

**MEMS TEKNİKLERİ KULLANARAK ESNEK  
PIEZOELEKTRİK DOKUNSAAL ALGILAYICI DİZİNİ  
ÜRETİMİ**

**FABRICATION OF FLEXIBLE PIEZOELECTRIC TACTILE  
SENSOR USING MEMS TECHNIQUES**

**ZEYNEP KORKMAZ**

**Yrd. Doç. Dr. Bilsay Sümer  
Tez Danışmanı**

Hacettepe Üniversitesi  
Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin  
Nanoteknoloji ve Nanotıp Anabilim Dalı için Öngördüğü  
YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak hazırlanmıştır.

2015

ZEYNEP KORKMAZ'ın hazırladığı "MEMS Teknikleri Kullanarak Esnek Piezoelektrik Dokunsal Algılayıcı Dizini Üretimi" adlı bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından NANOTEKNOLOJİ VE NANOTIP ANABİLİM DALI'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr.  
Başkan



Zarife Göknur Büke

Yrd. Doç. Dr.  
Danışman



Bilsay Sümer

Yrd. Doç. Dr.  
Üye



Çağlar Başlamışlı

Doç. Dr.  
Üye



Benat Koçkar

Doç. Dr.  
Üye



İlker Murat Koç

Bu tez Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak onaylanmıştır.

Prof. Dr. Fatma SEVİN DÜZ  
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

*Sevgili Aileme*

## ETİK

Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada,

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversitede veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

13/05/2015

ZEYNEP KORKMAZ

## ÖZET

### **MEMS TEKNİKLERİ KULLANARAK ESNEK PİEZOELEKTRİK DOKUNSAAL ALGILAYICI DİZİNİ ÜRETİMİ**

**Zeynep KORKMAZ**

**Yüksek Lisans, Nanoteknoloji ve Nanotıp Anabilim Dalı**

**Tez danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Bilsay Sümer**

**Mayıs 2015, 74 sayfa**

Basınç haritası çıkarabilen dokunsal algılayıcılar sanayi, makine endüstri, medikal alanlar gibi birçok faaliyet alanında kullanılmaktadır. Dokunsal algılayıcıların en bilinen uygulaması cep telefonlarında ve bilgisayar ekranlarında kullanılan dokunmatik ekranlardır. Son yıllarda dokunsal algılayıcılar üzerinde yapılan çalışmalar minimal invaziv cerrahisinde (MIS) ve robotik alanda yoğunlaşmaktadır. Geleneksel sanayide kullanılan robotlar boyama, kaplama, kaynak ve montaj gibi üretim hattında kullanılıyorlar fakat günümüzde insanlar daha hassas ve daha küçük alanlarda da çalışabilen robotlara gereksinim duymaya başladılar. Esnek elektronik teknolojilerinin ve mikro-elektro-mekanik sistemlerinin (MEMS) gelişmesi, dokunsal algılayıcılar üzerinde yapılan çalışmaların gelişmesine sebep olmuştur. Dokunsal algılayıcıyı; temas halinde olan iki katının arasında oluşan temas yüzey alanını ve ilgili basıncı ölçen cihaz olarak tanımlanabilir.

Dokunsal algılayıcılar için insan vücudunun en hassas bölgelerinden biri olan parmak uçları örnek alınabilir. Dokunma hissi en fazla parmak uçlarında duyarlılık göstermektedir. İnsanın parmak ucu, 1 cm<sup>2</sup> bir alanda 10-40 kPa bir basınçta ve 40 µm yanal duyarlılık çözünürlüğünde hissedebilir. Buna ek olarak esnek

olmasından dolayı kaymaları ve dinamik yükleri de ayırt edebilir. Bu çalışmada insan derisinin belirli alanda hissettiği basınç algısı üzerinde durulmuştur. Bu tezde iki katın arasındaki temas alanını ve basıncı yüksek çözünürlükle ortaya çıkarabilen esnek piezoelektrik dokunsal algılayıcı üretimi gerçekleştirilmiştir. Algılayıcı üretiminde mikro-elektro-mekanik sistem (MEMS) teknikleri kullanılmıştır. İnsan derisini taklit eden şu anki dokunsal algılayıcılardaki ortak kısıtlamalar, ortamdaki çözünürlük, esneklik ve dokunma hissinin geniş bir alan içinde elde edilememesidir. Bu tezin konusu olan piezoelektrik dokunsal algılayıcı ile bu problemlere çözüm üretilmiştir.

Bu tezde üretilen algılayıcının esnek olması için piezoelektrik polimer malzeme kullanılmıştır. Günümüzde yapılan araştırmaların birçoğunda piezoelektrik polimer olarak polyvinylidene flüoride (PVDF) kullanılmaktadır. Bu çalışmada ise PVDF'nin kopolimeri olan PVDF-TrFe kullanılmıştır. Bunun sebebi ise PVDF-TrFe'nin üretim için ince film haline getirildiğinde, gerdirme işlemi uygulamadan ferroelektrik özellik göstermesidir. Algılayıcının düzgün çalışması ve elde edilecek verinin niteliği üretilen piezoelektrik ince filmin kalitesine bağlıdır. Bu sebeple PVDF-TrFe'den elde edilecek olan filmin nitelikli olması için ince film karakterize edilmiştir. Karakterizasyon için taramalı elektron mikroskopu (SEM), atomik kuvvet mikroskopu (AFM), diferansiyel taramalı kalorimetresi (DSC), termal gravimetrik analiz (TGA), X-ışını kırınım analizi (XRD) yapılmıştır. Bu analizlerden sonra dokunsal algılayıcı üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretimin ilk aşamasında piezoelektrik ince film üzerinde elektrotlar oluşturulmuştur. MEMS üretim tekniklerinden biri olan mikro-işleme ile 2×2 ve 4×4 şeklinde tasarlanan desenli elektrotlar piezoelektrik ince filmin ön yüzeyinde oluşturulmuştur. İnce filmin diğer yüzeyinde ise saçtırma biriktirme cihazı ile desenlenmeden elektrot oluşturulmuştur. Bu aşamadan sonra çözünürlüğü ve hassasiyeti artırmak için mikro-fiber yapı üretilmiştir. Mikro fiberler, polimer bir malzeme olan polydimethylsiloxane (PDMS) ile foto litografi yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Üretimin son aşamasında dönel kaplama cihazı ile PDMS fiberler dokunsal algılayıcıya entegre edilmiştir.

Üretimden sonra algılayıcı kalibrasyonu için deney düzenekleri hazırlanmıştır ve algılayıcının performans analizleri yapılmıştır. Analizler fiber dizini entegre edilmiş dokunsal algılayıcı ile düz film dokunsal algılayıcısı karşılaştırılarak yapılmıştır.

Elde edilen verilerde fiberli algılayıcının düz film algılayıcısına göre verilen harmonik sinyali girişine göre hassasiyet açısından üstün olduğu gözlemlenmiştir. Düz film algılayıcısının hassasiyeti 0.94 V/N ve PDMS - PVDF-TrFe fiber dizini algılayıcısının hassasiyeti 1.66 V/N olarak bulunmuştur. Dokunsal algılayıcının frekans cevabı ile ilgili yapılan deneylerde ise, algılayıcının 42 Hz değerlerine kadar frekans cevabının yaklaşık olarak sabit kaldığı gözlemlenmiştir.

**Anahtar kelimeler:** MEMS, Piezoelektrik, Dokunsal Algılayıcı, Basınç, PVDF-TrFe.

## **ABSTRACT**

### **FABRICATION OF FLEXIBLE PIEZOELECTRIC TACTILE SENSOR USING MEMS TECHNIQUES**

**Zeynep KORKMAZ**

**Master of Science, Department of Nanotechnology and  
Nanomedicine**

**Supervisor: Asst. Prof. Dr. Bilsay SÜMER**

**Mayıs 2015, 74 pages**

Tactile sensor is used in many applications such as robotics, computer hardware, manufacturing of automobiles (brakes, door seals, gaskets), security systems and dentistry. The most known application of tactile sensors is touch screen that is used in mobile phones and computer screen. In recent years, tactile sensors are studied and developed in robotics and minimally invasive surgery. In robotics, the emphasis is on building humanlike robots. In traditional industrial robotics, robots perform simple work on production line like painting/coating, welding and assembly. On the other hand, human being need specific robots, which assist human life for many areas, like hazardous work, medical services. Tactile sensors define as a device that can measure a given property of an object or contact event through physical contact between the sensor and the object.

Tactile sensor is mimicking a human finger, which is the most sensitive sensor for touching. The human finger can feel at a spatial resolution of about 40  $\mu\text{m}$  over a contact area of 1  $\text{cm}^2$  and at stress level of 10-40 kPa. In this work, sensing of the pressure is focused and studied and this work aims at designing and producing



micro polymer fiber arrays of integrated tactile sensor. Tactile sensor is fabricated by using micro- electro-mechanical-systems (MEMS). A common problem seen in the current tactile sensors that mimic the human skin are spatial resolution, sensing in a wide range and flexibility. Produced piezoelectric tactile sensor can be solution these problems.

Piezoelectric polymer material is used for flexibility of tactile sensor. Nowadays, polyvinylidene fluoride (PVDF) is studied as a piezoelectric polymer in researches due to its excellent features like flexibility, workability and chemical stability. Otherwise, PVDF-TrFe, PVDF copolymers, is used in this work because it has ferroelectric properties without mechanical stretching at specific temperature. Piezoelectric tactile sensor need high quality film with thin, uniform, non-porous structure and also, deposited thin film in high quality that is necessary to deposit electrodes without causing short circuit. Therefore, PVDF-TrFe thin film is produced and characterized to obtain qualified thin film. Morphology of the films is analyzed by using scanning electron microscopy (SEM), atomic force microscopy (AFM), X-ray diffraction (XRD), differential scanning calorimeter (DSC), thermo gravimetric analyses (TGA). After morphological analyses, metal electrodes are deposited and patterned by using lift off technique. After that, micro polymer fiber arrays are grown on the electrodes with using lithography techniques. In general, micro polymer fibers are only used for adaptation of surface. When polymer fibers are integrated to tactile sensor, we get some solutions for common limitations.

Finally, experimental setup is prepared for the tactile sensor calibration. Experiments are including response of micro polymer arrays of integrated tactile sensor and standard tactile sensor. As a result of experiments, micro polymer arrays of integrated tactile sensor have higher sensitivity than standard tactile sensor. Sensitivity of micro polymer arrays of integrated tactile sensor is computed 1.66 V/N and sensitivity of standard tactile is computed 0.94 V/N. Another experiment is about frequency response of micro polymer arrays integrated tactile sensor and this sensor is observed to be approximately stable up to 42 Hz frequency.

**Keywords:** MEMS, Piezoelectric, Tactile Sensor, Pressure, PVDF-TrFe

## TEŐEKKÜR

Tez alıőmamın her aőamasında deęerli katkı ve eleőtiriyle yol gosteren, beni her zaman alıőmaya teővik eden ve guven veren danıőmanım Sayın Yrd. Do. Dr. Bilsay Sumer'e, gostermiő oldukları buyuk sabır ve maddi manevi katkılarıyla beni asla yalnız bırakmayan aileme, her turlu desteęi esirgemeyen ve alıőmalarım esnasında yanımda olan deęerli arkadaşlarım aęrı Kamaz'a, Kaan Sancaktar'a ve alıőmalarımda yardımcı olan dięer arkadaşlarıma itenlikle teőekkür ederim. Ayrıca lisansuőtü eęitimimi destekleyen ve alıőmaların gerekleőtirilmesini moomkun kılan Tırkiye Bilimsel ve Teknolojik Araőtırma Kurumu (TUBITAK)' na teőekkürlerimi sunarım.

# İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
<b>ÖZET</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>iv</b>
<b>TEŞEKKÜR</b> .....	<b>vi</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>vii</b>
<b>ÇİZELGELER</b> .....	<b>ix</b>
<b>ŞEKİLLER</b> .....	<b>x</b>
<b>SİMGELER VE KISALTMALAR</b> .....	<b>xiii</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
1.1. Tezin Amacı ve Kapsamı .....	5
<b>2. PİEZOELEKTRİK DOKUNSAAL ALGILAMA</b> .....	<b>6</b>
2.1. Piezoelektriğin Tarihçesi.....	10
2.2. Piezoelektrik Özellik.....	12
2.3. Piezoelektrik Sabitler .....	15
2.3.1. Piezoelektrik Gerinim Sabiti ( $d_{ij}$ ).....	15
2.3.2. Piezoelektrik Gerilim Sabiti ( $g_{ij}$ ) .....	16
2.3.3. Dielektrik Sabiti ( $\epsilon_{ij}$ ).....	16
2.3.4. Elastik Uygunluk ( $S_{ij}$ ) .....	17
2.3.5. Curie Sıcaklığı .....	17
2.4. Piezoelektrik Bünye Denklemleri .....	17
2.5. Piezoelektrik Algılayıcı Formülleri .....	19
2.6. Piezoelektrik Malzemeler .....	21
2.6.1. Piezoelektrik Kristaller .....	21
2.6.2. Piezoelektrik Seramikler .....	22
2.6.3. Piezoelektrik Polimerler .....	23
<b>3. PİEZOELEKTRİK İNCE FİLM KARAKTERİZASYONU</b> .....	<b>26</b>
3.1. Piezoelektrik İnce Film Üretimi .....	26
3.2. Morfolojik Analizler.....	30
3.2.1. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC).....	30
3.2.2. Termal Gravimetrik Analiz (TGA) .....	33
3.2.3. X-Işını Difraksiyonu (XRD) .....	35
3.2.4. Atomik Kuvvet Mikroskopu (AFM) .....	40

3.2.5. Taramalı Elektron Mikroskopi (SEM).....	45
<b>4. DOKUNSAAL ALGILAYICININ ÜRETİMİ .....</b>	<b>50</b>
4.1. Üretim Yöntemi Tasarımı .....	50
4.2. Maske Tasarımı ve Üretimi .....	52
4.3. Üretimin Gerçekleştirilmesi .....	54
<b>5. DOKUNSAAL ALGILAYICI TEST SONUÇLARI.....</b>	<b>63</b>
<b>6. SONUÇ.....</b>	<b>68</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>70</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>74</b>

## ÇİZELGELER

### Sayfa

<b>Çizelge 1.1</b> Piezorezistif, kapasitif ve piezoelektrik dokunsal algılayıcılarının karşılaştırılması .....	<b>4</b>
<b>Çizelge 2.1</b> Kristal sınıfları .....	<b>12</b>
<b>Çizelge 3.1</b> İnce film üretiminde kullanılan çözücülerin kimyasal özellikleri .....	<b>28</b>
<b>Çizelge 3.2</b> İnce filmler için $T_m$ erime sıcaklığı, $T_c$ Curie sıcaklığı, $\Delta H_{fp}$ faz değişim entalpisi, $\Delta H_m$ erime entalpisi ve $X_c$ malzemenin kristallik derecesinin değerleri..	<b>31</b>
<b>Çizelge 3.3</b> PVDF-TrFe ve MEK ile hazırlanan ince filmlerin farklı tavlama sıcaklıklarındaki XRD analiz sonuçları .....	<b>39</b>
<b>Çizelge 3.4</b> Farklı çözücülerde hazırlanmış PVDF-TrFe ince filmlerin ısıtılma işlemi görmeyen önce a) ve ısıtılma işlemi gördükten sonra b) yapılan AFM analiz sonucu....	<b>44</b>

# ŞEKİLLER

## Sayfa

<b>Şekil 2.1</b> a) Destek katmanı ince piezoelektrik film olan iki katmanlı PDMS- PVDF-TrFe filmlerin şematik görüntüsü b) Destek katmanı piezoelektrik film olan PDMS dikey fiber dizini.....	<b>8</b>
<b>Şekil 2.2</b> Dipol momenti .....	<b>13</b>
<b>Şekil 2.3</b> Polar olmayan piezoelektrik malzemenin hücresel yapısı [39].....	<b>13</b>
<b>Şekil 2.4</b> Ferroelektrik malzemenin domain yapısı.....	<b>14</b>
<b>Şekil 2.5</b> Piezoelektrik ilişkiler için kullanılan doğrultular.....	<b>15</b>
<b>Şekil 2.6</b> Piezoelektrik Algılayıcı .....	<b>20</b>
<b>Şekil 2.7</b> PZT'nin Curie sıcaklığının altında ve üstünde hücre yapısı [61] .....	<b>22</b>
<b>Şekil 2.8</b> PVDF'in $\alpha$ , $\beta$ , $\gamma$ fazlarının molekül yapıları [48] .....	<b>24</b>
<b>Şekil 3.1</b> PVDF-TrFe ince film üretiminin akış şeması .....	<b>27</b>
<b>Şekil 3.2</b> PVDF-TrFe'nin a) pelet hali b) toz hali c) çözelti hali.....	<b>28</b>
<b>Şekil 3.3</b> Döndürme hızı değerlerine karşılık gelen film kalınlık değerleri (PVDF-TrFe MEK çözeltisi) .....	<b>29</b>
<b>Şekil 3.4</b> Dört farklı örnek için gerçekleştirilen DSC analiz sonucu .....	<b>32</b>
<b>Şekil 3.5</b> DEK, DMF, MEK ile hazırlanan PVDF-TrFe'nin farklı kopolimer ağırlıklarındaki çözeltilerin TGA analiz sonuçları; Ağırlık yüzdesi.....	<b>34</b>
<b>Şekil 3.6</b> TGA analizinin nümerik türevinin sonucu; Buharlaşma oranı.....	<b>34</b>
<b>Şekil 3.7</b> Farklı çözücülerde hazırlanmış PVDF-TrFe ince filmlerin tavlama öncesi XRD grafiği.....	<b>37</b>
<b>Şekil 3.8</b> PVDF-TrFe ve MEK ile hazırlanan ince filmlerin farklı tavlama sıcaklıklarındaki XRD grafiği.....	<b>38</b>
<b>Şekil 3.9</b> Farklı çözücülerde hazırlanmış PVDF-TrFe ince filmlerin 135 °C'de tavlama sonrası XRD grafiği.....	<b>39</b>

<b>Şekil 3.10</b> Farklı çözücülerde hazırlanmış PVDF-TrFe ince filmlerin yüzey görüntüleri (tarama boyu 40×40 µm) a) Aseton b) DMF c) DMSO d) DEK e) MEK .....	<b>42</b>
<b>Şekil 3.11</b> Geniş alanda 3D yüzey görüntüsü a) DEK b) DMF.....	<b>42</b>
<b>Şekil 3.12</b> Tarama boyu 20×20 µm AFM görüntüleri a)DMF (topografi) b)DMF (LFM) c) DEK (topografi) d) DEK (LFM) e)MEK (topografi) f) MEK (LFM) .....	<b>43</b>
<b>Şekil 3.13</b> MEK ve PVDF-TrFe ile hazırlanan çözeltilerden elde edilmiş ince filmlerin farklı tarama boyutlarında SEM yüzey görüntüleri .....	<b>46</b>
<b>Şekil 3.14</b> Isıl işlem görmemiş ince film a) MEK c) DMF e) DEK Isıl işlem görmüş ince film b)MEK d) DMF f) DEK.....	<b>47</b>
<b>Şekil 3.15</b> a) Isıl işlem görmemiş (MEK) b) hızlı ısıl işlem görmüş (MEK) c) yavaş ısıl işlem görmüş (MEK) d) Isıl işlem görmemiş (DMF) e) hızlı ısıl işlem görmüş (DMF) f) yavaş ısıl işlem görmüş (DMF).....	<b>49</b>
<b>Şekil 4.1</b> Üretim yönteminin basamaklarının akış şeması.....	<b>51</b>
<b>Şekil 4.2</b> L edit çizim programı kullanılarak çizilen maskenin resmi.....	<b>53</b>
<b>Şekil 4.3</b> Çizilen maskenin ayrıntıları 4" maske, maskenin bir bölümünün yakın plan resmi; fiber dizini ve her bir fiberin çapı ve fiberler arası uzaklık.....	<b>53</b>
<b>Şekil 4.4</b> Maske yazıcısı kullanılarak üretilen maskenin resmi.....	<b>54</b>
<b>Şekil 4.5</b> Mikro işleme akış şeması.....	<b>55</b>
<b>Şekil 4.6</b> PVDF-TrFe ince film üzerinde gerçekleştirilen mikro işlem akış şeması	<b>57</b>
<b>Şekil 4.7</b> PVDF-TrFe ince film üzerinde oluşturulan Al desenin görüntüsü.....	<b>58</b>
<b>Şekil 4.8</b> PVDF-TrFe ince film üzerinde oluşturulan Al desenin mikroskop görüntüleri .....	<b>58</b>
<b>Şekil 4.9</b> Fiberlerin 50 µm ve 10 µm yakınlaşma mesafesinde SEM görüntüleri..	<b>61</b>
<b>Şekil 4.10</b> Üretilen piezoelektrik dokunsal algılayıcının resmi.....	<b>62</b>
<b>Şekil 5.1</b> Algılayıcı test düzeniğinin şematik görüntüsü .....	<b>63</b>
<b>Şekil 5.2</b> Algılayıcı kalibrasyon test düzeneği .....	<b>64</b>
<b>Şekil 5.3</b> Uygulanan harmonik kuvvete (yeşil) karşılık algılayıcıların cevapları ...	<b>66</b>

**Şekil 5.4** Hassasiyet eğrileri; Mavi: PVDF-TrFe – PDMS algılayıcısı, Siyah: İnce film algılayıcısı..... **66**

**Şekil 5.5** a)Deney düzeneğinde kullanılan yük hücresinin frekans cevabı b) Fiber dizinlerinin frekans cevabı ..... **67**



## SİMGELER VE KISALTMALAR

<b>MEMS</b>	Mikro -elektro -mekanik sistemler
<b>PZT</b>	Kurşun Zirkonat Titanat
<b>PDVF</b>	Polyvinylidene flüoride
<b>PVDF-TrFe</b>	P(VDF-trifluoroethylene)
<b>PDMS</b>	Polidimetil siloksan
<b>DSC</b>	Diferansiyel Tarama Kalorimetresi
<b>TGA</b>	Termal Gravimetrik Analiz
<b>XRD</b>	X-Işını Difraksiyonu
<b>AFM</b>	Atomik Kuvvet Mikroskopi
<b>SEM</b>	Taramalı Elektron Mikroskopi
<b>DMF</b>	N,N- dimetilformamid
<b>MEK</b>	Butanon (etil metil keton)
<b>DEK</b>	Dietil karbonat
<b>DMSO</b>	Dimetil sülfoksit
<b>Aseton</b>	Dimetil keton

# 1. GİRİŞ

Algılayıcılar, fiziksel ortam ile elektronik ortamı birbirine bağlayan sistemlerdir. Bu algılama insanların çevresinde olan olayları duyu organlarıyla algılamasına benzetilebilir. İnsan vücudu görme, duyma, tatma, dokunma ve koku almak amacıyla duylara sahiptir. Bu duyların birini veya daha fazlasını aynı anda kullanarak çevresinde olan yeni olguları keşfeder. Elektronik ortamlarda kullanılan algılayıcılar da aynı şekilde ısı, ışık, nem, basınç, uzaklık, ivme gibi fiziksel veya kimyasal büyüklükleri algılar ve bu veriyi değerlendirilebilir hale getirmek için elektrik sinyaline çevirirler.

Algılayıcılar insanda bulunan beş ana algı modeli üzerine kurulur. Elektronik kullanıcıları için, insan ile teknoloji arasında daha iyi bir ara yüz oluşturmak önemli bir itici güç oluşturmuştur. İnsanın duyma ve görme duyları, günümüzde en iyi şekilde taklit edilen ve en yaygın olarak kullanılan algılayıcılardandır. Bilgisayar temelli görüntü ve ses sistemleri (kamera, mikrofon, vb.) kontrol etme, tanıma, izleme gibi işlemleri gerçekleştirip daha sonra alınan verilerin analizlerini yapabilmektedir. Koku ve tat duyları da algılayıcı olarak tasarlanıp kullanılmaktadır. Koku algılayıcıları insan duyusunun bile algılayamadığı seviyelerde ölçüm yapabilmekte, ortamdaki kokuyu algılayıp tanıyabilmektedir. Algılayıcılar içinde gelişimi en uzun ve zor olan ise dokunsal algılayıcılar olmuştur. Buna sebep olarak görme ve duymaya göre dokunma duyusunun daha karmaşık bir yapıya sahip olması gösterilebilir. Şekil, doku, sürtünme, kuvvet, acı, sıcaklık ve bunun gibi fiziksel büyüklükleri dokunarak algılanması insan vücudunda tek bir yapı üstünde gerçekleşmektedir. Bunun dışında dokunma duyusu sadece şekli veya dokuyu algılamamızı sağlamaz, aynı zamanda vücudun dokunulan nesneye verdiği tepkiyi de belirler. Örneğin bir yumurtaya dokunulduğunda, yumurtayı kırmayacak aynı zamanda da düşürmeyecek derecede güç kullanılması gerekir. Bu sebepler dokunsal algılamanın diğer duylara göre taklidini zorlaştırmaktadır [1].

Bu tezde algılayıcı olarak insan derisini taklit eden dokunsal algılayıcı üretimi yapılacaktır. İnsanda dokunsal algılama iki model altında incelenir. Birinci modelde algılama insan derisinde bulunan çeşitli reseptörler tarafından sağlanır. Deride bulunan bu reseptörler sayesinde sıcaklık, basınç, sertlik, sürtünme gibi uyarıları algılar. İkinci modelde algılama ise kaslarda ve tendonlarda bulunan reseptörler

tarafından sağlanır ve insan vücudunun pozisyonu, hareketi sağlanmış olur. Dokunsal algılayıcılar birçok tasarım parametreleri de incelenerek bu iki modelden esinlenerek elde edilir. Bu gözlemler sonucunda dokunsal algılayıcı tanımlayacak olursak, algılayıcı ile nesne arasındaki fiziksel temasın algılanması, ölçülmesi ve ölçülen bu değer okunabilir elektrik sinyallerine çeviren cihazların genel adıdır [1,2].

Dokunsal algılayıcılar, üretiminde sahip oldukları zorluklar nedeniyle uzun süre geri planda kalmıştır. Üzerinde çalışmalar yapılan dokunsal algılayıcılar yavaş ve çok büyüktü; örneğin bir robotun eline entegre edilmek istenen dokunsal algılayıcının esnek, küçük ve tepki verme süresinin hızlı olması istenir veya medikal alanında ameliyat sırasında insan vücudu içine girip gerekli işlemleri yapabilmesi için yeterince küçük ve hassas olmalıdır. Dokunsal algılayıcıların tarihçesi üzerinde yapılan bir araştırmaya göre toplamda (konferans makalesi, dergi makalesi, vb.) 1970'lerde 30, 1980'lerde 115 ve 1990'lar da 246 yayın yapıldığı söylenmiştir. 1990'ların sonuna doğru yeni malzemelerin ve yöntemlerin keşfi nedeniyle bu alanda da gelişmeler gözlenmiştir [3]. Mikro elektronik sistemler (MEMS) ve yeni malzemeler kullanılarak dokunsal algılayıcılar üzerinde araştırmalar hızlanmıştır.

Mikro algılayıcılar, en az bir fiziksel boyutu mikron veya nano mertebesinde olan algılayıcılardır [4]. Algılayıcıların milimetre altı boyutlara inmesiyle, performansları artmış, fiyatları düşmüş ve güç tüketimi azalmıştır.

Dokunsal algılayıcılar, üretiminde kullanılan malzeme ve sistem açısından çeşitlilik gösterirler. Temel olarak ele alındığında kapasitif, rezistif/piezorezistif, induktif, manyetik, optik, piezoelektrik olarak dokunsal algılayıcılar çeşitlenebilir [2,5,6,7,8]. Bu dokunsal algılayıcılar içerisinde kapasitif [9,10,11], piezoerezistif [12,13,14] ve piezoelektrik [15,16,17] özellik gösteren maddeler ve yöntemlerle üretilenler, en çok kullanılan ve üzerinde en çok çalışan dokunsal algılayıcı çeşitlerindedir. Bu üç algılayıcının tercih edilmesinde en önemli sebeplerinden biri, algılayıcının bir dizin halde üretilmesini sağlayan MEMS teknolojisi ile uyumlu olmalarıdır [18]. Dokunsal algılayıcıların herhangi bir temas yüzeyinin basınç haritasını çıkarabilmesi için algılayıcının bir dizin halinde üretilmeleri gerekmektedir. Dokunsal algılayıcı dizini olarak tarif edebileceğimiz yapı içerisinde algılayıcının yanal çözünürlüğünü belirleyecek olan ise, her bir dokunma algılayıcısının boyutu

ve yerleřtirme sıklıđıdır. Her bir satır ve sütünun kesiřimi bir adet algılayıcıyı verir. Elektronik anahtar aracılıđıyla ayrı ayrı okunan algılayıcı ıktıları uygun bir tarama algoritması kullanılarak ve veri kartı yardımıyla bilgisayara aktarılabilir. Diđer bir önemli sebepte dokunsal algılayıcıların esnek ve ince bir yapıya sahip olmalarının istenmesidir. Bunun için algılayıcıların ana yapısı esnek bir polimer malzemenin biri sabit diđerleri ise hareket edebilen iki elektrotla kaplanmasıyla elde edilir [19]. Yukarda belirtilen piezorezistif, kapasitif ve piezoelektrik dokunsal algılayıcılar esnek ve ince üretim için de uygundur. Piezorezistif, kapasitif ve piezoelektrik dokunsal algılayıcıların birbirleri ile karřılařtırılması izelge 1.1'de görölmektedir.

Piezoerezistif dokunsal algılayıcı basınca veya kuvvete duyarlı bir malzeme içerir. Basın uygulandıđı zaman kullanılan malzemenin rezistansı deđiřir. Uygulanan gerilim (veya akım) sabit tutularak, rezistansta oluřan deđiřim, akımda (veya gerilimde) oluřan deđiřim gözlemlenerek ölçümler elde edilir. Bu yöntemde uygulanan maksimum basın deđerleri ölçülebilmektedir. Bu algılayıcıların sinyal okuma devrelerinin kolay olması ve gürültüden daha az etkilenmeleri avantajlarındandır. Ancak bu algılayıcıda dođrusal olmayan bir kalibrasyon eđrisi elde edilebilir, rezistans sıcaklıđa bađımlıdır ve yüksek miktarda gü tüketimine sahiptirler. Kapasitif dokunsal algılayıcıya göre de düşük frekans cevabına sahiptirler [2,5,8].

Kapasitif dokunsal algılayıcı, iki iletken paralel plaka arasında dielektrik malzemedenden oluřur. Algılayıcı üzerine basın uygulandıđı zaman plaka arasında bulunan mesafenin deđiřim sonucunda ölçüm elde edilir. Bu yöntemde temas alana uygulanan ortalama basın deđerleri ölçölür. Kapasitif dokunsal algılayıcılar geniř alanlı uygulamalar için verimli, iyi frekans cevabına ve yüksek hassasiyete ve çözünürlüđe sahip algılayıcılardır. Piezorezistif algılayıcılara göre nem ve sıcaklıđa daha az duyarlı olmalarına rađmen, okuma devreleri daha karmařık ve gürültüye daha duyarlıdır [2,5,8].

Piezoelektrik dokunsal algılayıcının yapısı, üzerine basın uygulandıđında yük üreten piezoelektrik malzemelerden oluřur. Bu tip algılayıcılar daha çok ölçölmek istenen basıncın zaman ile deđiřtiđi ortamlarda kullanılmaktadır. PZT, PVDF gibi piezoelektrik malzemeler dinamik algılama için elverişlidir. Kristal (kuvars vb.) ve seramik (PZT vb.) piezomalzemeler daha iyi piezoelektrik özelliklere sahip olmalarına rađmen kırılğan yapıya sahip olmaları ve MEMS uygulamaları için

uygun değildirler. Piezoelektrik polimerler ise birçok açıdan kapasitif ve piezorezistif dokunsal algılayıcılarına göre dokunsal algılayıcı üretimi ve kullanımı için uygundur [20,21]:

- Düşük histerizis, yüksek gerinim, yüksek doğrusallık
- Esnek, hafif, düşük yoğunluğa sahip
- Düşük akustik ve mekanik empedans, geniş frekans aralığı
- Yüksek kimyasal kararlılık, biyolojik olarak uyumlu
- Kolay şekillendirilebilme, yüksek mekanik dayanım

**Çizelge 1.1** Piezorezistif, kapasitif ve piezoelektrik dokunsal algılayıcılarının karşılaştırılması

Dokunsal Algılayıcı Çeşidi	Avantajları	Dezavantajları
Piezorezistif	<ul style="list-style-type: none"> <li>• İyi hassasiyet</li> <li>• Düşük gürültü</li> <li>• Sinyal okuma devreleri kolay</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Histerizis</li> <li>• Doğrusal olmayan cevap</li> <li>• Sıcaklığa karşı hassas</li> <li>• Sinyal kayması</li> </ul>
Kapasitif	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Yüksek hassasiyet</li> <li>• Sıcaklıktan bağımsız</li> <li>• Geniş alanlı uygulamalar için uygun</li> <li>• Yanal çözünürlüğü yüksek</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Elektromanyetik dalgalara karşı hassas</li> <li>• Kompleks okuma devresi</li> <li>• Algılayıcı dizini arasında etkileşim</li> </ul>
Piezoelektrik (Polimer tabanlı)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Yüksek hassasiyet ve çıkış</li> <li>• Dinamik uygulamalar için uygun</li> <li>• Esnek, ince, dayanıklı</li> <li>• Kimyasal olarak inert</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Algılayıcı çıkışında kayma</li> <li>• Yük yükseltici devrenin gereksinimi</li> <li>• Bükülebilir değil</li> <li>• Statik uygulamalar için uygun değil</li> </ul>

## 1.1. Tezin Amacı ve Kapsamı

Bu tez çalışmasında piezoelektrik dokunsal algılayıcı, yukarıda bahsedilen sahip olduğu esneklik, kolay şekillendirilebilme, biyolojik olarak uyumlu olması ve yüksek hassasiyet ve çıkışa sahip olması gibi sebeplerden ötürü tercih edilmiştir.

