



MAKÜ FEBED
ISSN Online: 1309-2243
<http://febed.mehmetakif.edu.tr>

Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi 3 (1): 1-4 (2012)

Araştırma Makalesi / Research Paper

Bilgisayar Kontrollü Daldırmalı Kaplama Sistem Tasarımı

Tayyar Güngör, Ebru Güngör

Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü 15030 Burdur

Geliş Tarihi (Received): 13.12.2011, Kabul Tarihi (Accepted): 09.02.2012

✉ *Yazışmalardan Sorumlu Yazar (Corresponding author): egungor@mehmetakif.edu.tr (E. Güngör)*

☎ 0 248 213 30 48 📠 0 248 213 30 99

ÖZET

Bu çalışmada, laboratuvarında tasarlanıp, üretilen bilgisayar kontrollü Daldırmalı Kaplama (DK) sistemi kullanılarak ZnO yarıiletken ince filmler hazırlanmıştır. Çinko kaynağı olarak metanol içinde çözünen çinko-asetat dihidrat ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) tuzundan oluşan çözelti kullanılmıştır. DK sisteminde, tek ve her iki yüzünde ZnO ince film biriktirilebilen cam alttaşı, çözelti içine daldırma-geri çekme hızı 1 cm/dakika ve çözelti içinde bekletme süresi 30 s olması düşünülmüştür. Çözelti içine 2, 6 ve 8 kez daldırılarak elde edilen ince filmlerin 300-900 nm aralığında optik geçirgenlik spektrumları değerlendirilerek film kalınlıkları hesaplanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Daldırmalı kaplama sistemi, ZnO ince film

Computer Controlled Dip Coating System Design

ABSTRACT

In this study, ZnO semiconductor thin films were prepared by using a computer-controlled Dip Coating (DK) system designed and produced in the laboratory. As a source of zinc, zinc-acetate dihydrate ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) dissolved in methanol solution was used. In DK system, the ZnO thin films deposited on one side, and both side of the glass substrate withdrawal speed was fixed at 1 cm/min and the deposition time at 30 s. The predicted thickness of thin films obtained to be dipped 2, 6 and 8 times into the solution were calculated by using the optical transmittance spectra in the range 300-900 nm.

Key Words: Dip coating system, ZnO thin film

1. Giriş

Daldırmalı Kaplama tekniğinin, özellikle elektrik tellerin yüzeylerinin koruyucu ve yalıtkan malzeme ile kaplanması, malzemelerin işlem sonrası renklendirilmesi gibi farklı uygulama alanları vardır. Galvanizleme olarak bilinen demir ve çelik malzemelerin (metal saç levha,

cıvata, somun, tel vb.) sıvı çinko banyosuna daldırılarak çinko ile kaplanması daldırmalı kaplama tekniğinin diğer bir uygulamasıdır. İlk kaplama denemeleri, 1742 yılında sıvı çinko içine demir parçalarının batırılmasıyla başlamıştır (Malouin, 1742). Teknik ile ilgili gelişmeler yıllar içinde hızlı bir artış göstermiş ve 1854 yılında Boucher ve Muller isimli Fransız bilim adamları tarafından

