

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SiO₂ – Nb₂O₅ ESASLI ÇOK KATMANLI
YANSITMAYICI SİSTEMLER**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fizik Müh. Selen ERKAN

Anabilim Dalı : FİZİK

Programı : FİZİK MÜHENDİSLİĞİ

HAZİRAN 2005

**SiO₂ – Nb₂O₅ ESASLI ÇOK KATMANLI
YANSITMAYICI SİSTEMLER**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Fizik Müh. Selen ERKAN
509031109**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 9 Mayıs 2005

Tezin Savunulduğu Tarih : 30 Mayıs 2005

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Galip G. TEPEHAN

Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Önder PEKCAN (Işık Üniversitesi)

Prof. Dr. Hüseyin GÜVEN (İTÜ)

HAZİRAN 2005

ÖNSÖZ

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesindeki katkılarından dolayı danışman hocam Prof. Dr. Galip Tepehan ve Prof. Dr. Fatma Tepehan'a çok teşekkür ederim. Ayrıca çalışma boyunca ilgi ve destek gösterdiği için ağabeyim Araş. Gör. Esat Pehlivan'a çok teşekkür ederim.

Selen ERKAN

Mayıs 2005

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa Numarası</u>
ÖNSÖZ	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	v
SEMBOL LİSTESİ	vii
ÖZET	viii
SUMMARY	ix
1. GİRİŞ	1
2. TEORİK ÇALIŞMA	2
2.1 Çok Katlı Filmlerin Teorisi	2
2.2. Transfer Matris	3
3. YANSITMAYICI TABAKALAR	8
3.1 Tek Katlı Yansıtmayıcı Film	8
3.2 İki Katlı Yansıtmayıcı Filmler	10
3.3. Üç Katlı Yansıtmayıcı Filmler	11
4. SOL-GEL YÖNTEMİ	12
4.1 Sol-Gel Yönteminde Kullanılan Bileşenler	13
4.1.1 Metal Alkoksitler	13
4.1.2 Katalizörler	13
4.1.3 Alkoller	13
4.2 Sol–Gel Oluşumu	13
4.2.1 Hidroliz Reaksiyonu	13
4.2.2 Yoğunlaştırma Reaksiyonu	13
4.3 Sol – Gel ile Film Kaplama Teknikleri	14
4.3.1 Daldırma Yöntemi	14
4.3.2 Döndürme Yöntemi	16
5. DENEYSEL ÇALIŞMA	19
5.1 Taşıyıcı	19

5.2 Taşıyıcı Temizliği	21
5.3 Sol Hazırlanması	21
5.3.1 Nb ₂ O ₅ Solünün Hazırlanması	21
5.3.2 SiO ₂ Solünün Hazırlanması	22
5.4 Nb ₂ O ₅ – SiO ₂ Katmanlı İnce Filmlerin Hazırlanması	22
5.5 Üç Katlı Yansıtıcı Film Sisteminin Hazırlanması	23
5.6 Ölçüm ve Analiz Aleti (NKD7000 Optik Ölçüm Sistemi)	24
5.7 Ölçüm Sonuçlarında Elde Edilen Veriler	24
5.8 100°C’ de Nb ₂ O ₅ ve SiO ₂ İnce Filmleri	25
5.9 100°C’de Üç Katmanlı Yansıtıcı Sistem	32
5.10 450°C’de Üç Katmanlı Yansıtıcı Sistem	35
5.11 Yüzey Morfolojisi	36
5.12 Dayanıklılık	38
6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	41
KAYNAKLAR	42
ÖZGEÇMİŞ	45

ŞEKİL LİSTESİ

	<u>Sayfa No:</u>
Şekil 2.1 : Tek tabakaya gelen bir ışının yansıması	3
Şekil 3.1 : 1.52 kırma indisine sahip camın üzerine beş farklı kırılma indisinde tek tabaka filmlerin yansıtmasının optik yol farkı/dalga boyuna göre grafiği.....	8
Şekil 4.1 : Daldırarak film kaplama yönteminin aşamaları.....	15
Şekil 4.2 : Döndürerek film kaplama yönteminin aşamaları.....	17
Şekil 5.1 : Corning 2947 model camın S polarizasyonda yansıtma ve geçirgenlik değerleri.....	19
Şekil 5.2 : Corning 2947 model camın P polarizasyonda yansıtma ve geçirgenlik değerleri.....	20
Şekil 5.3 : Kaplanmamış corning 2947 model camın kırma indisinin dalgaboyuna göre grafiği.....	20
Şekil 5.4 : Nb ₂ O ₅ solünün hazırlanması.....	21
Şekil 5.5 : SiO ₂ solünün hazırlanması.....	22
Şekil 5.6 : Nb ₂ O ₅ - SiO ₂ karışımın ince filmlerin hazırlanması.....	23
Şekil 5.7 : NKD 7000 optik ölçüm sistemi.....	24
Şekil 5.8 : %100 Nb ₂ O ₅ 'un dalga boyuna göre yansıtma ve geçirme oranları (S polarizasyon).....	25
Şekil 5.9 : %100 SiO ₂ 'in dalga boyuna göre yansıtma ve geçirme oranları (S polarizasyon).....	25
Şekil 5.10 : %100 Nb ₂ O ₅ 'un kırma indisi/söndürme katsayısının dalgaboyuna göre grafiği.....	26
Şekil 5.11 : %100 SiO ₂ 'in kırma indisi/söndürme katsayısının dalgaboyuna göre grafiği.....	27
Şekil 5.12 : %60 Nb ₂ O ₅ -%40 SiO ₂ karışımının yansıtma/geçirgenliğinin dalga boyuna göre grafiği.	28
Şekil 5.13 : %50 Nb ₂ O ₅ -%50 SiO ₂ karışımının yansıtma/geçirgenliğinin dalga boyuna göre grafiği.	28
Şekil 5.14 : %40 Nb ₂ O ₅ -%60 SiO ₂ karışımının yansıtma/geçirgenliğinin dalga boyuna göre grafiği.	29
Şekil 5.15 : %30 Nb ₂ O ₅ -%70 SiO ₂ karışımının yansıtma/geçirgenliğinin dalga boyuna göre grafiği.	29
Şekil 5.16 : %60 Nb ₂ O ₅ -%40 SiO ₂ karışımının kırma indisinin dalga boyuna göre grafiği.	30
Şekil 5.17 : %50 Nb ₂ O ₅ -%50 SiO ₂ karışımının kırma indisinin dalga boyuna göre grafiği.	30
Şekil 5.18 : %40 Nb ₂ O ₅ -%60 SiO ₂ karışımının kırma indisi/söndürme katsayısının dalga boyuna göre grafiği.	31
Şekil 5.19 : %30 Nb ₂ O ₅ -%70 SiO ₂ karışımının kırma indisinin dalga boyuna göre grafiği.	31
Şekil 5.20 : Üç katlı yansıtma/yığıcı sistem modellemesi.....	33

Şekil 5.21	: 100°C’de üç katmanlı yansıtmayıcı sistem. (S polarizasyon)...	34
Şekil 5.22	: Sistemin yansıtma oranının dalga boyuna göre değişim grafiği. kırmızı çizgi teorik veriler, siyah çizgi deneysel veriler ve mavi çizgi ise kaplanmamış camın yansıtmasını göstermektedir.	35
Şekil 5.23	: 450°C’de üç katmanlı yansıtmayıcı sistem. (S polarizasyon)...	36
Şekil 5.24	: 100°C’deki sistemin yüzey görüntüsü.....	36
Şekil 5.25	: 100°C’deki sistemin 3 boyutlu görüntüsü.....	37
Şekil 5.26	: 450°C’deki sistemin yüzey görüntüsü.....	37
Şekil 5.27	: 450°C’deki sistemin 3 boyutlu görüntüsü.....	38
Şekil 5.28	: 100°C’de elde edilen sistemin çizildikten sonraki yüzey görüntüsü.....	39
Şekil 5.29	: 450°C’de elde edilen sistemin çizildikten sonraki yüzey görüntüsü.....	30
Şekil 5.30	: Kıyaslama tablosu.....	40

SEMBOL LİSTESİ

ε	: Dielektrik sabiti.
ε_0	: Boşluğun dielektrik sabiti.
μ	: Manyetik geçirgenlik.
μ_0	: Boşluğun manyetik geçirgenliği.
ρ	: Yük yoğunluğu.
c	: Işık hızı.
n	: Kırma indisi.
$\vec{E}$	: Elektrik alan vektörü.
$\vec{B}, \vec{H}$	: Manyetik alan vektörleri.
$\vec{k}$	: Dalga vektörü.
λ	: Dalgaboyu.
d	: Kalınlık.

SiO₂ – Nb₂O₅ ESASLI ÇOK KATMANLI YANSITMAYICI SİSTEMLER

ÖZET

Bu çalışmada Nb₂O₅ ve SiO₂ ince filmlerinin karışımlarından oluşturulan üç katlı yansıtmayıcı filmler elde edilmiştir. Film hazırlama tekniği olarak sol-gel döndürerek kaplama yöntemi kullanılmıştır. Farklı konsantrasyonlardan hazırlanan SiO₂ – Nb₂O₅ karışımlarına 100 °C de 15 dakika ısıtma işlemi uygulanmış ve geçirgenlik – dalga boyu ve geçirgenlik – yansıtma değerlerinden kırma indis ve kalınlıkları belirlenmiştir. Belirlenen bu değerlerden üç katmanlı sistem için teoreğin önerdiği en uygun indis ve kalınlık değerleri seçilerek yansıtmayıcı sistem tasarlanmıştır. Corning 2947 cam üzerine gerçekleştirilen sistemde 720 nm dalga boyu değerinde camın %11 olan yansıtma değerinden %3 yansıtma değerine inilmiştir.

SiO₂ – Nb₂O₅ BASED MULTILAYER ANTIREFLECTING COATINGS

SUMMARY

In this work, three layer antireflecting films are obtained from the mixture of Nb₂O₅ and SiO₂ thin films. Sol-gel spin coating method is used to prepare the film. SiO₂ Nb₂O₅ mixtures prepared at various concentrations are heat treated at 100 °C for 15 minutes. Thicknesses and refractive indices are calculated from their reflectance and transmittance. The films coated on Corning 2947 glass and its reflectance is reduced to % 3 from % 11.

1. GİRİŞ

İnce filmler tek başlarına veya sistemleri şeklinde pek çok alanda kullanılmaktadır. Yaygın kullanılma yerleri olarak güneş pilleri [1], elektrokromik devre elemanları [2,3], gaz sensörleri [4], diyod ve transistor yapımı [5] sayılabilir. Ayrıca korozyondan koruma amaçlı [6], interferans filtreleri [7] ve optoelektronik devrelerde yansıtma kayıplarını azaltarak verimi arttırmak amacıyla yansıtmayıcı [8] olarak kullanılmaktadır. Bu çalışmada $Nb_2O_5 - SiO_2$ yansıtmayıcı sistemi oluşturulmuştur. Literatürde pek çok malzemeden yansıtmayıcı filmler ve sistemler yapılmış olup tek katman için genelde kırma indisi görünür bölgede 1,36 olan MgF_2 film kullanılmaktadır. [9]. Ayrıca $SiO_2 - TiO_2$ karışımı olan yansıtmayıcı sistemler çok yaygın olarak çalışılmış olup [10,11,12], ticari olarak Schott firması tarafından satılmaktadır. Bundan başka $SiO_2 - Ta_2O_5$ [13,14] filmleri de çalışılmıştır.

Bu çalışmada literatürde rastlamadığımız $SiO_2 - Nb_2O_5$ ve SiO_2 karışımı ile üç katmanlı yansıtmayıcı sistem oluşturuldu.

Tezde öncelikle tek katmanlı filmlerde geçirgenlik ve yansıtma bağıntısı çıkarılmıştır. Transfer matris yöntemi kullanılarak çıkarılan söz konusu bağıntılarda sonra çok katmanlı bağıntılara geçilmiş ve üç katmanlı yansıtmayıcı sistemlerin indis ve kalınlık değerleri verilmiştir. [15]

Daha sonra deneyde kullanılan sol-gel ile film hazırlama metotları olan döndürerek ve daldırarak film kaplama yöntemleri anlatılmıştır. [16,17,18,19]

DeneySEL çalışmaların anlatıldığı 5. bölüm de sollerin hazırlanması, filmlerin kaplanması anlatılmış olup; alınan geçirgenlik –dalga boyu ve yansıtma- dalga boyu eğrileri S polarizasyon için verilmiştir. Hesaplanan indis, dalga boyu eğrileri de bu bölümde verilmiştir. Elde edilen indis ve kalınlık değerlerinden en uygunları seçilip yansıtmayıcı sistemin tasarlanması, oluşturulması ve elde edilen yansıtma- dalga boyu değişimi de yine bu bölümde gösterilmiştir. Tez, sonuçlar ve kaynaklarla bitmektedir.

2. TEORİK ÇALIŞMA

2.1 Çok Katlı Filmlerin Teorisi

Girişim filtrelerinin temelini oluşturan çok katlı ince filmlerin tasarımı oldukça önemlidir. Bu nedenle her katmandaki filmin karakteristik özelliklerini içeren transfer matris ve bunların kullanımıyla elde edilen geçirgenlik ve yansıtma bilgileri girişim filtre üretimleri için gerekli ön bilgileri sağlar. Transfer matris, geçirgenlik ve yansıtma genliklerinin hesaplanmasıyla ilgili ön teorik bilgiler aşağıda gösterilmiştir.

Klasik elektromanyetik teoriye göre, birim zamanda birim alandan geçen elektromanyetik dalganın enerjisi, Poynting vektörü ile verilir,

$$\vec{S} = \epsilon_0 c^2 \vec{E} \times \vec{B} \quad (2.1)$$

Dalga içerisindeki elektrik ve manyetik alanın büyüklükleri arasındaki bağıntı;

$$E = vB \quad (2.2)$$

ile ifade edilir. Burada v dalganın hızını gösterir.

Dalganın hızı n kırma indisiyle ilişkisi;

$$n = c/v \quad (2.3)$$

olarak verilir. n ; kırma indisi, c ; ışık hızıdır. Işık hızı boşlukta;

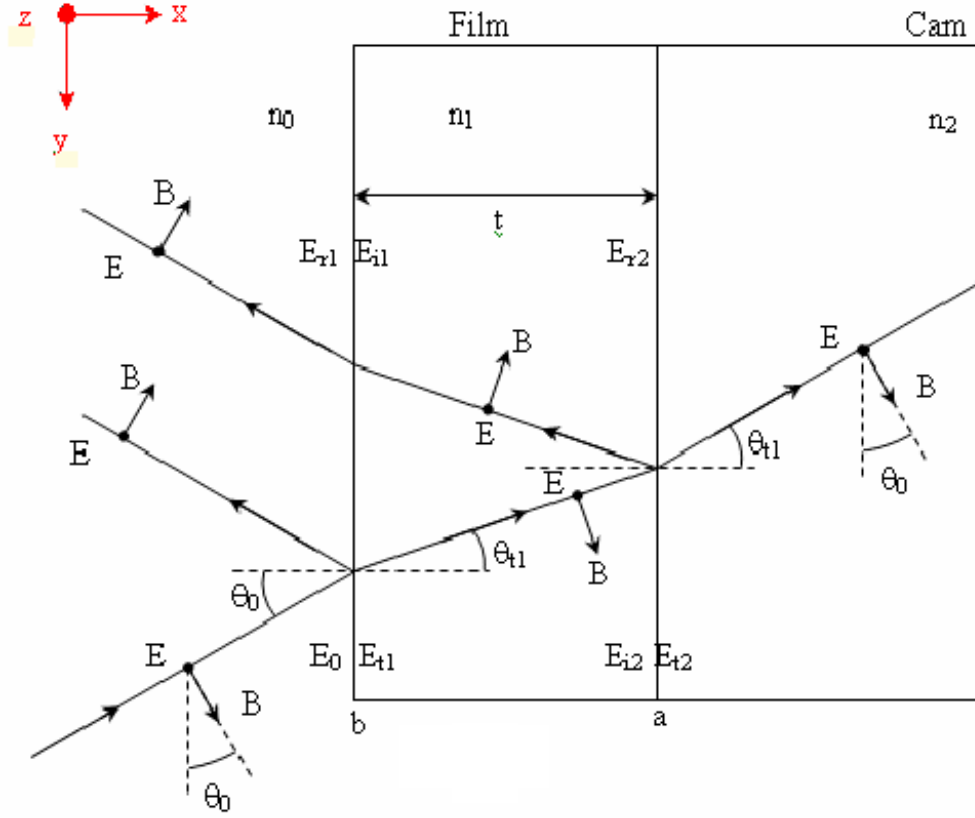
$$c = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0 \mu_0}} \quad (2.4)$$

olarak alınır. Burada ϵ_0 ; boşluğun dielektrik sabiti ve μ_0 ; geçirgenliktir. (2.2), (2.3) ve (2.4) birleştirilirse; elektrik ve manyetik alan büyüklükleri;

$$E = vB \Rightarrow E = \left(\frac{c}{n}\right)B \quad (2.5)$$

halini alır. Buradan da; $B = \left(\frac{n}{c}\right)E = n\sqrt{\epsilon_0\mu_0} E$ olarak yazılır.

