T.C.
HATAY MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

CdO YARIİLETKEN İNCE FİLMLERİN SILAR METODUYLA ÜRETİMİ ve DENEYSEL TASARIM ile OPTİMİZASYONU

Razan ALHOMSI

KİMYA ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HATAY
OCAK - 2023

T.C.
HATAY MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

CdO YARIİLETKEN İNCE FİLMLERİN SILAR METODUYLA ÜRETİMİ ve DENEYSEL TASARIM ile OPTİMİZASYONU

Razan ALHOMSI
ORCID:0000-0002-4476-6097

KİMYA ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Danışman
Prof. Dr. Yasin YÜCEL
ORCID: 0000-0002-8572-4213

HATAY
OCAK - 2023

T.C.

HATAY MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

CdO YARIİLETKEN İNCE FİLMLERİN SILAR METODUYLA ÜRETİMİ ve DENEYSEL TASARIM ile OPTİMİZASYONU

Razan ALHOMSI

KİMYA ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Prof. Dr. Yasin YÜCEL danışmanlığında hazırlanan bu tez **18/01/2023** tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından **OYBİRLİĞİ** ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Yasin YÜCEL
Başkan

Doç. Dr. Ersin YÜCEL
Üye

Doç. Dr. Abdullah ÖZKAN
Üye

Kod No:

Doç. Dr. Cengiz KARACA
Enstitü Müdürü

Bu çalışma HMKÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından desteklenmiştir.

Proje No: 21.YL.026

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

18/01/2023

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını ve tez üzerinde Yükseköğretim Kurulu tarafından hiçbir değişiklik yapılamayacağı için tezin bilgisayar ekranında görüntülendiğinde asıl nüsha ile aynı olması sorumluluğunun tarafıma ait olduğunu beyan ederim.

İmzası

Razan ALHOMSI

ÖZET

CdO YARIİLETKEN İNCE FİLMLERİN SILAR METODUYLA ÜRETİMİ ve DENEYSEL TASARIM ile OPTİMİZASYONU

Bu tez çalışmasında, kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin sentezine yönelik pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi parametreleri yanıt yüzey analizi ve üç faktörlü beş seviyeli merkezi kompozit dizayn tasarımı kullanılarak optimize edilmiş ve karakterizasyonu yapılmıştır. Oluşturulan modelleme çalışmalarında deneysel veri olarak CdO ince filmlerin RMS pürüzlülük değeri (Rq) ve su temas açısı değerleri (WCA) kullanılmıştır. Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin senteziyle ilgili kemometrik optimizasyon çalışmasında kullanılan deneysel çıktılar Rq ile WCA' nın sırasıyla 168,1 nm ile 215,9 nm ve 145,12° derece ile 155,73° aralığında değerler aldığı gözlenmiştir. Kaplama parametrelerinin CdO yarıiletken ince filmlerin Rq ve WCA değerlerine etkisi kemometrik bir yaklaşımla incelenmiş ve RMS pürüzlülüğü ile su temas açısı değerlerini tahmin etmek için ikinci dereceden model denklemleri geliştirilerek uygunluğu ANOVA analizi ile test edilmiştir. Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin sentezine yönelik optimum parametre değerleri Rq modelinde pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi için sırasıyla 10.5, 388.5°C ve 2.1 saat, WCA modelinde ise pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi için sırasıyla 10,6; 408,9°C ve 2,6 saat olarak hesaplanmıştır. Rq değerleriyle oluşturulan model tarafından tahmin edilen pürüzlülük değeri 193,3 nm iken deneysel olarak 189,1 nm değeri elde edilmiştir. WCA değerleriyle oluşturulan model tarafından tahmin edilen su temas açısı değeri ise 150,28° iken deneysel olarak 151,15° ölçülmüştür. Her iki model için elde edilen deneysel ve tahmini değerlerin birbirine yakınlığı geliştirilen modellerin güvenilirliğini ortaya koymuştur.

2023, 50 sayfa

Anahtar Kelimeler: Kadmiyum oksit ince film, Kemometrik optimizasyon, Yüzey pürüzlülüğü, Su temas açısı, Yanıt yüzey yöntemi

ABSTRACT

PRODUCTION of CdO SEMICONDUCTOR THIN FILMS by SILAR METHOD and OPTIMIZATION by EXPERIMENTAL DESIGN

In this thesis, the parameters of pH, annealing temperature and Immersion time in stearic acid for the synthesis of cadmium oxide semiconductor thin films were optimized and characterized using response surface analysis and three-factor five-level central composite design. RMS roughness (Rq) and water contact angle (WCA) of CdO thin films were used as experimental data in the modeling studies. It was observed that the experimental outputs Rq and WCA used in the chemometric optimization study related to the synthesis of cadmium oxide semiconductor thin films took values in the range of 168.1 nm to 215.9 nm, and 145.12° to 155.73°, respectively. The effect of coating parameters on the Rq and WCA values of CdO semiconductor thin films was investigated with a chemometric approach, and second-order model equations were developed to predict the RMS roughness and water contact angle values, and their suitability was tested by ANOVA analysis. The optimum parameter values for the synthesis of cadmium oxide semiconductor thin films are 10.5, 388.5°C and 2.1 hours for pH, annealing temperature and immersion time in stearic acid in the Rq model. In the WCA model, the pH, annealing temperature and immersion time in stearic acid were 10.6; Calculated at 408.9°C and 2.6 hours. The roughness value estimated by the model created with the Rq values was 193.3 nm, while the experimental value was 189.1 nm. While the water contact angle value estimated by the model created with WCA values was 150.28°, it was measured experimentally at 151.15°. The closeness of the experimental and predicted values obtained for both models revealed the reliability of the developed models.

2023, 50 pages

Key Words: Cadmium oxide thin film, Chemometric optimization, Surface roughness, Water contact angle, Response surface method

TEŞEKKÜR

Mesleki ve akademik hayatımda önemli kararlar almam gerektiğinde sürekli yanımda olan ve varlığı ile benim için önemli bir rol model oluşturan, gerek yüksek lisans tez konumunun belirlenmesinde gerek araştırılması ve yazımı sırasında sahip olduğu bilgi birikimi ve tecrübesi ile çalışmalarıma ışık tutan ve yardımını esirgemeyen danışman hocam Prof. Dr. Yasin YÜCEL'e sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım sırasında tüm bölüm olanaklarından yararlanmamı sağlayan Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi (HMKÜ) Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölüm Başkanlığı'na ve Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi (HMKÜ) Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü çalışanlarına,

Maddi, manevi her zaman beni destekleyen, eğitimli ve kültürlü bir birey olarak yetişmem için benden hiçbir desteğini esirgemeyen sevgi dolu Babam Dr. Ahmet ALHOMSI, amcam Prof. Dr. Muhammed Tahir ALHOMSI ve annem Ecz. Fatma TALEB'e yürekten teşekkür ederim.

Her zaman yanımda olan ve yeniden güç kazanmamı sağlayan kıymetli kardeşlerim, akrabalarım ve arkadaşlarıma teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖZET I
ABSTRACT II
TEŞEKKÜR III
İÇİNDEKİLER IV
ÇİZELGELER DİZİNİ V
ŞEKİLLER DİZİNİ VI
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ VII
1. GİRİŞ 1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR 3
3. MATERYAL ve YÖNTEM 7
3.1. Materyal 7
3.1.1. Çalışmada Kullanılan Reaktifler 7
3.1.2. Çalışmada Kullanılan Cihazlar 7
3.2. Yöntem 8
3.2.1. Kadmiyum Oksit Yarıiletken İnce Film Üretimi 9
3.2.2. Kadmiyum Oksit Yarıiletken İnce Filmlerin Kemometrik Karakterizasyonu 9
3.2.3. Kadmiyum Oksit Yarıiletken İnce Filmlerin Yapısal ve Morfolojik Karekterizasyonu 11
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA 13
4.1. Kadmiyum Oksit Yarıiletken İnce Filmlerin Kemometrik Analiz Sonuçları 13
4.1.1. Merkezi Kompozit Dizayn (CCD) 13
4.1.2. ANOVA Analizi 20
4.1.3. Yanıt Yüzey Analizi 22
4.1.4. CCD Tablosundaki Deneysel Koşullarda Sentezlenmiş CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Morfolojik Analizleri 25
4.1.5. CCD Tablosundaki Deneysel Koşullarda Sentezlenmiş CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Topografik Analizleri 31
4.1.6. CCD Tablosundaki Deneysel Koşullarda Sentezlenmiş CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Islanabilirlik Analizleri 34
4.1.7. CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Sentezi İçin Belirlenen Optimum Parametre Değerleri 36
4.2. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Yapısal Analiz Sonuçları 37
4.3. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Morfolojik Analiz Sonuçları 38
4.4. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Topografik Analiz Sonuçları 39
4.5. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Islanabilirlik Analiz Sonuçları 39
4.6. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin FTIR Analiz Sonuçları 40
4.7. Rq ve WCA Değerlerinin Tahmini İçin Geliştirilen Matematiksel Modellerin Doğrulanması 41
5. SONUÇ ve ÖNERİLER 46
KAYNAKLAR 48
ÖZGEÇMİŞ 50

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1. Yanıt yüzeyi tasarımı için kullanılan bağımsız değişkenler ve seviyeler ... 10
Çizelge 3.2. Kadmiyum oksit ince filmlerin SILAR yöntemiyle sentezinin optimizasyonunda kullanılan bağımsız değişkenlerin kodlu ve deneysel değerleri ... 11
Çizelge 4.1. Beş seviyeli ve üç faktörlü yüzey yanıt tasarımı için deneysel dizayn tablosu ile yanıtların deneysel ve tahmini değerleri ... 14
Çizelge 4.2. Rq ve WCA değerlerini tahmin etmek için geliştirilen ikinci dereceden polinom denklemleri ve regresyon katsayıları (A: pH; B: Tavlama sıcaklığı; C: Stearik asitte bekletme süresi) ... 15
Çizelge 4.3. RMS Pürüzlülüğü için elde edilen ikinci dereceden polinom modelinin ANOVA sonuçları. ... 21
Çizelge 4.4. Su temas açısı için elde edilen ikinci dereceden polinom modelinin ANOVA sonuçları. ... 21
Çizelge 4.5. CdO yarıiletken ince filmler için belirlenen optimum parametre değerleri ile tahmini ve deneysel olarak elde edilen değerler. ... 36
Çizelge 4.6. CdO yarıiletken ince filmler için belirlenen parametre kombinasyonlarında elde edilen tahmini ve deneysel değerler. ... 42

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 4.1. RMS pürüzlülüğü (a) ve su temas açısı (b) için RSM modellerinin deneysel (kareler) ve tahmini (çizgi) değerlerinin karşılaştırılması 16
Şekil 4.2. RMS pürüzlülüğü (a) ve su temas açısı (b) için artıkların normal olasılık grafiği. 17
Şekil 4.3. RMS pürüzlülüğü (a) ve su temas açısı (b) için artıklara karşı öngörülen değerler grafiği. 18
Şekil 4.4. RMS pürüzlülüğü (a) ve su temas açısı (b) için artıkların deneysel çalışma sırasına karşı grafiği. 19
Şekil 4.5. Modelden tahmin edilen RMS Pürüzlülüğünün yanıt yüzey grafikleri. (a) pH, tavlama sıcaklığı; (b) pH, stearik asitte bekletme süresi; (c) tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi 23
Şekil 4.6. Modelden tahmin edilen su temas açısı değerinin yanıt yüzey grafikleri. (a) pH, tavlama sıcaklığı; (b) pH, stearik asitte bekletme süresi; (c) tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi 24
Şekil 4.7.CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SEM görüntüleri (a) SA modifikasyonundan önce (b) SA modifikasyonundan sonra 26
Şekil 4.8.CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SPM görüntüleri 31
Şekil 4. 9. CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin su temas açısı görüntüleri 34
Şekil 4.10.Optimum koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunesinin X-ışını kırınım deseni 37
Şekil 4.11.Optimum koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunesinin SEM görüntüleri 38
Şekil 4.12.Optimum parametre koşullarında sentezlenen CdO yarıiletken ince film numunesinin SPM görüntüsü 39
Şekil 4.13. Optimum parametre koşullarında sentezlenen CdO yarıiletken ince film numunesinin su temas açısı görüntüsü 40
Şekil 4.14. Optimum parametre koşullarında sentezlenen CdO yarıiletken ince film numunesinin FTIR spektrumu 41
Şekil 4.15. Farklı parametre koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunelerinin SEM görüntüleri 43
Şekil 4.16. Farklı parametre koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunelerinin SPM görüntüleri 44
Şekil 4.17. Farklı parametre koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunelerinin su temas açısı görüntüleri 45

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

SİMGELER

eV	: Elektron volt
mL	: Mililitre
M	: Molarite
nm	: Nanometre
°C	: Santigrat Derece
rpm	: Dakikadaki devir sayısı

KISALTMALAR

RSM	: Yüzey Yanıt Yöntemi
CCD	: Merkezi Kompozit Dizayn
SILAR	: Ardışık İyonik Tabaka Adsorpsiyonu ve Reaksiyonu
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	: X Işını Difraksiyonu
CBD	: Kimyasal Banyo Depolama
CdO	: Kadmiyum Oksit
UV	: Ultraviyole
ANOVA	: Varyans Analizi
H_2SO_4	:Süfürik Asit
Rq	:RMS Pürüzlülüğü
WCA	:Su Temas Açısı

1. GİRİŞ

Son yıllarda enerji tüketimine olan talep, nüfus yoğunluğu, sanayileşmedeki artış ve teknolojik ilerlemelere bağlı olarak hızla artmaktadır. Enerji ihtiyacındaki artışla birlikte alternatif enerji kaynaklarına duyulan ihtiyaçta büyük oranda artmıştır. Son dönemde yapılan araştırmalar yenilenebilir kaynaklarının geliştirilmesi ve bunların çeşitli alanlarda kullanımı üzerine yoğunlaşmıştır. Güneş pilleri yenilenebilir enerji kaynakları arasında oldukça öne çıkmakta ve gelecekte yaygın bir kullanım potansiyeline sahip olduğu düşünülmektedir. Güneş pillerinin genel çalışma prensibine bakıldığında sisteme uygulanan güneş ışınlarıyla sistem içerisinde elektron taşınım mekanizması meydana gelmekte ve böylece elektriksel akım oluşmaktadır. Bu mekanizmanın verimli bir şekilde çalışması için en önemli parametrelerden biri uygun saydam iletken oksit malzemelerin kullanılmasıdır (Pawar ve ark., 2011).

Saydam iletken oksit filmler arasında sahip olduğu elektronik ve optik özellikleri nedeniyle CdO yarıiletken filmlerin teknoloji alanındaki kullanımı gün geçtikçe yaygınlaşmaktadır. Kadmiyum oksit (CdO) yarıiletken bileşiği periyodik tablonun 2B grup elementlerinden olan Cd ve 6A grup elementlerinden olan O' den oluşan II-VI grup bileşiğidir. CdO filmler 2,2-2,8 eV arasında enerji bant aralığına sahip n-tipi bir yarıiletkendir (Das ve ark., 2017).

Kadmiyum oksit (CdO) yarıiletken ince film kalite parametrelerinin iyileştirilmesi açısından üretim metodu son derece önemli bir yer tutmaktadır (Yücel ve ark., 2014; 2015; Gökhan ve ark., 2015b; Chandiramouli ve ark., 2013). Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin elde edilmesi için bugüne kadar kimyasal banyo depolama (CBD), termal buharlaşma, elektrokimyasal depolama (ECD), ultrasonik püskürtme (SP), aşamalı iyonik tabaka adsorpsiyon-reaksiyon (SILAR) ve sol-jel gibi birçok yöntem kullanılmıştır (Chandiramouli ve ark., 2013; Kasirajan ve ark., 2021). İnce filmlerin tane boyutu, filmin kalınlığı, yüzey morfolojisi ve kristal yapısının kontrolünde üretim metodu son derece etkilidir (Beleli ve ark., 2015a; 2015b; Gökhan ve ark., 2015a; Pedanekar ve ark., 2020). Bu nedenle yarıiletken ince filmlerin üretiminde uygulanan süreç parametreleri elde edilen ürünün yapısal özelliklerinin iyileştirilmesine yardımcı olmaktadır.

Çalışmamızda kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin üretim parametreleri yanıt yüzey analizi kullanılarak optimize edilmiş ve karakterizasyonu yapılmıştır. Kadmiyum oksit (CdO) ince filmlerin yapısal ve morfolojik özellikleri incelenmiştir. Filmlerin

üretim parametrelerin optimizasyonunda merkezi kompozit dizaynı kullanılmıştır. Sentez parametrelerinin etkinliği varyans analiziyle incelenmiştir. Oluşturulan tasarım koşullarında ve optimize edilmiş koşullarda sentezlenen kadmiyum oksit filmlerin karakterizasyonunda X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve taramalı prob mikroskobu (SPM) gibi teknikler kullanılmıştır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Üstün özelliklere sahip yarıiletken malzemelerin üretimi ve mevcut yarıiletken nanoyapıların özelliklerinin iyileştirilmesi teknolojik gelişmelere bağlı olarak giderek artmaktadır. Bilim adamlarının yüksek kalitede malzemelerin gelişimine odaklanması teknolojik malzemelerin kullanım alanlarını da geliştirmektedir. İstenilen özelliklerde metal oksit yarıiletken malzemelerin elde edilmesinde üretim metodu ve üretim basamakları son yıllarda önem kazanmıştır. Metal oksit yarıiletken ince filmlerin elde edilmesinde basit, ucuz ve taşınabilir yöntemler öne çıkmakta ve yaygın olarak kullanılmaktadır. Bugüne kadar birçok araştırmacı CdO yarıiletken ince filmlerin elde edilmesinde kimyasal sentez yöntemlerini kullanmıştır.

Sankarasubramanian ve ark. (2014) yaptıkları çalışmada, kadmiyum oksit ince filmleri farklı kadmiyum asetat konsantrasyonları kullanılarak 300°C'lik bir substrat sıcaklığında sprey piroliz tekniği ile biriktirmiştir. Çalışmada x-ışını kırınımı (XRD) ölçümleri ile kaplanmış CdO filminin kübik kristal yapısı doğrulanmıştır. Islanabilirlik sonuçları, CdO ince filmin hidrofobik karakterinin farklı konsantrasyonlarındaki artışla arttığını ortaya koymuştur. Konsantrasyonun artmasıyla tane boyutunun arttığı gözlemlenmiş ve filmin pürüzlülüğünün arttığını belirlenmiştir. UV-vis analizi ile farklı konsantrasyonlardaki CdO ince filmlerin geçirgenlik spektrumları 190-900 nm dalga boyu aralığında kaydedilmiştir.

Salunkhe ve ark. (2008) pahalı olmayan ve basit kimyasal banyo depolama (CBD) metodu ile kadmiyum oksit ince filmi sentezlemişler ve onların sıvı petrol gaz (LPG) sensörü uygulamasını rapor etmişlerdir. Filmlerin yapısal ve yüzeysel özelliklerini sırasıyla X-ışını kırınımı ve taramalı elektron mikroskobu ile karakterize etmişlerdir. CdO filmlerin yüksek oranda (111) ve (200) kübik kristal yapısında yönelimli olduğunu bildirmişlerdir.