Şu anki üretilen dokunsal algılayıcılarda görülen ortak kısıtlamalar ortamdaki çözünürlük, esneklik ve dokunma hissini geniş bir alanda elde edilememesidir [7]. Bu kısıtlamalara bir çözüm getirmesiyle amacıyla tez kapsamında üretilecek olan piezoelektrik dokunsal algılayıcının elektrotları dizin halinde üretilmiştir. Elektrotların oluşturulmasından sonra algılayıcı üzerine polimer yapılı mikro-fiber dizini yerleştirilmiştir. Polimer fiber dizini ile dokunsal algılayıcının milimetre altı ortamdaki çözünürlüğe ulaşması sağlanmıştır.

Algılayıcının temelini oluşturacak piezoelektrik malzeme olarak, polimer yapılı PVDF'in kopolimeri PVDF-TrFe kullanılmıştır. Algılayıcı üretiminden önce bu piezoelektrik malzemelerin karakteristik özellikleri incelenmiştir. İnce film halinde üretilen piezoelektrik polimerin, yapısının ve elektriksel özelliklerinin nasıl etkileneceği, algılayıcı üretiminde bir probleme yol açmaması açısından incelenmiştir. Bu sebeplerden ötürü algılayıcı da kullanılacak olan piezoelektrik film üzerinde Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC), Termal Gravimetrik Analiz (TGA), X-Işını Difraksiyonu (XRD), Atomik Kuvvet Mikroskopu (AFM), Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) analizleri gerçekleştirilmiştir.

Algılayıcının dizin halinde üretilebilmesi için MEMS tekniklerinden mikro-işleme (lift-off) kullanılmıştır. Böylece piezoelektrik polimer film üzerinde desenli elektrotlar elde edilmiştir. Daha sonra, polimer yapılı mikro-fiber dizini için PDMS malzemesi kullanılmıştır. PDMS'in fiber dizini şeklinde elde edilmesi için foto-litografi yöntemi ve ıslak aşındırma (wet etching) kullanılmıştır.

Üretim tamamlandıktan sonra algılayıcı kalibrasyonu için deney düzenekleri hazırlanmış ve algılayıcının statik ve dinamik karakteristikleri ortaya çıkarılmıştır.

## 2. PİEZOELEKTRİK DOKUNSAAL ALGILAMA

Piezoelektrik bir polimer olan PVDF ve PVDF'in kopolimerleri son yıllarda giderek artan bir ilgi kazanmıştır. Biyolojik olarak uyumlu olması ve yüksek kimyasal kararlılık göstermesi bu malzemeyi medikal alanda ön plana çıkarmıştır. Aynı şekilde mekanik açıdan dayanıklı olması ve MEMS teknikleriyle şekillendirilebilmesi robotik gelişmeler için bu malzemeyi uygun hale getirmiştir.

Bilimsel öneminin yanı sıra teknolojik açıdan da piezoelektrik polimer malzemenin mikro ve nano mertebelerde davranışının incelenmesi gerekir. Bu sebeple Kim ve Lee [22] PVDF-TrFe'ni ince film olarak hazırlandıktan sonra foto litografi işlemlerini bu film üzerinde uygulamıştır. Foto litografi ve mikro işleme yöntemlerini kullanmadaki amaçları film üzerinde elektrotların meydana getirilip, bu malzemenin algılayıcı olarak kullanılmasının hedeflenmesidir. Yaptıkları araştırmada foto litografi işlemi sırasında kullanılan standart kimyasalların hazırlanan ince filmi çözdüğü gözlemlenmiştir. Bu sebeple yaptıkları çalışma sırasında farklı kimyasallar kullanılmış veya standart olarak kullanılan kimyasallar suyla seyreltilerek işlemin daha uzun sürede gerçekleşmesi sağlanmış. En son üretilen yapının atomik kuvvet mikroskopuyla görüntülerine bakılmış ve histerisis ölçümleri yapılmıştır.

Cerrahi alanda son yıllarda en çok kullanılan yöntemlerden biri de minimal invaziv cerrahidir (MIS). Bu yöntem 1-1,5 cm kadar bir kesikten robotik el ve kamera yardımı ile ameliyatın yapılmasını içerir. Geleneksel cerrahi yöntemlere göre bir çok avantaj içerir; daha az ağrı, daha az enfeksiyon kapma riski, daha çabuk iyileşme gibi. Sahip olduğu bu avantajların yanında MIS'in eksik yanları bulunmaktadır. Cerrahi müdahale esnasında uygulanacak kuvvetin miktarı, hassasiyeti ve geri bildiriminde yetersizlikler bulunmaktadır. Qasaimeh ve arkadaşlarının [15] yaptığı çalışmada ticari olarak alınan PVDF üzerinde elektrot dizini foto litografi ve ıslak aşındırma yöntemleri kullanarak oluşturulmuş. Daha sonra bu yapı silikon pul üzerinde yine foto litografi ve ıslak aşındırma yöntemlerini kullanarak oluşturulan kanalcıklar üzerine yerleştirilmiştir. Oluşturulan bu algılayıcının PVDF ile daha hassas, frekans aralığının daha yüksek ve mekanik açıdan daha iyi sonuç verdiğini belirtmişler. Yapılan başka bir araştırmada Sharma ve arkadaşlarının [23] PVDF'in kopolimeri olan PVDF-TrFe kullanarak kateter uygulaması için dokunsal algılayıcı üzerinde çalışmasıdır. PVDF-TrFe farklı kalınlıklarda ince film halinde elde edilerek (0,5 – 11,5  $\mu\text{m}$ ) ve ince film üzerinde

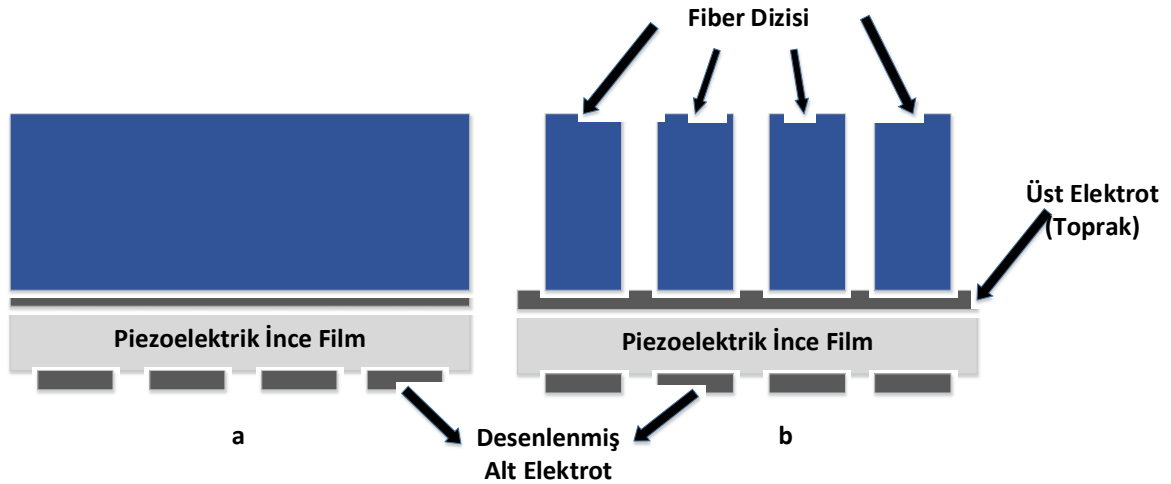
MEMS teknikleri uygulanarak iki farklı tasarımda elektrot dizini oluşturulmuş. Birinci tasarımda aynı yüzeye elektrot dizini yerleştirilmiş, ikinci tasarımda ise oluşturulan filmin ön ve arka yüzeylerine elektrot dizini yerleştirilmiştir. İkinci tasarımda oluşturulan algılayıcının daha iyi sinyal çıktısı verdiği gözlemlenmiştir.

Robotik alanda yapılan çalışmalarda da ise algılayıcı da genel olarak istenen yüksek hassasiyet ve çıkışın yanı sıra esnek olması, mekanik açıdan dayanıklı olması ve geniş alanları kaplıyor olabilmesidir. Han ve arkadaşlarının [24] araştırmasında ince  $\beta$  fazındaki PVDF filmi ıslak ve kuru aşındırma yöntemleri kullanılarak hassasiyetinin ve çözünürlüğünün artması için şekillendirilmiştir. PVDF film şekillendirilirken filmin sahip olduğu piezoelektriğin azalmaması için kullanılan yöntemlerin süreci belirlenmiştir. İnce filmin, piezoelektriğini kaybetmeden ıslak ve kuru aşındırma yöntemleri kullanılarak şekillendirilebileceği gösterilmiştir. Yapılan başka çalışmada Dahiya ve arkadaşları [25] bir çip içinde dokunsal algılama sisteminin oluşturmasıdır. Bu çip kuvveti ve sıcaklığı algılayan  $5 \times 5$  piezoelektrik oksit yarıiletken transistor (POSFET) dizininden oluşmaktadır. İnce film halinde kullanılan PVDF'in kopolimeri PVDF-TrFe hem kuvveti algılamak için hem de PVDF-TrFe'nin pyroelektrik özelliğinden ötürü sıcaklık değişimini tespit etmek için kullanılmış. Üretilen sistemin geniş aralıkta uygulanan dinamik kuvvet ve sıcaklık testleri yapılmış. Röscher ve arkadaşlarının [26] yaptığı çalışmada ise PVDF-TrFe ince filmin mikro ve nano mertebelerinde profilometre ve X-ışını difraksiyonu (XRD) yöntemleri ile karakterize edildikten sonra piezoelektrik mikro-sistemin üretimi yapılmıştır. Mikro-sistemin üretiminde litografi, mikro-işleme, ıslak ve kuru aşındırma yöntemleri birlikte kullanılmıştır. Bu çalışmada en önemli nokta elde edilen PVDF-TrFe ince filmin zarar görmeden, piezoelektrik özelliklerini kaybetmeden, mikro-sisteminin üretiminin yapıla bilinmesidir.

Bu yapılan tezde daha önceden de bahsedilen dokunsal algılamadaki ortak kısıtlamalara çözüm getirebilmektir. Tezdeki üretilen dokunsal algılayıcının temel malzemesi, piezoelektrik malzemedir. Piezoelektrik malzeme olarak bu tezde polimer bir malzeme olan PVDF-TrFe tercih edilmiştir. PVDF'in kopolimeri olan PVDF-TrFe'nin tezin ileri de daha detaylı bahsedileceği üzere tercih edilmesinin sebebi; esnek özelliğe sahip olması, istenilen şeklin elde edilebilmesi ve gerdirme işlemine tabi tutulmadan piezoelektrik özellik göstermesidir.



Algılayıcının çözünürlüğünü ve yüzeye adaptasyonu artırmak için polimer mikro-fiber dizini algılayıcıya entegre edilmiştir. İki yüzeyin birbirine güçlüce yapışması ve kolayca aynı yüzeyden herhangi bir iz bırakmadan ayrılması teknolojik açıdan nadir olarak üretilmektedir. Yapılan araştırmalarda bazı böcekler ve gecko hayvanının her türlü yüzeye tutunmasını sağlayan yapılara sahip olduğu gözlemlenmiştir. Gecko ayakuçlarında bulunan mikro ve nano mertebelerinde bulunan fiber yapıları araştırmacılar için ilham kaynağı olmuştur. Bunun dışında bu fiber yapıların ıslak veya kuru, düzgün veya pürüzlü bütün yüzeylere tutunabilmesi araştırmacıların daha çok dikkatini çekmesine sebep olmuştur [27]. Fiberler ile yüzey arasındaki bu yapışma van der Waals kuvvetleri gibi moleküler kuvvetlerden dolayı oluştuğu gösterilmiştir [28]. Sentetik olarak fiber yapılarının oluşturulması için yapılan çalışmalarda polipropilen, silikon kauçuğu, poliester reçine, polidimetil siloksan (PDMS) gibi polimerlerin kullanıldığı görülmüştür [29,30,31]. Bu tezde ise polimer mikro-fiber dizinini elde etmek için PDMS kullanılmıştır. PDMS'in MEMS üretim yöntemleri ile uyumlu olması, kimyasal olarak kararlı ve biyolojik açıdan uyumlu olması, sahip olduğu viskoelastik özelliğinden ötürü yüksek oranda yüzeye yapışması en önemli tercih sebeplerindendir [32].



**Şekil 2.1** a) Destek katmanı ince piezoelektrik film olan iki katmanlı PDMS- PVDF-TrFe filmlerin şematik görüntüsü b) Destek katmanı ince piezoelektrik film olan PDMS mikro-fiber dizini - PVDF-TrFe filminin şematik görüntüsü

Şekil 2.1'de aynı kalınlıkta olan, destek katmanı piezoelektrik ince film üzeri dökme PDMS tabakası ile destek katmanı piezoelektrik film üzeri PDMS dikey fiber dizini

gösterilmiştir. Şekil 2.1 (a) ve (b) için piezoelektrik filmin üstünde bulunan elektrot topraklanmıştır ve filmin alt yüzeyinin elektrotu desenlenmiştir. Bu çalışmadaki ana amaç MEMS teknikleri kullanılarak Şekil 2.1 (b)'de gösterilen yapıyı elde etmektir.

İnce bir film dokunsal algılayıcı için yanal ve dikey olarak iki farklı hassasiyet tanımlanabilir. Dokunsal algılayıcıların yanal ve dikey hassasiyetlerinin arttırılamamasındaki en önemli sorun, uygulanan iki farklı kuvvetin etkisi sonucu oluşan gerilimlerin birbiri içine geçmelerinden dolayı okunamamasıdır. Dokunsal algılayıcıya fiber dizini entegre ederek gerilimlerin birbiri içine geçme sorununa çözüm getirilmesi amaçlanmıştır. Ayrıca, fiber dizini bunların dışında uygulanan kuvvet bölgesinin küçülmesi sonucunda daha fazla basınç uygulanmasını sağladığından dolayı dokunsal algılayıcının çıkış geriliminin düz film algılayıcılara göre daha fazla olması öngörülmektedir. Bunun sonucunda algılayıcının hassasiyetinde artış beklenmektedir.

## 2.1. Piezoelektriğin Tarihçesi

18. yüzyılın ortalarında Carl Linnaeus ve Franz Aepinus pyroelektrik olarak adlandırılan malzemedeki sıcaklık değişiminden dolayı oluşan elektrik potansiyel üzerinde çalışmıştır. Bu bilgiden yola çıkarak, “René Just Haüy” ve “Antoine César Becquerel” mekanik gerilme ve elektrik potansiyeli arasında bir ilişki olduğunu belirttiler fakat yaptıkları çalışmalar bir sonuca ulaşmadı [33].

İlk kez piezoelektrik özellik ile kristal yapı arasındaki ilişkiyi açıklayan deneyler Pierre Curie ve Jacques Curie kardeşler tarafından 1880 yılında yapılmıştır. Curie kardeşler pyroelektrik özellik ile ilgili sahip oldukları bilgileri de değerlendirerek doğrudan piezoelektrik etkiyi (malzemeye uygulanan mekanik stres sonucu üretilen elektrik) tourmaline, quartz, topaz, cane sugar, Rochelle tuzu kristallerini kullanarak kanıtladılar. Curie kardeşler doğrudan piezoelektrik etkiyi kanıtlamışlar fakat malzemenin dolaylı piezoelektrik etkiyi (malzemeye uygulanan elektrik alan sonucu malzemede oluşan gerilme) gösterebileceğini tahmin etmemişlerdi. Gabriel Lippmann 1881 yılında temel termodinamik ilkelere dayanarak dolaylı piezoelektrik etkiyi matematiksel olarak var olduğunu göstermiştir. Curie kardeşler Lipmann'ın ortaya çıkardığı bu olgunun üzerine çalışmalara başlayarak malzemenin dolaylı piezoelektrik etkiyi gösterdiğini de kanıtladı [34].

Piezoelektrik özelliğin varlığı keşfedildikten sonraki 25 yıl boyunca laboratuvarlarda piezoelektrik özellik sergileyen kristal yapılarını keşfetmek için çalışıldı. Woldemar Voight'ın 1910 yılında tensor analizi kullanarak piezoelektrik sabitleri ve piezoelektrik özellik sergileyen 20 doğal kristal sınıfı tanımladığı Lehrbuch der Kristallphysik kitabının yayınlanmasıyla bu çalışmalar sonuçlandı [35].

Piezoelektrik malzemenin ilk önemli uygulaması I. Dünya Savaşı sırasında ortaya çıkmıştır. Bu çalışma Fransa'da Paul Langevin ve çalışanları tarafından üretilen ultrasonik denizaltı detektörüdür. Detektör, iki çelik plaka arasına ince kuvars kristallerinin yapıştırılmasıyla oluşturulmuştur. Bu kompozit sistem 50 kHz değerinde rezonans frekansına sahiptir. Bu cihaz suyun içine yüksek frekansta sinyal gönderiyor ve daha sonra yansıyan sesi algılıyordu. Bu şekilde çalışan sistem denizaltında bulunan nesnelerin uzaklığını ölçebiliyordu. Piezoelektrik kullanarak üretilen bu sonarın başarıya ulaşmasıyla birlikte bundan sonraki yıllarda yeni piezoelektrik malzemeler ve yeni uygulama alanları keşfedildi. Mikrofonlar,

titreşim algılayıcıları, hızölçer, sigortalar, mikropompalar, kulaklıklar, ultrasonik temizleyiciler, osilatörler, transformatörler yeni uygulama alanlarına örnek verilebilir [34].

II. Dünya Savaşı boyunca, ABD, Rusya ve Sovyetler Birliği'nde bulunan birbirinden bağımsız araştırmacılar doğal kristallerden 100 kat daha büyük dielektrik sabite sahip sentetik malzemeler (ferroelektrik olarak adlandırıldı) keşfettiler. Daha sonra aynı sınıfa dahil olan bu malzemelerin üzerine elektrik alan uygulanarak piezoelektrik özellik kazanabildiği keşfedildi. Bu keşif "baryum titanat" ve "kurşun zirkonat titanat (PZT)" malzemelerin ve bunların kendilerine ait özellikleri ve özel uygulamalarının geliştirilmesinde önemli rol oynadı. Böylece üretimi kolay ve daha iyi piezoelektrik özellik gösteren bu seramik malzemelerin keşfi bu alanda yapılan çalışmaların daha da artmasına sebep olmuştur. Günümüzde halen PZT'ye yeni bileşenler eklenerek bu malzemenin daha iyi performans sergilemesi için araştırmalar yapılmaktadır [33].

1970'li yıllara kadar üzerinde çalışılan piezoelektrik özellik gösteren malzemeler doğada bulunan kristallerden ve yapay olarak üretilen seramiklerden oluşuyordu. Kawai 1969 yılında polimer yapılı bir malzeme olan hem piezoelektrik hem de pyroelektrik özellik gösteren polyvinylidene flüoride (PVDF)'i keşfetti. Bu malzemenin piezoelektrik özellik göstermesi için sadece elektrik alanın uygulanması yeterli değildi. Kawai PVDF ile ilgili yayınladığı ilk makalede bu malzemenin hangi işlemler sonucunda piezoelektrik özelliği kazandığı anlatılmaktadır [36].

Son 30 yıldır malzeme bilimi özgün, kullanışlı, entegre olabilen ve yüksek verimli kompozit malzemeler üzerinde çalışmaktadır. Piezoelektrik ve pyroelektrik malzemeler, bu malzemelere dışardan stres veya sıcaklık uygulandığında elektrik üretiyor. Günümüzde bu malzemeler, akıllı malzemeler olarak adlandırılmaktadır. Bu malzemeler aynı anda algılayıcı ve eyleyici olarak çevre koşullarına göre değişkenlik gösterip birçok uygulamada kullanılabilir [35] .

## 2.2. Piezoelektrik Özellik

Yunancadan türetilmiş olan 'piezo' kelimesi basınç anlamına gelmektedir. Piezoelektrik ifadesini bütünüyle düşündüğümüzde basınç sonucunda oluşan elektrik demektir. Piezoelektrik özellik, kristal içyapılarında merkezi simetri göstermeyen malzemelerde, uygulanan mekanik basınç sonucunda malzemede elektrik potansiyel oluşmasıdır. Bu piezoelektrik malzemelerde keşfedilen ilk özelliği ve bu olgu doğrudan piezoelektrik etki olarak tanımlanmaktadır. Sonradan keşfedilen diğer piezoelektrik özelliklerle birlikte piezoelektrik malzemelerin tersinir olduğu anlaşılmıştır. Piezoelektrik malzeme üzerinden elektrik akımı geçirildiği zaman malzeme üzerinde bir gerilme oluşur, buna da dolaylı piezoelektrik etki denir.

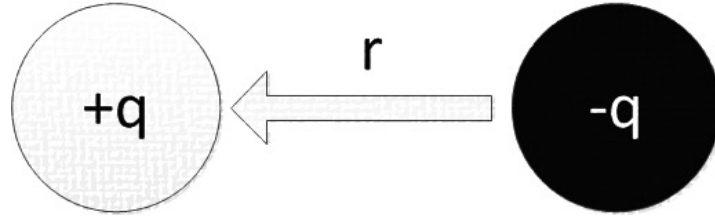
Bütün kristal yapıları 32 kristal sınıfı içinde sınıflandırılırlar. Bu kristal sınıflarından 20 tanesi merkezi simetriye sahip değildir ve bunlar piezoelektrik özellik göstermektedir. Bu gruptan 10 kristal piezoelektrik sınıfı polardır. Bir malzemenin polar olması demek o malzemenin doğal olarak bir dipol momente sahip olmasıdır. Bu 10 kristal sınıfı aynı zamanda sıcaklık değişimi ile de elektrik potansiyeli oluşturmaktadır ve bu özelliğe pyroelektrik etki denilmektedir. Bu sınıfa dahil bir malzeme çeşidi daha vardır ki bunlar ferroelektrik malzemeler olarak adlandırılır. Ferroelektrik, malzeme içinde bulunan doğal dipol momentlerinin belirli bir elektrik alan uygulanmasıyla yönlendirilmesidir. Kristal sınıflarının daha iyi anlaşılması için aşağıda ki Çizelge 2.1 oluşturuldu [37].

**Çizelge 2.1** Kristal sınıfları

32 Kristal Sınıfı			
20 Piezoelektrik Sınıfı			Piezoelektrik olmayan
10 Pyroelektrik Sınıfı		Pyroelektrik Olmayan	
Ferroelektrik	Ferroelektrik olmayan		

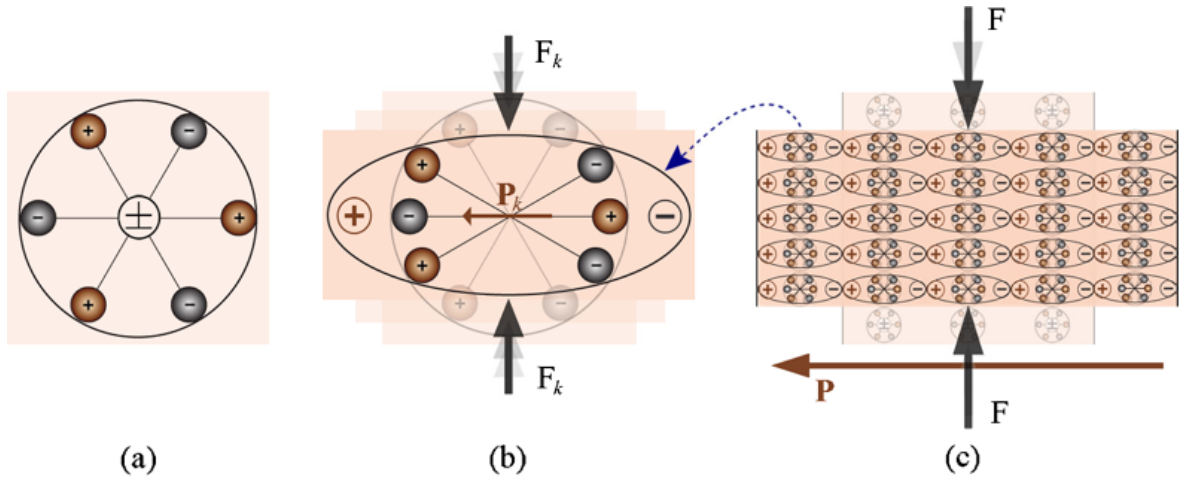
Çizelgede görüldüğü üzere 20 sınıf kristalin hepsi piezoelektrik özellik göstermektedir. Piezoelektrik malzemeleri polar ve polar olmayan olarak ikiye ayırabiliriz [38]. Polar yapıdaki 10 sınıf kristalin hepsi pyroelektrik özellik göstermektedir ve pyroelektrik malzemelerin bir kısmı ferroelektrik özellik göstermektedir.

Dipol moment, aralarında bağ olan iki atomun birbirlerine olan uzaklıklarıyla, yüklerin çarpımı şeklinde tanımlanır. Şekil 2.2 dipol momentini göstermektedir. Piezoelektrik özelliğin var olabilmesi için net bir dipol momentin oluşması veya var olması gerekir. Net dipol momentini malzemedeki her bir hücredeki toplam dipol momentidir. Burada bahsedilen net dipol moment polarizasyonu anlatmaktadır. Polarizasyon, birim hacim başına düşen toplam dipol momentidir.



**Şekil 2.2** Dipol momentini

Polar olmayan piezoelektrik malzemelerin hücresel yapısı Şekil 2.3 (a)'da görülmektedir. Bu malzemelerin hücre yapılarında dipol momentini bulunmaz. Mekanik bir basınç uygulandığı zaman Şekil 2.3 (b)'de olduğu gibi pozitif ve negatif iyonlar merkezden ayrılarak karşılıklı hale gelirler ve dipol momentleri oluşur. Polarizasyonun oluşabilmesi için oluşan dipol momentinin birim hücre içinde oluşan diğer dipoller tarafından iptal olmaması gerekir. Malzeme eğer merkezi simetriye sahip değilse Şekil 2.3 (c)'de olduğu gibi polarizasyon oluşur [39].

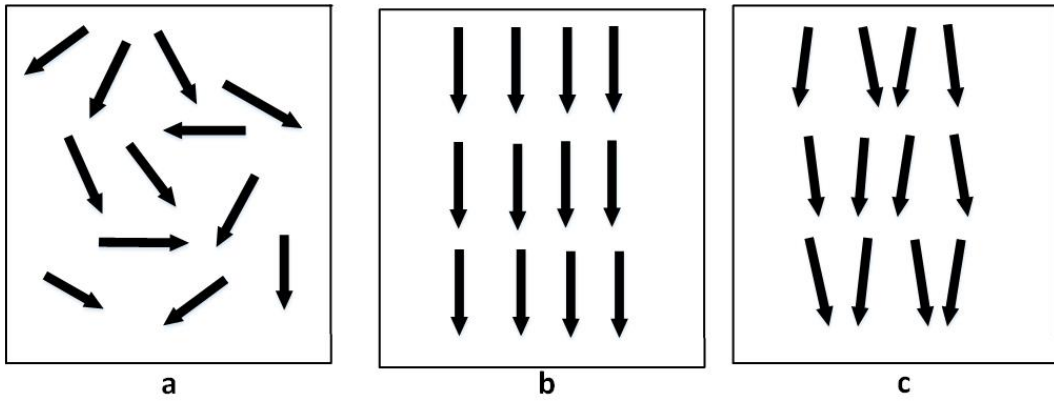


**Şekil 2.3** Polar olmayan piezoelektrik malzemenin hücresel yapısı [39]

Polar olmayan piezoelektrik malzemeler doğada bulunan turmalin, kuvars, Rochelle tuzu gibi kristalleri içerir. Bu tezde ise polar piezoelektrik malzemelerin yapısı bizim için daha önemlidir. Tez süresince çalışılan PVDF'in kopolimeri olan

PVDF-TrFe hem ferroelektrik hem de pyroelektrik özellik gösteren polar piezoelektrik bir malzemedir.

Ferroelektrik malzemeler yapısal olarak merkezi simetriye sahip değildirler ve birim hücrelerinde doğal olarak bir dipol moment bulunur. Birim hücrelerinde bulunan her bir dipol momentin yönü farklıdır. Birim hücrelerin bulunduğu her bir bölgeye domain denir. Domainlerin yapısı Şekil 2.4 (a)'da ki gibidir. Dipol momentleri bu şekilde bulunan ferroelektrik malzemeler piezoelektrik özellik göstermez. Bu yüzden ferroelektrik malzemelerin piezoelektrik özellik göstermesi için her bir domainde bulunan dipol momentlerin aynı doğrultuya yönlendirilmeleri gerekir.



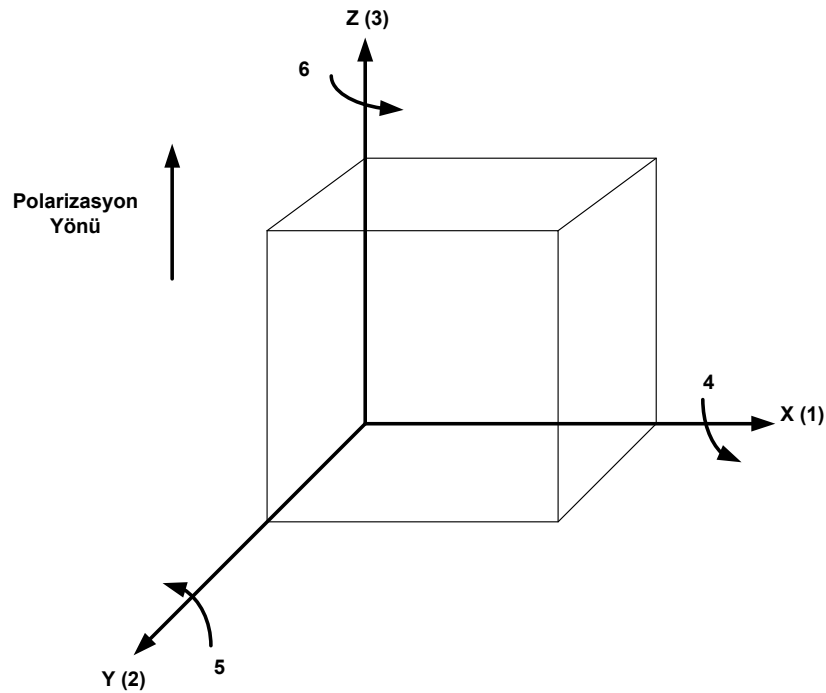
**Şekil 2.4** Ferroelektrik malzemenin domain yapısı

Domain yapısı malzemeye elektrik alan uygulanması ile yeniden yapılandırılır. Bu elektrik alanın miktarı malzemeye göre farklılık gösterse de 10-100 kV/cm değerleri genelde kullanılmaktadır. Domainleri belli bir yönde yönlendirmek için malzemeye elektrik alan uygulama işlemine kutuplama denir. Şekil 2.4 (b) elektrik alan uyguladığımızda domain içindeki polarizasyonların nasıl şekil aldığını göstermektedir. Şekil 2.4 (c) ise elektrik alan uygulaması kaldırıldıktan sonra domain içindeki polarizasyonu göstermektedir. Elektrik alan kaldırılrsa bile domainler tamamen eski yapısına dönmez [40].

Malzemenin bu şekilde kutuplanması bize malzeme karakterizasyonunda kullanılan histerisis döngüsünü verir. İdeal bir histerisis döngüsünde pozitif ve negatif zorlayıcı alan değeri ve pozitif ve negatif kalıntı polarizasyon değerleri birbirilerine eşit olur. Kullanılan malzemenin kalınlığı, uygulanan ısıl işlem, malzemenin hazırlanma koşulları gibi faktörler, zorlayıcı alanı, kalıntı polarizasyonu, döngünün şeklini etkileyen faktörlerden bazılarıdır.

### 2.3. Piezoelektrik Sabitler

Çeşitli piezoelektrik sabitlerinin ( $d_{ij}$ ,  $g_{ij}$ ,  $S_{ij}$ ,  $k_{ij}$ , ve  $\epsilon_{ij}$ ) fiziksel anlamları bu bölümde anlatılacaktır. Piezoelektrik malzemeler anizotropik olduğu için malzemeye uygulanan herhangi bir mekanik veya elektrik etkinin doğrultusu yapılacak olan hesaplamalar için önemlidir. X-Y-Z doğrultuları sırasıyla 1-2-3 alt indisleriyle gösterilirler. Piezoelektrik sabitleri iki alt indise sahiptir. Bunlardan birincisi elektriksel eksen (i), ikincisi ise mekanik eksen (j) temsil eder. Bu çalışmada piezoelektrik malzeme olarak PVDF-TrFe'den ince film şeklinde üretilecektir ve ince film üzerine elektrotlar yalnızca malzemenin alt ve üst kısımlarına yerleştirilebileceğinden elektriksel eksen her zaman "3" ile temsil edilecektir. Mekanik basınç herhangi bir eksenenden uygulanabileceği için mekanik eksen 1, 2, 3 indislerinden herhangi biriyle ifade edilebilir. Bu eksenlerin herhangi birinde oluşan kayma ise 4, 5, 6 alt indisleri ifade edilir [42].



