

Elektro-Eğirme Yöntemi ile Nano Ölçekli Direkt Yazma ve Sensör Uygulaması

Program Kodu: 3001- Başlangıç AR-GE Projeleri Destekleme Programı

Proje No: 217M144

Proje Yürütücüsü:

Dr. Öğr. Üyesi Özge SAĞLAM

Araştırmacı(lar):

Danışman(lar):

Bursiyer(ler):

TEMMUZ 2020

İZMİR

ÖNSÖZ

“Elektro-Eğirme Yöntemi ile Nano Ölçekli Direkt Yazma ve Sensör Uygulaması” isimli bu proje ‘TÜBİTAK 3001- Başlangıç AR-GE Projeleri Destekleme Programı’ kapsamında desteklenen bir projedir. Proje, 1 Kasım 2017’de başlamış, alınan uzatma ile 29 Şubat 2020’de tamamlanmıştır. Proje kapsamında elektro-eğirme yöntemi ile üretilen nano ve mikro fiberler kullanılarak yeni tipte litografi tekniği geliştirilmesi ve bu yöntem ile gümüş ve altın elektrot üretimi ile altın elektrotlardan interdigitated düzende dizilimler elde edilmesi hedeflenmiştir.

Elektro-eğirme yöntemi ile polimer içerikli çözeltiliye elektrik alan uygulanarak polimerin elektriklenmesi ve yüklü bir sıvı jet oluşturulması ve spin hareketi sayesinde nano boyutta fiber üretimi gerçekleştirilmektedir. Bu şekilde elektro-eğirme ile üretilen nano fiberler, alan etkili transistörlerde, membran filtrelemede, doku mühendisliğinde, güneş hücrelerinde ve esnek elektronik uygulamaları gibi birçok farklı alanda araştırmacılar tarafından sıklıkla kullanılmaktadır. Bunun yanında elektro-eğirme yönteminde kullanılan polimer çözeltisi metalik nanopartiküller ya da metalik nano kablolar ile birlikte hazırlandığında ve direkt yazma tekniği ile desenlenerek nano kalınlıkta elektrotlar da üretilebilmektedir. Yöntemin maliyeti düşük olup, hızlı bir şekilde ve istenilen kalınlıkta fiberler oda sıcaklığında geniş yüzeylerde konumlandırılabilir. Ancak proje kapsamında bu yöntemlerden farklı olarak nano fiber üretimi amaç değil araç olarak kullanılarak yüksek moleküler ağırlığına sahip polimer kullanılmış elektro-eğirme yöntemi metal alttaşlar üzerine nano fiberler konumlandırılmıştır. Daha sonra ise argon iyon aşındırma yöntemi ile alttaşlar aşındırılarak polimer içermeyen bölgelerdeki metal yüzeyler aşındırılmış ve polimerin altında kalan metal desenler korunarak polimer yüzeyden kaldırılmış ve böylece mevcut yöntemlere alternatif yeni bir litografi tekniği geliştirilmiştir. Bunun için proses parametreleri olan uygulanan gerilim, iğne ve toplayıcı arasındaki mesafe, platform hızı, polimerin besleme hızı, iğne yapısı ve kapasitesi ve ayrıca farklı moleküler ağırlığındaki polimerler ile çalışılmış ve böylece uygun koşullara ulaşılması için parametre değerleri optimize edilmiştir. Bulunan bu uygun parametre değerleri ile hem gümüş hem de altın yüzeylerde nano fiberler desenlenmiş ve nano yapıda elektrotlar üretilmiştir. Altın üzerinde yapılan çalışmalarda ise interdigitated yapıda elektrotların desenlenmesi de proje kapsamında tamamlanmıştır. Elektrotların morfolojik yapısı ve elementel dağılımı için EDX dedektörlü taramalı elektron mikroskobu, kalınlıklarını ve üç boyutlu karakterizasyonunu incelemek için ise atomik kuvvet mikroskobu kullanılmıştır.

Proje kapsamında desteklenen bursiyer Hilal Döğür, lisansüstü eğitimini proje yürütücüsünün danışmanlığında yapmakta olup tez konusunu proje ile elde ettiği kazanımlar ve sonuçların yardımı ile tamamlayacaktır. Projeden elde edilen sonuçlar ile iki tane makale hazırlanmakta olup SCI indeksli dergilere gönderilmek üzere.

Proje TÜBİTAK tarafından 217M144 kodu ile 3001- Başlangıç AR-GE Projeleri Destekleme Programı kapsamında desteklenmiştir. Bu projeyi desteklemeye kabul ettikleri ve proje çalışmaları boyunca her adımda yardımlarını esirgemeyen TÜBİTAK- Mühendislik Araştırma Destek Grubu' na ve projenin yürütülmesine her türlü imkanı sağlayan İzmir Ekonomi Üniversitesi Rektörlüğü'ne ve İzmir Yüksek Teknoloji Uygulamalı Kuantum Araştırmaları Merkezi'ne sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Özge Sağlam

İzmir, Temmuz 2020

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	ii
Tablo Listesi	vi
Şekil Listesi	viii
ÖZET	xi
ABSTRACT	xii
1.GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	4
3. GEREÇ VE YÖNTEM	7
3.1 Sistemin Kurulumu ve Ön Optimizasyon Çalışmaları	7
3.2. Altaş Hazırlama	9
3.2.1. Silikon Dioksit Üzerine 100 nm Ag Kaplamaların Üretimi.....	9
3.2.2. Cam Altaş Üzerine 10 nm Cr +100 nm Au Kaplamaların Üretimi.....	10
3.3. Elektro-eğirme Sistemine Uygun Değişken Değerlerinin Bulunması	11
3.3.1. Polimer Jet Oluşturma Çalışmaları.....	11
3.3.2. Çözeltilerin Viskozite Ölçümleri.....	12
3.3.3. Desenlemede Kullanılan Proses Parametreleri.....	12
3.3.3.1 Uygulanan Gerilim.....	12
3.3.3.2 İğne Ucu Toplayıcı Altaş Arasındaki Mesafe.....	12
3.3.3.3 Platform Hızı Parametreleri.....	13
3.3.3.4 Polimerin Molekül Ağırlığı ve Çeşidi.....	13
3.3.3.5 Şırınga Pompası Besleme Hızı.....	14
3.3.3.6 Kılavuz Elektrot.....	14
3.3.3.7 İğne Çapı.....	14
3.3.4. Ortam Parametreleri.....	15
3.4. Argon İyon Aşındırma İşlemi	15
3.5 İyon Aşındırma İşlemi Sonrası Desen Üzerindeki Polimerin Giderilmesi	16
3.6 Karakterizasyon	16
3.7 Interdigitated Düzendeki Elektrot Üretilebilmesi için Elektro-Eğirme Sistemindeki Eklentiler	17
4.SONUÇ VE BULGULAR	18
4.1. Sistem için Optimum Çözelti Viskozitesini Belirleme Çalışmaları	18
4.2. Cam Altaş Üzerine Belirlenen Değişkenlerle Optimizasyon Çalışmaları	19
4.3. Silikon Tabanlı Altaşlar Üzerine Desenleme Çalışmaları	24
4.4. Desenleme Sonrası 100 nm Ag kaplanmış SiO₂ Altaş Çalışmaları	36
4.5. 100 nm Ag Kaplanmış SiO₂ Altaşlar Üzerine Desenleme Çalışmaları	37
4.6. 10 nm Cr +100 nm Au Kaplanmış Cam Altaşlar Üzerine Desenleme Çalışmaları	42
4.6.1. Ağırlıkça %3, %4, %5 Yoğunluktaki PEO Çözeltileri Kullanılarak Elektro-Eğirme ile Desenleme	42

4.6.2 Ağırlıkça %2 PEO Polimer Çözeltisi Kullanılarak Yapılan Çalışmalar	46
4.6.2.1 Farklı Sıcaklıklarda Elektro-Eğirme ile Desenleme	46
4.6.2.2 Ağırlıkça %2 PEO çözeltisi Kullanılarak Yapılan Optimizasyon Çalışmaları	48
4.7. Elektro-Eğirme Sistemine Entegre Edilen Anahtarlama Sistemi ile Elde Edilen Sonuçlar.....	50
4.8. Interdigitated Düzendeki Desenleme Çalışmaları	51
4.9. Aşındırma Aşaması için Optimizasyon Çalışmaları	59
4.10 Aşındırma İşlemi Sonrası Desen Üzerindeki Polimerin Kaldırılması	63
5. SONUÇ.....	65
6. KAYNAKÇA.....	68

Tablo Listesi

Tablo 1. Farklı konsantrasyonlara sahip PEO çözeltilerinin (MW= 4.000.000) sıfır kesme viskozite değerleri.....	18
Tablo 2. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	19
Tablo 3. Ağırlıkça %2 'lik PEO çözeltisi ile 27 Gauge'lik iğne ucu kullanılarak yapılan çalışmalar	23
Tablo 4. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile entegre hortum bağlantısı kullanılarak yapılan desenlemede kullanılan parametre değerleri	24
Tablo 5. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile 27 Gauge' lik iğne ve SiN alttaş kullanılarak çalışılan elektro-eğirme değerleri.	24
Tablo 6. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	25
Tablo 7. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	27
Tablo 8. Ağırlıkça %4' lük PEO (MW: 900.000) çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler.....	28
Tablo 9. Ağırlıkça %4' lük PEO (MW: 900.000) çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler.....	29
Tablo 10. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	30
Tablo 11. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	33
Tablo 12. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	37
Tablo 13. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile farklı gerilim değerlerinde çalışılan örnekler.....	39
Tablo 14. SEM'de ölçülen fiberlerin aşındırma sonrası fiziksel özellikleri	41
Tablo 15. Ağırlıkça %3' lük PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	43
Tablo 16. Ağırlıkça %4' lük PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler.....	45
Tablo 17. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile termokupl kullanılarak iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı, sıcaklık ve platformun hızı için çalışılan değerler.....	47
Tablo 18. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	48
Tablo 19. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	50
Tablo 20. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler.....	51
Tablo 21. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	52
Tablo 22. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	53

Tablo 23. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	54
Tablo 24. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	55
Tablo 25. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	57
Tablo 26. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler	58

Şekil Listesi

Şekil 1. Elektro-eğirme sisteminin yazılım ile çalışmasına sağlayan düzenek	7
Şekil 2. Programın kalibrasyon penceresi.....	8
Şekil 3. Elektro-eğirme sisteminin genel görüntüsü oluşturulan sistemin fotoğrafı	8
Şekil 4. %4' lük PEO çözeltisi ile üretilen nano fiberlerin (a) optik mikroskopta görüntüsü (b) SEM görüntüsü	9
Şekil 5. İYTE Uygulamalı Kuantum Araştırma Merkezi' nin altyapısında bulunan fiziksel buharlaştırma sisteminin fotoğrafı.....	10
Şekil 6. İYTE Uygulamalı Kuantum Araştırma Merkezi' nin altyapısında bulunan manyetik alan saçırma sisteminin (a) şematik görüntüsü ve (b) fotoğrafı	10
Şekil 7. (a) Genel olarak elektro-eğirme işleminin şeması (b) İğne ağzında oluşturulan damlacığın görüntüsü	11
Şekil 8. Mikro-probun polimer jeti oluşumu için damlacığa yaklaşması sonucu polimer jetinin ilk oluşma anını gösteren fotoğraflar.	11
Şekil 9. Sisteme entegre edilen farklı kılavuz elektrot çeşitleri (a) iğne ucu kılavuz elektrot (b) iletken levha kılavuz elektrotların şematik gösterimi	14
Şekil 10. Farklı iğne uçları ve bağlantıları (a) 25 Gauge' lik kelebek iğne (b) 27 Gauge' lik iğne ve standart hortum bağlantısı (c) 27 Gauge' lik iğne ve yumuşak bir hortum ile bağlantısı	15
Şekil 11. Hitachi marka Multi Function SPM Unit AFM5100N model AKM'nin fotoğrafı	16
Şekil 12. (a) Elektro-eğirme sisteminin yeni genel görüntüsü, eklentiler: (b) Pompa bağlanma noktası ve (c) anahtarlama kontrol ünitesi.....	17
Şekil 13. %2' lik PEO çözeltisinin viskozitesinin ve stresinin sıcaklığa bağlı etkisi.....	19
Şekil 14. Örnek 5S-1: Farklı yazma hızlarında üretilen fiberlerin optik mikroskop görüntüleri (a) 50 mm/dk (b) 300 mm/dk; mesafe: 5mm, ΔV : 5 kV, pompa hızı: 0,15 mL/h.....	20
Şekil 15. Örnek 5S-2 : Farklı yazma hızlarında üretilen fiberlerin optik mikroskop görüntüleri (a) 50 mm/dk, (b) 200 mm/dk (c) 300 mm/dk; mesafe: 2mm, ΔV : 5 kV, pompa hızı: 0,15 mL/h	20
Şekil 16. Örnek 5S-3: Optik mikroskop görüntüsü 50 mm/dk, mesafe: 2mm, ΔV : 4 kV, pompa hızı: 0,05 mL/h	21
Şekil 17. Örnek 5S-4: Farklı yazma hızlarında üretilen fiberlerin optik mikroskop görüntüleri (a) 50 mm/dk, (b) 200 mm/dk; mesafe: 2mm, ΔV : 1 kV, pompa hızı: 0,05 mL/h.....	21
Şekil 18. Örnek 5S-8: Farklı yazma hızlarında üretilen fiberlerin optik mikroskop görüntüleri (a) 50 mm/dk, (b) 100 mm/dk (c) 200 mm/dk (d) 300 mm/dk; mesafe: 2mm, ΔV : 1,5 kV, pompa hızı: 0,01mL/h.....	22
Şekil 19. (a) Şekil 11(d)'de gösterilen fiberlerin üretim değerleri ile elde edilen köşe deseni. Mavi çizgi ile gösterilen ise istenilen köşe deseni (b) üretilmek istenen desenin yönü	22
Şekil 20. Üretilmek istenen desenin yönü ve boyutları.....	23
Şekil 21. Örnek 409-S2'nin SEM görüntüsü	23
Şekil 22. SEM görüntüleri (a) 1309-S1 (b) 1309-S2	24
Şekil 23. Örnek 1910-S2'nin optik mikroskopta görüntüsü.....	25
Şekil 24. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü.....	25
Şekil 25. Örnekler 0512-S2, 0512-S5, 0512-S6 ve 0512-S7' de görülen desenlerin optik mikroskopta elde edilen görüntüleri	26
Şekil 26. Tablo 6' ya göre üretilen örneklerdeki fiberlerin yapısı ve kalınlıkları	27
Şekil 27. Tablo 7' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	28
Şekil 28. Tablo 8' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	29
Şekil 29. Tablo 9' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	30

Şekil 30. Tablo 10' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	31
Şekil 31. Tablo 10' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	31
Şekil 32. Tablo 10' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	32
Şekil 33. Tablo 10' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	32
Şekil 34. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	33
Şekil 35. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	34
Şekil 36. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	34
Şekil 37. Sisteme entegre edilen yüksek çözünürlüklü kamera.....	35
Şekil 38. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	35
Şekil 39. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı	36
Şekil 40. Mekanik sıyırma sonrası desenin yapısı.....	36
Şekil 41. Tablo 12' deki verilen değerlerle hazırlanan fiberlerin Ar aşındırmasından sonraki SEM görüntüleri.....	37
Şekil 42. 1203-S5 örneğinde yapılan iki farklı bölgeden yapılan EDX analizi	38
Şekil 43. Örnek 1'in SEM görüntüsü : (a) desenlenen fiber (b) 5 dk aşındırma sonrası (c) 7 dk aşındırma sonrası.....	40
Şekil 44. Örnek 2' nin SEM görüntüsü: (a) desenlenen fiber (b) 5 dk aşındırma sonrası (c) 7 dk aşındırma sonrası.....	40
Şekil 45. Örnek 3' ün SEM görüntüsü: (a) desenlenen fiber (b) 5 dk aşındırma sonrası (c) 7 dk aşındırma sonrası.....	40
Şekil 46. Örneklerin EDX sonuçları: (a) 5 dk aşındırma sonrası (b)7 dk aşındırma sonrası	41
Şekil 47. 0,4 kV voltaj, 700 mm/dk platform hızı ve 1 µl/saat şırınga pompası besleme hızı ile elde edilen Örnek 1' in AKM görüntüsü ve kesit profili: (a) aşındırma öncesi fiber (b)7 dk aşındırma sonrası fiber.....	42
Şekil 48. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen1)	43
Şekil 49. Tablo 15'de gösterilen parametrelere göre üretilen 0508-S1-1 örneğinin iki farklı optik mikroskoptan görüntüleri	43
Şekil 50. Tablo 15'ce gösterilen parametrelere göre üretilen 0508-S1-1 örneğinin Argon iyon aşındırma sonrası AKM ölçümleri	44
Şekil 51. Tablo 15'de gösterilen parametrelere göre üretilen 0508-S1-3 (a) ve 0508-S1-2 (b) örneklerinin yapısı	45
Şekil 52. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 2)	45
Şekil 53. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 3)	45
Şekil 54. Tablo 16'da gösterilen parametrelere göre üretilen (a) 0608-S1-1 ve (b) 0608-S1-8 örneklerinin yapısı	46
Şekil 55. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 4)	47
Şekil 56. Tablo 17' de gösterilen parametrelere göre üretilen 2708-S1-5 örneğinin optik mikroskop ile (a) 20x büyütmedeki ve (b) 50x büyütmedeki görüntüleri	47
Şekil 57. Tablo 18'de gösterilen parametrelere göre üretilen 1908-S2-10 örneğinin Argon iyon aşındırma (a) öncesi ve (b) sonrası.....	49
Şekil 58. Tablo 18'de gösterilen parametrelere göre üretilen 1908-S2-11 örneğinin Ar iyon aşındırma işlemi (a) öncesi ve (b) sonrası.....	49
Şekil 59. 1908-S2-11 örneğinin Argon iyon aşındırma işlemi sonrası AKM ölçümleri.....	50
Şekil 60. Tablo 19'da gösterilen parametrelere göre üretilen 2011-S1-7 örneğinin yapısı.....	51
Şekil 61. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 5)	52
Şekil 62. Tablo 20'de gösterilen parametrelere göre üretilen 1003-S2-3 örneğinin yapısı.....	52
Şekil 63. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 6)	52

Şekil 64. Tablo 21’de gösterilen parametrelere göre üretilen 2409-S1-3 örneğinin yapısı.....	53
Şekil 65. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 7)	53
Şekil 66. Tablo 22’ de gösterilen parametrelere göre üretilen 2312-S2-10 örneğinin yapısı.....	53
Şekil 67. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 8)	54
Şekil 68. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 9)	54
Şekil 69. Tablo 23’ de gösterilen parametrelere göre üretilen (a) 0701-S1-6 ve (b) 1501-S1-7 örneklerinin optik mikroskop görüntüleri	55
Şekil 70. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen10)	56
Şekil 71. Tablo 24’de gösterilen parametrelere göre üretilen 2901-S1-6 örneğinin iki farklı optik mikroskoptan görüntüleri	56
Şekil 72. Tablo 24’de gösterilen parametrelere göre üretilen 2901-S1-6 örneğinin aynı fiber üzerinden dönerek birleşmiş fiberlerin AKM görüntüsü	56
Şekil 73. Tablo 25’de gösterilen parametrelere göre üretilen (a) 0402-S1-6 ve (b) 2801-S2-1 örneklerinin optik mikroskoptan görüntüleri	57
Şekil 74. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 11)	58
Şekil 75. Tablo 26’da gösterilen parametrelere göre üretilen (a) 0502-S2-2, (b) 1902-S1-2 ve (c) 1902-S1-8 örneklerinin optik mikroskop görüntüleri	59
Şekil 76. 2801-S1-1 örneğinin aşındırma öncesi AKM ölçümleri.....	60
Şekil 77. 2801-S1-1 örneğinin aşındırma sonrası AKM ölçümleri	60
Şekil 78. 2901-S1-5 örneğinin Argon iyon aşındırma işlemi öncesi AKM ölçümleri	61
Şekil 79. 2901-S1-5 örneğinin 9 dk Argon iyon aşındırma işlemi sonrası AKM ölçümleri	61
Şekil 80. 1902-S1-2 örneğinin iyon aşındırma işlemi öncesi AKM ölçümleri	62
Şekil 81. 1902-S1-2 örneğinin 9dk +2 dk olacak şekilde iyon aşındırma işlemi sonrası tarama alanında AKM ölçümleri	62
Şekil 82. 1902-S1-2 örneğinin iyon aşındırma işlemi sonrası optik mikroskop görüntüsü.....	63
Şekil 83. 1902-S1-2 örneğinin desen üzerindeki polimerin kaldırılmasından sonra AKM ölçümleri	63

ÖZET

Mikro elektro-mekanik sistemlerde, mikro akışkan aygıtlarda, mikro lens dizilerinde yani mikro ve nano yapı gerektiren uygulamaların üretiminde litografi tekniği kullanılmaktadır. Fotolitografi, elektron demeti litografisi, odaklanmış iyon demeti gibi yöntemler litografi tekniklerin başında gelmektedir. Ancak fotolitografi tekniğinde foto maske kullanıldığı için maskenin yapısına bağlı olan üretim esneklik göstermez. Süreç çok adımlı olup temiz oda gerekliliği bulunmaktadır. Bunun dışında UV ışık kullanımı neticesinde nano ölçekli üretim ışığın dalga boyuyla sınırlı olduğu için mümkün değildir. Elektron demeti litografisi ile nano boyutta hassas şekilde üretim yapılır ancak cihaz ve maliyeti oldukça yüksektir. Bu projede geliştirilen sistem ile yakın mesafeli elektro-eğirme ile üretilen nano fiberler nano imalatta kullanılarak yukarıda bahsedilen yöntemlere alternatif bir yöntem geliştirilmiştir.

Nano fiberler yüksek seviyedeki esneklikleri, bir boyutlu yapıları ile fiziksel ve kimyasal özellikleri sayesinde, teknolojik aygıtların performansını arttırmak için yapı taşı olarak kullanılmaktadır. Nano fiberlerin imalatı için çok sayıda yöntem olmasına rağmen elektro-eğirme yöntemi, çok çeşitli polimerlerden kesintisiz, kontrol edilebilir çapta, kompozisyonda, yüksek verimde ve hızda nano fiber üretimi sayesinde diğer araştırmacılar tarafından sıklıkla tercih edilmektedir. Yakın mesafeli elektro-eğirme yöntemi ile ise fiberlerin yapısı kontrol altında tutulurken toplayıcı üzerinde nano fiberlerin pozisyonları da hassas bir şekilde ayarlanabilmektedir.

Proje kapsamında, tarafımızdan tasarlanmış ve imalatı gerçekleştirilmiş, bir platform ve platforma kılavuzluk eden bir yazılım ve elektro-eğirme sistemi ile birleştirilerek desenleme yapan bir sistem ortaya konulmuştur. Alttaş olarak ilk etapta, silikon dioksit üzerine 100 nm gümüş buharlaştırılmıştır. Bu alttaş üzerinde sistem parametre değerleri optimize edilmiştir. Daha sonra ise cam alttaş üzerine miknatıssal saçtırma yöntemi ile sırasıyla 10 nm krom ve 100 nm altın kaplanmıştır. Sistemin optimum koşulları bulunarak bu alttaşlar üzerinde nano fiberlerden hem kafes yapıda dizilimler hem de interdigitated düzende elektrotlar üretilmiştir. Son olarak desenler argon iyon aşındırma ile aşındırılarak metal elektrotlar elde edilmiştir. Gerçekleştirilen bu proje ile mevcut yöntemlere alternatif daha düşük maliyetli bir nano litografi yöntemi geliştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Yakın mesafeli elektro-eğirme, nano fiber, nano litografi, direkt yazma

ABSTRACT

The lithography technique is used in microelectromechanical systems, microfluidic devices, microlens arrays, namely the applications requiring micro and nanostructures. The methods such as photolithography, electron beam lithography, focused ion beam are the commonly used lithographic techniques. However, since the fabrication depends strictly on the structure of the photomask, the photolithography method does not have any flexibility. Besides, the process is a multi-step approach with the necessity of a cleanroom. Moreover, as a result of the use of UV light, nanoscale production is not possible. On the other hand, electron beam lithography produces nanopatterns precisely, but equipment and operating costs are quite high. Herein, we have developed an alternative method for the nanofabrication of electrodes to the techniques mentioned above using nano fibers produced with near field electro-spinning.

Nano fibers are used as building blocks to enhance the performance of advanced technological devices due to their physical and chemical properties, e. g. high flexibility and one-dimensional morphology. Although there are many methods for the production of nano fibers, the electro-spinning method is also preferred due to a continuous production of a wide variety of polymers, controllable diameter, composition and high-yield production of nano fibers. While the structure of the fibers is kept under control by the near-field electrospinning method, the positions of the nano fibers can be precisely adjusted on the collector.

In this project, firstly, 100 nm thick silver was evaporated onto silicon dioxide to prepare the substrates in which the system parameter values were optimized. On the other hand, the 10 nm chrome and 100 nm gold were coated on the glass substrate with magnetic scattering method. After obtaining the system's optimum conditions, both grid-like and interdigitated patterns were produced using nanofibers. Finally, the patterns were etched with argon ion etching to obtain metal electrodes. As a result, a low-cost nano lithography method was developed as an alternative to the existing methods for nanofabrication.

Keywords: Near-field electrospinning, nanofiber, nanolithography, direct writing

1.GİRİŞ

Elektro-eğirme yöntemi, polimer çözeltisi kullanılarak belirli bir elektrik alan altında homojen çapta ve çeşitli bileşimlerde nano fiber üretimini sağlayan bir yöntemdir. Bu yöntemde elektriksel kuvvetlerin etkisiyle polimer çözeltisinde gerçekleşen viskoelastik jetin tek eksenli uzaması ile fiber üretimi gerçekleştirilir. Elektro-eğirme ile üretilen nano fiberler, doku mühendisliğinde (Castilho vd., 2017), ilaç salım sistemlerinde (Mindem-Birkenmaier vd., 2017), sensörlerde (Li ve Zhang, 2013), alan etkili transistörlerde (Wang vd., 2018; Wu vd., 2018), şeffaf elektrot üretiminde (Kim vd., 2018; Wang vd., 2017), lityum iyon pillerde (Liu vd., 2017; Chen vd., 2017) ve süper kapasitörler (Lu vd., 2017) gibi birçok alanda araştırmacılar tarafından kullanılmaktadır. Elektro-eğirme sistemi genel olarak üç temel ekipmandan oluşur. Bunlar voltaj kaynağı, polimer çözelti besleme ünitesi ve toplayıcı altlıktır. Polimer, bir şırınga pompası yardımı ile şırınganın ucundaki iğneye kontrollü şekilde itilir. Bu sırada gerilim uygulanarak iğne ucunda asılı kalan polimer damlacığı elektriklenir ve indüklenmiş olan yük damlacık yüzeyine eşit olarak dağılır (Sigmund vd., 2006). Böylece gerilen damlacık eğer moleküler kohezyonu yeterince yüksekse, akış parçalanması oluşmadan yüklü bir sıvı jet oluşturur ve bu jet spin hareketi ile incelerek nano fiber üretimi sağlanır. İğne ağzından çıkan damlacığa etki eden kuvvetler; yerçekimi, viskozite yüzey gerilmesi ve elektriksel gerilme kuvvetleri olup bu kuvvetler birbirini dengeleyerek iğne ucunda Taylor konisi olarak bilinen yapıyı oluşturur.

Bu proje kapsamında ise sadece elektro-eğirme ile nano fiber üretimi değil ayrıca üretilen fiberler direkt olarak alttaş üzerinde yazılarak desenlemeleri ilk etapta çalışılmıştır. Bunun için yakın mesafe ile yani polimerin çıktığı iğnenin alttaşa yakın mesafede tutulması ve düşük voltaj aralıklarında çalışılarak eğirme yapılmış ve desenler üretilmiştir. Proje kapsamında kullanılan bu yöntem ile tek bir fiberin konumlandırılması proje süresince en zorlu görevlerden biri olmuştur. Nano fiberler, mürekkep püskürtmeli yazma yönteminden farklı olarak nozülün itme ile değil uygulanan elektrik alan sayesinde üretilen Taylor konisinden çekme ile toplanmaktadır. Bu sebeple fiberin toplayıcıya çarpmasıyla oluşan eğilmeyi önlemek oldukça önemlidir. Bunun için iğne ve toplayıcı arasındaki mesafenin kısaltılması önemlidir. Çünkü eğer aradaki mesafe yüksek tutulursa nano fiber üretimi mümkün olsa da fiberlerin desenlenmeleri yapılamamaktadır. Bu sebeple, proje kapsamında fiberler alttaşa en az 0.8 mm mesafede tutularak konumlandırmaları sağlanmıştır.

Bir diğer önemli parametre ise elektro-eğirme sırasında kullanılan polimerdir. Literatürde şimdiye kadar farklı tipte polimer çözeltisi kullanılarak desenleme yapılmıştır. Bunların başında silikon tabanlı toplayıcılarda da kullanılan polietilen oksit (PEO) gelmektedir. Bu polimer, suda tamamen çözülebilmesi ve böylece doğrudan desenli fiberlerin oluşturulabilmesine olanak

sağlamaktadır. Bu kapsamda Chang vd. (2008) tarafından yapılan araştırma göstermiştir ki uygulanan voltaj 800 V tutulduğunda ve PEO çözeltisinin konsantrasyonu ağırlıkça % 7 olduğunda ortalama fiber çapları 49 ± 7 ila 74 ± 9 nm arasında değişmiştir. Bisht vd., (2011) tarafından ise farklı konsantrasyonlarda (ağırlıkça % 1,2,3) hazırlanan yüksek moleküler ağırlıklı PEO kullanılmıştır. Bu çalışmadan anlaşılmıştır ki PEO polimeri, yüksek moleküler ağırlığına bağlı olarak süper elastik özellik göstererek parçalanmadan yüksek gerilmelere dayanarak desenlemenin kontrollü şekilde üretilmesine olanak sağlamaktadır. Çalışma sonucunda ağırlıkça %2' lik çözeltide, 1 mm mesafede 200V' da dahi fiber çapı 16.2 nm kadar düşürülebilmektedir. Üretilen nano fiber ultra ince yapıya sahip olsa da boncuksu yapıdadır. Bununla beraber, gerilim 300V' ye çıkarıldığında ise yaklaşık 175 nm çapında düz nano fiberler elde edilmiştir. Bu çalışmalar neticesinde proje süresince farklı polimer çözeltileri de denense de PEO çözeltisi kullanıldığında başarılı şekilde desenlemenin yapıldığı görülmüştür.

