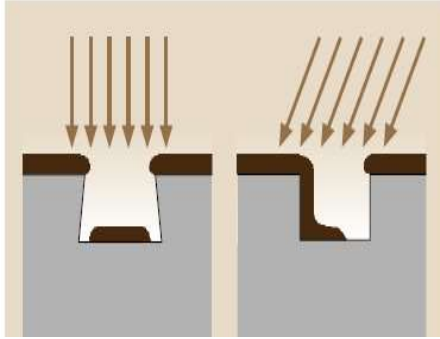
Şekil 2.7: Elektron dalga (beam) sisteminin şematik gösterimi

- Buharlaşmada** kaynak ısıtma kabı denilen küçük bir taşıyıcı içerisinde yerleştirilir ve buharlaşmanın gerçekleşeceği sıcaklığa kadar ısıtılır.
- Gereken yüksek sıcaklığın elde edilmesi için kabın etrafında halka yerleştirme veya materyalin yüzeyini elektron dalgaları ile bombardımana tabii tutmayı (elektron dalgaları ile buharlaştırma) kapsayan çeşitli teknikler kullanılır.

Tipik bir sistemde ısıtma kabı vakum odasının üstüne yerleştirilir, oysa levhalar odanın kubbe biçimindeki tavanıyla aynı hizaya koyulur.

Bu prosesin temel özelliği gölge etkisini de kapsayan ve çok düşük basamak kaplamasıdır.

Şekil 2.8: Buharlaşmış filmlerin üzerindeki gölge etkilerinin gösterimi. Atomların tortu oluşumunun yörüngeleri ile gösterimi.



Şekil 2.9: Örnek bir kanalın katmanlı tortu ile doluşu.

Camlaştırma işlemi çökmesi hedeflenen materyal etkisiz yüksek enerjili iyonlarla bombardımana tabi tutulmasıdır. Bu bombardımanın sonucunda bireysel atomlar ortaya çıkar veya yüzeyden bazı kümeler çıkar ve levhaya doğru hareket eder.

Düşük çökme oranına rağmen camlaştırma işlemindeki basamak kaplaması buharlaşmadakinden çok daha iyidir. Fakat, bu çökme prosesi ile elde edilen filmler uygunsuzdur. Şekil 2.9. bir kanaldaki başarılı camlaştırma profillerini göstermektedir.

Elektro Çökme (Electrodeposition)

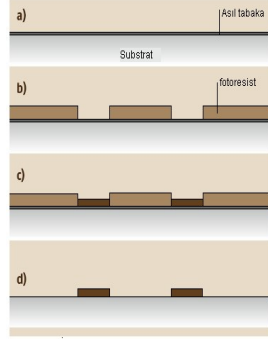
Elektro çökme (veya elektro levhalaşma) kalın (onlarca mikrometre) metal yapıların elde edilmesi için kullanılabilen bir prosestir.

Elektro çökelmeye tabii tutulacak olan örnek istenilen metalin indirgenebilir iyon formlarını içeren bir çözelti içine yerleştirilir ve bir karşıt elektrota (anot) bağlı negatif bir potansiyelde (katot) tutulur.

İyonlar örnek yüzey üzerinde indirgenir ve çözünmeyen metal atomları yüzeye yollanır.

Şekil 2.10 yalıtılmış metal yapıların elde edilmesi için gereken aşamaların tipik bir sistemini göstermektedir.

Şekil 2.10 a-d: İzole metal yapıların maskeleye(kaplama) yoluyla oluşumu. (a) asıl tabaka katmanı, (b) fotoresist kaplama ve döndürme, (c) elektro tabaka oluşumu, (d) fotoresist ve asıl tabaka sıyırma (temizleme).



Sulu(yaş) Asitle Oyma(işleme)

- Sulu asitler büyük ölçüde izotropiktir ve çeşitli kuru tekniklerle kıyaslandığında maskeleye katmanına karşı çok iyi seçicilik sergilerler.
- İzotropik olmayan ve izotropik olan kristalli ve kristalli olmayan (cam) substratların (silikon ve galyum arsenür) sulu asitle oyulması işlemi mikro/nano üretim konusundaki iki önemli unsurdur. Dar anlamda, silikonun izotropik olmayan sulu asitle işleme tutulması olasılığının gerçekleşmesi makro makine ve MEMS disiplininin başlangıcı olarak düşünülmektedir.

