



COATING TiO₂ FILM USING THE SPIN METHOD OF AISI 304 STAINLESS STEEL AND INVESTIGATION OF THE STRUCTURAL PROPERTIES

Hatice Varol Özkavak^{*1}, Hatice Asıl Uğurlu²

¹Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, TBMYO, Mak. ve Met. Tek. Böl., Isparta, Türkiye

²Isparta Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Isparta OSB Meslek Yüksekokulu, Mak. ve Met. Tek. Böl., Isparta, Türkiye

Abstract

Original scientific paper

In this study, TiO₂ ceramic oxide film with good passivity, low conductivity and good tribological properties was coated on stainless steel (AISI 304) material by sol gel spin coating method. The effect of annealing temperature and time on the structure of the coated TiO₂ films was investigated. Ethyl acetoacetate (EAcAc), ethanol and as titanium source Tetra-n-butyl orthotitanate (TBT) was used for the coating process. In the TiO₂ thin film coating process, 2600 rpm was chosen as the spin rotation speed. In order to examine the effect of annealing time and temperature on the coating structure, annealing was applied at treatment times of 1 and 1.5 hours and at processing temperatures of 500 °C, 600 °C, 700 °C. The structural properties of the coatings were investigated by X-Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM) analysis. It was determined that the peaks obtained according to the analyzes were in the anatase and rutile phases. When the XRD results were examined, it was seen that the dominant peak was the Rutile (210) phase at all temperatures and times. In addition, parameters such as crystal size (*D*), dislocation density (δ) and strain (ϵ) were determined for the R(210) phase from XRD analysis. After the study, SEM analyzes were determined that the annealing temperature and time changed the surface morphology.

Keywords: Annealing temperature, annealing time, spin coating, thin films, TiO₂.

AISI 304 PASLANMAZ ÇELİĞİN SPİN YÖNTEMİ KULLANILARAK TiO₂ FİLMİ İLE KAPLANMASI VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Özet

Orijinal bilimsel makale

Bu çalışmada iyi pasiflik, düşük iletkenlik ve iyi tribolojik özelliklere sahip TiO₂ seramik oksit filmi sol jel spin kaplama yöntemi ile paslanmaz çelik (AISI 304) malzemesi kaplanmıştır. Kaplanan TiO₂ filmlerin yapısına tavlama sıcaklığı ve süresinin etkisi incelenmiştir. Kaplama işlemi için Ethyl acetoacetate (EAcAc), etanol ve titanium kaynağı olarak Tetra-n-butyl orthotitanate (TBT) kullanılmıştır. TiO₂ ince film kaplama işleminde spin döndürme hızı olarak 2600 dev/dak seçilmiştir. Tavlama süresi ve sıcaklığının kaplama yapısına etkisini incelemek amacıyla 1 ve 1,5 h işlem sürelerinde ve 500, 600, 700 °C işlem sıcaklıklarında tavlama uygulanmıştır. Yapılan kaplamaların yapısal özellikleri X-Işınları Difraktometresi (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizleri ile incelenmiştir. Yapılan analizlere göre elde edilen piklerin anataz ve rutile fazında olduğu belirlenmiştir. XRD sonuçları incelendiğinde bütün sıcaklıklarda ve sürelerde baskın pikin Rutile (210) fazı olduğu görülmüştür. Ayrıca XRD analizlerinden R(210) fazı için kristal boyutu (*D*), dislokasyon yoğunluğu (δ) ve gerinim (ϵ) gibi parametreler belirlenmiştir. Çalışma sonrasında tavlama sıcaklığı ve süresinin yüzey morfolojisini değiştirdiği SEM analizleri ile belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: İnce film, Spin kaplama, tavlama sıcaklığı, tavlama süresi, TiO₂.

1 Giriş

Korozyon ve aşınma metallerin kullanıldığı endüstri ve mühendislik uygulamalarında dikkat çeken bir konudur. Korozyon ve aşınma makine parçaları için hasarın temel nedeni olarak gösterilebilir. Bu nedenle metallerin olumsuz etkilerden korunmaları önem arz etmektedir. Hasarın önlenmesinin yanı sıra enerji tasarrufu ve ekonomik kazanç anlamında da bu hasar

mekanizmalarının ortadan kaldırılması önemlidir. AISI 304 paslanmaz çeliği korozyon direnci, mekanik dayanım ve süneklilik gibi üstün özelliklerinden dolayı çeşitli endüstrilerde, özellikle gıda ekipmanı ve makineleri alanında yaygın olarak kullanılmaktadır [1, 2]. Bu kadar üstün özelliklere sahip AISI 304 paslanmaz çeliği yüksek korozyon ve mekanik hasara neden olacak çevrelere maruz kalmakta ve hasara uğramaktadır [1]. Gıda endüstrisi başta olmak üzere birçok alanda kullanılan AISI

* Corresponding author.

E-mail address: haticevarol@isparta.edu.tr (H. Varol Özkavak)

Received 09 February 2022; Received in revised form 29 March 2022; Accepted 09 May 2022

2587-1943 | © 2022 IJIEA. All rights reserved.