Elektro-eğirme sürecini desenlemedeki diğer önemli parametreler ise uygulanan gerilim, çözeltinin sıcaklığı, çözeltinin akış hızı, fiberlerin toplandığı alttaşın yapısı, kullanılan iğnenin çapı ve hareketli platformun hızıdır. Uygulanan gerilim elektro-eğirme sırasında yapılan desenlemeyi etkileyen en önemli faktörlerden biridir. Yukarıda belirtilen mesafenin yüksek tutulduğu durumlarda uygulan gerilim yüksek voltaj değeri olan 6 kV' dan daha yüksek tutulması gerekmektedir. Böylece üretilen jet gerilimin uygulandığı yönde hareket etmesini sağlar. Eğer bu gerilim daha fazla arttırılırsa polimerin üzerindeki yük daha fazla birikerek polimer jet hızlı bir şekilde oluşturulur. Ancak bu durum oluşturulan Taylor konisi kararsız hale getirir ki desenlemede istenilen bir durum değildir (Ramakrishna vd., 2005). Projede ise iğne ile alttaş arasındaki mesafe mümkün olduğunca kısa tutularak uygulanan gerilimin düşürülmesi ve desenlemenin daha kontrollü yapılması sağlanmıştır. Çözelti akış hızı ise diğer önemli bir faktördür. Akış hızının yüksek olduğu durumlarda fiberin çapında artış görülmekle birlikte çözelti alttaşa damlayarak desende süreklilik problemlerine yol açmıştır. Proje süresince bu problemi aşmak için mevcut pompayla çalışılabilen en düşük besleme hızlarında çalışılmıştır. Çözelti sıcaklığı ise elektro-eğirme ile fiber üretiminde ve desenlemesinde diğer önemli bir parametre olsa da desenleme sırasında polimer moleküllerinin hareketliliğinden ötürü desenlemenin kontrolünü zorlaştırarak hizalama kalitesini azaltmıştır. Alttaşın morfolojisi de desenlemeyi etkileyen başka bir faktördür. Parametre değerlerinin optimizasyonu sırasında kullanılan ve altın-krom kaplamalı cam alttaşlara göre daha ekonomik olan ve fiziksel buharlaştırma ile üretilen gümüş kaplamalı silikon dioksit alttaşlardaki desenlemede farklılıklar gözlemlenmiştir. Bunlara ek olarak projede üretilen fiber hizalamalarında hareketli platform hızının da fiberin konumlandırılmasında büyük rol oynadığı anlaşılmıştır.

Proje kapsamında üretilen desenlemelerde yukarıda bahsedilen parametrelerin optimizasyonu sağlandıktan sonra metal aşındırmaya geçilerek elektrot üretimi yapılmıştır. Ayrıca elektrotlar interdigitated yapıda da desenlenerek sensör uygulamaları için de elektrotlar üretilmeye çalışılmıştır. Böyle mevcut litografi yöntemlerine ek olarak ekonomik bir nano litografi yöntemi geliştirilmiştir. Şimdiye kadar yapılan çalışmalarda yakın mesafeli elektro-eğirme yöntemi nano fiberlerin mikrometre aralıklarla konumlandırılmasında başarılı olmuştur. Ancak hedef hep nano fiberlerin kendilerini kullanmak olduğu için litografik çalışmalarda nano fiberler maske görevi görerek litografik çalışmalar yapılmamıştır. Bu proje ile nano fiberler belli aralıklarla dizilerek fiberlerin bir maske görevi görmesi sağlanmıştır.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Direkt yazma yönteminin elektro-eğirme ile birleştirilmesi ile üretilen nano ve mikro fiberler esnek enerji depolama cihazlarında (Sun vd., 2016), esnek elektronik cihazlarda (Ye vd. 2018), membran filtrasyonunda (Feng vd., 2010), alan etkili transistörlerde (Chang vd., 2014) ve çip üstü laboratuvar uygulamalarında (Huang vd.,2013) son yıllarda sıklıkla kullanılmaya başlanmıştır. Bu yöntem ile düşük maliyetli olup yüksek çözünürlüklü, hassas olarak kontrol edilerek üretilen fiberler, istenilen yapıda desenleme mümkün hale gelmiştir.

Elektro-eğirme yönteminin üretilmesi istenilen ürünün özelliğine göre şekillenen ve literatürde kullanılan farklı tipleri bulunmaktadır. Bunlardan ilki, nano fiberlerin desensiz ve rastgele imalatı için kullanılan geleneksel elektro-eğirme tekniğidir. Bu yöntemle düzensiz şekilde bir polimer jet oluşturulur. Ancak elektro-eğirme yönteminin kullanım amacı zamanla evrilerek elektronik cihazlarda kullanılması hedeflenerek yöntemde bazı değişikliklere gidilmiştir. Çünkü elektronik sistemlerde nano fiberlerin kullanılması için düzensiz yapılardan ziyade fiberlerin yüksek derecede pozisyonlanması gerekmektedir. Bu bağlamda öncelikle sistemin tasarımı ve çözeltinin kompozisyonun değişiklikler meydana gelmiştir. İlk olarak dinamik toplayıcı kullanılmaya başlanarak yüksek çözünürlükte olmasa da nano fiberlerin desenlenmesi mümkün kılınmıştır. Bunun ilk örneklerinden biri olan dönen disk toplayıcısının sistemde toplayıcı altlık olarak kullanılması ile üretilen ve nispeten nano fiberlerin arasındaki mesafe kontrol edilebilen desenlemedir (Theron vd., 2001). Bir diğer metot ise destek elektrotlar ile yapılan elektro-eğirme yöntemidir. Bu metotta ise birbirine paralel şekilde duran iletken elektrotların arasında desenleme yapılarak polimer, seramik ve polimer/seramik kompozit nanoyapılar desenlenmiştir (Li vd., 2003). Bu şekilde üretilen elektronik uygulamalarda kullanılmayacak hizalama seviyesinde olsa da oluşturulan yapı kolaylıkla başka alttaşlara transfer edilebilir niteliktedir. Başka bir çalışmada ise paralel şekilde konumlandırılmış mıknatıslar ile elektrotlara göre daha verimli, kontrol edilebilir, nano fiber desenlemesi yapılarak kafes yapılar üretilmiştir. Bu yapı oluştururken çözelti seçimi de yapının oluşturulabilirliğini sağlamıştır. Bunun için manyetik yapıda polimer çözeltinin içine manyetik nanopartiküller konularak mıknatısların arasında nano fiberin hizalanmasına olanak sağlanmıştır (Yang vd., 2007).

Nano fiberlerin konumlandırılmasını arttırmak ve böylece desenlemenin kontrolünü geliştirmek için sistem parametrelerinin çalışıldığı birçok araştırma da bulunmaktadır. Bunun için öncelikle çalışılan faktörler, uygulanan gerilimin seviyesi, nozül ve toplayıcı arasındaki mesafe ve toplayıcının hızıdır. Bu çalışmalar neticesinde de yakın mesafeli elektro-eğirme yöntemi ilk kez

ortaya konularak nano fiberlerle direkt yazma daha kontrollü ve sürekli hale getirilmiştir (Sun vd., 2006). Yakın mesafeden kasıt ise iğne ve toplayıcı arasındaki aralığın 500 µm'ye kadar düşürülmesidir. Bunu gerçekleştirirken polimer çözeltisi tungsten AKM tipi kullanılmış ve tip polimer çözeltisine daldırılarak desenleme çalışılmıştır. Bu sayede üretilen fiberlerin çapı 100 nm'nin altında olsa da polimerin kesintisiz şekilde beslenmesi bu yöntemle mümkün olmadığı için konumlandırma alanı düşük seviyede kalmıştır. Bu sorunu aşmak için AKM manivelası yerine şırınga iğnesi kullanılmış ve polimerin beslenmesi aralıksız ve sabit olarak sağlanmıştır (Gupta vd., 2007). Bu şekilde üretilen kafes yapıdaki desenlemelerde daha geniş alanda üretim mümkün olmuştur.

Ancak bu yöntemler de elektro-eğirme ile üretilen nano fiberlerin büyük alanlarda konumlandırılması ve fiberlerin elektronik uygulamalarda kullanılması için yeterli seviyede değildir. Nano fiberlerin pozlandırılmasında kullanılan bir diğer yöntem ise mekano elektro-eğirme tekniğidir (Huang vd., 2012). Bu metotta ise büyük ölçekli, kontrol edilebilir, çok düzenli fiberlerin yapı taşını oluşturduğu mikro dizilerin sensörler, optik cihazlar ve manyetik depolama ortamları gibi mühendislik uygulamalarında kullanılabileceği ortaya konulmuştur. Bu yöntem ile üretilen ince şerit kafesler nemli ortama transfer edilerek kafeslerin su buharının absorblaması ve sıvı hatlarının oluşmasına olanak sağlanmıştır. Bu hatlar yüzey gerilim kuvvetleri ile incelerken istenilen konumda ve boyutta mikro dizilimler üretilmiştir. Bunun yanında elektro-eğirme ile direkt yazma sırasında fiberin spiral hareketi de kontrol altına alınarak, birden fazla kullanılan mikro iğneler yardımıyla sarmal şekilde üretilen desenler elde edilmiştir. Bu yapıların esnek elektronik uygulamalarda kullanılması amaçlanmaktadır (Masouleh vd., 2020).

Yarı iletken nano fiberlerin geniş alanda kontrollü şekilde desenlenmesi, fiberlerin elektronik cihaz uygulamalarında kullanılabilmesini sağlayacak önemli bir gelişme olmuştur. Bu bağlamda, nano fiberlerin istenilen boyutta ve kalınlıkta ve ayrıca kontrollü şekilde yüksek hızda hizalanması Min vd. (2013) tarafından ilk kez gösterilmiştir. Bu çalışmada yapılan büyük alanlı organik yarı iletken nano fiber dizilerini, doğrudan elektro-eğirme ile yazdırmak için yüksek hızlı nano fiber yazıcısı tasarlanmıştır. Bu yazıcı ile tekli uzanan yarı iletken nano fiberlerden oluşan nano kanallı transistörlerde bile, çok düşük temas direncinde ($<5.53\Omega$) ve $9.7 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1}\text{s}^{-1}$ 'e kadar maksimum alan etkili hareketliliğine ulaşılmıştır. Aynı zamanda iyi hizalanmış p ve n-tipi organik yarı iletken nano fiberleri içeren tamamlayıcı evireç devresi dizileri de üretilmiştir. Böylece yarı iletken nanodizileri doğrudan yazılması ile son derece hızlı konumlandırma yapan, geniş alanda nano elektronik aygıtlar üretmek için basit, güvenilir bir yöntem geliştirilmiştir.

Elektro-eğirme ile direkt yazma tekniği ile nanometre ölçeğinde iletken ve esnek elektrotların üretimi ve hizalanması da mümkündür. Son zamanlarda yapılan, elektro-eğirme yöntemi ile üretilen elektrotların elektronik cihazlarda uygulanabileceğini gösteren çok sayıda

çalışma bulunmaktadır. Lee vd. (2014) tarafından iki aşamalı ısıtılma işleminden geçirilen ve elektro-eğirme yöntemi kullanılarak dizilimi yapılan bakır nanoteller, ortalama 710 nm çapa ve 14,1 $\mu\Omega$ cm öz dirence sahip elektrot dizilerinin büyük ölçekli desenlenmesi başarı ile gerçekleştirilmiştir. Başka bir çalışmada ise polimer çözeltisinin gümüş trifloroasetat ile karıştırılarak elektro-eğirme ile üretilen gümüş nanotel dizilerinin, tek adımlı tavlama işleminden sonra 695 nm civarında çapa ve yüksek termal stabiliteye sahip şekilde nanotellerden üretilebileceği gösterilmiştir (Lee vd., 2016). Bunun yanında esnek elektronik uygulamaları için nano fiberler direkt yazma yönteminin ısıtılma işlemleri ile birleştirilmesi ile en az nano fiber çapı ~ 200 nm olan kilometrelerce uzunluğa ve yüksek iletkenliğe sahip gümüş elektrotlar da üretilmiştir (Bai vd., 2017).

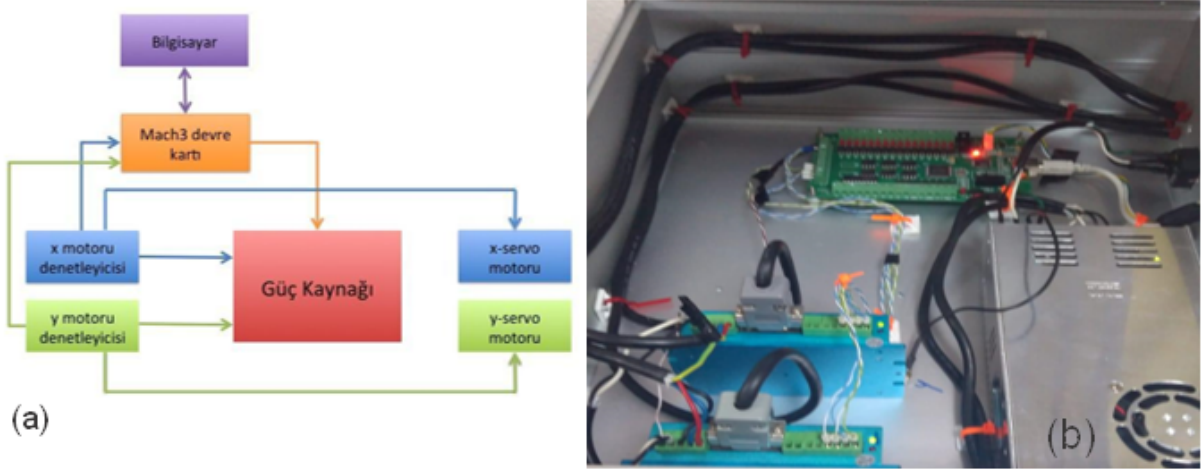
Polimer matrisine nanoteller veya nanopartiküllerin eklenmesiyle de entegre devrelerde tel bağlama uygulamalarında kullanılmak üzere düzenli hizalanmış desenler de üretilmiştir. Bu bağlamda, gümüş nanoteller ve PEO kompozit yapılar içeren baskılı şeritler, polimer ve proses parametreleri optimize edilerek çalışmalar yapılmıştır (Lee vd., 2014). Ayrıca, nanopartiküller eklenmiş polimerlerin yakın mesafeli yazma yöntemi ile uygulanan yüksek gerilim neticesinde üretilen nano fiberler ile minimum 500 nm çapında hizalanmış, iletken ve şeffaf elektrotlar üretildiği görülmüştür (Pan vd., 2015). Bahsedilen ve iletken elektrotların üretilmesi için fiberlerin kendisinin kullanıldığı yapılan bu çalışmalarda temel sorun ise iğne ve toplayıcı arasına uygulanan yüksek geriliminin işlem sırasında deşarj olması neticesinde ark oluşturmaması ve oluşan bu ark sebebiyle nanofabrikasyon işleminin zorlaşması ve hizalamanın kontrolünün sınırlı kalmasıdır (Blachowicz ve Ehrmann, 2019).

Bu proje kapsamında üretilen nano ve mikro fiberlerden desenleme yoluyla maske üretilere alternatif bir nano litografi tekniği geliştirilmiştir. Böylece, fotomaske kullanımına ve gelişmiş tesislere ihtiyaç duymayan, desenlemede son derece esnek, düşük maliyetli bir nano imalat yöntemi geliştirilerek literatüre katkı sağlanmıştır.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

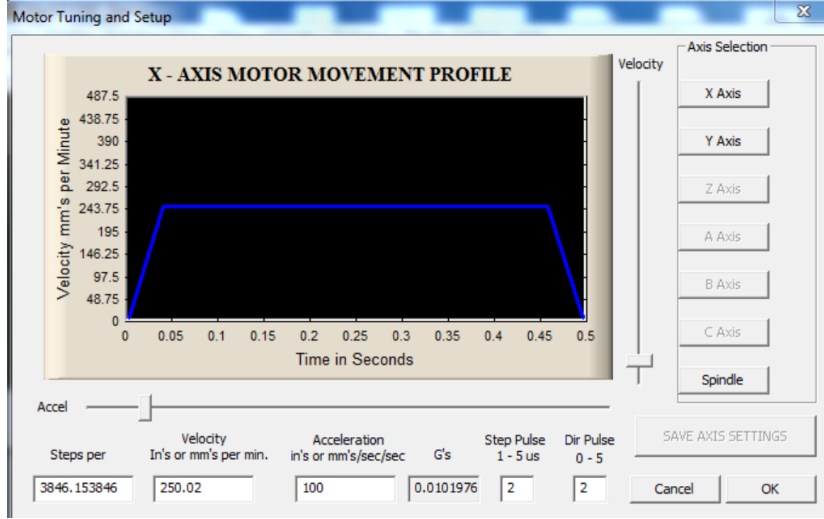
3.1 Sistemin Kurulumu ve Ön Optimizasyon Çalışmaları

İlk olarak toplayıcı altlığın hareketini sağlayan platform ve platforma kılavuzluk eden yazılımın elektro-eğirme sistemi ile çalışması sağlanmıştır. Bunun için öncelikle x-y platformunun yazılımla birlikte çalışmasını sağlayan düzeneğin kurulumu yapılmıştır. Bunun için x ve y motorlarının denetleyicileri Mach3 devre kartına ve x ve y servo motorlarına bağlanmıştır. Daha sonra ise devre kartının USB ile bilgisayarla olan bağlantısı yapılmıştır. Mach3 yazılımı kullanılarak x ve y motorlarının hız testleri neticesinde platform kalibre edilmiştir (Bkz. Şekil 1). Bunun için, Mach3 programında otomatik ayar seçeneği kullanılmıştır. Bu şekilde, bir eksen seçtikten ve bir mesafe girildikten sonra motor ile hareket ettirilen platformun gittiği gerçek mesafe ölçülür. Bu mesafe, programa girilerek programın birim başına adım (SPU) sayısını otomatik olarak önermesi ile kalibrasyon işlemi yapılmış olur. Çalışılan sistemin her motorunun SPU' su yaklaşık 3846,16 olarak belirlenmiştir. Kalibrasyonun yapıldığı pencere Şekil 2'de verilmiştir.



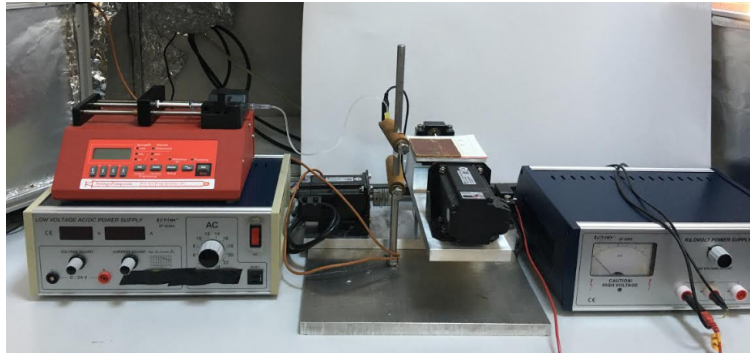
Şekil 1. Elektro-eğirme sisteminin yazılım ile çalışmasına sağlayan düzenek

Yazılım ile SPU, maksimum hız (mm / dk) ve ivmelenme ayarları mevcut olup kullanıcı tarafından SPU hariç hepsi ihtiyaç duyulduğu takdirde değiştirilebilmektedir. Belirtilen hızın motorun maksimum hızının geçmemesi sağlanarak G-kodu ile hız ayarı yapılabilmektedir. G-kodu, nümerik kontrol amaçlı kullanılan bir programlama dilidir. Genellikle otomatik makine parçalarını kontrol etmek için bilgisayar destekli üretimlerde kullanılmaktadır.

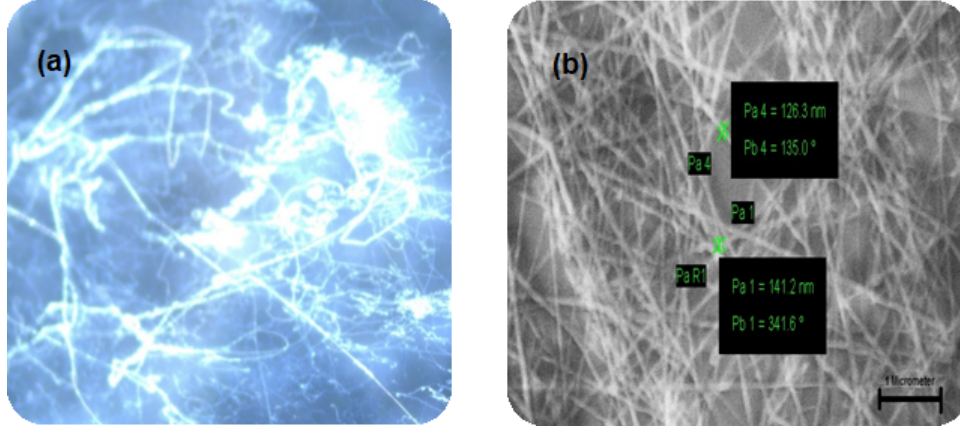


Şekil 2.Programın kalibrasyon penceresi

Elektro-eğirme sistemi üç temel ekipmandan oluşur. Bunlar yüksek voltaj kaynağı, çözelti besleme ünitesi ve toplayıcı altlık olarak sıralanabilir (Bkz. Şekil 3). Çözelti besleme ünitesi metalik iğne içerisinde polimer çözeltisi bulunan bir şırınga ve çözeltiyi iğne ucuna doğru, sabit ve kontrol edilebilir şekilde besleyen şırınga pompasından meydana gelmektedir. Bu bağlamda şırınga pompası ve voltaj kaynağı ile platformun elemanları birlikte çalışır hale getirilmiştir.



Şekil 3.Elektro-eğirme sisteminin genel görüntüsü oluşturulan sistemin fotoğrafı



Şekil 4. %4' lük PEO çözeltisi ile üretilen nano fiberlerin (a) optik mikroskopta görüntüsü (b) SEM görüntüsü

Kurulan elektro-eğirme düzeneği ile platformun rastgele hareketi yapılarak ağırlıkça 4' lük PEO polimer çözeltisi ile 10 kV' da, iğne ve cam alttaşın mesafesi 1 mm olacak şekilde ayarlandıktan sonra alttaş üzerine direkt yazma yapılmıştır. Sisteme uygun değişken değerlerinin bulunmasından önce ön çalışma olan bu işlem ile elde edilen fiberlerin optik mikroskopta elde edilen görüntüsü Şekil 4 (a)'daki gibi mikrometre ölçeğinde görünse de SEM ile yapılan görüntüleme nanometre kalınlıkta elde edildiği anlaşılmıştır (Bkz. Şekil 4(b)).

3.2. Alttaş Hazırlama

3.2.1. Silikon Dioksit Üzerine 100 nm Ag Kaplamaların Üretimi

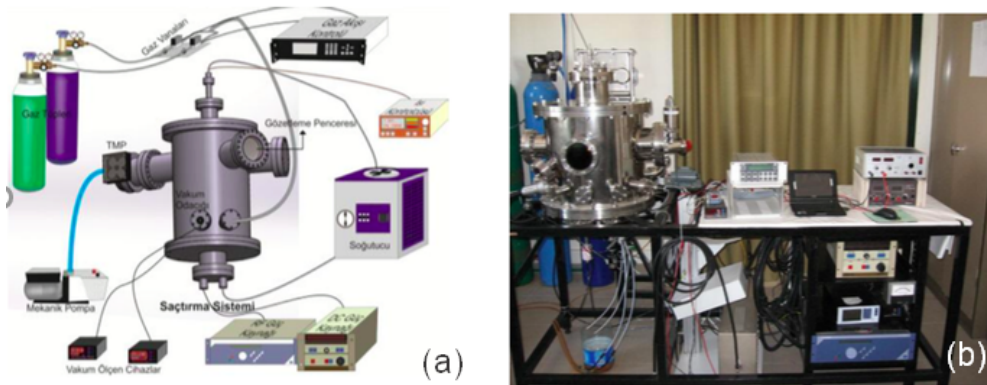
Altın alttaşlarla elektro-eğirme çalışmaları yapılmadan önce ekonomik bir alttaş olan gümüş kaplamalar ile optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. Bunun için İYTE Uygulamalı Kuantum Araştırma Merkezi'nin alt yapısında bulunan fiziksel buharlaştırma (Bkz. Şekil 5) sistemiyle silikon dioksit alttaş üzerine 100 nm kalınlığında gümüş buharlaştırılarak kaplanmıştır. Buharlaştırma sırasında uygulanan akım 68 A olup buharlaştırma hızı ise 0.7 kA/sn' dir. Sonuç kısmında da görüldüğü üzere gümüş kaplanmış silikon dioksit alttaşlar üzerine elektro-eğirme tekniği ile kafes yapıda düz fiberler çekilerek nano desenleme çalışmaları yapılmıştır. Nano desenleme çalışmalarından sonra argon iyon aşındırma tekniğiyle gümüş 5 dk aşındırılmış ve polimer kaplı gümüş fiberler elde edilmiştir. Fiberlerin kalınlığı ve morfolojisi taramalı elektron mikroskobu ve AKM ile görüntülenmiştir.



Şekil 5. İYTE Uygulamalı Kuantum Araştırma Merkezi' nin altyapısında bulunan fiziksel buharlaştırma sisteminin fotoğrafı

3.2.2. Cam Altaş Üzerine 10 nm Cr +100 nm Au Kaplamaların Üretimi

100 nm Ag kaplı altaşlar üzerine yapılan elektro-eğirme çalışmalarında elde edilen parametre değerleri kullanılarak krom ve altın kaplı altaşlar üzerine de elektro-eğirme çalışmaları yapılmıştır. Bunun için İYTE Uygulamalı Kuantum Araştırma Merkezi' nin altyapısında bulunan manyetik alan saçtırma sistemine (Bkz. Şekil 6) Cr ve Au hedefler yerleştirilmiştir. Ar besleme değeri 30 sccm olacak şekilde, Cr kaplama için kaplama gücü 50 W ve Au kaplama için 20W tutularak sırasıyla 10 nm Cr ve 100 nm Au kaplamalar cam üzerine biriktirilmiştir.

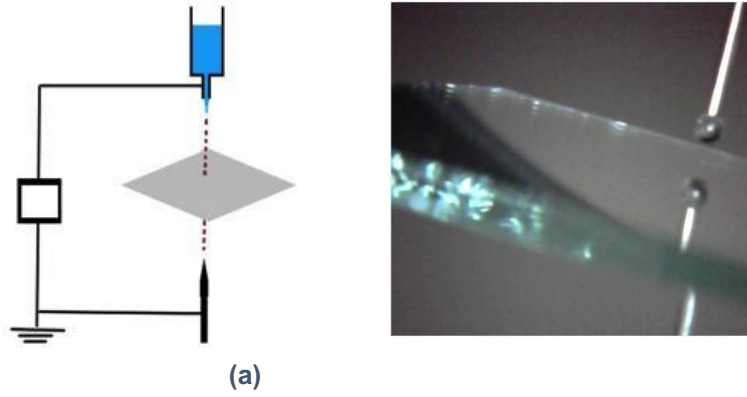


Şekil 6. İYTE Uygulamalı Kuantum Araştırma Merkezi' nin altyapısında bulunan manyetik alan saçtırma sisteminin (a) şematik görüntüsü ve (b) fotoğrafı

3.3. Elektro-eğirme Sistemine Uygun Değişken Değerlerinin Bulunması

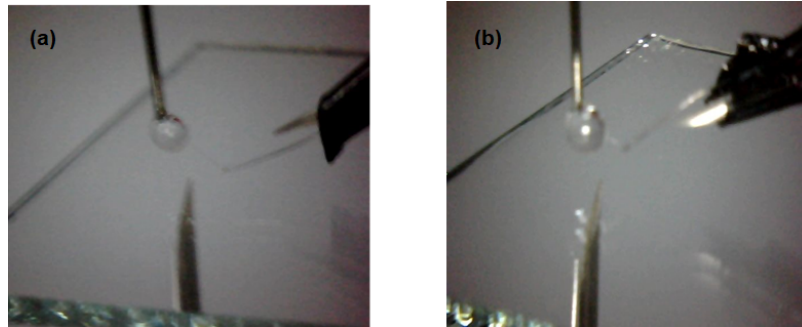
3.3.1. Polimer Jet Oluşturma Çalışmaları

Gerilim uygulandığında iğne ucunda asılı duran polimer damlacığı elektriklenir ve indüklenmiş olan yük damlacık yüzeyine eşit olarak dağılır (Bkz. Şekil 7 (a)). Böylece damlacık gerilir ve bir noktada sıvı akışında püskürtme gerçekleşir. İğne ağzında oluşturulan damlacık Şekil 7 (b)'de gösterilmiştir.



Şekil 7. (a) Genel olarak elektro-eğirme işleminin şeması (b) İğne ağzında oluşturulan damlacığın görüntüsü

Bunun yanı sıra eğer sistemle düşük voltaj ile çalışıldığında polimer jet oluşumu kendiliğinden başlayamaz. Bunun için Şekil 8' de görüldüğü üzere tungsten bir mikro-prob yardımı ile polimer jet oluşumu başlatılmaktadır.