2.2. Transfer Matris



Şekil 2.1 Tek tabakaya gelen bir ışının yansıması

Bir taşıyıcı üzerine kaplanmış indisi n_1 ve kalınlığı t olan bir filmi göz önüne alalım. Bu film üzerine hava ortamından gönderilen elektromanyetik dalganın E bileşeninin geliş düzlemine dik olduğunu varsayalım;

Film tamamen homojen ve izotropik. (a) ve (b) sınırlarında Elektrik ve Manyetik Alan büyüklükleri arasındaki ilişki;

$$E_a = E_0 + E_{r1} = E_{t1} + E_{i1} \quad (2.6)$$

$$E_b = E_{i2} + E_{r2} = E_{t2} \quad (2.7)$$

Bu eşitlikler manyetik alan için yazılırsa ;

$$B_a = B_0 \cos \theta_0 - B_{r1} \cos \theta_0 = B_{t1} \cos \theta_{t1} - B_{i1} \cos \theta_{t1} \quad (2.8)$$

$$B_b = B_{i2} \cos \theta_{t1} - B_{r2} \cos \theta_{t1} = B_{t2} \cos \theta_{t2} \quad (2.9)$$

Denklem (2.5) yardımıyla (2.8) ve (2.9) tekrar yazılırsa; ve $B = n \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E$ kullanılırsa,

$$\begin{aligned} * B_a &= n_0 \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_0 \cos \theta_0 - n_0 \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_{r1} \cos \theta_0 \\ &= n_1 \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_{t1} \cos \theta_{t1} - n_1 \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_{i1} \cos \theta_{t1} \end{aligned} \quad (2.10)$$

$$** B_b = n_1 \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_{i2} \cos \theta_{t1} - n_1 \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_{r2} \cos \theta_{t1} = n_s \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_{t2} \cos \theta_{t2} \quad (2.11)$$

Burada

$$\gamma_0 = n_0 \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_{i2} \cos \theta_0 \quad (2.12)$$

$$\gamma_1 = n_1 \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_{i2} \cos \theta_{t1} \quad (2.13)$$

$$\gamma_s = n_s \sqrt{\epsilon_0 \mu_0} E_{i2} \cos \theta_{t2} \quad (2.14)$$

olarak tanımlanır ve *,** denklemlerinde yerlerine konulursa;

$$B_a = \gamma_0 (E_0 - E_{r1}) = \gamma_1 (E_{t1} - E_{i1}) \quad (2.10)$$

$$B_b = \gamma_1 (E_{i2} - E_{r2}) = \gamma_s E_{t2} \quad (2.11)$$

olarak elde edilir. Dikkat edilirse ; E_{i2} E_{t1} 'den δ faz farkı kadar ayrılıyor.

$$\delta = k_0 \Delta = \left(\frac{2\pi}{\lambda_0} \right) n_1 t \cos \theta_{t1} \quad (2.15)$$

Burada Δ , optik yol farkını temsil eder, t ise filmin kalınlığıdır.

$$E_{i2} = E_{t1} e^{-i\delta} \quad (2.16)$$

olarak yazılır. Aynı şekilde;

$$E_{i1} = E_{r2}e^{-i\delta} \quad (2.17)$$

(2.16) ve (2.17) denklemleri kullanılarak E_{i2} ve E_{r2} (b) sınır koşulunda yok edilebilir.

$$E_b = E_{t1}e^{-i\delta} + E_{i1}e^{i\delta} = E_{t2} \quad (2.18)$$

$$B_b = \gamma_1(E_{t1}e^{-i\delta} - E_{i1}e^{i\delta}) = \gamma_s E_{t2} \quad (2.19)$$

E_{t1} ve E_{i1} , E_b ve B_b cinsinden bulunmak istenirse;

$$E_{t1} = \left(\frac{\gamma_1 E_b + B_b}{2\gamma_1} \right) e^{i\delta} \quad (2.20)$$

$$E_{i1} = \left(\frac{\gamma_1 E_b - B_b}{2\gamma_1} \right) e^{-i\delta} \quad (2.21)$$

elde edilir. $2\cos\delta = e^{i\delta} + e^{-i\delta}$ ve $2i\sin\delta = e^{i\delta} - e^{-i\delta}$ ifadeleri kullanılır ve sonuçta, bulunanlar (2.6) ve (2.10)'da (a) sınır koşulları için yerlerine konulursa;

$$E_{i1} = \left(\frac{\gamma_1 E_b + B_b}{2\gamma_1} \right) e^{-i\delta} \quad (2.22)$$

$$E_a = E_b \cos\delta + B_b \left(\frac{i\sin\delta}{\gamma_1} \right)$$

$$B_a = E_b (i\gamma_1 \sin\delta) + B_b \cos\delta \quad (2.23)$$

Eğer bu iki eşitliğin matris formu yazılırsa ;

$$\begin{pmatrix} E_a \\ B_a \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos\delta & \frac{i\sin\delta}{\gamma_1} \\ i\gamma_1 \sin\delta & \cos\delta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_b \\ B_b \end{pmatrix} \quad (2.24)$$

matrisi elde edilir bu (2x2) lik (b) sınırından (a) sınırına geçiş sağlayan “transfer matris” tir.

$$M = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{pmatrix} \quad (2.25)$$

N katlı film içinse bu matris; $\begin{pmatrix} E_a \\ B_b \end{pmatrix} = M_1 M_2 M_3 K M_N \begin{pmatrix} E_N \\ B_N \end{pmatrix}$ halini alır. Toplam transfer matris,

$$M_T = M_1 M_2 M_3 \dots M_N \quad (2.26)$$

olur. (a) ve (b) sınırlarındaki denklemler tekrar yazılırsa;

$$E_a = E_0 + E_{r1} \quad (2.27)$$

$$E_b = E_{t2} \quad (2.28)$$

$$B_a = \gamma_0 (E_0 - E_{r1}) \quad (2.29)$$

$$B_b = \gamma_s E_{t2} \quad (2.30)$$

elde edilir. Bu denklemler transfer matris haline getirilirse;

$$\begin{bmatrix} E_0 + E_{r1} \\ \gamma_0 (E_0 - E_{r1}) \end{bmatrix} = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_{t2} \\ \gamma_s E_{t2} \end{pmatrix} \quad (2.31)$$

$$E_0 \begin{pmatrix} 1+r \\ \gamma_0 (1-r) \end{pmatrix} = E_0 \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} t \\ \gamma_s t \end{pmatrix} \text{ olarak yazılır.}$$

$$\Rightarrow 1+r = m_{11}t + m_{12}\gamma_s t \quad (2.32)$$

$$\gamma_0 (1-r) = m_{21}t + m_{22}\gamma_s t \quad (2.33)$$

elde edilir. Burada,

$$r = \frac{E_{r1}}{E_0} \quad , \quad t = \frac{E_{t2}}{E_0} \quad (2.34)$$

olarak tanımlanır. Burada r yansıma katsayısı ve t geçirgenlik katsayısıdır. (2.32) ve (2.33) denklemlerinden gerekli işlemler yapılarak t ve r katsayıları ise ;

$$r = \frac{\gamma_0 m_{11} + \gamma_0 \gamma_s m_{12} - m_{21} - \gamma_s m_{22}}{\gamma_0 m_{11} + \gamma_0 \gamma_s m_{12} + m_{21} + \gamma_s m_{22}} \quad (2.35)$$

$$t = \frac{2\gamma_0}{\gamma_0 m_{11} + \gamma_0 \gamma_s m_{12} + m_{21} + \gamma_s m_{22}} \quad (2.36)$$

olarak elde edilir.

Eğer ; $\vec{E}$ geliş düzlemine dikse $\gamma_1 = n_1 \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0} \cos \theta_{t1}$ alınır. Eğer $\vec{E}$ geliş düzlemine

paralel ise; $\gamma_1 = \frac{n_1 \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}}{\cos \theta_{t1}}$ olarak alınır.

$$\gamma_1 = n_1 \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0} \cos \theta_{t1}, \gamma_1 = \frac{n_1 \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}}{\cos \theta_{t1}} \quad (2.37)$$

Normal gelişte $\cos \theta_t = 1$ olduğu için γ_1 ifadeleri aynı olur. Bu ifadeleri normal geliş durumunda inceleyelim. Transfer matris elemanlarının

$$\begin{aligned} m_{11} &= \cos \delta & m_{21} &= i n_1 \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0} \sin \delta \\ m_{12} &= \frac{i \sin \delta}{n_1 \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0}} & m_{22} &= \cos \delta \end{aligned} \quad (2.38)$$

olduğu biliniyor. Gerekli işlemler yapıldıktan sonra;

$$r = \frac{n_1 (n_0 - n_s) \cos \delta + i (n_0 n_s - n_1^2) \sin \delta}{n_1 (n_0 + n_s) \cos \delta + i (n_0 n_s + n_1^2) \sin \delta} \quad (2.39)$$

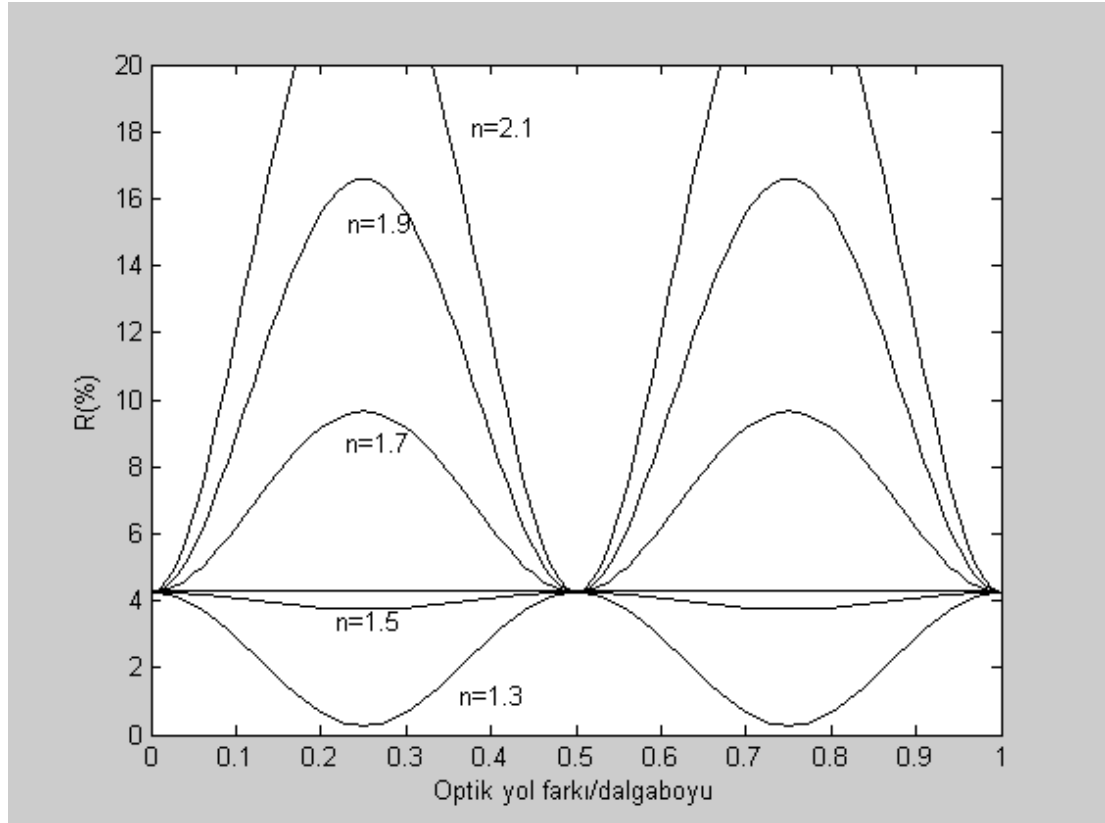
bulunur. (2.39) denklemi yardımıyla; normal geliş açısıyla gelen ışınlar için yansıtma katsayısı;

$$\begin{aligned} R &= |r|^2 \\ R &= \frac{n_1^2 (n_0 - n_s)^2 \cos^2 \delta + (n_0 n_s - n_1^2)^2 \sin^2 \delta}{n_1^2 (n_0 + n_s)^2 \cos^2 \delta + (n_0 n_s + n_1^2)^2 \sin^2 \delta} \end{aligned} \quad (2.40)$$

3. YANSITMAYICI TABAKALAR

3.1 Tek Katlı Yansıtmayıcı Film

Tek tabaka filminden yansımada; MATLAB programında yazılmış ve kırma indisi 1,52 olan bir cam üzerine beş değişik indisli filmlerin tek kat kaplanarak oluşturulmuş yansıtma oranının optik yol farkı/dalgaboyu na göre mukayesesi yapılmıştır.



Şekil 3.1 1.52 kırma indisine sahip camın üzerine beş farklı kırılma indisinde tek tabaka filmlerin yansıtmasının optik yol farkı/dalga boyuna göre grafiği.

Grafikteki düz çizgi ile gösterilen kısım kaplanmamış camı göstermektedir. Her eğri farklı film indisine sahiptir. Film indisinin büyüklüğü yansımanın artmış ya da azalmış olduğunu gösterir. Dolayısıyla filmin kırma indisi camın kırma indisinden büyükse yansıma artmış, camın kırma indisinden küçükse yansıma azalmış olmaktadır. Grafikteki eğriler $\lambda/4$ kalınlığını ya da bunun tek katlarını gösterir ki iki

türlüsü de denge artışına ya da maksimum bir indirgemeye denk gelir. Yansımada ki bu minimum ve maksimum noktalar film kalınlığına göre değişik dalga boylarındaki optik yol farkının değişimi ile ortaya çıkar. Optik yol farkı $\Delta = \lambda/4$ 'ün herhangi bir çift katı olduğu durumda yansımanın kaplanmamış camdan ibaret olduğunu gösterir. Yansıtmayıcı tek bir katman herhangi bir dalgaboyunda asla kaplanmamış camdan daha fazla yansıtamaz. $\lambda/4$ film kalınlığının önemli bir hali olarak;

Film kalınlığı eğer bu değer alınırsa büyük indislerde maksimum, düşük indislerde minimum yansıtma gözlenir.

Film kalınlığı,

$$t = \frac{\lambda}{4} = \frac{\lambda_0}{4n_1} \quad (3.1)$$

Faz farkı;

$$\delta = \left(\frac{2\pi}{\lambda_0} \right) n_1 \left(\frac{\lambda_0}{4n_1} \right) = \frac{\pi}{2} \quad (3.2)$$

Bu veriler daha önceden bulunan R denkleminin içine koyulduğu zaman çok sade bir hal almaktadır.

$$R = \left(\frac{(n_0 n_s - n_1^2)}{(n_0 n_s + n_1^2)} \right)^2 \quad (3.3)$$

normal yansıma koşulu elde edilmiş olur.

Bu denklemde $\lambda/4$ kalınlığında mükemmel bir yansıtmayıcı kaplama için gereken koşul;

$$n = \sqrt{n_0 n_s} \quad (3.4)$$

şeklinde bulunur. Burada camın kırma indisi 1.52 olarak ve havanın kırma indisi 1 olarak alındığında $n=1.23$ çıkmaktadır.

3.2 İki Katlı Yansıtmayıcı Filmler

İki katlı yansıtmayıcı filmlerin amacı tek katlı yansıtmayıcı filme göre daha az yansıtma işlemi için kullanılmasıdır. Yansımanın azalması için kaplanan tabakaların artması gerekmektedir. Tek katlı yansıtmayıcı filmde olduğu gibi iki katlı yansıtmayıcı filmde de transfer matris yöntemi uygulanacaktır. $\lambda/4$ kalınlıklarındaki filmler için gereken transfer matrisler;

$$\begin{aligned} M_1 &= \begin{bmatrix} 0 & \frac{i}{\gamma_1} \\ i\gamma_1 & 0 \end{bmatrix} \\ M_2 &= \begin{bmatrix} 0 & \frac{i}{\gamma_2} \\ i\gamma_2 & 0 \end{bmatrix} \end{aligned} \quad (3.5)$$

olarak alınır.

$$M = M_1 M_2 = \begin{bmatrix} 0 & \frac{i}{\gamma_1} \\ i\gamma_1 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 0 & \frac{i}{\gamma_2} \\ i\gamma_2 & 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -\frac{\gamma_2}{\gamma_1} & 0 \\ 0 & -\frac{\gamma_1}{\gamma_2} \end{bmatrix} \quad (3.6)$$

Matris elemanları; $m_{11} = -\frac{\gamma_2}{\gamma_1}$, $m_{12} = m_{21} = 0$, $m_{22} = -\frac{\gamma_1}{\gamma_2}$ olur. Dolayısıyla buradan da;

$$r = \frac{\gamma_2^2 \gamma_0 - \gamma_s \gamma_1^2}{\gamma_2^2 \gamma_0 + \gamma_s \gamma_1^2} \quad (3.7)$$

elde edilir. Aynı hesaplar R için yapılırsa;

$$R = \left(\frac{(n_0 n_2^2 - n_s n_1^2)}{(n_0 n_2^2 + n_s n_1^2)} \right)^2 \quad (3.8)$$

bulunur. Bu ifadeye göre iki katlı yansıtmayıcı film için seçilmesi gereken indisler

$$\frac{n_2}{n_1} = \sqrt{\frac{n_s}{n_0}} \quad (3.9)$$

ifadesine göre bulunur.