Şekil 2.5 Piezoelektrik ilişkiler için kullanılan doğrultular

#### 2.3.1. Piezoelektrik Gerinim Sabiti ( $d_{ij}$ )

Piezoelektrik gerinim sabiti, malzemenin elektrik ve mekanik özellikleri ile bu özelliklerin birbiriyle olan ilişkilerini ele alır. Piezoelektrik malzemeye uygulanan birim mekanik gerilme sonucu oluşan polarizasyon veya malzemeye uygulanan birim elektrik alan sonucu oluşan mekanik gerinim olarak tanımlanır. Denklem



(2.1) doğrudan piezoelektrik etki için gerinim sabitinin ifadesini ve Denklem (2.2) dolaylı piezoelektrik etki için gerinim sabitinin ifadesidir [34].

$$d_{ij} = \left( \frac{\partial D_i}{\partial T_j} \right)^E \rightarrow (\text{Doğrudan piezoelektrik etki}) \quad (2.1)$$

$$d_{ij} = \left( \frac{\partial S_i}{\partial E_j} \right)^T \rightarrow (\text{Dolaylı piezoelektrik etki}) \quad (2.2)$$

### 2.3.2. Piezoelektrik Gerilim Sabiti ( $g_{ij}$ )

Piezoelektrik malzeme üzerine uygulanan birim mekanik gerilme sonucu oluşan elektrik alan veya malzemeye uygulanan birim elektrik deplasmanı sonucu oluşan mekanik gerinim olarak tanımlanır. Denklem (2.3) doğrudan piezoelektrik etki için gerilim sabitinin ifadesini ve denklem (2.4) dolaylı piezoelektrik etki için gerilim sabitinin ifadesidir [34].

$$g_{ij} = - \left( \frac{\partial E_i}{\partial T_j} \right)^D \rightarrow (\text{Doğrudan piezoelektrik etki}) \quad (2.3)$$

$$g_{ij} = \left( \frac{\partial S_i}{\partial D_j} \right)^T \rightarrow (\text{Dolaylı piezoelektrik etki}) \quad (2.4)$$

### 2.3.3. Dielektrik Sabiti ( $\epsilon_{ij}$ )

Dielektrik sabiti, piezoelektrik malzemeye uygulanan elektrik alan sonucu birim alanda oluşan yük miktarıdır.  $\epsilon^T$ , sabit gerilme altındaki dielektrik sabiti ve  $\epsilon^S$ , sabit gerinim altındaki dielektrik sabitidir.

Bağıl dielektrik sabiti,  $K$ , ise malzemenin dielektrik sabitinin boşluğun dielektrik sabitine oranı olarak tanımlanır (Denklem (2.5)) [34].

$$K = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (2.5)$$

Piezoelektrik gerinim sabiti, piezoelektrik gerilim sabiti ve dielektrik sabiti arasındaki ilişki ise Denklem (2.6)'da ki gibidir.

$$g = d/\epsilon \quad (2.6)$$

### 2.3.4. Elastik Uygunluk ( $S_{ij}$ )

Elastik uygunluk, bir piezoelektrik malzemeye birim alana uygulanan gerilim sonucu oluşan gerinimdir. Malzemenin gerinim ve gerilim yönlerinin dışında elektriksel özelliklerine de bağlıdır.  $S_{ij}^E$  olarak ifade edilen değer sabit elektrik alan altında elastik uygunluk ve  $S_{ij}^D$  olan ifade ise sabit elektrik yükü altında elastik uygunluğudur [34].

### 2.3.5. Curie Sıcaklığı

Curie sıcaklığı olarak ifade edilen  $T_c$ , piezoelektrik özellik gösteren malzemelerde malzemenin hangi sıcaklık aralığında bu özelliği sergilediğini belirten tanımdır. Curie sıcaklığının kullanımı polar ve polar olmayan piezoelektrik malzemeler farklılık göstermektedir. Polar olmayan piezoelektrik malzemelerde Curie sıcaklığının altındaki malzemelerin kristal yapısı merkezi simetriye sahip değildir ve piezoelektrik özellik gösterirler. Bu malzemelerde sıcaklık değeri Curie sıcaklığının üzerinde malzemenin kristal yapısı merkezi simetrik hale gelir ve piezoelektrik özelliğini kaybeder. Polar piezoelektrik malzemeler yani ferroelektrikler de malzeme Curie sıcaklığına ulaştığı zaman birinci veya ikinci dereceden faz değişikliği olur ve malzeme piezoelektrik özellik göstermez. Piezoelektrik malzemelerin hepsi Curie sıcaklığının altında piezoelektrik özellik sergiler ve Curie sıcaklığı malzeme için karakteristiktir. Her malzeme için farklı bir Curie sıcaklığı bulunur [43].

## 2.4. Piezoelektrik Bünye Denklemleri

Piezoelektrik özellik elastik değişkenler, gerilim  $T$  ve gerinim  $S$ , ve dielektrik değişkenler, elektrik yük yoğunluğu  $D$  ve elektrik alan  $E$ , arasındaki bağlantılardan oluşur. Bu bağlantılar piezoelektriğin doğrusal teorisine göre aşağıdaki denklemlerle açıklanacaktır [39,44].

$$S_p = S_{pq}^E + d_{pk} E_k \quad (2.7)$$

$$D_i = d_{iq} T_q + \varepsilon_{ik}^T E_k \quad (2.8)$$

Denklemlerde yer alan ifadeler;  $S_{pq}^E$  sabit elektrik alan altındaki elastik uygunluk sabiti,  $\varepsilon_{ik}^T$  sabit gerilim altındaki dielektrik sabiti,  $d_{kp}$  piezoelektrik gerinim sabiti,  $S_p$   $p$  eksenindeki mekaniksel gerinim,  $D_i$   $i$  eksenindeki yük yoğunluğu,  $T_q$   $q$

eksenindeki mekaniksel gerilim ve  $E_k$  k eksenindeki elektrik alanı göstermektedir.

Denklemler (2.7) ve (2.8)'in matris formları aşağıdaki gibidir:

$$\begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11}^E & S_{12}^E & S_{13}^E & S_{14}^E & S_{15}^E & S_{16}^E \\ S_{21}^E & S_{22}^E & S_{23}^E & S_{24}^E & S_{25}^E & S_{26}^E \\ S_{31}^E & S_{32}^E & S_{33}^E & S_{34}^E & S_{35}^E & S_{36}^E \\ S_{41}^E & S_{42}^E & S_{43}^E & S_{44}^E & S_{45}^E & S_{46}^E \\ S_{51}^E & S_{52}^E & S_{53}^E & S_{54}^E & S_{55}^E & S_{56}^E \\ S_{61}^E & S_{62}^E & S_{63}^E & S_{64}^E & S_{65}^E & S_{66}^E \end{bmatrix} \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} d_{11} & d_{12} & d_{13} \\ d_{21} & d_{22} & d_{23} \\ d_{31} & d_{32} & d_{33} \\ d_{41} & d_{42} & d_{43} \\ d_{51} & d_{52} & d_{53} \\ d_{61} & d_{62} & d_{63} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (2.9)$$

$$\begin{bmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} d_{11} & d_{12} & d_{13} & d_{14} & d_{15} & d_{16} \\ d_{21} & d_{22} & d_{23} & d_{24} & d_{25} & d_{26} \\ d_{31} & d_{32} & d_{33} & d_{34} & d_{35} & d_{36} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_{11}^T & \varepsilon_{12}^T & \varepsilon_{13}^T \\ \varepsilon_{21}^T & \varepsilon_{22}^T & \varepsilon_{23}^T \\ \varepsilon_{31}^T & \varepsilon_{32}^T & \varepsilon_{33}^T \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (2.10)$$

Genel bir ifadeyle yazılmış olan bu matrisleri kullanacağımız malzemenin özellikleri için uyarlırsak eğer daha basite indirgemiş oluruz. Daha önce belirttiğimiz gibi ilk indis elektriksel eksenini ifade etmektedir ve elektrotlar sadece üst ve alt yüzeye yerleştirilebileceğinden, bu indis her zaman Şekil 2.5'de gösterilen 3 yönüdür. Kullanacağımız piezoelektrik malzeme ince film şeklinde kullanılacağı için  $d_{kp}$  matrisi şu şekilde ifade edilir:

$$d = \begin{bmatrix} 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{32} \\ 0 & 0 & d_{33} \\ 0 & d_{24} & 0 \\ d_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (2.11)$$

Kutuplama işlemi ise sadece 3 yönünde gerçekleştirilebileceğinden birçok piezoelektrik sabiti sıfır değerini almakta veya diğer sabitlerle eşdeğer olmaktadır.

PVDF ve onun kopolimeri olan PVDF-TrFe için denklem (2.7) ve (2.8) aşağıda verilen matris formlarına dönüşür [39].

$$\begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_4 \\ S_5 \\ S_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11}^E & S_{12}^E & S_{13}^E & 0 & 0 & 0 \\ S_{21}^E & S_{22}^E & S_{23}^E & 0 & 0 & 0 \\ S_{31}^E & S_{32}^E & S_{33}^E & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44}^E & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{55}^E & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{66}^E \end{bmatrix} \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 & 0 & d_{31} \\ 0 & 0 & d_{32} \\ 0 & 0 & d_{33} \\ 0 & d_{24} & 0 \\ d_{15} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (2.12)$$

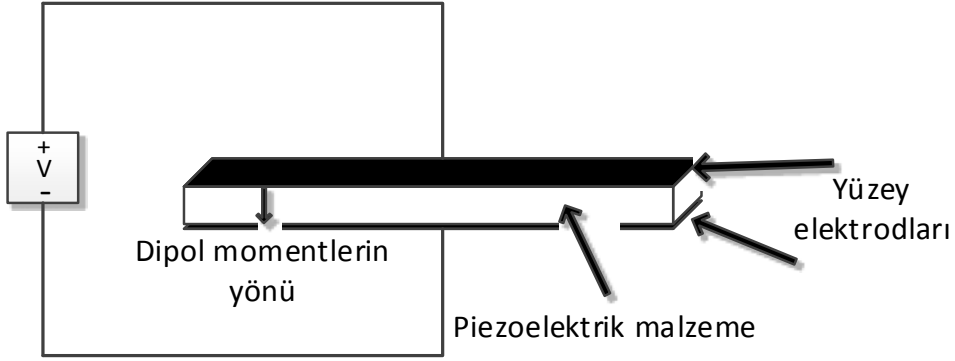
$$\begin{bmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{24} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{32} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \varepsilon_{11}^T & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{22}^T & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33}^T \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{bmatrix} \quad (2.13)$$

## 2.5. Piezoelektrik Algılayıcı Formülleri

Piezoelektrik malzemeler uygulanan mekanik bir basınç ile elektriksel yük üreten dinamik malzemelerdir. Bu özelliği sayesinde algılayıcı uygulamaları için çok uygundur. Piezoelektrik algılayıcılarının yüksek hassasiyet, yüksek frekans cevabı, kompakt, dinamik gibi özellikleri ve algılayıcı olarak da makul bir sinyal iyileştirme devresine ihtiyaç duymaları, algılayıcı olarak kullanılmalarında ki en önemli sebeplerdendir. Bu kısımda piezoelektrik malzemeden elde edilen algılayıcı çıkışlarının gerilim ve yük cinsinden matematiksel formülleri açıklanacaktır.

Piezoelektrik algılayıcının ürettiği yük yoğunluğu  $D$ , algılayıcı üzerine uygulanan belirli yöndeki gerilim  $S$  ve piezoelektrik gerinim sabiti  $d$  kullanılarak elde edilen Denklem (2.14)'de gösterildiği gibidir [42].

$$D = d_{3j}S_j \quad (2.14)$$



**Şekil 2.6** Piezoelektrik Algılayıcı

Uygulanan gerilimin mekaniksel eksenin (j) de 1 eksenini uzunluk doğrultusu, 2 eksenini genişlik doğrultusunu, 3 eksenini kalınlık doğrultusunu göstermektedir. Denklem (2.14)'ün matris olarak ifadesi aşağıdaki gibidir [45];

$$\begin{bmatrix} D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & d_{15} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & d_{24} & 0 & 0 \\ d_{31} & d_{32} & d_{33} & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} S_1 \\ S_2 \\ S_3 \\ S_{23} \\ S_{31} \\ S_{12} \end{bmatrix} \quad (2.15)$$

1, 2 ve 3 doğrultularındaki yük yoğunluğu olan  $D_1$ ,  $D_2$ ,  $D_3$  hesaplandıktan sonra üretilen yük miktarını hesaplamak için 2-3, 1-3, 1-2 düzlemleri üzerindeki  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$  elektrot bölgelerinin diferansiyeli alınır.

$$q = \int \int \begin{bmatrix} D_1 & D_2 & D_3 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} dA_1 \\ dA_2 \\ dA_3 \end{bmatrix} \quad (2.16)$$

Üretilen gerilim miktarı, hesaplanan yük miktarının piezoelektrik algılayıcının kapasitansına,  $C$ , bölünmesiyle elde edilir.

$$V = q/C \quad (2.17)$$

## 2.6. Piezoelektrik Malzemeler

Piezoelektrik malzemeler dört grup altında incelenebilir: piezoelektrik kristaller (kuvars, rochelle tuzu, vb.), piezoelektrik seramikler (kurşun zirkonat titanat, baryum titanat, vb.), piezoelektrik polimerler (naylon, vinilidin florür, vb.) ve piezoelektrik kompozitler. Gösterdikleri farklı özelliklerinden dolayı her grup farklı çalışma alanlarında tercih edilmektedir. Aşağıda başlıklar altında temel olan üç gruptan bahsedilecek ve tez çalışmasında üretilecek olan algılayıcının temel malzemesi olan piezoelektrik polimerler daha detaylı incelenecektir.

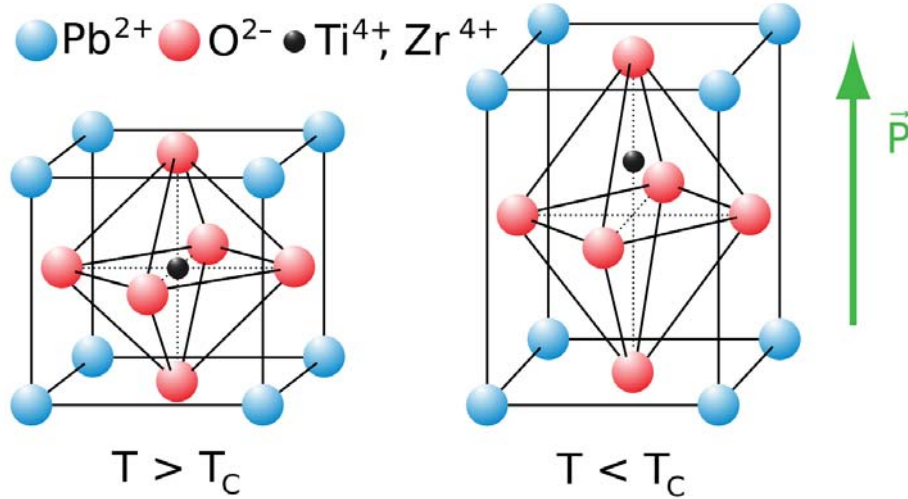
### 2.6.1. Piezoelektrik Kristaller

Piezoelektrik malzemeler içinde ilk keşfedilen piezoelektrik kristallerdir. Bu kristallerin piezoelektrik davranış sergilemeleri için malzemelerin kristalografik doğrultuları dikkate alınarak kesmek ve şekillendirmek gerekir [37].

Kuvars, rochelle tuzu, turmalin, lityum niyobat ( $\text{LiNbO}_3$ ) ve lityum tantalat ( $\text{LiTaO}_3$ ) kristal malzemelere örnek gösterilebilir. Kuvars kristali günümüzde geniş ölçüde ivmeölçer sistemlerinde kullanılmaktadır. Turmalin yüksek piezoelektrik gerilim sabitinden dolayı ticari hidrofonda kullanılmaktadır. Kristaller çok kararlı oldukları için algılayıcılar için uygun olarak kabul edilirler. Ancak piezoelektrik seramiklerin keşfinden sonra seramikler kristal malzemelerin çokça yerini aldı. Bu noktada lityum niyobat ve alüminyum nitrid günümüzde bile çekiciliğini kaybetmemiş, üzerinde çalışmalar yapılan iki piezoelektrik kristaldir. Lityum niyobat kristalografisi açısından PZT'den düşük simetriye sahip olmasına rağmen PVDF'den daha yüksek bir simetriye sahiptir. Yüksek bir boylamasına yayılma hızına sahip olduğundan yüksek frekans gerektiren uygulamalar için uygundur. Ayrıca Curie sıcaklığı,  $T_c \approx 1200$ , çok yüksek olması sebebiyle yüksek sıcaklık gerektiren uygulamalar içinde tercih sebebidir. Alüminyum nitrid ise kristalografisi açısından PZT ile benzer ve özellikleri açısından lityum niyobata ile benzerlik göstermektedir [40].

## 2.6.2. Piezoelektrik Seramikler

Piezoelektrik malzemeler içinde piezoseramikler en geniş kullanıma sahiptir. Mikro elektromekanik sistemler içinde piezoelektrik seramikler önemli fonksiyonel malzemelerdendir. Bu malzemeler piezoelektrik kristallere göre yapısal olarak daha kararlı ve mekanik, fiziksel ve piezoelektrik açıdan daha kullanışlıdır.



Şekil 2.7 PZT'nin Curie sıcaklığının altında ve üstünde hücre yapısı [61]

Piezoelektrik seramiklerin geneli perovskit kristal yapısına sahiptir. Hücre yapıları basit küp şeklinde olup yapının köşe kısımlarında büyük "A" iyonları, merkezde küçük "B" iyonu ve hücre yüzeylerinin merkezinde oksijen iyonları bulunur. Bu hücre yapısını kurşun zirkonat titanat (PZT) için örnek alırsak hücrede köşe kısımlara kurşun iyonları, merkezde titanyum iyonu ve hücre yüzeyinin merkezinde ise oksijen iyonları konumlanır [46].

Piezoelektrik seramikler aynı zamanda ferroelektrik malzemelerin alt kategorisine de girerler. Bütün piezoseramikler ferroelektrik özellik gösterir. Piezoseramiklerin piezoelektrik özellik göstermesi için belli koşulları sağlamaları gerekir. Curie sıcaklığı en önemli koşullardan biridir. Şekil 2.7'de görüldüğü üzere PZT Curie sıcaklığının üzerinde ise simetrik bir yapıya sahip ve dipol momentler oluşmamıştır. Curie sıcaklığının altında ise hücre yapısı simetrik olmayan bir yapıya gelmiş başka bir ifadeyle faz değişikliğine uğramıştır. Faz değişikliğinden sonra piezoelektrik özelliğin en temel özelliği olan hücre içinde dipol momentler oluşmuştur. Piezoelektrik seramiklerin piezoelektrik özellik göstermeleri için Curie sıcaklığının altında olmaları ve bunun dışında dipol momentlerinin yönlendirilmeleri için kutuplanmaları gerekir [37].

Piezoelektrik seramik malzemelerin üretiminin en temel hali, metal oksit tozlarının belirli oranlarda karıştırıldıktan sonra homojen bir karışım elde etmek için ısıtılır. Bu ısıtma işleminden sonra malzeme belirli zaman aralıklarıyla yüksek sıcaklıkta fırınlanır, bu işleme sinterleme denir. Sinterleme işlemini amacı toz parçacıklarından yoğun kristal yapıyı elde etmektir. Ürün en son istenilen şekillerde ve ölçülerde kesilir [44].

Piezoelektrik seramikler yumuşak ve sert olmak üzere iki sınıf altında incelenebilirler. Bu sınıflandırma seramiklerin bileşimleri ve özellikleri dikkate alınarak yapılmıştır. Yumuşak seramiklerin en önemli özellikleri yüksek piezoelektrik sabitleri, yüksek dielektrik sabitleri, yüksek piezoelektrik etkileşim sabitine sahip olmalarıdır. Bu sahip oldukları özelliklerden dolayı yumuşak piezoelektrik seramikler sert piezoelektrik seramiklere göre daha fazla uzama gösterirler. Genellikle algılayıcı uygulamaları için idealdirler. Sert piezoelektrik seramikler ise yüksek Curie sıcaklık ve düşük histerisis özelliği gösterirler. Diğer özellikleri açısından yumuşak seramiklerin tam tersidirler. Yüksek frekans ve yüksek elektrik alan gerektiren uygulamalar için uygundur [40].

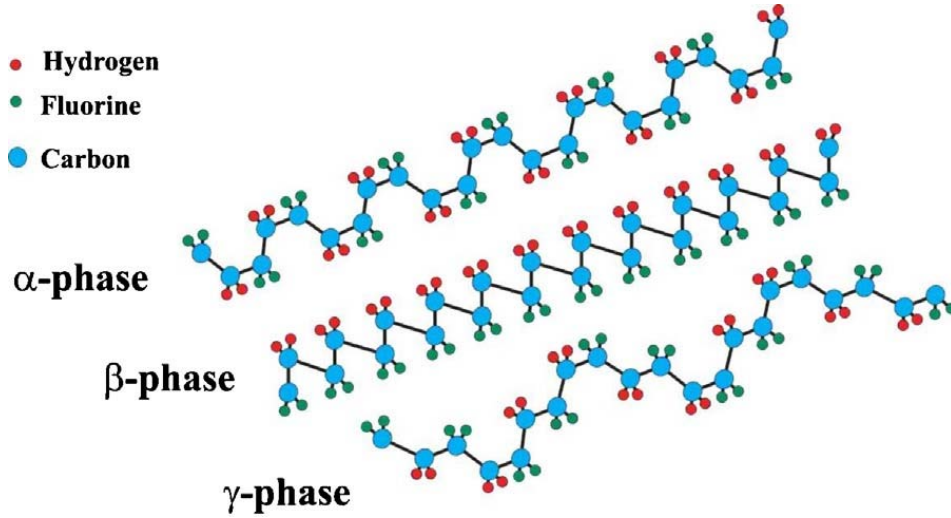
Piezoelektrik seramik malzemelerin içinde en yaygın olanı ve önemlisi PZT'dir ve günümüzde birçok formu bulunmaktadır. İstenilen uygulamaya uygun olarak sert veya yumuşak piezoelektrik seramik olarak üretilebilmektedir [40].

### **2.6.3. Piezoelektrik Polimerler**

Kawai 1969 yılında polimer polyvinylidene flüoride (PVDF)'in piezoelektrik özelliğini keşfetti ve daha sonra 1971'de PVDF'in pyroelektrik özelliği ve doğrusal olmayan optik özellikleri keşfedildi. 1970'lerde bu yapılan keşifler PVDF'in ferroelektrik özelliğinin buluşuna sebep oldu. Bu keşifler ferroelektrik polimer biliminin ve mühendisliğinin oluşmasını sağladı. Bir çok ferroelektrik özellik gösteren malzeme bulundu: poliüreler, ferroelektrik saydam kristal polimerler, PVDF'in kopolimerleri, vb. Bu malzemeler arasında PVDF ve PVDF'in kopolimerleri gösterdikleri yüksek polarizasyon ve yüksek kimyasal kararlılık sebebiyle üzerinde en çok araştırma yapılan ve geliştirilen ferroelektrik polimer olmuştur.

PVDF, Flor ve Hidrojen atomlarının çiftlerini içeren bir karbon iskeletinden meydana gelmektedir.





**Şekil 2.8** PVDF'in  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  fazlarının molekül yapıları [48]

Tekrarlama birimi  $(-\text{CH}_2-\text{CF}_2-)_n$  vinilidin florür monomeridir [47].

PVDF'in yapısındaki kristal oranları değişkenlik göstermektedir. Bunun sebebi ise  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ,  $\epsilon$  beş farklı fazının bulunmasıdır [48]. Çeşitli kimyasal ve fiziksel teknikler kullanılarak faz değişikliği sağlanabilir. Şekil 2.8'de en çok üzerinde araştırma yapılan ve uygulama alanları en geniş olan  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  fazlarının molekül yapıları gösterilmiştir [48].

PVDF'in  $\alpha$  fazı birim hücrenin merkezi simetrik olmasından dolayı piezoelektrik özellik göstermez fakat en kararlı yapı bu fazda elde edilir. PVDF'in algılayıcı veya eyleyici olarak kullanılabilmesi için PVDF'in sahip olduğu monomerlerin güçlü dipol momentlere sahip olması gerekir. Elektropozitif olan hidrojen ve karbon atomuna karşı flor atomu elektronegatifdir. Flor atomu polimer zincirine yaklaşık olarak dik olduğu zaman her bir zincir dipol momente sahip olur. Bu şekilde dipol momentlere sahip olan ve piezoelektrik özellik gösteren  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$  fazlarıdır. Birim hücrede en yüksek dipol momente sahip ( $8 \times 10^{-30}$  Cm) faz ise  $\beta$ -fazıdır [48].

$\alpha$  fazındaki PVDF'in piezoelektrik özellik kazanıp  $\beta$  fazına geçebilmesi iki adımda gerçekleşir: gerdirme işlemi ve kutuplama işlemi.  $\alpha$  fazında hazırlanan PVDF örneğine gerilme işlemi uygulanır. Bu mekanizma polimer zincirlerinin uygulanan gerilim yönünde hizalanmasını sağlar. İkinci adım olan kutuplama işlemi gerdirmeden sonra gerçekleştirilir. Kutuplama işleminde önce örnek içinde dipol momentlerin yönleri rastgele bir şekilde dağılmıştır. Dışardan elektrik alan

uygulayarak bu dipol momentler belirli bir doğrultuda yönlendirilir. Böylece örnek  $\beta$  fazına geçmiş olur [49].

PVDF'in özelliklerini artırmak ve teknolojik açıdan kullanım alanları genişletmek için PVDF'in kopolimerleri geliştirilmiştir. Poly vinylidene flüoride Trifluoroethylene (PVDF-TrFe) üzerinde en çok çalışılan kopolimerlerden biridir. PVDF-TrFe iki homopolimer olan PVDF ve polytrifluoroethylene (PTrFE)'in birlikte sentezlenmesinden elde edilir. PVDF'in monomeri olan (-CH<sub>2</sub>-CF<sub>2</sub>-), polyethylene (PE)'nin monomeri (-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-) ve polytetrafluoroethylene (PTFE)'nin monomerleri arasında yer alır.

Bu iki polimerin PVDF'e olan benzerliği, oluşan yeni malzemenin fiziksel olarak daha güçlü, daha esnek ve kimyasal olarak daha stabil olmasını sağlamıştır. En önemli özelliği ise PVDF'in yapısına TrFe eklenmesiyle birlikte dışardan herhangi bir işlem görmeden  $\beta$  fazını göstermesidir. PVDF-TrFe'de PVDF gibi farklı fazlarda bulunabilmektedir ve gösterdiği bu fazlar  $\alpha, \beta, \gamma, \delta, \epsilon$  'dir. PVDF-TrFe'nin direk  $\beta$  fazını göstermesi veya farklı fazları göstermesi VDF/TrFe oranına, bunların sentezlenme koşullarına ve üzerlerine uygulanan tavlama, kutuplama gibi işlemlere bağlıdır. VDF oranının %50 ile 80 arasında olması  $\beta$  fazını göstermesi için gerekli koşullardan biridir [50].

Bunlara ek olarak PVDF ve PVDF-TrFe ferroelektrik özelliği gösterdikleri için Curie sıcaklığı bu iki malzeme içinde geçerlidir. Curie sıcaklığının üzerinde malzemeler ferroelektrikten paraelektrik faza geçiş yapmaktadır. Bu nedenle PVDF-TrFe ile çalışılırken tavlama rejimine dikkat edilmelidir.

PVDF-TrFe'nin gerilme işlemine gerek kalmadan  $\beta$  fazını göstermesi bu polimerin MEMS için daha önemli hale getirmiştir. PVDF-TrFe gerdirme işlemi uygulamadan ferroelektrik özellik göstermektedir. Dönel kaplama yöntemi ile mikron veya nano boyutlarda kaplama yapılarak ince film üretilebilmektedir. Üretilen bu film algılayıcı veya eyleyici için kullanılacağı zaman alttaş üzerinden ayrılmadan ferroelektrik özellik göstermektedir.

### 3. PİEZOELEKTRİK İNCE FİLM KARAKTERİZASYONU

Algılayıcı üretiminin temel malzemelerinden olan piezoelektrik malzemenin karakteristik açıdan incelenmesi, algılayıcının daha iyi bir verimle çalışması için gerekli olan bir çalışmadır. İnce film haline getirilen piezoelektrik polimer malzemenin dokunsal algılayıcının çalışmasında kısa devreye sebep olmaması gerekir. Piezoelektrik ince filmlerin mikro yapısı ve elektriksel özelliğini etkileyen başlıca özellikler tavlama sıcaklığı, zamanı, ısınma ve soğuma oranlarıdır. Bu karakteristikleri ortaya çıkarmak amacı ile ince filmler üzerinde Profilometre, Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC), Termal Gravimetrik Analiz (TGA) X-Işını Difraksiyonu (XRD), Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizleri yapılmıştır.

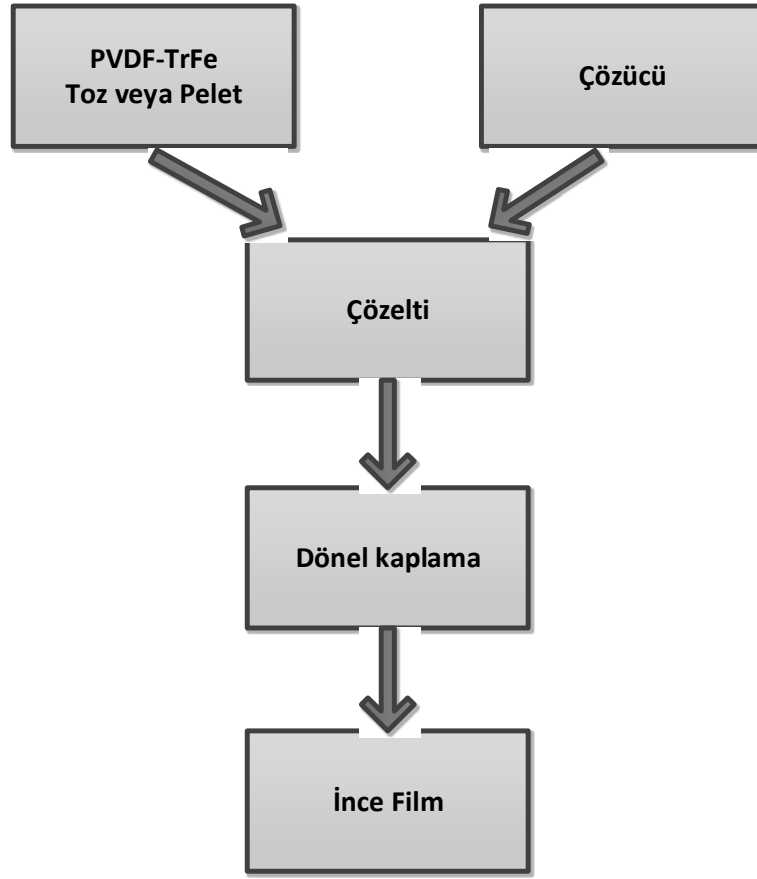
Bu bölüm iki kısım altında açıklanacaktır. İlk kısımda piezoelektrik ince filmin nasıl üretildiği, ikinci kısımda ince film üzerinde yapılan analiz teknikleri ve yapılan analizlerin sonuçları açıklanacaktır.

#### 3.1. Piezoelektrik İnce Film Üretimi

Algılayıcı üretiminin önemli bir kısmı temiz oda şartlarında gerçekleştirilmelidir. Bu nedenle üretim için Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM) laboratuvarı kullanılmıştır.

Piezoelektrik maddeler arasında PVDF-TrFe hızlı tepki hızına, düşük histerisise, yüksek gerinim seviyesine, düşük akustik ve mekanik empedansına, düşük yoğunluğa, düşük termal kütleyle sahip olması ve mekanik açıdan dayanıklı ve hafif olması, kimyasal olarak inert olması ve biyouyumluluk özellikleri dolayısıyla öne çıkmaktadır. Kullanılan üretim tekniklerine bağlı olarak, PVDF-TrFe beş farklı fazda bulunabilmektedir;  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ,  $\epsilon$ . Beta fazı en iyi ferroelektrik, piezoelektrik ve pyroelektrik özelliği gösteren durumdur. PVDF-TrFe'nin en önemli özelliği mekanik germe işlemine tabi tutulmadan piezoelektrik özellik göstermesidir. Döküm veya ince film kaplama için uygun bir piezoelektrik polimerdir ve gerekli ısı ve polarizasyon işlemleri sonucu  $\beta$  fazını göstermektedir. Bu nedenlerden ötürü algılayıcı üretiminde piezoelektrik malzeme olarak PVDF-TrFe kullanılmıştır.

Piezoelektrik polimer olan PVDF-TrFe toz/pelet halinde ve kopolimer oranları %70 PVDF - %30 TrFe ve %55 PVDF - %45 TrFe olacak şekilde satın alınmıştır. Şekil 3.2 (a) ve (b)'de PVDF<sub>0.7</sub>- TrFe<sub>0.3</sub>'nin toz ve pelet hali gösterilmektedir.



**Şekil 3.1** PVDF-TrFe ince film üretiminin akış şeması

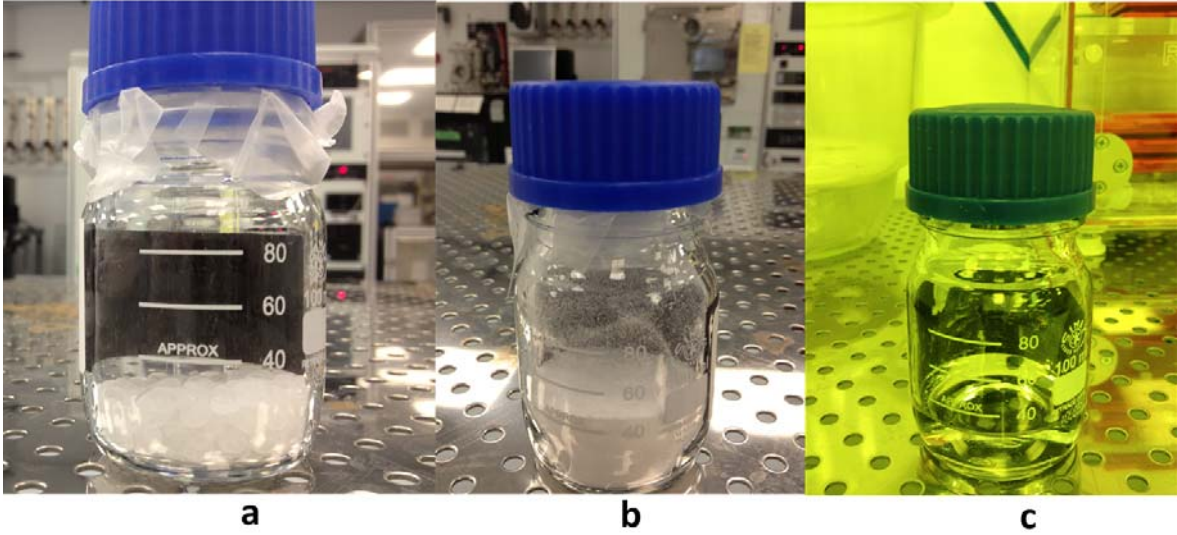
PVDF-TrFe polimeri belirli çözücüler içinde çözdürülmüştür. Elde edilen çözeltenin piezoelektrik ince film haline gelmesi için gerekli olan işlemlerin akış şeması Şekil 3.1’de verilmiştir.