Şekil 8. Mikro-probun polimer jeti oluşumu için damlacığa yaklaşması sonucu polimer jetinin ilk oluşma anını gösteren fotoğraflar.

3.3.2. Çözeltilerin Viskozite Ölçümleri

Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi (MW= 4.000.000) için viskozite çalışmaları üniversitemiz bünyesinde bulunan JP-Selecta ST-2020R Viskometresi ile yapılmıştır. Bu cihaz, analizi yapılan malzemeye batırılan bir disk vasıtasıyla diskin bilinen bir hızda dönmesine karşın malzemenin direncini ölçmektedir. Bu direnç sonuçları, referans milinin akış özelliklerine göre viskozitenin ölçümüdür. Ancak literatürde PEO çözeltileri için verilen sıfır kesme viskozite değeri (zero-shear viscosity) bu cihazla ölçülemediği için Katip Çelebi Üniversitesi bünyesinde bulunan Hybrid Rheometer Discovery HR-2 Reometre cihazı kullanılarak ölçümler tekrar edilmiştir. Bunun için %1-5' lik aralıkta hazırlanan PEO çözeltileri paralel plaka aparatı arasına konulmuş ve plakalar arası 1000 m boşluk bırakılarak sıfır kesme viskozite değerleri elde edilmiştir.

3.3.3. Desenlemede Kullanılan Proses Parametreleri

Optimum parametre değerlerine ulaşmak için çalışılan değişkenler aşağıdaki gibidir:

- Uygulanan gerilim
- İğne ucu toplayıcı alttaş arasındaki mesafe
- Platformun hızı
- Polimerin molekül ağırlığı ve çeşidi
- Şırınga Pompası Besleme Hızı
- Kılavuz Elektrot
- İğne Çapı

3.3.3.1 Uygulanan Gerilim

Uygulanan voltaj elektro-eğirmenin gerçekleşmesinde rol alan parametrelerin başında gelmektedir. Uygulanan gerilim ile iğne ucu ve fiberin toplandığı altlık arasında elektrik alan oluşturularak çözeltinin elektrik alandan etkilenmesi için gerekli olan yükü çözeltilere sağlar. İlk olarak, uygulanan voltaj farkı 1 kV ve altına düşürülerek diğer değişkenler sabit tutularak çalışılmıştır. Bunun için 10 kW güç kapasitesine sahip bir güç kaynağı kullanılmıştır. Daha sonra voltaj farkının diğer değişkenler üzerine etkisinin araştırılması için 5 kV' a kadar artırılarak çalışılmıştır. Ancak genel olarak 0,4 kV- 1 kV arası voltaj farkı ile çalışılmıştır.

3.3.3.2 İğne Ucu Toplayıcı Alttaş Arasındaki Mesafe

Yakın mesafeli elektro-eğirme sisteminde iğne ucu ve toplayıcı alttaş arası mesafeler 5 mm 'den başlayarak çalışılmaya başlanmıştır. Yapılan çalışmalar doğrultusunda alttaş ve iğne ucu arasındaki mesafe farkının, polimer jet oluşumuna, fiber çapı ve desenleme üzerine etkisi sebebiyle 0,8 mm-2 mm aralığında çalışılmıştır.

3.3.3.3 Platform Hızı Parametreleri

Polimerin alttaş üzerinde x-y eksenlerine göre konumlandırılması platformun hızının desenleme üzerindeki etkisi çok önemlidir. Platform hızı ile fiber yapısının doğrusal veya spiralli şekilde üretilmediği görülmüştür. Platformun hareket hızı ile fiberlerin çapları ve morfolojileri kontrol edilebilir. Platform hızının optimum değerini belirleyebilmek için 90 mm/dk - 2500 mm/dk aralıklarındaki hızlarda çalışılmıştır. Kullanılan alttaş ve diğer değişkenlere göre platform hızının optimum değeri de değişkenlik göstermiştir.

3.3.3.4 Polimerin Molekül Ağırlığı ve Çeşidi

Literatürde farklı kimyasal ve fiziksel özelliklere sahip birçok polimer çözeltisi kullanılarak yakın mesafeli elektro-eğirme yapılmıştır. Yakın mesafede tutulan iğne, ark oluşturmaması için düşük elektrik alan uygulanarak ve yüksek moleküler ağırlığında polimer mürekkebi çözeltileri kullanılarak, polimerin süper elastik özellik göstermesi neticesinde hizalama yapılabilir (Bisht vd. 2011). Bu şekilde yapıldığında çözelti içindeki birbirlerine dolanmış polimer zincirleri sayesinde polimer uzunlamasına eğilirken püskürtme uçlarındaki sürekliliğin artması da sağlanmaktadır. Bu da polimer jetinin nano fiberlere sürekli dönüşümünü kolaylaştırmaktadır. Bu sebeple, projede PEO içerikli çözeltiler kullanılmıştır. Bu bağlamda, optimum polimer konsantrasyonunun bulunabilmesi için PEO (MW=4.000.000), çözeltisi farklı konsantrasyonlarda (ağırlıkça %1-5 aralığında) hazırlanmıştır. Farklı konsantrasyonlarla yapılan elektro-eğirme çalışmalardan uygun konsantrasyon değerinin yakın mesafeli elektro-eğirme sisteminde ağırlıkça %2 olduğu belirlenmiş ve diğer çalışmalar bu polimer konsantrasyonu çalışılarak yapılmıştır. Genel olarak, 25 ml çözeltiler oda sıcaklığında hazırlanmıştır. Ağırlıkça %2 PEO çözeltisinin hazırlanması için 0,5 gr PEO+ 24,5 ml ultra saf su karıştırılarak 96 saat boyunca karıştırıcıda homojenize edilmiş ve sonrasında 24 saat boyunca dinlendirilmiştir.

PEO polimeri dışında Polyvinilpirolidon (PVP) polimeri kullanılarak elektro-eğirme ile fiber desenlenmesi de denenmiştir. Bunun için molekül ağırlığı 1.300.000 PVP polimer kullanılarak metanol ile ağırlıkça %8' lik çözelti hazırlanmıştır. Ancak yapılan çalışmada yakın mesafe (1 mm) ile sürekli bir fiber oluşumu gözlemlenememiştir. PVP ile ancak uzak mesafe ve yüksek voltaj uygulandığında fiberler üretilmiştir. Proje kapsamında fiberlerle desenleme yapılması hedeflendiği için PVP polimeri ile çalışılmayacağı anlaşılmıştır.

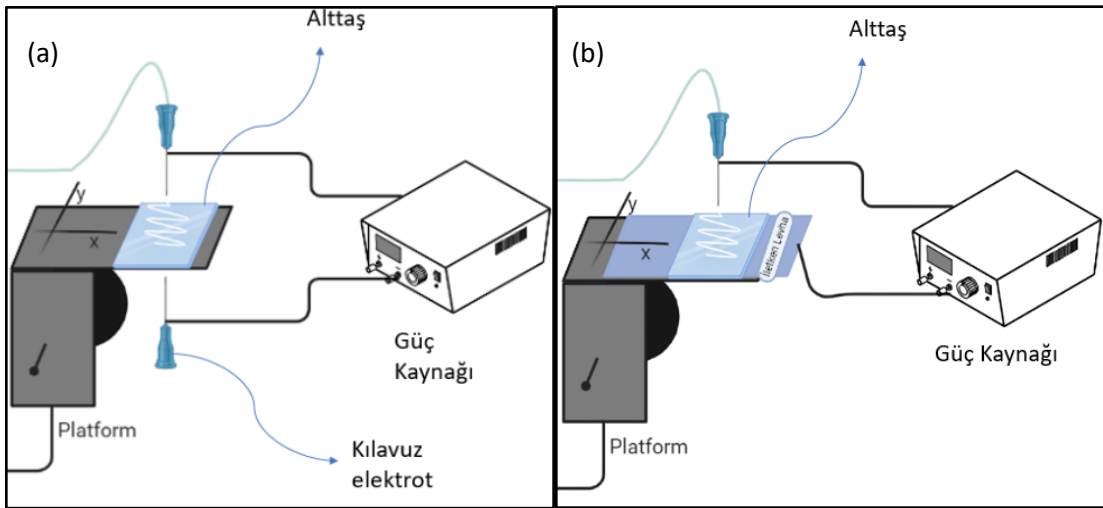
Bunun yanında ağırlıkça %2 PEO polimer çözeltisi kullanılarak 10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam alttaşlar üzerine değişen sıcaklıklarda desenleme çalışmaları yapılmıştır. Isıtıcı üzerinde termokupl ile kontrollü olarak ısıtılan alttaşlar sisteme yerleştirilmiştir. Sistem çalışırken termokupl ile sıcaklık ölçümleri yapılmış ve alttaş 80°C sıcaklığa sahip iken desenleme çalışılmıştır.

3.3.3.5 Şırınga Pompası Besleme Hızı

Çözelti akış hızı işlem parametrelerin bir diğeri olup hızın optimum değeri, Taylor konisinin kararlı olduğu değerdir. Akış hızı bu değerden daha yüksek olursa boncuk oluşumu ve fiberin çapında artış görülür. Ayrıca çözelti akışı çözelti hacminin artması yani birim zamanda iğne ucundaki beslemenin artmasına ve böylece fiber çapının da artmasına neden olur. Farklı şırınga tipleri ile 0,73 µl/h -150 µl/h besleme hızlarında çalışılmıştır.

3.3.3.6 Kılavuz Elektrot

Kılavuz altlığın tipi de işlem sırasında önemli olup elektrik alanın oluşabilmesi için ya altlıkların iletken olması ya da bir kılavuz elektrot kullanılması da gerekmektedir. İlk etapta, fiberlerin hizalamasını arttırmak için toplayıcı altlığın altına bir iğne ucu konulmuş ve kılavuz elektrot işlevi görmesi sağlanmıştır (Bkz. Şekil 9(a)). Daha sonraki çalışmalarda iletken bir levha da kullanılmaya başlanmıştır (Bkz. Şekil 9 (b)).

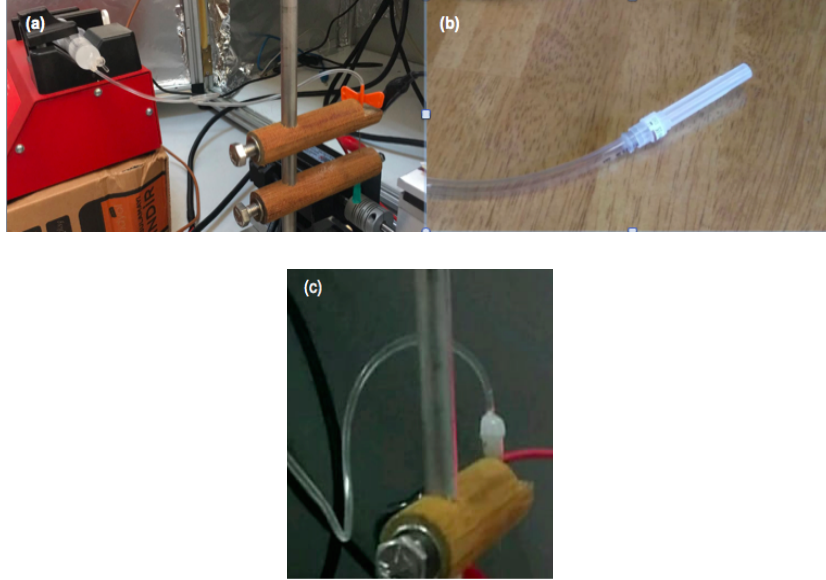


Şekil 9. Sisteme entegre edilen farklı kılavuz elektrot çeşitleri (a) iğne ucu kılavuz elektrot (b) iletken levha kılavuz elektrotların şematik gösterimi

3.3.3.7 İğne Çapı

İğne çapı da fiber yapısını etkilemektedir. İğne iç çapının azaltılması ile fiberlerin oluşumu sırasında meydana gelen boncuksu yapıyı azaltmak için kullanılabilir. İlk çalışmalarda Şekil 10 (a)' da görülen 25 gauge' lik kelebek iğne kullanılmıştır. İstenilen kalınlıkta fiberler üretilmediği için 27 ve 30 gauge' lik iğne uçları ile çalışılmasına karar verilmiştir. 27 Gauge' lik kelebek iğne piyasada mevcut olmadığı için Şekil 10(b)' de görülen dış hekimlerinin anesteziplerinde kullandıkları 27 Gauge' lik iğne, epoksi yapıştırma ile standart sertlikteki iğne hortumuna bağlanarak çalışmalar yapılmıştır. Ancak desenlemenin yapılamamasından dolayı iğne bağlantısında kullanılan hortum değiştirilerek Şekil 10(c) bağlantısına geçilmiştir. Bunun nedeni ise sert ve kalın hortum

kullanılması nedeniyle pompanın istenilen hızda polimeri iğne ucuna tam olarak gönderememesidir. Bu sebeple iğne vakum altında sıcak plastik enjeksiyon yöntemi ile Şekil 10 (a)' da görülen tipte hortuma (hortumun kelebek iğnesi kesilerek) bağlanmıştır.



Şekil 10. Farklı iğne uçları ve bağlantıları (a) 25 Gauge' lik kelebek iğne (b) 27 Gauge' lik iğne ve standart hortum bağlantısı (c) 27 Gauge' lik iğne ve yumuşak bir hortum ile bağlantısı

3.3.4. Ortam Parametreleri

Elektro-eğirme sırasında sıcaklık, hava akımları, nem gibi ortam parametrelerinin sabit ve optimum değerlerde tutulması gerekmektedir. Ancak kullanılan elektro-eğirme sisteminin içinde bulunduğu ve iklimlendiricisi olan bir kabin bulunmamaktadır. Bu yüzden standart laboratuvar ortamında üretim gerçekleştirilmiştir. Laboratuvar ortamındaki hava akımları ve sıcaklık sistemin çalışmasını engelleyecek şartlarda olduğunda (özellikle yaz günlerinde) çalışmalarımız oldukça aksamıştır. Hizalamada ve fiber oluşumlarında sorunlar yaşanmıştır. İleriki dönemlerde sistemin iklimlendirmesi kontrol edilebilen bir ortama taşınarak ve ayrıca bir kabin içine alınması durumunda hizalamada verimliliğin artacağı düşünülmektedir.

3.4. Argon İyon Aşındırma İşlemi

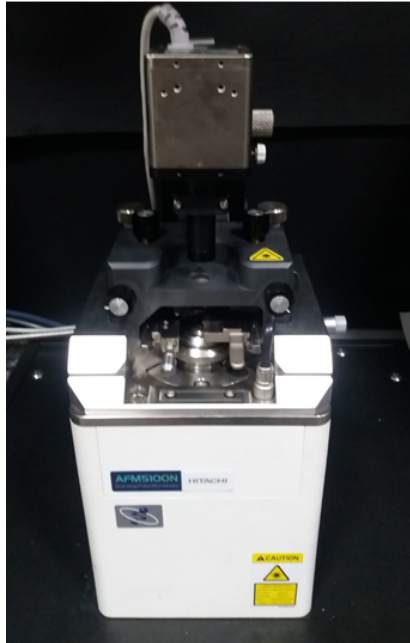
Elektro-eğirme ile desenlemeden sonra belirli sürelerde Ar iyon aşındırma işlemi ile fiber kaplanmamış yerlerdeki Au metalinin aşındırılması sağlanarak metalin alttaştan sıyrılması çalışılmıştır. Bu aşamada elde edilen desenlerin iyon aşındırma sistemiyle aşındırılması için belirli zaman aralıklarında denemeler yapılarak uygun aşındırma süresi bulunmaya çalışılmıştır. Cihazın çalışma koşulları DC gücü olarak 49 W, akım değeri olarak 0,07 A ve voltaj değeri olarak 750V'tur. Örnek tutucu 22,5 derece açıyla konulup 3,2 V DC ile aşındırma boyunca döndürülmüştür.

3.5 İyon Aşındırma İşlemi Sonrası Desen Üzerindeki Polimerin Giderilmesi

10 nm Cr+ 100 nm Au kaplanmış cam alttaş üzerine desenleme ile yazdırılan polimer(PEO) fiberlerin iyon aşındırma işlemi sonrasında altın elektrotların üzerinden giderilmesi gerekmektedir. Bunun için PEO polimeri yüzeyden sıyırmak için metanol ve su karışımı bir beher içerisinde 2:1 oranında hazırlanarak 50°C ' ye ısıtılmıştır. İyon aşındırma işlemi uygulanmış alttaş, bir petri içerisinde kısa süreli ısıtılarak alttaş üzerindeki polimerin yumuşaması sağlanmıştır. Daha sonra 50°C ' ye ısıtılan metanol-su karışımı alttaşın üzerine yavaşça dökülerek sıcaklık 50°C' de sabit tutulmuş ve alttaş 40 dk karışım içerisinde bekletilmiştir. Karışım içerisinde alınan alttaş nitrojen gazı ile kurutulmuştur.

3.6 Karakterizasyon

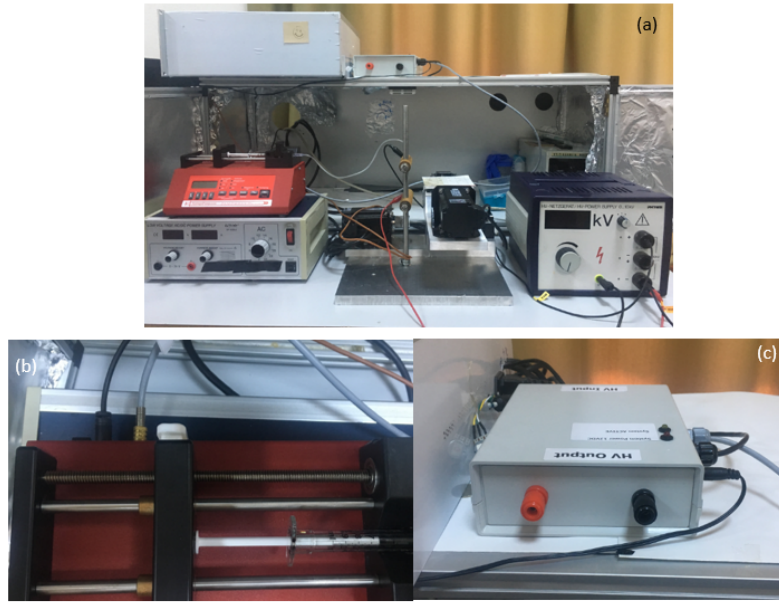
Desenleme sonucunda elde edilen nano fiberlerin yapısal özelliklerini incelemek için İYTE Malzeme Araştırma Merkezi bünyesinde bulunan Quanta 250 FEG ya da Katip Çelebi Malzeme Araştırma Merkezi bünyesinde bulunan Carl Zeiss 300VP model taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope, SEM) kullanılmıştır. Nano fiberlerin elementel dağılımı için ise SEM üzerine takılı Oxford Aztec marka Enerji Dağılımlı X-ışını dedektörü ile gerçekleştirilmiştir. Fiberlerin kalınlıklarını belirlemek için üniversitemiz bünyesinde bulunan Hitachi marka AFM5100N model AKM Multi 75Al-G AKM tipi ile kullanılmıştır (Bkz. Şekil 11).



Şekil 11. Hitachi marka Multi Function SPM Unit AFM5100N model AKM'nin fotoğrafı

3.7 Interdigitated Düzende Elektrot Üretilmesi için Elektro-Eğirme Sistemindeki Eklentiler

Projenin amacı interdigitated düzende dizilen elektrotlardan oluşan sensör imalatıdır. Bunun için yarı iletken anahtarlama elemanları aracılığı ile voltaj istenen zamanlarda açılıp kapatılabilir hale getirilmiştir. Çünkü interdigitated düzende konumlandırılmak istenen elektrotlar, sürekli fiber üretimi yapan bir sistemle üretilmemiştir. Bu sebeple, şırınga pompasına ve güç kaynağında yapılan değişikliklerle fiber üretimi istenilen yerde kesilerek elektrotların konumlandırılması amaçlanmıştır. Bunun için sisteme entegre edilen pompa ve güç ünitesi kontrol eklentileri Şekil 12'de gösterilmiştir.



Şekil 12. (a) Elektro-eğirme sisteminin yeni genel görüntüsü, eklentiler: (b) Pompa bağlanma noktası ve (c) anahtarlama kontrol ünitesi.

4.SONUÇ VE BULGULAR

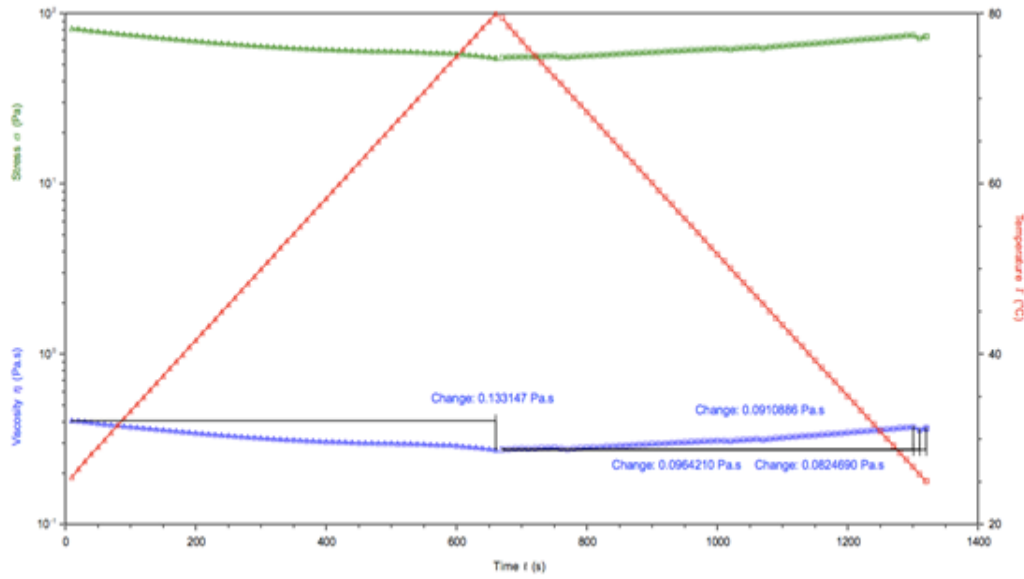
4.1. Sistem için Optimum Çözelti Viskozitesini Belirleme Çalışmaları

Ağırlıkça %1-5' lik aralıkta hazırlanan PEO çözeltileri Hybrid Rheometer Discovery HR-2 Reometre cihazı kullanılarak sıfır kesme viskozite değerleri elde edilmiştir (Bkz. Tablo 1). Bisht vd. 2011' e göre bu değerler %1' lik PEO çözeltisi için 1,33 Pa•s, %2' lik PEO çözeltisi için 28,7 Pa•s ve %3' lük PEO çözeltisi için 111 Pa•s olarak verilmiştir. Desenlemede olumlu sonuçlar elde ettiğimiz ve yoğun olarak çalıştığımız %2' lik PEO çözeltisi için sıfır kesme viskozitesi literatür ile %0,77 oranda sapma göstermektedir. Diğer çözeltilerde ise bu fark %1' lik PEO çözeltisi için %5,83 ve %3' lük PEO çözeltisi için ise %15,92 oranda sapma göstermektedir. Bu sapmaların çözeltileri hazırlamadaki yöntemsel farklılıklardan kaynaklandığını düşünmekteyiz.

Tablo 1. Farklı konsantrasyonlara sahip PEO çözeltilerinin (MW= 4.000.000) sıfır kesme viskozite değerleri

Polimer konsantrasyonu	Sıfır Kesme Viskozitesi (Pa•s)
%1 PEO	1,4076
%2 PEO	28,4877
%3 PEO	128,671
%4 PEO	351,759
%5 PEO	424,025

Alttaş sıcaklığına bağlı olarak viskozite çalışmalarına başlanmadan önce Reometre ile %2' lik PEO çözeltisinin viskozitenin sıcaklığa bağlı olan etkisi incelenmiştir. Bunun için çözeltinin sıcaklığı oda sıcaklığından 80°C' ye (çözelti su içerikli olması sebebiyle maksimum sıcaklık olarak belirlenmiştir) kadar dakikada 5°C arttırılarak viskozite değişimine bakılmıştır. Çözeltinin viskozitesindeki değişiklik 80°C' ye geldiğinde 0,133 olarak saptanmıştır (Bkz. Şekil 13). Sisteme termokupullar entegre edilerek alttaş 80°C' deyken desenleme başlatılmış ve alttaşın sıcaklığının düşmesiyle desenlemedeki ve fiber yapısındaki değişiklikler saptanmıştır.



Şekil 13. %2' lik PEO çözeltisinin viskozitesinin ve stresinin sıcaklığa bağlı etkisi

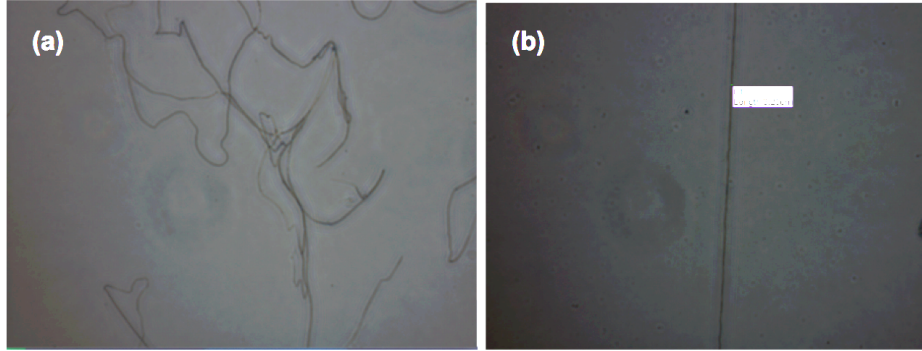
4.2. Cam Alttaş Üzerine Belirlenen Değişkenlerle Optimizasyon Çalışmaları

Öncelikle PEO çözeltisi ile ağırlıkça %2' lik çözelti ile cam alttaşlar üzerinde çalışılmaya başlanmıştır. Bunun için ilk olarak iğne ucu 25 gauge'lik bir şırınga kullanılarak Tablo 2'deki parametre değerleri çalışılmıştır. Burada polimer çözeltisinin konsantrasyonu sabit tutularak alttaş oda sıcaklığında tutularak iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı değiştirilerek elektro-eğirme işlemi yapılmıştır.

Tablo 2. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

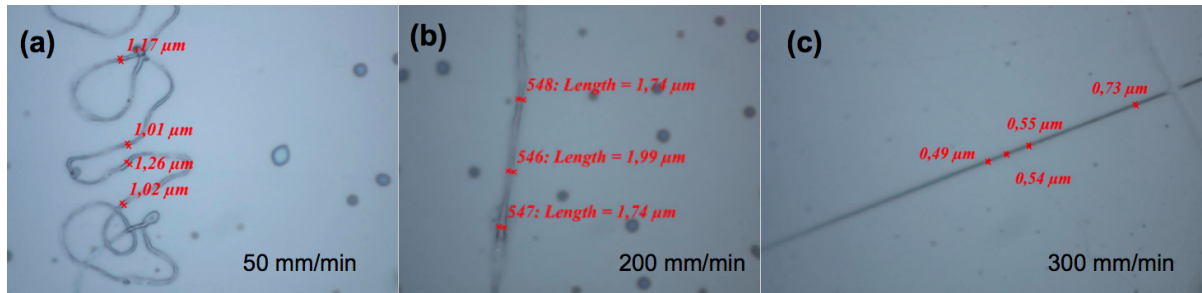
Örnek ismi	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	Pompa hızı (mL/h)	Platform hızı (mm/dk)
S5-1	5	5	0,15	50-100-200-300
S5-2	2	5	0,15	50-100-200-300
S5-3	2	4	0,05	50-100-200-300
S5-4	2	1	0,05	50-100-200-300
S5-5	1	0,5	0,01	50-100-200-300
S5-6	1	0,8	0,01	50-100-200-300
S5-7	2	1,5	0,01	50-100-200-300

Tablo 2' de gösterilen değerler kullanılarak platformun hızının fiber morfolojisine olan etkisi farklı mesafeler (iğne ucu ve toplayıcı alttaş arasındaki mesafe), voltaj farkları ve pompa hızları çalışılarak gösterilmiştir. Farklı hızlar çalışılarak desenleme Şekil 19 (b)' deki gibi yapılmıştır. Mesafe 5 mm, voltaj farkı 5 kV ve pompa hızı 0,15 mL/h olduğunda 50, 100, 200 mm/dk olduğunda Şekil 14(a)' daki gibi düz fiberler elde edilirken (100 ve 200 mm/dk benzer yapıda olduğu için gösterilmemiştir) hız 300 mm/dk olduğunda 3,23 μm kalınlıkta fiberler edilmiştir (Bkz. Şekil 14(b)).



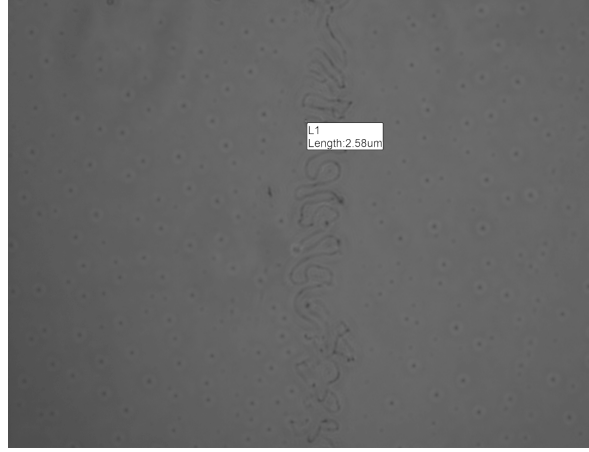
Şekil 14. Örnek 5S-1: Farklı yazma hızlarında üretilen fiberlerin optik mikroskop görüntüleri (a) 50 mm/dk (b) 300 mm/dk; mesafe: 5mm, ΔV : 5 kV, pompa hızı: 0,15 mL/h

Mesafe 2 mm' ye düşürülüp diğer parametreler sabit tutulduğunda ise 300 mm/dk hızda fiber kalınlığı mikrometre altına düşerek 0,49 μm olmuştur (Bkz. Şekil 15 (c)). Bunun yanında platformun hızı, 50 mm/dk (Şekil 15 (a)) olduğunda fiberin yapısı boncuksu iken hız arttırıldığında boncuksu yapıdan kurtularak düz fiberler elde edilmiştir.



