

**BAŞKENT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
BİYOMEDİKAL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
BİYOMEDİKAL MÜHENDİSLİĞİ TEZLİ YÜKSEK LİSANS
PROGRAMI**

**FİLM KAPLAMA KALINLIĞININ AKORT ÇATALI
FREKANSINA ETKİSİ: DENEYSEL ÖLÇÜM VE DİNAMİK
HESAPLAMALAR**

HAZIRLAYAN

MEBRURE ERDOĞAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ANKARA - 2023

**BAŞKENT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
BİYOMEDİKAL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
BİYOMEDİKAL MÜHENDİSLİĞİ TEZLİ YÜKSEK LİSANS
PROGRAMI**

**FİLM KAPLAMA KALINLIĞININ AKORT ÇATALI
FREKANSINA ETKİSİ: DENEYSEL ÖLÇÜM VE DİNAMİK
HESAPLAMALAR**

HAZIRLAYAN

MEBRURE ERDOĞAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

TEZ DANIŞMANI

PROF. DR. İSMAİL CENGİZ KOÇUM

TEZ EŞ DANIŞMANI

PROF. DR. DİLEK ÇÖKELİLER SERDAROĞLU

ANKARA - 2023

BAŞKENT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Biyomedikal Mühendisliği Anabilim Dalı Biyomedikal Mühendisliği Tezli Yüksek Lisans Programı çerçevesinde Mebrure ERDOĞAN tarafından hazırlanan bu çalışma, aşağıdaki jüri tarafından Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi: 24 /08 / 2023

Tez Adı: Film Kaplama Kalınlığının Akort Çatalı Frekansına Etkisi: Deneysel Ölçüm ve Dinamik Hesaplamalar

Tez Jüri Üyeleri (Unvanı, Adı - Soyadı, Kurumu)

İmza

Prof. Dr. İsmail Cengiz KOÇUM

Başkent Üniversitesi

.....

Prof. Dr. Hamdi Soner ALTUNDOĞAN

Fırat Üniversitesi

.....

Dr. Öğr. Üyesi Hüseyin KURTULDU

Başkent Üniversitesi

.....

Prof. Dr. Dilek ÇÖKELİLER SERDAROĞLU (Eş danışman)

.....

Başkent Üniversitesi

ONAY

Prof. Dr. Faruk ELALDI

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Tarih : ... / ... /

BAŞKENT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLER ENSTİTÜSÜ
YÜKSEK LİSANS TEZ ÇALIŞMASI ORJİNALLİK RAPORU

Tarih: 31 / 08 / 2023

Öğrencinin Adı, Soyadı: Mebrure ERDOĞAN

Öğrencinin Numarası: 22110055

Anabilim Dalı: Biyomedikal Mühendisliği

Programı: Tezli Yüksek Lisans

Danışmanın Unvanı/Adı, Soyadı: Prof. Dr. İsmail Cengiz KOÇUM

Tez Başlığı: Film Kaplama Kalınlığının Akort Çatalı Frekansına Etkisi: Deneysel

Ölçüm ve Dinamik Hesaplamalar

Yukarıda başlığı belirtilen Yüksek Lisans tez çalışmamın; Giriş, Ana Bölümler ve Sonuç Bölümünden oluşan, toplam 88 sayfalık kısmına ilişkin, 31/ 08/ 2023 tarihinde şahsım/tez danışmanım tarafından Turnitin adlı intihal tespit programından aşağıda belirtilen filtrelemeler uygulanarak alınmış olan orijinallik raporuna göre, tezimin benzerlik oranı % 3'dür. Uygulanan filtrelemeler:

1. Kaynakça hariç
2. Alıntılar hariç
3. Beş (5) kelimeden daha az örtüşme içeren metin kısımları hariç

“Başkent Üniversitesi Enstitüleri Tez Çalışması Orijinallik Raporu Alınması ve Kullanılması Usul ve Esaslarını” inceledim ve bu uygulama esaslarında belirtilen azami benzerlik oranlarına tez çalışmamın herhangi bir intihal içermediğini; aksinin tespit edileceği muhtemel durumda doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi ve yukarıda vermiş olduğum bilgilerin doğru olduğunu beyan ederim.

Öğrenci İmzası:.....

ONAY

Tarih: ... / ... / 20...

Prof. Dr. İsmail Cengiz KOÇUM

Bu tezi hakkını ödeyemeyeceğim, bugünlerimi görmek isteyen, bedenen yanımda olamasa da her daim yanımda olduğunu hissettiğim çok sevdiğim annem Gönül ERDOĞAN'a ithaf ediyorum.

Mebrure ERDOĞAN

Ankara – 2023

TEŞEKKÜR

Tez çalışma sürecimde kıymetli bilgi, birikim ve tecrübeleri ile bana yol gösteren ve her zaman destek olan değerli danışman hocam Sayın, Prof. Dr. İsmail Cengiz KOÇUM' a, eş danışman hocam Sayın Prof. Dr. Dilek Çökeliler SERDAROĞLU' na, Çalışma aşamalarımnda yardımlarını ve desteklerini esirgemeyen sayın Dr. Öğr. Üyesi Kadir Can ERBAŞ' a,

Hayatım boyunca daima destekçim olan, en stresli zamanlarımda yanımda ve yol göstericim olan sevgili babam İsmail ERDOĞAN' a bedenlen yanımda olamasa da manevi olarak varlığını her daim hissettiğim annem Gönül ERDOĞAN' a ve kardeşim Melike ERDOĞAN' a,

Bu zorlu süreçte desteklerini ve anlayışlarını her zaman hissettiğim arkadaşlarıma özellikle Cansu TEKİN ve Hatice POLAT' a,

Çalışmalarımnda zorlandığım zamanlarda yardımlarını ve desteklerini esirgemeyen sevgili arkadaşlarım Kıvanç KURNAZ ve Zeynep AYHAN' a,

En içten teşekkürlerimi sunarım.

ÖZET

Mebrure ERDOĞAN

**FİLM KAPLAMA KALINLIĞININ AKORT ÇATALI FREKANSINA ETKİSİ:
DENEYSEL ÖLÇÜM VE DİNAMİK HESAPLAMALAR**

Başkent Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Biyomedikal Mühendisliği Anabilim Dalı

2023

İnce film düzeyinde malzemelerin kuantumsal düzeydeki özellikleri ortaya çıkmakta ve ince film kalınlığına bağlı olarak malzemelerin yapısal, optik ve elektriksel özellikleri değişmektedir. Bu kapsamda ince film kaplama kalınlığı yeni ve benzersiz özelliklere sahip malzemelerin geliştirilmesinde önemli bir rol oynamaktadır. Bu tez çalışmasında kuvars akort çatalı (QTF) ile film kalınlığının ölçümünün yapılabilmesi için yeni bir yöntem önerilmiş ve bu konu ile ilgili patent başvurusu yapılmıştır (Patent başvuru no:2022/018799). Sebebi ise QTF’ in en yaygın kullanılan film kalınlık ölçüm yöntemi olan kuvars kristal mikroterazi (QCM)’ ye göre bile daha karalı bir tavır sergilemesi ve bu sayede diğer ince film kalınlık ölçüm yöntemlerinden daha hassas algılama ve ölçme işlemlerini yapabilmesidir. Bu tez çalışmasında büyük ölçekli akort çatalı (TF) ve küçük ölçekli kuvars akort çatalı (QTF) ile frekans kaymalarına matematiksel yaklaşımlar getirilmiş, kaplanan filmin elastisite modülünün frekansa katkıları detaylandırılmış, QTF ile yapılan kaplamalar sonucu film kalınlığı deneysel olarak ölçülmüş ve hesaplanmıştır. Ek olarak TF ve QTF yüzeylerinde aşındırma çalışmaları yapılarak aşındırmanın frekansa etkileri deneysel ve teorik olarak incelenmiş ve aşındırma durumunda QCM sensörlerinde meydana gelen frekans durumuyla karşılaştırılmıştır.

ANAHTAR KELİMELE: Büyük Ölçekli Akort Çatalı, Kuvars Akort Çatalı, Film Kaplama Kalınlığı, Matematiksel Yaklaşımlar, Aşındırma

ABSTRACT

Mebrure ERDOĞAN

EFFECT OF THIN FILM COATING THICKNESS ON FREQUENCY OF LARGE-SCALE TUNNING FORK AND SMALL-SCALE QUARTZ FORK: A COMPARISON OF EXPERIMENTAL MEASUREMENT AND DYNAMIC CALCULATIONS

Başkent University Institute of Science and Engineering

The Department of Biomedical Engineering

2023

Quantum-level properties of materials emerge at the thin-film level, and the structural, optical and electrical properties of materials change depending on the thin-film thickness. In this context, thin film coating thickness plays an important role in the development of materials with new and unique properties. In this thesis, a new method has been proposed to measure the film thickness with a quartz tuning fork (QTF) and a patent application has been made on this subject (Patent application no: 2022/018799). The reason is that QTF exhibits a more stable attitude even compared to quartz crystal microbalance (QCM), which is the most widely used film thickness measurement method, and thus, it can perform more sensitive detection and measurement processes than other thin film thickness measurement methods. In this thesis, mathematical approaches to frequency shifts were brought with large-scale tuning fork (TF) and small-scale quartz tuning fork (QTF), the contributions of the elasticity modulus of the coated film to the frequency were detailed, and the film thickness was experimentally measured and calculated as a result of coatings with QTF. In addition, etching studies were carried out on TF and QTF surfaces, and the effects of etching on frequency were investigated experimentally and theoretically and compared with the frequency situation occurring in QCM sensors in case of etching.

KEYWORDS: Large Scale Tuning Fork, Quartz Tuning Fork, Film Coating Thickness, Mathematical Approaches, Etching

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR	i
ÖZET	ii
ABSTRACT	iii
İÇİNDEKİLER	iv
TABLolar LİSTESİ	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ	x
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiv
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER.....	3
2.1. İnce Film Kaplama Teknolojileri ve Uygulama Alanları.....	3
2.2. İnce Film Kaplama Kalınlığı Ölçüm Yöntemleri	4
2.2.1. Spektroskopik yöntemler	4
2.2.2. Mikroskopik yöntemler.....	6
2.2.3. Kuvars tabanlı yöntemler	7
2.3. Büyük Ölçekli Akort Çatalı ve Küçük Ölçekli Kuvars Akort Çatalı	10
2.3.1. Kuvars akort çatalı uygulama alanları.....	12
2.3.2. Kuvars akort çatalı' nın mekanik ve elektriksel modellenmesi.....	12
2.4. Kaplama Yöntemi 1: Elektroliz	16
2.5. Kaplama Yöntemi 2: Plazma Polimerizasyonu	17
2.6. Büyük Ölçekli Akort Çatalı ve Küçük Ölçekli Kuvars Akort Çatalı İçin Matematiksel Denklemler	19
3. MATERYAL VE METOT	28
3.1. Büyük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 1: Diyapozon, Elektroliz.....	30
3.1.1. Bakır akort çatalından alüminyum akort çatalına bakır kaplama	34
3.1.1.1. Akort çatallarının paralel konumlandırılmasıyla makro seviye elektrokimyasal kaplama.....	34
3.1.1.2. Akort çatallarının çapraz konumlandırılması ile makro seviye elektrokimyasal kaplama.....	35
3.1.1.3. Silindirik konumlandırılmış anot içerisinde makro seviye elektrokimyasal kaplama.....	36

3.1.2. Bakır akort çatalından bakır akort çatalına bakır kaplama: paralel akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama	37
3.1.3. Bakırdan çelik akort çatalına bakır kaplama: paralel akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama.....	38
3.1.4. Bakır akort çatalından demir akort çatalına bakır kaplama: çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama	39
3.1.5. Bakır akort çatalından pirinç akort çatalına bakır kaplama: çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama	39
3.1.6. Bakır akort çatalından krom akort çatalına bakır kaplama : çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama	40
3.2. Büyük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Aşındırma: Diyapozon, Elektroliz.....	40
3.3. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 1: Kuvars Akort Çatalı, Elektroliz.....	41
3.4. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 2: Kuvars Akort Çatalı, Plazma Polimerizasyon.....	42
3.4.1. Kaplanan Kuvars Akort Çatalı Sensörlerinin Film Kalınlığının Deneysel Ölçümü.....	45
3.5. Küçük ölçekli Akort Çatalı yüzeyinde deneysel kaplama 2: Kuvars akort çatalı, plazma aşındırma.....	45
4. BULGULAR	46
4.1. Büyük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 1: Diyapozon, Elektroliz.....	46
4.1.1. Bakır akort çatalından alüminyum akort çatalına bakır kaplama	49
4.1.1.1. Akort çatallarının paralel konumlandırılmasıyla makro seviye elektrokimyasal kaplama.....	50
4.1.1.2. Akort çatallarının çapraz konumlandırılması ile makro seviye elektrokimyasal kaplama.....	51
4.1.1.3. Silindirik konumlandırılmış anot içerisinde makro seviye elektrokimyasal kaplama.....	53

4.1.2. Bakır akort çatalından bakır akort çatalına bakır kaplama: Paralel akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama	54
4.1.3. Bakırdan çelik akort çatalına bakır kaplama: Paralel akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama.....	57
4.1.4. Bakır akort çatalından demir akort çatalına bakır kaplama: Çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama	59
4.1.5. Bakır akort çatalından pirinç akort çatalına bakır kaplama: Çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama	60
4.1.6. Bakır akort çatalından krom akort çatalına bakır kaplama: Çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama	62
4.2. Büyük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Aşındırma: Diyapozon, Elektroliz.....	63
4.3. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 1: Kuvars Akort Çatalı, Elektroliz.....	67
4.4. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 2: Kuvars Akort Çatalı, Plazma Polimerizasyon.....	72
4.4.1. Kaplanan Kuvars Akort Çatalı Sensörlerinin Film Kalınlığının Deneysel Ölçümü.....	79
4.5. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Aşındırma: Kuvars Akort Çatalı, Plazma.....	84
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	87
KAYNAKLAR	89

TABLÖLAR LİSTESİ

	Sayfa
Tablo 2.1. QTF' in mekanik ve elektriksel eşdeğer karşılıkları [21]	14
Tablo 3.1. Tez materyali.....	28
Tablo 3.2.. Alüminyum ve bakır TF in deney öncesi fiziksel özellikleri.....	35
Tablo 3.3. Alüminyum ve bakır TF in deney öncesi fiziksel özellikleri.....	36
Tablo 3.4. Bakır çubuk anot ve Al TF katodun deney öncesi fiziksel özellikleri.....	37
Tablo 3.5. Anot ve katot Cu TF' lerin deney öncesi fiziksel özellikleri	38
Tablo 3.6. Katot çelik TF' in deney öncesi fiziksel özellikleri.....	39
Tablo 3.7. Katot demir TF' in deney öncesi fiziksel özellikleri	39
Tablo 3.8. Katot pirinç TF' in deney öncesi fiziksel özellikleri	40
Tablo 3.9. Katot krom TF' in deney öncesi fiziksel özellikleri.....	40
Tablo 3.10. Üç ayrı aşındırma deneyinde kullanılan bakır TF' lerin deney öncesi fiziksel özellikleri.....	41
Tablo 4.1. Literatürdeki çalışmalardaki ince bakır filmlerin kalınlıkları, elastisite modülleri ve özellikleri	48
Tablo 4.2. Bakır TF' den Al TF'e bakır elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri	50
Tablo 4.3. Bakır TF' den Al TF' e bakır elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri	51
Tablo 4.4. Bakır TF' den Al TF'e bakır elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle ve kalınlık bilgileri	53
Tablo 4.5. Bakır TF' den Bakır TF' e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri	54
Tablo 4.6. Bakır TF' den Bakır TF' e bakır elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri	56
Tablo 4.7. Bakırdan Çelik TF' e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım, kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri	57

Tablo 4.8. Bakır TF' den demir TF' e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım, kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri	59
Tablo 4.9. Bakır TF'den pirinç TF' e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım, kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri	60
Tablo 4.10. Bakır TF' den krom TF' e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım, kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri	62
Tablo 4.11. Paralel konumlandırılmış deney geometrisinde bakır diyapozonun kütle, akım, elektroliz süresi ve kalınlık bilgileri	63
Tablo 4.12. Çapraz konumlandırılmış deney geometrisinde bakır diyapozonun kütle, akım, elektroliz süresi ve kalınlık bilgileri	65
Tablo 4.13. Silindirik konumlandırılmış deney geometrisinde aşındırılan bakır diyapozonun kütle, akım, elektroliz süresi ve kalınlık bilgileri.....	66
Tablo 4.14. Birinci deney setinde 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde ayrı ayrı kaplanan 5 tane QTF' in her kaplama sonrası frekans değerleri	68
Tablo 4.15. İkinci deney setinde 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde ayrı ayrı kaplanan 5 tane QTF' in her kaplama sonrası frekans değerleri	69
Tablo 4.16. 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde akımsız kaplanan (QTF 1) ve 30 s boyunca 10 nA akımla elektroliz yoluyla kaplanan (QTF 2) QTF' lerin ortak kuruma sürelerine bağlı frekans değerleri	71
Tablo 4.17. 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde akımsız kaplanan (QTF 1) ve 30 s boyunca 10 nA akımla elektroliz yoluyla kaplanan (QTF 2) QTF' lerin ortak kuruma sürelerine bağlı aralarındaki frekans frekans kaymaları ve QTF' ler arasındaki frekans farkları	72
Tablo 4.18. kaplanan QTF 'lerin kaplanmadan ve her 2 dk kaplandıktan sonraki frekansları	74
Tablo 4.19. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve 1,5 E-1 torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 2 dk olan üst üste kaplanan QTF' lerin frekans değerleri...	75
Tablo 4.20. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve 1,5 E ⁻¹ torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 8 dk olan üst üste kaplanan maskesiz QTF' lerin frekans değerleri.....	77
Tablo 4.21. Maskesiz QTF' lerin kaplam süresine bağlı hesaplanan kalınlık değerleri .	78

Tablo.4.22. MATLAB 7.10.0.499 (R2010a) versiyonu 2. dereceden‘Curve Fitting Tool’ sonuçları	82
Tablo.4.23. MATLAB 7.10.0.499 (R2010a) versiyonu 4. dereceden‘Curve Fitting Tool’ sonuçları	83
Tablo 4.24. Kaplanmamış ve plazma aşındırması sonrası QTF’ lerin frekans değerleri	85



ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1. Büyük ölçekli akort çatalı (TF) ve küçük ölçekli kuvars akort çatalı (QTF) boyutsal karşılaştırma.....	11
Şekil 2.2. QTF elektrot yerleşiminin şematik gösterimi [22]	11
Şekil 2.3. QTF rezonatörünün mekanik ve elektriksel modellemesi [21]	13
Şekil 2.4. QTF sensörünün şematik gösterimi [36].....	13
Şekil 2.5. QTF ölçüm sisteminin şematik olarak gösterimi	15
Şekil 2.6. 32759 Hz rezonans frekansına sahip bir QTF' in ölçüm sisteminde frekans değerinin gösterimi.....	16
Şekil 2.7. Elektroliz hücresi ve temel bileşenlerinin şematik gösterimi [39]	17
Şekil 2.8. Radyo frekansı ile üretilen düşük basınçlı plazma sisteminin şematik gösterimi [42]	19
Şekil 2.9. Sırasıyla dairesel kesitli büyük ölçekli TF' in ve dikdörtgensel kesitli küçük ölçekli QTF' in boyutlarının şematik olarak gösterimi	20
Şekil 2.10. TF' in konsol giriş olarak modellenmesi	20
Şekil 2.11. Filmle kaplanmış TF' in konsol giriş olarak modellenmesinin şematik gösterimi	21
Şekil 2.12. Dairesel kesitli TF' in kesit alanının şematik gösterimi.....	23
Şekil 2.13. Dikdörtgensel kesitli TF' in kesit alanının şematik gösterimi	24
Şekil 3.1. Kaplama çalışmaları için deney akış şeması	29
Şekil 3.2. Aşındırma çalışmaları için deney akış şeması.....	29
Şekil 3.3. Anot ve katodun bir bardak içerisinde birbirine paralel konumlandırılmış birinci deney düzenek geometrisinin gerçek ve 3 boyutlu şematik gösterimi.....	30
Şekil 3.4. Anot ve katot TF' in konumlandırılmasına bağlı birinci deney düzeneğinin iki boyutlu şematik gösterimi	31
Şekil 3.5. Anot ve katodun bir bardak içerisinde birbirine çapraz konumlandırılmış ikinci deney düzenek geometrisinin gerçek ve 3 boyutlu şematik gösterimi.....	31
Şekil 3.6. Anot ve katot TF' in konumlandırılmasına bağlı ikinci deney düzeneğinin üç boyutlu şematik gösterimi	32

Şekil 3.7. Bardağın şeklini alacak şekilde silindirik hale getirilmiş bakır anot ve ortasına yerleştirilen katot TF’ den oluşan üçüncü deney düzeneğinin gerçek ve 3 boyutlu gösterimi	32
Şekil 3.8. Anot ve katodun konumlandırılmasına bağlı üçüncü deney düzeneğinin 2 boyutlu şematik gösterimi	33
Şekil 3.9. Elektrokimyasal deney düzeneğinde paralel konumlandırılmış TF’ lerin elektrik alan çizgilerinin ve eş potansiyel çizgilerinin üstten görünümünün şematik gösterimi.....	33
Şekil 3.10. Kaplanmamış haldeki a) bakır TF b) alüminyum TF	34
Şekil 3.11. a) Aşındırılan bakır TF b) Kaplanan Al TF.....	35
Şekil 3.12. a) Kaplanmamış alüminyum TF b) Kaplanmamış bakır TF c) Bakırla kaplanmış Al TF	36
Şekil 3.13. Kaplanmamış bakır TF’ ler	37
Şekil 3.14. a) Aşındırılan bakır TF b) Kaplanan bakır TF	38
Şekil 3.15. pH’ sı 4.7 olan asetat tamponu içerisindeki 0.05M bakır çözeltisinden oluşan elektrokimyasal deney düzeneği.....	42
Şekil 3.16. QTF’ in genişliğinin ölçülebilmesi için kalınlık ölçümünde kullandığımız QTF’ in mikroskop görüntüsü ve kağıt cetvel.....	43
Şekil 3.17. Cam sehpa üzerinde konumlandırılan maskeli ve maskesiz QTF’ ler ve 11-MUDA kimyasalı.....	44
Şekil 3.18. Cam sehpanın plazma vakum cihazı içerisinde konumlandırılması.....	44
Şekil 3.19. Plazma kaplama esnasında meydana gelen plazma ışıması	45
Şekil 4.1. Kaplanan Al TF’ in kalınlık değişimine bağlı ölçülen, kütle ve elastisite modülünün katkısını içeren denklemlerle hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması	50
Şekil 4.2. Kaplanan Al TF’ in kalınlık değişimine bağlı ölçülen, kütle ve elastisite modülünün katkısını içeren denklemlerle hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması	52
Şekil 4.3. Kaplanan Al TF’ in kalınlık değişimine bağlı ölçülen, kütle ve elastisite modülünün katkısını içeren denklemlerle hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması	53
Şekil 4.4. Kaplanan Cu TF’ in kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve kütle denklemi ile elastisite modülünün katkısını içeren önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması.	55

Şekil 4.5. Kaplanan Cu TF' in kalınlık deęişimine baęlı ölçülen ve kütle denklemi ile elastisite modülünün katkısını içeren önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans deęerlerinin karşılaştırılması.	56
Şekil 4.6.Çelik TF' e elektroliz yolu ile bakır kaplanması sonucu TF üzerindeki kalınlık deęişimine baęlı ölçülen ve hesaplanan frekans deęerlerinin karşılaştırılması	58
Şekil 4.7. Bakır TF' den demir TF' e elektroliz yolu ile bakır kaplanması sonucu TF üzerindeki kalınlık deęişimine baęlı ölçülen ve hesaplanan frekans deęerlerinin karşılaştırılması	59
Şekil 4.8. Bakır TF' den pirinç TF' e elektroliz yolu ile bakır kaplanması sonucu TF üzerindeki kalınlık deęişimine baęlı ölçülen ve hesaplanan frekans deęerlerinin karşılaştırılması	61
Şekil 4.9. Bakır TF' den krom TF' e elektroliz yolu ile bakır kaplanması sonucu TF üzerindeki kalınlık deęişimine baęlı ölçülen ve hesaplanan frekans deęerlerinin karşılaştırılması	62
Şekil 4.10. Paralel konumlandırılmış deney geometrisinde bakır TF' in kalınlık deęişimine baęlı ölçülen ve hesaplanan frekans deęerlerinin karşılaştırılması	64
Şekil 4.11. Çapraz konumlandırılmış deney geometrisinde aşındırılan bakır TF' in kalınlık deęişimine baęlı ölçülen ve hesaplanan frekans deęerlerinin karşılaştırılması	65
Şekil 4.12. Silindirik konumlandırılmış deney geometrisinde aşındırılan bakır TF' in kalınlık deęişimine baęlı ölçülen ve hesaplanan frekans deęerlerinin karşılaştırılması	67
Şekil 4.13. Birinci deney seti için 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde ayrı ayrı kaplanan 5 tane QTF' in her kaplama süresi sonrası frekans kaymalarının gösterimi	68
Şekil 4.14. İkinci deney seti için 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde ayrı ayrı kaplanan 5 tane QTF' in her kaplama süresi sonrası frekans kaymalarının gösterimi	69
Şekil 4.15. QTF 1 için 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisine 3 s akımsız daldırılan bir QTF' in belli sürelerde kuruma süresine baęlı frekans deęerleri	70
Şekil 4.16. QTF 2 için 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde 30 s boyunca 10 nA akımla elektroliz yoluyla kaplanmış QTF' in 15 dk aralıklarla kuruma süresine baęlı frekans deęerleri.....	71

Şekil 4.17. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve $1,5 \text{ E}^{-1}$ torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 2 dk olan üst üste kaplanan QTF' lerin frekans kaymalarının gösterimi	73
Şekil 4.18. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve $1,5 \text{ E}^{-1}$ torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 2 dk olan üst üste kaplanan QTF' lerin frekans kaymalarının gösterimi	74
Şekil 4.19. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve $1,5 \text{ E}^{-1}$ torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 8 dk olan üst üste kaplanan maskesiz QTF' lerin frekans kaymalarının gösterimi	76
Şekil 4.20. Toplamda 72 dk kaplanan maskesiz QTF' lerin teorik olarak hesaplanan kalınlık değerlerinin üst üste gösterimi	78
Şekil 4.21. QTF 4' ün plazma birikim zamanına bağlı elde edilen film kalınlığının teorik hesaplarının gösterimi	79
Şekil 4.22. a) Kaplanmış maskeli QTF 4' ün Keyence VHX-100 mikroskobu ile elde edilen genel görüntüsü b) Kaplanmış QTF' in kalınlık ölçümü için tarama yapılan kesit c) Kaplanmış QTF yüzeyinde oluşan yükselti	80
Şekil 4.23. QTF-4 yüzeyindeki kaplama için 3-D lazer tarama mikroskobu ile elde edilen yüzeyin grafiği	81
Şekil 4.23. Yüzey grafiğinde maskeli alan, yığıntı bölgesi, kaplanmış alanların, oluşan yükseltinin ve kuvars kısmının gösterimi	81
Şekil 4.24. Kaplanan QTF-4 yüzeyinin 2. dereceden parçalı fonksiyona fit edilmiş görseli	82
Şekil 4.25. QTF-4 yüzey fonksiyonunun 4. dereceden parçalı fonksiyona fit edilmiş hali	83
Şekil 4.26. QTF' lerin plazma aşındırma süresine bağlı frekans kayma değerleri	85

SİMGELER VE KISALTMALAR

MS	Kütle spektroskopisi
AAS	Atomik absorpsiyon spektroskopisi
ADC	Analog-sayısal dönüştürücü ,
AFM	Atomic Force Microscopy (Atomik Kuvvet Mikroskobu),
Al	Alüminyum
APEL	Alfa partikül enerji kaybı
cm	Uzunluk birimi, santimetre
C1	Kapasitans değeri,
CSV	Comma separated values
Cu	Bakır
DC	Doğru akım
dk	Zaman birimi, dakika
EIES	Elektron darbe emisyon spektroskopisi
E	Elastisite veya young modülü
F ve f	Frekans
Fe	Demir
g	Kütle birimi, gram
I	Kesit alanının ikinci momenti
IgG	İmmünoglobulin G
Hz	Frekans birimi, Hertz
K	Yay sabiti
L1	İndüktans değeri
L	Uzunluk
LED	Işık yayan diyot
LR	Lazer reflektometri
m	Kütle
M	Molarite birimi, Molar
MATLAB	Matrix laboratory
MUDA	Mercaptoundecanoic acid
MWPI	Çoklu dalga boylu pirometrik interferometri
µm	Uzunluk birimi, Mikrometre
ng	Kütle birimi, nanogram
nm	Nanometre
OFS	Optik fiber sensor
pH	Asitlik derecesi, Hidrojen konsantrasyonunun 10 tabanında negatif logaritması
ρ	Yoğunluk
R	Direnç değeri
RLC	Resistor inductor capacitor (Direnç indüktans kapasitör devresi)
SE	Spektroskopik elipsometri
SPR	Yüzey plazmon rezonans spektroskopisi
SEM	Taramalı electron mikroskobu
3-D	Üç boyutlu
TEM	Geçirimli electron mikroskobu
TF	Tuning fork (akort çatalı veya diyapozon)
Tor	Basınç birimi
Q faktörü	Rezonans devresinde kalite faktörü
QCM	Quartz crystal microbalance (Kuars kristal mikroterazi)

QTF	Quartz tuning fork (Kuvars akort çatalı)
W	Güç birimi
XPS	X-ışını fotoelektron spektroskopisi
XRR	X-ışını yansıtma
XRF	X-ışını floresan
Δf	Frekans değişimi, kayması
ω	Açısal frekans



1. GİRİŞ

İnce film kaplama teknikleri, ileri teknolojiler olarak adlandırılan mühendislik alanlarının önemli konularından bir tanesidir. İnce film düzeyinde malzemelerin kuantumsal düzeydeki özellikleri ortaya çıkmakta ve ince film kalınlığı değiştikçe malzemelerin yapısal, optik ve elektriksel özellikleri değişmektedir. Bu kapsamda ince film kaplama kalınlığı yeni ve benzersiz özelliklere sahip malzemelerin geliştirilmesinde önemli bir rol oynamaktadır. İnce film kalınlığını izlemek ve ölçmek için kullanılan birçok yöntem vardır. Bu yöntemleri spektroskopik, mikroskopik ve kuvars tabanlı yöntemler olarak gruplandırabildiğimiz gibi doğrudan ve dolaylı ölçüm yöntemleri olarak da gruplandırabiliriz. Doğrudan ölçüm yapılan yöntemlerde gerçek zamanlı kalınlık takibi yapılabilirken, dolaylı ölçüm yapılan yöntemlerde ise ince filmle kaplanacak malzemenin yanına yerleştirilen örneğin kaplama sonrasına kalınlığına bakılmaktadır yani eş zamanlı olmamaktadır. Bu tekniklerin çoğunda kalınlık kaplama işlemi tamamlandıktan sonra gerçekleştirilmektedir ve birçoğu yüksek maliyetli ekipmanlardan oluşmakta ve ileri seviyede uzmanlaşmış personel ihtiyacı gerektirmektedir.

Film kalınlığının izlenmesi ve ölçülmesi için en yaygın kullanılan yöntem kuvars tabanlı piezo özellik gösteren bir sistem olan kuvars kristal mikroterazi (QCM)'dir. Bu çalışmada kullandığımız sistem ise QCM' den farklı olarak piezo özellik gösteren kütle hassas kuvars tabanlı bir sistem olan kuvars akort çatalı (QTF) 'dir. QTF' in eşsiz geometrik formu tek frekansta titreşmesini sağlamaktadır. Bu özelliği sayesinde QTF, benzer teknik olarak sunulan QCM' den daha hassas algılama ve ölçme işlemlerini yapabilmektedir. QTF' in QCM' den daha hassas ve kararlı oluşu kalite faktörünün yaklaşık birkaç kat daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. İnce filmlerde, malzemelerde arzu edilen özelliklerin sağlanabilmesi adına kaplama kalınlık değerleri kritik olduğundan hassas ve kararlı ölçümler yapabilmek ve gerçek zamanlı kalınlık takibini yapabilmek kritiktir.

Bu tez çalışmasında büyük ölçekli akort çatalı (TF) ve küçük ölçekli kuvars akort çatalı (QTF) ile ince film kalınlık ölçümlerine matematiksel yaklaşımlar getirilerek deneysel sonuçlarla teorik hesaplamaların karşılaştırılması amaçlanmıştır. Bilindiği üzere QTF' in rezonans frekans kayması filmin kütlesi ve elastisite modülündeki değişiklikler ile ilgilidir. QTF düşük elastisite modülüne sahip malzemeler ile kaplandığında filmin elastisite modülü ihmal edilmekte ve sadece kütle etkisi dikkate alınmaktadır. Fakat

yüksek elastisite modülüne sahip malzeme kaplamalarında elastisite modülünün frekans kaymasına etkisi önemlidir. Literatürde filmin elastisite modülünün QTF' in frekans kaymasına katkıları detaylı olarak açıklanmamıştır ve bildiğimiz kadarıyla literatürde filmin elastisite modülünün katkısını detaylı olarak açıklayan, denklemlerle tutarlılığını deneysel olarak ispatlayan bir çalışma bulunmamaktadır. Bu amaçla küçük ölçekli QTF sensörleri ve büyük ölçekli TF' ler elektrokimyasal kaplama ile yüksek elastisite modülüne sahip bakır ile kaplanmıştır ve frekans kaymaları değerlendirilmiştir. Filmin elastisite modülünün frekans kaymasına olan etkilerini değerlendirmek için büyük ölçekli TF 'in ölçülen ve önerdiğimiz matematiksel denklemle hesaplanan frekans değerleri karşılaştırılmıştır. Ayrıca ince film kalınlık ölçümü için önerdiğimiz yöntem olan QTF yüzeyinde plazma polimerizasyon tekniği ile kaplamalar yapıp frekans kaymaları değerlendirilmiş ve ince film kalınlığının 3-D Lazer Tarama Mikroskobu ile deneysel ölçümü ve teorik kalınlık hesabı yapılmıştır. Son olarak büyük ölçekli TF ve küçük ölçekli QTF yüzeyinde aşındırmalar yapılarak aşındırmaya bağlı frekans durumu incelenmiştir.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. İnce Film Kaplama Teknolojileri ve Uygulama Alanları

Kalınlıkları birkaç nanometreden birkaç mikrometreye kadar değişen filmlere ince film denmektedir. İnce film kaplama teknolojileri bilindiği üzere hemen her türlü endüstride yüzeylere çeşitli fonksiyonlar kazandırmak için kullanılmaktadır. Hatta bu kaplamaların bazıları kuantum düzeyinde özellikler gösterdiğinden kaplama sırasında gerçek zamanlı kalınlık takibini yapmak son derece kritik bir konudur. İnce film kaplama teknikleri ileri teknolojiler (advanced technology) olarak adlandırılan mühendislik alanlarının önemli konularından bir tanesidir. Günümüzde, ince film kaplama süper iletken teknolojisinde (yüksek filmli mıknatıslar, güç kabloları, dönen makineler ve su arıtma), manyetik kayıt ortamlarında, askeri teknolojilerde, uzay ve havacılık, elektronik yarı iletken cihazlarda, ışık yayan diyotlarda (LED'ler), optik kaplamalarda (yansıma önleyici kaplamalar), sert kaplamalarda (kesici aletler), enerji üretiminde (ince filmli güneş pilleri), enerji depolanmasında (ince filmli piller), sağlık alanında (örn: tıbbi implantlarda) başarıyla uygulanmaktadır. Bu uygulamaların bazılarında kaplama kalınlığı o kadar ince ve kontrolü kritiktir ki örneğin; dalga boyuna eşdeğer kalınlık seviyesinde yapılan kaplamalar ile seçici geçirgen veya seçici bastıran optik filtrelerin yapımı sağlanabilir. Bu nedenle, ince film kaplama uygulamaları, ülke ekonomisine önemli ölçüde katkı sağlayan bir teknolojidir [1]. İnce film düzeyinde malzemelerin kuantumsal düzeydeki özellikleri ortaya çıkmakta ve ince film kalınlığı değiştikçe malzemelerin yapısal, optik ve elektriksel özellikleri değişmektedir. Örneğin polikristal filmlerde, iletkenlik davranışında stokiometriye (element ölçümü) ek olarak mikro yapı, çok önemli bir rol oynamakta bu mikroyapının, varlığı ve yoğunluğu kristalitin boyutu ve yönü ile yakından ilgili olan tane sınırları aracılığıyla iletkenliği kontrol etmektedir. Dolayısıyla bu iki parametre film kalınlığından etkilenebilmektedir [2]. Bir başka örnekte ise cam üzerine 30-50 nm kalınlığında altın kaplandığında yüzey plazmonları oluşturulabilmekte ve sensör teknolojilerinde bu özellik kullanılmaktadır. Söz konusu özelliğin ortaya çıkması için verilen kaplama kalınlığı değerleri kritiktir. Bu değerlerin dışında yüzey plazmonları oluşmamaktadır. Tıbbi implantlar için ise , cihazın malzeme yüzeyi, vücudun biyolojik tepkisini kontrol ederek in-vivo tepkisini uyarlamada önemli bir rol oynar. Bu nedenle biyomalzemelerin yüzeyi en yoğun araştırma konularından biri haline gelmiştir. Nano işlevselleştirilmiş bir yüzey umut verici biyolojik özelliklere

sahiptir ve biyomalzemelerin klinik uygulamaları, nano yapılı bir yüzey üretilerek geliştirilebilir. Bu nedenle, insan vücudunda kullanılan biyomalzemelerin; biyouyumluluk, kan uyumluluğu, biyobozunurluk, korozyon direnci, mekanik ve antibakteriyel özelliklerinin iyileştirilmesi için de ince film kaplama çalışmaları yapılmaktadır [3]–[6]. Sonuç olarak ince film kaplama kalınlığı yeni ve benzersiz özelliklere sahip malzemelerin geliştirilmesinde önemli bir rol oynamaktadır.