Doi: <https://doi.org/10.46460/ijiea.1070575>

304 çelik malzemenin korozyondan korunması amacıyla yüzey koruma teknolojileri kullanılmaktadır [3]. Çalışmalarda yaygın olarak kullanılan yüzey koruma teknolojileri termal sprey [4], magnetron sprey [5] ve sol jel spin kaplama yöntemleridir [6]. Sol jel yöntemi etkili ve ekonomik kaplama üretmeyi sağlayan kaplama yöntemi olarak bilinmektedir [7]. Bu yöntem ihtiyaç duyulan ekipmanın basit olması, değişik kompozisyonlarda ve kimyasal özelliklerde kaplama yapılıp elverişli olması ve metal yüzeylere iyi tutunma özelliği göstermesi nedeniyle diğer yöntemlere göre avantajlıdır [8-10].

Seramik oksitlerden olan Titanyum oksitler birçok endüstriyel uygulamada iyi pasiflik, düşük iletkenlik veya yalıtım ile iyi tribolojik özelliklere sahip olmasından dolayı yaygın kullanım alanı bulmuştur. Aynı zamanda elektronik endüstrisinde de TiO₂ filmleri yüksek termal kararlılık, geniş bant aralığı, yüksek kırılma indisi ve düşük kaçak akım gibi özelliklerinden dolayı elektriksel ve optik cihazların verimliliğini artırmak için potansiyel bir adaydır [11].

Fotokimyasal güneş hücreleri [12, 13], fotokataliz [14, 15], süperhidrofilik malzemeler [16, 17] gibi alanlarda Titanyum oksitle kaplamalara başvurulmaktadır. Fotokatalitik özelliğinden dolayı titanyum filmler çelik üzerine kaplamada sürekli kullanılmaktadır. Bunun yanında TiO₂ yüksek mekanik dayanım, düşük elektrik iletkenliği ve mükemmel kimyasal stabilite ve biyo uyumluluğa sahiptir [8]. Ayrıca TiO₂ AISI 304 paslanmaz çelik [18] AISI 316L paslanmaz çelik [19], magnezyum alaşımları [20] ve titanyum alaşımları [21] gibi malzemeler üzerine aşınma ve korozyon direncini korumak amacıyla sol jel, plazma elektrolitik oksidasyon, elektrodeposition gibi kaplama yöntemleri kullanılarak uygulanır [20]. Tüm bu özelliklerinden dolayı metal oksit grubunda yer alan TiO₂'in ince filmlerini hazırlama ve karakterizasyonu önem kazanmıştır. Bu alanda yapılan çalışmalar incelendiğinde kaplama karakterizasyonu için genellikle cam altlık kullanılmış, çelik üzerine yapılan ince film kaplamaların karakterizasyonu ele alınmamıştır.

Tablo 1. AISI 304 malzemesinin kimyasal bileşimi.

Element	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Fe
%	%0,08 max	%2,0 max	%0,045 max	%0,03 max	%0,75 max	%18-20	%18-20	Balance

AISI 304 çelik üzerine TiO₂ filmi kaplamak için sol-jel spin yöntemi kullanılmıştır. Kaplama işlemi için 2600 dev/dak ve 30 saniye süreli kaplama işlemi yapıldıktan sonra amacı çözüldüdeki etanolün buharlaştırılması olan kurutma işlemi 100 °C'de uygulanmıştır. Daha sonra numunelere 120 °C'de 1 h ısıtma işlemi uygulanmıştır. Bu işlemlerden sonra numuneler tavlama işlem sıcaklığı ve süresinin etkisini belirlemek amacıyla farklı tavlama sıcaklıklarında (500, 600 ve 700 °C) ve farklı tavlama sürelerinde (1h ve 1,5h) tavlama işlemine tabi tutulmuşlardır.

Kaplama işlemi sonrasında kaplama karakteristiğini belirlemek amacıyla FEI QUANTA FEG 250 tip SEM cihazı ile BRUKER D8 ADVANCE TWIN-TWIN tip XRD cihazı kullanılmıştır. XRD analizlerinde diğer çalışmalardan farklı olarak daha geniş (20°-90°) çalışma aralığı tercih edilmiştir. Çalışma için hazırlanan kaplamaların faz ve kristal yapısını belirlemek amacıyla

Bu çalışmada AISI 304 paslanmaz çelik üzerine farklı tavlama sıcaklığı ve süresi uygulanarak TiO₂ ince film kaplanmış ve yapılan kaplamaların yapısal özellikleri incelenmiştir. Böylelikle diğer çalışmalardan farklı olarak tavlama sıcaklığı ve süresinin kaplama karakteristiğine etkisi belirlenmiştir.

2 Materyal Metot

Bu çalışmada alt malzeme olarak 10x10x2 mm boyutlarında AISI 304 paslanmaz çelik seçilmiştir. Seçilen malzemelerin kimyasal özellikleri Tablo 1'de verilmektedir. Kaplama öncesi alt malzeme yüzey hazırlığı yapılarak kaplamanın yüzeye tutunmasının artırılması amaçlanmıştır. Alt malzeme hazırlığı için öncelikle numunelerin yapışma kabiliyetini artırmak amacıyla 30:70 oranında H₂O₂:HNO₃ hazırlanmış çözeltiye 30 saniye daldırılır. Daha sonra yüzeyler 15 dakika boyunca aseton ile ultrasonik olarak temizlenir. Böylelikle yüzey kir, toz, yağ vb yabancı maddelerden arındırılmış olur. Son olarak alt malzemeler deiyonize suda 15 dakika tutulur ve kurutularak kaplamaya hazır hale getirilir.