Asitle Oyma(işleme) ve Substratın Temizlenmesi

- İnce film ve substrat maddesinin asitle oyulması mikro/nano üretim için temel bir adımdır. Mikro/nano üretim alanında çeşitli mekanik mikro-/nano yapıların (çubuklar, levhalar- vs.) yaratılması için ince filmlerin asit oyulmasına ilaveten çok sık bir biçimde substratın da (silikon, cam, vs) temizlenmesi gerekmektedir.
- Bütün asit uygulamaların için **önemli olan iki kriter seçicilik ve yönselliktir.**
- Seçicilik maskeleye katmanı ve asitle temizlenecek olan kayman arasında asidin ayırım yapabilme derecesidir. Yönsellik maske altındaki asit profiliyle alakalıdır.

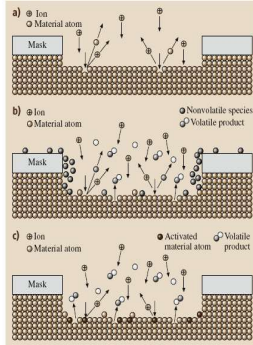
Kuru Asitleme(işleme)

- Çoğu kuru asitleme tekniği plazma bazlıdır. Sulu asitleme işlemiyle mukayese edildiğinde bir çok avantajı vardır. Bunlar daha küçük kesikler (desen açısından daha küçük çizgilere imkan tanır) ve daha yüksek anizotropiklik (daha yüksek en-boyda olan dikey yapılara imkan tanır) yer almaktadır.

ASİTLE OYMA

- Yinede kuru asitleme tekniğinin seçiciliği sulu asitleme tekniğinden daha düşüktür ve maskeleme materyalinin en son asitleme oranını da hesaba katmak durumundayız. Üç temel kuru asitleme tekniği, yani yüksek basınçlı plazma ile asitleme, reaktif iyon ile asitleme (RIE) ve iyon dolaşımı yönelim elde etmek için farklı mekanizmalardan faydalanır.

ASİTLE OYMA



Şekil 2.15:Asitle oyma (işleme) mekanizmasının basitleştirilmiş gösterimi, (a) iyon oluşum, (b) yüksek plazma asitle oyma, (c) RIE.

Substrat Bağlama

SUBSTRAT BAĞLAMA

- Substrat (levha) bağlama işlemi (silikon-silikon, silikon,cam, ve cam-cam) mikro sistem teknolojisindeki en önemli üretim tekniklerinden birisidir. Hem fonksiyonel birimler olarak hem de en son mikro sistem paketi ve kapsülü olarak karmaşık 3-D yapıların üretilmesi için sıklıkla kullanılırlar.

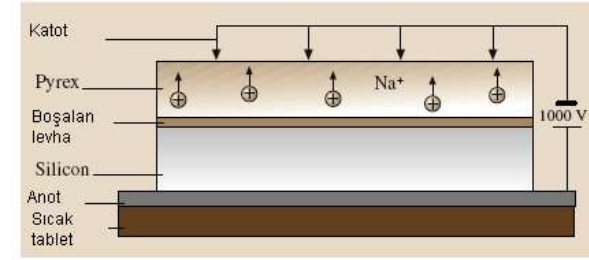
SUBSTRAT BAĞLAMA

- En önemli iki bağlama tekniği
- **silikon-silikon füzyonu (veya direkt silikon bağlaması) ve**
- **silikon-cam elektrostatik bağlama (veya anodik) işlemidir.**
- Bu tekniklere ilaveten bir ara katmandan (eriyen, yapışkan ve cam maddesi) faydalanan diğer birçok alternatif yöntem de araştırılmıştır. Bütün bu teknikler levha seviyesindeki substratların bağlanması için kullanılabilir.

Silikon direkt bağlama işlemi

- Direk olarak silikon veya füzyon bağlama işlemi mikro uygulama aletlerinin ve silikonlu izolatör (SOI) substratlarının üretiminde kullanılmaktadır.
- Başarılı bir bağlama işlemi için temel bir gereksimin yeterli düzlük ve yüzeyin temizliğidir. Buna ilaveten, termal genleşme uyumsuzluğu da eğer iki farklı materyalin bağlanması düşünülüyorsa göz önünde bulundurulması gereken bir konudur.