3.3. Üç Katlı Yansıtmayıcı Filmler

Üç katlı ya da daha çok katlı kaplamalar daha geniş bir bölgede daha düşük bir yansıma sağlıyorlar. Üç katlı yansıtmayıcı sistemin hesaplaması için iki katlı yansıtmayıcı sistem için kullanılan yol izlenecektir.

$$M_1 = \begin{bmatrix} 0 & \frac{i}{\gamma_1} \\ i\gamma_1 & 0 \end{bmatrix} \quad M_2 = \begin{bmatrix} 0 & \frac{i}{\gamma_2} \\ i\gamma_2 & 0 \end{bmatrix} \quad M_3 = \begin{bmatrix} 0 & \frac{i}{\gamma_3} \\ i\gamma_3 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.10)$$

$$M = M_1 M_2 M_3 \quad (3.11)$$

Üç katmanın da $\lambda/4$ kalınlığında olduğu durumda sıfır yansıma;

$$\frac{n_1 n_3}{n_2} = \sqrt{n_0 n_s} \quad (3.12)$$

ifadesine göre bulunur.

4. SOL-GEL YÖNTEMİ

Sol – gel yönteminin ilk ortaya çıkış tarihi 1846 yılına denk gelmektedir. Bu yıllarda sol – gel yöntemi hidroliz reaksiyonunu kapsıyordu. Daha sonra 1939’ da sol-gel yöntemiyle SiO_2 tabakalar elde edildi. İkinci dünya savaşından sonra arabaların dikiz aynalarında (1953), 1964’te yansıtımayıcı tabakalar olarak ve 1969 da düz cam üzerine kaplanan solar yansıtıcılar olarak kullanıldı. Bundan başka SiO_2 ve TiO_2 in belirli oranlarda karıştırılmasıyla da değişik kaplamalar yapıldı. Yansıtımayıcı tabakaların optik gereksinimlerin birçoğu sol-gel yöntemi ile giderilmiştir. Katı maddeler, sıvılar içinde dağılmış olarak dururlarsa bu sisteme sol denilir. Solde, tanecikler dibe çökmemelidir. Van der Waals ve elektriksel çekim kuvvetleri, yerçekimi kuvvetine oranla baskın olduğu için dibe çökme olmaz. Eğer molekül çözelti içinde genişleyerek büyük bir boyuta ulaşırsa, bu maddeye jel denilir. Katı yapının devamlılığı, jele elastik bir özellik kazandırır. Sol–gel yöntemi, teknolojiye oldukça önemli bir yer tutmaktadır, bunu sebebi de diğer ince film kaplama yöntemlerine göre bir çok üstünlüğe sahip olmasıdır. Bunlar şöyle sıralanabilir : Kaplanan film, taşıyıcının her yerinde aynı kalınlıktadır, saftır, sol–gel yöntemi yüksek sıcaklıklar gerektirmez, normal laboratuvar şartlarında çalışılabilir, enerji tasarrufu sağlar, hava kirliliğine en az seviyede sebep olur, kullanılan kimyasal zararsız olduğu müddetçe yöntem tehlikesizdir, teknolojik açıdan kullanılabilir olan maddeleri bulma kolaydır, gözenekli yapı oluşur, sol-gel yöntemi yüzey şekli ile sınırlı değildir. Bu üstünlüklerinin yanında, sol-gel yönteminin bazı dezavantajları da vardır. Kullanılan kimyasal malzeme zor bulunuyor ise maliyet yüksek olur, kaplama sırasında kayıp fazla olur, filmlerde karbon çökeltisi kalır, kullanılan kimyasal sağlığa zararlı olabilir (Kurşun ya da Kadmiyum Sülfür gibi).

4.1 Sol-Gel Yönteminde Kullanılan Bileşenler

4.1.1 Metal Alkoksitler

Sol hazırlamada kullanılan temel bileşen olarak metal alkoksitler genel olarak $M(OR)_x$ şeklindedirler. x , valans durumunu gösterir. M , kaplanacak metal malzemedir. R ise herhangi bir alkil grubudur; CH_3 (metil), C_2H_5 (etil), $H_3C(\cdot C)HCH_3$ (iso propil) gibi. Metal alkoksitler, yüksek elektro negatif OR grubu bulundurdıkları için oldukça reaksiyon vericidirler. Bunların alkil grubu değiştirilerek metal oksitlerin fiziksel özellikleri değiştirilebilir.

4.1.2 Katalizörler

Reaksiyonun hızını değiştiren ama reaksiyona girmeden aynen çıkan malzemelerdir. Asit ya da baz esaslı olabilirler.

4.1.3 Alkoller

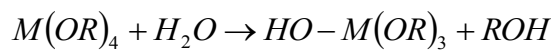
Bir alkil ya da başka bir moleküle OH grubu ekleyerek oluşturulan moleküldür. Sol-gel yönteminde genelde başlangıç malzemesi olarak kullanılır ve metal oksitler ile tepkimeye girer. Genel olarak $C_nH_{2n+1}OH$ ile ifade edilirler. $n = 1$ için metanol, $n = 2$ için etanol, $n = 3$ için propanol, ... şeklinde isimlendirilirler.

4.2 Sol-Gel Oluşumu

İki tür reaksiyon sonucunda sol oluşur:

4.2.1 Hidroliz Reaksiyonu

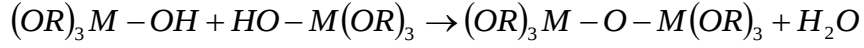
Hidroliz reaksiyonu,



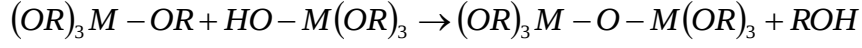
şeklinde yazılabilir. Burada ROH , bir alkol olup hidroliz tepkimeleri su ve katalizör miktarına bağlı olarak tüm OR grupları OH olana kadar devam edebilir.

4.2.2 Yoğunlaştırma Reaksiyonu

Bu reaksiyonda, hidrolize uğrayan iki malzeme, oksijen köprüsü ile bağlanırlar.



Bileşenlerden biri hidrolize uğramamışsa reaksiyon



şeklinde gerçekleşir. Bu sefer, reaksiyonun ürünleri hidrolize uğramış olurlar. Bu ürünler tekrar birleşerek yoğunlaştırma reaksiyonunu gerçekleştirirler. Yoğunlaştırma tepkimesi ile büyük silikon bazlı moleküller elde etmek mümkündür. Bu olaya polimerizasyon denilir. Polimer; genel olarak büyük çaplı bir moleküldür ve monomerden oluşmuştur.

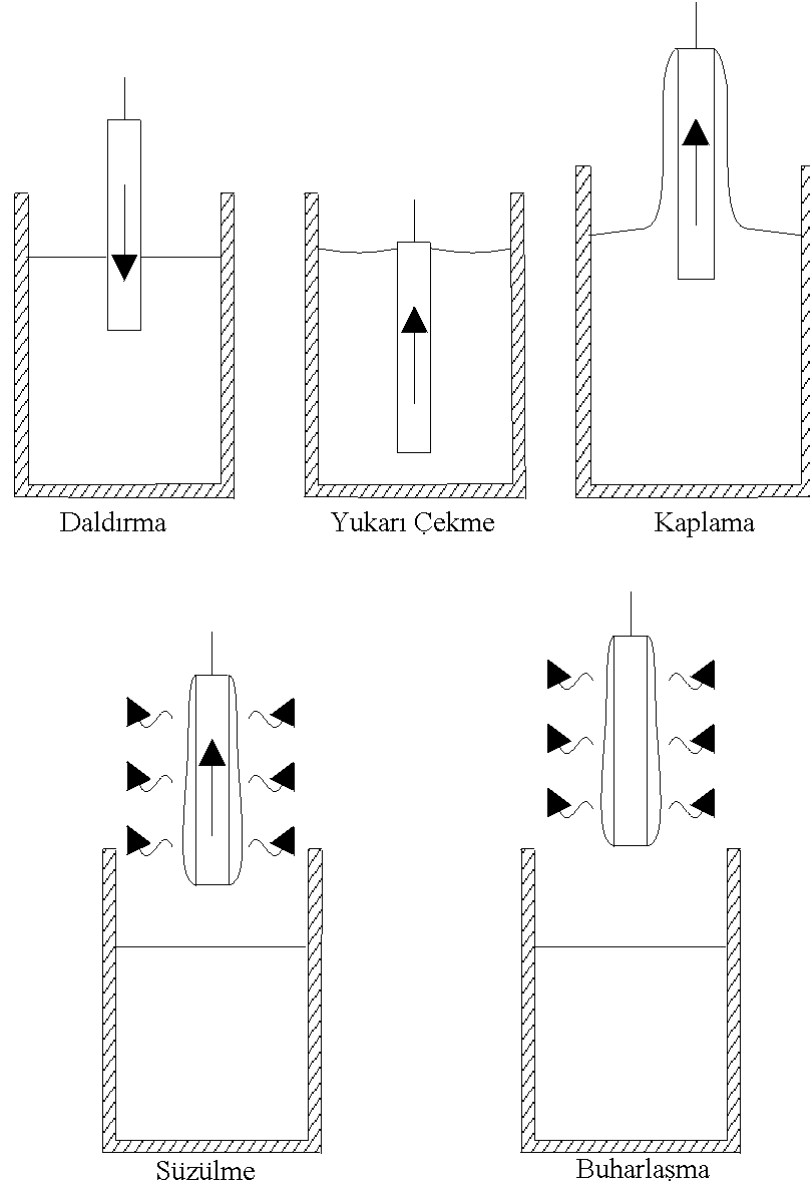
4.3 Sol – Gel ile Film Kaplama Teknikleri

Sol- gel yöntemiyle bir çok film kaplama tekniği olsa da laboratuvarımızda iki çeşit kaplama yapılmaktadır. Bu kaplama yöntemleri; daldırma ve döndürme yöntemidir.

4.3.1 Daldırma Yöntemi

Sol-gel kaplamanın en önemli yöntemlerinden biridir. Bir cam taşıyıcının, hazırlanan sol içerisine belli bir hızda daldırılıp aynı hızda dışarı çekilmesi esasına dayanmaktadır. Yöntemin avantajları şunlardır : Düzgün kalınlık elde edilir, kalınlık kontrol edilebilir, çok katlı kaplamalara izin verir, fazla miktarda numune aynı anda ekonomik bir şekilde kaplanabilir, tüp, boru, çubuk gibi farklı geometriye sahip numuneler de kolaylıkla kaplanabilir.

Daldırma yöntemi, 5 aşamadan oluşur. Bu aşamalar, Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Daldırma aşamasında, taşıyıcı malzeme (genelde cam) sabit bir hızla solün içine daldırılır. Daldırma bitince, taşıyıcı solün içinde bekletilmeden aynı hız ile hemen yukarı çekilmeye başlanır. Bu, yukarı çekme aşamasıdır. Laboratuvarımızdaki daldırarak kaplama aleti, 10 mm/dak.’dan 107 mm/dak.’ya kadar olan hızlarda kaplama yapabilmektedir. Kaplama aşamasında, taşıyıcının solden çıkan kısımları sol ile kaplanmış olur. Süzülme aşamasında, taşıyıcının üstüne kaplanan sol taşıyıcının kenarlarından damla damla süzülür. Buharlaştırma aşamasında ise; taşıyıcıdan damla damla süzilemeyen fazla solün alkol çözücüsü, buharlaşarak uçar. Bu aşamalar sonucunda, taşıyıcının üstünde kalan kısım, fırınlama işleminden sonra film olur.



Şekil 4.1 Daldırarak film kaplama yönteminin aşamaları.

Daldırarak kaplama yönteminde filmin kalınlığı,

$$h = 0.94 \frac{\left(\eta u^{\frac{2}{3}} \right)}{x_{Lv}^{\frac{1}{6}} (\rho g)^{\frac{1}{2}}} \quad (4.1)$$

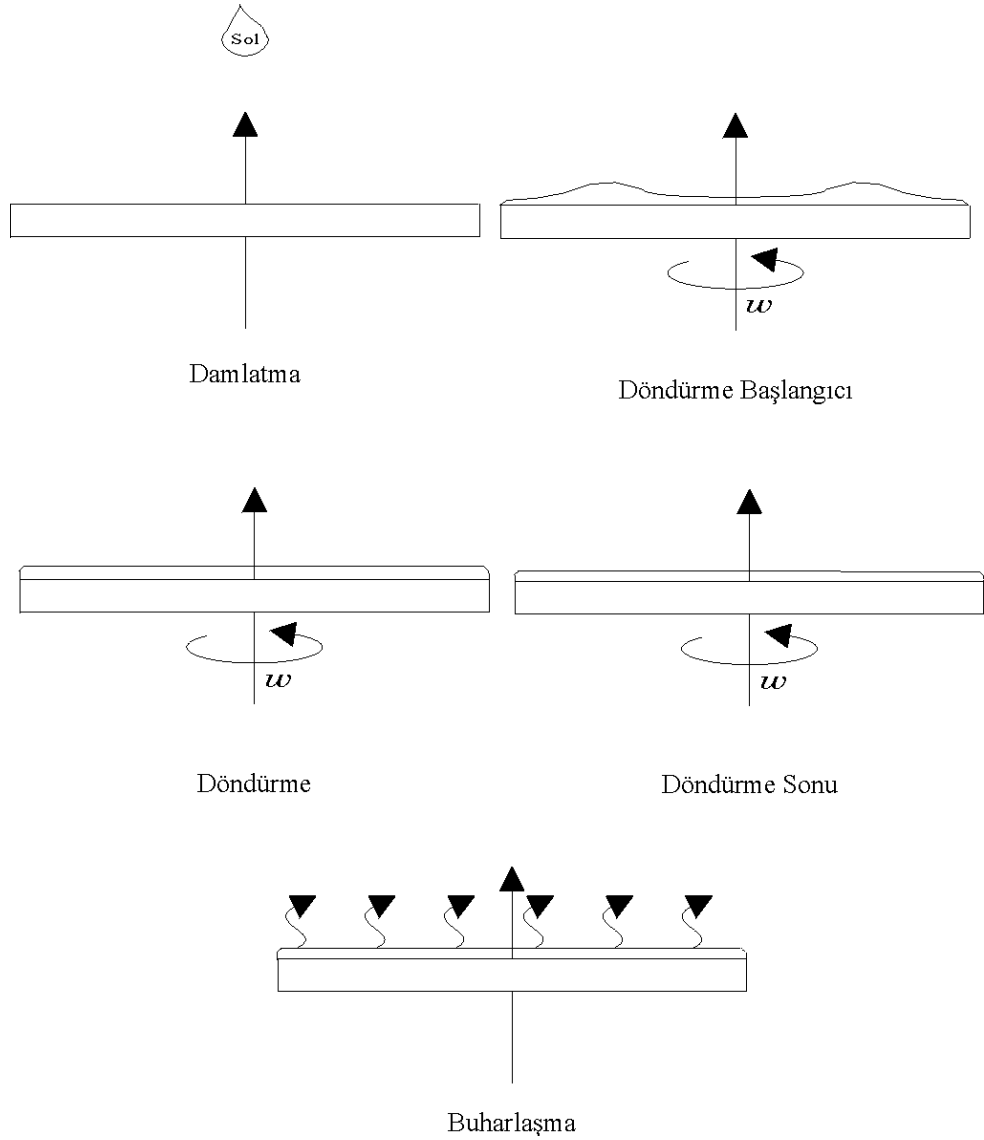
şeklinde verilen Landau – Levich bağıntısı ile belirlenebilir. Bu ifadede h , filmin kalınlığı; η , solün viskozitesi; u , taşıyıcıyı solün içine daldırma hızı; ρ , solün yoğunluğu; x_{Lv} , sıvı buhar gerilimi (Sol, alkol içerdiği için buharlaşır, gaz olur. Sıvı faz ile gaz faz arasındaki gerilimin ölçüsü x_{Lv} 'dir.); g ise yerçekimi sabitidir. Daldırarak kaplama yönteminde taşıyıcının sol içine daldırılma hızı u ile film

kalınlığı h doğru orantılıdır. Taşıyıcı sole ne kadar hızlı daldırılıp çıkartılırsa film o kadar kalın olur. Bu yöntemin üzerinde durulması gereken önemli bir özelliği de film kalınlığının taşıyıcıyı sole daldırıp çıkarma esnasında zamanla değişmemesidir.