PVDF-TrFe toz sırası ile N,N- dimetilformamid (DMF), butanon (etil metil keton (MEK)), dietil karbonat (DEK), dimetil sülfoksit (DMSO) ve dimetil keton (aseton) polar çözücülerinde %88/12 oranında olacak şekilde karıştırılarak çözeltiler elde edilmiştir. Bu çözücülerin çeşitli kimyasal özellikleri Çizelge 3.1’de görülmektedir. Çizelgeye göre MEK ve aseton buharlaşma oranları en fazla olan çözücülerdir ve sırası ile MEK, DEK, DMF, DMSO bunları takip etmektedir.

Bu çözücülerin ince film üzerindeki etkisi, bu bölüm içindeki karakterizasyon analizlerinde anlatılacaktır. Örnek olarak PVDF-TrFe ve MEK’den elde edilen çözeltilerin hazırlanışı anlatılmıştır.

**Çizelge 3.1** İnce film üretiminde kullanılan çözücülerin kimyasal özellikleri

Çözücü Adı	Kimyasal Formülü	Kaynama Sıcaklığı (°C)	Dipol Momenti (D)	Yoğunluğu (g/ml)
MEK	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O	80	2.78	0.8054
DEK	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>3</sub>	126	1.10	0.9752
DMF	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> NO	153	3.82	0.944
DMSO	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> OS	189	3.96	1.092
Aseton	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	56	2.88	0.7899



**Şekil 3.2** PVDF-TrFe'nin a) pelet hali b) toz hali c) çözelti hali

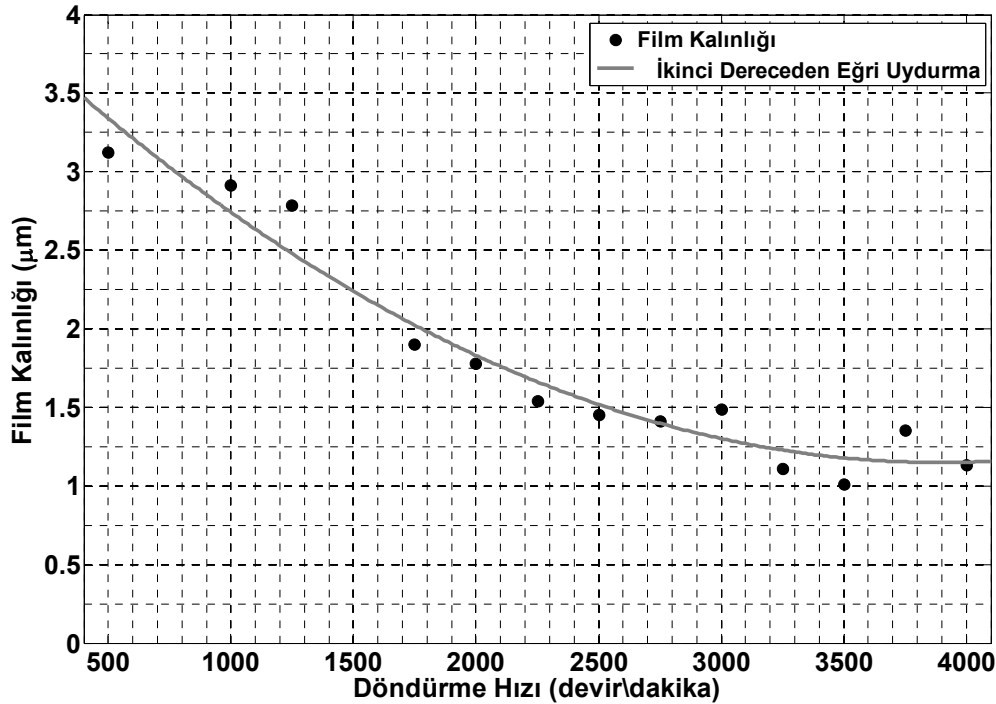
Şekil 3.2 (c)'de görülen beherin içine PVDF-TrFe tozu %12 oranında olacak şekilde 2.7 gr koyuldu. Aynı beherin içine %88 oranında olacak şekilde 17,3 gr MEK çözücüsü eklendi. Beherin içine manyetik balık kondu ve sıcak düzlem üzerine konuldu. 60 °C'de 3 saat sıcak düzlem üzerinde bırakıldı.

Çözeltiden ince film elde edilmesi için dönel kaplama cihazı kullanılmıştır. Hazırlanan çözelti pipet ile alındı ve alttaşın merkezine döküldü. Dönel tezgahın belirli bir devirde dönmesi ile oluşan merkezkaç kuvveti sonucu çözelti alttaş üzerine homojen bir şekilde dağılmıştır. Bu işlemde film kalınlığını etkileyen parametreler sırası ile tablanın dönüş hızı, çözücünün buharlaşma oranı ve

çözeltinin viskozitesidir. Çözeltinin viskozitesi ise çözeltinin konsantrasyonuna bağlı olarak değişir.

Bu çalışmada tablanın dönüş hızı değiştirilerek ve çözücü olarak MEK kullanılarak farklı kalınlıklarda ince filmler üretilmiştir. Çalışma kapsamında fiziksel buharlaştırma yöntemi (PVD) kullanılarak 14 adet cam alttaşın üzerine Alüminyum (Al) kaplandı. Daha sonra üzeri Al kaplı cam alttaşlar, WS650SZ-6NPP-lite marka dönel kaplama cihazı ile farklı hızlarda döndürülerek kaplandı. PVDF-TrFe –MEK (%88/12) çözeltisi 500 devir/dak ile 4000 devir/dak arasında, her 250 devir/dak'da bir veri alacak şekilde ve alttaşların her biri 30 saniye kaplanacak şekilde PVDF-TrFe ile kaplandı.

Üretilen filmlerin kalınlıkları UNAM'da bulunan KLA Tencor P6 stylus marka profilometre kullanılarak ölçülmüştür. Kullandığımız profilometrenin hassasiyeti üretici firma tarafından 2 nm olarak verilmektedir ve dolayısıyla ile kaplanan film kalınlık ölçümlerindeki hata payı bu mertebede olacağı düşünülmektedir. Öncelikle Al kaplı cam alttaşların PVDF-TrFe ile kaplamadan önce profilometre ile kalınlıkları ölçüldü. PVD cihazının ekranında görülen kalınlık değeri 100 nm olarak kaydedildi fakat profilometrede yapılan ölçüm sonucu kalınlığın 132 nm olduğu belirlendi. Bu farklılığın nedeni PVD ile film kaplanırken filme yakın bir detektör yardımıyla



**Şekil 3.3** Döndürme hızı değerlerine karşılık gelen film kalınlık değerleri (PVDF-TrFe MEK çözeltisi)

kalınlık deęeri tespit edilirken profilometrenin direkt alttař ile temas halinde olarak ölçüm almasıdır.

Al kalınlığının deęeri belirlendikten PVDF-TrFe ile kaplanan filmlerin kalınlıkları ölçüldü. Profilometre sonuçları Şekil 3.3'de gösterilmiştir. Tablanın dönüş hızı arttıkça film kalınlıkları beklenildięi gibi azalmaktadır ve literatürde verilen veriler ile uyumlu olduęu gözlemlenmiştir [23,26]. Dönme hızı-Film kalınlığı grafięi ikinci dereceden polinom kullanılarak benzetilmiştir. Böylelikle deneysel sonuçlar beklenen ve kabul edilebilir kriterler içerisinde. Sonuçlarda oluşan kabul edilebilir sapmanın sebebi her alttařın eşit miktarlarda PVDF-TrFe ile kaplanmamış olması, alttařların boyutlarının farklı olması ya da dönele kaplamaya koyulan bu alttařların tam merkeze konulmamış olması olabilir.

## **3.2. Morfolojik Analizler**

### **3.2.1. Diferansiyel Tarama Kalorimetresi (DSC)**

Diferansiyel tarama kalorimetresi (DSC) malzemelerin ısı analizi için kullanılan termoanalitik bir yöntemdir. DSC kimya, biyokimya, biyoteknoloji, farmakoloji ve son yıllarda da nanobilimde kullanılan, madenin belirli fiziksel özellikleriyle ve sıcaklığı arasında bağlantı kuran malzemenin termal özelliklerini belirler [51].

DSC analizinde iki adet örnek kabı kullanılır. Örnek kapların birinde analiz edilecek örnek bulunur ve dięer kap referans olarak kullanılacağı için boştur. Analiz sırasında her iki kabın sıcaklığı aynı olacak şekilde ısıtılır. Örnek bulunan kap daha fazla malzeme içerdii için dięer kapla aynı sıcaklığa sahip olabilmesi için bu kaba daha fazla ısı enerjisi verilmektedir. Analiz esnasında zamana baęlı olarak örnek içeren kabın sıcaklığı ve fazladan verilen ısı enerjisi kaydedilir [52].

DSC yönteminde temel prensip örnek ve referans arasındaki ısı akışı farkıdır. Örnek fiziksel bir dönüşüme gidiyorsa referansla aynı sıcaklıkta tutabilmek için örnekten daha az veya daha çok ısı akışı olacaktır. Bu da gerçekleşen olayın endotermik veya ekzotermik olmasına baęlıdır. Gerçekleşen olayın endotermik olması örneğin ısı alması anlamına gelir ve tam tersi olan durumda ekzotermik de ise örneğin ısı vermesidir. Örnek üzerinden yayılan veya emilen ısı miktarı ölçülerek, zamanın veya sıcaklığın bir fonksiyonu olarak çizdirilerek DSC eğrisi elde edilir. Çalışılan malzemenin cinsine göre farklı eğriler elde edilebilir [53].

DSC eğrisinden yola çıkılarak erime sıcaklığı, ısı faz değişiklikleri, faz değişim (kristallenme) sıcaklığı, camsı geçiş sıcaklığı, faz değişim entalpisi, erime entalpisi, polimerin kristalleşme derecesi gibi verilere ulaşılabılır.

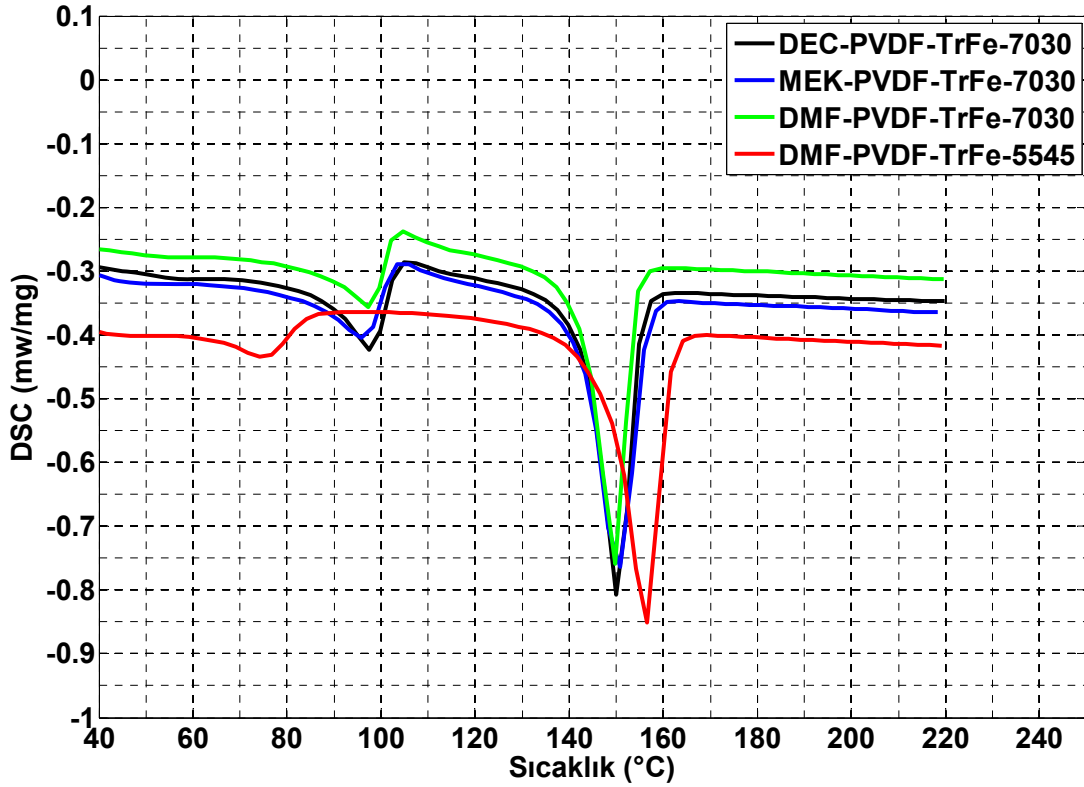
PVDF-TrFe'nin oda sıcaklığından yüksek sıcaklıklara çıkması sırasında iki faz dönüşümü sıcaklığı beklenmektedir: curie sıcaklığı ve erime sıcaklığı. Faz değişim sıcaklığı, piezoelektrik malzemeler için curie sıcaklığı olarak tanımlanmıştır.  $T_c$  sıcaklığında ince filmin tavlama ve uygun soğutma durumunda filmin kristal yapısında artış olduğu, tane sınırların tavlama ile daraldığı ve paralel paketlemenin sıklaşması beklenmektedir. Bu nedenle ince filmler  $T_c$  sıcaklığı ile  $T_m$  arasında tavlama yapılmıştır [54].

İnce filmlerin termal analizleri için DSC deneyleri gerçekleştirildi. Yapılan deneylerin sonucunda ince filmlerin erime sıcaklığı ( $T_m$ ), ferroelektrikten paraelektrik faza geçiş sıcaklığı ( $T_c$ ), faz değişim entalpisi ( $\Delta H_{fp}$ ), erime entalpisi ( $\Delta H_m$ ) ve malzemenin kristallik derecesi ( $X_c$ ) özellikleri tespit edildi. DSC analizi için 4 farklı örnek hazırlandı. Bu örnekler hazırlanırken farklı kimyasalların ve farklı kopolimer oranlarının film üzerindeki termal etkisi incelendi. PVDF-TrFe (%70-30) kopolimeri DEK, MEK, DMF kimyasalları ile hazırlandı ve PVDF-TrFe (%55-45) kopolimeri DMF kimyasalı kullanılarak hazırlandı. Hazırlanan çözeltiler dönel kaplama cihazıyla 2000 dev/dak'da 30 saniye cam lamel üzerinde çevrilerek ince filmler elde edildi. Analiz için Bilkent- UNAM laboratuvarında bulunan DSC 204FI Netzch cihazı kullanılmıştır. Ölçümler 20 °C ile 220 °C arasında ve ısıtma oranı dakikada 10 °C olarak gerçekleştirildi.

**Çizelge 3.2** İnce filmler için  $T_m$  erime sıcaklığı,  $T_c$  Curie sıcaklığı,  $\Delta H_{fp}$  faz değişim entalpisi,  $\Delta H_m$  erime entalpisi ve  $X_c$  malzemenin kristallik derecesinin değerleri

Çözücünün adı	$T_c$ (°C)	$T_m$ (°C)	$\Delta H_{fp}$ (Jg <sup>-1</sup> )	$\Delta H_m$ (Jg <sup>-1</sup> )	$X_c$ (%)
DEK(%70-30)	97	150	9.32	25.8	24.95
MEK(%70-30)	96	150	12.09	24.11	23.32
DMF(%70-30)	98	149	7.41	23.45	22.68
DMF(%55-45)	75	156	3.98	26.87	25.98





**Şekil 3.4** Dört farklı örnek için gerçekleştirilen DSC analiz sonucu

DSC analiz sonuçları 4 farklı örnek için Şekil 3.4'de verilmiştir. Birinci eğrinin altında kalan alanın hesabı faz değişim entalpisini, ikinci eğrinin altında kalan alanın hesabı ise erime entalpisini vermektedir. Analiz sonucunda çıkan değerler bir çizelge halinde verilmiştir (Çizelge 3.2 ).

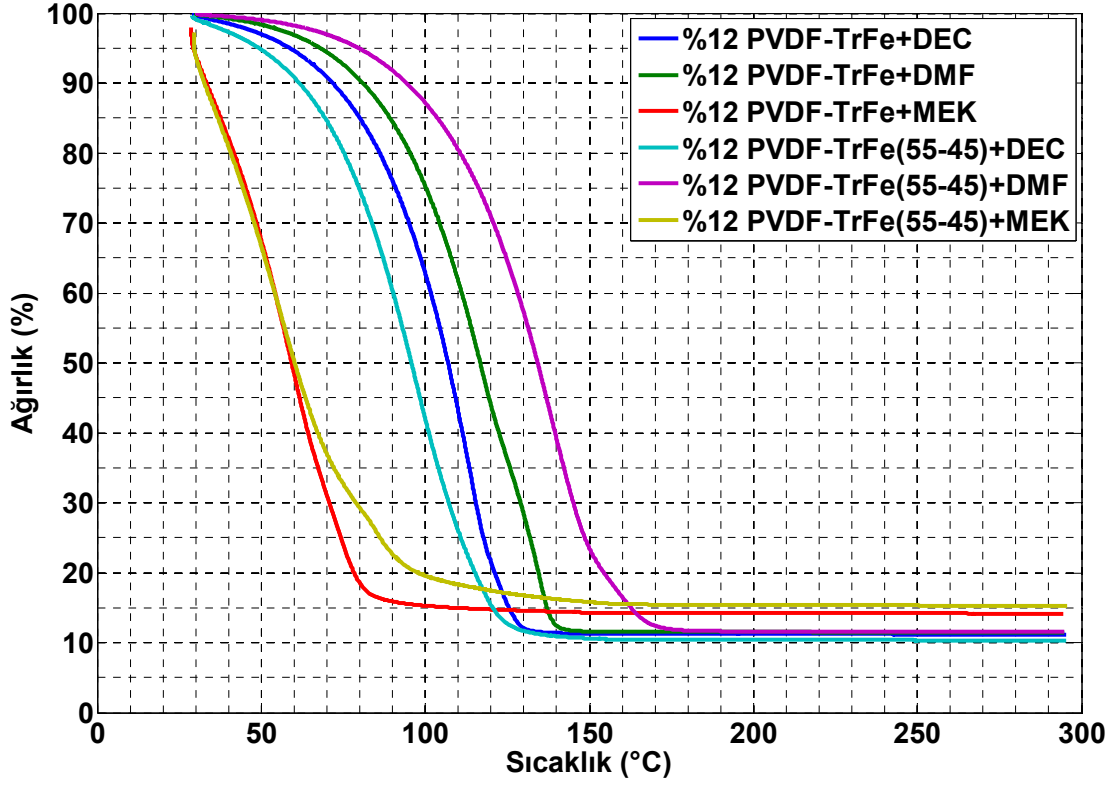
Bu analizlere göre PVDF<sub>0.7</sub>- TrFe<sub>0.3</sub> kopolimerinin T<sub>c</sub> sıcaklığı sırası ile 97, 96 ve 98 °C ve T<sub>m</sub> sıcaklıkları 150, 150 ve 149 °C olarak bulundu. Buna karşın kopolimer oranı fazla olan PVDF<sub>0.55</sub>- TrFe<sub>0.45</sub> örneğinde T<sub>c</sub> sıcaklığı 75 °C ve T<sub>m</sub> sıcaklığı ise 156 °C olarak bulundu. Faz değişim entalpsi malzemenin içindeki ferroelektrik fazın büyüklüğünü göstermektedir. Bu değer ne kadar büyük olursa malzemede o kadar iyi ferroelektrik özellik göstermektedir. Kopolimer oranı PVDF<sub>0.55</sub>- TrFe<sub>0.45</sub> ile hazırlanan örnek hem daha düşük sıcaklıkta faz değişikliğine uğramakta hem de en iyi ferroelektrik özelliği göstermektedir. Kopolimer oranı PVDF<sub>0.7</sub>- TrFe<sub>0.3</sub> ile hazırlanan örneklerde ise MEK çözücüsü ile hazırlanan örneğin en iyi ferroelektrik özelliği gösterdiği görülmüştür.

### 3.2.2. Termal Gravimetrik Analiz (TGA)

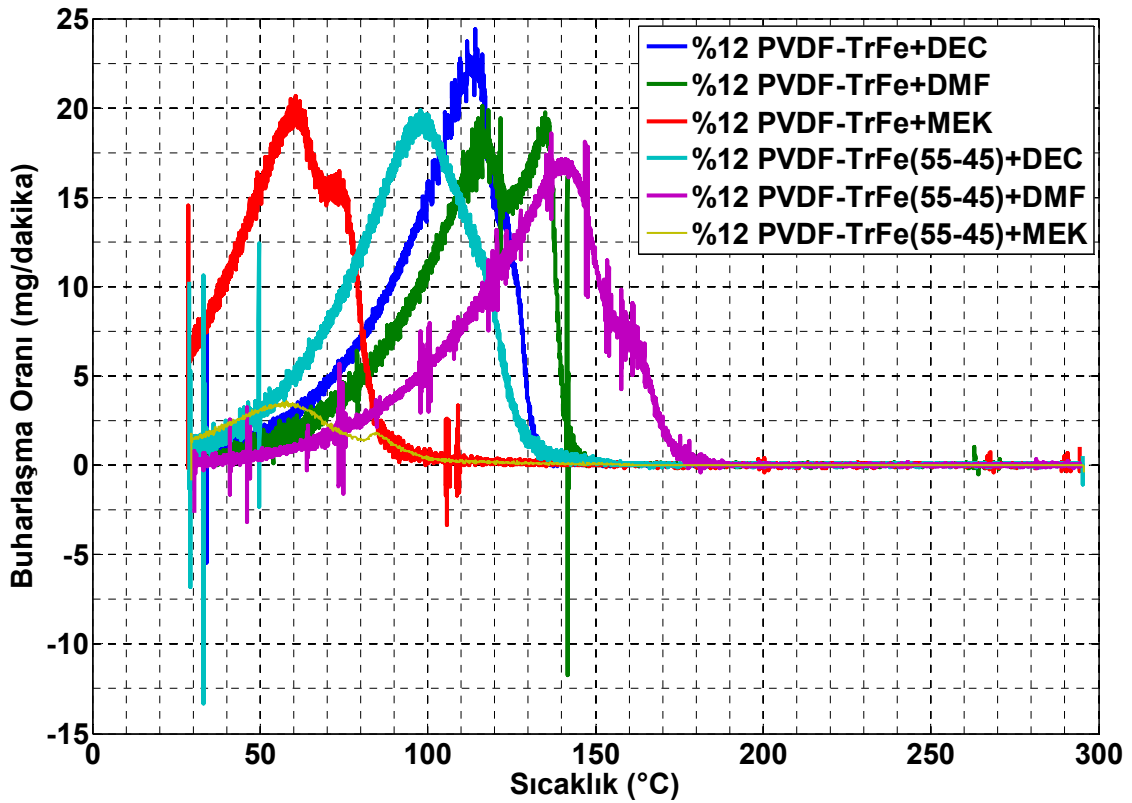
Termal Gravimetrik Analiz (TGA), malzemenin fiziksel veya kimyasal özelliklerinde görülen değişimleri sıcaklığın veya zamanın bir fonksiyonu olarak ölçen ısıl analiz yöntemidir. TGA yöntemiyle, ikinci dereceden faz değişiklikleri, buharlaşma, süblimleşme, absorpsiyon gibi fiziksel olaylar veya kimyasal soğurum gibi kimyasal olaylarla ilgili bilgiler elde edilebilir.

TGA yönteminde örnek istenen sıcaklığa kadar ısıtılır veya örnek sabit bir sıcaklıkta bir süre tutulur. Örnek üzerine uygulanan sıcaklık, analiz sonucunda istenen bilgiye göre ayarlanır. TGA analiz sonuçları, örnek kütlesinin zamana ya da sıcaklığa bağlı değişimini gösterdiği gibi, bu eğrilerin zamana ya da sıcaklığa bağlı birinci türevi incelenerek de kütle değişimi görülebilir.

Bir çözücünün buharlaşma oranı başlıca kaynama noktasına bağlı olarak değişebilir fakat çözücü ile birlikte hazırlanan bir çözeltide buharlaşma oranı sıcaklık, basınç, karışım oranı ve viskozitesine bağlı olarak da değişebilir. Bu çalışmada MEK, DEK, DMF çözücülerıyla %12/88 oranlarında farklı kopolimer ağırlıkları (PVDF<sub>0.7</sub>- TrFe<sub>0.3</sub> ve PVDF<sub>0.55</sub>- TrFe<sub>0.45</sub>) ile çözeltiler hazırlandı ve bu çözeltiler üzerinde analizler yapıldı. Yapılan analiz sonucu Şekil 3.5'de gösterilmektedir. Analiz TGA Q500 adlı cihaz kullanılarak nitrojen gazı altında ve ısıtma oranı dakikada 10 °C olarak gerçekleştirilmiştir. Bu sonuçlara göre çözücünün buharlaşma oranını belirleyen temel faktör kaynama sıcaklığıdır ve bu sıcaklığa kadar buharlaşma oranı her bir çözücü için hızlı bir artış göstermektedir. Buharlaşma oranı, TGA analizinden elde edilen ağırlık grafiğinin nümerik olarak türevinden elde edilen grafikler ve Şekil 3.6'da gösterilmiştir. Bu grafiğe göre buharlaşma olgusu üç ana basamakta incelenebilir. Birinci basamakta çözelti içerisindeki polimer miktarının az olmasından dolayı buharlaşma oranı yaklaşık olarak çözücünün buharlaşma oranına eşittir. İkinci basamakta ise hava ve çözelti ara yüzünde bulunan çözücü derişmesi ve yapının oluşmaya başlamasından dolayı difüzyon kat sayısının azalması ile buharlaşma oranının artışı düşmüştür ve kısmen bir doğrusal rejim içerisinde. Üçüncü bölümde ise buharlaşma oranının artış hızı derişimin artması ve buharlaşma alanının azalmasından dolayı düşmüştür. Ayrıca, TrFe bileşiminin polimer içinde artması ile buharlaşma oranı DEK ve DMF çözücülerde artış göstermiştir. MEK ile hazırlanan çözeltilerde ise buharlaşma oranı için sadece üçüncü basamakta bir farklılık ortaya çıkmaktadır.



Şekil 3.5 DEK, DMF, MEK ile hazırlanan PVDF-TrFe'nin farklı kopolimer ağırlıklarındaki çözeltilerin TGA analiz sonuçları; Ağırlık yüzdesi



Şekil 3.6 TGA analizinin nümerik türevinin sonucu; Buharlaşma oranı

### 3.2.3. X-Işını Difraksiyonu (XRD)

X-ışınları elektromanyetik dalgadır ve dalga boyları 0.1-100 Å arasında değişir. X-ışınlarının görünür ışıktan farklı olmalarının sebebi kısa dalga boyuna ve yüksek enerjiye sahip olmalarıdır [55].

X-ışını difraksiyonu ise X-ışınlarının kırınım esasına dayanmaktadır ve her bir kristalin kendine özgü atomik dizilimlerine göre, X-ışınlarının karakteristik bir düzen içerisinde kırılmasıdır. Kristal yapı, üç boyutlu uzayda en küçük yapı biriminin kendini tekrar etmesi ile meydana gelir. Atom ya da molekül grupları malzemeye özgü olacak şekilde geometrik bir düzen içinde bir araya gelirler. Bu nedenle her malzemenin kendine özgü bir X-ışını kırınım deseni oluşur [56].

X-ışını difraksiyonu yöntemi, ince film analizleri için uygun bir yöntemdir. Bunun temelde 2 nedeni vardır:

- Kırınım deseni oluşturmada kullanılan X-ışınlarının dalga boyları  $\lambda$ , kristalin yüzeyler arasındaki mesafe olan  $d$  ile aynı büyüklük mertebesinde.
- Örnek üzerinde kullanılan X-ışınları incelenen yapıya hiç bir zarar vermez.

Örneğe gönderilen X-ışınları kristalin üzerine geldiğinde elektronlar tarafından soğrulur ve elektronlar salınım yapmaya başlar. Salınım yapan elektronlar bir X-ışını kaynağı gibi davranarak her yöne X-ışınları fotonları yayar. Kristal yapıdaki bu saçılmalar kırınım olarak adlandırılır. X-ışınlarının kristal yapıda kırınımı Bragg Kanunu ile açıklanır. Bragg kanununun en basit şekilde gösterimi aşağıdaki Denklem (3.1)'deki gibidir [55]:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.1)$$

Burada  $n$  kırınım desen sayısı,  $\lambda$  dalga boyunu,  $\theta$  gelen ışının yüzey ile yaptığı açıyı ve  $d$  düzlemler arası mesafeyi göstermektedir. X-ışını cihazlarında, kırınıma uğrayan ışının kırılma açısını ve ışının şiddetini ölçen algılayıcılar bulunur. Algılayıcılardan elde edilen veriler sayesinde kırınım deseni elde edilir. Kırınım deseni ise kırılma açısı ( $2\theta$ ) ile kırılan ışının şiddeti arasındaki ilişki ile kırınım deseni elde edilir. Desen üzerindeki pik genişliklerine ve zemin şiddetine bakılarak malzeme ile ilgili, kristalin yapısı, kristalin mükemmelliği veya fazın saflığı, kristalin doğrultuları ve kristalin örgü sabitleri belirlenir.

Kristal yapıların belirlenmesi demek, birim hücre parametrelerini ve birim hücrede kaç tane atom veya molekül olduğunun belirlenmesidir. Ayrıca literatürde hali hazırda bulunan birçok kristalin kırınım deseni kullanılarak, deneyi yapılan kristal yapının mükemmelliği ve doğrultusu belirlenir.

XRD analizinin sonucunda elde edilen desenden Scherrer yöntemi kullanılarak piezoelektrik malzemenin analizi yapıldı. X ışını deseninde belirli pikler oluşur. Bu piklerin genişliği kullanılarak kristal yapının iki özelliği belirlenebilir: kristal boyutu ve mikro gerilme.

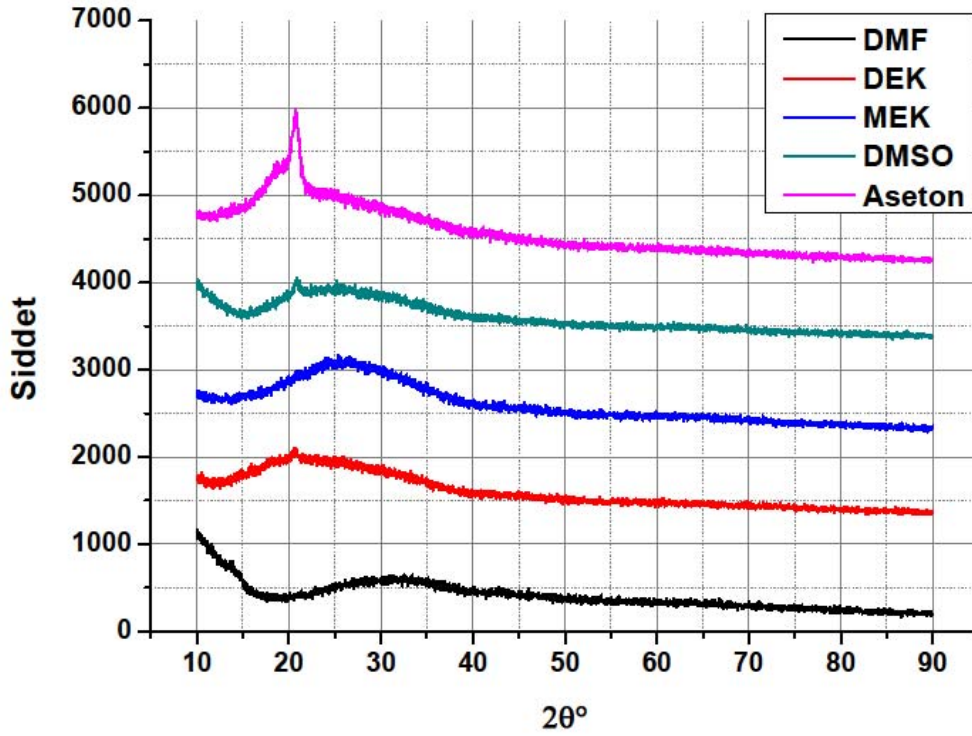
Bu çalışmada Scherrer yöntemi, Denklem (3.2), kullanılarak kristal boyutu hesaplandı.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.2)$$

Burada D parçacık boyutunu,  $\lambda$  kullanılan X ışını kaynağının dalga boyunu,  $\beta$  hesaplamada kullanılan pikin radyan cinsinden yarı genişliğini (FWHM) ve  $\theta$  kırınım açısını göstermektedir. Kristal büyüklüğüne göre pik genişliği denklemde de görüldüğü üzere kristal büyüklüğü ile ters orantılıdır. Kristal büyüklüğü azaldıkça kırınım pikindeki genişlemede artacaktır. Pik şiddeti genel olarak  $2\theta$  'nın büyük değerlerinde kuvvetini yitirir. Debye sabiti olarak tanımlanan "K" genişliğin nasıl tanımlandığına, kristalin şekline ve büyüklüğün dağılımına göre değişir. K genellikle 0.62 ile 2.08 arasında değerler alır [55].

Daha önce belirtildiği üzere PVDF-TrFe yarı kristal bir polimerdir ve molekül gruplarının polimer zincir üzerindeki dizilimi mekanik ve elektriksel tepkisini belirler. Kullanılan üretim tekniklerine bağlı olarak PVDF-TrFe polimeri dört farklı polimorfoloji sergiler ve  $\beta$  fazı en fazla piezoelektrik, ferroelektrik ve pyroelektrik özellik gösteren fazdır. Yapılan analizlerde hazırlanan farklı örnekler için  $\beta$  fazı araştırılmıştır.