Cam silikon anodik bağlama



Şekil 5.17: Cam-Silikon anodik bağlama işlemi

Anodik Bağlama

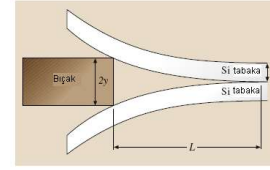
- Silikon-cam anodik (elektrostatik) bağlama özellikle mikro sensör paketleri ve aletleri üretiminde kullanılan önemli bir substrat birleştirme tekniğidir.
- Bu tekniğin esas avantajı düşük bağlama sıcaklığıdır ki bu yaklaşık 300-400 derece civarındadır.
- Şekil 5.17 bağlama düzeneğini göstermektedir.

- Bir cam levha (genellikle Pyrex 7740 silikon ile termal genleşme bakımından gösterdiği uyum için) silikon levhanın üstüne yerleştirilir ve bu sandviç şeklindeki konumda 300-400 dereceye kadar ısıtılır.
- Daha sonra yaklaşık 1,000 V civarındaki bir voltaj cam katot ucuna bağlanmış bir durumdayken cam-silikon sandviçi üzerine uygulanır. Bağ, voltaj uygulamasının hemen ardından oluşmaya başlar.

Ara Katman ile Bağlama İşlemi

- Bir ara katman kullanan diğer çeşitli levha bağlama tekniği de araştırılmıştır. En önemlileri arasında yapışkan, eriyen ve camsı madde yer almaktadır.
- Levhalar arasında bir polimer kullanan yapışkan bağlama işlemi farklı substratların bağlanmasında kullanılmıştır. Makul bir miktarda yüksek olan bağlama gücünün elde edilmesine karşın bu bağlar tamamen kapanmış değildir ve zaman içerisinde sabitlikleri bozulur.

- **Bıçak testi** ise genelde spesifik yüzey enerjisinin tahmin edilmesi (ve bu sebeple de bağlama gücünün bilinmesi) için kullanılır.



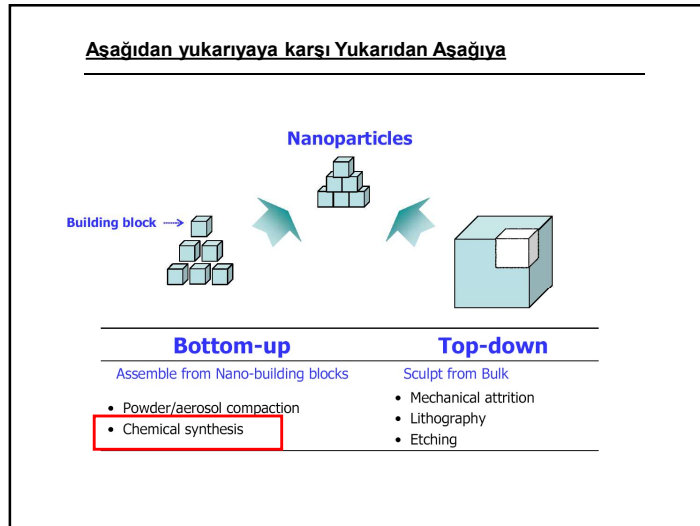
Şekil 2.19: Bıçak testi ile bağlama gücünün ölçülmesi

Bağlama Karakterizasyonu

- Substrat bağlama değerlendirmesi için iki temel karakterizasyon tekniği şunlardır:
 - 1) bakarak gözlem yapmak ve
 - 2) bıçak testi
- **Bağlama işlemi** bir kere tamamlandıktan sonra bağlama yüzeyi bakarak gözlemlenebilir ve boşluklar, çatlaklar ve tek şekilliği bozan unsurların olup olmadığı gözlemlenir.

