



**FOTONİK VE BİYOMEDİKAL UYGULAMALAR
İÇİN ÜÇLÜ BORAT ESASLI OPTİK CAM
MALZEMELERİN YAPISAL
PARAMETRELERİNİN ARAŞTIRILMASI**

İrem Çağla TOKER

**2022
YÜKSEK LİSANS TEZİ
BİYOMEDİKAL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. İdris KABALCI**

**FOTONİK VE BIYOMEDİKAL UYGULAMALAR İÇİN ÜÇLÜ BORAT
ESASLI OPTİK CAM MALZEMELERİN YAPISAL PARAMETRELERİNİN
ARAŞTIRILMASI**

İrem Çağla TOKER

**T.C.
Karabük Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Biyomedikal Mühendisliği Anabilim Dalında
Yüksek Lisans Tezi
Olarak Hazırlanmıştır**

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. İdris KABALCI**

**KARABÜK
Ocak 2022**

İrem Çağla TOKER tarafından hazırlanan “FOTONİK VE BİYOMEDİKAL UYGULAMALAR İÇİN ÜÇLÜ BORAT ESASLI OPTİK CAM MALZEMELERİN YAPISAL PARAMETRELERİNİN ARAŞTIRILMASI” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. İdris KABALCI

.....

Tez Danışmanı, Biyomedikal Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Biyomedikal Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 27/01/2022

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)

İmzası

Başkan : Prof. Dr. Fatma KANDEMİRLİ (Kastamonu Ü.)

.....

Üye : Prof. Dr. İdris KABALCI (UÜ)

.....

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Akif ERDEN (KBÜ)

.....

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Hasan SOLMAZ

.....

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”

İrem Çağla TOKER

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

FOTONİK VE BİYOMEDİKAL UYGULAMALAR İÇİN ÜÇLÜ BORAT ESASLI OPTİK CAM MALZEMELERİN YAPISAL PARAMETRELERİNİN ARAŞTIRILMASI

Karabük Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Biyomedikal Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:
Prof. Dr. İdris KABALCI
Ocak 2022, 37 sayfa

Bu çalışmada, teknolojik yenilikler için verimli olabilecek ileri malzemeler geliştirme potansiyeli görülen borat esaslı camlar deneysel olarak araştırılmıştır.

Tasarlanan B_2O_3 -ZnO-TiO₂ cam sistemi esas alınarak cam numunelerinin sentezi, yapısal ve optik özellikleri incelenmiştir. Cam numuneleri, oda sıcaklığında geleneksel eriyik söndürme tekniği kullanılarak elde edilmiştir. Elde edilen cam numunelerinin şeffaf ve renksiz olduğu belirlenmiştir. Cam numunelerinin üretimini takiben Arşimet prensibi kullanılarak numunelerin sırasıyla yoğunluklarının ölçümü, elde edilen cam numunelerin yapısal ve optik özellikleri diferansiyel termal analiz metodu (DTA), fourier dönüşümlü kızılaltı spektroskopisi (FT-IR), Raman spektrofotometresi, x-ışını difraktometresi (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve UV-VIS-NIR absorpsiyon spektrofotometreleri gibi sistematik deneysel teknikler dikkate alınarak incelenmiştir.

XRD analizinde elde edilen cam sisteminin $Zn_3(BO_3)_2$ ve TiO₂ olmak üzere iki kristal fazı tespit edilmiştir. Farklı değerlerde ZnO içeren cam numunelerinin ölçüm

değerlerinin ZnO bileşeninin derişimiyle birlikte deęiştii görölmektedir. Ayrıca elde edilen cam numuneler homojen dağılıma sahip olup yüksek seviyede mekanik ve termal özellikte olduęu tespit edilmiştir.

Anahtar Sözcükler : Optik camlar, mikroyapı, kararlılık, biyomedikal.

Bilim Kodu : 92503

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

INVESTIGATION STRUCTURAL PARAMETERS OF THE TERNARY BORATE GLASS MATERIALS FOR PHOTONIC AND BIOMEDICAL APPLICATIONS

İrem Çağla TOKER

Karabük University

Institute of Graduate Programs

Department of Biomedical Engineering

Thesis Advisor:

Prof. Dr. İdris KABALCI

January 2022, 37 pages

In this study, borate-based glasses, which have the potential to develop advanced materials that can be efficient for technological innovations, and whose popularity has been increasing in recent studies, are discussed.

Based on the designed B₂O₃-ZnO-TiO₂ glass system, the synthesis, structural and optical properties of glass samples were investigated. Glass samples were obtained using conventional melt quenching technique at room temperature. It was determined that the glass samples obtained were transparent and colorless. Following the production of glass samples, measurement of the densities of the samples using Archimedes principle, then the structural and optical properties of the obtained glass samples by differential thermal analysis (DTA), fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR), Raman spectrophotometer, x-ray diffractometry (XRD), scanning electron Microscopy (SEM) and UV-VIS-NIR absorption

spectrophotometers were investigated by taking into account systematic experimental techniques.

Two crystal phases of the glass system obtained in XRD analysis, $Zn_3(BO_3)_2$ and TiO_2 , were determined. It is seen that the measurement values of glass samples containing different values of ZnO change with the concentration of the ZnO component. In addition, the glass samples obtained have a homogeneous distribution and which has a good thermal and mechanical stability.

Key Word : Optical glasses, microstructure, stability, biomedical

Science Code : 92503

TEŐEKKÜR

Bu tez alıőmasının planlanmasında, araőtırılmasında, yürütölmesinde, oluşumunda ilgi ve desteęini esirgemeyen, engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandıęım, yönlendirme ve bilgilendirmeleriyle alıőmamı bilimsel temeller ışığında őekillendiren sayın danıőman hocam Prof. Dr. İdris KABALCI' ya sonsuz teőekkürlerimi sunarım.

Sevgili aileme maddi ve manevi hiçbir yardımı esirgemedен yanımda oldukları için tüm kalbimle teőekkür ederim.

Desteęini esirgemeyip yol gösteren arkadaşlarıma da yanımda oldukları için sonsuz teőekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL	ii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER	iix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xiii
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ	1
BÖLÜM 2	3
CAM TEKNOLOJİLERİ	3
2.1. CAMLARIN MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİ	4
2.1.1. Viskozite	4
2.2. CAMLARIN ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİ	4
2.3. CAMLARIN OPTİK ÖZELLİKLERİ	5
2.4. CAMLARIN TERMAL ÖZELLİKLERİ	4
2.5. CAMLARIN YOĞUNLUK ÖZELLİĞİ	4
2.6. BORAT ESASLI CAMLAR	7
2.7. BORAT ESASLI CAMLARIN BİYOMEDİKAL UYGULAMALARI.....	9
2.8. LİTERATÜR TARAMASI	10
BÖLÜM 3	13
MATERYAL VE METOT	13
3.1. MATERYAL.....	13
3.1.1. Kullanılan Kimyasallar	13
3.2. METOT	13
3.2.1. Geleneksel Eriyik Söndürme Yöntemi	14

	<u>Sayfa</u>
3.2.2. Numune Hazırlama	14
3.2.3. Yoğunluk Ölçümü	15
3.2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	16
3.2.5. UV-VIS-NIR Cihazı	17
3.2.6. Fourier Dönüştümlü Kızılaltı Spektroskopisi (FT-IR)	18
3.2.7. Diferansiyal Termal Analizi (DTA)	19
3.2.8. Raman Spektroskopisi	20
3.2.9. X-ışınları Kırınımı Cihazı.....	21
BÖLÜM 4	22
BULGULAR.....	22
BÖLÜM 5	32
SONUÇLAR	32
KAYNAKLAR	34
ÖZGEÇMİŞ	37

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1. 2020 yılı bor tüketiminin sektörlere göre dağılımı	7
Şekil 3.1. Malzeme hazırlama düzeneği.	14
Şekil 3.2. Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	16
Şekil 3.3. UV-VIS-NIR cihazı temel çalışma prensibi	17
Şekil 3.4. Perkin Elmer Lamda 25 UV-VIS spektrometresi.	17
Şekil 3.5. Fourier dönüşümlü kızılaltı spektrometresi (FT-IR).....	18
Şekil 3.6. DTA çalışma prensibi.	19
Şekil 3.7. Diferansiyal termal analizi (DTA).	20
Şekil 3.8. TeO ₂ -PbF ₂ cam malzemesine ait DTA grafiği.....	21
Şekil 3.9. X-ışınları kırınımı cihazı.....	22
Şekil 4.1. Cam numunelerin yoğunluğu ve molar hacmi.....	23
Şekil 4.2. BZT2 cam numunesinin oda sıcaklığında raman spektrumu.....	24
Şekil 4.3. Cam numunelerinin XRD analizi. (a) 792 °C'de tavllanmış BZT2, (b) 767 °C'de tavllanmış BZT5 ve (c) 792 °C'de tavllanmış BZT3.	25
Şekil 4.4. Cam numunelerinin FT-IR spektrumları.....	26
Şekil 4.5. Isıl işlem görmüş cam numunelerinin FT-IR spektrumları.....	27
Şekil 4.6. Isıl işlem görmüş BZT2 numunesinin iç yüzeyinden alınan SEM görüntüleri	28
Şekil 4.7. Isıl işlem görmüş BZT2 numunesinin (a): 5°C/dk, (b): 10°C/dk, (c): 15°C/dk, ve (d): 20°C/dk ısıtma hızlarında DTA verileri.....	28
Şekil 4.8. Cam numunelerinin UV-VIS absorpsiyon spektrumları.....	29
Şekil 4.9. Cam numunelerine ait enerji bant aralıkları.....	30

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1. B ₂ O ₃ ile ilgili bazı temel bilgiler.....	8

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

B₂O₃ : Bor oksit

TiO₂ : Titanyum dioksit

ZnO : Çinko oksit

KISALTMALAR

DTA : Differential Thermal Analysis (Diferansiyal Termal Analizi)

FT-IR : Fourier Transform Infrared Spectroscopy (Fourier dönüşümlü kızılaltı spektroskopisi)

IR : Infra Red (Kızılötesi)

SEM : Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)

UV : Ultraviolet (Morötesi)

UV-VIS-NIR :Ultraviolet-Visible-Near Infra Red Absorption Spectrometer (Morötesi-Görünür bölge-Kızılötesi Absorpsiyon Spektrometresi)

XRD : X-ray Diffraction (X-ışınları Kırınımı)

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Borat esaslı cam malzemeler; lazerler, fiber optik kablolar, radyasyondan koruyucu malzemeler, ilaç salınım sistemleri, biyomalzeme ve doku mühendisliği gibi çeşitli alanlarda pek çok uygulaması bulunmakla birlikte halen ulusal ve uluslararası araştırmacıların ilgisini çekmektedir. Farklı ham maddeler ya da değişik oranlar ile birleştirildiklerinde farklı özellikler gösterebildiklerinden borat esaslı optik cam malzemeler üzerindeki çalışmaların devamı anlaşılabilmektedir. Termal özellikleri ve termal şoka karşı gösterdiği dayanım başta olmak üzere temel özelliklerinin yanında farklı bileşenlerle de özellikleri geliştirilebilen dolayısıyla yüksek teknolojilere göre malzeme geliştirmeye uygun bulunduğundan bu çalışmada borat esaslı cam malzemeler araştırılmıştır.