Kamble ve ark. (2011) kimyasal banyo depolama (CBD) yöntemiyle ürettikleri CdO ince filmlerinin etanol gazını algılama özelliklerini araştırmışlardır. Üretilen 4 farklı numune için kalınlıklar sırasıyla 0.10, 0.40, 0.82 ve 1.01 μm olarak ölçülmüştür. Film kalınlığının yapısal ve morfolojik etkilerini incelemişler ve kalınlığa bağlı etanol algılama özelliğini belirlemeye çalışmışlardır. Elde edilen bulgularda 0.82 μm kalınlıktaki filmin en iyi algılama değerini sergilediğini rapor etmişlerdir.

Mehrdad Rashidzadeh ve ark. (2015) nano yapılı kadmiyum oksit (CdO) ince filmleri standart atmosfer koşullarında mikrodalga radyasyonu yoluyla elde etmişlerdir. Biriktirilen CdO ince filmlerin iyi hidrofobik özelliği gösterdiğini ve 112° 'lik simetrik temas açılarına ulaşıldığını bildirmişlerdir. Ayrıca, 723 K'de 75 dakikalık bir ısıl işlemden sonra hidrofobik özelliğin kaybolduğu bildirilmiştir.

Nwanya ve ark. (2015) SILAR yöntemi aracılığı ile nanokomposit formda ZnOCdO filmlerini elde etmişlerdir. Daha sonra bu yapıların sıvı petro gaz (LPG) değerinin 750 ppm olduğu durumda değişen Zn ve Cd konsantrasyonuna bağlı algılama sonuçlarını hesaplamışlardır. Sonuç olarak Zn ve Cd oranlarının eşit olduğu film için tepki süresinin maksimum değere ulaştığını tespit etmişlerdir. Bu sürenin minimum değerini de 5:1 (Zn:Cd) oranı için gözlemlemişlerdir.

Mehrdad Rashidzadeh ve ark. (2016) hızlı ve basit mikrodalga yöntemiyle CdO ince filmleri sentezlemişlerdir. Sentezlenmiş CdO ince filmler XRD analizinde kübik şekilli nanoyapılar sergilemiştir. CdO nanoparçacıkları etanol/ PTES hidrofobik solüsyon ile muamele edilmiş ve temas açıları ölçümlere göre elde edilen ince filmler süperhidrofobik yapı sergilemiştir.

Jambure ve ark. (2013) CdO ince filmleri uygun maliyetli paslanmaz çelik altlıklar üzerinde ardışık iyonik tabaka adsorpsiyon ve reaksiyon (SILAR) yöntemiyle sentezlenmiştir. Raman ve X-ışını kırınım analizlerinde polikristal kübik CdO ince film oluşumu doğrulamıştır. UV-Görünür Bölge spektroskopisi ile CdO filmlerin 673 K'de tavlanmasından sonra 2.50 eV'lik doğrudan bant aralığı gözlenmiştir. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) çalışmalarında gözenekli pirinç tanesi gibi CdO morfolojisi gözlenmiştir.

Dhawale ve ark. (2008) CdO nanoçubuklarının üretimi için, saydam ve iletken CdO filmleri, oda sıcaklığında kimyasal banyo depolama (CBD) yöntemi kullanılarak, cam alt tabanlar üzerinde oluşturmuştur. Filmler, 623 K’ de tavlanmış ve yapısal, morfolojik, optiksel ve elektriksel özellikleri, X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), optiksel ve elektiksel özdirenç aracılığıyla karakterize edilmiştir. Tavlanmış CdO nanoçubukları, 60-65 nm çapında ve 2.5’ tan 3 μm’ ye kadar uzunlukta elde edilmiştir. Elektriksel özdirenç ölçümü, yarıiletken davranışını göstermiş ve ince filmlerin n-tipi elektriksel iletken olduğu bulunmuştur.

Salunkhe ve ark. (2009) ardışık iyonik tabaka adsorpsiyon ve reaksiyon (SILAR) yöntemi kullanarak CdO ince filmleri cam substrat üzerine başarıyla biriktirmişlerdir. Filmler 623 K'de 2 saat tavlanmış ve yapısal, elektriksel ve optik özelliklerindeki değişiklikler incelenmiştir. X-ışını kırınım desenlerinden, tavlamadan sonra biriktirilmiş CdO filmlerden saf kübik kadmiyum oksit elde edildiği bulunmuştur. Biriktirilmiş ve tavlanmış filmlerin SEM görüntüleri kullanılarak yüzey karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Filmlerin tavlanmasından sonra bant aralığı enerjisinde 3,3'ten 2,7 eV' ye değişim gözlendiği bildirilmiştir. SILAR döngüsünün sayısının artmasıyla CdO ince filmlerin kalınlıklarının arttığı gözlemlenmiştir.

Desai ve ark. (2017) kimyasal sprey piroliz tekniği kullanmış ve püskürtme çözeltisinin hacmi değiştirerek cam altlık üzerine CdO ince filmleri kaplanmıştır. Biriktirilen CdO ince filmlerin XRD analizi ile tüm filmlerin yüzey merkezli kübik (FCC) yapıya sahip polikristal olduğunu gösterilmiştir. FE-SEM analizinde püskürtme çözeltisinin hacminin sırasıyla 10, 20, 30, 40 ve 50 ml'ye arttığında, CdO ince filmlerin 794, 893, 1010, 1371 ve 2752 nm kalınlığa ulaştığı belirlenmiştir. Optik çalışmada, film kalınlığının 1371 nm'ye kadar artmasıyla geçirgenlik değerlerinin %63'ten %74'e yükseldiği tespit edilmiştir. Ayrıca film kalınlığının 2752 nm'ye yükseltilmesi ile geçirgenliğin %68'e düştüğü bulunmuştur. Bant aralığı enerji değerleri 2,23 ile 2,46 eV arasında rapor edilmiştir. Su temas ölçümlerinde 794 nm kalınlığındaki CdO ince filmi 82.4° su temas açısı değeri ile hidrofilik davranış göstermiştir.

Gokul ve ark. (2013) kadmiyum oksit (CdO) ince filmleri ardışık iyonik tabaka adsorpsiyonu ve reaksiyonu (SILAR) yöntemi ile hazırlamış ve 250-450 °C'de 2 saat tavlamıştır. Filmler x-ışını kırınımı (XRD), optik spektroskopi, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve Hall etkisi ölçümü ile karakterize edilmiştir. XRD analizi, filmlerin kübik yapıya sahip polikristal olduğunu ortaya koymuştur. Hem kristallik hem de tane boyutunun artan tavlama sıcaklığı ile arttığı bulunmuştur. Filmler kızılötesi (IR) bölgede maksimum geçirgenlik (% 82-% 86) göstermiştir. Tavlama sıcaklığının artmasıyla geçirgenliğin azaldığı ve tahmini bant aralığı enerjisinin (Eg) 2,24-2,44 eV aralığında olduğu bulunmuştur.

Sankarasubramanian ve ark. (2015) sprey piroliz tekniği ile cam altlıklar üzerine CdO filmler kaplamıştır. XRD analizi ile tüm CdO ince filmlerin polikristal ve kübik kristal yapıya sahip olduğunu göstermiştir. Temas açısı ölçümünde 200˚C üzerine

kaplanmış CdO ince filmlerin 69.3˚ temas açısı ile hidrofilik özelliği gösterdiğini ve sırasıyla 250, 300 ve 350˚C'de kaplanan CdO ince filmlerin 92.2˚, 123.5˚ ve 133.1˚ temas açıları ile hidrofobik özellik gösterdiğini belirlemişlerdir. AFM görüntülerinden alt tabaka sıcaklığının artmasıyla film pürüzlülüğünün arttığı rapor edilmiştir.

Gökalp (2022) CdO ince filmleri SILAR yöntemiyle sentezlemiştir. 50, 70, 90 ve 110 SILAR döngüsü kullanılan çalışmada ince filmler 300˚C sıcaklıkta 3 saat boyunca tavlanmıştır. Elde edilen CdO ince filmlerin tartım metodu kullanılarak hesaplanan film kalınlıkları sırasıyla 46, 55, 245 ve 155 nm olarak rapor edilmiştir. XRD analizi tüm filmlerin kübik kristal yapıda olduğunu göstermiştir. SEM görüntülerinden CdO ince filmlerin homojen bir yüzeye sahip olduğu belirlenmiştir. Optik analizlerinden 50, 70, 90 ve 110 döngü sayısı ile elde edilen CdO ince filmlerin optik geçirgenliği için sırasıyla % 92, % 88, % 85 ve % 90 değerleri rapor edilmiştir. Filmlerin band aralığı değerleri ise sırasıyla 2.84, 2.88, 3.06 ve 2.93 eV olarak tespit edilmiştir.

İskenderoğlu ve ark. (2022) katkısız ve Co katkılı CdO ince filmleri SILAR yöntemi ile cam altlık üzerine başarıyla sentezlemiştir. Elde edilen CdO filmler 200˚C'de 1 saat süreyle tavlanmıştır. XRD analizinde tüm ince filmlerin yüz merkezli kübik polikristal yapıya sahip olduğunu göstermektedir. FE-SEM görüntüleri ile eklenen safsızlıklar nedeniyle üretilen CdO ince filmlerin düzgünlüğünün azaldığını bildirmiştir. Optik çalışmasında, Co konsantrasyonlarının artmasıyla optik bant aralığı 2.5 eV'den 2.93 eV'ye yükselmektedir. %1 Co katkılı CdO ince filmlerin en yüksek iletkenliğe sahip olduğunu bulunmaktadır.

Salunkhe ve ark. (2008) SILAR metoduyla döngü sayıların değiştirmesi ile cam substrat üzerine farklı kalınlıklarda CdO ince filmleri sentezlemiştir. Çalışmada sentezlenen filmlerin 723 K'de 5 saat hava ortamında ısıl işlem yapıldığı rapor edilmiştir. CdO ince filmlerin kalınlığı döngü sayısı 20 ile 120 arasında değiştirilerek sırasıyla 0.43µm, 0.79µm, 1.3µm, 1.5µm, 1.8µm ve 2.4µm olarak elde edilmiştir. XRD analizinde tüm filmlerin yüzey merkezli kübik polikristal yapıya sahip olduğu belirlenmiştir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Materyal

3.1.1. Çalışmada Kullanılan Reaktifler

CdO ince filmlerin lam üzerine kaplanmasında kadmiyum kaynağı olarak kadmiyum asetat kullanılırken amonyak çözeltisi kompleksleştirici olarak kullanılmıştır. Altlık malzemesi olarak 76 mm x 26 mm x 1 mm boyutlarında cam tabanlar kullanılmıştır. Laboratuvar çalışmaları süresince hazırlanan ve kullanılan çözeltiler deiyonize su ile hazırlanmıştır. Altlık olarak kullanılan lamların temizliğinde seyreltik sülfürik asit, deiyonize su ve aseton kullanılmıştır.

3.1.2. Çalışmada Kullanılan Cihazlar

Sentezlenen kadmiyum oksit ince filmlerin yüzey özellikleriyle ilgili değerlendirme yapılması ve ince film numunelerinin yüzeyinde meydana gelen değişimlerin gözlenebilmesi amacıyla taramalı elektron mikroskobu cihazı ile SEM görüntüleri alınmıştır.

CdO ince film numunelerinin kristal yapı ve örgü parametrelerinin belirlenmesi, filmlerin kendine özgü yapısal verilerinin değerlendirilmesi yönüyle son derece önemlidir. Bu amaca yönelik olarak malzemenin yapısal özellikleri hakkında önemli bilgiler sunan X-ışını kırınım desenleri incelenmektedir. Elektromanyetik radyasyon dalgaları olarak X-ışını gönderilen yapıdaki atomlar X-ışınlarının saçılmasına neden olurlar. Böylece X-ışını kristal içindeki atomların tekrarlanan düzenli dizilişlerinden saçılarak X-ışını kırınımını oluşturur. Cam destek üzerine kaplanan CdO yarıiletken ince filmlerin kristal yapı ve örgü parametrelerinin belirlenmesi için X-ışını kırınım ölçer cihazı kullanılmıştır.

Sentezlenen CdO ince filmler ile yüzeyi modifiye edilmiş CdO ince filmlerin bağ yapıları ve malzemedeki grupların gözlenmesi amacıyla numunelerin FTIR analizleri fourier dönüşümlü infrared spektroskopi cihazıyla yapılmıştır. Bileşiklerin yapısındaki kimyasal bağların IR ışınını soğurması ve titreşimlerinin ölçülmesine dayanan fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi yaygın olarak kullanılmaktadır. Yöntemin ucuz, güvenli ve pratik olması yaygın kullanılmasındaki nedenlerden bazılarıdır.

Numunelerin ayrıntılı yüzey topografyasının görüntülenmesi sağlayan SPM (taramalı prob mikroskobu) yüzey üzerinde hareket eden ince uçlu bir probun atomik kuvveti ölçmesine dayanır. Yöntemde çok çeşitli inorganik ve organik yapıların görüntülemesi yapılabilmektedir. SPM yarıiletken ince filmlerin yüzey topografyalarının elde edilmesinde de kullanılabilmektedir. Altlık malzemesine kaplanan CdO yarıiletken ince filmlerin yüzey topografyasının belirlenmesinde taramalı prob mikroskop cihazı kullanılmıştır.

Temas açısı numunenin hidrofilik ya da hidrofobik özelliği hakkında bilgi veren pratik bir ölçüm yöntemidir. Temas açısı ölçüm cihazı damla formundaki sıvının numune ile etkileşimini kaydederek görüntüleri işlemektedir. Katı yüzeylerde damlanın şekil ve açısı katı yüzeyinin serbest yüzey enerjisine bağlı olarak değişmektedir. Hidrofilik özelliği yüksek numunelerde temas açısının düşük olduğu ve sıvının yüzeye yayılma eğilimi olduğu gözlenirken hidrofobik özellik gösteren numunelerde ıslanabilirlik azalmakta ve damla formu belirgin bir şekilde ortaya çıkmaktadır. Lam üzerine kaplanan CdO yarıiletken ince filmlerin temas açılarının ölçülmesinde Temas açısı ölçüm cihazı kullanılmıştır.

3.2. Yöntem

Deneysel çalışmalarımızda sentezlenen kadmiyum oksit ince filmler merkezi kompozit dizayn (CCD) tasarımı ile oluşturulan deneysel koşullarda ve ardışık iyonik tabaka adsorpsiyonu ve reaksiyonu (SILAR) yöntemiyle elde edilmiştir. Yarıiletken ince filmlerin optimizasyonunda yanıt yüzey metodu (RSM) ve merkezi kompozit dizayn kullanılmıştır. CdO ince filmler cam altlıklar üzerine kaplanmadan önce yüzey temizliğinin yapılması amacıyla sırasıyla seyreltik sülfürik asit çözeltisiyle, saf suyla ve aseton ile yıkanarak saf suyla durulama işleminden sonra kurumaya bırakılmıştır. Kadmiyum oksit ince filmlerin sentezinde kadmiyum kaynağı olarak kadmiyum asetat bileşiği kullanılmıştır. Sulu amonyak çözeltisinin kompleksleştirici olarak kullanıldığı sentez işleminde elde edilen ince filmler hava atmosferinde merkezi kompozit dizayn tasarımı ile belirlenen sıcaklıklarda bir saat süreyle ısıl işlemde tutulmuştur.

3.2.1. Kadmiyum Oksit Yarıiletken İnce Film Üretimi

Ardışık iyonik tabaka adsorpsiyonu ve reaksiyonu ile sentezlenen kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin üretim parametrelerinin kemometrik teknikler kullanılarak optimize edilmesi amacıyla CCD ve RSM metotlarından yararlanılmıştır. CdO ince filmlerin SILAR metoduyla sentezlenmesi sürecinde çözelti ortamının pH değeri ince filmlerin morfolojik özellikleri açısından son derece önemlidir. Bununla birlikte yarıiletken ince filmlerin cam altlıklar üzerine kaplanmasından sonra yabancı fazların uzaklaştırılması ve CdO kristallerinin elde edilmesi için uygulanan ısıl işlem prosesi CdO ince filmlerin morfolojik özellikleri üzerinde etkili oldukça etkilidir. CdO yarıiletken ince filmlerin yüzey modifikasyonu da dikkate alındığında RSM tasarımı için belirlenen bağımsız değişkenler pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi olarak sıralanmıştır. Kadmiyum asetat tuzunun katyon kaynağı amonyak çözeltisinin ise kompleksleştirici reaktif olarak kullanıldığı üretim aşamasında CdO yarıiletken ince filmlerin sentezi üç faktörlü beş seviyeli merkezi kompozit dizayn tasarımında belirlenen deneysel koşullarda gerçekleştirilmiştir.

CCD ve RSM ile oluşturulan deneysel tasarım 20 SILAR deneyinden oluşmuştur. Elde edilen deneysel dizayn tablosuna uygun çalışma koşullarında sentezlenen CdO ince film numunelerinin kemometrik hesaplamaları yapılarak üretim parametrelerinin optimize edilmesi sağlanmıştır.

3.2.2. Kadmiyum Oksit Yarıiletken İnce Filmlerin Kemometrik Karakterizasyonu

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin kemometrik karakterizasyonu için yanıt yüzey metodu ile üç faktörlü beş seviyeli merkezi kompozit dizayn tasarımı kullanılmıştır. Yanıt yüzeyi tasarımında kullanılan bağımsız değişkenler ile bağımsız değişkenlerin deneysel değerleri Çizelge 3.1. de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Yanıt yüzeyi tasarımı için kullanılan bağımsız değişkenler ve seviyeler

Bağımsız değişkenler	**Sembol**	**Seviyeler**				
		-1.682	**-1**	**0**	**1**	**1.682**
pH	A	10.2	10.5	11.0	11.5	11.8
Tavlama sıcaklığı (°C)	B	231.8	300.0	400.0	500.0	568.2
Stearik asitte bekletme süresi (saat)	C	0.6	2.0	4.0	6.0	7.4

Laboratuvarda yapılan çeşitli ön denemeler ve kapsamlı literatür taraması sonunda kadmiyum oksit ince filmlerin sentezine yönelik pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi bağımsız değişken olarak belirlenmiş ve üç faktörlü beş seviyeli merkezi kompozit dizayn tasarım elde edilmiştir. 20 SILAR deneyinden oluşan CCD tablosu ile bağımsız değişkenlerin kodlu ve deneysel değerleri Çizelge 3.2.' de gösterilmiştir.

Çizelge 3.2.' de A, B ve C sembolleriyle gösterilen parametreler sırasıyla pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresini belirtmektedir.

Çizelge 3.2. Kadmiyum oksit ince filmlerin SILAR yöntemiyle sentezinin optimizasyonunda kullanılan bağımsız değişkenlerin kodlu ve deneysel değerleri

	Bağımsız değişkenlerin kodlu değerleri			**Bağımsız değişkenlerin deneysel değerleri**		
Deney	A	B	C	pH	Tavlama sıcaklığı (°C)	Stearik asitte bekletme süresi (saat)
1	-1	-1	-1	10.5	300	2
2	1	-1	-1	11.5	300	2
3	-1	1	-1	10.5	500	2
4	1	1	-1	11.5	500	2
5	-1	-1	1	10.5	300	6
6	1	-1	1	11.5	300	6
7	-1	1	1	10.5	500	6
8	1	1	1	11.5	500	6
9	-1.682	0	0	10.2	400	4
10	1.682	0	0	11.8	400	4
11	0	-1.682	0	11	231.8	4
12	0	1.682	0	11	568.2	4
13	0	0	-1.682	11	400	0.6
14	0	0	1.682	11	400	7.4
15	0	0	0	11	400	4
16	0	0	0	11	400	4
17	0	0	0	11	400	4
18	0	0	0	11	400	4
19	0	0	0	11	400	4
20	0	0	0	11	400	4

3.2.3. Kadmiyum Oksit Yarıiletken İnce Filmlerin Yapısal ve Morfolojik Karekterizasyonu

Ardışık iyonik tabaka adsorpsiyonu ve reaksiyonu ile sentezlenen CdO yarıiletken ince filmlerin üretim parametrelerinin kemometrik optimizasyonu sürecinde CCD ve RSM ile belirlenen optimum sentez koşullarında üretilen filmlerin yapısal karakterizasyonunda X-ışını kırınım desenleri ve FTIR spektrumları kullanılmıştır.