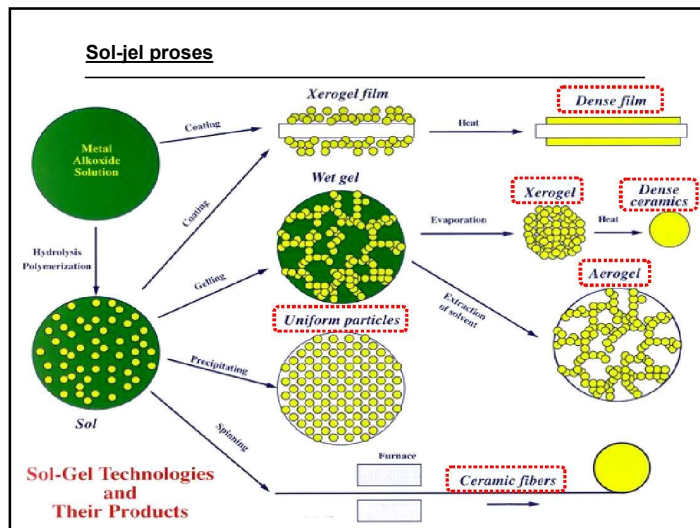
Sol-jel yöntemi





SOL-GEL

- Sol-Gel Teknolojisi
 - ✓Sol nedir?
 - ✓Gel nedir?
- Yöntemin temel özelliği
- Sol-Gel sentezi başlangıç maddelerine göre 2'ye ayrılır;
 - ✓Metal- organik
 - ✓İnorganik
- Kullanım alanları
 - Cam üretimi
 - Film
 - Fiber
 - Monolit
 - Toz
 - Kompozit
 - Seramik
 - Nanotanecek



Alkoksitler

- $M(OR)_n$ ile formüllendirilir.
 - M: metal malzemeyi
 - R : CH_3 (metil), C_2H_5 (Etil) gibi alkil grubunu,
 - n : metalin değerliğini ifade eder.
- Alkoller

Sol –Gel Oluşumu

- ❖ Sol gel sentezlenmesi zaman bağılı bir dizi işlem adımı ile oluşur;
 - Çözelti oluşturma
 - Hidroliz
 - Polimerizasyon
 - Yoğunlaşma
 - Jelleşme
 - Kurutma
 - Yaşlandırma

Sol-Gel yönteminde polimerizasyon 3 adımdan oluşur;

- ⊙ Tanecik oluşumu
 - ⊙ Taneciklerin büyümesi
 - ⊙ Taneciklerin jelleşmesi
- Bu adımlarda etkili olan faktörler ise;
- 1) pH
 - 2) Sıcaklık
 - 3) Reaksiyon Süresi
 - 4) Konsantrasyon
 - 5) Katalizör ve miktarı
 - 6) H₂O/Si molar oranı
 - 7) Yaşlandırma Sıcaklığı
 - 8) Yaşlandırma Süresi

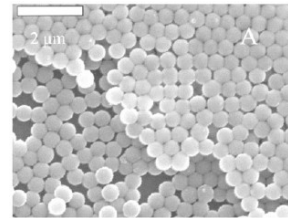
⊙ Hidroliz Reaksiyonu

- ❖ $M(OR)_4 + H_2O \rightarrow HO-M(OR)_3 + ROH$
Yeterli alkol varsa;
- ❖ $M(OR)_4 + 3H_2O \rightarrow M(OH)_4 + 4ROH$

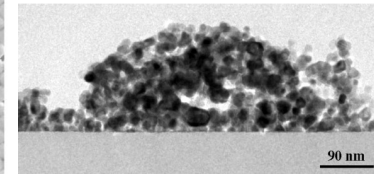
▪ Yoğunlaştırma Reaksiyonu;

- ❖ $HO-M(OR)_3 + HO-M(OR)_3 \rightarrow M(OR)_3-O-M(OR)_3 + H_2O$
- ✓ Bileşenlerden biri hidrolize uğramamışsa;
- ❖ $M(OR)_4 + HO-M(OR)_3 \rightarrow M(OR)_3-O-M(OR)_3 + ROH$
- ✓ Karışım çözeltisi →sol→mer →polimer →jel

Sol-jel mikronaltı ve nanotanecekler



Sol-jel silika küreler

Sol-jel SnO₂

Avantaj & Dezavantajları

Advantage

- Large Area Scale
- Precise Composition Control
- Low-Temperature Synthesis
- High Homogeneity
- Easy Achieved

Disadvantage

- Sensitivity for Atmosphere Condition
- Expensive of Raw Materials
- Use of Toxic Solvent System

Monodispers (aynı şekil ve boyutlu) SiO₂ Tanecikler

1
Water (NH₃)
MTMS

2
stirring

3
SiO₂ monomer

4
SiO₂ Particles

Lamer diagram

Conc. of dissolved Materials (monomers)

Reaction Time

► To make monodispers Particles, the time τ should be decreased.