günümüzde uygulanan çelik tel galvanizleme işlemi ile şekillenmiştir (Özyasar). Bu teknikle hemen hemen her geometrideki malzeme yüzeyini kaplamak mümkündür. Daldırmalı kaplama tekniğinin sanayide kullanılmasının yanı sıra özellikle ZnO, TiO₂, SnO₂ ve WO₃ metal oksit yarıiletken malzemelerin elde edilmesinde kullanılmaya başlaması da önemli bir gelişmedir (Ignjatovic ve ark., 1998). Son yıllarda optoelektronik ve sensör teknolojisinde uygulama alanı bulan ZnO, reaktif buharlaştırma (Yin, 1994), rf-kopartma (Aktaruzzaman ve ark., 1991), kimyasal buhar biriktirme (Lee ve ark., 2002), ultrasonik püskürtme (Erarslan ve ark., 2010), sol-jel yöntemi (Lee ve ark., 2003) ve daldırmalı kaplama yöntemi (Çalışkan, 2008) gibi değişik biriktirme yöntemleri ile hazırlanabilmektedir. Bu yöntemlerin her birinin kendine göre avantajı ve dezavantajı vardır. Bununla beraber maliyet açısından en ucuz olan yöntemlerden biri de Daldırmalı Kaplama (DK) tekniğidir. Bu teknikte, yüzeyi malzemeyle ince film biçiminde kaplanacak olan alttaşı, kaplama malzemesini içeren çözelti içine sabit hızla daldırılması ve aynı hızda geri çekilmesi esastır. Bu işlem ardışık tekrarlandığında, farklı film kalınlıkları elde edilebilir. Aynı zamanda alttaşı farklı çözeltiler içine tekrarlı olarak daldırılması ile birçok metal oksit tabakalar birbiri üzerine kaplanabilir. Buna göre bu katmanlı yapıların optik geçirgenlik ve yansıma spektrumları incelenerek teknolojik uygulama alanlarına uygunluğu araştırma konusu olmaktadır.

DK tekniği ile alttaşı üzerine malzeme kaplama işlemi; alttaşı çözelti içine daldırılması, çözeltinin alttaşı ile etkileşmesi, çözeltinin alttaşı üzerinde biriktirilmesi, fazla çözeltinin süzülmesi ve alttaşı üzerinde ince film biçiminde kaplama oluşması için kullanılan çözücülerin buharlaşması olmak üzere beş adımda gerçekleşir. Kaplama işleminin düzgün olması için, daldırmalı kaplama sisteminin mümkün olduğu kadar titreşimsiz bir yüzey üzerinde olması ve daldırma-geri çekme hızının da sabit olması gereklidir. Daldırma ve geri çekme hızı için yaygın şekilde kullanılan değerler 0,5-20,0 cm/s' dir. Daldırma ve çekme hızının yüksek olması, kaplama kalınlığının artmasına ve gözeneklerin oluşmasına neden olmaktadır (Musat ve ark., 2008). Her kaplama sürecinde elde edilen filmlerin kalınlıkları bir kaç nm ile birkaç yüz nm arasında değişebilmektedir (Bilgen, 2008).

Son zamanlarda, evrensel seri haberleşme arayüzü (USB) adından çok sık bahsettirse de yazıcı portu olarak bilinen paralel arayüz, aslında başta yazıcı olmak üzere farklı sistem ve cihazların bilgisayar ile haberleşmesinde kullanılmaktadır. Paralel arayüz, USB'nin aksine bilgisayar ve çevresel birimler ile paralel veri alış-verişinde bulunmaktadır. Özellikle bu paralel veriler yardımı ile çok farklı sistemlerle birleştirilmiş adım motorların hareketleri kontrol edilebilmektedir (Çalışkan, 2003).

Bu çalışmada paralel arayüz kullanılarak bilgisayar kontrollü adım motor sürücü birim ve bununla birleştirilen hareketli birimin kullanılması temeline dayalı Daldırmalı

Kaplama sistem tasarımı anlatılacaktır. Tasarımı laboratuvarında yapılan bu sistem ile cam alttaşı, Zn kaynağı olan çözelti içine 2, 6 ve 8 kez daldırılarak tek yüzü ve her iki yüzü kaplanabilen ZnO ince filmler elde edilmiştir.