2.2. İnce Film Kaplama Kalınlığı Ölçüm Yöntemleri

İnce filmlerin birikme hızını ve kalınlığını izlemek için en yaygın olarak kullanılan yöntemleri spektroskopik, mikroskopik ve kuvars tabanlı yöntemler olarak gruplandırabiliriz. Ancak bu yöntemlerin çoğunda ölçümler kaplama işlemi tamamlandıktan sonra gerçekleştirilir (yani eş zamanlı değildir). Kaplama işlemi sırasında ince film kalınlığını izlemek için birkaç yöntem mevcuttur.

2.2.1. Spektroskopik yöntemler

İnce film kalınlık ölçümünde yaygın kullanılan spektroskopik yöntemler, Kütle spektroskopisi (MS), elektron darbe emisyon spektroskopisi (EIES), x-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), x-ışını yansıtma (XRR) ve x-ışını floresan (XRF), alfa partikül enerji kaybı (APEL), atomik absorpsiyon spektroskopisi (AAS), spektroskopik elipsometri (SE), lazer reflektometri (LR), Optik fiber sensor (OFS), yüzey plazmon rezonans spektroskopisi (SPR), çoklu dalga boylu pirometrik interferometri (MWPI)'dir. MS ve EIES teknikleri ile biriktirme hızı ölçümü substratların yakınındaki buhar akışındaki partikül yoğunluğunun gerçek zamanlı ölçümüne dayanmaktadır. Bu tekniklerin her ikisi de oldukça hassastır ve malzemeye özgüdür. AAS' nin temel çalışma prensibi, fotonların serbest atomlar tarafından seçici absorpsiyonuna dayanır ve çalışma basıncı üzerinde kısıtlamalar getirmez. Yöntem, püskürtme, termal buharlaştırma veya moleküler ışın epitaksisinde kullanılabilir. Mutlak malzeme özgüllüğüne duyarlıdır (belirli bir elemente duyarlı birden fazla birim kullanarak) ve birden çok kaynağı aynı anda ve bağımsız olarak izleyebilir. Düşük biriktirme hızlarında, sistem birçok element için çok yüksek hassasiyet gösterir. Buhar akışını substrattan uzakta tek bir noktada örnekleyen önceki birikim kontrol yöntemlerinden farklı olarak, AAS, önemli ölçüde daha doğru birikme hızı kontrolü elde ederek, substratın önünde sonlu bir uzunluk boyunca buhar akışını örnekler. AAS'nin avantajları arasında mutlak malzeme özgüllüğü, yüksek hassasiyet, uzun süreli kararlılık, çalışma basıncı limitlerinin olmaması, optik

algılama ve sensöre kolay erişim sayılabilir. AAS, yüksek gaz basınçlı ortamlarda çalışabilen tek malzemeye özgü biriktirme kontrol tekniğidir. In situ SE, ince film biriktirme sırasında kalınlığı izlemek için kullanılabilen çok hassas optik bir tekniktir. SE, ince bir film numunesinden eğik olarak yansıyan ışığın polarizasyon durumundaki değişimine dayanır. SE, speküler bir yansıma üretildiği sürece hemen hemen her tür alt tabaka üzerinde herhangi bir malzeme türünü ölçebilir. In situ SE, ince metal filmlerin ve çok tabakaların kalınlığının izlenmesi için uygulanmıştır. İnce metal filmlerin kalınlık bilgileri, filmlerin optik sabitleri kullanılarak elipsometri ölçümlerinden makul bir doğrulukla elde edilebilir. Çok tekrarlanabilir ve yüksek duyarlı bir tekniktir. XPS öncelikle bir yüzey analiz tekniğidir ancak ince film kalınlığını izlemek için kullanılabilir. Spesifik bir enerjiye sahip X-ışını fotonları, yüzeyi ısıtmak için kullanılır ve yüzeyde bulunan atomlardan karakteristik kinetik enerjilerle elektron emisyonuna neden olur. Kalınlık, örnek ve dedektör arasındaki bir dizi açı üzerinden görelî tepe yoğunlukları karşılaştırılarak açı çözömlü XPS' den çıkarılabilir. XRR' nin temel prensibi bir numune tarafından x-ışını demetinin yansıtılmasına ve belirli açılarda yansıyan x-ışınlarının yoğunluğunun ölçölmesine dayanır. Sonrasında ölçölen veriler simöle edilmiş eğrilere uydurulur ve film kalınlığı reflektometri eğrisindeki saçak aralığından belirlenir (metaller için tipik olarak 2–500 nm civarında düşük k (dielektrik katsayısı)'li malzemeler için 1000 nm'ye kadar). Hem yüksek k hem de düşük k dielektrikler, metaller, epitaksiyeller ve amorf filmler için rutin olarak kullanılır. XRR tekniğı, yoğunluk farkının bir ölçüsünü etkin bir şekilde sağladığından, araştırılan malzemelerin kristallik derecesi ile sınırlı değildir. XRF' de ise kalınlık, floresanlı X-ışını numuneden geçerken belirlenir. X-ışınlarının bir kısmı emilir veya yansıtılır ve kalınlık bu fraksiyonun nicelenmesiyle ölçölür. Numune, dedektörden en uzak taraftaki tüm X ışınlarının emilmesi için yeterince kalın olduğunda, fraksiyon değişimi durur ve XRF' nin belirleyebileceğı maksimum kalınlığa ulaşılır. XRF tarafından belirlenen kalınlık 10 ila 1000 nm arasında değişmektedir. APEL, film büyümesinden önce alt-tabakaya implante edilen radyoaktif kaynaklar tarafından yayılan α -parçacıklarının saptanmasına dayanır ve moleküler ışın epitaksisi ile yarı iletkenlerin imalatında kullanılmaktadır. Enerji kaybı, biriktirilen malzemenin kalınlığı ile artar [7]. OFS' ler ince filmlerin birikme hızının yerinde izlenmesi için kullanılır. Doğrudan çok modlu bir optik fiber uç yüzeyi üzerinde imal edilen bir optik sensör bulunmaktadır. Sensör, çapı optik fiberinkiyle aynı olacak şekilde üretilmiş bir silikon gofret tabakası içerir. Silikon levha üzerinde bir film tabakasının birikmesi, Fabry-Perot interferometre teorisinin prensipleri kullanılarak optik olarak

ölçülür. Diğer geleneksel sensörlerle karşılaştırıldığında fiber optik sensörlerin, hafif olması, elektromanyetik girişime (EMI) karşı bağımsızlığı, küçük boyuta, yüksek hassasiyete, geniş bant genişliğine yüksek sıcaklıkta ve uzaktan çalışma yeteneğine sahip olması gibi avantajları bulunmaktadır [8]. LR, yansıyan ışık yoğunluğunda Fabry-Perot salınımlarından epitaksiyel ince filmlerin büyüme hızını izlemek için kullanılmaktadır [7]. Yüzey plazmon rezonans (SPR) ölçümleri, Au ve diğer asil metal yüzeyler (genelde ~ 50 nm Au veya Ag) üzerindeki ince filmleri incelemek için kullanılan yüzeye duyarlı tekniklerdir ve metal-dielektrik arayüzünde elektromanyetik dalgaların özel modları olan yüzey plazmonları (SP'ler) olgusundan yararlanır. Bu ölçümler, tarama açısı (açı kayması), dalga boyu kayması ve görüntüleme dahil olmak üzere bir dizi farklı konfigürasyonda gerçekleştirilebilir. Tipik bir tarama açısı SPR ölçümünde, bir p-polarize ışık demetinin (genellikle bir He-Ne lazer) yansıtıcılığı, bir prizma/Au film düzeneğinden gelen geliş açısının bir fonksiyonu olarak ölçülür. Belirli bir geliş açısında, metal/dielektrik ara yüzeyinde yüzey plazmonlarının oluşmasından dolayı yansıtıcılıkta bir minimum gözlemlenir. Bu minimumun konumu SPR açısı olarak adlandırılır ve metal yüzey üzerinde adsorbe edilen herhangi bir malzemenin kalınlığına ve kırılma indisine duyarlıdır. SPR açısındaki kaymaları izleyerek adsorbe edilen malzeme miktarı belirlenebilir [9]. MWPI, aynı anda yerinde film kalınlığı ve sıcaklık tayini için kullanılan optik bir tekniktir. Substratın termal emisyonu, büyüyen filmin arayüzlerinde yansıtılır ve kırılır, bu da girişim etkilerine neden olur. Pirometrik interferometri, yayılan bir dizi spektral çizgiyi örnekleyerek bunları karmaşık uydurma algoritmaları ile analiz eder ve bu etkiyi kullanarak film kalınlığını izler. MWPI yalnızca bir erişim bağlantı noktası gerektirir. Gözlem açısı 0° ile 60° arasında seçilebilir. Basınç sınırlaması yoktur. Pasif bir ölçüm olduğu için dönme, titreşim ve alt tabaka yanlış hizalama hatalarına karşı dayanıklıdır [7].

2.2.2. Mikroskopik yöntemler

İnce film kalınlık ölçümlerinde en yaygın kullanılan yöntemler optik mikroskop, taramalı ve geçirimli elektron mikroskopları (SEM ve TEM), atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ve üç boyutlu lazer tarama mikroskobudur. Optik mikroskop, numunelerin görüntülerini büyötmek için görünür ışık (400-700 nm) ve bir mercek sistemi kullanan bir mikroskop türüdür. Bir numune genellikle motorlu bir sahneye monte edilir ve dağınık bir ışık kaynağı ile aydınlatılır. Numunenin görüntüsü, bir yoğunlaştırıcı mercek sistemi aracılığıyla göz, film veya şarj bağlantılı bir cihaz gibi bir görüntüleme sistemine

yansıtılır. Bu mikroskoplar, mikron altı yapıların büyütülerek (1000 kez) görselleştirmelerini ve yüzey profillerinin belirlemelerini sağlayarak ince filmlerin kalınlığı hakkında bilgi verir [10], [11]. SEM, bir raster tarama modelinde numune yüzeyinin yüksek enerjili bir elektron ışını ile taranarak numuneden saçılan ikincil elektronların saçılma açılarından numunelerin yüzey görüntülerini elde ederek 50.000 kata kadar önemli ölçüde yüksek bir büyütme oranı ile ince filmlerin kalınlığı hakkında bilgi veren bir elektron mikroskobu türüdür. TEM, oldukça yüksek enerjili elektronların çok ince kalınlıktaki malzeme (<100 nm) ile etkileşmesi sonucu, malzemeden geçerek veya kırınımına uğrayarak görüntü işleyebilen yüksek çözünürlüklü mikroskop türüdür. Çözünürlük limiti optik mikroskoplar için 400 nm taramalı elektron mikroskopları (SEM) için 2 nm ve transmisyon elektron mikroskopları (TEM) için 1 nm'nin altındadır [12]. Görüldüğü üzere optik ve elektron mikroskopları içinde TEM, önemli ölçüde yüksek bir çözünürlükte bir numuneyi görüntüleme yeteneğine sahiptir. AFM, örnekleri nano ölçekte incelemek için en yönlü ve güçlü mikroskop teknolojisidir. AFM esnek bir manivela ve buna bağlı yüzeyi taramak için kullanılan sivri bir uçtan oluşur. AFM ucu ile ince bir film numunesi arasındaki temas sertliği ölçülerek, film ve numunenin elastik özelliklerinin bilinmesi koşuluyla film kalınlığı çıkarılabilir [13]

2.2.3. Kuvars tabanlı yöntemler

Kuvars tabanlı sistemlerde kullanılan tek yöntem Kuvars Kristal Mikroterazi (QCM) 'dir. QCM ince film büyümesini izleme ve kontrol etmede en yaygın kullanılan yöntemdir. Kuvars kristalli kalınlık monitörleri tipik olarak bir çift elektrot arasına sıkıştırılmış bir piezo-elektrik kuvars kristali, hız ve kalınlık ölçümü için bir monitör ve işlemi otomatikleştirmek için bir kontrolcü içerir. Elektrotlar bir osilatöre bağlandığında ve bir ac voltajı uygulandığında, kuvars kristali piezoelektrik etki nedeniyle rezonans frekansında salınmaya başlar. Malzeme kristal üzerine çökeldikçe salınım frekansı değişir; bu, eklenen kütle miktarıyla ilişkilidir. Eğer QCM üzerinde sağlam bir tabaka eşit olarak biriktirilirse, rezonans frekansı, Sauerbrey denklemine göre adsorbe edilen tabakanın kütlesi ile orantılı olarak azalacaktır. QCM biriktirme kontrolörleri kuvars kristal üzerine biriken malzemenin kalınlığını kristal frekansındaki değişimle ilişkilendiren denklemler ile hesaplamaktadır [14].

İnce film kalınlık ölçümünde kullanılan tüm bu yöntemlerin dezavantajları ise şu şekildedir: MS tekniği son derece hassastır, ancak gereken uzun vadeli kararlılığa sahip değildir ve önemli ticari başarı elde edememiştir. Kütle spektrometreleri gaz fazı

iyonlarını oluşturup manipüle ettiğinden, yalnızca yüksek vakumlu bir sistemde çalışırlar. MS ve EIES' nin ana dezavantajı, elektron kaynağı olarak ısıtılmış bir filamanlı bir sensör kullandıklarından yüksek vakumlu bir ortamın gerekliliğidir. Bu teknikler, oksijenin uygun stokiyometri elde etmek için kullanıldığı bakır oksit bazlı süper iletkenler durumunda veya püskürtme sistemlerinde olduğu gibi bir gaz ortamı gerektiren birçok ince film büyütme prosedürü için kullanılamaz. AAS' nin dezavantajları arasında ışık kaynağı yoğunluğu dalgalanmaları, buharlaşan sistemden kaynaklanan görüntü penceresi pencerelerindeki kaplamalar ve optik hizalamadaki değişiklikler yer alır. Diğer bir dezavantaj, biriktirme odasında uygun şekilde yerleştirilmiş optik görüntü portlarının gerekliliğidir. Alet hassasiyeti, yüksek hızlı birikimler kullanan büyük bölmelerde AAS uygulamasını sınırlayabilir, çünkü problayan optik ışın için uzun bir ışın yolu, bazı elementler için yüksek bir biriktirme hızında absorpsiyon sinyalini doyurabilir. Bu durumda, absorpsiyon yolu uzunluğunu sınırlamak için uygun ekranlama gerekebilir. SE' nin ana sınırlaması, dolaylı bir ölçüm tekniği olarak diğer bağımsız tekniklerden teyit gerektirmesidir. Bir model belirsiz olduğunda veya optik sabitler doğru olmadığında büyük ölçüm hataları meydana gelebilir. Elipsometrinin dezavantajları, iki optik bağlantı noktasının belirli geometrik hizalama gereksinimlerinin yanı sıra farklı malzemelere özgü algoritmalar ve hizalama ayarlarıdır. SE, çok ince filmleri veya çok pürüzlü yüzeylere sahip ince filmleri ölçmede doğru olmayabilir. Metalik ince film büyümesi yalnızca yaklaşık 50 nm'den daha küçük bir kalınlık için izlenebilir. APEL' in dezavantajları, biriktirmeden önce substratın fabrikasyon işlemi implantasyonunda tamamlayıcı bir adımın varlığı ve radyoaktivite kontaminasyonudur. Ayrıca, eğer çok sayıda alfa yayıcı kullanılıyorsa, biriken film hasara açıktır ve ışınlamaya tabi tutulduktan sonra fonksiyonel bütünlük kontrol edilmelidir ve bu teknik, 10 nm'den daha ince katmanların biriktirilmesi için uygun değildir. XPS' in dezavantajı yüksek enerji çözünürlüğü elde etmek için uzun bir analiz süresi ve yüksek vakum şartları gerektirmesidir. XRR' nin uygulanabilirliği sınırlıdır ve çok pürüzlü arayüzlere sahip veya büyük kalınlığa sahip filmler için kalınlık tayini, x-ışınları yeterince yansıtılmadığından imkansızdır. Yeni küçük nokta sistemleri mevcut hale gelmektedir ancak XRR' yi bir izleme tekniği haline getirmede önemli zorluklar devam etmektedir. XRF ölçümleri için ise kaplanacak filmlerle aynı yoğunluğa sahip bir referans numune ile bir kalibrasyon gereklidir. OFS' nin dezavantajı sonlu ömür ile geometrik ve yapışma katsayısı kalibrasyonu gerektirmesidir. MWPI ince filmlerin optik sabit değerlerine çok duyarlıdır ve film büyümesi sırasında optik sabitleri önemli ölçüde değişen ince filmler için kullanılamaz.

Film gözlemlenen dalga boyunda en azından kısmen geçirgen olmalıdır. Alt tabaka sıcaklığı, yeterli yoğunluğu yaymak için yeterince yüksek değilse, sıcaklık ve kalınlık aynı anda belirlenemez. Substratların şeffaflığı, pirometrik ölçümlerde iki ciddi sınırlamaya neden olur. Bunlar: düşük substrat emisyonu ve odadaki diğer sıcak elementlerden gelen optik parazittir. Alt tabaka opaklığının sağlanması, sensör dezavantajlarının birçoğunun ele alınmasında kilit bir unsurdur. Opak bir substrat, bir filaman ısıtıcısından gelen radyasyonun pirometreye iletilmesini önler. Ayrıca, haznedeki diğer radyasyon kaynaklarının ışıklarını alt tabakanın kaba arka tarafından pirometreye saçmasını da önler. Optik absorpsiyon ve radyasyon yakından bağlantılı olduğundan, substrat opaklığı, substratın emisyonunun ölçülebilir bir sinyal sağlamaya yetecek kadar yüksek olmasını sağlar. Daha önceki problemlere ek olarak, görüntü alanı kaplaması ve optiklerin ve görüntü penceresi penceresinin yanlış hizalanmasından kaynaklanan hatalar, kalınlık ve sıcaklık sensörleri olarak pirometrelerin başarısını sınırlar. İki alt tabaka izleme kanalının aynı anda uygulanması (alt tabakanın arkasındaki bir termokupl ve büyüyen filmin ön yüzeyinden gelen emisyonu ölçen bir pirometre) büyüme sırasında sıcaklık, büyüme bileşimi ve biriktirme hızının ölçülmesini mümkün kılabilir [7]. Spektroskopik tekniklerin bir çoğunun en büyük genel dezavantajları, yüksek maliyetli (100000-1 milyon dolar) ekipmanlardan oluşması ve ileri seviyede uzmanlaşmış personel ihtiyacının olmasıdır.

Optik ve elektron mikroskoplarının (SEM ve TEM) dezavantajı, numunenin kesitsel ve dikey olarak yerleştirilmiş olmasının gerekmesidir. Alt tabaka ve filmin arayüzü kontrast vermeli ve kesit yüzeyi temiz olmalıdır. Tüm ideal koşullar karşılanırsa, kalınlık ölçümü için çözünürlük sınırı, mikroskop sisteminin çözünürlük sınırına yakındır [12]. SEM' in bir sınırlaması da gelen elektron ışınından yüzeyde oluşan yükün iletilebilmesi için numunelerinin elektriksel olarak iletken olması gerektiğidir. Bu problem, numuneleri, tipik olarak altın veya platin gibi ince, iletken kaplamalardan oluşan bir kaplama ile aşılabılır. TEM' in önemli bir dezavantajı ise, elektronların numuneden sınırlı penetrasyonudur. Bu nedenle numuneler son derece ince ($\sim 0,1 \mu\text{m}$) olmalıdır[10]. Ayrıca SEM ve TEM analizi, basit bir optik analizden daha pahalıdır.

Yukarıda anlattığımız üzere bir çok ince film kaplama kalınlığı ölçüm metodu mevcuttur fakat bunlardan ince film kaplama kalınlığının gerçek zamanlı olarak ölçülmesini sağlayan kuvars tabanlı tek yöntem QCM' dir. Tez çalışmamızda ince film kaplama kalınlığının ölçümü için önerdiğimiz yöntem olan QTF, film kalınlığının gerçek zamanlı ölçülmesine imkan veren kuvars tabanlı bir yöntem olup bir çok yönü ile QCM'

den farklıdır ve QTF ile ince film kalınlığının gerçek zamanlı olarak ölçülmesine dair herhangi bir yöntem ve cihaz bulunmamaktadır. Bu sebeple ince film kalınlığı ölçümlerinde kullanılan (herhangi bir malzemenin yüzeyini kaplarken film kalınlığını eşzamanlı ölçme) tek teknik olan QCM' in dezavantajları ise şu şekildedir:

QCM' in frekans kaymasını etkileyebilecek ve dolayısıyla da kalınlık ölçümünde hatalara neden olabilecek en önemli faktör ortam sıcaklığıdır. Kristalin temel frekansı sıcaklıkla önemli ölçüde değişebilir. Optimum sıcaklık bağımlılığı elde edilecekse, kristal, tanımlanmış kristalografik yön boyunca bir dakikalık ark doğruluğu ile kesilmelidir. Isıtmayı mümkün olduğunca azaltmak için, kristal su soğutmalı bir tutucuya monte edilir ve üzerine bir kepenk yerleştirilir, böylece kristalin sadece küçük bir kısmı (örneğin % 20) molekül akışına maruz kalır. Özetle, QCM 'in geometrisi ve düşük kalite faktörü nedeniyle QCM ortam kuvvetlerinden (ince film kaplama tekniklerinde bu ortam kuvveti; sıcaklık) oldukça etkilenmektedir. Bu da ince film kaplama kalınlığı ölçümünün doğruluğu açısından olumsuz davranış sergileyebilmektedir. Sıcaklığın etkisini azaltmak için kullanılan su soğutuculu tutucular ölçüm sistemi için ek maliyet getirmekle birlikte cihazın hantal olmasına da bir etkindir. Bunun yanı sıra QCM monitörleri, osilatör frekanslarının kayması, darbe-analog frekans sayacındaki doğrusal olmama, kısa sensör ömrü (periyodik örnekleme teknikleri kristalin aralığını genişletebilse de), fiziksel buhar biriktirme tekniklerindeki ortak olan sınırlamalar, stres değişikliklerine bağlı hassasiyet, geometrik ve yapışma katsayısı kalibrasyonu gerektirmesi gibi dezavantajlara sahiptir [7], [14], [15].

QTF' in eşsiz geometrik formu tek frekansta titreşmesini sağlamaktadır. Bu özelliği sayesinde QTF, benzer teknik olarak sunulan QCM' den daha hassas algılama ve ölçme işlemlerini yapabilmekte ve çevre şartlarından daha az etkilenebilmektedir. QTF' in QCM' e karşı sunulan bu avantajları (hassas ve kararlı oluşu) kalite faktörünün yaklaşık birkaç kat daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır.

2.3. Büyük Ölçekli Akort Çatalı ve Küçük Ölçekli Kuvars Akort Çatalı

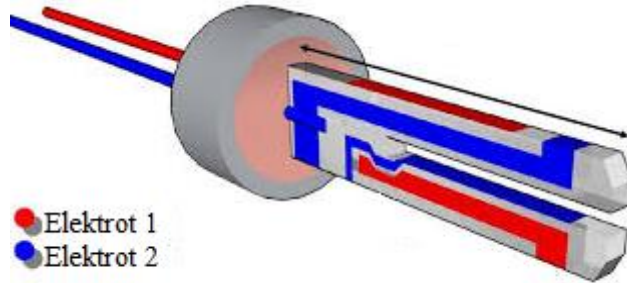
Akort çatalı (TF) veya diğer bir ismi ile diyapozon U şekilli iki uçlu bir çatal yapısına sahip elastik metal çubuklardan oluşan bir akustik rezonatördür. Bir yüzeye veya nesneye vurulduğunda tek frekansta ses dalgaları yaymaktadırlar. Bu sebeple müzik aletlerini akort etmek için kullanılmaktadırlar. Akort çatalı, 1712 yılında İngiliz müzisyen John Shore tarafından icat edilmiştir [16]. Akort çatalları çeşitli metal malzemelerden yapılırken (genellikle çelik) kuvars akort çatalları kuvarsdan yapılmaktadırlar. Kuvars

akort çatalı (QTF), kararlılığı ve hassasiyeti nedeniyle saat osilatörü olarak yaygın olarak kullanılan bir akustik rezonatördür [17]. Kuvars akort çatalları literatüre ilk olarak 1969 yılında Forrer'in elektronik kol saati çalışması ile girmiştir[18] QTF, yüksek kalite faktörü, mükemmel kararlılık ve küçük salınım genliği özelliklerine sahip bir piezoelektrik rezonatör olarak kullanılabilir [19]. Kuvars piezoelektrik etki gösteren bir kristaldir ve bu kristaller doğal salınım frekansına yakın bir sinyalle uyarıldıklarında titreşmeye başlarlar [20]. Bir dış etki olduğunda (sıcaklık, basınç, kütle gibi) piezo elektrik özelliğe sahip kuvar kristalin salınım frekansında değişiklikler meydana gelir ve bu frekans değişikliğinin büyüklüğü dış etkenlerin büyüklüğü ile orantılı olur [14].



Şekil 2.1. Büyük ölçekli akort çatalı (TF) ve küçük ölçekli kuvars akort çatalı (QTF) boyutsal karşılaştırma

QTF, elektrotlar uygulanmış iki kuvars kirişinden oluşur [19]. Kuvars substrat üzerindeki elektrotların konumu, bir elektrik alanı uygulandığında deformasyonun nasıl meydana geldiğini ve dolayısıyla üretilen akustik dalganın türünü tanımlar [21].



Şekil 2.2. QTF elektrot yerleşiminin şematik gösterimi [22]

Kuvarsın anizotropisi ve farklı titreşim türlerinin kullanılması, sıcaklık, kuvvet, kütle, basınç, ivme, nem gibi bu parametrelerin kontrolünü mümkün kılar [23]. QTF' lerin ayrıca çeşitli fizikokimyasal niceliklerin ölçümü için sensörler olarak kullanıldığı bildirilmiştir. Bu cihazlar, rezonans frekansının sensör yüzeyine yapışan parçacıkların kütesinin bir fonksiyonu olduğu kütle sensörleri olarak kullanılabilirler. Kuvars kristalinin piezoelektrik özelliği nedeniyle ilgili mikro yapıları, elektrik devrelerinde veya mekanik sistemlerde salınımlı bileşenler olarak rahatlıkla kullanılabilir. Kuvarsın avantajları, yüksek Q faktörü ve sıcaklık değişimine karşı duyarsız olmasıdır, bu da onu osilatörler için önemli bir malzeme yapmaktadır [24].

2.3.1. Kuvars akort çatalı uygulama alanları

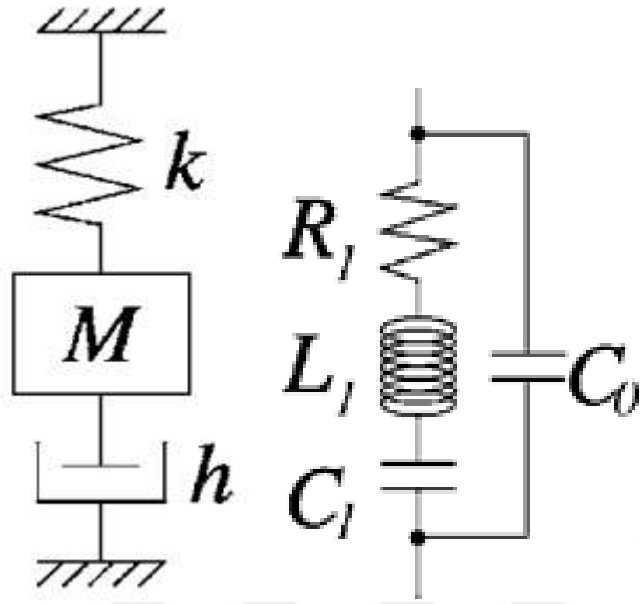
Kuvars akort çatalı (QTF) literatüre kol saatleri ile girmişlerdir ve ticari olarak piezoelektrik osilatörler tarafından üretilen kuvars diyapazonlar, düşük güç tüketimi ve çok küçük boyutu ile yalnızca kuvarsla çalışan saatte değil, aynı zamanda çok sayıda başka ek uygulamada da yaygın olarak zamanlama puls üreticinin kararlı frekans kaynakları olarak kullanılır [23]. QTF sensörleri yüksek Q faktörüne bağlı yüksek hassasiyetleri sebebiyle angström seviyesinde ölçüm yaptırabilmeleri sayesinde literatürde en çok kullanıldığı alan Atomik kuvvet mikroskobu (AFM) uygulamalarıdır.

Literatürde, hız ve ivme ölçümleri için gyroskop çalışmaları [25], [26], sıvıların yoğunluk ölçüm çalışmaları [27], [28], ortamın nemi, sıvıların viskozitesi, kuvvet, basınç ve sıcaklık parametrelerinin ölçümü [29]–[32] çalışmalarında QTF sensörleri kullanılmaktadır.

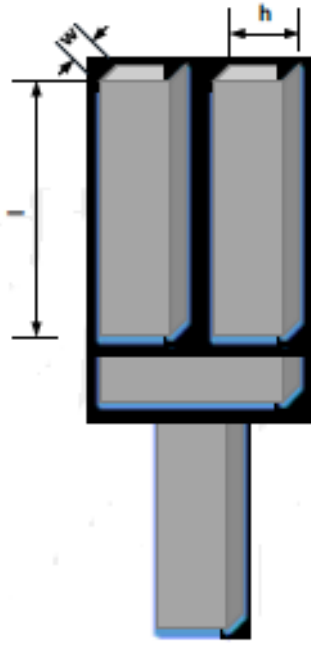
İlk QTF biyosensör çalışması ise 2002 yılında Su ve arkadaşları tarafından yapılmıştır ve bu çalışmada QTF sensörü ile bir antikor türü olan İmmünoglobulin G (IgG) ‘ nin tespitinin yapılması amaçlanmıştır [25]. 2010, 2011 ve 2014 yıllarında da Pseudomonas Aeruginosa için antibiyotik ve biyofilm aktivitesini ölçmeyi ve endotoksin tespitini hedefleyen biyosensör çalışmaları yapılmıştır [33]–[35].

2.3.2. Kuvars akort çatalı’ nın mekanik ve elektriksel modellenmesi

Yapısındaki kuvars kristal nedeni ile piezoelektrik özellik gösteren QTF elektriksel bir sinyal ile uyarıldığında mekanik olarak titreşim hareketi yapan bir rezonatördür. Bu sebeple QTF’ in titreşim hareketi hem elektriksel hem de mekanik olarak modellenmektedir. QTF genel olarak mekanik olarak kütle-yay modeli ile, elektriksel olarak da Butterworth- Van Dyke devresi ile modellenmektedir [21]



Şekil 2.3. QTF rezonatörünün mekanik ve elektriksel modellenmesi [21]



Şekil 2.4. QTF sensörünün şematik gösterimi [36]

QTF sensörünün f_0 rezonans frekası mekanik olarak aşağıdaki gibi ifade edilmektedir:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{K}{m_{etkin}}} \quad (2.1)$$

$$K = \frac{3 E q l}{l^3} \quad (2.2)$$

$$I = \frac{w h^3}{12} \quad (2.3)$$

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{3 E q l}{m_{etkin} l^3}} \quad (2.4)$$

Burada K yay sabiti, m_{etkin} etkin kütle ($0,2429\rho wtl$), ρ kuvarsın yoğunluğu ($2,65 \times 10^3 \text{ kgm}^{-3}$), E_q kuvarsın elastisite modülü ($7,87 \times 10^{10} \text{ Nm}^{-2}$), I eylemsizlik momenti, l , h ve w şekilde görüldüğü gibi QTF çatallarının sırasıyla en boy ve yükseklik değerleridir [36]

Tablo 2.1. QTF' in mekanik ve elektriksel eşdeğer karşılıkları [21]

Mekanik	Elektriksel
h (Sürtünme)	R (Direnç)
M (Kütle)	L (Bobin)
k (Yay sabiti)	$1/C$ (Kapasitör)
$Q = \frac{1}{h} \sqrt{kM}$	$Q = \frac{1}{R} \sqrt{\frac{L1}{C1}}$

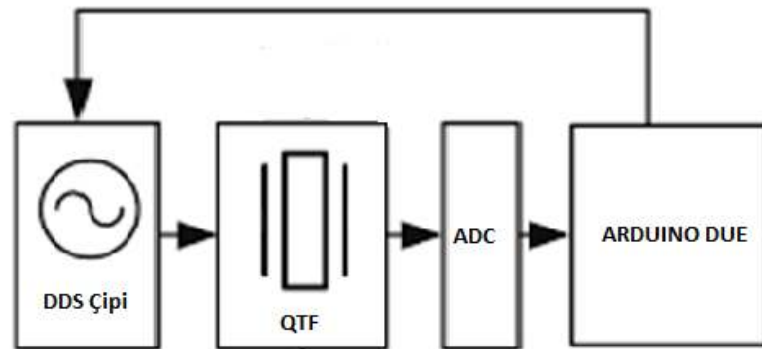
QTF' in elektriksel davranışı genel yukarıda da bahsettiğimiz üzere Butterworth-Van Dyke olarak adlandırılan elektronik devreyle modellenmektedir ve bu devre enerji kaybını ifade eden bir direnç (R), kinetik enerjiyi ifade eden indüktans ($L1$), potansiyel enerjiyi ifade eden kapasitör ($C1$), kaçak sinyalleri ifade eden başka bir kapasitör ($C0$) 'den oluşmaktadır. Bu modelde görüldüğü üzere QTF bant geçiren bir filtre devresi gibi davranmaktadır ve buna bağlı olarak rezonans frekansı ve bant genişliği arasındaki ilişki bize bir osilatör için en önemli parametrelerden biri olan kalite faktörünü (Q) vermektedir.

$$Q = \frac{1}{R} \sqrt{\frac{L1}{C1}} \quad (2.5)$$

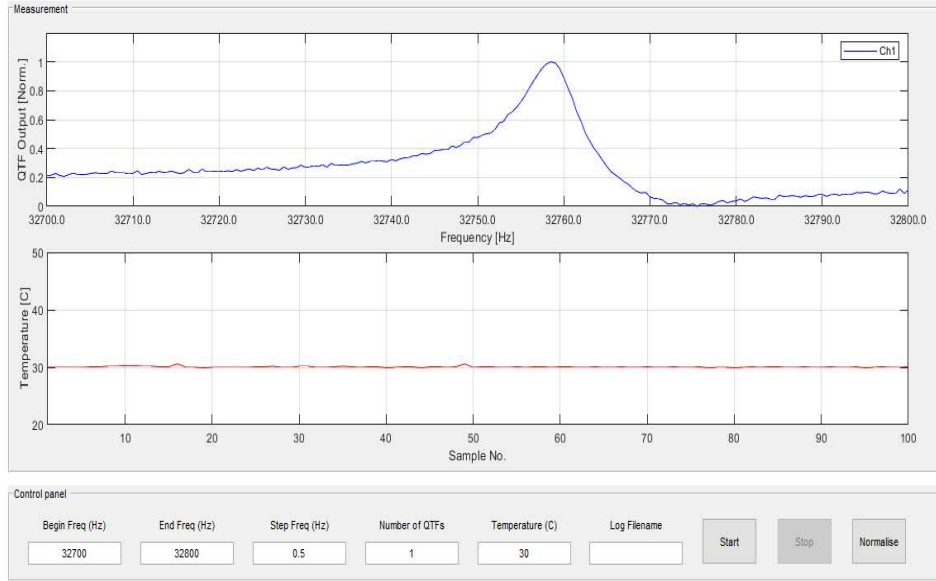
Denklemden de anlaşılacağı gibi devredeki enerji kaybının azalmasıyla (R) Q faktörünün değeri artmaktadır. QTF çatallarının titreşme mekanizması ve geometrik yapısı sayesinde enerji kaybı oldukça düşmekte ve Q (≈ 60000) faktörü yükselmektedir [37].

2.3.3. Kuvars Akort Çatalı Ölçüm Sisteminin Çalışma Prensibi

Bu çalışmada QTF frekanslarının ölçümü için bölümümüzün geliştirmiş ve patentini almış olduğu cihaz kullanılmıştır. Cihazın temel çalışma mekanizması şu şekildedir: Yüksek çözünürlüğe sahip bir sinüs sinyali oluşturmak üzere AD9850 kodlu 0,0291 Hz (hertz) çıkış çözünürlüğüne sahip bir doğrudan dijital sentezleme (DDS) çipi kullanılmıştır. QTF, DDS çipinden gelen sinüs sinyalleri ile uyarılmaktadır ve bu sinyal uyarımının yapılabilmesi için Arduinio Due kartı programlanmıştır. Arduinio Due kartından DDS çipine QTF' in uyarılması için frekans gönderilmekte ve gelen frekansla QTF uyarılarak çıkıştaki sinyaller Analog-sayısal dönüştürücü (ADC) 'ye gönderilmektedir. ADC' de toplanan çıkış sinyalleri doğrudan örneklenerek tepe değerler matrise yazılmaktadır. Kısacası bu sistemin çalışma mekanizması, DDS çipi tarafından gönderilen sinüs sinyallerinin QTF' i uyarması ve çıkıştaki voltaj değerlerinin okunmasına dayanmaktadır. Önceki QTF frekans ölçümlerinde kullanılan sistemlerin pahalı ve hantal cihazlardır. Bu çalışmada kullanılan sistemi önceki sistemlerden ayıran özellikleri ise taşınması kolay ve ucuz maliyete sahip bir cihaz olmasıdır. Bu ölçüm sisteminin ayrıntılarına Ünal 2016' dan ulaşılabilir [38].