Çalışmada kaplama malzemesi olarak çözelti hazırlanmıştır. Çözelti hazırlığında titanyum kaynağı olarak Sigma-Aldrich firmasından temin edilmiş Tetra-n-butyl orthotitanate (TBT), etanol ve asetik asit malzemeleri kullanılmıştır. Çalışma için hacimce 20:1(etanol:TBT) çözeltisi hazırlanmıştır. Çözelti hazırlığına 15mL etanol behere alınır ve üzerine 0,5 mL asetik asit damlatılır ve manyetik karıştırıcıda 10 dakika boyunca karıştırılır. Daha sonra behere 35 mL etanol ilave edilerek karıştırılmaya devam edilir. Karıştırılan bu çözelti içerisine 2,5 mL TBT yavaş yavaş ilave edilerek oda sıcaklığında 1 h boyunca karıştırılmaya devam edilir [22]. Hazırlanan bu çözeltiye pH ayarını sağlamak amacıyla 1:0,2 oranında TBT: HNO₃ eklenerek 1 h daha karıştırılmıştır. Karıştırılan çözeltinin yaşlanabilmesi için 1 gün bekletilir ve kaplama işlemine hazır hale getirilir.

XRD incelemeleri ile kristal boyutu belirlenmiştir. Kristal boyutu belirlemek için Eşitlik 1'de verilen Debye-Scherrer eşitliği kullanılmıştır [23].

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

Eşitlik 1'de θ Bragg açısını, β ilgili kristal yönü için radyan biriminden yarı pik genişliğini (FWHM) ve λ ise kullanılan ışının dalga boyunu ($\lambda K\alpha$ (Cu) = 1,5406Å) ifade etmektedir. Kristal yapıyı oluşturan en küçük yapı taşı birim hücredir. Kusurlar birim hücrenin bir düzen boyunca dizilmesini engellemektedir. Bir kristalde bulunan dislokasyon yoğunluğu (δ) Eşitlik 2 kullanılarak hesaplanabilen bir büyüklüktür [24].

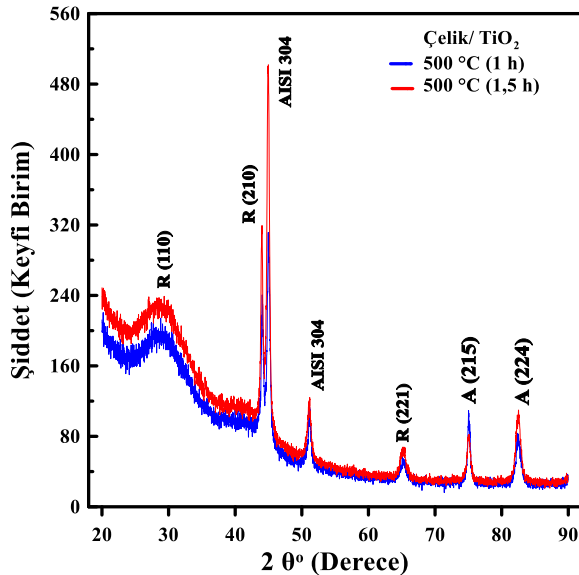
$$\delta = 1/D^2 \quad (2)$$

Buradaki D; kristal boyutudur. Dislokasyon yoğunluğu malzemenin kristalleşmesini ifade etmektedir. Kusur yoğunluğu azaldıkça iyi kristal yapı malzemeler oluşur. Ayrıca çalışmada dislokasyonların meydana getirdiği gerilmeler de hesaplanmıştır. Gerilmeler aynı zamanda kaplama sırasında meydana gelen termal daralmalar ve faz oluşumunun neden olduğu plastik deformasyondan kaynaklanmaktadır [25]. Gerilme (ϵ) hesabı için Eşitlik 3 kullanılmıştır [23].