Tasarlanan ($B_2O_3-xZnO-5TiO_2$) cam sisteminde $x = \%45, \%50$ ve $\%55$ mol olmak üzere farklı derişimlerde optik numuneler hazırlanmıştır.

Camların büyük çoğunluğunun üretiminde kullanılan ve cam bileşenlerinin erime noktalarına bağlı olarak belirli bir sürede genellikle belirli bir sıcaklık aralığında eritilip dökümü sağlandıktan sonra elde edilen cam eriyiğindeki istenilmeyen termal gerilmeleri düzeltmek için uygun şekilde tavlanmasına dayanan geleneksel eriyik söndürme yöntemi bu çalışmada numunelerin hazırlanmasında kullanılmıştır.

Bu çalışmada hazırlanan cam numunelerin yapısal ve optik özellikleri; yoğunluk ölçümü, diferansiyel termal analiz (DTA), fourier dönüşümlü kızılaltı spektroskopisi (FT-IR), Raman spektrometresi, x-ışını difraktometresi (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve UV-VIS-NIR absorpsiyon spektrofotometreleri gibi başlıca sistematik deneysel analiz teknikleri dikkate alınarak incelenmiştir.

Bu çalışmanın amacı, borat esaslı optik cam malzemelerinin farklı cam bileşenleri için üretimi, ısıl, yapısal ve mekanik analizlerinin bu tez kapsamında gerçekleştirilmesi ve analizlerin incelenmesini kapsamaktadır. Bu çalışmada elde edilen borat esaslı optik cam malzemelerinin teknolojik yenilikler için verimli ve ileri malzemeler oluşturması hedeflenmiştir.

Hazırlanan bu çalışmada, ilk bölüm “Giriş” olup çalışmanın kısa özeti bu başlık altında verilmektedir. İkinci bölüm “Cam Teknolojileri” olup bu çalışmada ele alınan borat esaslı camları da içine alan geniş bir literatür taramasıyla anlatılmaktadır. Üçüncü bölümde bu çalışmada kullanılan malzemeler, cihazlar, numunelerinin hazırlanması ve hazırlanmasında kullanılan yöntem tanıtılmaktadır. Dördüncü bölümde numunelerin analizlerinden elde edilen veriler ve elde edilen verilerin kolay değerlendirilebilmesi için oluşturulan grafikler değerlendirilmektedir. Analizler sonucu elde edilen bulgular, daha önceden yapılmış benzer çalışmalarla kıyaslanmaktadır.

Çalışmanın nihai sonuçlarının değerlendirildiği beşinci ve son bölümde, gerçekleştirilen deney ve analizler sonucu elde edilen bulgular yorumlanarak sonuçlandırılmaktadır.

BÖLÜM 2

CAM TEKNOLOJİLERİ

Günümüzde vazgeçilmez malzemeler arasına giren optik ve kızılaltı camlar; lazerler, lensler, pencereler, sensörler, optik fiberler, biyomalzemeler gibi farklı alanlarda teknolojik ve dekoratif gibi farklı kullanım alanlarına sahiptirler. Camlar; kum, alkali, toprak alkali element ve diğer cam yapıcı bileşenleri ile yüksek sıcaklıklarda oluşturulan çok bileşenli genellikle saydam, amorf malzemeler olarak bilinmektedirler [1]. Atomik ölçekte amorf ve camsı geçişten sonra ısıtıldığında sıvılaştıran sistemler olarak da tanımlanmaktadır [2]. Camlar; ağ yapıcı madde denilen cam sistemi içerisinde ana bileşen işlevine sahip bir veya daha fazla bileşen içermekle birlikte bileşimine giren diğer sınıf oksitler ise, camsı yapının oluşmasındaki etkilerine ağ yapı düzenleyiciler olarak tanımlanabilmektedir [3].

Cam network sistemi içerisinde aynı bileşen farklı işlevler için de kullanılabilir. Örneğin, alümina (Al_2O_3) alüminat esalı camlarda cam yapıcı işlevinde kullanılırken silikat (SiO_2) camların çoğunda özellik değıştirici işlevinde kullanılabilir [4].

Camlara çeşitli bileşenler (Fe_2O_3 , ZnO , PbO , Bi_2O_3 , P_2O_5) eklenerek renklendirilebilir veya boyanabilir. Böylece sanat çalışmalarında, vitrikiye camlarının üretiminde veya dekoratif olarak kullanılabilirler.

Camların kırılğan bir yapıları olsa da aynı zamanda diğer alaşım türü malzemelerle kıyaslandığında kimyasal ve mekanik özellikleri bakımından dayanıklıdır ve cam üretiminin yapıldığı ilk tarihi dönemlerden günümüze kadar gelebilmiş ve halen kullanılan pek çok cam örnekleri vardır.

Sterilizasyonu sağlanabilen bir ürün olduğu için medikal araç ve gereçlerde (ilaç muhafazası) biyocam malzemeler kullanılmaktadır. Ayrıca günlük hayatta da temizliği

kolay olduğundan çanaklar, tabaklar, şişeler, kavanozlar ve sürahiler gibi araç ve gereçlerin üretiminde de cam malzemeler kullanılabilir.

2.1. CAMLARIN MEKANİKSEL ÖZELLİKLERİ

Camlar mekaniksel olarak aynı zamanda fiber optik kablolarda olduğu gibi esnektir ancak gerginlik ile bu durum bozulabilmektedir. İyon değişimi veya tavlama ile basınçlı yüzey tabakası oluşturularak ya da asitle parlatma veya koruyucu kaplama ile yüzey kusurları giderilerek güçlendirilebilmektedirler [5]. Cam malzemeler optik ve yapısal özelliklerinin malzeme bileşenlerine bağlı olarak mekanik özelliklerinin geliştirilmesi üzerine yapılan çalışmalar cam esaslı ürünlerin endüstriyel kullanımını hem çevreye uyumlu hem de geri dönüşümü kolay olması nedeniyle avantajlı malzemeler olarak ilgi çekmektedir. Bu nedenle cam malzemeler günümüzde bina içi dekorasyonlarda, güvenlik koruyucu ve nükleer radyasyona karşı kullanımı bulunmaktadır.

2.1.1 Viskozite

Viskozite, cam malzemelerin en önemli mekaniksel bir özelliğidir. Camın içeriğinde bulunan akışkan moleküllerin arasında meydana gelen ve bu akışa ters yönde bir tür iç sürtünme kuvveti olarak tanımlanabilmektedir. Ayrıca viskozite, optik, yapısal ve mekanik özelliklerinin yanında camın bilinmesi gereken temel bir özelliğidir. Farklı sıcaklıklarda camın viskoziteye göre bir cam malzeme biçimlendirilebilir, şekillendirilebilir ve tavlatabilmektedir [5].

2.2. CAMLARIN ELEKTRİKSEL ÖZELLİKLERİ

Camlar genellikle yüksek elektrik direncine (R) sahiptir. Bazı durumlarda iletken olduklarında yük, iyonlar tarafından taşınabilir ve iletkenlik durumu sıcaklık (T) arttıkça önemli ölçüde artabilmektedir. Ayrıca camın dielektrik sabiti (ϵ) oldukça yüksek ancak bazı gelişmiş optik bellek uygulamaları için yeterince yüksek değildir [5]. Farklı cam grupları göz önüne alındığında, kalkojen yarı iletken cam malzemeler

yüksek elektriksel özellikleri nedeniyle optik hafıza bellekleri için yüksek kullanılma potansiyeline sahip oldukları literatürden anlaşılmaktadır.

2.3. CAMLARIN OPTİK ÖZELLİKLERİ

Ultraviyole (UV), görünür (VIS) ve kızılaltı olarak iletim (IR), Rayleigh saçılması dahil çeşitli faktörlere bağlıdır. Kızılaltı spektrum (IR) bandı ve UV bandı, optik iletimin olduğu değerlerdir.

Cam malzemelerin yüzeyinde yansıma dağınık veya düzenli olarak meydana gelebilmektedir. Aynı zamanda cam malzemelerde kırılma özelliği cam malzemenin kırılma indisine bağlı olmasından kaynaklanmaktadır [5]. Örneğin, silikat camlarının kırılma indisi 1.5 iken kalkojen ve tellürit cam malzemelerinin kırılma indisleri ise 2.0 civarındadır. Yüksek kırılma indisine sahip cam malzemeler genellikle fotonik cihazlarda kullanılmaktadır.

2.4. CAMLARIN TERMAL ÖZELLİKLERİ

Termal (ısı) genleşme, optik cam malzemelerin en temel ve ayırıcı özelliklerinden bir tanesidir. Bu özelliğin kolay ölçülebilirliği ve cam bileşenlerindeki konsantrasyon oranlarına duyarlı olduğundan düzenli olarak takip edilebilmesi dolayısıyla, optik cam üretiminin kontrolünün sağlanmasında en çok kullanılan denetim parametresidir. Camların termal değişimlere karşı gösterdiği dayanıklılık olarak da tanımlanabilen termal şok dayanımlarında en önemli etken camların termal genleşme katsayılarıdır. Bu katsayının küçük olması camın dayanabileceği termal sıcaklık farkının da bir o kadar fazla olmasına olanak sağlamaktadır [6].

2.5. CAMLARIN YOĞUNLUK ÖZELLİĞİ

Bir camın yoğunluğu o cama ait bileşenlerin kimyasal oranına bağlı olarak değişim göstermesidir.

Yüzdürme yöntemi, Arşimet prensibi ve piknometrik yöntem çoğunlukla kullanılan başlıca yoğunluk ölçüm metotlarından [6].

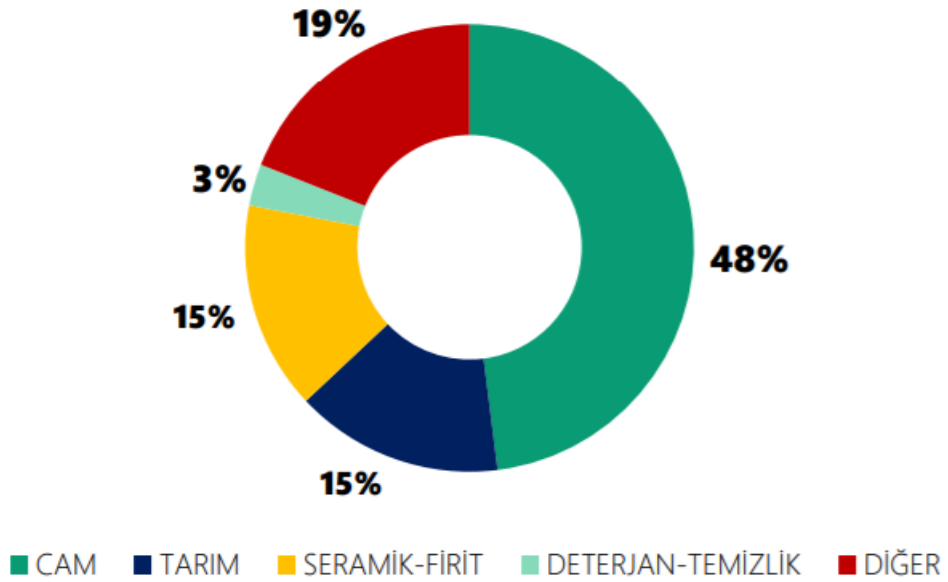
Optik cam numunesinin önce havada daha sonra yoğunluğu bilinen bir sıvı içerisinde tartılmasına dayanan hızlı ve güvenilir ölçüm yöntemi Arşimet prensibi olarak bilinmektedir. Bu ölçüm yönteminde sıvı genellikle damıtılmış sudur ve gümüş ya da platin bir tel kullanılarak ölçüm gerçekleştirilmektedir [6].