X-ışını difraksiyonu analizleri için Bilkent Üniversitesi UNAM laboratuvarında Pananalytical marka ve X'pert Pro MPD modeli olan cihaz PVDF-TrFe' nin fazını belirlemek ve boyut analizi için kullanılmıştır. XRD için üç farklı analiz yapıldı.

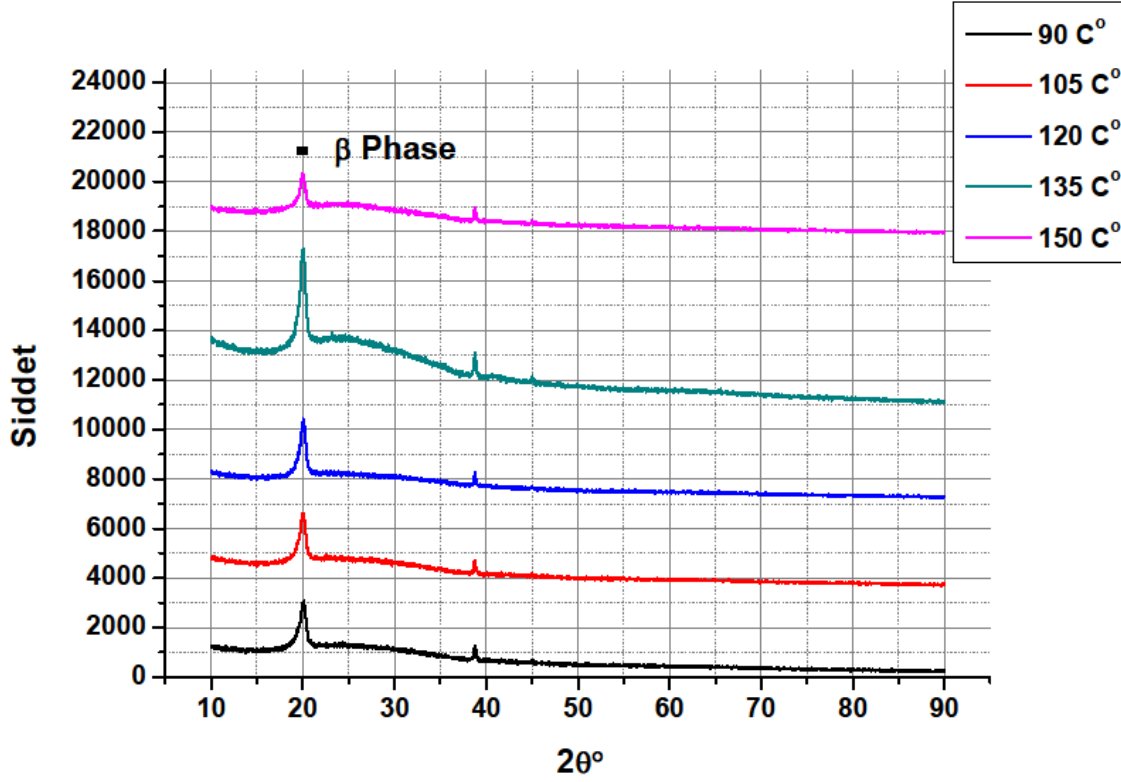


**Şekil 3.7** Farklı çözücülerde hazırlanmış PVDF-TrFe ince filmlerin tavlansız önceki XRD grafiği

İlk önce çözücü ve polimer oranı %88/12 olacak şekilde PVDF-TrFe tozu sırası ile DMF, MEK, DEK, DMSO ve aseton polar çözücülerinde karıştırılarak çözeltiler elde edildi. Bu çözeltiler kullanılarak dönel kaplama cihazı ile 2000 dev/dak'da döndürülerek ince film örnekleri cam alttaşlar üzerinde iki set halinde elde edildi.

İlk analizde hazırlanan ilk set tavlama işlemi yapılmadan XRD cihazı ile incelendi ve sonuçlar Şekil 3.7'de gösterilmiştir. DMSO, DMF, DEK ile hazırlanan örneklerde yayvan bir tepe değeri  $2\theta=20.1^\circ$ 'de görülmektedir. Bu durum  $\beta$  fazının varlığını işaret etmektedir. Aseton ile hazırlanan örnekte ise keskin bir  $\beta$  fazı değeri ortaya çıkmaktadır. MEK ile hazırlanan örnekte ise pik değeri  $2\theta=26.6^\circ$ 'da oluşmuştur ve polar olmayan  $\alpha$  fazına karşılık gelmektedir.

Yapılan ikinci analizde tek bir çözücü kullanarak PVDF-TrFe'nin hangi sıcaklıkta en iyi piezoelektrik özelliği gösterdiği ve hangi sıcaklıkta piezoelektrik malzemenin tavlansız olması gerektiği tespit edildi. PVDF-TrFe ve Metil-etil-keton (MEK) ile % 12/88 oranlarında çözelti hazırlandı. Hazırlanan çözelti dönel kaplama cihazı ile 2000 dev/dak önceden Al kaplanmış olan 6 adet cam alttaşın üzerine kaplandı. Daha önce yapılan film kalınlık eğrisine göre beklenen film kalınlığı  $1.4 \mu\text{m}$ 'dir.



**Şekil 3.8** PVDF-TrFe ve MEK ile hazırlanan ince filmlerin farklı tavlama sıcaklıklarındaki XRD grafiği

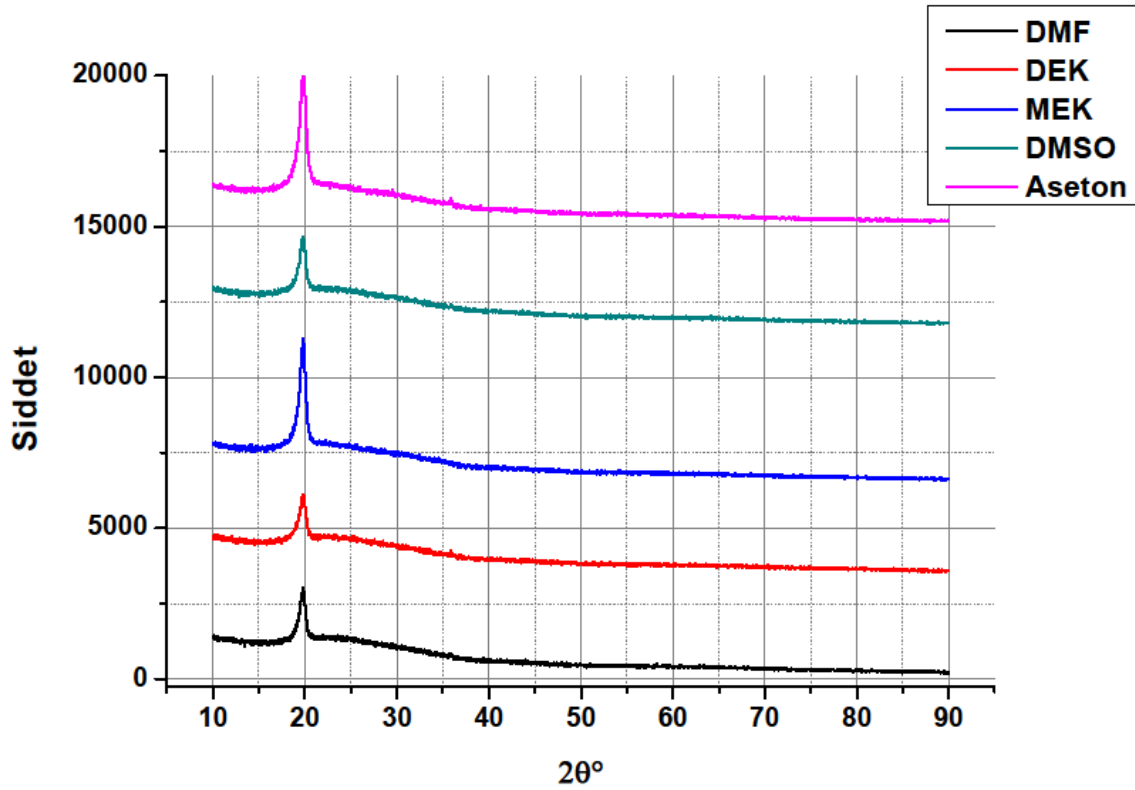
Bu kaplanan camlar sırasıyla 90 °C, 105 °C, 120 °C, 135 °C, 150 °C sıcaklıklarına dakikada bir derece olacak şekilde ısıtılan fırında 8 saat bekletildi. Böylelikle ince filmlerin  $\beta$  fazına geçiş yaptığı en uygun sıcaklık rejimi belirlenmeye çalışılmıştır. Yapılan ikinci analizin grafiği Şekil 3.8'de gösterilmiştir. Tavlanmış her bir örnekte tepe noktalarının  $2\theta=20.1^\circ$ 'de olduğu gözlemlenmiştir. Bu değer (110) ve (200) düzlemlerinden yansıyan ışının toplamını ifade etmektedir ve  $\beta$  fazının karakteristiğini göstermektedir. Tavlanmamış olan film örneğinde ise daha önceki polar olmayan  $\alpha$  fazı tespit edilmiştir. Her bir örnek için sinyalin şiddetine baktığımızda ise en fazla şiddet 135 °C'de görüldü. 150 °C'de tavlanmış olan filmin yapısında ise sinyalin şiddetinin azaldığı tespit edildi. XRD deseninde 38.6°'de görülmekte olan pik ise alüminyum açısına denk gelmektedir. Bu analizde elde edilen X ışını deseninden kristal boyutu hesaplandı. Yapılan hesaplamalar daha önceden anlatılan Scherrer yöntemi kullanılarak yapıldı (Denklem (3.2)). Kristal büyüklüğüne göre pik genişliği denklemde kristal büyüklüğü ile ters orantılıdır. Kristal büyüklüğü azaldıkça kırınım pikindeki genişlemede artacaktır. Pik şiddeti genel olarak  $2\theta$  büyük değerlerinde kuvvetini yitirir. Yapılan analizin sonuçları

Çizelge 3.3'de gösterildi. Sonuç olarak beklenildiği üzere parçacık boyutu sıcaklık arttıkça azaldığı ve belirlenen tavlama rejiminde 10 nm civarında sabitlendiği gözlemlenmiştir.

Son olarak ikinci set film üzerinde belirlenen optimum sıcaklıkta (135 °C) tavlama işlemi yapıldıktan sonra XRD analizi yapıldı (Şekil 3.9). Bu analize göre bütün çözücüler ile istenen piezoelektrik  $\beta$  fazının elde edildiği gözlemlenmiştir.

**Çizelge 3.3** PVDF-TrFe ve MEK ile hazırlanan ince filmlerin farklı tavlama sıcaklıklarındaki XRD analiz sonuçları

PVDF-TrFe Tavlama Sıcaklığı	$2\theta$ (Derece)	FWHM	Ortalama Kristal Boyutu
24	26.2	14.93	54.61
90	20.06	0.85764	9.4
105	20.07	0.78816	10
120	20.04	0.78642	10.254
135	20.07	0.79528	10.139
150	20.01	0.79862	10.09



**Şekil 3.9** Farklı çözücülerde hazırlanmış PVDF-TrFe ince filmlerin 135 °C'de tavllanmış XRD grafiği



### 3.2.4. Atomik Kuvvet Mikroskopy (AFM)

Atomik kuvvet mikroskopy, yapının yüzeyini yüksek çözünürlük ve hassasiyette görmemizi ve ölçümler yapmamızı sağlayan bir tekniktir. Üzerinde analiz yapılan örnekteki ayrı atomların düzenlerini veya ayrı moleküllerin yapısını bu teknikle üç boyutlu olarak örneğin profilini elde edebiliriz. Yüzey topografyası 5 nm'den, 40-50 ayrı atomun gösterimi, 100 mikrometreye kadar elde edilebilir. AFM, normalde üzerinde görüntü elde edilebilmesi zor olan seramik malzemelerin yüzeyi, dispersiyon haldeki metal nanoparçacıkların, çok esnek olan polimerlerin, insan hücrelerinin analizlerini yapmak için avantajlı bir tekniktir [57].

AFM'yi diğer mikroskoplardan ayıran en önemli özelliği optik veya elektron mikroskoplarında olduğu gibi ışığı veya elektronları yüzey üzerine odaklayarak görüntü elde etmemesidir. Temel olarak örneğin yüzeyinin görüntüsü bir manivelanın ucuna yerleştirilmiş atomik sivrilikte bir uç ile taranır ve bu uç ile yüzey arasındaki kuvvetin ölçülmesiyle elde edilir. AFM ölçümü sırasında vakumlu bir ortama ihtiyaç yoktur. Böylece hava veya sıvı ortamında bulunan bir örneğin rahatlıkla görüntüsü alınabilir. AFM tekniğinin kullanılarak yüzey pürüzlülüğü ve polimer filmlerin sertliğiyle ilgili parametrelere, kristal yapıya sahip malzemelerin atomik çözünürlükte görüntülerinin elde edilmesi gibi bilgiler elde edilebilir [58].

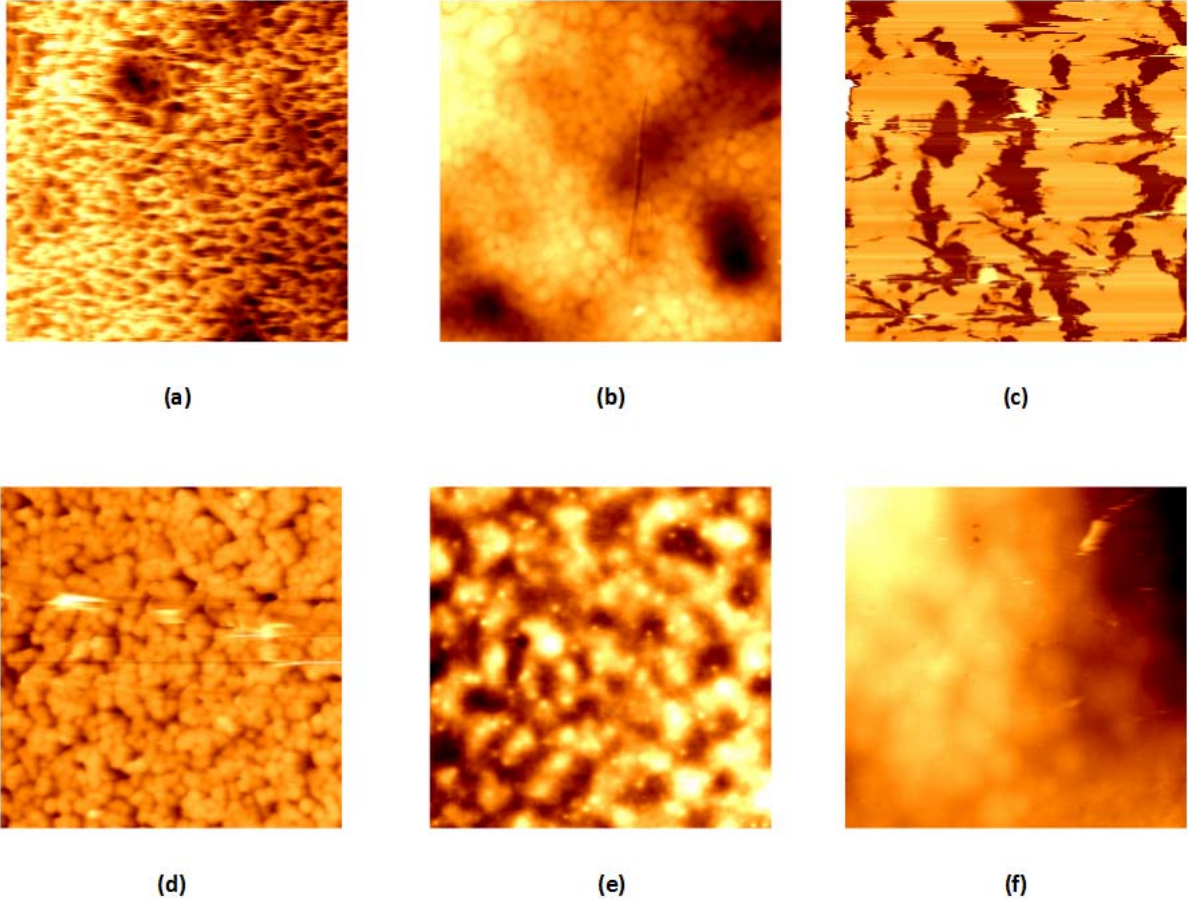
AFM temel olarak üç konsept altında incelenebilir; piezoelektrik tarayıcı, kuvvet algılayıcısı ve geribildirim mekanizması. Piezoelektrik tarayıcı ucun örnek üzerinde hareketini sağlar. Piezoelektrik seramiğe dışardan belirli bir gerilim uygulanmasıyla birlikte malzemenin geometrisi değişir (dolaylı piezoelektrik etki). Bu sayede örneğin taranmasını sağlayan manivelanın hareketinin kontrolü sağlanır Kuvvet algılayıcısı kuvvet ile yüzey arasında oluşan kuvveti algılar. Algılayıcının yapısı 10 piko Newton mertebelerinde kuvveti algılayacak şekilde dizayn edilmiştir. Kuvveti algılamak için çeşitli algılayıcılar kullanılsa da günümüzde genellikle optik yöntemler kullanılmaktadır. Geribildirim mekanizması ise AFM'nin hassas ölçüm yapabilmesinin en önemli parçasıdır. Kuvvet algılayıcısından gelen verinin değerlendirilip manivelanın hareketini düzenler [57].

AFM analizleri için Bilkent Üniversitesi UNAM laboratuvarında XE-100 Park AFM cihazı kullanılmıştır. Analizler de farklı çözücüler olan DMF, MEK, DEK, DMSO ve aseton ile %88/12 oranıyla hazırlanan PVDF-TrFe çözeltileri dönele kaplama kullanılarak ince film haline getirildi ve analizler bu filmler üzerinde gerçekleştirildi.

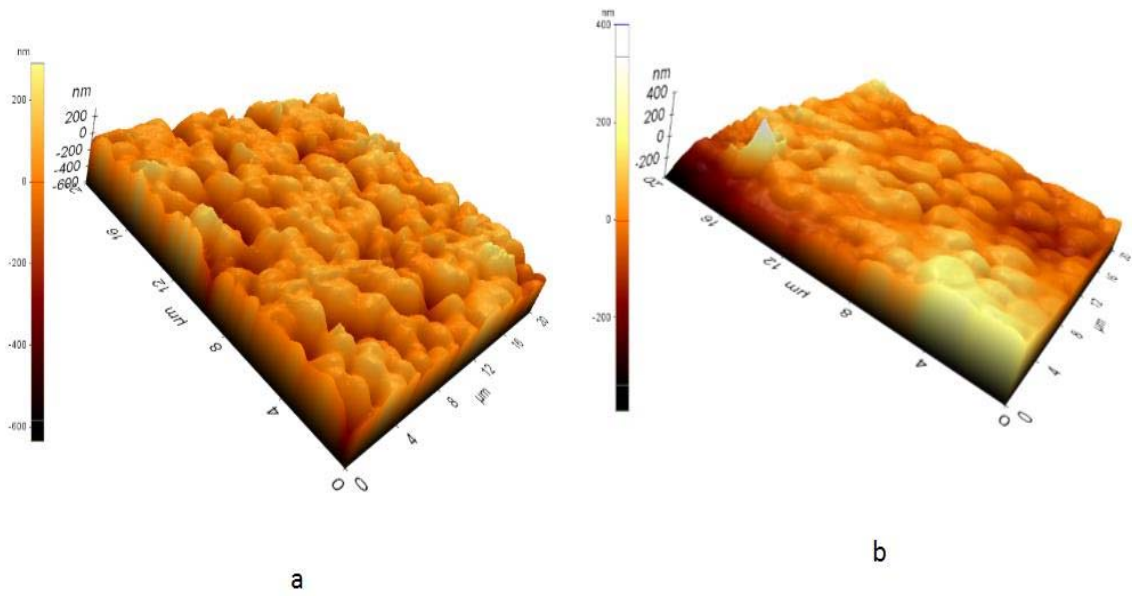
AFM cihazı uygulamaya bağılı olarak çeşitli modlarda kullanılabilir. Temas olmayan mod genellikle yumuşak yüzeylerde tercih edilen bir yöntemdir. PVDF-TrFe amorf polimerlere göre çok daha sert olduğundan dolayı ( $E=3$  GPa) AFM yüzey taramasında temas modu tercih edildi. AFM cihazı ile alınan görüntülerin yüzey analizleri gene aynı cihazın analiz programından yararlanılarak incelenmiştir.

Analiz sonucunda elde edilen görüntüler Şekil 3.10 ve Şekil 3.11’de gösterilmiştir. İncelenen bu görüntüler ısıtıl işlem görmemiş, oda sıcaklığında bekletilen örneklerdir. Şekil 3.10 (a)’da görüldüğü üzere aseton ile oluşturulan polimer çözeltisinde iğne yapılı boşlukların yoğun bir şekilde oluştuğu gözlemlenmiştir. Bu iğne yapılı boşlukların yüzey elektrotu ile alt elektrot arasında kısa devre yaratabileceği veya homojen bir piezoelektrik katsayısı vermeyeceği düşünülerek dikkatle incelenmesi gerekmektedir. DMF ile yapılan çözeltilerde ise bu boşluklu yapıların azalmaya başladığı görüldü ve yarı-kristal yapının paralel paketleme hali ortaya çıkmaya başladığı gözlemlendi. DMSO ile yapılan ölçümlerde ince film üzerinde iğne yapılı boşlukların hem sayı olarak hem de derinlik olarak arttığı tespit edildi. DEK ile hazırlanan polimer çözeltisi ile hazırlanan ince filmlerde ise paketlemenin homojen bir şekilde dağıldığı ve iğne yapılı boşlukların sayıca çok azaldığı ve derinliklerinde de düşüş yaşandığı gözlemlenmektedir. MEK çözeltisi ile yapılan ince filmlerde ise iğne yapılı boşlukların derinlik değerlerinin azaldığı görülmesine rağmen sayılarında artış tespit edildi. Son olarak MEK çözeltisi ile döküm yöntemi ile kalın film (kalınlık yaklaşık olarak  $100 \mu\text{m}$ ) elde edildi ve iğne yapılı boşlukların derinlik değerlerinin arttığı tespit edildi. Ayrıca, yüzeyin sürtünme sonucu çıkan yanal kuvvet mikroskopu (LFM) görüntüleri DMF, DEK, MEK çözücüleri ile üretilen filmler için alındı. Şekil 3.12’de bu çözücüler için hem topografya hem de LMF görüntüleri gösterilmektedir. Buna göre herhangi bir faz değişimi gözlemlenmedi ve XRD verileri ile uyumlu bulgulara ulaşıldı.

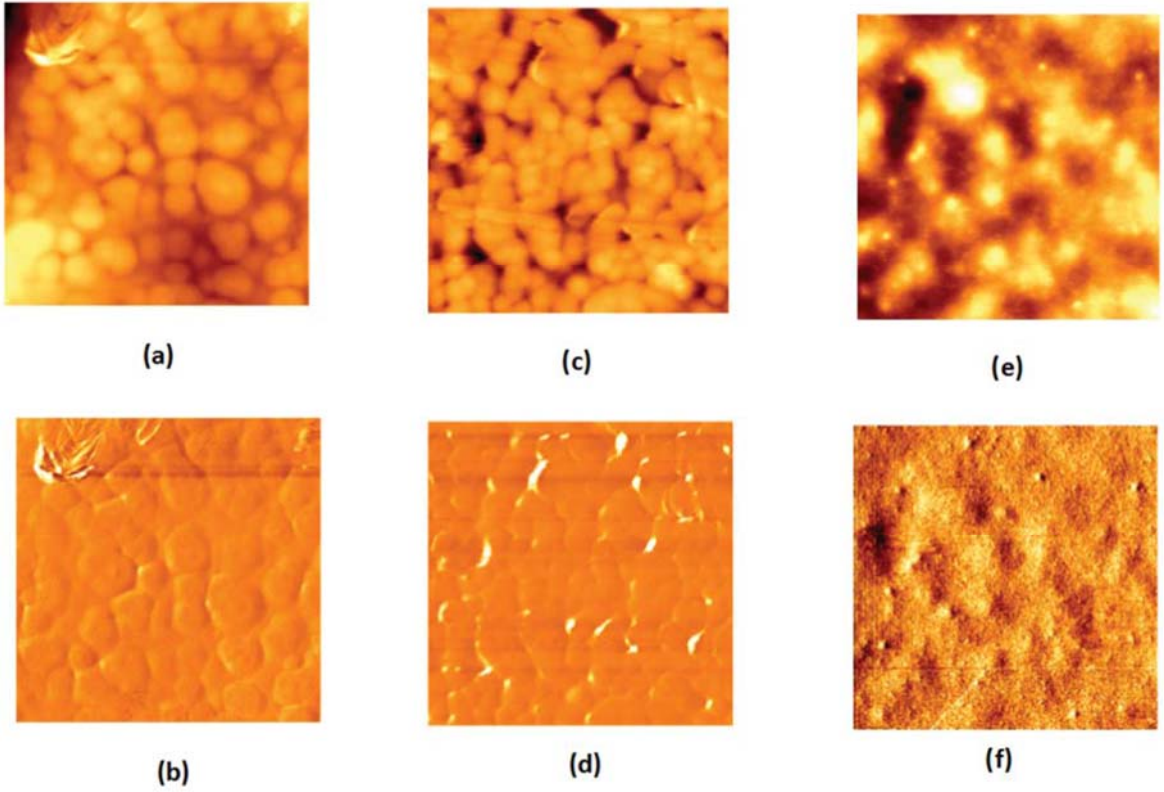
Çizelge 3.4’de ise yüzey pürüzlülük parametreleri verilmiştir. Bu verilerde beş farklı çözücü ile elde edilen ince filmler için daha önce belirlenen tavlama rejimi uygulanmadan AFM deneyi yapıldı. Daha sonra ise aynı set ince filmler optimum tavlama sıcaklığında ısıtıl işlemlerden geçirildi ve ardından AFM görüntüleri tekrardan alındı.



**Şekil 3.11** Farklı çözücülerde hazırlanmış PVDF-TrFe ince filmlerin yüzey görüntüleri (tarama boyu  $40 \times 40 \mu\text{m}$ ) a) Aseton b) DMF c) DMSO d) DEK e) MEK



**Şekil 3.10** Geniş alanda 3D yüzey görüntüsü a) DEK b) DMF



**Şekil 3.12** Tarama boyu  $20 \times 20 \mu\text{m}$  AFM görüntüleri a)DMF (topografi) b)DMF (LFM) c) DEK (topografi) d) DEK (LFM) e)MEK (topografi) f) MEK (LFM)

Buna göre yüzeyin ortalama pürüzlülüğü ( $R_a$ ) ve karekök ortalama pürüzlülük değerleri çözücü tipi ile farklılık göstermektedir. Buna göre aseton ve DMSO'dan elde edilen ince filmlerde görülen derin çukurlar ve yapı bozukluğunun etkisi ile yüzey pürüzlülük değerleri diğer çözücülere göre yüksektir. MEK çözücüsü ile hazırlanmış ince film en az yüzey pürüzlülüğüne sahip olan ince filmidir. Bunun nedeni çözücüler arasında en az yüzey gerilimine sahip olması gösterilebilir. Ayrıca, MEK çözücüsü dönel kaplama yöntemi ile yapılan filmlerin yüzey pürüzlülüğü döküm yöntemine göre daha az olduğu tespit edildi. Bu olgu yüksek merkezci ivme altında filmin alttaş üzerinde homojen bir biçimde dağıldığını düşündürmektedir. Film daha önce XRD ölçümlerinde tespit edilen optimum sıcaklık değerinde ( $135 \text{ }^\circ\text{C}$ ) tavlendiğinde yüzey pürüzlülüğü yaklaşık beşte bir oranında düşmektedir. Bu olgu ise tane sınırların tavlama ile daraldığı ve paralel paketlemenin sıklaştığını ve fazın şiddetinin arttırıldığını göstermektedir. Ayrıca, tavlansadan önce MEK'den elde edilmiş olan ince filmlerde çarpıklık katsayısı ( $R_{sk}$ ) negatif değer alırken, tavlama sonrası DMF kullanılan filmde de bu olgu gözlemlendi. Buna karşın DEK ile yapılan filmlerde ise sözü geçen katsayı pozitif

değer almaktadır. Bu katsayının negatif olması yüzey üzerinde çukurların olduğunu göstermektedir. Pozitif katsayı ise yüzeyde baskın olan pürüzlülüğün tepelerden oluştuğunu göstermektedir. Çözücüler arasında sadece DMF ile yapılan filmlerde herhangi bir iğne yapılı boşluğa rastlanmadı. Bazı çözücülerde görülen iğne yapılı boşlukların SEM görüntüsü MEK çözücüsü ile elde edilen film için Şekil 3.13'de verilmiştir. Bu bulgular AFM görüntüleri ile uyusmaktadır.

**Çizelge 3.4** Farklı çözücülerde hazırlanmış PVDF-TrFe ince filmlerin ısıtma işlemi görmeyen önce a) ve ısıtma işlemi gördükten sonra b) yapılan AFM analiz sonucu

a) Isıl işlem görmemiş ince filmin AFM analizi				
Çözücü adı	R <sub>q</sub> (nm)	R <sub>a</sub> (nm)	R <sub>sk</sub>	R <sub>ku</sub>
MEK	54.674	40.341	-1.168	5.480
DEK	102.472	73.656	1.912	7.694
DMF	53.202	43.125	0.278	2.767
DMSO	639	498	0.032	3.255
Aseton	178.064	147.578	-0.082	2.429
b) Isıl işlem görmüş ince filmin AFM analizi				
Çözücü adı	R <sub>q</sub> (nm)	R <sub>a</sub> (nm)	R <sub>sk</sub>	R <sub>ku</sub>
MEK	11.310	8.989	-0.369	3.431
DEK	60.688	47.724	0.467	3.646
DMF	23.952	18.130	-0.449	3.677
DMSO	16.369	11.462	-0.282	5.696
Aseton	203.209	173.636	-0.202	2.285

### 3.2.5. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM)

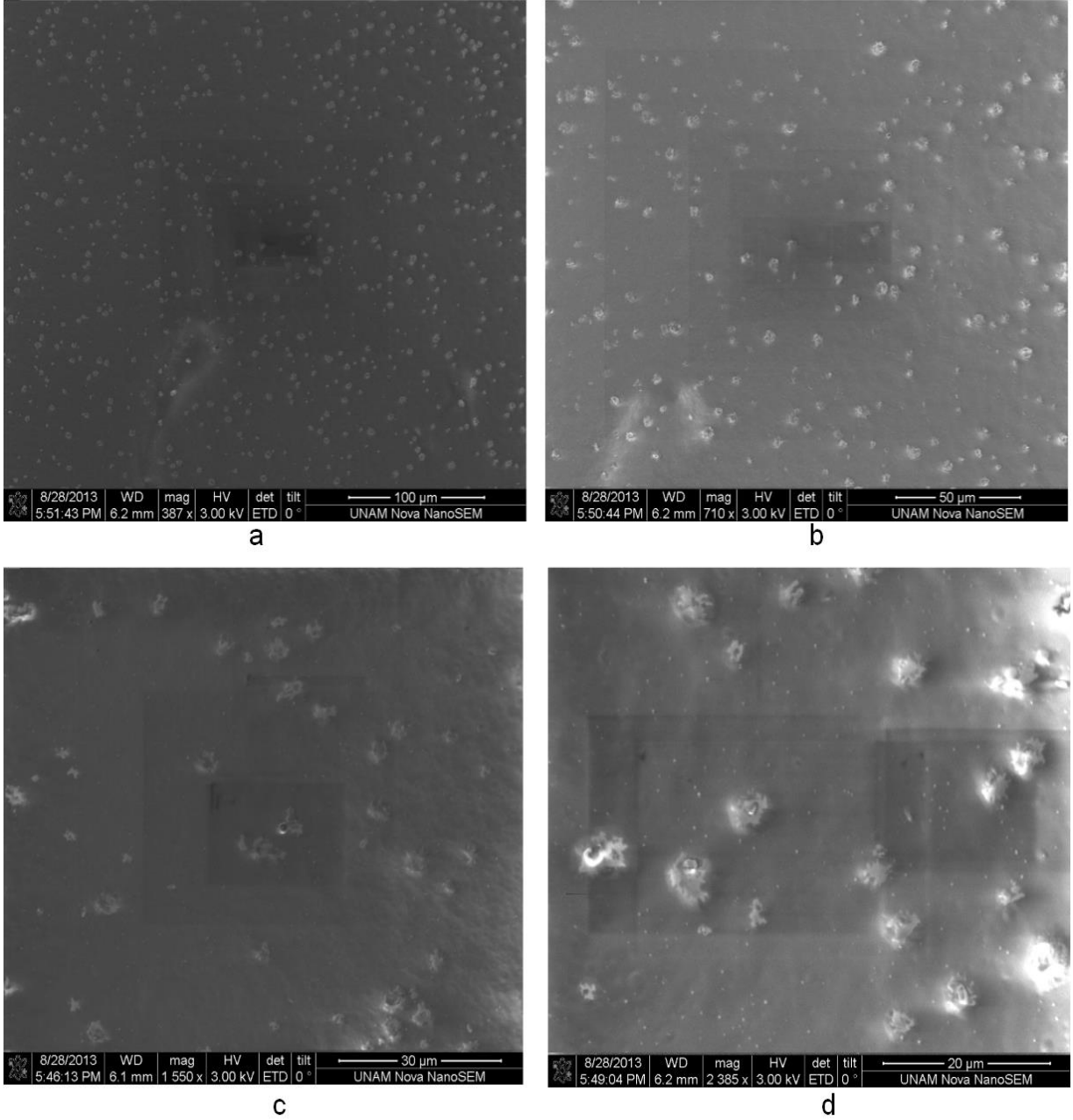
Taramalı elektron mikroskopu (SEM), bir elektron demetinin örnek üzerine düşürülerek taranması sonucu mikroskobik görüntü elde etmemizi sağlayan bir tekniktir. SEM'in diğer mikroskoplardan farkı görüntü elde etmek için ışık yerine elektronları kullanmasıdır. Elektron demetini nm boyutlarında odaklamak mümkün olduğundan, bu teknikte elde edilen görüntülerin çözünürlükleri ve detayları çok yüksektir. SEM'de analiz yapılabilmesi için örneğin iletken olması gerekir ve analiz vakum altında gerçekleştiği için örnek sıvı halde de bulunmamalıdır.