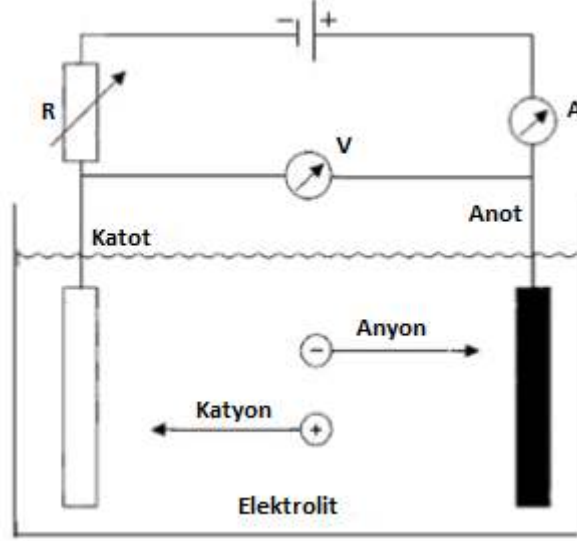
Şekil 2.5. QTF ölçüm sisteminin şematik olarak gösterimi



Şekil 2.6. 32759 Hz rezonans frekansına sahip bir QTF' in ölçüm sisteminde frekans değerinin gösterimi

2.4. Kaplama Yöntemi 1: Elektroliz

Elektroliz, elektrik akımı yardımıyla, bir sıvı içinde çözünmüş kimyasal bileşiklerin ayrıştırılmasını sağlayan bir elektrokimyasal reaksiyondur. Elektroliz hücresi temel olarak serbest iyonları içeren bir elektrolit ve onun içinde bulunduğu yalıtkan bir kap, elektrolit içine daldırılan elektrotlar (anot/katot), iyonların oluşması için gereken enerjiyi üreten bir doğru akım kaynağı ve bağlantı elemanlarından oluşmaktadır. Anot doğru akım kaynağının (+) kutbuna bağlı elektrot iken, katot (-) kutbuna bağlı elektrottur. Hücredeki elektrotlar anodun pozitif, katodun negatif yükleneceği yönde dış akım kaynağına bağlanmaktadır, bu durumda sistemin dışında elektronlar anottan katoda, elektrolit içinde ise katottan anoda doğru hareket etmektedirler. Sisteme akım verildiğinde elektrolitte mevcut olan pozitif yüklü katyonlar (Men+) elektriksel çekimin etkisiyle katoda doğru hareket ederken, negatif yüklü anyonlar (Men-) anoda doğru hareket etmektedirler yani diğer bir tanımla, anyonlar anot yüzeyinde oksitlenirken, katyonlar da katotta indirgenmektedir denilebilir [39].



Şekil 2.7. Elektroliz hücresi ve temel bileşenlerinin şematik gösterimi [39]

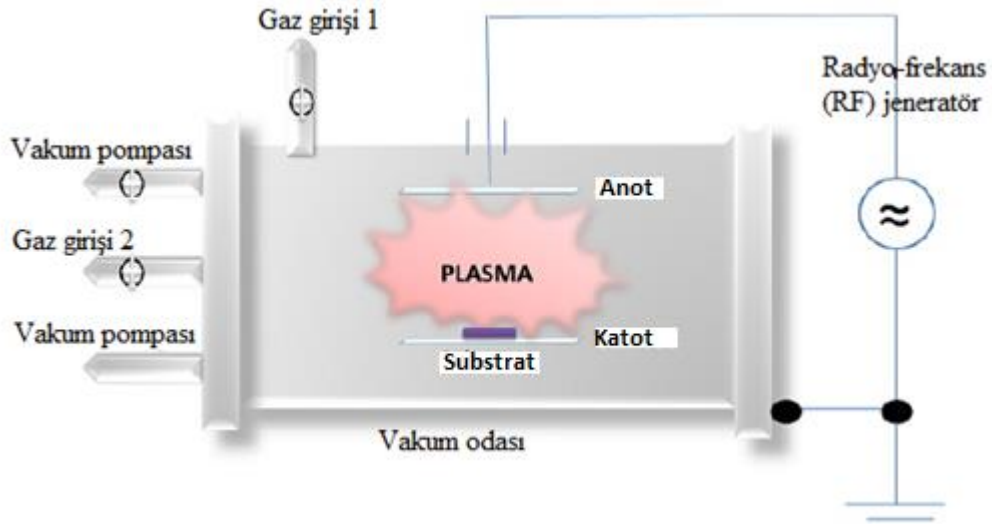
Metallerin kaplanması şekil 2.7'deki gibi farklı deney şartlarında gerçekleştirilmektedir. Kaplama kalınlığı, uygulanan akım şiddeti ve kaplama süresi ile doğru orantılı olarak değişmektedir. Elde edilen kaplama kalınlığı, kaplama süresi ve biriken kütle gibi diğer hususlar Faraday kanunları ile hesaplanabilmektedir [39].

Faraday'ın birinci yasasına göre; elektroliz devresinden geçen madde miktarı, akan elektrik yükü ile doğru orantılıdır. Böylece herhangi bir birikim zamanında (t) devreden geçen elektrik yükü (Q) ile akım (I) arasındaki ilişki şu şekilde verilebilir; $Q=I \times t$. Katot üzerine biriken kimyasalın moleküler ağırlığı, elektrolitten geçen elektriğin miktarı gibi, elektrolizle biriken kimyasalın kütlesini de doğrudan etkiler. Her maddenin benzersiz atom ağırlıkları vardır, bu nedenle aynı sayıda atom düşünüldüğünde farklı maddelerin farklı kütleleri vardır. Elektrot üzerinde biriken atom miktarı değerlik sayısına bağlıdır. Aynı miktarda elektrik ile değerlik sayısı azaldıkça depolanan atom sayısı artar veya değerlik sayısı arttıkça atom sayısı azalır. Bu nedenle, farklı elektrolitlerden geçen elektrik veya yük miktarı sabitse, biriken kimyasalın kütlesi maddenin atom ağırlığı ile doğru orantılıdır ve değerliliği ile ters orantılıdır [40].

2.5. Kaplama Yöntemi 2: Plazma Polimerizasyonu

Yarı-nötr bir gaz olan plazma, maddenin dördüncü hali olarak adlandırılır. Elektromanyetik bir alanın varlığında kolektif bir davranış sergileyen nötr, atomik ve moleküler türlerin yanı sıra bir elektron ve iyon bulutundan oluşur. Temel olarak elektrik alan tarafından üretilen plazma, manyetik alan, yanma ve nükleer reaksiyonlar dahil

olmak üzere başka yollarla da üretilebilir. Plazma durumu, radyo frekansı (RF), mikrodalga veya sıcak filaman deşarjı ile üretilen elektronların yardımıyla oluşur. Bu, birçok plazma-yüzey reaksiyonunun gerçekleştiği kaotik bir reaktif kimyasal ortamdır. Plazmadaki yoğun miktardaki iyonlar ve uyarılmış türler, inert bir malzeme olan seramiğin bile yüzey özelliklerini değiştirebilir. Ek olarak, plazma teknikleri birçok karmaşık materyali başarıyla modifiye edebilir. Plazma teknikleri, malzemenin yüzey enerjisini değiştirmek, yapışma gücünü ve biyouyumluluğu artırmak gibi birçok değişiklik yapabilmektedir. Ayrıca plazma modifikasyonu sonucunda malzemenin geometrisinden ve yapısından (metal, polimer, seramik ve/veya kompozit) bağımsız olarak ucuz ince filmler üretilebilir. Bu tekniğin en önemli avantajı, yığın yapısını etkilemeden malzeme yüzeyinin kimyasal, elektriksel, optik, mekanik ve biyolojik yapısını yüksek verimlilikle değiştirmenin mümkün olmasıdır. Bu teknik ayrıca mikroelektronik endüstrisinde yüzey sterilizasyonu ve temizliği, maskeleme durumunda yüzeyin belirli bir desenle değiştirilmesi için kullanılabilir. Plazma teknolojisi ile plazma fazı oluşturulduktan sonra plazma püskürtme, dağlama, temizleme, implantasyon ve biriktirme gibi işlemlerle yüzeyde çeşitli değişiklikler yapılabilmektedir. Bunlar arasında plazma biriktirme en çok kütle duyarlı biyosensörün yüzey modifikasyonunda kullanılmıştır. Elde edilen kaplama, yığından tamamen farklı özellikler gösterebildiği için plazma kaplama yöntemi birçok alanda tercih edilmektedir. Endüktif olarak eşleşmiş plazma biriktirme, plazma aşırı kopolimerizasyonu ve plazma polimerizasyonu bu yöntemi gerçekleştirmek için kullanılan tekniklerdir. Plazma polimerizasyon yönteminde, kaotik plazma ortamında bulunan enerjik elektronlar, iyonlar ve radikaller yardımıyla monomerden polimer sentezi sağlanır. Plazma polimerizasyonu, hem iyonların hem de radikallerin varlığı nedeniyle geleneksel polimerizasyon yöntemlerinden farklıdır. Genel olarak, plazma polimerizasyonu ile üretilen polimerik ince filmin kimyasal bileşimi, geleneksel radikal veya iyonik polimerizasyon reaksiyonu ile hazırlanan polimerden farklıdır. Bu farklılık polimer oluşum mekanizmasından kaynaklanmaktadır. Geleneksel polimerizasyon reaksiyonları ile sentezlenen polimerin aksine, plazma polimeri tekrar eden monomer birimlerinden, oldukça çapraz bağlı, parçalanmış ve yeniden düzenlenmiş kompleks birimlerden oluşur [41], [42]



Şekil 2.8. Radyo frekansıyla üretilen düşük basınçlı plazma sisteminin şematik gösterimi [42]

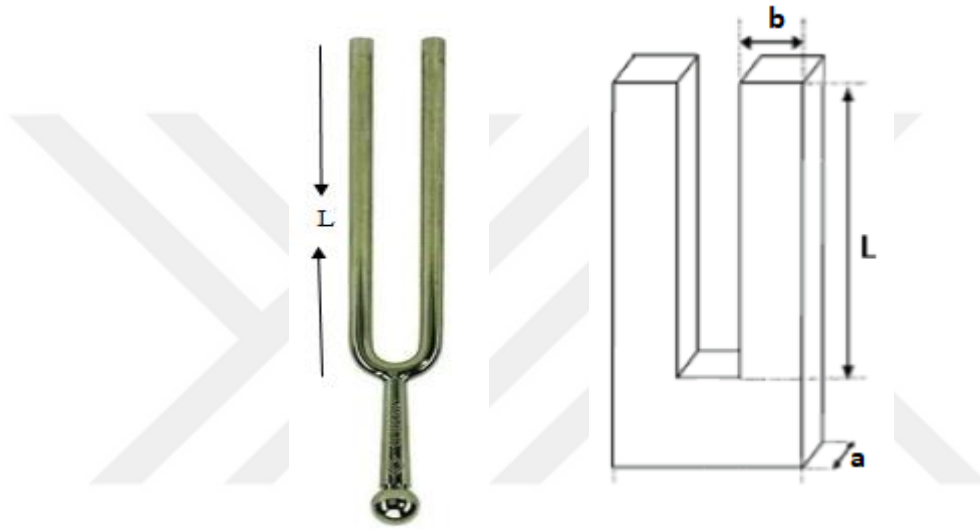
Plazma işlemi ile yüzey modifikasyonu, hava, O₂, N₂, argon ve helyum gibi gazlar kullanılarak plazma aşındırma ile de gerçekleştirilebilmektedir. Plazma yüzey modifikasyonunun amaçlarını yüzey ıslanabilirliğinin iyileştirilebilmesi, yüzey sürtünmesinin azaltılması ve oksitlenmesinin sağlanması, hücre büyümesinin ve yapışmasının arttırılabilmesi olarak sıralayabiliriz. Plazma tarafından indüklenen oksidasyon, nitrasyon, hidrolizasyon ve aminasyon işlemleri substratın yüzey enerjisini iyileştirir ve fonksiyonel grupların ikame edilmesi ile yüzey enerjisi ve reaktivite artar. Ayrıca plazma aşındırma ile sensör yüzeyleri üzerinde temizleme işlemleri gerçekleştirilebilir [41].

Bu çalışmada plazma polimerizasyon kaplama ve aşındırma deneyleri laboratuvarımızda bulunan RF düşük basınçlı plazma cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

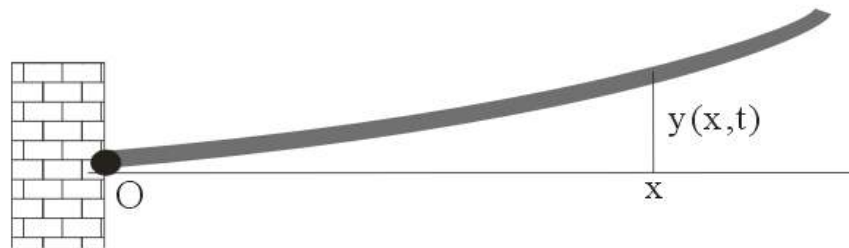
2.6. Büyük Ölçekli Akort Çatalı ve Küçük Ölçekli Kuvars Akort Çatalı İçin Matematiksel Denklemler

Literatürde QTF rezonans frekansları genellikle kütle -yay modellemesi ile yapılmakta ve yay sabiti ile ifade edilmektedir [23], [27], [43]–[45]. Bu çalışmada TF konsol giriş olarak modellenmiş ve TF rezonans frekansları Euler- Bernoulli diferansiyel denkleminin çözümüyle elde edilmiştir. Ayrıca farklı geometrik kesit alanlarına (dikdörtgensel ve dairesel gibi) sahip TF' ler için rezonans frekanslarının hesaplamaları yapılmıştır.

Bir akort çatalı, çatal düzleminin içinde ve dışında simetrik veya anti-simetrik bir modda titreşebilen ve her bir çatal, iç ve dış parametrelerle özellikleri değişen, sönümlü salınımlı bir konsol kiriş olarak modellenebilir. Dolayısıyla TF' in frekans formülü, konsol kirişin salınım hesaplamalarından elde edilebilir[16], [27]. QTF akustik rezonatörleri, bir uca bağlı iki çataldan (veya dışten) oluşur. Rezonans frekansları bileşen malzemenin elastik özellikleri (elastisite modülü) ve bunların şekli ve boyutları tarafından belirlenir [46]. QTF' in titreşim doğrultusuna paralel kesit uzunluğu (her bir ucunun kristal genişliği) (b), kalınlığı (a) uzunluğu (L) şekil 2.9 'da şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.9. Sırasıyla dairesel kesitli büyük ölçekli TF' in ve dikdörtgensel kesitli küçük ölçekli QTF' in boyutlarının şematik olarak gösterimi



Şekil 2.10. TF' in konsol kiriş olarak modellenmesi

Diyapazonların sivri uçları, konsol kirişin birinci temel moduna karşılık gelen simetrik bir modda titreşir [47]. Bu çalışmada, diyapazonun frekansı, bir uçtaki sabit kiriş

salınımının birinci temel moduna göre modellenmiştir. Euler- Bernoulli kiriş teorisi, bir kirişin salınımını aşağıdaki gibi açıklar.

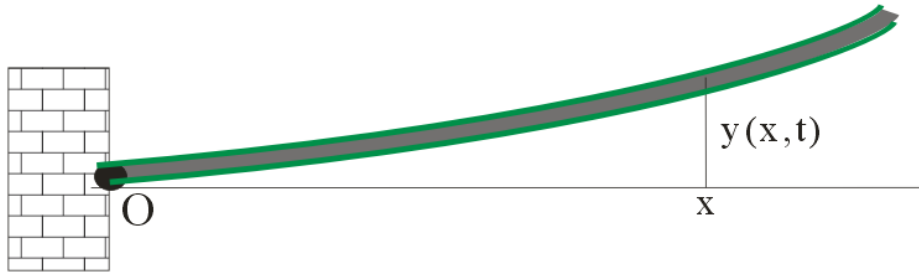
$$-EI \frac{\partial^4 y}{\partial x^4} = \mu \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} \quad (2.6)$$

Denklem 2.6' da E, I ve μ kirişin elastisite modülünü, kesit alanının ikinci momentini ve doğrusal kütle yoğunluğunu temsil eder x ve y parametreleri kiriş üzerindeki bir noktanın koordinatlarıdır ve t zamandır. Bu PDE (Kısmi Diferansiyel Denklem)' nin çözümü denklem 2.7' deki gibi birinci temel mod için açısal frekans formülünü verir.

$$w = \frac{3.516}{L^2} \sqrt{\frac{EI}{\mu}} \quad (2.7)$$

Denklem 2.6'de EI terimi eğilme rijitliği olarak adlandırılır ve EI terimi kirişin eğilme momentini verir. L ise kirişin boyca uzunluğudur. Çalışmamızın temel konsepti, kiriş homojen bir film ile kaplandığında eğilme momentlerinin (EI) ve doğrusal yoğunlukların (μ) toplamsal olmasıdır. Bu nedenle, film sarılı bir kirişte Euler- Bernoulli denklemi denklem 2.8' deki gibi yeniden yazılabilmektedir.

$$-(E_1 I_1 + E_2 I_2) \frac{\partial^4 y}{\partial x^4} = (\mu_1 + \mu_2) \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} \quad (2.8)$$



Şekil 2.11. Filmle kaplanmış TF' in konsol kiriş olarak modellenmesinin şematik gösterimi

E_1 : Kirişin elastisite modülü

E_2 : Kiriş üzerine kaplanan filmin elastisite modülü

I_1 : Kirişin kesit alanının ikinci momenti

I_2 : Kiriş üzerine kaplanan filmin kesit alanının ikinci momenti

μ_1 : Kirişin doğrusal yoğunluğu

μ_2 : Kiriş üzerine kaplanan filmin doğrusal yoğunluğu şeklinde ifade edilebilir.

Bu durumda, açısal frekans denklem 2.9 'daki gibi olmaktadır. Burada alt simgeler 1 ve 2 sırasıyla kiriş ve filmin değerlerini göstermekte ve w kaplanmamış w' ise kaplanmış kirişin açısal frekansını temsil etmektedir.

$$w' = \frac{3.516}{L^2} \sqrt{\frac{E_1 I_1 + E_2 I_2}{\mu_1 + \mu_2}} \quad (2.9)$$

Denklem 2.9, denklem 2.10 'daki gibi yeniden yazılabilir.

$$w' = w \sqrt{\frac{1 + E_2 I_2 / E_1 I_1}{1 + \mu_2 / \mu_1}} \quad (2.10)$$

Denklem 2.10 'un kaplanmış TF ile kaplanmamış TF' in frekansları oranı şeklinde ve filmin özellikleri cinsinden açılımı, birinci dereceden binom yaklaşımıyla denklem 2.11 'deki gibi yazılabilmektedir.

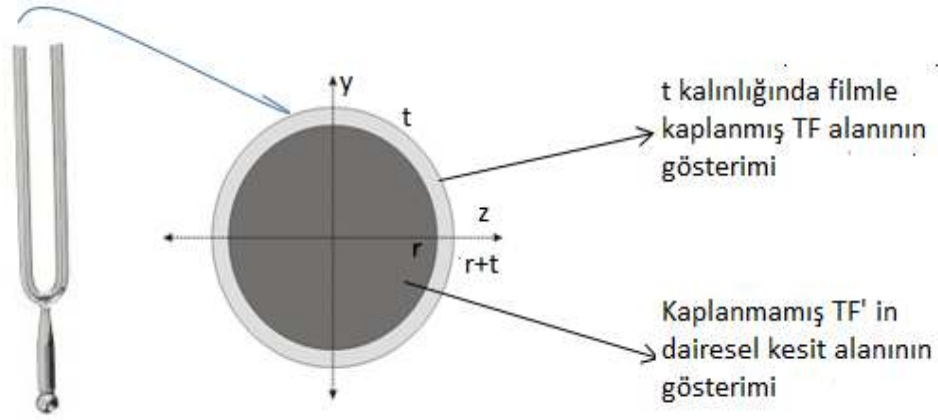
$$\frac{f'}{f} \cong 1 + \frac{1}{2} \frac{E_2 I_2}{E_1 I_1} - \frac{1}{2} \frac{\mu_2}{\mu_1} \quad (2.11)$$

$\Delta f/f$ oranı denklem 2.12 'deki gibi elastik özelliklerin ve kütle yükünün katkısının toplamı olarak yazılabilmektedir.

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{1}{2} \left(\frac{E_2 I_2}{E_1 I_1} - \frac{\mu_2}{\mu_1} \right) \quad (2.12)$$

Denklem 2.11, dairesel ve dikdörtgen olmak üzere iki tür en kesit için film kalınlığı (t) ve ikinci momentin (I) genişletilmesi ile ayrıntılı olarak açıklanabilmektedir.

TF' in tüm yüzlerinin kaplandığı homojen kaplama varsayımı altında dairesel kesitli bir çatal için, frekans kaymasının kaplanmamış frekansa oranı aşağıdaki gibi E (elastisite modülü), ρ (yoğunluk), r (yarıçap) ve t (film kalınlığı) cinsinden elde edilebilmektedir.



Şekil 2.12. Dairesel kesitli TF' in kesit alanının şematik gösterimi

r yarıçaplı dairesel kesitli kaplanmamış TF' in kesit alanının ikinci momenti I_1 ; ve t kalınlığında filmle homojen kaplanmış bir TF için filmin kesit alanının ikinci momenti denklem 2.13 ve 2.14 ' deki gibi yazılmaktadır.

$$I_1 = \frac{\pi}{4} r^4 \quad (2.13)$$

$$I_2 = \frac{\pi}{4} ((r + t)^4 - r^4) \cong \pi r^3 t \quad (2.14)$$

Aynı şekilde r yarıçaplı dairesel kesitli kaplanmamış TF' in doğrusal yoğunluğu μ_1 ; ve t kalınlığında bir filmle homojen kaplanmış bir TF için filmin doğrusal yoğunluğu μ_2 denklem 2.15 ve 2.16 'daki gibi yazılmaktadır.

$$\mu_1 = \frac{TF \text{ toplam kütlesi (m)}}{TF \text{ toplam uzunluğu (L)}} = \pi r^2 \rho_1 \quad (2.15)$$

$$\mu_2 = \frac{Filmin toplam kütlesi (m)}{TF \text{ toplam uzunluğu (L)}} \cong 2\pi r t \rho_2 \quad (2.16)$$

ρ_1 kaplanmamış TF' in özkütlesi, ρ_2 filmin özkütlesi, L TF' in boyca uzunluğu' dur. I_1 ve μ_1 değerleri denklem 2.7 'ye uygulanırsa, kaplanmamış dairesel kesitteki TF frekansını denklem 2.17 'deki gibi yazılabilmektedir.

$$f = \frac{0,28}{L^2} r \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.17)$$

Dairesel kesitli TF için I_1 , I_2 , μ_1 ve μ_2 değerleri denklem 2.12' de yerine yazılırsa $\Delta f/f$ oranı kalınlığa ve kütleye bağlı denklemler olarak sırasıyla denklem 2.18 ve 2.19'daki gibi düzenlenebilmektedir.

$$\frac{\Delta f}{f} \cong \left(2 \frac{E_2}{E_1} - \frac{\rho_2}{\rho_1} \right) \frac{t}{r} \quad (2.18)$$

$$\frac{\Delta f}{f} \cong \frac{m_2}{m_1} \left(\frac{E_2 \rho_1}{E_1 \rho_2} - \frac{1}{2} \right) \quad (2.19)$$

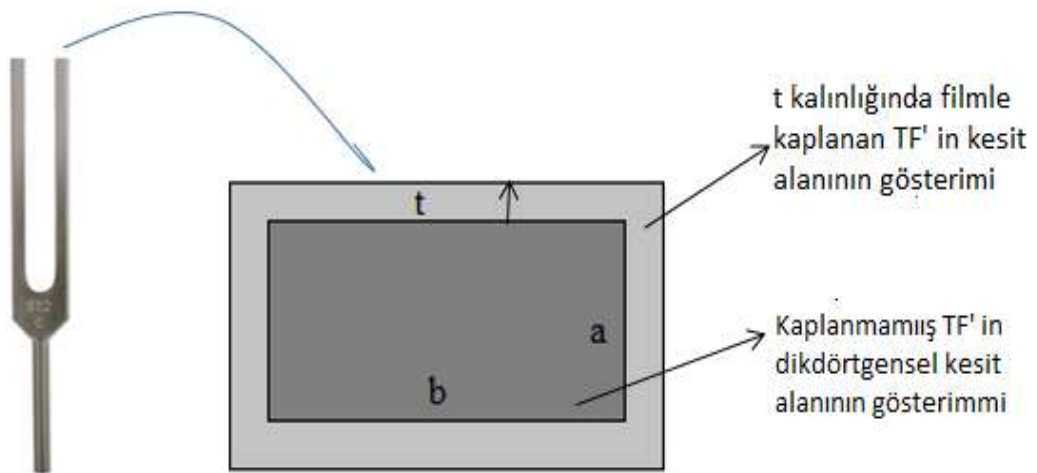
Filmin ve elektrodun esnekliğinin etkisi ihmal edilerek ve kuvars akort çatalının bir çatalına küçük bir kütle (kiriş kütlelerinden önemli ölçüde daha küçük) [27], [48], [49], eklendiğinde aşağıdaki denklem 2.20 de yazılabilmektedir

$$E_2 = 0, \rightarrow \frac{\Delta f}{f} \cong - \frac{\rho_2 t}{\rho_1 r} = - \frac{1}{2} \frac{m_2}{m_1} \quad (2.20)$$

Burada m_2 filmin kütleini m_1 ise TF' in toplam kütleini ifade etmektedir.

$m_2 = 2\pi r t \rho_2 L_{\text{toplam}}$ ve $m_1 = \pi r^2 \rho_1 L_{\text{toplam}}$ şeklinde ifade edilmektedir.

Dikdörtgensel kesitli bir çatal için de çatalın tüm yüzlerinin kaplandığı homojen kaplama varsayımı altında frekans kaymasının kaplanmamış TF frekansına oranı E (elastisite modülü), ρ (yoğunluk), r (yarıçap) ve t (film kalınlığı) cinsinden elde edilebilmektedir.



Şekil 2.13. Dikdörtgensel kesitli TF' in kesit alanının şematik gösterimi

a kalınlığında ve b genişliğinde çatala sahip dikdörtgensel kesitli kaplanmamış TF' in kesit alanının ikinci momenti I_1 ; ve t kalınlığında bir filmle homojen kaplanmış bir

TF için filmin kesit alanının ikinci momenti I_2 sırasıyla denklem 2.21 ve 2.22’ deki gibi yazılabilmektedir.

$$I_1 = \frac{1}{12} ab^3 \quad (2.21)$$

$$I_2 \cong \frac{1}{2} ab^2 t + \frac{1}{6} b^3 t \quad (2.22)$$

Aynı şekilde, a kalınlığında ve b genişliğinde çatala sahip dikdörtgensel kesitli kaplanmamış TF’ in doğrusal yoğunluğu μ_1 ; ve t kalınlığında bir filmle homojen kaplanmış bir TF için filmin doğrusal yoğunluğu μ_2 sırasıyla denklem 2.23 ve 2.24 ‘ deki gibi yazılabilmektedir.

$$\mu_1 = \frac{TF \text{ kütlesi (m)}}{TF \text{ Uzunluğu (L)}} \cong \rho_1 ab \quad (2.23)$$

$$\mu_2 = \frac{Filmin kütlesi (m)}{TF \text{ Uzunluğu (L)}} \cong 2t(a+b)\rho_2 \quad (2.24)$$

Dikdörtgensel kesitli TF için I_1 , I_2 , μ_1 ve μ_2 değerlerini denklem 2.12’ de yerine yazılması ile denklem 2.25 elde edilmektedir.

$$\frac{\Delta f}{f} \cong \left[(3a + b) \frac{E_2}{E_1} - (a + b) \frac{\rho_2}{\rho_1} \right] \frac{t}{ab} \quad (2.25)$$

Dairesel kesitli TF ‘de de olduğu gibi filmin ve elektrodun esnekliğinin etkisi ihmal edilerek ve kuvars diyapazonun bir çatalına küçük bir kütle (kiriş kütesinden önemli ölçüde daha küçük) eklendiğinde denklem 2.26 da yazılabilmektedir.

$$E_2 = 0, \rightarrow \frac{\Delta f}{f} \cong -(a + b) \frac{\rho_2}{\rho_1} \frac{t}{ab} = -\frac{1}{2} \frac{m_2}{m_1} \quad (2.26)$$

Bu çalışmada dairesel kesitli TF’ ler ile dikdörtgensel kesitli QTF’ ler kullanılmıştır. Dairesel kesitli TF’ lerin hem arka hem de ön yüzleri kaplanmıştır ve frekans kaymasının kaplanmamış frekansa oranı tüm yüzlerin kaplanması dikkate alınarak hesaplanmıştır. Büyük ölçekli TF için uyarlanan denklemler küçük ölçekli QTF için de uyarlanabilmektedir. Çalışmamız gereği kullanılan kaplama yöntemi olan plazma kaplamada dikdörtgensel kesitli QTF’ lerin sadece ön yüzü kaplanmaktadır bu durumda dikdörtgensel kesitli QTF için kalınlığa bağlı olarak denklem 2.27’ deki gibi yeniden yazılabilmektedir.

$$\frac{\Delta f}{f} \cong \frac{t}{a} \left(\frac{E_2}{E_1} - \frac{\rho_2}{\rho_1} \right) \quad (2.27)$$

Filmin elastisite modülünün ihmal edilebileceği durumlarda denklem 2.27 şu denklem 2.28 ‘deki gibi yazılabilmektedir.

$$\frac{\Delta f}{f} \cong \frac{-1}{2} \frac{\rho_2}{\rho_1} \frac{t}{a} \quad (2.28)$$

I_1 ve μ_1 değerleri denklem 2.7 ‘ye uygulanırsa, kaplanmamış dikdörtgensel kesitteki TF frekansını denklem 2.29’ daki gibi yazılabilmektedir.

$$f \cong \frac{0.161}{L^2} b \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.29)$$

Filmin elastisite modülü ise dairesel ve dikdörtgensel kesitli TF’ ler için sırasıyla denklem 2.18 ve 2.27 ‘deki değerlerin yerine konulmasıyla hesaplanabilmektedir.

Yukarıda QTF frekansını hesaplamak için önerdiğimiz denklemler, geliştirdiğimiz ve Euler-Bernoulli kiriş teorisi ile farklı bir bakış açısıyla sunduğumuz denklemlerdir. Homojenlik varsayımı altında, bu denklemler filmin kütlesine ve kalınlığına bağlı olarak yorumlanabilmektedir. Literatürde QTF ile yapılan çalışmalara bakıldığında genel olarak kütle yüklemesiyle frekanslarda düşüşler meydana gelmektedir. Denklemlerden de anlaşılacağı üzere filmin elastisite modülünün katkısının kütle katkısından yüksek olduğu durumlar için filmle kaplanan TF rezonans frekanslarında artışlar olabilmektedir. Literatürde QTF rezonans frekansının artmasıyla ilgili birkaç çalışma bulunmaktadır [45], [50]–[52]. Bu çalışmalarda rezonans frekansının artmasının filmin elastisite modülünün katkısı ile ilgili olduğu açıktır. Fakat bu çalışmalarda filmin elastisite modülünün katkıları detaylı olarak açıklanmamıştır ve bildiğimiz kadarıyla literatürde filmin elastisite modülünün katkısını detaylı olarak açıklayan, denklemlerle tutarlılığını deneysel olarak ispatlayan bir çalışma bulunmamaktadır.

Ayrıca dikkatimizi çeken husus, en yaygın kullanılan kütle hassas sensör olan QCM’ de sensör elektrotlarının veya kuvars yüzeyinin aşındırılmasıyla hatta kaplanmış halden aşındırma ile kristal yüzeyinden azalan kütleye bağlı olarak sensörün rezonans frekanslarında artışlar meydana gelmektedir [53]–[58]. Bununla birlikte, QCM ile benzer prensipte çalışan kütle hassas sensör olan QTF sensörlerinde teorik olarak denklem 2.17 ve 2.29 ‘a göre kaplanmamış QTF sensör yüzeyinin aşındırılması ile frekans düşmektedir. QTF sensör yüzeyinin aşındırılmasına dair literatürde bildiğimiz kadarıyla 1 tane çalışma

bulunmaktadır fakat QTF sensör yüzeyindeki aşındırma ile sensör frekansındaki azalma detaylı olarak incelenmemiştir[59]. Bu sebeple bu çalışmada kaplama çalışmalarına ek olarak büyük ölçekli akort çatalı (TF) ve küçük ölçekli kuvars akort çatalı (QTF) yüzeyinde aşındırma çalışmaları da yapılmıştır. Aşındırma, hem sensör sistemlerinde bazı analitlerin hassas tespitini sağlamak, algılama mekanizmasını arttırmak amacı ile hem de sensör tasarımında ve sensör üretim süreçlerinde, sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. Aşındırma işlemi ile spesifik yüzey morfolojileri elde edilerek sensör yüzeylerinde istenilen algılama mekanizması oluşturulabilmektedir. Bu sebeplerle sensör yüzeylerinin aşındırılması önemlidir.

Denklem 2.17 ve 2.29 'a göre, TF yüzeylerinin kaplanmamış halden aşındırılmasıyla rezonans frekanslarında düşüşler meydana gelmektedir. Sebebi ise aşındırma esnasında TF 'in elastisite modülü ve yoğunluğu sabit kalırken boyutlardaki azalma ile ilgili olmasıdır.

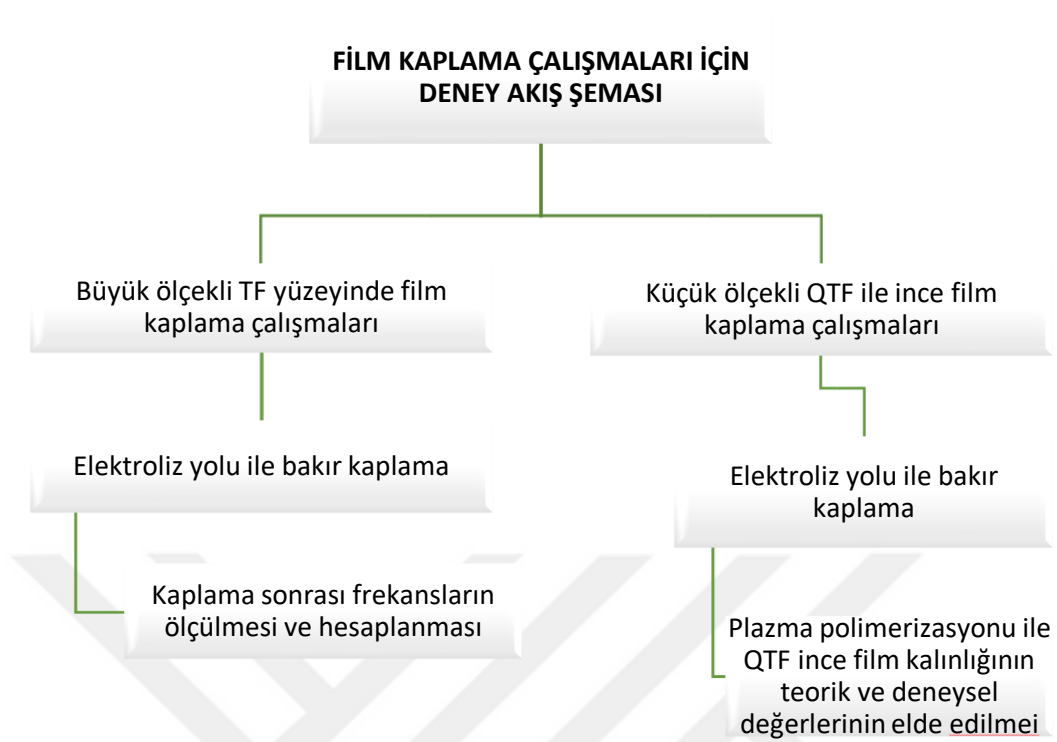
Bu tez çalışmasında kaplanmamış ve filmle kaplanmış TF' in matematiksel olarak frekans kayması Euler-Bernoulli denkleminin çözümüyle elde edilmiş filmle kaplanan büyük ölçekli TF' lerin deneysel çalışmalarının önerdiğimiz (elastisite modülünün katkısını içeren denklem 2.18 veya 2.19) ve literatürde yaygın kullanılan sadece kütleye bağlı (denklem 2. 20) denklemler ile tutarlılığı ve elastisite modülünün frekans kaymasına etkileri ayrıntılı olarak incelenmiştir. Ayrıca büyük ölçekli TF yüzeyinde aşındırmalar yapılmış ve aşındırılan TF' lerin frekansları ölçülerek ve hesaplanarak (denklem 2.17 ve 2.29) karşılaştırılmıştır. Küçük ölçekli kuvars akort çatalı yüzeyinde de aşındırmalar yapılmış ve QCM' in aksine QTF yüzeyinde aşındırma ile frekansların azalmasına dikkat çekilmiştir.