Bir kabın yoğunluğu bilinen bir sıvı ile doldurulmuş ağırlığı ile, ağırlığı bilinen bir camın bu sıvı içerisinde konulmasına dayanan ölçüm metodu piknometrik yöntem olarak bilinmektedir [6].

Yoğunluğu önceden ayarlanan bir sıvı içerisinde konulan optik cam numunesinin sıcaklık değişimi ile kabın dibine çökmesi esasına dayanan ölçme yöntemi yüzdürme yöntemi olarak bilinmektedir. Bu yöntemde ölçüm için önceden yoğunluğu bilinen standart bir cam kullanılır ve ölçülecek olan numunenin de bu standart camın yoğunluğuna yakın bir yoğunluğa sahip olması gerekmektedir [6].

2.6. BORAT ESASLI CAMLAR

Cam sektörü bor minerallerinin en fazla kullanıldığı alan olarak bilinmekle birlikte ülkemizdeki bor rezervleri de dikkate alındığında borat esaslı camlar geniş bir kitlenin, üniversitelerin ve ticari firmaların araştırma odağında bulunmaktadır. Hatta ülkemizde bor minerali esaslı malzeme üzerine araştırma yapan ve aynı yapılan araştırmaları da destekleyen Bor Araştırma Enstitüsü (BOREN) bulunmaktadır. Bor içerikli camlar üzerine yapılan araştırmalar bir asırdan daha öncesine dayansa da günümüzde artarak devam etmektedir. Bu araştırmaların artmasındaki en büyük etken borat esaslı camların iyi mekanik özelliklere sahip olması, korozyona karşı direncinin ve termal dayanıklılığının iyi olması gösterilebilmektedir [7].



Şekil 2.1 2020 yılı bor tüketiminin sektörlere göre dağılımı [8].

Dünya üzerinde yaklaşık 230'dan fazla bor minerali çeşidi var olduğu bilinmekle birlikte bunlardan cam sektöründe en fazla kullanılan ve bu çalışmada temel malzemelerinden olan B_2O_3 ile gösterilen dibor trioksit ya da diğer bir ifadeyle bor oksittir. [9].

Çizelge 2.1’de bor oksit minerali ile ilgili bazı temel bilgiler verilmektedir. Bu bilgilere ek olarak yalıtkan özelliklere sahip olmakla birlikte bazı durumlarda iletkenlik görevi de üstlenebilmektedir.

Çizelge 2.1. B₂O₃ ile ilgili bazı temel bilgiler [10].

Molekül Ağırlığı (g)	69,62
Kristal Yapısı	Hegzagonal
Yoğunluk (oda sıc., g/cm ³)	2,55
Ergime Noktası (°C)	450
Kaynama Noktası (°C)	1680
Suda Çözünürlük (g/L)	Az miktarda (2,2)
Renk	Beyaz

2.7. BORAT ESASLI CAMLARIN BİYOMEDİKAL UYGULAMALARI

Borat esaslı camlar üzerine yapılan çalışmalarda bu camların dokularla iyi uyum sağlayabildiği ve hücre çoğalmasını desteklediği göz implant, kontrollü ilaç salınımı, doku ve kemik oluşumu gibi biyomedikal uygulamalarda kullanılabilir. [10].

Borat esaslı camların çözünmesi sırasında açığa çıkabilecek yüksek miktarda bor iyonu ile hücreler ve dokular için toksik hale gelebileceğinden endişe duyulmaktadır. Borat esaslı camların hücreler ve dokular üzerindeki toksisitesi hakkındaki endişeler, fare vb. küçük deney hayvanlarında yapılan analizler incelendiğinde toksik olmadığını gösteren sonuçlarla hafifletilmiştir [11]. Bununla birlikte, düşük bor konsantrasyonlarının kemik oluşumu, bakımı ve rejenerasyonunda önemli bir rol üstlendiği bildirilmiştir [12]. Kemik oluşumu ve büyümesi sırasındaki hızlandırıcı ve destekleyici bu önemli rolü nedeniyle biyomedikal uygulamalarda önem kazanmaktadır [13].

Borat esaslı camlar, diş restorasyon malzemeleri için antimikrobiyal katkı maddeleri olarak kullanıldığı gibi kaplama medikal malzemeler için kullanılabilir [14].

Antibiyotik ve kanser ilaçları vb. ilaç salınım sistemlerinde ilacın taşınmasında ve dağıtımında önemli bir rol üstlenerek tedaviyi destekleyici olması için de kullanılabilir [15].

Albuz vd. B_2O_3 'ün kolon kanser hücreleri üzerindeki etkisini değerlendirdikleri çalışmalarında, kanser gelişmesini engelliyici yönde bulgular saptadığını kesinliği tam sağlanamasa da cesaret verici olduğunu ve çalışmalarını derinleştireceklerini belirtmişlerdir [16].

Zhang vd. yaptıkları çalışmada, lityum, fosfat ve borat bazlı biyocamı oluşturup iyon salınım kinetiklerini ve çözünen iyonların toksisitesini fare diş pulpa hücrelerinde incelediklerinde lityumu hızlı bir şekilde serbest bırakmak mümkün olsa da, aynı zamanda toksik seviyelerde fosfat ve bor iyonları saldığını bunun da sert doku onarımındaki faydaları sınırladığını sonucuna varmışlardır. Hem lityumun hızlı

salınımını sağlayabilen hem de fosfor ve iyonlarının toksisitesini giderebildikleri ideal bir biyocam formülasyonu belirleyemedikleri sonucuna varmışlardır [17].

Olumlu sonuçlarının yanında olumsuz sonuçları da olsa bunların giderilebilmesi ve daha iyi malzemeler ortaya çıkarabilmesi için çalışmalar artarak devam etmektedir.

2.8. LİTERATÜR TARAMASI

Ahmad vd. yaptıkları çalışmada, tasarladıkları $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-SrO-ZnO-B}_2\text{O}_3\text{-Dy}_2\text{O}_3$ cam sistemini kullanarak numunelerini geleneksel eriyik söndürme yöntemi ile hazırlamışlardır. Hazırlanan numuneler, değişen miktarda Dy_2O_3 içerikleri göz önünde bulundurularak fiziksel, termal ve özelliklerinin değerlendirebilmesi için çeşitli incelemeler yapılmıştır. Yapılan incelemeler sonrasında iyi derecede şeffaf özelliğe sahip ve termal olarak kararlı camlar elde edildiği sonucuna varmışlardır. XRD analizi ile de elde edilen numunelerin amorf yapısı doğrulanmıştır. Ayrıca elde edilen cam bileşenlerinin içeriğindeki Dy_2O_3 miktarındaki değişime duyarlı olduğu belirlenmiştir. Örneğin, artan Dy_2O_3 miktarına bağlı olarak cam bileşenlerini yoğunluklarının ve kırılma indekslerinde arttığı yapılan analizlerle tespit edilmiştir. Elde edilen cam bileşiminin mükemmel termal stabilitesi ve cam oluşturma yeteneği ile yüksek teknoloji fotonik cihazların geliştirilmesine faydalı olabileceğini belirtmişlerdir [18].

Kabalıcı tarafından yapılan çalışmada, $\text{B}_2\text{O}_3\text{-ZnO-TiO}_2$ cam sistemine Yb_2O_3 katkılanarak elde edilen optik cam malzemelerin termal, yapısal ve mekanik özelliklerinin araştırıldığı B_2O_3 oranının artması ile cam malzemelerin yoğunluğunun arttığı tespit edilmiştir. Cam sisteme ZnO eklenmesinin camın geçirgenliğini arttırdığı ayrıca cam matrisine TiO_2 eklenmesinin camın kimyasal dayanıklılığını arttırdığı belirtilmektedir. XRD analizlerine göre elde edilen cam malzemelerin amorf olduğu ve FT-IR spektrumlarına göre malzemenin farklı derişimlerine bağlı yapısal bir faz değişimine sahip olduğu tespit edilmiştir [19].

$\text{Na}_2\text{O-B}_2\text{O}_3\text{-ZnO-TiO}_2\text{-SiO}_2$ cam sistemine ait camlardaki yapı ve faz dağılımının özelliklerinin araştırılmasına dayanan bu çalışmada, mat özellikte yüksek teknik performansa sahip kaplama elde edilebilmesi cam matrisin bileşimi için optimize edilmesi amaçlanmaktadır. TiO_2 ve ZnO etkileşimi, içlerindeki sıvının karakteri taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Cam bileşiminde yapılan analizler

sonucunda spinodal sınılaşmanın ardından oluşan kristalleşmenin, kararlı kristalleşmeden enerji bakımından daha avantajlı olduğu sonucunu bildirmişlerdir [20].

B_2O_3 -CaO-ZnO-TiO₂ bileşenlerinden oluşan cam sisteminden elde edilen numuneler üzerinde kızılötesi spektroskopi, diferansiyel termal analiz, yoğunluk ölçümü, manyetik duyarlılık ve dc elektriksel iletkenlik analizleri kullanılarak incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, titanyum iyonlarının çoğunlukla ağ oluşturuçu olarak var olduğu bununla birlikte çinko iyonlarının çoğunlukla ağ deęiştirici olarak var olduğu, ancak bor iyonlarının farklı yapısal gruplarda bulunduğu saptanmıştır. Titanyum içermeyen camda, cam sisteminin ana çerçeve işini yalnızca bor iyonlarının oluşturduğunu, çinko ve kalsiyumun ağ modifiye edici katyonlar olarak işlev gördüğünü ve titanyum oksit içerięi yavaş yavaş arttıkça camların manyetik duyarlılıklarının da arttığını tespit etmişlerdir [21].

Jose vd.'nin yaptıkları çalışmada, oluşturdukları TeO₂-ZnO-Nb₂O₅-Mo₂O₃ cam sistemini kullanarak göre hazırladıkları numunelerine yaptıkları UV-VIS-NIR analizi sonucunda elde ettikleri veriler sonucunda numunelerin iyi derecede şeffaflık gösterdiklerini belirlemişlerdir. Ayrıca yapılan analizler sonucunda numunelerin cam geçiş sıcaklıklarının düşük olmasının oluşturulan cam sistemi ile yüksek kaliteli optik fiberlerin üretiminin mümkün olduğunu belirtmişlerdir [22].