Daldırarak kaplama yönteminde, taşıyıcının sadece bir yüzünü kaplamak için taşıyıcının diğer yüzü bant ile kapatılır. Kaplama sonrasında kaplanmış taşıyıcılar fırında ısıtılma işlemine tabi tutulurlar. Isıl işleminden sonra, bir kat daha kaplamak için soğumaları beklenir. Bu işlem, istenilen katman sayısına erişilene kadar devam eder. Ardından, taşıyıcının arka yüzündeki bant sökülür.

4.3.2 Döndürme Yöntemi

Bu yöntem, taşıyıcının yatay olarak bir eksen etrafında döndürülürken üzerine sol damlatılması ve solün merkezkaç kuvvetinin etkisiyle taşıyıcı yüzeyine yayılması esasına dayanmaktadır. İnce film laboratuvarında kullanılan döndürerek kaplama aleti, 4000 devir/dak. hıza kadar kaplama yapabilmektedir. Döndürerek kaplama yöntemi 5 kısımdan oluşmaktadır. Damlatma aşamasında, dönecek yüzeye sabitlenmiş olan taşıyıcı üzerine sol damlatılır. Başlangıçta durmakta olan taşıyıcı döndürülür. Taşıyıcı, mümkün olan en kısa sürede istenilen dönme hızına ulaşmalıdır. Çünkü dönme hızının sabit olması, film kalınlığının düzgün olmasını etkileyecektir. Dönme sırasına, taşıyıcı üzerine damlatılmış sol, merkezkaç kuvvetinin etkisi ile taşıyıcının tüm yüzeyine yayılır. Eğer sol fazla miktarda damlatılmışsa, fazlalık sol taşıyıcı üzerinden savrulur. Dönme esnasında, filmin kalınlığı azalır. Dönme sonunda, filmin kalınlığı taşıyıcının her yüzeyinde aynı olur. Ardından buharlaşma aşaması gelir. Taşıyıcı bu işleminden sonra fırınlanır. Döndürme yönteminin aşamaları, Şekil 4.2’de gösterilmiştir.



Şekil 4.2 Döndürerek film kaplama yönteminin aşamaları.

Döndürerek kaplama yönteminde, kalınlık zamanla değişir. Kalınlığın zamana bağlı ifadesi,

$$h(t) = \frac{h_0}{\left(1 + \frac{4\rho\omega^2 h_0^2 t^2}{3\eta}\right)^{1/2}} \quad (4.2)$$

şeklindedir. Bu ifadede h_0 , başlangıç kalınlığı; ρ , solün yoğunluğu; ω , açısal frekans; η ise solün viskozitesidir. Döndürerek kaplama yönteminde taşıyıcının döndürülme hızı ω ile film kalınlığı h ters orantılıdır. Taşıyıcı ne kadar hızlı döndürülürse film o kadar ince olur. Çünkü; taşıyıcı çok hızlı döndürülürse taşıyıcı üzerine damlatılan sole etkiyen merkezkaç kuvveti o kadar büyük olur ve sol

damlacıkları bu kuvvetin etkisi ile savrulur. Böylece taşıyıcı üzerinde daha az miktarda sol kalır ve film daha ince olur. Bu yöntemde ise; daldırarak kaplama yönteminin tersine, film kalınlığı dönme esnasında zamanla değişir. Döndürerek film kaplarken, taşıyıcıyı sabit hız ile döndürmek çok önemlidir. Dönme esnasında solün alkol kısmı buharlaşır. Böylece taşıyıcı üzerinde bulunan sıvı miktarı azalır. Bunun ölçüsü, kütle transfer katsayısıdır. Sabit hız ile taşıyıcıyı döndürmek, kütle transfer katsayısının düzenli olmasını sağlar. Dönme işlemi sonunda elde edilecek kalınlık; e , kütle transfer katsayısına bağlı bir değer; ρ_A , birim hacimdeki uçucu maddenin miktarı; ρ_A^0 ise ρ_A 'nın başlangıç değeri olmak üzere

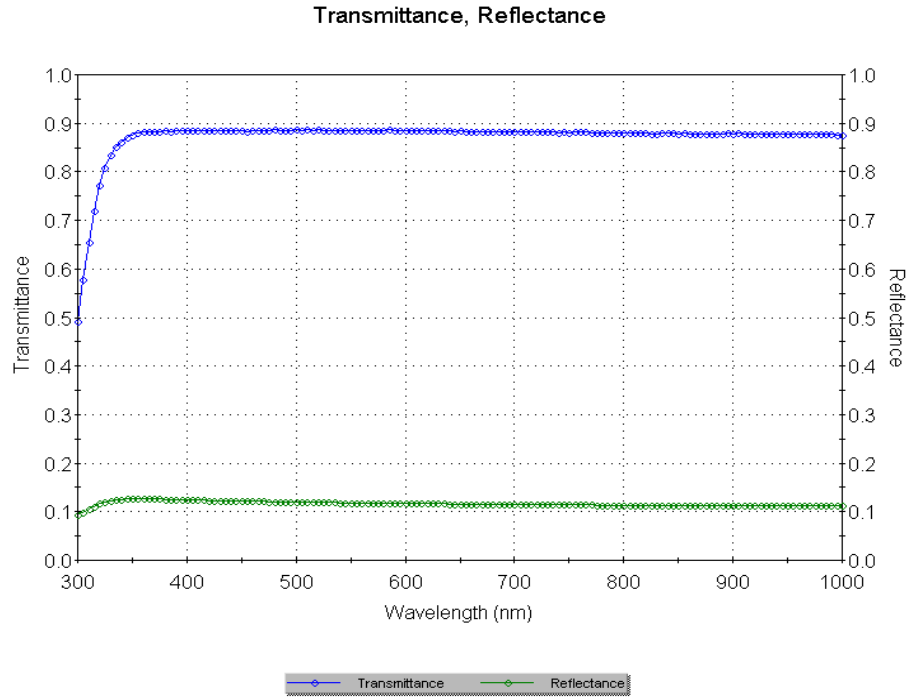
$$h_{toplam} = \left(1 - \frac{\rho_A^0}{\rho_A}\right) \cdot \left(\frac{3\eta e}{2\rho_A^0 \omega^2}\right) \quad (4.3)$$

ifadesi ile bulunabilir.

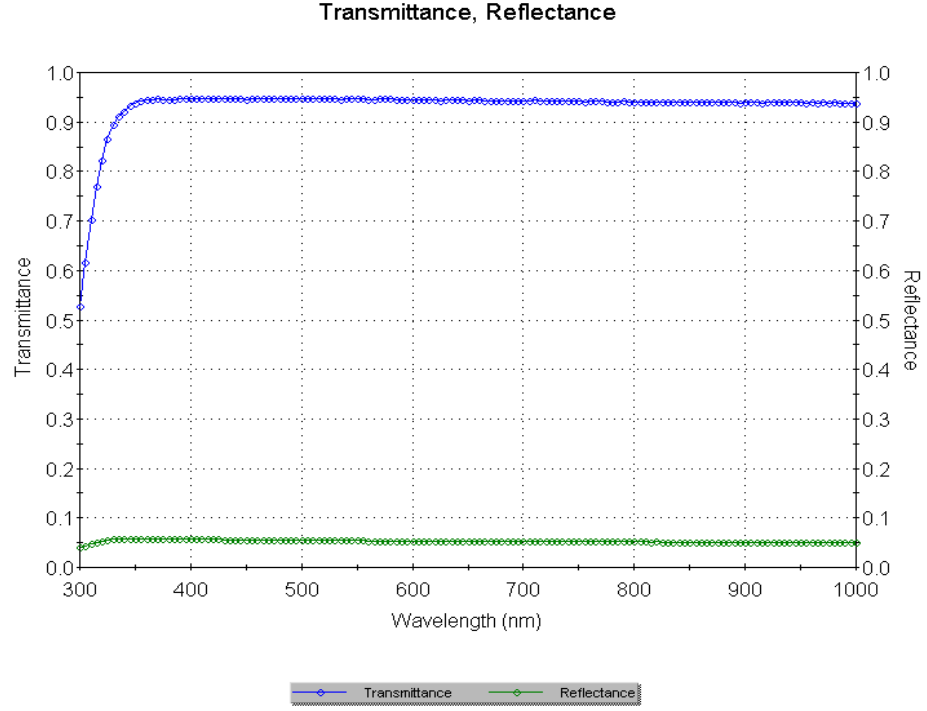
5. DENEYSEL ÇALIŞMA

5.1 Taşıyıcı

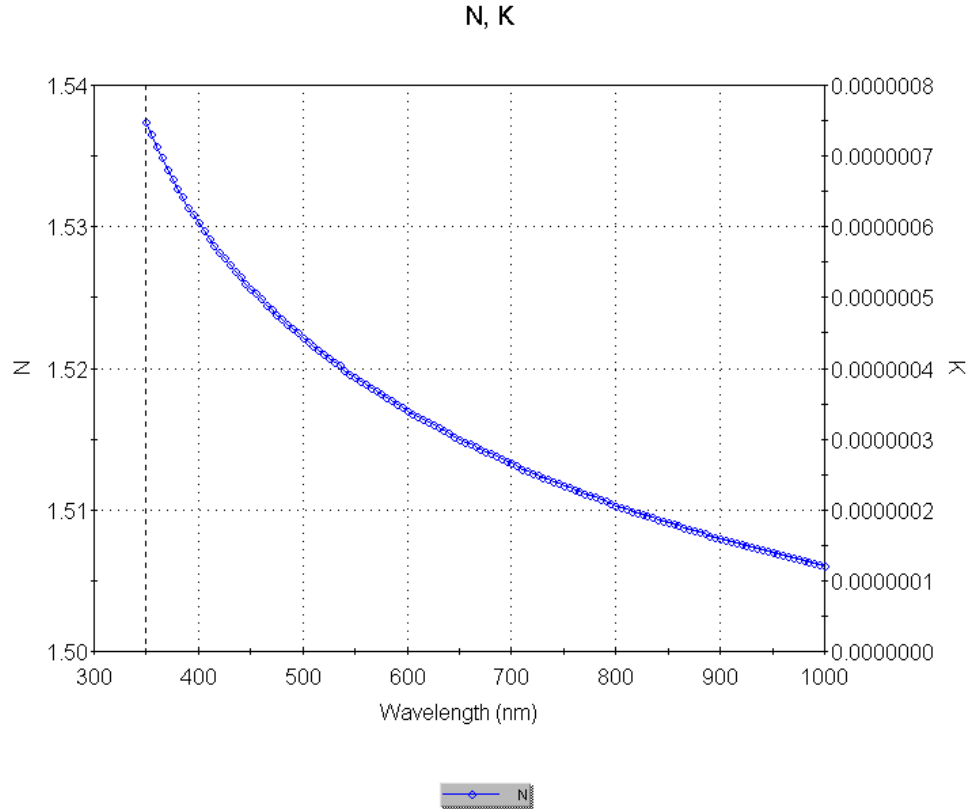
Yapılan bütün deneylerde taşıyıcı olarak 1 mm kalınlığında özel Corning 2947 model cam kullanılmıştır. Döndürme metodu ile kaplama yapıldığından camlar kare olarak kesilip temizlenmiştir. Bu taşıyıcının geçirgenliği yaklaşık olarak %89, yansıtması ise yaklaşık olarak %11 civarındadır. Aynı zamanda taşıyıcının görünür bölgenin orta kısmında yani 550 nm deki kırma indisi 1.52 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 5.1 Corning 2947 model camın S polarizasyonda yansıtma ve geçirgenlik değerleri.



Şekil 5.2 Corning 2947 model camın P polarizasyonda yansıtma ve geçirgenlik değerleri.



Şekil 5.3 Kaplanmamış corning 2947 model camın kırma indisinin dalga boyuna göre grafiği.

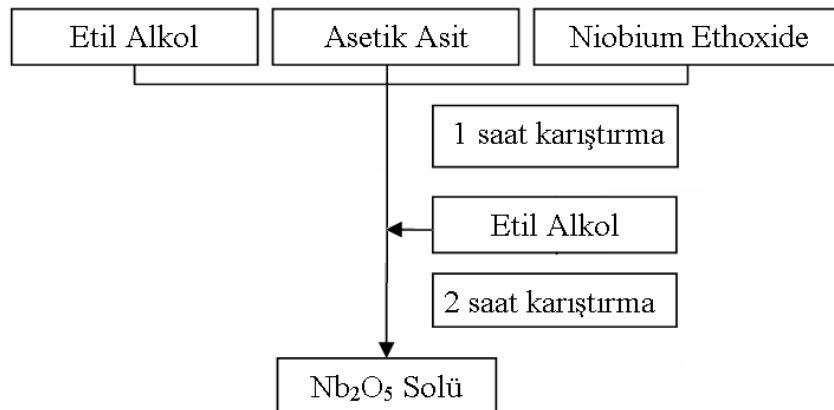
5.2 Taşıyıcı Temizliği

Kaplamaya başlamadan önce camın üzerindeki kirlerden iyice arındırılması gerekmektedir. Camın yüzeyindeki kir ve toz taneleri deneysel çalışmada yansıtma ve geçirgenlik verilerini doğrudan etkilemektedir. Temizleme işleminde, camlar pamuk yardımıyla camın kendisine ait özel deterjanı ile iki yüzeyinin de ovularak temizlenmesini gerektirir. Daha sonra camlar durulama işleminden geçirilir ve içine aseton ilave edilmiş büyük bir behere konulur. Bu beher ultrasonik temizleyici içinde 13 dakika süre zarfında temizleme işlemine tabi tutulur. Ultrasonik temizleyici sistem, camın gözle görülemeyen gözenekleri içine girmiş olan parçacıkları temizlemekte kullanılan hassas bir sistemdir. Bu cihaz yüksek genlikte ses dalgaları üretir ve bununla birlikte bu ses dalgaları içinde bulunduğu sıvıyı sıkıştırıp bırakarak dalgalar yaratır. Bu dalgaların sonucunda cam yüzeyinde küçük baloncuklar oluşur. Bu baloncukların çökmesi sonucu meydana gelen kuvvetle cam üzerindeki gözle görülemeyen parçacıklar camın yüzeyinden ayrılmış olurlar.

5.3 Sol Hazırlanması

Nb_2O_5 ve SiO_2 sollarının ayrı ayrı reçeteleri şekilde verilmiştir. Bu sollar kendilerine has reçetelerce hazırlanıp daha sonra sistem oluşturmaya elverişli oranlarda birbirlerine karıştırılmışlardır. Solların hazırlandığı süre zarfında deney alanının sıcaklığı yaklaşık olarak $21\text{ }^\circ\text{C}$ ve nem oranı yaklaşık %45 civarındadır. Yapılan bütün deneylerde ve solların hazırlanması sırasında deney alanının sıcaklığı ve nem oranı sabit tutulmaya çalışılmıştır.

5.3.1 Nb_2O_5 Solünün Hazırlanması

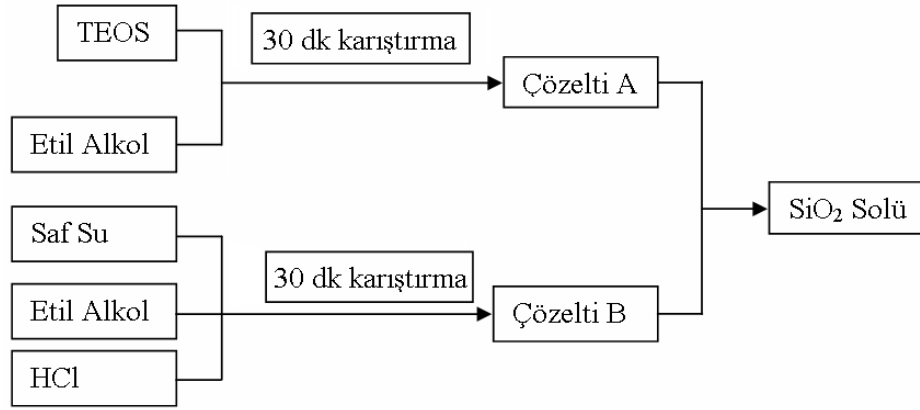


Şekil 5.4 Nb_2O_5 solünün hazırlanması

Nb_2O_5 solünün hazırlanması aşamasında 4 ml etil alkol (C_2H_5OH), 0.5 ml asetik asit (CH_3OOH) ve 0.2 ml niyobyum ethoxide ($Nb_2(OC_2H_5)_5$) manyetik karıştırıcı yardımıyla 1 saat boyunca karıştırılır. 1 saat sonra behere 4 ml etil alkol daha eklenir ve 2 saat daha karışması sağlanır.