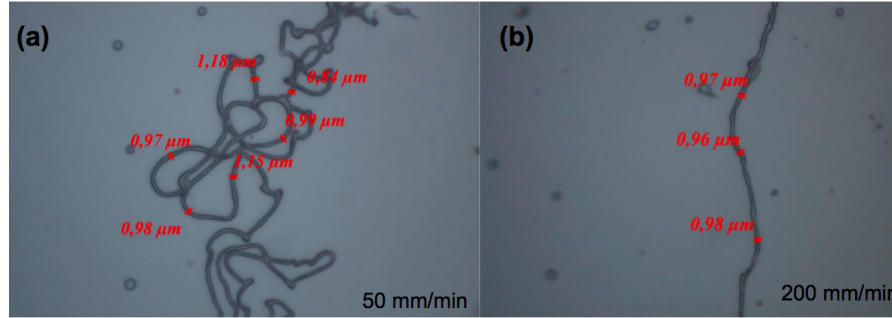
Şekil 15. Örnek 5S-2 : Farklı yazma hızlarında üretilen fiberlerin optik mikroskop görüntüleri (a) 50 mm/dk, (b) 200 mm/dk (c) 300 mm/dk; mesafe: 2mm, ΔV : 5 kV, pompa hızı: 0,15 mL/h

Voltaj farkı 4 kV' a ve pompa hızı 0.05 mL/h' düşürülerek mesafe 2 mm'de tutulduğunda ise sadece hız 50 mm/dk hızda fiberler elde edilmiş ancak fiber yapısı düz olmadığı için desenlemeye müsait olmadığına kara verilmiştir (Bkz. Şekil 16). Diğer hızlarda ise fiberler üretilmemiştir.



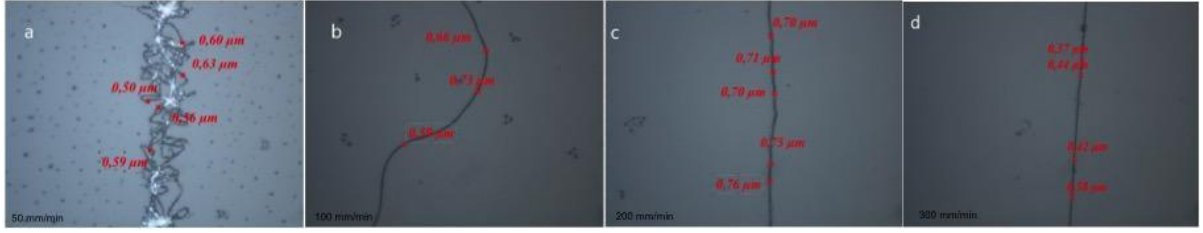
Şekil 16. Örnek S5-3: Optik mikroskop görüntüsü 50 mm/dk, mesafe: 2mm, ΔV : 4 kV, pompa hızı: 0,05 mL/h

Voltaj farkı 1 kV' a düşürülüp bir önceki örneğe göre diğer parametreler sabit tutulduğunda hız 50 mm/dk' de birbirleri üzerine dolanmış yapıda fiberler elde edilirken 200 mm/dk hızda ise bu yapı biraz düzelse de desenleme oluşmamıştır (Bkz. Şekil 17). 300 mm/dk fiber yapısı görüntülenememiştir.

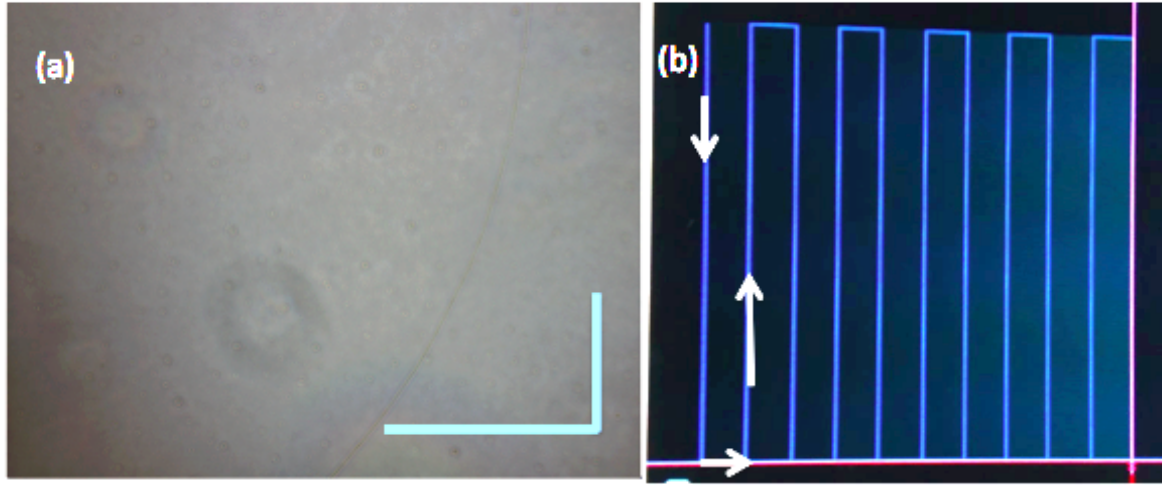


Şekil 17. Örnek S5-4: Farklı yazma hızlarında üretilen fiberlerin optik mikroskop görüntüleri (a) 50 mm/dk, (b) 200 mm/dk; mesafe: 2mm, ΔV : 1 kV, pompa hızı: 0,05 mL/h

Örnek S5-6 ve S5-7'de kullanılan değerler ile fiberler oluşturulamaz iken voltaj farkı 1.5 kV, mesafe 2mm, pompa hızı 0.01 mL/h ve hız 50 mm/dk olduğunda fiber kalınlıkları 700 nm iken hız 300 mm/dk arttırıldığında kalınlık 370 nm' ye kadar düşmüştür. Ancak amacımız sadece kalınlığın mikron altına düşürmek değil aynı zamanda desenleme yapmaktır. Şekil 19'da görülen ise Şekil 18(d)' de gösterilen fiberlerin üretim değerleri ile elde edilen desenin köşe yapısıdır. Şekil 19'da mavi çizgi ile gösterilen şekilde köşeli olması gereken desen kavisli elde edilmiştir. Sonuç olarak, Tablo 2' deki parametre değerleri ile çalışıldığında fiber kalınlığı 370 nm' ye kadar düşülse de istenilen yapıda desenlemeye ulaşılamamıştır.



Şekil 18. Örnek S5-8: Farklı yazma hızlarında üretilen fiberlerin optik mikroskop görüntüleri (a) 50 mm/dk, (b) 100 mm/dk (c) 200 mm/dk (d) 300 mm/dk; mesafe: 2mm, ΔV : 1,5 kV, pompa hızı: 0,01mL/h

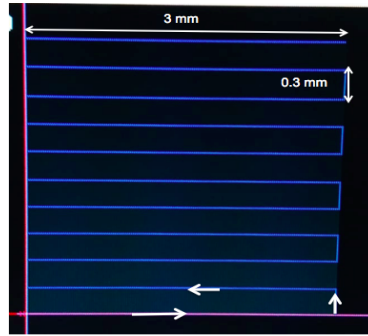


Şekil 19. (a) Şekil 11(d)'de gösterilen fiberlerin üretim değerleri ile elde edilen köşe deseni. Mavi çizgi ile gösterilen ise istenilen köşe deseni (b) üretilmek istenen desenin yönü

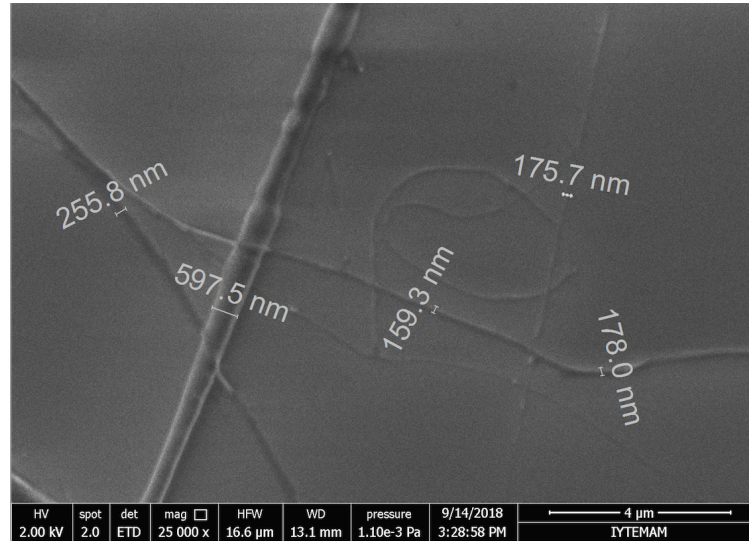
İstenilen fiber kalınlıklarının elde edilememesi üzerine iğne çapının fiber çapına etkisinin anlaşılması için önceden kullanılan 25 gauge'lık kelebek iğne yerine 27 Gauge'lık kelebek iğne kullanılarak Tablo 3'te gösterilen çalışmalar yapılmıştır. Oluşturulmak istenen desen Şekil 20'de yönü ve boyutları ile gösterilmiştir. Desen boyutları 3 x 3 mm olup köşeler arasındaki mesafe ise 0,3 mm'dir. Örnek 409-S1'de optik mikroskop ile herhangi bir görüntü alınamadığı için mesafe artırılarak 0,9 kV'da çalışılmaya devam edilmiştir. Örnek 409-S2'nin SEM görüntüsü Şekil 21'de verilmiştir. Bu koşullarda desen üretilemezken fiber kalınlıkları sabit olmamakla beraber 200 nm'nin altında fiber kalınlığına ulaşılmıştır.

Tablo 3. Ağırlıkça %2 'lik PEO çözeltisi ile 27 Gauge'lik iğne ucu kullanılarak yapılan çalışmalar

Örnek adı	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR (mL/h)	Platform hızı (mm/dk)
409-S1	1	0,9	0,01	1000
409-S2	3	0,9	0,01	1000



Şekil 20. Üretilmek istenen desenin yönü ve boyutları

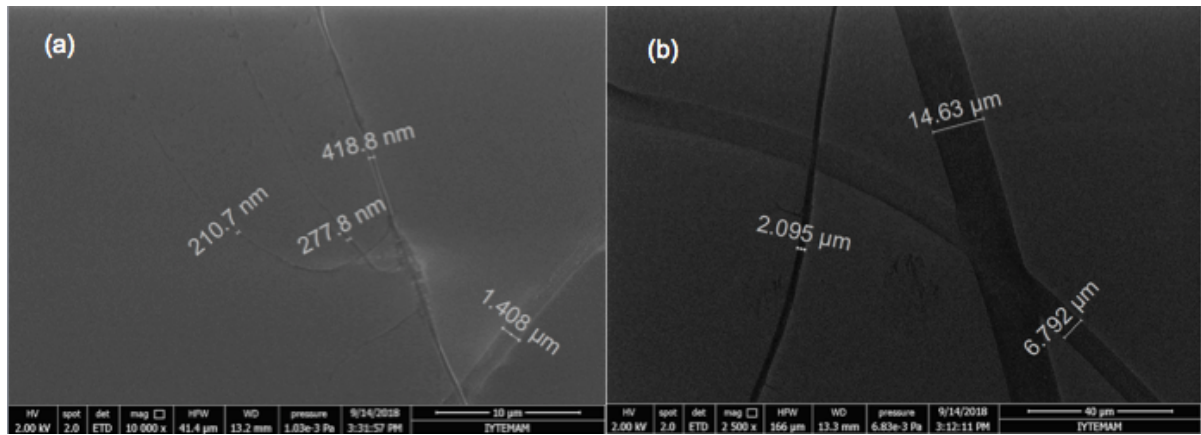


Şekil 21. Örnek 409-S2'nin SEM görüntüsü

Entegre hortum bağlantısı ile 27 gauge' lik iğne kullanılarak yapılan elektro-eğirme Tablo 4' teki koşullar ile gerçekleştirilmiştir. Yüksek voltajda yani 4 kV' da platformun hızı 1000 mm/dk' de tutularak 1309-S1 üretilmiş ve SEM görüntüsüne bakılmıştır. Bunun yanında voltaj farkı aynı tutularak hız 1500 mm/dk' e artırılmış ve örnek 1309-S2 hazırlanarak SEM analizi (Bkz. Şekil 22) ile fiber morfolojisine bakılmıştır. Bu sonuçlar neticesinde yüksek voltaj farkında hız düşürüldüğünde fiber kalınlığının düştüğü anlaşılmıştır.

Tablo 4. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile entegre hortum bağlantısı kullanılarak yapılan desenlemede kullanılan parametre değerleri

Örnek adı	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR (mL/h)	Platform hızı (mm/dk)
1309-S1	2	4	0,01	1000
1309-S2	2	4	0,01	1500



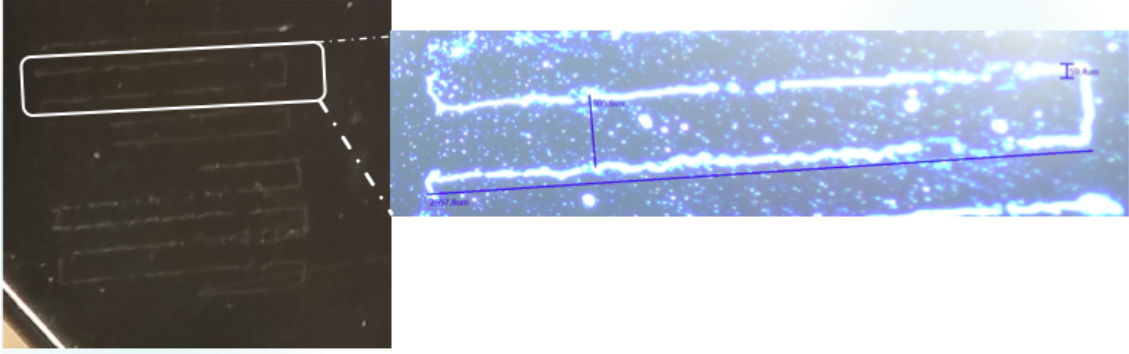
Şekil 22. SEM görüntüleri (a) 1309-S1 (b) 1309-S2

4.3. Silikon Tabanlı Altaşlar Üzerine Desenleme Çalışmaları

Desenlemede gerçekleşen zorluklar nedeniyle pürüzlü olan cam altaş yerine SiN altaş üzerinde elektro-eğirme ile desenleme, mesafe 1mm' ye ve voltaj farkı 3,3 kV'a düşürülerek yapılmıştır (Bkz. Tablo 5). Ayrıca entegre hortum bağlantılı 27 Gauge' lik iğne kullanılmıştır. Platformun hızı (veriler gösterilmemiştir) 1500 mm/dk iken desenlemede başarıya ulaşılamazken hız 500 mm/dk olduğunda Şekil 23' te görülen desen elde edilmiştir. Desenin uzunluğu 3 mm olarak Mach3'e girilmiş olup buna karşın ölçülen değer 2,957 mm olduğu tespit edilmiştir. Köşe mesafesi 0,3mm olarak belirlenmiş olup elde edilen ise 0,3006 mm'dir. Bu veriler ışığında desenlemede başarılı olunmasına karşın fiber kalınlıkları 59,4 µm'dir. Bu sebeple, fiberlerin desenlemesiyle birlikte fiber kalınlıklarında nanometrik seviyeye inmek için sistemin parametre değerlerinde optimizasyon çalışmalarına ağırlık verilmiştir

Tablo 5. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile 27 Gauge' lik iğne ve SiN altaş kullanılarak çalışılan elektro-eğirme değerleri.

Örnek adı	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR (mL/h)	Platform hızı (mm/dk)
1910-S2	1	3,3	0,01	500

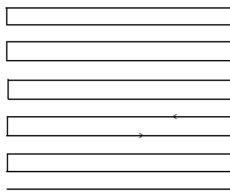


Şekil 23. Örnek 1910-S2'nin optik mikroskolla görüntüsü.

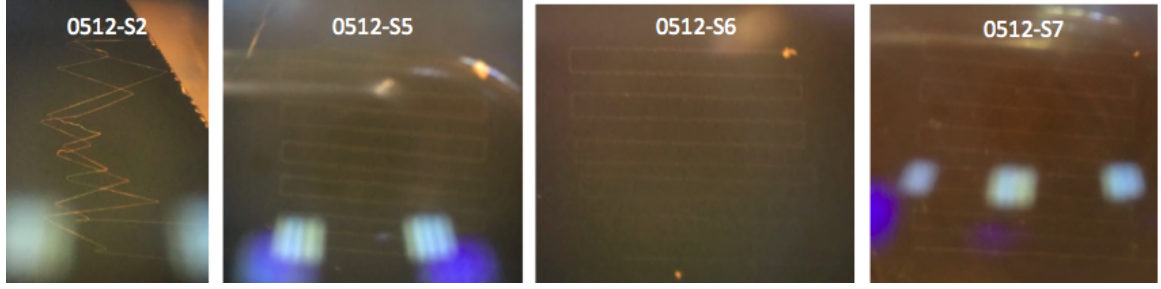
Tablo 6. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek adı	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR (mL/h)	Platform hızı (mm/dk)
0512-S2	1	1	2,5	80
0512-S5	3	1	2,5	30
0512-S6	2	1	2,5	30
0512-S7	1	1	2,5	30
0512-S8	2	0,8	2,5	30
0512-S9	2	0,6	2,5	30

Tablo 6' da gösterilen değerler kullanılarak platformun hızının fiber morfolojisine ve desenlemeye olan etkisi optik mikroskop ile görüntülenmiştir. Desenlemede yapılmaya çalışılan hizalama ve yön aşağıdaki gibidir (Bkz. Şekil 24).



Şekil 24. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü



Şekil 25. Örnekler 0512-S2, 0512-S5, 0512-S6 ve 0512-S7' de görülen desenlerin optik mikroskopla elde edilen görüntüleri

Şekil 25' te görüldüğü üzere örnek 0512-S2' de köşeli desenler yerine zikzak şeklinde desenler elde edilmiştir. Oluşan zikzaklı yapıdan kurtulmak için platform hızının yüksek olduğu düşünülerek bütün parametreler sabit tutularak hız 100 mm/dk' dan 30 mm/dk' ya indirilmiştir. Bu koşullarda altında desenleme, zikzaklı yapıdan köşeli hale gelmiştir. Bu yüzden bu platform hızıyla çalışılmaya devam edilmiştir. Ancak fiber yapısına bakıldığında (Bkz. Şekil 26) 0512-S2 örneğinde fiberler düz ilerlerken platform hızı düşürüldüğünde fiberler spiralli hale gelmiştir.

Şekil 25' teki görüntülerin elde edildiği optik mikroskop ile harici bir kamera yardımı ile çalışmaktadır. Çünkü mikroskoba bağlı entegre bir kameramız bulunmamaktadır. Bu sebeple, desenlemenin görüntülendiği şekillerde çözünürlük düşük kalmıştır. Parametrelerin düzgün işleyip işlemediğini karar vermek içinse fiber kalınlık ve morfolojilerine bakılması gerekmektedir. Bu verilerin elde edilmesi içinse temiz odadaki optik mikroskop kullanılmaktadır (Bkz. Şekil 26). Bu mikroskopla entegre çalışan kamera yardımıyla çözünürlüğü yüksek görüntüler elde edilebilmektedir.

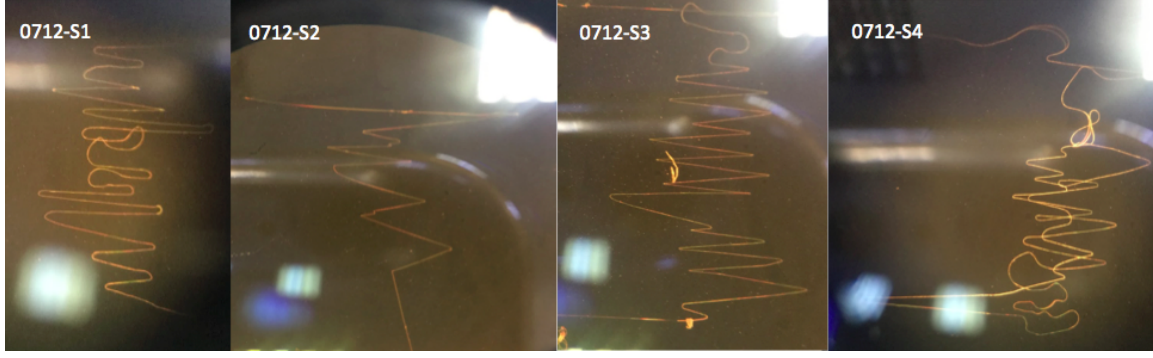


Şekil 26. Tablo 6' ya göre üretilen örneklerdeki fiberlerin yapısı ve kalınlıkları

Desenleme Şekil 24' ten farklı olarak Tablo 7 parametreleri kullanılarak zikzak desenleme de denenmiştir. Zikzak desenlemede öncelikle yüksek voltaj ve yüksek mesafelerle çalışılmış ancak istenilen seviyede desenleme yapılamamıştır (Bkz. Şekil 27).

Tablo 7. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR (uL/saat)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)
0712-S1	3	4	2,5	SiO ₂	400
0712-S2	3	4	2,5	SiO ₂	300
0712-S3	3	4	2,5	SiO ₂	200
0712-S4	3	4	2,5	SiO ₂	100

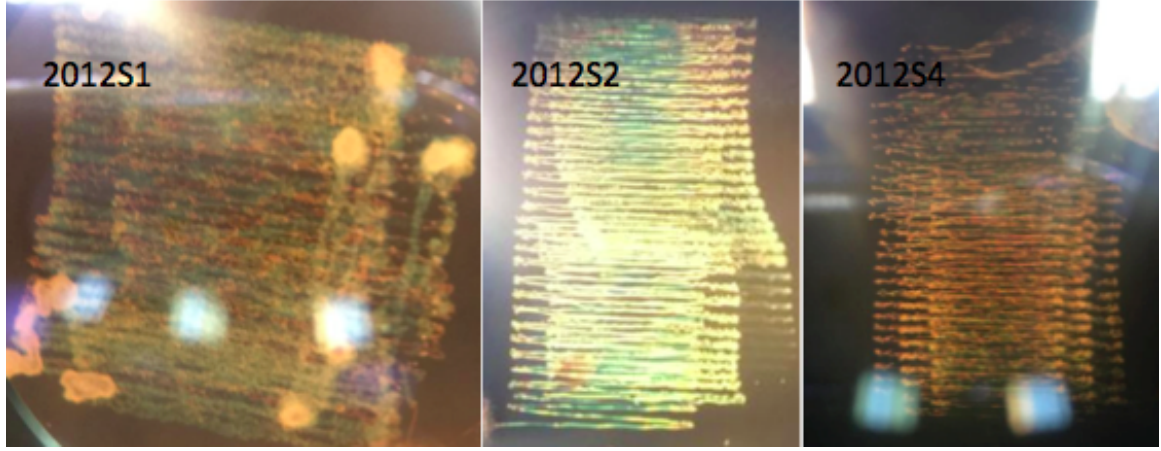


Şekil 27. Tablo 7' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

Şimdiye kadar kılavuz elektrot olarak kullanılan iğne entegre edilmesiyle, iki iğneli yöntemle elektro-eğirme yapılmıştır. Literatüre bakıldığında iki iğne arasına uygulanan montaj farkı yerine, alttaş ve şırınga iğnesi arasına voltaj farkı uygulanması ile de elektro-eğirme yapılan çalışmalar bulunmaktadır (Bisht vd, 2011). Bu sebeple, alttaşa kontak atılarak elektro-eğirme ile desenleme proje kapsamında çalışılmıştır. Bu yöntemle çalışılan parametre değerleri Tablo 8' de gösterilmektedir. Ayrıca, farklı moleküler ağırlığa sahip PEO çözeltilerinde elektro eğilme yapılması da proje kapsamında olduğu için moleküler ağırlığı 900.000 olan PEO ile .%4' lük çözelti hazırlanarak (1 gün dinlendirme ve 4 gün karıştırma şeklinde) desenleme yapılmıştır. Burada dikkat edilmesi gereken bir diğer nokta da alttaşa direkt kontak (gümüş yapıştırıcı yardımı ile) yapıldığında platform hızının artırılması gerekliliğidir. Çünkü bu şekilde yapılan eğirmede polimerin çıkış hızı oldukça artmaktadır. Spiralli yapıyı önlemek için platform hızı Tablo 8' de gösterilen değerlere çekilmiştir. Şekil 28' de Tablo 8 ile çalışılan parametre değerleri ile üretilen fiber yapılı desenler görülmektedir. Zikzaklı desenlemede başarı sağlanırken spiralli fiber yapısı gözlemlenmiştir. Bu durumun farklı moleküler ağırlığa sahip polimerin kullanılmasından dolayı olduğu düşünülmektedir.

Tablo 8. Ağırlıkça %4' lük PEO (MW: 900.000) çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR (uL/saat)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)
2012-S1	2	1	2,5	SiO ₂	600
2012-S2	1	1	2,5	SiO ₂	1000
2012-S4	1	1	2,5	SiO ₂	1200

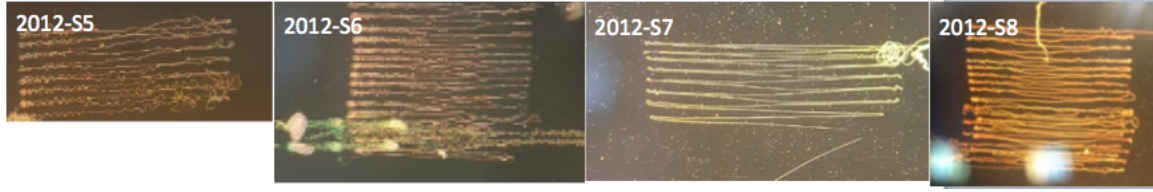


Şekil 28. Tablo 8' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

Aynı çözelti ile zikzak yerine köşeli şekillendirme ile desenleme yapıldığında Tablo 9' daki değerler ile çalışılmıştır. Ancak platform hızı 2500 mm/dk' ya çıkarıldığında dahi spiralli fiber yapısı devam etmiştir (Bkz. Şekil 29). Şimdiye kadar yapılan çalışmalar göstermiştir ki elde edilemeyen desenleme becerisi voltaj farkı 1kV' ya indirildiğinde ve yakın mesafe çalışıldığında gelişmiştir.

Tablo 9. Ağırlıkça %4' lük PEO (MW: 900.000) çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR (uL/saat)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)
2012-S5	1	1	2,5	SiO ₂	1500
2012-S6	1	1	2,5	SiO ₂	1800
2012-S7	1	1	2,5	SiO ₂	2200
2012-S8	1	1	2,5	SiO ₂	2500



Şekil 29. Tablo 9' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

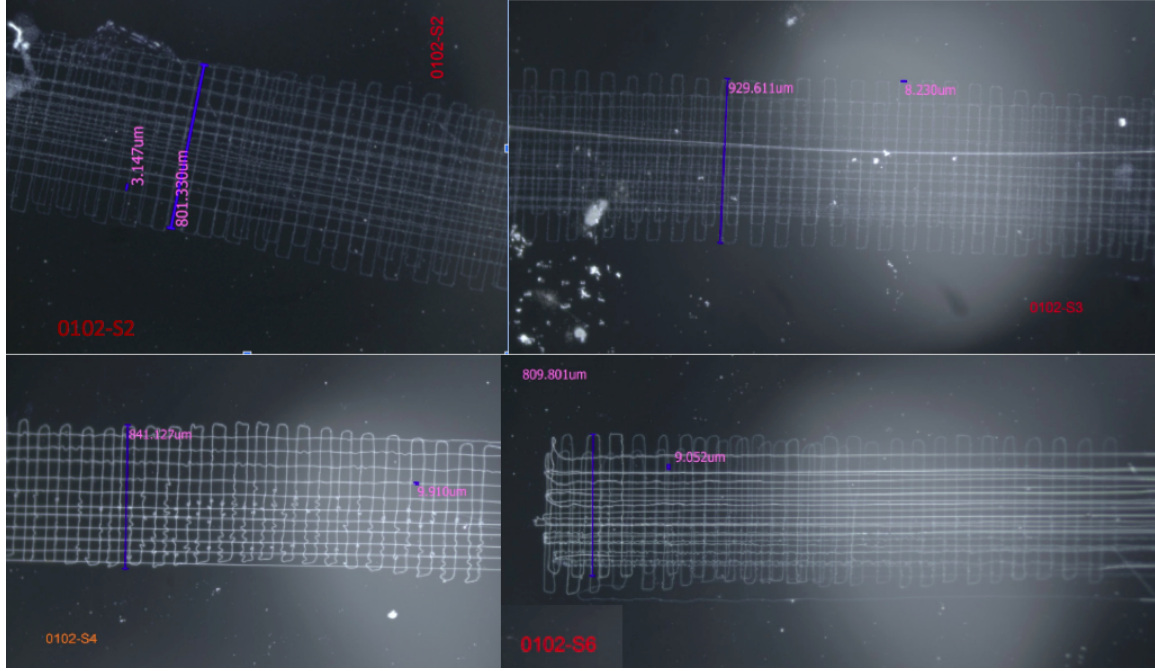
Yakın mesafede (1mm) ve 1kV voltaj farkında şimdiye kadar en iyi nano fiber desenlemeleri görüldüğü için bu parametre değerleri sabit tutularak platform hızında optimizasyon yapılmıştır. Bu şekilde spiralli fiber yapısından kurtulmaya çalışılmıştır. Bunun için Tablo 10' daki değerler ile köşeli desenleme hem dikey hem de yatay olarak uygulanmıştır. Desen boyu 1,5 mm x 3 mm olup fiberler arası mesafe ise 50µm' dir. Şekil 29' da görüldüğü üzere platform hızı arttıkça spiralli yapıdan düz fiber yapısına geçilmiştir. Ayrıca fiber boyu 1,5 mm olması gerekirken spiralli yapıdan ötürü yaklaşık 0,8 mm' ye ulaşabilmiştir (Örnek 0102-S2, Bkz. Şekil 30).