Umar vd.'nin yaptıkları çalışmada, erbiyum oksit nanopartiküllerinin katıldığı TeO₂-B₂O₃-SiO₂ cam sisteminin yapısal, morfolojik ve elastik özellikleri incelenmiştir. B₂O₃ bileşenin seçimiyle cam şekillendirme sıcaklığının düşürülmek istendięi belirtilmiştir. XRD analizleri ile elde edilen cam yapının amorf olduğu belirtmişlerdir [23].

Kaky vd. yaptıkları çalışmada radyasyon kalkanı olarak kullanılmak amacıyla tasarladıkları B₂O₃-ZnO-MgO-Bi₂O₃ cam sistemi ile geleneksel eriyik söndürme tekniğini kullanarak bir dizi cam üretmiştir. Elde edilen cam örnekleri radyasyondan korunma verimlilięi ve Bi₂O₃ konsantrasyonu açısından analiz sonuçları

değerlendirilip tartışıldıktan sonra üretilen camların özellikle düşük enerjiler için etkili koruyucu malzemeler olarak kullanılabilmesinin uygun olduğunu bildirmişlerdir [24].

Literatür taramasında çeşitli cam sistemleri incelendiğinde, borat esaslı cam malzemelerin çalışmalarda farklı amaçlarla kullanılabildiği, oluşturulan sistemlerle olumlu sonuçlar alındığı ve endüstriyel uygulamalara yönelik geliştirilmeye açık olduğu saptanmıştır.

BÖLÜM 3

MATERYAL VE METOT

3.1. MATERYAL

Bu çalışmada, optik cam malzeme numunelerinin hazırlanmasında kullanılan kimyasallar ve bilgileri sırasıyla aşağıda verilmektedir.

3.1.1. Kullanılan Kimyasallar

Bu çalışmada kullanılan kimyasallar, B₂O₃ (% 99.8 saflık; Sigma-Aldrich), ZnO (% 99.9 saflık; Sigma-Aldrich) ve TiO₂ (% 99-100.5 saflık; Sigma-Aldrich) yüksek saflıkta ticari tozlardır.

3.2. METOT

Bu çalışmada, numunelerin üretim metodu ve karakterizasyonunda kullanılan cihazların bilgileri alt başlıklar altında verilmiştir.

3.2.1. Geleneksel Eriyik Söndürme Yöntemi

Bu yöntemde, hammadde karışımı bileşenlerinin erime noktasına bağlı olarak belirli bir süre 1100-1600 °C sıcaklık aralığında eritilmektedir. Oluşan cam eriyiği dökümden sonra, termal gerilmelerinin giderilmesi için ilgili camların cam geçiş sıcaklığının yakınında uygun şekilde tavlansaktadır. Elde edilen camlar daha sonra farklı karakterizasyon teknikleri için gerekli olan testere, taşlama ve parlatma gibi yöntemler ile hazırlanmaktadır. Camların büyük çoğunluğu geleneksel eriyik söndürme yöntemiyle üretilmektedir [25].

Bu çalışmada numunelerin elde edilmesinde geleneksel eriyik söndürme yöntemi kullanılmıştır.

3.2.2. Numune Hazırlama

Cam numuneleri, $(95-x) B_2O_3-xZnO-5TiO_2$ sistemindeki $x = \%45, \%50$ ve $\%55$ mol olmak üzere hazırlanmıştır. 5 g büyüklüğündeki tüm cam örnekleri 1200°C'de elektrikle ısıtılan bir fırında kapalı kapaklı bir platin pota kullanılarak iyice karıştırıldı ve eritildi. Cam eriyikleri daha sonra paslanmaz çelik bir plaka üzerine döküldü ve oda sıcaklığında başka bir paslanmaz çelik levha ile preslenerek söndürüldü. Elde edilen cam numunelerinin tamamı 300°C sıcaklıkta 24 saat tavlandı.



Şekil 3.1 Malzeme hazırlama düzeneği.

Cam malzemeler bundan sonra xZnO için deęişen derişimleriyle x = %45 mol için BZT2, %50 mol için BZT5 ve %55 mol için BZT3 olarak anılacaktır.

3.2.3. Yoęunluk Ölçümü

Camın yoęunluęu cama ait bileşenlerinin oranına baęlıdır.

Yüzdürme yöntemi, Arşimet prensibi ve piknometrik yöntem çoęunlukla kullanılan başlıca yoęunluk ölçüm metotlarındandır. Numunenin önce havada daha sonra yoęunluęu bilinen bir sıvı içerisinde tartılmasına dayanan hızlı ve güvenilir ölçüm yöntemi Arşimet prensibi olarak bilinmektedir. Bu ölçüm yönteminde sıvı genellikle sudur ve gümüş ya da platin bir tel kullanılarak ölçüm gerçekleştirilmektedir [6].

Arşimet prensibi ile ölçülen cam sistemlerin yoęunluęu, genellikle oda sıcaklığında densimetre kullanılarak + veya - 0.001 g/cm³ standart hata payı baz alınarak ölçülmektedir. Ölçümler sırasında hava kabarcıklarının numuneye yapışmasını engelleyen düşük bir yüzey gerilimine sahip olduğundan, kaldırma sıvısı olarak genellikle damıtılmış su kullanılmaktadır [26].

Bu çalışmada numunelerin yoęunluęunu belirlemek için kaldırma sıvısı olarak damıtılmış su kullanılarak Arşimet prensibi ile gerekli ölçüm işleri gerçekleştirilmiştir.

3.2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Araştırılmak istenen numunenin boyutu, şekli, bileşimi, kristal yapısı, diğer fiziksel ve kimyasal özellikleri ile ilgili mikroskobik ölçekteki bilgileri ortaya çıkarabilen ve numunenin büyütülmüş görüntülerini oluşturabilen bir araçtır [27].

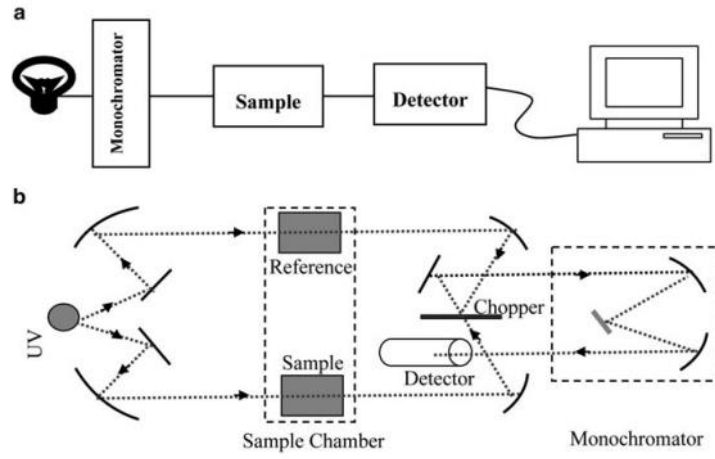


Şekil 3.2. Taramalı elektron mikroskobu (Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü).

Cam numunelerinin hem yüzeyinde hem de kesitlerindeki kristalleşmeleri belirlemek ve kristalleşme süreçlerini araştırmak için kullanılmaktadır.

3.2.5. UV-VIS-NIR Cihazı

Şekil 3.3'te temel çalışma prensibi görülen UV-VIS-NIR cihazı numune özelliklerine bağlı olarak belirli dalga boylarını yansıtır veya absorbe ederken geri kalanını iletmekte, iletilen veya yansıtılan yoğunluk değerini ölçerek numunenin yansıtma ve geçirgenlik değerlerinin belirlenmesinde kullanılmaktadır [28].



Şekil 3.3. UV-VIS-NIR cihazı temel çalışma prensibi [28].



Şekil 3.4. Perkin Elmer Lambda 25 UV-VIS spektrometresi.

3.2.6. Fourier DönüŖümlü Kızılaltı Spektroskopisi (FT-IR)

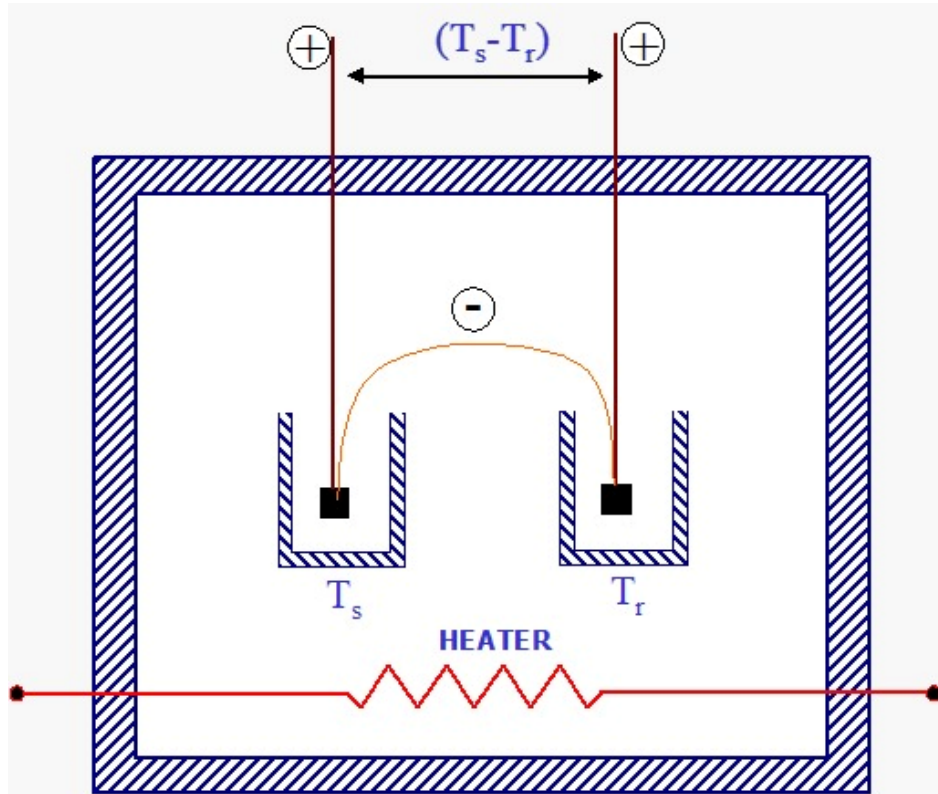
Fourier dönüŖümlü kızılaltı spektroskopisinde bulunan kaynaktan gönderilen ışınlar numuneden geçtikten sonra yeniden bir araya gelerek optik cam numune içerisindeki moleküller tarafından numuneye ait belirli karakteristik frekansların emildiđi absorpsiyon spektrumu üretmektedir. Dedektör, bu sinyalleri toplar ve her bir spektrumu farklı konumlarda saklar. Elde edilen spektrumlara daha sonra Fourier dönüŖümü yapıldıktan sonra elde edilen spektrumların analizi çıktı olarak elde edilmektedir. Modern bilgisayarlarda hesaplamalar kolaylıkla yapılabildiđinden fourier dönüŖümü yapmak da oldukça kolay olduđundan spektrumlar çok hızlıca üretilebilmektedir. Böylelikle daha iyi ve hızlı veri elde edilmesi mümkün olduđundan modern ticari kızılaltı spektrometrelerin çođu FT-IR spektrometreleridir [28].