5.3.2 SiO_2 Solünün Hazırlanması

SiO_2 solü hazırlanmasında, iki beher kullanılmaktadır. 1. behere 5.35 ml TEOS (teraetilortosilikat, $Si(OC_2H_5)_4$) ve 10.6 ml etil alkol eklenir ve 30 dakika boyunca karıştırılır. İkinci behere, 6.76 ml saf su, 10.6 ml etil alkol ve 0.96 ml hidroklorik asit (HCl) katılır ve 30 dakika karıştırılır. Otuz dakika sonunda ikinci beherdeki karışım birinci behere ağır ağır ilave edilir ve 30 dakika daha karıştırılır. Şekil 5.5'te de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 5.5 SiO_2 solünün hazırlanması

5.4 $Nb_2O_5 - SiO_2$ Katmanlı İnce Filmlerin Hazırlanması

Soller birbirlerine karıştırılmadan önce ayrı ayrı hazırlanmıştır. Değişik oranlarda Nb_2O_5 solü, SiO_2 solüne katılarak çeşitli karışımlar hazırlanmıştır. Bu oranlar Nb_2O_5 solünü %10 dan başlatılarak %20, %30, %40, %50, %60 oranına kadar çıkılmıştır. Karışımın içine %70 oranında Nb_2O_5 solü katılması mümkün olmamıştır. Karışıma % 70 Nb_2O_5 karıştırılmasında jelleşme meydana geldiğinden en fazla % 60 Nb_2O_5 ile çalışılmıştır. Uygun film kalınlığı 4000 devir/dakika lık hızda elde edildiğinden cihaz 4000 devir/dakika döndürme hızına ayarlanmıştır. En yüksek devirde kaplama yapılmasından daha sonra, kaplanan filmler 100 °C de 15 dakika boyunca kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Bu karışımların yanı sıra saf Nb_2O_5 ve

saf SiO₂ solları ile ayrı ayrı filmler yine 4000 devir/dakika döndürme hızında kaplanmış ve 15 dakika boyunca kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Şekil 5.6'da Nb₂O₅ ve SiO₂ karışımı ince filmlerin hazırlanışı şematik olarak verilmiştir.

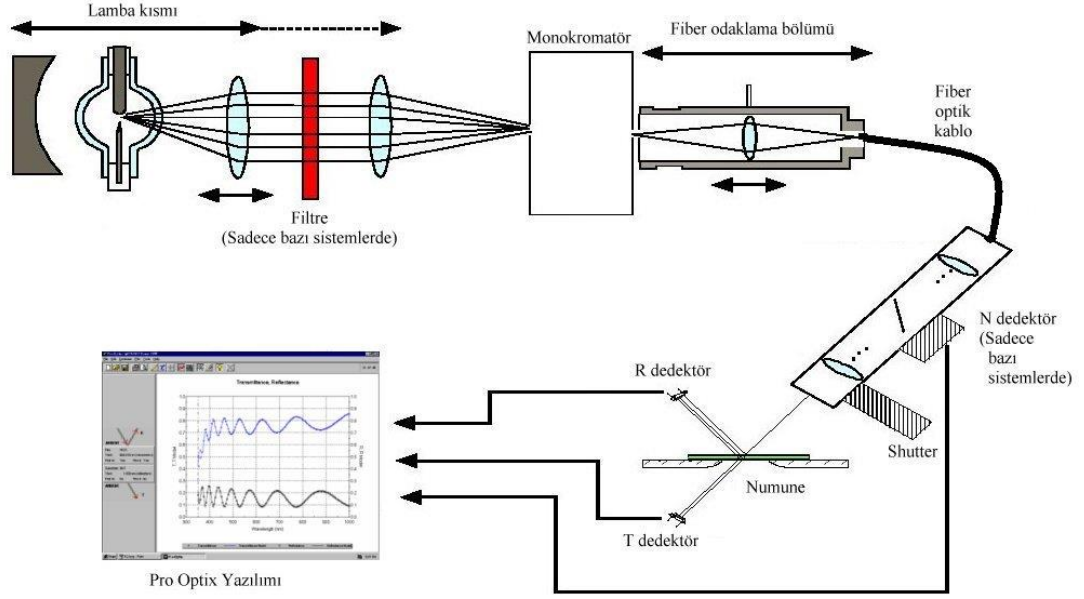


Şekil 5.6 Nb₂O₅ - SiO₂ karışımli ince filmlerin hazırlanması

5.5 Üç Katlı Yansıtımayıcı Film Sisteminin Hazırlanması

Deneyisel çalışma boyunca farklı oranlarda Nb₂O₅ - SiO₂ karışımları elde edilmiştir. Elde edilen karışımlarla kaplanan filmlerin ölçümleri ve analizleri sonucunda üç katlı yansıtımayıcı film elde etmeye en uygun kalınlık ve kırma indisi değerleri bulunmuştur. Bu sistemin hazırlanması 4000 devir/dakika döndürme metodu ile taşıyıcının tek yüzüne kaplamalar yapılması ile sağlanmıştır. Yapılan sistemde taşıyıcının bir yüzüne bir kat %60 Nb₂O₅ - %40 SiO₂ (n₁), 5 kat Nb₂O₅ (n₂) ve bir kat yine %60 Nb₂O₅ - %40 SiO₂ (n₁) kaplanmıştır. Her kat sonrası kurutma işlemi için 100 °C lik fırında 15 dakika boyunca beklenmiştir.

5.6 Ölçüm ve Analiz Aleti (NKD7000 Optik Ölçüm Sistemi)



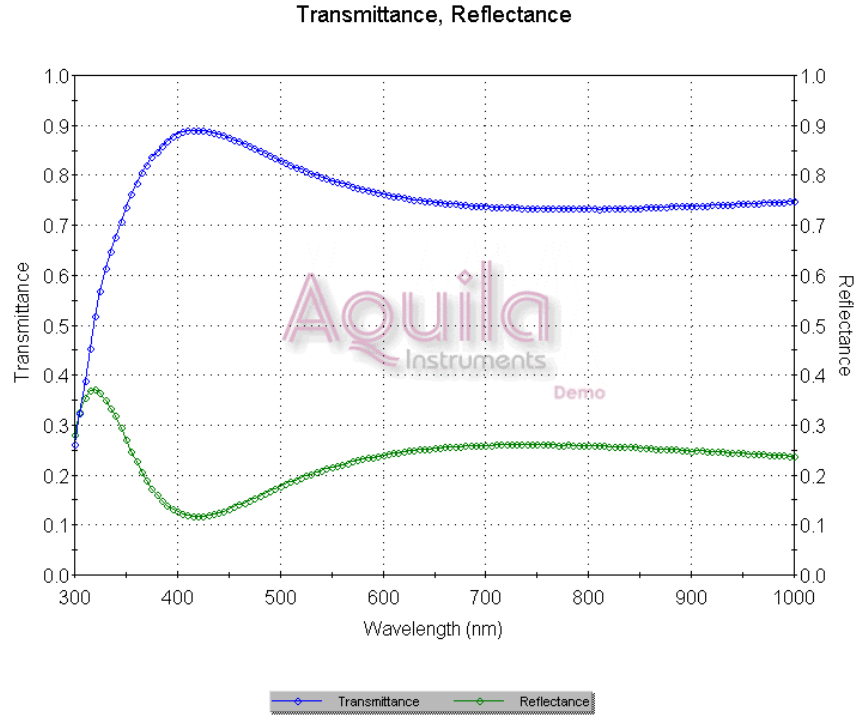
Şekil 5.7 NKD 7000 optik ölçüm sistemi.

NKD7000 optik sistemi ile yansıtma ve geçirgenlik aynı anda ölçülmektedir. Sistemle birlikte kullanılan bir yazılım ile filmin kırma indisi (n), söndürme katsayısı (k), kalınlığı (d) hesaplanabilmektedir. Bu ölçüm sisteminde ışık örnek üzerine 30° 'lik açı ile gelmektedir.

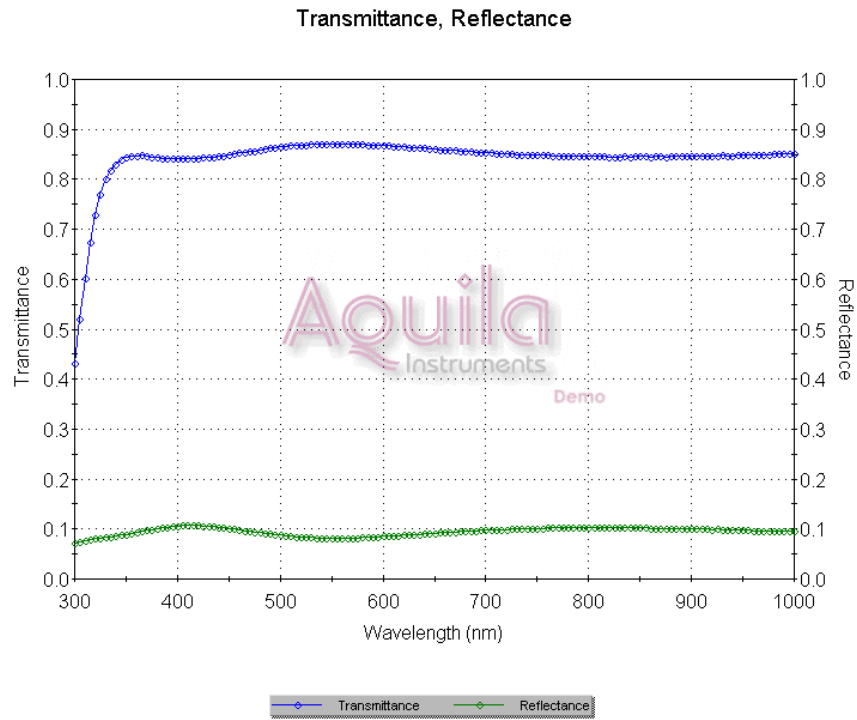
5.7 Ölçüm Sonuçlarında Elde Edilen Veriler

Elde edilecek sistemin katmanlarını oluşturacak Nb_2O_5 filminin, SiO_2 filminin ve çeşitli oranlardaki $Nb_2O_5 - SiO_2$ karışımlarının yukarıda açıklanan işlemlere tabi tutulduktan sonra geçirgenlik ve yansıtma değerlerinin ayrıca kırma indislerinin dalga boyuna göre grafiği S polarizasyonda NKD7000 optik ölçüm aletinden elde edilmiştir.

5.8 100°C' de Nb₂O₅ ve SiO₂ İnce Filmleri

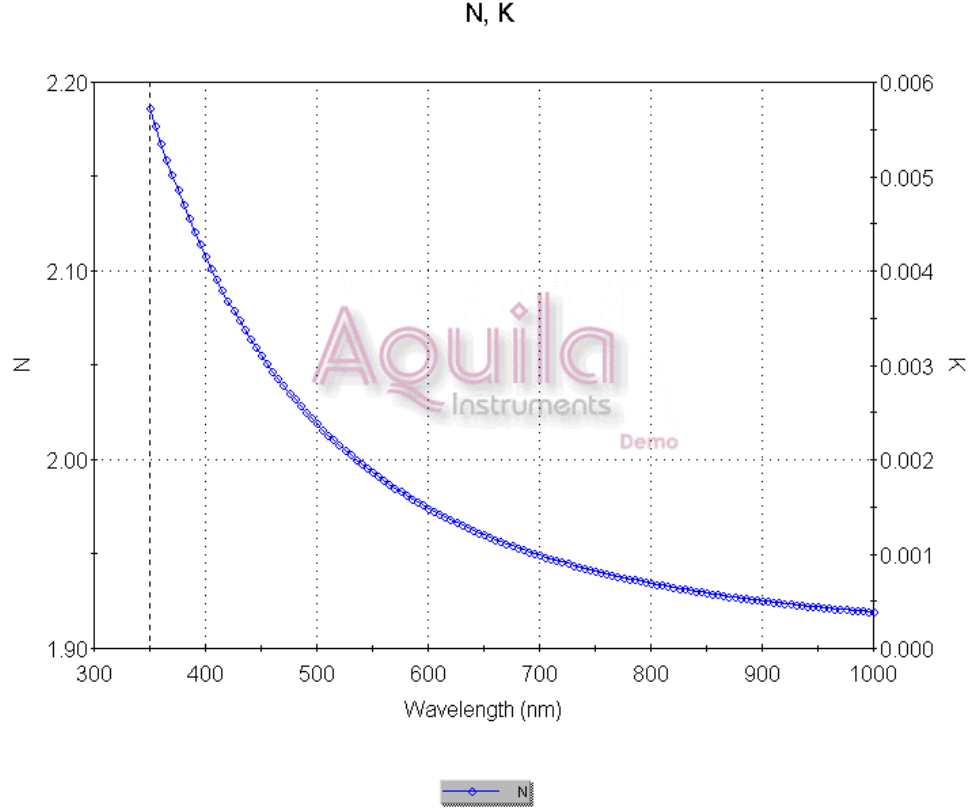


Şekil 5.8 %100 Nb₂O₅'un dalga boyuna göre yansıtma ve geçirme oranları (S polarizasyon)

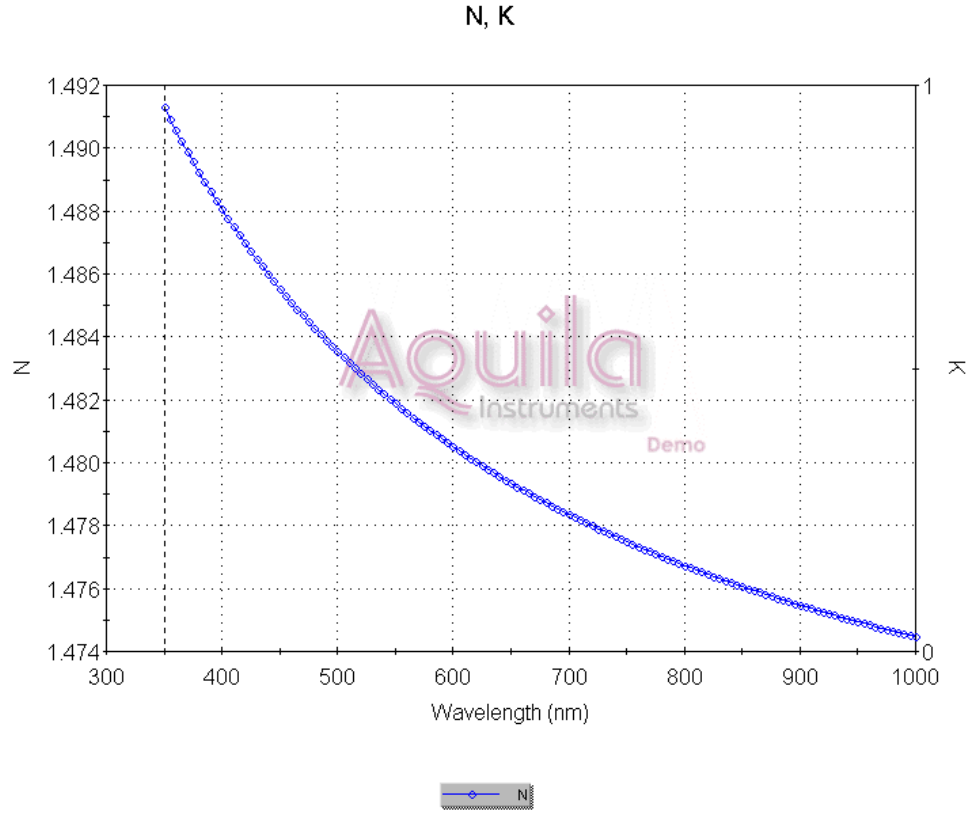


Şekil 5.9 %100 SiO₂'in dalga boyuna göre yansıtma ve geçirme oranları (S polarizasyon)

4000 devir/dakika döndürme hızında kaplanmış olan Nb₂O₅ - SiO₂ ince filmlerinin geçirgenlik/yansıtma – dalga boyu grafikleri sırasıyla Şekil 5.8 ve Şekil 5.9 da görülmektedir. Söz konusu filmlerin Şekil 5.8 ve Şekil 5.9 da gösterilen yansıtma/geçirgenlik – dalga boyu grafiklerinin analizlerinden Nb₂O₅ ve SiO₂ filmlerinin indis değerleri sırasıyla Şekil 5.10 ve Şekil 5.11 de verilmiştir.



