

T.C.
BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ KOORDİNATÖRLÜĞÜ

2018-01.BŞEÜ.03-12

**HEGZAGONAL BOR NİTRÜRÜN ALÜMİNYUM, MAGNEZYUM VE PASLANMAZ
ÇELİK YÜZEYLER ÜZERİNE KAPLANMASI VE KAPLANMIŞ YÜZEYLERİN
KARAKTERİZASYONU**

FİNAL RAPORU

PROJE PERSONELLERİ

Proje Yürütücüsü

Prof. Dr. Çağlayan AÇIKGÖZ

Yardımcı Araştırmacılar

Dr. Öğr. Üyesi Alev AKPINAR BORAZAN

Öğr. Gör. Dr. Sahra DANDIL

Arş. Gör. Duygu KURU

Arş. Gör. Dr. Deniz AKIN ŞAHBAZ

KASIM,2019

BİLECİK

ÖZET

Hegzagonal bor nitrür, önemli mekanik, elektriksel ve kimyasal özellikler gösteren 2-boyutlu nano yapıdır [1]. Atomik olarak bor ve azot atomlarının hegzagonal şekilde kovalent bağlanmasıyla oluşan bir materyaldir [2]. Tabakalar arasında ise zayıf Van der Waals bağları mevcuttur [3]. Kimyasal inertlik, yüksek ısı iletkenliği, iyi termal şok direnci [4], düşük termal genleşme, yüksek elektrik direnci, düşük dielektrik sabiti ve toksik olmama gibi üstün özelliklere sahiptir.

Gerçekleştirilen proje çalışmasında, alüminyum, paslanmaz çelik ve magnezyum plakalar üzerinde hegzagonal bor nitrür kaplaması geliştirilerek, elde edilen bu kaplamaların özelliklerinin anlaşılması amaçlanmıştır. Çalışmada, elde edilecek kararlı yapıdaki kaplamaların antimikrobiyal özellik taşıması hedeflenmiştir. Literatür taramasında paslanmaz çelik ve magnezyum plakalar üzerine çalışmalar rastlansa da alüminyum yüzeylerin hegzagonal bor nitrür ile kaplanması çalışmalarının çok nadir olduğu görülmüş ve karşılaşılan birkaç çalışmada da genel olarak zor ve pahalı yöntemler kullanılmıştır. Proje çalışması kapsamında, bu malzemelerin daha kolay ve ucuz bir kaplama yöntemi ile kaplanması amaçlanmıştır.

Silan kaynağı ve hegzagonal bor nitrür içeren kaplama çözeltileri ile alüminyum, paslanmaz çelik ve magnezyum plakalar üzerine daldırma kaplama yöntemiyle kaplamalar gerçekleştirilmiş ve bu kaplamaların karakterizasyonları yapılarak kazandıkları özellikler ortaya konmuştur. Kaplanan yüzeylerin antimikrobiyal özelliklerinin kazandırılması yüzeylerde biyofilm oluşumu ile sağlanmıştır. Kaplanan yüzeylerde biyofilm oluşumu gözlenmiştir.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
1. GİRİŞ	4-5
2. LİTERATÜR ÖZETİ	6-11
3.MATERYAL VE METOT	12-13
4. BULGULAR	14-
5.GELECEK DÖNEMDE YAPILMASI PLANLANAN ÇALIŞMALAR	
KAYNAKLAR	

1. GİRİŞ

Bir malzemenin bulunduğu ortamla arasındaki teması yüzeyi ile sağlamaktadır. Malzemenin cinsi, yapısı ve bulunduğu ortama bağlı olarak farklı yüzey özelliklerine sahip olmaktadır. Birçok farklı sebeple yüzeyin özellikleri değiştirilmek istenebilir. Bunun için yaygın olarak yüzey kaplama yöntemleri kullanılmaktadır. Bilinen ve kullanılan birçok kaplama yöntemi bulunmaktadır. Bu yöntemler kabaca fiziksel ve kimyasal olmak üzere ayrılabilen ve birçok çeşidi bulunmaktadır.

Alüminyum hafif ve ucuz olması, kolay şekillendirilebilmesi ve temin edilmesi ile günümüzde hem endüstriyel hem de evsel alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. Kullanım alanları arasında uçak, inşaat, elektrik, otomotiv, mobilya, mutfak, elektrik ve otomotiv oldukça ilgi çekmektedir. Paslanmaz çelik malzemeler yüksek sıcaklıklara dayanım, ucuz olması, dayanıklılık ve korozyon gibi özelliklerinden dolayı tercih sebebi olmaktadır ve bu özellikleri ile geniş kullanım alanına sahiptir. Magnezyum yüzeylerin ise en belirgin özelliği olarak hafif olmaları bilinmektedir ve elektronik ve otomotiv sektöründe birçok uygulama alanları bulunmaktadır.

Bor nitrür yüksek ısı iletkenlik, üstün kimyasal kararlılık, yağlama özelliği ve düşük dielektrik katsayısı gibi üstün özellikleri ile seramik endüstrisinde, elektrik sanayinde, kozmetik sektöründe ve çevre uygulamalarında yaygın şekilde kullanılmaktadır.

Son yıllarda, hegzagonal bor nitrür üzerine yapılan çalışmaların miktarındaki artış oldukça ilgi çekmektedir. Yapılan çalışmalar arasında hegzagonal bor nitrürün sentezi, karakterizasyonu, karakteristik özellikleri ve uygulamaları göze çarpmaktadır. Hegzagonal bor nitrürün ısı iletkenlik, kimyasal kararlılık, elektrik direnci gibi üstün termal, elektriksel, mekanik ve fiziksel özelliklere sahip olduğu çalışmalar yapılan çalışmalar sonucunda ortaya konmuştur. Ayrıca malzemeler üzerine kaplamalar yapılarak farklı özellikler elde edilmesi ve yeni kullanım alanları bulunması da dikkat çeken farklı bir çalışma alanıdır.

Gerçekleştirilen proje çalışmasında, alüminyum, paslanmaz çelik ve magnezyum plakalar üzerinde antimikrobiyal hegzagonal bor nitrür kaplaması geliştirilmesi amaçlanmıştır. İlgili konu üzerine yapılan araştırmamızda hegzagonal bor nitrürün kaplama malzemesi olarak uygulanmasının çok eski yıllara dayanmadığı, son zamanlarda gelişen ve yaygınlaşan bir alan olduğu görülmüştür. Bu nedenle çalışılması amaçlanan alanın geliştirilmeye ihtiyaç duyulduğu düşünülmüştür. Literatür taramalarında edindiğimiz en

iyi bilgilere göre, borun bor nitrür halinde nadir olarak paslanmaz çelik ve magnezyum alaşımlar üzerine kaplanması çalışmalarına rastlanmıştır. Bu çalışmalarda kullanılan metot genellikle kimyasal buhar biriktirme yöntemi olup, temeli kapalı bir reaktör içinde malzeme yüzeyine taşıyıcı gazın reaksiyonu yardımıyla yapılan kaplama işlemidir. Proje çalışması kapsamında, bu malzemelerin daha kolay ve ucuz bir kaplama yöntemi olan daldırma yöntemiyle kararlı bir şekilde kaplanması amaçlanmıştır.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

Literatürde kaplamalar ile ilgili çalışmalar incelenmiştir. İlgili makale özetleri aşağıda verilmiştir:

Emrullahoğlu ve ark. Bor Nitrür Üretimi çalışmalarında, tüp fırında karbotermik yöntemle laboratuvar ölçekte bor nitrür tozu üretimi ve karakterizasyonu incelenmiştir. Laboratuvar çalışması; malzemenin karakterizasyonu, kuru preste şekillendirme, tüp fırında karbotermik reaksiyon ve ürünün XRD tekniği ile analizinden oluşmaktadır. Deneysel çalışmalar üç aşamadan oluşmaktadır; birinci aşamada karbon ve değişen oranlarda bor oksit içeren karışımlar kuru presleme tekniği ile şekillendirilmiştir. Borik asit karışıma eklenmeden önce bor oksite dönüştürmek amacı ile kalsinasyona tabi tutulmuştur. İkinci aşamada; şekillendirilmiş ürünler azot gazı atmosferinde, 2 saat süre ile 1400°C ve 1500°C lerde reaksiyona tabi tutulmuşlardır.. Üçüncü aşamada reaksiyona tabi tutulmuş numunelerin XRD analizleri yapılmıştır. Bor nitrür üretiminde etkisini görmek amacı ile karışımların bor oksit miktarları ve reaksiyon sıcaklığı değiştirilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda bor nitrür üretiminde kullanılacak borik asitinkalsinasyonunda dikkat edilmesi gerektiği aksi halde köpürmeler nedeniyle taşmaların olacağı ve bunun da fırına zarar vereceği anlaşılmıştır. 1400°C sıcaklığın bor nitrür oluşumu için yeterli olmadığı, sıcaklığının 1500 °C 'ye çıkarılması gerektiği deney sonuçlarından anlaşılmaktadır. Üç ayrı reçete ile yapılan çalışmalarda en iyi sonuçlar 2 mol B_2O_3 + 3 mol C 'dan oluşan 2. reçetede alınmıştır. Laboratuvar Ölçekte yapılan bu çalışma sonucunda ülkemiz hammaddeleri kullanılarak katma değeri çok yüksek olan ve sertlikte elmasan sonra gelen bor nitrürün üretim şartları belirlenmiş ve optimize edilmiştir [5].

Özel ve ark. gerçekleştirilen Alüminyum Alaşımı Yüzeyine Kaplanan Tabakaların Mikroyapı ve Yüzey Pürüzlülüğünün İncelenmesi çalışmalarında, alüminyum alaşımı yüzeyine, Al_2O_3 +%13 TiO_2 , Cr_2O_3 ve Cr_2O_3 +%25 Al_2O_3 tozları plazma püskürtme tekniği kullanılarak kaplanmıştır. Kaplama tabakalarının optik mikroskopta mikroyapı resimleri çekilmiş ve yüzey pürüzlülük değerleri ölçülmüştür. Deney sonuçları incelendiğinde, plazma püskürtme yöntemi ile gerçekleştirilen kaplamalarda, kaplama tabakasında gözenekli bir yapının olduğu görülmüştür. En düşük gözeneklilik miktarı Cr_2O_3 tozu ile kaplanan numunede görülmüştür. En düşük yüzey pürüzlülüğü ise Cr_2O_3 +%25 Al_2O_3 tozu ile kaplanan numunede gözlemlenmiştir [6].

Pasinli ve ark. Alüminyum Kaplanan Çelik Malzemelerde Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi çalışmalarında, Çelik malzemelerin yüzey özelliklerini iyileştirmek amacı ile, yüzeyleri alüminyum ile kaplama yapılmaktadır. Bu çalışmada, az karbonlu çelik (Ç1020) ve paslanmaz çelik (AISI 316) malzemelerin yüzeyine sıcak daldırma yöntemiyle Al kaplama yapılmaktadır. Bu işlem 750 °C sıcaklıkta, 2 ve 10 dak süreyle bekletilerek uygulanmıştır. Al kaplama uygulanan numunelere, nötr ortamda 800 °C sıcaklıkta ve 1 ve 6 saat süreyle difüzyon tavlama uygulanmıştır. Kaplama işlemi sonrası uygulanan ısı işlemleri yüzey mikroyapısı ve mikrosertlik ölçümler yardımıyla Al ve difüzyon tabakalarındaki kalınlık değişimi incelenmiştir. Sonuç olarak, az karbonlu çelikte paslanmaz çeliğe göre sertlik ve difüzyon tabaka kalınlığı gibi değerlerde daha büyük değişimler olduğu görülmektedir. Al sıvı içerisinde bekletme sürelerine bağlı oluşan Al kaplama kalınlığı, Ç1020 malzemede belirgin olarak görülmüştür. AISI 316 malzemede bu değişim çok fazla olmamaktadır. Malzeme yönünden karşılaştırıldığında, bu uygulamada az karbonlu çeliklerde daha iyi bir kaplama oluştuğu görülmüştür. Isıl işlem olarak difüzyon tavlama uygulandığında, paslanmaz çelik malzemelerde oluşan kaplama tabakası kalınlığı artmıştır. Ölçülen mikrosertlik değerlerindeki artışlarda, malzemelerde intermetalik sert fazların oluşmasının etkisi olduğu görülmüştür [7].

Akın ve ark. gerçekleştirdikleri Alüminyum Altık Üzerine Isıl Püskürtme Yöntemiyle Kaplanan Seramik ve Seramik-Polimer Kaplamaların Aşınma Davranışlarının İncelenmesi çalışmalarında, ticari saflıktaki alüminyum üzerine alevle püskürtme yöntemiyle kaplanmış Cr_2O_3 , ZrO_2CaO , Al_2O_3 ve $Al_2O_3TiO_2$ olmak üzere dört farklı oksit seramik kaplamanın ve bu kaplamaların üzerine daldırma yöntemiyle teflon kaplanarak oluşturulan seramik/teflon karma kaplamaların, kuru kayma koşulundaki aşınma davranışları, farklı yükler kullanılarak salınım hareketli (reciprocating) aşınma test cihazında ayrı ayrı incelenmiştir. Seramik kaplamalar arasında Cr_2O_3 kaplama en sert kaplama olup, her iki bilyeye karşı yapılan aşınma deneylerinde en yüksek aşınma direncini göstermiştir. Alümina bilye ile yapılan deneylerde aşınma direncinin büyükten küçüğe sıralaması Cr_2O_3 , ZrO_2CaO , Al_2O_3 ve $Al_2O_3TiO_2$ iken çelik bilyede bu sıralama Cr_2O_3 , $Al_2O_3TiO_2$, Al_2O_3 ve ZrO_2CaO şeklindedir. Seramik kaplamaların üzerine teflon kaplanması sürtünme katsayısını büyük ölçüde düşürerek 0.1 değerinin altına indirmiştir. Bu sayede aşınma azalmış ve karma kaplamaların servis ömrü artmıştır. İncelenen seramik kaplamalar arasında en az aşınan Cr_2O_3 'ün, üzerine teflon kaplanmasıyla elde edilen Cr_2O_3 / teflon karma kaplama da en yüksek aşınma direncini göstermiştir [8].

Çelik Nano Boyutta Titanyum Diborür Katkılı Sıcak Preslenmiş Hegzagonal Bor Nitrür – Titanyum Diborür Kompozitlerinin Özelliklerinin İncelenmesi çalışmasında, 2250 °C sinterleme sıcaklığında, 13 MPa basınç altında, buharlaştırma potalarının klasik bileşimi olan ağırlıkça yaklaşık %55-%45 h-BN ve TiB₂ miktarları korunup, yapıya ağırlıkça %5, %10 ve %15 nano boyuta getirilmiş TiB₂ katılarak, kompozit malzemenin mekanik ve elektriksel özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir [9].

Çakıcı 6082 Kalite Alüminyum Alaşımının Mikro Ark Oksidasyonu Yöntemiyle Yüzey Modifikasyonu çalışmasında, 6082 kalite alüminyum alaşımına alkali esaslı bir çözelti içinde (1g/l KOH+3g/l Na₂SiO₃), voltaj ve akım kontrollü mikro ark oksidasyon işlemi uygulanarak oluşan oksit film tabakasının özellikleri incelenmiştir. Oluşan kaplamanın yüzey morfolojisi ve mikro yapısı incelenerek; süre, akım/voltaj değişimi, pozitif/negatif vuruş süresi (uygulama/bekleme süresi), vb. gibi mikro ark oksidasyon parametrelerinin oluşan oksit film tabakası yapısına etkileri gözlemlenmiştir [10].

Ban ve ark. Geliştirilmiş Antibakteriyel Performans İçin Yağ Emdirilmeli Nano Desenli Alüminyum Yüzey çalışmalarında, bakteriyel yapışma ve biyofilm oluşumunun derecesini azaltarak yağ emdirilmeli yüzeyler oluşturulmuştur. Bu çalışmada yağ emdirilmiş kaygan nanoporousanodik alüminyum oksit katmanları doğrulamak için alüminyum alt tabaka üzerine bakteriyel bağlantının önlenmesi amaçlanmıştır. Bakteriyel yapışmayı önlemek için zayıf polarize edilebilir VanderWaals'ı polarize edilebilir etkileşimleri en aza indiren materyaller ve düşük yüzey enerjili malzemeler ile çalışıldı [11].