2. MALZEME ve METOT

2.1. Daldırmalı Kaplama Sistemi

Bu çalışmaya konu olan Daldırmalı Kaplama sistemi (Şekil 1) temelde; alttaşı çözelti içine daldırıp geri çekmede kullanılan sonsuz vida dişli mil ile yataklanmış hareketli birim ve bu birimin bilgisayarın yazıcı portuna bağlanan adım motor sürücü elektronik devresinden oluşmaktadır. Hareketli mekanik birim 12,5 cm uzunluğunda olup düzeyde merkeze göre $\pm 6,25$ cm'lik hareket kabiliyetine sahiptir. Adım motor ve vida dişli mil ile 5 μ m hassasiyet sağlanmaktadır. Paralel arayüz, esas olarak veri giriş veya çıkışının yapılabileceği 8 adet biti (D0-D7) içeren veri portu, 5 adet bitten oluşan status portu ve 3 adet bitten (C0-C3) oluşan kontrol portu içerir. Uygun donanım ile bu portlar giriş ve/veya çıkış olarak kullanılabilir. Adım motor, yazıcı portunda bulunan 8 adet veri bitten D0-D3 veri bitlerini "girdi" olarak kabul eden L297N kod çözücü (decoder) ile güç katı adı verilen birime (Şekil 2) bağlanır (Çalışkan, 2003). Uygun bir bilgisayar programı (QBASIC) kullanılarak, alttaşı çözelti içine daldırma-geri çekme hızı ve alttaşı çözelti içinde bekleme süresi ayarlanabilmektedir.

Bu çalışmada çinko kaynağı olarak çinko-asetat dihidrat ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$, %99.9-Merck) kullanılmıştır. Metanol ve çinko-asetat dihidrattan oluşan çözelti, homojenliğini sağlamak için manyetik karıştırıcıda 1 saat karıştırıldı ve çözeltinin uzunca süre kararlı kalmasını sağlayan uygun kimyasallar eklendi. DK sisteminde, kimyasal olarak temizlenen ve kurutulan cam alttaşı, çözelti içine daldırma-geri çekme hızı 1 cm/dakika ve çözelti içinde bekleme süresi 30 s dir. Çözelti içine 2, 6 ve 8 kez daldırılan cam alttaşların tek ve her iki yüzünde ZnO ince filmler elde edilmiştir. Film/Alttaşı/Film ve Film/Alttaşı yapısında elde edilen ince filmlerin, ön ısıtma (100°C) ve son ısıtma (450°C) tabi tutulduktan sonra 300-900 nm aralığında optik geçirgenlik spektrumları elde edilmiştir.

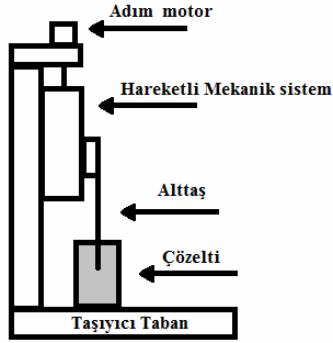
3. BULGULAR

İnce film biçiminde elde edilen malzemelerin optik geçirgenlik (veya yansıma) spektrumlarında, film kırma indisi ve film kalınlığına bağlı olarak girişim etkileri gözlenir. Bu etkiler, esas olarak sonlu sayıda girişim saçaklarının varlığı veya yokluğu şeklinde ortaya çıkar. Bununla beraber, kırma indisinin dalgaboyu ile hızlı bir değişim göstermediği metal oksit malzemeler için (ZnO vb.) girişim etkileri ancak yeterli kalınlık değerine sahip filmlerde gözlenebilir. Özellikle DK sisteminde film kalınlığı daldırma sayısına önemli düzeyde bağlıdır. DK sisteminde farklı daldırma sayıları (2, 6 ve 8) için Film/Alttaşı ve

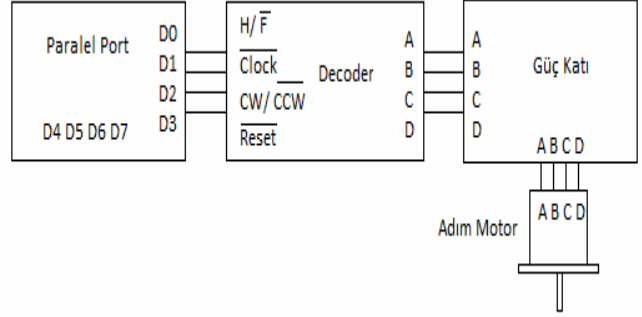
Film/Altaş/Film yapısındaki filmlerin optik geçirgenlik spektrumları Şekil 3 ve Şekil 4'de gösterilmiştir. Buna göre artan daldırma sayısı ile Film/Altaş yapısındaki filmlerin dalgaboyuna bağlı optik geçirgenlik değerlerinde net bir azalma gözlenmemiştir (Şekil 3). Çünkü ZnO ince filmler cam altaş üzerinde Film/Altaş şeklinde tek taraflı olarak kaplandığı ve daldırma sayıları arasında çok büyük farklar olmadığı için optik geçirgenlik değerlerinde dikkat çekici bir fark gözlenmemiştir. Bununla beraber altaşın her iki yüzüne kaplanan Film/Altaş/Film yapısı için daldırma

sayısına bağlı olarak optik geçirgenlik spektrumlarında fark edilebilir bir azalma gözlenmiştir (Şekil 4).