Şekil 5.10 %100 Nb₂O₅'un kırma indisinin dalga boyuna göre grafiği

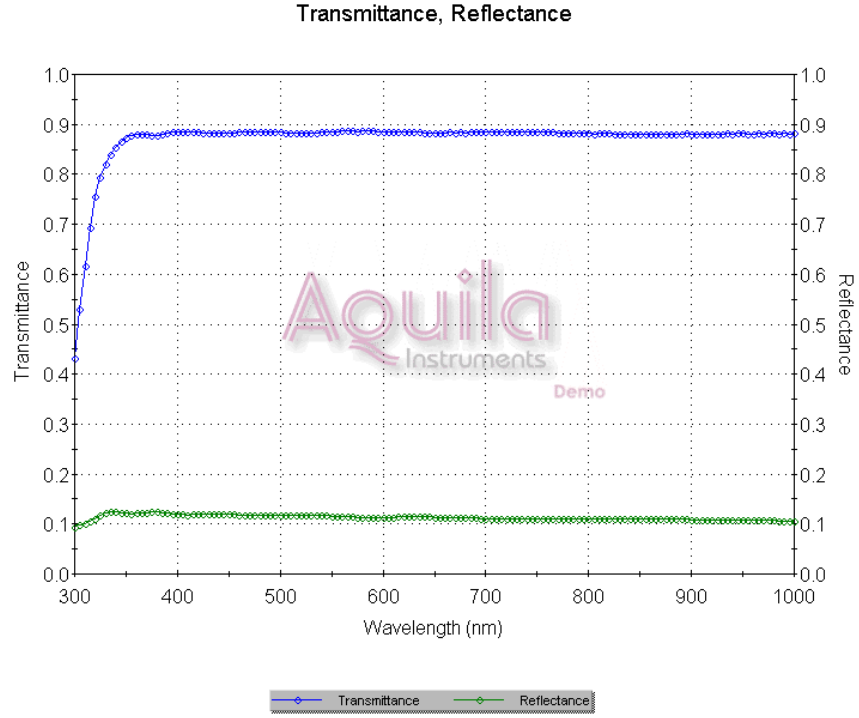


Şekil 5.11 %100 SiO₂'in kırma indisinin dalga boyuna göre grafiği

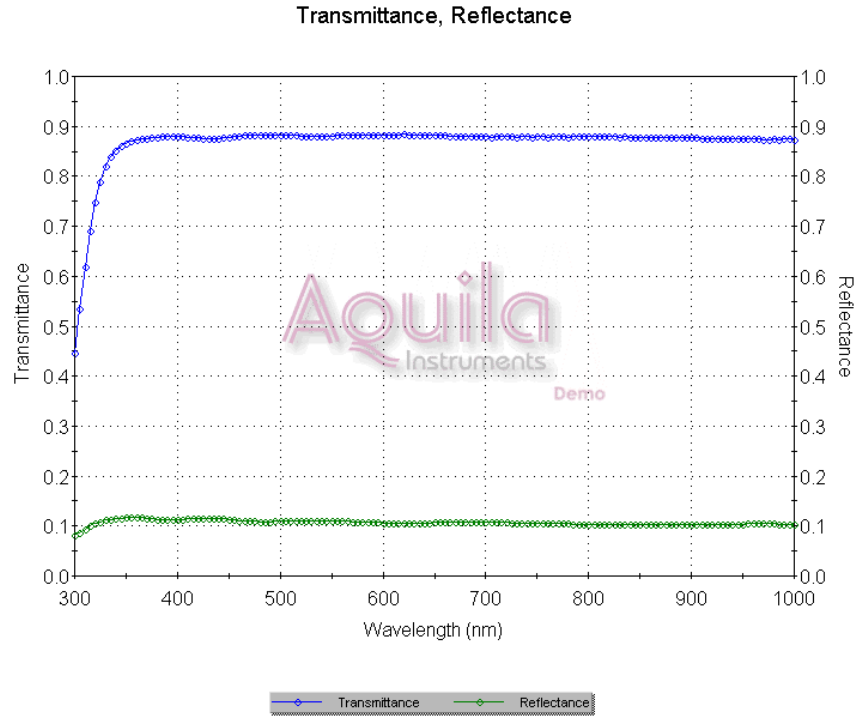
Şekil 5.10 ve 5.11 de grafiğe bakıldığında Nb₂O₅'un SiO₂'e göre çok yüksek bir kırma indisine sahip olduğu gözlenmiştir. Bu grafiklere göre; SiO₂ için kırma indisi 400 nm' de 1.488, 500 nm' de 1.483, 550 nm' de 1.482, 600 nm' de 1.481 ve 700 nm' de 1.478 olarak elde edilmiştir. SiO₂ 1 kat olup kalınlığı 90 nm civarındadır.

Nb₂O₅ filmlerinin kırma indisleri ise , 400 nm' de 2.1, 500 nm' de 2.01, 550 nm' de 1.99, 600 nm' de 1.97, 700 nm' de 1.94 olarak kırma indisi vermiştir. Nb₂O₅ 4 kat olup toplam kalınlığı 103 nm civarındadır, dolayısıyla bir katmanın kalınlığı yaklaşık olarak 25 nm civarındadır.

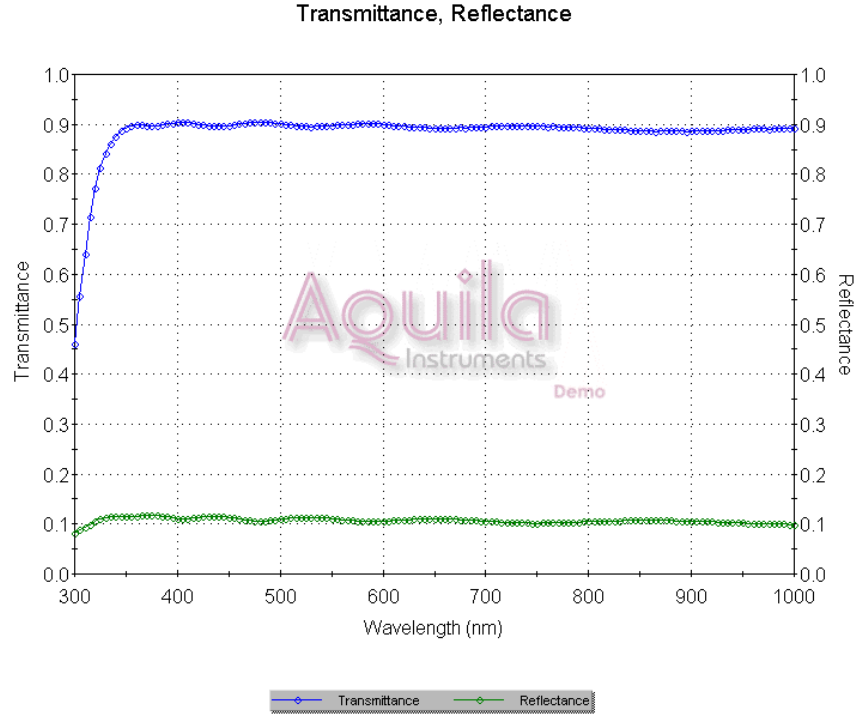
Çeşitli yüzde oranlarında karıştırılmış Nb₂O₅ - SiO₂ filmlerinin yansıtma/geçirgenlik dalga boyu grafikleri ise Şekil 5.12 ile 5.15 arasında, kırma indisi/dalga boyu grafikleri ise 5.16 ile 5.19 arasında verilmiştir.



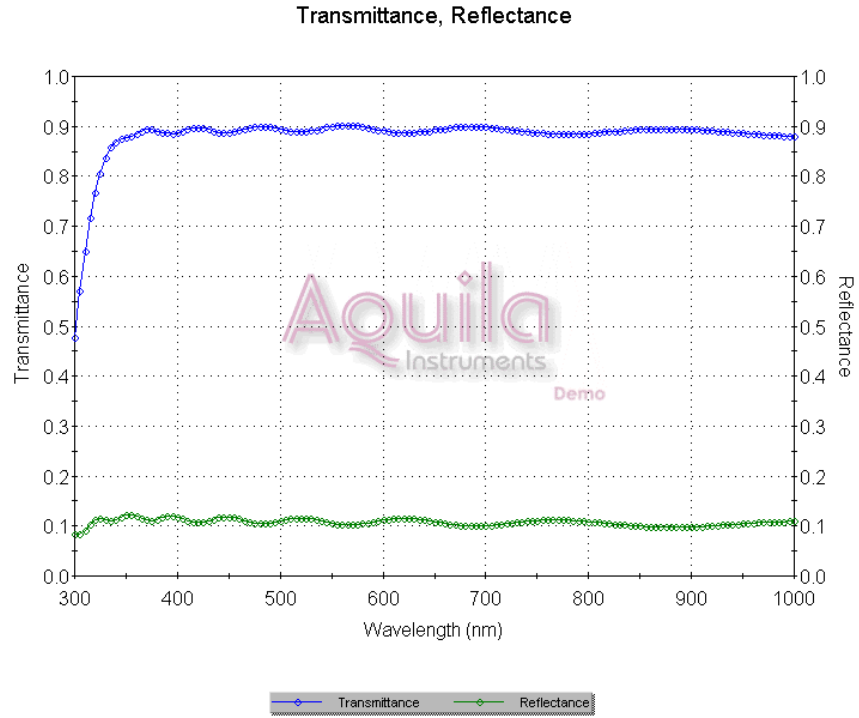
Şekil 5.12 %60 Nb₂O₅ -%40 SiO₂ karışımının yansıtma/geçirgenliğinin dalga boyuna göre grafiği.



Şekil 5.13 %50 Nb₂O₅ -%50 SiO₂ karışımının yansıtma/geçirgenliğinin dalga boyuna göre grafiği.

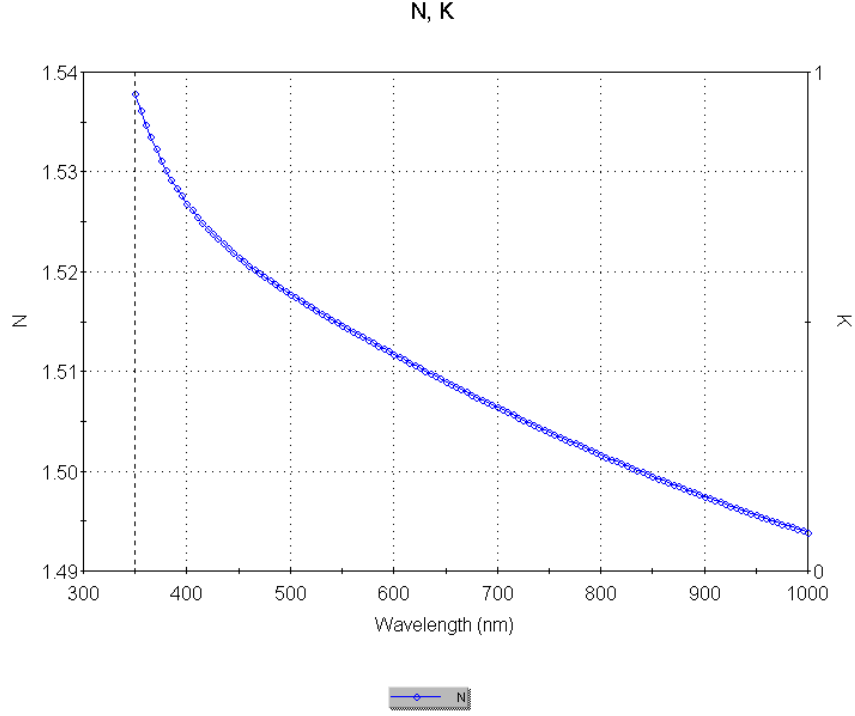


Şekil 5.14 %40 Nb₂O₅ -%60 SiO₂ karışımının yansıtma/geçirgenliğinin dalga boyuna göre grafiği.

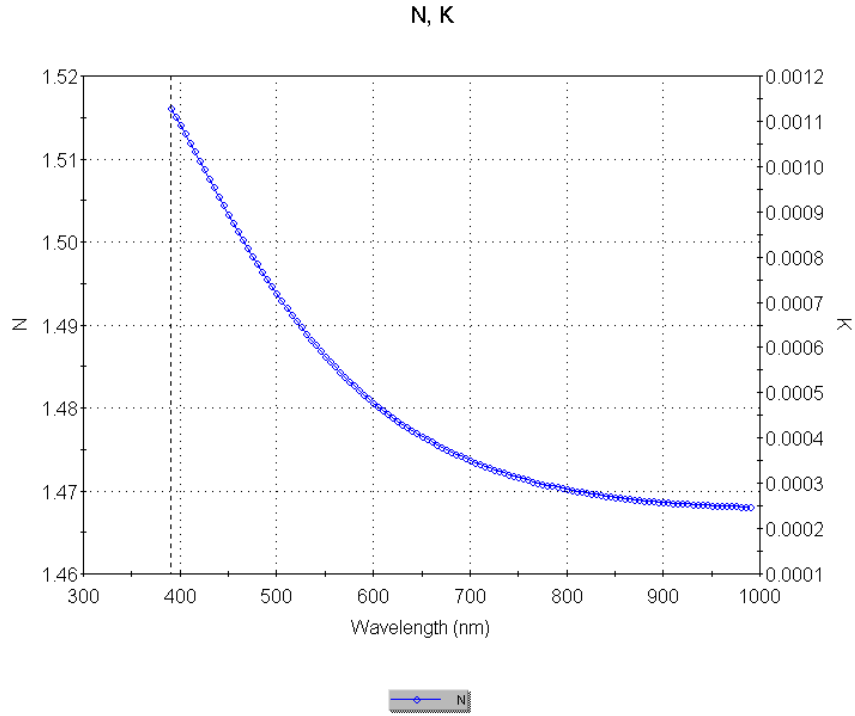


Şekil 5.15 %30 Nb₂O₅ -%70 SiO₂ karışımının yansıtma/geçirgenliğinin dalga boyuna göre grafiği.

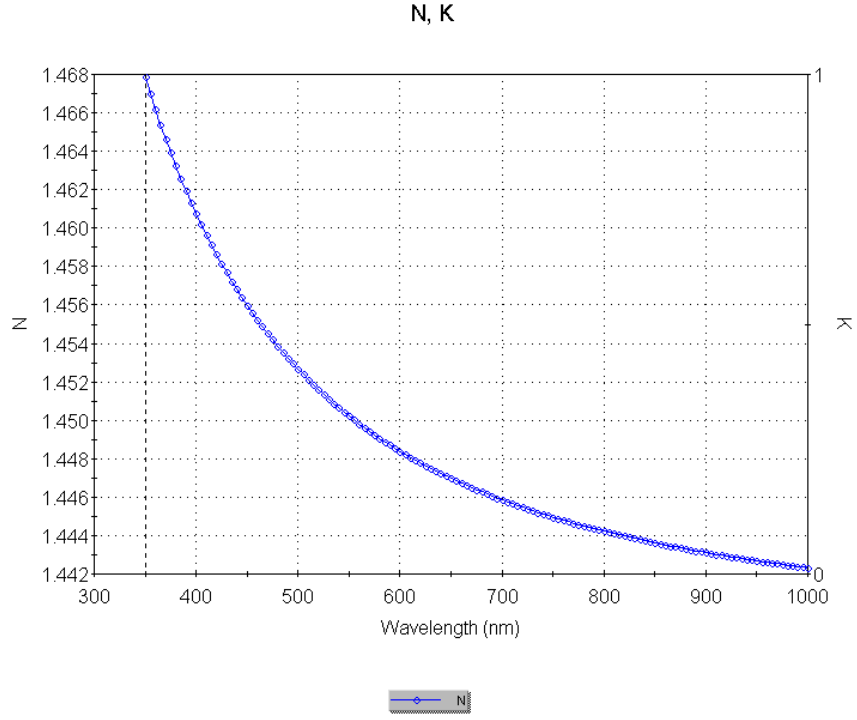
Karışımların yansıtma ve geçirgenlik grafiklerine bakıldığında, SiO_2 solünün karışımlarda fazlasıyla baskın olduğunu görüyoruz. Dolayısıyla karışımlardaki Nb_2O_5 oranı artsa bile geçirgenliklerde fazla değişim gözlenmemektedir.