Çamurlu ve ark. Altıgen Bor Nitrür Nanopartiküllerini İçeren Nanokompozit Cam Kaplamalar çalışmasında, modifiye edilmemiş ve fluorosilan modifiye altıgen bor nitrür (hBN) nanopartiküllerini içeren SiO₂-K₂O-Li₂O'dan oluşan cam kaplamalar, paslanmaz çelik levhalar üzerinde sol-gel eğirme yöntemi ile hazırlanmıştır. Kaplamalar taramalı elektron mikroskobu (SEM), Fourier transform infrared (FTIR) spektroskopisi, x-ışını difraksiyonu (XRD), atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve termogravimetrik analiz (TGA) ile incelenmiştir. 1 saat boyunca 500 °C'de sertleştikten sonra 1.3-2.5 mm kalınlığında düzgün kaplamalar elde edildi. Kaplamalar çelik yüzeylere iyi yapışır. Tuz püskürtme testleriyle kaplamaların korozyon direncini artırdığı belirlenmiştir. HBN nanopartiküllerin hidrofobik florosilan modifikasyonunun amacı, kaplamaların üst yüzeyinde hBN miktarını zenginleştirmek olmuştur. Florosilan içeren kaplamalar modifiye edilmiş hBN nanopartikülleri, diğer kaplamalardan biraz daha düşük sürtünme katsayısı değerleri sunmuştur [12].

Valerini ve ark. Antimikrobiyal Gıda Ambalajları İçin Polilaktik Asit Filmleri Üzerine Alüminyum Üzerine Alüminyum Katkılı Çinko Oksit Kaplamalar çalışmalarında, farklı yayılma gücü kullanılarak azo-coatesplafı filmler gerçekleştirilmiş, morfolojik, yapısal ve optiksel özellikleri incelenmiştir. Spektrofotometrik ölçümler, potansiyel olarak toksikparçacıkların değerlendirilmesinin bir yolu olarak üç aylık bir süre boyunca gerçekleştirilmiştir. Son olarak azo kaplamalarının gıda patojen E.Coli' ye karşı antibakteriyel etkileri de değerlendirilmiştir [13].

Christopher ve ark. Biyopolimerler Malzeme Koruması İçin Nanokompozit: Su Bazlı Poliüretan Nanokompozit Kaplamalar Kullanılarak Korozyon Korumasının Geliştirilmesi çalışmalarında, yüzey modifikasyonu için yeni bir yöntem sunulmuştur. ZnO'nunbiyopolimerler ile ultrasonik hale getirilmesiyle kompozit, çözelti karıştırma tekniği kullanılarak çeşitli dozajlarda su bazlı poliüretan içinde disperse edilir. Elde edilen SA ve / veya LS ankrajlıZnOnanokompozitler, hafif çelik (MS) üzerine kaplanır ve potentiodynamik polarizasyon ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) kullanarak korozyona karşı dirençleri için çalışılmıştır [14].

Derek ve ark. Alüminyum Alaşımları Üzerinde Hidrofilik ve Antimikrobiyal Düşük Silika-Zeolit Lta Ve Yüksek Silika-Zeolit MfiHibridKaplama çalışmalarında; alüminyum alaşımlarda mükemmel yapışma özelliklerine sahip, iki tabakalı bir hidrofilik ve antimikrobiyalhibridzeolit kaplamanın tunel kalınlığındaki oluşumunu gösterdik. Hibrid kaplama, yüksek-silis-zeolit MFI matrisinde gömülü düşük silisli zeolit (zeolit A) tohum kristallerinden yapılmış, Yan ve Beving'in üç katmanlı yığındaki orta tabakaya benzer karışık bir zeolit kompozit kaplamadır. İlk kez, fonksiyonel bir son ürün olarak farklı zeolit türlerinden yapılmış tamamen kristalli, karışık zeolit hibrit bir kaplama sergiliyoruz. Bu zeolit hibrid kaplama büyük bir faydaya sahiptir ve işlevi ve uygulaması, onu üretmek için kullanılan zeolit türlerini değiştirerek kolayca ayarlanabilir [15].

Bonaccorsi ve ark. Alüminyum Yüzeylerde Zeolit Y Kaplamalarının Düşük Sıcaklıklı Tek Adımlı Sentezi çalışmalarında, zeolit Y (veya diğer LSZ zeolitleri) üzerinde doğrudan alüminyum üzerinde bir yöntem sunulmaktadır. Önerilen yöntemle, zeolit kaplamaların, düşük sıcaklıkta tek aşamalı bir sentez yoluyla, tüm işlemin önemli ölçüde basitleştirilmesiyle elde edilmesi mümkün olmuştur. Paslanmaz çelik yüzeylerde yetiştirilen zeolit Y ile bir karşılaştırma yapılmış ve zeolit kaplamanın korozyon önleyici özellikleri, farklı agresif ortamlarda 7 ila 12.4 arasında değişen pH değerlerinde potansiyodinamik testlerle değerlendirilmiştir [16].

Won ve ark. gerçekleştirdikleri TiO₂ Bazlı Şeffaf Kaplamalar Kendini Temizleyen Yüzeyler Oluşturur çalışmalarında ki amaçları, cam yüzeylere antibakteriyel özellikler kazandırmak ve ticari olarak satılan ürünlerin performansını geliştirmek için şeffaf TiO₂ filmlerinin yapılıp yapılamayacağını belirlemektir. Bu çalışmada çeşitli TiO₂ bazlı şeffaf filmleri sentezledik ve karakterize ettik. SWCNT'ler ve n-Ag ile yapılan ticari olarak elde edilebilen saf ve karışık faz-TiO₂ ve TiO₂ kompozitlerinin karanlık ve ışıklı koşullar altında antibakteriyel etkisini karşılaştırdık. Borosilikat camın daldırma kaplaması, yüzey özellikleri atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve temas açısı analizi ile değerlendirilen optik olarak transparan TiO₂ filmlerinin hazırlanması için kullanılmıştır. Son olarak, bakteri eki Bu araştırmanın amacı, cam yüzeylere antibakteriyel özellikler kazandırmak ve ticari olarak satılan ürünlerin performansını geliştirmek için şeffaf TiO₂ filmlerinin yapılıp yapılamayacağını belirlemektir. Bu çalışmada çeşitli TiO₂ bazlı şeffaf filmleri sentezledik ve karakterize ettik. SWCNT'ler ve n-Ag ile yapılan ticari olarak elde edilebilen saf ve karışık faz-TiO₂ ve TiO₂kompozitlerinin karanlık ve ışıklı koşullar altında antibakteriyel etkisini karşılaştırdık. Borosilikat camın daldırma kaplaması, yüzey özellikleri atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve temas açısı analizi ile değerlendirilen optik olarak transparan TiO₂ filmlerinin hazırlanması için kullanılmıştır. Son olarak, TiO₂ kaplı örneklerin bakteriyel bağlanma ve bakterisit performansı düzenli ve antimikrobiyal Corning® Gorilla® Glass ile karşılaştırıldı [17].

Augustin ve ark. Antimikrobiyal Alüminyum Dokunmatik Yüzey Uygulamasında Elektrot Biriktirme Sırasında Akım Yoğunluğunun Mikroyapı Ve Dokulu Cu Kaplamanın Sertliği Üzerine Etkisi çalışmalarında, kaplama akım yoğunluğunu mikroyapısal parametrelere ve son olarak antimikrobiyal temas yüzeyinin sertliğine bağlayan kapsamlı bir araştırmaya odaklanmıştır. Ayrıca, antimikrobiyal test için daha iyi mekanik özellikler gösteren kaplanmış numune seçilmiştir. Bakır, dokunmatik yüzeyler üzerinde bir kaplama şeklinde kullanılabilen, iyi kanıtlanmış bir antimikrobiyal malzemedir. Bu kaplamalar, sadece çizilme direnci ve mikro sertlik gibi iyi mekanik özelliklere sahiplerse, çok uzun süre dokunmatik yüzey olarak iyi bir servis sunabilir. Mevcut çalışmada, yukarıda belirtilen mekanik özellikler, elektro-çökeltmiş bakır ince film üzerinde belirlenmiştir; çift çinkolanmış alüminyum üzerinde biriktirilir. Çökeltme sırasında, akım yoğunluğu, 33.5 nm ila 66 nm aralığında kristalit boyutu üretmek için 2A dm² ila 10A dm² arasında değişmiştir. Kristalit boyutu, daha sonra TEM mikrografları tarafından teyit edilen X-ışını tepe genişlemesinden (Scherrer formülü) hesaplanmıştır. Kaplamanın çizilme sertliği ve

mikro sertliđi ölçüldü ve bakır kaplamadaki kristalit büyüklüğü ile korele edildi. Her iki karakteristik değerin de azalması ile kristalit büyüklüğü arttıđı bulunmuştur. Azaltılmış kristalit büyüklüğü (Hall-Petch etkisi) ve düzlem boyunca bakır filmlerin tercih edilen büyümesi, kaplamanın sertliğindeki artışta önemli bir rol oynar. Dahası, TEM analizi, daha yüksek akımda depolanan filmdeki nano-ikizlerin varlığını ortaya koymaktadır. Yoğunluğu, Hall-Petch etkisinin mekanizmasına kıyasla büyük ölçüde kaplama sertliğinin artmasına katkıda bulunmuştur. Kaplanmış antimikrobiyal yeteneđi Örnek Escherichiacoli bakterisine karşı değerlendirilmiş ve koloni sayımı yöntemi kullanılarak ticari olarak elde edilebilir dökme bakır ile karşılaştırılmıştır. E. coli hücrelerinin % 94'ü, bakır kaplı yüzeye altı saat maruz kaldıktan sonra öldü. Bakır işlemden geçirilmiş hücrelerin morfolojisi, SEM kullanılarak incelenmiştir [18].

Choi ve ark. Yüksek Yakalama Verimliliđi ve Düşük Basınç Düşüşü İle Yıkabilir Antimikrobiyal Polyester / Alüminyum Hava Filtresi çalışmalarında, PET / Al filtresinin, havadaki bakterilerin yüksek etkili yakalama ve inaktivasyonu ile ilgili iki işlevli olduğunu gösterdik. Bu filtre, ticari yüksek verimli parçacıklı hava (HEPA) filtresine kıyasla, kalınlık başına 10 kat daha düşük bir basınç düşüşü gösterdiğini gözlemlediler. Hem Escherichiacoli hem de Staphylococcusepidermidis, PET / Al filtresinde elektrostatik kuvvetler yoluyla % 99.99 gibi yüksek bir verimlilikle ele geçirildi. Her tür için filtrenin kendisinin antimikrobiyal aktivitesi, kimyasal olarak yetiştirilmiş Al tabakasının geliştirilmiş yüzey pürüzlülüğü ve ıslatılabilirliği nedeniyle, sırasıyla % 94.8 ve % 96.9'a arttırılmıştır. Daha da önemlisi, su ile yıkandıktan sonra PET / Al filtresinin tekrar tekrar kullanımı sırasında yakalama ve antimikrobiyal performanslar yüksek kalmıştır. Bu çalışma, düşük maliyetli, enerji verimli hava kalitesi uygulamaları için çekici olan biyolojik PM'nin eşzamanlı olarak çıkarılması ve inaktivasyonu için yeni bir yaklaşım sunmaktadır [19].

3. MATERYAL VE METOT

Proje çalışması kapsamında uygulanan metotlar aşağıda verilmiştir:

Kaplama Çözeltisinin Hazırlanması

Silan kaplama çözeltisi hacimce belirlenen oranlarda (5:5:90) glycidoxypopyltrimethoxysilane (GPTMS), propanol ve deiyonize suyun karıştırılmasıyla hazırlanmıştır. Çözeltinin pH'ı, asetik asit eklenerek ~ 4.5 olacak şekilde ayarlanmıştır. Silan karışımı 1 saat karıştırılacak ve daha sonra 3 saat süreyle tutulmuştur. Hegzagonal bor nitrürün silan kaplamaya emdirilmesi için, 100 mg hegzagonal bor nitrür 90 mL deiyonize su içinde dağıtılmıştır (pH 4.5). Ardından, bu karışım oda sıcaklığında 5 saat süreyle ultrasonik işleme tabi tutulmuştur. Oda sıcaklığında uzun ultrasonik işlemin, su içinde hegzagonal bor nitrürün pul pul ayrılmasına neden olabileceği literatürde belirtilmektedir. Bu durumda pul pul dökülmüş hegzagonal bor nitrür ultrasonik işleme tabi tutulmaya devam etmiş ve ardından çözeltinin pH'ı, asetik asit eklenerek ~ 4.5 olacak şekilde ayarlanmıştır ve GPTMS karışımı yavaş yavaş 5'er mL eklenmiştir. Bu karışım oda sıcaklığında 1 saat karıştırılacak ve daha sonra GPTMS' nin hidrolizinin tamamlanması için 3 saat daha karıştırılmaya devam edilmiştir.

Farklı silan kaynaklarının etkisini incelemek amacıyla polidimetilsiloksan (PDMS), tetraetilortosilikat (TEOS) ve tetrametilortosilikat (TMOS) kullanılmıştır.

Örnek Hazırlanması ve Kaplamanın Uygulanması

Kaplanacak malzemeler 2000 'lik zımpara kağıdı ile zımparalanacak, ardından aseton ve etanolla 10'ar dakika ultrasonik olarak temizlenmiştir. Daha sonra deiyonize su ile durulanıp oda şartlarında kurutulmuştur. Kaplama işlemi, kaplanacak malzemelerin kaplama çözeltisine 1, 5 ve 10 kez daldırılması ve daldırılıp 1 saat bekletilmesiyle gerçekleştirilmiştir. Kaplanan malzemeler daha sonra çözeltiden çıkarılmış, oda koşullarında 15 dakika bekletilmiş ve daha sonra etüvde 130 ° C'de 1 saat kurutulmuştur.

Kaplamalara Uygulanan Analizler

Kaplanan yüzeylere,

- Kaplanan yüzeylerin durumunu incelemek için Optik Mikroskop analizi,
- Yüzeylerin ıslanabilirlik davranışını incelemek için Temas Açığı (CA) analizi,
- Yüzeydeki fonksiyonel grupların belirlenmesi için Raman analizi,

- Kaplama çözeltileri için Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) analizi,
- Yüzey morfolojilerini ve antimikrobiyal davranışlarını belirlemek için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi,
- Yüzeylerdeki kaplamaların detaylı bir şekilde incelenmesi için Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) analizi uygulanmıştır.

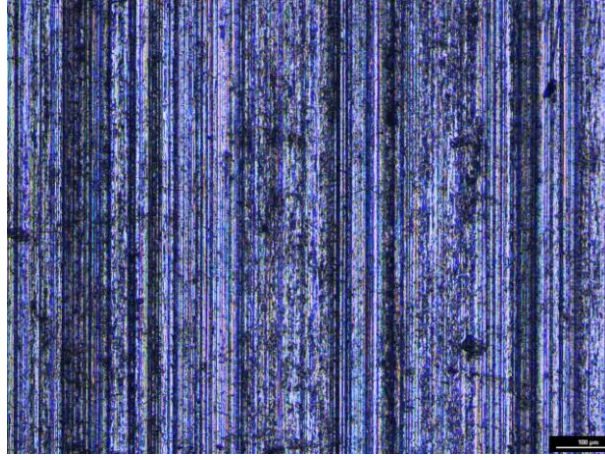
4. BULGULAR

4.1. Optik mikroskop analizi

Optik mikroskop analizleri Nikon EclipseLV 150, Japan cihazı ile ortam koşullarında 10X büyütmede gerçekleştirilmiştir.