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin üretim parametrelerinin optimize edilmesi için oluşturulan CCD tablosunda gösterilen deneysel koşullarda sentezlenen

CdO yarıiletken ince filmlerin morfolojik karakterizasyonunda taramalı elektron mikroskobu ile taramalı prob mikroskobundan yararlanılmıştır.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

4.1. Kadmiyum Oksit Yarıiletken İnce Filmlerin Kemometrik Analiz Sonuçları

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin üretim parametrelerinin optimize edilmesinde yanıt yüzey metodu ile üç faktörlü beş seviyeli merkezi kompozit dizayn tasarımı kullanılmıştır. Oluşturulan modelleme çalışmalarında deneysel veri olarak CdO ince filmlerin RMS pürüzlülük değeri (Rq) ve su temas açısı değerleri (WCA) kullanılmıştır.

20 deneyden oluşan merkezi kompozit dizayn tasarımında pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi bağımsız değişken olarak seçilmiş ve optimum değerleri hesaplanmıştır.

4.1.1. Merkezi Kompozit Dizayn (CCD)

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin SILAR metoduyla sentezine yönelik kemometrik optimizasyon sürecinde uygulanan beş seviyeli ve üç faktörlü yüzey yanıt tasarımı için deneysel dizayn tablosu ile yanıtların deneysel ve tahmini değerleri Çizelge 4.1.' de verilmiştir. Çizelge 4.1. incelendiğine kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin senteziyle ilgili kemometrik optimizasyon çalışmasında kullanılan deneysel çıktıların RMS pürüzlülüğü (Rq) ile su temas açısı (WCA) olduğu görülmektedir. Deneysel sonuçlara göre CdO ince filmler için RMS pürüzlülüğü (Rq) değerleri 168,1 nm ile 215,9 nm aralığında değişmiştir. CdO yarıiletken ince filmlerin yüzey modifikasyonu sonucu ölçülen su temas açısı değerleri ise 145,12 derece ile 155,73 derece aralığında değerler almıştır. SILAR metoduyla sentezlenen kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin RMS pürüzlülüğü ile su temas açısı değerlerini tahmin etmek için geliştirilen ikinci dereceden polinom denklemleri ve her parametre için hesaplanan regresyon katsayıları Çizelge 4.2.' de verilmiştir. Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin Rq ve WCA değerlerini tahmin etmek için oluşturulan matematiksel model denklemlerinde pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi sırasıyla A, B, ve C sembolleri ile ifade edilmiştir. RMS pürüzlülüğü ve su temas açısı için ölçülen deneysel değerler (kareler) ile hesaplanan tahmini (çizgi) değerler arasındaki ilişki Şekil 4.1.' de gösterilmiştir.

Çizelge 4.1. Beş seviyeli ve üç faktörlü yüzey yanıt tasarımı için deneysel dizayn tablosu ile yanıtların deneysel ve tahmini değerleri

	Değişkenlerin gerçek değerleri			**Yanıt-1**		**Yanıt-2**	
				RMS pürüzlülüğü (Rq) nm		Su temas açısı (WCA) degree	
Run	pH	Tavlama sıcaklığı (°C)	Stearik asitte bekletme süresi (saat)	Deneysel	Tahmini	Deneysel	Tahmini
1	10.5	300	2	203.1	201.2	150.13	150.05
2	11.5	300	2	168.1	167.8	153.36	154.16
3	10.5	500	2	188.0	189.4	155.73	155.75
4	11.5	500	2	197.8	199.0	150.33	149.67
5	10.5	300	6	215.9	214.8	145.12	145.79
6	11.5	300	6	179.1	177.8	153.82	153.81
7	10.5	500	6	186.1	186.4	148.41	147.61
8	11.5	500	6	190.4	192.4	145.36	145.44
9	10.2	400	4	204.2	205.0	149.60	149.71
10	11.8	400	4	182.8	181.9	151.46	151.34
11	11	231.8	4	179.3	182.1	152.58	151.76
12	11	568.2	4	187.3	184.4	148.71	149.52
13	11	400	0.6	191.7	191.5	152.81	152.77
14	11	400	7.4	197.2	197.3	145.59	145.63
15	11	400	4	177.5	178.0	146.46	147.44
16	11	400	4	179.3	178.0	148.48	147.44
17	11	400	4	178.5	178.0	147.36	147.44
18	11	400	4	176.4	178.0	146.31	147.44
19	11	400	4	177.2	178.0	148.63	147.44
20	11	400	4	179.2	178.0	147.40	147.44

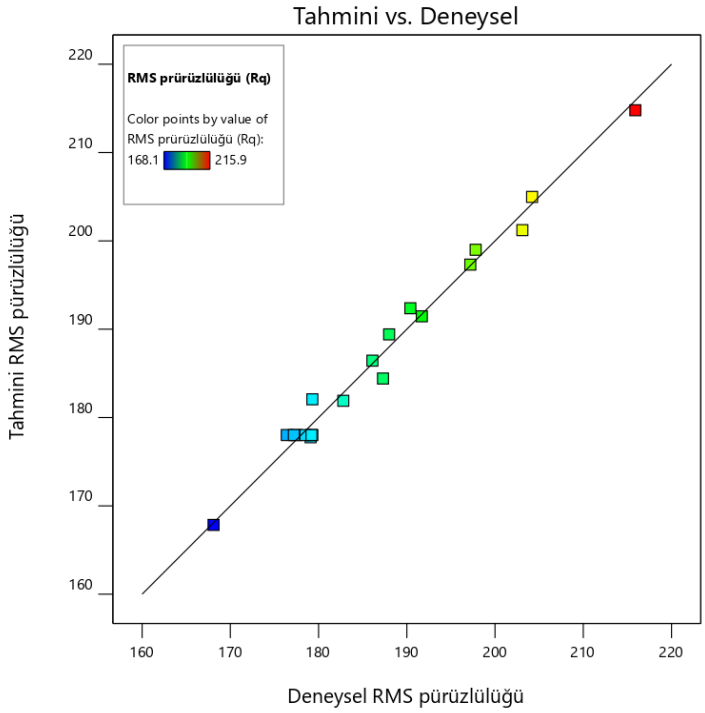
Çizelge 4.1. ve Şekil 4.1.'den CdO ince filmlerin RMS pürüzlülüğü (Rq) ve su temas açısı (WCA) değerleri için hesaplanan tahmini değerler ile deneysel olarak ölçülen değerlerin uyumlu olduğu görülebilir. RMS pürüzlülüğü (Rq) ve su temas açısı (WCA) değerlerinin tahmin edilebilmesi için oluşturulan matematiksel modellerin R^2 değerlerinin sırasıyla 0,9855 ve 0,9543 olarak elde edilmesi verilerin uyumluluğunun diğer bir göstergesidir. RMS pürüzlülüğü (Rq) ve su temas açısı (WCA) verileri kullanılarak çizilen artıkların normal olasılık grafiklerinden verilerin normalliği değerlendirilmiştir. Rq ve WCA değerleri için çizilen artıkların normal olasılık grafiği Şekil 4.2.' de gösterilmiştir. Her iki veri için de artıkların düz çizgiye yakın dağılım sergilemesi hataların normal dağıldığını göstermektedir.

Çizelge 4.2. Rq ve WCA değerlerini tahmin etmek için geliştirilen ikinci dereceden polinom denklemleri ve regresyon katsayıları (A: pH; B: Tavlama sıcaklığı; C: Stearik asitte bekletme süresi)

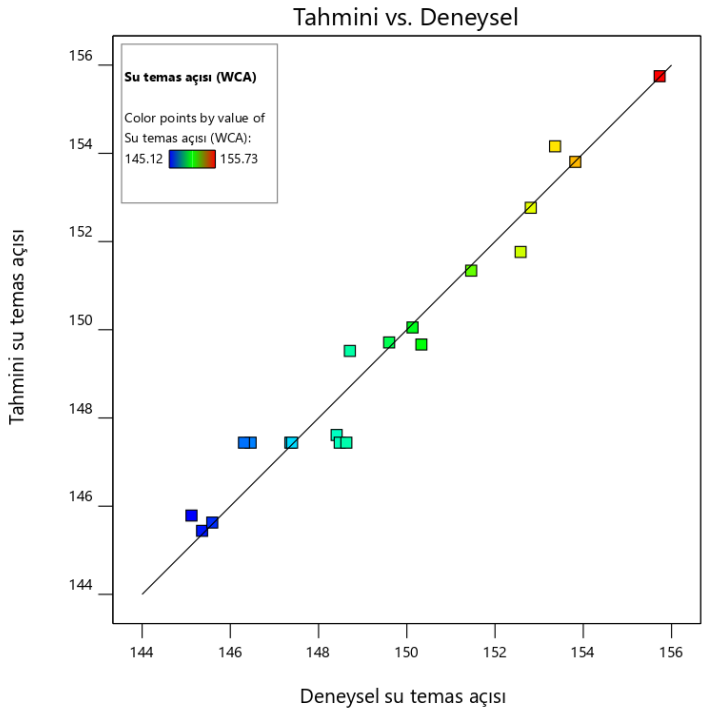
Yanıtlar	İkinci dereceden polinom denklemleri
RMS pürüzlülüğü (Rq	$y(Rq) = 178.02 - 6.86\text{A} + 0.70\text{B} + 1.74\text{C} + 10.74\text{AB} - 0.91\text{AC} - 4.14\text{BC} + 5.45A^2 + 1.85B^2 + 5.79C^2$
Su temas açısı (WCA)	$y(WCA) = 147.44 + 0.48\text{A} - 0.67\text{B} - 2.12\text{C} - 2.55\text{AB} + 0.98\text{AC} - 0.97\text{BC} + 1.09A^2 + 1.13B^2 + 0.62C^2$

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmler için ölçülen RMS pürüzlülüğü ve su temas açısı değerleri için belirlenen artıklara karşı öngörülen değerler grafiği Şekil 4.3.' te verilmiştir. Grafikten her iki deneysel veri için oluşturulan modellerin yeterli olduğu ve veri dağılımında herhangi bir ihlalin oluşmadığı görülmektedir.

(a)

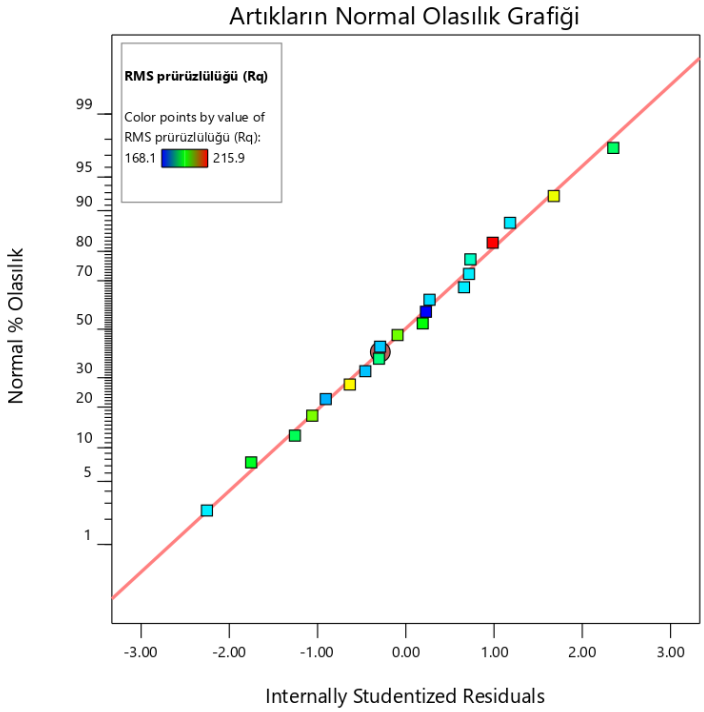


(b)

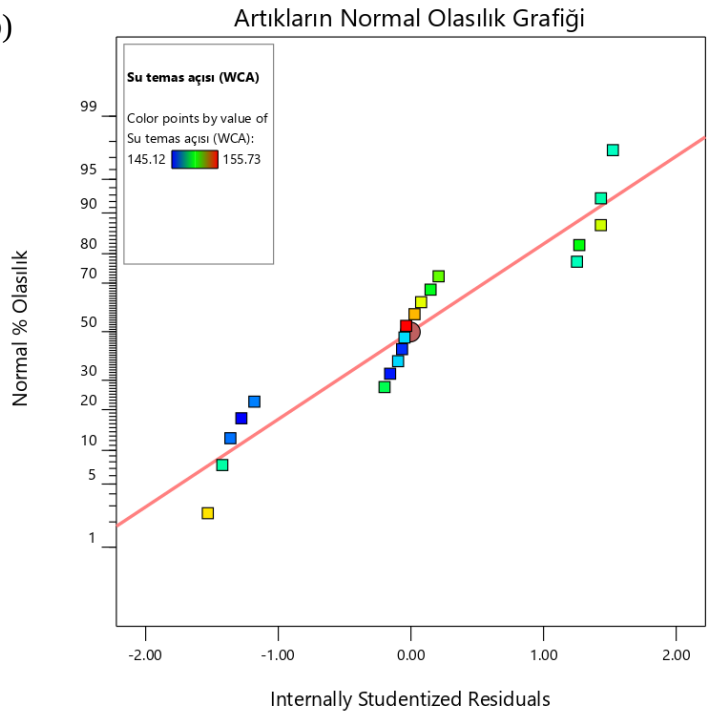


Şekil 4.1. RMS pürüzlülüğü (a) ve su temas açısı (b) için RSM modellerinin deneysel (kareler) ve tahmini (çizgi) değerlerinin karşılaştırılması

(a)

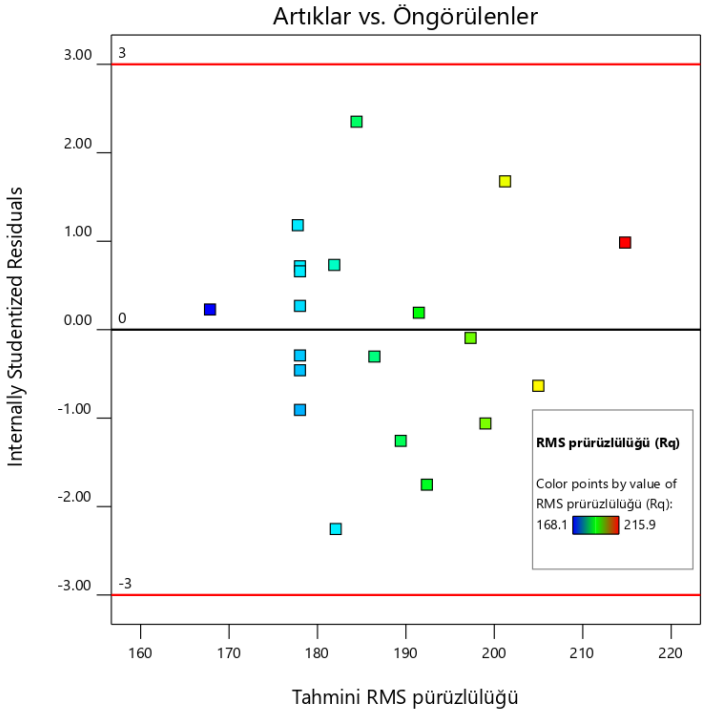


(b)

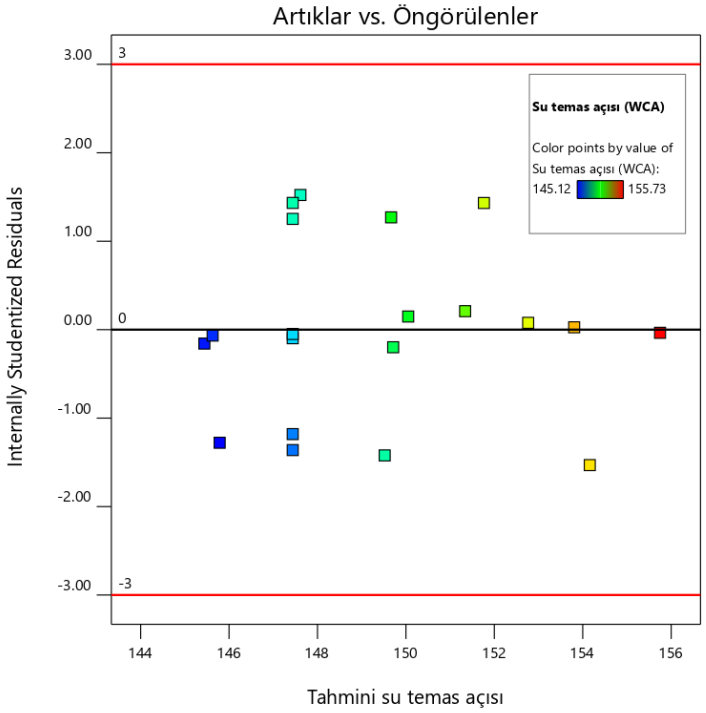


Şekil 4.2. RMS pürüzlülüğü (a) ve su temas açısı (b) için artıkların normal olasılık grafiği.

(a)

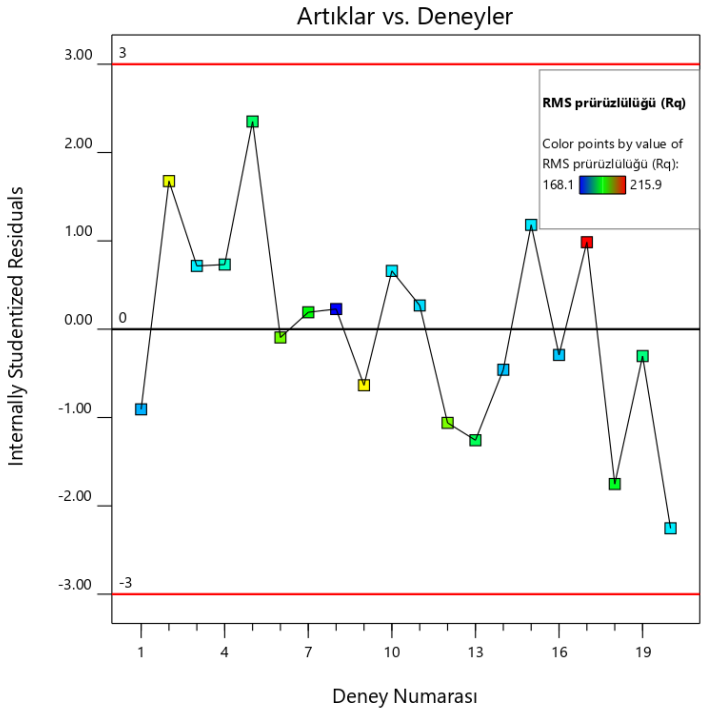


(b)

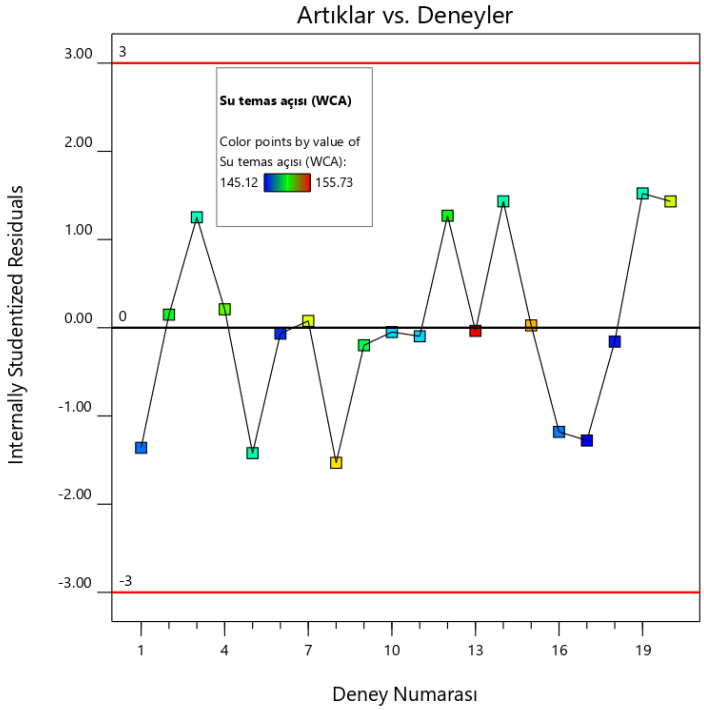


Şekil 4.3. RMS pürüzlülüğü (a) ve su temas açısı (b) için artıklara karşı öngörülen değerler grafiği.