3. MATERYAL VE METOT

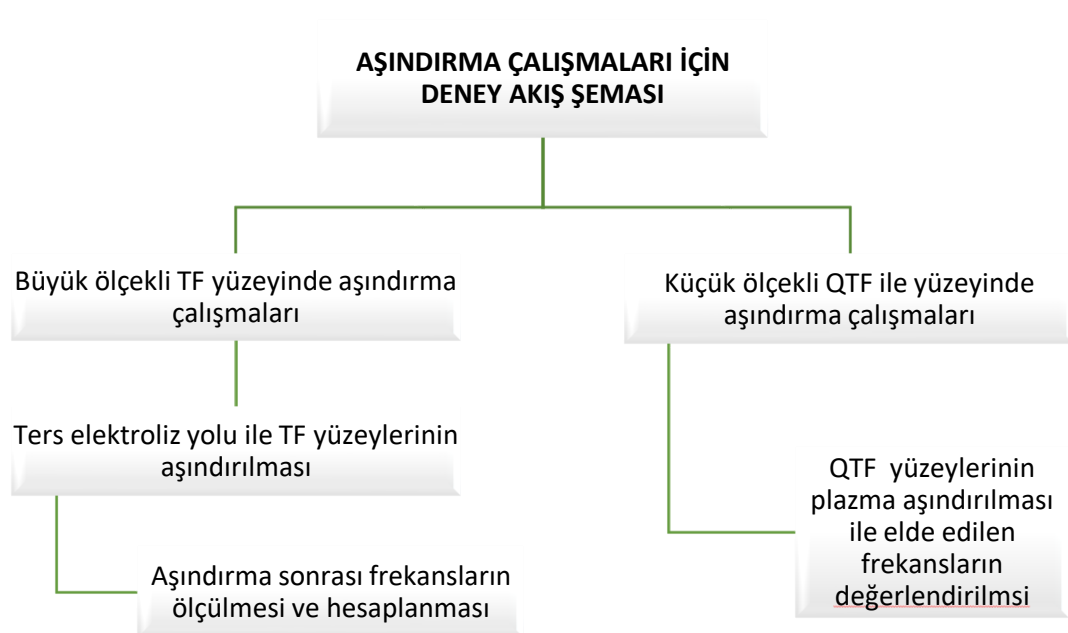
Bu bölümde tez çalışması için kullanılan materyaller ve özellikleri ile kaplama ve aşındırma deney akış şemaları verilmiştir.

Tablo 3.1. Tez materyali

Malzeme Adı	Özellikler
Büyük ölçekli akort çatalı	Toplam uzunlukları ortalama 16 cm, yarıçapı 0,2 cm olan alüminyum, bakır, çelik, krom, pirinç ve demir malzemelerinden yapılmıştır. Metal çubuklar Argeci Metal Plastik San.Tic.Ltd. şirketinden satın alınmıştır.
Bakır II Sülfat Pentahidrat	Formülü : $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ CAS No : 7758-99-8 Saflık: >98% Molar kütle: 249,68 g/mol Beyanlab Laboratuvar Ürünleri San. Tic. Ltd. Şirketinden satın alınmıştır.
11-MUDA (Mercaptoundeconic acid)	Moleküler ağırlık: 218.36 Saflık: % 95 Formül: $\text{HS}(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}_2\text{H}$ CAS Number: 71310-21-9 Sigma Aldrich şirketinden satın alınmıştır.
QTF	Üretici firma: Raltron Frekans: 32768 Hz Boyutlar: 2.0x6.2mm GWX-26 serisi Golledge Electronics Ltd. Şirketinden satın alınmıştır.
QTF frekans ölçüm cihazı	Ünal 2016 (Bölümümüz çalışma grubu tarafından üretilmiştir)
Asetik asit	Formülü : CH_3COOH Cas No: 67-19-7 Saflık: 80% Molar kütle: 60.05 g/mol Beyanlab Laboratuvar Ürünleri San. Tic. Ltd. Şirketinden satın alınmıştır.
Sodyum asetat trihidrat	Formülü : $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ CAS No : 6131-90- Saflık: $\geq 98\%$ Molar kütle: 136,08 g/mol Beyanlab Laboratuvar Ürünleri San. Tic. Ltd. Şirketinden satın alınmıştır.



Şekil 3.1. Kaplama çalışmaları için deney akış şeması



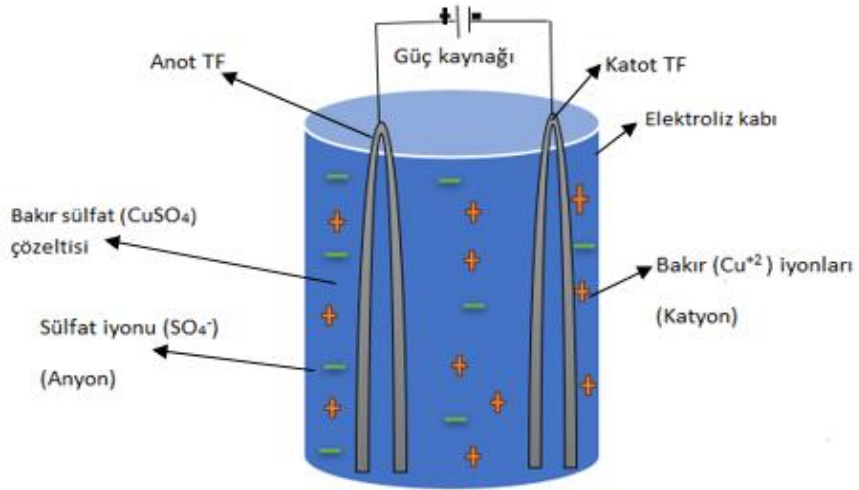
Şekil 3.2. Aşındırma çalışmaları için deney akış şeması

3.1. Büyük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 1: Diyapozon, Elektroliz

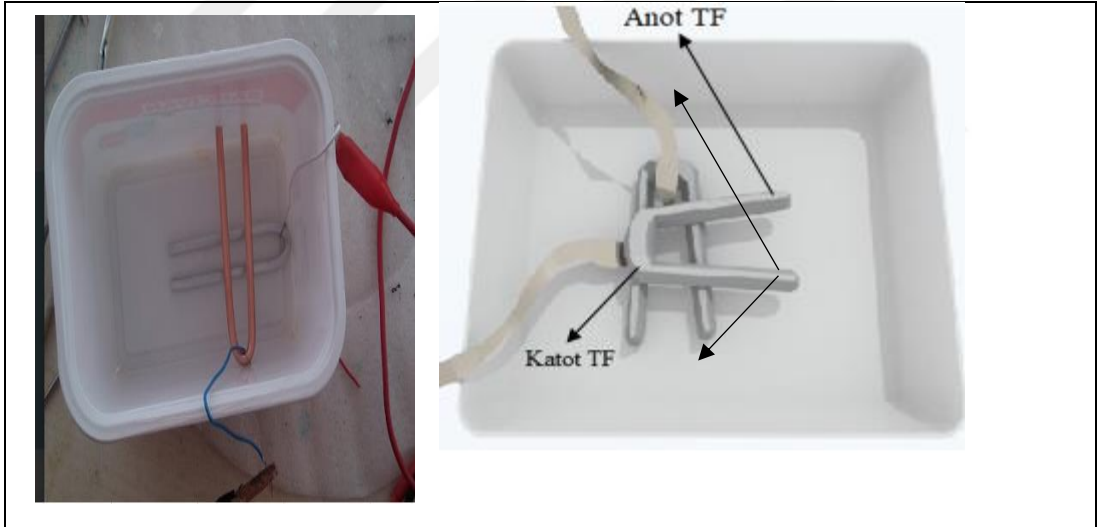
Bu çalışmada filmin elastisite modülünün frekans kaymasına olan katkısını değerlendirebilmek amacı ile yüksek elastisite modülüne sahip bakır ile farklı metal malzemelere sahip diyapozonlar yüzeyinde bakır ile elektrokimyasal kaplamalar yapılmıştır. TF'ler belli uzunluklarda alınan metal çubukların U şekline getirilmesi ile oluşturulmuştur. Böylelikle belli bir frekansta titreşerek ses oluşturan farklı metal malzemelere sahip TF'ler elde edilmiştir. Kaplamalar sonrası elde edilen frekans değerleri ölçülmüş, literatürde yaygın kullanılan klasik kütle denklemi ve önermiş olduğumuz elastisite modülünün katkısını içeren denklemle hesaplanarak frekans değerleri karşılaştırılmıştır. Kaplamanın homojenitesinin elektroliz deney düzeneğine yerleştirilen TF'lerin konumundan etkilenebilmesi sebebi ile farklı kaplama geometrileri denenmiştir. Deney düzenekleri Kaplama sonrası TF'ler üzerine biriken kütle hassas terazi ile ölçülmüştür. Mikrometremizin hassasiyeti yeterli olmadığından uzunluk ve yarıçap ölçüleri bilinen TF'ler üzerindeki kaplama kalınlığı (homojen kaplandığı varsayılarak), bilinen kütle ve hacim bilgilerinden yola çıkılarak hesaplanmıştır. Ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri karşılaştırılmıştır. Burada dikkat edilmesi gereken husus, hem klasik kütle denklemi (denklem 2.20) hem de elastisite modülünün katkısını içeren önerdiğimiz denklemin (denklem 2.19) homojen kaplama varsayımı altında geçerli olduğudur. Ek olarak bazı kaplama çalışmalarında anot olarak bakır TF kullanılmış ve bu TF'lerin aşındırılma ile frekans değerleri değerlendirilmiştir. TF aşındırma çalışmalarında bu kısma ayrıntılı olarak değinilmiştir.



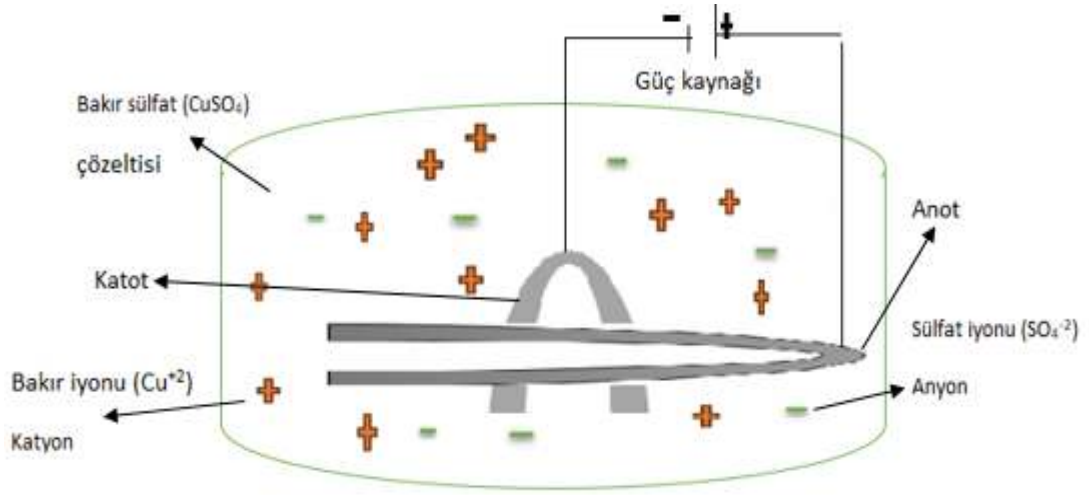
Şekil 3.3. Anot ve katodun bir bardak içerisinde birbirine paralel konumlandırılmış birinci deney düzenek geometrisinin gerçek ve 3 boyutlu şematik gösterimi



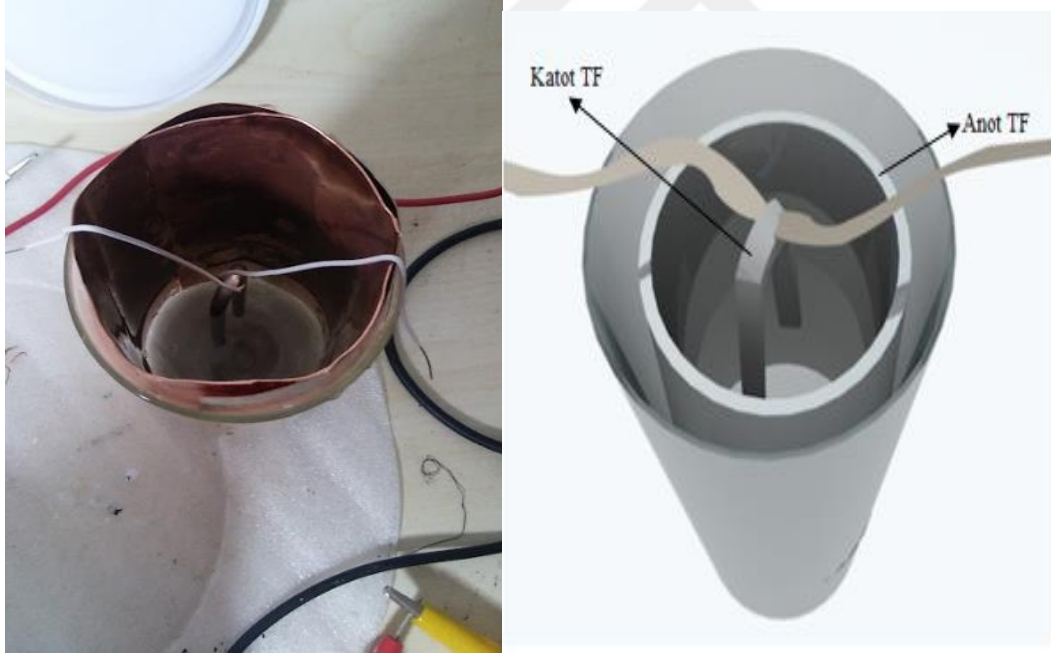
Şekil 3.4. Anot ve katot TF' in konumlandırılmasına bağlı birinci deney düzeneğinin iki boyutlu şematik gösterimi



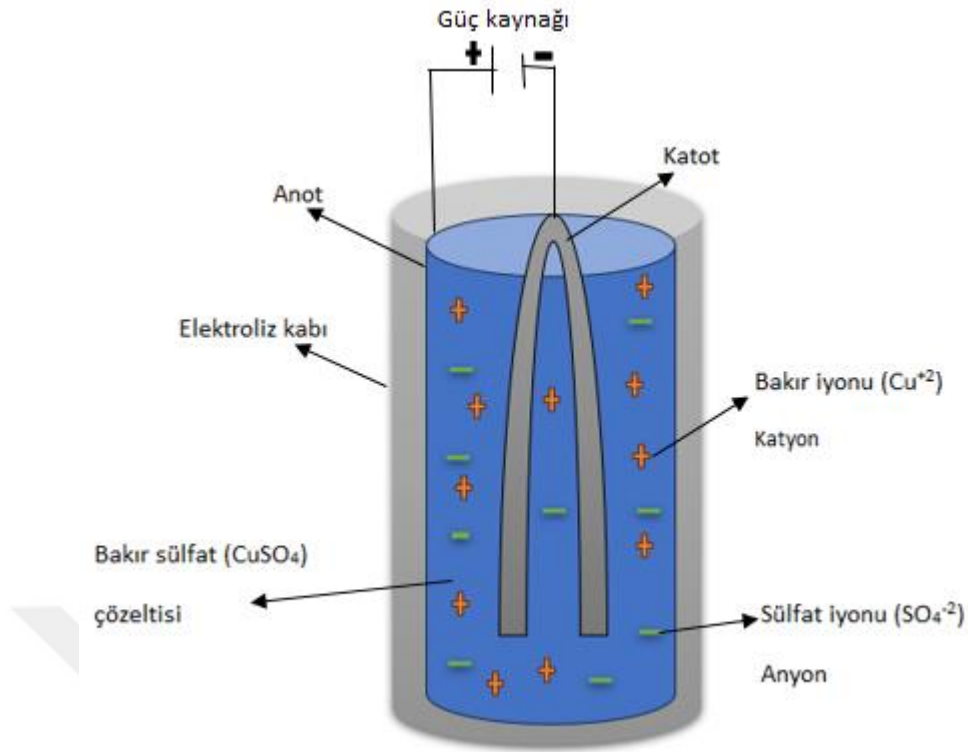
Şekil 3.5. Anot ve katodun bir bardak içerisinde birbirine çapraz konumlandırılmış ikinci deney düzenek geometrisinin gerçek ve 3 boyutlu şematik gösterimi



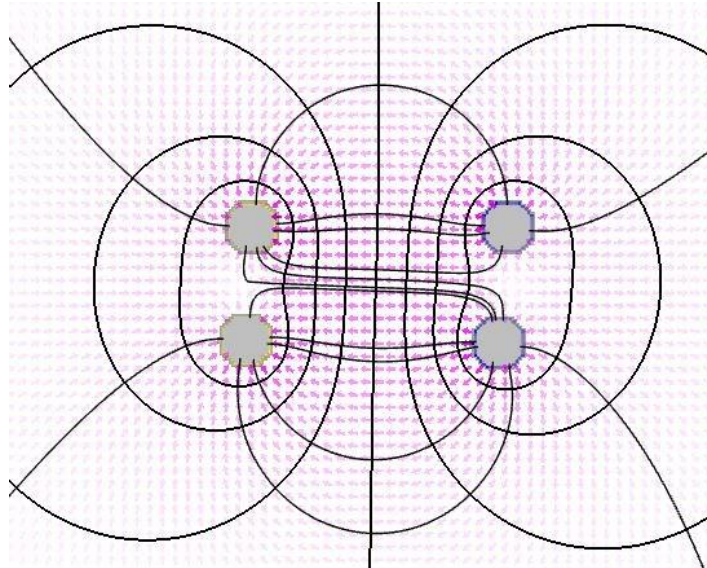
Şekil 3.6. Anot ve katot TF' in konumlandırılmasına bağlı ikinci deney düzeneğinin üç boyutlu şematik gösterimi



Şekil 3.7. Bardağın şeklini alacak şekilde silindirik hale getirilmiş bakır anot ve ortasına yerleştirilen katot TF' den oluşan üçüncü deney düzeneğinin gerçek ve 3 boyutlu gösterimi



Şekil 3.8. Anot ve katodun konumlandırılmasına bağlı üçüncü deney düzeneğinin 2 boyutlu şematik gösterimi



Şekil 3.9. Elektrokimyasal deney düzeneğinde paralel konumlandırılmış TF'lerin elektrik alan çizgilerinin ve eş potansiyel çizgilerinin üstten görünümünün şematik gösterimi

3.1.1. Bakır akort çatalından alüminyum akort çatalına bakır kaplama

Bu çalışmada bakırdan Al TF' e elektroliz ile bakır kaplama deneyleri yapılmıştır. Denklemlerle hesaplanan frekans değerleri homojen kaplama varsayımı altında geçerli olduğundan bu deneylerde homojen kaplama yapabilmek adına farklı kaplama geometrileri denenmiştir. Böylelikle ölçülen frekans değerleri ile hesaplanan frekans değerleri arasındaki uyuma bakılarak kaplamanın kalitesi hakkında bilgi sahibi olunabilecektir. TF' ler ph'ı 2.2 olan doygun bakır sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) çözeltisinde anot bakır, katot Cu TF olacak şekilde akım verilmiştir. Bakır'dan Al TF' e bakır kaplama deneyleri kaplama geometrileri değiştirilerek 3 kez tekrarlanmıştır. Her deney setinde Al TF' ler üzerinde üst üste 2 kez kaplama yapılmıştır. Kaplanan TF' lerin frekans değerleri ise 'Spectrum Analyser' programı ile ölçülmüştür.

3.1.1.1. Akort çatallarının paralel konumlandırılmasıyla makro seviye elektrokimyasal kaplama

Bu durumda kaplama geometrisi anot ve katodun konumu birinci deney düzeneğindeki gibi TF' ler birbirine paralel olacak şekilde oluşturulmuştur. Ayrıca homojen bir kaplama elde edebilmek amacı ile Al TF' lerin hem ön yüzü hem de arka yüzü kaplanmıştır.



Şekil 3.10. Kaplanmamış haldeki a) bakır TF b) alüminyum TF



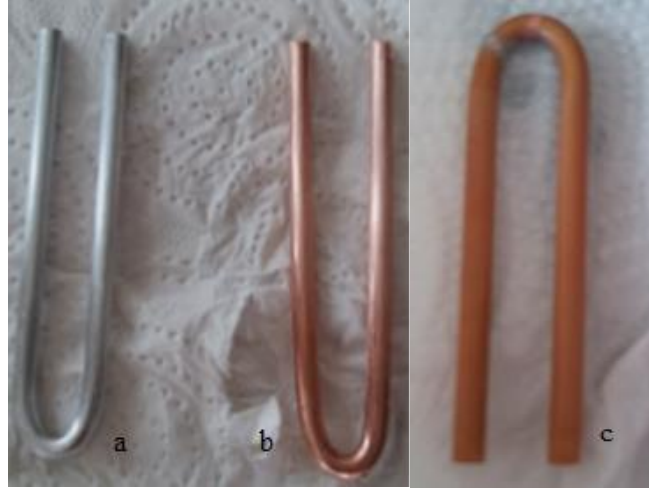
Şekil 3.11. a) Aşındırılan bakır TF b) Kaplanan Al TF

Tablo 3.2.. Alüminyum ve bakır TF in deney öncesi fiziksel özellikleri

	Özkütle (g/cm ³)	Elastisite Modülü (GPa)	Toplam uzunluk(cm)	Yarıçap (cm)	Başlangıç kütlesi (g)
Cu TF (anot)	8,9	130	17,3	0,2	18,87
Al TF (katot)	2,7	70	16,6	0,2	5,34

3.1.1.2. Akort çatallarının çapraz konumlandırılması ile makro seviye elektrokimyasal kaplama

Bu durumda kaplama geometrisi anot ve katodun konumu ikinci deney düzeneğindeki gibi TF' ler birbirine paralel olacak şekilde oluşturulmuştur. Yine bir önceki deneydeki gibi homojen bir kaplama elde edebilmek amacı ile Al TF' lerin hem ön yüzü hem de arka yüzü kaplanmıştır.



Şekil 3.12. a) Kaplanmamış alüminyum TF b) Kaplanmamış bakır TF c) Bakırla kaplanmış Al TF

Tablo 3.3. Alüminyum ve bakır TF in deney öncesi fiziksel özellikleri

	Özkütle (g/cm ³)	Elastisite Modülü (GPa)	Toplam uzunluk(cm)	Yarıçap (cm)	Başlangıç kütlesi (g)
Cu TF (anot)	8,9	130	17,3	0,2	16,46
Al TF (katot)	2,7	70	16,5	0,2	4,86

3.1.1.3.Silindirik konumlandırılmış anot içerisinde makro seviye elektrokimyasal kaplama

Bu deneyde kaplama geometrisi anot ve katodun konumu üçüncü deney düzeneğindeki gibi TF silindirik bakır yapının ortasına konumlandırılmıştır. Bakır silindirik elektroliz kabının geometrisini alacak şekilde silindirik bir şekle getirilmiş ve Al TF silindirik şekildeki bakırın ortasına konumlandırılarak kaplama gerçekleştirilmiştir.

Tablo 3.4. Bakır çubuk anot ve Al TF katodun deney öncesi fiziksel özellikleri

	Özkütle (g/cm ³)	Elastisite Modülü (GPa)	Toplam uzunluk(cm)	Yarıçap (cm)	Başlangıç kütlesi (g)
Al TF (katot)	2,7	70	16,7	0,2	5,4

3.1.2. Bakır akort çatalından bakır akort çatalına bakır kaplama: paralel akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

Bu çalışmada bakırdan bakır TF' e elektroliz ile bakır kaplama deneyleri yapılmıştır. Burada birinci deney düzeneğinin geometrisi kullanılmıştır. TF' ler pH'ı 2.2 olan 200 ml doymuş bakır sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) çözeltisinde anot ve katot bakır TF olacak şekilde akım verilmiştir. TF' ler elektroliz sırasında bir bardak içerisinde birbirine paralel bir şekilde konumlandırılmıştır. Deney 2 defa tekrarlanmıştır. Her deney setinde Cu TF' ler üzerine 5 kez kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplanan TF' lerin frekans değerleri ise 'Spectrum Analyser' programı ile ölçülmüştür.



Şekil 3.13. Kaplanmamış bakır TF' ler



Şekil 3.14. a) Aşındırılan bakır TF b) Kaplanan bakır TF

Tablo 3.5. Anot ve katot Cu TF' lerin deney öncesi fiziksel özellikleri

	Özkütle (g/cm ³)	Elastisite Modülü (GPa)	Toplam uzunluk (cm)	Yarıçap (cm)	Başlangıç kütle (g) (Deney 1)	Başlangıç kütle (g) (Deney 2)
Cu TF (anot)	8,9	130	15	0,2	9,76	15,72
Cu TF (katot)	8,9	130	15	0,2	9,7	18,17

3.1.3. Bakırdan çelik akort çatalına bakır kaplama: paralel akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

Bu çalışmada makro ölçekli çelik diyapozon yüzeyi pH'si 1 olan 200 ml hacimdeki 1 molar bakır sülfat çözeltisi içerisinde elektroliz yolu ile bakır kaplanmıştır. Çözelti pH'sı sülfürik asit ile sağlanmıştır. Deney düzeneğinde anot bakır ve katot çelik TF' olacak şekilde TF' ler birbirine paralel bir şekilde birinci deney düzeneğindeki gibi konumlandırılmıştır. Diyapozon üzerinde tabaka tabaka bakır kaplamalar yapılmıştır. Her kaplama 40 mA akım ile 165 dk boyunca gerçekleştirilmiştir ve kaplamanın homojen olmasını sağlayabilmek için her kaplama süresinin yarısı boyunca TF' in ön yüzü diğer

yarısı boyunca ise arka yüzü kaplanmıştır. Diyapozon üzerinde kütleye ve birikim süresine bağlı frekans değerleri ‘Audio Frequency Counter’ programı ile ölçülmüştür.

Tablo 3.6. Katot çelik TF’ in deney öncesi fiziksel özellikleri

	Özkütle (g/cm ³)	Elastisite Modülü (GPa)	Toplam uzunluk(cm)	Yarıçap (cm)	Başlangıç kütlesi (g)
Çelik TF (katot)	7,7	200	16,8	0,25	28,72

3.1.4. Bakır akort çatalından demir akort çatalına bakır kaplama: çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

Bu çalışmada ikinci deney düzeneği kullanılarak bakır TF’den demir TF’e elektroliz ile bakır kaplama deneyleri yapılmıştır. TF’ ler pH’ı 2.2 olan 200 ml doygun bakır sülfat pentahidrat (CuSO₄.5H₂O) çözeltisinde anot bakır çubuk ve katot demir TF olacak şekilde akım verilmiştir. TF’ ler elektroliz sırasında birbirine çapraz bir şekilde konumlandırılmıştır. Deney 2 defa tekrarlanmıştır. Her deney setinde demir TF’ ler üzerine 2 kez kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplanan TF’lerin frekans değerleri ise ‘Spectrum Analyser’ programı ile ölçülmüştür.

Tablo 3.7. Katot demir TF’ in deney öncesi fiziksel özellikleri

	Özkütle (g/cm ³)	Elastisite Modülü (GPa)	Toplam uzunluk(cm)	Yarıçap (cm)	Başlangıç kütlesi (g) (Deney 1)	Başlangıç kütlesi (g) (Deney 2)
Fe TF (katot)	7,8	190	15,3	0,2	14,85	14,79

3.1.5. Bakır akort çatalından pirinç akort çatalına bakır kaplama: çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

Bu çalışmada ikinci deney düzeneği kullanılarak bakır TF’ den pirinç TF’ e elektroliz ile bakır kaplama deneyleri yapılmıştır. TF’ ler pH’ı 2.2 olan 200 ml doygun bakır sülfat pentahidrat (CuSO₄.5H₂O) çözeltisinde anot bakır çubuk ve katot demir TF olacak şekilde akım verilmiştir. TF’ ler elektroliz sırasında ikinci deney düzeneğindeki

gibi birbirine çapraz bir şekilde konumlandırılmıştır. Bu deneyde pirinç TF üzerine 2 kez kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplanan TF'lerin frekans değerleri ise 'Spectrum Analyser' programı ile ölçülmüştür.

Tablo 3.8. Katot pirinç TF' in deney öncesi fiziksel özellikleri

	Özkütle (g/cm ³)	Elastisite Modülü (GPa)	Toplam uzunluk(cm)	Yarıçap (cm)	Başlangıç kütlesi (g)
Pirinç TF (katot)	8,73	97	14	0,15	5,61

3.1.6. Bakır akort çatalından krom akort çatalına bakır kaplama : çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

TF'ler pH'ı 2.2 olan 200 ml doymuş bakır sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) çözeltisinde anot bakır çubuk ve katot demir TF olacak şekilde akım verilmiştir. TF'ler 2. Deney düzeneğindeki gibi elektroliz sırasında birbirine çapraz bir şekilde konumlandırılmıştır. Bu deneyde pirinç TF üzerine 2 kez kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplanan TF'lerin frekans değerleri ise 'Spectrum Analyser' programı ile ölçülmüştür

Tablo 3.9. Katot krom TF' in deney öncesi fiziksel özellikleri

	Özkütle (g/cm ³)	Elastisite Modülü (GPa)	Toplam uzunluk(cm)	Yarıçap (cm)	Başlangıç kütlesi (g)
Krom TF (katot)	7,83	200	16,2	0,15	9

3.2. Büyük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Aşındırma: Diyapozon, Elektroliz

Belli uzunluklarda alınan bakır çubuklar U şekline getirilerek TF'ler oluşturulmuştur. Böylelikle belli bir frekansta titreşerek ses oluşturan bakır TF'ler elde edilmiştir. Bakır TF'ler ters elektroliz yolu ile pH'sı 2.2 olan doymuş bakır sülfat penta

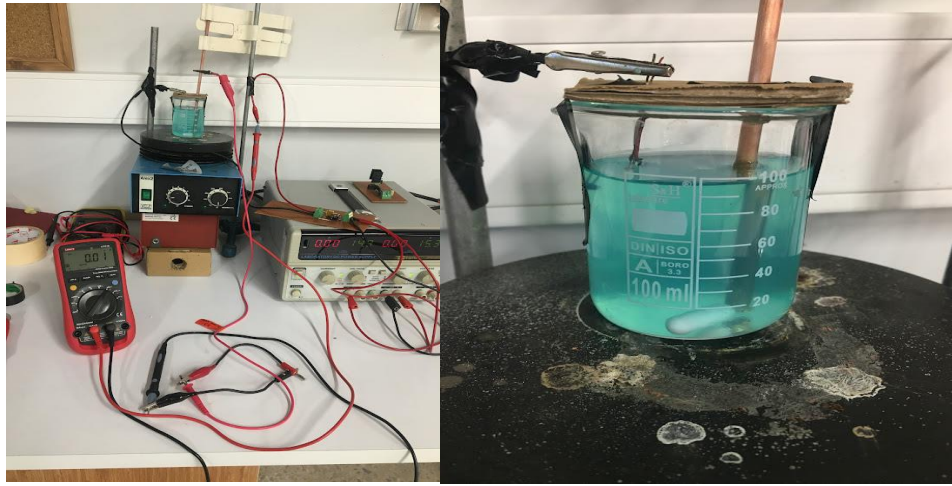
hidrat çözeltisi içerisinde aşındırılmıştır. Aşındırma için 3 ayrı çalışma yapılmıştır. Deney 1 ve 3’de anot ve katot elektrokimyasal deney düzeneği içinde birbirine paralel olacak şekilde (birinci deney düzeneği) yerleştirilirken deney 2’de birbirine çapraz olacak şekilde (ikinci deney düzeneği) yerleştirilmiştir. Böylelikle deney geometrisinin de aşındırma durumunda frekans değişimine etkilerinden bahsedilebilecektir. Aşındırılan bakır TF’ lerin frekansları ‘Spectrum Analyser’ programı ile ölçülerek ve denklem 2.17 ile hesaplanarak bu frekans değerleri karşılaştırılmıştır. TF’ ler aşındırılmadan ve her aşındırma sonrası kütleleri hassas terazi ile ölçülerek eksilen kütle miktarı bulunmuştur. TF’ lerin aşındırılan kalınlıkları ise eksilen kütle miktarına ve boyutlara bağlı olarak hesaplanmıştır.

Tablo 3.10. Üç ayrı aşındırma deneyinde kullanılan bakır TF’ lerin deney öncesi fiziksel özellikleri

Cu TF (anot)	Özkütle (g/cm ³)	Elastisite Modülü (GPa)	Toplam uzunluk(cm)	Yarıçap (cm)	Başlangıç kütlesi (g)
Deney 1	8,9	130	17,3	0,2	18,87
Deney 2	8,9	130	17,3	0,2	16,46
Deney 3	8,9	130	15	0,2	9,76

3.3. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 1: Kuvars Akort Çatalı, Elektroliz

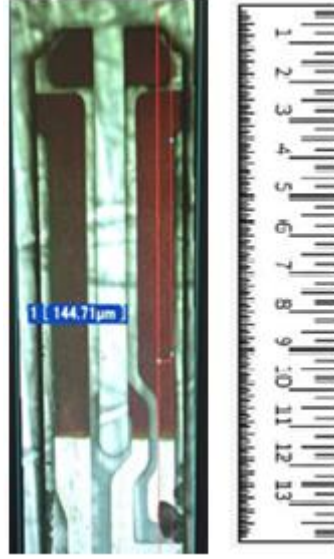
Bu çalışmada kuvars akort çatalı (QTF) çevirici yüzeyler pH’ sı 4.7 olan asetat tamponu içerisindeki 0.05M bakır çözeltisinde elektroliz yolu ile bakır kaplanmıştır. Asetat tamponunu hazırlamak için sodyum asetat ve asetik asit kullanılmıştır. Elektrokimyasal hücre içerisinde yük göçünü sağlamak için bir nano amper akım kaynağı devresi kullanılmıştır. Her kaplama işleminden sonra QTF’ lerin kuruması için 10-20 dk arası bir süre beklenmiş sonrasında frekans değerleri ölçülmüştür.



Şekil 3.15. pH' ısı 4.7 olan asetat tamponu içerisindeki 0.05M bakır çözeltisinden oluşan elektrokimyasal deney düzeneği

3.4. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 2: Kuvars Akort Çatalı, Plazma Polimerizasyon

Küçük ölçekli QTF çalışmalarında öncelikli olarak kaplama kalınlığının teorik hesaplamasının yapılabilmesi için QTF' in çatal uzunluğu, kalınlığı ve boyca uzunluk değerleri elde edilmesi gerekmektedir. QTF' ler dışında vakumla kapatılmış kapaklar içerisinde gelmiştir. Satın alınan firmadan edilen bilgilerde sadece QTF çatalının boyca uzunluk ve QTF' in kapaklı halinin genişlik bilgileri edinilebilmiştir (1,9 mm). Kalınlık ve her bir çatalın ence uzunluk bilgileri edinilememiştir. Fakat QTF' in yapısı gereği 2 çatal arasında da boşluk bulunmaktadır. Kalınlık kumpasla ölçülmüştür ve 0,34 mm bulunmuştur. Her bir çatalın genişliği ise şu şekilde bulunmuştur: Öncelikle kullandığımız QTF' in kapağı çıkarılarak 2 çatalın eni ve aradaki boşluğun toplam uzunluğu kumpasla ölçülmüş ve 1,51 mm bulunmuştur. Sonrasında kaplama sonrası elde ettiğimiz QTF' in mikroskopik görüntüsü bilgisayar ekranında açılmış ve bir kağıt cetvelle 1,51 mm ölçtüğümüz uzunluk ve her bir çatalın eni ölçülmüştür. Kağıt cetvelle ölçtüğümüz değerlerle gerçek değerler arasında orantı kurularak QTF' in ence uzunlukları 0,615 mm bulunmuştur.