Ŗekil 3.5. Fourier DönüŖümlü Kızılaltı Spektroskopisi (Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü).

3.2.7. Diferansiyal Termal Analizi (DTA)

Optik cam malzemelerin termal özellikleri DTA metodu ile en iyi şekilde tespit edilmektedir. Aşağıdaki şekil 3.2.8’de görüldüğü gibi termal özellikleri araştırılacak malzemenin herhangi bir referans malzemesine göre termodinamik olarak ekzotermik ve endotermik parametreleri artan sıcaklığa göre belirlenmektedir. Bu işlem için en bilinen yol erime sıcaklığının tespit edilmesidir. Sıcaklık değişimlerini tespit etmek ve kristallenme işlemini daha iyi anlayabilmek için DTA kullanılmaktadır. DTA; numunenin sıcaklığı programlandığı esnada numune ve referans malzeme arasındaki sıcaklık farkının, belirli bir atmosfer içindeki zaman veya sıcaklığa karşı gözlemlendiği bir analiz tekniğidir. DTA eğrileri; cam geçişleri, kristalleşme, erime gibi sıcaklıkları hakkında bilgi edinilmesini sağlamaktadır. Sistem; sensörler, amplifikatör, fırın ve fırının sıcaklık sensörü, bilgisayar ve kayıt cihazı veya veri toplama cihazından oluşur [29].



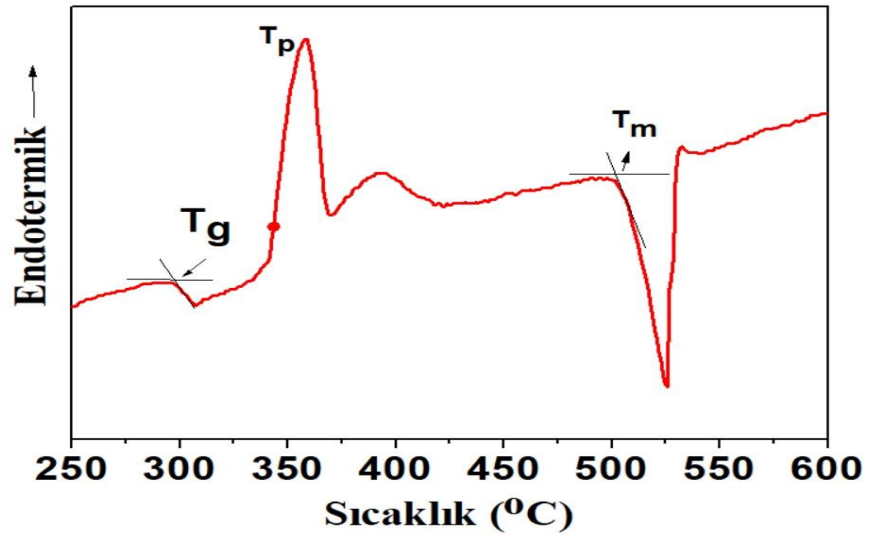
Şekil 3.6. DTA çalışma prensibi [30].

Şekil 3.6’da diferansiyel termal analiz cihazına ait çalışma prensibi görülmektedir. Bu çalışma prensibine göre elde edilen piklerin yönüne bakılarak reaksiyonun endotermik ya da ekzotermik olduğuna karar verilebilmektedir.



Şekil 3.7. Diferansiyel termal analizi (DTA) (Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü).

Şekil 3.8’de $\text{TeO}_2\text{-PbF}_2$ cam malzemesine ait DTA analizinden elde edilen malzemeye ait örnek grafik görülmektedir.



Şekil 3.2.8. $\text{TeO}_2\text{-PbF}_2$ cam malzemesine ait DTA grafiği [30].

3.2.8. Raman Spektroskopisi

Raman spektroskopisi, moleküllerin veya parçacıkların incelenmesini sağlayan aynı zamanda moleküllerin titreşim spektrumuna da duyarlı güçlü bir analiz tekniğidir. Ancak IR analizinin tamamlayıcısıdır [28].

Lazerden gelen ışıkla aydınlatılmasını ve numuneden saçılan fotonların gözlemlenmesini içermektedir. Ölçümler cam ağda meydana gelebilecek ince yapısal değişikliklere duyarlıdır. Genellikle kullanımındaki temel amaç bağlantıdaki değişiklikleri araştırmaktır [29].

Molekülerdeki titreşimlerin uyarılması ile katılarda, sıvılarda veya gazlarda bağlanma hakkında bilgi sağlamaktadır. Gelen fotonun enerjisinin, fotonun molekülün titreşim modları ile esnek olmayan etkileşimi tarafından değiştirildiği saçılmaya ait olan tipik bir spektrum, gelen ışık ile saçılan ışık arasındaki enerji farkının bir fonksiyonu olarak, saçılan ışığın yoğunluğunu gösterirken bu enerji dalga sayılarıyla (cm^{-1}) ifade edilir. En yoğun tepe noktası, lazer ışınının elastik olarak saçılan enerjisidir [29].

3.2.9. X-ışınları Kırınımı Cihazı

Numunelerin, ince filmlerin ve nanopartiküllerin kristal yapısının oldukça doğru bir şekilde belirlenmesine izin verir. Monokromatik bir X-ışınları kaynağından oluşmaktadır [28].



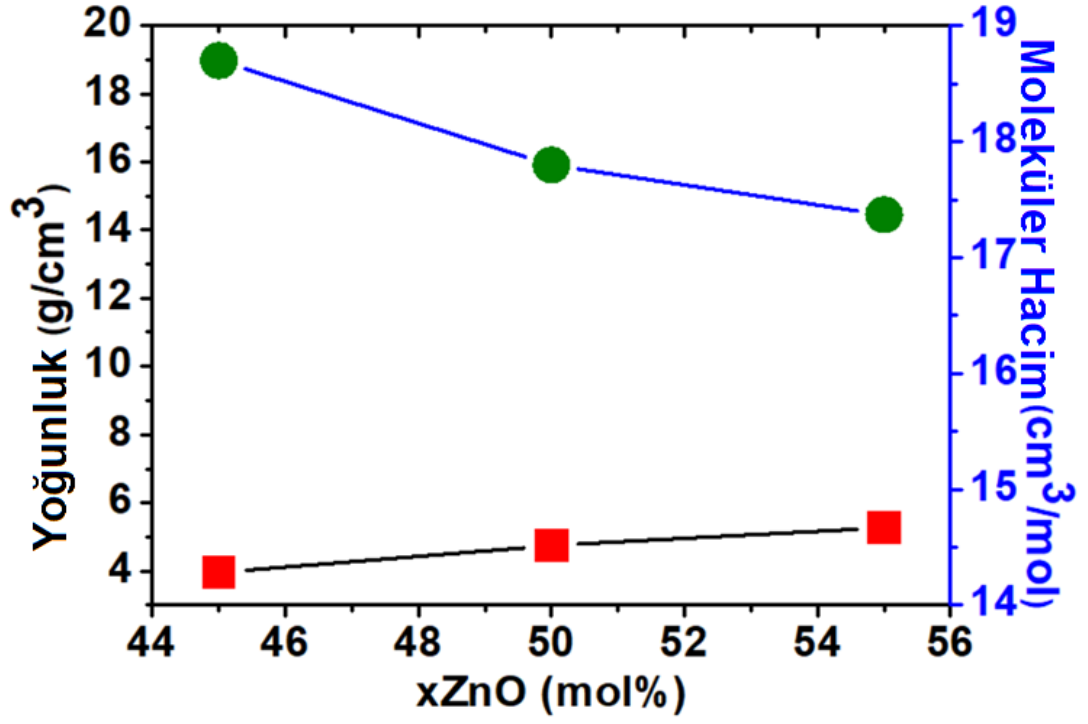
Şekil 3.9. X-ışınları kırınımı cihazı (Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü).

BÖLÜM 4

BULGULAR

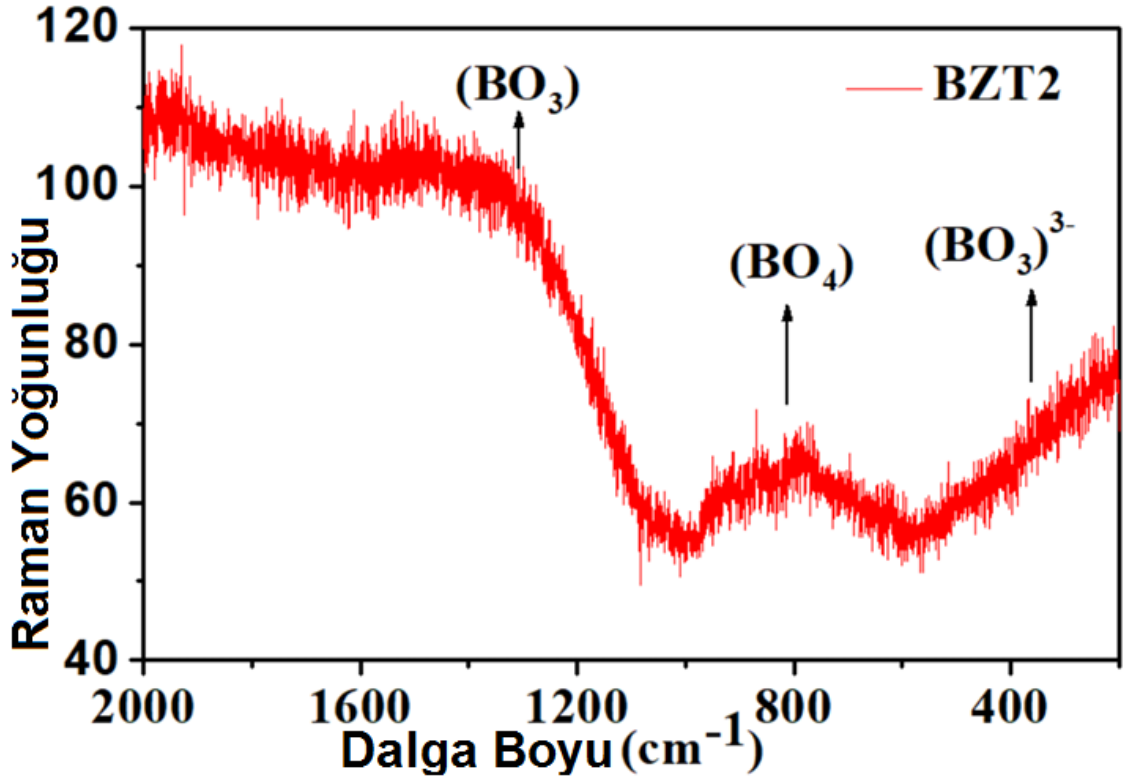
Bu arařtırmada elde edilen cam numuneleri ($B_2O_3-xZnO-5TiO_2$) $x = \%45, \%50$ ve $\%55$ mol olmak üzere çeřitli kompozisyonlarda, oda sıcaklıęında geleneksel eriyik söndürme yöntemi kullanılarak hazırlanmıřtır. Elde edilen cam numuneleri řeffaf, renksiz, homojen daęılıma sahip olup kırılğan deęildir.