4.1.1. Alüminyum yüzeyler için optik mikroskop analizi

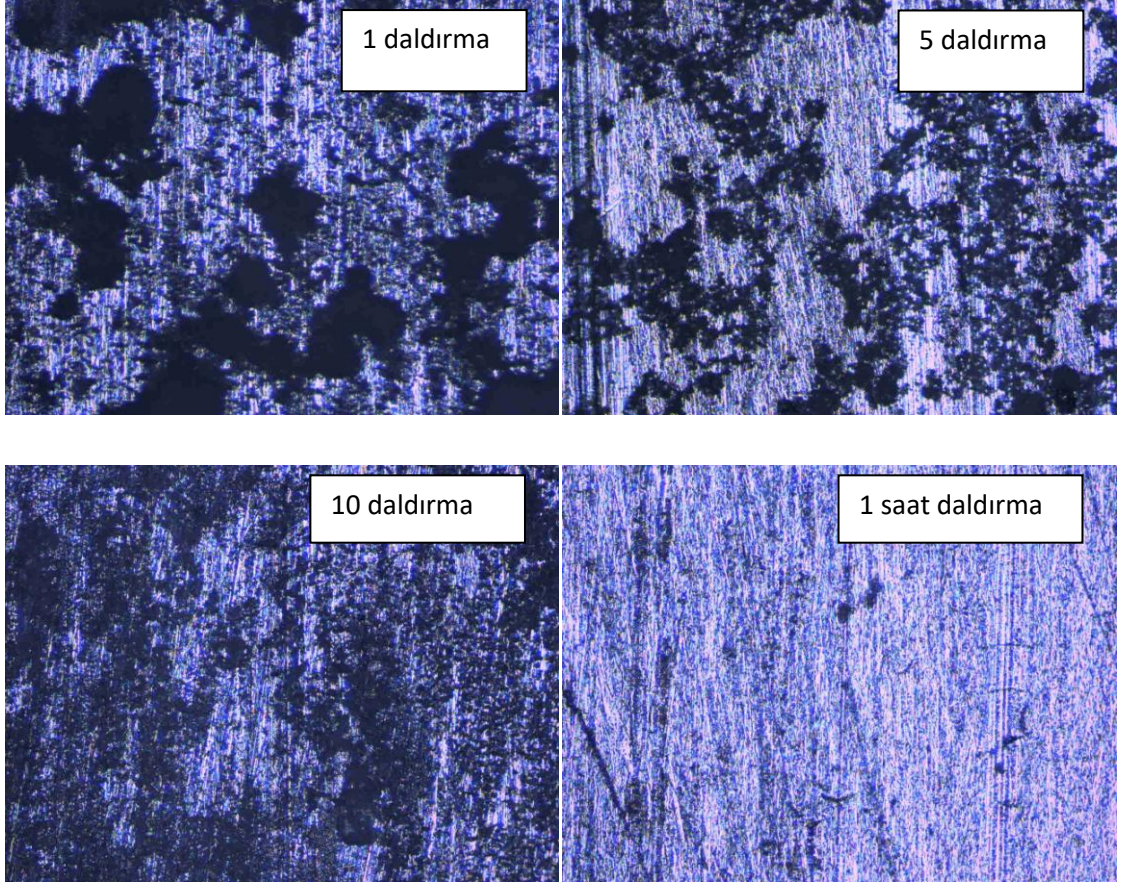
Kaplanmamış alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 1'de gösterilmektedir.



Şekil 1. Kaplanmamış alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

GPTMS kullanılarak kaplanan alüminyum yüzeyler

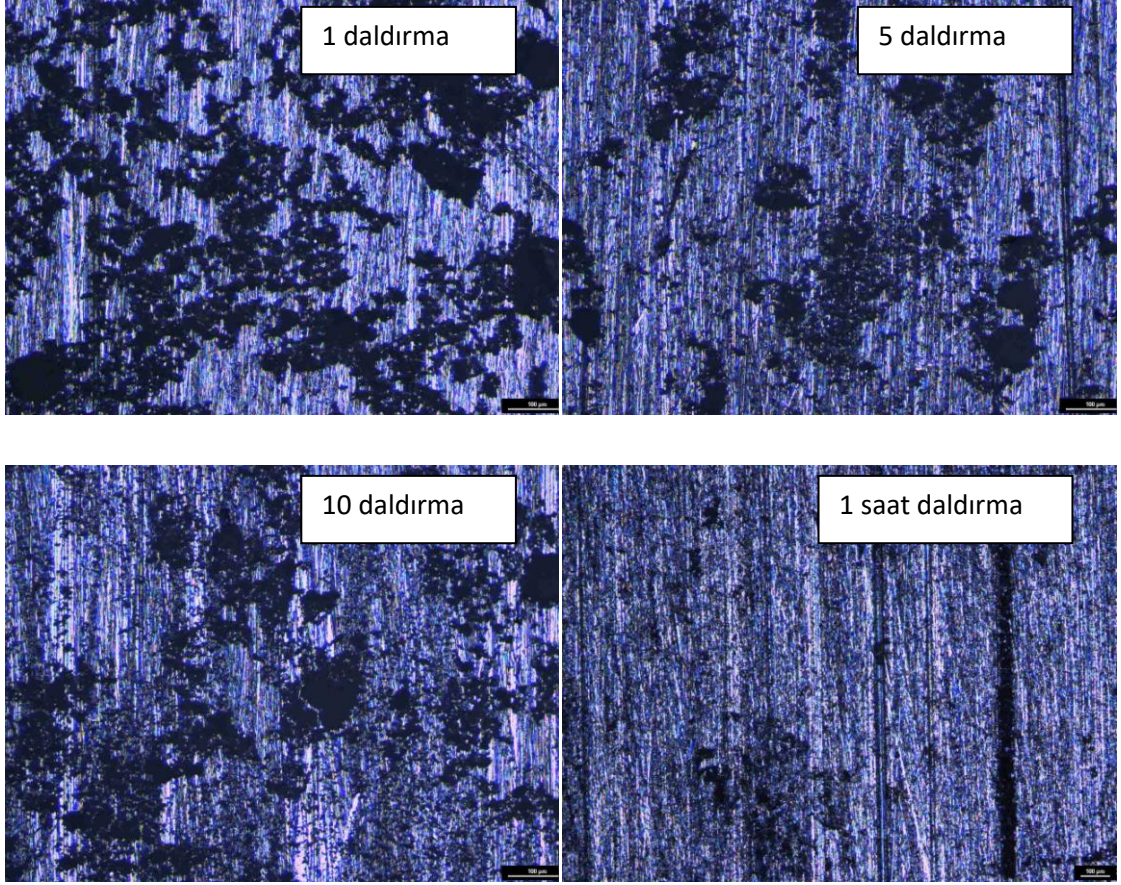
GPTMS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 2'de yer almaktadır.



Şekil 2. GPTMS kullanıldığı durumda kaplanan alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

TMOS kullanılarak kaplanan alüminyum yüzeyler

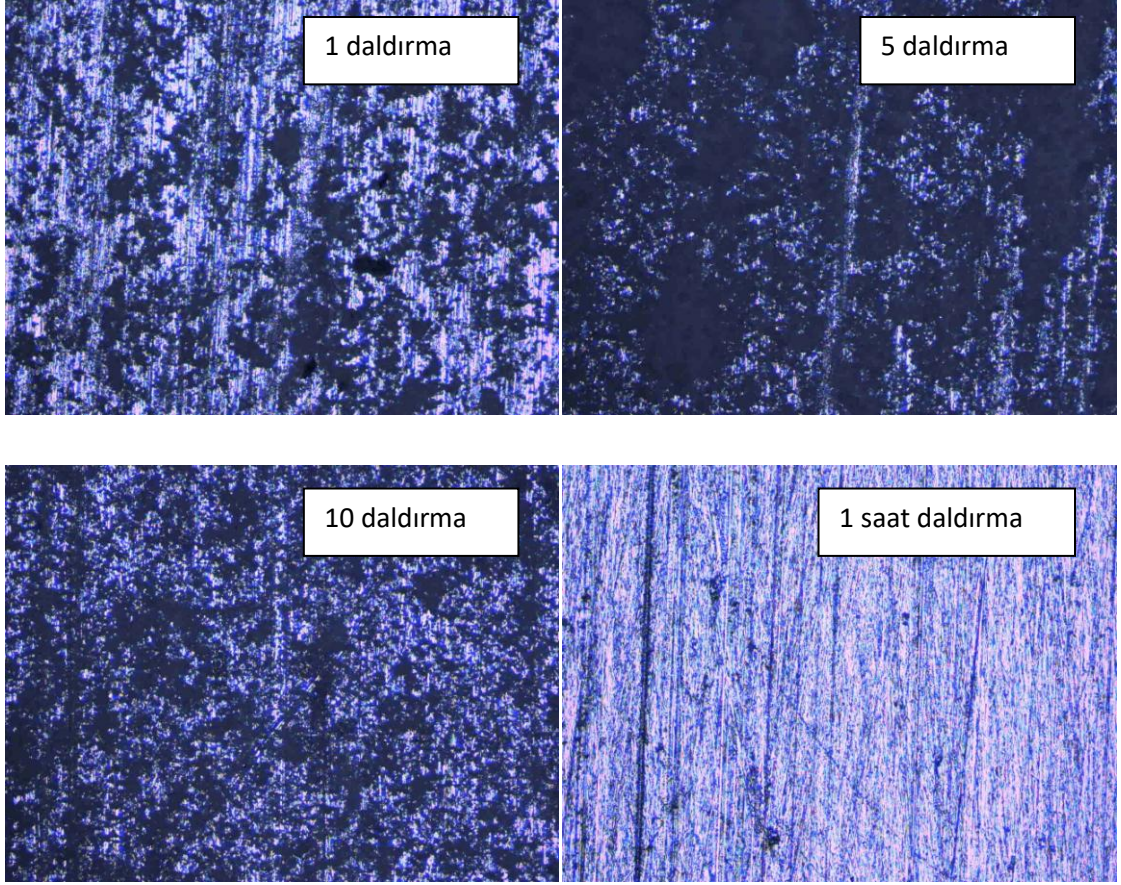
TMOS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 3'te yer almaktadır.



Şekil 3. TMOS kullanıldığı durumda kaplanan alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

TEOS kullanılarak kaplanan alüminyum yüzeyler

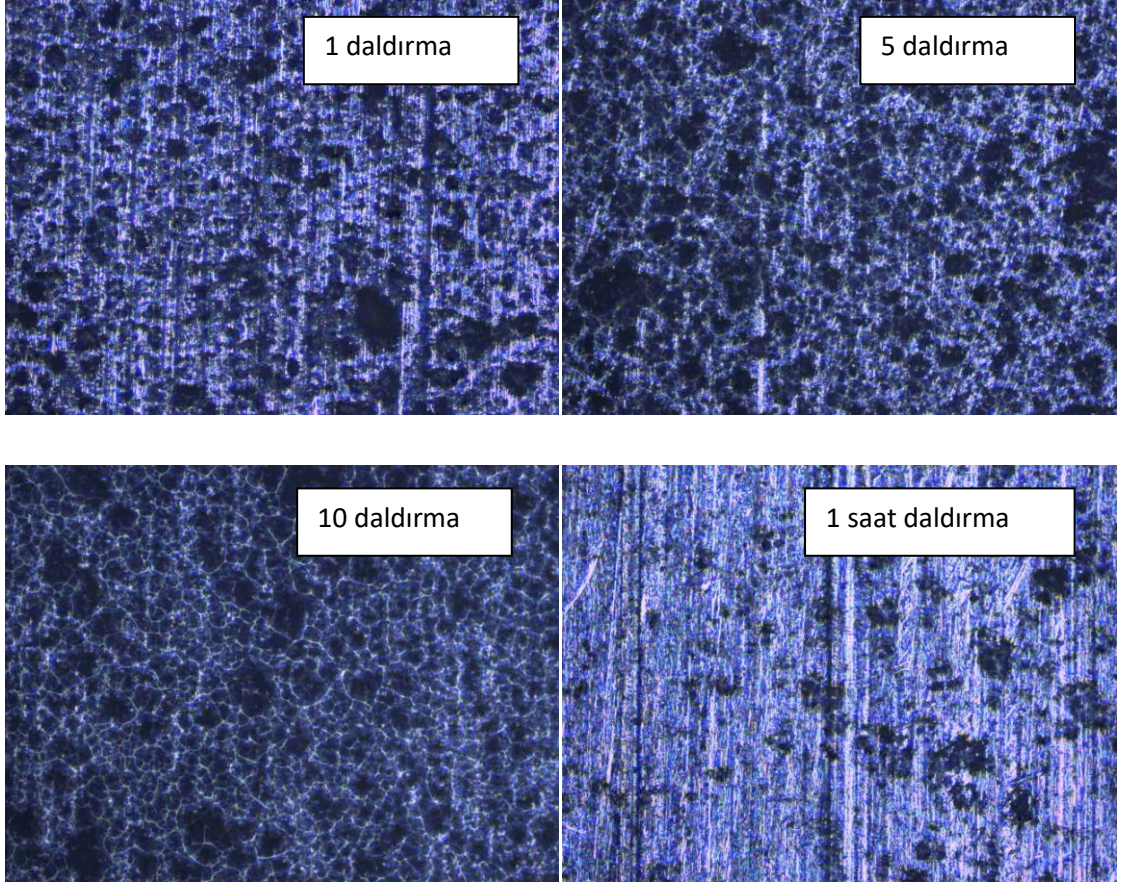
TEOS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 4'te gösterilmektedir.



Şekil 4. TEOS kullanıldığı durumda kaplanan alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

PDMS kullanılarak kaplanan alüminyum yüzeyler

PDMS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 5'te gösterilmektedir.



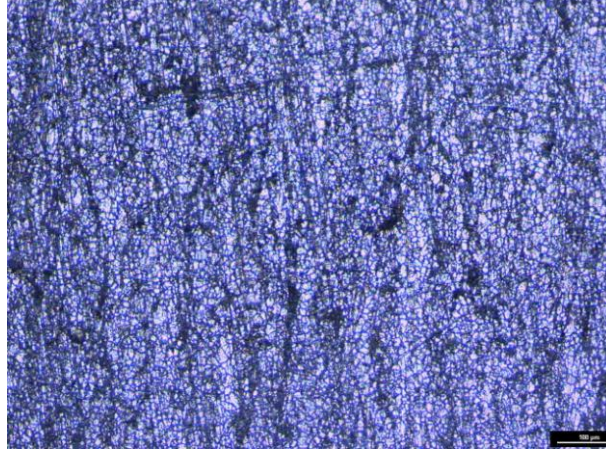
Şekil 5. PDMS kullanıldığı durumda kaplanan alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

Kaplanmamış alüminyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 1’de gösterilmektedir. Şekil 1’ den yola çıkılarak silan çözeltileri ve daldırma süreleri için yüzey tutunma özellikleri incelenerek karşılaştırılmıştır.

Optik mikroskop görüntülerine göre, kullanılan bütün silan türleri için daldırma sayıları kıyaslandığında, 10 daldırmalarda en yoğun ve homojen görüntüler elde edildiğinden en iyi sonuçların 10 kez daldırma ile elde edildiği ile belirlenmiştir. Silan kaynakları kıyaslandığında ise optik mikroskop görüntülerine göre, alüminyum plakalar için PDMS ile en iyi kaplamaların gerçekleştirilebildiği gözlenmiştir. Buna göre, alüminyum plakaların PDMS içeren kaplama çözeltilisine 10 kere daldırılması ile en homojen, uniform ve düzgün dağılımın sağlanarak kaplamaların gerçekleştirildiği belirlenmiştir.

4.1.2. Paslanmaz elik yzeyler iin optik mikroskop analizi

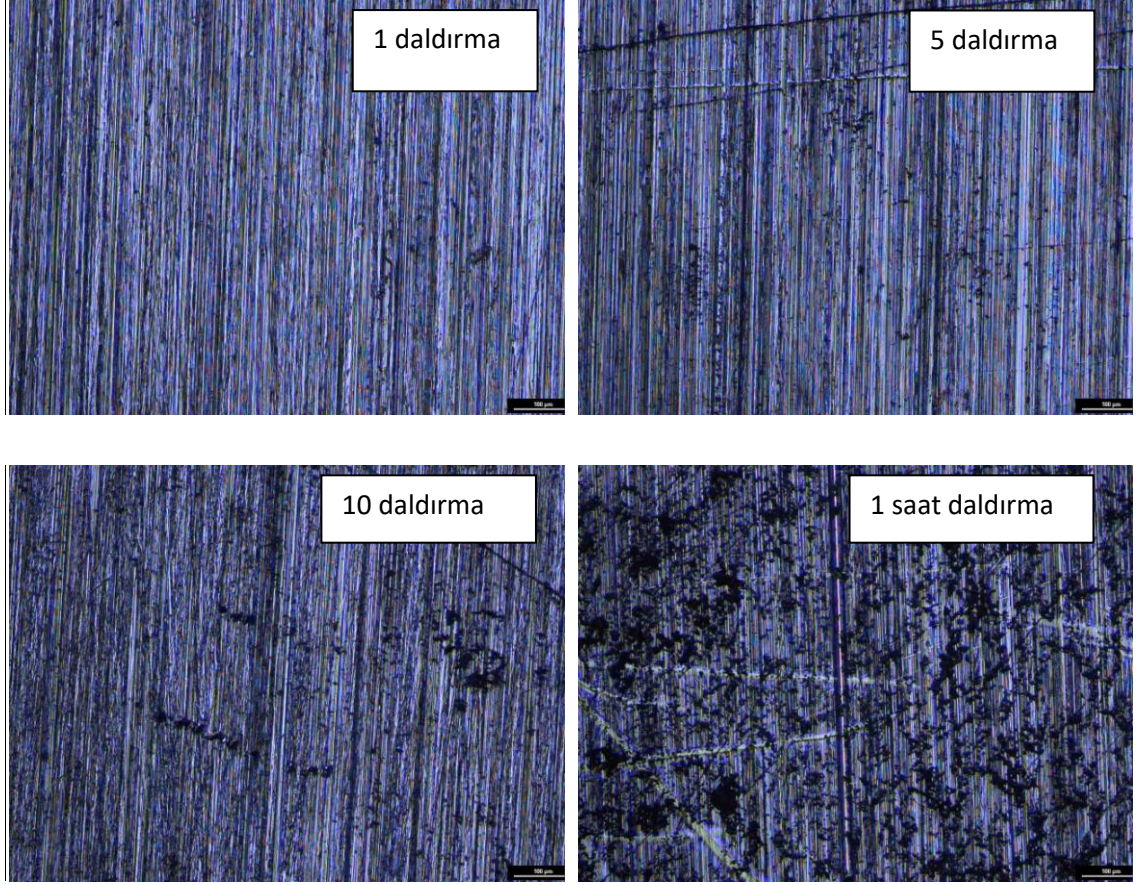
Kaplanmamıř paslanmaz elik yzeylere ait optik mikroskop grnts Őekil 6’da gsterilmektedir.