DK sistemi ile elde edilen Film/Altaş ve Film/Altaş/Film yapısındaki filmler için kalınlık değerleri (Çizelge 1), bu filmlerin optik geçirgenlik spektrumlarının Birgin (Birgin, 1999) tarafından geliştirilen nokta tabanlı kısıtlamasız minimizasyon algoritması ile değerlendirilerek hesaplanmıştır.



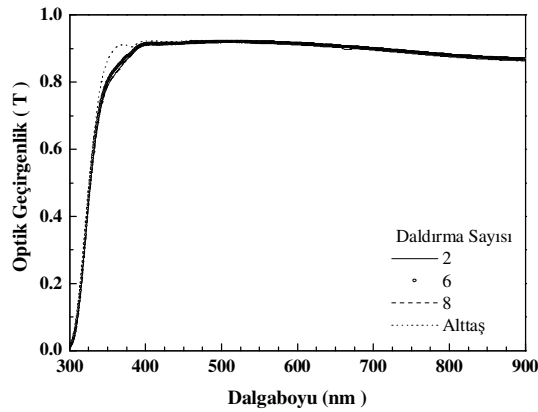
Şekil 1. Daldırma sisteminin şematik diyagramı



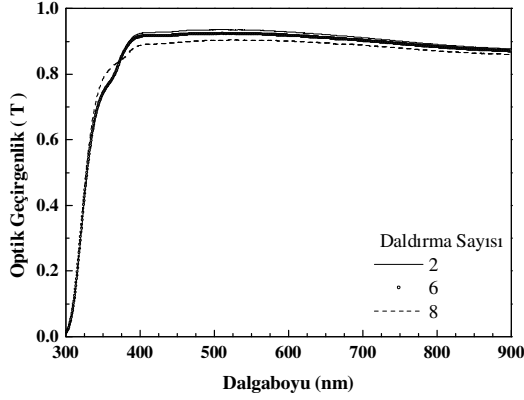
Şekil 2. Adım motor sürücü birim

Çizelge 1. DK Sisteminde hazırlanan filmlerin optik geçirgenlik spektrumlarının değerlendirilmesi ile Film/Altaş için (t_1) ve Film/Altaş/Film yapısı için (t_1 , t_2) elde edilen film kalınlıkları

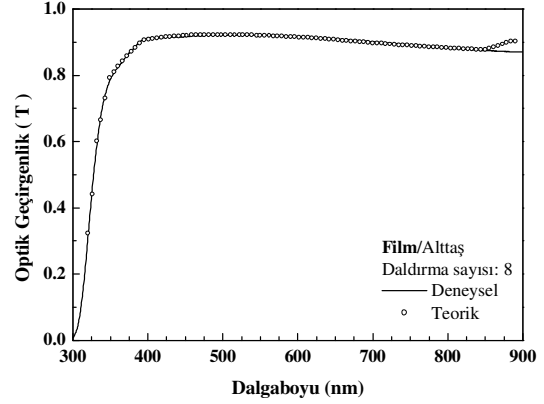
| Ince Film Yapısı | Daldırma sayısı | t_1 (nm) | t_2 (nm) |
|------------------|-----------------|------------|------------|
| Film/Altaş | 2 | 10 ± 2 | |
| | 6 | 20 ± 2 | |
| | 8 | 36 ± 2 | |
| Film/Altaş/Film | 2 | 14 ± 2 | 14 ± 2 |
| | 6 | 24 ± 2 | 24 ± 2 |
| | 8 | 36 ± 2 | 38 ± 2 |