SEM'in temel olarak çalışma prensibi, vakumlu bir ortam altında örnek üzerine odaklanan elektronların örnekten saçılarak algılanması sonucuna dayanır. Üzerinden akım geçirilen tungsten filament ısıtılır ve bu sayede yeterli enerjiye sahip olan elektronlar filamentin ucundan salınır. Salınan elektronlar örnek ile aralarında bulunan potansiyel farktan ötürü ivmelenirler ve elektromanyetik lensler yardımıyla da örnek üzerine odaklanır.

Elektronların örnekle çarpışması sonucu geri saçılan elektronlar, ikincil elektronlar, Auger elektronları ve X-ışınları oluşur. Geri saçılan elektronlar, örnek üzerine gönderilen elektronların, örnekteki atomların çekirdekleri arasındaki elastik çarpışmadan dolayı oluşur. İncelenen örneğin atom numarası büyüdükçe geri saçılan elektron sayısı da artar. Geri saçılan elektronların detektörle algılanmasıyla atom numarası ve topografya ile ilgili bilgiler elde edilir. İkincil elektronlar, örnek üzerine gönderilen elektronların, örneğin iletken bandındaki zayıf bağlı elektronlarla veya valans elektronlarıyla elastik olmayan çarpışmadan dolayı oluşur. İkincil elektronların detektörle algılanması sonucu topografya ile ilgili bilgi elde edilir ve görüntünün üç boyutlu olarak elde edilmesi sağlanır.

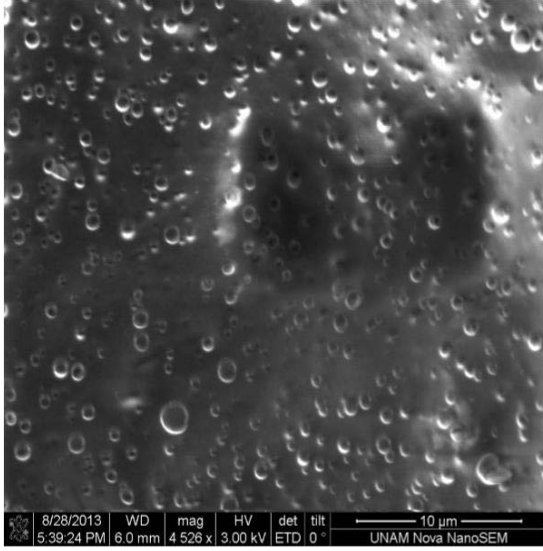
SEM analizleri için Bilkent Üniversitesi UNAM laboratuvarında Quanta 200 FEG SEM cihazı kullanılmıştır.

Analizler de ince film üzerinde ısıl işlemin etkisi incelendi. Daha önce belirtildiği gibi üzerinde inceleme yapılan filmlerin fırın içerisindeki ısıtma hızları 1 °C/dak'dır ve yaklaşık iki saat süren bu tavlama süresi sonunda filmler fırın içerisinde yaklaşık olarak 6 saat bekletildi. Bu tavlama rejiminin etkisini görmek için DMF, MEK, DEK çözücülerinde %88/12 oranında hazırlanan çözeltiler ile ince filmler elde edildi. Buna göre ince filmlerin ısıl işleme maruz kalmadan ve maruz kaldıktan sonraki SEM görüntüleri Şekil 3.14'de verilmiştir.

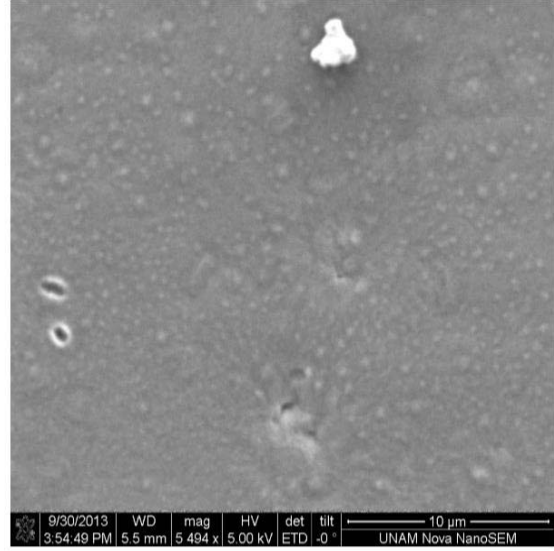


**Şekil 3.13** MEK ve PVDF-TrFe ile hazırlanan çözeltilerden elde edilmiş ince filmlerin farklı tarama boyutlarında SEM yüzey görüntüleri

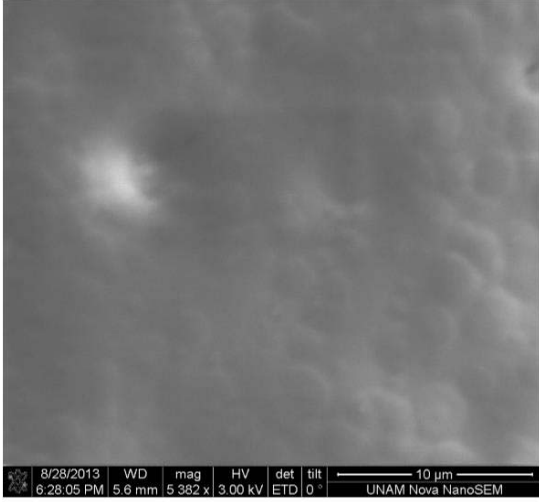
MEK ile üretilen ve ısı işlem görmemiş örnekte yaygın olarak  $0.5-1 \mu\text{m}$  arasında boşluklu yapılar öne çıkmaktadır. Isıl işlem sonrası bu yapıların azaldığı fakat filmde belirli oranlarda boşluklu yapıların devam ettiği gözlemlendi. DEK ile hazırlanan örneklerde de iğne yapılı boşlukların ısı işlem sonrasında var olduğu gözlemlendi. DMF ile yapılan filmlerde ise ısı işlem öncesi ve sonrası herhangi bir boşluklu yapı gözlemlenmedi.



a



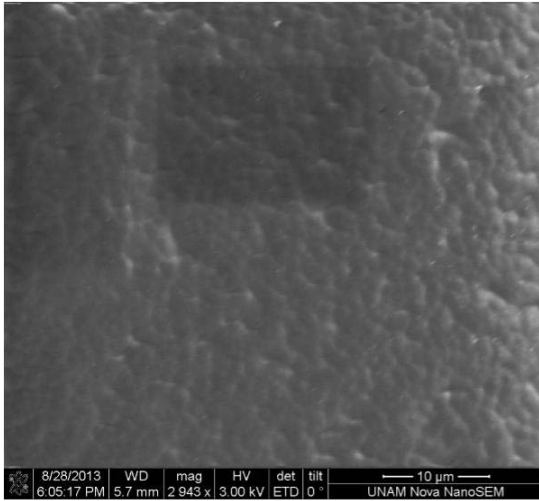
b



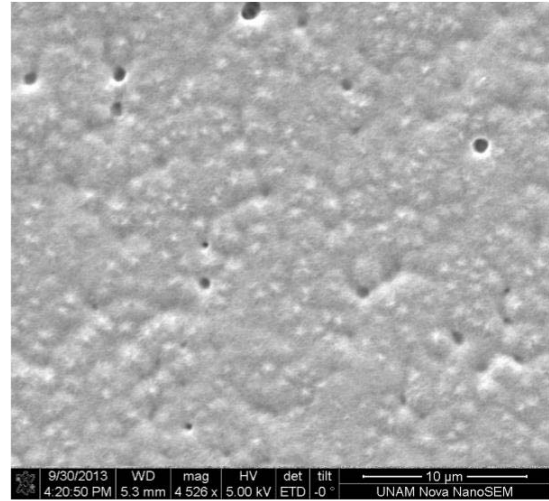
c



d



e

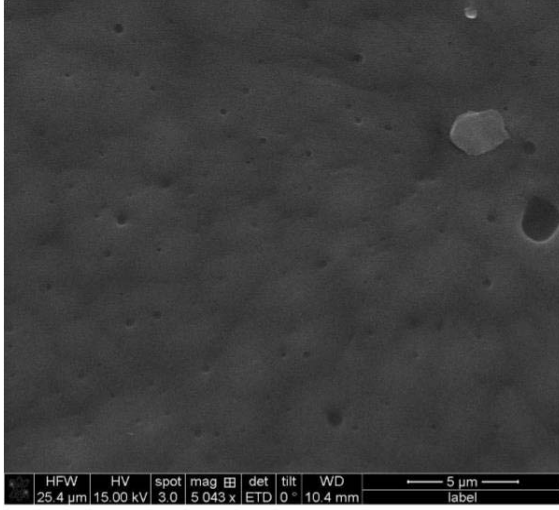


f

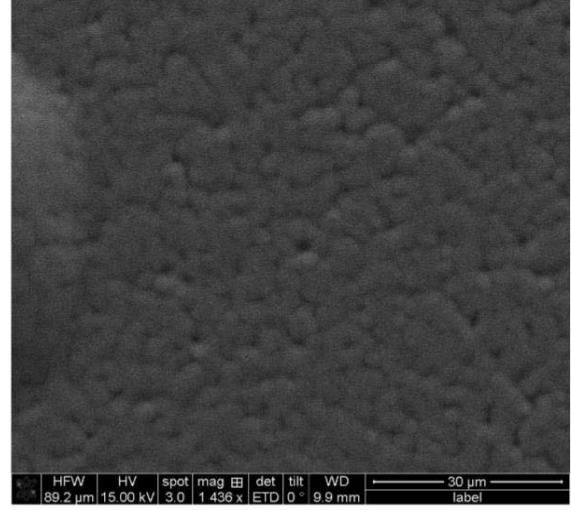
**Şekil 3.14** Isıl işlem görmemiş ince film a) MEK c) DMF e) DEK Isıl işlem görmüş ince film b)MEK d) DMF f) DEK



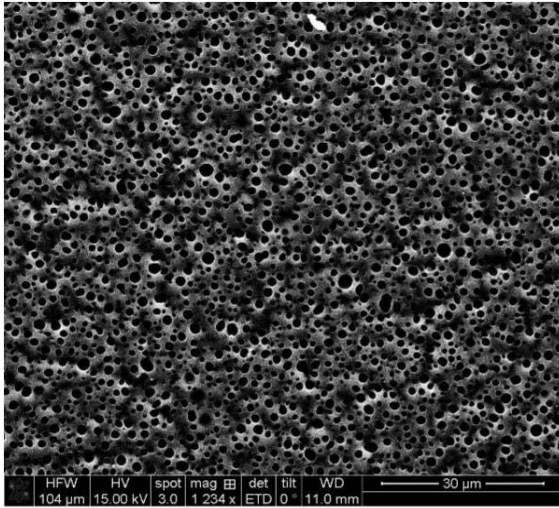
En son yapılan analizde daha önce yapılan TGA analizleri göz önüne alınarak, 6 adet MEK ve DMF ile hazırlanan ince filmler için belirli bir ısıtma ve tavlama rejimine göre SEM analizi gerçekleştirildi. İlk olarak MEK ve DMF ile hazırlanan filmler herhangi bir tavlamaya maruz kalmadan 18 saat oda sıcaklığında bekletildi (Şekil 3.15 –(a,d)). Diğer iki örnek ince filmlerde ise önceden ısı 135 °C'ye çıkarılmış olan fırın içinde 8 saat bekletildi (Şekil 3.15 –(b,e)). Son iki örnek ince filmde ise MEK ile hazırlanan film dakikada 1 °C olacak şekilde ve DMF ile hazırlanan film ise dakikada 3 °C olacak bir biçimde ısıtıldı. Şekil 3.15'de verilen görüntülere bakıldığında herhangi bir tavlama işlemi gerçekleştirilmemiş filmlerde iğne yapılı boşluklar gözlemlenmiştir. Hızlı olarak tavlanan örneklerde ise özellikle MEK ile hazırlanan örnekte, örneğin yapısında yaygın olarak boşluklu yapının yer aldığı ve bu yapı ile elde edilmek istenen bir algılayıcıda kısa devre probleminin büyük ihtimalle oluşacağı açıktır. Belirlenen son tavlama rejiminde ise her iki örnek için herhangi bir boşluklu yapı belirlenmedi.



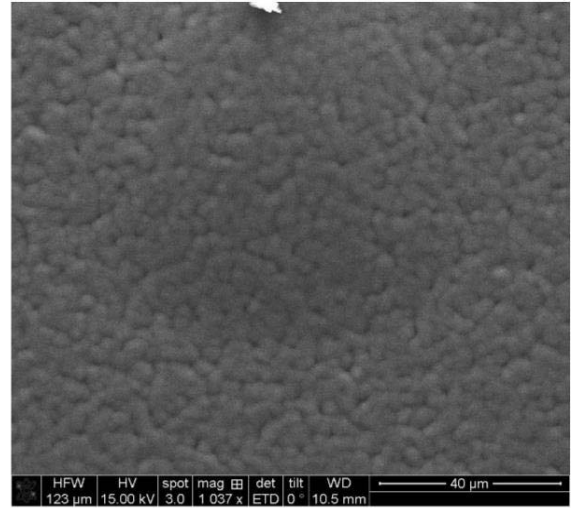
a



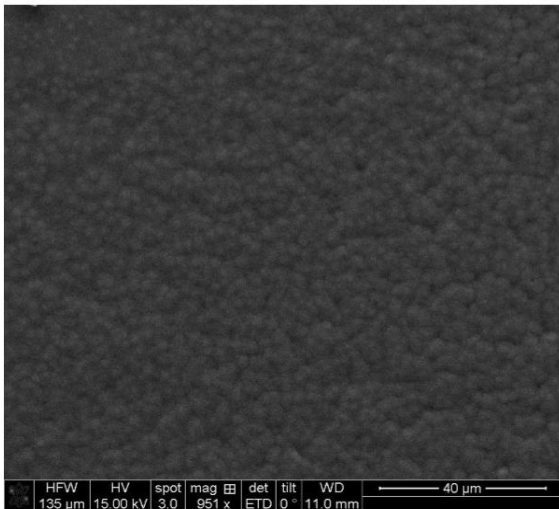
d



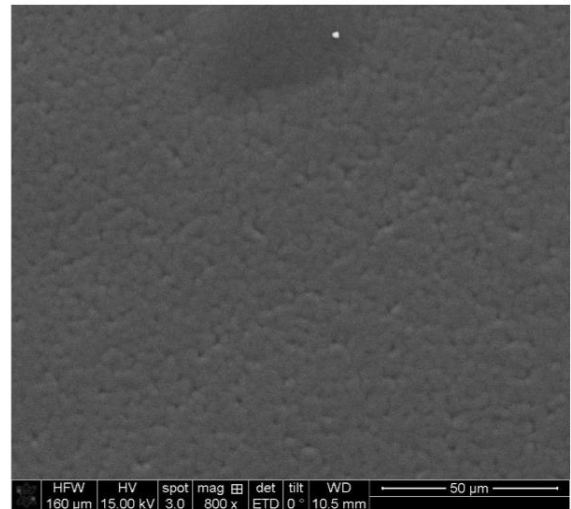
b



e



c



f

**Şekil 3.15** a) Isıl işlem görmemiş (MEK) b) hızlı ısıl işlem görmüş (MEK) c) yavaş ısıl işlem görmüş (MEK) d) Isıl işlem görmemiş (DMF) e) hızlı ısıl işlem görmüş (DMF) f) yavaş ısıl işlem görmüş (DMF)

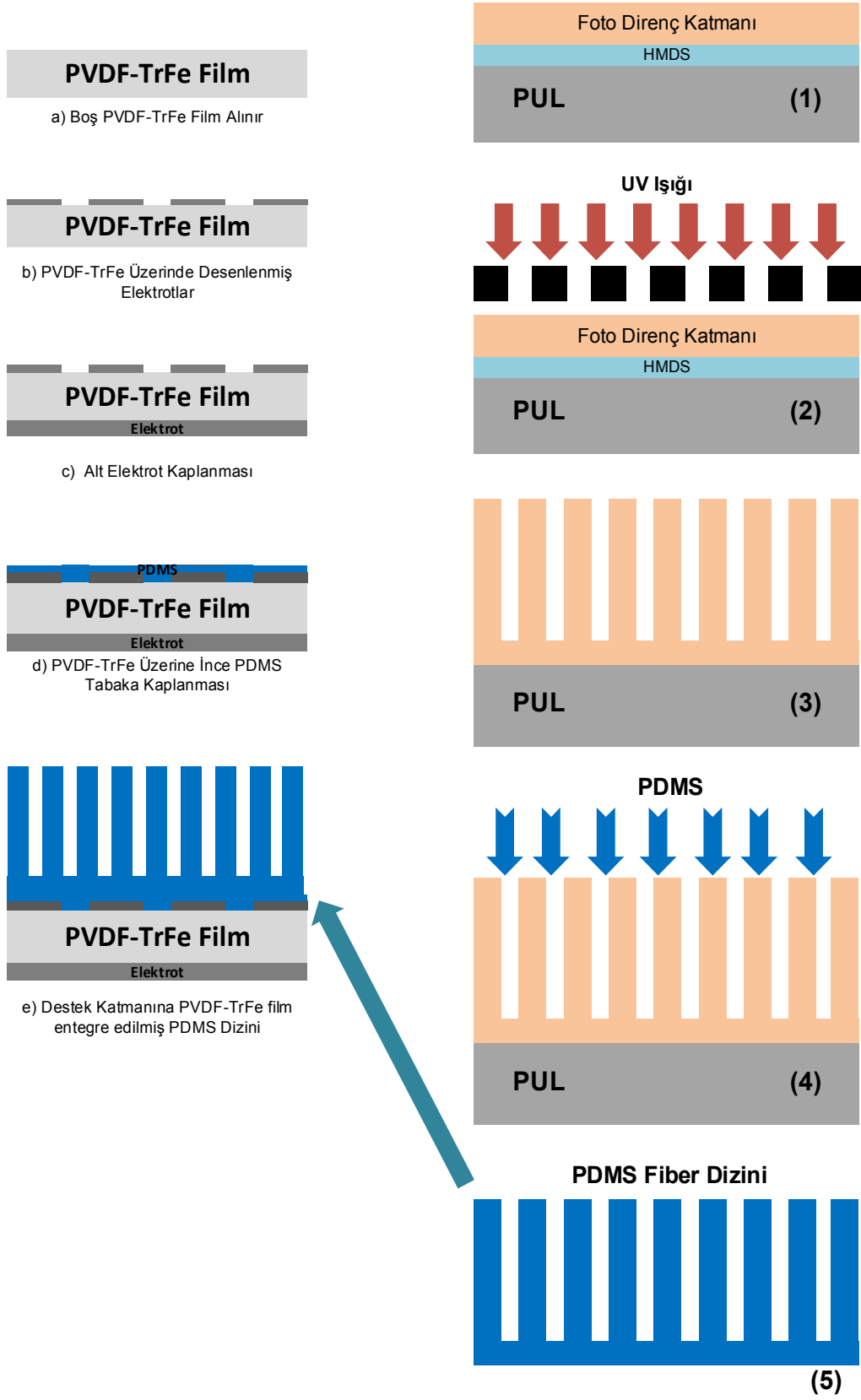
## 4. DOKUNSAAL ALGILAYICININ ÜRETİMİ

Bu bölümde piezoelektrik dokunsal algılayıcının üretim yönteminin tasarımı ve algılayıcı dizininin üretimi için gerekli olan mikro-elektro-mekanik-sistemler ve yumuşak litografi üretim yöntemlerinin basamakları ortaya konularak anlatılacaktır. Üretim boyunca gerçekleştirilen işlemlerin birçoğu Bilkent –UNAM’da bulunan temiz odada gerçekleştirilmiştir. Algılayıcı dizininin üretiminin gerçekleştirilmesi için çeşitli mikro üretim yöntemleri kullanıldı. Bu üretim yöntemleri arasında foto-litografi, dönel kaplama, mikro-işleme (lift off) gibi teknikler bulunmaktadır.

Bu bölümde üretim yönteminin tasarımı, üretimde kullanılan maskenin tasarımı ve üretimi, mikro-işleme ve fiber üretimi alt başlıklar halinde anlatılacaktır.

### 4.1. Üretim Yöntemi Tasarımı

Algılayıcı dizininin üretimi için oluşturulan akış şeması Şekil 4.1’de verilmiştir. İlk olarak piezoelektrik ince film, Silikon pul üzerine foto-direnç polimeri kullanılarak yapıştırıldı. Daha sonra ince film biriktirme yöntemlerinden biri olan saçtırma biriktirme (sputter) kullanılarak film üzerinde elektrotlar oluşturuldu. Filmin bir yüzeyinde bütün yüzey kaplanarak elektrot elde edildi. Bunu izleyen aşamada oluşturulan yapı yıkama işlemi sonrası Silikon puldan ayrıldı. Film diğer yüzeyin kaplanması için tekrardan Silikon pul üzerine tekrardan yapıştırıldı. Diğer yüzeyde saçtırma biriktirme ve mikro-işleme yöntemi ile desenli elektrot elde edildi (Şekil 4.1 (b) ve (c)). İlerleyen bölümlerde daha detaylı anlatılacak olan mikro-işleme yönteminde kullanılması planlanan foto-direnç katmanı olarak AZ5214E negatif foto-direnç polimeridir. Bu işlem esnasında foto-litografi yöntemleri kullanıldı. Desenli elektrotlar, yüksek çözünürlüğe sahip bir maske yardımı ile ultraviyole ışınların (UV) negatif foto-direnç polimeri üzerine düşürülmesiyle elde edildi. Elektrotların oluşturulmasından sonra bağımsız olarak fiber dizininin üretimi yapıldı. Fiber dizininin üretimi için AZ firmasından AZ9260 ve AZ40XT pozitif foto-direnç polimerleri satın alındı. Fiber dizininin üretimi Silikon pul üzerinde gerçekleştirildi. Foto-litografi yöntemleri ve yüksek çözünürlüklü maske kullanılarak pozitif foto-direnç katmanı üzerinde yüksek derinliğe sahip çukurlar oluşturuldu (Şekil 4.1- (1,2,3)).



Şekil 4.1 Üretim yönteminin basamaklarının akış şeması

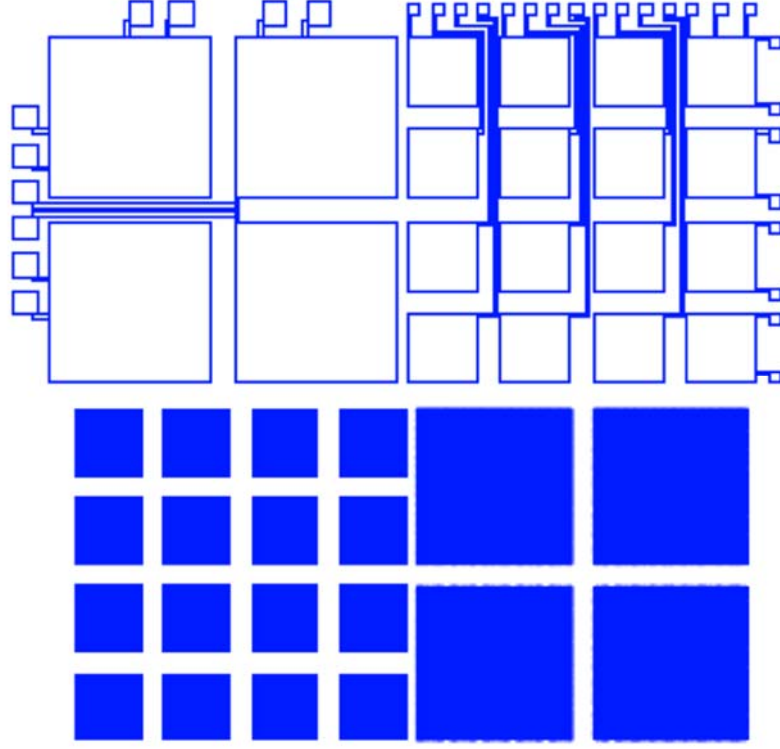
Elde edilen ve üzerinde çukurlar bulunan kalıptan daha ileriki bölümlerde detaylı anlatılacak olan fiberler oluşturuldu (Şekil 4.1- (4,5)). Son olarak üzerinde elektrotların oluşturduğu piezoelektrik film üzerine ince bir polidimetilsiloksan (PDMS) tabaka halinde dönele kaplama ile kaplandı ve elde edilen fiber dizini bu yapı üzerine koyularak bir araya getirildi.

#### **4.2. Maske Tasarımı ve Üretimi**

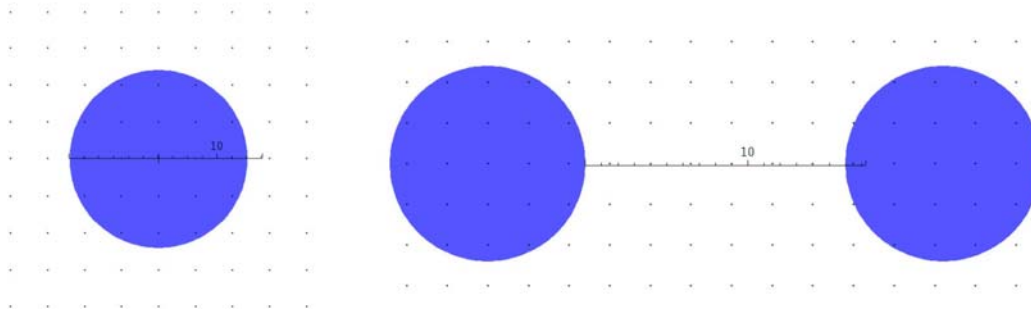
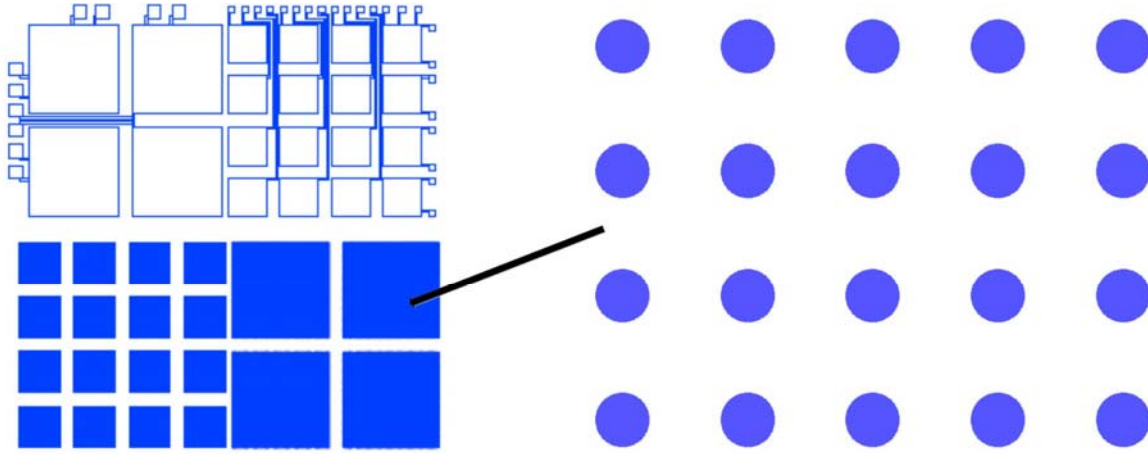
Üretim esnasında kaplanan foto-direnç katmanını istenilen şekli vermek amacıyla cam-krom ve saydam maske tasarlanmıştır. Tez kapsamında yapılması öngörülen algılayıcının tasarımı  $2 \times 2$  ve  $4 \times 4$ 'lük alanda basınç haritası çıkarabilmesi öngörülmüş ve tasarlanan maske bu amaç doğrultusunda üretildi. Şekil 4.2'de üretilen maskenin tasarımı görülmektedir. Maskenin tasarımı iki amaç için kullanılmak üzere yapıldı. Maske ilk olarak alüminyuma elektrot deseni vermek için kullanıldı. Daha sonra ise fiber dizinini oluşturmak için kullanıldı. Tasarımda kullanım kolaylığı sağlaması amacıyla maskenin üzerine referans imleçleri koyuldu.

Maskenin çizimi ve tasarımı, Tanner EDA programının araçlarından biri olan L-Edit kullanarak yapıldı. Çizim için bu programın seçilmesi, mikron veya nano boyutta çizimlerin çok daha kolay bir biçimde yapılabilmesi olmalıdır. Şekil 4.2'de L-Edit programı kullanılarak çizilmiş maskenin tasarımı gösterilmektedir. Şekil 4.3'de ise maskede bulunan fiber dizininin yakın plan görünüşü tek bir fiber görüntüsü görülmektedir.

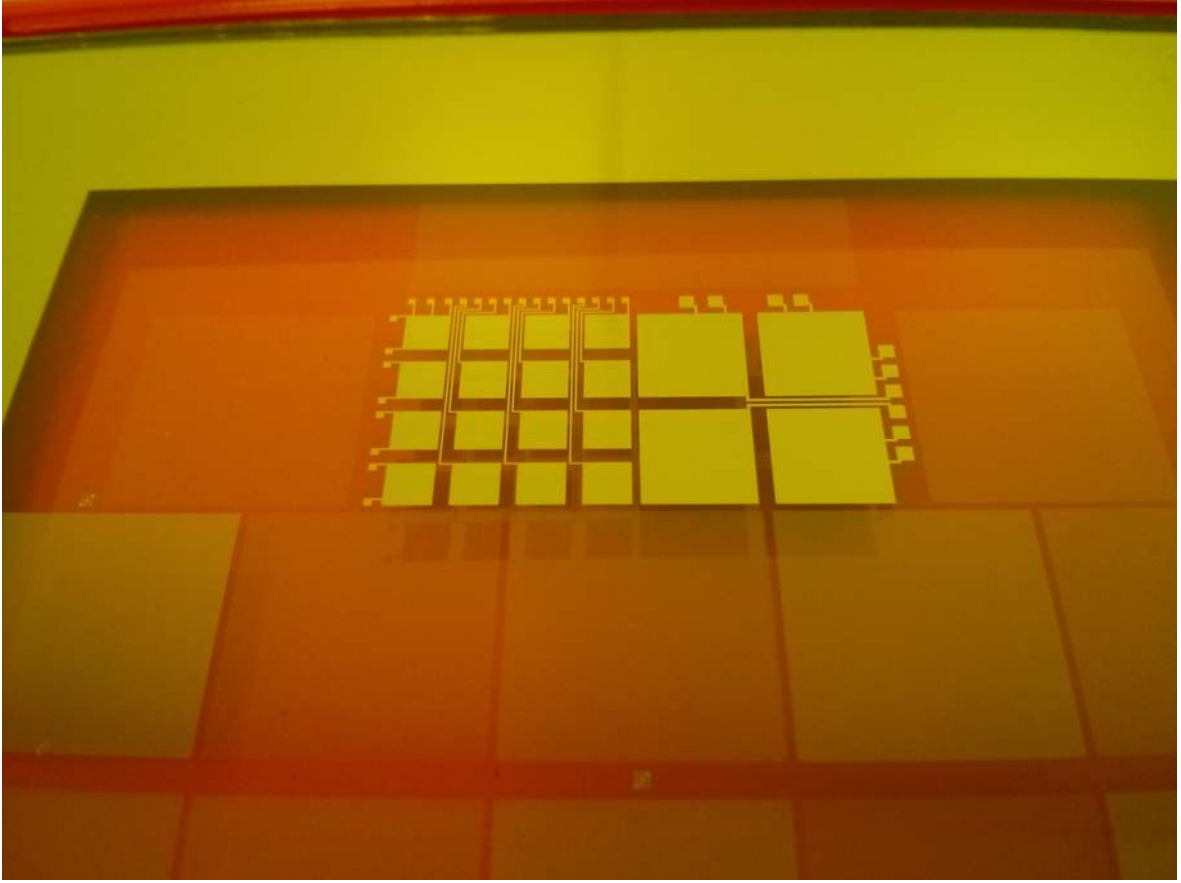
Tasarlanan ve çizimi gerçekleştirilen maskenin üretimi UNAM'da temiz oda da bulunan DWL-66 (Heidelberg Inst.) maske yazıcısı kullanılarak üretildi. Şekilde 4.4 'de 4" boyutlarında yapılan maskenin resmidir.



**Şekil 4.3** L edit çizim programı kullanılarak çizilen maskenin resmi



**Şekil 4.2** Çizilen maskenin ayrıntıları 4" maske, maskenin bir bölümünün yakın plan resmi; fiber dizini ve her bir fiberin çapı ve fiberler arası uzaklık



**Şekil 4.4** Maske yazıcısı kullanılarak üretilen maskenin resmi

### **4.3. Üretimin Gerçekleştirilmesi**

Üretim yöntemi üstünde işlem yapılacak olan pulun (wafer) seçimi ile başlar. Pul basitçe tümleşik elektronik bir devrenin üretimi için bir hammaddenin disk şeklinde hazırlanmış halidir. Bu tezde silikon (Si) pulu alttaş olarak kullanılmaktadır. Bu çalışmada üzerinde foto-litografi teknikleri uygulanacak levha 4 inç Si pul olarak seçilmiştir. 4 inç pul seçilmesinin nedeni üretimi yaptığımız tesislerde kullanılabilen en yüksek pul çapı olmasıdır.

Üretimin ilk aşaması Si pulun temizlenmesiyle başlar. Yapılan bu temizlik sonucunda pul üstünde hiçbir kalıntının kalmaması amaçlanır. Kirlilik yapılan üretimde farklı şekillerde kendini gösterir. Kirli bir Si pul üzerinde yapılan herhangi bir ince filmde kalınlık istenilen doğrulukta olmaz, yüzey parlaklığı azalır ve gözenekli katmanlar meydana gelir. Daha ciddi bir sorun kendini kaplama yapıldıktan sonra gösterebilir.