Őekil 6. Kaplanmamıř paslanmaz elik yzeylere ait optik mikroskop grnts

GPTMS kullanılarak kaplanan paslanmaz elik yzeyler

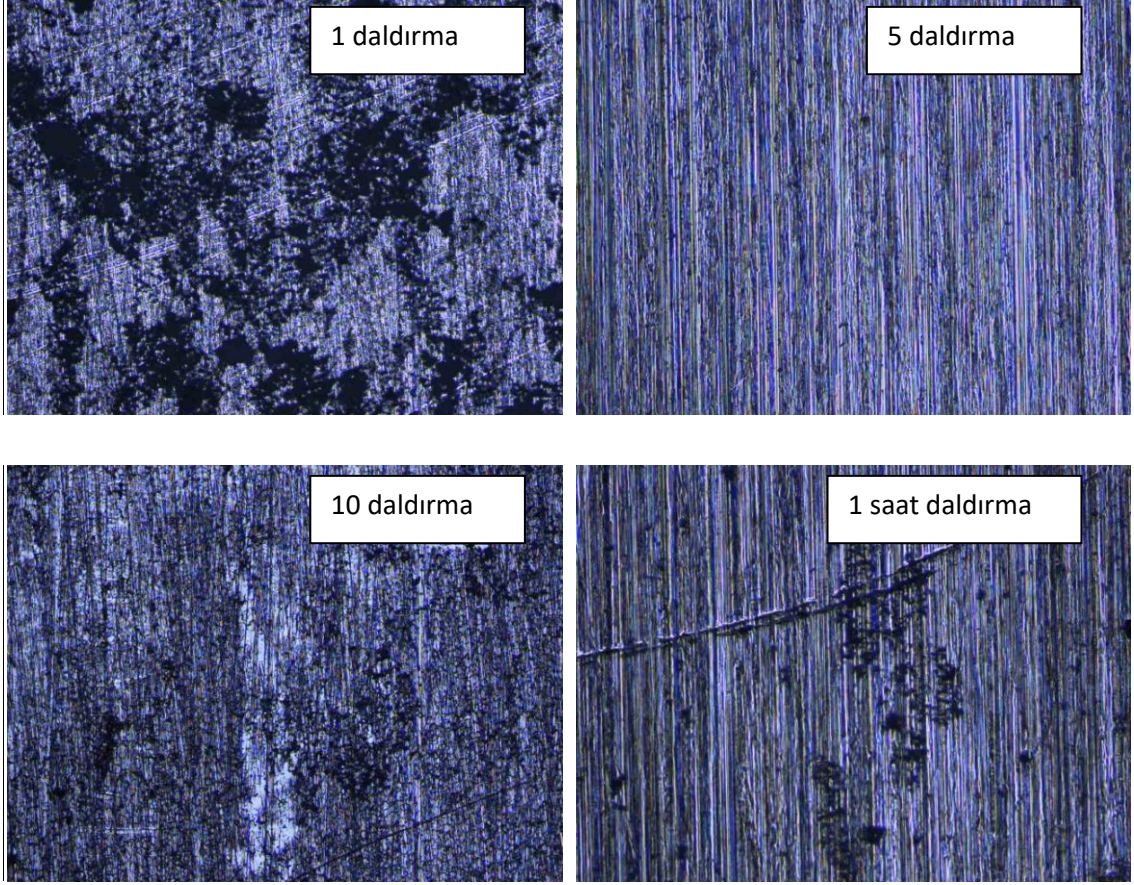
GPTMS kullanıldıđı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan paslanmaz elik yzeylere ait optik mikroskop grnts Őekil 7’de yer almaktadır.



Şekil 7. GPTMS kullanıldığı durumda kaplanan paslanmaz çelik yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

TMOS kullanılarak kaplanan paslanmaz çelik yüzeyler

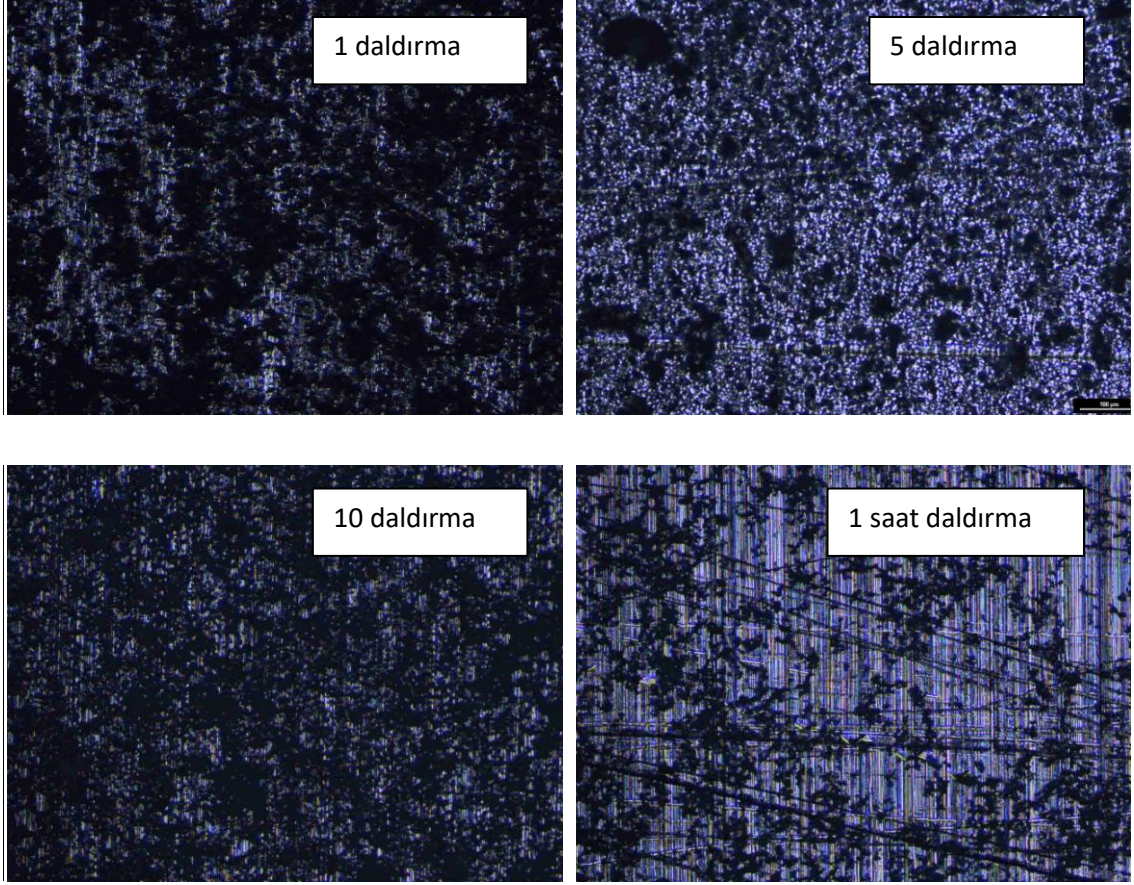
TMOS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan paslanmaz çelik yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 8'de yer almaktadır.



Şekil 8. TMOS kullanıldığı durumda kaplanan paslanmaz çelik yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

TEOS kullanılarak kaplanan paslanmaz çelik yüzeyler

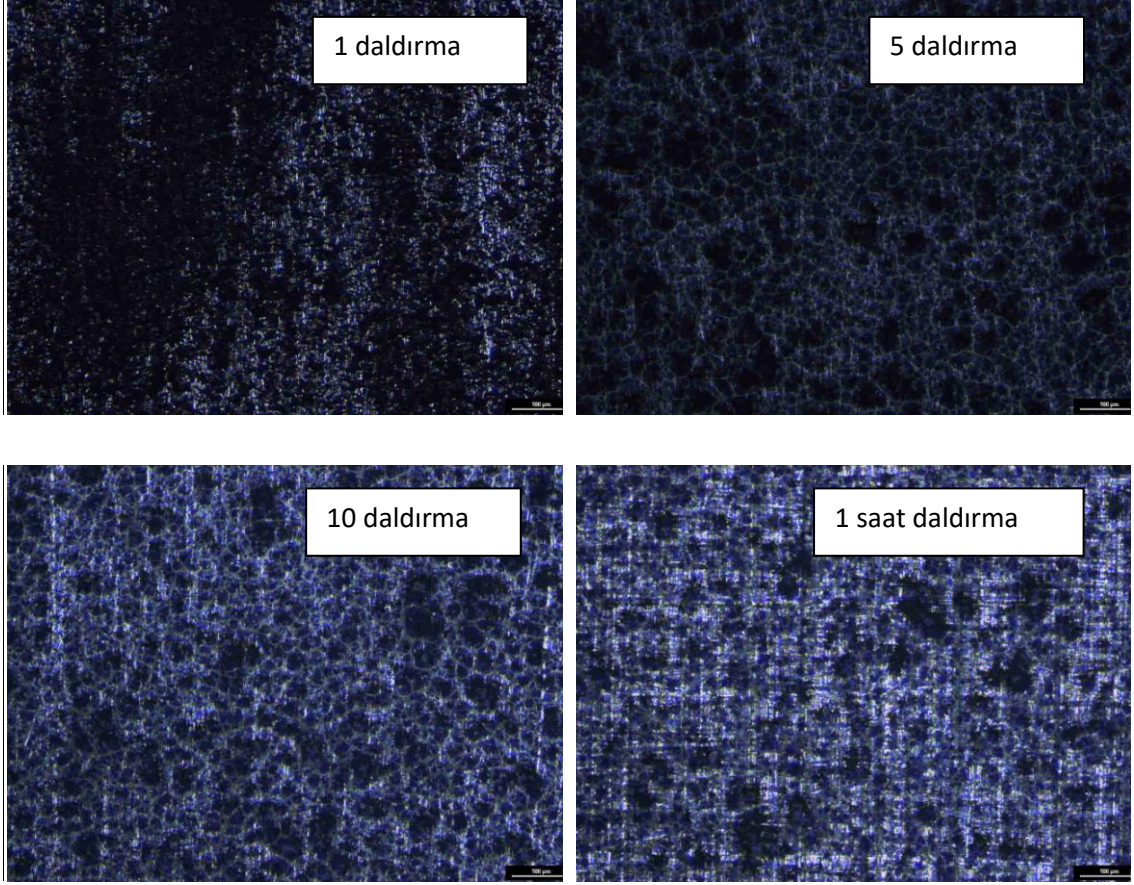
TEOS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan paslanmaz çelik yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 9'da gösterilmektedir.



Şekil 9. TEOS kullanıldığı durumda kaplanan paslanmaz çelik yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

PDMS kullanılarak kaplanan paslanmaz çelik yüzeyler

PDMS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan paslanmaz çelik yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 10'da gösterilmektedir.



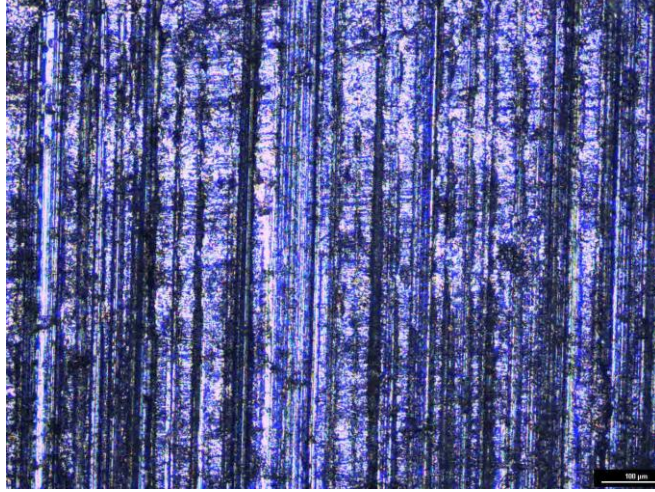
Şekil 10. PDMS kullanıldığı durumda kaplanan paslanmaz çelik yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

Kaplanmamış paslanmaz çelik yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 6’da gösterilmektedir. Şekil 6’ dan yola çıkılarak silan çözeltileri ve daldırma süreleri için yüzey tutunma özellikleri incelenerek karşılaştırılmıştır.

Optik mikroskop görüntülerine göre, kullanılan bütün silan türleri için daldırma sayıları kıyaslandığında paslanmaz çelik yüzeyler üzerine 10 kez daldırma ile en yoğun ve homojen görüntülerin elde edildiği belirlenmiştir. Silan kaynakları kıyaslandığında ise, paslanmaz çelik plakalar için PDMS ve TEOS ile en iyi kaplamaların gerçekleştirilebildiği gözlenmiştir. PDMS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanan alüminyum ve paslanmaz çelik yüzeylerde benzer şekilde kılcallı silan yapılarının yüzey üzerinde tutunduğu belirlenmiştir. TEOS içeren kaplama çözeltisi kullanılarak kaplanan paslanmaz çelik yüzeylerde ise PDMS ile kaplanarlardan farklı olarak kılcal görünümlü yüzeylere rastlanmamış ve kümeleşmiş şekilde yüzey üzerinde tutunmalar meydana gelmiştir.

4.1.3. Magnezyum yüzeyler için optik mikroskop analizi

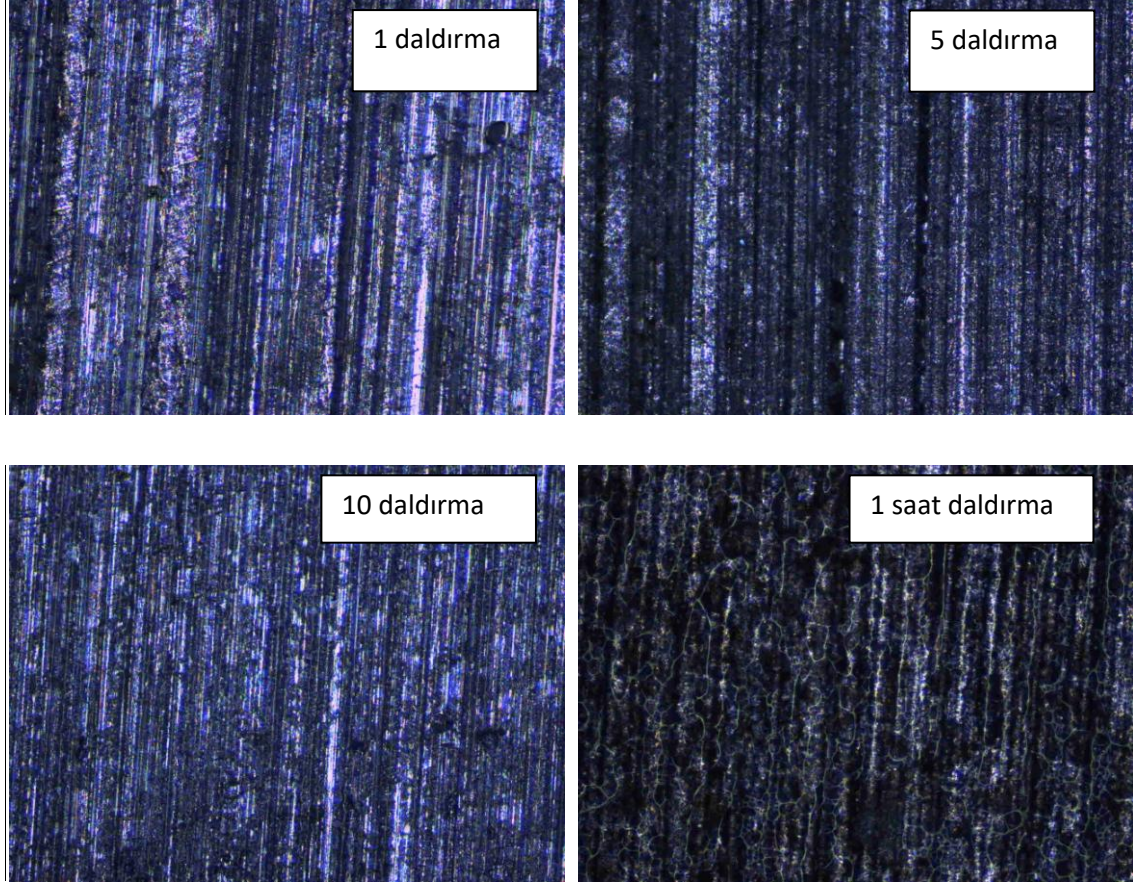
Kaplanmamış magnezyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 11’de gösterilmektedir.