$$\epsilon = \beta / 4 \tan \theta \quad (3)$$

3 Sonuçlar

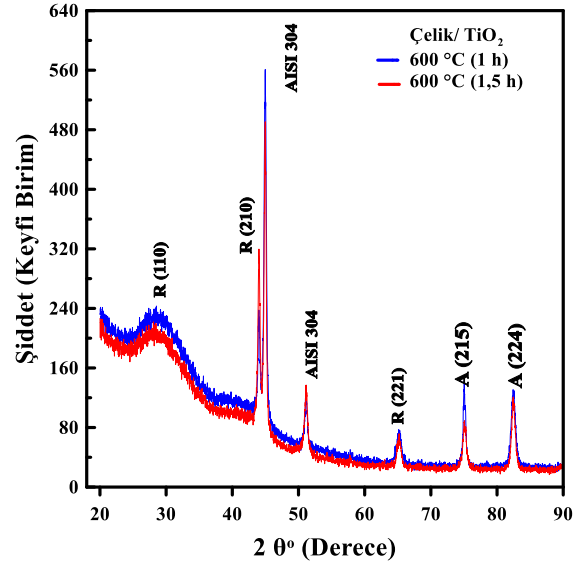
TiO₂ ince filmleri 304 paslanmaz çelik üzerine spin kaplama yöntemiyle kaplanmıştır. Tavlama sıcaklığı olarak 500, 600 ve 700 °C ve tavlama işlem süresi olarak ise 1 ve 1,5 h seçilmiştir. Her bir tavlama sıcaklığı ve tavlama süresi uygulanarak kaplanmış numunelerin faz ve kristal yapısını belirlemek amacıyla XRD incelemeleri yapılmıştır. 500 °C sıcaklığında 1 ve 1,5 h tavlama yapılan TiO₂ kaplanmış paslanmaz çeliğe ait XRD analizleri Şekil 1'de verilmektedir. Şekil 1 incelendiğinde TiO₂ filmlerinin Rutile ve Anataz yapıda piklerinin olduğu ancak Rutile pikinin daha baskın olduğu gözlenmiştir. Numuneden elde edilen Rutile fazı International Centre for Diffraction Data'ya ait JCPDS card no. 21-1276 ile benzer sonuçlar elde edilmiştir. Bundan dolayı büyütülmüş TiO₂ ince filmi, tercihli yönelimi olarak Rutile (210) sahip kristal davranışı sergiler. Kumar ve ark. (2018) yaptıkları çalışmada Si üzerine TiO₂ ince filmlerini darbeli katman biriktirme tekniği (pulsed layer) ile kaplamışlar. XRD grafiklerinde 27,01° ve 44,65° açı (2 θ) değerlerinde 2 pik görülmüş ve baskın piki Rutile (210) olarak bulmuşlardır [11].



Şekil 1. 500 °C'de 1 h ve 1,5 h tavlanan TiO₂ filmlerin XRD grafiği.

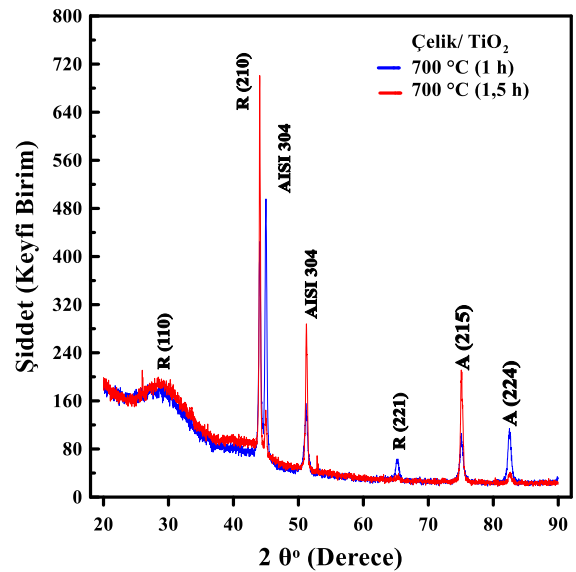
Tavlama sıcaklığının sabit tutularak tavlama süresinin artırıldığı numunelerin XRD analizlerinde tavlama süresinin artmasıyla birlikte baskın olan Rutile (210) pikinin ve diğer piklerin arttığı buna karşın Anataz (215) pikinin azaldığı belirlenmiştir

600 °C sıcaklığında 1 ve 1,5 h tavlama yapılan TiO₂ kaplanmış filmin XRD grafiği Şekil 2'de verilmiştir. Bu numunelerde süreye bağlı olarak pik şiddetleri değişmiştir. Tavlama süresinin artmasıyla birlikte A (215) pikinde azalma meydana gelirken; diğer piklerde artış olduğu belirlenmiştir.



Şekil 2. 600 °C'de 1 h ve 1,5 h tavlanan TiO₂ filmlerin XRD grafiği.

Şekil 3'te 700 °C'de tavlama işlemi uygulanmış numunelere ait XRD analizlerine ait grafik verilmektedir. Şekil 3 incelendiğinde baskın piklerin R (210) ve A (215) pikleri olduğu açıkça görülmektedir. Tavlama işlem süresinin artırılması ile birlikte baskın olan bu pikler artarken, R(221) ve A(224) piklerinin kaybolduğu belirlenmiştir. Baskın olan R (210) pikinin şiddeti ve keskinliğinin artmış olması 700 °C sıcaklıkta ve 1,5 h'lik sürede kristalleşmenin iyi olduğunun bir göstergesidir [26].



Şekil 3. 700 °C'de 1 h ve 1,5 h tavlanan TiO₂ filmlerin XRD grafiği.