Şekil 31 ve 32' ye bakıldığında fiber yapısında düz ve nanometrik seviyeye (300-400 nm arasında) inilen örneğin S0102-S14 olduğu görülmektedir. Ayrıca fiberler arası mesafe yaklaşık 50 µm elde edilmiştir. Bu da bize fiberlerin başarıyla konumlandığını göstermektedir.

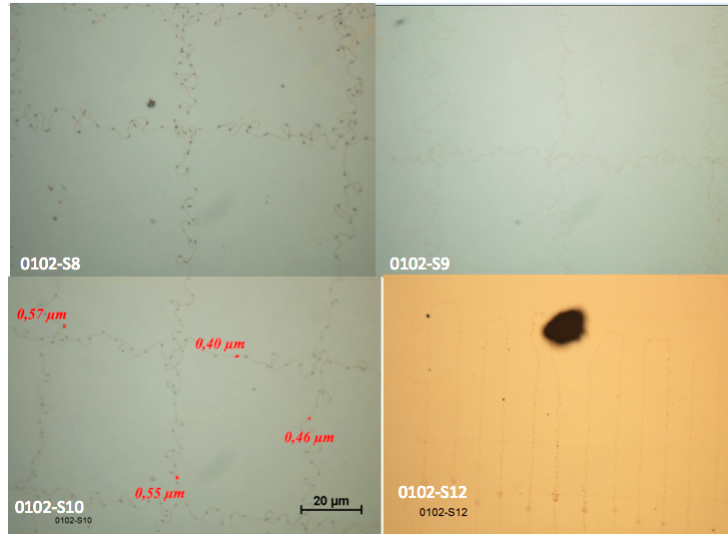
Tablo 10. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR (uL/saat)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)
0102-S2	1	1	2,5	SiO ₂	100
0102-S3	1	1	2,5	SiO ₂	110
0102-S4	1	1	2,5	SiO ₂	120
0102-S6	1	1	2,5	SiO ₂	125
0102-S8	1	1	2,5	SiO ₂	130
0102-S9	1	1	2,5	SiO ₂	140
0102-S10	1	1	2,5	SiO ₂	150
0102-S12	1	1	2,5	SiO ₂	170
0102-S13	1	1	2,5	SiO ₂	180
0102-S14	1	1	2,5	SiO ₂	250
0102-S15	1	1	2,5	SiO ₂	500
0102-S16	1	1	2,5	SiO ₂	350

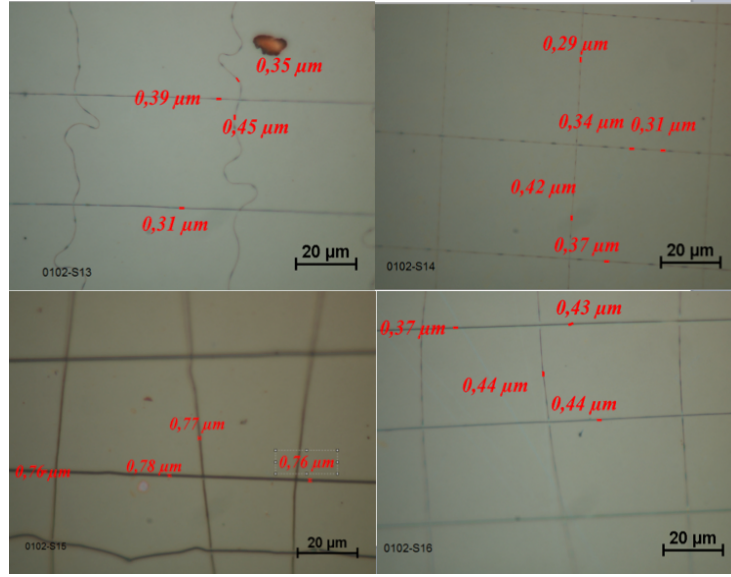
0102-S20	1	1	2,5	SiO ₂	330
0102-S21	1	1	2,5	SiO ₂	315
0102-S22	1	1	2,5	SiO ₂	300
0102-S23	1	1	2,5	SiO ₂	250



Şekil 30. Tablo 10' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

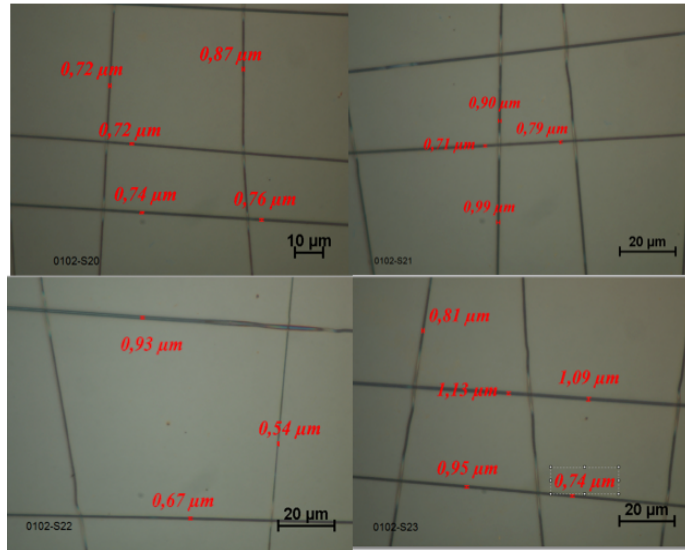


Şekil 31. Tablo 10' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı



Şekil 32. Tablo 10' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

Platform hızı çok arttığında ise desenlemede kontrolsüzlükler yaşanmaya başlanmıştır (Bkz. Şekil 33). Normalde düz ve kare olması gereken yapılar yamuk şeklini almıştır.



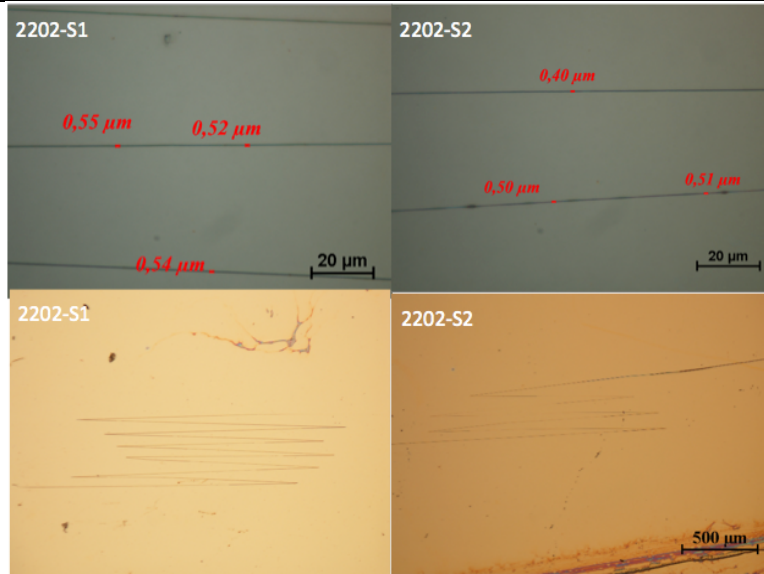
Şekil 33. Tablo 10' daki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

Ancak, aynı desenleme parametre değerleri defalarca tekrarlandığında aynı sonuçlar elde edilememiştir. Nedenleri konusunda kapsamlı yapılan araştırmalarımız neticesinde problemin kullandığımız ultra saf sudan kaynaklandığı anlaşılmıştır. Bu problemin aşılması için filtreleri yeni değiştirilmiş başka bir ultra saf su cihazından elde edilen ultra saf su ile çalışılmaya başlanmıştır.

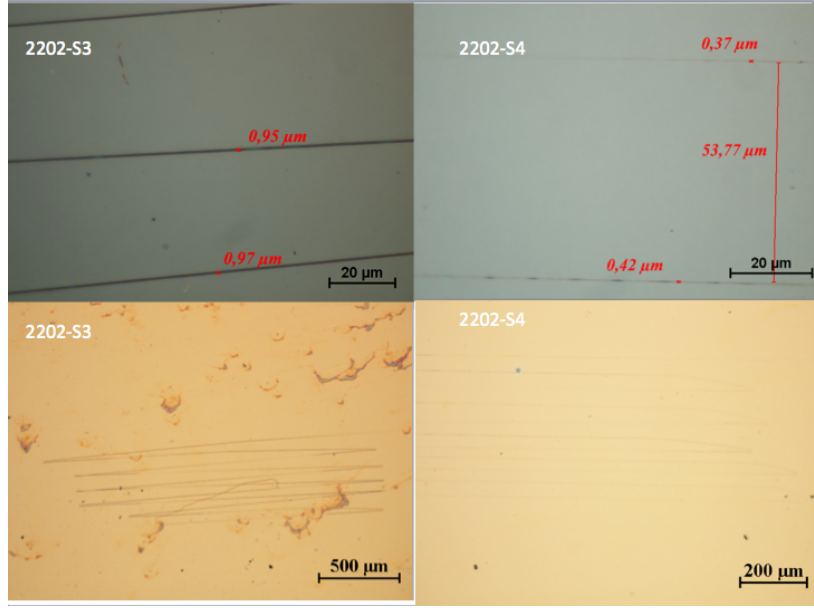
Bu sebeple Tablo 11' deki parametre değerleri kullanılarak köşeli desenleme tekrar edilmiştir. Platform hızı yüksek olduğunda desenlemede zikzaklı şekiller elde edilmiş (Bkz. Şekil 34-36).

Tablo 11. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

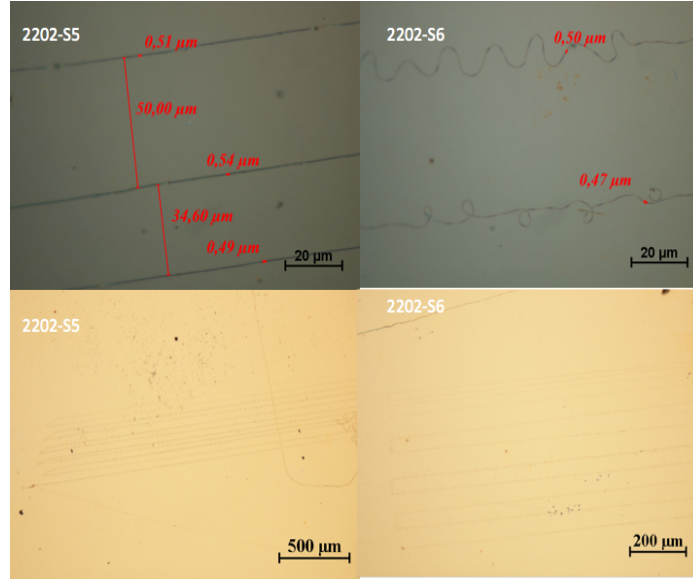
Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Altaş	Platform hızı (mm/dk)
2202-S1	1	1	2,5	SiO_2	300
2202-S2	1	1	2,5	SiO_2	250
2202-S3	2	1	2,5	SiO_2	200
2202-S4	1	1	2,5	SiO_2	150
2202-S5	1	1	2,5	SiO_2	100
2202-S6	1	1	2,5	SiO_2	90
2202-S7	1	1	2,5	SiO_2	95
2202-S9	1	1	2,5	SiO_2	95
2202-S12	1	1	2,5	SiO_2	95
2202-S13	1	1	2,5	SiO_2	95



Şekil 34. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

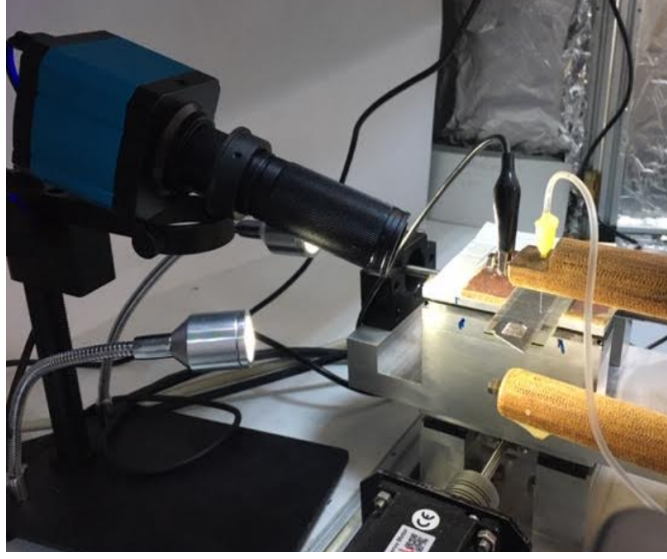


Şekil 35. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

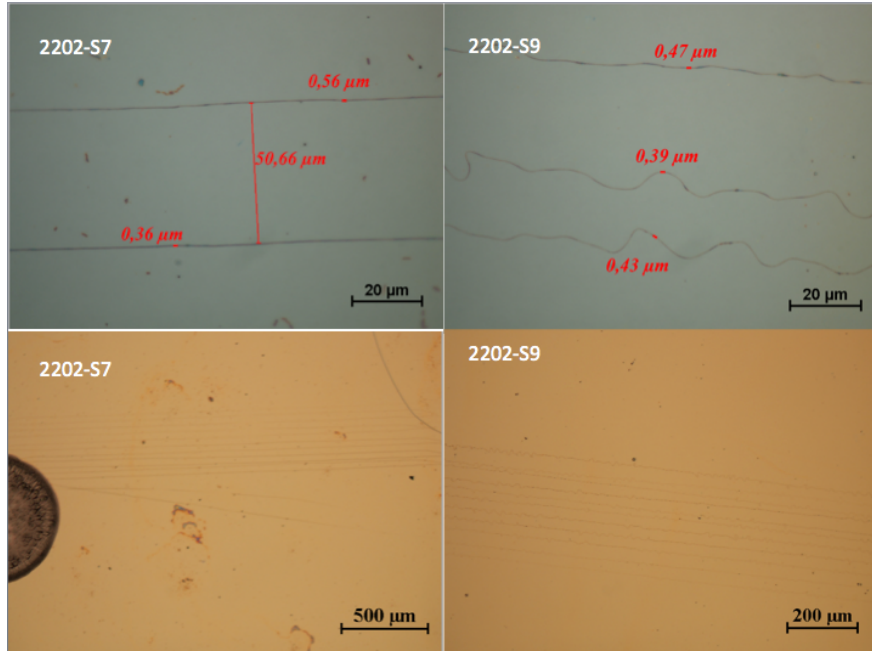


Şekil 36. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

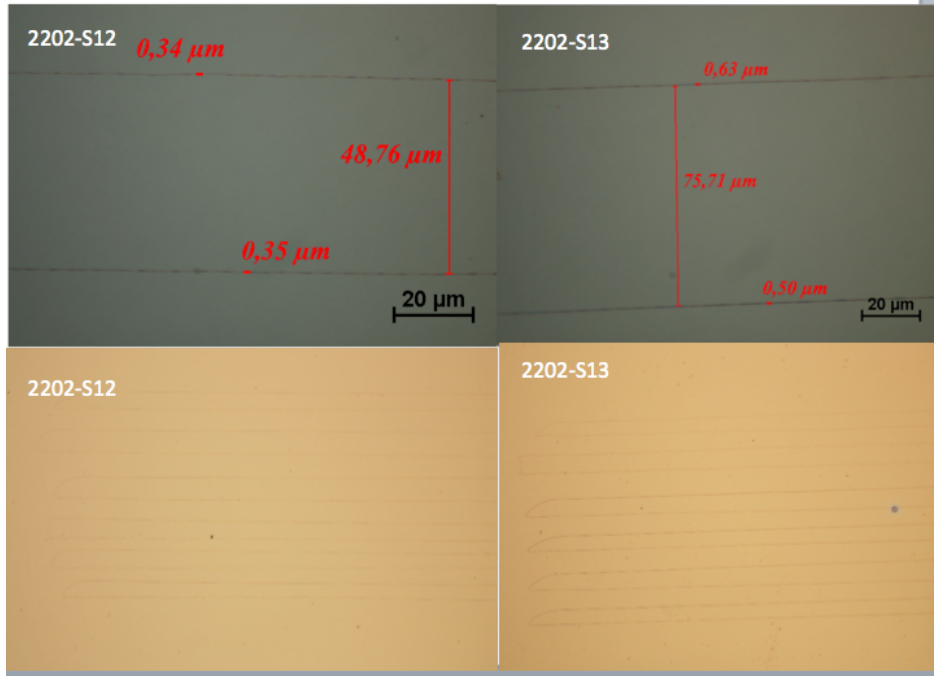
Bütün değişkenler aynı tutularak fiber desenlemesi çalışıldığında fiber yapısında bazı farklılar gözlemlenmiştir (Bkz. Şekil 38). Aynı parametre değerlerinde oluşan bu farklılığın nedeni şimdiye kadar iğne ile alttaş arasındaki mesafeyi ayarlamak için kullandığımız düşük çözünürlüklü kamera olduğu düşünülmektedir. Bunun için sisteme mesafeyi ayarlamak için yüksek çözünürlüklü bir kamera entegre edilmiştir (Bkz. Şekil 37).



Şekil 37. Sisteme entegre edilen yüksek çözünürlüklü kamera



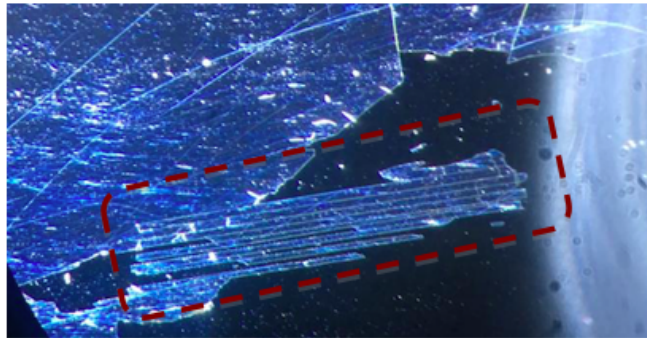
Şekil 38. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı



Şekil 39. Tablo 11' deki parametrelere göre üretilen fiberlerin desen yapısı

4.4. Desenleme Sonrası 100 nm Ag kaplanmış SiO₂ Alttaş Çalışmaları

Yapılan çalışmalar neticesinde en iyi sonuç veren örnekler (2202-S12, 2202-S13, Bkz. Şekil 39) üzerine 100 nm gümüş buharlaştırılmıştır. Buharlaştırılmadan sonra saf suyun içine konulan örnekler ile sıyırma yoluyla fiberler uzaklaştırılmaya çalışılmıştır. Ancak homojen şekilde kaplanan örnekler ve nanometrik yapıdaki fiber kalınlığı yüzünden su, kaplama içine nüfuz edememiş ve fiberler suda çözünmemiştir. Sonrasında fiberleri mekanik olarak sıyırmak için örnekler ultrasonik banyoda bırakılmış ancak fiberler uzaklaştırılamamıştır (Bkz. Şekil 40).



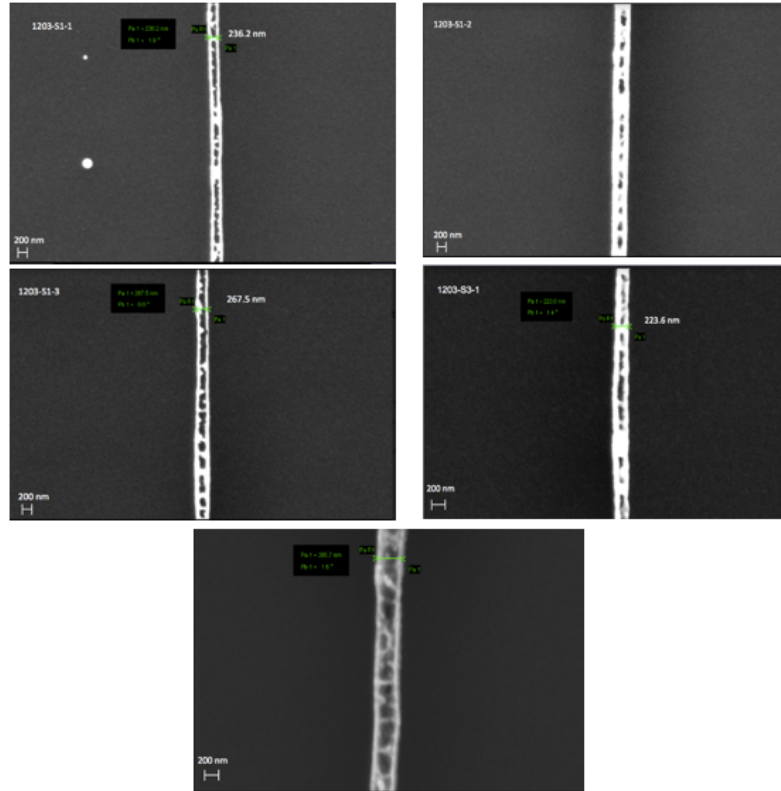
Şekil 40. Mekanik sıyırma sonrası desenin yapısı

4.5. 100 nm Ag Kaplanmış SiO₂ Alttaşlar Üzerine Desenleme Çalışmaları

Projede önerildiği gibi Argon iyon aşındırma (Ar ion etching) ile fiber kaplanmamış yerlerdeki metalin aşındırılması sağlanarak metalin alttaştan sıyrılması çalışılmıştır. Bu kapsamda Tablo 12' deki değerler kullanılarak 100 nm Ag kaplanmış SiO₂ alttaşlar üzerine desenleme çalışılmıştır.

Tablo 12. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

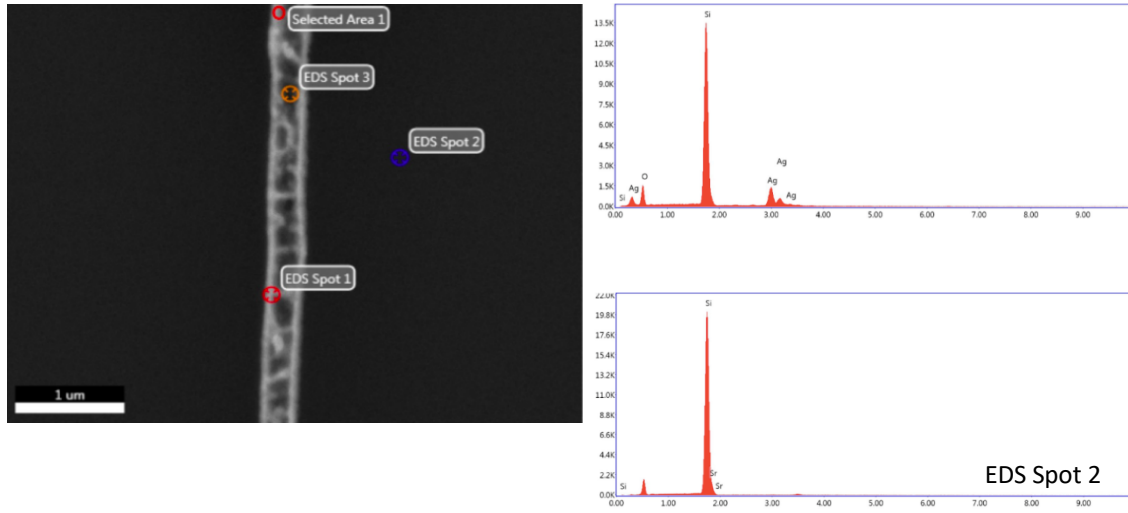
Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)
1203-S1-1	1	1	2,5	100 nm Ag kaplanmış SiO ₂	110
1203-S1-1	1	1	2,5	100 nm Ag kaplanmış SiO ₂	100
1203-S3-1	1	1	2,5	100 nm Ag kaplanmış SiO ₂	90
1203-S3-2	1	1	2,5	100 nm Ag kaplanmış SiO ₂	100
1203-S5	1	1	2,5	100 nm Ag kaplanmış SiO ₂	90



Şekil 41. Tablo 12' deki verilen değerlerle hazırlanan fiberlerin Ar aşındırmasından sonraki SEM görüntüleri

Tablo 12' de gösterilen örnek isimleri aynı olanlar, aynı alttaş üzerinde farklı platform hızıyla yapılan desenlemeleri göstermektedir. Tablo 12' de verilen değerlere göre desenleme yapıldıktan sonra Ar iyon aşındırması ile 20 dk boyunca gümüşün aşındırılması gerçekleştirilmiştir.

Aşındırmadan sonra elde edilen SEM görüntüleri Şekil 41' de verilmiştir. Farklı parametre değerlerinde elde edilen nano fiber kalınlıkları 223 nm' den 385 nm' ye kadar değişmektedir (Bkz. Şekil 41). Ayrıca nano fiberin ve alttaşın üzerinde yapılan EDX analizine göre fiber kaplanmamış alttaş üzerindeki gümüş aşındırılırken (Bkz. Şekil 42, EDX Spot 2) nano fiber üzerinde yapılan analize göre nano fiber altındaki gümüşün ise aşındırılmadan korunduğu anlaşılmıştır (Bkz. Şekil 42, Selected Area 1). Böylece elektro-eğirme ile üretilen nano fiber tabakası maske görevi görerek fiber kaplanmamış bölgelerin aşındırılması ile istenilen metal desenlerin üretilmesini sağlamıştır.



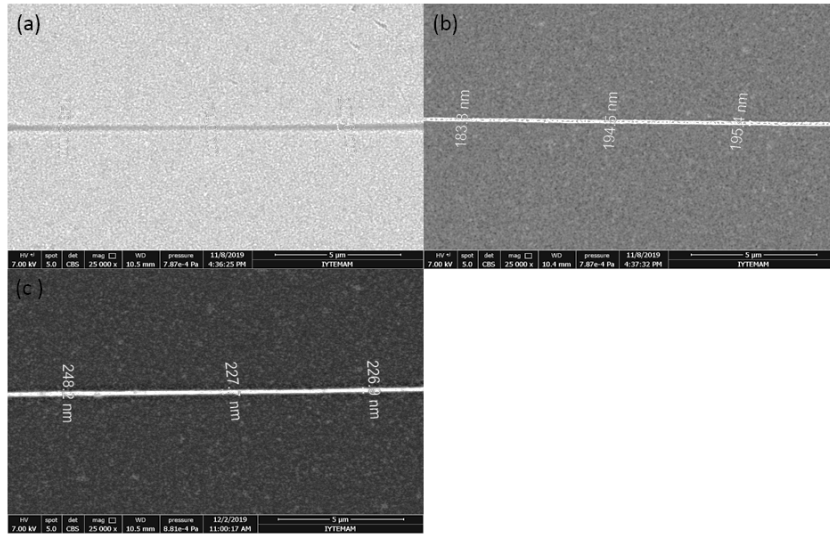
Şekil 42. 1203-S5 örneğinde yapılan iki farklı bölgeden yapılan EDX analizi

Gümüş kaplanmış silikon dioksit alttaşlar üzerine elektro-eğirme tekniğiyle düz ve ince fiber çekebilmek için voltaj farkı daha da düşürülerek 0,4-0,6 kV aralığında çalışılmıştır. Bu voltaj farkında 700 mm/dk platform hızının optimum hız olduğu belirlenmiştir. Gerilimin fiber oluşumu üzerindeki etkisinin araştırılması için üç örnek hazırlanmıştır (Bkz. Tablo 13). Örnek arası mesafe ise 1 mm olarak tutulmuştur.

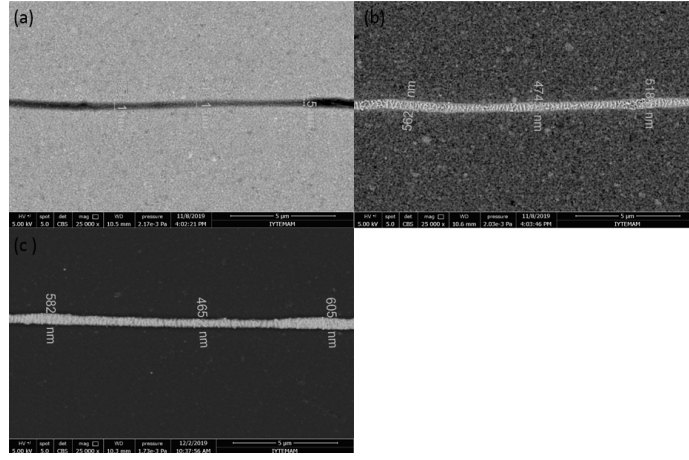
Tablo 13. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile farklı gerilim değerlerinde çalışılan örnekler

Örnek	Uygulanan Voltaj	Platform Hızı
Örnek 1	0,4 kV	700 mm/dk
Örnek 2	0,5 kV	700 mm/dk
Örnek 3	0,6 kV	700 mm/dk

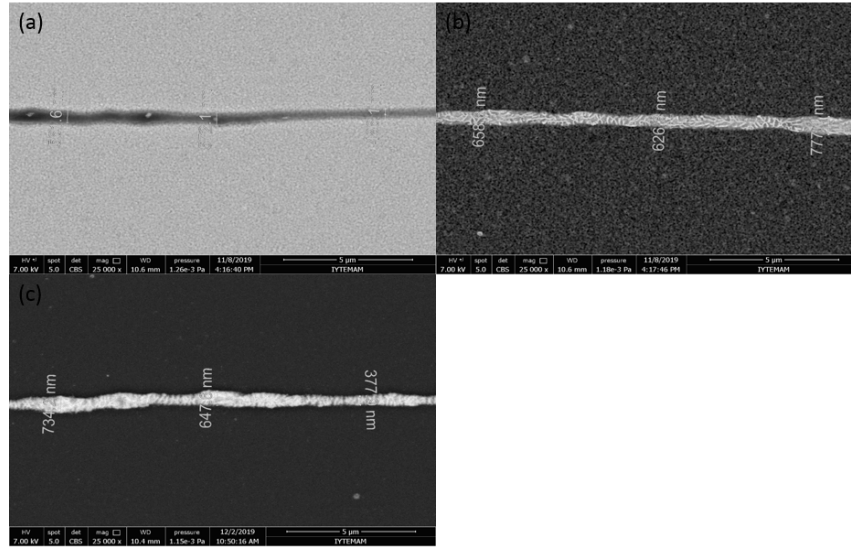
Üç farklı örneğin SEM görüntüleri (Bkz. Şekil 43, 44 ve 45), uygulanan voltajın artırılmasının, fiber çapının artırılmasına yol açtığını ve ayrıca fiber yapısında bulunan boncuksu yapının sayısını arttırdığını da göstermektedir. Şekil 69 'da görülebileceği gibi, 0,4 kV uygulanarak istenen boyutta ve en küçük boyuta sahip fiberler üretilmiştir. İlk olarak, tüm numuneler 5 dakika boyunca iyon aşındırma tekniği ile aşındırılmıştır. Daha sonra EDX sonuçları (Şekil 46(a)) fiber kaplanmayan bölümlerde gümüş kalıntısının kaldığını göstermesi sebebiyle, kalan gümüşü çıkarmak için örnekler iki dakika daha aşındırılmıştır. 7 dk aşındırma işlemi sonrasında EDX sonuçları (Şekil 46(b)) örneğin fiber olmayan kısımda gümüş dağılımının bulunmadığını göstermiştir. Argon iyon aşındırma işleminden önce ve sonra fiberlerin ortalama genişlikleri Tablo 14' te özetlenmiştir.