Şekil 11. Kaplanmamış magnezyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

GPTMS kullanılarak kaplanan magnezyum yüzeyler

GPTMS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan magnezyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil12’de yer almaktadır.



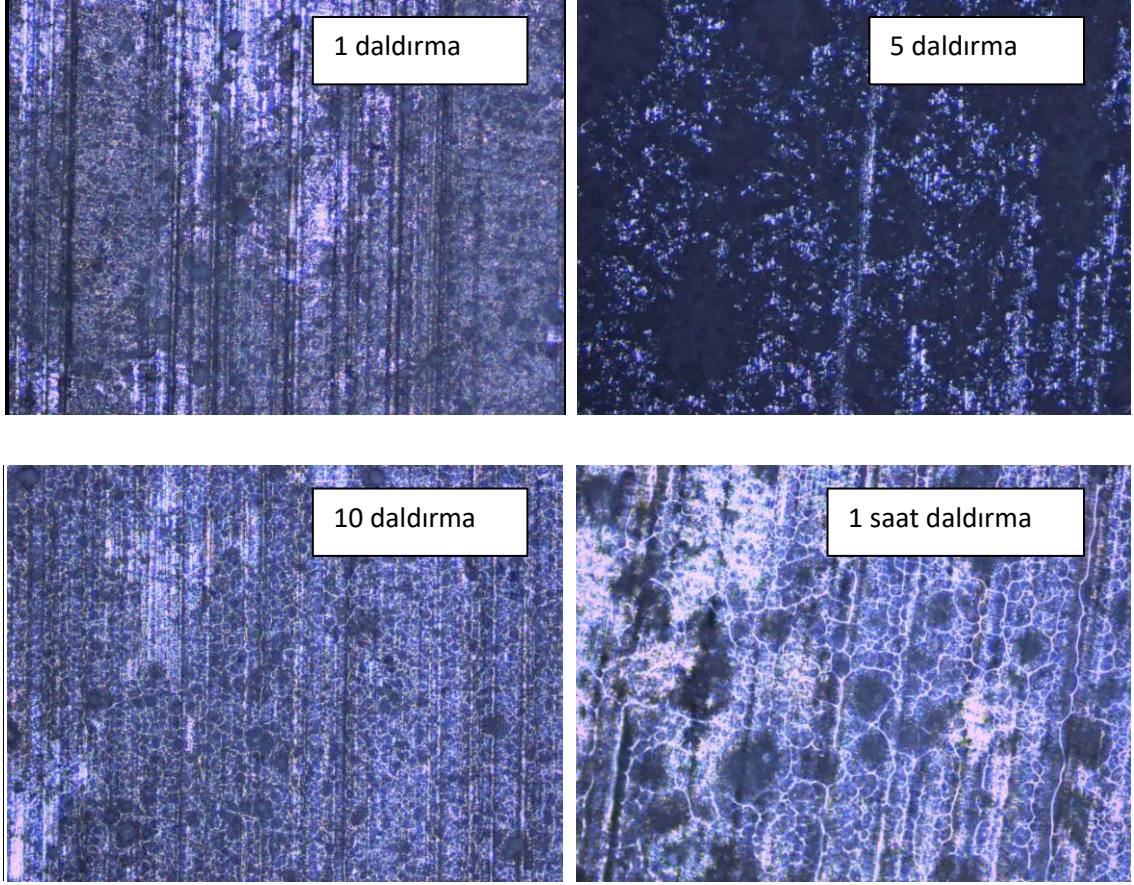
Şekil 12. GPTMS kullanıldığı durumda kaplanan magnezyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

TMOS kullanılarak kaplanan magnezyum yüzeyler

TMOS ile hazırlanan kaplama çözeltilerinin hazırlanmasında, kaplama çözeltilerinde kısa bir süre sonra jelleşme gözlenmektedir. Ayrıca diğer malzemeler için TMOS ile yapılan kaplamalarda iyi sonuçlar elde edilmemiştir. Bu nedenlere ek olarak magnezyum plaka yetersizliği nedeniyle, magnezyum plakalar üzerine TMOS içeren kaplama çözeltisi ile kaplama işlemleri uygulanmamıştır.

TEOS kullanılarak kaplanan magnezyum yüzeyler

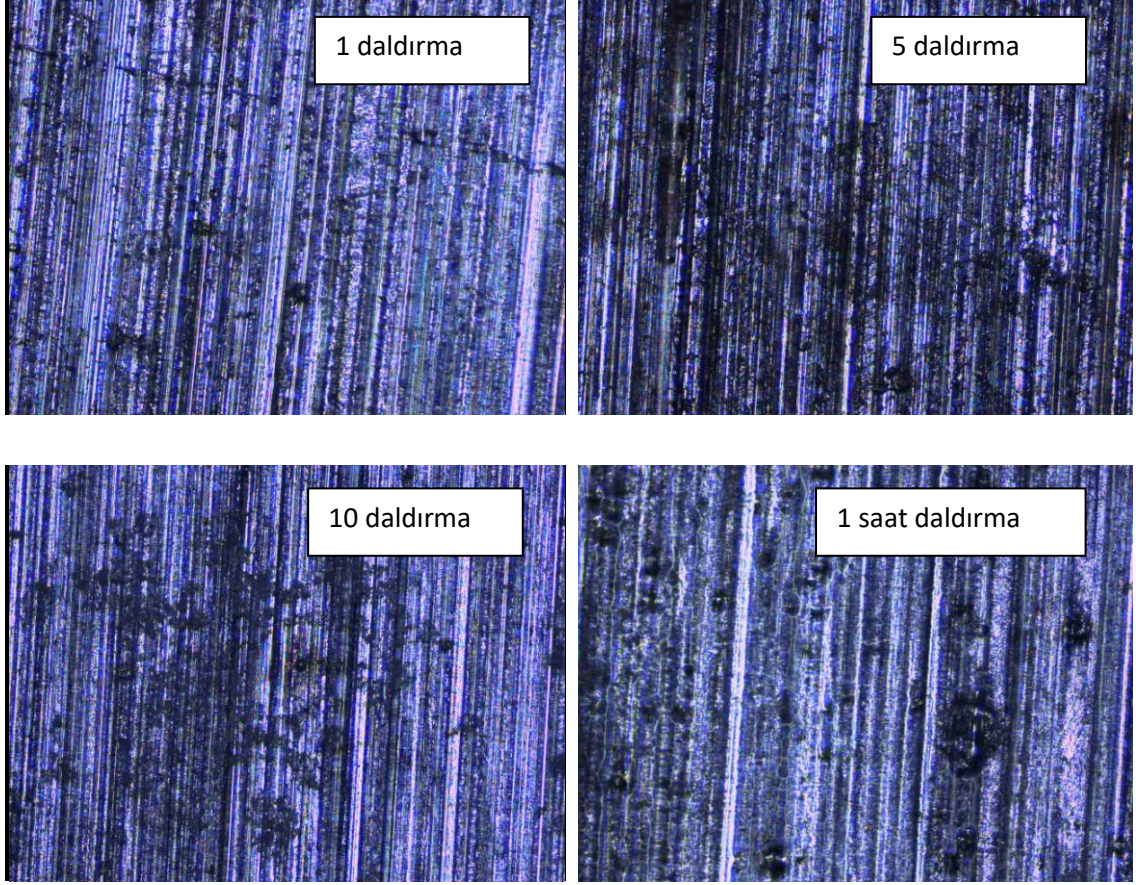
TEOS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan magnezyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 13'te gösterilmektedir.



Şekil 13. TEOS kullanıldığı durumda kaplanan magnezyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

PDMS kullanılarak kaplanan magnezyum yüzeyler

PDMS kullanıldığı durumda 1, 5, 10 kere ve 1 saat daldırılarak kaplanan magnezyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü Şekil 14'te gösterilmektedir.



Şekil 14. PDMS kullanıldığı durumda kaplanan magnezyum yüzeylere ait optik mikroskop görüntüsü

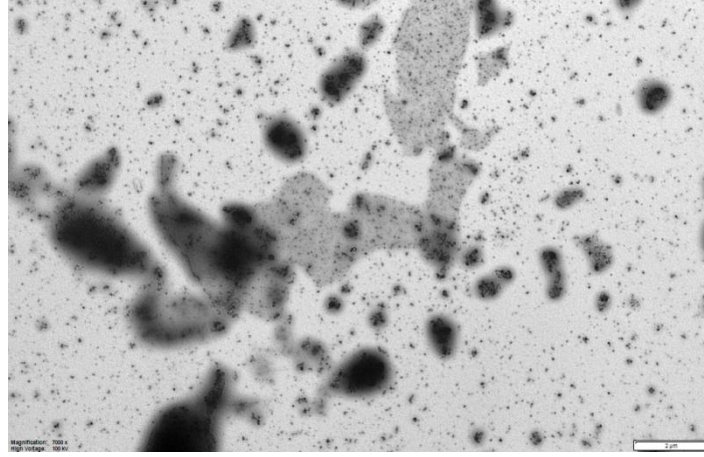
Optik mikroskop görüntülerine göre, kullanılan bütün silan türleri için daldırma sayıları kıyaslandığında, daldırma sayısı arttıkça yüzeyde homojen dağılım ve tutunmanın daha fazla olduğu gözlenmiştir. 1 saat daldırma sonunda ise, 10 kez daldırmaya göre homojen dağılım bozularak silan kümelenmelerinin arttığı görülmüştür. Bu nedenle en iyi sonuçların 10 kez daldırma ile elde edildiği ile belirlenmiştir. Silan kaynakları kıyaslandığında ise, homojen ve düzgün dağılmış kılcallı yapıların TEOS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanan yüzey görüntülerinde elde edildiğinden, en iyi kaplamaların gerçekleştirilebildiği tespit edilmiştir.

4.2. TEM analizleri

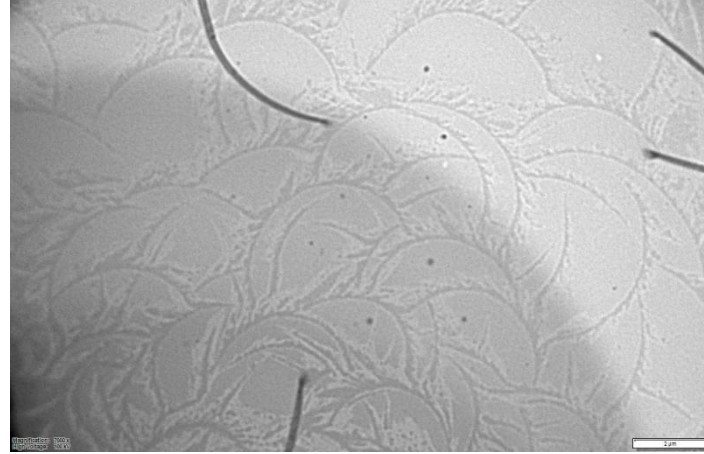
Optik mikroskop görüntülerine göre, farklı silika türleri içeren kaplama çözeltileri ile kaplanan alüminyum yüzeylerde farklı kaplama durumları gözlemlendiğinden, bu durumun kaplama çözeltilerinden kaynaklandığı düşünülmüştür. Bu nedenle kaplama çözeltilerine

TEM analizleri yapılmıştır. TMOS ile hazırlanan kaplama çözeltisi hızlı bir şekilde jel formuna dönüştüğünden kullanımı zorlaşmış ve bu nedenle TEM analizi yapılmamıştır.

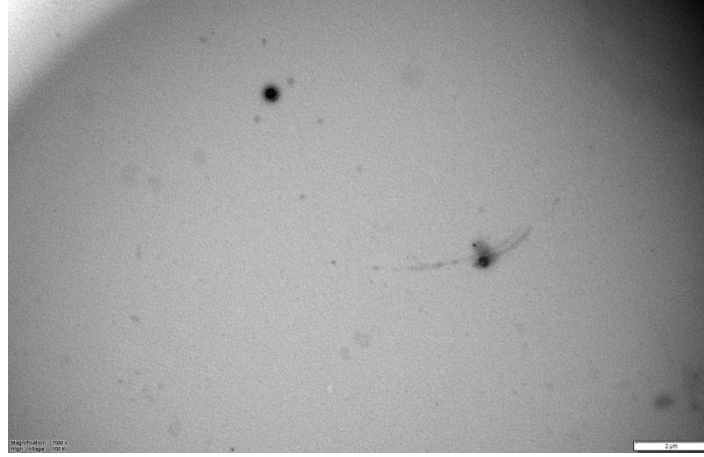
Kaplama çözeltilerine TEM analizleri Hitachi HT7800 cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Formwar kaplı 200 mesh' lik gridlere damlatma metodu ile kaplama çözeltileri damlatılmış ve 100 kV' da analizler gerçekleştirilmiştir.



Şekil 15. TEOS içeren kaplama çözeltileri için TEM görüntüleri



Şekil 16. PDMS içeren kaplama çözeltileri için TEM görüntüleri



Şekil 17. GPTMS içeren kaplama çözeltileri için TEM görüntüleri

Kaplama çözeltilerinin TEM görüntülerine göre en yoğun çözeltinin TEOS içeren çözelti ve en az yoğun olan çözeltinin PDMS içeren çözelti olduğu görülmüştür. En az yoğun olan PDMS içeren kaplama çözeltisiyle en homojen ve uniform kaplamanın elde edilmesinin sebebi olarak, yüzeyde aglomerasyonun olmadığı ve en iyi filmin elde edildiği belirlenmiştir.

Optik mikroskop görüntüleri ve TEM analizleri sonucunda alüminyum plakalar üzerine en homojen, uniform ve kararlı kaplamaların PDMS içeren kaplama çözeltileri ile elde edildiği belirlenmiştir.

4.3. Raman analizleri

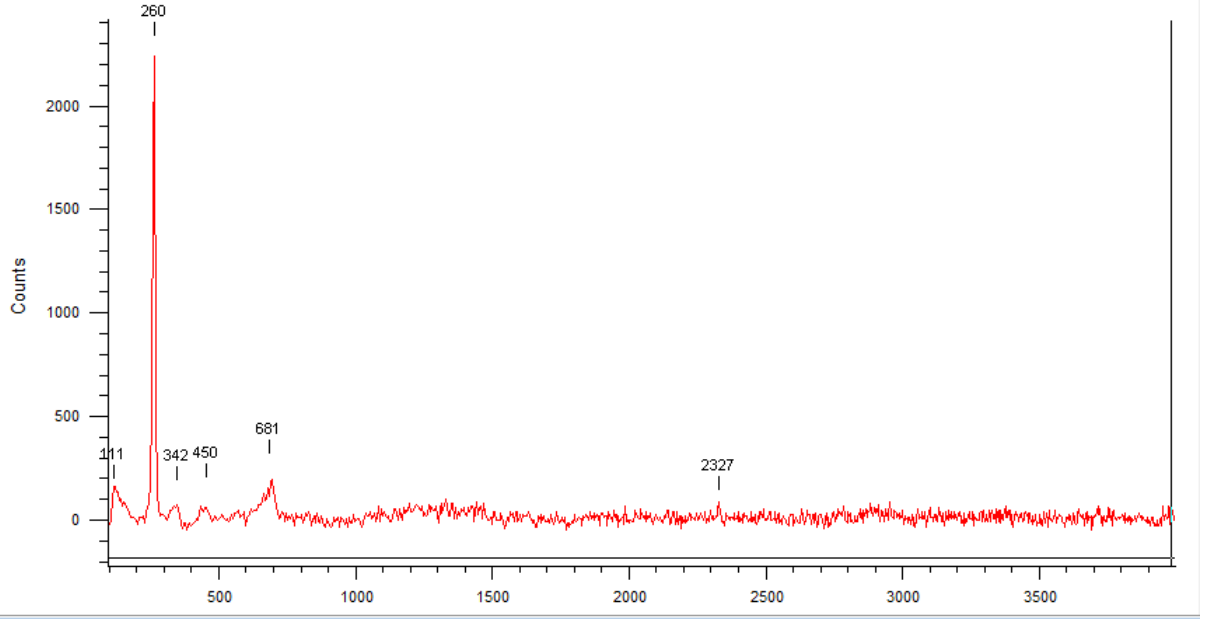
Proje önerisinde yüzeydeki fonksiyonel grupların tayini için FTIR analizi önerilmişti. Fakat FTIR cihazı ile görüntü alınamadığından aynı amaç için Raman analizleri uygulanmıştır.