Burada deneysel olarak elde edilen cam numunelerinin ilk adımda yoğunluęu daldırma sıvısı olarak damıtılmıř su kullanılarak Arřimet prensibi kullanılarak hesaplanmıřtır. Borat esaslı cam numunelerinin molar hacmi hesaplanmıř olup x deęeri için $\% 45, \%50$ ve $\%55$ mol arasında deęiřtięinde Őekil 4.1'de de görüldüęü gibi, numunelerin yoğunluęu $3.95 \text{ g/cm}^3, 4.75 \text{ g/cm}^3, 5.47 \text{ g/cm}^3$ deęerleri ile artarken molar hacim $18.97 \text{ cm}^3/\text{mol}, 15.90 \text{ cm}^3/\text{mol}$ ve $14.44 \text{ cm}^3/\text{mol}$ deęerleri ile azalmaktadır. Naresh vd. molar hacimdeki azalmanın cam aęın daralması nedeniyle cam materyallerin yoğunlukları ile ilgili olabileceęini vurgulamıřlardır [30].



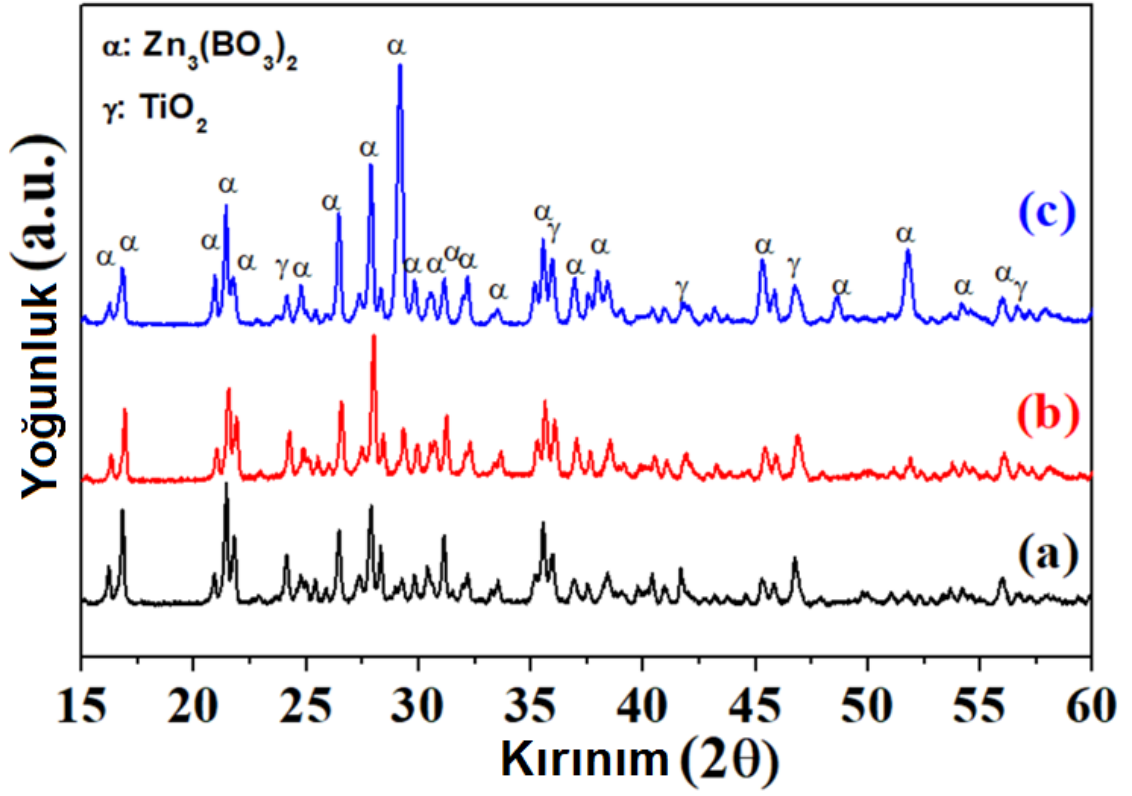
Şekil 4.1. Cam numunelerin yoğunluğu ve molar hacmi.

İkinci adım olarak optik cam malzemelere ait yapısal özelliklerin araştırılmasında yaygın olarak kullanılan Raman spektroskopisine ait deneysel sonuç görülmektedir. Şekil 4.2' de görüldüğü gibi numunelerin Raman spektrumu analizleri incelendiğinde $200-600\text{ cm}^{-1}$; $600-1000\text{ cm}^{-1}$; ve $1000-1400\text{ cm}^{-1}$ olmak üzere üç bölge oluşmaktadır. Bu şekilde görüldüğü gibi optik numunelerin bu üç bölgeye ait faz değişimleri dalga boyu arttıkça yapısal değişimi kendisini göstermektedir.



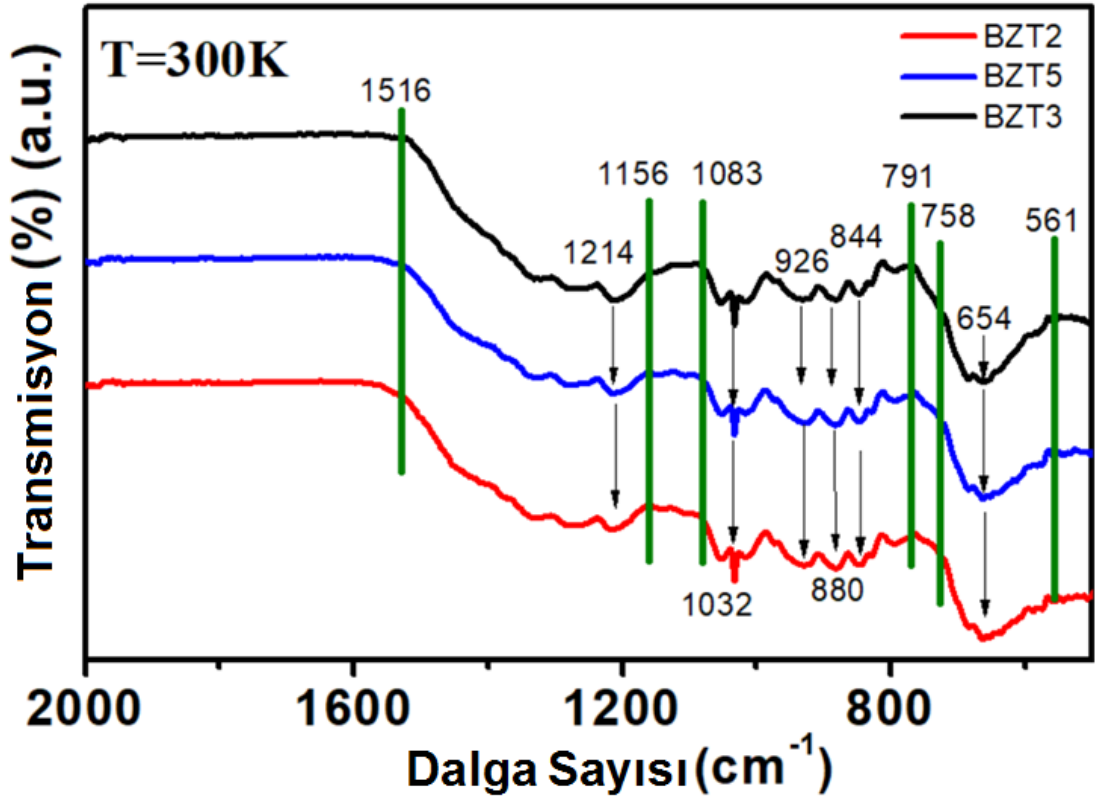
Şekil 4.2. BZT2 cam numunesinin oda sıcaklığında raman spektrumu.

Üçüncü adım olarak elde edilen optik numunelere ait yapısal kristal fazlarının tespitini belirleyen ölçme metotlarından olan XRD sonucu, şekil 4.3'te tavlanan cam numunelerinin XRD analizini göstermektedir. BZT2 cam numunesi 792°C'de, BZT5 cam numunesi 767°C'de ve BZT3 numunesi 792°C'de 60 dakika tavlansmıştır. Tavlansmış cam numuneleri, toz haline getirildikten sonra XRD analizi gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.3'te de görüldüğü gibi, XRD deseninin $Zn_3(BO_3)_2$ ve TiO_2 olmak üzere iki kristal fazı vardır.



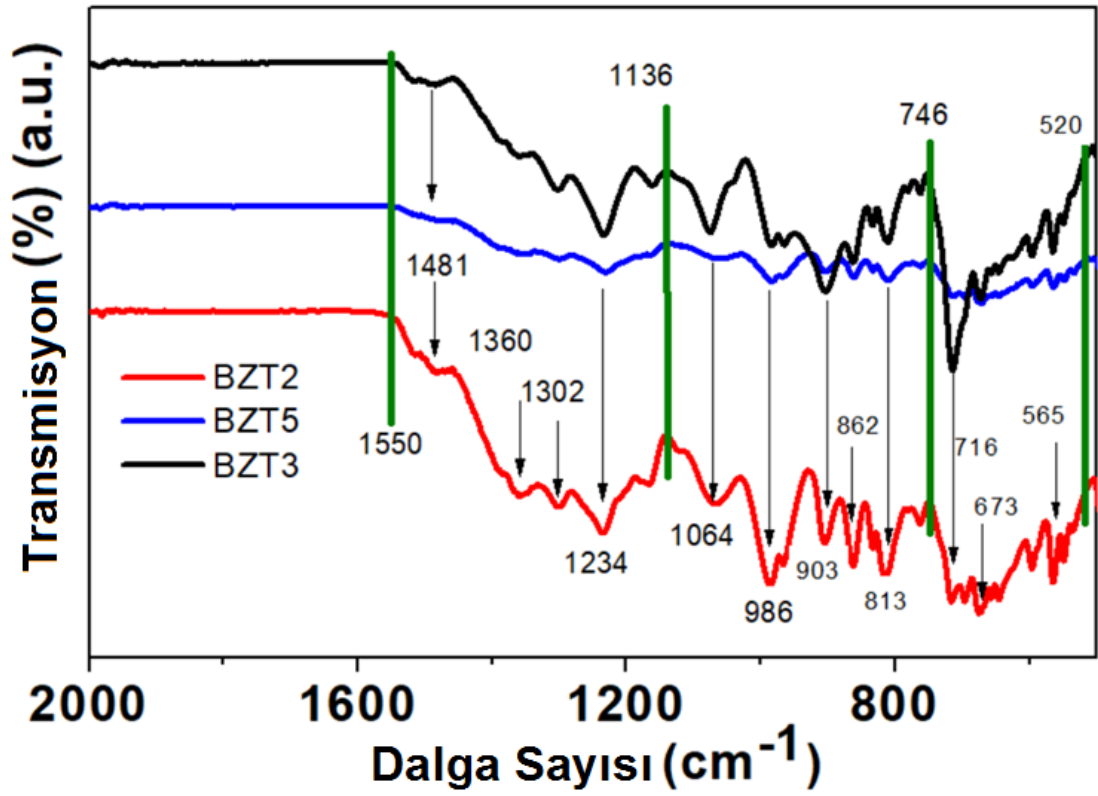
Şekil 4.3. Cam numunelerinin XRD analizi. (a) 792 °C'de tavllanmış BZT 2, (b) 767 °C'de tavllanmış BZT 5 ve (c) 792 °C'de tavllanmış BZT3.