(a)



(b)



Şekil 4.4. RMS pürüzlülüğü (a) ve su temas açısı (b) için artıkların deneysel çalışma sırasına karşı grafiği.

RMS pürüzlülüğü ve su temas açısı değerleri için çizilen artıkların deneysel çalışma sırasına karşı grafiği Şekil 4.4.'te gösterilmiştir. Her iki grafikte de gözlenen rastgele dağılım oluşturulan modellerin uygunluğunu göstermektedir.

4.1.2. ANOVA Analizi

SILAR metoduyla sentezlenen kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin RMS pürüzlülüğü ile su temas açısı değerlerini tahmin etmek için geliştirilen ikinci dereceden model denklemlerinin uygunluğu ANOVA analizi kullanılarak belirlenmiştir. Sırasıyla Rq ve WCA değerleri için Çizelge 4.3. ile Çizelge 4.4. te verilen ANOVA tablolarında A, B, ve C sembollerini sırasıyla pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi sembolize etmiştir. ANOVA tablolarındaki F değerleri ve olasılık değerlerinden kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin Rq ve WCA değerlerini tahmin etmek için oluşturulan matematiksel model denklemlerinin her ikisinin de geçerli olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca geliştirilen matematiksel modellerin Rq ve WCA yanıtları için R^2 değerleri sırasıyla 0,9855 ve 0,9543 olarak elde edilmiştir. RMS pürüzlülüğü ve su temas açısı değerlerinin tahmin edilebilmesi için oluşturulan matematiksel modellerin R^2 değerlerinin 1'e yakın olması modellerin doğruluğunun diğer bir göstergesidir. Rq değeri için elde edilen ANOVA tablosunda A, C, AB, BC, A^2, B^2, C^2 model terimlerinin anlamlı olduğu görülmüştür. Ayrıca modelin uyumsuzluk değerinin (Lack of Fit) 0,05 ten büyük olması modelin uyum eksikliğinin önemsiz olduğunu göstermiştir. Çizelge 4.4. te WCA için verilen ANOVA tablosu incelendiğinde ise B, C, AB, AC, BC, A^2, B^2, C^2 terimlerinin olasılık değerlerinin 0,05'ten küçük olduğu yani terimlerin anlamlı olduğu anlaşılmaktadır. Modelin uyumsuzluk değerinin (Lack of Fit) 0,6234 olarak elde edilmesi modelin uyum eksikliğinin önemsiz olduğunu anlamına gelmektedir. Sonuç olarak, filmlerin RMS pürüzlülüğü ve su temas açısı değerlerini tahmin etmek için geliştirilen matematiksel modellerin Rq ve WCA tepkilerini tahmin etmede doğru ve güvenilir olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.3. RMS Pürüzlülüğü için elde edilen ikinci dereceden polinom modelinin ANOVA sonuçları.

Source	**Kareler Toplamı**	**Serbestlik Derecesi**	**Kuadratik Ortalama**	**F-değeri**	**p-değeri**
Model	2595.74	9	288.42	75.32	< 0.0001
A- pH	642.75	1	642.75	167.85	< 0.0001
B- Tavlama sıcaklığı	6.68	1	6.68	1.75	0.2159
C- Stearik asitte bekletme süresi	41.30	1	41.30	10.79	0.0082
AB	922.35	1	922.35	240.87	< 0.0001
AC	6.66	1	6.66	1.74	0.2166
BC	136.95	1	136.95	35.76	0.0001
A2	428.33	1	428.33	111.86	< 0.0001
B2	49.08	1	49.08	12.82	0.0050
C2	482.73	1	482.73	126.06	< 0.0001
Residual	38.29	10	3.83		
Lack of Fit	31.46	5	6.29	4.61	0.0595
Pure Error	6.83	5	1.37		
Cor Total	2634.03	19			
$R^2 = 0.9855$					

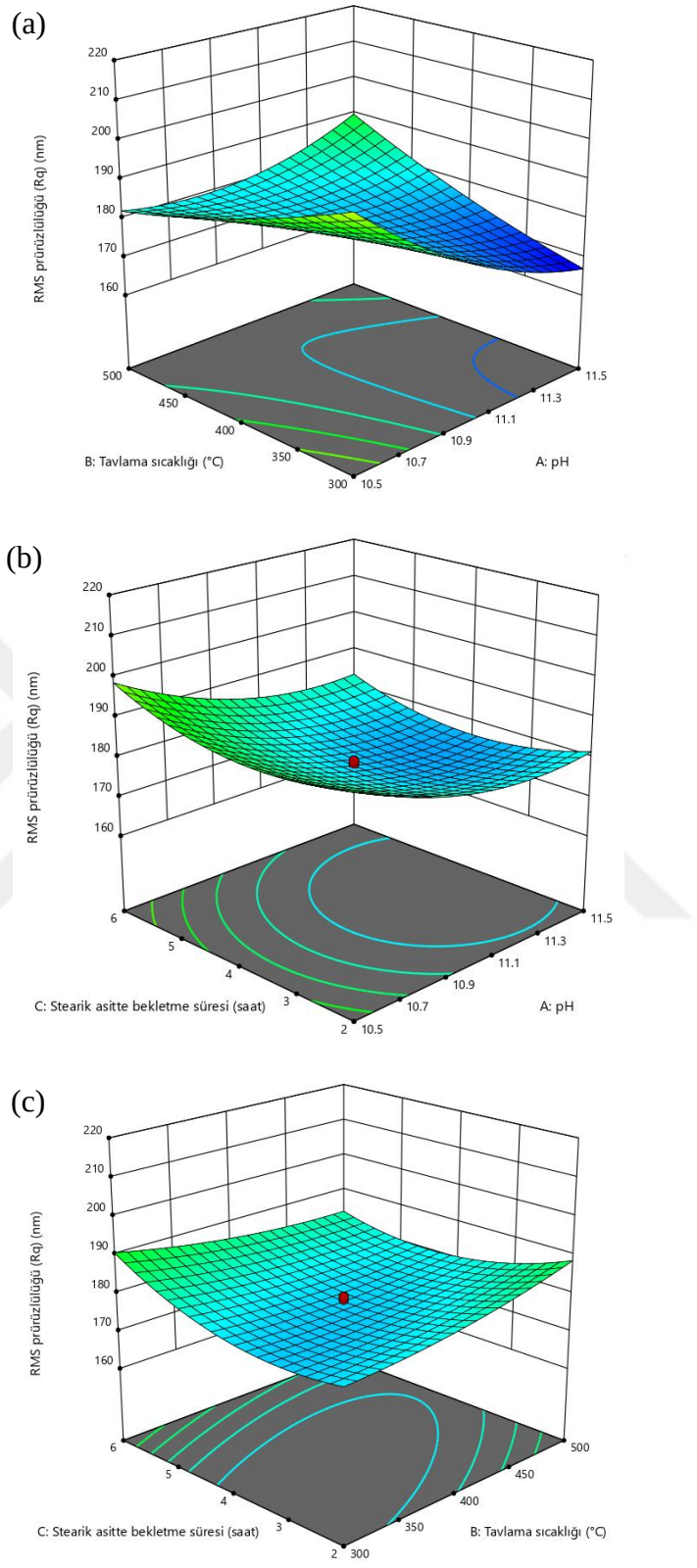
Çizelge 4.4. Su temas açısı için elde edilen ikinci dereceden polinom modelinin ANOVA sonuçları.

Source	**Kareler Toplamı**	**Serbestlik Derecesi**	**Kuadratik Ortalama**	**F-değeri**	**p-değeri**
Model	172.84	9	19.20	23.22	< 0.0001
A- pH	3.20	1	3.20	3.87	0.0776
B- Tavlama sıcaklığı	6.08	1	6.08	7.35	0.0219
C- Stearik asitte bekletme süresi	61.51	1	61.51	74.37	< 0.0001
AB	51.92	1	51.92	62.78	< 0.0001
AC	7.64	1	7.64	9.24	0.0125
BC	7.49	1	7.49	9.05	0.0131
A^2	17.16	1	17.16	20.75	0.0010
B^2	18.47	1	18.47	22.33	0.0008
C^2	5.56	1	5.56	6.72	0.0268
Residual	8.27	10	0.8270		
Lack of Fit	3.53	5	0.7054	0.7437	0.6234
Pure Error	4.74	5	0.9486		
Cor Total	181.11	19			
$R^2 = 0.9543$					

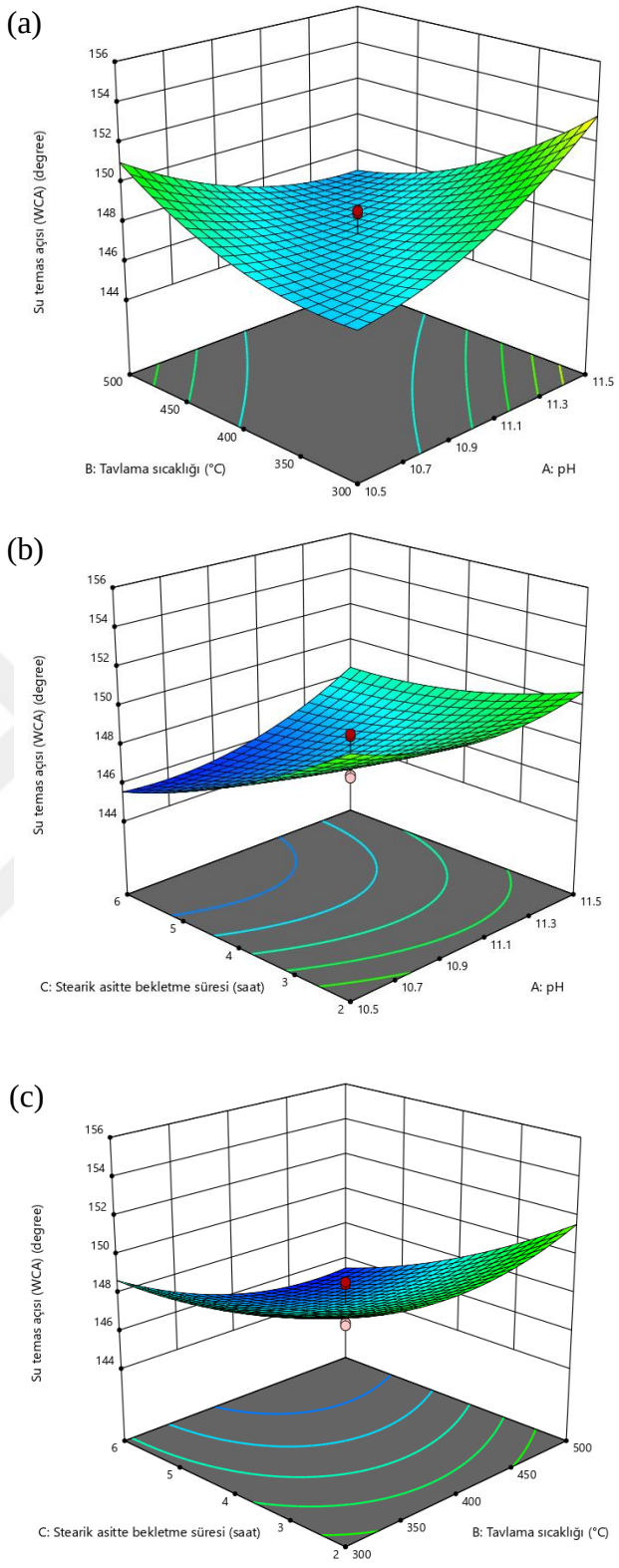
4.1.3. Yanıt Yüzey Analizi

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin Rq ve WCA değerlerinin bağımsız değişkenlerden (pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi) hangi oranda etkilendiği yanıt yüzey grafikleri ile değerlendirilmiştir. Şekil 4.5.' te RMS Pürüzlülüğünün sırasıyla pH-tavlama sıcaklığı, pH-stearik asitte bekletme süresi ve tavlama sıcaklığı-stearik asitte bekletme süresi parametreleriyle çizilen yanıt yüzey grafikleri verilmiştir. Verilen yanıt yüzey grafiklerinde pH' nın Rq değerinin değişiminde önemli bir etkiye sahip olduğu anlaşılmaktadır. Tavlama sıcaklığının düşük olduğu bölgelerde pH değerindeki artışların pürüzlülüğün azalmasına, pH değerindeki azalmanın ise pürüzlülüğün artmasına neden olduğunu gözlenmiştir. Tavlama sıcaklığının yüksek olduğu bölgelerde ise pH değerindeki artışın pürüzlülüğü artırdığı görülmüştür. Ayrıca Şekil 4.5 (b)' de verilen pH ile stearik asitte bekletme süresi parametrelerinin Rq değerine etkileri incelendiğinde özellikle düşük pH değerlerinde stearik asitte bekletme süresindeki artışın RMS pürüzlülüğünü artırma eğiliminde olduğu ve yüksek stearik asitte bekletme sürelerinde pH değerindeki artışın RMS pürüzlülüğünü bir miktar düşürdüğü gözlenmiştir. Şekil 4.5 (c)' de gösterilen tavlama sıcaklığı ile stearik asitte bekletme süresi parametrelerinin Rq üzerindeki etkilerine bakıldığında stearik asitte bekletme süresinin düşük olduğu bölgelerde tavlama sıcaklığındaki artışın pürüzlülüğü bir miktar artırdığı, stearik asitte bekletme süresinin yüksek olduğu bölgelerde ise tavlama sıcaklığındaki artışın pürüzlülüğü bir miktar düşürdüğü gözlenmiştir. Diğer taraftan özellikle tavlama sıcaklığının düşük olduğu bölgelerde stearik asitte bekletme süresindeki artışın RMS pürüzlülüğünü belirgin düzeyde artırdığı görülmüştür.

Su temas açısı değerinin sırasıyla pH-tavlama sıcaklığı, pH-stearik asitte bekletme süresi ve tavlama sıcaklığı-stearik asitte bekletme süresi parametreleriyle çizilen yanıt yüzey grafikleri Şekil 4.6.' da verilmiştir. Şekil 4.6 (a)' dan tavlama sıcaklığının düşük olduğu bölgelerde pH değerindeki artışların su temas açısında artışa neden olduğu, tavlama sıcaklığının yüksek olduğu bölgelerde ise pH değerindeki artışın su temas açısı değerinde bir miktar azalmaya neden olduğu gözlenmiştir. Su temas açısı değerindeki değişim tavlama sıcaklığındaki artış yönünden değerlendirildiğinde ise düşük pH değerlerinde WCA değerinin artış eğiliminde olduğu, yüksek pH değerlerinde ise WCA değerinin düşüş eğiliminde olduğu görülmüştür.



Şekil 4.5. Modelden tahmin edilen RMS Pürüzlülüğünün yanıt yüzey grafikleri. (a) pH, tavlama sıcaklığı; (b) pH, stearik asitte bekletme süresi; (c) tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi

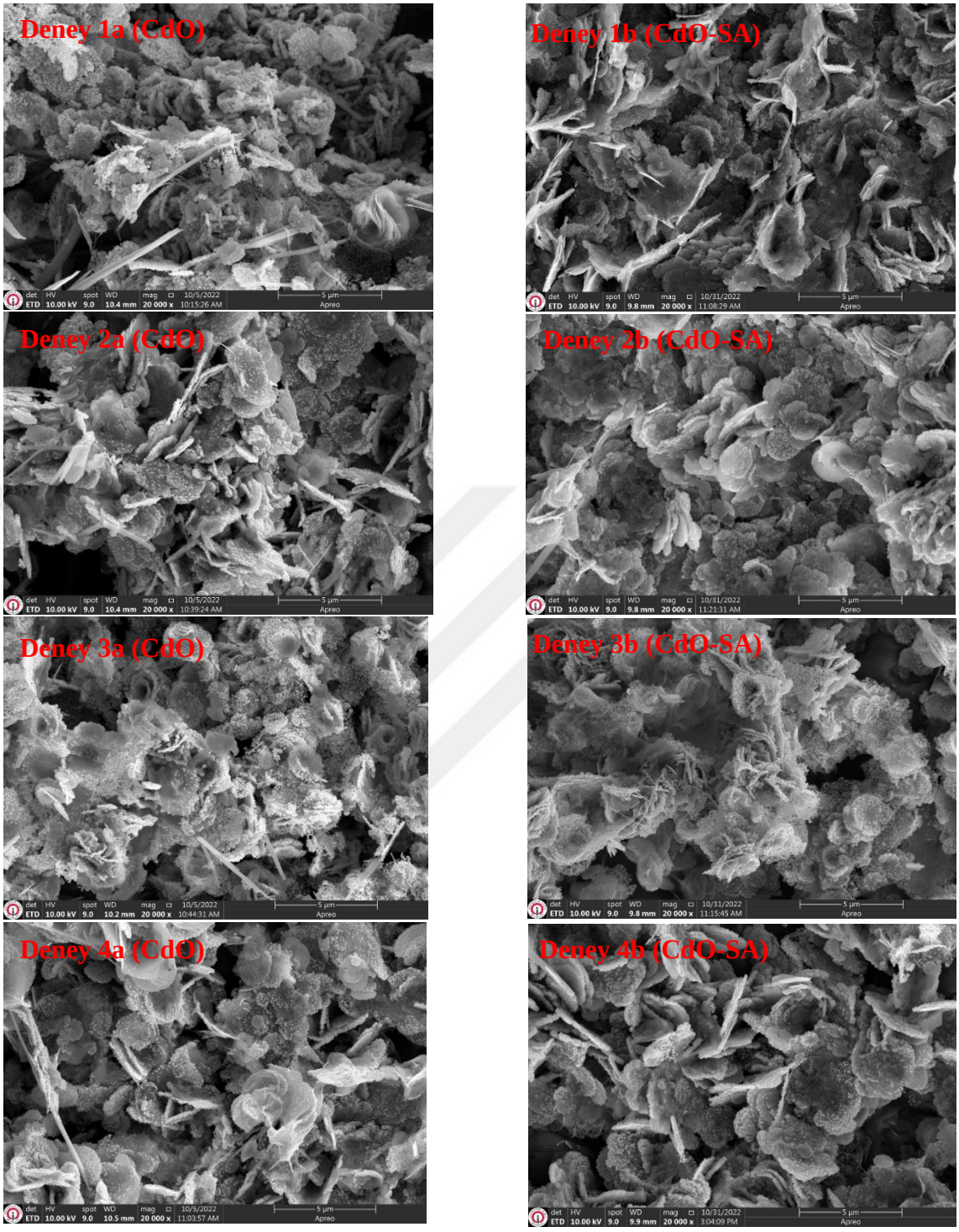


Şekil 4.6. Modelden tahmin edilen su temas açısı değerinin yanıt yüzey grafikleri. (a) pH, tavlama sıcaklığı; (b) pH, stearik asitte bekletme süresi; (c) tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi

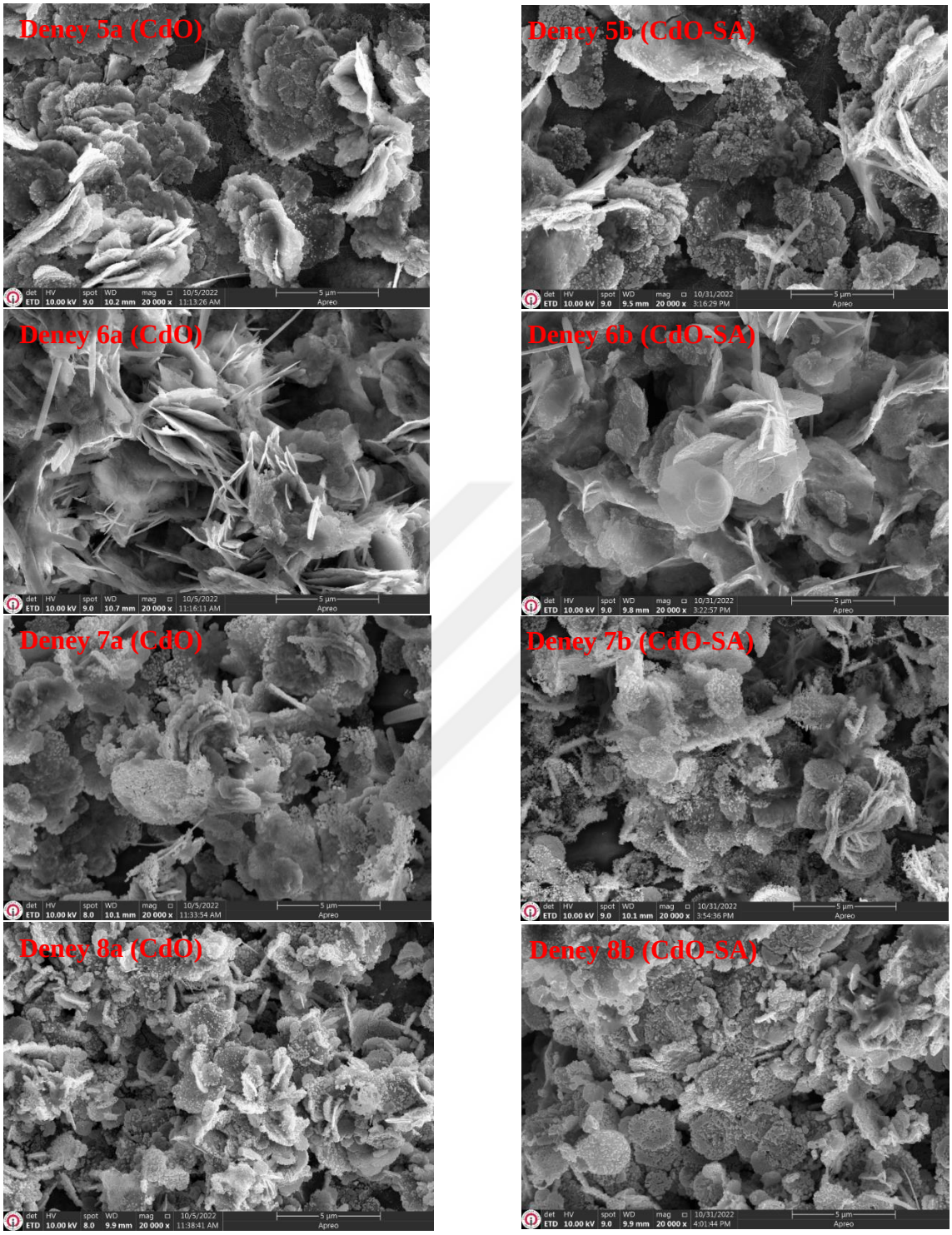
Su temas açısı değerinin pH ile stearik asitte bekletme süresi parametreleriyle çizilen yanıt yüzey grafikleri Şekil 4.6 (b)' de gösterilmiştir. Özellikle stearik asitte bekletme süresinin düşük olduğu bölgelerde pH değerindeki artışın WCA değerinde önemli bir değişime neden olmadığı, stearik asitte bekletme süresinin yüksek olduğu bölgelerde ise pH değerindeki artışın WCA değerini artırdığı gözlenmiştir. Şekil 4.6 (c)' de verilen tavlama sıcaklığı ile stearik asitte bekletme süresi parametrelerinin WCA değeri üzerindeki etkisi incelendiğinde stearik asitte bekletme süresinin düşük olduğu bölgelerde tavlama sıcaklığındaki artışın WCA değerini artırdığı, stearik asitte bekletme süresinin yüksek olduğu bölgelerde ise tavlama sıcaklığındaki artışın WCA değerini bir miktar düşürdüğü gözlenmiştir. Değişim stearik asitte bekletme süresi yönüyle ele alındığında ise tavlama sıcaklığının düşük olduğu bölgelerde stearik asitte bekletme süresinin WCA değerini bir miktar artırdığı, tavlama sıcaklığının yüksek olduğu bölgelerde ise stearik asitte bekletme süresindeki artışın WCA değerini bir miktar düşürdüğü görülmüştür.

4.1.4. CCD Tablosundaki Deneysel Koşullarda Sentezlenmiş CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Morfolojik Analizleri

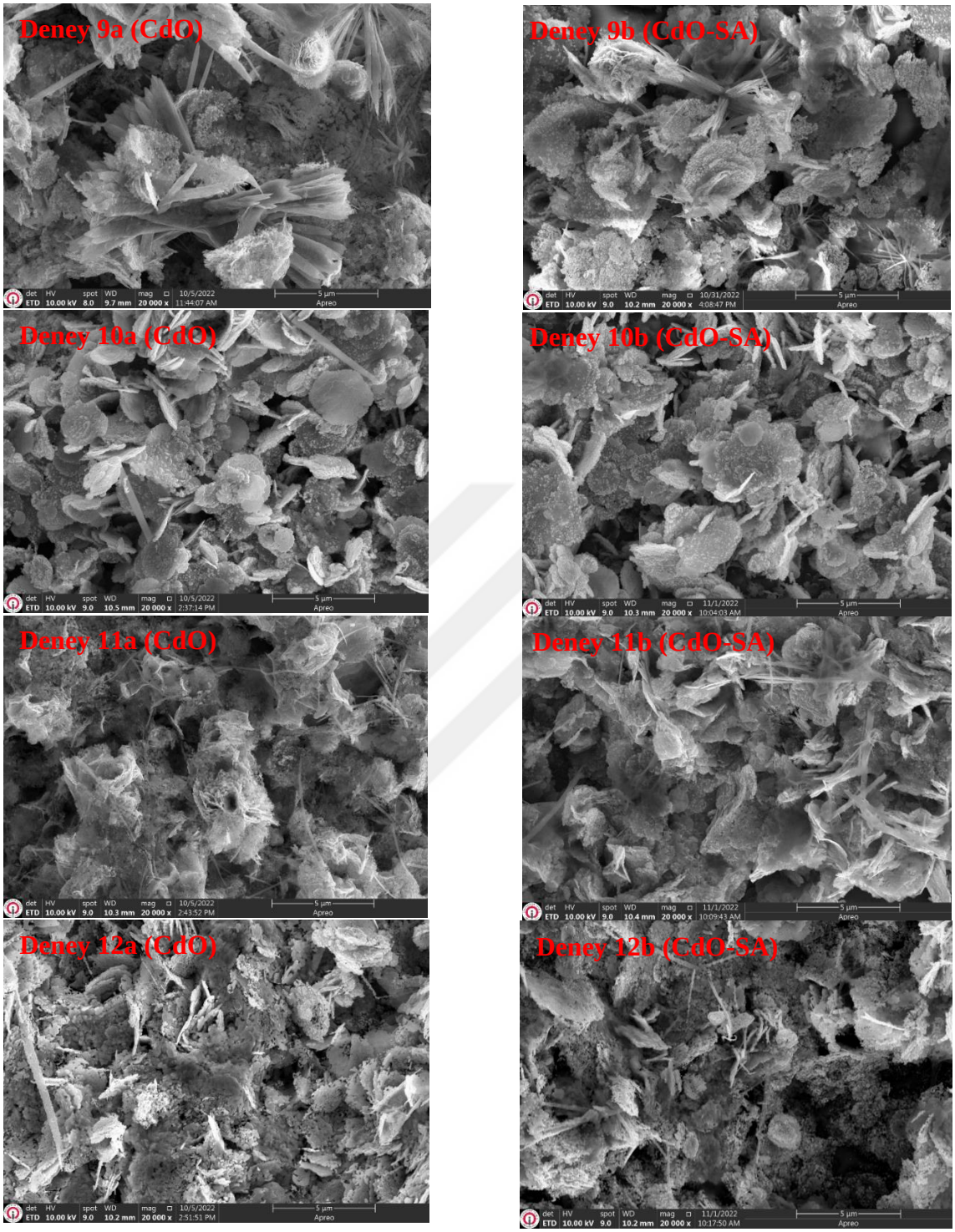
Merkezi kompozit dizayn tasarımı ile oluşturulan deneysel dizayn tablosunda belirlenen koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SEM görüntüleri Şekil 4.7.'de gösterilmiştir. Elde edilen yüzey görüntülerinden kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin cam altlıklar üzerine tamamen kaplandığı ve homojenliği yüksek yüzey morfolojisinin oluştuğu gözlenmiştir. Yarıiletken oksit ince filmlerin yüzey morfolojilerinin deneysel sentez parametrelerinden etkilendiği bilinmektedir. CCD tasarımına uygun olarak elde edilen kadmiyum oksit ince film yüzey şekillerinin özellikle yüksek pH değerlerinde nanopul benzeri yapılar oluşturduğu düşük pH değerlerinde ise genel olarak daha karmaşık bir yapı sergilediği gözlenmiştir. Diğer taraftan 300 °C sıcaklıkta tavlanan numuneler ile 500 °C sıcaklıkta tavlanan numunelerin yüzey şekillerindeki farklılıktan tavlama sıcaklığının kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin yüzey morfolojisi üzerindeki etkisi görülebilir.



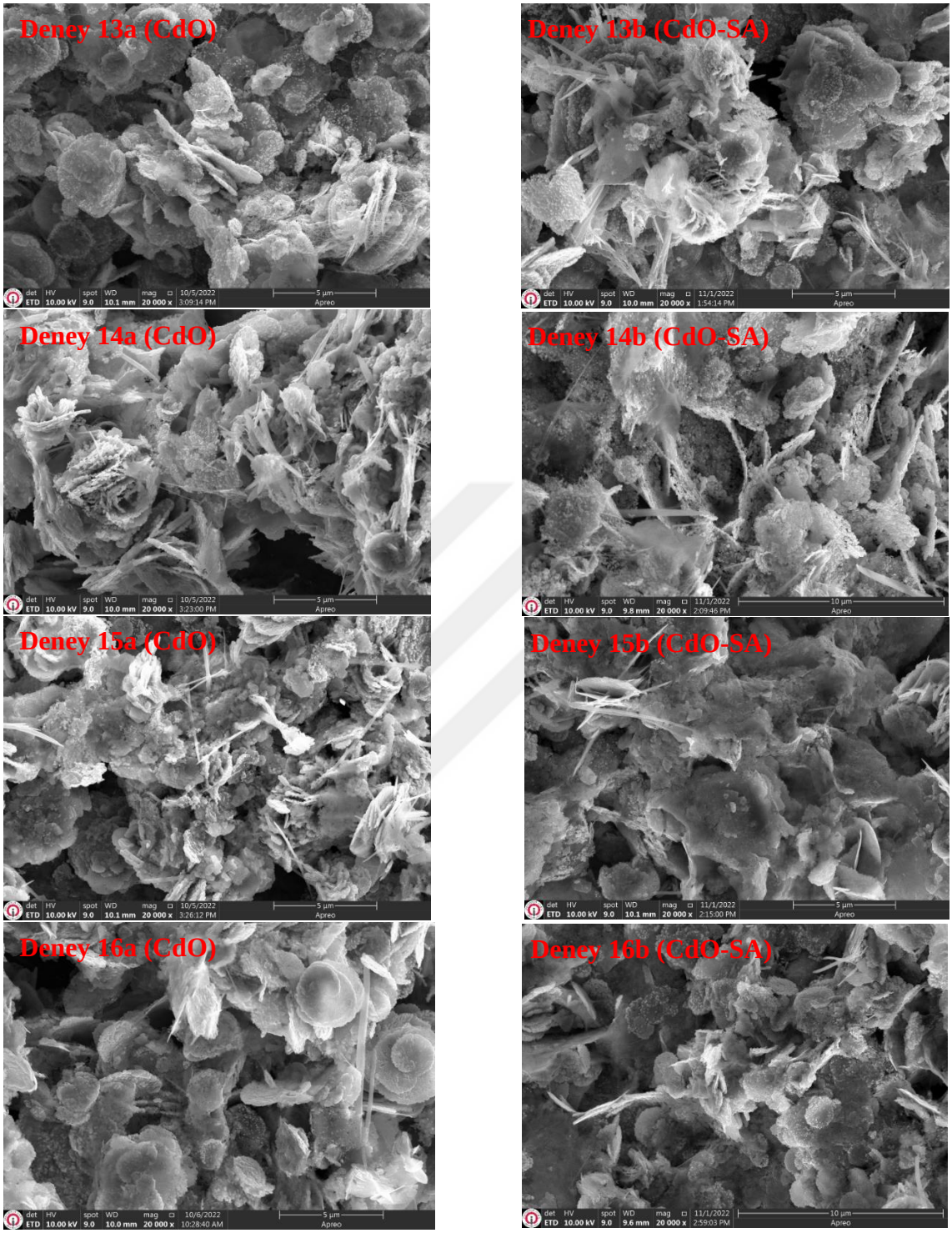
Şekil 4.7.CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SEM görüntüleri (a) SA modifikasyonundan önce (b) SA modifikasyonundan sonra



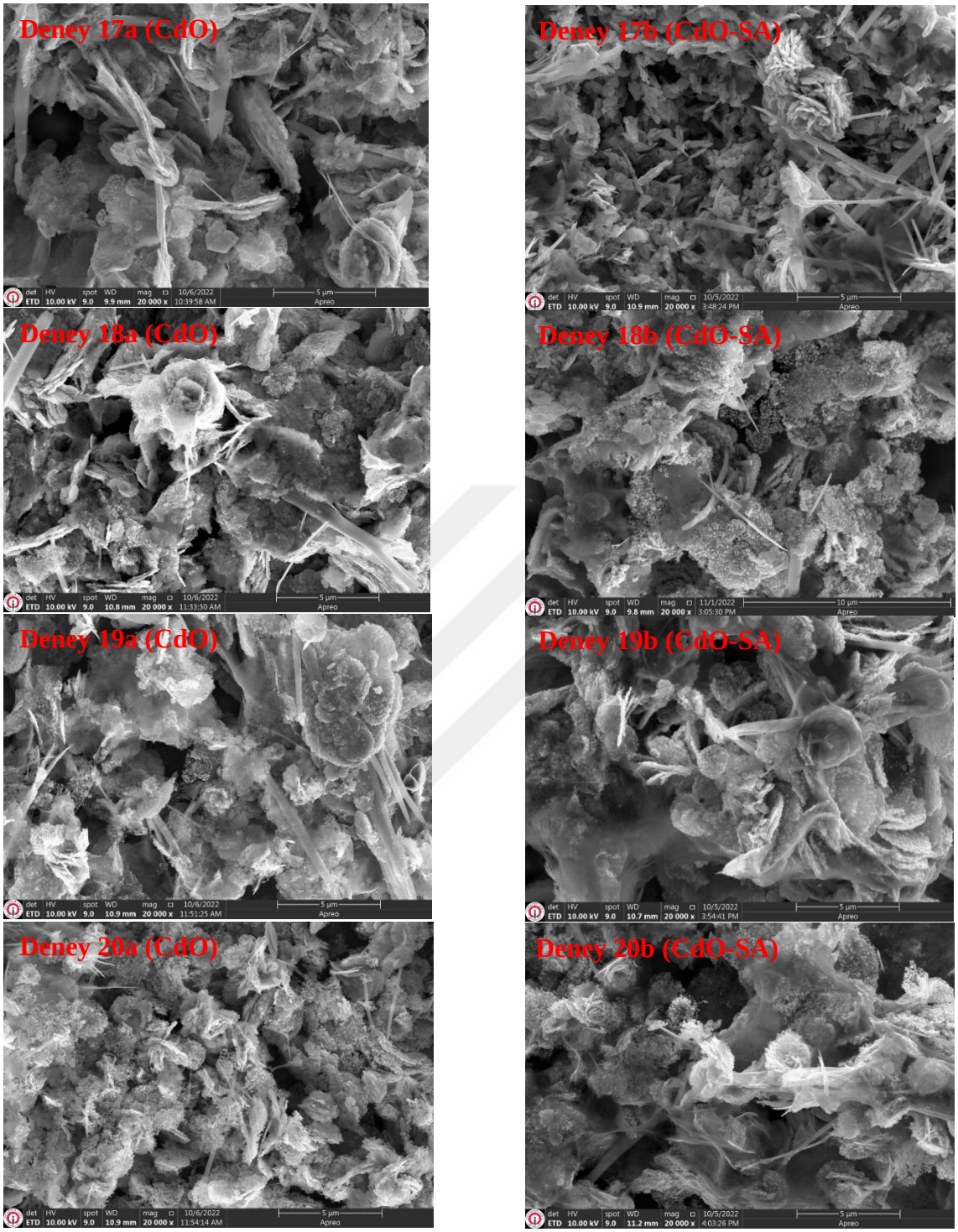
Şekil 4.7. (Devam) CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SEM görüntüleri (a) SA modifikasyonundan önce (b) SA modifikasyonundan sonra



Şekil 4.7. (Devam) CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SEM görüntüleri (a) SA modifikasyonundan önce (b) SA modifikasyonundan sonra