MTMS metil trimetil silan

Uygulamalar

Optical Coating

Optical Coating

Dense Ceramics

Thin Films

Fiber

Uniform Particles

MTMS'den Monodispers SiO₂ Tanecikler

50 °C

80 °C

• Particle size vs. Rx Temp.

Reaction Temperature (°C)	Particle size (nm)
50	1250
55	1150
60	950
70	950
80	850
90	850
95	800

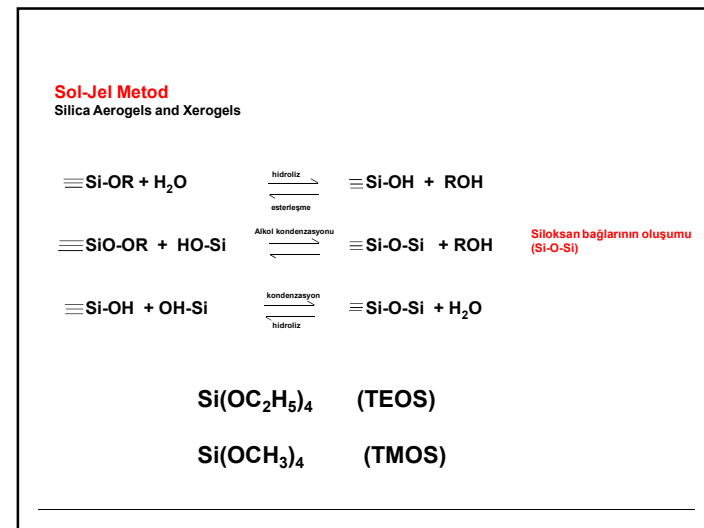
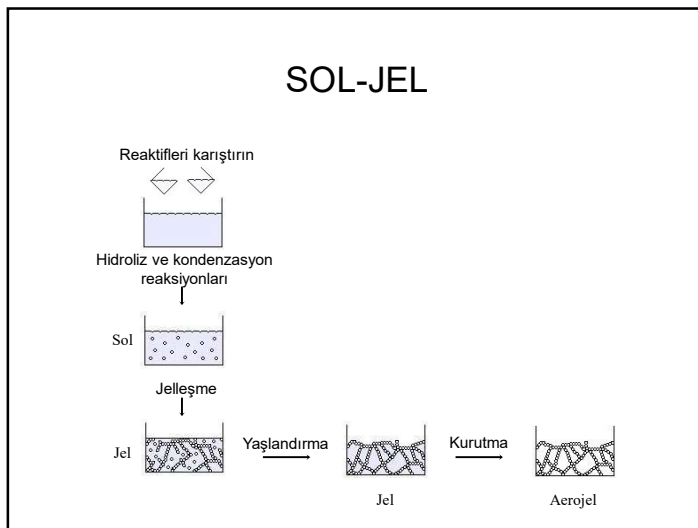
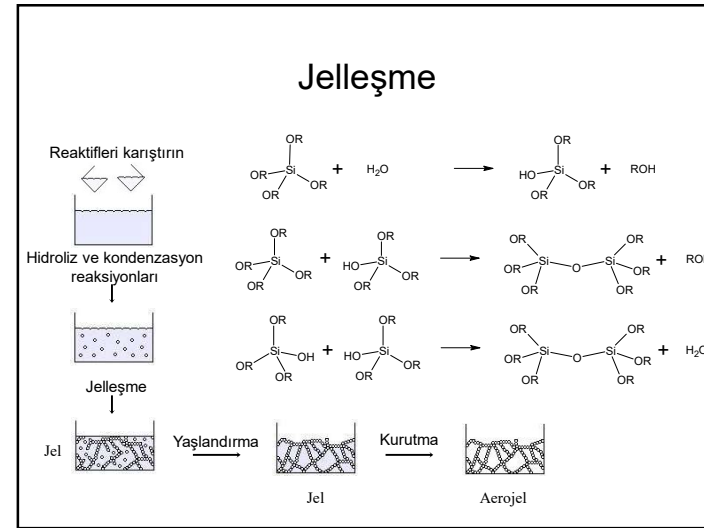
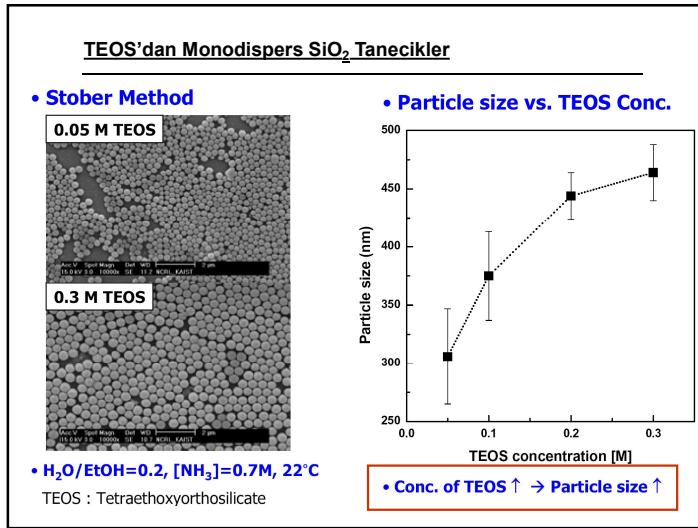
• Temp. ↑ → Reaction rate ↑