Dördüncü adım olarak üretimi gerçekleştirilen optik cam numunelere ait ve ısıl işlem görmemiş cam numunelerinin FT-IR spektrumları Şekil 4.4'te gösterilmektedir.



Şekil 4.4. Cam numunelerinin FT-IR spektrumları.

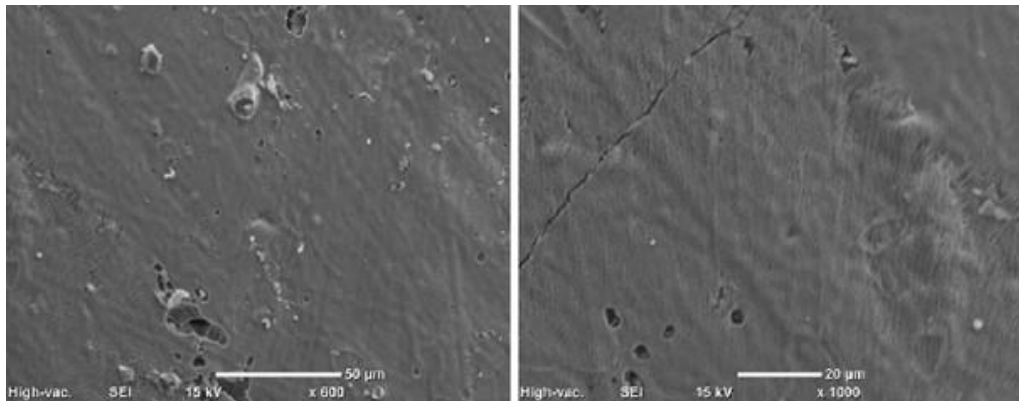
Aynı numunelere ait 792 °C sıcaklıkta ısıl işlem görmüş BZT2, 767 °C sıcaklıkta ısıl işlem görmüş BZT5 ve 792 °C sıcaklıkta ısıl işlem görmüş BZT3 cam numuneleri için FT-IR spektrumları Şekil 4.5'te gösterilmektedir.



Şekil 4.5. Isıl işlem görmüş cam numunelerinin FT-IR spektrumları.

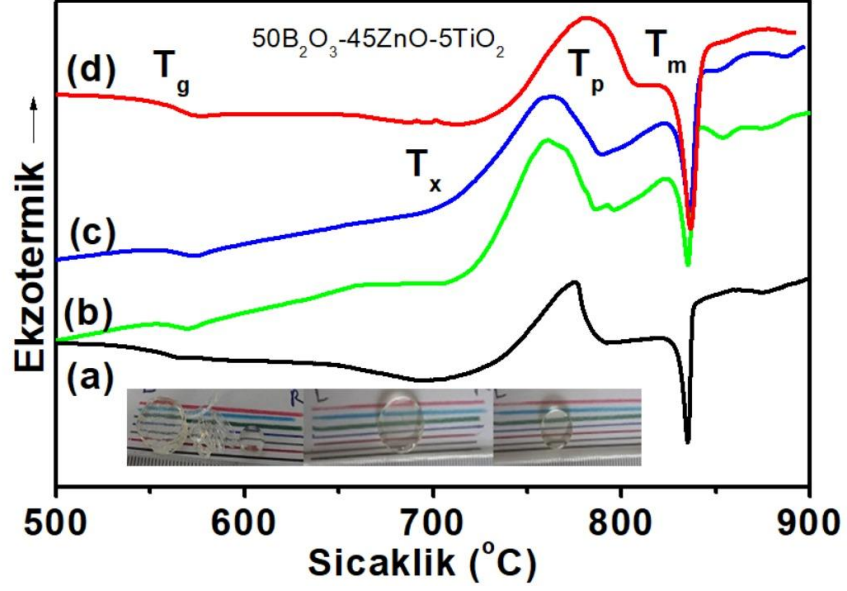
Beşinci adım olarak ısıl işlem görmüş numunelerin yüzey morfolojisi herhangi bir aşındırma işlemi olmaksızın yüzeyin topografyasını belirleyebilmek için SEM ile incelenmiştir.

Şekil 4.6'da SEM, 50 ve 20 μm boyut arasındaki topolojik farklılıkları göstermektedir.



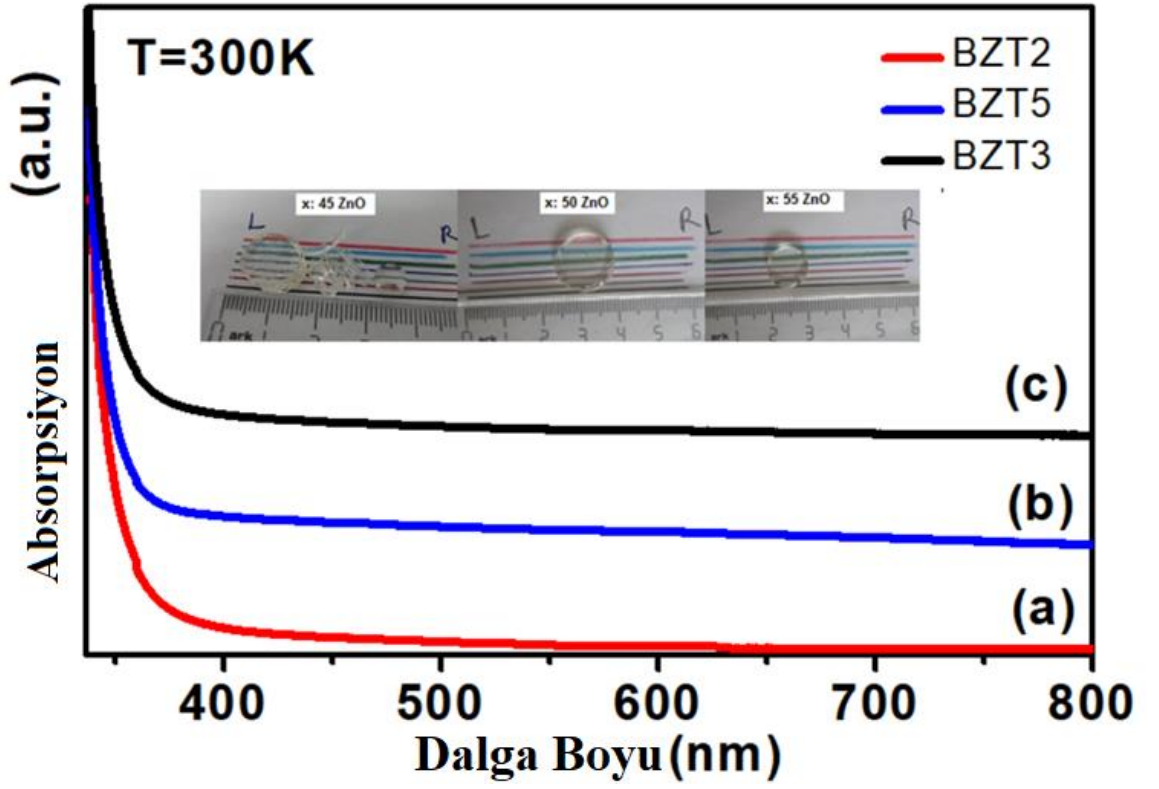
Şekil 4.6. Isıl işlem görmüş BZT2 numunesinin iç yüzeyinden alınan SEM görüntüleri

Altıncı adım olarak BZT2 numunesine ait 5°C/dk, 10°C/dk, 15°C/dk ve 20°C/dk ısıtma hızlarına ait DTA analizine ait veriler şekil 4.7’de görülmektedir.



Şekil 4.7. Isıl işlem görmüş BZT2 numunesinin (a): 5°C/dk, (b): 10°C/dk, (c): 15°C/dk, ve (d): 20°C/dk ısıtma hızlarında DTA verileri.

Yedinci adım olarak cam numunelerinin UV-VIS absorpsiyon spektrumları, Şekil 4.7’de gösterilmektedir. Oda sıcaklığında 300-800 nm dalga boyu aralığında kaydedilen ZnO derişiminin cam numunelerin üzerindeki etkisi elde edilen absorpsiyon spektrumlarında görülmektedir.

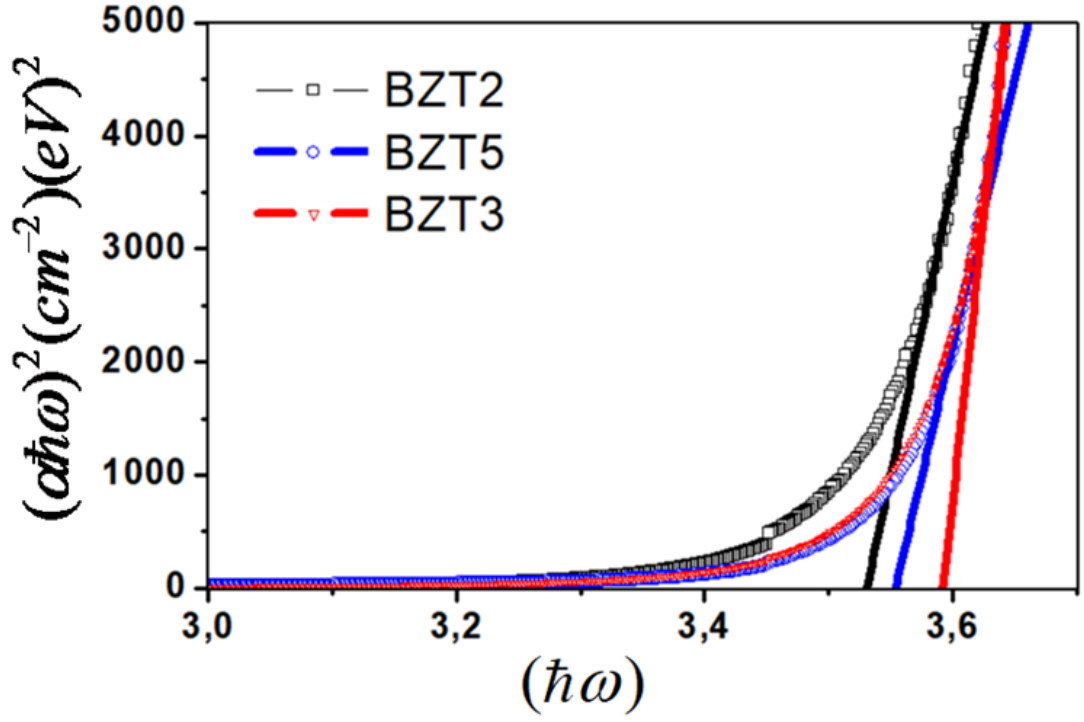


Şekil 4.8. Cam numunelerinin UV-VIS absorpsiyon spektrumları.