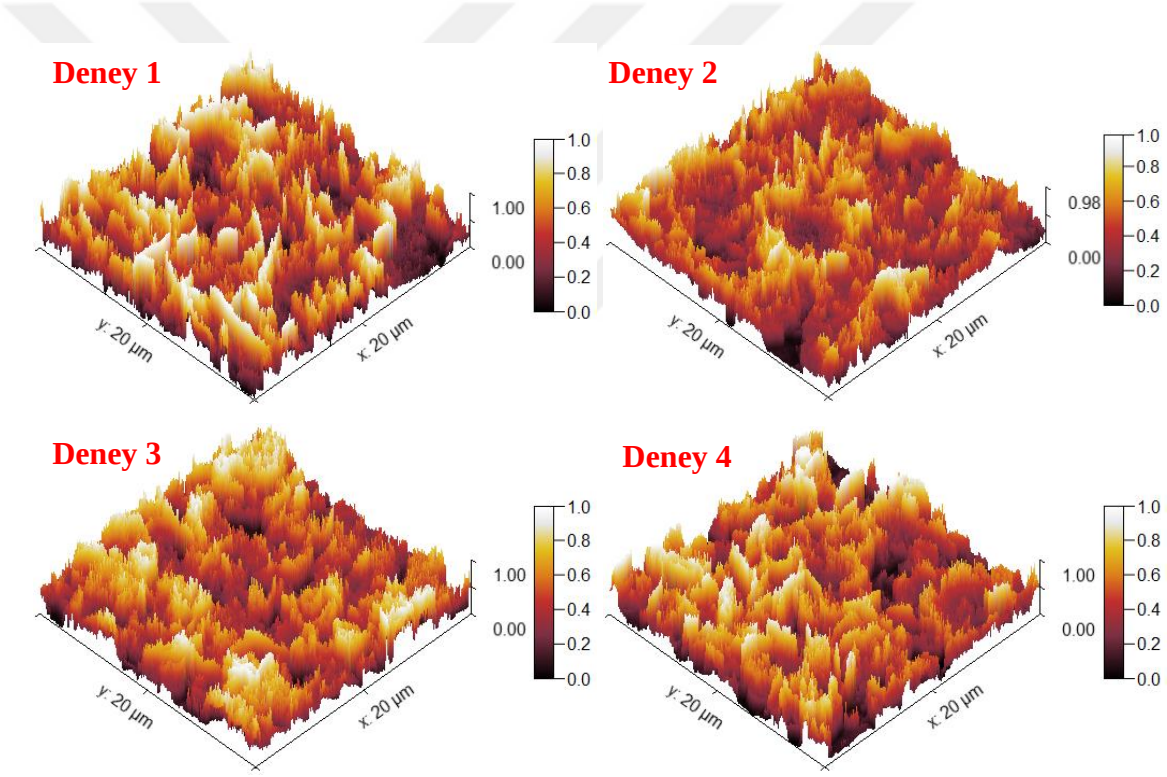
Şekil 4.7. (Devam) CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SEM görüntüleri (a) SA modifikasyonundan önce (b) SA modifikasyonundan sonra



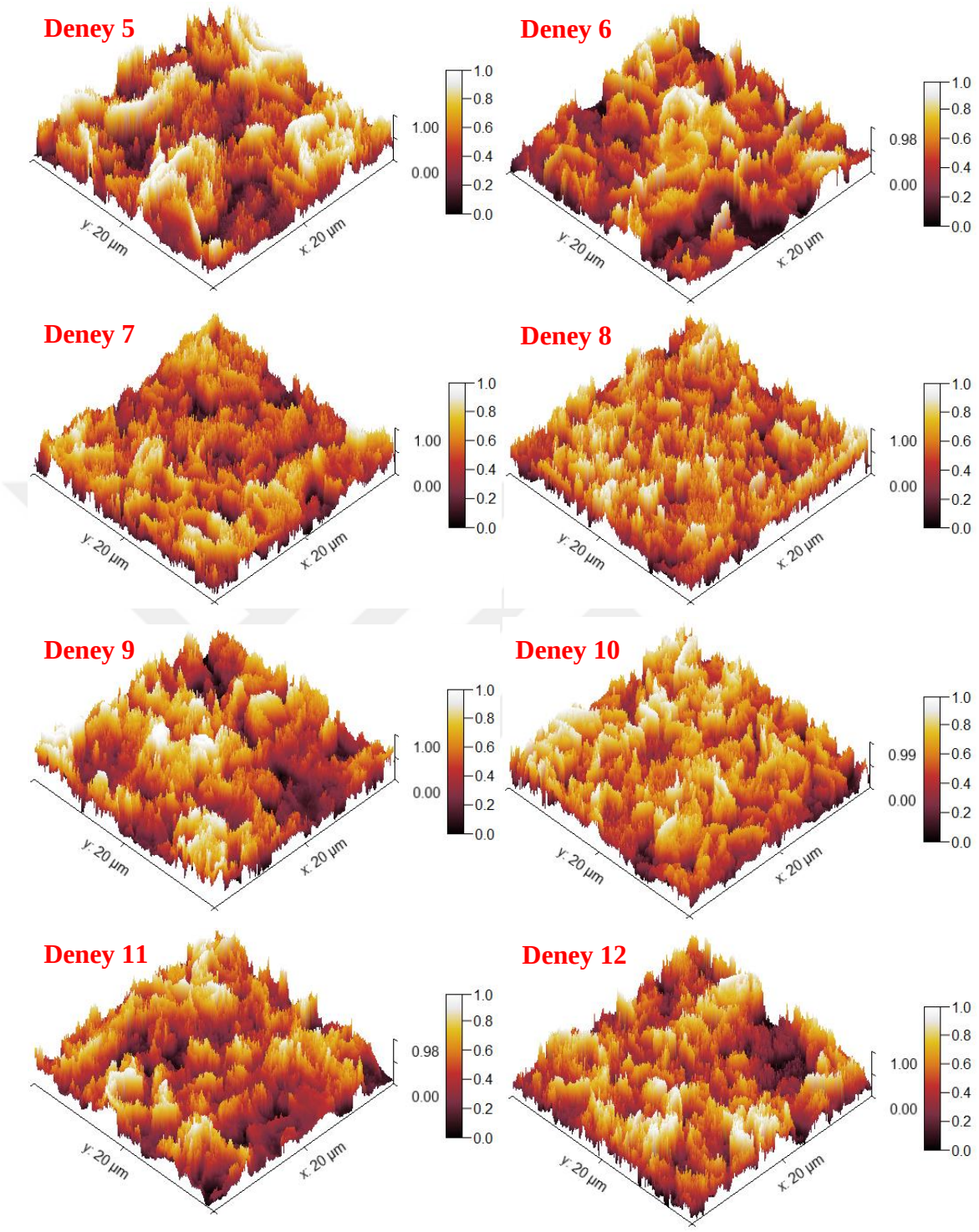
Şekil 4.7. (Devam) CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SEM görüntüleri (a) SA modifikasyonundan önce (b) SA modifikasyonundan sonra

4.1.5. CCD Tablosundaki Deneysel Koşullarda Sentezlenmiş CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Topografik Analizleri

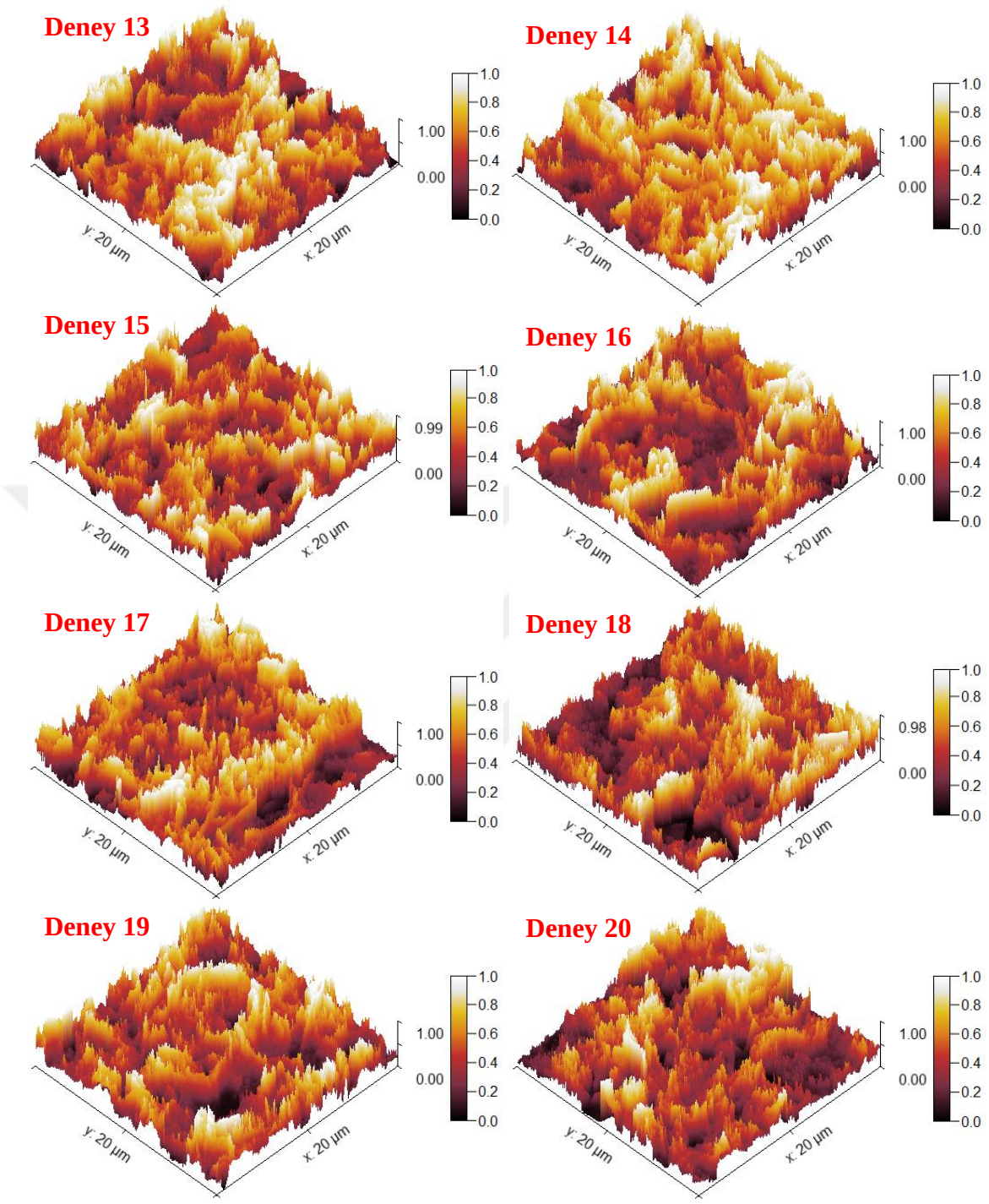
CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SPM görüntüleri Şekil 4.8.'de verilmiştir. Farklı üretim koşullarında gerçekleştirilen kadmiyum oksit ince film sentezleri sonucunda ince filmlerden elde edilen üç boyutlu yüzey topografyalarındaki farklılıklar ince film yüzeylerinin üretim aşamasında belirlenmiş bağımsız değişkenlerden oldukça etkilendiğinin göstergesidir. Yarıiletken ince filmlerin topografik görüntülerinin malzemenin yüzey özellikleri hakkında önemli bilgiler veren RMS pürüzlülüğü değerleri (Çizelge 4.1.) ile uyumlu olduğu görülmüştür.



Şekil 4.8.CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SPM görüntüleri



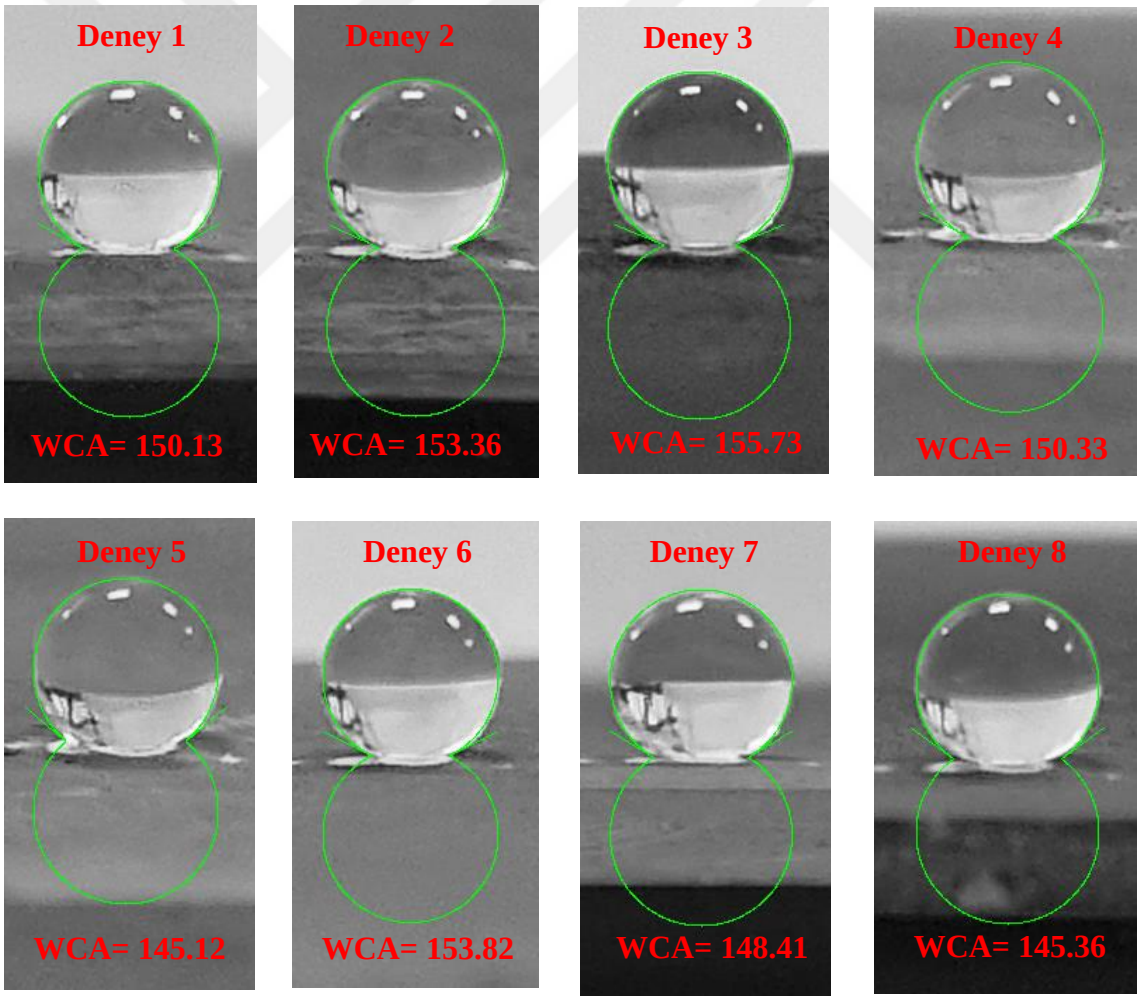
Şekil 4.8. (Devam) CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SPM görüntüleri



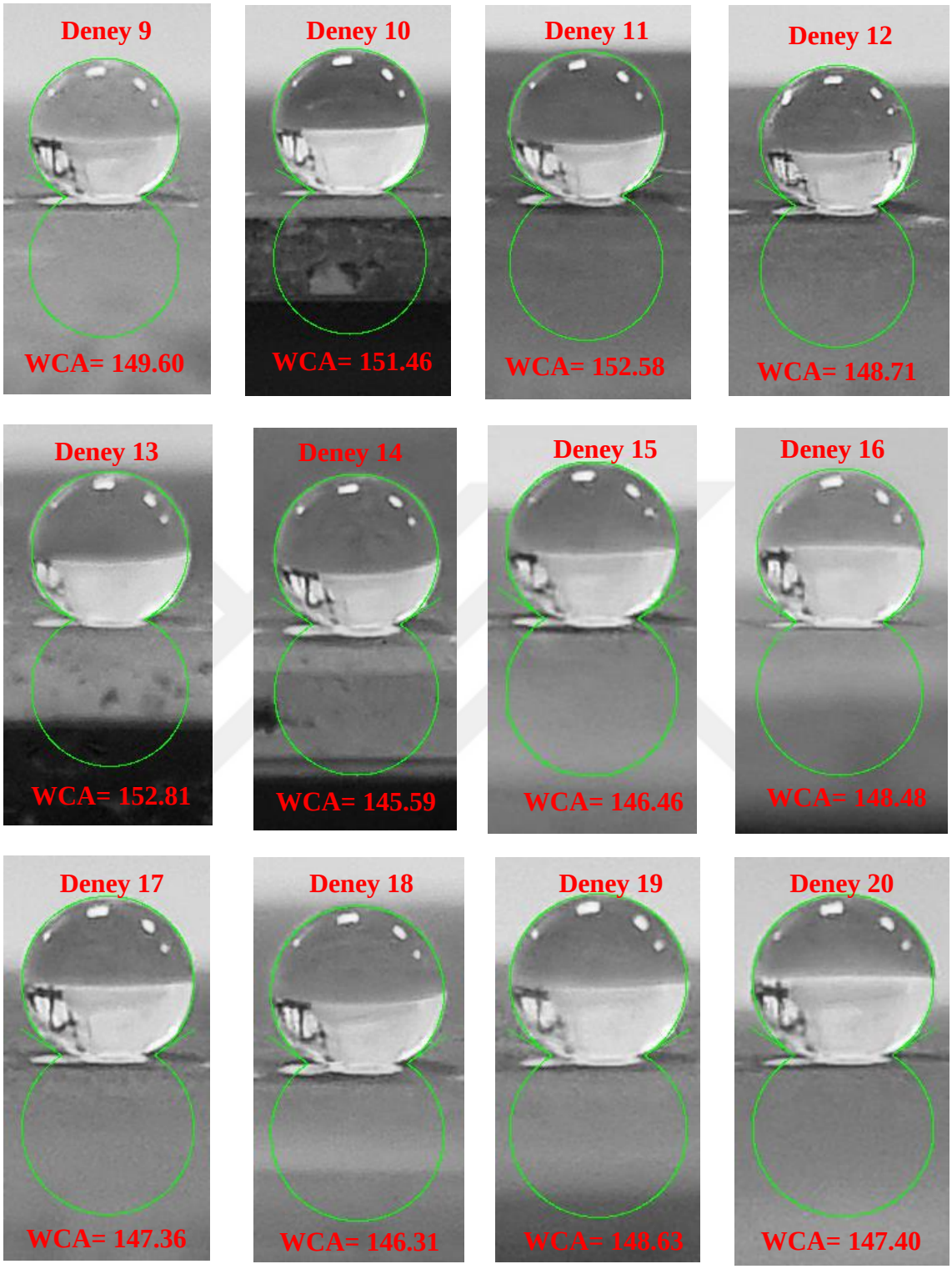
Şekil 4.8. (Devam) CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin SPM görüntüleri

4.1.6. CCD Tablosundaki Deneysel Koşullarda Sentezlenmiş CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Islanabilirlik Analizleri

Temas halindeki bir sıvı ile bir katı arasındaki etkileşimi içeren yüzey ıslanabilirliğinin kontrol edilmesi bir çok uygulama açısından önemlidir. Substrat üzerine kaplanmış nanoyapıların ıslanabilirlik özellikleri hem nanoyapıların kimyasal doğasıyla hem de pürüzlülük özellikleriyle değişebilmektedir. CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin su temas açısı görüntüleri Şekil 4.9.'da gösterilmiştir. Elde edilen görüntülerde suyun tüm CdO ince film numunelerinde damla formunu aldığı gözlenmiştir. Kadmiyum oksit yarıiletken ince film numunelerin su temas açıları incelendiğinde 1, 2, 3, 4, 6, 10, 11 ve 13 nolu numunelerin süperhidrofobik davranış gösterdiği gözlenmiştir.