Şekil 43. Örnek 1'in SEM görüntüsü : (a) desenlenen fiber (b) 5 dk aşındırma sonrası (c) 7 dk aşındırma sonrası



Şekil 44. Örnek 2' nin SEM görüntüsü: (a) desenlenen fiber (b) 5 dk aşındırma sonrası (c) 7 dk aşındırma sonrası

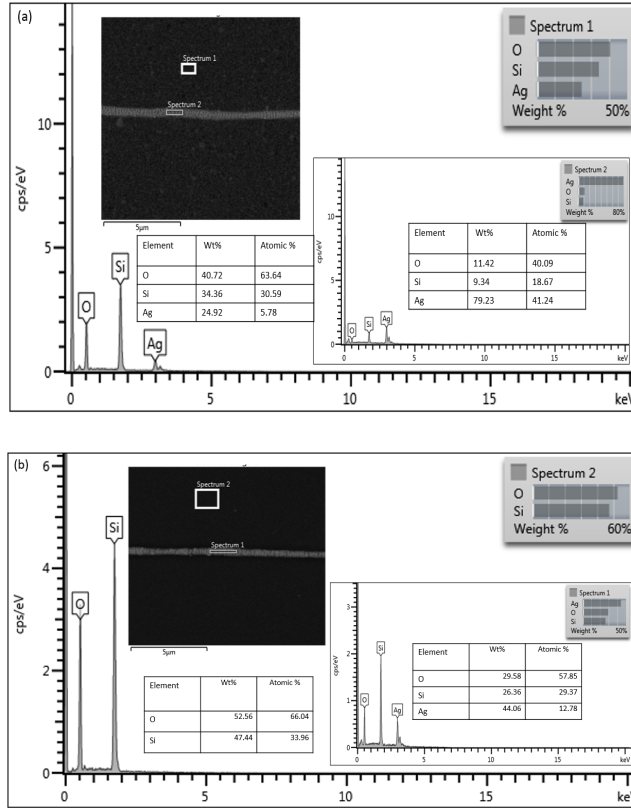


Şekil 45. Örnek 3' ün SEM görüntüsü: (a) desenlenen fiber (b) 5 dk aşındırma sonrası (c) 7 dk aşındırma sonrası

Tablo 14. SEM’de ölçülen fiberlerin aşındırma sonrası fiziksel özellikleri

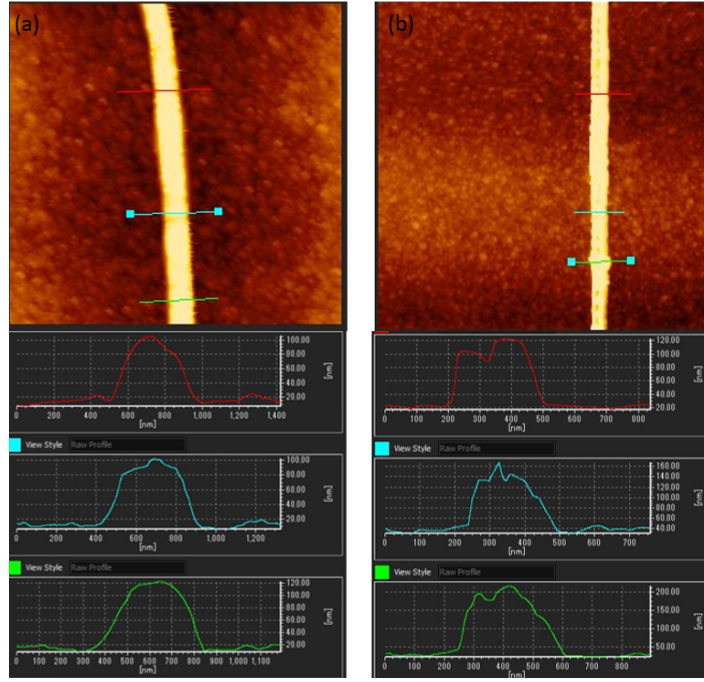
Örnek	Ortalama genişlik (nm)	Ortalama genişlik (nm) (5 dk aşındırma sonrası)	Ortalama genişlik (nm) (7 dk aşındırma sonrası)
Örnek 1	208,6	200,1	208,2
Örnek 2	487,7	558,9	525,8
Örnek 3	532,0	605,4	566,4

Tablo 15’ te gösterildiği gibi, ortalama 200 nm genişliğe sahip en küçük fiber düşük voltaj değerinde elde edilmiştir. Voltajın artırılması, fiber boyutlarının iki kat artması ile sonuçlanmıştır. Aşındırılmadan sonra ise fiber kalınlıklarında değişim neredeyse sabit kalmıştır. 5 dk reaktif aşındırma sonrasında fiber kalınlıklarındaki artış, ortalama genişlik analizlerinin yapıldığı bölgelerin, her işlemten sonra farklı olmasından kaynaklı sapmalardan dolayıdır.



Şekil 46. Örneklerin EDX sonuçları: (a) 5 dk aşındırma sonrası (b) 7 dk aşındırma sonrası

EDX sonuçlarından görüldüğü üzere 5 dk aşındırma sonrası (Bkz. Şekil 46(a)) gümüş kalıntılarının olduğu belirlenmiştir ve 2 dk daha aşındırma işlemi uygulandıktan sonra fiber kaplı alan dışında gümüş kalmadığı görüntülenmiştir (Bkz. Şekil 46 (b)).



Şekil 47. 0,4 kV voltaj, 700 mm/dk platform hızı ve 1 µl/saat şırınga pompası besleme hızı ile elde edilen Örnek 1' in AKM görüntüsü ve kesit profili: (a) aşındırma öncesi fiber (b)7 dk aşındırma sonrası fiber

Fiberlerin morfolojisi ve boyutu, aşındırma işleminden önce ve sonra AKM ile görüntülenmiştir (Bkz. Şekil 47). Aşındırma işleminden önce fiberlerin ortalama yüksekliğinin ve genişliğinin 122 nm ve 370 nm olduğu, daha sonra 7 dk aşındırma işleminden sonra sırasıyla 134 nm ve 362 nm'ye değişmesi ile aşındırmadan sonra fiber kalınlığının neredeyse sabit kaldığını göstermektedir. Fiberlerin 134 nm yüksekliğinin 100 nm' si fiberin altındaki gümüş kalınlığına karşılık gelmektedir. Bu bulgu, bu yöntemle üretilen fiberin, alttaşa direkt desenleme için bir araç olarak kullanılabilceğini göstermektedir.

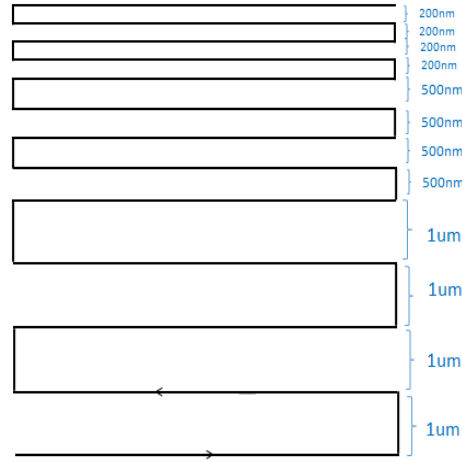
4.6. 10 nm Cr +100 nm Au Kaplanmış Cam Alttaşlar Üzerine Desenleme Çalışmaları

4.6.1. Ağırlıkça %3, %4, %5 Yoğunluktaki PEO Çözeltileri Kullanılarak Elektro-Eğirme ile Desenleme

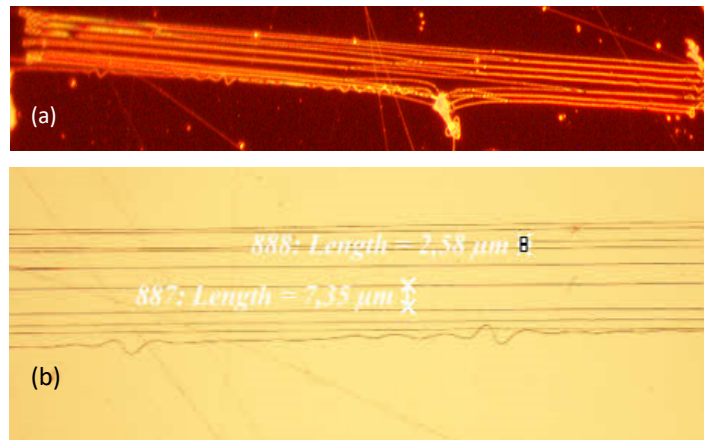
10 nm Cr +100 nm Au kaplama yapılan cam alttaş üzerine ağırlıkça %3, %4 ve %5 yoğunluktaki PEO çözeltileri kullanılarak Tablo 15'de verilen değerlere göre elektro-eğirme ile desenleme çalışmaları yapılmıştır. Üretilmek istenen desen, Şekil 48' de verilmiştir.

Tablo 15. Ağırlıkça %3' lük PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Altaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
0508-S1-1	1	1	0,73	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	90	Desen1
0508-S1-2	0,8	1	0,73	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	90	Desen1
0508-S1-3	0,8	0,9	0,73	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	90	Desen1



Şekil 48. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen1)

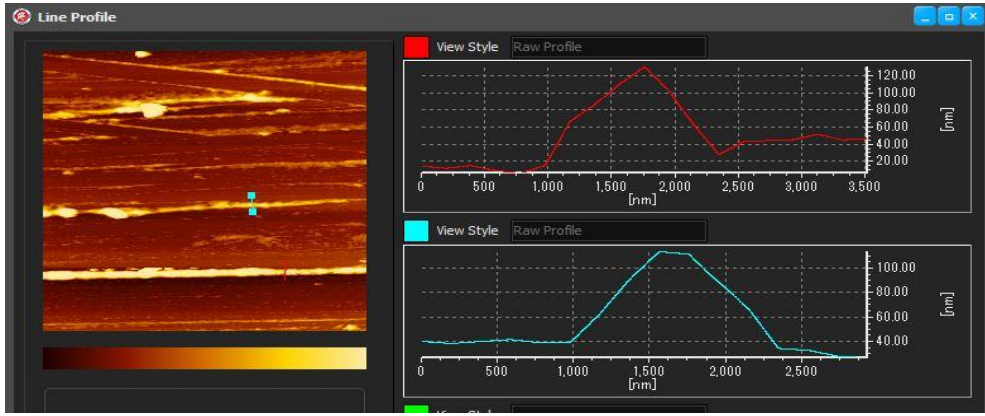


Şekil 49. Tablo 15'de gösterilen parametrelere göre üretilen 0508-S1-1 örneğinin iki farklı optik mikroskoptan görüntüleri

Şekil 49 (a)'daki optik mikroskop görüntüsünde desen haricinde yansıyan çizgi ve noktalar yüzeyden kaynaklanmaktadır. Ayrıca yüzeyde kalan bir parçacıktan dolayı desenin alt kısmında bozulmalar görülmektedir.

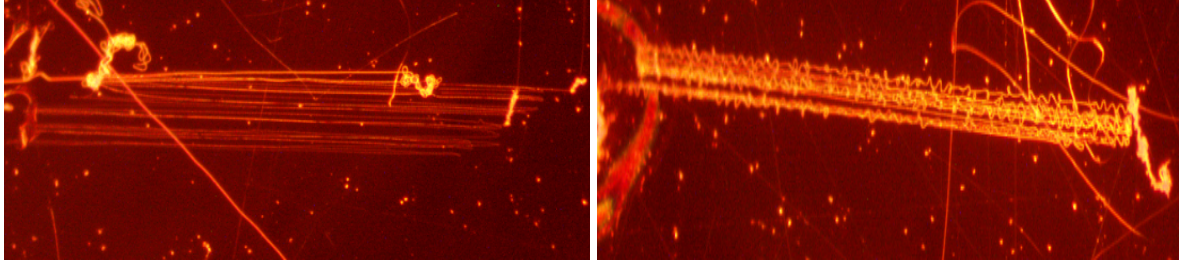
Ağırlıkça %3' lük PEO çözeltisi kullanıldığında, %2' lik PEO çözeltisinden elde edilen fiberlere göre daha kalın fiber oluşmuştur. Ayrıca viskoziteden kaynaklı olarak düşük voltaj değerlerinde dalgalanmalar (Bkz. Şekil 51(b)) gözlemlenmiştir. Ancak fiberlerin çizgisel ilerlemesinde ve desen oluşturmadaki başarısı sebebiyle mikrometre mertebesinde elektrot üretiminde çalışabileceğine karar verilmiştir (Bkz. Şekil 49 ve 51(a)).

Elektro-eğirme ile desenlemeden sonra 15 dk boyunca Ar iyon aşındırma işlemi ile fiber kaplanmamış yerlerdeki Au metalinin aşındırılması sağlanarak metalin alttaştan sıyrılması çalışılmış ve AKM ile ölçümleri yapılmıştır (Bkz. Şekil 50).



Şekil 50. Tablo 15'ce gösterilen parametrelere göre üretilen 0508-S1-1 örneğinin Argon iyon aşındırma sonrası AKM ölçümleri

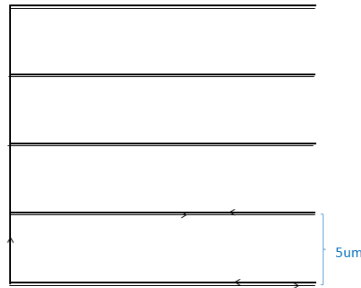
Şekil 50' de 10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam üzerine polimer desenleme çalışıldığı için AKM sonuçlarında 110 nm' nin üzerinde kalınlık beklenmektedir, ancak Argon iyon aşındırma işleminden sonra kalınlığın yaklaşık olarak 110-120 nm aralığında kalması desen üzerindeki polimerle birlikte bir miktar Au metalinin de aşındırıldığını göstermektedir. Bu durum baz alınarak Argon iyon aşındırma işleminin süresinin ileriki safhalarda kısaltılmasına karar verilmiştir.



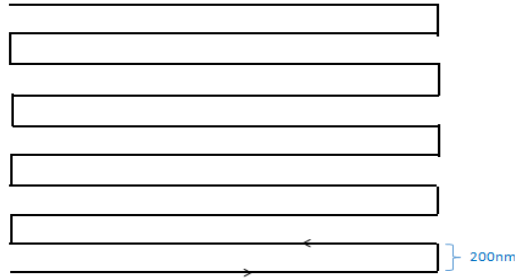
Şekil 51. Tablo 15'de gösterilen parametrelere göre üretilen 0508-S1-3 (a) ve 0508-S1-2 (b) örneklerinin yapısı

Tablo 16. Ağırlıkça %4' lük PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

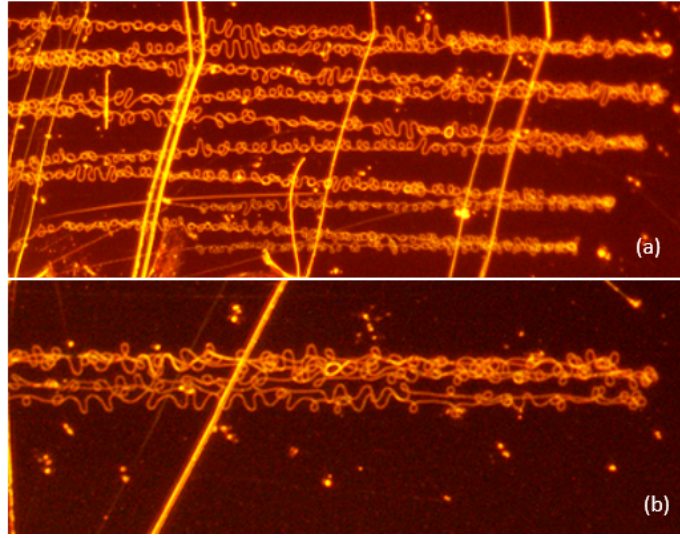
Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L}/\text{saat}$)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
0608-S1-1	1	1	0,73	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	90	Desen 2
0608-S1-8	1	0,9	0,9	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	90	Desen 3



Şekil 52. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 2)



Şekil 53. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 3)



Şekil 54. Tablo 16’da gösterilen parametrelere göre üretilen (a) 0608-S1-1 ve (b) 0608-S1-8 örneklerinin yapısı

Şekil 54’te görüntülenen desen haricindeki nokta ve çizgiler kaplama sırasında oluşan pim delikleri (pinhole) ve alttaşı temizleme sırasındaki çizilmelerden kaynaklanmaktadır. Tablo 16’da verilen değerlere göre üretilen ve Şekil 54’te optik mikroskop görüntüleri verilen örneklerde görüldüğü gibi ağırlıkça %4’lük PEO polimer çözeltisinin yüksek viskozitesinden ($\sim 351,8 \text{ Pa}\cdot\text{s}$) dolayı dalgalı fiberlerin oluşumu gözlenmiştir. Viskozitenin yükselmesi ile iğne ucundan çıkarken zorlanmasından kaynaklı olarak fiberlerin dalgalanma hareketi yaptığı sonucuna ulaşılmıştır. Aynı şekilde viskozitenin yüksekliğinden ve dış hava akımları ile polimerin donmasından kaynaklı olarak desenleme sırasında fiberde kopma meydana gelmiş ve Şekil 53’te belirtilen desen tam oluşturulamamıştır (Bkz. Şekil 54 (b)). Bununla beraber, ağırlıkça %5’lik PEO polimer çözeltisinde ise viskozite değeri $\sim 424 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ olduğu için polimer şırıngadan çıkarken zorlanmalar göstererek iğne hortum bağlantılarında sızıntılar meydana gelmiştir. Bu sebeple, %5’lik PEO çözeltisi ile desenleme yapılamayacağına karar verilmiştir.

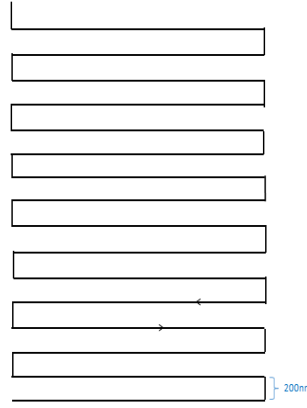
4.6.2 Ağırlıkça %2 PEO Polimer Çözeltisi Kullanılarak Yapılan Çalışmalar

4.6.2.1 Farklı Sıcaklıklarda Elektro-Eğirme ile Desenleme

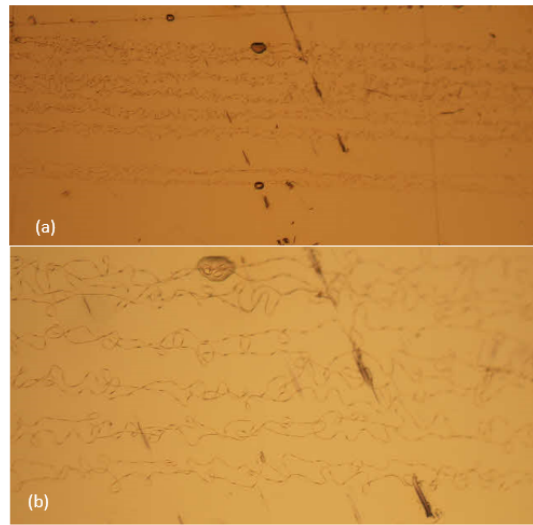
Ağırlıkça %2 PEO polimer çözeltisi kullanılarak 10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam alttaşlar üzerine değişen sıcaklıklarda desenleme çalışmaları yapılmıştır. Isıtılan alttaşlar sisteme yerleştirilerek termokupl ile sıcaklık ölçümleri yapılmış ve alttaş 80°C sıcaklığa sahip iken desenleme çalışılmıştır.

Tablo 17. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile termokupl kullanılarak iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı, sıcaklık ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen	Sıcaklık ($^{\circ}\text{C}$)
2708-S1-5	1	0,9	0,95	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	90	Desen 4	80



Şekil 55. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 4)



Şekil 56. Tablo 17' de gösterilen parametrelere göre üretilen 2708-S1-5 örneğinin optik mikroskop ile (a) 20x büyütmedeki ve (b) 50x büyütmedeki görüntüleri

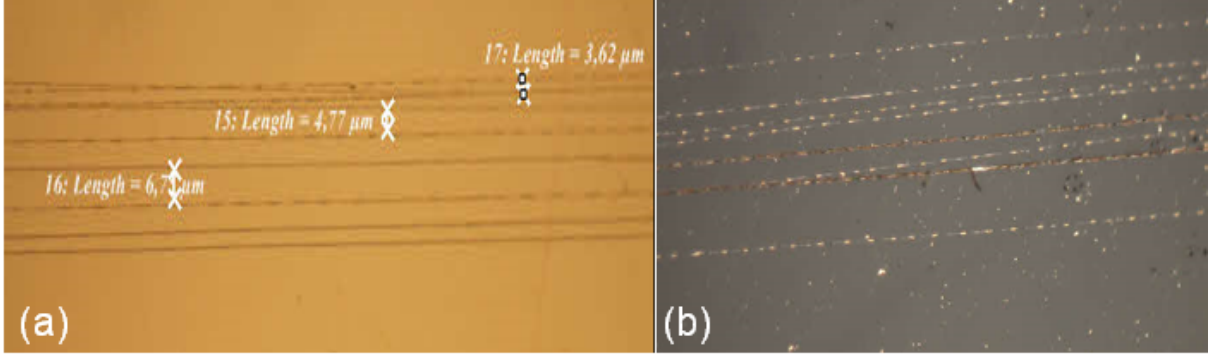
Tablo 17’de verilen değerlere göre üretilen ve Şekil 56’ da optik mikroskop görüntüleri verilen örnekte, alttaş sıcaklığının polimer çözeltisinin viskozitesini değiştirmesinden ve çözeltideki suyu bir miktar buharlaştırmasından kaynaklı olarak yüzeyde dağınıklar gösteren fiberler elde edilmiş. Ayrıca fiberlerde boncuk oluşumları gözlemlenmiştir.

4.6.2.2 Ağırlıkça %2 PEO çözeltisi Kullanılarak Yapılan Optimizasyon Çalışmaları

Ag kaplı cam alttaşlar ile yapılan çalışmalar neticesinde voltaj farkının 1 kV altında ve iğne ucu ve toplayıcı altlık arasında mesafenin 1mm tutulduğunda yapılan fiber hizalama çalışmalarında istenilen sonuçlara varılması neticesinde 10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam alttaşlarda da bu değerlerle çalışılmaya devam edilmiştir. Ancak platform hızı düz fiberler yerine interdigitated yapıda desenleme çalışıldığı için desenin oluşmasına izin vermesi açısından düz fiber üretiminde kullanılan değerlere göre daha yavaş olan 90 -160 mm/dk (desenin büyüklüğüyle değişmektedir) olarak belirlenmiştir. Yüksek pompa besleme hızı kullanıldığında düşük voltaj değerlerinde çalışılması gerekmektedir. Yüksek pompa besleme hızı ile birlikte yüksek gerilim uygulandığında yakın mesafeyle çalışılmasında ötürü iğne ucunda birikme yapan polimer damlası alttaş yüzeyine yapışabilmektedir.

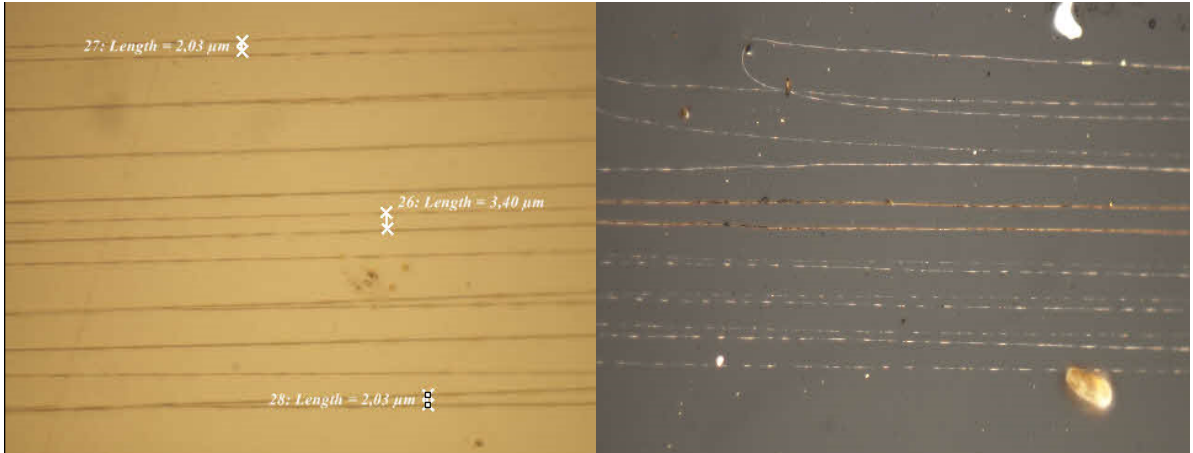
Tablo 18. Ağırlıkça %2’ lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
1908-S2-10	1	0,7	0,73	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	90	Desen 4
1908-S2-11	1	0,6	0,83	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	90	Desen 4



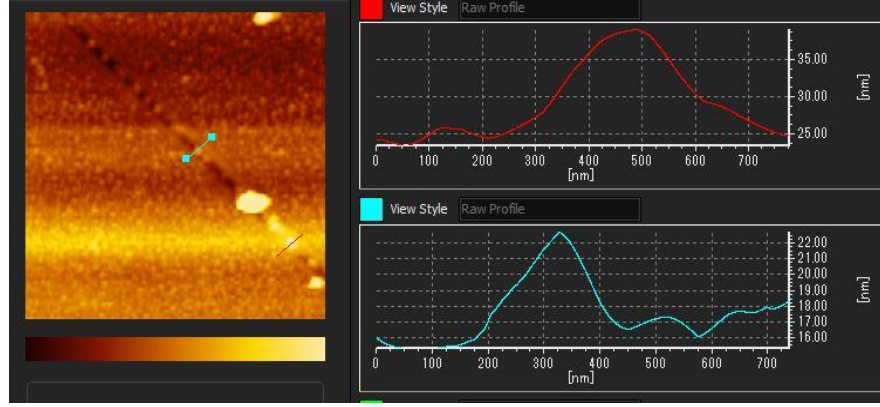
Şekil 57. Tablo 18’de gösterilen parametrelere göre üretilen 1908-S2-10 örneğinin Argon iyon aşındırma (a) öncesi ve (b) sonrası

Tablo 18’de verilen değerlere göre üretilen ve Şekil 57’ te optik mikroskop görüntüleri verilen örnekte fiberlerin kodlanan mesafeleri ayarlayamayarak geniş aralıklar bıraktığı ve desenleme esnasında kopabildiği gözlemlenmiştir. Bu bağlamda, 10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam alttaşlar üzerine yapılan çalışmalarda fiberler arası mesafelerin hedeflediğimiz değer olan 200 nm’ ye düşürülemediği sonuçlarına ulaşılmıştır.



Şekil 58. Tablo 18’de gösterilen parametrelere göre üretilen 1908-S2-11 örneğinin Ar iyon aşındırma işlemi (a) öncesi ve (b) sonrası

Bunun yanı sıra elektro-eğirme ile desenlemeden sonra Ar iyon aşındırma ile fiber kaplanmamış yerlerdeki Au metalinin aşındırılması sağlanarak metalin alttaştan sıyrılması çalışılmıştır (Bkz. Şekil 57(b) ve 58(b)). 15 dk Ar iyon aşındırma işleminden sonra desen üzerindeki polimerle birlikte bir miktar Au metalinin de aşındırıldığı fiberlerdeki kesik çizgi oluşumlarından anlaşılmaktadır. Yapılan AKM ölçümlerinde de bu sonucu destekleyici veriler elde edilmiştir (Bkz. Şekil 50). Bu durum baz alınarak Ar iyon aşındırma işleminin süresi kısa tutulmasına karar verilmiştir.