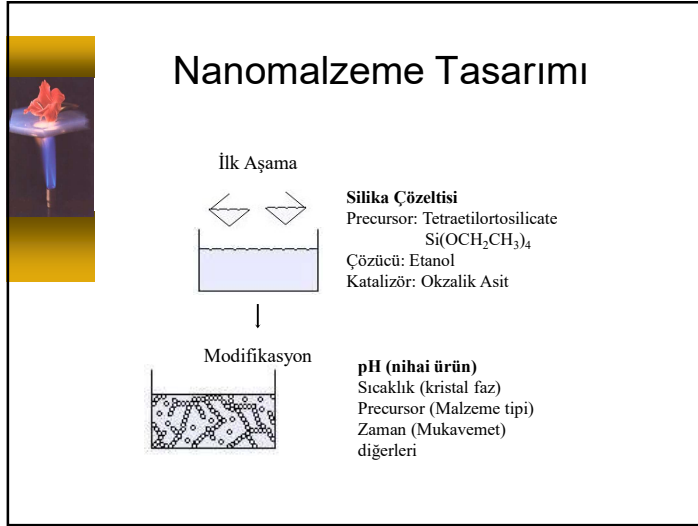
→ Nucleation time ↓

→ Size Distribution ↓

• [MTMS]=0.6M, [NH₃]=1M

MTMS; Methytrimethoxysilane



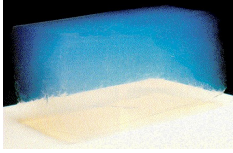


AEROJELLERİN SOL-JEL SENTEZİ

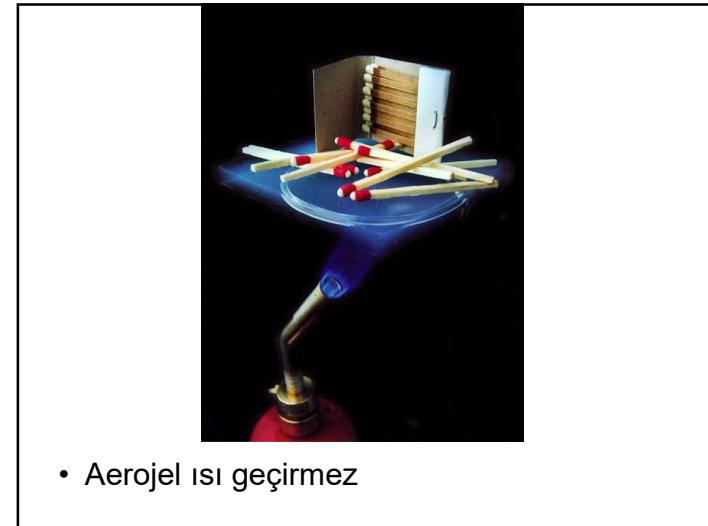
Aerogel içerisindeki **sıvı** komponenti **hava** ile değiştirilmiş olan silikon tabanlı **kati maddelerdir**. Aerogel ilk defa **Stefan Kistler** tarafından **1931** yılında **Charles Learned** ile tutuştuğu iddia sonucu meydana getirilmiştir.