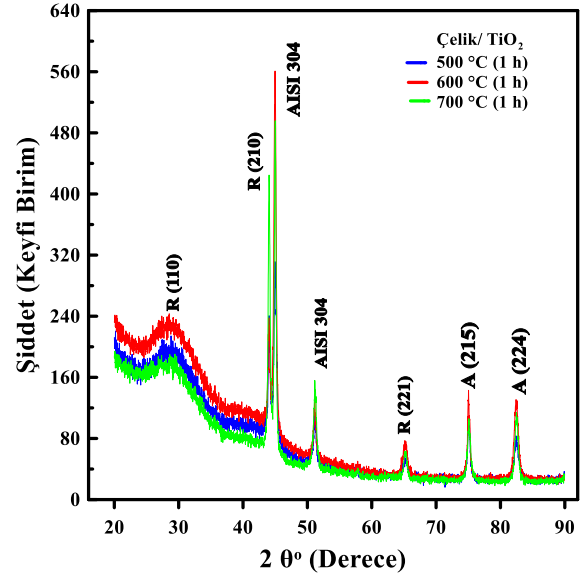
Şekil 4'te farklı sıcaklıklarda 1 h süreyle tavlama işlemi uygulanan TiO₂ filmlerin XRD grafiği verilmektedir. Her bir işlem sıcaklığı için en baskın pikin R (210) yöneliminde olduğu açıkça görülmektedir. Bu

fazın ve yönelimin yanında R (221), A (215) ve A (224) fazları da gözlemlenmiştir. Bu fazların elde edilebilmesi ancak XRD analizlerinde açılı aralığının geniş seçilmesinde mümkün olmaktadır. Bu nedenle bu açıdan çalışma literatüre katkı sağlamaktadır. 1 h'lik tavlama süresinde en baskın pikin 700 °C sıcaklıkta elde edildiği görülmektedir. Bu durum tavlama sıcaklığının etkisini göstermekte olup; tavlama sıcaklığının artmasıyla kaplama filmlerinin kristalliklerinde artış olduğunu göstermektedir [27].

Sekhar ve ark. (2013) TiO₂ filmini kaplamak için magnetron sputtering yöntemini kullanmışlar ve 400- 700 °C aralığında tavlama işlemi uygulayarak tavlama sıcaklığının artması ile kristal boyutunun arttığını görmüşlerdir.

Çalışmada ayrıca yapılan kaplamaların kristal boyutu ve gerinme hesaplamaları yapılmıştır. Kaplanan TiO₂ filmlerin kristal boyutunu (D) belirlemek için Debye-Scherrer formülü (Eşitlik 1) kullanılmıştır. Bu eşitlik kullanılarak elde edilen veriler Tablo 2'de verilmiştir. Tablo 2'de verilen 2θ değeri XRD grafiğindeki açılı; d_{hkl} değeri ise Rutile ve Anataz yönelimindeki düzlemler arası mesafeyi ve FWHM ifadesi ise kristal yönü için radyan biriminde yarı pik genişliği değeri olup tanecik boyutu hesaplamada kullanılmaktadır. Tablo 2 incelendiğinde tanecik boyutunun 500 °C tavlama sıcaklığında ve 1 h tavlama işlem süresinde 263,83 Å elde edilirken; tavlama süresi 1,5 h çıkarıldığında tane boyutu 232,28 Å'a düşmüştür. 600 °C'de tavlama süresine bağlı olarak aynı süre artışı uygulandığında

224,58 Å'dan 208,63Å'a düşmüştür. 700 °C'de bu durum tam ters şekilde meydana gelmiştir. Tavlama işlem süresinin artmasıyla tane boyutu 231,92 Å'dan 363,07 Å'a yükselmiştir. Tane boyutunun artmasıyla ve piklerin şiddeti yükselmesiyle kristalleşmede iyileşme meydana gelmektedir [26]. 700 °C'de pik şiddetleri diğerlerine göre daha yüksek elde edilmiş olup tane boyutunda da benzer durum gözlemlenmiştir.



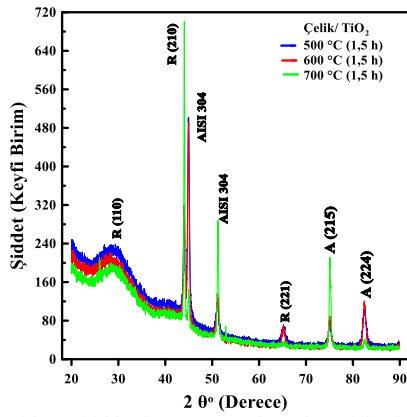
Şekil 4. Farklı sıcaklıklarda 1 h süreyle tavlama işlemi uygulanan TiO₂ filmlerin XRD grafiği.

Tablo 2. TiO₂ filmlerinin 2θ, d, I/I₀, D değerleri.

	TiO ₂	2θ	d-(Å)	FWHM	D (Å)
500 °C	Rutile (210)	44,04	2,055	0,325	263,82
	Rutile (221)	65,07	1,4326	1,17	84,48
	Anataz (215)	75,02	1,2653	0,53	189,01
	Anataz (224)	82,4	1,1697	0,926	114,13
	Rutile (210)	44,02	2,056	0,369	232,28
	Rutile (221)	65,19	1,4302	1,07	88,17
1,5 h	Anataz (215)	75,05	1,2649	0,647	154,88
	Anataz (224)	82,52	1,1682	0,91	116,25
	Rutile (210)	44,01	2,056	0,382	224,58
600 °C	Rutile (221)	65,14	1,4313	0,931	101,33
	Anataz (215)	75,03	1,2651	0,507	197,78
	Anataz (224)	82,42	1,1695	0,815	129,64
	Rutile (210)	44,02	2,056	0,411	208,63
	Rutile (221)	65,19	1,4302	0,715	132,01
	Anataz (215)	75,08	1,2645	0,686	146,12
1,5 h	Anataz (224)	82,44	1,1691	0,692	152,75
	Rutile (210)	44,04	2,055	0,370	231,92
	Rutile (221)	65,3	1,4281	0,646	146,14
700 °C	Anataz (215)	75,09	1,2643	0,651	153,97
	Anataz (224)	82,48	1,1688	0,648	163,20
	Rutile (210)	44,04	2,055	0,236	363,07
	Anataz (215)	75,07	1,2647	0,446	224,78
	Anataz (224)	82,52	1,1682	0,584	181,05