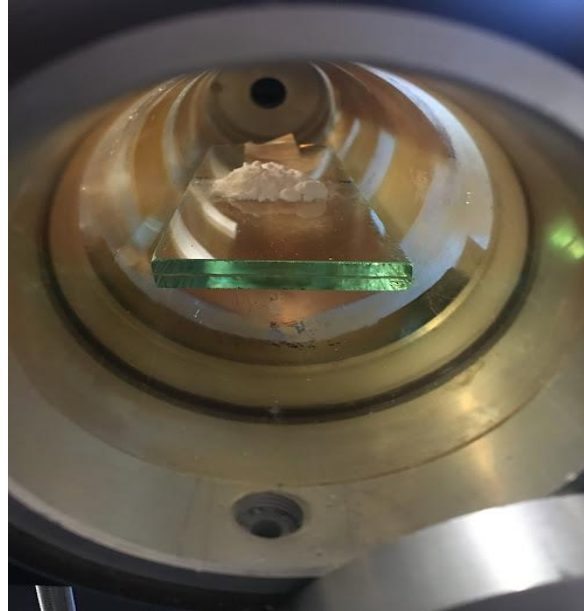
Şekil 3.16. QTF’ in genişliğinin ölçülebilmesi için kalınlık ölçümünde kullandığımız QTF’ in mikroskop görüntüsü ve kağıt cetvel

Bu çalışmada QTF’ ler plazma polimerizasyonu ile katman katman kaplanmıştır. Kaplama malzemesi olarak 11-MUDA kimyasalı kullanılmıştır. Cihaz içerisine şekil 2 ve 3 ‘de görüldüğü gibi her kaplamada QTF yüzeyleri plazma ışımasına bakacak şekilde cam sehpa üzerine plazma cihazının orta kısmına gelecek şekilde MUDA-11 kimyasalının yakınına konumlandırılmıştır. Plazma kaplama için kullanılacak MUDA-11 kütlesi 0,6 g, plazma cihazının gücü 60 Watt, basıncı ise $1,5 \text{ E}^{-1}$ olarak ayarlanmıştır. Her deney setinde QTF’ lerin cihazın aynı yerine konumlandırılmasına özen gösterilmiştir. QTF’ ler ilk olarak her kaplama süresi 2 dk olacak şekilde toplamda 5 ve 10 kez kaplanarak frekansları ölçülmüştür. Bu deneyler tekrarlı olarak yapılmıştır ve plazma birikim süresine bağlı frekans kaymaları elde edilmiştir. Daha sonrasında plazma vakum cihazı içerisine 2’ si maskeli diğer 2 ‘si de maskesiz olacak şekilde aynı anda 4 tane QTF yerleştirilmiştir. Burada amaç kaplanan QTF’ lerin kalınlık ölçümüne bakabilmektir. Bu yüzden de esas frekans ölçümü alacağımız bir QTF hemen yanına da bu frekans ölçümüne dayalı olarak hem teorik hem de deneysel kalınlık ölçünü alabileceğimiz maskeli bir QTF yerleştirilmiştir. Her kaplama süresi 8 dk olacak şekilde QTF’ lerin yüzeyi 9 defa tabaka tabaka toplamda 72 dk kaplanmıştır. Bu deneyler 3 defa yapılmıştır ve toplamda 6 maskeli 6 maskesiz QTF kaplanmıştır. İlk olarak kaplanmamış QTF’ lerin frekansları ölçülmüş ve her 8 dk kaplamadan sonra kaplanan QTF’ lerin frekansları tekrardan ölçülerek frekans kaymaları elde edilmiştir. Maskesiz QTF’ lerin frekans kaymalarına

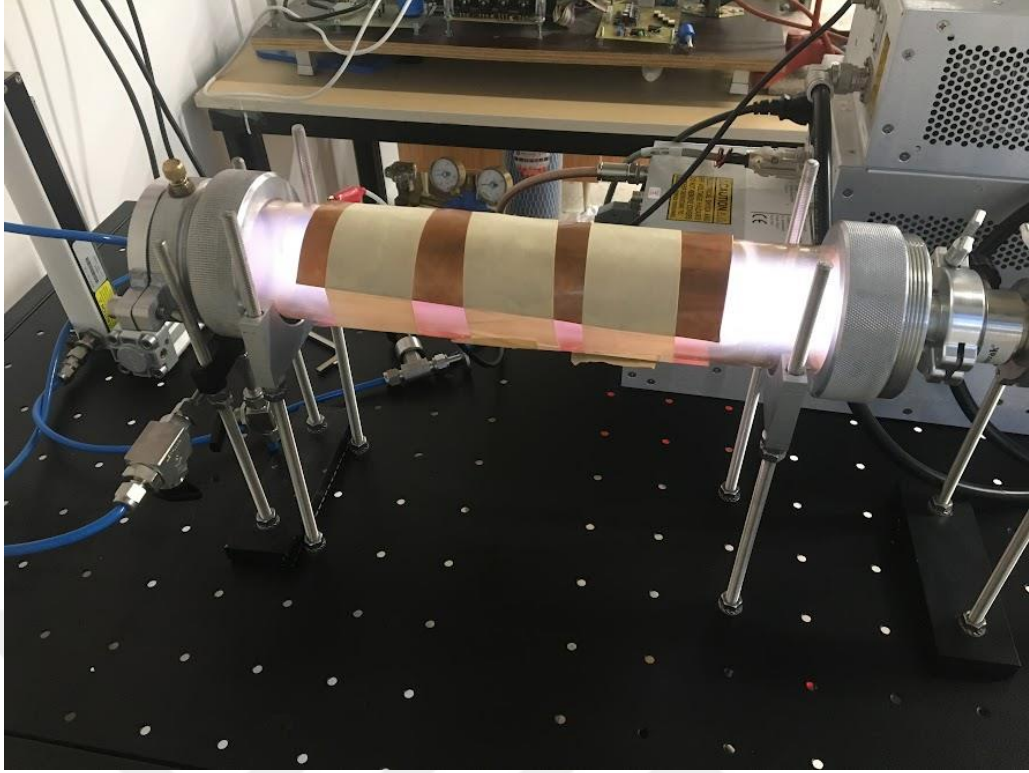
bağlı olarak yanlarına yerleştirilen maskeli bir QTF üzerinden 3-D tarama lazer mikroskobu ile kalınlık ölçümü gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.17. Cam sehpa üzerinde konumlandırılan maskeli ve maskesiz QTF' ler ve 11-MUDA kimyasalı



Şekil 3.18. Cam sehpanın plazma vakum cihazı içerisinde konumlandırılması



Şekil 3.19. Plazma kaplama esnasında meydana gelen plazma ışıması

3.4.1. Kaplanan Kuvars Akort Çatalı Sensörlerinin Film Kalınlığının Deneysel Ölçümü

Kaplanan QTF' in film kalınlığı 3-D Taramalı Lazer Mikroskobu (3-D Laser Scanning Microscopy) ile gerçekleştirilmiştir. Analizler Bilkent Üniversitesi UNAM 'da Keyence vix-100 cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

3.5. Küçük ölçekli Akort Çatalı yüzeyinde deneysel kaplama 2: Kuvars akort çatalı, plazma aşındırma

QTF sensörleri plazma cihazı içerisinde hava plazması ile aşındırılmıştır. QTF yüzeyleri plazma ışmasına bakacak şekilde cam sehpa üzerine plazma cihazının orta kısmına gelecek şekilde konumlandırılmıştır. Her aşındırma deneyinde cihaz içerisine 1 tane QTF yerleştirilmiştir ve her deney seti için QTF' lerin cihazın aynı yerine konumlandırılmasına özen gösterilmiştir. Deneyler 20 W güç, 1.5 E^{-1} basınçta her aşındırma süresi 2 dk olacak şekilde yapılmıştır.

4. BULGULAR

4.1. Büyük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 1: Diyapozon, Elektroliz

Bu çalışmada farklı metallere yapılmış ve farklı rezonans frekansına sahip TF'ler elektroliz yolu ile bakır kaplanmıştır. Kaplanmamış halde bulunan TF'lerin frekansları ile bu TF'lerin her kaplamadan sonraki frekansları ölçülmüştür. Çalışmamızda filmin elastisite modülünün frekansa katkısını bilmek adına yüksek elastisite modülüne sahip bakır film ile çeşitli metallere yapılmış TF'ler kaplanarak frekans değerleri ölçülmüş ve önerdiğimiz (denklem 2.19) ve literatürde yaygın kullanılan kütleye bağlı denklem (denklem 2.20) ile hesaplanarak bu frekans değerleri karşılaştırılarak değerlendirilmiştir. Elde edilen filmlerin kalınlıkları ise kaplama sırasında biriken kütleye ve TF'lerin yüzey alanına bağlı hesaplanarak bulunmuştur.

Elektroliz ile kaplamada kaplamanın kalitesini ve homojenitesini etkileyen birçok parametre bulunmaktadır. Bunlar: akım yoğunluğu, elektrolitin sıcaklığı ve pH, karıştırma hızı, anot ve katot durumu olarak sıralayabiliriz. Hazırlanan banyonun karmaşık olması sebebi ile bazı durumlarda kaplamadan istenilen sonuçlar elde edilemeyebilir. Homojen bir kaplama elde edebilmek adına kaplama kalınlığının kaplanan yüzeyin her tarafında eşit olması için akım yoğunluğunun katot yüzeyinin her noktasında eşit olması gerekir fakat pratikte bunu sağlamak zordur. Ayrıca, kaplama anot ve katodun geometrik yerleşimi de önemlidir. Elektrolitin pH değeri de önemlidir ve kaplama işlemi sırasında önemli pH değişikliklerinden kaçınmak gereklidir. Kaplama solüsyonlarının bazı durumlarda karıştırılması gerekebilir. Karıştırma işlemi ile solüsyon bileşiminin her noktasında eşit olması sağlanır ve akım yoğunluğunun yüksek olması sağlanır [39].

Filmin mikro yapısı, akım yoğunluğu, sıcaklık ve çözeltinin bileşimi gibi galvanik kaplama koşullarına bağlı olarak değişmektedir ve ince filmlerin mekanik özellikleri genellikle dökme malzemelerinkinden farklıdır [60], [61]. Dökme bakır elastisite modülü 120-130 GPa arasında [62]–[64] ve elektro kaplama işlemi ile kaplanmış filmlerin elastisite modülleri ise filmin mikroyapısına bağlı olarak 20-120 GPa arasında değişmektedir [64]. Bakır ince filmlerin elastisite modülü üretim şekline, filmin mikro yapısından ve kalınlığından önemli ölçüde etkilenmektedir [65]. Filmin tanecik boyutunun artması ile film kalınlığının arttığı dolayısıyla film kalınlığının filmin elastisite

modülünü etkilediği bilinmektedir [61]. Ek olarak tanecik sınırlarının kuvveti de mekanik özellikleri etkilemektedir. Elektrolizle kaplanmış ince filmlerin tane sınırının kuvveti zayıf ise çatlaklar sütunlu taneciklerin tane sınırları boyunca yayılır ve filmin kırılma olmasına sebep olduğu bildirilmiştir [64]. Ayrıca elektro kaplama koşullarının, elektro depozitlerin kristal oryantasyonunu da etkilediği, bunun mekanik özellikleriyle ilişkili olduğu bulunmuştur. İyi bilindiği gibi, farklı elektrokimyasal biriktirme teknikleri ve solüsyon banyosunun farklı bileşimi (katkı maddeleri, pH, sıcaklık, vb.), farklı fiziksel ve mekanik özelliklere sahip film tortularını indüklemektedir [66].

Sonuç olarak elektroliz kaplamada elastisite modülünün, filmin belirli biriktirme koşulları tarafından belirlenen mikro yapısına (tane boyutu, yönü) ve kalınlığına bağlı olarak değiştiği söylenebilmektedir. Ayrıca filmin TF'e tam yapışmaması, TF ile film ara yüzeyindeki boşluklar, kaplamanın pürüzlülüğü ve gözenekliliği, kaplamadaki mikro çatlaklar gibi etmenler de elastisite modülünü etkilemektedir [67]–[69].

Tablo 4.1. Literatürdeki çalışmalardaki ince bakır filmlerin kalınlıkları, elastisite modülleri ve özellikleri

Bakır film kalınlığı (µm)	Bakır film Elastisite Modülü (GPa)	Elektroliz kaplama ve ince film özellikleri
0,2	133	Elastisite modülü nano girinti yöntemi ile ölçülmüştür.
2	110	Odaklanmış İyon Işını görüntüsünde (FIB) tanecik boyutunun artması ile film kalınlığı ile arttığı görülmektedir [61].
3	123	Akım yoğunluğu 10 mA/cm ² dir.
12	99	Elektroliz süresi 10-40 dk arası
2,8	121	3 ve 12 mikron kalınlıklar için film yüzeyine dik ve paralel yönlerdeki elastik modülleri, nanoin girinti tekniği ile elde edilmiştir.
10,5	90	2,8 ve 10,5 mikron kalınlıktaki filmlerin elastisite modülleri mikro konsol giriş eğme testi ile teorik olarak hesaplanmıştır [70].
9.4	110.61±1.67	Elastisite modülünün ortalama değeri nanogirinti yöntemi ile elde edilmiştir [71].
0,9	154+5	Biriktirilmiş filmler genellikle belirgin <111>, <100> ve <110> lif bileşenlerine sahip dokulara ve ayrıca önemli bir rastgele yönlendirilmiş tanecik oranına sahiptir. Buradaki filmler için <111>-lif doku bileşenine bağlı olarak elastik modülleri sunulmuştur.
1,8	143+4	Bu filmlerin elastisite modülleri düzlem-gerinim şişkinlik testi aracılığıyla gerilim-gerinim eğrilerinden elde edilmiştir.
3.0	135+5	Bu bileşenin hacim fraksiyonu film kalınlığı azaldıkça artar [72].
7,32	66	Elastisite modülü ‘speckle interferometry’ yöntemi ile ölçülmüştür [73].
20	47	Her iki kalınlıktaki bakır filmler için ortalama tanecik boyutu 0,9 µm ‘ dir.
50	127	Elastik modülü dinamik visko elastisite testinden bulunmuştur [74].
12	85-95	12 mikron olan çekme testi için-tane boyutu geniş bir aralıkta değişir ve tane şekli de taneden taneye önemli ölçüde değişir.
35	92	Tane yönelimleri rastgeledir.
105	102	Ortalama tane boyutunun yaklaşık 0,6 µm olduğu bulunmuştur[65] .
15	72	
2,59	73-+24	Elastisite modülünün ortalama değeri mikro gerilim testi ile elde edilmiştir. Filmin tanecik boyutları yaklaşık 30-50 nm'lik bir ortalama çapla dar bir şekilde dağılmıştır [75].
20	75	Akım yoğunluğu: 50 mA/cm ² Sıcaklık 25 °C Elastisite modülü nano girinti tekniği ve sonlu eleman simülasyonu ile elde edilmiştir. Film elektro biriktirme işlemi sırasında yüzey aktif eklentilerin varlığından dolayı oldukça ince tanelidir (tane boyutu 20–80 nm'dir)[76] .
10	30	Akım yoğunluğu, 30 mA/cm ² Sıcaklık: 30 °C Fimin mikro yapısı, Ortalama tanecik boyutu 1—5 µm olan sütunlu taneciklerden oluşmaktadır. Elastisite modülü, gerilim-gerinim eğrisi çekme testi ile elde edilerek bulunmuştur [64].

Önerdiğimiz denklemle (denklem 2.19) frekans değerlerini elde edebilmek için kaplanan filmin elastisite modülünü bilinmesi gerekmektedir. Bu çalışmada kaplanan filmin mikro yapısını bilmediğimizden sadece literatürden edindiğimiz kalınlık değerlerinin elastisite modülleri dikkate alınmıştır. Yukarıdaki tabloda elektroliz yöntemi ile elde edilen filmlerin kalınlığı, özellikleri ve elastisite modülleri verilmiştir. Matematiksel hesaplamalarımızda literatürdeki elektroliz yöntemi ile oluşturulmuş bakır ince filmlerin kalınlıklarına bağlı olarak elde edilen elastisite modüllerinden yola çıkarak kendi film kalınlığımıza en yakın bakır film kalınlığının elastisite modülleri esas alınmıştır ve diğer değerler de değerlendirilmiştir. Burada dikkat edilmesi gereken husus denklemlerin homojen kaplama varsayımı altında geçerli olduğudur. Filmin homojenitesi kaplama koşullarından etkilenebilmektedir. Dolayısıyla bu çalışmada filmin homojenitesini sağlayabilmek adına farklı kaplama geometrileri de denenmiştir.

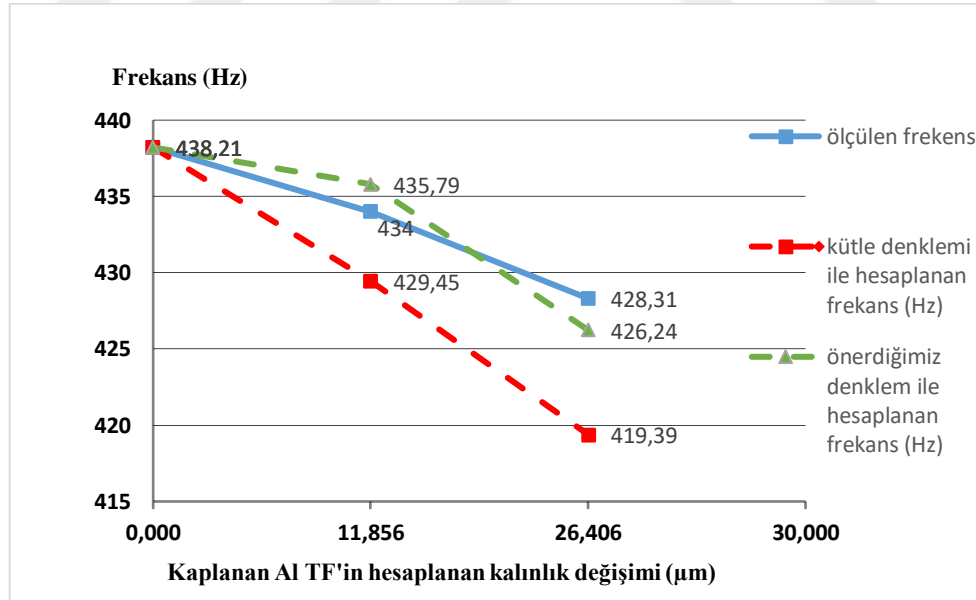
4.1.1. Bakır akort çatalından alüminyum akort çatalına bakır kaplama

Bu çalışmada bakırdan Al TF' e elektroliz ile bakır kaplama deneyleri yapılmıştır. Denklemlerle hesaplanan frekans değerleri homojen kaplama varsayımı altında geçerli olduğundan bu deneylerde homojen kaplama yapabilmek adına farklı kaplama geometrileri denenmiştir. Böylelikle ölçülen frekans değerleri ile hesaplanan frekans değerleri arasındaki uyuma bakılabilmekten kaplamanın kalitesi hakkında bilgi sahibi olunabilecektir. TF'ler pH'ı 2.2 olan doygun bakır sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) çözeltisinde anot bakır, katot Cu TF olacak şekilde akım verilmiştir. Bakır'dan Al TF' e bakır kaplama deneyleri kaplama geometrileri değiştirilerek 3 kez tekrarlanmıştır. Her deney setinde Al TF'ler üzerinde üst üste 2 kez kaplama yapılmıştır. Kaplanan TF'lerin frekans değerleri ise 'Spectrum Analyser' programı ile ölçülmüştür.

4.1.1.1. Akort çatallarının paralel konumlandırılmasıyla makro seviye elektrokimyasal kaplama

Tablo 4.2. Bakır TF' den Al TF'e bakır elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri

	Kaplanmamış	Kaplama 1	Kaplama 2
Ölçülen Al TF frekansı (Hz)	438,21	434,00	428,31
Ölçülen Al TF kütlesi (g)	5,34	5,56	5,83
Elektroliz süresi (dk)	-	36	75
Elektroliz boyunca verilen akım (A)	-	0,46	0,51
Al TF kalınlık değişimi (μm)	-	11,856	26,406
Kaplanan Al TF' in klasik kütle formülü ile hesaplanan frekans değeri	-	429,45	419,39
Önerdiğimiz formül ile hesaplanan frekans değeri-ifade doğru mu	-	435,79	426,24



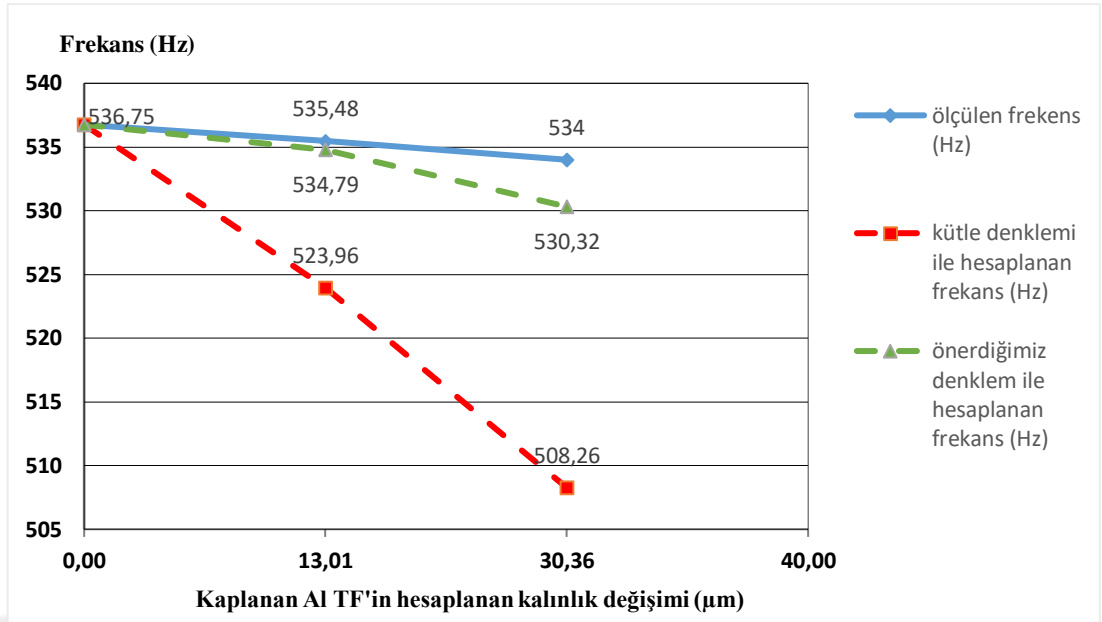
Şekil 4.1. Kaplanan Al TF' in kalınlık değişimine bağlı ölçülen, kütle ve elastisite modülünün katkısını içeren denklemlerle hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

Bu kaplama deneyinde Al TF üzerine elektroliz yöntemi ile üst üste 2 kez kaplama yapılmıştır. İlk kaplamada Al TF üzerinde 11,85 mikronluk, ikinci kaplamada ise 26,40 mikronluk bir bakır film kalınlığı elde edilmiştir. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan elastisite modülleri sırasıyla 61 ve 58 GPa'dır. Kaplanan TF' in önerdiğimiz denklemle frekansını hesaplayabilmek adına, tabloda görüldüğü üzere 11,85 mikron kaplama kalınlığına en yakın 12 mikron kalınlıktaki bakır filmin elastisite modülleri 85 ve 99 GPa iken ikinci kaplama kalınlığımız olan 26 mikronluk kaplama kalınlığına en yakın 20 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülleri 75 ve 47 GPa'dır. Bu durumda şekil 4.1'de hesaplanan frekans değerlerimizi ölçülen frekans değerlerine en çok yakınlaştıracak elastisite modülleri olarak ilk ve ikinci kaplama durumları için sırasıyla 85 ve 47 GPa değerleri esas alınmıştır. 99 ve 75 GPa değerleri için hesaplanan frekans değerleri giderek artmakta ve ölçülen frekans değerlerinden uzaklaşmaktadır. Literatürde yaygın kullanılan kütle denklemi ile önerdiğimiz denklem homojen kaplama varsayımı altında geçerlidir. Bu kaplama da Al TF' lerin uç kısımlarında gözle görülür şekilde bir şapkalaşma yani TF' in uç kısımlarında kaplanan diğer kısımlarına nazaran daha fazla bir kaplama olduğundan kaplamanın homojeniteden de uzak olduğu söylenebilir. Bu aşamada homojeniteyi sağlayabilmek ve kontrol edebilmek önemlidir.

4.1.1.2. Akort çatallarının çapraz konumlandırılması ile makro seviye elektrokimyasal kaplama

Tablo 4.3. Bakır TF' den Al TF' e bakır elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri

	Kaplanmamış	Kaplama 1	Kaplama 2
Ölçülen Al TF frekansı (Hz)	536,75	535,48	534
Ölçülen Al TF kütlesi (g)	4,86	5,1	5,42
Elektroliz süresi (dk)	-	31	68
Elektroliz boyunca verilen akım (A)	-	0,46	0,51
Al TF kalınlık değişimi (μm)	-	13,01	30,36
Kaplanan Al TF' in klasik kütle formülü ile hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	523,96	508,26
Al TF' in Önerdiğimiz formül ile hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	534,79	530,32



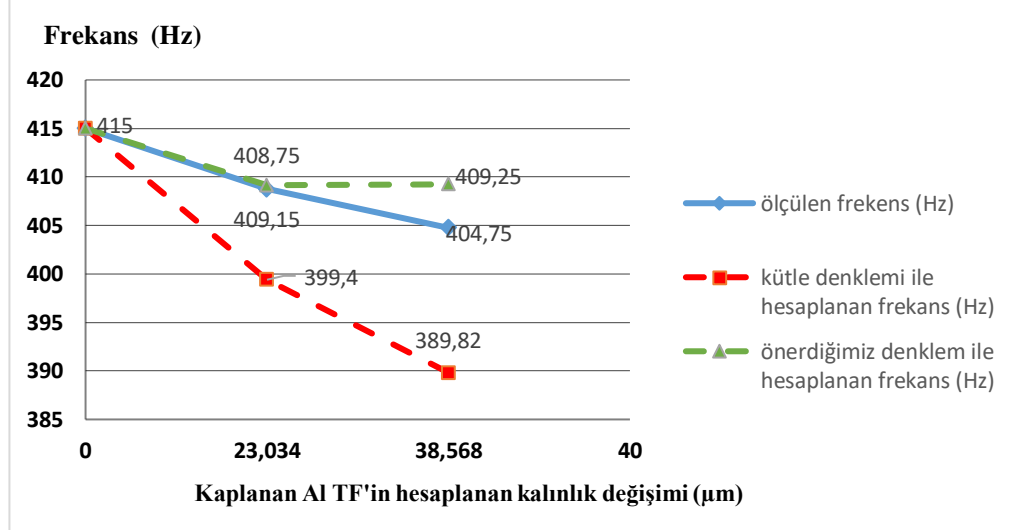
Şekil 4.2. Kaplanan Al TF' in kalınlık değişimine bağlı ölçülen, kütle ve elastisite modülünün katkısını içeren denklemlerle hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

Kaplanan TF' in frekans önerdiğimiz denklemle frekansını hesaplayabilmek adına, tabloda görüldüğü üzere 13,01 mikron kaplama kalınlığına en yakın 12 mikron kalınlıktaki bakır filmin elastisite modülleri 85 ile 95 ve 99 GPa iken ikinci kaplama kalınlığımız olan 30,36 mikronluk kaplama kalınlığına en yakın 35 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülü 92 GPa'dır. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan elastisite modülü ise her iki kaplama durumu için 105 GPa'dır. Bu durumda hesaplanan frekans değerlerimizi ölçülen frekans değerlerine en çok yakınlatacak elastisite modülleri olarak ilk ve ikinci kaplama durumları için sırasıyla 99 ve 92 GPa değerleri esas alınmıştır. İlk kaplama durumu için 85 veya 95 GPa değerleri için hesaplanan frekans değeri daha da düşmektedir. Görüldüğü üzere Al TF üzerinde kütle birikimi artıkça ölçülen ve hesaplanan frekans değerlerinde bir azalma gerçekleşmiştir. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans kayması değerleri ölçülen frekans kayması değerlerine çok yakınken kütle denklemi ile elde edilen değerler ölçülen değerlerden daha uzaktır. Bir önceki deneyle karşılaştırıldığında önerdiğimiz denklemle ölçülen değerler arasında daha yüksek bir uyum görülmektedir. Sebebini bu deneydeki kaplama geometrisine bağlı daha homojen bir kaplama gerçekleştirilmiş olduğuna dayandırmaktayız.

4.1.1.3. Silindirik konumlandırılmış anot içerisinde makro seviye elektrokimyasal kaplama

Tablo 4.4. Bakır TF' den Al TF'e bakır elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle ve kalınlık bilgileri

	Kaplanmamış	Kaplama 1	Kaplama 2
Ölçülen Al TF kütlesi (terazi-g)	5,4	5,83	6,12
Ölçülen Al frekans değeri (Hz)	415	408,75	404,75
Al TF'in ölçülen kütle değişimi (terazi-g)	-	0,43	0,72
Hesaplanan Al TF kalınlık değişimi (μm)	-	23,0346	38,5682
Kaplanan Al TF' in klasik kütle formülü ile hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	399,40	389,82
Kaplanan Al TF' in önerdiğimiz formül ile hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	409,15	409,25



Şekil 4.3. Kaplanan Al TF' in kalınlık değişimine bağlı ölçülen, kütle ve elastisite modülünün katkısını içeren denklemlerle hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

Kaplanan TF' in frekans önerdiğimiz denklemle frekansını hesaplayabilmek adına, tabloda görüldüğü üzere 23,03 mikron kaplama kalınlığına en yakın 20 mikron kalınlıktaki bakır filmin elastisite modülleri 47 ve 75 GPa iken ikinci kaplama

kalınlığımız olan 38,56 mikronluk kaplama kalınlığına en yakın 35 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülü 92 GPa'dır. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan elastisite modülleri ise sırasıyla 72 ve 68 GPa' dır. Bu durumda hesaplanan frekans değerlerimizi ölçülen frekans değerlerine en çok yakınlaştıracak elastisite modülleri olarak ilk ve ikinci kaplama durumları için sırasıyla 75 ve 92 GPa değerleri esas alınmıştır. İlk kaplama durumu için 47 GPa değerleri için hesaplanan frekans değerinin ölçülen değerden düşük olmaktadır.

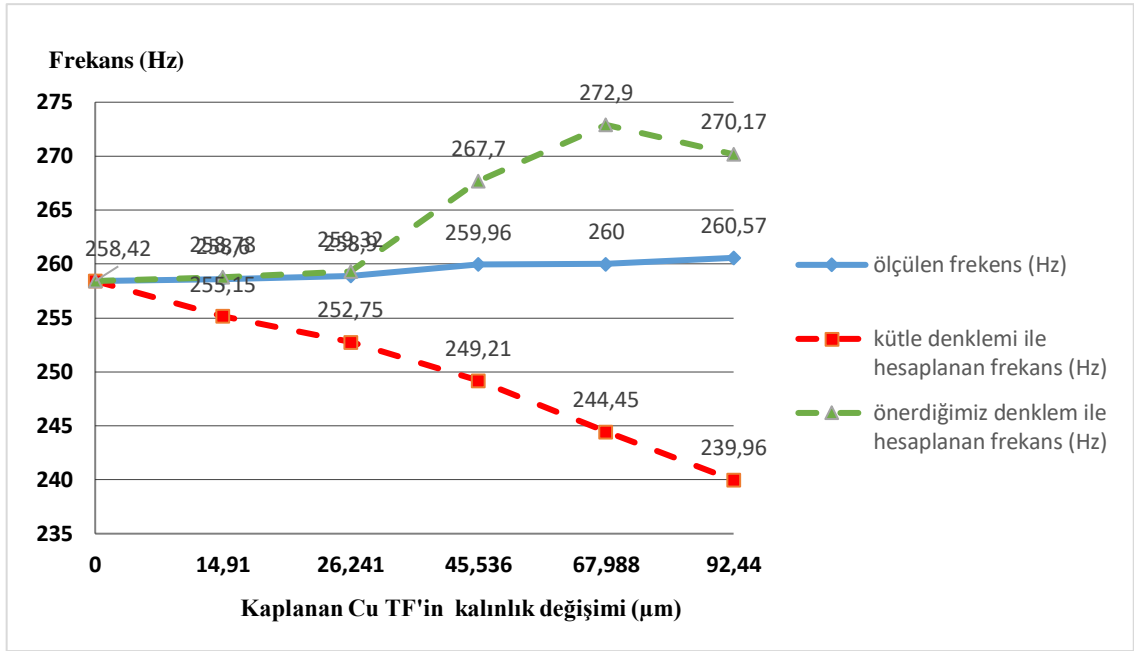
Al TF' e bakır kaplama deneylerinde 2.deneyden elde edilen sonuçlara baktığımızda filmin hesaplanan elastisite modüllerinin literatürdeki verilerle daha uyumlu olduğu görülmektedir. Ayrıca kaplama geometrisine bağlı olarak bu deneyde daha homojen bir kaplama elde edildiği düşünülmektedir.

4.1.2. Bakır akort çatalından bakır akort çatalına bakır kaplama: Paralel akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

Bu çalışmada bakırdan bakır TF' e elektroliz ile bakır kaplama deneyleri yapılmıştır. Burada birinci deney düzeneğinin geometrisi kullanılmıştır. TF' ler pH' ı 2.2 olan 200 ml doymuş bakır sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) çözeltisinde anot ve katot bakır TF olacak şekilde akım verilmiştir. TF' ler elektroliz sırasında bir bardak içerisinde birbirine paralel bir şekilde konumlandırılmıştır. Deney 2 defa tekrarlanmıştır. Her deney setinde Cu TF' ler üzerine 5 kez kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplanan TF' lerin frekans değerleri ise 'Spectrum Analyser' programı ile ölçülmüştür.

Tablo 4.5. Bakır TF' den Bakır TF' e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri

	Kaplanmamış	Kaplama 1	Kaplama 2	Kaplama 3	Kaplama 4	Kaplama5
Elektroliz ile kaplama süresi (dk)	-	33	63	102	162	222
Elektroliz akımı (A)	-	0,4	0,41	0,43	0,41	0,42
Kaplanan Cu TF kütlesi (terazi-g)	9,7	9,95	10,14	10,43	10,84	11,25
Kaplanan Cu TF frekansı (ölçülen-Hz)	258,42	258,6	258,9	259,96	260,0	260,57
Kaplanan Cu TF' in hesaplanan kalınlık değişimi (μm)	-	14,91	26,241	45,536	67,988	92,44
Kaplanan Cu TF' in klasik kütle formülü ile hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	255,15	252,75	249,21	244,45	239,96
Kaplanan Cu TF' in önerdiğimiz formül ile hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	258,78	259,32	267,7	272,9	270,17

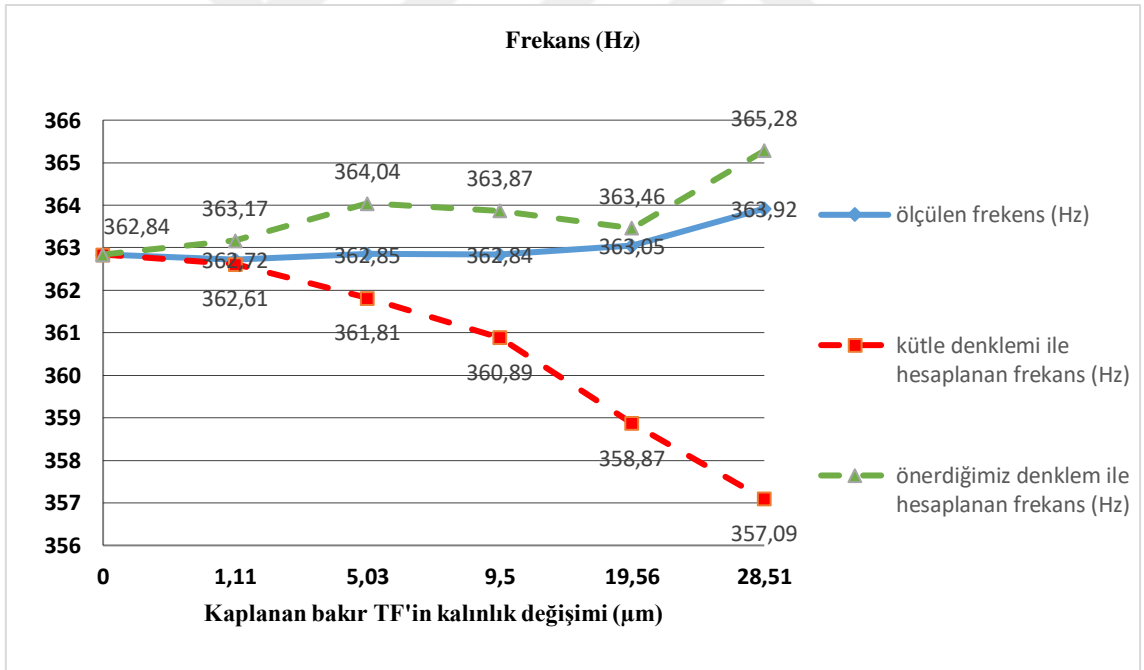


Şekil 4.4. Kaplanan Cu TF' in kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve kütle denklemi ile elastisite modülünün katkısını içeren önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması.

Kaplanan TF' in frekans önerdiğimiz denklemle frekansını hesaplayabilmek adına, tabloda görüldüğü üzere 14,9 mikron kaplama kalınlığına en yakın 15 mikron kalınlıktaki bakır filmin elastisite modülü 72 GPa iken ikinci kaplama kalınlığımız olan 26,24 mikronluk kaplama kalınlığına en yakın 20 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülü 75 ve 47 GPa , üçüncü kaplama kalınlığımız 45,53 mikrona en yakın 50 mikron için 127 GPa, dördüncü kaplam kalınlığımız 67 mikron için tablodaki 50 mikron kalınlık elastisite modülü 127 GPa ve son kaplama kalınlığımız 92 mikron için 105 mikron kalınlık elastisite modülü 102 GPa 'dır. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan elastisite modülleri sırasıyla 68, 70,75,72 ve 72 GPa' dır. Bu durumda hesaplanan frekans değerlerimizi ölçülen frekans değerlerine en çok yakınlaştıracak elastisite modülleri olarak ilk kaplamadan son kaplamaya doğru sırasıyla 72, 75, 127, 127 ve 102 GPa olarak alınmıştır. Bu değerlere bağlı olarak ölçülen frekans değerlerinin hem kütle hem de önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerinden çok uzak olduğu görülmektedir. İkinci kaplama durumu için 47 GPa değerleri için hesaplanan frekans değeri ölçülen değerden daha düşük olmaktadır.