Kaplanan ve kaplanmamış yüzeylerin kimyasal karakterizasyonu Raman spektroskopisi ile yapılmıştır. Raman analizleri Renishaw inVia Raman Microscope cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

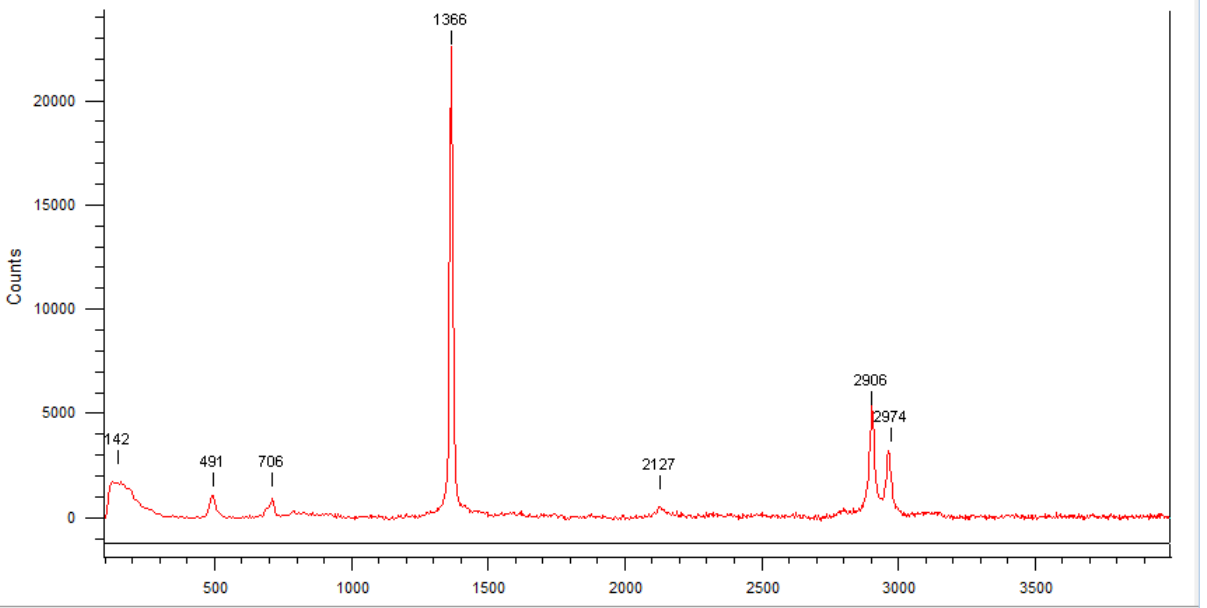
4.3.1. Alüminyum yüzeyler için Raman analizi

Yüzeylere ait Raman spektrumlarına göre, kaplama uygulanması ile kaplanmamış yüzeylere ait piklerde kaymalar olduğu gözlenmiştir. Kaplama uygulanan yüzeylerde

görülen 2906 ve 2974 cm^{-1} , de görülen pikler O-H gerilmelerine aittir. 1366 cm^{-1} , de görülen pik ise h-BN varlığını göstermektedir [20].



Şekil 18. Kaplama yapılmamış alüminyum plakalar için Raman spektrumu



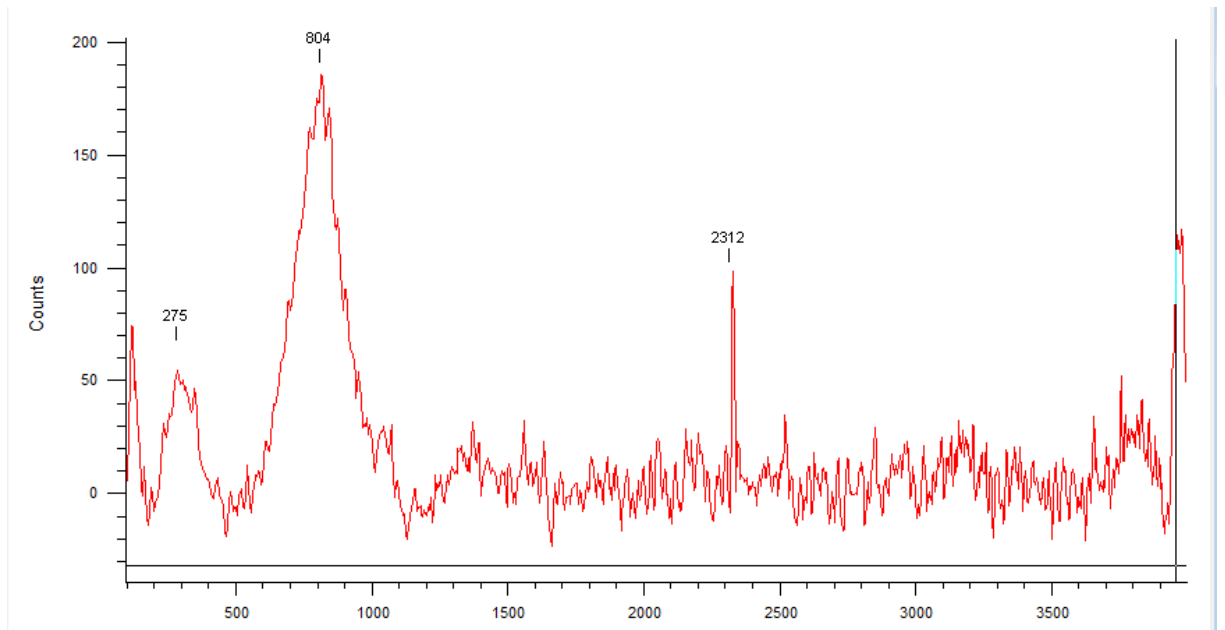
Şekil 19. PDMS içeren kaplama çözeltisine 10 kere daldırılarak kaplanan alüminyum plakalar için Raman spektrumu

Şekil 18 ve Şekil 19'a göre, alüminyum yüzey üzerine uygulanan kaplamalar ile yüzeydeki fonksiyonel gruplar değişmiştir. Bu nedenle, kaplama uygulanan yüzeyin

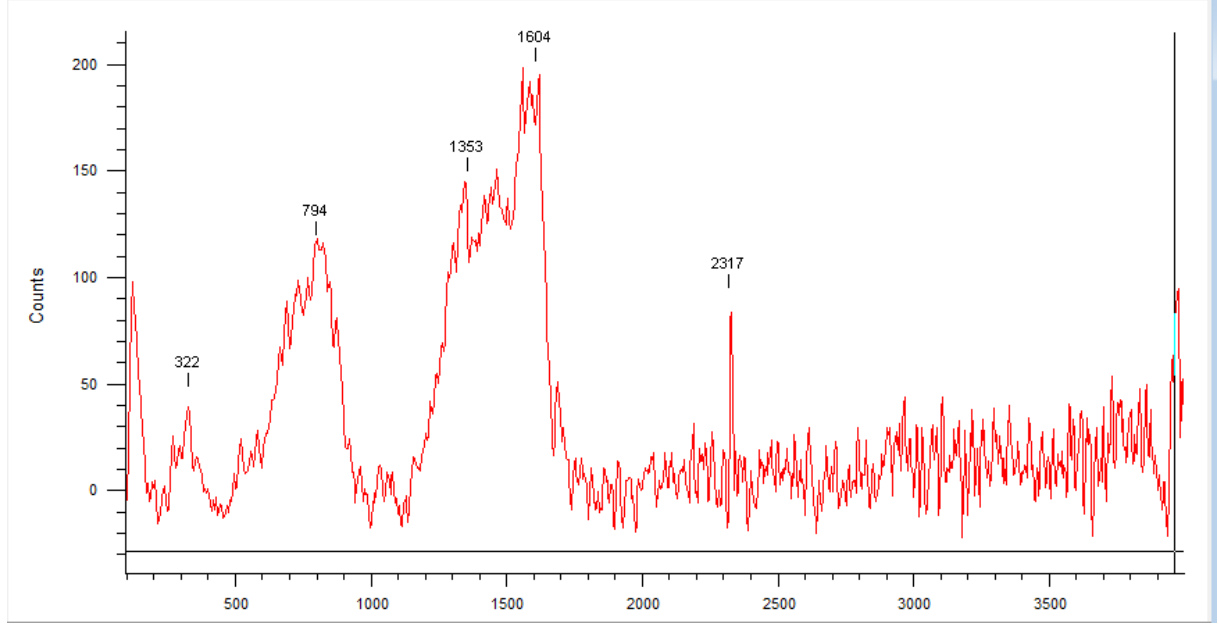
kaplanmamış durumuna göre farklı özellikler kazandığı temas açısı analizi ve antimikrobiyal testler ile test edilmiştir.

4.3.2. Paslanmaz çelik yüzeyler için raman analizi

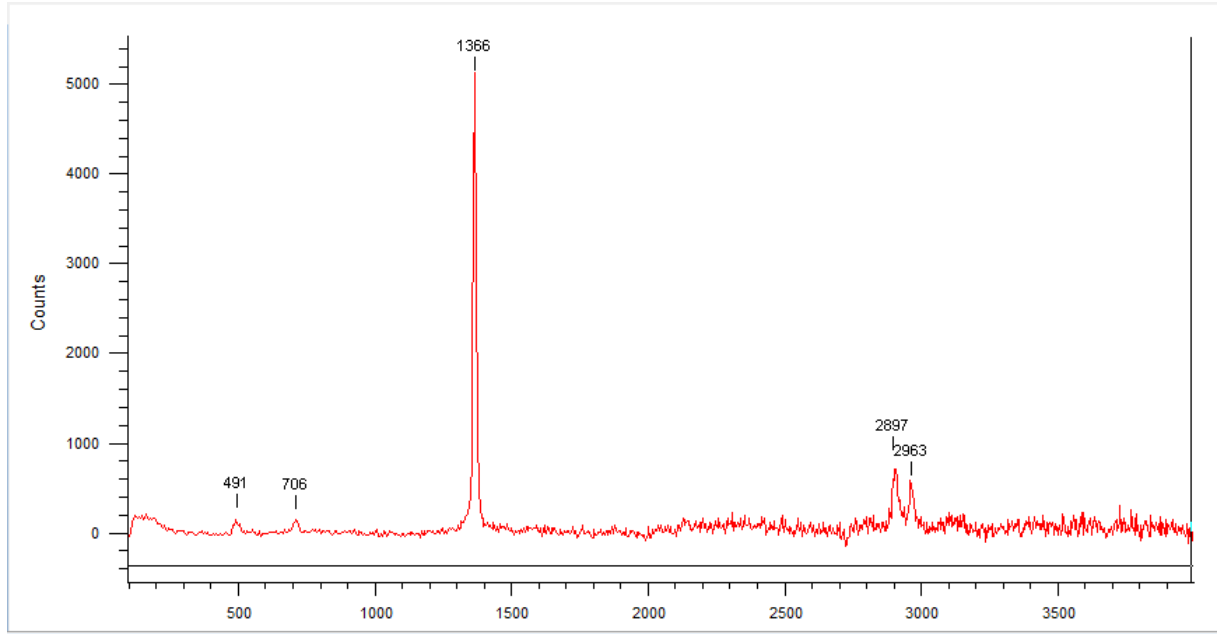
Paslanmaz çelik yüzeylere ait Raman spektrumlarına göre, alüminyum yüzeylere benzer olarak yüzeylere kaplama uygulanması ile temel piklerde kaymalar gözlenmiştir. Kaplama uygulanmamış ve PDMS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanan paslanmaz çelik yüzeylerin benzer şekilde gürültü içeren Raman spektrumlarına sahip olduğu gözlenmiştir. TEOS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanan paslanmaz çelik yüzeylerin Raman spektrumlarında ise gürültüye rastlanmamıştır. Bunun sebebi olarak, kaplama çözeltisine eklenen TEOS'un yüzeylerde daha homojen ve etkin bir yüzey oluşturduğu ve bu sebeple kaplandıktan sonra yüzeyden değil kaplamadan sinyal alındığı için gürültünün azaldığı yorumlanmıştır. Bor nitride ait temel Raman piki yine 1366 cm^{-1} 'de görülmüştür.



Şekil 20. Kaplama yapılmamış paslanmaz çelik plakalar için Raman spektrumu



Şekil 21. PDMS içeren kaplama çözeltisine 10 kere daldırılarak kaplanan paslanmaz çelik plakalar için Raman spektrumu

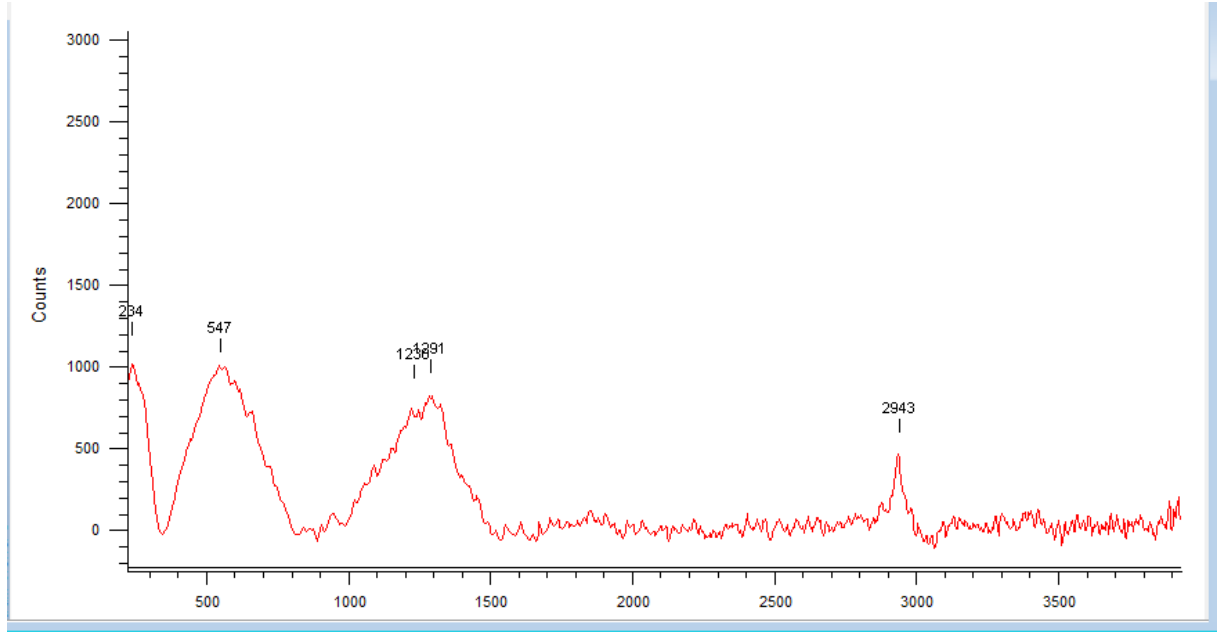


Şekil 22. TEOS içeren kaplama çözeltisine 10 kere daldırılarak kaplanan paslanmaz çelik plakalar için Raman spektrumu

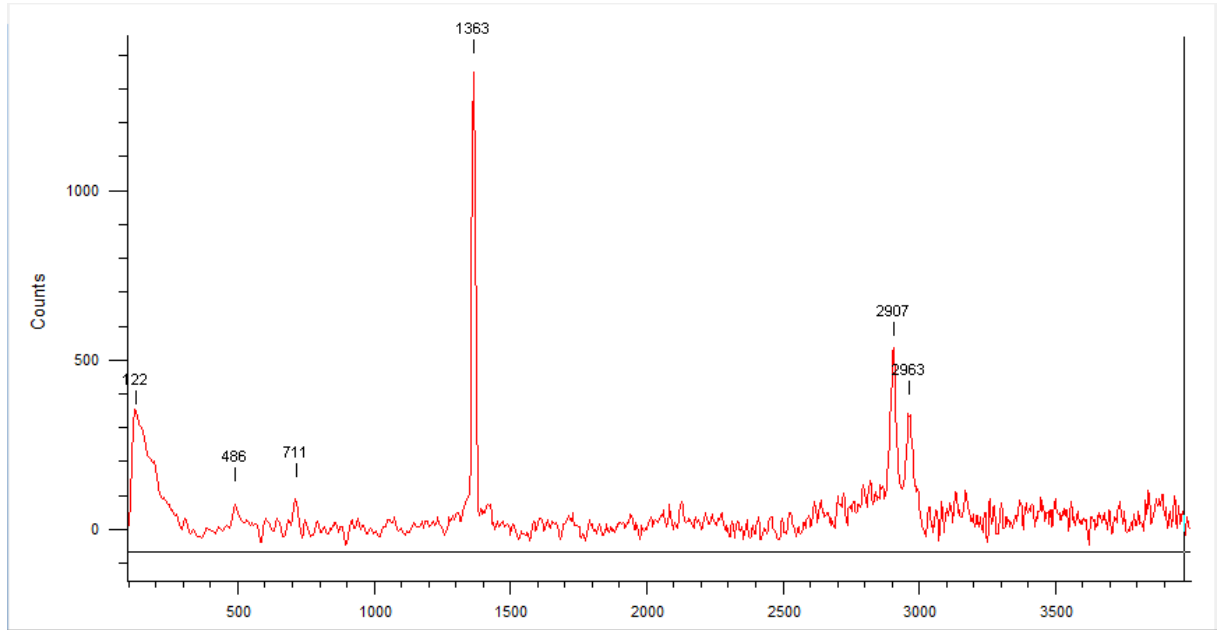
4.3.3. Magnezyum yüzeyler için Raman analizi

Şekil 23 ve Şekil 24'e göre, uygulanan kaplama ile yüzeydeki magnezyuma ait pikler bor nitrüre ait pikin de aynı dalga sayısında daha şiddetli olması nedeniyle baskılanmıştır. 711

cm^{-1} ve 1363 cm^{-1} 'de bor nitrüre ait karakteristik piklerin yanı sıra 2907 cm^{-1} ' de kaplanmamış yüzeyden farklı olarak OH gerilmesine ait pike rastlanmıştır [20,21].