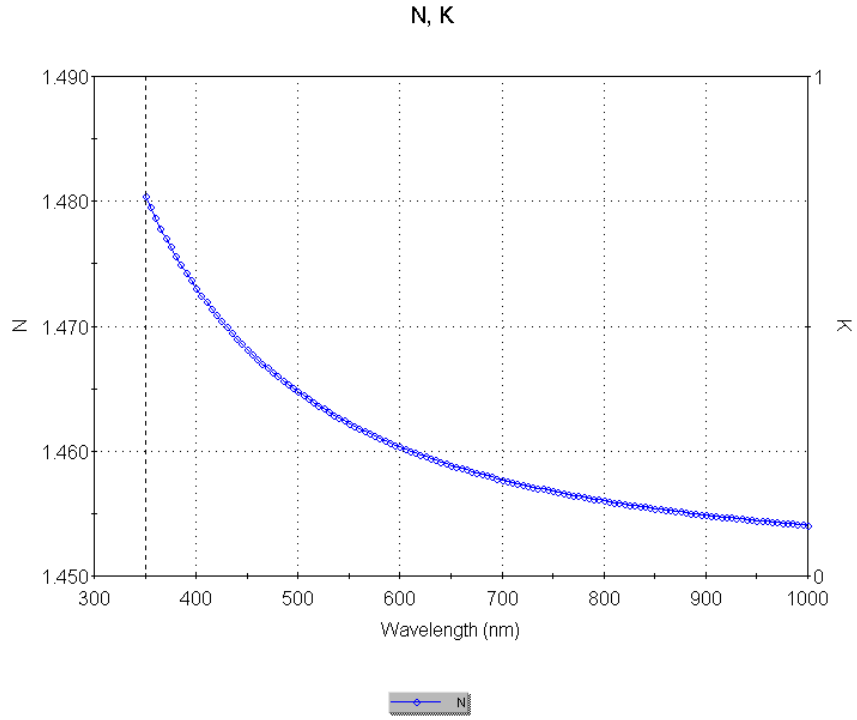
Şekil 5.16 %60 Nb_2O_5 -%40 SiO_2 karışımının kırma indisinin dalga boyuna göre grafiği.



Şekil 5.17 %50 Nb_2O_5 -%50 SiO_2 karışımının kırma indisinin dalga boyuna göre grafiği.



Şekil 5.18 %40 Nb₂O₅ -%60 SiO₂ karışımının kırma indisi/söndürme katsayısının dalga boyuna göre grafiği.



Şekil 5.19 %30 Nb₂O₅ -%70 SiO₂ karışımının kırma indisinin dalga boyuna göre grafiği.

%60 Nb₂O₅ -%40 SiO₂ karışımını gösteren Şekil 5.16 da; toplam katman sayısı 5 olup toplam kalınlık 915 nm dir. Buradan da anlaşılacağı gibi bir katmanın kalınlığı

183 nm dir. Bu karışımın bazı dalgalıboyıarındaki kırma indisleri ise; 400 nm' de 1.53, 500 nm' de 1.525, 550 nm' de 1.521, 600 nm'de 1.517, 700 nm' de 1.51 olarak gözlemlenmiştir.

%50 Nb₂O₅ -%50 SiO₂ karışımını gösteren Şekil 5.17 de; toplam katman sayısı 5 olup toplam kalınlık 753 nm dir. Buradan da anlaşııacağı gibi bir katmanın kalınlığı 150.6 nm dir. Bu karışımın bazı dalgalıboyıarındaki kırma indisleri ise; 400 nm' de 1.514, 500 nm' de 1.493, 550 nm' de 1.486, 600 nm'de 1.481, 700 nm' de 1.473 olarak gözlemlenmiştir.

%40 Nb₂O₅ -%60 SiO₂ karışımını gösteren Şekil 5.18 de; toplam katman sayısı 5 olup toplam kalınlık 964 nm dir. Buradan da anlaşııacağı gibi bir katmanın kalınlığı 192.8 nm dir. Bu karışımın bazı dalgalıboyıarındaki kırma indisleri ise; 400 nm' de 1.461, 500 nm' de 1.453, 550 nm' de 1.450, 600 nm'de 1.448, 700 nm' de 1.446 olarak gözlemlenmiştir.

%30 Nb₂O₅ -%70 SiO₂ karışımını gösteren Şekil 5.19 da; toplam katman sayısı 5 olup toplam kalınlık 1130 nm dir. Buradan da anlaşııacağı gibi bir katmanın kalınlığı 226 nm dir. Bu karışımın bazı dalgalıboyıarındaki kırma indisleri ise; 400 nm' de 1.473, 500 nm' de 1.465, 550 nm' de 1.462, 600 nm'de 1.460, 700 nm' de 1.458 olarak gözlemlenmiştir.

Değerlerden görüleceğı gibi, bütün karışımlarda SiO₂ solünün baskın olduğı gözlemlenmiştir. Dolayısıyla bütün karışımlarda ki kırma indisleri SiO₂ 'in kırma indisine yakın olduğı gözlenmiştir.

5.9 100 °C'de Üç Katmanlı Yansıtımayıcı Sistem

Ölçümler ve analizler sonucu elde edilen verilere dayanarak taşıyıcı Corning 2947 model camın tek yüzeyine önce bir kat %60 Nb₂O₅ - %40 SiO₂ karışımı (n₁), sonra 5 kat %100 Nb₂O₅ (n₂), ve üçüncü katman olarakta bir kat yine %60 Nb₂O₅ - %40 SiO₂ karışımı (n₃) kaplanması uygun görülmüştür. Bunun sebebi üç katmanlı yansıtımayıcı sistem koşulunu yani denklem (3.12) ile verilen

$$n_1 n_3 / n_2 = \sqrt{1.51 \times 1} = 1.229$$
 koşulunu en yakın sağılayan sistem olmasındandır. %60 Nb₂O₅ -%40 SiO₂ karışımının 700 nm'de ki kırma indisi 1.51 ve Nb₂O₅'in 700 nm'

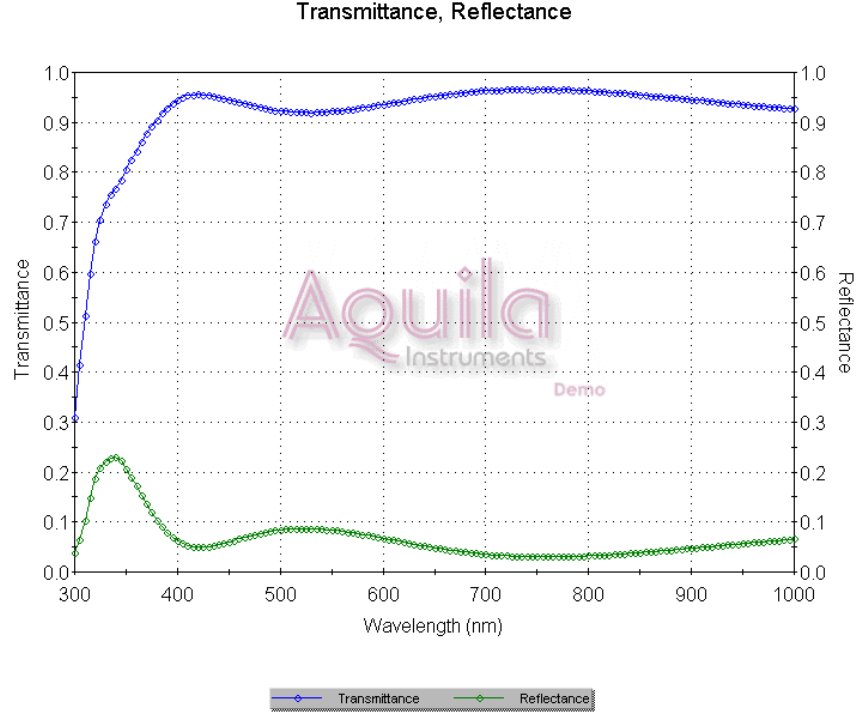
deki kırma indisi 1.94 olarak gözlemlenmiştir. Dolayısıyla elde edilmesi gereken 1.229 sayısına en yakın olarak

$(1.51)(1.51)/(1.94)=1.17$ bulunmuştur. Ayrıca yansıtmayıcı sistemde her katman çeyrek dalga boyu şartını sağlamalıdır ($\lambda/4n$). Dolayısıyla %60 Nb₂O₅ - %40 SiO₂ karışımının kalınlığı $700/4(1.51) = 116$ nm olması gerekirken sistemde 183 nm, Nb₂O₅'in (n_2) kalınlığı

$700/4(1.94) = 90.2$ nm olması gerekirken sistemde 125 nm civarında gözlemlenmiştir. Bu veriler sonucunda elde edilen sistemin yansıtması NKD7000 cihazında gözlenmiştir. Sistemin yansıtması Şekil 5.21 de gösterilmiştir.

%60 Nb ₂ O ₅ - %40 SiO ₂	$\lambda/4$
%100 Nb ₂ O ₅	$\lambda/4$
%60 Nb ₂ O ₅ - %40 SiO ₂	$\lambda/4$
Taşıyıcı	

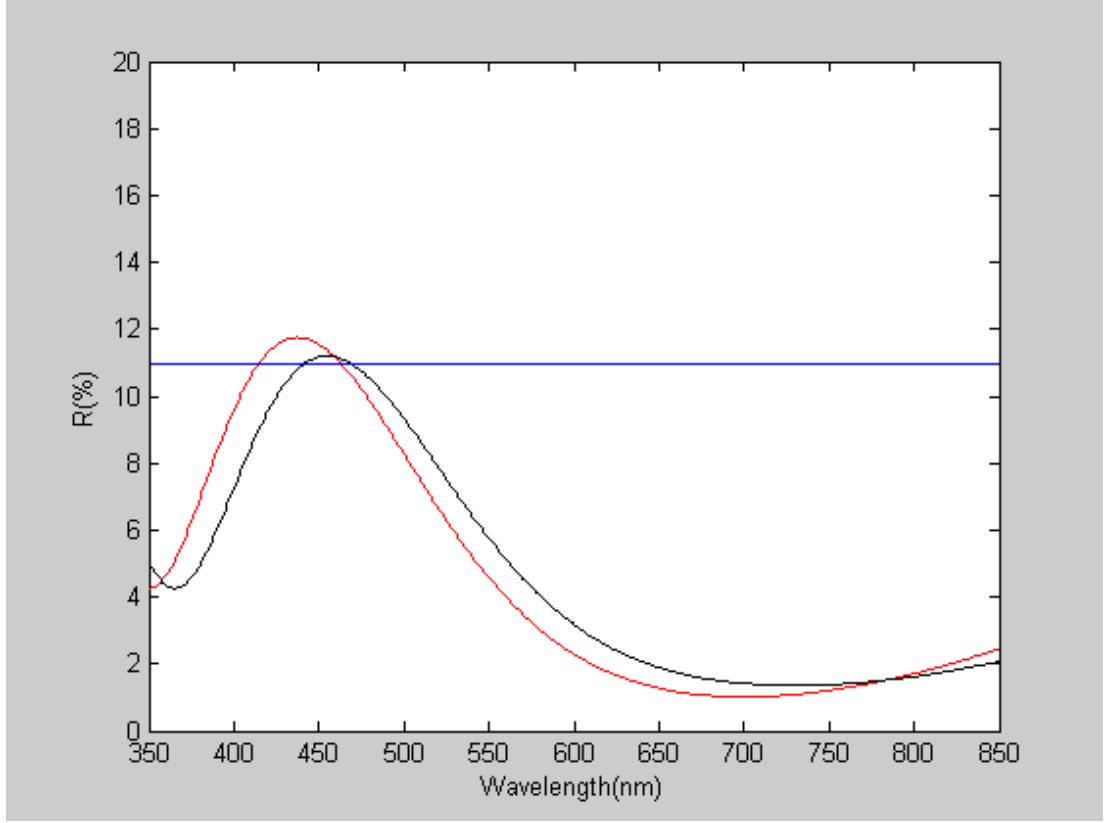
Şekil 5.20 Üç katlı yansıtmayıcı sistem modellemesi



Şekil 5.21 100 °C de üç katmanlı yansıtmayıcı sistem. (S polarizasyon)

Şekil 5.20 de minimum yansıtma 720 nm de elde edilmiş olup yansıtmanın değeri %3 tür. Ayrıca dalga boyu olarak aranan dalga boyundan 20 nm lik bir sapma söz konusudur.

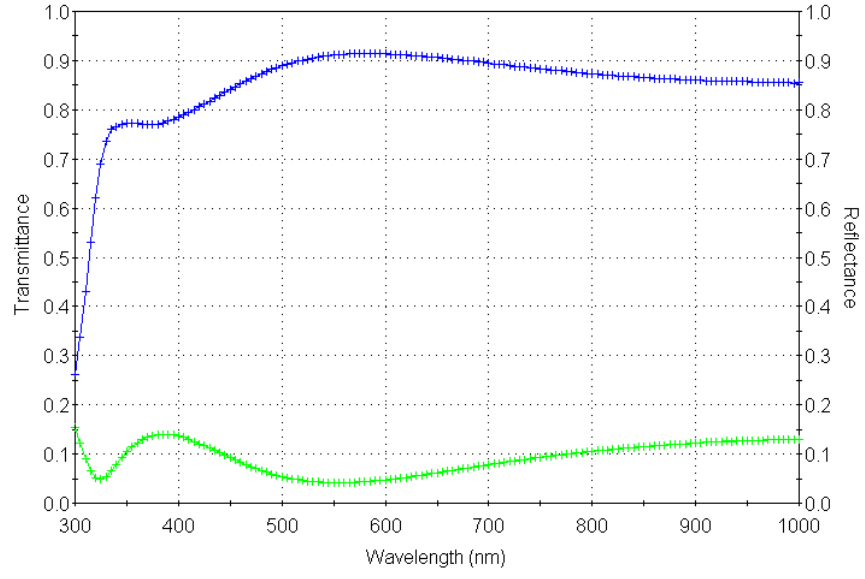
Bu sistemin grafiğini MATLAB programında hem teorik hem de deneysel olarak çizdirdiğimizde ise Şekil 5.22 deki sonucu elde ederiz.



Şekil 5.22 Sistemin yansıtma oranının dalga boyuna göre değişim grafiği. kırmızı çizgi teorik veriler, siyah çizgi deneysel veriler ve mavi çizgi ise kaplanmamış camın yansıtmasını göstermektedir.

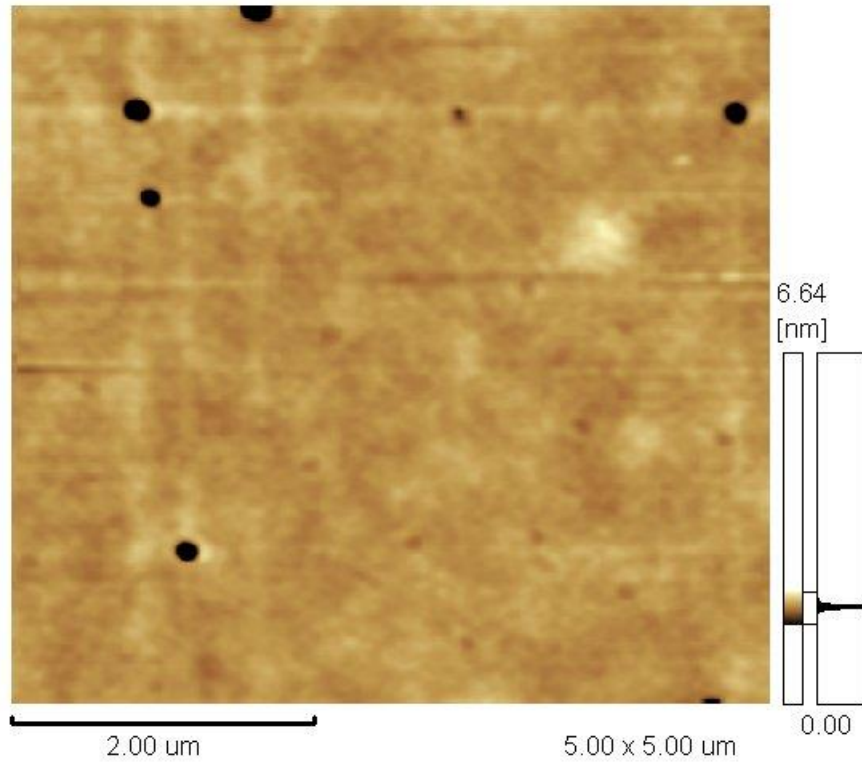
5.10 450°C’de Üç Katmanlı Yansıtıcı Sistem

100 °C’de elde edilen sistemle aynı katmanlara ve tamamen aynı özelliklere sahip sistem 1 saat boyunca 450 °C’de ısıtılma tabi tutulmuş ve daha sonra minimum yansıtma sahip olup olmadığı incelenmiştir. Beklenen dalga boyu olan 720 nm’ de yansıtıcı sistem elde edilememiştir. Bu sistemin yansıtma/geçirgenlik – dalga boyu grafiği Şekil 5.23’te verilmektedir.