Tablo 4.6. Bakır TF’ den Bakır TF’ e bakır elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri

	Kaplanmamış	Kaplama 1	Kaplama 2	Kaplama 3	Kaplama 4	Kaplama 5
Kaplanan Cu TF kütle ölçümü (g)	15,72	15,74	15,81	15,89	16,07	16,23
Elektroliz boyunca verilen akım (A)	-	0,34	0,34	0,34	0,34	0,34
Elektroliz süresi (dk)	-	5	20	29	59	89
Kaplanan Cu TF kütle değişimi (g)	-	0,02	0,09	0,17	0,35	0,51
Kaplanan Cu TF kalınlık değişimi (µm)	-	1,11	5,03	9,50	19,56	28,51
Kaplanan Cu TF ölçülen frekansı (Hz)	362,84	362,72	362,85	362,84	363,05	363,92
Kaplanan Cu TF klasik kütle formülü ile hesaplanan frekans (Hz)	-	362,61	361,81	360,89	358,87	357,09
Kaplanan Cu TF önerdiğimiz formül ile hesaplanan frekans (Hz)	-	363,17	364,04	363,87	363,46	365,28



Şekil 4.5. Kaplanan Cu TF’ in kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve kütle denklemi ile elastisite modülünün katkısını içeren önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması.

Kaplanan TF’ in frekans önerdiğimiz denklemle frekansını hesaplayabilmek adına, tabloda görüldüğü üzere 1,11 mikron kaplama kalınlığına en yakın 0,9 mikron

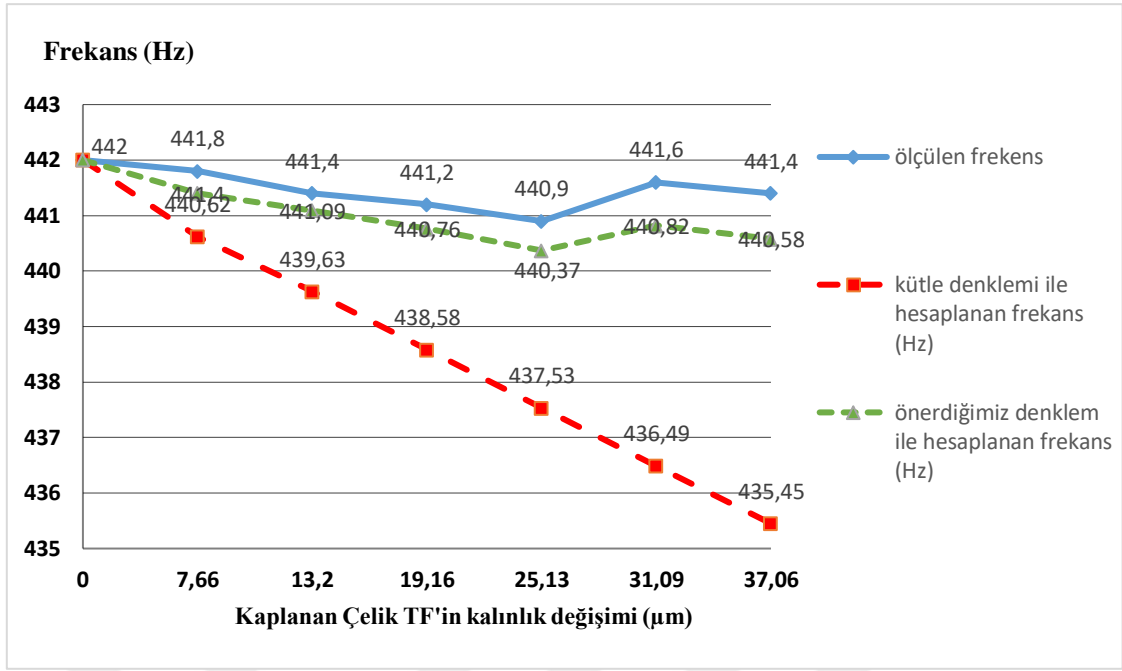
kalınlıktaki bakır filmin elastisite modülü 159 GPa iken ikinci kaplama kalınlığımız olan 5,03 mikronluk kaplama kalınlığına en yakın 3 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülü 140 GPa, üçüncü kaplama kalınlığımız 9,5 mikrona en yakın 10 mikron için 30 GPa, dördüncü kaplama kalınlığımız 12 mikron için tablodaki 12 mikron kalınlık elastisite modülü 99 GPa, beşinci kaplama kalınlığımız 19,56 mikron için en yakın 20 mikron kalınlık elastisite modülü 75 GPa altıncı kaplama kalınlığı 28,51 mikrona en yakın 35 mikron için 92 GPa'dır. Bu değerlere bağlı olarak ölçülen frekans değerlerinin hem kütle hem de önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerinden uzak olduğu görülmektedir. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan elastisite modülleri sırasıyla 162, 161, 160, 158 ve 157 GPa'dır.

Önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerleri ile ölçülen frekans değerleri arasındaki uyum açısından bakır TF' e bakır kaplama sonuçları Al TF 'e bakır kaplama sonuçları ile karşılaştırıldığında bakır TF' e bakır kaplama sonuçlarında önerdiğimiz denklemle hesaplanan fekansın ölçülen frekans değerlerine daha uzak olduğu görülmektedir.

4.1.3. Bakırdan çelik akort çatalına bakır kaplama: Paralel akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

Tablo 4.7. Bakırdan Çelik TF' e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım, kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri

	Kaplanmamış	Kaplama 1	Kaplama 2	Kaplama 3	Kaplama 4	Kaplama 5	Kaplama 6
Ölçülen çelik TF frekansı (Hz)	442	441,8	441,4	441,2	440,9	441,6	441,4
Ölçülen Çelik TF kütlesi (g)	28,72	28,90	29,03	29,17	29,31	29,45	29,59
Elektroliz süresi (dk)	-	165	330	495	660	825	990
Elektroliz boyunca verilen akım (A)	-	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
Çelik TF kalınlık değişimi (µm)	-	7,66	13,20	19,16	25,13	31,09	37,06
Kaplanan Çelik TF' in klasik kütle formülü ile hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	440,62	439,63	438,58	437,53	436,49	435,45
Çelik TF' in Önerdiğimiz formül ile hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	441,40	441,09	440,76	440,37	440,82	440,58



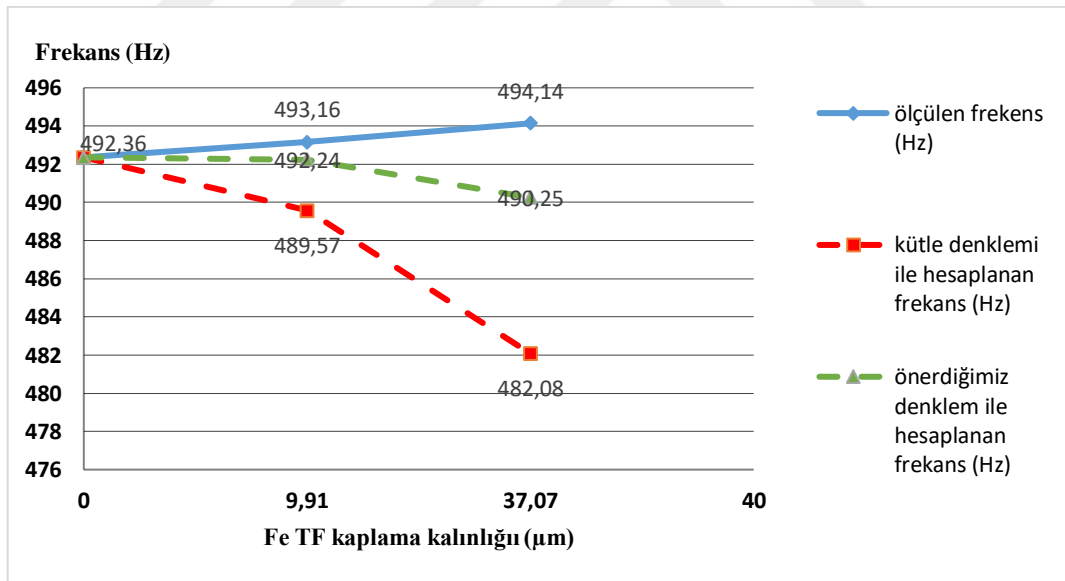
Şekil 4.6.Çelik TF' e elektroliz yolu ile bakır kaplanması sonucu TF üzerindeki kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

Kaplanan TF' in frekans önerdiğimiz denklemle frekansını hesaplayabilmek adına, tabloda görüldüğü üzere önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerini ölçülen frekans değerlerine en yakınlaştıracak elastisite modülleri 7,66 mikron kaplama kalınlığına en yakın 7,32 mikron kalınlıktaki bakır filmin elastisite modülü 66 GPa iken ikinci kaplama kalınlığımız olan 13,20 mikronluk kaplama kalınlığına en yakın 15 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülü 72 GPa , üçüncü kaplama kalınlığımız 19,16 mikrona en yakın 20 mikron için 75 GPa, dördüncü kaplama kalınlığımız 25,13 mikron için tablodaki 20 mikron kalınlık elastisite modülü 75 GPa, beşinci kaplama kalınlığımız 31,09 mikron için en yakın 35 mikron kalınlık elastisite modülü 92 GPa altıncı kaplama kalınlığı 37,06 mikrona en yakın 35 mikron için 92 GPa' dır. Bu değerlere bağlı olarak ölçülen frekans değerlerinin hem kütle hem de önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerine yakın olduğu görülmektedir. Literatürdeki diğer değerleri kabul ettiğimizde hesaplanan değerlerim biraz daha düştüğü görülmektedir. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan elastisite modülleri sırasıyla 99, 87, 89, 87, 107 ve 105 GPa'dır.

4.1.4. Bakır akort çatalından demir akort çatalına bakır kaplama: Çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

Tablo 4.8. Bakır TF' den demir TF' e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım, kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri

	Kaplanmamış	Kaplama 1	Kaplama 2
Fe TF ölçülen kütlesi (g)	14,85	15,02	15,49
Ölçülen Fe TF frekansı (Hz)	492,36	493,16	494,14
Fe TF kütle değişimi (g)	-	0,17	0,64
Fe TF kalınlık değişimi (µm)	-	9,91	37,07
Kütle formülü ile hesaplanan frekans (Hz)	-	489,57	482,08
Önerdiğimiz formül ile hesaplanan frekans (Hz)	-	492,24	490,25



Şekil 4.7. Bakır TF' den demir TF' e elektroliz yolu ile bakır kaplanması sonucu TF üzerindeki kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

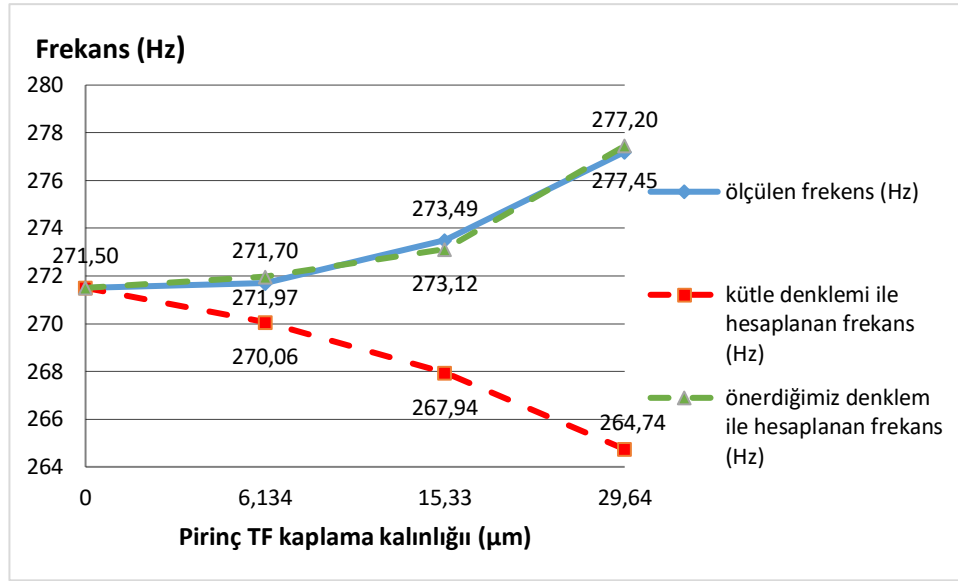
Bu kaplama deneyinde demir TF üzerine elektroliz yöntemi ile üst üste 2 kez kaplama yapılmıştır. İlk kaplamada demir TF üzerinde 9,91 mikronluk, ikinci kaplamada

ise 37,07 mikronluk bir bakır film kalınlığı elde edilmiştir. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan elastisite modülleri sırasıyla 147 ve 134 GPa'dır. Kaplanan TF' in önerdiğimiz denklemle frekansını hesaplayabilmek adına, tabloda görüldüğü üzere 9,91 mikron kaplama kalınlığına en yakın 9,4 mikron kalınlıktaki bakır filmin elastisite modülü 110 GPa iken ikinci kaplama kalınlığımız olan 37,07 mikronluk kaplama kalınlığına en yakın 35 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülü 92 GPa'dır. Literatürdeki bu değerler için ölçülen ve önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerinin uyumu grafikte görülmektedir.

4.1.5. Bakır akort çatalından pirinç akort çatalına bakır kaplama: Çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

Tablo 4.9. Bakır TF'den pirinç TF' e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım, kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri

	Kaplanmamış	Kaplama 1	Kaplama 2	Kaplama 3
Pirinç TF ölçülen kütlesi (g)	5,61	5,67	5,76	5,90
Ölçülen Pirinç TF frekansı (Hz)	271,5	271,70	273,49	277,20
Pirinç TF kütle değişimi (g)	-	0,06	0,15	0,29
Pirinç TF kalınlık değişimi (µm)	-	6,134	15,33	29,64
Kütle formülü ile hesaplanan frekans (Hz)	-	270,06	267,94	264,74
Önerdiğimiz formül ile hesaplanan frekans (Hz)	-	271,97	273,12	277,45



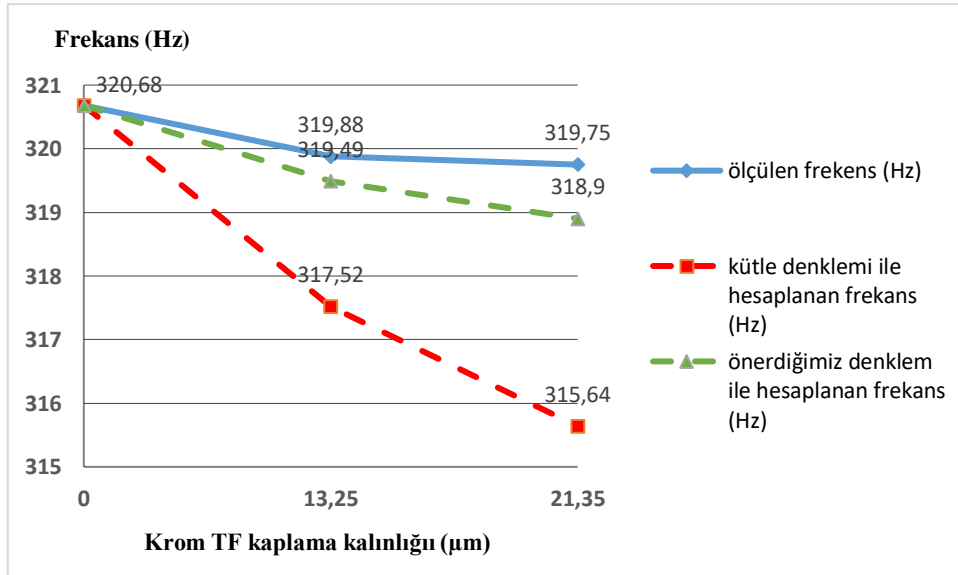
Şekil 4.8. Bakır TF’ den pirinç TF’ e elektroliz yolu ile bakır kaplanması sonucu TF üzerindeki kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

Bu kaplama deneyinde pirinç TF üzerine elektroliz yöntemi ile üst üste 3 kez kaplama yapılmıştır. İlk kaplamada pirinç TF üzerinde 6,13 mikron, ikinci kaplamada 15,33 mikron ve üçüncü kaplamada 29,64 mikron bir bakır film kalınlığı elde edilmiştir. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan elastisite modülleri sırasıyla 56, 77 ve 91 GPa’dır. Kaplanan TF’ in önerdiğimiz denklemle frekansını hesaplayabilmek adına, tabloda görüldüğü üzere 6,13 mikron kaplama kalınlığına en yakın 7,32 mikron kalınlıktaki bakır filmin elastisite modülü 66 GPa iken ikinci kaplama kalınlığımız olan 15,33 mikronluk kaplama kalınlığına en yakın 15 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülü 72 GPa ve 29,64 mikron kaplama kalınlığına en yakın 35 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülü 92 GPa’dır. Literatürdeki bu değerler için ölçülen ve önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerinin yüksek uyum içinde olduğu görülmektedir.

4.1.6. Bakır akort çatalından krom akort çatalına bakır kaplama: Çapraz akort çatalı konumlandırılmış makro seviye elektrokimyasal kaplama

Tablo 4.10. Bakır TF’ den krom TF’ e elektroliz ile bakır kaplama sonucu ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri, kütle, akım, kaplama süreleri ve kalınlık bilgileri

	Kaplanmamış	Kaplama 1	Kaplama 2
Krom TF ölçülen kütle (g)	9	9,18	9,29
Ölçülen Krom TF frekansı (Hz)	320,68	319,88	319,75
Krom TF kütle değişimi (g)	-	0,18	0,29
Krom TF kalınlık değişimi (μm)	-	13,25	21,35
Kütle formülü ile hesaplanan frekans (Hz)	-	317,52	315,64
Önerdiğimiz formül ile hesaplanan frekans (Hz)	-	319,49	318,90



Şekil 4.9. Bakır TF’ den krom TF’ e elektroliz yolu ile bakır kaplanması sonucu TF üzerindeki kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

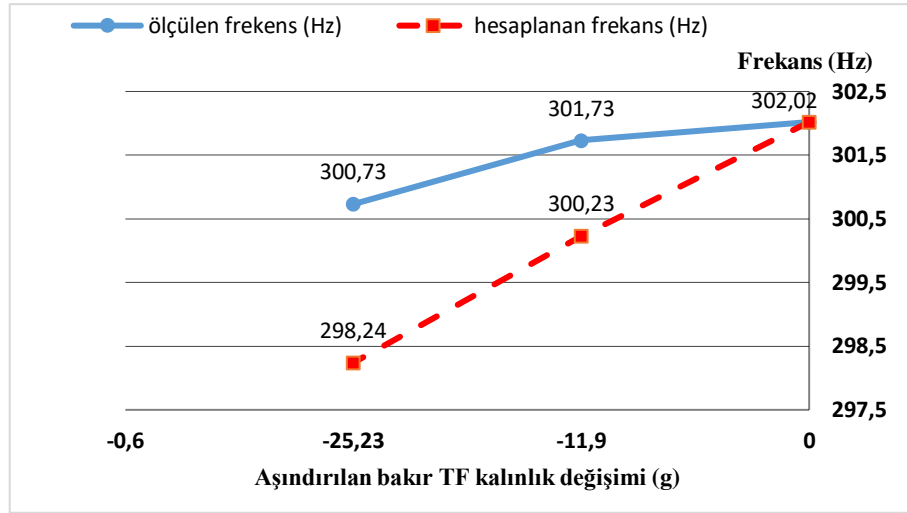
Bu kaplama deneyinde krom TF üzerine elektroliz yöntemi ile üst üste 2 kez kaplama yapılmıştır. İlk kaplamada demir TF üzerinde 13,25 mikronluk, ikinci kaplamada ise 21,35 mikronluk bir bakır film kalınlığı elde edilmiştir. Önerdiğimiz denklemle hesaplanan elastisite modülleri sırasıyla 85 ve 93 GPa'dır. Kaplanan TF' in önerdiğimiz denklemle frekansını hesaplayabilmek adına, tabloda görüldüğü üzere 13,25 mikron kaplama kalınlığına en yakın 15 mikron kalınlıktaki bakır filmin elastisite modülü 72 GPa iken ikinci kaplama kalınlığımız olan 21,35 mikronluk kaplama kalınlığına en yakın 20 mikron kalınlıktaki filmin elastisite modülü 75 GPa'dır. Literatürdeki bu değerler için ölçülen ve önerdiğimiz denklemle hesaplanan frekans değerlerinin uyumu grafikte görülmektedir. Tabloda belirtilen literatürdeki çalışmalarda akım yoğunluğu 10-50 mA/cm² arasında değişmektedir. Yapılan çalışmalarda ortalama akım yoğunluğu genel olarak 16,5 mA/cm² 'dir.

4.2. Büyük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Aşındırma: Diyapozon, Elektroliz

Bu çalışmada bakır TF' ler ph' sı 2.2 olan doygun bakır sülfat çözeltisi içerisinde belli sürelerde ve elektrolitlerin deney düzeneğinde farklı konumlandırılması ile ters elektroliz yöntemi ile aşındırılarak ölçülen ve hesaplanan frekans değerleri karşılaştırılmıştır.

Tablo 4.11. Paralel konumlandırılmış deney geometrisinde bakır akort çatalının kütle, akım, elektroliz süresi ve kalınlık bilgileri

	Aşındırılmamış	Aşındırma 1	Aşındırma 2
Ölçülen Cu TF frekansı (Hz)	302,02	301,73	300,73
Aşındırılan Cu TF' in hesaplanan frekans değeri	-	300,23	298,24
Ölçülen Cu TF kütlesi (g)	18,87	18,64	18,38
Elektroliz süresi (dk)	-	36	75
Elektroliz boyunca verilen akım (A)	-	0,46	0,51
Cu TF kalınlık değişimi (µm)	-	-11,9	-25,33

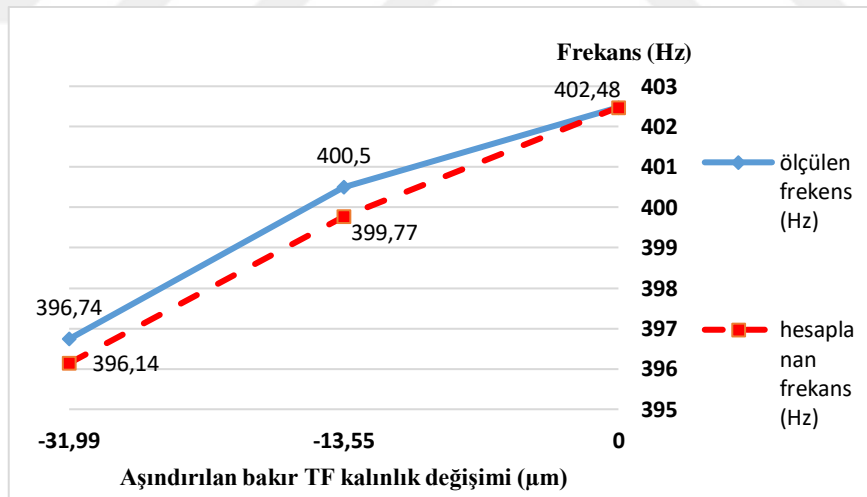


Şekil 4.10. Paralel konumlandırılmış deney geometrisinde bakır TF' in kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

Burada materyal ve metotta belirtilen 1.deney düzeneği kullanılarak aşındırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Görüldüğü üzere aşındırmayla frekans değerlerinde bir düşüş gerçekleşmiştir. TF' in rezonans frekans formülüne göre, (denklem 2.17) aşındırılma ile kütleye bağlı olarak TF' in yarıçapında meydana gelen azalma rezonans frekansını düşürmektedir. Çünkü denklem 2.17' ye göre TF' in aşındırılması esnasında E (elastisite modülü), L (TF' in uzunluğu) ve ρ (TF' in özkütlesi) sabit kalmakta ve r (TF' in yarıçapı) azalmaktadır. r'nin azalmasına bağlı olarak da frekans azalmaktadır. Ölçülen ve hesaplanan frekans değerlerinin birbirine uzak olmasının homojen bir aşındırma gerçekleşmemesine dayandırmaktayız.

Tablo 4.12. Çapraz konumlandırılmış deney geometrisinde bakır diyapozonun kütle, akım, elektroliz süresi ve kalınlık bilgileri

	Aşındırılmamış	Aşındırma 1	Aşındırma 2
Ölçülen Cu TF frekansı (Hz)	402,48	400,5	396,74
Aşındırılan Cu TF' in hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	399,77	396,14
Ölçülen Cu TF kütlesi (g)	16,46	16,21	15,87
Elektroliz süresi (dk)	-	31	68
Elektroliz boyunca verilen akım (A)	-	0,46	0,51
Cu TF kalınlık değişimi (μm)	-	-13,55	-31,99



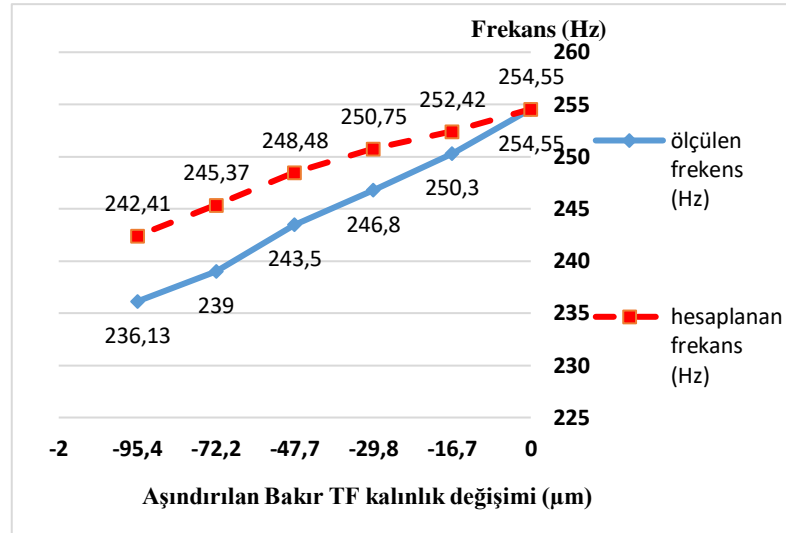
Şekil 4.11. Çapraz konumlandırılmış deney geometrisinde aşındırılan bakır TF' in kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

Burada materyal ve metotta belirtilen 2.deney düzeneği kullanılarak aşındırma işlemi gerçekleştirilmiştir. TF' in aşındırılmasıyla kütesinin azalmasına bağlı yarıçapı da küçülmektedir. Hesaplanan frekans kayması TF' in yarıçapı ile doğru orantılı olarak

azaldığından hesaplanan frekans değerinde de azalma meydana gelmektedir. Görüldüğü üzere, hem hesaplanan hem de ölçülen frekans kayması değerlerinde azalmalar meydana gelmektedir. Fakat bir önceki aşındırma deney sonuçları ile kıyaslayacak olursak buradaki hesaplanan ve ölçülen değerler birbirine daha yakındır. Bu deneyde birinci deneye göre daha homojen bir kaplama elde ettiğimizi düşündüğümüzden aşındırma da daha homojen gerçekleşmiştir. Denklemler homojen kaplama veya homojen aşındırma varsayımı altında geçerli olduğundan bu deneydeki hem kaplama hem de aşındırmaya ölçülen ve hesaplanan frekans kaymalarının uyumunun bir önceki deneyden elde edilen uyuma göre daha yüksek olması beklendik bir sonuç olacaktır.

Tablo 4.13. Silindirik konumlandırılmış deney geometrisinde aşındırılan bakır diyapozonun kütle, akım, elektroliz süresi ve kalınlık bilgileri

	Aşındırılmamış	Aşındırma1	Aşındırma2	Aşındırma3	Aşındırma4	Aşındırma5
Aşındırılan Cu TF frekansı (ölçülen-Hz)	254,55	250,30	246,8	243,5	239,0	236,13
Aşındırılan Cu TF' in hesaplanan frekans değeri (Hz)	-	252,42	250,75	248,48	245,37	242,41
Elektroliz ile kaplama süresi (dk)	-	33	63	102	162	222
Elektroliz akımı (A)	-	0,4	0,41	0,43	0,41	0,42
Aşındırılan Cu TF kütlesi (terazi g)	9,76	9,48	9,26	8,96	8,55	8,16
Aşındırılan Cu TF' in hesaplanan kalınlık değişimi (µm)	-	-16,7	-29,8	-47,7	-72,2	-95,4



Şekil 4.12. Silindirik konumlandırılmış deney geometrisinde aşındırılan bakır TF' in kalınlık değişimine bağlı ölçülen ve hesaplanan frekans değerlerinin karşılaştırılması

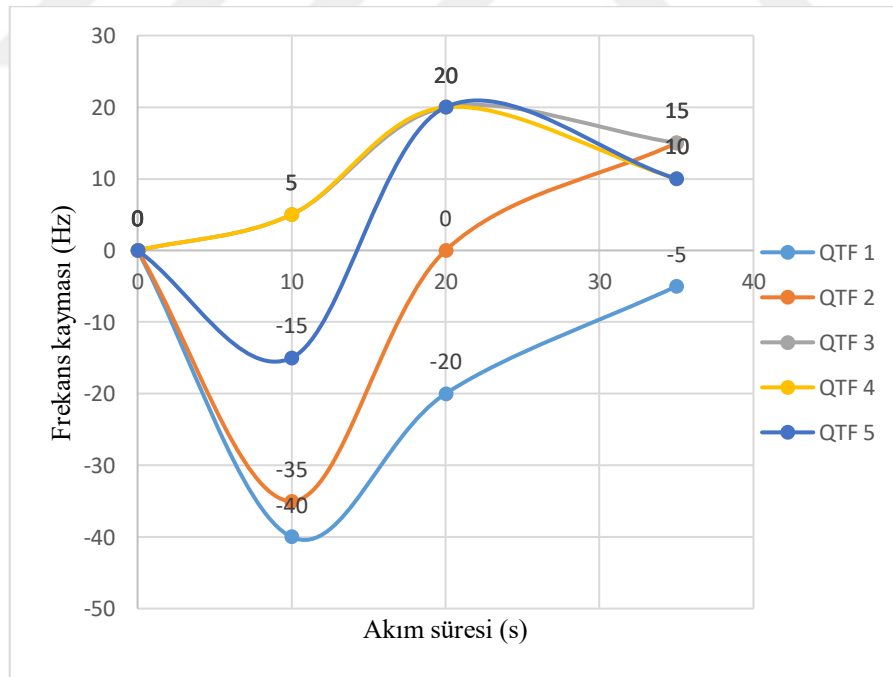
Bu çalışmada materyal ve metotta belirtilen üçüncü deney düzeneği kullanılarak aşındırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Burada da hesaplanan ve ölçülen frekans değerlerinde düşüşler meydana gelmiştir. TF' in aşındırılmasıyla yarıçapındaki düşüşe bağlı olarak denklem 2.17' ye göre hesaplanan frekanslarda düşüşler gerçekleşmiştir. Fakat homojen bir şekilde aşındırma gerçekleşmesiyle ölçülen frekans değerlerinin hesaplanan frekans değerleri ile daha uyumlu olacağını düşünmekteyiz.

4.3. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 1: Kuvars Akort Çatalı, Elektroliz

Bu çalışmada 5 adet QTF sensörü ph ' sı 4.7 olan 0,05 Molar asetat tamponu içerisinde belli akım değerlerinde ve sürelerinde elektroliz yolu ile katman katman bakır kaplanmıştır ve frekans değerleri ölçülmüştür. Bu çalışma 2 defa tekrarlanmıştır. QTF yüzeylerinde bakır birikiminin sağlanabilmesi için nA (nano amper) akım kaynağı devresi kullanılmıştır.

Tablo 4.14. Birinci deney setinde 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde ayrı ayrı kaplanan 5 tane QTF' in her kaplama sonrası frekans değerleri

Frekans (Hz)	QTF 1	QTF 2	QTF 3	QTF 4	QTF 5
Kaplanmamış	32760	32765	32760	32760	32760
1.kaplama sonrası (Kaplama koşulları: 10 nA akım ve 10 s süre)	32720	32730	32765	32765	32745
2.kaplama sonrası (Kaplama koşulları: 10 nA akım ve 10 s süre)	32740	32765	32780	32780	32780
3.kaplama sonrası (Kaplama koşulları: 40 nA akım ve 15 s süre)	32755	32780	32775	32770	32770

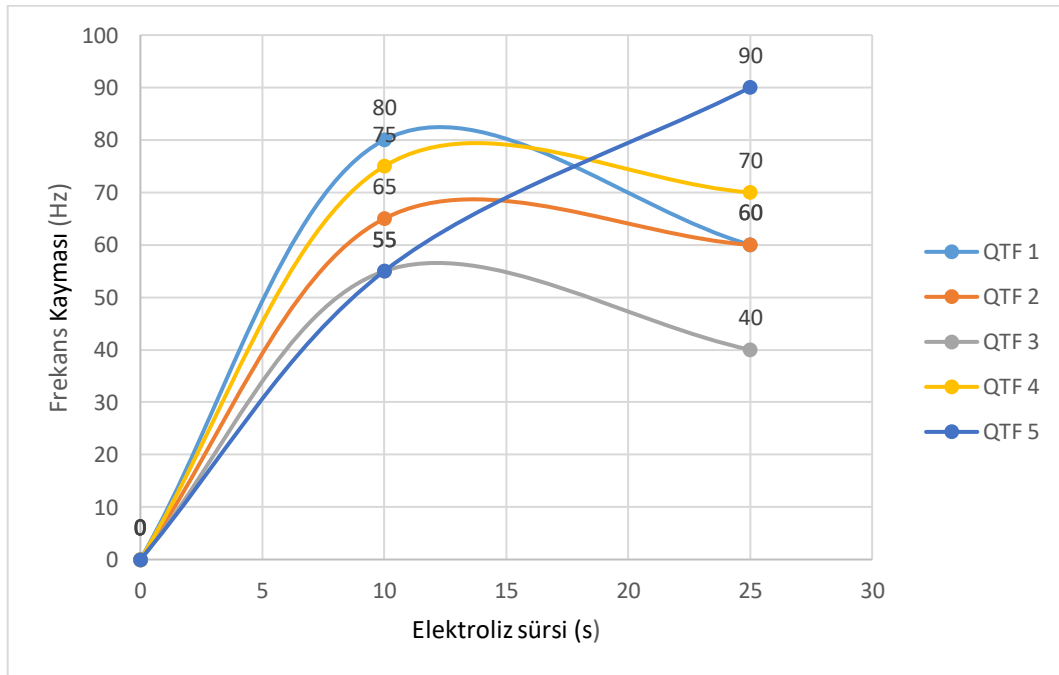


Şekil 4.13. Birinci deney seti için 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde ayrı ayrı kaplanan 5 tane QTF' in her kaplama süresi sonrası frekans kaymalarının gösterimi

Frekans farkları her kaplamadan sonra kaplanmış QTF' lerin frekanslarından kaplanmamış QTF' lerin frekansları çıkarılarak elde edilmiştir.