Tavlama sıcaklığının yanında tavlama işlem süresinin etkisini belirlemek amacıyla kaplanmış numunelere 1,5 h süre boyunca tavlama işlemi uygulanmıştır. Farklı sıcaklıklarda 1,5 h süreyle tavlama

işlemi uygulanan TiO₂ filmlerin XRD grafiği ise Şekil 5'te verilmektedir. Tavlama işlem süresinin artmasıyla R(210) ve A(215) piklerinin 1 h tavlama işlem süresine göre daha baskın olduğu belirlenmiştir.



Şekil 5. Farklı sıcaklıklarda 1,5 h süreyle tavlama işlemi uygulanan TiO₂ filmlerin XRD grafiği.

Kristal yapıyı oluşturan birim hücrenin periyodikliği kusurlar ve kirlilikler nedeniyle bozulmaktadır. Dislokasyonlar, kristalin bir kısmındaki kafesin başka bir kısma göre yanlış eşleşmesi ile ilişkili kusurlardır. Dislokasyonun varlığı, malzemelerin birçok özelliğini güçlü bir şekilde etkiler. Dislokasyon oluşumu, homojen çekirdeklenme, tane sınırı başlangıcı, örgü ve yüzey arasındaki ara yüz, çökeltiler, dağılmış fazlar gibi mekanizmalar tarafından oluşturulur [25]. Dislokasyon yoğunluğu, kristalin birim hacmi başına dislokasyon çizgilerinin uzunluğudur. Kristalin sahip olduğu

dislokasyon yoğunluğu (δ) malzemenin kristalleşmesi hakkında bilgi verir ve dislokasyon yoğunluğunun az olması kristal yapıdaki kusurların azaldığının ve malzemenin kristalleşmesinin iyi olduğunu göstermektedir [25]. Bu çalışma için dislokasyon yoğunluğu Eşitlik 2 kullanılarak hesaplanmıştır. XRD analizleri kullanılarak hesaplanan R (210) fazdaki TiO₂ filmlerin dislokasyon yoğunluk değerleri Tablo 3'te verilmiştir. 500 ve 600 °C'de tavlama filmlerin tavlama süresinin artması ile dislokasyon yoğunluğu artmıştır. 700 °C'de tavlama filmlerin dislokasyon yoğunluğu artan süreye göre azalmıştır. Tavlama ile birlikte dislokasyon içeren toparlanmış taneler tamamen kaybolur ve yeni tanelerin çekirdeklenmesi başlar. Çekirdeklenme genelde tane sınırlarında ve hataların olduğu bölgelerde meydana gelir. Toparlanmış tane içindeki dislokasyonlar bu bölgelerde birikirler. Yeniden kristalleşen taneler tavlama sıcaklığı ile difüzyon imkanı bularak büyürler [28]. Tanelerde meydana gelen büyüme miktarı tavlama sıcaklığı ve süresi ile artmaktadır. Tavlama süresi arttıkça kristal yapıdaki dislokasyon yoğunluğu azalır. Dislokasyon yoğunluğundaki azalma, daha düzenli bir kristal yapı oluşumuna karşılık gelir [29]. Bundan dolayı 700 °C'de tavlama işlemi uygulanan numunelerde daha büyük tane boyutu elde edilmiştir.

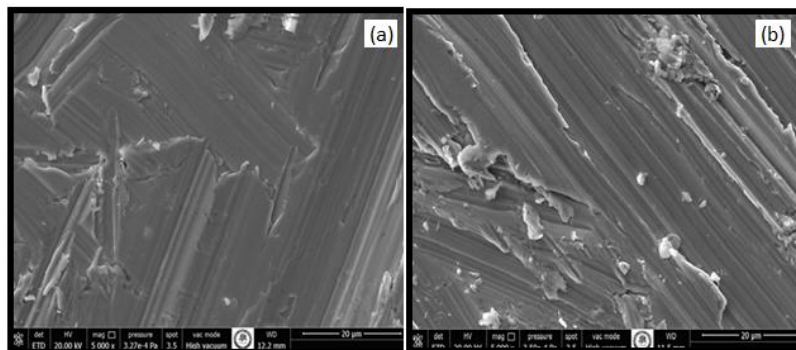
Tablo 3. Rutile fazındaki TiO₂ filmlerinin XRD grafiğinden hesaplanan parametreleri.