Şekil 4. 9. CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin su temas açısı görüntüleri



Şekil 4.9. (Devam) CCD tablosunda belirlenen deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin su temas açısı görüntüleri

4.1.7. CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Sentezi İçin Belirlenen Optimum Parametre Değerleri

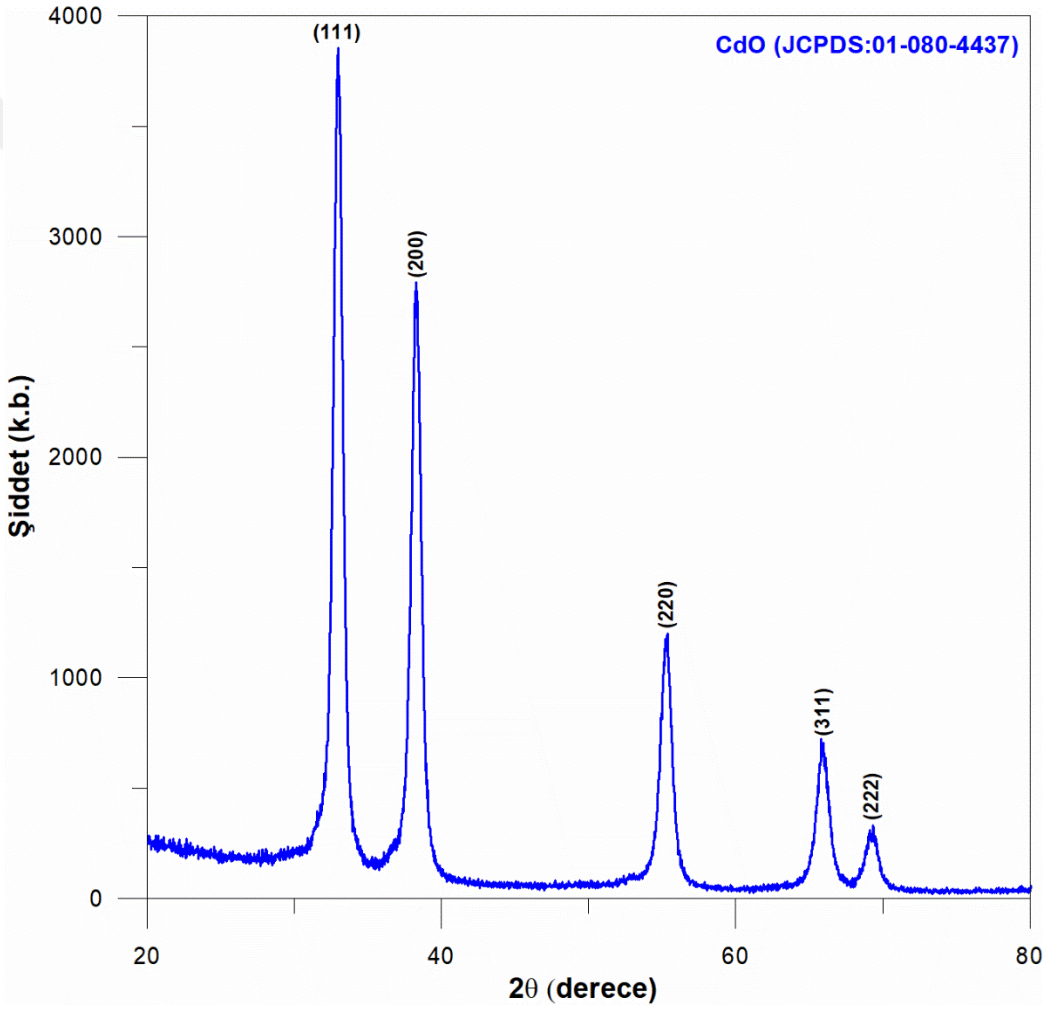
Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin sentezine yönelik RMS pürüzlülüğü ve su temas açısı değerleri için geliştirilen modellerden hesaplanan optimum parametre değerleri ve geliştirilen modellerden tahmin edilen değerler ile deneysel değerler Çizelge 4.4. 'te verilmiştir. CdO yarıiletken ince filmlerin sentezinde Rq değerleriyle oluşturulan model tarafından belirlenen optimum değerler pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi için sırasıyla 10.5, 388.5°C ve 2.1 saat' tir. WCA değerleriyle oluşturulan model tarafından pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi için belirlenen optimum değerler ise sırasıyla 10,6; 408,9°C ve 2,6 saat olmuştur. Rq değerleriyle oluşturulan model tarafından tahmin edilen pürüzlülük değeri 193,3 nm iken deneysel olarak 189,1 nm değeri elde edilmiştir. WCA değerleriyle oluşturulan model tarafından tahmin edilen su temas açısı değeri ise 150,28° iken deneysel olarak 151,15° ölçülmüştür. Her iki model için elde edilen deneysel ve tahmini değerlerin birbirine yakınlığı geliştirilen modellerin başarısının bir göstergesidir.

Çizelge 4.5. CdO yarıiletken ince filmler için belirlenen optimum parametre değerleri ile tahmini ve deneysel olarak elde edilen değerler.

Yanıtlar	Optimize edilmiş parametre değerleri			Tahmin edilen ve deneysel olarak elde edilen değerler	
	pH	Tavlama sıcaklığı (°C)	Stearik asitte bekletme süresi (saat)	Tahmini	Deneysel
RMS pürüzlülüğü (nm)	10.5	388.5	2.1	193.3	189.1
Su temas açısı (degree)	10.6	408.9	2.6	150.28	151.15

4.2. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Yapısal Analiz Sonuçları

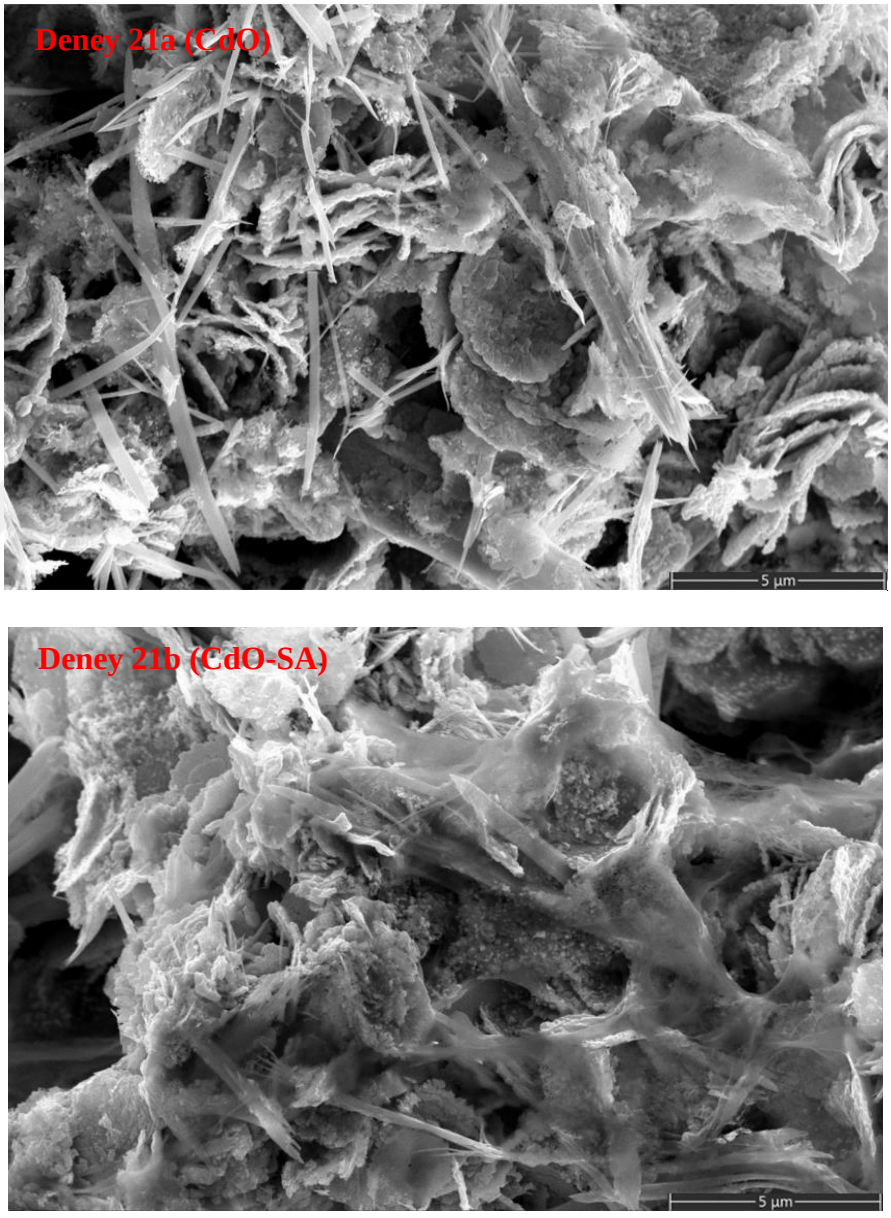
Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin optimum pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi koşullarında sentezlenmesiyle elde edilen numunenin XRD grafiği Şekil 4.10.' da gösterilmiştir. Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmin XRD grafiğinde (111), (200), (220), (311) ve (222) düzlemleri sırasıyla 32.93°, 38.24°, 55.22°, 65.84° ve 69.22° açılarına karşılık gelmiştir. Ayrıca elde edilen CdO numunesinin X-ışını kırınım deseni JCPDS ile uyumludur.



Şekil 4.10.Optimum koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunesinin X-ışını kırınım deseni

4.3. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Morfolojik Analiz Sonuçları

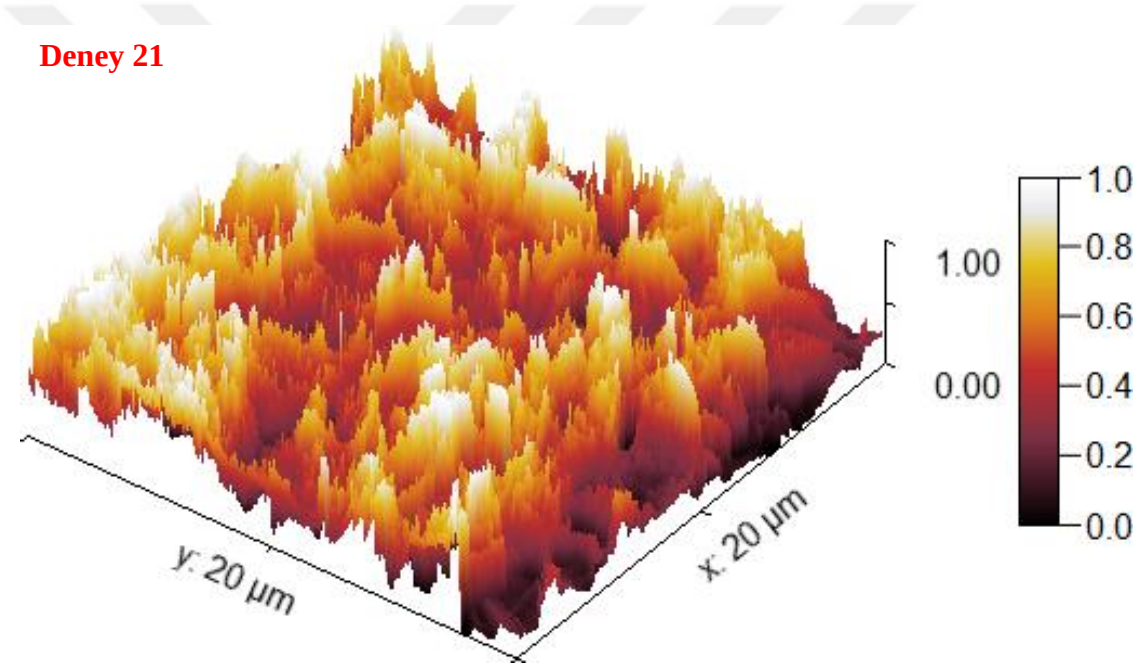
Optimum pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi koşullarında sentezlenen kadmiyum oksit yarıiletken ince film için elde edilen SEM resimleri Şekil 4.11.' de verilmiştir. Elde edilen SEM görüntülerinde stearik asitte bekletme öncesi ve sonrası arasındaki farklılık belirgin şekilde gözlenebilmiştir.



Şekil 4.11.Optimum koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunesinin SEM görüntüleri

4.4. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Topografik Analiz Sonuçları

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin sentezi için belirlenen optimum pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi koşullarında cam altlık üzerine kaplanmış kadmiyum oksit yarıiletken ince film numunesinin SPM görüntüsü Şekil 4.12.' de verilmiştir. CdO yarıiletken ince film için elde edilen üç boyutlu yüzey topografyasından film yüzeyinin oldukça pürüzlü olduğu görülmektedir. Optimum parametre koşullarında sentezlenen CdO film için hesaplanan Rq değeri de elde edilen film yüzeyi ile uygunluk göstermiştir.

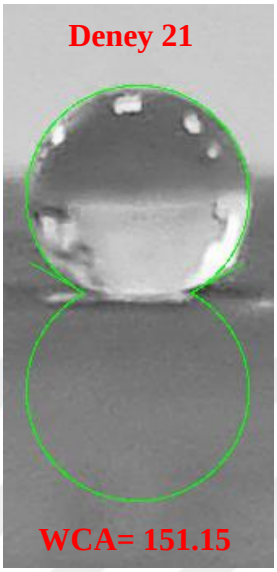


Şekil 4.12.Optimum parametre koşullarında sentezlenen CdO yarıiletken ince film numunesinin SPM görüntüsü

4.5. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin Islanabilirlik Analiz Sonuçları

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin optimum pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi koşullarına uygun olarak sentezlenmiş numunenin su temas açısı görüntüsü Şekil 4.13.'te gösterilmiştir. Temas halindeki sıvı ile katı arasındaki etkileşimin bir göstergesi olan yüzey ıslanabilirliği değerinin belirlenmesiyle destek maddesi üzerine kaplanan numunenin su ile etkileşim düzeyi belirlenmektedir. Şekil

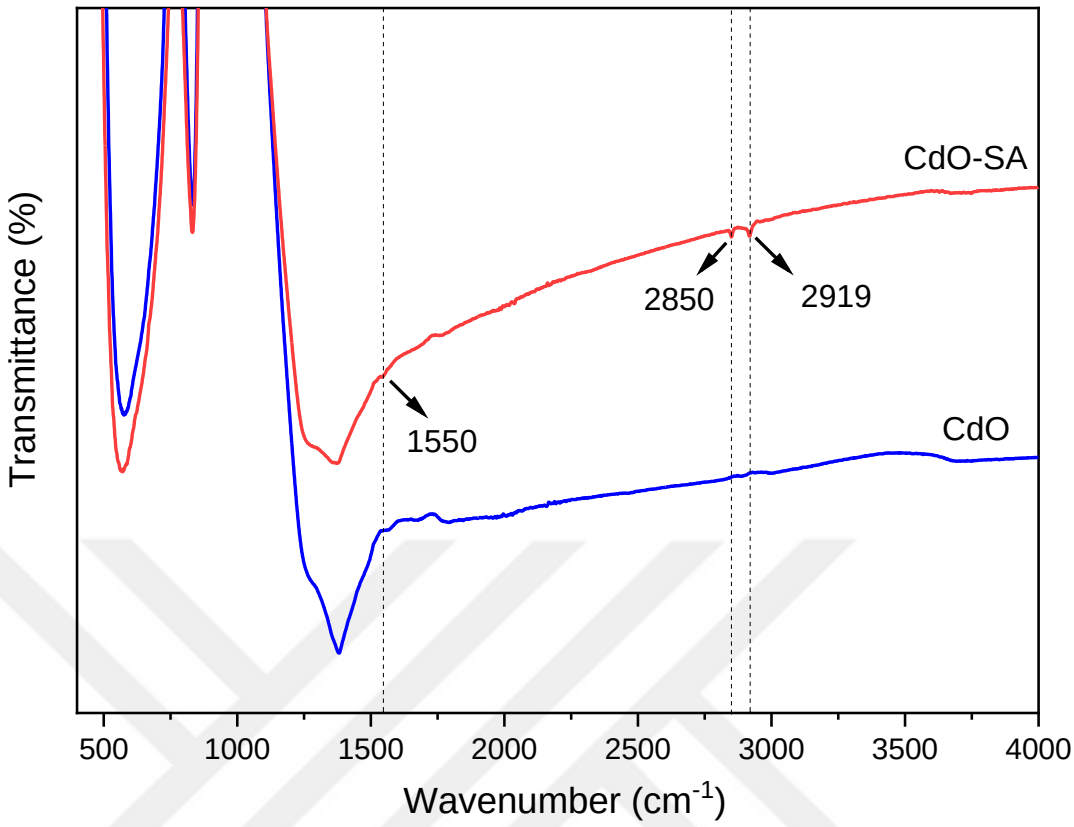
4.13.'te gösterildiği gibi kadmiyum oksit yarıiletken ince film numunesinin 151,15° olarak ölçülen su temas açısı değeri optimum parametre koşullarında süperhidrofobik özelliğe sahip nanoyapının elde edilebildiğini göstermiştir.



Şekil 4.13. Optimum parametre koşullarında sentezlenen CdO yarıiletken ince film numunesinin su temas açısı görüntüsü

4.6. Optimum Koşullarda Sentezlenen CdO Yarıiletken İnce Filmlerin FTIR Analiz Sonuçları

Optimum pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi koşullarında sentezlenen CdO yarıiletken ince film için elde edilen FTIR spektrumu Şekil 4.14.' de verilmiştir. CdO yarıiletken ince filmin stearik asit ile modifikasyonu öncesi ve sonrası FTIR spektrumlarında 1550 cm^{-1}, 2850 cm^{-1} ve 2919 cm^{-1} dalga boylarında gözlenen farklılık stearik asidin yüzeye tutunduğunun göstergesidir. 1550 cm^{-1} de gözlenen düşük yoğunluklu pik kadmiyum oksit yarıiletken ince filmin COO^- gerilme titreşimine bağlanabilir (Prakash ve ark. 2021). Optimize edilmiş deneysel koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmin FTIR spektrumunda 2850 cm^{-1} ve 2919 cm^{-1} dalga boylarında gözlenen pikler sırasıyla $-CH_3$ ve $-CH_2$ asimetrik ve simetrik esneme titreşimlerine atfedilmektedir (Prakash ve ark. 2021).