Şekil 3. DK sisteminde, Film/Altaş yapısında farklı daldırma sayıları (2, 6 ve 8) için elde edilen ZnO ince filmlerin ve altaşın optik geçirgenlik spektrumları



Şekil 4. DK sisteminde Film/Altaş/Film yapısında farklı daldırma sayıları (2, 6 ve 8) için elde edilen ZnO ince filmlerin optik geçirgenlik spektrumları



Şekil 5. DK sisteminde Film/Altaş yapısında 8 kez daldırma sonucu elde edilen ZnO ince filmin deneysel ve teorik optik geçirgenlik spektrumu

4. TARTIŞMA ve SONUÇLAR

Kendi-yapım DK sisteminde çözelti formunda kaplama malzemesi kullanılarak Film/Altaş veya Film/Altaş/Film formunda ZnO ince filmler hazırlanabilmektedir. Bu sistem ile istenirse farklı çözeltiler kullanılarak Film/Altaş ve Film/Altaş/Film formunda da ince filmler hazırlamak mümkündür. Daldırma ve geri çekme hızları, yazılım ile 0,5-10 cm/dak arasında değiştirilebilmektedir. Ancak artan daldırma-geri çekme hızları için film kalınlığının artacağı fakat bununla beraber yapısal olarak tercihli yönelimin de azalacağı dikkate alınmalıdır. Buna ek olarak daldırma kaplamada kullanılan çözeltinin daha kararlı olmasını sağlayan kimyasallar ve ısı işlemlerinin profili de ince filmlerin yapısal ve optik özellikleri açısından oldukça önemlidir.

5. KAYNAKLAR

- Aktaruzzaman, A.F., Sharma, G.L., Malhotra, L.K. (1991). Electrical and optical properties of germanium-doped zinc oxide thin films. *Thin Solid Films*, 198, 67.
- Bilgen, Y. (2008). Sol-Gel Yöntemiyle Üretilen Nanokristal ZnO:Ga İnce Filmlerinin Optik ve Mikroyapısal Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze.
- Birgin, E.G., Chambouleyron I, and Martinez J.M. (1999). Estimation of optical constants of thin films using unconstrained optimization. *Journal of Computational Physics*, 151, 862-888.
- Çakıroğlu, M. (2008). Structural and magnetic properties of Co doped ZnO films. Yüksek Lisans Tezi.

Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

- Çalışkan, M.D. (2003). Bilgisayar Kontrollü Manyetizasyon Ölçüm Sistemi Yapımı, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara (Yüksek Lisans Tezi).
- Erarslan, N., Güngör, T. (2010). ZnO ince filmlerin kalınlıkları ve optiksel sabitlerinin noktasal kısıtlamasız minimizasyon algoritması ile belirlenmesi. *Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 2, 181-193.
- Habibi, M.H., Sardashti, M.K. (2008). Structure and morphology of nanostructured zinc oxide thin films prepared by dip vs. spin-coating methods. *J. Iran. Chem. Soc.*, 5, 603-609.
- Ignjatovic N., Brankovic Z., Dramicanin M., Nedeljkovic J.M., and Uskokovic D.P., (1998). Preparation of TiO₂ and ZnO thin films by dip-coating method. *Materials Sciences Forum*, 282-283, 147-152.
- Jin, M., Ying, L.S. (1994). Preparation of ZnO films by reactive evaporation. *Thin Solid Films*, 237, 36-38.
- Lee, J.H., Park, B.O. (2002). Transparent conducting ZnO:Al, In and Sn thin films deposited by the sol-gel method. *Thin Solid Films*, 426, 94.
- Lee, J.H., Park, B.O. (2003). Transparent conducting ZnO:Al, In and Sn thin films deposited by the sol-gel method. *Thin Solid Films*, 426, 94-99.
- Malouin, P. J., http://en.wikipedia.org/wiki/Paul_Jacques_Malouin.
- Musat, V., Rego A.M., Monteiro, R., Fortunato, E. (2008). Microstructure and gas-sensing properties of sol-gel ZnO thin films. *Thin Solid Films*, 516, 1512-1515.
- Özyasar., http://ozyasar.com.tr/sicak_daldırma_galvanizleme.html.