Numune	2θ (°)	FWHM	D (Å)	δ (nm ⁻²)	$\epsilon \times 10^{-3}$	d (Å ⁰)	
500 °C	1 h	44,04	0,325	263,82	1,437 E-05	3,504	2,055
	1,5 h	44,02	0,369	232,28	1,853 E-05	3,982	2,056
600 °C	1 h	44,01	0,382	224,58	1,983 E-05	4,12	2,056
	1,5 h	44,02	0,411	208,63	2,298 E-05	4,434	2,056
700 °C	1 h	44,04	0,370	231,92	1,859 E-05	3,987	2,055
	1,5 h	44,04	0,236	363,07	7,586 E-06	2,546	2,055

Kafes strain (gerinme), kristal bozukluklardan kaynaklanan kafes sabitlerinin dağılımının bir ölçüsüdür. Kafes dislokasyonu, tane sınırı üçlü kavşağı, temas veya sinterleme gerilmeleri, tutarlılık gerilmeleri, istifleme hataları vb. gibi kristal kusurları gerinim artış kaynaklarıdır. Kristalde meydana gelen kusur, XRD piklerinin genişlemesine neden olmaktadır. Bu durum, kristalit boyutu ve kafes geriliminin tahmin edilmesini sağlar. Tablo 3'te ayrıca ϵ (gerinme) değerleri Eşitlik 3 kullanılarak hesaplanmıştır. Tablo incelendiğinde tavlama sıcaklığının artması ile birlikte yeniden kristalleşmenin bir sonucu olarak gerinme değerinde düşüş meydana gelmiştir.

Dislokasyon yoğunluğu (δ) ve gerinme (ϵ) gibi diğer yapısal parametreler, tavlama sıcaklığı ile azalan bir eğilim sergiler, bu da kafes kusurlarının konsantrasyonunda azalmaya yol açar [30].

Çalışmada yüzey özellikleri incelenen filmlerin SEM incelemeleri yapılmış olup Şekil 6'da verilmektedir. SEM incelemeleri için en yüksek piklerin elde edildiği 600 °C işlem sıcaklığı 1 h (Şekil 6a) ve 700 °C işlem sıcaklığı 1,5 h işlem süresi (Şekil 6b) seçilen numuneler kullanılmıştır. Şekil 6a ve Şekil 6b incelendiğinde kaplamanın homojen olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 6. (a) 600 °C'de 1 h tavllanmış ve (b) 700 °C'de 1,5 h tavllanmış filmlerin SEM görüntüleri.

Bilgilendirme

Gerçekleştirilen bu çalışmada Etik Kurul Onay belgesine gerek yoktur.