Si pulun temizlenmesi aşağıdaki gibi çeker ocak altında gerçekleştirildi:

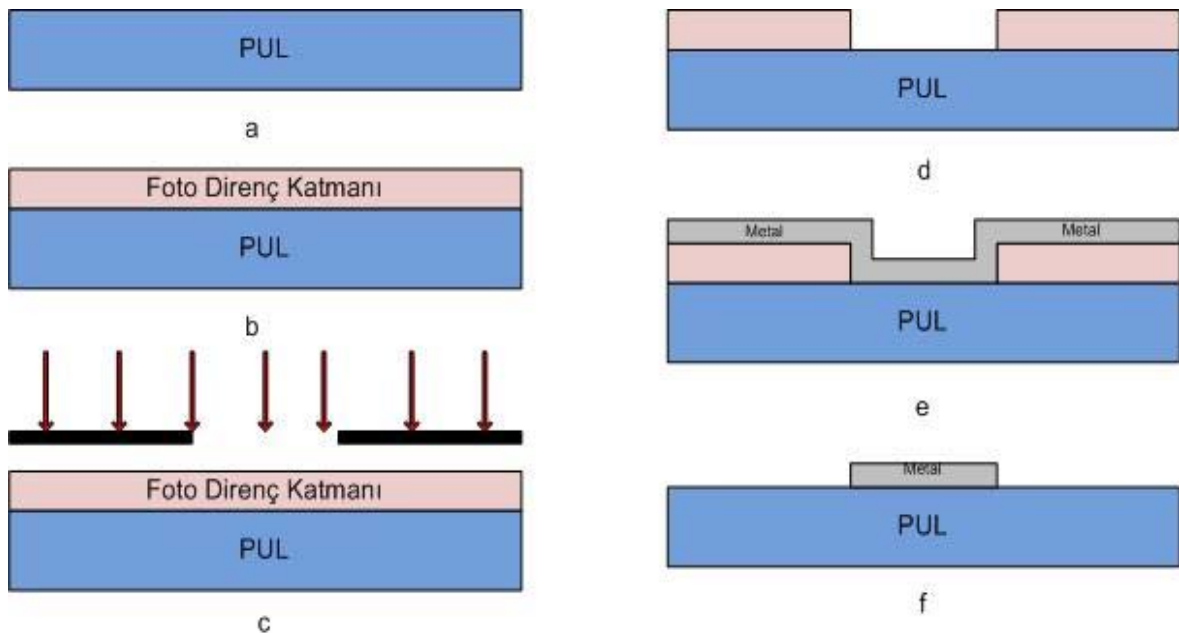
- Çeker ocak altında üç tane beher hazırlandı,

- Birinci behere aseton ikinci behere isoproponal ve son behere su konuldu,
- Si pul sırayla bu beherlere atıldı. Her birinde üçer dakika bekletildi,
- Eğer Si pulun çok kirli olduğu düşünülüyorsa, Si pul asetonun içerisindeyken ultrasonik çalkalayıcıya 5 dakika konur,
- Su dolu kaptan Si pul çıkarılıp musluğun altına tutuldu,
- Azot üfleyen tabanca ile kurutuldu. Burada Si pulun üstünde su kalıntısı kalmamasına dikkat edilir,
- Son olarak 200°'de sıcak düzlem üzerine konuldu. Buradaki amaç ise Si pul üzerindeki kalan su damlacıklarının buharlaşmasını sağlamaktır.

Si pulun temizleme işleminin ardından mikro-işleme yöntemi, piezoelektrik ince filmin üzerinde elektrotları oluşturmak ve desenlemek amacıyla kullanıldı.

Mikro-işleme yöntemi ile metal film desenler, yığılma veya yığılmış filmi aşındırma şeklinde oluşturulabilmektedir. Mikro işlemenin basamakları boyunca kullanılan foto direnç polimeri çıkarılmak istenen metal desene, kullanılan maskeye göre belirlenir. Aynı şekilde kullanılan kimyasal çözeltiler çalışılan malzemeye göre belirlenir. Genel olarak mikro-işlemenin basamakları aşağıdaki gibidir ve illüstrasyonu Şekil 4.5'de gösterilmiştir:

- Temizlenmiş pul alınır,
- Pulun üzeri dönel kaplama sistemi ile foto direnç polimeri kaplanır,



**Şekil 4.5** Mikro işleme akış şeması

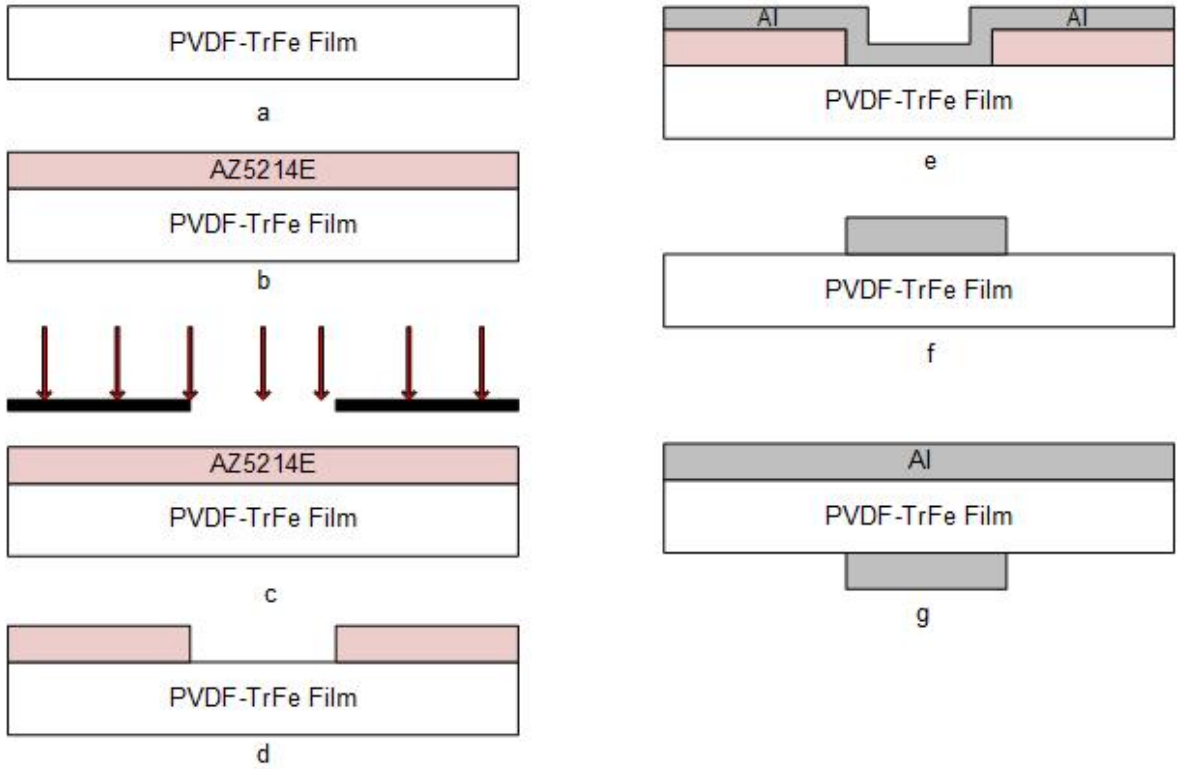


- c) Verilmek istenen şekli içeren maske ile maske ayarlayıcısı (mask aligner) yardımı ile kaplama üzerine UV ışık düşürülür,
- d) Üzerinde istenilen şeklin bulunduğu ince foto direnç polimeri uygun bir kimyasal çözelti içerisinde yıkanır. Film üzerinde ışık alan kısımlar çözülür, ışık almayan kısımlar çözünmez,
- e) Fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinden olan buharlaştırma (evaporation), saçtıracak biriktirme (sputter) gibi metal kaplayan bir sistemle ince film üzeri metal kaplanır,
- f) Pulun en son hali uygun kimyasal çözeltinin içine atılır ve kullanılan bu çözelti metalin altındaki foto direnç polimerini kaldırır ve geriye kaplanmak istenen metal film kalır.

Piezoelektrik filmi kullanmadan önce mikro-işleme sırasında kullanılacak olan kimyasal çözücülerin piezoelektrik filme zarar verip vermediği tespit edilmesi gerekiyordu. Bu sebepten ötürü mikro-işleme esnasında kullanılması planlanan AZ400K ve aseton içerisinde 24 saat süreyle bekletildi ve filmin zarar görmediği tespit edildi.

PVDF-TrFe film üzerinde alüminyum elektrot deseninin elde edilmesi aşağıdaki basamaklarda anlatılmaktadır (Şekil 4.6 ):

- a) Mikro-işleme yönteminin uygulanabilmesi için piezoelektrik film foto-direnç polimeri kullanılarak pulun üzerine yapıştırıldı. Dönel kaplama cihazı ile foto-direnç polimeri Si pulun üzerinde 3000 dev/dak'da 60 saniye çevrildi. Film kaplanan ince tabakanın üzerine yerleştirildi ve daha sonra sıcak düzlem üzerine koyularak 2 saat 120°C'de beklenildi ve filmin pulun üzerine yapışması sağlandı,
- b) Pozitif foto direnç polimeri AZ5214E dönel kaplama cihazı ile kaplandı,
  - AZ5214E foto direnci yayılması için önce 500 dev/dak'da 10 saniye, istenilen kalınlıkta kaplanması için ise 4000 dev/dak'da 40 saniye dönel tezgahda döndürüldü,
  - Pul sıcak düzlem üzerine 110 °C'de 50 saniye bekletildi (soft bake),
- c) EVG620 marka maske ayarlayıcısı (mask aligner) ile 40 mJ/cm<sup>2</sup> pozlama yapıldı. İşlemin bu aşamasında AZ5214E foto direnç polimerine görüntü tersleme (image reversal) işlemi uygulandı,
  - Pul tekrardan sıcak düzlem üzerinde 120 °C'de 120 saniye bekletildi,



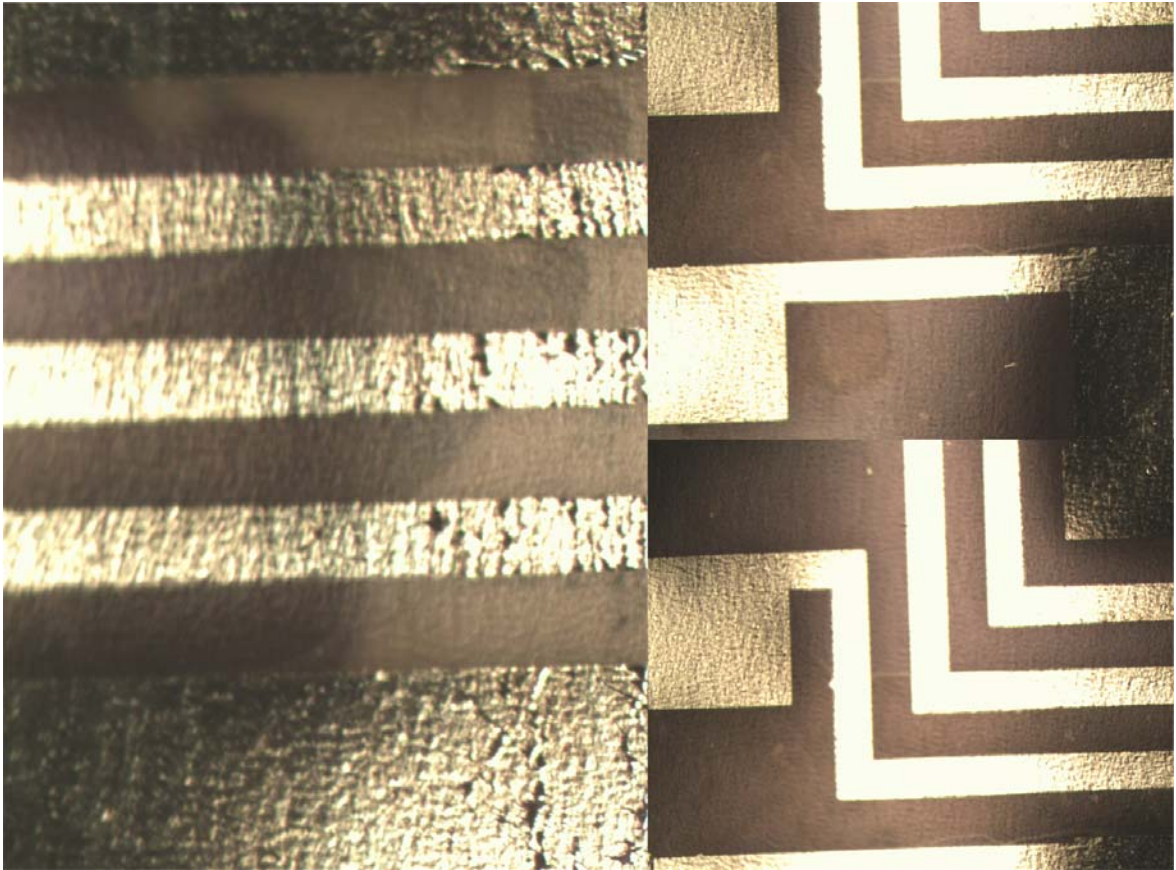
**Şekil 4.6** PVDF-TrFe ince film üzerinde gerçekleştirilen mikro işlem akış şeması

- Maske ayarlayıcısı ile  $120 \text{ mJ/cm}^2$  pozlama yapıldı,
- d) İstenilen elektron deseninin elde edilmesi için AZ400K 1:4 oranında iyonize edilmiş su ile seyreltilerek elde edilen çözeltinin içine pul atıldı ve 90 saniye bekletildi. Sonra çıkarılıp iyonize su ile yıkandı ve azot tabancası ile kurutuldu,
- e) Vaksis marka NanoD-4S saçtırma biriktirme cihazı kullanılarak PVDF-TrFe filmin üzeri Al kaplandı,
- f) Kaplama işleminden sonra aseton içine atılarak Al altında bulunan foto direnç polimeri kaldırıldı ve elektrot deseni elde edildi,
- g) En son aşamada pul aseton içine atıldığı zaman PVDF-TrFe filmin pul üzerine yapışmasını sağlayan foto direnç polimeride çözülerek filmin puldan ayrılmasını sağlandı. Ayrılan film azot tabancası ile kurutuldu. Filmin puldan ayrılan tarafı saçtırma biriktirme yöntemi ile Al kaplandı.

PVDF-TrFe filme zarar vermeden alt ve üst yüzey elektrotları kaplandı. Desenlenmiş elektrotların genel görünümü Şekil 4.7'de, optik mikroskop altındaki görünümü Şekil 4.8'de gösterilmiştir.



**Şekil 4.7** PVDF-TrFe ince film üzerinde oluşturulan Al desenin görüntüsü



**Şekil 4.8** PVDF-TrFe ince film üzerinde oluşturulan Al desenin mikroskop görüntüleri

Elektrotların PVDF-TrFe film üzerinde oluşturulmasından sonra foto litografi yöntemleri kullanılarak mikro-fiber dizininin üretimi yapıldı. İlk olarak tasarım kısmında akış şemasında verilen fiber üretim tekniği detaylandırılacaktır. Fiber dizininin üretimi zaman ve maliyet gerektiren bir işlem olduğundan ve ayrıca fiberlerin esnek bir malzemedan elde edilmeleri gerektiğinden ilk aşamada ana bir kalıp elde edilmesi planlandı. Elde edilen kalıbın üzerine PDMS polimeri dökülerek katılaşması sağlanır ve ardından ana yapıdan soyularak ayrılır ve mikro-fiber dizini elde edilmiş olur.

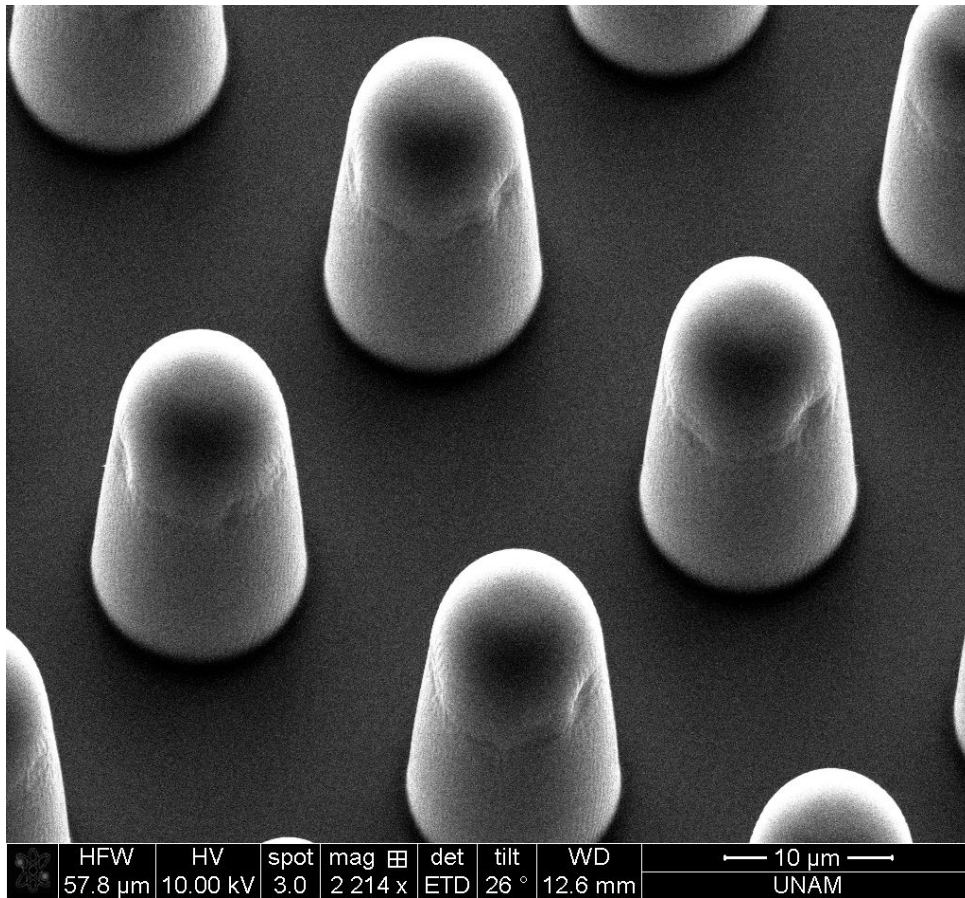
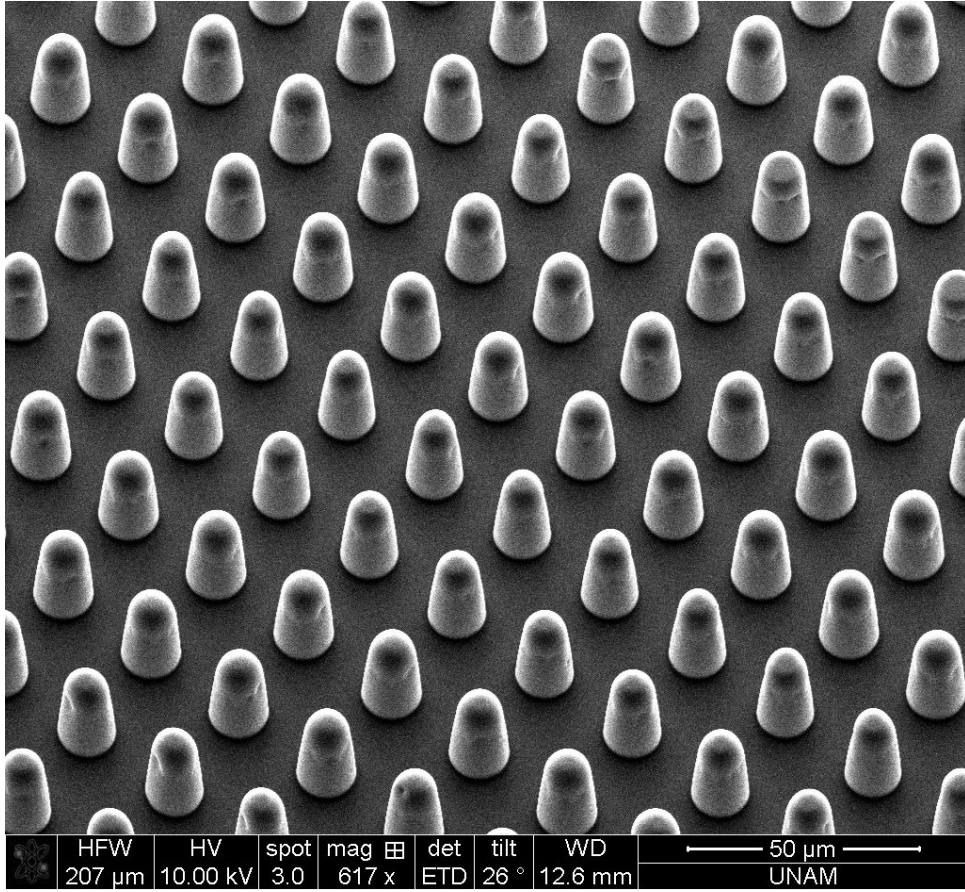
Fiberlerin üretilebilmesi için AZ40XT pozitif foto direnç polimerinden kalıp elde edilmesi planlandı. AZ40XT foto direnç polimeri kullanırken dikkatli olunması gereken bir malzemedir. Yoğunluğu ve yapışkanlığı diğer foto direnç polimerlerinden yüksek olduğu için temizlenmesi zor bir malzemedir. Bu sebepten ötürü bu malzeme ile çalışırken kullanılan bütün cihazlar alüminyum folyo ile sarılmıştır. Fiber üretimin basamakları aşağıdaki gibidir (Şekil 4.1):

- 1) Fiber üretimi Si pulun temizlenmesi ile başlar. Si pulun en son aşamada iyonize su ile temizlenmesinin ardından, kaplanacak olan foto direnç polimerinin yüzeye tutunmasını artırmak için hexamethyldisilazane (HMDS) ile kaplandı ve HMDS'in üzerine AZ40XT pozitif foto direnç polimeri dönel kaplama ile kaplandı,
  - HMDS 2500 dev/dk'da 60 saniye dönel tezgahda döndürüldü,
  - AZ40XT foto direnci önce yayılması için 500 dev/dak'da 10 saniye, istenilen kalınlıkta kaplanması için ise 2000 dev/dak'da 40 saniye dönel tezgahda döndürüldü. Kaplama sonucunda elde edilen kalınlık 40  $\mu\text{m}$ 'dir.
  - Pul önce 95 °C'de 3,5 dakika sıcak düzlem üzerinde bekletildi ve hızlıca başka bir sıcak düzlem üzerine aktararak 115 °C'de 3,5 dakika bekletildi. Burada dikkat edilmesi gereken pul sıcak düzlem üzerine yerleştirilirken alüminyum folyo kullanıldı ve folyo sıcaklığın 10 °C oynamasına sebep olur.
- 2) EVG620 marka maske ayarlayıcısı ile 400 mj/cm<sup>2</sup> pozlama yapıldı. Pozlamanın ardından kullanılan AZ40XT foto direnç polimerinin özelliğinden dolayı tekrar sıcak düzlem üzerine konuldu,
  - 100 °C'de 3.5 dakika sıcak düzlem üzerinde bekletildi.

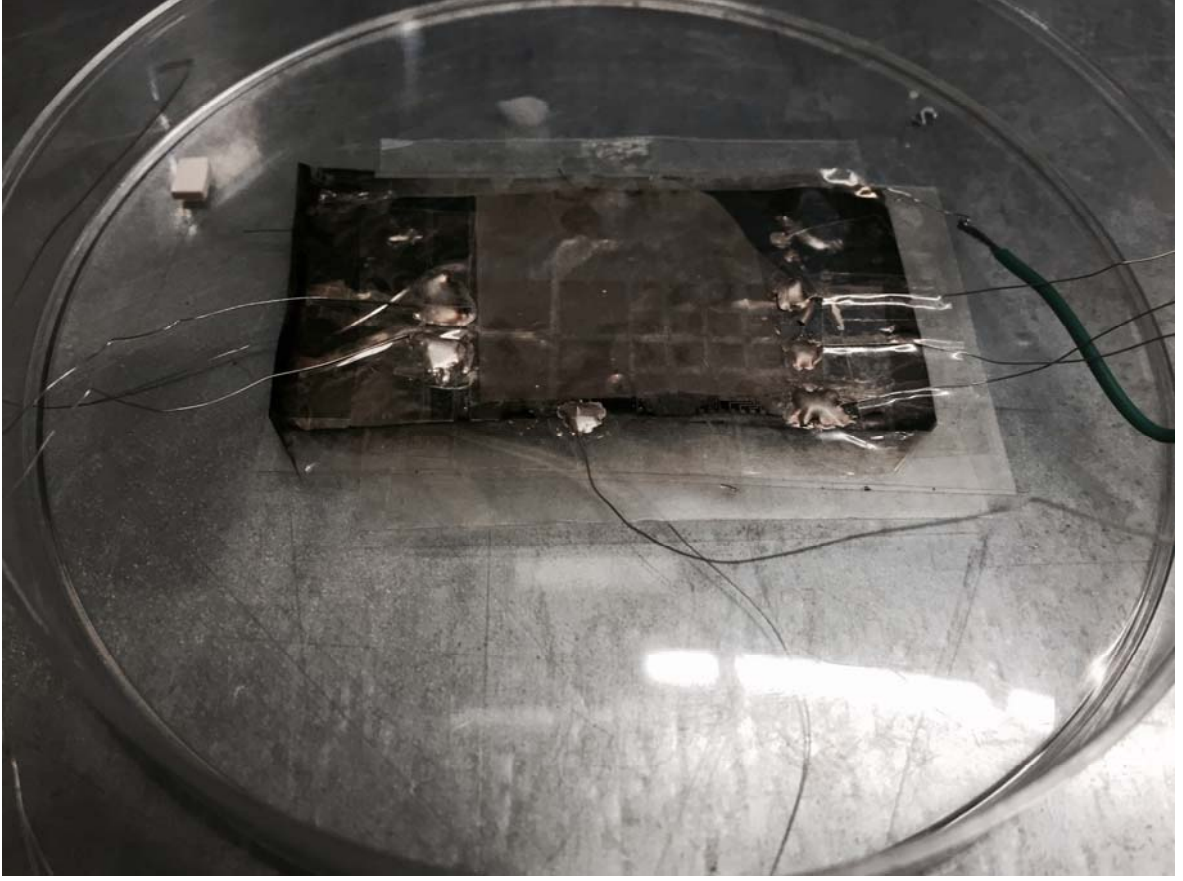
- 3) İstenilen kalıbın elde edilebilmesi için AZ726MIF çözücüsünün içerisine atılarak 100 saniye bekletildi. Daha sonra iyonize suyun içine atıldı ve azot tabancası ile kurutuldu. Yüksek en boy oranına sahip çukurlara sahip kalıp elde edildi.
- 4) Kalıbın elde edilmesinden sonra PDMS polimeri hazırlanıp kalıbın üzerine döküldü.
  - PDMS ve PDMS sertleştiricisi 10:1 oranında karıştırıldı. İçindeki hava kabarcıklarının alınması için 20 dakika vakuma koyuldu. Vakumdan çıkarıldıktan sonra 100 °C'de 45 dakika fırında tutularak sertleşmesi sağlandı. Fırının 100 °C üzerine çıkmaması kalıbın elde edildiği AZ40XT foto direnç polimerinin zarar görmemesi için dikkat edilmesi gereken bir husustur.
- 5) En son aşamada sertleşen PDMS polimeri bir cımbız yardımıyla soyularak kalıptan çıkarıldı.

Şekil 4.9'da elde edilen fiberlerin 50  $\mu\text{m}$  ve 10  $\mu\text{m}$  yaklaşma mesafesinde ve 26° eğim verilerek alınan SEM görüntüleri gösterilmektedir. SEM görüntüleri verilen fiberlerin çapı 12  $\mu\text{m}$  ve boyu 40  $\mu\text{m}$ 'dir. Oluşan fiberlerin yapı olarak tam bir silindir şeklinde olmadığı gözlemlendi. Bunun sebebi kalıp oluşturan foto direnç malzemesinden kaynaklanmaktadır. Foto litografinin son aşamasında ıslak aşındırma işlemi yapılmaktadır. Bu son aşamada kimyasal çözelti içine atılan yapıda çözeltinin dikey yönden başka bir ifade ile anizotropik bir şekilde UV ışık gören kısımlarını çözmesi istenir fakat ıslak aşındırma işleminde bu çoğunlukla gerçekleşmemektedir. Bunu göz önüne aldığımızda çalışma sırasında elde edilen yapı dik bir silindir şeklinde olmamıştır.

Dokunsal algılayıcının üretiminin en son aşamasında, Şekil 4.1 (e)'de görüldüğü üzere fiberler, üzeri elektrot kaplı PVDF-TrFe film üzerine yerleştirildi. Bunun için PDMS ve PDMS sertleştiricisi 10:1 oranında hazırlandı ve 20 dakika hava kabarcıklarının alınması için vakuma kondu. Hazırlanan polimer dönel kaplama cihazı ile yayılması için 500 dev/dak'da 30 saniye, istenilen kalınlıkta kaplanması için ise 4000 dev/dak'da 10 dakika dönel tezgahta döndürüldü.



**Şekil 4.9** Fiberlerin 50  $\mu\text{m}$  ve 10  $\mu\text{m}$  yaklaşma mesafesinde SEM görüntüleri

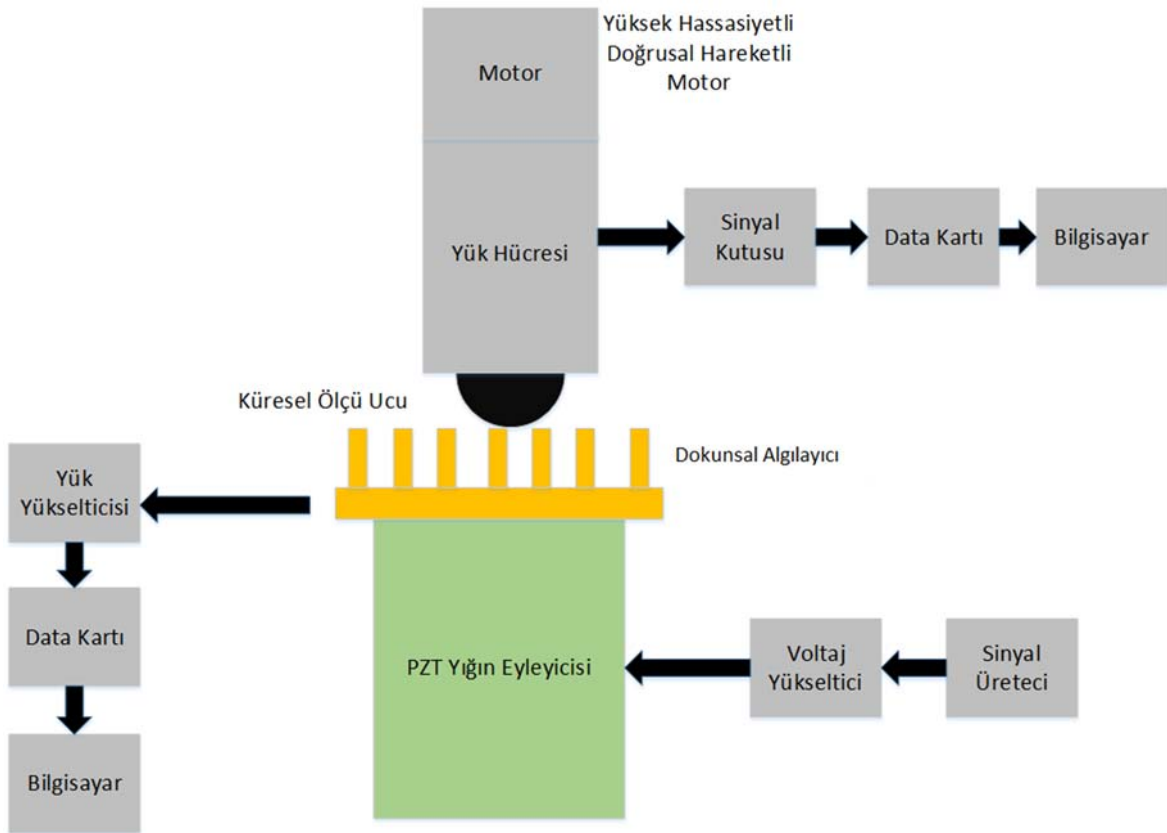


**Şekil 4.10** Üretilen piezoelektrik dokunsal algılayıcının resmi

PDMS çok ince bir film halinde, kalınlığı  $6 \mu\text{m}$  civarında, kaplandı [60]. PDMS'den üretilen fiberler PVDF-TrFe film üzerine yerleştirildi ve  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 45 dakika fırına kondu. Elde edilen piezoelektrik dokunsal algılayıcının resmi Şekil 4.10'da verilmiştir.