Şekil 4.14. Optimum parametre koşullarında sentezlenen CdO yarıiletken ince film numunesinin FTIR spektrumu

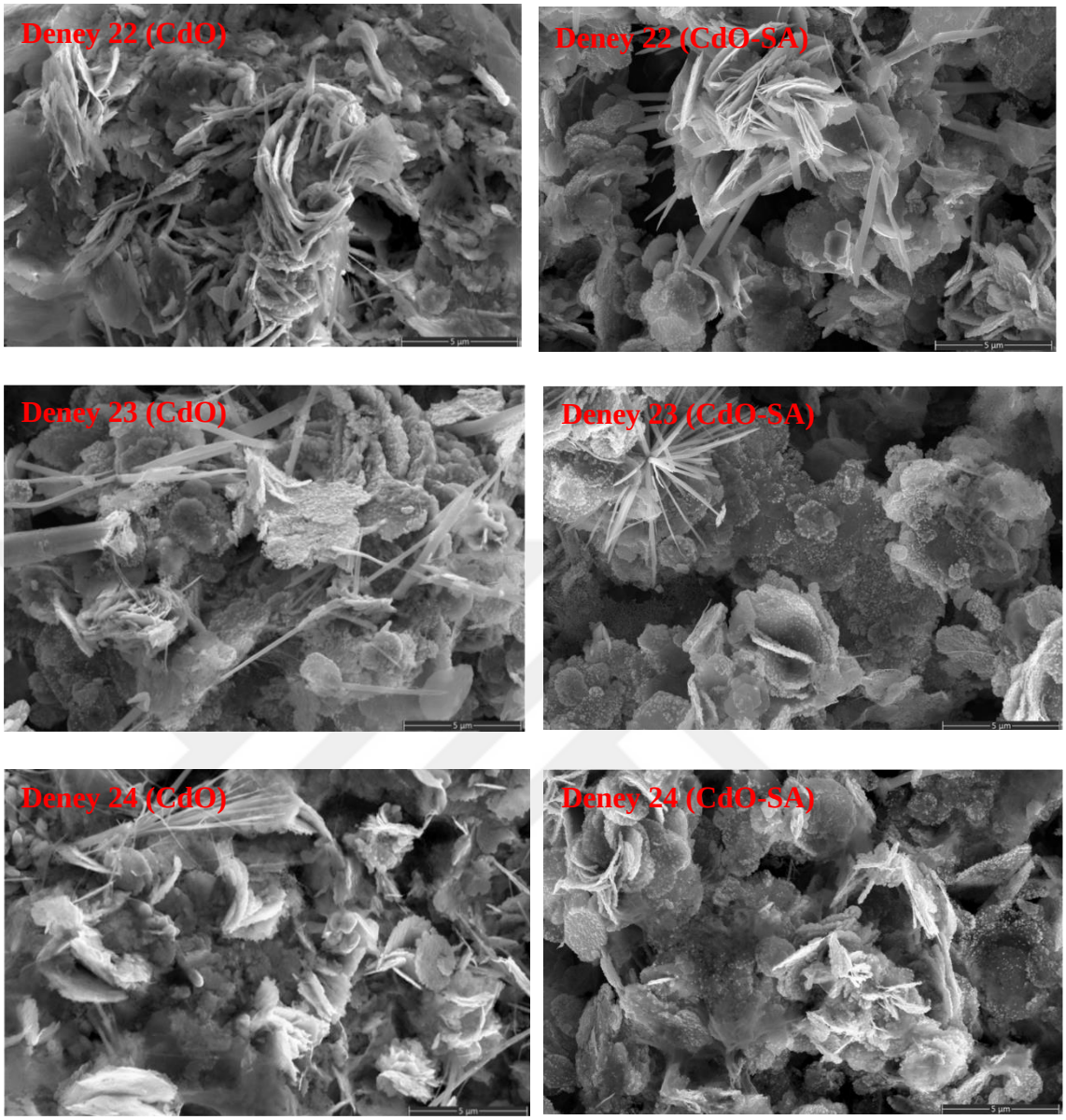
4.7. Rq ve WCA Değerlerinin Tahmini İçin Geliştirilen Matematiksel Modellerin Doğrulanması

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin RMS pürüzlülüğü ile su temas açısı değerlerini tahmin etmek için geliştirilen ikinci dereceden polinom denklemlerinin doğrulama deneyleri, Rq ve WCA için parametre kombinasyonunun rastgele seçildiği uygulama deneyi ile gerçekleştirilmiştir. CdO yarıiletken ince filmler için belirlenen parametre kombinasyonları ve elde edilen veriler Çizelge 4.6' da verilmiştir.

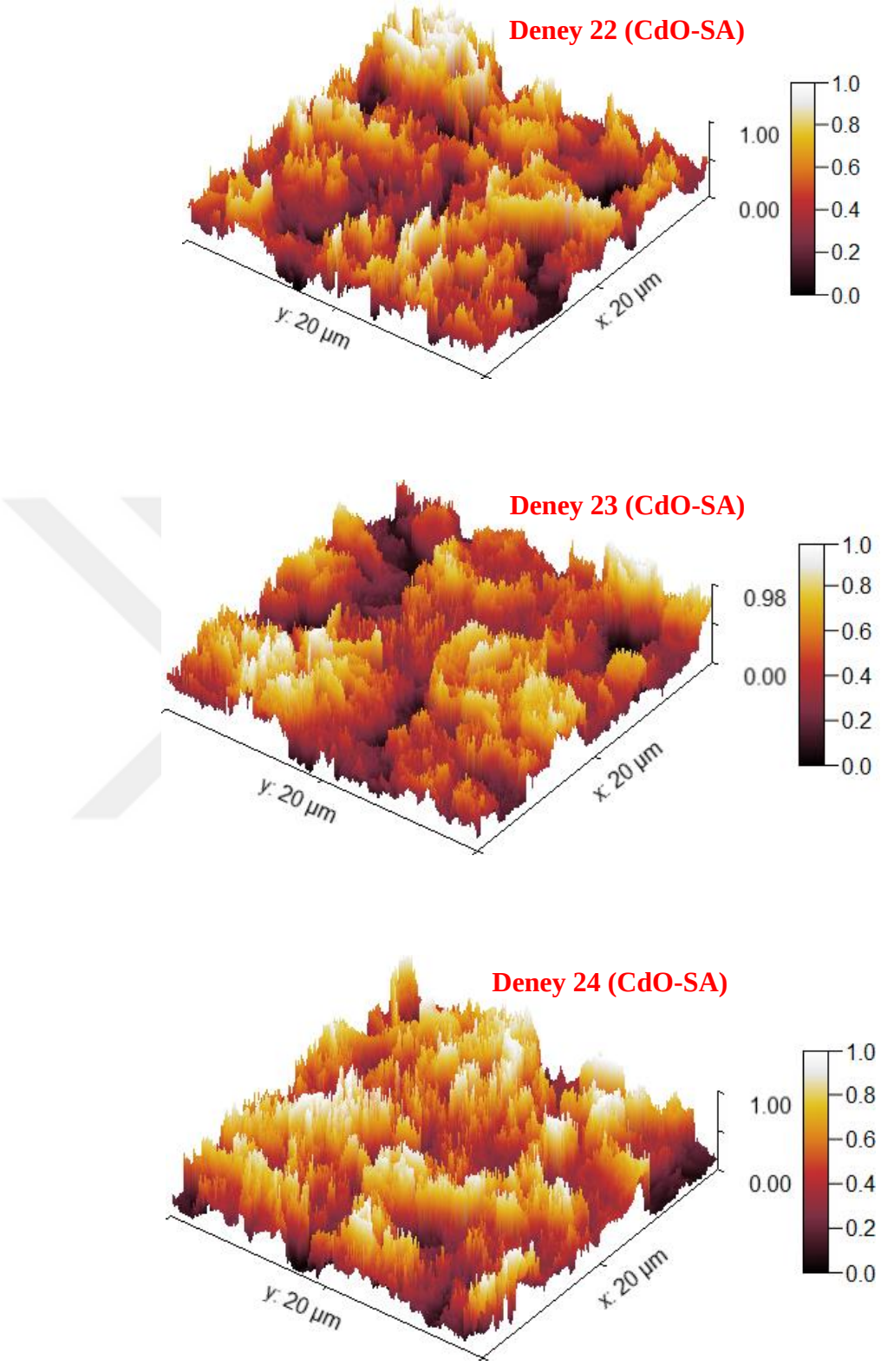
Çizelge 4.6. CdO yarıiletken ince filmler için belirlenen parametre kombinasyonlarında elde edilen tahmini ve deneysel değerler.

		Parametre kombinasyonu			Yanıtlar		Hata
Deney		pH	Tavlama sıcaklığı (°C)	Stearik asitte bekletme süresi (saat)	Tahmini	Deneysel	Bağıl Hata (%)
Deney 22	Rq (nm)	11.3	455.0	5.7	183.6	179.5	2.3
	WCA (degree)	11.3	455.0	5.7	145.95	151.99	4.0
Deney 23	Rq (nm)	11.0	350.0	2.5	178.5	173.6	2.8
	WCA (degree)	11.0	350.0	2.5	149.63	154.79	3.3
Deney 24	Rq (nm)	10.8	420.0	4.2	181.2	190.1	4.7
	WCA (degree)	10.8	420.0	4.2	147.27	148.38	0.7

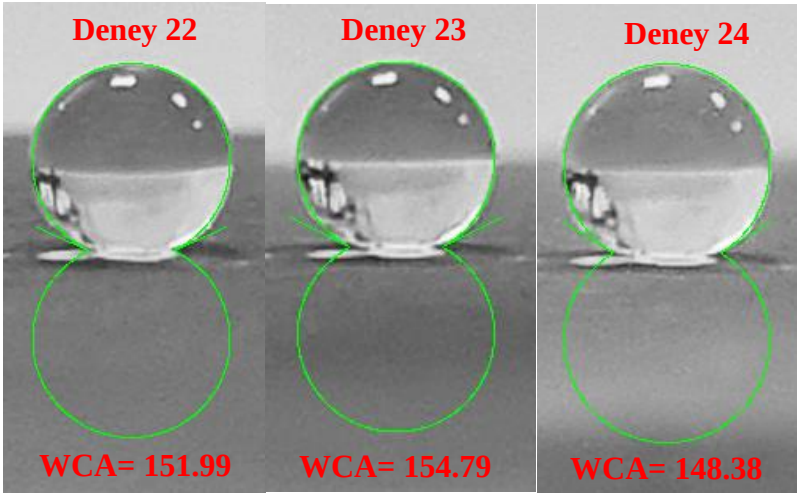
Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin sentezi için belirlenen farklı pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi koşullarında cam altlık üzerine kaplanmış kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin SEM resimleri, SPM görüntüleri ve su temas açısı görüntüleri sırasıyla Şekil 4.15, Şekil 4.16 ve Şekil 4.17’ de gösterilmiştir.



Şekil 4.15. Farklı parametre koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunelerinin SEM görüntüleri



Şekil 4.16. Farklı parametre koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunelerinin SPM görüntüleri



Şekil 4.17. Farklı parametre koşullarda üretilen CdO yarıiletken ince film numunelerinin su temas açısı görüntüleri

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin sentezine yönelik pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi parametreleri yanıt yüzey analizi ve üç faktörlü beş seviyeli merkezi kompozit dizayn tasarımı kullanılarak optimize edilmiş ve karakterizasyonu yapılmıştır.

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin senteziyle ilgili kemometrik optimizasyon çalışmasında kullanılan deneysel çıktılar Rq ile WCA' nın sırasıyla 168,1 nm ile 215,9 nm ve 145,12° derece ile 155,73° aralığında değerler aldığı gözlenmiştir. SILAR metoduyla sentezlenen kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin RMS pürüzlülüğü ile su temas açısı değerlerini tahmin etmek için ikinci dereceden model denklemleri geliştirilerek uygunluğu ANOVA analizi ile belirlenmiştir.

CdO ince filmlerin Rq ve WCA değerlerinin bağımsız değişkenlerden hangi oranda etkilendiği yanıt yüzey grafikleri ile değerlendirilmiştir. Yanıt yüzey grafiklerinde pH' nın Rq değerinin değişiminde önemli bir etkiye sahip olduğu belirlenmiştir.

Su temas açısı değerinin sırasıyla pH-tavlama sıcaklığı, pH-stearik asitte bekletme süresi ve tavlama sıcaklığı-stearik asitte bekletme süresi parametreleriyle çizilen yanıt yüzey grafiklerinde tavlama sıcaklığının düşük olduğu bölgelerde pH değerindeki artışların su temas açısında artışa neden olduğu, tavlama sıcaklığının yüksek olduğu bölgelerde ise pH değerindeki artışın su temas açısı değerinde bir miktar azalmaya neden olduğu gözlenmiştir. Su temas açısı değerindeki değişim tavlama sıcaklığındaki artış yönünden değerlendirildiğinde ise düşük pH değerlerinde WCA değerinin artış eğiliminde olduğu, yüksek pH değerlerinde ise WCA değerinin düşüş eğiliminde olduğu görülmüştür.

Merkezi kompozit dizayn tasarımı ile oluşturulan deneysel dizayn tablosunda belirlenen koşullarda sentezlenmiş CdO yarıiletken ince filmlerin yüzey görüntülerinden kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin cam altlıklar üzerine tamamen kaplandığı ve homojenliği yüksek yüzey morfolojisinin oluştuğu belirlenmiştir.

Substrat üzerine kaplanmış nanoyapıların ıslanabilirlik özellikleri incelenmiş ve suyun tüm CdO ince film numunelerinde damla formunu aldığı gözlenmiştir. Sentezlenen kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerden 1, 2, 3, 4, 6, 10, 11 ve 13 nolu numunelerin süperhidrofobik davranış gösterdiği tespit edilmiştir.

Kadmiyum oksit yarıiletken ince filmlerin sentezine yönelik optimum parametre değerleri hesaplanmış ve Rq değerleriyle oluşturulan model tarafından belirlenen optimum değerler pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi için sırasıyla 10.5, 388.5°C ve 2.1 saat olarak belirlenmiştir. WCA değerleriyle oluşturulan model tarafından pH, tavlama sıcaklığı ve stearik asitte bekletme süresi için belirlenen optimum değerler ise sırasıyla 10,6; 408,9°C ve 2,6 saat olarak hesaplanmıştır. Rq değerleriyle oluşturulan model tarafından tahmin edilen pürüzlülük değeri 193,3 nm iken deneysel olarak 189,1 nm değeri elde edilmiştir. WCA değerleriyle oluşturulan model tarafından tahmin edilen su temas açısı değeri ise 150,28° iken deneysel olarak 151,15° olarak belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

Assumpta, C., Nwanya, P.R., Deshmukh Rose, U.O., Malik, M., Lokhande, C.D. and Fabian, I.E., 2015. Synthesis, characterization and gas-sensing properties of SILAR deposited ZnO-CdO nano-composite thin film. **Sensors and Actuators B**. 206, 671–678.

Chandiramouli, R. and Jeyaprakash, B.G., 2013. Review of CdO thin films. **Solid State Sciences**. 16, 102-110.

Das, M.R. and Mitra, P., 2017. Influence of Mn incorporation on ionic conductivity and dielectric relaxation process in CBD synthesized CdO thin films. **Journal of Alloys and Compounds**. 724, 614-624.

Desai, S.P., Suryawanshi, M.P., Gaikwad, M.A., Mane, A.A., Kim, J.H. and Moholkar, A.V., 2017. Investigations on the thickness dependent structural, morphological, and optoelectronic properties of sprayed cadmium based transparent conducting oxide. **Thin Solid Films**. 628, 196–202.

Dhawale, D.S., More, A.M., Latthe, S.S., Rajpure, K.Y. and Lokhande, C.D., 2008. Room Temperature Synthesis and Characterization of CdO Nanowires by Chemical Bath Deposition (CBD) Method. **Applied Surface Science**. 254, 3269-3273.

Gokul, B., Matheswaran, P. and Sathyamoorthy, R., 2013. Influence of Annealing on Physical Properties of CdO Thin Films Prepared by SILAR Method. **Journal of Materials Science & Technology**. 17-21.

Gökalp, G., 2022. SILAR Yöntemi ile Hazırlanan CdO İnce Filmlerin Fiziksel Özelliklerinin Araştırılması. **Adıyaman Üniversitesi. Lisansüstü Eğitim Enstitüsü,** Fizik Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Adıyaman, 83 sayfa.

İskenderoğlu, D., Güney, H., Güldüren, M.E. and Albayrak, M., 2022. A comprehensive study on SILAR grown cobalt doped CdO thin films. **Optik- International Journal for Light and Electron Optics**. 254, 168658.

Jambure, S.B. and Lokhande, C.D., 2013. Photoelectrochemical solar cells with chemically grown CdO rice grains on flexible stainless steel substrates. **Materials Letters**. 106, 133–136.

Kamble, A.S., Pawar, R.C., Tarwal, N.L., More, L.D. and Patil, P.S., 2011. Ethanol sensing properties of chemo synthesized CdO nanowires and nanowalls. **Materials Letters**. 65, 1488-1491.

Kasirajan, K., Nancy Anna Anasthasiya, A., Aldossary, O.M., Ubaidullah, M. and Karunakaran, M., 2021. Structural, morphological, optical and enhanced photodetectionactivities of CdO films: An effect of Mn doping. **Sensors and Actuators A**. 319, 112531.

Pawar, S.M., Pawar, B.S., Kim, J.H., Oh-Shim Joo and Lokhande, C.D., 2011. Recent status of chemical bath deposited metal chalcogenide and metal oxide thin films. **Current Applied Physics**. 11, 117-161.

Pedanekar, R.S., Shaikh, S.K.and Rajpure, K.Y., 2020. Thin film photocatalysis for environmental remediation: A status review. **Current Applied Physics**. 20, 931-952.

Prakash, T., Ranjith Kumar, E., Murugesan, D., Alkhamis, K., Al-Ahmed, Z.A., Saad, F. Mersal, G.A.M. and El-Metwaly. N.M. 2021. Surfactant effects on structural, optical and morphological characteristics of microwave irradiated CdO nanostructures. **Ceramics International** 47, 27274-27284.

Rashidzadeh, M., Carbajal-Franco, G. and Tiburcio-Silver, A., 2015. Nanoparticulated hydrophobic CdO coatings deposited by microwave procedure. **Micro & Nano Letters**. 653–656

Rashidzadeh, M., Carbajal-Franco, G. and Tiburcio-Silver, A., 2016. Hydrophobic Coatings Composed by Cubic-Shaped CdO Nanoparticles Grown by a Novel and Simple Microwave Method. **Journal of Nanoparticles**. 1-6.

Salunkhe, R.R. and Lokhande, C.D., 2008. Effect of film thickness on liquefied petroleum gas (LPG) sensing properties of SILAR deposited CdO thin films. **Sensors and Actuators B**. 129, 345–351.

Salunkhe, R.R., Dhawale, D.S., Gujar, T.P. and Lokhande, C.D., 2009. Structural, electrical and optical studies of SILAR deposited cadmium oxide thin films: Annealing effect. **Materials Research Bulletin**. 44, 364–368.

Salunkhe, R.R., Shinde, V.R. and Lokhande, C.D., 2008. Liquefied petroleumgas (LPG) sensing properties of nanocrystalline CdO thin films prepared by chemicalroute: Effect of molarities of precursor solution. **Sensors and Actuators B**. 133, 296-301.

Sankarasubramanian, K., Sampath, M., Archana, J., Sethuraman, K., Ramamurthi, K. and Hayakawa, Y., 2015. Influence of substrate temperature on ethanol sensing properties of CdO thin films prepared by facile spray pyrolysis method. **J Mater Sci: Mater Electron**. 26, 955–961.

Sankarasubramanian, K., Soundarrajan, P., Sethuraman, K., Ramesh Babu, R. and Ramamurthi, K., 2014. Structural, optical and electrical properties of transparent conducting hydrophobic cadmium oxide thin films prepared by spray pyrolysis technique. **Superlattices and Microstructures**. 69, 29–37.

Yücel, E. and Yücel, Y., 2015. Optimization of zinc sulfide thin film coating process using response surface methodology. **J Mater Sci: Mater Electron**. 26, 196-203.

Yücel, E., Güler, N. and Yücel, Y., 2014. Optimization of deposition conditions of CdS thin films using response surface methodology. **Journal of Alloys and Compounds**. 589, 207–212.

Yücel, E., Yücel, Y. and Beleli, B., 2015. Optimization of synthesis conditions of PbS thin films grown by chemical bath deposition using response surface methodology. **Journal of Alloys and Compounds.** 642, 63-69.

Yücel, E., Yücel, Y. and Beleli, B., 2015. Process optimization of deposition conditions of PbS thin films grown by successive ionic layer adsorption and reaction (SILAR) method using response surface methodology. **Journal of Crystal Growth**. 422, 1-7.

Yücel, E., Yücel, Y. and Gökhan, D., 2015. Computer assisted optimization of copper sulphide thin film coating parameters on glass substrates. **Applied Surface Science**. 351, 904–910.

Yücel, Y., Yücel, E. and Gökhan, D., 2015. Optimization and modelling of preparation conditions of CuS thin films deposited by successive ionic layer adsorption and reaction (SILAR) method using response surface methodology. **J Mater Sci: Mater Electron**. 26, 4105-4112.