Tablo 4.15. İkinci deney setinde 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde ayrı ayrı kaplanan 5 tane QTF' in her kaplama sonrası frekans değerleri

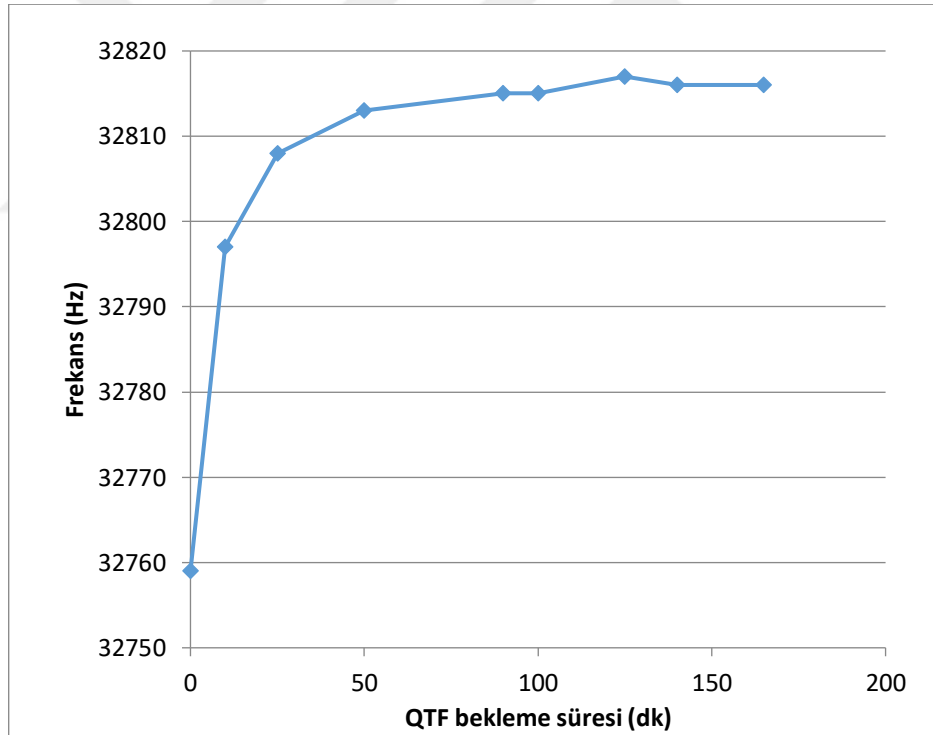
Frekans (Hz)	QTF 1	QTF 2	QTF 3	QTF 4	QTF 5
Kaplanmamış	32755	32760	32760	32760	32760
1.kaplama sonrası (Kaplama koşulları: 10 nA akım ve 10 s süre)	32835	32825	32815	32835	32815
2.kaplama sonrası (Kaplama koşulları: 10 nA akım ve 15 s süre)	32815	32820	32800	32830	32850



Şekil 4.14. İkinci deney seti için 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde ayrı ayrı kaplanan 5 tane QTF' in her kaplama süresi sonrası frekans kaymalarının gösterimi

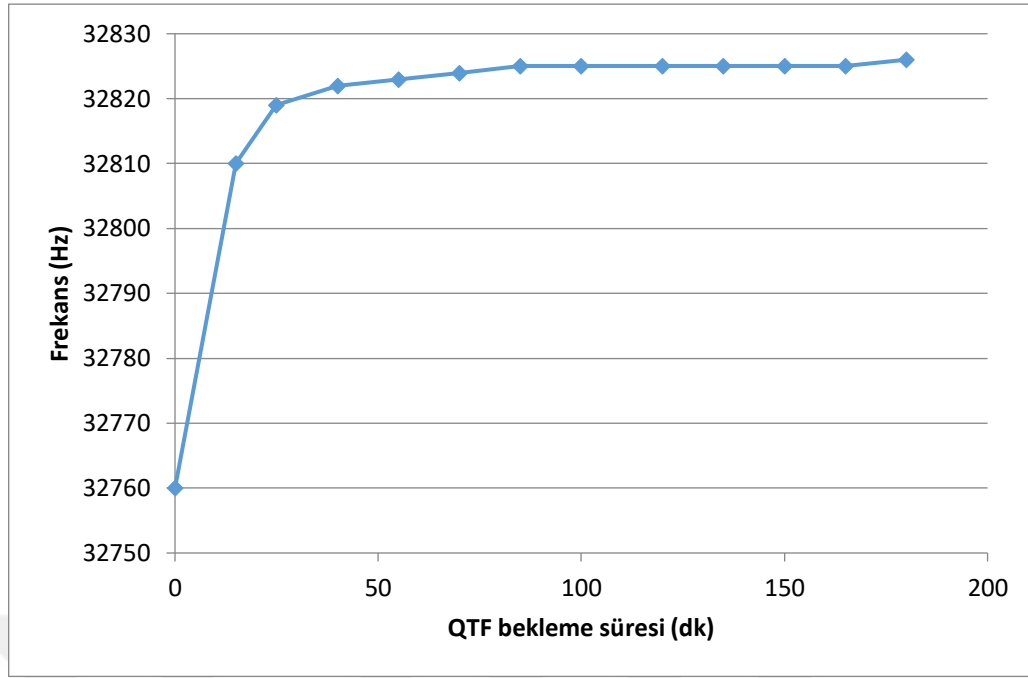
Frekans kaymaları her kaplamadan sonra kaplanmış QTF' lerin frekanslarından kaplanmamış QTF' lerin frekansları çıkarılarak elde edilmiştir. Birinci deney setinde kaplama durumuna bağlı genel olarak frekanslarda önce düşüş sonrasında bir artış yaşanırken, ikinci deney setinde tam tersi gözlemlenmiştir. Birinci deney setinde QTF' lerin kuruma sürelerinin birbirine yakın olup olmadığı kontrol edilmezken deney 2 de her ne kadar ölçülme de yakın kuruma sürelerinde veri alma tecrübe edilmiş olabilir. Bu deneylerde katman katman kaplamalar yapılmıştır.

Daha sonrasında QTF sensörü ph ' sı 4.7 olan 0,05 Molar asetat tamponu içerisinde 3 s boyunca askımsız bir şekilde kaplanmış daha sonra başka bir QTF sensörü 30 sn boyunca 10 nA akım ile elektroliz yolu ile bakır kaplanmıştır. QTF yüzeylerinde bakır birikiminin sağlanabilmesi için nA (nano amper) akım kaynağı devresi kullanılmıştır. Burada QTF' lerin frekans ölçümü sensörün kuruma süresine bağlı olarak ölçülmüştür.



Şekil 4.15. QTF 1 için 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisine 3 s akımsız daldırılan bir QTF' in belli sürelerde kuruma süresine bağlı frekans değerleri

Bu çalışmada QTF' lerin frekansı 50. dk 'ya kadar bir artış göstermiş ve bu süreden sonra stabil hale gelmeye başlamıştır.



Şekil 4.16. QTF 2 için 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde 30 s boyunca 10 nA akımla elektroliz yoluyla kaplanmış QTF' in 15 dk aralıklarla kuruma süresine bağlı frekans değerleri

Bu çalışmada QTF' lerin frekansı 40. dk 'ya kadar bir artış göstermiş ve bu süreden sonra stabil hale gelmeye başlamıştır.

Tablo 4.16. 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde akımsız kaplanan (QTF 1) ve 30 s boyunca 10 nA akımla elektroliz yoluyla kaplanan (QTF 2) QTF' lerin ortak kuruma sürelerine bağlı frekans değerleri

QTF' lerin kuruma süreleri (dk)	QTF 1 frekansı-Hz (3 s akımsız kaplanan-Fiziksel adsorpsiyon)	QTF 2 frekansı-Hz (30 sn 10 nA akım ile elektro kimyasal kaplama)
Kaplanmamış	32759	32760
25. dk ' daki frekans	32808	32819
100. dk ' daki frekans	32815	32825
180. dk' daki frekans	32817	32826

QTF 1 ve 2 ' de QTF ' lerin kuruma süresi arttıkça yani sensör yüzeyindeki nem miktarı azaldıkça yüzey kaplaması daha da rijitleşmiş ve kararlı hale gelmiş ve buna

bağlı olarak da elastik modülü artmış bu sebeple de ölçülen frekans değerleri artmış olabilir.

Tablo 4.17. 0,05 M ph: 4,7 bakır sülfat çözeltisinde akımsız kaplanan (QTF 1) ve 30 s boyunca 10 nA akımla elektroliz yoluyla kaplanan (QTF 2) QTF’ lerin ortak kuruma sürelerine bağlı aralarındaki frekans kaymaları

QTF’ lerin kuruma süreleri (dk)	Fiziksel adsorpsiyon QTF 1	Elektrokimyasal kaplama QTF 2	QTF1 VE QTF2 frekans farkı (Hz)
25	+ 49	+ 59	+10
100	+ 56	+ 65	+9
180	+ 58	+ 66	+8

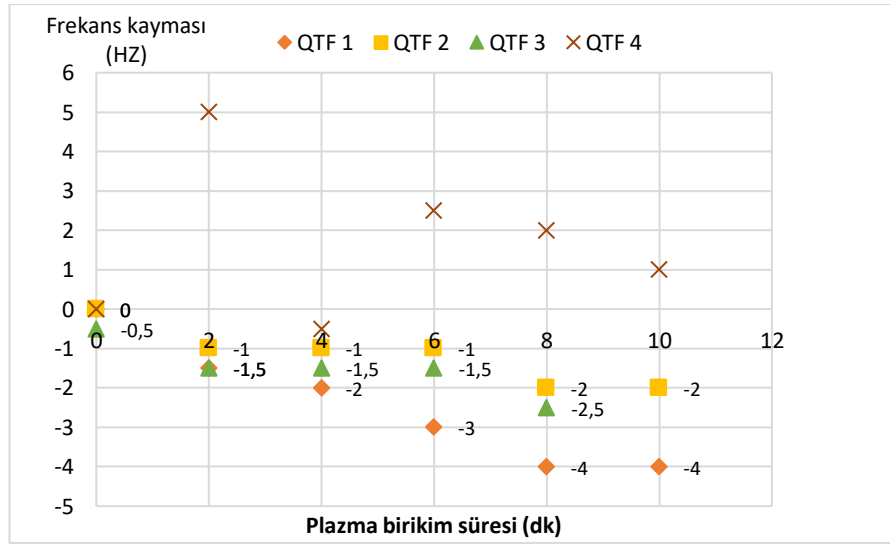
Frekans kaymaları kaplanan QTF’ lerin frekans değerlerinden kaplanmayan QTF’ lerin frekansları çıkarılarak bulunmuştur. QTF1 VE QTF 2 arasındaki frekans farkı ise her ortak kuruma süresi için akımla kaplanan QTF2’ nin frekans farkından QTF1 ‘in frekans farkı çıkarılarak elde edilmiştir.

QTF’ in kaplama solüsyonuna daldırılıp çıkarılmasıyla bile fiziksel adsorpsiyon gerçekleşmiş olabilir. Yani sensörün yüzey enerjisine bağlı olarak çözeltideki iyonların sensör yüzeyine göç etmesinden bile frekans değerlerinde değişim olabilir. Burada elektrokimyasal deney düzeneğinde kaplanan QTF’ in asıl frekans kaymasının akımla kaplanan QTF’ in frekans kaymasından akımsız kaplanan frekans kaymasının farkı olabileceği düşünülmektedir. Çünkü daldırıp çıkarma işleminde fiziksel kuvvetlerin etkisi var iken akım verdiğimiz durumda elektrokimyasal kaplama işlemi gerçekleşmektedir. Dolayısıyla her iki QTF ‘ in 25. Kuruma dakikasındaki frekans değerlerine bakacak olursak QTF2’ nin elektrokimyasal kaplama işleminde frekansının 10 Hz arttığı görülmektedir.

4.4. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Kaplama 2: Kuvars Akort Çatalı, Plazma Polimerizasyon

Bu çalışmada QTF’ ler plazma polimerizasyonu ile katman katman kaplanmıştır. Kaplama malzemesi olarak 11-MUDA kimyasalı kullanılmıştır. Cihaz içerisine şekil 2 ve 3 ‘de görüldüğü gibi her kaplamada QTF yüzeyleri plazma ışmasına bakacak şekilde cam sehpa üzerine plazma cihazının orta kısmına gelecek şekilde MUDA-11 kimyasalının

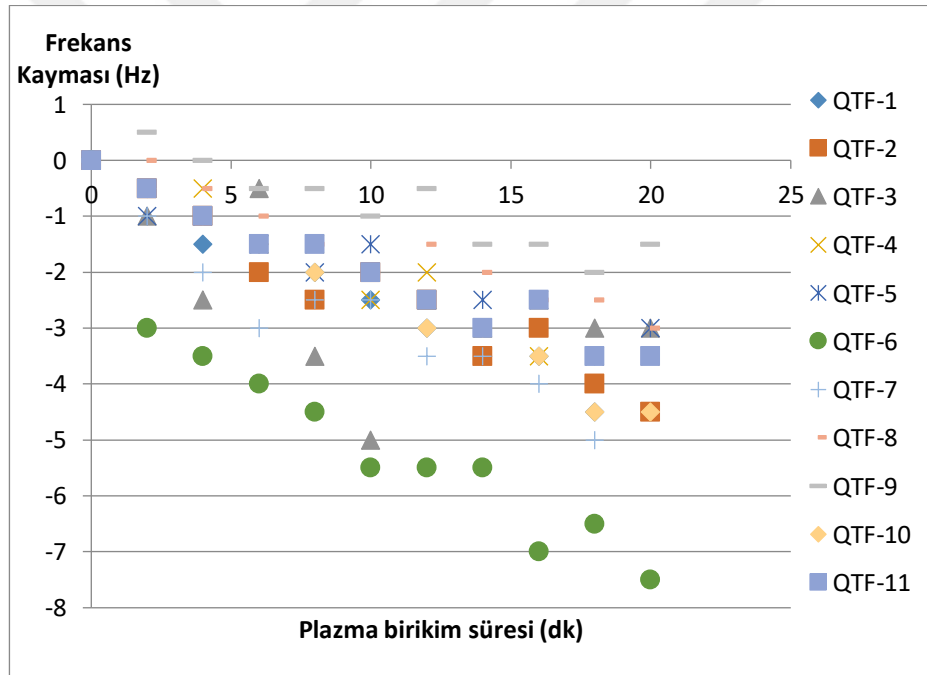
yakınına konumlandırılmıştır. Plazma kaplama için kullanılacak MUDA-11 kütlesi 0,6 g, plazma cihazının gücü 60 Watt, basıncı ise $1,5 \text{ E}^{-1}$ olarak ayarlanmıştır. Her deney setinde QTF' lerin cihazın aynı yerine konumlandırılmasına özen gösterilmiştir. QTF' ler ilk olarak her kaplama süresi 2 dk olacak şekilde toplamda 5 ve 10 kez kaplanarak frekansları ölçülmüştür. Bu deneyler tekrarlı olarak yapılmıştır ve plazma birikim süresine bağlı frekans kaymaları elde edilmiştir. Daha sonrasında plazma vakum cihazı içerisine 2' si maskeli diğer 2 ' si de maskesiz olacak şekilde aynı anda 4 tane QTF yerleştirilmiştir. Burada amaç kaplanan QTF' lerin kalınlık ölçümüne bakabilmektir. Bu yüzden de esas frekans ölçümü alacağımız bir QTF hemen yanına da bu frekans ölçümüne dayalı olarak hem teorik hem de deneysel kalınlık ölçünü alabileceğimiz maskeli bir QTF yerleştirilmiştir. Her kaplama süresi 8 dk olacak şekilde QTF' lerin yüzeyi 9 defa tabaka tabaka toplamda 72 dk kaplanmıştır. Bu deneyler 3 defa yapılmıştır ve toplamda 6 maskeli 6 maskesiz QTF kaplanmıştır. İlk olarak kaplanmamış QTF' lerin frekansları ölçülmüş ve her 8 dk kaplamadan sonra kaplanan QTF' lerin frekansları tekrardan ölçülerek frekans kaymaları elde edilmiştir. Maskesiz QTF' lerin frekans kaymalarına bağlı olarak yanlarına yerleştirilen maskeli bir QTF üzerinden 3-D tarama lazer mikroskobu ile kalınlık ölçümü gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.17. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve $1,5 \text{ E}^{-1}$ torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 2 dk olan üst üste kaplanan QTF' lerin frekans kaymalarının gösterimi

Tablo 4.18. kaplanan QTF 'lerin kaplanmadan ve her 2 dk kaplandıktan sonraki frekansları

Plazma birikim Süresi	QTF-1 Frekans (Hz)	QTF-2 Frekans (Hz)	QTF-3 Frekans (Hz)	QTF-4 Frekans (Hz)
Bare	32760,5	32760	32760	32757,5
2 dk	32759	32759	32759,5	32762,5
4 dk	32758,5	32759	32758,5	32757
6 dk	32757,5	32759	32758,5	32760
8 dk	32756,5	32758	32758,5	32759,5
10 dk	32756,5	32758	32757,5	32758,5



Şekil 4.18. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve $1,5 \text{ E}^{-1}$ torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 2 dk olan üst üste kaplanan QTF' lerin frekans kaymalarının gösterimi

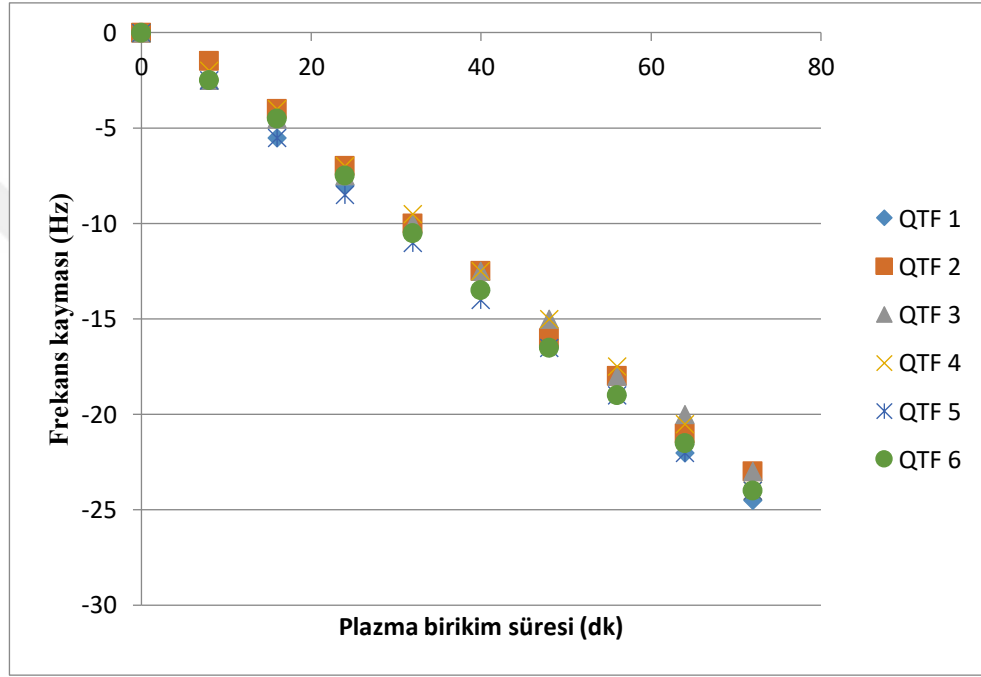
Tablo 4.19. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve 1,5 E-1 torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 2 dk olan üst üste kaplanan QTF’ lerin frekans değerleri

Plazma birikim süresi (dk)	QTF 1	QTF2	QTF 3	QTF 4	QTF 5	QTF 6	QTF 7	QTF 8	QTF 9	QTF 10	QTF 11
Kaplanmamış	32760,5	32760	32758,5	32759,5	32759	32759	32759,5	32759,5	32758	32760	32760,5
2	32760	32759,5	32757,5	32759	32758	32756	32758,5	32759,5	32758,5	32759,5	32760
4	32759	32759	32756	32759	32758	32755,5	32757,5	32759	32758	32759	32759,5
6	32759	32758	32758	32758	32757,5	32755	32756,5	32758,5	32757,5	32758,5	32759
8	32758,5	32757,5	32755	32758	32757	32754,5	32757	32758	32757,5	32758	32759
10	32758	32758	32753,5	32757	32757,5	32753,5	32757	32757,5	32757	32758	32758,5
12	32757,5	32757,5	32756	32757,5	32756,5	32753,5	32756	32758	32757,5	32757	32758
14	32757	32756,5	32755,5	32756,5	32756,5	32753,5	32756	32757,5	32756,5	32757	32757,5
16	32757	32757	32756	32756	32756,5	32752	32755,5	32757	32756,5	32756,5	32758
18	32756	32756	32755,5	32756	32755,5	32752,5	32754,5	32757	32756	32755,5	32757
20	32756	32755,5	32755,5	32756	32756	32751,5	32755	32756,5	32756,5	32755,5	32757

QTF yüzeyine kaplanan 11-MUDA malzemesinin elastisite modülü hakkında literatürde net bir bilgiye rastlanmamıştır. Kuvarsın elastisite modülü 78,7 GPa [27] olduğundan bir polimer olan 11-MUDA’ nın elastisite modülünü kuvarsa nazaran ihmal ettiğimizden QTF frekans kaymalarının sadece kütleyle bağlı olarak düşünebiliriz. Dolayısıyla ön çalışmalar sonucu plazma ortamında 2 dakikalık kaplamalar sonucunda frekans değerlerinde büyük oranda düşüşler gözlemlenmiştir.

İkinci olarak ise her deney setinde plazma vakum cihazı içerisine 2’ si maskeli diğer 2 ‘si de maskesiz olacak şekilde aynı anda 4 tane QTF yerleştirilerek kaplamalar yapılmıştır. Burada amaç kaplanan maskeli QTF’ lerin kalınlık ölçümüne bakabilmektir. Her QTF üzerinde katman katman kaplamalar yapıldığı için her kaplamadan sonra maske olarak kullandığımız cam filmin çıkarılarak frekans ölçümünün yapılması QTF yüzeylerine zarar verebileceğinden kaplama kalınlık ölçümünün deneysel olarak yapılacağı maskeli QTF’ in yanına frekans ölçümünü yapabileceğimiz ve bu frekans farkına bağlı teorik olarak film kalınlığını hesaplayabileceğimiz başka bir QTF yerleştirilmiştir. Her kaplama süresi 8 dk olacak şekilde QTF’lerin yüzeyi 9 defa tabaka tabaka toplamda 72 dk kaplanmıştır. Bu deneyler 3 defa yapılmıştır ve toplamda 6

maskeli 6 maskesiz QTF kaplanmıştır. İlk olarak kaplanmamış QTF'lerin frekansları ölçülmüş ve her 8 dk kaplamadan sonra kaplanan maskesiz QTF'lerin frekansları tekrardan ölçülerek frekans kaymaları elde edilmiştir. Maskesiz QTF'lerin frekans kaymalarına bağlı teorik olarak kaplama kalınlığı hesaplanmış ve yanlarına yerleştirilen maskeli bir QTF üzerinden 3-D tarama lazer mikroskobu ile kalınlık ölçümü amaçlanmıştır. Teorik film kalınlığı QTF'lerin sadece ön yüzünün kaplandığı arka ve yan yüzlerinin ihmal edildiği varsayılarak denklem 2.28' e göre hesaplanmıştır.

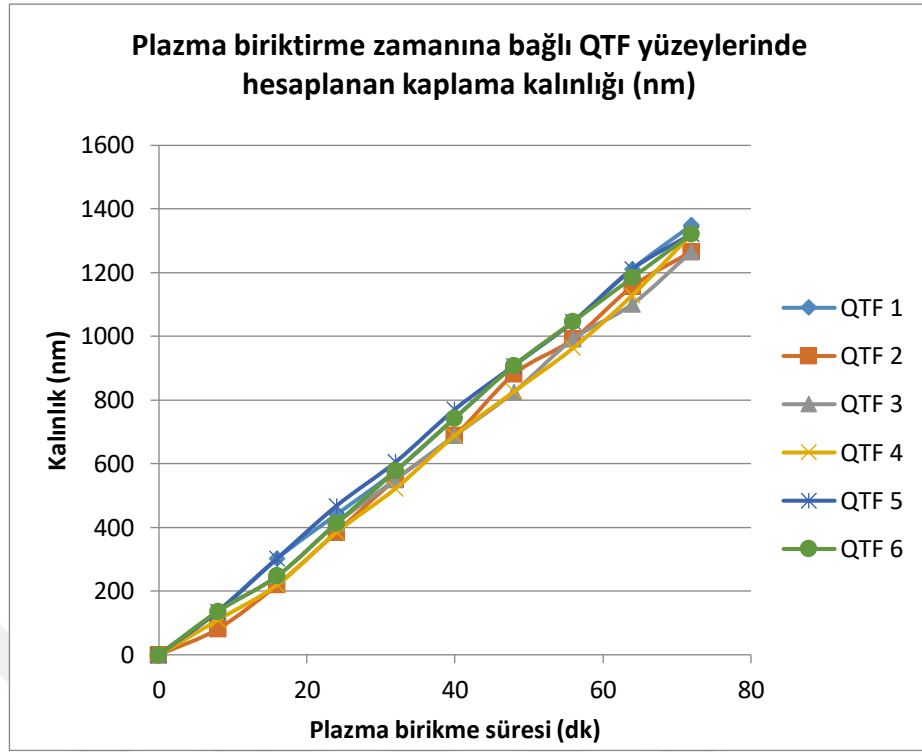


Şekil 4.19. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve $1,5 \text{ E}^{-1}$ torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 8 dk olan üst üste kaplanan maskesiz QTF'lerin frekans kaymalarının gösterimi

Tablo 4.20. 0,6 g 11-MUDA, 60 Watt güç ve $1,5 \text{ E}^{-1}$ torr basınçta plazma ortamında her kaplama süresi 8 dk olan üst üste kaplanan maskesiz QTF' lerin frekans değerleri

Plazma birikim süresi (dk)	QTF 1	QTF2	QTF 3	QTF 4	QTF 5	QTF 6
Kaplanmamış	32759,5	32761	32760	32760	32760	32760
8 dk kaplama	32757	32759,5	32757,5	32758	32757,5	32757,5
16 dk kaplama	32754	32757	32755,5	32756	32754,5	32755,5
24 dk kaplama	32751,5	32754	32752,5	32753	32751,5	32752,5
32 dk kaplama	32749	32751	32750	32750,5	32749	32749,5
40 dk kaplama	32746	32748,5	32747,5	32747,5	32746	32746,5
48 dk kaplama	32743	32745	32745	32745	32743,5	32743,5
56 dk kaplama	32740,5	32743	32742	32742,5	32741	32741
64 dk kaplama	32737,5	32740	32740	32739,5	32738	32738,5
72 dk kaplama	32735	32738	32737	32736	32736	32736

Bu deneylerde de görüldüğü üzere düşük elastisite modülüne sahip 11-MUDA ile yapılan plazma kaplama deneylerinde kaplama süresine bağlı olarak QTF yüzeylerinde biriken kütle miktarının artması ile sensör frekanslarında düşüşler gözlemlenmiştir. Kaplama süresinin artmasıyla elde edilen frekans kaymalarının ön çalışmalara göre daha da lineer olduğu görülmektedir



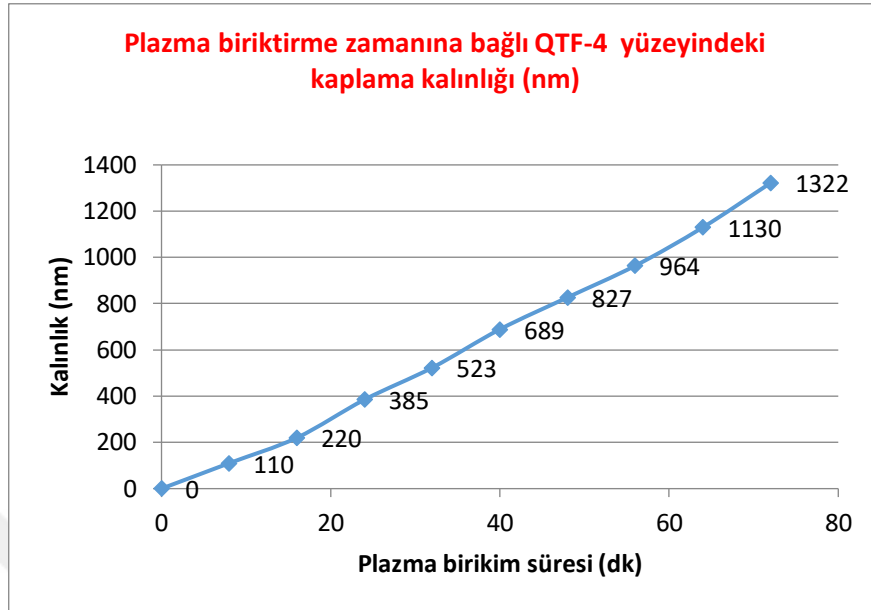
Şekil 4.20. Toplamda 72 dk kaplanan maskesiz QTF’ lerin teorik olarak hesaplanan kalınlık değerlerinin üst üste gösterimi

Tablo 4.21. Maskesiz QTF’ lerin kaplam süresine bağlı hesaplanan kalınlık değerleri

Kaplama süresi (dk)	QTF 1 kalınlık	QTF 2 kalınlık	QTF 3 kalınlık	QTF 4 kalınlık	QTF 5 kalınlık	QTF 6 kalınlık
8	138	82	137	110	137	137
16	303	220	248	220	303	248
24	441	385	413	385	468	413
32	578	551	551	523	606	578
40	744	689	689	689	771	744
48	909	882	826	827	909	909
56	1047	992	992	964	1047	1047
64	1212	1157	1102	1130	1212	1185
72	1350	1267	1267	1322	1322	1322

Maskesiz QTF yüzeylerine 72 dakikalık 11-MUDA plazma birikmesi sonucu ortalama 23,75 Hz frekans kayması elde edilirken ve yaklaşık ortalama teorik 1308 nm kalınlık hesaplanmıştır. 3-D Lazer tarama mikroskobu ile yapılacak deneysel kalınlık

ölçümü için QTF 4' ün yanındaki maskeli QTF seçilmiştir. Maskesiz QTF4' ün denklem 2.28 'e göre hesaplanan kalınlık değerleri aşağıdaki grafikte verilmiştir.

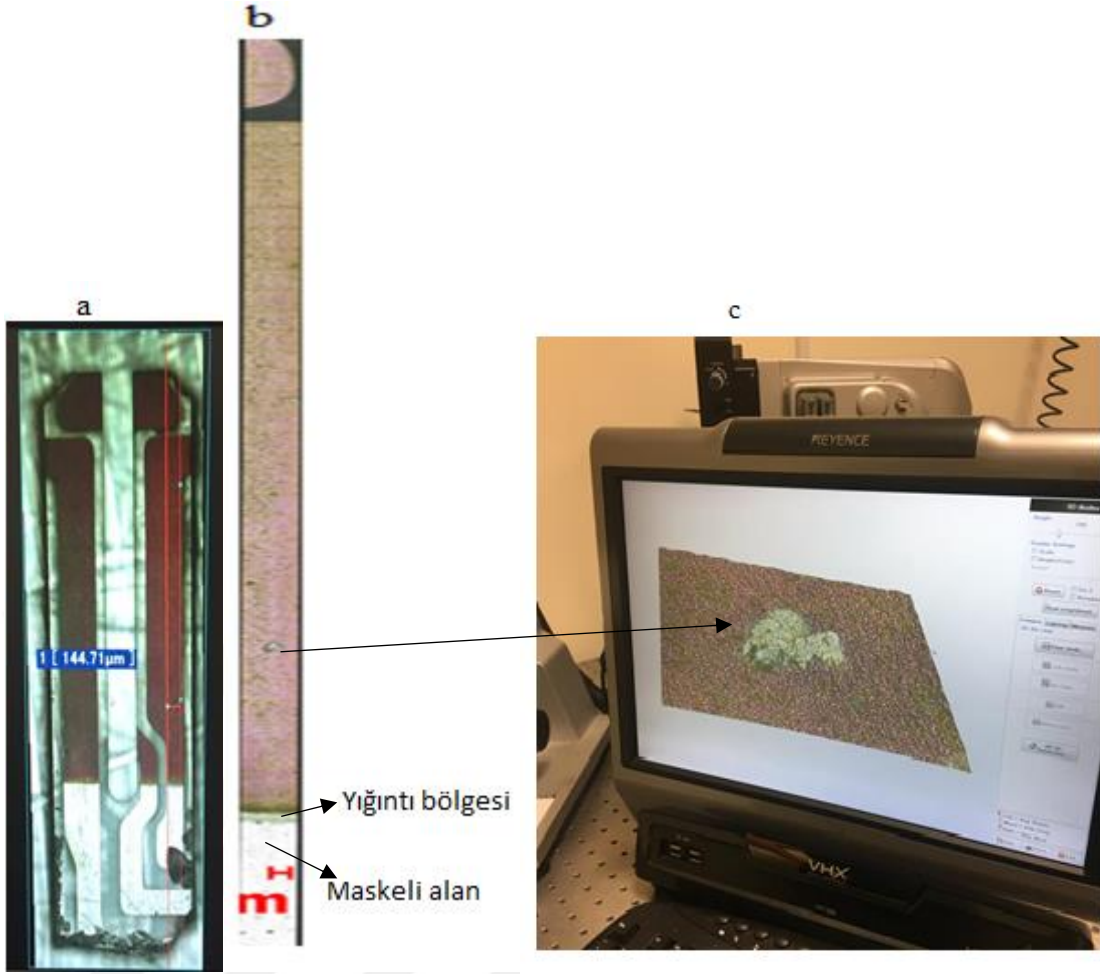


Şekil 4.21. QTF 4' ün plazma birikim zamanına bağlı elde edilen film kalınlığının teorik hesaplarının gösterimi

72 dakikalık kaplama sonucunda maskesiz QTF 4 'ün hesaplanan film kalınlığı 1322 nm olmaktadır.

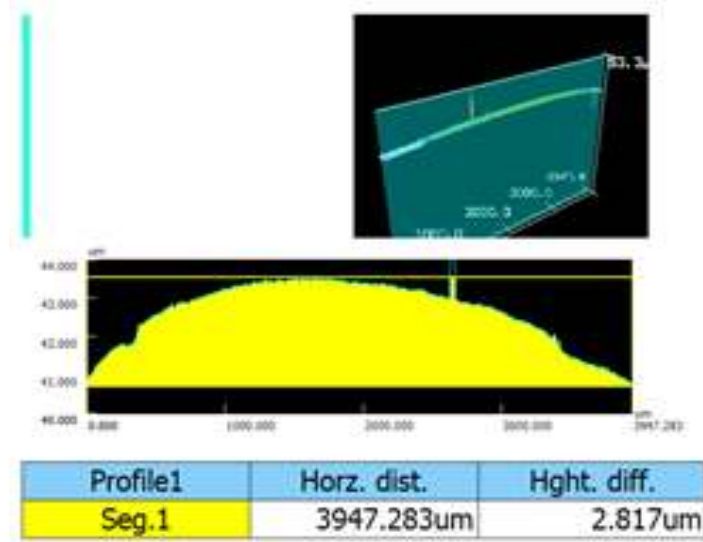
4.4.1. Kaplanan Kuvars Akort Çatalı Sensörlerinin Film Kalınlığının Deneysel Ölçümü

QTF yüzeylerindeki kalınlığın Keyence VKX marka model 3-D Lazer Tarama Mikroskobu ile ölçülmüştür. Materyal ve metotda değindiğimiz gibi QTF yüzeylerinden deneysel olarak kalınlık ölçümü alınabilmesi için plazma cihazı içerisine frekans ölçümlerini aldığımız QTF' lerin yanına maskeli başka QTF' ler yerleştirilmiştir. Bu çalışmada filmle kaplanan QTF' lerden 4 numaralı QTF' in yanında bulunan maskeli QTF için deneysel kalınlık ölçümü yapılmıştır.



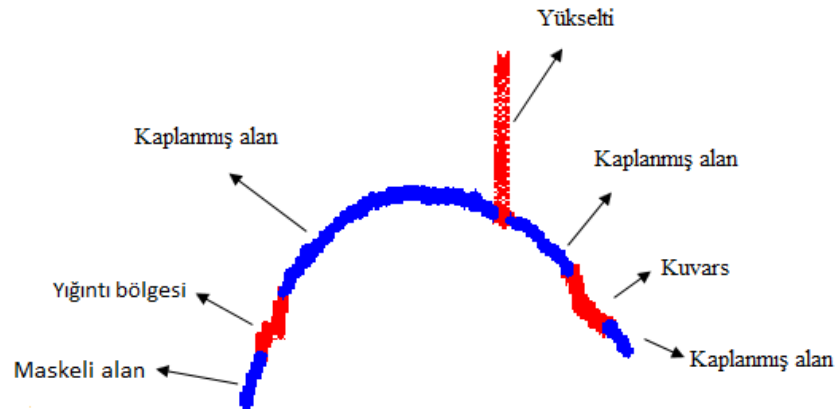
Şekil 4.22. a) Kaplanmış maskeli QTF 4' ün Keyence VHX-100 mikroskobu ile elde edilen genel görüntüsü b) Kaplanmış QTF' in kalınlık ölçümü için tarama yapılan kesit c) Kaplanmış QTF yüzeyinde oluşan yükselti

Her iki çatalı da kaplanmış QTF' in görüntüsü şekil 4.22'de görülmektedir. QTF yüzeyindeki bakır kaplamada bir yükselti meydana gelmiştir.



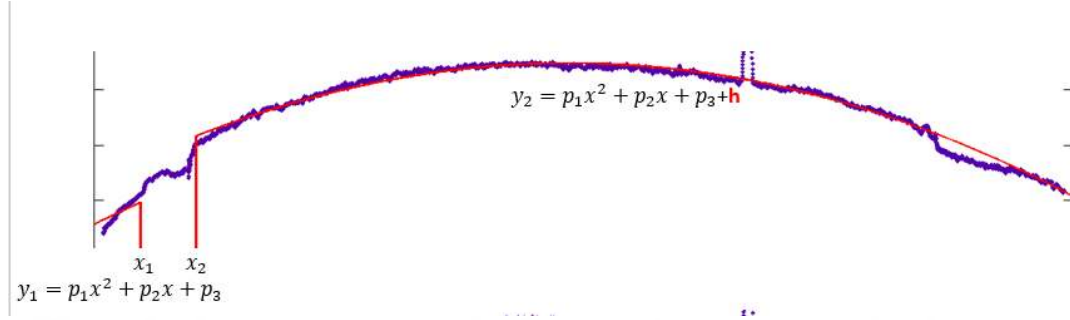
Şekil 4.23. QTF-4 yüzeyindeki kaplama için 3-D lazer tarama mikroskobu ile elde edilen yüzeyin grafiği

340 μm kalınlığına, her bir çatal için 615 μm genişliğine ve 6 mm uzunluğuna sahip QTF' in tek bir çatalı için yaklaşık 110 mikron genişliğinde ve 4000 mikron uzunluğunda bir alandan kalınlık ölçümü için tarama yapılmıştır. QTF yüzey pürüzlülüğünün fazla olmasından ve eğimli bir yüzey olmasından dolayı bu ölçüm sisteminde belirgin bir kalınlık ölçümü yapılamamıştır. Bu yüzden tarama verileri CSV (Comma Separated Values) formatında gönderilmiştir ve formattaki verilere bağlı olarak MATLAB (Matrix Laboratory) ' da yüzeyin grafiği çıkarılmıştır. Kaplanmış QTF yüzeyi MATLAB 'Heaviside step function' ile 2. ve 4. dereceden parçalı fonksiyonlara fit edilerek ortalama kalınlık değerleri elde edilmiştir.