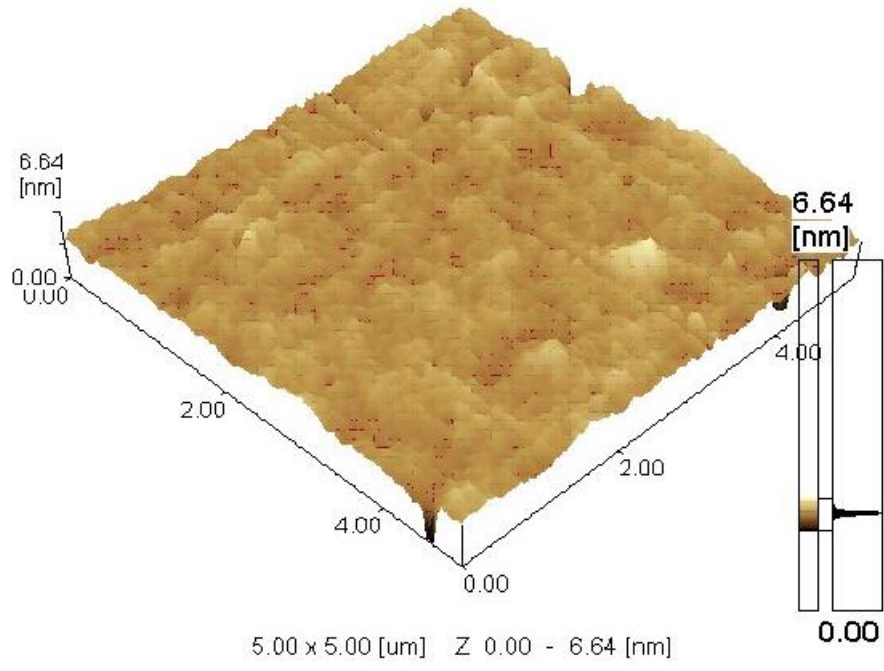


Şekil 5.23 450°C de üç katmanlı yansıtmayıcı sistem. (S polarizasyon)

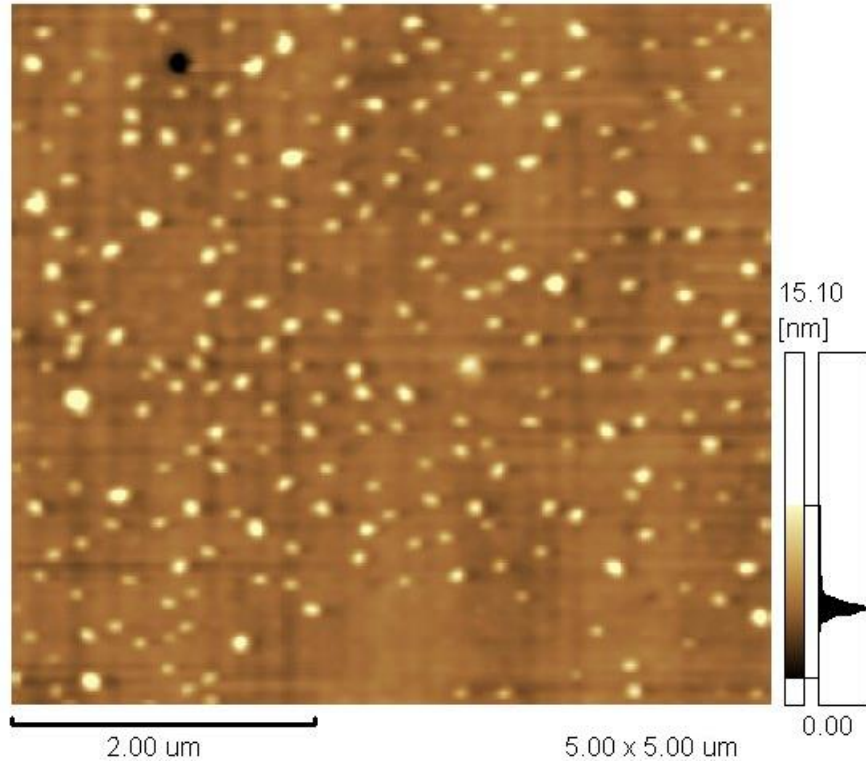
5.11 Yüzey Morfolojisi



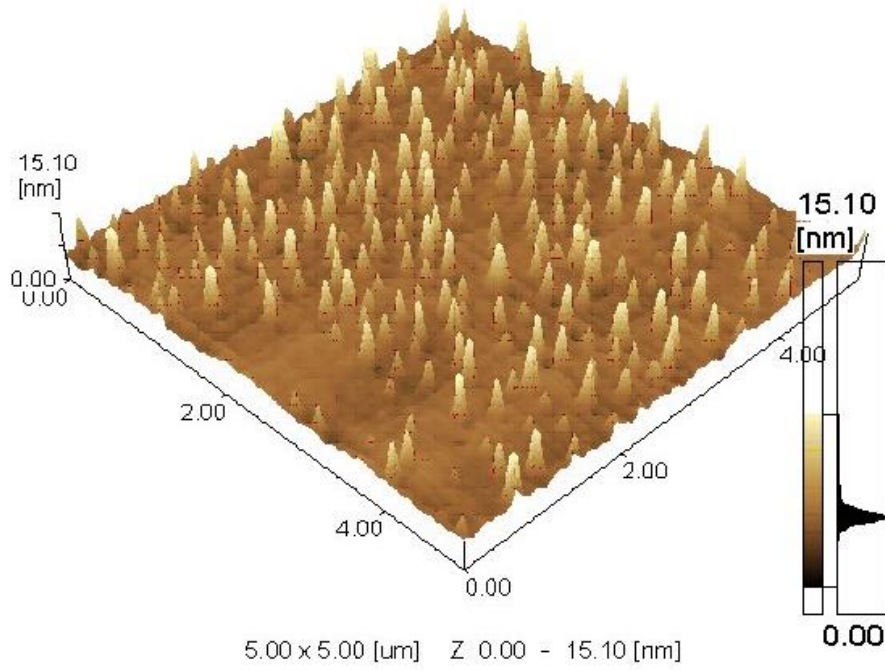
Şekil 5.24 100 °C deki sistemin yüzey görüntüsü



Şekil 5.25 100 °C deki sistemin 3 boyutlu görüntüsü



Şekil 5.26 450 °C deki sistemin yüzey görüntüsü

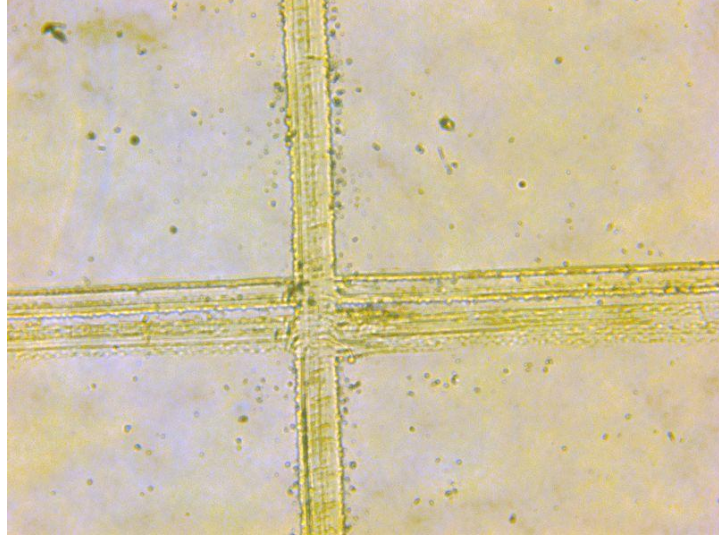


Şekil 5.27 450 °C deki sistemin 3 boyutlu görüntüsü

Atomik kuvvet mikroskopunda elde edilen görüntülere göre 100°C’ hazırlanan filmler oldukça pürüzsüz yüzeye sahiptir. Ancak 450°C’de hazırlanan filmlerde kristalleşme gözleendiğinden dolayı filmlerde pürüzler ve bozulmalar gözlenmektedir. Sıcaklığın yüksek oluşu da filmin yüzeyini bozmaktadır. 450°’deki filmlerin 100°C’deki filmlere göre daha pürüzlü olduğu çıplak gözle de görülebilmektedir.

5.12 Dayanıklılık

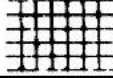
Kaplamanın cama yapışmasına ait standart test (BS EN ISO 2409, ASTM D 3359 - B) cross-hutch cutter testidir. Bu çalışmada, ELCOMER 107 cross-hutch cutter yapışma test seti kullanılmış ve kıyaslama tablosu ile sonuçlar irdelenmiştir. Kaplanmış numunelerin yüzeyi, standart bir çizici yardımıyla (cutter) dikey ve yatay şekilde çizilmektedir. Bu işlemden sonra, özel bir bant çizilen bölge üzerine yapıştırılmış ve bant hızla yüzeyden uzaklaştırılmıştır. Son olarak, çizilen yüzey büyüteç ile incelenmiştir. İncelenen yüzeylerde oluşan görüntü referans tablolar ile karşılaştırılmak suretiyle sonuçlar elde edilmiştir.



Şekil 5.28 100°C’ de elde edilen sistemin çizildikten sonraki yüzey görüntüsü



Şekil 5.29 450°C’ de elde edilen sistemin çizildikten sonraki yüzey görüntüsü

Tanımlama	Yüzey	ISO	ASTM
Çizilen köşelerin tamamı düzgün; latisin hiç bir karesi etkilenmemektedir.	Yok	0	5B
Çizilen alan %5'ten fazla etkilenmemektedir.		1	4B
Çizilen alan %5 ile %15 arasında etkilenmektedir.		2	3B
Çizilen alan %15 ile %35 arasında etkilenmektedir.		3	2B
Çizilen alan %35 ile %65 arasında etkilenmektedir.		4	1B
Kaplamanın yüzeyden kalmasının bir derecesi olmadığı için 4 sınıflandırılmasıyla bile sınıflandırılmamaktadır.		5	0B

Şekil 5.30 Kıyaslama tablosu

6. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Çalışmadaki amaç çok katmanlı yansıtımayıcı kaplamalar hazırlamaktır. Bunun için literatürde rastlanmayan SiO_2 – Nb_2O_5 esaslı yansıtımayıcılar yapılmıştır. Yöntem olarak sol-gel döndürme yöntemi kullanılmıştır. Sistem Corning 2947 cam üzerine hazırlanmış olup 720 nm dalga boyunda S polarizasyonda % 11 olan yansıtma değeri % 3' e düşürülebilmektedir. Böyle bir yansıtımayıcı sistemde teorinin öngördüğü kırma indisi değerlerine erişmek için değişik konsantrasyonlarda SiO_2 ve Nb_2O_5 solları hazırlanmış ve filmler kaplanmıştır. Yansıtma ve geçirgenliğin dalga boyuna bağlı eğrilerinden indis değerleri hesaplanmış ve teoriye en uygun değerler seçilerek 3 katmanlı sistem oluşturulmuştur. Sisteme 100 °C ve 450 °C' de ısıtılma işlemi yapılmış olup, yansıtımayıcı sistem 100 °C' de 15 dakika ısıtılan sistemden elde edilmiştir. Söz konusu sistemin iki farklı sıcaklıktaki yüzey morfolojisine Atomik kuvvet mikroskobu ile bakılmıştır. 100 °C' de düzgün yüzeyler elde edilirken, 450 °C' deki filmlerin yüzeylerinde kristaller gözlenmiştir. Bu kristallerin Nb_2O_5 kristalleri olduğu düşünülmektedir. Çünkü Nb_2O_5 ' in kristalleşme sıcaklığı 450 °C dir. Bu kristaller interferans etkisini bozmuş ve bu sıcaklık ta yansıtımayıcı sistem oluşturulamamıştır. Sonuç olarak 450 °C' deki kristalleşme beklediğimiz sistemin oluşturulmasını engellemiştir. Sisteme cross hutch cutter testi yapılarak dayanıklılığa da bakılmıştır. ASTM standardına göre yansıtımayıcı olarak elde edilen sistem 4B kategorisine girerek iyi bir dayanıklılığa sahip olduğunu göstermiştir.

KAYNAKLAR

- [1] **C. Ballif, J. Dicker, D. Borchert and T. Hofmann**, 2004. Solar glass with industrial porous SiO₂ antireflection coating: measurements of photovoltaic module properties improvement and modelling of yearly energy yield gain. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Volume 82, Issue 3, 15 May 2004, Pages 331-344
- [2] **A.E. Aliev and H.W. Shin**, 2002. Nanostructured materials for electrochromic devices. *Solid State Ionics*, Volumes 154-155, 2 December 2002, Pages 425-431.
- [3] **Esat Pehlivan, Fatma Z. Tepehan, Galip G. Tepehan**, 2005. Effect of TiO₂ mixtures on the optical, structural and electrochromic properties of Nb₂O₅ thin films •*Solar Energy Materials and Solar Cells*, Volume 87, Issues 1-4, May 2005, Pages 317-322
- [4] **M. B. Ali, A. Abdelghani, H. B. Ouada, N. Jaffrezic-Renault and R. Lamartine**, 2002. Optical and electrochemical studies of thiacalix[4]arene film supported on Si/SiO₂ for ion-sensitive sensor. *Materials Science and Engineering: C*, Volume 21, Issues 1-2, 1 September 2002, Pages 29- 34.
- [5] **John K. Borchardt**, 2005. Stable organic thin-film transistors: Polymers. *Materials Today*, Volume 8, Issue 5, May 2005, Page 15.
- [6] **Chun-Chun Lin, Jyh-Wei Lee, Ku-Ling Chang, Wei-Jen Hsieh, Chih-Yuan Wang, Yee-Shyi Chang and Han C. Shih**, 2005. The effect of the substrate bias voltage on the mechanical and corrosion properties of chromium carbide thin films by filtered cathodic vacuum arc deposition. *Surface and Coatings Technology*, In Press, Corrected Proof, Available online 1 April, 2005.
- [7] **A. Schöler, C. Roecker, J. -L. Scartezzini, J. Boudaden, I. R. Videnovic, R. S. -C. Ho and P. Oelhafen**, 2004. On the feasibility of colored glazed thermal

- solar collectors based on thin film interference filters. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Volume 84, Issues 1-4, October 2004, Pages 241-254.
- [8] **V. Valdna**, 2005. Optoelectronic properties of chlorine- and oxygen-doped CdTe thin films. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Volume 87, Issues 1-4, May 2005, Pages 369-373.
- [9] **H. Ganesha Shanbhogue, S. N. Prasad, C. L. Nagendra and G. K. M. Thutupalli**, 1998. Optical properties and surface morphology of near infrared multilayer antireflection coatings. *Thin Solid Films*, Volume 320, Issue 2, 18 May 1998, Pages 290-297.
- [10] **Kaishu Guan**, 2005. Relationship between photocatalytic activity, hydrophilicity and self-cleaning effect of $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ films. *Surface and Coatings Technology*, Volume 191, Issues 2-3, 21 February 2005, Pages 155-160.
- [11] **D. Saygın Hinczewski, M. Hinczewski, F.Z. Tepehan and G.G Tepehan**, 2005. Optical filters from SiO_2 and TiO_2 multi-layers using sol–gel spin coating method. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, Volume 87, Issues 1-4, May 2005, Pages 181-196
- [12] **Emine Pınar Özbey**, 2004. SOL-GEL Yöntemiyle Hazırlanan SiO_2 – TiO_2 esaslı yansıtımayıcı kaplamalar, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [13] **Shin Satoh, Kenzo Susa and Iwao Matsuyama**, 2002. Sol–gel preparation and optical properties of SiO_2 – Ta_2O_5 glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Volume 306, Issue 3, September 2002, Pages 300-308
- [14] **Kenan Koç**, Sol-Gel Yöntemiyle Hazırlanan SiO_2 - Ta_2O_5 Katmanlı Yansıtımayıcı Kaplamalar, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2004.
- [15] **PEDROTTI Frank L., PEDROTTI Leno S.**, “Introduction to Optics”, Englewood Cliffs, Prentice Hall, İkinci Basım, p 602, 1993.
- [16] **C.J. Brinker, G.W. Scherer**, 1990. The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing, Academic Press, New York.

- [17] **R. Pareek, A. S. Joshi, P. D. Gupta, P. K. Biswas and S. Das**, 2005. Sol-gel based anti-reflection coatings on wedged laser rods using a spin coater, *Optics & Laser Technology*, Volume 37, Issue 5, July 2005, Pages 369-374.
- [18] **Lisa C. Klein**, 1988. Sol-gel technology for thin films, fibers, preforms, electronics, and specialty shapes, Park Ridge : Noyes Publications. New Jersey.
- [19] **R.W. Jones**, 1989. Fundamental Principles of Sol-Gel Technology, Institute of Metals, London.

ÖZGEÇMİŞ

Selen Erkan, 1980 yılında İstanbul’da doğdu. Orta öğretimini Erenköy Güneş Kolejinde tamamladı. Daha sonra 1997 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Fizik Mühendisliği Bölümü’ne kayıt oldu. 2002 yılında mezun olduktan sonra aynı yıl bu bölümde araştırma görevlisi oldu.