Elde edilen cam malzemelerine ait soğurma spektrumlarının katsayılarının ve enerji bant aralıklarının hesaplanmasında kullanılan soğurma spektrumu denklemleri (Davis ve Mott) aşağıda denklem (4.1) ve denklem (4.2) ile verilmektedir.

$$\alpha(\omega) = \frac{\log\left(\frac{I_0}{I}\right)}{l} \quad (4.1)$$

$$\alpha(\omega) = C(\hbar\omega - E_{opt})^n / \hbar\omega \quad (4.2)$$



Şekil 4.9. Cam numunelerine ait enerji bant aralıkları.

Elde edilen son derece şeffaf olan numunelere ait şekil 4.7'de görüldüğü gibi doğrudan enerji bant aralığı değerleri sırasıyla cam kompozisyonuna bağlı olarak 3,5, 3,55 ve 3,6 eV olarak artış eğilimi göstermektedir. Kısaca elektronik yapının malzemenin optik absorpsiyon spektrumundan doğrudan etkilendiği ve ZnO miktarı arttıkça absorpsiyon spektrum bant kenarının daha uzun dalga boyuna kaydığı ve enerji bant aralığının artış eğilimi gösterdiği belirlenmiştir.

BÖLÜM 5

SONUÇLAR

Bu tez çalışması kapsamında optik cam numuneleri; tasarlanan ($B_2O_3-xZnO-5TiO_2$) cam sisteminde $x = \%45, \%50$ ve $\%55$ mol olmak üzere farklı kompozisyonlarda, oda sıcaklığında geleneksel eriyik söndürme yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Elde edilen cam numuneleri saydam, renksiz, homojen olup kırılma değeri düşüktür.

Elde edilen cam numunelerinin yoğunluk ölçümü, diferansiyel termal analiz (DTA), X-ışını kırınımı cihazı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), fourier dönüşümlü kızılaltı spektroskopisi (FT-IR), raman spektroskopisi, UV-VIS-NIR absorpsiyon analizi gibi sistematik deneysel ölçümleri yapılmıştır.

$B_2O_3-ZnO-TiO_2$ cam bileşenlerinin geleneksel eriyik söndürme yöntemi ile hazırlanması elde edilen numunelerin optik ve yapısal özelliklerinin araştırıldığı bu çalışma sonucunda;

1. XRD analizine göre elde edilen cam numunelerin $Zn_3(BO_3)_2$ ve TiO_2 olmak üzere iki kristal fazı vardır.
2. Yoğunluk ölçüm sonuçları genel olarak değerlendirildiğinde; ZnO derişimlerinin değışmesinin cam sisteminin yoğunluğunu da etkilediđi belirlenmiştir.
3. Elde edilen cam malzemeler iyi şeffaflık göstermektedir.
4. Tez çalışması kapsamında çalışılan konular, son yılların revaçta olan konuları arasında yer almakla birlikte geliştirmeye ve iletmeye müsait konulardır.

5. Elde edilen optik cam numuneleri sahip olduđu yüksek Őeffaflık nedeniyle fotonik ve optik haberleŐmede potansiyel olarak kullanılabilirler. Bu özelliklere sahip olduđu g r lmektedir.
6. Elde edilen yüksek Őeffaflıktaki bu t r optik malzemeler aynı zamanda nadir toprak elementleri iin iyi bir konak malzeme  zelliđine sahiptir.

KAYNAKLAR

1. Güler Özenver, D., “Lantanoid katkıli alkali/toprak alkali yeni borat camlarının hazırlanması ve karakterizasyonu”, Doktora Tezi, *Mersin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Mersin, 1-20 (2018).
2. Güler, D., Arı, M. ve Külcü, N., “İletken pvb filmlerinin hazırlanması, termal kararlılık ve iyonik iletkenliklerinin sıcaklığa bağlı olarak incelenmesi”, *25. Ulusal Kimya Kongresi*, Erzurum (2011).
3. Güler, D., Katıranlı, Y. E., Kuzdere, E., Avşar, G. ve Külcü, N., “Pvb:pc:LiCF₃SO₃ katı polimer elektrolit filmlerinin hazırlanması ve iletkenliklerinin incelenmesi”, *4. Ulusal Anorganik Kimya Kongresi*, Tokat (2013).
4. Kuzdere, E., Güler, D. ve Külcü, N., “CeO₂-TiO₂-ZrO₂ nano ince filmlerin sol-jel yöntemiyle sentezlenmesi ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi”, *4. Ulusal Anorganik Kimya Kongresi*, Tokat (2013).
5. Carter, C. B. and Norton, M. G., “Ceramic Materials Science And Engineering.”, New York, 379- 389 (2007).
6. Arslan Güvel, Ş. B., “Refrakter kaynaklı cam hatalarının fırın içerisindeki oluşum yerlerinin tespiti”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 1-25 (2011).
7. İnternet: Türkiye Enerji, Nükleer ve Maden Araştırma Kurumu Bor Araştırma Enstitüsü, “Bor Kullanım Alanları: Cam ve Seramik Sanayi”, <https://boren.tenmak.gov.tr/tr/calisma-alanlari/kullanim-alanlari/cam-ve-seramik-sanayi.html> (2021).
8. İnternet: Eti Maden, “Bor Sektör Raporu 2020”, https://www.etimaden.gov.tr/storage/2021/Bor_Sektor_Raporu_2020.pdf (2021).
9. Uçbeyiay Şahinkaya, H., “Kolemanit içeren ince boyutlu bor cevheri ve artığının zenginleştirilmesi”, Doktora Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya, 1-10 (2010).
10. Yardımcı, D., “TeO₂-B₂O₃ sisteminin termal ve mikroyapısal incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 1-11 (2010).

11. Bengisu, M., "Borate glasses for scientific and industrial applications: a review.", *Journal of Materials Science: Full Set - Includes Journal of Materials Science Letters*, 51(5), 2199 (2016).
12. Gu, Y., Xiao, W., Lu, L., Huang, W., Rahaman, M.N. and Wang, D., "Kinetics and mechanisms of converting bioactive borate glasses to hydroxyapatite in aqueous phosphate solution.", *J Mater Sci*, 46:47–54 (2011).
13. Hum, J. and Boccaccini, A.R., "Bioactive glasses as carriers for bioactive molecules and therapeutic drugs: a review.", *J Mater Sci Mater Med*, 23:2317–2333(2012).
14. Kessler, S., Fechner, J.H., Seneschal, K. and Zimmer, J., "Glass compositions as an antimicrobial additive for dental materials.", *U.S. Patent and Trademark Office*, Washington DC, 20,080,153,068 (2008).
15. Xie, Z., Liu, X., Jia, W., Zhang, C., Huang, W. and Wang, J., "Treatment of osteomyelitis and repair of bone defect by degradable bioactive borate glass releasing vancomycin.", *J Control Release*, 139:118–126 (2009).
16. Albuz, Ö., Dülger, D., Tunalı, B. Ç., Aydın, F., Yalçın, S. ve Türk, M., "Effects of B₂O₃ (boron trioxide) on colon cancer cells: our first-step experience and in vitro results.", *Turkish Journal of Biology*, 43(3):209-223 (2019).
17. Zhang, K., Alaohali, A., Sawangboon, N., Sharpe, P.T., Brauer, D. S. and Gentleman, E., "A comparison of lithium-substituted phosphate and borate bioactive glasses for mineralised tissue repair.", *Dental Materials*, 919-927 (2019).
18. Ahmad, A. U., Hashim, S. and Ghoshal, S. K., "Physical, thermal and absorption traits of lithium strontium zinc borate glasses: Sensitiveness on Dy³⁺ doping.", *Journal of Alloys and Compounds*, 844 (2020).
19. Kabalcı, İ., "Hardness and structural properties of Yb³⁺ doped B₂O₃-ZnO-TiO₂ glasses", *Key Engineering Materials*, 744, 387-392 (2017).
20. Bragina, L.L. and Savvova, O.V., "Structural particulars and formation mechanisms of glass coatings belonging to the system Na₂O - B₂O₃ - ZnO - TiO₂ - SiO₂.", *Glass and Ceramics (English translation of Steklo i Keramika)*, 262-264 (2009).
21. Gabr, M., Karam, A. A. ve Ahmed Gamal El-Din Mostafa. "B₂O₃ - CaO - ZnO -TiO₂ Cam Sisteminin Kızılötesi Analizi ve Fiziksel Özellikleri Çalışmaları." *Türk Fizik Dergisi*, 31.1: 31-40 (2007).

22. Jose, R. and Ohishi, Y., "Higher Raman Scattering Cross-Sections, Bandwidths, and Nonlinear Indices in the TeO₂-ZnO-Nb₂O₅-Mo₂O₃ Quaternary Glass System," *2007 Conference on Lasers and Electro-Optics (CLEO)*, (2007).
23. Umar, S.A., Halimah, M.K., Azlan, M.N., Grema, L. U., Ibrahim, G. G., Ahmad, A. F., Hamza, A. M. and Dihom, M. M., "Structural, elastic and thermo-physical properties of Er₂O₃ nanoparticles doped bio-silicate borotellurite glasses.", *SN Appl. Sci*, 2, 291 (2020).
24. Kaky, K. M., Sayyed, M. I., Khammas, A., Kumar, A., Şakar, E., Abdalsalam, A. H., Ceviz Şakar, B., Alim, B., and Mhareb, M. H. A., "Theoretical and experimental validation gamma shielding properties of B₂O₃-ZnO-MgO-Bi₂O₃ glass system.", *Materials Chemistry and Physics*, 242 (2020).
25. Le Bourhis, E., "Glass Mechanics and Technology", 53-84, Weinheim (2014).
26. Halimah, M.K., Ami Hazlin, M.N. and Muhammad, F.D., "Experimental and theoretical approach on the optical properties of zinc borotellurite glass doped with dysprosium oxide.", *Molecular & Biomolecular Spectroscopy*, 128-135 (2018).
27. Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W. M., Scott, J. H. J. and Joy, D. C., "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis", New York, 1- 88 (2018).
28. Kulkarni, K. K., "Nanotechnology: Principles and Practices", Pune (2015).
29. Kemik, S., "Biyomedikal uygulamalar için iterbiyum ve gadolinyum katkılı lazer cam biyomalzemeler.", Yüksek Lisans Tezi, *Karabük Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü* (2021).
30. Kabalcı İ., "Florotelürit optik camların termal mikroyapısal ve spektroskopik özellikleri.", Doktora Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü* (2006).
31. Pascal, R., "Encyclopedia of Glass Science, Technology, History, and Culture", New Jersey (2021).
32. Naresh, P., Raju, G. N., Reddy, M. S., Rao, T. V., Kityk, IV. and Veeraiah N., Dielectric and spectroscopic features of ZnO-ZnF₂-B₂O₃: MoO₃ glass-ceramic-a possible for plasma display panels, *J. Mater. Sci: Mater Electron* 25, 4902-4915 (2014).

ÖZGEÇMİŞ

İrem Çağla TOKER Kastamonu Fen Lisesi'nden mezun oldu. 2013 yılında Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Biyomedikal Mühendisliği Bölümü'nde öğrenime başlayıp 2017 yılında mezun oldu.