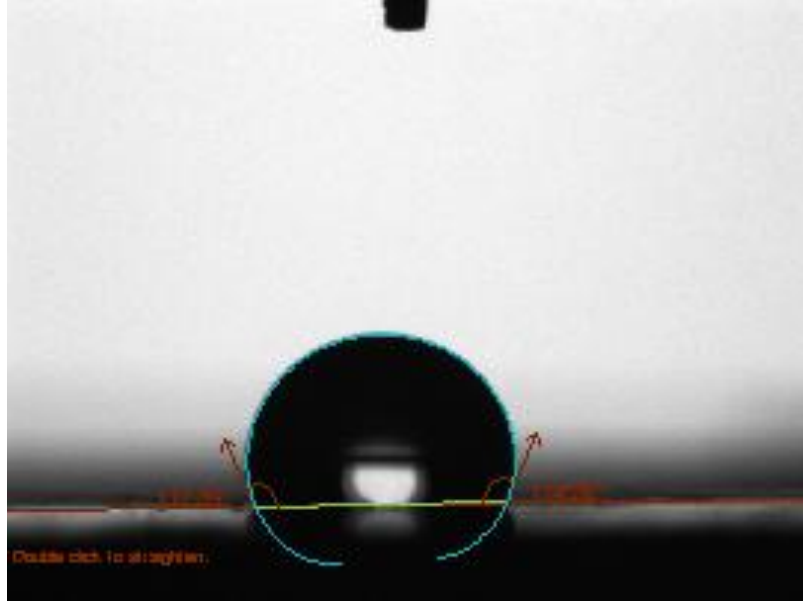


Şekil 23. Kaplama yapılmamış magnezyum plakalar için Raman spektrumu

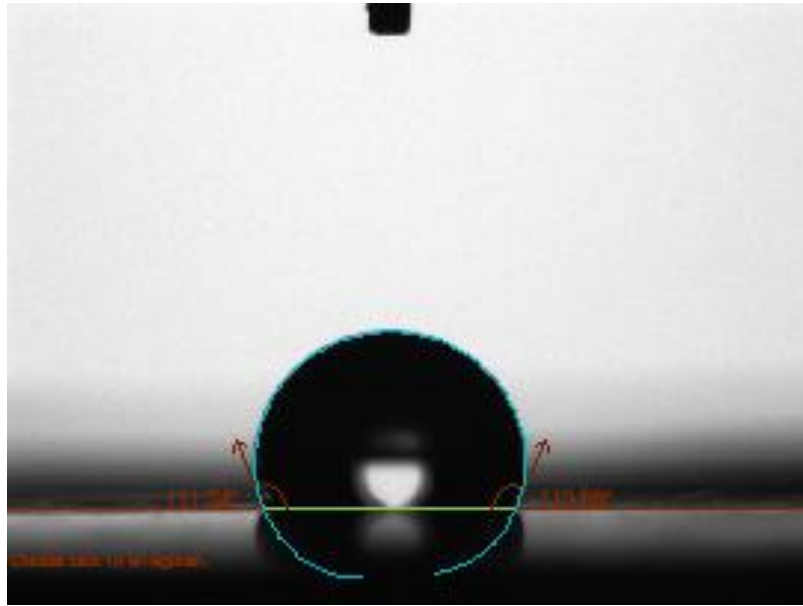


Şekil 24. TEOS içeren kaplama çözeltisine 10 kere daldırılarak kaplanan magnezyum plakalar için Raman spektrumu

4.4. Temas açılı analizleri



Şekil 26. PDMS içeren kaplama çözeltisine 10 kere daldırılarak kaplanan paslanmaz çelik plakalar için temas açısı analizi

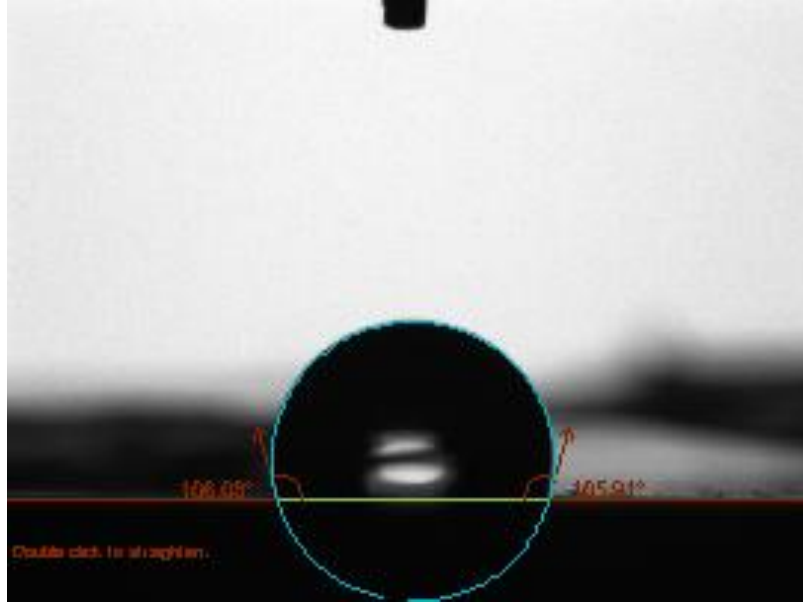


Şekil 27. TEOS içeren kaplama çözeltisine 10 kere daldırılarak kaplanan paslanmaz çelik plakalar için temas açısı analizi

4.4.3. Magnezyum yüzeyler için temas açısı analizleri

Kaplanmamış magnezyum plakaların temas açısı değerleri ortalama olarak $92,28^\circ$ bulunmuştur. TEOS içeren kaplama çözeltisine 10 kere daldırılarak kaplanan alüminyum plakalar için ise temas açısı değeri 106° olarak ölçülmüştür (Şekil 28). Buna göre,

magnezyum plakalar üzerine uygulanan, TEOS içeren kaplama ile yüzeylerin hidrofobikliğinin arttığı belirlenmiştir.

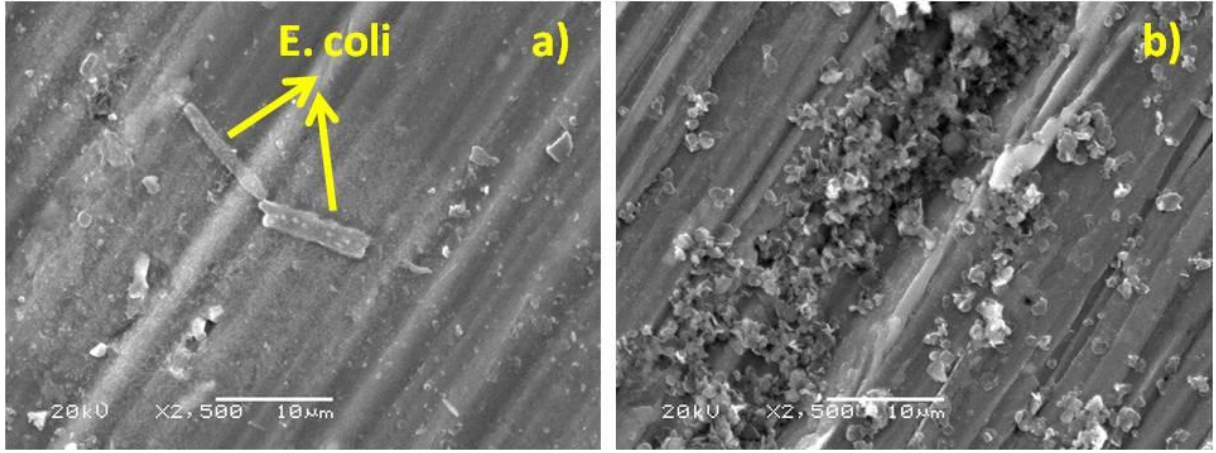


Şekil 28. TEOS içeren kaplama çözeltisine 10 kere daldırılarak kaplanan magnezyum plakalar için temas açısı analizi

4.5. Antimikrobiyal testler

Antimikrobiyal aktivite çalışmaları için, kaplanmamış ve kaplanmış yüzeylere *Escherichia coli* inoküle edilerek mikrobiyal gelişim ve sonrasındaki biyofilm oluşum durumları SEM analizleri ile takip edilmiştir. Bu amaçla, yüzeyler sterilize edildikten sonra standart *E. coli* süşunun yoğunluğu McFarland 0.5'e göre ayarlanmıştır. Daha sonra doku kültür plakları içerisine bu yüzeyler yerleştirilmiş ve sonra mikroorganizma ilavesi yapılmıştır. 24 saat 37 ° C'de inkübasyon sonrası SEM cihazı ile *E. coli* içeren kaplamalı ve kaplamasız yüzeylerden görüntüler alınmıştır.

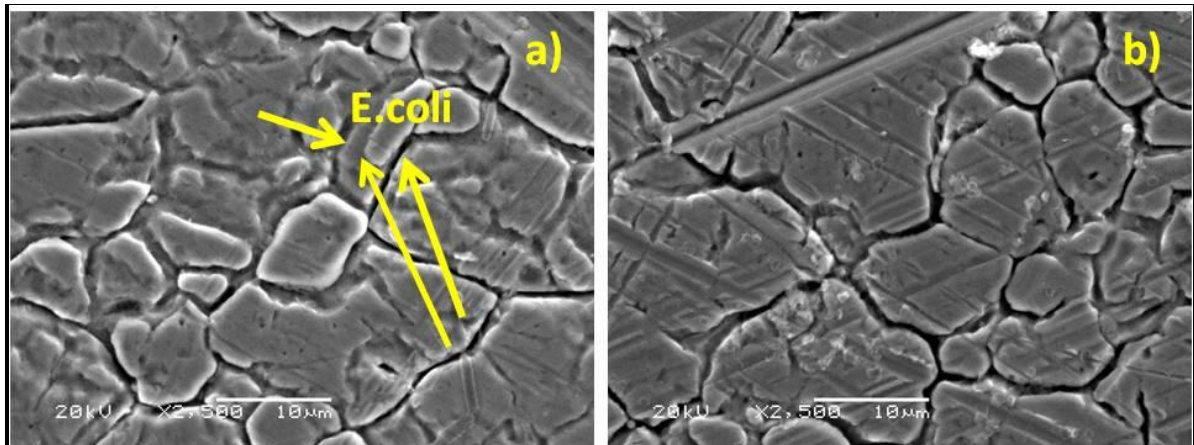
4.5.1. Alüminyum yüzeyler için gerçekleştirilen antimikrobiyal aktivite testleri



Şekil 29. Alüminyum yüzeylerin antimikrobiyal test sonucu SEM görüntüleri, a) kaplanmamış alüminyum yüzey b) PDMS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış alüminyum yüzey

Kaplanmamış ve kaplanmış alüminyum yüzeylere ait antimikrobiyal aktivite testi sonuçları değerlendirildiğinde, kaplanmamış alüminyum yüzeyde adezyonun başladığı ve mikroorganizma türünün yapıştığı gözlenmiştir (Şekil 29-a). PDMS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış yüzeyde ise *E. coli* türüne daha az rastlanmıştır. Şekil 29-b' de görüldüğü gibi yüzeylere uygulanan kaplama ile *E. coli* üremesi engellenmiştir. Bu durum bor nitrür nanosheet ve PDMS silan grubunun yüzey üzerinde antimikrobiyal koruma gösterdiğini ortaya koymaktadır.

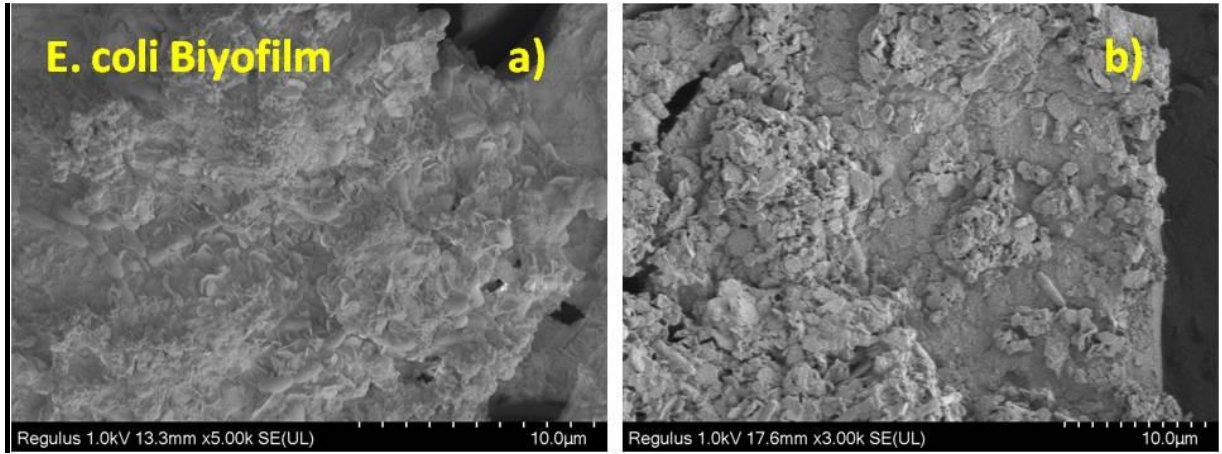
4.5.2. Paslanmaz çelik yüzeyler için gerçekleştirilen antimikrobiyal aktivite testleri



Şekil 30. Paslanmaz çelik yüzeylerin antimikrobiyal test sonucu SEM görüntüleri, a) kaplanmamış paslanmaz çelik yüzey b) TEOS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış paslanmaz çelik yüzey

Kaplanmamış ve kaplanmış paslanmaz çelik yüzeylere ait antimikrobiyal aktivite testi sonuçları değerlendirildiğinde, Şekil 30 (a)'da görüldüğü gibi kaplanmamış paslanmaz çelik yüzeylerde *E. coli* mikroorganizmalarının gömülü halde bulunduğu belirlenmiştir. Buna göre *E. coli* mikroorganizmalarının yüzey üzerine yapışmaya başladığı tespit edilmiştir. Şekil 30 (b)' de ise *E. coli* türüne ait biyofilm oluşumuna rastlanmaması kaplanan yüzeylerde antimikrobiyal aktivitenin bulunduğu sonucunu göstermiştir.