Kaynaklar

- [1] Hu, Q., Zhang, G., Qiu, Y., & Guo, X. (2011). The crevice corrosion behaviour of stainless steel in sodium chloride solution. *Corrosion Science*, 53, 4065-4072.
- [2] Wang, Z., Cong, Y., Zhang, T., Shao, Y., & Meng, G. (2011). Study on the crevice corrosion behavior of 316L stainless steel used on marine gas turbine inlet filters by stochastic methods. *Int. J. Electrochem. Sci.*, 6, 5521-5538.
- [3] Zhang, C., Huang, B., Xu, J., Cao, W., Sun, G., Xiao, & J., Yin, S. (2020). Effect of Mo on tribological behaviors of atmospheric plasma sprayed Al₂O₃- 13%TiO₂/Mo coatings under boundary lubrication condition. *Ceramics International*, 46, 15066-15075.
- [4] Arjmand, S., Khayati, G.R., & Akbari, G.H. (2019). Al/Ti₅Si₃-Al₃Ti composite prepared via insitu surface coating of Ti using tungsten inert gas welding. *J. Alloys Compd.*, 808, 151739.
- [5] Zavareh, M. A., Sarhan, A. A. D. M., Abd Razak, B. B., & Basirun, W. J. (2014). Plasma thermal spray of ceramic oxide coating on carbon steel with enhanced wear and corrosion resistance for oil and gas applications. *Ceramics International*, 40(9), 14267-14277.
- [6] Saravanan, S., & Dubey, R. S. (2022). Optical and structural investigations of TiO₂ multilayers on glass prepared via sol-gel spin-coating technique. *Materials Today: Proceedings*, 49, 2872-2875.
- [7] Vega, F. L. A., Olaya, J. J., & Ruiz, J. B. (2018). Synthesis and corrosion resistance of SiO₂-TiO₂-ZrO₂-Bi₂O₃ coatings spin-coated on Ti₆Al₄V alloy. *Ceramics International*, 44(2), 2123-2131.
- [8] Wang, D., & Bierwagen, G. P. (2009). Sol-gel coatings on metals for corrosion protection. *Progress in organic coatings*, 64(4), 327-338.
- [9] Guglielmi, M. (1997). Sol-gel coatings on metals. *Journal of sol-gel science and technology*, 8(1), 443-449.
- [10] Voevodin, N. N., Grebasch, N. T., Soto, W. S., Arnold, F. E., & Donley, M. S. (2001). Potentiodynamic evaluation of sol-gel coatings with inorganic inhibitors. *Surface and Coatings Technology*, 140(1), 24-28.
- [11] Kumar A., Sharma K.K., Chand S., & Kumar A. (2018). Investigation of barrier inhomogeneities in I-V and C-V characteristics of Ni/n-TiO₂/p-Si/Al heterostructure in wide temperature range. *Superlattices and Microstructures*, 122, 304-315.
- [12] Grant, C. D., & Schwartzberg, A. M. (2002). Smestad. GP; Kowalik, J.; Tolbert, LM; Zhang, JZ Characterization of nanocrystalline and thin film TiO₂ solar cells with poly (3-undecyl-2, 2'-bithiophene) as a sensitizer and hole conductor. *J. Electroanal. Chem*, 522, 40-48.
- [13] Peng, B., Jungmann, G., Jäger, C., Haarer, D., Schmidt, H. W., & Thelakkat, M. (2004). Systematic investigation of the role of compact TiO₂ layer in solid state dye-sensitized TiO₂ solar cells. *Coordination Chemistry Reviews*, 248(13-14), 1479-1489.
- [14] Chen, Y., & Dionysiou, D. D. (2008). Sol-Gel Synthesis of Nanostructured TiO₂ Films for Water Purification. In *Sol-Gel Methods for Materials Processing* (pp. 67-75). Springer, Dordrecht.
- [15] Yamagishi, M., Kuriki, S., Song, P. K., & Shigesato, Y. (2003). Thin film TiO₂ photocatalyst deposited by reactive magnetron sputtering. *Thin Solid Films*, 442(1-2), 227-231.
- [16] Miyauchi, M., Kieda, N., Hishita, S., Mitsunashi, T., Nakajima, A., Watanabe, T., & Hashimoto, K. (2002). Reversible wettability control of TiO₂ surface by light irradiation. *Surface Science*, 511(1-3), 401-407.
- [17] Wu, K.R., Wang, J.J., Liu, W.C., Chen, Z.Sh., Wu, J.K. (2006). Vacant graphene Nanosheet-Supported platinum nanoparticles as catalysts for neutral glucose oxidation reaction. *Appl. Surf. Sci.*, 252, 582.
- [18] Padhy, N., Kamachi Mudali, U., Chawla, V., Chandra, R., & Raj, B. (2011). Corrosion behaviour of single (Ti) and duplex (Ti-TiO₂) coating on 304L stainless steel in nitric acid medium. *Mater. Chem. Phys.* 130, 962-972.
- [19] Gallardo, J., Durán, A., & De Damborenea, J. J. (2004). Electrochemical and in vitro behaviour of sol-gel coated 316L stainless steel. *Corrosion Science*, 46(4), 795-806.
- [20] Saji, V. S., & Thomas, J. (2007). Nanomaterials for corrosion control. *Current science*, 51-55.
- [21] Hausbrand, R., Bolado-Escudero, B., Dhont, A., & Wielant, J. (2012). Corrosion of flame-assisted CVD silica-coated steel sheet. *Corrosion science*, 61, 28-34.
- [22] Sarıgül, H., Özçesmeçi, M., & Sorar, İ. (2021). Sol-Jel Yöntemiyle Hazırlanan Kobalt Ftalosiyanın Katkılı TiO₂ Filmlerin Optik ve Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi. *El-Cezeri Fen ve Mühendislik Dergisi*, 8, (1), 299-308.
- [23] Timoumi, A., Albetran, H.M., & Alamri, H.R. (2020). Low I.M., Impact of annealing temperature on structural, morphological and optical properties of GO-TiO₂ thin films prepared by spin coating technique. *Superlattices and Microstructures*, 139, 106423.
- [24] Khan, M.I., Mehmood, B., Naeem, M.A., Younis, M., Mahmoud, K.H., El-Bahy, Z.M., Subhani, W.S., Hussain, S., Alwadai, N., Albalawi, H., & Iqbal, M., (2021). Investigations the structural, optical and photovoltaic properties of La doped TiO₂ photoanode based dye sensitized solar cells. *Optical Materials*, 122, 111610.
- [25] Malliga, P., Pandiarajan, J., Prithivikumaran, N., & Neyvasagam, K., (2014). Influence of Film Thickness on Structural and Optical Properties of Sol - Gel Spin Coated TiO₂ Thin Film. *IOSR Journal of Applied Physics (IOSR-JAP)* 6, (1-1), 22-28.
- [26] Temel, S., Nebi, M., & Peker D. (2017). Sol-Gel Döndürerek Kaplama Tekniği ile Saydam İletken ZnO İnce Filmlerin Üretilmesi ve Karakterizasyonu, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi PART C: Tasarım ve Teknoloji, GU J Sci, Part C*, 5(3), 51-59.
- [27] Sekhar, M. C., & Kondaiah P., Rao, G.M., Chandra, S.V.J., Uthanna, S., (2013). Post-deposition annealing influenced structural and electrical properties of Al/TiO₂/Si gate capacitors. *Superlattices and Microstructures*, 62, 68-80.
- [28] Taşçı, M. K. (1987). Yapı Çeliğinde Deformasyon ve Tavlama Sıcaklığının Tane Yapısına Etkisi. (Master's dissertation, Anadolu University).
- [29] Singh, R., Yadav, L., & Shrey, Tripathi, S. (2019). Effect of annealing time on the structural and optical properties of n-CuO thin films deposited by sol-gel spin coating technique and its application in n-CuO/p-Si heterojunction diode. *Thin Solid Films* 685, 195-203.
- [30] Karunakaran, B., Kumar, R. R., Kumar, V. S., Mangalaraj, D., Narayandass, S. K., & Rao, G. M. (2003). Structural characterization of DC magnetron-sputtered TiO₂ thin films using XRD and Raman scattering studies. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 6(5-6), 547-550.