Şekil 59. 1908-S2-11 örneğinin Argon iyon aşındırma işlemi sonrası AKM ölçümleri

4.7. Elektro-Eğirme Sistemine Entegre Edilen Anahtarlama Sistemi ile Elde Edilen Sonuçlar

Elektrotlar arasındaki mesafenin 200 nm' ye indirilebilmesini sağlamak ve hedeflenen elektrot sayısına ulaşılabilmek için anahtarlama kontrol ünitesi sisteme bağlanarak Tablo 19'daki verilerle çalışılmıştır. Ancak fiber yüzeye bağlandıktan sonra gerilimin kesilmesi ile kopması sağlansa da ve tekrar fiberin bağlanması için manuel yardım gerekmektedir. Çok yüksek voltaj değerlerinde manuel yardım gerekmeksizin fiber oluşturulabilse de bu durumda birden fazla fiber meydana gelmekte ya da fiberlerin istenilenden kalın olmaktadır. Bunun yanında gerilimin yüksekliğinden kaynaklı olarak iğne ucunda biriken damla alttaşa damlayarak Taylor konisini yok etmektedir. Bir diğer sorun ise ortam koşullarındaki iklimlendirme problemlerinden kaynaklı olarak viskozitesi değişiklikleridir. Bu durumda gerilim kesilse dahi bazen fiber kopmamaktadır. Bu sebeplerden anahtarlama kontrol ünitesi kullanımı ile desen 2 ile çalışılmasına yani aralıklar 5µm tutulmasına rağmen başarılı bir sonuç alınamamıştır.

Tablo 19. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
2011-S1-7	0,8	1	1	SiN	90	Desen 2



Şekil 60. Tablo 19'da gösterilen parametrelere göre üretilen 2011-S1-7 örneğinin yapısı

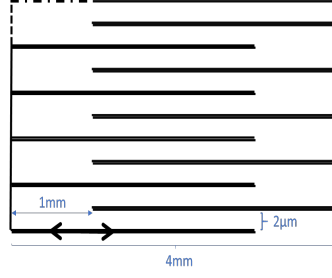
Şekil 60'da görüldüğü üzere fiber, anahtarlama kontrol ünitesi devreye girdiğinde gerilimin kesilmesi ile kopmuş ve tekrar oluşmamıştır. Bu nedenle platform ile aynı fiber üzerinden bir kez daha geriye dönülerek interdigitated düzende dizilen desen oluşturma çalışmalarına başlanmıştır.

4.8. Interdigitated Düzende Desenleme Çalışmaları

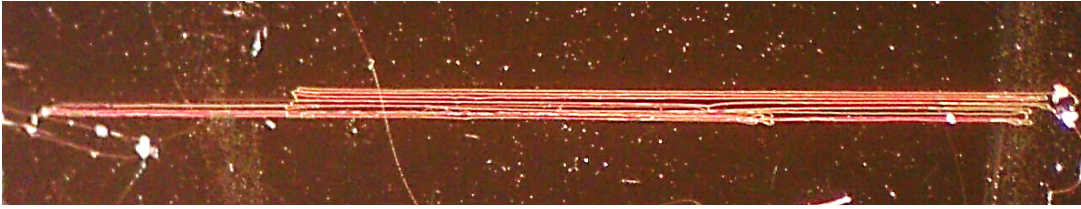
Projedeki amaçlarımız arasında elektrotların 200 nm arayla konumlandırması da bulunmaktaydı. Ancak bu aralık hedeflenirken yapılan sistem tasarımında anahtarlama sistemiyle voltaj ve pompa beslemesinin kesilmesi ile üretimin gerçekleştirilebileceği düşünülmekteydi. Ancak yukarıda da belirtilen nedenlerden ötürü, fiberin gittiği yönü platform yardımı ile bir kez daha geri dönmesi şeklinde üretime geçilmiştir (Bkz. Şekil 61). Bu da amaçladığımız üretim aralığı olan 200 nm yerine üretimi mümkün kılamamaktadır. Bu sebeple, interdigitated yapının oluşturulması için 2 µm, 5 µm, 10 µm, 100 µm ve 200µm elektrot aralıklarına sahip desenlerle çalışılmıştır.

Tablo 20. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Alttaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
1003-S2-3	1	0,7	0,85	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	260	Desen 5



Şekil 61. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 5)

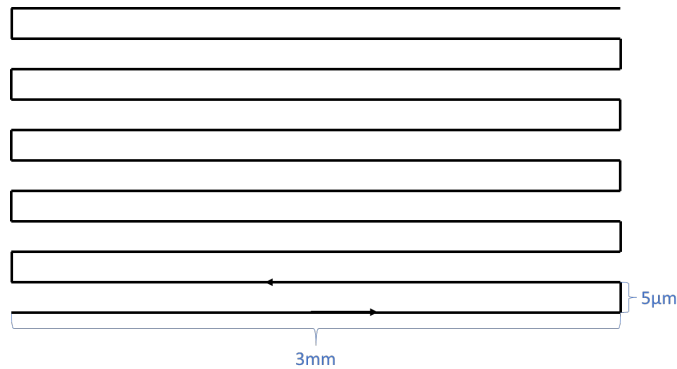


Şekil 62 . Tablo 20’de gösterilen parametrelere göre üretilen 1003-S2-3 örneğinin yapısı

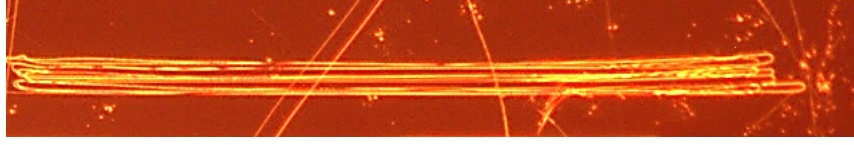
Şekil 62’ te görüldüğü üzere 2 µm elektrot aralıklarına sahip interdigitated desen oluşturulmaya çalışılmıştır. Ancak fiberler tamamen birbirlerinin üzerinden geçerek istenilen desen oluşturulamamıştır.

Tablo 21. Ağırlıkça %2’ lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Altaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
2409-S1-3	1,2	1	0,85	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	90	Desen 6



Şekil 63. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 6)

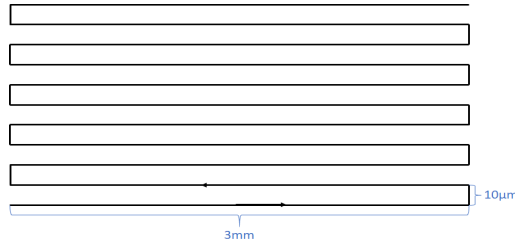


Şekil 64. Tablo 21’de gösterilen parametrelere göre üretilen 2409-S1-3 örneğinin yapısı

Şekil 64’ te görüldüğü üzere 5 μm elektrot aralıklarına sahip desen oluşturulmaya çalışılmıştır. Fiberlerin doğrusal ilerlemelerine rağmen istenilen desenin dışına çıktığı ve birbirlerinin üzerinden geçtiği gözlenmiştir. 5 μm aralıklarda istenilen desen oluşturulamamıştır.

Tablo 22. Ağırlıkça %2’ lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Altaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
2312-S2-10	2	0,75	0,9	SiN	160	Desen 7



Şekil 65. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 7)

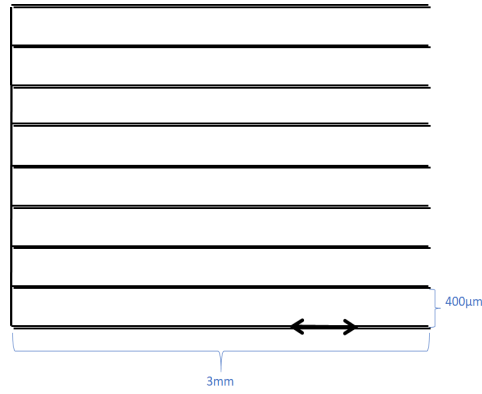


Şekil 66. Tablo 22’ de gösterilen parametrelere göre üretilen 2312-S2-10 örneğinin yapısı

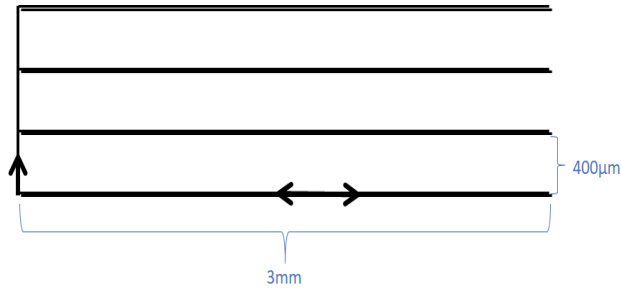
Desen 7 (Bkz Şekil 65) ile yapılarak üretilen 2312-S2-10 örneğinden elde edilen optik mikroskop görüntüleri Şekil 66’ da verilmiştir. Buna göre fiber düzgün ilerlemesine karşın fiberlerin tasarlanan desen doğrultusunda ilerlemeyerek birbirinin üzerinden geçtiği gözlemlenmektedir.

Tablo 23. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Altaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
0701-S1-6	1	0,78	1	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	160	Desen 8
1501-S1-7	1	0,78	1	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	150	Desen 9

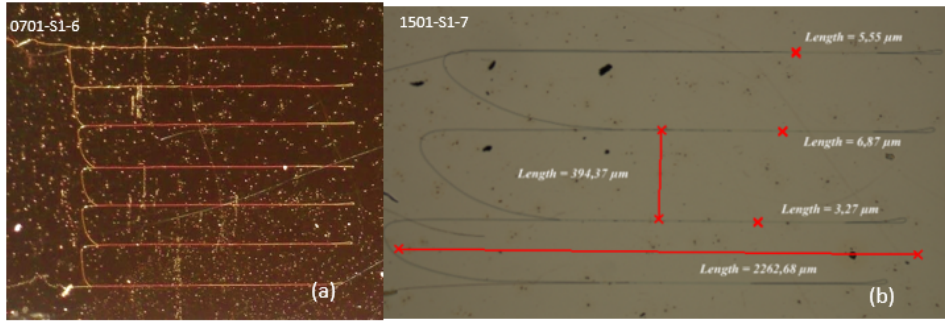


Şekil 67. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 8)



Şekil 68. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 9)

Desen 8' e (Şekil 67) ve Desen 9' a (Şekil 68) göre hizalanan 400 µm elektrot aralıklarına sahip desenlerden Şekil 69'da gösterilmektedir. Bu örneklerin optik mikroskop ile yapılan görüntü analizleri doğrultusunda, 400 µm aralıklarda yapılan hizalamanın, fiberlerin aynı doğrultuda geri dönmesi neticesinde interdigitated düzende üretim için uygun olduğu anlaşılmaktadır. Interdigitated desenleme yapıldığında elektrotlar arası mesafe karşılıklı geleceği için 200 µm olacaktır.

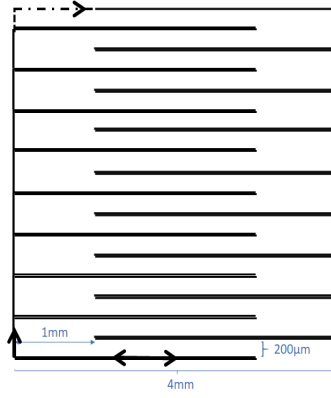


Şekil 69. Tablo 23' de gösterilen parametrelere göre üretilen (a) 0701-S1-6 ve (b) 1501-S1-7 örneklerinin optik mikroskop görüntüleri

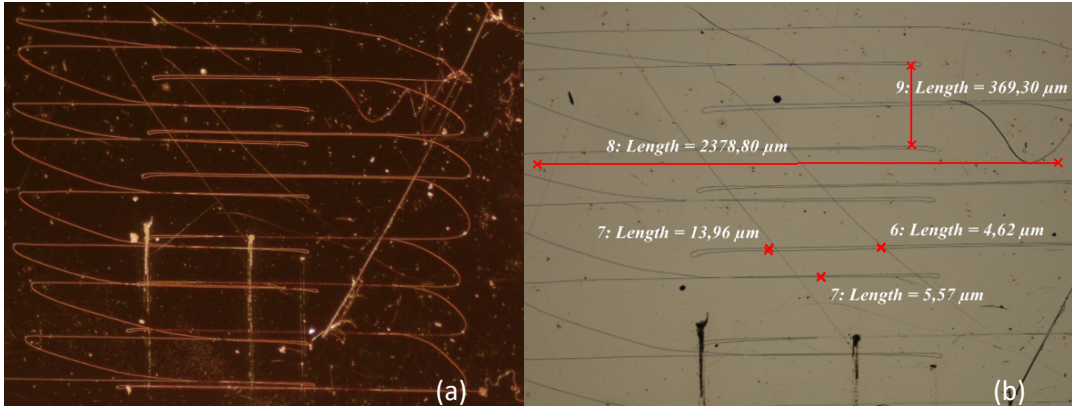
Bir diğer çalışmada ise interdigitated desenlemenin oluşturulması için ilk aşamada denenen 400 μm aralıklı desenleme karşılıklı olarak konumlandırılarak 200 μm aralıklarda oluşturulan Şekil 70' de gösterilen desen ile Tablo 25'de gösterilen koşullarda ile çalışılmıştır. Şekil 71'de optik mikroskopla elde edilen görüntülere göre 2901-S1-6 örneği hava akımları, platform hızı gibi değişkenler sebebiyle köşe kısımlarında keskin dönüşler oluşturamamış olsa da bu desenleme ile yapılan çalışmanın başarı potansiyelinin olduğu görülmüş ve platform hızı artırılarak desenleme çalışmalarına devam edilmiştir.

Tablo 24. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

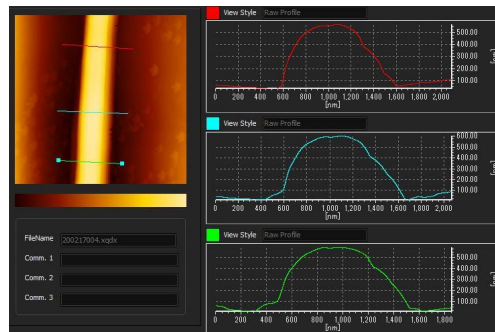
Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L}/\text{saat}$)	Altaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
2901-S1-6	1	0,75	1	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	100	Desen10



Şekil 70. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen10)



Şekil 71. Tablo 24’de gösterilen parametrelere göre üretilen 2901-S1-6 örneğinin iki farklı optik mikroskoptan görüntüleri

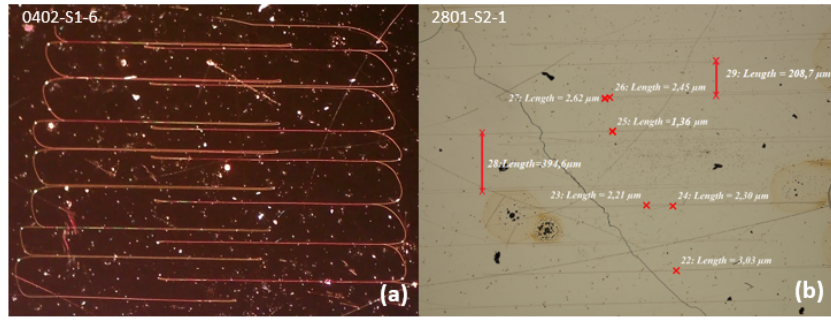


Şekil 72. Tablo 24’de gösterilen parametrelere göre üretilen 2901-S1-6 örneğinin aynı fiber üzerinden dönerek birleşmiş fiberlerin AKM görüntüsü

Şekil 72’ teki AKM sonuçlarında görüldüğü üzere aynı fiber üzerinden geri dönülerek iki fiberin birleşmesi suretiyle oluşturulan fiber genişliği yaklaşık olarak 1 µm’dir.

Tablo 25. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L/saat}$)	Altaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
0402-S1-6	1	0,75	0,95	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	160	Desen10
2801-S2-1	1	0,78	1	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	130	Desen10

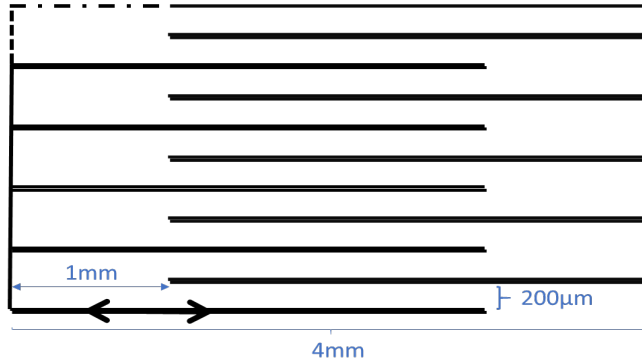


Şekil 73. Tablo 25'de gösterilen parametrelere göre üretilen (a) 0402-S1-6 ve (b) 2801-S2-1 örneklerinin optik mikroskoptan görüntüleri

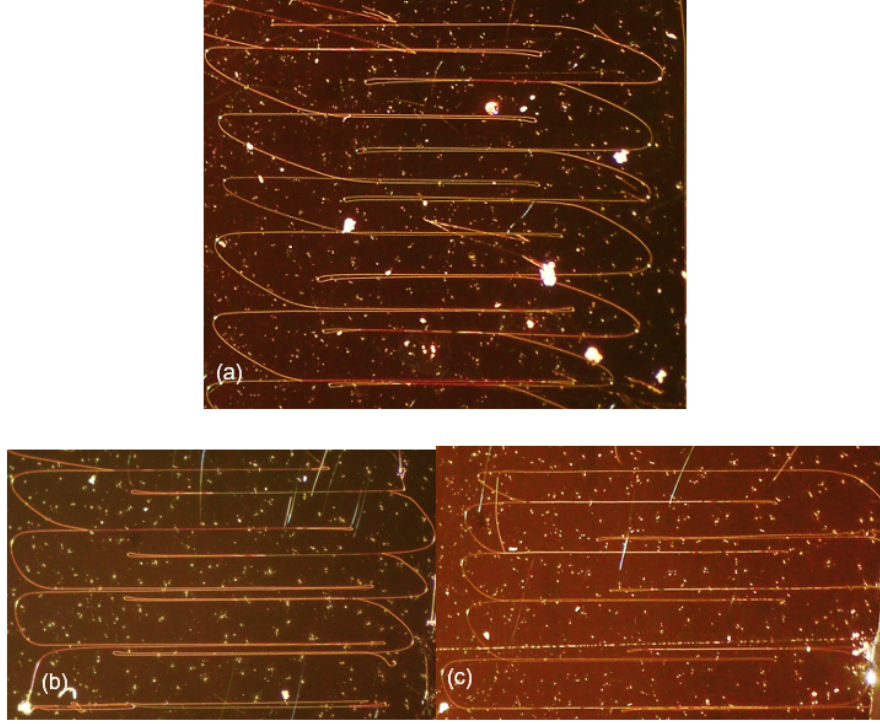
Şekil 73' te verilen iki farklı örnekten anlaşıldığı üzere istenilen interdigitated desen sonuçlarına platform hızının bir önceki koşullara göre artırılmasıyla başarılı şekilde ulaşılmıştır. Sol üst köşeden ayırma işlemi optik mikroskop altında manuel olarak kaldırılması ile gerçekleştirilmiştir. Tablo 27 'deki değerler ile elde edilen diğer başarılı sonuçlar da Şekil 75' de gösterilmiştir. 1902-S1-2 ve 1902-S1-8 örnekleri Şekil 74'te verilen desene göre hizalanarak elde edilmiştir.

Tablo 26. Ağırlıkça %2' lik PEO çözeltisi ile iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafe, uygulanan gerilim, şırınga pompasını besleme hızı ve platformun hızı için çalışılan değerler

Örnek	Mesafe (mm)	ΔV (kV)	PR ($\mu\text{L}/\text{saat}$)	Altaş	Platform hızı (mm/dk)	Desen
0502-S2-2	1,5	0,75	0,95	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	120	Desen 10
1902-S1-2	1	0,78	1	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	140	Desen 11
1902-S1-8	1	0,7	1	10 nm Cr +100 nm Au kaplanmış cam	160	Desen 11



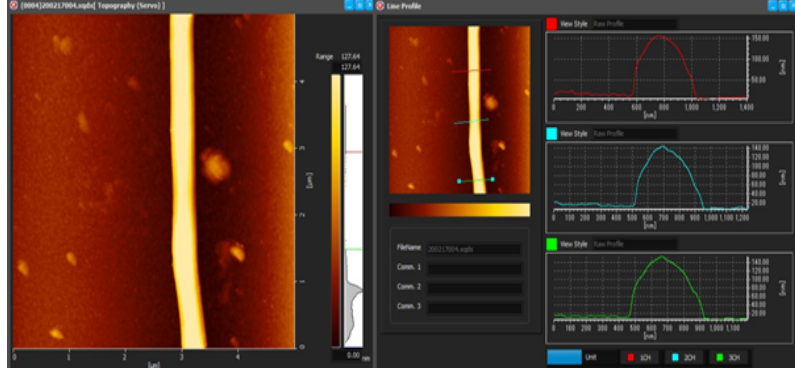
Şekil 74. Üretilmek istenen desenin şekli ve yönü (Desen 11)



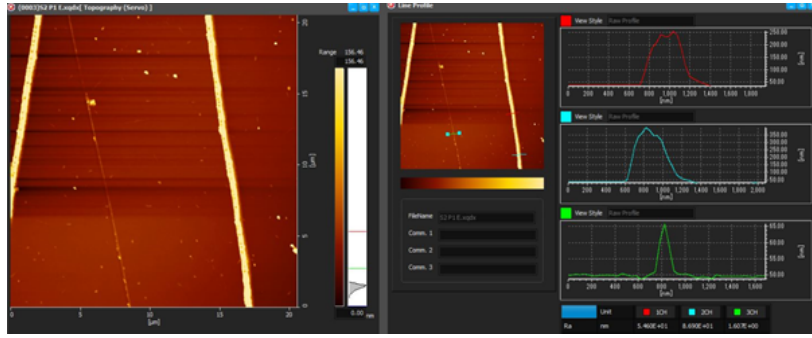
Şekil 75. Tablo 26’da gösterilen parametrelere göre üretilen (a) 0502-S2-2, (b) 1902-S1-2 ve (c) 1902-S1-8 örneklerinin optik mikroskop görüntüleri

4.9. Aşındırma Aşaması için Optimizasyon Çalışmaları

Desenler elde edildikten sonra sıradaki aşama polimerin kapladığı alan dışındaki altının kaldırılması işlemidir. Bu aşamada elde edilen desenlerin argon iyon aşındırma yöntemiyle aşındırılması için belirli sürelerle denemeler yapılarak optimize aşındırma süresi tespit edilmeye çalışılmıştır. İyon aşındırma sistemi ile optimize değerlerin yakalanması oldukça zorlu bir süreç olmuştur. Fazla aşındırma sürelerinde yüzeydeki polimerle beraber altın da büyük oranda aşınmakta olup yer yer elektrotlarda kopukluklar görülmüştür. Fiber kalınlıklarının çok ince olması veya fiberin yüzeye tutunamaması durumunda aşındırma işlemiyle desenlerde bozulmalar meydana gelmiştir. Aşındırma süresinin, 100 nm Au +10 nm Cr kaplanan cam yüzey üzerindeki altın ve kromun tamamen giderilmesi için optimum değerinin ilk etapta 9 dk olduğu belirlenmiştir.



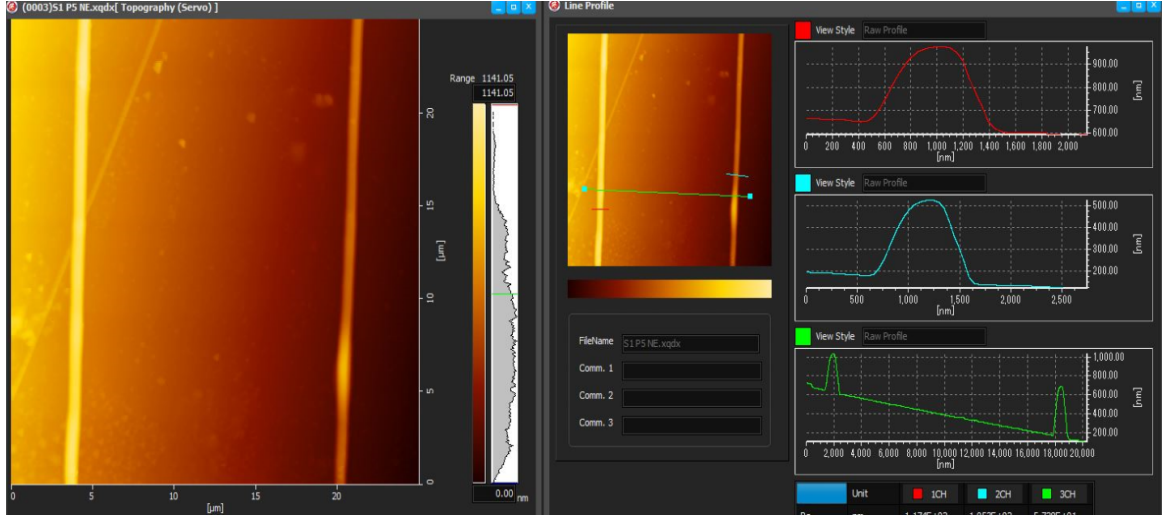
Şekil 76. 2801-S1-1 örneğinin aşındırma öncesi AKM ölçümleri



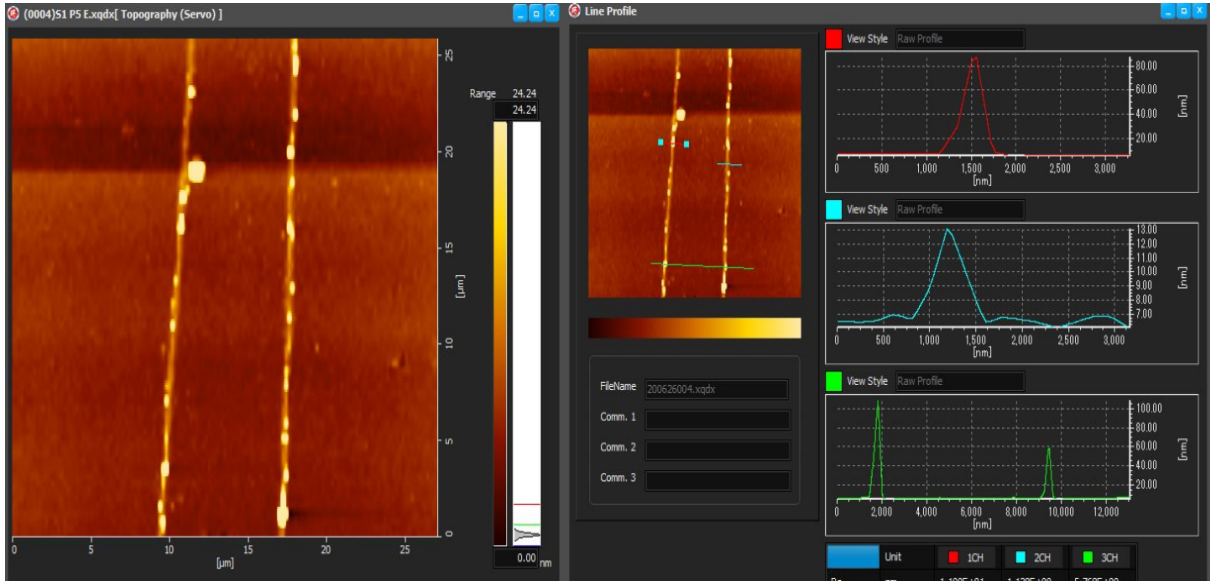
Şekil 77. 2801-S1-1 örneğinin aşındırma sonrası AKM ölçümleri

2801-S1-1 örneği öncelikle 5 dk iyon aşındırma işlemiyle aşındırılmış olup polimer kaplı alan dışındaki yüzeyde bulunan metalin tam olarak giderilemediği görülmüştür. Daha sonra kontrollü olarak aynı koşullarda 2 dk daha aşındırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Ancak yine yüzeydeki altın giderilemediği için son olarak tekrar aynı koşullarda yapılan aşındırma işlemi sonucunda optimum aşındırma süresinin 9 dk olduğu belirlenmiştir. Aşındırma öncesi 350 nm kalınlığa sahip fiberin kalınlığı, aşındırma sonrası yaklaşık olarak 200 nm' ye düşmüştür (Bkz. Şekil 76 ve 77). Bu bağlamda, 200 nm kalınlık değerinin 110 nm' lik metal kaplamaya ek olarak 90 nm polimerden oluştuğu anlaşılmaktadır.

Metalin aşındırılması için optimum koşul olan sürede (9 dk) bu sefer tek seferde yapılan 9 dk argon iyon aşındırma sonucunda farklı sonuçlar alınmıştır. Elde edilen bu sonuçların ise aşındırma sisteminde zaman zaman yaşanan voltaj değerlerindeki değişimlerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu bağlamda, 5 dk + 2dk + 2dk şeklinde yapılan argon iyon aşındırma işlemi, tek seferde 9 dk boyunca yapılan argon iyon aşındırma işlemine göre fiberi koruyarak fiber kaplanmayan yerlerdeki metalin aşındırmasını sağlamaktadır.