Şekil 4.23. Yüzey grafiğinde maskeli alan, yığıntı bölgesi, kaplanmış alanların, oluşan yükseltinin ve kuvars kısmının gösterimi

QTF kuvars kristal ve elektrot yapısından oluştuğu için MATLAB’ da ortalama kalınlık değeri elde edilirken yüzey üzerindeki yığıntı bölgesi, yükselti ve kuvars bölgesi ihmal edilmiştir.



Şekil 4.24. Kaplanan QTF-4 yüzeyinin 2. dereceden parçalı fonksiyona fit edilmiş görseli

Grafiği parçalı fonksiyona fit ettiğimizde curve fit 152 μm den küçük değerler için (maskeli bölge) $ax^2 + bx + c$ fonksiyonunu; 382 μm den büyük değerler için (maskesiz bölge) $ax^2 + bx + c + h$ fonksiyonunu fit vermektedir.

$$f(x) = \begin{cases} ax^2 + bx + c, & x < 152 \\ ax^2 + bx + c + h, & x > 382 \end{cases} \quad (4.1)$$

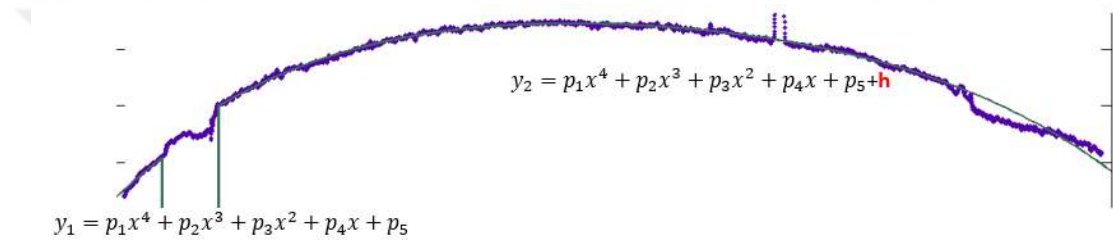
Yüzey grafiğinin 2. dereceden $f(x) = (a \cdot x^2 + b \cdot x + c) \cdot \text{heaviside}(152 - x) + (a \cdot x^2 + b \cdot x + c + h) \cdot \text{heaviside}(x - 382)$ fonksiyonuna fit edilmesi ile Tablo 4.22 ‘ deki sonuçlar elde edilmiştir.

Tablo.4.22. MATLAB 7.10.0.499 (R2010a) versiyonu 2. dereceden ‘Curve Fitting Tool’ sonuçları

a	5.642e-007 (-5.658e-007,-5.626e-007)
b	0.002154 (0.002148, 0.002161)
c	38.64 (38.64, 38.65)
h	0.784 (0.7752, 0.7928)
SSE	17.02
R-square:	0.994
Adjusted R-square:	0.994
RMSE:	0.05548

Aradaki yükseklik farkı $h=0.784 \mu\text{m}$ 'dir. Bu durumda grafiği 2. derecen parçalı fonksiyona fit ettiğimizde elde edilen ortalama kalınlık değeri 784 nm 'dir. y_2 fonksiyonu grafikte iyi bir örtüşme gösterirken y_1 fonksiyonu yani substrat bölgesi grafikte daha az bir uyum göstermiştir. Bu durumda yüzey grafiği aşağıdaki 4. dereceden parçalı fonksiyona fit edilmiştir.

$$f(x) = (p1*((x-1718)/916.9)^4 + p2*((x-1718)/916.9)^3 + p3*((x-1718)/916.9)^2 + p4*((x-1718)/916.9) + p5)*\text{heaviside}(152-x) + (p1*((x-1718)/916.9)^4 + p2*((x-1718)/916.9)^3 + p3*((x-1718)/916.9)^2 + p4*((x-1718)/916.9) + p5+h)*\text{heaviside}(x-382)$$



Şekil 4.25. QTF-4 yüzey fonksiyonunun 4. dereceden parçalı fonksiyona fit edilmiş hali

Tablo.4.23. MATLAB 7.10.0.499 (R2010a) versiyonu 4. dereceden 'Curve Fitting Tool' sonuçları

p1	-0.03597 (-0.0367,-0.03523);
p2	0.08673 (0.08516, 0.08831);
p3	-0.4271 (-0.4291,-0.4252);
p4	0.07531 (0.07286, 0.07775);
p5	41.18 (41.17, 41.19)
h	0.2771 (0.2667, 0.2876);
SSE	5.464;
R-square:	0.9981;
Adjusted R-square	0.9981;
RMSE:	0.03144

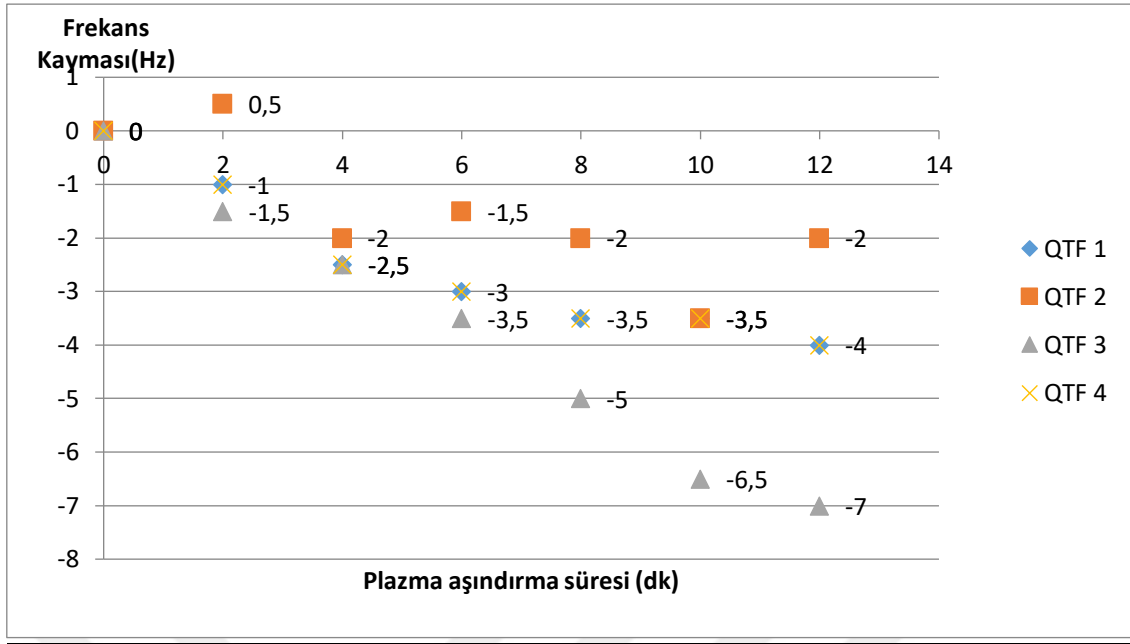
Aradaki yükseklik farkı $h=0.2771 \mu\text{m}$ ' dir. Bu durumda grafiği 4. derecen parçalı fonksiyona fit ettiğimizde elde edilen ortalama kalınlık değeri $277,1 \text{ nm}$ 'dir. Bu fitte y_1 ve y_2 fonksiyonlarının sırasıyla substrat ve kaplanan alanla bir önceki yani fite göre yani

grafik 2.dereceden fonksiyona fit edilmiş haline göre daha iyi bir uyum gösterdiği görülmektedir.

Teorik olarak hesaplamalarımız sonucu QTF 4 yüzeyinde yaklaşık 1322 nm bir kalınlık elde edilmişti. Bu çalışmada kalınlık ölçümü alabilmek için maske olarak film bant kullanılmıştır. Film bantın maskeli yüzeyde ayrıca bir kalınlık oluşturduğunu düşünmekteyiz. Dolayısıyla yüzey grafiklerinin 2.ve 4.dereceden fonksiyonlara fit edilmesi sonucu elde edilen yükseltelerin yani ortalama kalınlık değerlerinin film bantın oluşturduğu kalınlık yüzeyinden itibaren olduğu düşünülmektedir. Bu sebeple bantın yapışkanının kalınlığı hesaplanmıştır. Bunun için bir QTF' in öncelikle kaplanmamış halinin frekansı ölçülmüş daha sonrasında QTF' in tüm yüzeyleri film bantla kaplanmış ve bant yüzeylerden çıkarılarak tekrar frekansı ölçülmüştür. Bu durumda 13 Hz' lik bir frekans kayması elde edilmiştir. Bu QTF üzerindeki frekans kaymasına bağlı yapışkanın film kalınlığı 305 nm olarak hesaplanmıştır. Maske olarak kullanılan film bantın özkütlesi akrilik bazlı yapışkanlar için 0,9 ve 1,2 g/cm³ arasında değişmektedir. Bu çalışmada film bantın özkütlesi 0,92 g/cm³ olarak kabul edilmiştir. Bu durumda yüzeyin 2. ve 4.dereceden fonksiyonlara fit edilmesi ve film bantın oluşturduğu yapışkanın kalınlığının elde edilen ortalama kalınlık değerlerine eklenmesi ile sırasıyla yaklaşık 1089 ve 682 nm kalınlıklar elde edilmektedir.

4.5. Küçük Ölçekli Akort Çatalı Yüzeyinde Deneysel Aşındırma: Kuvars Akort Çatalı, Plazma

QTF sensörleri plazma cihazı içerisinde hava plazması ile aşındırılmıştır. QTF yüzeyleri plazma ışımaya bakacak şekilde cam sehpa üzerine plazma cihazının orta kısmına gelecek şekilde konumlandırılmıştır. Her aşındırma deneyinde cihaz içerisine 1 tane QTF yerleştirilmiştir ve her deney seti için QTF' lerin cihazın aynı yerine konumlandırılmasına özen gösterilmiştir. Deneyler 20 W güç, 1.5 E⁻¹ basınçta her aşındırma süresi 2 dk olacak şekilde üst üste aşındırmalar yapılmıştır.



Şekil 4.26. QTF' lerin plazma aşındırma süresine bağlı frekans kayma değerleri

Tablo 4.24. Kaplanmamış ve plazma aşındırması sonrası QTF' lerin frekans değerleri

Hava plazması aşındırma süresi (dk)	QTF 1	QTF 2	QTF 3	QTF 4
Kaplanmamış	32760	32759	32759	32759
2	32759	32759,5	32757,5	32758
4	32757,5	32757	32756,5	32756,5
6	32757	32757,5	32755,5	32756
8	32756,5	32757	32754	32755,5
10	32756,5	32755,5	32752,5	32755,5
12	32756	32757	32752	32755

En yaygın kullanılan kütle hassas sensör olan QCM' de kaplanan yüzey ile kaplanmamış haldeki sensör elektrotlarının veya kuvars yüzeyinin aşındırılmasıyla kristal yüzeyinden azalan kütleye bağlı olarak sensörün rezonans frekanslarında artışlar meydana gelmektedir [53]–[58]. Dikkat çekmek istenilen husus QCM ile benzer prensipte çalışan kütle hassas sensör olan QTF sensör yüzeyinin kaplanmamış halden

aşındırılması ile frekansın düşmesidir. QCM ve QTF sensörlerinin kaplanmamış hal için frekans formülleri aşağıda verilmiştir.

$$f \cong \frac{0.161}{L^2} b \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (4.2)$$

$$f \cong \frac{0,28}{L^2} r \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (4.3)$$

$$f \cong \frac{n}{h} \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (4.4)$$

Kaplanmamış haldeki QTF sensör yüzeyinin aşındırılmasına dair literatürde bildiğimiz kadarıyla 1 tane çalışma bulunmaktadır fakat QTF sensör yüzeyindeki aşındırma ile sensör frekansındaki azalma detaylı olarak incelenmemiştir[59].

QCM kaplanmamış hal için denklem 4.4' de verilen değerlere göre, n temel frekans modu, h kalınlık, G kayma modülü ve ρ yoğunluktur. Buradan, kalınlık azaldıkça frekansın artacağı kolayca çıkarılabilir. QTF için frekans değişimi, aşındırmanın nasıl yapıldığına göre belirlenir. Bu çalışmada kullandığımız dikdörtgensel kesitli QTF frekansının açıklandığı yukarıda verilen denklem 4.2' ye göre belirleyici boyutların titreşime paralel kesit uzunluğu (b) ve etkin uzunluk (L) olduğu görülmektedir. Aşındırma tüm boyutlarda eşit miktarda azalmaya neden olursa, paralel kesit uzunluğundaki (b) orantılı azalma, uzunluktaki orantılı azalmadan (L) daha baskın olacağından frekans azalacaktır. QCM' de olduğu gibi, QTF ' de aşındırma durumunda frekans artışı yalnızca aşırı durumlarda gerçekleşir. Bu tür durumlar, uzunluktaki aşırı azalma, orantısız kalınlık-uzunluk oranı, vs.'den kaynaklanabilir. Ayrıca denklem 4.3' de de görüldüğü gibi dairesel kesitli QTF' ler için aşındırmayla frekanstaki düşüşlerde baskın değerin yarıçap olduğu da söylenebilir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Yapılan tez çalışmasında birçok özgün nokta bulunmaktadır ve önemli bulgular elde edilmiştir.

Bu çalışmada öncelikli olarak kaplanmamış ve filmle kaplanmış TF kiriş olarak modellenmiş, matematiksel olarak frekans kayması Euler-Bernoulli denkleminin çözümüyle elde edilmiştir. İlk olarak homojen kaplama varsayımı altında büyük ölçekli akort çatalı (TF) yüzeyine kaplanan bakır filmlerin oluşturduğu frekans kaymalarının ölçülen, önerdiğimiz ve literatürde yaygın kullanılan kütle denklemi ile hesaplanan değerleri karşılaştırılmış ve büyük oranda önerdiğimiz denklemle yakınlıklar elde edilmiştir. Literatürde QTF ile yapılan çalışmalarda filmin elastisite modülünün frekansa ne oranda katkıda bulunduğunu açıklayan detaylı bir çalışma bulunmamaktadır. Filmin elastisite modülünün frekansa olan etkileri detaylı olarak değerlendirilmiştir. Elektroliz ile kaplamada filmin mikroyapısını etkileyen çok fazla parametre bulunmaktadır. Kaplama kalınlığına bağlı olarak filmin elastisite modülü değişmektedir. Ayrıca TF ile film ara yüzeyindeki boşluklar, kaplamanın pürüzlülüğü ve gözenekliliği, kaplamadaki mikro çatlaklar gibi etmenler de elastisite modülünün katkısını etkilemektedir.

TF ve QTF' in kaplanmamış halden aşındırılması QTF ile benzer prensipte çalışan ve en yaygın kullanılan kuvars tabanlı yöntem olan QCM 'in aksine frekansta azalmalar olduğu da bir başka dikkat çeken sonuçtur.

Elektroliz yöntemi ile kuvars akort çatalı yüzeyine yüksek elastisite modülüne sahip bakır ve düşük elastisite modülüne sahip bir polimer olan Mercaptoundekonoik asit (11-MUDA) ile kaplamalar yapılmıştır. Bakır ile yapılan kaplamalarda frekans değerlerinde artışlar gözlemlenebilirken MUDA ile yapılan kaplamalarda çoğunlukla frekans değerlerinde düşüşler gözlemlenmiştir.

Son olarak QTF yüzeyinde plazma polimerizasyon yöntemi ile kaplanan filmin teorik kalınlık hesaplaması ile 3-D Lazer tarama mikroskobu ile deneysel kalınlık ölçümü yapılmıştır. Teorik olarak 1322 nm kalınlık elde edilirken deneysel olarak 1089 ve 682 nm kalınlıklar elde edilmiştir.

Bu çalışmada filmin elastisite modülü için literatürdeki çalışmalardan faydalanılmıştır. Gelecek çalışmalarda filmin elastisite modülünün deneysel olarak ölçülmesi ve elektroliz gibi kaotik olmayan daha homojen bir kaplama yapılacak bir kaplama metodu gerekmektedir.

QTF yüzey pürüzlülüğünden dolayı 3-D lazer tarama mikroskobu yüzeyde belirgin bir kalınlık ölçümü yapılamamıştır bu yüzden taranan yüzeyin MATLAB’ da grafiği çıkarılarak ortalama kalınlık değerleri elde edilmiştir. Gelecekteki çalışmalarda Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) ile kalınlık ölçümü yapılması planlanmaktadır. Ayrıca kalınlık ölçümünde maske sebebi ile yüzeyde oluşan topaklaşmaları önlemek için maske olarak film bant yerine kimyasal maske kullanılması gerekmekte ve QTF ile elektrokimyasal bakır kaplama deneylerinin tekrar edilmesi gerekmektedir.

Yapılan tez çalışması QTF ile ince film kalınlığının gerçek zamanlı olarak ölçülmesi için başvurduğumuz patentin ön çalışmalarıdır. (Patent başvuru numarası: 2022/018799). Bu patent kapsamında İstanbul Uluslararası Buluş Fuarı (ISIF) ‘nda gümüş madalya almış bulunmaktayız. Ayrıca tez çalışmamızla ilgili olarak ‘Critical Consideration In Biomaterial Surfaces: A New Approach To Thin Film Thickness Measurement’’ başlıklı bildirimiz ‘ 2023 yılında Tokyo/Japonya’ da yapılan ‘ Uluslararası 13. Biyomedikal Mühendisliği ve Teknolojileri (ICBET)’ konferansında sözlü sunuma ve yayınlanmaya kabul edilmiştir. Yayınlanma süreci devam etmektedir

KAYNAKLAR

- [1] S. O. Mbam, S. E. Nwonu, O. A. Orelaja, U. S. Nwigwe, and X. F. Gou, "Thin-film coating; Historical evolution, conventional deposition technologies, stress-state micro/nano-level measurement/models and prospects projection: A critical review," *Materials Research Express*, vol. 6, no. 12. Institute of Physics Publishing, Nov. 13, 2019. doi: 10.1088/2053-1591/ab52cd.
- [2] M. Bouderbala et al., "Thickness dependence of structural, electrical and optical behaviour of undoped ZnO thin films," *Physica B Condens Matter*, vol. 403, no. 18, pp. 3326–3330, Sep. 2008, doi: 10.1016/j.physb.2008.04.045.
- [3] R. Alias, R. Mahmoodian, and M. H. Abd Shukor, "Development and characterization of a multilayer silver/silver-tantalum oxide thin film coating on stainless steel for biomedical applications," *Int J Adhes Adhes*, vol. 92, pp. 89–98, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2019.04.010.
- [4] B. Rahmati et al., "Development of tantalum oxide (Ta-O) thin film coating on biomedical Ti-6Al-4V alloy to enhance mechanical properties and biocompatibility," *Ceram Int*, vol. 42, no. 1, pp. 466–480, 2016, doi: 10.1016/j.ceramint.2015.08.133.
- [5] P. Yang et al., "In vivo study of Ti-O thin film fabricated by PIII," *Surface and Coatings Technology*, vol. 156, no. 1-3, pp. 284–288, 2002.
- [6] B. Shi, Q. Jin, L. Chen, and O. Auciello, "Fundamentals of ultrananocrystalline diamond (UNCD) thin films as biomaterials for developmental biology: Embryonic fibroblasts growth on the surface of (UNCD) films," *Diam Relat Mater*, vol. 18, no. 2–3, pp. 596–600, Feb. 2009, doi: 10.1016/j.diamond.2008.09.016.
- [7] C. Buzea and K. Robbie, "State of the art in thin film thickness and deposition rate monitoring sensors," *Reports on Progress in Physics*, vol. 68, no. 2, pp. 385–409, Feb. 2005, doi: 10.1088/0034-4885/68/2/R04.

- [8] Rahman, “(12) United States Patent (54) (76) (*) (21) (22) (65) (51) (52) (58) (56) OPTICAL SENSOR FOR MEASURING THIN FILM DEPOSITION IN REAL TIME,” 2007.
- [9] A. G. Frutos, S. C. Weibel, and R. M. Corn, “Near-infrared surface plasmon resonance measurements of ultrathin films. 2. Fourier transform SPR spectroscopy,” *Anal Chem*, vol. 71, no. 18, pp. 3935–3940, Sep. 1999, doi: 10.1021/ac9905165.
- [10] J. Zhang, H. Zhang, J. Wu, and J. Zhang, “Fuel Cell Degradation and Failure Analysis,” in *Pem Fuel Cell Testing and Diagnosis*, Elsevier, 2013, pp. 283–335. doi: 10.1016/b978-0-444-53688-4.00011-5.
- [11] “CHAPTER 1 Introduction 1.1 Confocal and Interferometric Microscopy.”
- [12] S. Canli, “Thickness analysis of thin films by energy dispersive x-ray spectroscopy” M.S. thesis, Middle East Technical Univ., Ankara, Turkey, 2010.
- [13] K. Crozier, G. Yaralioglu, F. Degertekin, J. Adams, S. Minne, and C. Quate, “Non-destructive film thickness measurement using atomic force microscopy at ultrasonic frequencies,” In *Optical Metrology Roadmap for the Semiconductor, Optical, and Data Storage Industries* vol. 4099, pp. 48–58. SPIE, 2000.
- [14] L. Groth, “Film Thickness Monitor for the Controlled Evaporation of Vacuum Deposited Films” PhD. thesis, Depth. Electrical Eng., McMaster Univ., Ontario, Canada, 1968.
- [15] L. Eckertová, “Thin film thickness and deposition rate measurement methods,” In *Physics of Thin Films* pp. 52–71, Boston, MA: Springer US., 1977.
- [16] S. Leccia, A. Colantonio, E. Puddu, S. Galano, and I. Testa, “Teaching about mechanical waves and sound with a tuning fork and the Sun,” *Phys Educ*, vol. 50, no. 6, pp. 677–689, Oct. 2015, doi: 10.1088/0031-9120/50/6/677.

- [17] M. Olivieri et al., “Influence of air pressure on the resonance properties of a t-shaped quartz tuning fork coupled with resonator tubes,” *Applied Sciences* (Switzerland), vol. 11, no. 17, Sep. 2021, doi: 10.3390/app11177974.
- [18] “A FLEXURE-MODE QUARTZ FOR.”
- [19] B. Kim, J. Jahng, R. M. Khan, S. Park, and E. O. Potma, “Eigenmodes of a quartz tuning fork and their application to photoinduced force microscopy,” *Phys Rev B*, vol. 95, no. 7, Feb. 2017, doi: 10.1103/PhysRevB.95.075440.
- [20] A. Kholkin, “Piezoelectric materials and devicesApplications in engineering and medical science,” *Materials Today*, vol. 16, no. 3, pp. 94–95, Mar. 2013, doi: 10.1016/j.mattod.2013.03.001.
- [21] J.-M. Friedt and É. Carry, “Introduction to the quartz tuning fork,” *Am J Phys*, vol. 75, no. 5, pp. 415–422, May 2007, doi: 10.1119/1.2711826.
- [22] M. Patricio da Silveira, F. Comin, S. Huant, and B. Masenelli Rapporteur Antonio Cricenti Rapporteur Fabio Comin Examineur Serge Huant Examineur Joel Chevrier Examineur Paul Dumas Examineur Grenoble, “Membres du Jury,” 2009.
- [23] X. Jun, Y. Bo, L. Xin, and C. Juan, “Theoretical model and optimization of a novel temperature sensor based on quartz tuning fork resonators,” in *Physica Scripta T*, pp. 316–320, 2007. doi: 10.1088/0031-8949/2007/T129/070.
- [24] B. S. Huang, W. T. Chang-Chien, F. H. Hsieh, Y. F. Chou, and C. O. Chang, “Analysis of the natural frequency of a quartz double-end tuning fork with a new deformation model,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 26, no. 6, Apr. 2016, doi: 10.1088/0960-1317/26/6/065006.
- [25] X. Su, C. Dai, J. Zhang, and S. J. O’shea, “Quartz tuning fork biosensor,” *Biosensors and Bioelectronics*, vol. 17, no. 1-2, pp. 111-117, Jan. 2002, doi: 10.1016/S0956-5663(01)00249-4

- [26] A. G. T. Ruiter, J. A. Veerman, K. O. Van Der Werf, and N. F. Van Hulst, "Dynamic behavior of tuning fork shear-force feedback," *Appl Phys Lett*, vol. 71, no. 1, pp. 28–30, Jul. 1997, doi: 10.1063/1.119482.
- [27] J. Zhang and S. O'Shea, "Tuning forks as micromechanical mass sensitive sensors for bio- or liquid detection," *Sens Actuators B Chem*, vol. 94, no. 1, pp. 65–72, Aug. 2003, doi: 10.1016/S0925-4005(03)00320-4.
- [28] J. Zhang, C. Dai, X. Su, and S. J. O'shea, "Determination of liquid density with a low frequency mechanical sensor based on quartz tuning fork," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 84, no. 2-3, pp. 123-128, 2002.
- [29] D. Zeisel, H. Menzi, and L. Ullrich, "A precise and robust quartz sensor based on tuning fork technology for (SF-6) gas density control," *Sensors and Actuators A: physical*, vol. 80, no. 3, pp. 233-236, 2000.
- [30] D. O. Clubb, O. V. L. Buu, R. M. Bowley, R. Nyman, and J. R. Owers-Bradley, "Quartz Tuning Fork Viscometers for Helium Liquids," *Journal of low temperature physics*, vol. 136, pp. 1-13, July. 2004.
- [31] R. Blaauwgeers et al., "Quartz tuning fork: Thermometer, pressure- and viscometer for helium liquids," *J Low Temp Phys*, vol. 146, no. 5–6, pp. 537–562, Mar. 2007, doi: 10.1007/s10909-006-9279-4.
- [32] D. I. Bradley et al., "Thermometry in normal liquid ^3He using a quartz tuning fork viscometer," *J Low Temp Phys*, vol. 171, no. 5–6, pp. 750–756, Jun. 2013, doi: 10.1007/s10909-012-0804-3.
- [33] K. Waszczuk et al., "Evaluation of *Pseudomonas aeruginosa* biofilm formation using piezoelectric tuning forks mass sensors," in *Procedia Engineering*, Elsevier Ltd, vol. 5, pp. 820–823, 2010. doi: 10.1016/j.proeng.2010.09.234.
- [34] G. Gula et al., "Piezoelectric tuning fork mass sensors as a novel tool for determination of antibiotic activity on *Pseudomonas aeruginosa* biofilm," in *Procedia Engineering*, vol. 25, pp. 980–983, 2011. doi: 10.1016/j.proeng.2011.12.241.

- [35] T. Piasecki, G. Guła, K. Waszczuk, Z. Drulis-Kawa, and T. Gotszalk, “Quartz tuning fork as in-situ sensor of bacterial biofilm,” in *Procedia Engineering*, Elsevier Ltd, vol. 87, pp. 369–372, 2014. doi: 10.1016/j.proeng.2014.11.740.
- [36] M. A. Ünal, “Farklı tasarımlarda qtf (quartz tuning fork) sensör üretimi,” PhD. thesis, Ankara Univ., Ankara, Turkey, 2016.
- [37] K. Kırallı, “Taşınabilir ve düşük maliyetli kuvars akort çatal sürücü tabanlı prototip üretimi ve immunosensör olarak yapılandırılması,” M.S. thesis, Biomed. Eng., Başkent Univ., Ankara, Turkey, 2020.
- [38] M. A. Ünal, İ. C. Koçum, and D. ÇökeliLer Serdaroğlu, “Design of a portable and low-cost mass-sensitive sensor with the capability of measurements on various frequency quartz tuning forks,” *Turkish Journal of Electrical Engineering and Computer Sciences*, vol. 27, no. 3, pp. 1871–1884, 2019, doi: 10.3906/elk-1804-195.
- [39] İ. Güney, “Elektro kaplama yöntemiyle paslanmaz çelik üzerine rh ve ag film kaplamaların korozyon özelliklerinin araştırılması,” M.S. thesis, Depth., Metallurgy and Materials Eng., Atatürk Univ., Erzurum, Turkey, 2020.
- [40] A. Dedeoglu, N. Karadas, M. Altay Unal, I. Cengiz Kocum, D. Cokeliler Serdaroglu, and S. Aysil Ozkan, “Calibration of Quartz Tuning Fork transducer by coulometry for mass sensitive sensor studies,” *Journal of Electroanalytical Chemistry*, vol. 834, pp. 8–16, Feb. 2019, doi: 10.1016/j.jelechem.2018.12.003.
- [41] N. Gomathi, A. Sureshkumar, and S. Neogi, “RF plasma-treated polymers for biomedical applications,” *Current Science*, vol. 94, no. 11, pp. 1478-1486, Jun. 2008.
- [42] G. KALELİ CAN, S. MUTLU, and M. MUTLU, “Plasma Polymerized Films for Mass Sensitive Biosensors,” *Natural and Applied Sciences Journal*, vol. 2, no. 1, pp. 1–7, Jun. 2019, doi: 10.38061/idunas.579225.

- [43] K. M. Hansen and T. Thundat, "Microcantilever biosensors," *Methods*, vol. 37, no. 1, pp. 57–64, Sep. 2005, doi: 10.1016/j.ymeth.2005.05.011.
- [44] J. Xu, B. You, and X. Li, "DESIGN AND SIMULATION OF QUARTZ TUNING FORK TEMPERATURE SENSOR," In *International Conference on Integration and Commercialization of Micro and Nanosystems*, vol. 42657, pp. 115-121, Jan. 2007.
- [45] H. Zheng et al., "Quartz-enhanced conductance spectroscopy for nanomechanical analysis of polymer wire," *Appl Phys Lett*, vol. 107, no. 22, Nov. 2015, doi: 10.1063/1.4936648.
- [46] P. Patimisco et al., "Analysis of the electro-elastic properties of custom quartz tuning forks for optoacoustic gas sensing," *Sens Actuators B Chem*, vol. 227, pp. 539–546, May 2016, doi: 10.1016/j.snb.2015.12.096.
- [47] S. Leccia, A. Colantonio, E. Puddu, S. Galano, and I. Testa, "Teaching about mechanical waves and sound with a tuning fork and the Sun," *Phys Educ*, vol. 50, no. 6, pp. 677–689, Oct. 2015, doi: 10.1088/0031-9120/50/6/677.
- [48] D. Y. W. Yu and F. Spaepen, "The yield strength of thin copper films on Kapton," *J Appl Phys*, vol. 95, no. 6, pp. 2991–2997, Mar. 2004, doi: 10.1063/1.1644634.
- [49] D. Hussain, J. Song, H. Zhang, X. Meng, W. Yongbing, and H. Xie, "Optimizing the quality factor of quartz tuning fork force sensor for atomic force microscopy: Impact of additional mass and mass rebalance," *IEEE Sens J*, vol. 17, no. 9, pp. 2797–2806, May 2017, doi: 10.1109/JSEN.2017.2677459.
- [50] W. Kim, E. Park, and S. Jeon, "Performance enhancement of a quartz tuning fork sensor using a cellulose nanocrystal-reinforced nanoporous polymer fiber," *Sensors*, vol. 20, no. 2, Jan. 2020, doi: 10.3390/s20020437.
- [51] S. Boussaad and N. J. Tao, "Polymer wire chemical sensor using a microfabricated tuning fork," *Nano Lett*, vol. 3, no. 8, pp. 1173–1176, Aug. 2003, doi: 10.1021/nl0344155.

- [52] S. Hwang, W. Kim, H. Yoon, and S. Jeon, "Performance Enhancement of a Microfabricated Resonator Using Electrospun Nanoporous Polymer Wire," *ACS Sens*, vol. 2, no. 9, pp. 1355–1358, Sep. 2017, doi: 10.1021/acssensors.7b00461.
- [53] J. L. Zhang et al., "Research on trimming frequency-increasing technology for quartz crystal resonator using laser etching," *Micromachines*, vol. 12, no. 8, Aug. 2021, doi: 10.3390/mi12080894.
- [54] Z. Raicheva et al., "Improving resonance characteristics of gas sensors by chemical etching of quartz plates," in *Journal of Physics: Conference Series*, Institute of Physics Publishing, vol. 398, no. 1, p.012046, Dec. 2012. doi: 10.1088/1742-6596/398/1/012046.
- [55] D. E. Cliffel and A. J. Bard, "Scanning Electrochemical Microscopy. 36. A Combined Scanning Electrochemical Microscope-Quartz Crystal Microbalance Instrument for Studying Thin Films," *Analytical chemistry*, vol. 70, no. 9, pp. 1993-1998, 1998.
- [56] R. J. Dolleman et al., "Mass measurement of graphene using quartz crystal microbalances," *Appl Phys Lett*, vol. 115, no. 5, Jul. 2019, doi: 10.1063/1.5111086.
- [57] J. H. Thomas, "Etch Rates of an Electroplated Alloy (Sn-Ni) Using a Quartz Crystal Microbalance," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 124, no. 5, pp. 677-680, 1977.
- [58] T. Shiono, Y. Osada, and Y. Nakagawa, "Frequency change of quartz crystal resonator caused during ion beam etching," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 46, no. 7S, pp. 4647–4651, Jul. 2007, doi: 10.1143/JJAP.46.4647.
- [59] Y. Ma, Y. Hu, S. Qiao, Y. He, and F. K. Tittel, "Trace gas sensing based on multi-quartz-enhanced photothermal spectroscopy," *Photoacoustics*, vol. 20, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.pacs.2020.100206.

- [60] H. Miura, K. Suzuki, and K. Tamakawa, "Fluctuation Mechanism of Mechanical Properties of Electroplated-Copper Thin Films Used for Three Dimensional Electronic Modules," . In *2007 International Conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation Experiments in Microelectronics and Micro-Systems. EuroSime 2007*, pp. 1-6, IEEE,2007
- [61] A. A. Volinsky et al., "MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ELECTROPLATED CU THIN FILMS Motorola, Digital DNA TM Labs, Semiconductor Product Sector, AZ," 2001.
- [62] S. Zhang, M. Sakane, T. Nagasawa, and K. Kobayashi, "Mechanical properties of copper thin films used in electronic devices," in *Procedia Engineering*, Elsevier Ltd, pp. 1497–1502, 2011. doi: 10.1016/j.proeng.2011.04.250.
- [63] Y. S. Lee, S. Ha, J. H. Park, and S. B. Lee, "Structure-dependent mechanical behavior of copper thin films," *Mater Charact*, vol. 128, pp. 68–74, Jun. 2017, doi: 10.1016/j.matchar.2017.03.036.
- [64] N. MURATA, K. TAMAKAWA, K. SUZUKI, and H. MIURA, "Fatigue Strength of Electroplated Copper Thin Films under Uni-Axial Stress," *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, vol. 3, no. 3, pp. 498–506, 2009, doi: 10.1299/jmmp.3.498.
- [65] Y. Hwangbo and J. H. Song, "Fatigue life and plastic deformation behavior of electrodeposited copper thin films," *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, no. 9, pp. 2222–2232, Apr. 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.01.016.
- [66] N. Murata, K. Tamakawa, K. Suzuki, and H. Miura, "Effect of Micro-Texture of Electroplated Copper Thin-Films on Their Mechanical and Electrical Reliability," *4th International Microsystems, Packaging, Assembly and Circuits Technology Conference*, pp. 436-439, 2009.
- [67] X. Song, "Microstructure and mechanical properties of electrodeposited copper films," 2011.

- [68] N. R. Shamsutdinov, A. J. Böttger, and B. J. Thijsse, “Grain coalescence and its effect on stress and elasticity in nanocrystalline metal films,” *Acta Mater*, vol. 55, no. 3, pp. 777–784, Feb. 2007, doi: 10.1016/j.actamat.2006.07.004.
- [69] M. F. Gong, S. R. Qiao, and F. Mei, “Determining Young’s modulus and Poisson’s ratio of thin hard films,” *Surface Engineering*, vol. 30, no. 8, pp. 589–593, 2014, doi: 10.1179/1743294414Y.00000000288.
- [70] S. H. Hong, K. S. Kim, Y. M. Kim, J. H. Hahn, C. S. Lee, and J. H. Park, “Characterization of elastic moduli of Cu thin films using nanoindentation technique,” *Compos Sci Technol*, vol. 65, no. 9 SPEC. ISS., pp. 1401–1408, 2005, doi: 10.1016/j.compscitech.2004.12.010.
- [71] Y. Zhou et al., “Measurement of Young’s modulus and residual stress of copper film electroplated on silicon wafer,” *Thin Solid Films*, vol. 460, no. 1–2, pp. 175–180, Jul. 2004, doi: 10.1016/j.tsf.2004.01.088.
- [72] Y. Xiang, T. Y. Tsui, and J. J. Vlassak, “The mechanical properties of freestanding electroplated Cu thin films,” *J Mater Res*, vol. 21, no. 6, pp. 1607–1618, Jun. 2006, doi: 10.1557/jmr.2006.0195.
- [73] D. T. Read, “Young’s modulus of thin films by speckle interferometry,” *Measurement Science and Technology*, vol. 9, no.4, pp. 676–685, 1998.
- [74] K. Watanabe et al., “Low-cycle fatigue testing and thermal fatigue life prediction of electroplated copper thin film for through hole via,” *Microelectronics Reliability*, vol. 82, pp. 20–27, Mar. 2018, doi: 10.1016/j.microrel.2017.12.045.
- [75] D. T. Read, Y. W. Cheng, and R. Geiss, “Morphology, microstructure, and mechanical properties of a copper electrodeposit,” in *Microelectronic Engineering*, Jul. 2004, pp. 63–70. doi: 10.1016/j.mee.2003.09.012.
- [76] R. Iankov, S. Cherneva, and D. Stoychev, “Investigation of material properties of thin copper films through finite element modelling of microindentation test,” *Appl Surf Sci*, vol. 254, no. 17, pp. 5460–5469, Jun. 2008, doi: 10.1016/j.apsusc.2008.02.101.