%99.8'i havadan oluşmaktadır ve çok iyi yalıtıkcıdır. En gelişmiş fiber-glas yalıtım malzemesinden 39 kat daha fazla yalıtım kabiliyetine sahiptir.

Ayrıca çok dayanıklı bir yapısı vardır. Duman gibi görüntü verdikleri için "Donmuş duman" veya "mavi duman" diye de adlandırılırlar. Özgül ağırlığı 0.00011 (havanınki 0.0004)



Silikon oksit düşük yoğunluklu aerogel



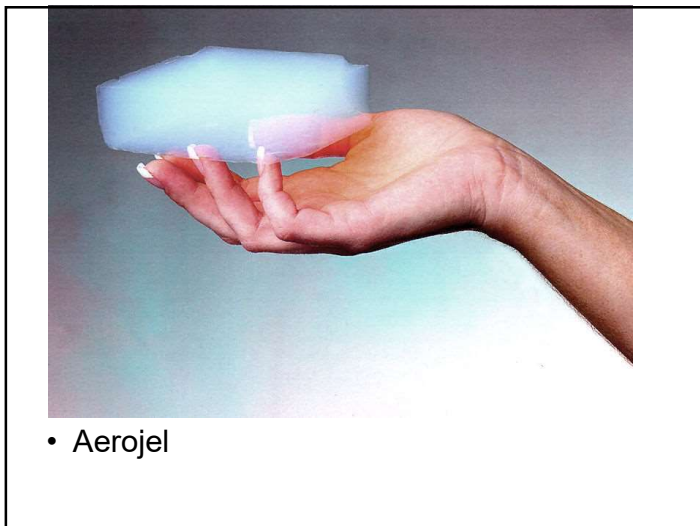


Table 1. Composition of starting solutions and experimental conditions for nano-sized sol-gel monocomponent oxidic powders Al₂O₃, TiO₂, MgO, Fe₂O₃ preparation.

Sample	Molar ratio			pH	Conditions of reaction	
	$\frac{R-OH}{M(OR)_n}$	$\frac{H_2O}{M(OR)_n}$	$\frac{NH_4OH}{M(OR)_n}$		T (°C)	t (h)
Al ₂ O ₃ ^a	-	100	-	6.5	80	1
TiO ₂ ^b	85*	5	-	5.5	25	0.5
MgO ₂ ^c	17**	6.1	0.4	10	70	1.5
Fe ₂ O ₃ ^d	51.5*	33.1	11.6	~11	70	24

^aM(OR)_n = Al(O-iC₂H₅)₃ *R-OH=C₂H₅OH
^bM(OR)_n = Ti(O-C₂H₅)₄ **R-OH=CH₃OH
^cM(OR)_n = Mg(O-C₂H₅)₂
^dM(OR)_n = Fe(acac)₃



Sample	Temperature of thermal treatment	Phase composition	Specific surface area BET (m ² /g)
TiO ₂	initial	tendency of anatase crystallisation	145.11
	300 °C	weak crystallized anatase	154.18
	800 °C	Rutile + anatase (little)	< 3
AlO(OH)	initial	tendency of pseudo-boehmite crystallization	127.5
	450 °C	weak crystallized boehmite	183.65
	800 °C	γ-Al ₂ O ₃	111.36
MgO	initial	amorphous	93.48
	450 °C	tendency of MgO crystallization	
	800 °C	MgO (periclase)	< 3
Fe ₂ O ₃	initial	Amorphous	174.65
	450 °C	γ-Fe ₂ O ₃	
	800 °C	α-Fe ₂ O ₃	< 3