4.5.3. Magnezyum yüzeyler için gerçekleştirilen antimikrobiyal aktivite testleri



Şekil 31. Magnezyum yüzeylerin antimikrobiyal test sonucu SEM görüntüleri, a) kaplanmamış magnezyum yüzey b) TEOS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış magnezyum yüzey

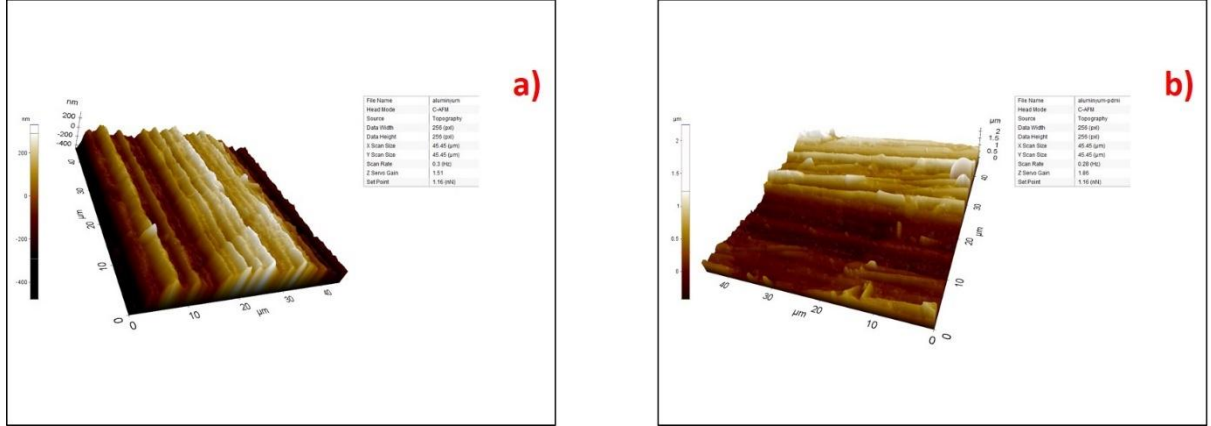
Kaplanmamış ve kaplanmış magnezyum yüzeylere ait antimikrobiyal aktivite testi sonuçları değerlendirildiğinde, kaplanmamış yüzeyde (Şekil 31 (a)) *E. coli* biyofilminin olduğu açıkça görülmüştür. PDMS içeren bor nitrür kaplama çözeltisi ile kaplandığında ise magnezyum yüzeylerde *E. coli* türlerinin üremediği ve biyofilm oluşumunun gözlenmediği tespit edilmiştir (Şekil 31 (b)).

Kaplama uygulanan tüm yüzeylerdeki antimikrobiyal aktiviteler değerlendirildiğinde her üç yüzey için, uygulanan kaplamalar ile yüzeylere antimikrobiyal özellik kazandırıldığı ortaya konmuştur. Kaplama yapılmamış yüzeylerde *E.coli* oluşumu en fazla magnezyum yüzeyinde görülürken paslanmaz çelik ve alüminyumda belirgin sayıda görülmemiştir. Bu sebeple yapılan kaplamanın en çok magnezyum yüzeyde etkili olduğu söylenebilir.

4.6. AFM analizleri

4.6.1. Alüminyum yüzeyler için AFM analizi

Alüminyum üzerine PDMS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış yüzeyin AFM histogramı Şekil 32’de verilmiştir.

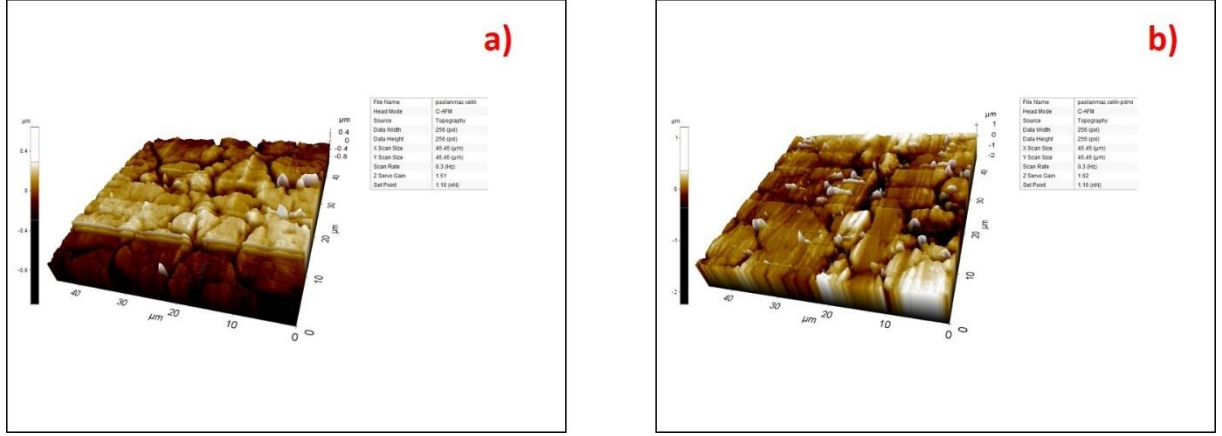


Şekil 32. AFM histogramları a) kaplama yapılmamış alüminyum yüzey b) PDMS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış alüminyum yüzey

AFM, ince filmlerin yüzey topografyasının çalışılmasında kullanılan güçlü bir profilometri tekniğidir. Yüzeyler ve yüzey yapıları hakkında niceliksel bilgi verir [22]. Aynı zamanda ince filmlerin yüzey yapılarını da inceler. Şekil 32-b incelendiğinde alüminyum yüzey üzerine uygulanmış PDMS kaplama yaklaşık 2 μm kalınlığında elde edilmiştir. Yüzey topografyası küçük kümelenmiş, büyük ve düzensiz dolgulu yapılar (heterojen) ile karakterize edilmiştir. Aynı zamanda kaplanmış yüzeyin 3 boyutlu AFM faz görüntüsü hazırlanan numunelerdeki çivileri ve vadileri açıkça ortaya koymaktadır. Bununla birlikte, delik, hendek ve hendek gibi kusurların varlığının çizgi profillerinin dik derinliklerine neden olduğu ve dolayısıyla pürüzlülük artışının sebebi olduğu düşünülmektedir. Çizgi profilleri ile gösterildiği gibi, bu yakın ambalaj yüzeyin yanal olarak homojen görünmesini sağlar, ancak vadiler ve sivri uçlar ile yüzey tırtıklı görünmektedir. Bu gözlemler, film oluşumu sırasındaki çekirdeklenme ve birleşme süreçleri göz önüne alınarak anlaşılabilir [23].

4.6.2. Paslanmaz çelik yüzeyler için AFM analizi

Paslanmaz çelik yüzey üzerine PDMS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış yüzeyin AFM histogramı ise Şekil 33’te verilmiştir.

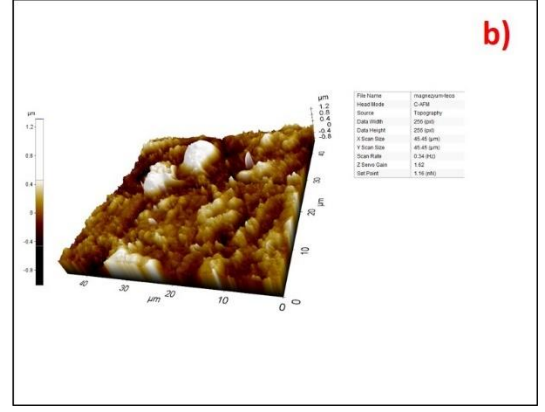
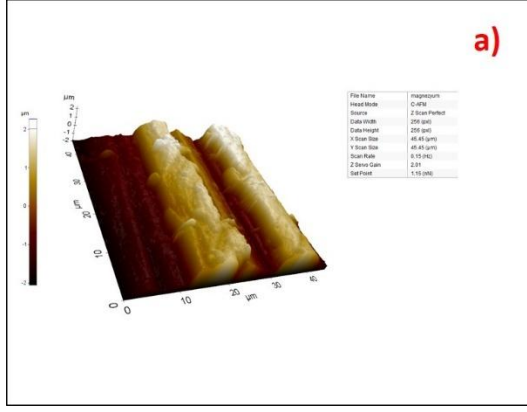


Şekil 33. AFM histogramları a) kaplama yapılmamış paslanmaz çelik yüzey b) PDMS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış paslanmaz çelik yüzey

Şekil 33 incelendiğinde alüminyum yüzeye benzer olarak yüzeyde tutunma fazla değildir. Bu, durum substrat tipinin yüzey pürüzlülüğünü ve ince film kaplamanın yapılarını etkilediğini göstermektedir. Yüzeyde oluşan filmin kalınlığı yaklaşık $1 \mu\text{m}$ 'dir. Yüzey topografyası alüminyum yüzeyde olduğu gibi küçük kümelenmiş, büyük ve düzensiz dolgulu yapılar (heterojen) ile tanımlanmıştır. Daldırma-kaplama işlemi sırasında, homojen bir ince film, çözücü buharlaştırma işlemi sırasında parçacık ağırlığı, kaldırma kuvveti ve kılcal kuvvet arasındaki denge yoluyla elde edilebilir. Farklı kalınlık ve pürüzlülüğe neden olan farklı nano parçacık boyutları farklı parçacık ağırlığı ve kılcal kuvvetten kaynaklanan farklı denge kuvvetine sebep olmaktadır [24]. Samat ve Saad 2016 yılında yaptıkları bir çalışmada farklı daldırma sayılarının TiO_2 ince filmlerinin kalınlıklarına ve yüzey pürüzlülüğüne etkisini incelemiştir. 5, 10, 15 ve 20 kez daldırarak kapladıkları ince filmlerin AFM görüntülerinde daldırma sayısı arttıkça film kalınlığının arttığını ve buna bağlı olarak yüzey pürüzlülüğünün de arttığını belirlemiştir. Daldırma sayısı arttıkça daha homojen bir film görüntüsü elde edilmiştir [25].

4.6.3. Magnezyum yüzeyler için AFM analizi

Şekil 34 ise magnezyum üzerine TEOS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış yüzeyin AFM histogramını göstermektedir.



Şekil 34. AFM histogramları a) kaplama yapılmamış magnezyum yüzey b) TEOS içeren kaplama çözeltisi ile kaplanmış magnezyum yüzey

Şekil 34-a ve b karşılaştırıldığında magnezyum üzerinde TEOS içeren kaplama çözeltisi ile kaplamanın alüminyum yüzeye göre daha fazla tutunduğu gözlenmektedir. Kaplama kalınlığı 0,4-1,2 μm kalınlığı arasındadır ve alüminyum yüzeydeki kaplamaya kıyasla daha incedir. Yüzey; küçük, yakın paketlenmiş, küresel ve neredeyse yüzey yapıları daha büyük ve kümelenmiş homojen yapılardan oluşmaktadır. Magnezyum yüzey üzerinde tutunmuş yapılar uzun ve birbiriyle bağlantılı görünmektedir. Filmlerin morfolojisi çizgi profillerinin neredeyse tırtıklı görünmesini sağlayan, ancak daha az belirgin tepe noktalarına sahip vadilerden oluşmaktadır. Çentikler, yüzey morfolojilerinin sıkı bir şekilde paketlendiğini göstermektedir. Vadiler, geniş ve derin yüzey yapılarını gösteren geniş aralıklarla açıkça ayrılmıştır.

KAYNAKLAR

- [1] Han, T., Scarpa, F., Allan, N. Super stretchable hexagonal boron nitride Kirigami. *Thin Solid Films*, 632: 35–43 (2017).
- [2] Giannopoulos, G. I. On thbuckling of hexagonal boron nitride nanoribbons via structural mechanics. *Superlattices and Microstructures*, 115: 1-9 (2018).
- [3] Göncü, Y., Geçgin, M., Bakan, F., Ay, N. Electrophoretic deposition of hydroxyapatite-hexagonal boron nitride composite coatings on Ti substrate. *Materials Science and Engineering C*, 79: 343–353 (2017).
- [4] Çelik, Ç. Nano Boyutta Titanyum Diborür Katkılı Sıcak Preslenmiş Hegzagonal Bor Nitrür – Titanyum Diborür Kompozitlerinin Özelliklerinin İncelenmesi. *İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi*, İstanbul (2010).
- [5] Ö.F. Emrulloğlu & C.B. Emrulloğlu. Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Seramik Mühendisliği Bölümü, Sayfa:124-126, Afyon
- [6] Özel Serkan; Vural Erdiñç, Bitlis Eren Üniversitesi, BEÜ, Fen Bilimleri Dergisi, Sayı:4, Cilt:2, Sayfa: 211-218
- [7] Pasinli Ahmet, KÖKSAL Sinan N. Mühendislik ve Makine Dergisi, Sayı:536, Cilt 45
- [8] Kayalı E. Mindivan H., Alüminyum Altlık Üzerine Isıl Püskürtme Yöntemi İle Kaplanan Seramik ve Seramik - Polimer Kaplamaların Aşınma Davranışlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul 2003
- [9] Çelik Çağlar, Nano Boyutta Titanyum Diborür Katkılı Sıcak Preslenmiş Hegzagonal Bor Nitrür, Titanyum Kompozitlerinin Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 2010
- [10] Çakıcı Salih, 6082 Kalite Alüminyum Alaşımın Mikro Ark Oksidasyonu Yöntemiyle Yüzey Modifikasyonu, Yüksek Lisans Tezi, 2009
- [11] Ga-Hee Ban, Junghan Lee, Chang – Hwan Choi, Yong Li Soojin, Food Science and Technology, Nano-Patterned Aluminum Surface With Oil – Impregnation For Improved Antibacterial Performance, Volume 84, October 2017, Pages:359-363
- [12] Çamurlu H. Erdem, Akarsu E., Arslan O., Mathur S., Akdeniz Universtiy, Ceramics International 42, 2016

- [13]D. Valerini, L. Tammaro, F. DiBenedetto, G. Vigliotta, L. Capadieci, R. Terzi , A. Rizzo, Aluminum – Doped Zinc Oxide Coatings An Polyactic Acid Films For Antimicrobial Food Packing / 2017
- [14]G. Christopher, M. AnbuKullandainathan, G. Harichandran, Progress in OrganicCoatings; Biopolymers Nanocomposite For Material Protection: Enhancement of Corrosion Protection Using Waterborne Polyurethane Nanocomposite Coatings/ Cilt 99, Ekim 2016, Sayfa 91-102, India
- [15]Derek E. Beving, Cary R.O Neil, Yushan Yan/Mikro Gözenekli ve Mezoporous Malzemeler/ Cilt 108, Sayılar 1-3, 1 şubat 2008, Sayfa 77 - 85
- [16]Lucia Bonaccorsi, LuigiCobbnese, EdoardoProverbia, Microporous and Mesoporous Materials/University
- [17]Yechan Won, Kevin Schwertzenberg, Kimberly A. Grey/Chemaspressure, Cilt 208, Ekim 2018, Sayfa:899-906
- [18]Arun Augustun, PrashantHuilgol, K.RajendraUdupa, UdayaBhat K, Deperment of Metallurgical and Materials Engineering, National Institute of Technology Karnotako, Suratinkal, Cilt 63, Sayfa: 352-360, Ekim 2016, India
- [19]Dong Yun Choi, Ki joon Heo, Tehlikeli Maddeler Dergisi Cilt 351, Sayfa:29-37, Haziran, Korea
- [20] Liu, J., Kutty, R.G., Zheng, Q., Eswariah, V., Sreejith, S., & Liu, Z. (2016). Hexagonal Boron Nitride Nanosheets as High-Performance Binder-Free Fire-Resistant Wood Coatings. *Small*, 13, 1602456.
- [21] Li, L.H., Cervenka, J., Watanabe, K., Taniguchi, T., & Chen, Y. (2014). Strong Oxidation Resistance of Atomically Thin Boron Nitride Nanosheets, *ACS Nano*, 8(2), 1457-1462.
- [22] Binnig, G., Quate, C.F., & Gerber, Ch. (1986). Atomic force microscope. *Physical Review Letters*, 56, 930-933.
- [23] Vlassov, S., Oras, S., Antsov, M., Sosnin, I., Polyakov, B., Shutka, A., Krauchanka, M.Y., & Dorogin, L.M. (2018). Adhesion and Mechanical Properties of Pdms-Based Materials Probed With Afm: A Review. *Reviews on Advanced Materials Science*, 56, 62-78.

[24] Wu, L., Yang, D., Fei, L., Huang, Y., Wu, F., Sun, Y., Shi, J., & Xiang, Y. (2017). Dip-Coating Process Engineering and Performance Optimization for Three-State Electrochromic Devices. *Nano Research Letters*, 12, 390.

[25] Samat, S.F.B.A., & Saad, P.S.B.M. (2016). Effect of Different Dip Cycle on Optical Properties of Dip-Coated TiO₂ Thin Films. 2016 IEEE Student Conference on Research and Development (SCORED), 13-14 December, Malaysia.