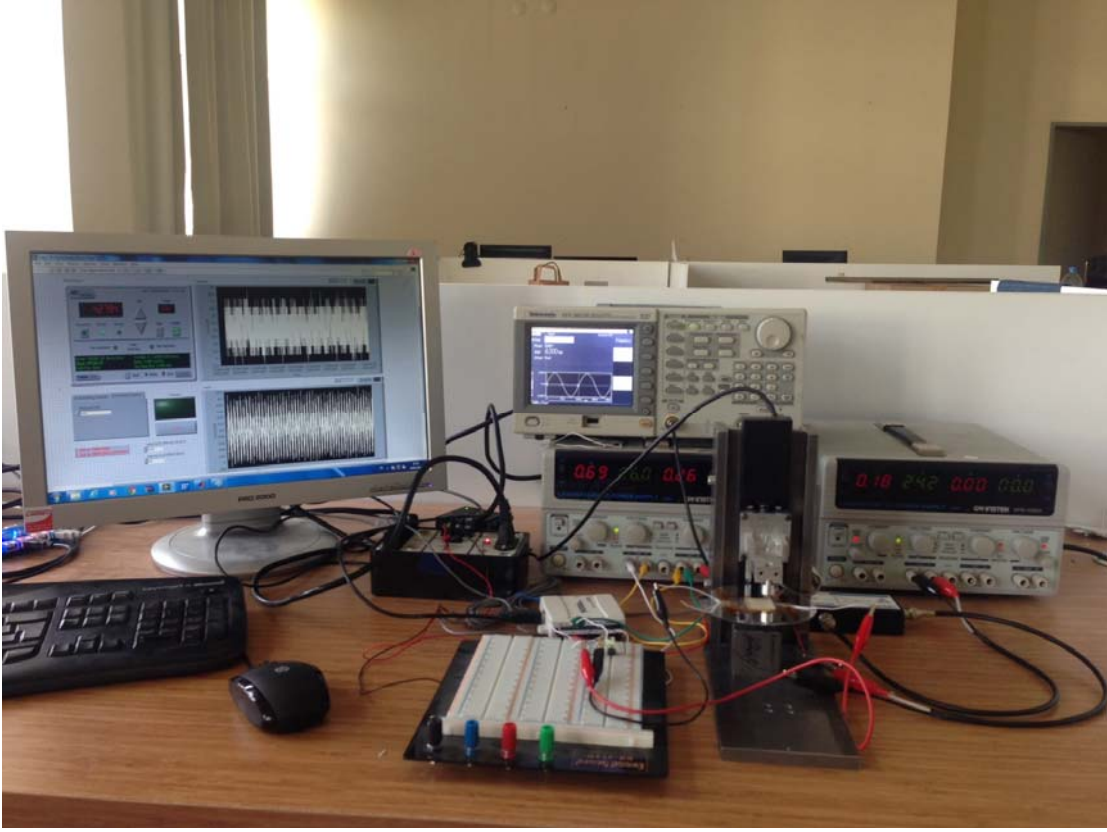
## 5. DOKUNSAAL ALGILAYICI TEST SONUÇLARI

Üretimi yapılan piezoelektrik dokunsal algılayıcı için test düzeneği kuruldu ve algılayıcının performans analizleri gerçekleştirildi. Deney düzeneği Şekil 5.1'de gösterildiği gibi tasarlandı. Yatay düzlemde hareket edebilen yüksek çözünürlükte bir motor bulunmaktadır ve bu motor bir kontrolcüye bağlanarak geri beslemeli olarak hassas bir şekilde kontrol edilebilmektedir. Algılayıcı testlerinin dinamik olarak gerçekleştirilmesi için mikron mertebelerde hassasiyete sahip PZT yığın eyleyicisi kullanıldı. Deneyler esnasında algılayıcı PZT'nin üzerine yerleştirildi. Fiber dizininin tam üstünde ise sabit halde tutulmakta olan yük hücresi bulunmaktadır. Yük hücresi data kartı ile bilgisayara bağlı durumdadır. Algılayıcıdan çıkan sinyal bir yük yükseltici devresine bağlandı ve devrenin çıkışı data kartı ile bilgisayara bağlandı. Data kartı yardımı ile hem yük hücresinden hem de algılayıcıdan gelen sinyaller eş zamanlı olarak bilgisayarda görülmesi sağlandı. Sinyallerin işlenmesi ve motorun eş zamanlı kontrolü Labview üzerinde yazılan bir programla sağlandı.



Şekil 5.1 Algılayıcı test düzeneğinin şematik görüntüsü





**Şekil 5.2** Algılayıcı kalibrasyon test düzeneği

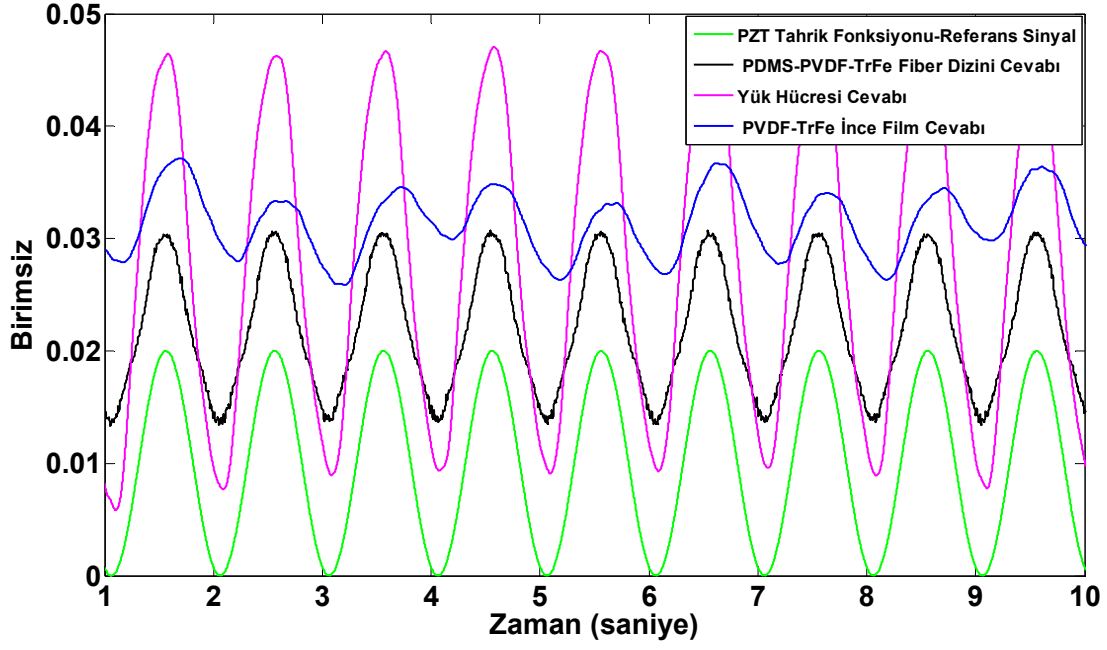
Kalibrasyon test düzeneğinin genel görüntüsü Şekil 5.2'de verildiği gibidir. Kalibrasyon test deneylerinde üzerinde fiber dizini entegre edilen PDMS - PVDF-TrFe ve fiber dizini entegre edilmeyen piezoelektrik ince film örnekleri kullanılmıştır. İlk olarak düz küresel uç ile fiber dizinine 10 mN ön yükleme yapılarak algılayıcılardan alınan gerilim çıktısının sabitlenmesi sağlandı. Ayrıca, bu ön yükleme fiber dizini ile küresel uç arasındaki temasın sabitlenmesine yaramaktadır. Bu işlemin ardından algılayıcıların altında bulunan PZT yığıntı eyleyicisine kare dalga veya sinüs harmonik bir gerilim değeri uygulanarak doğrusal olarak deplase edildi. Aynı anda küresel ucun takılı olduğu yük hücresinden oluşan kuvvet değerleri ölçülmektedir. Sinüs harmonik gerilimi uygulandığında fiberler üzerine  $F=F_i+F_a \sin(\omega t)$  değerinde olan bir yük uygulaması yapılmış olmaktadır. Burada,  $F_i$  ön yüklemeyi,  $F_a$  yüklemenin şiddetini ve  $\omega$  ise frekansını göstermektedir.

Öncelikli olarak algılayıcıların sinüs dalga cevapları burada tartışılacaktır. Şekil 5.3'de ise her iki algılayıcının PZT eyleyicisi tarafından  $\omega=2$  Hz sinüs tahriki altındaki cevapları görülmektedir. Bu grafikte ilk göze çarpan olgu tepe-tepe gerilim çıktıları için fiber dizini algılayıcılarının düz film algılayıcısına göre üstün

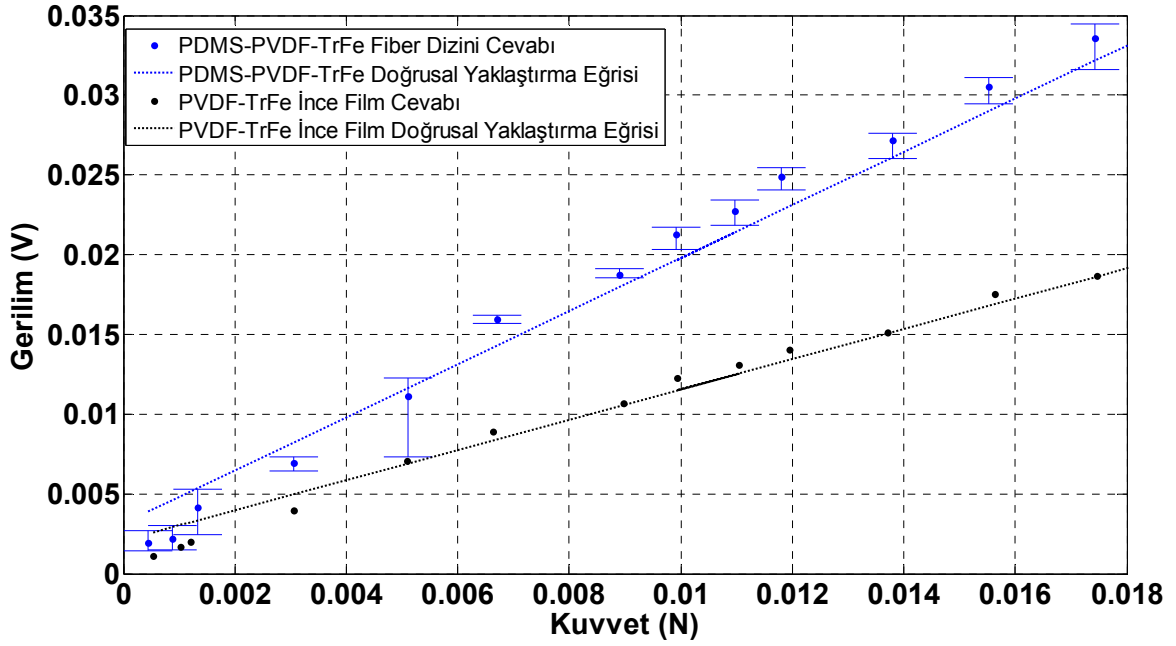
olmasıdır. Diğer önemli bir nokta ise elde edilen verilerde fiber algılayıcısının düz film algılayıcısına göre verilen harmonik sinyali girişine göre hem dalga boyu hem de kalite faktörü yönünden üstünlüğüdür. Mavi renk ile çizdirilmiş olan ince film algılayıcı cevabından izleneceği üzere, ince filmin cevabı PZT tahrik fonksiyonunu izlemekte yetersiz kalmıştır. Buna karşın fiber dizini algılayıcıları tahrik fonksiyonunu yakın olarak ve karalı bir biçimde izlemektedir. Literatüre baktığımızda piezoelektrik algılama yöntemi ile çalışan dokunsal algılayıcı tasarımlarının bulunduğu makalelerde orijinal sinyaller gözlenmemiştir ve dolayısı ile karşılaştırma olanağı yoktur. Ayrıca, deney düzeneğinde kuvveti ölçmek ile görevlendirilen ticari yük hücresinden alınan cevap aynı grafikte çizdirildi. Buna göre rezistif algılama prensibi ile çalışan bu yük hücresine göre fiber dizini algılayıcıları orijinal tahrik sinyalini daha kararlı bir şekilde izleyebildiği gözlemlenmiştir.

Algılayıcıların hassasiyetini tespit etmek amacı ile değişen  $F_a$  değerleri için karşılık gelen gerilim çıktıları iki algılayıcı için çizdirilmiştir (Şekil 5.4). Elde edilen verilere doğrusal olmayan regresyon analizi yapılarak her bir algılayıcının hassasiyeti tespit edilmiştir. Bu grafiklere göre düz film algılayıcısının hassasiyeti 0.94 V/N ve PDMS - PVDF-TrFe fiber dizini algılayıcısının hassasiyeti 1.66 V/N olarak bulundu. Bu durum gerilme konsantrasyonunun (stress concentration) artmasına bağlı olarak dikey çözünürlüğün arttığını göstermektedir. Buna göre bağıl hassasiyet PDMS - PVDF-TrFe için ( $Q_r=1.76$ ) olarak ortaya çıktı.

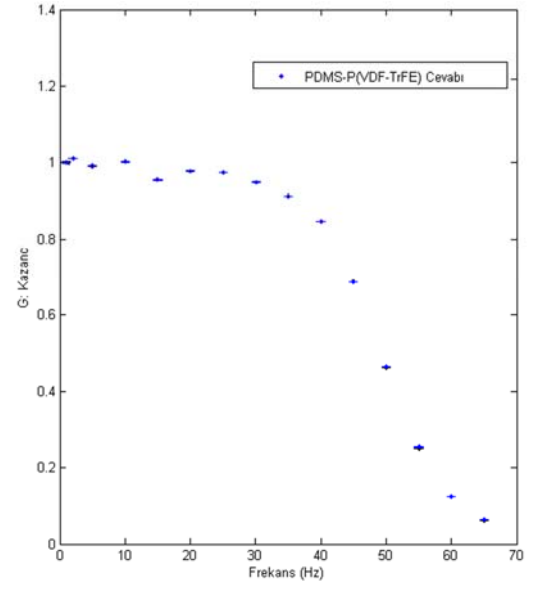
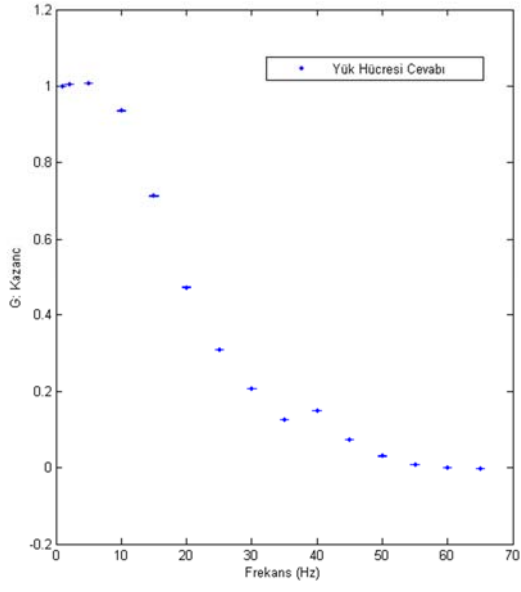
Dokunsal algılayıcıların çalışma performanslarını etkileyen bir diğer olguda değişen frekans altındaki cevaplarıdır. Buna göre sabit bir  $F_a$  değeri için frekans değerleri 1-65 Hz arasında değiştirildi (Şekil 5.5). Deney düzeneğinde kullanılan yük hücresinin çalışma prensibi dokunsal algılayıcılarda yaygın olarak kullanılan rezistif teknolojidir. Şekilden görüleceği üzere 1-10 Hz arasında kazanç cevabı sabit olarak kalmış, fakat daha yüksek frekanslarda hızlı bir düşüş göstermiştir. Buna karşın bu çalışmada gerçekleştirilen piezoelektrik dokunsal algılayıcının frekans cevabı yaklaşık 42 Hz değerine kadar yaklaşık olarak sabit kaldığı görülmüştür. Dolayısı ile dinamik ölçümler için kullanılan teknolojinin uygun olduğu ortaya çıkmaktadır.



Şekil 5.3 Uygulanan harmonik kuvvete (yeşil) karşılık algılayıcıların cevapları



Şekil 5.4 Hassasiyet eğrileri; Mavi: PVDF-TrFe – PDMS algılayıcısı, Siyah: İnce film algılayıcısı



**Şekil 5.5** a)Deney düzeneğinde kullanılan yük hücresinin frekans cevabı b) Fiber dizinlerinin frekans cevabı

## 6. SONUÇ

Bu çalışmanın amacı piezoelektrik dokunsal algılayıcının üretimi ve üretilen algılayıcı için deney düzenekleri kurularak algılayıcının statik ve dinamik karakteristiklerinin ortaya çıkarılmasıdır. Bu tezin çalışma konusu içerisinde üretilen piezoelektrik dokunsal algılayıcı ile günümüzdeki diğer dokunsal algılayıcıların karşılaştığı çözünürlük, esneklik ve dokunma hissinin geniş bir alanda elde edilememesi gibi sorunlara çözüm getirilmiştir.

Çalışmada ilk olarak algılayıcının temeli olan ve algılayıcının esnek olmasını sağlayan piezoelektrik malzeme PVDF-TrFe karakteristik açıdan incelenmiştir. Yapılan analizlerle birlikte algılayıcı üretiminde nasıl bir yöntem izlenmesi gerektiğine karar verilmiştir. İnce filmin üretiminde PVDF'in kopolimeri olan PVDF-TrFe ve çözücü olarak MEK, DEK, DMF, DMSO ve aseton kullanılmıştır. Elde edilen çözelti kullanılarak dönel kaplama cihazı ile ince filmler elde edilmiştir. İnce filmler elde edildikten sonra filmler üzerinde DSC, TGA, XRD, AFM, SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. DSC analizi sonucunda farklı çözücülerden elde edilen filmlerin Curie sıcaklığı, erime sıcaklığı, faz değişim entalpisi, erime entalpisi ve filmin kristallik derecesi elde edilmiştir. TGA analizi sonucunda DEK, MEK, DMF çözücülerinin buharlaşma oranı tespit edilmiştir. Buharlaşma oranlarının belirlenmesiyle, üretilen ince filmin nasıl tavlama işlemi gerektiği belirlendi. SEM görüntülerinde yavaş ve hızlı olarak tavlama işlemi yapılan filmler üzerinde TGA analizinin sonuçları gözlemlenmiştir. XRD analizinde ise üç farklı analiz gerçekleştirilmiştir. İlk analiz, farklı çözücülerden elde edilen ince filmler tavlama işlemi gerçekleştirilmeden yapıldı ve ince filmlerin  $\beta$  fazı göstermediği gözlemlendi. Yapılan ikinci analizde ince filmler farklı sıcaklıklarda tavlandıktan sonra yapıldı. Analiz sonucunda ince filmlerin hangi sıcaklıkta tavlama işlemiyle  $\beta$  fazı elde edileceği tespit edildi ve tavlama sıcaklığı olarak 135 °C belirlendi. Elde edilen bu değer DSC analizi sonucunda elde edilen verilerle uyumaktadır. XRD için yapılan son analizde farklı çözücülerden elde edilen ince filmler optimum sıcaklıkta tavlandıktan sonra gerçekleştirildi. Bütün ince filmlerin  $\beta$  fazını gösterdiği gözlemlendi. Son olarak AFM ve SEM analizleri, farklı çözücülerden elde edilen ince filmlerin tavlama işleminden önce ve sonraki görüntüleri incelendi. Tavlama sıcaklığının ve yönteminin ince filmler üzerindeki etkisi incelendi.

Analizler tamamlandıktan sonra MEMS teknikleri kullanılarak algılayıcı üretimi gerçekleştirilmiştir. İlk olarak mikro-işleme yöntemi ile ince filmin ön yüzeyine desenli Al elektrot kaplandı. Desenli elektrotlar ile birlikte bağımsız hale gelen elektrotlar sadece uygulanan bölgeden veri alımını sağlamıştır. Daha sonra ise algılayıcının performansını artıracak olan mikro-fiber dizini foto-litografi yöntemi kullanılarak üretildi ve son aşamada mikro-fiber dizini algılayıcıya entegre edildi. Fiber dizini, algılayıcı üzerine uygulanan kuvvet bölgesinin küçülmesi sonucunda daha fazla basınç uygulanmasını sağladığından çıkış geriliminin daha fazla olmasını sağlamıştır.

Üretim tamamlandıktan sonra dokunsal algılayıcı için test düzenekleri tasarlanmış ve kurulmuştur. Algılayıcı üzerinde performans analizleri gerçekleştirilmiştir. Analizler fiber dizini entegre edilmiş algılayıcının düz film algılayıcısıyla karşılaştırılarak yapılmıştır. Elde edilen verilerde fiberli algılayıcının düz film algılayıcısına göre verilen harmonik sinyali girişine göre hassasiyet açısından üstün olduğu gözlemlenmiştir. Düz film algılayıcısının hassasiyeti 0.94 V/N ve PDMS - PVDF-TrFe fiber dizini algılayıcısının hassasiyeti 1.66 V/N olarak bulundu. Dokunsal algılayıcının frekans cevabı ile ilgili yapılan deneylerde ise, algılayıcının 42 Hz değerlerine kadar frekans cevabının yaklaşık olarak sabit kaldığı gözlemlendi. Böylece üretilen piezoelektrik dokunsal algılayıcının dinamik ölçümler için de uygun olduğu görülmüştür.

## KAYNAKLAR

- [1] M. . Lee and H. . Nicholls, "Review Article Tactile sensing for mechatronics—a state of the art survey," *Mechatronics*, vol. 9, no. 1, pp. 1–31, **1999**.
- [2] R. S. Dahiya, G. Metta, M. Valle, and G. Sandini, "Tactile Sensing — From Humans to Humanoids," *Robotics, IEEE Transactions on*, vol. 26, no. 1, pp. 1–20, **2010**.
- [3] M. H. Lee, "Tactile Sensing: New Directions, New Challenges," *The International Journal of Robotics Research*, vol. 19, pp. 636–643, **2000**.
- [4] J. W. Gardner, V. K. Varadan, and O. O. Awadelkarim, *Microsensors, MEMS, and Smart Devices*. Wiley, **2001**.
- [5] M. I. Tiwana, S. J. Redmond, and N. H. Lovell, "A review of tactile sensing technologies with applications in biomedical engineering," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 179, pp. 17–31, **2012**.
- [6] M. Cutkosky, R. Howe, and W. Provancher, "Handbook of Robotics, Chapter 19: Force and Tactile Sensors Chs.," *Handbook of Robotics*, p. 1611, **2007**.
- [7] V. Maheshwari and R. Saraf, "Tactile devices to sense touch on a par with a human finger," *Angewandte Chemie - International Edition*, vol. 47. pp. 7808–7826, **2008**.
- [8] H. Yousef, M. Boukallel, and K. Althoefer, "Tactile sensing for dexterous in-hand manipulation in robotics—A review," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 167, no. 2, pp. 171–187, **2011**.
- [9] H. Lee, J. Chung, S. Chang, and E. Yoon, "Normal and Shear Force Measurement Using a Flexible Polymer Tactile Sensor With Embedded Multiple Capacitors," *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 17, no. 4, pp. 934–942, **2008**.
- [10] C.-T. Ko, S.-H. Tseng, and M. S.-C. Lu, "A CMOS Micromachined Capacitive Tactile Sensor With High-Frequency Output," *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 15, no. 6, pp. 1708–1714, **2006**.
- [11] Y. Wang, K. Xi, G. Liang, M. Mei, and Z. Chen, "A Flexible Capacitive Tactile Sensor Array for Prosthetic Hand Real-Time Contact Force Measurement," *Information and Automation (ICIA), 2014 IEEE International Conference on*, vol. 8, no. July, pp. 937–942, **2014**.
- [12] B. J. Kane, M. R. Cutkosky, and G. T. a Kovacs, "Traction stress sensor array for use in high-resolution robotic tactile imaging," *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 9, no. 4, pp. 425–434, **2000**.
- [13] T. Shimizu, M. Shikida, K. Sato, and K. Itoigawa, "A new type of tactile sensor detecting contact force and hardness of an object," *Technical Digest. MEMS 2002 IEEE International Conference. Fifteenth IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (Cat. No.02CH37266)*, pp. 67–71, **2002**.
- [14] K. Noda, K. Hoshino, K. Matsumoto, and I. Shimoyama, "A shear stress sensor for tactile sensing with the piezoresistive cantilever standing in elastic material," *Sensors and Actuators, A: Physical*, vol. 127, pp. 295–301, **2006**.

- [15] M. Qasaimeh and S. Sokhanvar, "PVDF-based microfabricated tactile sensor for minimally invasive surgery," *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 18, no. 1, pp. 195–207, **2009**.
- [16] K. Takashima, S. Horie, T. Mukai, K. Ishida, and K. Matsushige, "Piezoelectric properties of vinylidene fluoride oligomer for use in medical tactile sensor applications," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 144, no. 1, pp. 90–96, **2008**.
- [17] W.-Y. Chang, C.-H. Chu, and Y.-C. Lin, "A Flexible Piezoelectric Sensor for Microfluidic Applications Using Polyvinylidene Fluoride," *IEEE Sensors Journal*, vol. 8, no. 5, pp. 495–500, **2008**.
- [18] C. Chuang, "Flexible piezoelectric tactile sensors with structural electrodes array," *Recent Advances in Sensing Technology*, **2009**.
- [19] M. E. H. Eltaib and J. R. Hewit, "Tactile sensing technology for minimal access surgery—a review," *Mechatronics*, vol. 13, no. 10, pp. 1163–1177, **2003**.
- [20] J. Dargahi, "Piezoelectric tactile sensor with three sensing elements for robotic, endoscopic and prosthetic applications," *Sensors and Actuators, A: Physical*, vol. 80, pp. 23–30, **2000**.
- [21] H. Ohigashi, K. Omote, and T. Gomyo, "Formation of "single crystalline films" of ferroelectric copolymers of vinylidene fluoride and trifluoroethylene," *Applied Physics Letters*, vol. 66, no. 1995, p. 3281, **1995**.
- [22] W. Y. Kim and H. C. Lee, "Development of manipulation technology of ferroelectric polymer film: Photo-lithographic patterning and multilayer formation," *Microelectronic Engineering*, vol. 88, no. 7, pp. 1576–1581, **2011**.
- [23] T. Sharma, S.-S. Je, B. Gill, and J. X. J. Zhang, "Patterning piezoelectric thin film PVDF–TrFE based pressure sensor for catheter application," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 177, pp. 87–92, **2012**.
- [24] H. Han, Y. Nakagawa, Y. Takai, K. Kikuchi, S. Tsuchitani, and Y. Kosimoto, "Microstructure fabrication on a  $\beta$ -phase PVDF film by wet and dry etching technology," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 22, no. 8, p. 085030, **2012**.
- [25] R. Dahiya, M. Valle, and R. Oboe, "Development and characterization of touch sensing devices for robotic applications," *Industrial Electronics*, pp. 4245–4250, **2009**.
- [26] M. Röscher, J. Scheeren, B. Funke, and U. Böttger, "Integration of P(VDF–TrFE) films into strain-based microsystem designs," *Smart Materials and Structures*, vol. 20, no. 8, p. 087001, **2011**.
- [27] C. Menon, M. Murphy, and M. Sitti, "Gecko Inspired Surface Climbing Robots," *2004 IEEE International Conference on Robotics and Biomimetics*, pp. 431–436, **2004**.
- [28] K. Autumn, M. Sitti, Y. a Liang, A. M. Peattie, W. R. Hansen, S. Sponberg, T. W. Kenny, R. Fearing, J. N. Israelachvili, and R. J. Full, "Evidence for van der Waals adhesion in gecko setae," *Proceedings of the National Academy*



- of Sciences of the United States of America*, vol. 99, pp. 12252–12256, **2002**.
- [29] M. Sitti and R. S. Fearing, “Nanomolding based fabrication of synthetic gecko foot-hairs,” *Proceedings of the 2nd IEEE Conference on Nanotechnology*, pp. 137–140, **2002**.
- [30] D. R. Paretkar, M. D. Bartlett, R. McMeeking, A. J. Crosby, and E. Arzt, “Buckling of an Adhesive Polymeric Micropillar,” *Journal of Adhesion*, vol. 89, no. May, pp. 140–158, **2013**.
- [31] Z. Wang, Y. Xu, and P. Gu, “Adhesive behaviour of gecko-inspired nanofibrillar arrays: combination of experiments and finite element modelling,” *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 45, p. 142001, **2012**.
- [32] E. Cheung, M. E. Karagozler, S. Park, B. K. B. Kim, and M. Sitti, “A new endoscopic microcapsule robot using beetle inspired microfibrillar adhesives,” *Proceedings, 2005 IEEE/ASME International Conference on Advanced Intelligent Mechatronics.*, pp. 24–28, **2005**.
- [33] “Piezoelektrik.” <http://tr.wikipedia.org/wiki/Piezoelektrik>. ( Mart, **2015**).
- [34] A. J. Moheimani, S.O. Reza, Fleming, *Piezoelectric Transducers for Vibration Control and Damping*. Springer-Verlag London, **2006**.
- [35] J. Tichý, J., Erhart, J., Kittinger, E., Prívratská, *Fundamentals of Piezoelectric Sensorics*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, **2010**.
- [36] H. Kawai, “The Piezoelectricity of Poly (vinylidene Fluoride),” *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 8. pp. 975–976, **1969**.
- [37] J. F. Tressler, S. Alkoy, and R. E. Newnham, “Piezoelectric Sensors and Sensor Materials,” *Journal of Electroceramics*, vol. 2, no. 4, pp. 257–272, **1998**.
- [38] E. A. Ivanova and Y. E. Kolpakov, *Generalized Continua as Models for Materials*, vol. 22. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, **2013**.
- [39] R. S. Dahiya and M. Valle, *Robotic Tactile Sensing*. Dordrecht: Springer Netherlands, **2013**.
- [40] K. Nakamura, *Ultrasonic Transducers: Materials and Design for Sensors, Actuators and Medical Applications*. Woodhead Publishing, **2012**.
- [41] D. Damjanovic, “Hysteresis in piezoelectric and ferroelectric materials,” in *The Science of Hysteresis*, vol. 3, pp. 337–465, **2006**.
- [42] M. Specialties, “Piezo Film Sensors Technical Manual,” *Measurement*, no. March, **2008**.
- [43] R. E. Hummel, *Electronic Properties of Materials*. New York, NY: Springer New York, **2011**.
- [44] I. of E. and E. E. Ultrasonics and and F. C. S. Ferroelectrics, “IEEE Standard on Piezoelectricity,” **1988**.
- [45] J. Sirohi and I. Chopra, “Fundamental Understanding of Piezoelectric Strain Sensors,” *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, vol. 11, no. 4, pp. 246–257, **2000**.

- [46] H. J. Bernard Jaffe and William R. Cook, *Piezoelectric Ceramics*. Academic Press Inc., **1971**.
- [47] R. Hasegawa, Y. Takahashi, Y. Chatani, and H. Tadokoro, "Crystal Structures of Three Crystalline Forms of Poly(vinylidene fluoride)," *Polymer Journal*. **1971**.
- [48] P. Martins, a. C. Lopes, and S. Lanceros-Mendez, "Electroactive phases of poly(vinylidene fluoride): Determination, processing and applications," *Progress in Polymer Science*, vol. 39, no. 4, pp. 683–706, Apr. **2014**.
- [49] M. Ramos, H. Correia, and S. Lancerosmendez, "Atomistic modelling of processes involved in poling of PVDF," *Computational Materials Science*, vol. 33, no. 1–3, pp. 230–236, **2005**.
- [50] D. Mao, B. Gnade, and M. Quevedo-Lopez, "Ferroelectric properties and polarization switching kinetic of poly (vinylidene fluoride-trifluoroethylene) copolymer," in *Ferroelectrics - Physical Effects*, **2011**.
- [51] P. Gill, T. T. Moghadam, and B. Ranjbar, "Differential scanning calorimetry techniques: applications in biology and nanoscience.," *Journal of biomolecular techniques : JBT*, vol. 21, pp. 167–193, **2010**.
- [52] M. M. Lopez and G. I. Makhatadze, "Differential scanning calorimetry.," *Methods in molecular biology (Clifton, N.J.)*, vol. 173, pp. 113–119, **2002**.
- [53] "Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)." [http://polimernedir.com/?page\\_id=1459](http://polimernedir.com/?page_id=1459). ( Şubat, **2015**).
- [54] C. S. L. and L. P. A Navid, "Purified and porous poly(vinylidene fluoride-trifluoroethylene) thin films for pyroelectric infrared sensing and energy harvesting," *Smart Materials and Structures*, vol. 19, **2010**.
- [55] B. Cullity and S. Stock, *Elements of X-ray Diffraction*. Prentice Hall, **2001**.
- [56] "X ışını kristalografisi." [http://tr.wikipedia.org/wiki/X\\_ışını\\_kristalografisi](http://tr.wikipedia.org/wiki/X_ışını_kristalografisi) ( Mart, **2015**).
- [57] P. Eaton and P. West, *Atomic Force Microscopy*. Oxford University Press, **2010**.
- [58] M. Raposo, Q. Ferreira, and P. a Ribeiro, *Modern Research and Educational Topics in Microscopy*. Formatex, **2007**.
- [59] M. L. Thompson, "On the material properties and constitutive equations of piezoelectric poly vinylidene fluoride (PVDF)," Doktora Tezi, Drexel University, Philadelphia, **2002**.
- [60] J. H. Koschwanetz, R. H. Carlson, and D. R. Meldrum, "Thin PDMS films using long spin times or tert-butyl alcohol as a solvent.," *PloS one*, vol. 4, no. 2, p. e4572, **2009**.
- [61] "Lead Titanate (PZT)." [http://en.wikipedia.org/wiki/Lead\\_titanate#/media/File:Perovskite.svg](http://en.wikipedia.org/wiki/Lead_titanate#/media/File:Perovskite.svg) ( Mart, **2015**).

## ÖZGEÇMİŞ

### Kimlik Bilgileri

Adı Soyadı: Zeynep KORKMAZ  
Doğum Yeri: Ankara, Türkiye  
Medeni Hali: Bekâr  
E-Posta: zeynepkorkmaz61@gmail.com  
Adresi: Hacettepe Üniversitesi Makine Müh. Beytepe Ankara

### Eğitim:

Lise: Kayabayazıtöğlü Lisesi, (2002-2006)  
Lisans: Çankaya Üniversitesi, Elektronik ve Haberleşme Mühendisliği  
(2007-2012)  
Çankaya Üniversitesi, Bilgisayar Mühendisliği (Çift Ana Dal Programı) (2009-2012)  
Yüksek Lisans: Hacettepe Üniversitesi, Nanoteknoloji ve Nanotıp, (2013-2015)

Yabancı Dil: İngilizce

İş Deneyimi: -

Deneyim Alanları: Temiz Oda, Foto-litografi, Mikro-İşleme, AFM, SEM, DSC

Tezden Üretilmiş Projeler ve Bütçesi: -

Tezden Üretilmiş Yayınlar:-

Tezden Üretilmiş Tebliğ ve/veya Poster Sunumu ile Katıldığı Toplantılar:

Nanotr-9, Sözlü Sunum, 2013

Towards the Fabrication of Tactile Sensor Using a Piezoelectric Polymer; Çağrı Kaçmaz, Zeynep Korkmaz, Bilsay Sümer; Nanotr9, Türkiye, 2013