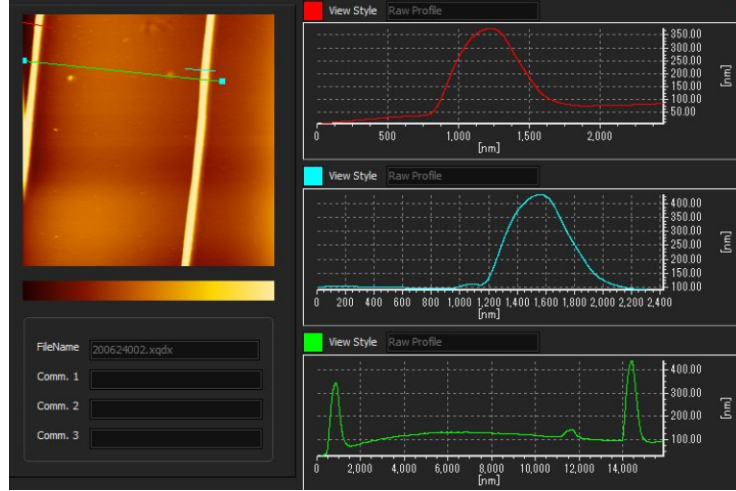
Şekil 78. 2901-S1-5 örneğinin Argon iyon aşındırma işlemi öncesi AKM ölçümleri



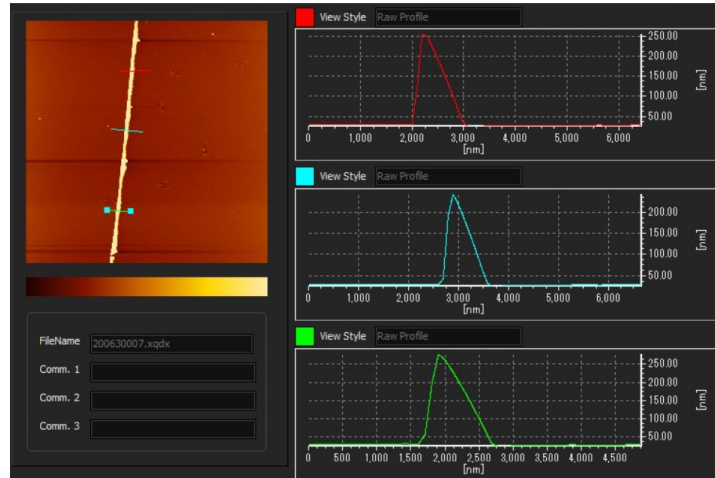
Şekil 79. 2901-S1-5 örneğinin 9 dk Argon iyon aşındırma işlemi sonrası AKM ölçümleri

2901-S1-5 örneği tek seferde 9 dk argon iyon aşındırma işlemine tabi tutulmuştur. Aşındırma öncesi (Bkz. Şekil 78) ve aşındırma sonrası (Bkz. Şekil 79) AKM ölçümlerinden de anlaşılacağı üzere yaklaşık olarak 300 nm kalınlığındaki fiberler aşındırma işlemi sonrası 80 nm 'ye kadar düşmüştür. Alttaş üzerindeki polimerle birlikte polimerin altındaki Au da aşınmış ve yer yer kopukluklar görülmüştür. Kopuklukların olduğu bölgelerden alınan ölçümlerde elektrot kalınlığının 10 nm' ye kadar düştüğü bölgeler tespit edilmiştir.

Aynı parametrelerle farklı günde tek seferde 9 dk aşındırma işlemi gerçekleştirilen 1902-S1-2 örneğinin yüzeyinde fiber kaplanmayan bölgelerde metal yüzeyin hala kaldığı görülmüştür. AKM analizine göre fiber kalınlığının 350-400 nm aralığında kalması nedeniyle örneğe (Bkz Şekil 80) 2 dk daha aşındırma işlemi uygulanmıştır. Bu örnek için böylece toplamda 9dk + 2dk şeklinde argon iyon aşındırma işlemi uygulanmıştır.

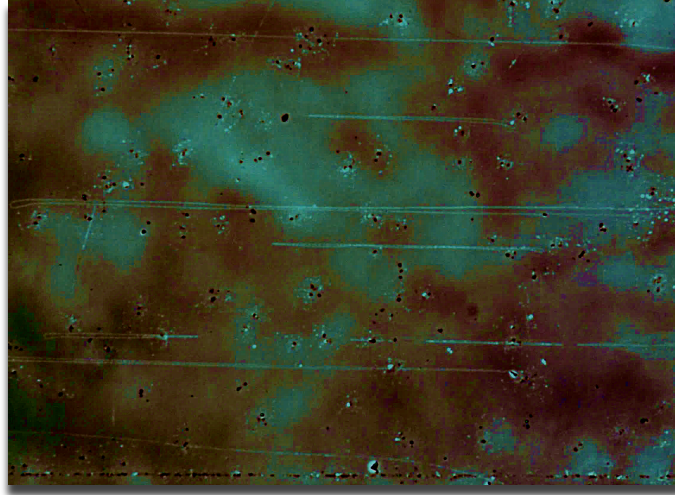


Şekil 80.1902-S1-2 örneğinin iyon aşındırma işlemi öncesi AKM ölçümleri



Şekil 81.1902-S1-2 örneğinin 9dk +2 dk olacak şekilde iyon aşındırma işlemi sonrası tarama alanında AKM ölçümleri

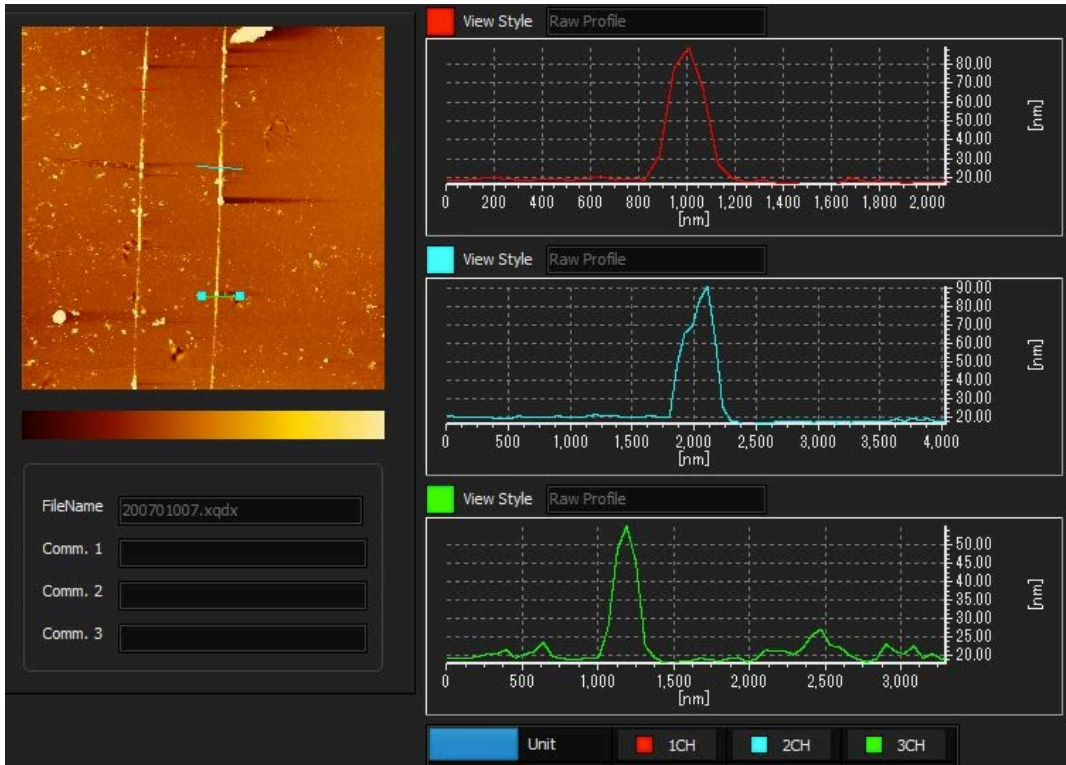
AKM ölçümleri incelendiğinde yaklaşık 300 nm kalınlığındaki fiberler iyon aşındırma işlemi sonrası 200 nm kalınlığa kadar düşmüştür (Bkz. Şekil 81). 9dk +2 dk aşındırma işlemi ile polimer kaplanmayan bölgelerin yanında yaklaşık 100 nm polimerin de aşındırıldığı görülmüştür. Bu sonuçlar neticesinde Argon iyon aşındırmanın fiberin kalınlığına göre karar verilerek genel olarak kademeli şekilde 9-11 dk aralığında uygulanmasına karar verilmiştir.



Şekil 82.1902-S1-2 örneğinin iyon aşındırma işlemi sonrası optik mikroskop görüntüsü

Şekil 82' de iyon aşındırma işlemi sonrasında 1902-S1-2 örneğinin genel yapısı görülmektedir. Cam yüzey üzerinde desenin yansımından dolayı optik mikroskop görüntüsü net olmamakla birlikte interdigitated yapının aşındırma işleminden sonra da korunduğu anlaşılmaktadır. Yüzeydeki desen haricindeki nokta ve çizgiler kaplama sırasında oluşan pim deliklerinden oluşan kalıntılardır.

4.10 Aşındırma İşlemi Sonrası Desen Üzerindeki Polimerin Kaldırılması



Şekil 83. 1902-S1-2 örneğinin desen üzerindeki polimerin kaldırılmasından sonra AKM ölçümleri

İyon aşındırma işleminden sonra desenin üzerindeki polimerin giderilmesi gerekmektedir. Bunun için 1902-S1-2 örneğine PEO polimerini çözdüğü bilinen bir organik çözücü olan metanol ile çözülerek fiber metal üzerinden kaldırılmıştır. Şekil 83'de de görüldüğü üzere işlemde önce kalınlıkları yaklaşık 300 nm olan fiber kalınlıkları işlemde sonra 100 nm altına inerek genişlikleri ise 400-500 nm arasında değişmektedir. (Bkz. Şekil 83).

Proje kapsamında yapılması hedeflenen bir diğer önemli çıktı ise geliştirdiğimiz litografi yönteminin, elektron demeti litografisi ile karşılaştırmasının yapılması için elektro-eğirme ile yapılan desenin, elektron demeti litografisi ile de üretilmesi ve iki sensör ile iletkenlik testlerinin gerçekleştirilmesiydi. Ancak elektron demeti litografisiyle sensör imalatı işlemini gerçekleştirmeyi çok istememize rağmen sistemin bakımından sorumlu olan ve Almanya'dan gelecek uzman, tüm dünyayı etkileyen Covid-19 salgını nedeniyle gelemediği için bu işlemi üzümlerle gerçekleştiremedik. Bununla beraber yaptığımız çalışmalar göstermiştir ki geliştirdiğimiz yöntem elektron demeti litografisi olmayan laboratuvarlarda ve elektrot konumlandırılmasının nanometrik seviyede gerekmediği durumlarda araştırmacılara alternatif bir yöntem olarak sunulabilir. Sistem bileşenlerinin gerek ucuz ve hızlı olması gerekse optik litografi gibi kademeli şekilde işlem gerektirmemesi yöntemin artı noktaları olsa da elektron demeti litografisinde elde edilen hassasiyet elde edilememiştir. Bunun nedeni ise elektrotların arasındaki mesafenin fiber yapısından kaynaklı olarak 200 µm'ye kadar çıkmasıdır. Halbuki elektron demeti kullanılarak interdigitated elektrot aralığının daha önceden hedeflediğimiz 200 nm'ye kadar düşürülebilmesi ise kolaylıkla mümkündür. Bu sebeple de iki yöntem kullanılarak aynı hassasiyetle elektriksel ölçümler yapılamayacaktır.

5. SONUÇ

Bu çalışmada, x-y ekseninde giden bir platform ve platforma kılavuzluk eden standart bir yazılım, klasik elektro eğirme yöntemi ile birleştirilmiştir. Böylece üretilen fiberler çeşitli alttaşlar üzerinde farklı yapıda desenler çalışılarak hizalanmış ve argon iyon aşındırma yardımı ile fiber bulunmayan kısımların aşındırılması sağlanmıştır. Böylelikle ucuz, hızlı ve mikron altı elektrot üretme ve hizalama kabiliyeti olan alternatif bir yöntemi geliştirilmiştir.

Yapılan çalışmalar iki ana başlıkta altında toparlayabiliriz. Birinci kısımda hedefimiz düz fiberler üretilerek optimum koşulların bulunması çalışmalarıdır. Bunun için ilk etapta ekonomik olacağını düşündüğümüz cam ve 100 nm gümüş kaplanmış silikon dioksit alttaşlar kullanılmıştır. Bu alttaşlar üzerine elektro-eğirme tekniğiyle düz ve nano mertebede fiberler çekebilmek için birçok faktörün yanında asıl olarak iğne ucu ve toplayıcı arasındaki mesafe, voltaj farkı ve platformun hızı gibi parametreler çalışılmıştır. Bu çalışmalar neticesinde mesafenin 1 mm, voltaj farkının 0,4-0,6 kV aralığında ve platform hızının 700 mm/dk olduğu durumlarda istenilen yapıda ve kalınlıkta fiber üretiminin SEM görüntüleri neticesinde elde edildiği anlaşılmıştır. 0,4 kV uygulandığında ve diğer unsurlar sabit tutulduğunda aşındırma öncesi ve sonrası fiber ortalama genişlik değerleri SEM analizlerine göre 200 nm civarı olduğu görülmüştür. Bu değer uygulanan voltajın 0,6 kV artmasıyla 500 nm' nin üzerine çıkmıştır. Yapılan EDX analizleri ile 7 dk aşındırma işlemi sonrasında fiber bulunmayan kısımda gümüş elementine rastlanmadığını anlaşılmaktadır. Fiberlerin kalınlıklarını daha hassas şekilde belirlemek için aşındırma işleminden önce ve sonra AKM analizleri yapılmıştır. Aşındırma işleminden önce fiberlerin ortalama kalınlığının ve genişliğinin 122 nm ve 370 nm olduğu, daha sonra 7 dk aşındırma işleminden sonra sırasıyla bu değerlerin 134 nm ve 362 nm' ye değişmesi neticesinde aşındırma işleminin fiberin bir kısmını da sıyırdığı kanısına varılmıştır.

İkinci kısımda ise 10 nm Cr ve 100 nm Au, mıknatıssal saçtırma yöntemi ile cam üzerine kaplanarak üretilen alttaşlar ile interdigitated düzende elektrot üretimine geçilmiştir. Ag kaplı cam alttaşlar ile yapılan çalışmalar neticesinde voltaj farkının 1 kV altında ve iğne ucu ve toplayıcı altlık arasındaki mesafenin 1mm tutulduğunda istenilen sonuçlara varılması neticesinde bu alttaşlarla da benzer koşullarda çalışılmaya devam edilmiştir. Bununla beraber, interdigitated yapıda desenleme için 90-160 mm/dk platform hız aralığının daha uygun olduğu görülmüştür. Bu aşamada elektrotlar arasındaki mesafenin 200 nm' ye indirilebilmesini sağlamak için sisteme anahtarlama kontrol ünitesi entegre edilmiştir. Ancak bu sistem ile fiber yüzeye bağlandıktan sonra gerilimin kesilmesi ile kopması sağlansa da tekrar fiberin bağlanması için manuel yardım gerekmesi neticesinde istenilen aralıktaki fiberler hizalanmamıştır. Bu sebeple fiber akışını kesmek yerine fiberin gittiği yönü platform yardımı ile bir kez daha geri dönmesi sağlanarak

hizalamaya devam edilmiştir. Bu da amaçladığımız üretim aralığı olan 200 nm desenlemeye geçilememesine yol açmıştır. Bu bağlamda, interdigitated yapının oluşturulması için 2 µm, 5 µm, 10 µm, 100 µm ve 200µm elektrot aralıklarına sahip desenlerle çalışılmış 200 µm elektrot aralığında interdigitated yapıya ulaşılmıştır. Üretilen bu polimer kaplı metalik elektrotların kademeli şekilde yapılan argon iyon aşındırması ile muhafaza edildiği gözlemlenmiştir. Bunun yanında sonrasında yapılan polimeri çözgen yardımı ile kaldırma işlemi de başarılı olarak istenilen metal elektrotlar hizalanarak üretilmiştir.

Yakın mesafeli elektro-eğirme yöntemi ile hizalama ya da nano fiberlerden desen üretme yöntemi geleneksel elektro-eğirme yöntemine yani konumlandırılmadan rastgele fiber oluşturmaya göre çok daha fazla sayıda değişkene bağlıdır. Bu nedenle de projeyi gerçekleştirirken optimum parametre değerlerinin elde edilmesi beklediğimizden yoğun ve uzun bir çalışma gerektirmiştir. Nano fiberlerin istenilen kalınlıkta üretilmesinin yanında bir diğer önemli faktör olan hizalamada karşılaşılan ve prosesi etkileyen en temel faktör ise oda koşullarının iklimlendirmesi sorunudur. Örneğin, fiberler hizalanırken oda koşullarında çalışılması nedeniyle oda sıcaklığının yüksek olduğu yaz aylarında polimerin viskozitesinin azalmasından kaynaklı daha önceden elde edilen optimum koşullarda (akış hızı ve voltaj farkı) çalışılmamakta bu da hizalamada sorunlara yol açmıştır. Soğuk havalarda ise polimerin viskozitenin artması nedeniyle polimerin donmakta ve fiber oluşturmada zorluklar yaşanmasıyla beraber fiberin alttaş yüzeyine tutunamaması gibi durumlar meydana gelmiştir. Hava koşullarının giderilmesi için kullanılan iklimlendirme cihazları da (örn. klima, vantilatör vb.) ortamda hava akımlarına yol açarak nanometre mertebesinde çalışılması gereken fiberin kopmasına veya desenleme sırasında düzensizlikler oluşturmasına neden olmuştur. Bu sebeple, bir kabin içine alınarak desenlemede kontrolsüzlüklerin aşılacağı ve sistemin daha verimli şekilde çalışılabileceği düşünülmektedir. Bunun yanında bir diğer faktör ise prob ile fiberin ilk oluşturulma aşamasındaki hassasiyetin insan faktörüne bağlı olmasından kaynaklı yaşanan fiberi oluşturmaktaki tekrarlanabilirlikteki güçlüklerdir. Bu bağlamda, sisteme otomatik olarak iğne ucunda biriken damladan prob ile fiber çekecek başka bir sistemin entegre edilmesi bu problemin giderilmesini sağlayacak ve desenlemedeki hataları en aza indirgeyecektir.

Proje kapsamında desteklenen bir yüksek lisans öğrencisi tez çalışmalarıyla projeye destek sağlamış ve nano fabrikasyon sentez ve karakterizasyon alanında deneyim kazanmıştır. Ayrıca yüksek lisans öğrencisi ile birlikte gönüllü olarak çalışan ve nano teknoloji alanında deneyim kazanmak isteyen lisans öğrencileri de projede görev alarak projenin bilim insanı yetiştirmesi konusunda faaliyetlerinin gelişmesini sağlamışlardır. Elde edilen bulgular çeşitli uluslararası toplantılarda proje yürütücüsü tarafından sunulmuştur. Bu konferanslar, Eylül 2018'de Çeşme'de düzenlenen uluslararası 'Science and Applications of Thin Films, Congress &

Exhibition, 2018' konferansı, 2019 yılından Barselona'da düzenlenen uluslararası 'Nanospain 2019' konferansı ile 2019 yılında Adana'da düzenlenen uluslararası 'International Conference on Condensed Matter and Materials Science' konferanslarıdır. Ayrıca proje kapsamında elde edilen sonuçlar ile iki tane makale hazırlanmakta olup SCI endeksli dergilere ivedilikle gönderilecektir.

Bu proje ile geleneksel litografik yöntemlerle kıyaslandığında spin kaplama, fotomaske, maske düzenleyici, rezist geliştirme ve temiz oda ortamına gereksinim duymayan, düşük maliyetli ve az aşamalı pratik bir yöntemin hayata geçirilmiştir.

6. KAYNAKÇA

Bai, X., Liao, S., Huang, Y., Song, J., Liu, Z., Fang, M., Xu, C., Cui, Y., Wu, H. 2017. "Continuous Draw Spinning of Extra-Long Silver Submicron Fibers with Micrometer Patterning Capability", *Nano Letters*, 17(3), 1883–1891.

Bisht, G. S., Canton, G., Mirsepassi, A., Kulinsky, L., Oh, S., Dunn-Rankin, D., Madou, M. J. 2011. "Controlled continuous patterning of polymeric nano fibers on three-dimensional substrates using low-voltage near-field electrospinning", *Nano Letters*, 11(4), 1831–1837.

Blachowicz, T., Ehrmann, A. 2019. "Conductive Electrospun Nano fiber", *Mats. Materials*, 13 (1).

Castilho, M., Feyen, D., Flandes-Iparraguirre, M., Hochleitner, G., Groll, J., Doevendans, P. A. F., Vermonden, T., Ito, K., Sluijter, J. P. G., & Malda, J. 2017. "Melt Electrospinning Writing of Poly-Hydroxymethylglycolide-co- ϵ -Caprolactone-Based Scaffolds for Cardiac Tissue Engineering", *Advanced Healthcare Materials*, 6(18).

Chang, C., Limkrailassiri, K., Lin, L. 2008. "Continuous near-field electrospinning for large area deposition of orderly nano fiber patterns", *Applied Physics Letters* 93 (12), 123111.

Chang, J., Liu, Y., Heo, K., Lee, B. Y., Lee, S. W., & Lin, L. 2014 " Field Effect Transistors: Direct-Write Complementary Graphene Field Effect Transistors and Junctions via Near-Field Electrospinning", *Small*, 10 (10), 2112-2112.

Chen, Z., Yang, T., Shi, H., Wang, T., Zhang, M., Cao, G. 2017. "Single Nozzle Electrospinning Synthesized MoO₂@C Core Shell Nano fibers with High Capacity and Long-Term Stability for Lithium-Ion Storage", *Advanced Materials Interfaces*, 4, (3), 1600816.

Feng, C., Khulbe, K. C., Matsuura, T. 2010. "Recent progress in the preparation, characterization, and applications of nanofibers and nanofiber membranes via electrospinning/interfacial polymerization", *Journal of Applied Polymer Science*, 115 (2), 756-776.

Gupta, A., Seifalian, A. M., Ahmad, Z., Edirisinghe, M. J., Winslet, M. C. 2007. “Novel Electrohydrodynamic Printing of Nanocomposite Biopolymer Scaffolds”, *Journal of Bioactive and Compatible Polymers*, 22 (3) 265–280.

Huang, Y., Bu, N., Duan, Y., Pan, Y., Liu, H., Yin, Z., Xiong, Y. 2013. “Electrohydrodynamic direct-writing”, *Nanoscale*, 5(24), 12007-12017.

Huang, Y., Wang, X., Duan, Y., Bu, N., Yin, Z. 2012. “Controllable self-organization of colloid microarrays based on finite length effects of electrospun ribbons”, *Soft Matter*, 8 (32), 8302.

Kim, G. H., Shin, J. H., An, T., Lim, G. 2018. “Junction-free Flat Copper Nano fiber Network-based Transparent Heater with High Transparency, High Conductivity, and High Temperature”, *Scientific Reports*, 8(1), 13581.

Lee, H., Seong, B., Kim, J., Jang, Y., Byun, D. 2014. “Direct Alignment and Patterning of Silver Nanowires by Electrohydrodynamic Jet Printing”, *Small*, 10 (19), 3918–3922.

Lee, Y., Min, S.-Y., Kim, T.-S., Jeong, S.-H., Won, J. Y., Kim, H., Xu, W., Jeong, J. K., Lee, T.-W. 2016. “Opto-Electronic Devices: Versatile Metal Nanowiring Platform for Large-Scale Nano- and Opto-Electronic Devices ”, *Advanced Materials* 28 (41) 9232–9232.

Li, D., Wang, Y., Xia, Y. 2003. “Electrospinning of Polymeric and Ceramic Nano fibers as Uniaxially Aligned Arrays”, *Nano Letters* 3 (8) 1167–1171.

Li, M. L., Zhang, G. W. 2013. “Advanced Information and Computer Technology in Engineering and Manufacturing Environmental Engineering”, *Trans Tech Publications Ltd*.

Liu, K., Liu, W., Qiu, Y., Kong, B., Sun, Y., Chen, Z., Zhuo, D., Lin, D., Cui, Y. 2017. “Electrospun core-shell microfiber separator with thermal-triggered flame-retardant properties for lithium-ion batteries”, *Science Advances*, 3(1), e1601978.

Lu, X., Wang, C., Favier, F., Pinna, N. 2017. “Electrospun Nanomaterials for Supercapacitor Electrodes: Designed Architectures and Electrochemical Performance”, *Advanced Energy Materials*, 7 (2) 1601301.

- Masouleh, M. M., Koohsorkhi, J., & Moghadam, R. A. 2020. "Direct writing of individual micro/nano fiber patterns suitable for flexible electronics using MEMS-based microneedle", *Microelectronic Engineering*, 229, 111345.
- Minden-Birkenmaier, B. A., Selders, G. S., Fetz, A. E., Gehrman, C. J., Bowlin, G. L. 2017. "Electrospun systems for drug delivery. In *Electrospun Materials for Tissue Engineering and Biomedical Applications*", 117–145.
- Min, S.-Y., Kim, T.-S., Kim, B. J., Cho, H., Noh, Y.-Y., Yang, H., Cho, J. H., Lee, T.-W. 2013. "Large-scale organic nanowire lithography and electronics", *Nature Communications*, 4, 1.
- Pan, C.-T., Yang, T.-L., Chen, Y.-C., Su, C.-Y., Ju, S.-P., Hung, K.-H., Wu, I.-C., Hsieh, C.-C., Shen, S.-C. 2015. "Fibers and Conductive Films Using Silver Nanoparticles and Nanowires by Near-Field Electrospinning Process", *Journal of Nanomaterials*, 16, 155.
- Ramakrishna, S., Fujihara, K., Teo, W.-E., Lim, T.-C., Ma, Z. 2005. "An Introduction to Electrospinning and Nano fibers", Singapore: World Scientific Publishing Company.
- Sigmund, W., Yuh, J., Park, H., Maneeratana, V., Pyrgiotakis, G., Daga, A., Taylor, J., Nino, J. C. 2006. "Processing and Structure Relationships in Electrospinning of Ceramic Fiber Systems", *Journal of the American Ceramic Society*, 89 (2), 395–407.
- Sun, D., Chang, C., Li, S., Lin, L. 2006. "Near-Field Electrospinning", *Nano Letters*, 6 (4), 839–842.
- Sun, G., Sun, L., Xie, H., Liu, J. 2016. "Electrospinning of nanofibers for energy applications", *Nanomaterials*, 6 (7), 129.
- Theron, A., Zussman, E., & Yarin, A. L. 2001. "Electrostatic field-assisted alignment of electrospun nanofibres", *Nanotechnology*, 12 (3), 384–390.
- Wang, Y., Shahid, M., Cheng, J., Nishijima, H., Pan, W. (2017). "Electrospun assembly: a nondestructive nanofabrication for transparent photosensors", *Nanotechnology*, 28 (15), 155202.

Yang, D., Lu, B., Zhao, Y., Jiang, X. (2007).“ Fabrication of Aligned Fibrous Arrays by Magnetic Electrospinning”. *Advanced Materials*,19, (21), 3702–3706.

Ye, D., Ding, Y., Duan, Y., Su, J., Yin, Z., Huang, Y. A. 2018. “Large-Scale Direct-Writing of Aligned Nanofibers for Flexible Electronics”, *Small*, 14 (21), 1703521.

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Dr. Öğr. Üyesi ÖZGE SAĞLAM
Proje No:	217M144
Proje Başlığı:	Elektro-Eğirme Yöntemi İle Nano Ölçekli Direkt Yazma Ve Sensör Uygulaması
Proje Türü:	3001 - Başlangıç AR-GE
Proje Süresi:	24
Araştırmacılar:	
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	İZMİR EKONOMİ Ü. MÜHENDİSLİK F.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	01/11/2017 - 01/02/2020
Onaylanan Bütçe:	93884.0
Harcanan Bütçe:	82534.15
Öz:	<p>Mikro elektro-mekanik sistemlerde, mikro akışkan aygıtlarda, mikro lens dizilerinde yani mikro ve nano yapı gerektiren uygulamaların üretiminde litografi tekniği kullanılmaktadır. Fotolitografi, elektron demeti litografisi, odaklanmış iyon demeti gibi yöntemler litografi tekniklerin başında gelmektedir. Ancak fotolitografi tekniğinde foto maske kullanıldığı için maskenin yapısına bağlı olan üretim esneklik göstermez. Süreç çok adımlı olup temiz oda gerekliliği bulunmaktadır. Bunun dışında UV ışık kullanımı neticesinde nano ölçekli üretim ışığın dalga boyuyla sınırlı olduğu için mümkün değildir. Elektron demeti litografisi ile nano boyutta hassas şekilde üretim yapılır ancak cihaz ve maliyeti oldukça yüksektir. Bu projede geliştirilen sistem ile yakın mesafeli elektro-eğirme ile üretilen nano fiberler nano imalatta kullanılarak yukarıda bahsedilen yöntemlere alternatif bir yöntem geliştirilmiştir.</p> <p>Nano fiberler yüksek seviyedeki esneklikleri, bir boyutlu yapıları ile fiziksel ve kimyasal özellikleri sayesinde, teknolojik aygıtların performansını arttırmak için yapı taşı olarak kullanılmaktadır. Nano fiberlerin imalatı için çok sayıda yöntem olmasına rağmen elektro-eğirme yöntemi, çok çeşitli polimerlerden kesintisiz, kontrol edilebilir çapta, kompozisyonda, yüksek verimde ve hızda nano fiber üretimi sayesinde diğer araştırmacılar tarafından sıklıkla tercih edilmektedir. Yakın mesafeli elektro-eğirme yöntemi ile ise fiberlerin yapısı kontrol altında tutulurken toplayıcı üzerinde nano fiberlerin pozisyonları da hassas bir şekilde ayarlanabilmektedir.</p> <p>Proje kapsamında, tarafımızdan tasarlanmış ve imalatı gerçekleştirilmiş, bir platform ve platforma kılavuzluk eden bir yazılım ve elektro-eğirme sistemi ile birleştirilerek desenleme yapan bir sistem ortaya konulmuştur. Alttaş olarak ilk etapta, silikon dioksit üzerine 100 nm gümüş buharlaştırılmıştır. Bu alttaş üzerinde sistem parametre değerleri optimize edilmiştir. Daha sonra ise cam alttaş üzerine miknatissal saçtırma yöntemi ile sırasıyla 10 nm krom ve 100 nm altın kaplanmıştır. Sistemin optimum koşulları bulunarak bu alttaşlar üzerinde nano fiberlerden hem kafes yapıda dizilimler hem de interdigitated düzende elektrotlar üretilmiştir. Son olarak desenler argon iyon aşındırma ile aşındırılarak metal elektrotlar elde edilmiştir. Gerçekleştirilen bu proje ile mevcut yöntemlere alternatif daha düşük maliyetli bir nano litografi yöntemi geliştirilmiştir.</p>
Anahtar Kelimeler:	Yakın mesafeli elektro-eğirme, nano fiber, nano litografi, direkt yazma
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Evet
Projeden Yapılan Yayınlar:	1- DIRECT WRITING BY ELECTROSPUN NANOFIBERS (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum),