



QCM TABANLI SENSÖR DİZİSİYLE SIVI ALGILAMA SİSTEMİ
TASARIMININ GÖMÜLÜ SİSTEMLERLE GERÇEKLEŞTİRİLMESİ

Fırat AYDEMİR

Doktora Tezi

Elektrik-Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalı

Ekim – 2017

QCM TABANLI SENSÖR DİZİSİYLE SIVI ALGILAMA SİSTEMİ
TASARIMININ GÖMÜLÜ SİSTEMLERLE GERÇEKLEŞTİRİLMESİ

Fırat AYDEMİR

Dumlupınar Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Öğretim ve Sınav Yönetmeliği Uyarınca
Fen Bilimleri Enstitüsü Elektrik Elektronik Mühendisliği Anabilim Dalında

DOKTORA TEZİ

Olarak Hazırlanmıştır.

Danışman: Prof. Dr. Mehmet Ali EBEOĞLU

Ekim – 2017

KABUL VE ONAY YAZISI

Fırat AYDEMİR'in DOKTORA tezi olarak hazırladığı QCM TABANLI SENSÖR DİZİSİYLE SIVI ALGILAMA SİSTEMİ TASARIMININ GÖMÜLÜ SİSTEMLERLE GERÇEKLEŞTİRİLMESİ başlıklı bu çalışma, jürimizce Dumlupınar Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

06/10/2017

Üye : Prof. Dr. Mehmet Ali EBEOĞLU (Danışman)

Üye : Prof. Dr. Zafer Ziya ÖZTÜRK

Üye : Prof. Dr. Ahmet ALTUNCU

Üye : Doç. Dr. Ahmet ÖZMEN

Üye : Doç. Dr. Hamdi Melih SARAOĞLU

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun/...../..... gün ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Hasan GÖÇMEZ
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

Bu tezin hazırlanmasında Akademik kurallara riayet ettiğimizi, özgün bir çalışma olduğunu ve yapılan tez çalışmasının bilimsel etik ilke ve kurallara uygun olduğunu, çalışma kapsamında teze ait olmayan veriler için kaynak gösterildiğini ve kaynaklar dizininde belirtildiğini, Yüksek Öğretim Kurulu tarafından kullanılmak üzere önerilen ve Dumlupınar Üniversitesi tarafından kullanılan İntihal Programı ile tarandığını ve benzerlik oranının % 12 çıktığını beyan ederiz. Aykırı bir durum ortaya çıktığı takdirde tüm hukuki sonuçlara razı olduğumuzu taahhüt ederiz.

Prof. Dr. Mehmet Ali EBEOĞLU

İmza

Fırat AYDEMİR

İmza

QCM TABANLI SENSÖR DİZİSİYLE SIVI ALGILAMA SİSTEMİ TASARIMININ GÖMÜLÜ SİSTEMLERLE GERÇEKLEŞTİRİLMESİ

Fırat AYDEMİR

Elektrik-Elektronik Mühendisliği, Doktora Tezi, 2017

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mehmet Ali EBEOĞLU

ÖZET

Günümüzde temiz su kaynakları hızlı bir şekilde azalmaktadır. Ne yazık ki bu kirliliğin çoğu insanlardan kaynaklanmaktadır ve bunun büyük bir oranı da gelişen endüstri nedeni ile oluşmaktadır. Kanalizasyonlara akıtılan ve fabrikalardan boşaltılan, kimyasallar içeren atık sular büyük bir su kirliliği kaynağıdır. Dünya her yıl milyarlarca ton endüstriyel atık üretir ve bunların çoğu nehirlerle, okyanuslara ve diğer su kaynaklarına dökülür. Bu gerçekler, su kaynaklarındaki kirliliğin izlenmesinin ve kontrol edilmesinin gün geçtikçe daha da önem arz ettiğini göstermektedir. Bu nedenle bu tez çalışmasında sıvı ortamda çalışarak, istenen kimyasalların tespit edilmesini hedefleyen bir sensör sistemi tasarımı gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmada, kuvars kristal mikrobals (Quartz Crystal Microbalance - QCM) sensör dizisine dayanan bir elektronik dil tasarlanmış ve sensör verilerinin analizi için yapay sinir ağı kullanılmıştır. Bu bağlamda, kimyasal sensör olarak, üç farklı ftalosiyanın ile kaplı QCM kristalleri sıvı ortamdaki toksik kimyasalları ayırt etmek için kullanılmıştır. Sensörlerin hazırlanması için püskürtme (air-brush) tekniğine dayalı, otomatik bir kaplama cihazı geliştirilmiştir. Kaplama cihazında kullanılan osilatör devresinin ve ölçüm sisteminde yer alan sensör dizisindeki diğer osilatör devrelerinin gürültü seviyelerini ve karşılıklı etkileşimlerini en aza indirmek için bu devreler optimize edilmiştir. Verilerin toplanmasından ve saklanmasından, bilgisayarla iletişimden sorumlu olan ölçüm sistemi, alanda programlanabilir kapı dizileri (Field Programmable Gate Array - FPGA) tabanlı kontrol ünitesinden oluşmaktadır. Ölçüm sistemi, sensör dizisinden eğitim verilerini toplar ve ardından MATLAB programında yazılmış olan bir uygulama ile numune sıvısındaki zehirli kimyasalların oranları tespit eder. Ölçüm sistemi üç farklı toksik kimyasal için test edilmiştir ve bunları tahminindeki ortalama başarı oranı % 4.08 olarak bulunmuştur. İstenen kimyasal malzemeler de, önerilen elektronik dil sistemi ile gerekli sensör dizisinin hazırlanması durumunda tespit edilebilir.

Anahtar Kelimeler: Elektronik dil, sıvı sensörü, QCM, sensör dizisi, FPGA.

DESIGN A LIQUID SENSOR SYSTEM BASED ON QCM SENSOR

ARRAY BY USING EMBEDDED SYSTEMS

Fırat AYDEMİR

Electrical-Electronics Engineering, PhD Thesis, 2017

Thesis Supervisor: Prof. Dr. Mehmet Ali EBEOĞLU

SUMMARY

Nowadays clean water resources are rapidly being reduced around the world. Unfortunately, most pollution is caused by human activities, and a major part of them consists of developing industries. Waste water which contains chemicals washed down drains and discharged from factories is a huge source of water pollution. The world generates billions of tons industrial waste, much of which is pumped untreated into rivers, oceans, and other waterways each year. These facts show that monitoring and controlling pollution in water sources become important day by day. For this reason, in this thesis, a sensor system design which aims to detect the desired chemicals by employing in liquid media has been realized.

In this study, an electronic tongue based on quartz crystal microbalance (QCM) sensor array was designed and the methods for sensor data analysis were described. In this regard, as chemical sensors, QCM crystals coated with three different phthalocyanines were employed to discriminate toxic chemicals in liquid media. For sensors preparation, an automatic coating instrument was developed based on the airbrush technique. The oscillator circuits used in the coating instrument and measurement setup were optimized to minimize the noise and mutual interference of the other oscillator circuits in the sensor array. The designed measurement system, which was responsible for collecting and storing data, communicating with a computer, consisted of a field programmable gate array (FPGA) based control unit. The measurement system collected training data from the sensor array, and then a computer application using MATLAB used an ANN to find the composition of toxic chemicals in the sample water. The measurement system was tested for three different toxic chemicals, and the average success rate in predicting them was 4.08%. The desired chemicals can be detectable by preparing the necessary sensor array with the proposed electronic tongue.

Keywords: Electronic tongue, liquid sensor, QCM, sensor array, FPGA.

TEŞEKKÜR

Tezimle ilgili yapmış olduğum çalışmaların her aşamasında bana yardımcı olan, çalışmalarına yön vererek değerli görüş ve katkılarını benden esirgemeyen başta danışman hocam Sayın Prof. Dr. Mehmet Ali EBEOĞLU'na, Sayın Prof. Dr. Ahmet ALTUNCU'ya, Sayın Doç. Dr. Ahmet ÖZMEN'e, Sayın Prof. Dr. Zafer Ziya ÖZTÜRK'e, Yrd. Doç Dr. Mustafa NAMDAR'a ve mesai arkadaşlarıma,

Sensörlerin kaplanması kullandığım kimyasal malzemeleri temin eden değerli hocam Sayın Doç. Dr. İlke Gürol'a,

Ayrıca, başta tüm eğitim-öğretim hayatım olmak üzere, bugüne kadar yapmış olduğum tüm çalışmalarda maddi ve manevi her türlü desteklerini benden esirgemeyen ve göstermiş oldukları anlayış, destek ve sabır nedeniyle hayatımdaki en değerli varlıklarım olan aileme, eşim Şeyda AYDEMİR'e ve biricik kızım Zeynep Nil AYDEMİR'e

Şükran ve minnetlerimi sunar, içtenlikle teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	v
SUMMARY	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xiii
1. GİRİŞ	1
2. TEMEL BİLGİLER	3
2.1. Sensörlerin Temel Yapıları	3
2.2. Piezoelektrik Malzemeler ve Quartz Kristal Mikrobalsans Sensörler	5
2.3. Osilatör Devreleri.....	14
2.4. Ftalosiyaninler ve Zararlı Kimyasallar.....	15
2.5. Yapay Zeka ve Yapay Sinir Ağları	16
3. ELEKTRONİK DİL	22
3.1. Osilatör Devresi	23
3.2. Sıvı Hücresi.....	26
3.3. Sensör Dizisi ve Sensör Kaplama Düzenegİ	28
3.4. Gömülü Sistem.....	33
3.5. Arayüz Programı	40
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	42
4.1. Ön Ölçüm Çalışmaları	42
4.2. Testler ve Veri İşleme	52
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	67
KAYNAKLAR DİZİNİ	69
EKLER	
1. Makale	
2. Bildiri-1	
3. Bildiri-2	
ÖZGEÇMİŞ	

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. AT kesim kuvars kristal	6
2.2. Kuvars kristalin elektriksel eşdeğer devresi	7
2.3. Kuvars kristalin genlik ve faz eğrileri	10
2.4. QCM Sensör Yapısı	11
2.5. Sıvıya daldırılmış ince film kaplamalı QCM'in eşdeğer devresi	13
2.6. Frekans değişimi	13
2.7. Osilatör şematik gösterimi	14
2.8. Yapay sinir hücresinin genel yapısı	17
2.9. Yapay sinir ağı bağlantı modeli	18
3.1. Elektronik Dil Blok Şeması	22
3.2. Osilatör Devresinin Blok Şeması	23
3.3. Tekli Osilatör Devresi Sürüm-1	24
3.4. Tekli Osilatör Devresi Sürüm-2	25
3.5. Osilatör Devresinin Temel Görünümü	26
3.6. Tekli Osilatör Devresi Sürüm-3	26
3.7. Sıvı hücresi.....	27
3.8. Sıvı hücresinin yerleşimi ve deney düzeneği	27
3.9. Kaplama düzeneğinin ilk sürümü.....	29
3.10. Kaplama programı ekran alıntısı.....	29
3.11. Kaplama düzeneği kontrol ünitesi.....	30
3.12. Kaplama düzeneği blok şeması.....	31
3.13. İkinci kaplama düzeneği	31

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
3.14. Kaplanmış QCM'ler.....	32
3.15. Kaplanmış QCM yüzeylerinin mikroskop altındaki görüntüleri.....	33
3.16. Gömülü Sistem kartı sürüm 1	34
3.17. Gömülü Sistem kartı sürüm 2	35
3.18. Gömülü Sistem kartı sürüm 3	36
3.19. Programın blok şeması.....	37
3.20. FPGA blok şeması	38
3.21. Gömülü Sistem kartı sürüm 4	38
3.22. Matlab ortamında gerçekleştirilen arayüz programı	40
3.23. Visual Studio ortamında gerçekleştirilen arayüz programı.....	41
4.1. Kaplamasız QCM kristalinin hava ortamında 1 saatlik tepkisi.....	42
4.2. Kaplamasız QCM kristalinin saf su ortamında 2 saatlik tepkisi	43
4.3. Hazırlanan kaplama kimyasalları.....	44
4.4. Analit olarak denenen kimyasallardan bazıları	45
4.5. Sensör 1'in diklormetan ile ölçümü.....	45
4.6. Sensör 1'in farklı zamanlardaki ölçümü	46
4.7. Karışım hazırlamada kullanılan manyetik karıştırıcı	47
4.8. Ölçümlerde kullanılan analitler.....	49
4.9. İklimlendirme kabini.....	49
4.10. Ölçüm düzeneği blok şeması	50
4.11. Tasarlanan ölçüm düzeneği.....	51
4.12. Ölçümler sonunda filtrenin içi	51

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
4.13. Sensör-1'in toluen tepkileri.....	53
4.14. Sensör-2'nin toluen tepkileri.....	54
4.15. Sensör-3'ün toluen tepkileri.....	54
4.16. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin toluen tepkileri.....	55
4.17. Sensör-1'in kloroform tepkileri.....	55
4.18. Sensör-2'nin kloroform tepkileri.....	56
4.19. Sensör-3'ün kloroform tepkileri.....	56
4.20. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin kloroform tepkileri.....	57
4.21. Sensör-1'in karbontetraklorür tepkileri.....	57
4.22. Sensör-2'nin karbontetraklorür tepkileri.....	58
4.23. Sensör-3'ün karbontetraklorür tepkileri.....	58
4.24. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin karbon tetraklorür tepkileri.....	59
4.25. Farklı kimyasallar için Sensör 1 lineer regresyon eğrileri	60
4.26. Farklı kimyasallar için Sensör 2 lineer regresyon eğrileri	61
4.27. Farklı kimyasallar için Sensör 3 lineer regresyon eğrileri	61
4.28. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin Toluen+Karbon Tetraklorür tepkileri	62
4.29. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin Kloroform+Karbon Tetraklorür tepkileri	62
4.30. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin Toluen+Kloroform tepkileri	63
4.31. Sensör-2'nin Toluen+Kloroform tepkisi.....	64
4.32. Veri işleme adımları.....	64
4.33. Frekans kaymalarının saf suya göre elimine edilmesi	65

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
3.1.STM32F407 ve FPGA‘li tasarımlarının ölçüm performansı karşılaştırması	39
4.1. Sensörlerin test analitlerinden bazılarına olan tepkileri	46
4.2. Tek kimyasal içeren analitlerdeki kimyasal miktarları	47
4.3. İkili farklı kimyasal içeren analitlerdeki kimyasal miktarları	48
4.4. Test sonuçları	66

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simge

Açıklama

f	Frekans
ω	Açısal frekans
Δf	Frekans kayması
Δm	Kütle değişimi
A	Kristal yüzey alanı
f_s	Seri rezonans frekansı
f_p	Paralel rezonans frekansı
μ_q	Kristalin makaslama modülü
ρ_q	Kuvartz kristalin yoğunluğu
η_L	Sıvı vizkositesi
ρ_L	Sıvı yoğunluğu

Kısaltma

Açıklama

QCM	Kuvartz Kristal Mikroterazi
FPGA	Field Programmable Gate Array – Alanda programlanabilir kapı dizisi
AGC	Automatic Gain Control – Otomatik kazanç kontrolü
ppm	Milyonda bir
EN	Enable – Aktif etme
PCB	Printed Circuit Board – Baskı devre kartı
SMA	SubMiniature version A – Bir konnektör çeşidi
ARM	Acorn RISC Machine
YSA	Yapay Sinir Ağları
Hz	Hertz
KHz	Kilo Hertz
MHz	Mega Hertz
liq	Liquid-Sıvı
CTRL	Control-Kontrol
LCD	Liquid Crystal Display
USB	Universal Serial Bus
THF	Tetrahydrofuran
ml	Mililitre

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ (devam)**Kısaltma****Açıklama**

ul

Mikrolitre

°C

(Celsius) santigrat derece



1. GİRİŞ

Dünyamızdaki içme ve kullanma sularının miktarları sınırlıdır. Gün geçtikçe su kaynaklarının azalması, insan nüfusunun artması ve suların kirlenmesi yaşamı giderek zorlaştırmaktadır. Su kirliliğini oluşturan etmenlerin başında lağım suları, sanayi atık suları gelmektedir. Aynı zamanda petrol atıkları, nükleer atıklar, katı sanayi ve ev atıkları da önemli kirleticilerdir. Bunlar, deniz kenarındaki bitki ve alg gibi kaynakları yok etmektedir. Kirlenme sonucu denizlerde hayvan soyu tükenmeye başlamıştır. Nehir ve göllerimizde kirlilik nedeniyle canlılar tükenmek üzeredir. İşte bu yüzden, su kaynaklarının korunması, insanlar ve canlılar için büyük önem arz etmektedir. Yeni yeni kurulmaya başlanan arıtma tesisleri, lağım ve sanayi atık sularını hem kimyasal hem de biyolojik olarak temizlemektedir. Böylece hem sulama suyu gibi yeniden kullanılabilir su kazanılmakta hem de denizlerin kirlenmesi önlenmektedir. Buna rağmen hala birçok sanayi şehrinde atık sular kontrolsüz bir şekilde doğal su kaynaklarına karışmaktadır.

Son zamanlarda temiz su kaynaklarının hızla azalması nedeni ile hükümetler bir takım yasal düzenlemelerle bu durumun önüne geçmeyi hedeflemektedirler. Yapılması gereken kontrollerin sıklaştırılması ve caydırıcılığın artırılması gerekmektedir. Hali hazırda ülkemizde bu tip kontrollerin çoğu su kaynaklarından alınan numunelerin laboratuvar ortamında analizi neticesinde gerçekleştirilmektedir. Bu süreç hem zaman almakta hem de maliyet açısından ekonomik olmamaktadır. Bu nedenle teknolojik olarak daha verimli bir ölçüm sistemi arayışı sürekli devam etmektedir.

Sıvı ortamda çalışıp, bulunduğu sıvıdaki kimyasal malzemeleri tespit eden ve bu yaparken bir takım veri işleme metotlarını kullanan cihazların tasarımına hız verilmiştir. Bu tarz cihazlar elektronik dil olarak adlandırılmaktadırlar. Şuana kadar birçok çalışmada elektronik dil konsepti kullanılmıştır. Örneğin, su ve şarap analizinde (Legin vd., 1999), yiyecek ve içecek analizinde (Vlasov vd., 2000 – Deisingh vd., 2004), çevre gözlemlemesi (Krantz-Rülcker vd., 2001) ve patlayıcı tespiti (Garcia-Breijo vd., 2013).

Bu tip elektronik dil ölçüm sistemlerinde çeşitli sensörler kullanılmaktadır. Gerilim değişimini baz alan, optik veya enzim tabanlı sensörler bunlardan bazılarıdır (Ciosek vd., 2007). Bunlar arasında kullanımı gün geçtikçe artmakta olan, piezoelektrik tabanlı sensörler gelecek vadetmektedirler. Bu sensörlerden Kuvars Kristal Mikrobalans (Quartz Crystal Microbalance - QCM) sensörler sıvı ve gaz ortamda kullanımları gün geçtikçe artmaktadır (Saraoğlu vd., 2013; Ferrari vd., 2006; Harbeck vd., 2010; Harbeck vd., 2011; Erbahar vd., 2012; Sharma vd., 2015;

Ayad vd., 2009; Özmen vd., 2009; Rabe vd., 2003; Nimsuk vd., 2007; Speller vd., 2017; Speller vd., 2017; Xu vd., 2009).

Fakat bu çalışmaların çoğu gaz ortamda uçucu maddeleri tespit etmek veya ayırt etmek için gerçekleştirilmiştir. Sıvı ortamdaki madde ve bileşiklerin doğrudan tespiti amaçlayan az sayıda çalışma bulunmaktadır. Gaz ortam için yapılan çalışmaların belirli bir kısmında QCM sensörü çalıştırmak için osilatör devreleri kullanılmış olsa da bu devrelerin sıvı ortamda çalışmaları mümkün değildir. Gaz ortamdakinin aksine, sıvı ortamda QCM sensörün sıvı ile temasından kaynaklanan büyük bir enerji sönümlenmesi meydana gelmektedir. Standart osilatör devreleri bu enerji sönümlenmesini amorti edebilecek bir yapıda olmadıklarından kristalin salınımı duracaktır. Sıvı ortamda çalışacak QCM'ler için özel bir osilatör devre tasarımı gerekmektedir. Aynı zamanda osilatör devrelerinin çıkışındaki sinyalin frekansının ölçülebilmesi için ya ticari olarak satılan frekans sayıcı cihazları kullanılmıştır ya da mikrodenetleyici tabanlı bir ölçüm devreleri kurulmuştur. Mikrodenetleyiciler aynı anda birden fazla iş icra edemeyeceklerinden, ölçüm sistemine ek bir yük getirecek bir iş verilmesi durumunda ölçüm hataları artacaktır. Diğer yandan sıvı ortamda gerçekleştirilen çalışmalarda ticari olarak satılan network analizör tabanlı cihazlar kullanılmaktadır. Bu cihazlar hem pahalı hem de taşınmaları mümkün olmadığı için laboratuvar ortamında ölçüm yapmaları gereken cihazlardır.

Yukarıda bahsedilen sıkıntıların önüne geçmek maksadıyla bu tez çalışmasında, QCM sensörleri kullanan, sıvı ortamda da çalışabilecek bir osilatör devresi tasarımı ve bu osilatör devrelerinin çıkış sinyallerinin frekanslarını ölçecek olan alanda programlanabilir kapı dizilerini (Field Programmable Gate Array - FPGA) kullanan bir ölçüm sistemi tasarımı gerçekleştirilmiştir.

Bu tez çalışmasında, önce QCM sensörlerin sıvı ortamda çalışmasını sağlamak için osilatör devresi tasarımı gerçekleştirilmiştir. Tasarlanan bu osilatör devresi de kullanılarak QCM kristallerin üzerine kimyasal kaplama yapabilmek için püskürtme tekniğine dayalı olan bir kaplama düzeneği tasarımı yapılmıştır. QCM'lerin kaplamaları yapıldıktan sonra, ölçüm yapılabilmesi için osilatör devrelerinin kontrolünü sağlayacak gömülü sistemin tasarımı gerçekleştirilmiştir. Ardından sistemin eğitimi için farklı kimyasal malzemeleri içeren numunelerle ölçümler gerçekleştirilmiştir. Bilgisayara aktarılan veriler ile yapay sinir ağının eğitimi gerçekleştirilmiştir. Devamında test analitleri kullanılarak sistemin karar vermesi sağlanmıştır. Bu tezde bu doğrultuda yapılan çalışmaları adım adım açıklamaktadır.

2. TEMEL BİLGİLER

2.1. Sensörlerin Temel Yapıları

Sensörler algılanmak istenen fiziksel veya kimyasal değişiklikleri tespit edip elektriksel sinyallere dönüştüren cihazlar olarak tanımlanabilir. Sensörler birer enerji dönüştürücü elemanlardır; ne ölçmeye çalışırsak çalışalım ölçmeye çalışılan nesneden sensöre bir enerji transferi söz konusudur. Sensörlerin amacı tespit edilmek istenen bir uyarana cevap vermek ve onu elektronik devrelere uyumlu bir elektrik sinyaline dönüştürmektir. Sensörün çıkış sinyali gerilim, akım veya yük değişimi tarzında olabilir.

Sensörler tek başlarına çalışamazlar; daima daha büyük bir sistemin bir parçası olup sinyal işleyiciler, hafıza elemanları vs. ile iletişim halinde çalışmaktadırlar. Örneğin; bir makinanın çalışması sırasında gerilim ve akımı ölçen sensörler, sıcaklığı ölçen sensör, dış ortamın nem durumunu ölçen bir sensör, bir merkezi kontrol ünitesine bağlı bir şekilde çalışmaktadırlar. Merkezi kontrol ünitesinin kontrolünü gerçekleştiren mikrodenetleyici veya başka bir göümlü sistem, sensörlerden aldığı verileri hafıza birimine kayıt edip, gelen verileri işleyerek gerekli devre bileşenlerini veya uygulayıcıları aktif hale getirir. Mesela; nem ayarlanmış değerin altında ise nem değerini arttırmak için sulama veya nemlendiriciyi çalıştırabilir. Böyle bir sistemde nem sensörü fiziksel değişimi algılayarak merkezi kontrol ünitesinin anlayabileceği dijital veya analog elektrik sinyaline dönüştürmektedir. Daha sonra merkezi kontrol ünitesi bu veriyi işleyerek alınması gereken önlemleri alır. İşte en az bir sensör ve bu sensörün arayüz devrelerinden oluşan bu tümleşik yapıya sensör sistemi denilmektedir.

Sensörler farklı şekillerde sınıflandırılabilirler. Örneğin tüm sensörler aktif veya pasif olarak gruplandırılabilir. Aktif sensörler uyarılmalarını sağlayan harici bir enerji kaynağına ihtiyaç duyarlar. Bu uyarım sinyali sensör tarafından çıkış sinyalini oluşturmak için kullanılır. (Jacob Fraden, 2004). Pasif sensörler bir enerji kaynağına ihtiyaç duymazlar ve harici bir etkiyi doğal olarak elektrik sinyaline çevirebilirler.

Sensörlerin performansları onların karakteristik özelliklerine bağlıdır. Bu özellikler şöyle sıralanabilir:

i. Duyarlılık

Sensörün giriş sinyali ile çıkış sinyali arasındaki ilişkisi duyarlılığı verir. Sensörün giriş sinyaline karşı vermiş olduğu tepki ne kadar yüksek olursa, bu giriş sinyaline o kadar duyarlı olduğunu gösterir. Duyarlılık sensör uygulamalarında oldukça önemli bir parametredir.

- ii. **Histerezis**
Birtakım sensörlerde giriş sinyali uygulandığında çıkış sinyali buna tepki olarak bir değer verir. Ardından giriş sinyali tekrar eski haline geldiğinde çıkış sinyali eski haline gelmez veya başka bir şekilde gelir. Bu tip bir hatanın ölçülebilen değerine histerezis denir. Sistemsel olarak incelendiğinde ise sistemin bir önceki ile bir sonraki girişine verilen tepkinin, sistemin yakın geçmişteki durumuna duyarlı olmasından dolayı gecikmesidir. Yani bu tip sistemlerde, sistemin bir sonraki girdiye tepkisini tahmin etmek için, şu anki durumunun ve geçmişteki durumunun bilinmesi gerekir.
- iii. **Lineerlik**
Sensörün giriş sinyallerine karşı üretmiş olduğu çıkış sinyalindeki tepkilerin lineer olarak değişmesi sensörün bu aralıkta lineer olarak çalıştığını gösterir. Lineer tepki vermediği durumlarda sensörün lineer olmadığından söz edilebilir. Genel itibari ile bir sensörün lineer olarak çalışması istenir.
- iv. **Gürültü**
Sensörlerin giriş sinyaline karşı bir tepki üretirken aynı zamanda belirli bir miktarda gürültü sinyali de üretirler. Bu gürültü sinyali ya çok düşük bir seviyede gerçekleştiği için ihmal edilir ya da sensörün devamındaki elektronik filtre devreleri veya gömülü sistemdeki yazılım vasıtasıyla elimine edilir.
- v. **Çözünürlük**
Sensörlerin algılayabildiği en düşük seviyedeki tepki olarak ifade edilebilir. Sensörün çözünürlüğü ne kadar yüksek ise o kadar ufak bir tepkiyi algılayabilir.
- vi. **Dinamik aralık**
Sensörün giriş sinyalini çıkış sinyaline dönüştürebildiği en düşük ve en yüksek giriş sinyali seviyesi olarak tanımlanan aralıktır. Bu aralık ne kadar büyük olursa o kadar iyi ölçüm sonucu elde edilebilir.
- vii. **Transfer fonksiyonu**
Transfer fonksiyonu sensörün giriş sinyali ile çıkış sinyali arasındaki ilişkinin bir fonksiyon şeklinde ifade edilebilmesi ile elde edilir. Bu ifade ya bir grafik üzerinde ifade edilir ya da matematiksel bir fonksiyon olarak ifade edilir.
- viii. **Keskinlik**
Kullanılan sensörün giriş sinyaline vermiş olduğu tepkinin ideal tepkiye ne kadar yakın olduğunu gösterir. Bir sensörün keskinliği ne kadar yüksek ise daha doğru sonuç verir.

Bahsedilen bu karakteristik özellikler ışığında sensör seçimi yaparken dikkat edilmesi gereken özellikler şu şekilde sıralanabilir:

- a. Duyarlılık: Seçilecek sensörün duyarlılığının yüksek olması istenir genelde, böylelikle ufak değişimler bile tespit edilebilir.
- b. Kararlılık: Sensörün tutarlı sonuçlar vermesi önemlidir. Bu nedenler farklı zamanlarda yapılan ölçümlerde hep aynı tepkinin elde edilmesi istenir
- c. Seçicilik: Sensörün tespit edilmek istenen giriş sinyali dışında başka bir sinyale tepki vermemesi istenir.
- d. Tepki süresi: Sensörün giriş sinyaline verdiği tepkinin süresi olarak ifade edilebilir. Çoğu uygulamada bu sürenin kısa olması istenir.
- e. Kullanım kolaylığı ve maliyet: Kullanılacak olan sensörün maliyetinin mümkün olduğunca düşük olması tasarım açısından büyük önem arz etmektedir. Aynı zamanda sensörün kullanımının kolaylığı tasarım süreci açısından önemlidir.
- f. Sensörün Ömrü: Sensörün kullanım ömrünün mümkün olduğunca uzun olması sistemin kararlı çalışması açısından önemlidir.

2.2. Piezoelektrik Malzemeler ve Quartz Kristal Mikrobalsans Sensörler

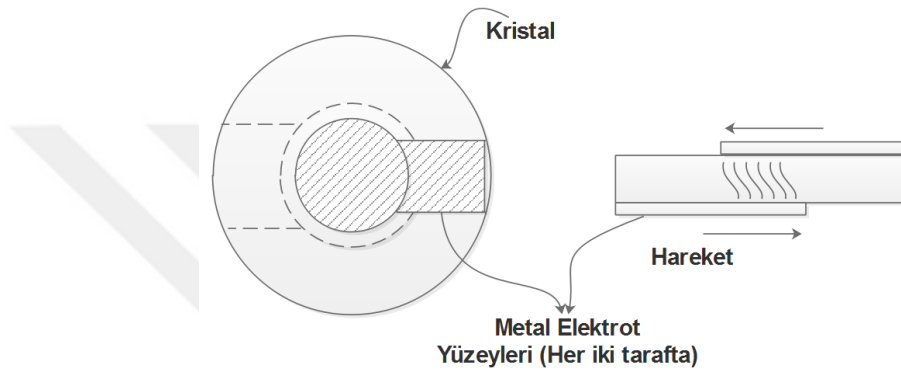
Piezo kelimesi Yunanca'dan türetilmiş, sıkıştırmak, basınç uygulamak anlamına gelmektedir. Piezoelektrik özelliği bazı malzemelere uygulanan mekanik basınç sonucunda, malzemenin elektrik alan ya da elektrik potansiyel değiştirme yeteneğidir. Bu etki, malzemenin içindeki polarizasyon yoğunluğundaki değişimle doğrudan alakalıdır. Eğer malzeme kısa devre değilse, uygulanan stres malzemede bir voltaj meydana getirir. Piezoelektrik etki ilk kez 1880 yılında Jaques ve Pierre Curie tarafından gözlenmiştir. Araştırmacılar bazı kristallerin yüzeylerine mekanik kuvvet uygulandığında, uygulanan bu kuvvetin şiddeti ile orantılı olarak kristal yüzeyleri arasında artan bir elektriksel potansiyel farkının oluştuğunu fark etmişlerdir. İlerleyen yıllarda bu oluşan potansiyel farkının, uygulanan mekanik etkinin direkt bir sonucu değil de mekanik etki sonucu kristalin boyutundaki değişimden kaynaklandığı görülmüştür.

Mekanik etki ile potansiyel farkı üretimine piezo olayı, potansiyel farkı nedeni mekanik titreşim üretimine ters piezo olayı denilmektedir. Dışarıdan gerilim uygulandığında kristal yapının şekli az da olsa değişir.

Sürekli kutuplaşmaya sahip bir asimetric iyonsal kristale basınç uygulanırsa kutuplar arası uzaklık azalır, yüzeydeki yük birikimi artar ve sonuçta iki uç arasında bir gerilim farkı doğar ve bir iletkenle birleşirse bir akım akar. Böylece mekanik etki elektriksel etkiye dönüşür. Aynı şekilde aynı kristale iki ucu arasına bir gerilim uygulanırsa – yükler + elektroda, + yükler

– elektroda doğru çekilir. – ve + yük merkezleri arasındaki uzaklık artar ve bunun neticesinde kristalin boyu büyür.

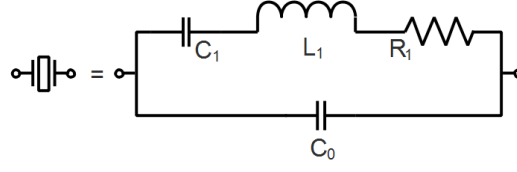
Kuvars piezoelektrik özellik gösterirler. Kuvarsın karşılıklı yüzeylerine bir gerilim uygulandığında kuvars şeklinde değişme meydana gelir, bunun tam tersi bir etki yapıldığında da gerilim gözlemlenir. Kuvars kristali, ince bir kuvars parçasının iki paralel metal levha arasına yerleştirilmesi ile oluşur. Kuvars kristalinin osilasyon frekansı, şekli ile doğrudan ilişkilidir.



Şekil 2.1. AT kesim kuvars kristal.

1 MHz ve üzeri yüksek frekanslarda çalışan değişik birçok kesim şekli olmasına rağmen, AT kesim kuvars kristallerde çok yaygın olarak kullanılan bir kesim türüdür. AT kesim kristal, ince bir kuvars kristalinin iki paralel levha arasına yerleştirilmesiyle oluşur. Elektrik bağlantıları paralel olan iki metal levha üzerinden yapılır. Kristalin rezonans frekansı kalınlığı ile ters orantılıdır. İki metal yüzeye gerilim uygulanmasıyla kristal yanlara doğru Şekil 2.1’de gösterildiği gibi hareket etmeye başlar. Bu hareket şekline kalınlık makaslama hareketi (Thickness shear movement) denir.

Kuvars kristalin eşdeğer devre modeli Şekil 2.2’de görülmektedir. Seri bağlı RLC’nin yer aldığı kola devrenin hareketli kolu denir ve kristalin mekanik vibrasyonlarından kaynaklanır. QCM’ in elektriksel eşdeğer devresinde C_1 hareketli kısmın mekanik esnekliği, L_1 kristalin kütlesi, R_1 iç sürtünmelerden dolayı kaybolan enerjidir. C_0 hem kuvars yüzeylerindeki elektrotların hem de mekanik yapının kapasitesini temsil etmektedir.



Şekil 2.2. Kuvars kristalin elektriksel eşdeğer devresi.

Rezonans:

Şekil 2.2' de görülen eşdeğer devredeki kollar için empedansları şu şekilde tanımlarsak:

$$Z_0 = \frac{1}{j\omega C_0} \quad (2.1)$$

$$Z_1 = R_1 + j\omega L_1 + \frac{1}{j\omega C_1} \quad (2.2)$$

Tüm eşdeğer devrenin empedansı şu şekilde hesaplanır:

$$Z_e = \frac{Z_1 Z_0}{Z_1 + Z_0} = \frac{\left(R_1 + j\omega L_1 + \frac{1}{j\omega C_1} \right) \frac{1}{j\omega C_0}}{R_1 + j\omega L_1 + \frac{1}{j\omega C_1} + \frac{1}{j\omega C_0}} = \frac{\frac{\omega L_1 - 1/\omega C_1}{\omega C_0} - j \frac{R_1}{\omega C_0}}{R_1 + j \left(\omega L_1 - \frac{1}{\omega C_1} - \frac{1}{\omega C_0} \right)} \quad (2.3)$$

Burada
$$= \frac{a + jb}{c + jd} * \frac{c - jd}{c - jd} = \frac{ac + bd + j(bc - ad)}{c^2 + d^2} \text{ olduğundan}$$

$$= R_e + jX_e \quad (2.4)$$

Rezonansın olabilmesi için Z_e rezistif olmalı bunun için de X_e 0 olmalıdır.

$$X_e = \frac{bc - ad}{c^2 + d^2} = 0, bc = ad \quad (2.5)$$

$$\begin{aligned} \frac{-R_1^2}{\omega_r C_0} &= \left(\frac{\omega_r L_1 - 1/\omega_r C_1}{\omega_r C_0} \right) \left(\omega_r L_1 - \frac{1}{\omega_r C_1} - \frac{1}{\omega_r C_0} \right) \\ -R_1^2 &= \left(\omega_r L_1 - \frac{1}{\omega_r C_1} \right) \left(\omega_r L_1 - \frac{1}{\omega_r C_1} - \frac{1}{\omega_r C_0} \right) \end{aligned} \quad (2.6)$$

$$w_r^2 L_1^2 - \frac{L_1}{C_1} - \frac{L_1}{C_0} - \frac{L_1}{C_1} + \frac{1}{w_r^2 C_1^2} + \frac{1}{w_r^2 C_1 C_0} + R_1^2 = 0 \quad (2.7)$$

$$w_r^4 + \left(\frac{R_1^2}{L_1^2} - \frac{2}{L_1 C_1} - \frac{1}{L_1 C_0} \right) w_r^2 + \frac{1}{L_1^2 C_1^2} + \frac{1}{L_1^2 C_1 C_0} = 0 \quad (2.8)$$

Bu ikinci dereceden denklemin kökleri bulurken:

$$w_r^2 = \frac{1}{2} \left\{ \left(\frac{2}{L_1 C_1} + \frac{1}{L_1 C_0} - \frac{R_1^2}{L_1^2} \right) \pm \left[\left(\frac{2}{L_1 C_1} + \frac{1}{L_1 C_0} - \frac{R_1^2}{L_1^2} \right)^2 - 4 \left(\frac{1}{L_1^2 C_1^2} + \frac{1}{L_1^2 C_1 C_0} \right) \right]^{1/2} \right\} \quad (2.9)$$

Buradan da:

$$w_r = \left\{ \left(\frac{1}{L_1 C_1} + \frac{1}{2L_1 C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right) \pm \left[\left(\frac{1}{L_1 C_1} + \frac{1}{2L_1 C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right)^2 - \left(\frac{1}{L_1^2 C_1^2} + \frac{1}{L_1^2 C_1 C_0} \right) \right]^{1/2} \right\}^{1/2} \quad (2.10)$$

İç kısımda yer alan karekökü incelersek:

$$\begin{aligned} & \left[\left(\frac{1}{L_1 C_1} + \frac{1}{2L_1 C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right)^2 - \left(\frac{1}{L_1^2 C_1^2} + \frac{1}{L_1^2 C_1 C_0} \right) \right]^{1/2} \\ &= \left(\frac{1}{L_1^2 C_1^2} + \frac{1}{L_1^2 C_1 C_0} - \frac{R_1^3}{L_1^3 C_1} + \frac{1}{4L_1^2 C_0^2} - \frac{R_1^2}{2L_1^3 C_1 C_0} + \frac{R_1^4}{4L_1^4} - \frac{1}{L_1^2 C_1^2} - \frac{1}{L_1^2 C_1 C_0} \right)^{1/2} \\ &= \left[\left(\frac{1}{2L_1 C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right)^2 - \frac{R_1^2}{L_1^3 C_1} \right]^{1/2} \end{aligned} \quad (2.11)$$

Rezonans oluşması için gerçek koşul;

$$w_r = \left\{ \left(\frac{1}{L_1 C_1} + \frac{1}{2L_1 C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right) \pm \left[\left(\frac{1}{2L_1 C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right)^2 - \frac{R_1^2}{L_1^3 C_1} \right]^{1/2} \right\}^{1/2} \quad (2.12)$$

Pratikte kristaller için şu durumda doğrudur:

$$\left(\frac{1}{2L_1 C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right)^2 \gg \frac{R_1^2}{L_1^3 C_1} \quad (2.13)$$

Örneğin; 8MHz' lik bir kristalde $L_1=14\text{mH}$, $C_1=27\text{fF}$, $R_1=8\Omega$ ve $C_0=5,6\text{pF}$; yukarıdaki eşitsizlikten hesaplanınca $7,972 \times 10^{21} \gg 1,693 \times 10^{17}$ bulunur.

Dolayısıyla;

$$\left[\left(\frac{1}{2L_1C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right)^2 - \frac{R_1^2}{L_1^3C_1} \right]^{1/2} \approx \left(\frac{1}{2L_1C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right) \quad (2.14)$$

Rezonans frekansı için yaklaşık bir formül elde etmiş oluyoruz:

$$w_r \approx \left\{ \left(\frac{1}{L_1C_1} + \frac{1}{2L_1C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right) \pm \left(\frac{1}{2L_1C_0} - \frac{R_1^2}{2L_1^2} \right) \right\}^{1/2} \quad (2.15)$$

Bu eşitlikten iki tane rezonans frekansı elde edilir, ilk seri rezonans frekansı:

$$w_{rs} \approx \frac{1}{\sqrt{L_1C_1}} \quad (2.16)$$

İkicisi paralel rezonans frekansı:

$$w_{rp} \approx \sqrt{\frac{1}{L_1C_1} + \frac{1}{L_1C_0} - \frac{R_1^2}{L_1^2}} \quad (2.17)$$

Tipik bir kristal için bir diğer yaklaşımı da şöyle yapabiliriz:

$$\frac{1}{L_1C_0} \gg \frac{R_1^2}{L_1^2} \quad (2.18)$$

Örneğin; daha önceden vermiş olduğum kristal parametrelerine göre yukarıdaki eşitsizliği çözersek $1,273 \times 10^{13} \gg 3,265 \times 10^5$. Dolayısıyla paralel rezonans frekansı şöyle ifade edilebilir:

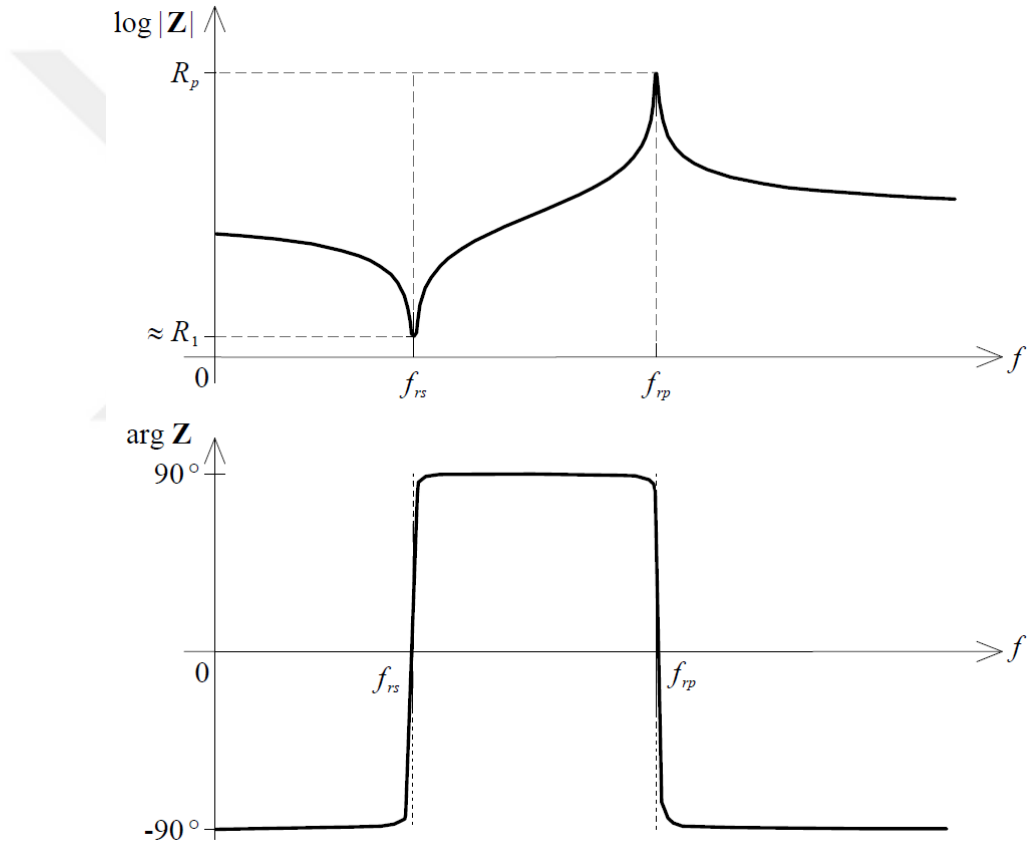
$$w_{rp} \approx \sqrt{\frac{1}{L_1C_1} + \frac{1}{L_1C_0}} = \frac{1}{\sqrt{L_1C_1}} \left(1 + \frac{C_1}{C_0} \right)^{1/2} \quad (2.19)$$

Seri ve paralel rezonans frekans değerlerinden sadece frekansa bağlı olan eşitlikler de aşağıda verilmiştir:

$$f_{rs} = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_1C_1}} \quad (2.20)$$

$$f_{rp} = f_{rs} \sqrt{1 + \frac{C_1}{C_0}} \quad (2.21)$$

Kristal empedansının frekansa bağlı genlik ve faz grafikleri aşağıdaki Şekil 2.3'de gösterilmiştir.

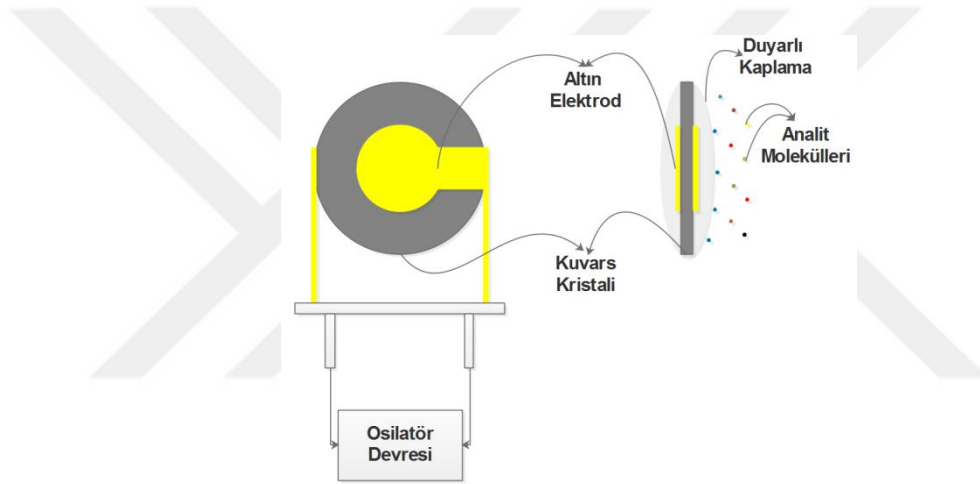


Şekil 2.3. Kuvars kristalin genlik ve faz eğrileri.

Bu grafik devrenin bir seri bir paralel rezonans frekansı olduğunu gösterir. Seri rezonans frekansında $X_{L1} = -X_{C1}$ ve kristalin hareketset kolundaki empedansı R_1 'e eşit olur. Seri rezonansta R_1 ile X_{C0} paralel duruma gelirler. f_{rs} ve f_{rp} arasında empedans endüktif ve faz açısı 90° 'ye yakındır.

Yukarıda rezonans frekans eşitlikleri verilmiş olan piezoelektrik tabanlı kuvars kristallerin, kütle duyarlılıkları nedeni ile hassas tartı olarak kullanılabilme özellikleri mevcuttur. Bu da kristallerin sensör olarak kullanımını sağlamıştır. Kütle algılayıcı sensör olan Kuvars Kristal Mikrobalsans (Quartz Crystal Microbalance – QCM) piezoelektrik özelliğindedir. Kuvvet uygulandığında elektrik, elektrik uygulandığında ise fiziksel boyutlarda değişim oluşmaktadır.

Sensör yüzeylerine yapışan ya da yüzey tarafından emilen kütle, QCM rezonans frekansının değişimine neden olmaktadır. Rezonans frekansındaki bu değişimler (Δf) olarak tanımlanmaktadır.



Şekil 2.4. QCM Sensör Yapısı.

QCM sensör yapısı Şekil 2.4'te görülmektedir. QCM kristalinin altın elektrodlarına gerilim uygulandığında, piezoelektrik etki yoluyla mekanik güç elde edilir. Piezoelektriksel etki ile elektronik frekans seçici bir salınım devresi ile doğal frekansında salınım üretilebilir. Doğal salınım frekansı, kuvarsın kalınlığı, yoğunluğu, kesim şekli, çevresel koşullar ve en önemlisi üzerinde biriken kütleye bağlıdır. Günümüzde salınım frekansının, kütlenin bir fonksiyonu olarak değişebilir olması yapının bir kütle sensörü olarak kullanılmasını yaygınlaştırmıştır. Piezoelektrik özelliğinin sağlanması için kuvars kristaller belirli bir kristal düzleminde kesilirler. AT-kesim kristaller sıcaklık değişiminden çok az etkilenmeleri ve daha kararlı bir yapıda olmaları nedeni ile sensör olarak yaygın olarak kullanılırlar (Lu ve Czanderna, 1984).

QCM sensörlerin salınım frekansı kütlesi ile orantılıdır. ($\Delta m \sim \Delta f$). Sauerbrey, gaz ortamında kuvars kristalin frekans kaymasının matematiksel olarak ifade etmiştir; böylece gaz moleküllerinin QCM sensör tarafından kütle algılanması ile oluşan Δm kütle değişimi, salınım

frekansının değişimi Δf cinsinden ifade edilebilmektedir. Sauerbrey denklemi Eşitlik 2.22’de verilmiştir (Sauerbrey, 1959).

$$\Delta f = -\frac{2 f_0^2}{A \sqrt{\rho_q \mu_q}} \Delta m \quad (2.22)$$

Burada; Δf : Ölçülen frekans kayması (Hz), f_0 : Kristalin temel salınım frekansı (Hz)

Δm : Birim alandaki kütle değişimi (g/cm^2), A : Piezoelektriksel aktif bölge (cm^2)

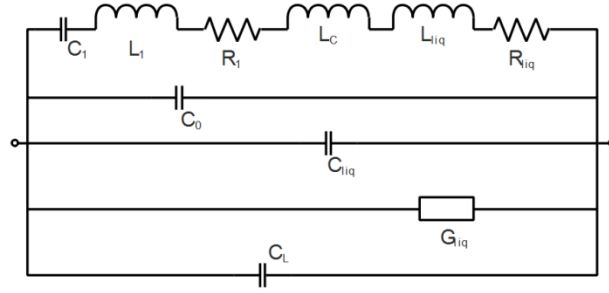
ρ_q : Kuvars yoğunluğu (g/cm^3), μ_q : Kristal için kuvarsın kesim katsayısı (g/cm.s^2).

QCM kristal sıvı ortamda çalışmaya başladığında rezonans frekansında ek bir frekans kayması meydana gelir. Sıvı ortamda QCM sensörün rezonans frekansındaki kaymasını gösteren eşitlik Kanazawa ve Gordon’un denklemi ile gösterilir ve şu şekilde ifade edilir (Kanazawa ve Gordon, 1985):

$$\Delta f = -\sqrt{f_0^3 \frac{\rho_L \eta_L}{\pi \rho_q \mu_q}} \quad (2.23)$$

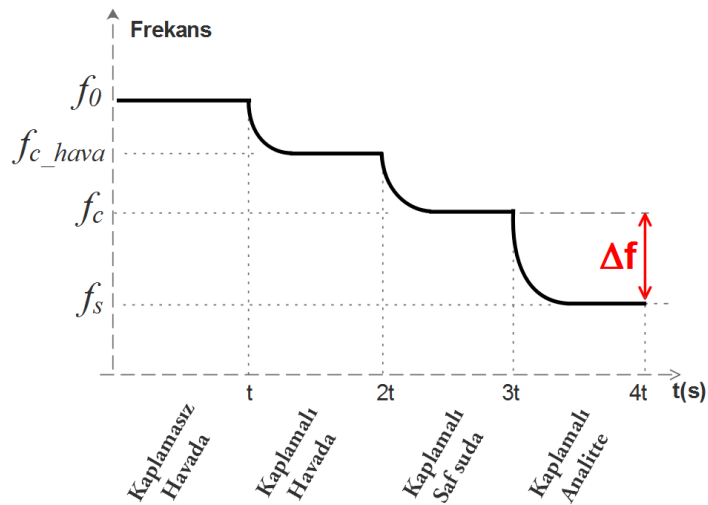
ρ_L ve η_L sırasıyla sıvının yoğunluğu ve viskozitesidir. Akışkanlığa karşı gösterilen dirence viskozite denir.

QCM kristalin sensör olarak kullanılması için üzerine bir kaplama yapılır. Bu kaplama sayesinde QCM’in istenilen analit için duyarlılığı artırılabilir. İstenilen duyarlılık ve seçicilik algılayıcı maddenin ne olduğu ile yakından ilgilidir. Kaplama üzerine gelen analitin emilimi rezonans frekansındaki değişime sebebiyet verir. Şekil 2.5’te kaplamalı ve sıvıya daldırılmış QCM’in elektriksel eşdeğer devresi görülmektedir. Buradaki L_C kaplamadan dolayı oluşan etkiyi, L_{liq} ve R_{liq} sıvının QCM üzerine etkisini, C_{liq} sıvının dielektrik sabitini ve G_{liq} ise sıvının iletkenliğini göstermektedir (Eichelbaum vd., 1999).



Şekil 2.5. Sıvıya daldırılmış ince film kaplamalı QCM'in eşdeğer devresi.

Kaplamalı QCM kristalinin sıvı ortamdaki eşdeğer devresini verdikten sonra Şekil 2.6'daki grafikte tespit edilmek istenen frekans kaymasının grafiksel gösterimi yer almaktadır. Kaplamasız bir QCM kristalinin hava ortamında salınım frekansı f_0 ile gösterilmiştir. Ardından QCM kristaline bir kaplama yapıldığında, kaplama malzemesinden kaynaklı olarak salınım frekansı azalmakta ve yeni frekansı olan f_{c_hava} değerine düşmektedir. Bu kaplamalı QCM kristali saf su ortamında ki bu çalışmada bizim de referans olarak kullanacağımız ortam saf sudur, çalışma frekansı f_c değerine gerilemiştir. Bir yüzeyinde belirli bir analite duyarlı kaplama malzemesi bulunan QCM kristalini, duyarlı olduğu analit sıvısında çalıştırıldığında salınım frekansı daha düşük bir değer olan f_s değerine inecektir. Bunun nedeni duyarlı olduğu analit moleküllerinin kaplamalı yüzeye tutunması nedeni ile yüzeydeki ağırlık artacak ve salınım frekansını düşürecektir. Saf su ile analit sıvısı arasındaki salınım frekansı farkı olan Δf bu çalışmanın hedef noktasıdır. Δf 'lerin tespit edilmek istenen maddeler için bir haritasını çıkararak, sistemi bu doğrultuda eğitip ve bilinmeyen miktarda madde içeren analit için tahminde bulunması sağlanabilmektedir.



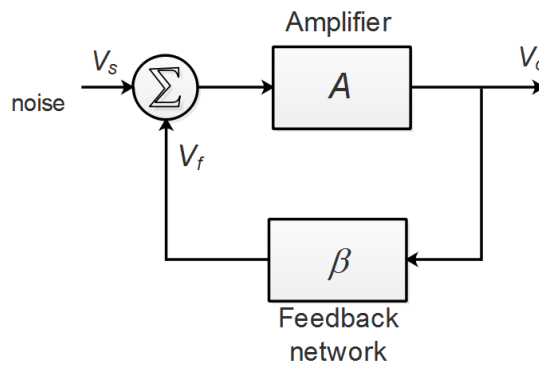
Şekil 2.6. Frekans değişimi.

2.3. Osilatör Devreleri

Elektronik osilatör devreleri, genellikle sinüzoidal veya kare dalga şeklinde tekrarlanan elektronik bir sinyal çıkışı üreten elektronik devrelerdir. Çıkış frekansı devrede kullanılan malzemelerin karakteristiklerine göre değişmektedir. Bir osilatör devresinde osilasyonun olabilmesi için şu koşulların sağlanması gerekmektedir:

- Yükselme sağlayan aktif bir elemanın olması,
- Pozitif geri besleme,
- Osilasyon frekansını belirleyici bir frekans seçici yapı,
- Osilasyon genliğini sabit tutucu, bir limitleyici.

Osilatör devresinin temel yapısı, bir yükselteç devresinin çıkışının frekans seçici bir geri besleme kolu üzerinden tekrar yükseltecin girişine bağlanması şeklindedir ve bu duruma ait şematik görünüm Şekil 2.7'de gösterilmiştir.



Şekil 2.7. Osilatör şematik gösterimi.

Bu devredeki geri besleme kazancı şu şekilde ifade edilir:

$$K = \frac{A}{1+\beta A} \quad (2.24)$$

$|1+\beta A| > 1$ ise negatif geri besleme, eğer $|1+\beta A| < 1$ ise pozitif geri besleme bulunmaktadır. $1+\beta A$, 0 olduğunda ise βA , -1 olur ve kazanç K , ∞ olur; bu da sistemin salınım yapması koşuludur. Bu ise β , A veya her ikisinin toplam 180° faz farkına sahip olmasının gerektiği anlamına gelir.

Devredeki yükselticiye ilk kez enerji uygulandığında, yükselticinin çıkışında yalnızca gürültü sinyali bulunmaktadır. Bu gürültü döngü boyunca ilerler, filtreden geçer, yükseltilir ta ki tek bir frekansta sinüzoidal bir sinyal elde edilinceye kadar.

Osilatör devreleri geri besleme devrelerinde kullandıkları frekans seçici filtre yapılarına göre sınıflandırılabilirler, bunlar:

- RC Osilatörler: Bu osilatör devrelerinde filtre olarak direnç ve kapasitör kullanılmaktadır. Genellikle düşük frekanslarda kullanılırlar. Yaygın RC osilatör türleri faz kaydırmalı osilatörler ve Wien köprü osilatörleridir.
- LC Osilatörler: Filtre devresindeki ayar elemanı olarak beraber kullanılan bir bobin ve kondansatörden oluşurlar. Elektrik yükleri, kondansatörün plakaları ile bobin arasında ileri geri gider, böylece ayar devresi rezonans frekansında elektrik enerjisini osilasyona sokar. Tipik LC osilatör devreleri Hartley, Colpitts ve Clapp osilatör devreleridir.
- Kristal Osilatörler: Frekans seçici eleman olarak piezoelektrik kristall kullanılırlar. Kristal mekanik olarak rezonatör şeklinde titreşim yapar ve bu titreşim frekansı osilasyon frekansını belirler. Kristaller yüksek Q faktörüne ve iyi sıcaklık kararlılığına sahiptirler. Bu nedenle kristal osilatörler RC ve LC osilatörlere nazaran daha iyi frekans kararlılığı gösterirler.

2.4. Ftalosiyeninler ve Zararlı Kimyasallar

QCM kristallerin, kimyasal sensörler olarak kullanılabilmeleri için tespit edilmek istenilen analitlere duyarlı algılayıcı moleküller olarak isimlendirilen malzemelerle kaplanmaları gerekmektedir. Algılayıcı molekülün kristal yüzeyine homojen bir şekilde dağılarak kaplanabilmesi, elde edilecek sensörün seçiciliği ve duyarlılığı açısından oldukça önemlidir.

Literatürde bulunan çalışmalara bakıldığında kimyasal sensör elde edebilmek için farklı farklı yapılar kullanılmıştır, bunlardan bazıları; düzenli polimer filmler (Patel vd., 2000, Rösler vd., 1999), moleküler imprinted polimerler (Suedee vd., 2007, Lieberzeit vd., 2008) ve fthalosiyeninler (Harbeck vd., 2010, Erbahar vd., 2011, Gürol vd., 2012) kullanılmıştır.

Bu çalışmada kuvars kristaller fthalosiyenin kimyasal malzemeler yardımı ile kaplanarak QCM sensör haline getirilmişlerdir. Seçicilikleri ve hassasiyetleri arttırılmıştır. Bu malzemeler TÜBİTAK MAM Malzeme Enstitüsü Sensör Grubundan tedarik edilmiştir.

Kaplamalarda kullanılan ftalosiyanınlar tarafından tespit edilebilecek üç farklı zararlı kimyasal malzeme olan tolüen, kloroform ve karbon tetraklorür ölçümler sırasında kullanılmıştır.

Toluen renksiz, suda çözünmeyen bir sıvıdır. Kimyasal formülü C_7H_8 'dir. Yoğunluğu $20^\circ C$ 'de $0,87g/ml$ 'dir. Endüstride çözücü olarak kullanılır, boyalarda ve boyaları inceltmek için, plastik imalatında, mürekkep yapımında, patlayıcı yapımında kullanılmaktadır. Toluen insan sinir sistemini etkileyebilir. İnsanlar üzerindeki geçici etkileri baş ağrısı, baş dönmesi ve bilinç kaybı, uzun vadede etkileri ise koordinasyon bozukluğu, duyma ve görme kaybı (ATSDR, 2015).

Kloroform uyuşturucu etkisi olan renksiz bir sıvıdır. Kimyasal formülü $CHCl_3$ 'dür. Yoğunluğu $25^\circ C$ 'de $1,489g/cm^3$ 'tür. Yağları çözer, toksik etkisi oldukça yüksektir. Büyük miktarlarda kloroform insan vücuduna girdiğinde merkezi sinir sistemini, ciğerleri ve böbrekleri etkiler (ATSDR, 1997).

Son zararlı kimyasal olan karbon tetraklorür yangın söndürmede ve temizlik endüstrisinde kullanılmaktadır. Kimyasal formülü CCl_4 'tür. Renksiz bir sıvıdır. Ciğerler ve böbrekler üzerinde olumsuz etkiler gösterir (ATSDR, 2005).

Yukarıda bahsedilen bu ciddi sağlık sorunları göz önünde bulundurulduğunda bu kimyasalların tespit edilmesinin önemi bir kez daha ortaya çıkmaktadır. Bu da tasarlanmış olduğumuz elektronik dil sistemi ile mümkün hale gelmektedir.

2.5. Yapay Zeka ve Yapay Sinir Ağları

Günümüz teknolojisinde bilgisayar sistemleri birçok alanda insan hayatını kolaylaştırmaktadır. Gelişen teknoloji ile birlikte gittikçe yaygınlaşan bilgisayar sistemleri daha karmaşık yapıların kontrolünde kullanılmakta ve birçok durum karşısında karar verebilme ve olaylar arasında ilişki kurarak öğrenebilme yetisi kazanmaktadırlar. İşte bilgisayar sistemlerine bu tarz yeterlilikleri kazandırmayı hedefleyen çalışmalara yapay zeka adı verilmektedir.

Yapay zekayı kullanan sistemlerin en önemli özellikleri karar verme mekanizmasını icra ederken elde ettikleri verilerle durumları öğrenerek, ilerideki durumlar için karar verebiliyor olmalarıdır. Gelişen teknoloji ile yapay zeka mantığına dayalı sistemler çok daha fazla miktardaki veriyi hafızalarında tutabiliyor hem de işlemci hızları sayesinde daha çabuk öğrenip, karar verme esnasında daha hızlı sonuca ulaşabiliyorlar. Burada sistem ne kadar iyi öğrenirse o kadar doğru sonuçlar elde edileceği aşikârdır.

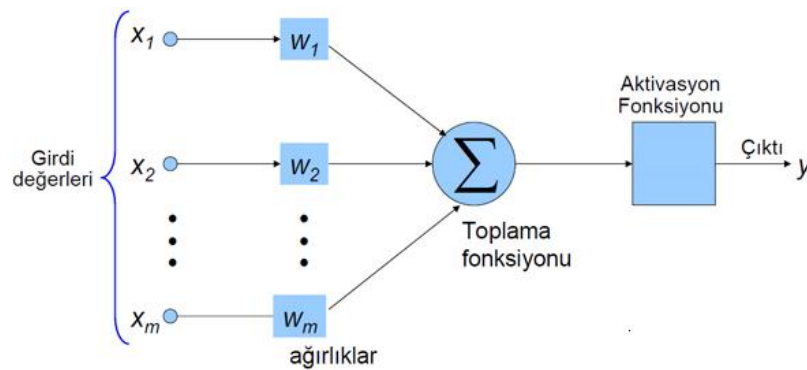
Öğrenme üzerine yapılan çalışmaların çıktılarından biri de yapay sinir ağları (YSA)'dır. Yapay sinir ağları, insan beynindeki öğrenme mekanizmasını taklit ederek çalışan, eldeki verileri kullanarak yeni bilgiler oluşturabilmeyi hedef alan bilgisayar sistemleridir. Yapay sinir ağları insan sinir sisteminden esinlenerek geliştirilmişlerdir. İnsandaki sinir sistemindeki gibi yapay sinir ağında da yapay sinir hücreleri bulunmaktadır. Yapay sinir hücrelerine proses elemanları denilmektedir. Her proses elemanı beş temel elemandan oluşmaktadır (Şekil 2.8), bunlar;

- 1- Girdiler: Yapay sinir ağı hücresine dış dünyadan gelen bilgilerdir. Sinir ağının öğrenmesi gereken bilgilerdir.
- 2- Ağırlıklar: Sinir ağına gelen verinin önemini ve öğrenme üzerindeki etkisini belirler. Ağırlık değerleri Şekil 2.8 "w_n" ile gösterilen değerlerdir. Ağırlık değerinin büyük ya da küçük olması o girdi değerinin az önemli veya çok önemli olduğu anlamına gelmez.
- 3- Toplama fonksiyonu: Bir sinir hücresine giren net girdiyi hesaplar. Bu işlem için çeşitli fonksiyonlar kullanılmaktadır.
- 4- Aktivasyon fonksiyonu: Hücreye gelen net girdiyi işleyerek, bu girdiye karşılık üretilecek çıktı belirler. Bu çıktıyı hesaplamak için çeşitli formüller kullanılmaktadır. En yaygın kullanılanı sigmoid fonksiyonudur.

$$F(NET) = \frac{1}{1+e^{-NET}} \quad (2.25)$$

NET girdi değerini göstermektedir. Bu değere toplama fonksiyonu ile ulaşılmaktadır.

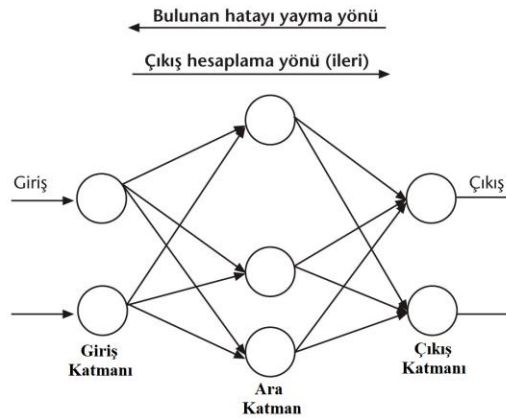
- 5- Hücresin çıktısı'dır.



Şekil 2.8. Yapay sinir hücresinin genel yapısı.

Yapay sinir ağları topolojilerine göre ileri beslemeli ağlar ve geri beslemeli ağlar olarak iki ana kısma ayrılırlar. İleri beslemeli ağlar genel olarak desen tanımada, geri beslemeli ağlar ise optimizasyon problemlerinde kullanılırlar. İleri beslemeli ağlar işaretin tek yönlü olarak girişten çıkışa doğru iletildiği ağlardır. Lineer olmayan özellik gösteren bir sistemde tek katmanlı ağ yapıları, adaptif doğrusal eleman ağı gibi yapılar düzgün sonuç verememektedir. Bu nedenle çok katmanlı ağ yapıları geliştirilmiştir. En çok yaygın kullanılan ileri beslemeli geriye yayılım metodudur. Bu ağlar, üç katman halinde bir araya gelerek yapay sinir ağını oluştururlar (Şekil 2.9). Hücreler her katmanda paralel olarak bir araya gelirler. Bu üç katman şöyledir:

- Girdi katmanı: Bu katmanda girdiler alınarak bir sonraki katman olan ara katmana iletilirler.
- Ara katman: Girdi katmanından gelen verilerin işlendiği katmandır. Bir sinir ağında birden fazla ara katman olabilir.
- Çıktı katmanı: Ara katmandan alınan verileri işleyerek çıkışa iletir.



• **Şekil 2.9.** Yapay sinir ağı bağlantı modeli.

Her bir katman birçok hücreden oluşmakta olup, katmanlardaki hücreler aralarında çeşitli ağırlıklar ile bağlanmaktadır. Bağlanma şekli ve her katmandaki hücre sayısı değişebilmektedir. Aynı katmandaki hücreler arasında iletişim bulunmamaktadır. Hücrelerin girdileri ya başlangıç girdilerinden ya da ara bağlantılardan gelir. Geriye doğru hata yayılması iki yoldan oluşmaktadır. İlki çıkış katmanındaki bilgi sinyalini hesaplamak için, giriş katmanındaki girdi bilgisini ileriye doğru ileten bir ileriye doğru besleme yolu, ikincisi de çıkış katmanındaki hesaplanan ve gözlenen bilgi sinyalleri arasındaki farklara dayanarak ağırlıklar üzerinde değişikliklerin yapıldığı bir geriye doğru iletim yoludur. Bir eğitim sürecinin başında, bağlantı kuvvetleri rastgele değerler olarak atanmaktadır. Öğrenme algoritması her

iterasyonda, eğitim başarıyla sonuçlanana kadar ağırlığı değiştirmektedir. İterasyon süreci bir sonuca vardığında bağlantı ağırlıkları, eğitim sürecinde kullanılan örneklerdeki mevcut bilgiyi elde eder ve saklar.

İleri doğru besleme yolunda ilk adım girdilerin ağa gösterilmesiyle başlar. Girdi katmanında herhangi bir işlem uygulanmaz. Bu katmandaki her bir proses elemanın çıktısı şöyle ifade edilir:

$$\zeta_k^i = x_k \quad (2.26)$$

Burada k giriş katmanındaki k . proses elemanını, ζ ise bu elemanın çıktısını, x de girdileri gösterir. Ara katmanda yer alan her bir proses, girdi katmanından gelen bilgileri ağırlık etkileri ile çarparak alır. Bu katmandaki proses elemanlarına giren net bilgi şöyle ifade edilir:

$$NET_j^a = \sum_{k=1}^m w_{kj} \zeta_k^i \quad (2.27)$$

Burada w_{kj} k . giriş katmanındaki prosesi, j . ara katmandaki proses elemanına bağlayan ağırlık değerini gösterir, j . ara katman proses elemanının çıktısı net girdinin aktivasyon fonksiyonuna uygulanmasıyla elde edilir. Aktivasyon fonksiyonu olarak genelde sigmoid fonksiyonu kullanılır. Sigmoid fonksiyonu kullanılmazsa bile türevi alınabilir bir fonksiyon kullanılmalıdır. Bu fonksiyonun çıktısı şöyle olur:

$$\zeta_j^a = \frac{1}{1 + e^{-(NET_j^a + \beta_j^a)}} \quad (2.28)$$

Burada j . proses elemanına bağlanan eşik değer ünitesinin ağırlık değeri β ile gösterilmiştir. Bu eşik ünitesinin çıktısı bire eşittir ve ağırlık değeri sigmoid fonksiyonunun eğitimi etkiler. Ara katman ve çıkış katmanındaki bütün proseslerin çıktıları NET girdinin hesaplanması ve ardından sigmoid fonksiyondan geçirilmesinden sonra hesaplanmış olur, ileri doğru besleme yolundaki hesaplama tamamlanır.

Hesaplamalar sonunda elde edilen veriler ağa verilen girdilere karşılık gelen çıktı verileri ile karşılaştırılır ve bu değerler arasındaki fark hatayı verir. Hata ne kadar küçültülebilirse ağ o kadar iyi eğitilmiş olur ve doğru sonuçlar verir. Hata oranları geriye doğru ağdaki ağırlık değerleri güncellenecek şekilde iletilir. Çıkışta n . proses elemanının hatası E_n şöyle hesaplanır:

$$E_n = B_n - \zeta_n \quad (2.29)$$

Burada ağı verilen girdilere karşılık beklenen çıktılar B ile gösterilmektedir. Çıkış katmanındaki toplam hata hesaplanırken bütün hatalar toplanır. Hatalar negatif ve pozitif işaretli olabileceğinden, hataların kareleri toplanıp karakökü alınır. Toplam hatayı azaltmak için birden fazla ara katman varsa ara katmanlar arası, ara katmanla giriş katmanı arasındaki ve ara katmanlarla çıkış katmanı arasındaki ağırlıkların güncellenmesi gerekmektedir.

Ara katmanla çıkış katmanı arasındaki j. ve n. prosesler arasındaki ağırlık değerindeki değişim şöyle hesaplanır:

$$\Delta w_{jn}^a(t) = \lambda \delta_n \zeta_j^a + \alpha \Delta w_{jn}^a(t-1) \quad (2.30)$$

Burada Δw^a değişim miktarı, λ öğrenme katsayısı, α momentum katsayısı, t de t. iterasyondur. δ_n n. çıkış prosesinin hatasını göstermektedir ve şöyle gösterilir:

$$\delta_n = f'(NET).E_n \quad (2.31)$$

Burada f' aktivasyon fonksiyonun türevidir. Aktivasyon fonksiyonu olarak sigmoid fonksiyonu seçilirse;

$$\delta_n = \zeta_n(1 - \zeta_n).E_n \quad (2.32)$$

bulunur. t. iterasyondaki ağırlıkların yeni değeri:

$$w_{jn}^a(t) = w_{jn}^a(t-1) + \Delta w_{jn}^a(t) \quad (2.33)$$

Eşit değer ünitesinin çıktısının bir olması nedeni ile ağırlıklarının değişim miktarı şöyle gösterilir:

$$\Delta \beta_n^c(t) = \lambda \delta_n + \alpha \Delta \beta_n^c(t-1) \quad (2.34)$$

Burada β^c çıkış katmanındaki proses elemanlarının eşik değer ağırlıklarıdır. t. iterasyondaki eşik değerin ağırlığı:

$$\beta_n^c(t) = \beta_n^c(t-1) + \Delta \beta_n^c(t) \quad (2.35)$$

şeklindedir.

Giriş katmanı ile ara katman arasındaki ağırlık değerindeki değişim şöyle hesaplanır:

$$\Delta w_{kj}^i(t) = \lambda \delta_j^a \zeta_k^i + \alpha \Delta w_{kj}^i(t-1) \quad (2.36)$$

Hata terimi olan δ^a şöyle gösterilir:

$$\delta_j^a = f'(NET) \sum_n \delta_n w_{jn}^a \quad (2.37)$$

Bu da sigmoid aktivasyon fonksiyonuna uygulandığında hata değeri:

$$\delta_j^a = \zeta_j^a (1 - \zeta_j^a) \sum_n \delta_n w_{jn}^a \quad (2.38)$$

Ağırlıkların yeni değeri ise şöyle olur:

$$w_{kj}^i(t) = w_{kj}^i(t-1) + \Delta w_{kj}^i(t) \quad (2.39)$$

Eşit değer ünitesinin t. iterasyondaki yeni değeri de şöyle gerçekleşir:

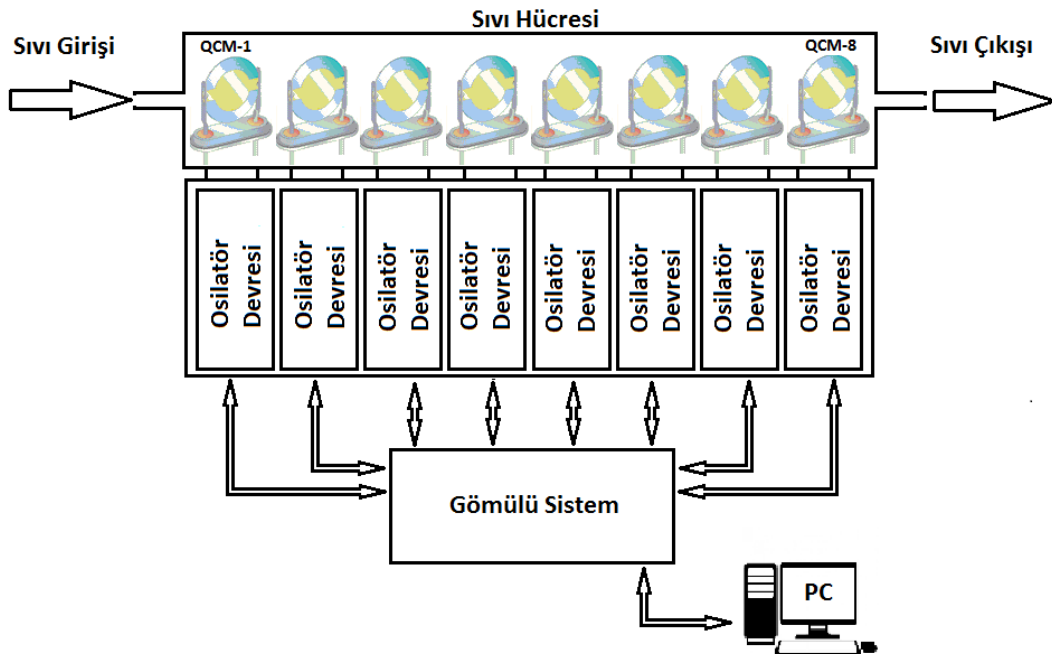
$$\beta_j^a(t) = \beta_j^a(t-1) + \Delta \beta_j^a(t) \quad (2.40)$$

3. ELEKTRONİK DİL

Elektronik dil, sıvı ortamda farklı birtakım bileşenleri tespit etmeye yarayan sensör dizisinden oluşan analitik bir cihaz olarak tanımlanabilir. Sensörlerden elde edilen verileri çeşitli veri işleme metodları kullanarak bileşenler hakkında kesin kaniya varabilir. Elektronik dil mekanizmaları literatürde farklı farklı yerlerde kullanılmıştır.

İlk kez 1985 yılında Otto ve Thomas tarafından sıvı analizi için çoklu sensör dizisinden oluşan bir sistem önerildi (Otto ve Thomas, 1985). O tarihten itibaren elektronik dil adı altında birkaç cihaz önerimi yapıldı. Elektronik burun olarak birçok ticari ürün bulunmasına rağmen elektronik dil olarak çok az sayıda ticari ürün piyasaya sunulmuştur.

Elektronik dillerde farklı sensör yapıları kullanılmaktadır, bunlar voltametrik, potensiyometrik, optik ve enzim bazlı sensörlerdir. Bütün bu sensör dizileri arasında QCM tabanlı sensör sistemlerinin elektronik dil ve elektronik burun sistemlerinde kullanımları gittikçe yaygınlaşmaktadır. Bu çalışmalarda farklı QCM sensör arayüz metodları kullanılmış olsa da bizim çalışmamızda da kullanılan osilatör devreleri kolaylıkları ve kararlılıkları bakımından en iyi seçim olarak gözükmektedirler.



Şekil 3.1. Elektronik Dil Blok Şeması.

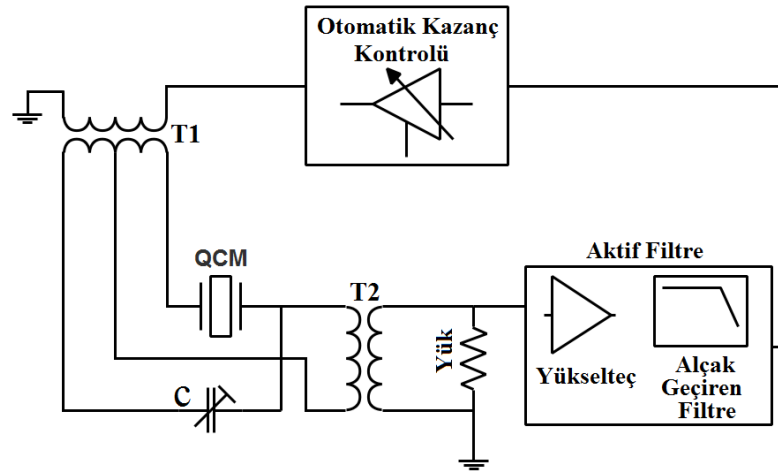
QCM'ler üzerlerine çeşitli kaplama yöntemleri kullanılarak gerçekleştirilen kaplamalarla bazı kimyasallara duyarlı hale gelebilmektedirler. Suya veya herhangi bir sıvıya

karışan her farklı kimyasal, her bir QCM' de farklı frekans kaymalarına neden olmaktadır ve bu frekans kaymalarından, sıvıya karışan kimyasalların parmak izi çıkarılarak, sıvıda algılanan kimyasalın çeşidi ve miktarı belirlenebilir. Elektronik dilde yer alan kısımlar Şekil 3.1'de gösterilmiştir. Test edilecek olan sıvının QCM'ler üzerine temas edeceği hazne ve QCM'lerin yerleştirileceği kısım olan "Sıvı Hücresi", her bir QCM sensörünü çalıştıracak olan sekiz adet osilatör devresinin yer aldığı osilatör kartları, bu osilatörlerin kontrolünün yapılacağı gömülü sistem ve sensörlerden alınan verilerin daha sonradan işlenebilmesi için bir bilgisayardan oluşmaktadır. Bu kısımlar sıra ile açıklanmıştır.

3.1. Osilatör Devresi

Daha önceki bölümlerde de bahsedildiği gibi, osilasyonun sağlanabilmesi için devrede yükseltme, pozitif geri besleme, frekans seçici bir öge ve osilasyon genliğini sabit tutacak bir öge gereklidir.

Tasarlanan osilatör devresinin blok şeması Şekil 3.2' de gösterilmektedir. Şemadan da görüleceği üzere frekans seçici öge olarak QCM kristali yer almaktadır. Bu çalışmada kullanılan kristallerin frekansları 5MHz olduğu için devre bu frekans değerinde osilasyonu sürdürecektir.



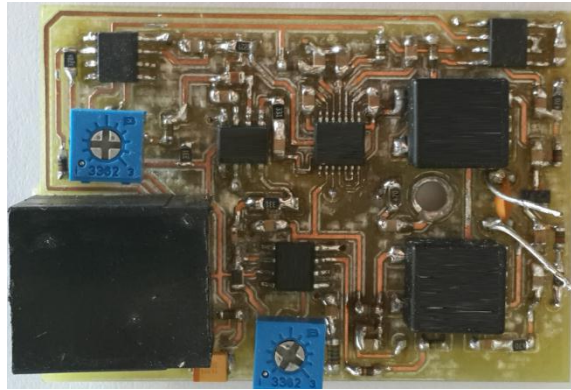
Şekil 3.2. Osilatör Devresinin Blok Şeması.

Osilasyon genliğini sabit tutmak için otomatik kazanç kontrol entegresi (Automatic Gain Control - AGC) kullanılmıştır. QCM sensör gaz ortamdakilerin aksine sıvı ortamda çalışırken, sıvı ile teması neticesinde yüksek oranda bir enerji sönümlemesine maruz kalmaktadır. Bu nedenle gaz ortamda kullanılan osilatör devreleri sıvı ortamda oldukları gibi çalışamazlar (Eichelbaum vd., 1999). Bu devrelerin yüksek enerji sönümlemesi tolere

edebilecek şekilde yeniden dizayn edilmeleri gerekmektedir. Bu amaçla tasarlanan osilatör devresinde AGC kullanımına gidilmiştir. Bu sayede belirli sınırlar dâhilinde, kristalin osilasyonunun devam edebilmesi için sinyal genliği sabit bir seviyede tutulacak şekilde devrenin kazancı otomatik olarak ayarlanmaktadır. Bu ayarlama işlemini AGC entegresi yapmaktadır. Bunu yaparken çıkış sinyalini, kazancı etkileyecek şekilde kendi içine geri besleme yapar ve kazanç değerini anlık olarak günceller. Literatürde de AGC avantajlarından bahsedilmiştir (Chagnard vd., 1996, Schröder vd., 2002).

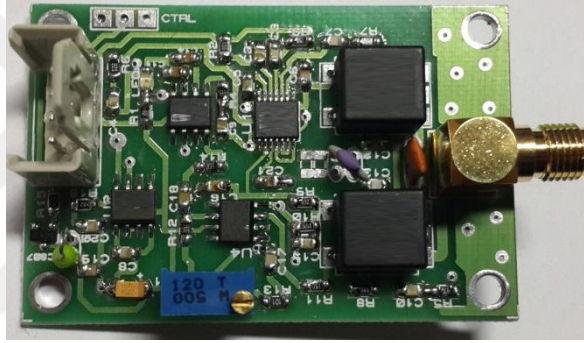
QCM kristalin Şekil 2-2’deki eşdeğer devresine geri dönecek olursak, C_0 kapasitörünün etkisi sensör uygulamalarında ihmal edilemeyecek değerdedir. C_0 kapasitörü yük direncine ileri yönde bir akım etkisi yaparak, kristalin rezistif olarak çalışmasına izin vermemektedir. Bu durum osilasyon için gerekli koşulun sağlanamamasına neden olur. C_0 ‘dan kaynaklanan ileri yönde akımı elimine etmek için, Şekil 3-2’de gösteriliği gibi T1 transformatörü ile C değişken kapasitörü üzerinden ters bir gerilim uygulanır. C kapasitörünün değeri, C_0 kapasitörünün değerine eşit olduğunda tam anlamıyla C_0 ’ın kompanzasyonu yapılmış olur (Matthys; Butler vd., 1946; Behrends & Kaatz, 2001; Arnau vd., 2008; Ferrari vd., 2002).

Geri besleme kolunda 5MHz’lik bir aktif alçak geçiren filtre entegresi yer almaktadır. Geri besleme yolu üzerinden gelen sinyalleri filtreleyerek sadece kristalin merkez frekansının geçmesini sağlar. Bu filtre entegresinin içinde aynı zamanda yükselteç yapısı bulunmaktadır. Çok akışkan olamayan bir sıvı içerisinde çalışma durumu ortaya çıktığında, AGC’nin yanı sıra bu filtre entegresinin içindeki yükselteç devresi de kazanç katkı sağlayarak devresinin osilasyonunu sürdürmesine olumlu yönde etkide bulunacaktır. Şekil 3.3’de tasarlanan ilk tekli osilatör devresi gösterilmiştir.



Şekil 3.3. Tekli Osilatör Devresi Sürüm-1.

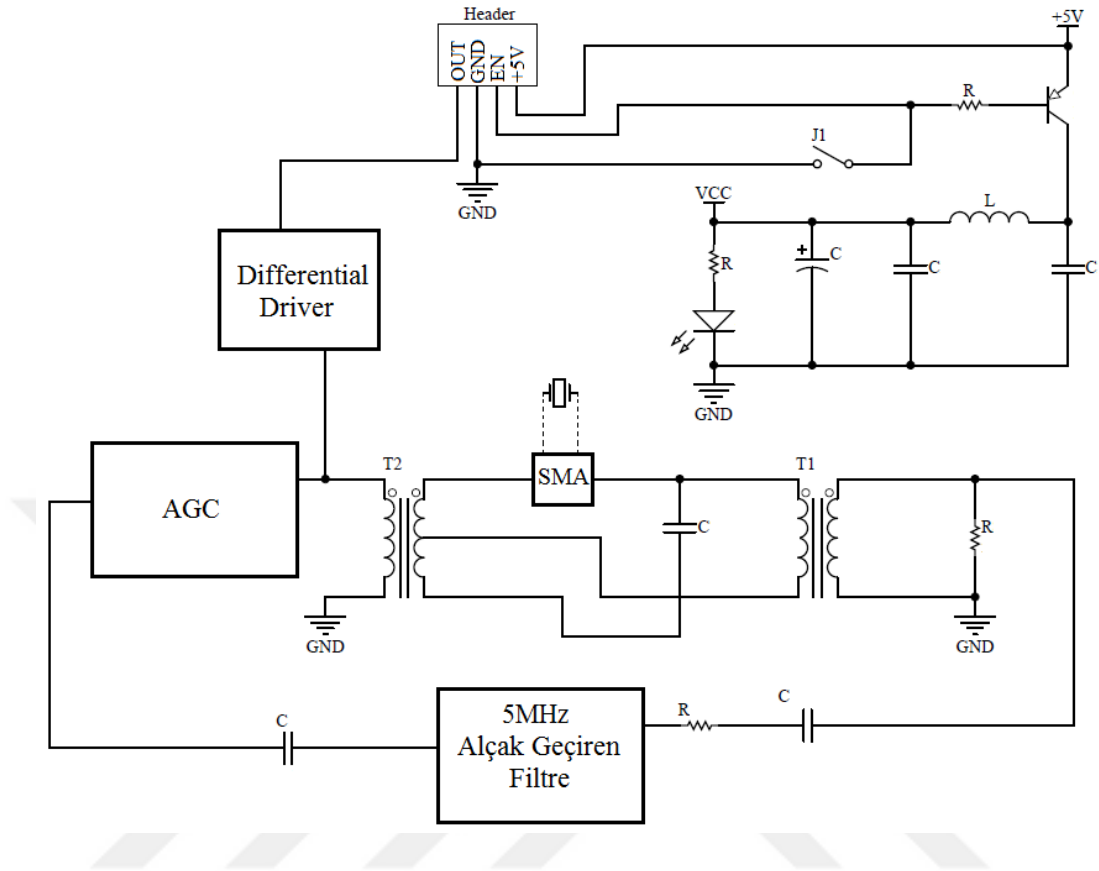
Ardından Şekil 3.4’de gösterilen osilatör devresinin ikinci sürümü tasarlanmıştır. İlk sürümdekinden farklı olarak bu devrede eleman sayısı azaltılmıştır. Kartın üzerine QCM kristal ile doğrudan bağlantı yapabilmek için SMA konnektörü yerleştirilmiştir. Devrenin ilk sürümünün aksine kartın üst ve alt yüzündeki topraklamalar arttırılmıştır; bu sayede devrenin gürültü seviyesi indirgenmiş ve diğer osilatör devreleri ile etkileşiminin önüne geçilmeye çalışılmıştır. Devrenin besleme, aktif etme ucu ve sinyal çıkışının alınacağı bağlantı konnektörü değiştirilmiştir. Devrenin üzerinde herhangi bir kontrol kartından bağımsız çalışması gerektiği durumda aktif edilmek üzere CTRL jumper’ı (J1: Şekil 3.5) yerleştirilmiştir. Bu sayede devrenin beslemesi harici bir aktif etme (Enable - EN) sinyaline gerek duymadan aktif edilebilecek ve çalışmaya başlayacaktır.



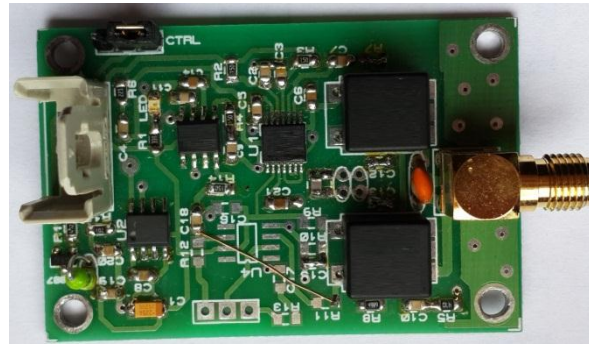
Şekil 3.4. Tekli Osilatör Devresi Sürüm-2.

Şekil 3.5’ deki osilatör devresinin temel devre şemasından da görüleceği üzere besleme gerilimi olan +5V direkt devreye verilmemiş, öncesinde bir filtreden geçirilmiştir. Bu sayede güç kaynağından kaynaklanabilecek gürültülerin bir nebze daha elimine edilmesi amaçlanmıştır.

Şekil 3.6’da osilatör devresinin son hali yer almaktadır. Bir önceki sürümde devrede yükseltme amaçlı bir op-amp devresi yer alıyordu. Bu yükselteç devresi, ilk tasarımda viskozitesi yüksek olan bir sıvı içerisinde QCM kristalin çalışma durumu göz önünde bulundurularak kazancı arttırmak amacıyla tasarlanmıştır. Daha sonrasında devreyi daha da sadeleştirmek adına bu yükselteç devresi karttan çıkarılmış, bu yükselteç devresinin yapması gereken yükseltme işlemi aktif filtre entegresine yaptırılmıştır. Daha önceden de bahsedildiği gibi aktif filtre entegresinin içinde aynı zamanda bir yükseltme devresi yer almaktadır. Gerekli kazanç hesaplamaları yapılarak filtre devresinin dış bağlantılarında yer alan pasif devre elemanlarının değerleri bu doğrultuda seçilmiştir. Devredeki malzeme sayısının azaltılması neticesinde de gürültü seviyesinde de azalma meydana gelmiştir. İlk osilatör devresi sürümünün aksine son tasarlanan devrede frekans salınımları da azaltılmıştır.



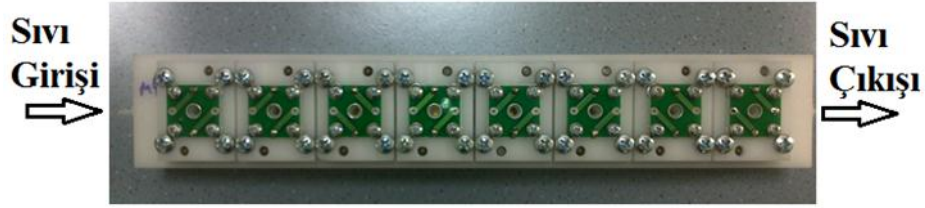
Şekil 3.5. Osilatör Devresinin Temel Görünümü.



Şekil 3.6. Tekli Osilatör Devresi Sürüm-3.

3.2. Sıvı Hücresi

Sıvı hücresi Şekil 3.7’de gösterildiği gibidir. Bir ucundan sıvı girip diğer taraftan hücreyi terk etmektedir. Sensörler birbiriyle ufak deliklerle ayrılmış kısımlara yerleştirilmekte ve üzerine iletkenlerin olduğu kapak kısmı kapatılmaktadır. İletken pimlerin yer aldığı ufak PCB’lere coaxial kablolarla bağlantı yapıлып, osilatör devresine sinyaller gönderilmektedir.



Şekil 3.7. Sıvı hücresi.

Şekil 3.8’de deneyler gerçekleştirilirken sıvı hücresinin nasıl yerleştirildiği gösterilmiştir. Sıvı akışının düzgün sağlanması ve sıvı hücresi içerisinde hava kabarcıklarının kalıp, ölçümü olumsuz yönde etkilememesi için hücre dik konumda tutulmuştur. Sıvı devir daiminin sağlanabilmesi için ufak bir su pompası ve ince borular kullanılmıştır. Osilatör devreleri hücrenin yanına dikey konumda yerleştirilmektedir.

Sıvı hücresi ilk kez su ile doldurulurken, ölçümlere başlamadan önce içerideki hava kabarcıklarının tamamen yok edilebilmesi için hücrenin kapasitesinin çok üstünde bir sıvı alışverişi gerçekleştirilir. Sıvı hücresi bir kez doldurulduktan sonra, gerekli olmadığı sürece içerisindeki sıvının tamamen boşaltılmadan sıvı değişimi yapılmasına özen gösterilmiştir.



Şekil 3.8. Sıvı hücresinin yerleşimi ve deney düzeneği.

Çünkü sıvı hücresi her boşaltıldığında, içerideki hava kabarcıklarının tamamen dışarı çıkarılması çok uzun zaman almaktadır. Her sıvı değişimi sırasında kabarcıkların kolay bir

şekilde dışarı atılabilmesi için sıvı hücresinin altına, üstüne ve orta kısmına küçük titreşim motorları yerleştirilmiştir. Sıvı devir daim pompası çalıştırıldığında bu titreşim motorları da aktif edilmektedirler.

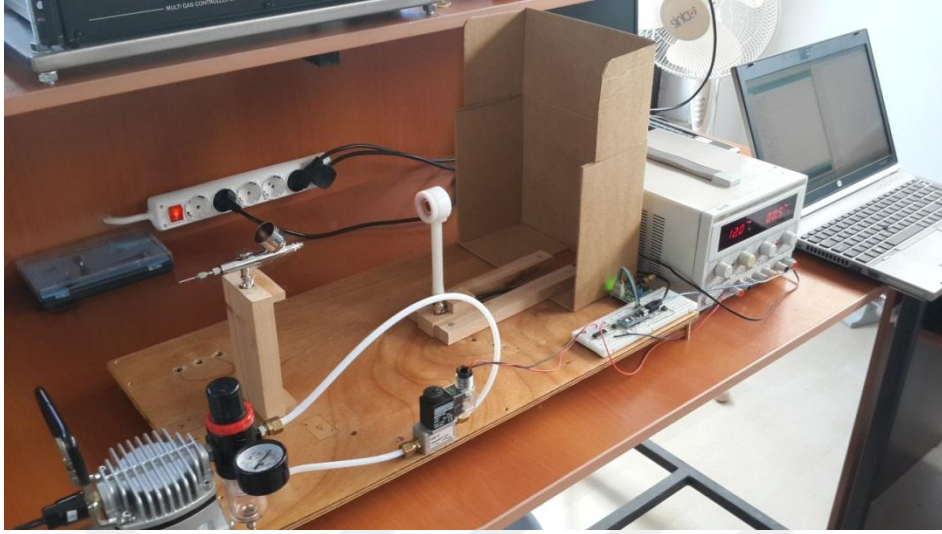
Sıvı devir daim pompası maksimum 6 voltluk gerilim ile çalışabilen bir dc motordan oluşmaktadır. Motora uygulanan gerilim ne kadar fazla ise o kadar hızlı hareket ederek sıvıyı yüksek bir debi ile hücrenin içerisine gönderir. Hava kabarcıklarının tahliyesinin kolay olması açısından sıvı hücre dik pozisyonda iken alt kısmından girer ve yukarı yönde hareket ederek üst kısmından hücreyi terk eder. Ölçümler sırasında devir daim pompası 2V' luk bir gerilim uygulanarak çalıştırılmıştır. Çok yüksek debiler, QCM sensörler üzerindeki kaplamaları aşındırdığı için tercih edilmemiştir.

3.3. Sensör Dizisi ve Sensör Kaplama Düzenegi

Tek bir sensör yerine sensör dizisini kullanmak araştırmacılara kimyasalların tespiti ve ayrımı için yeni bir yöntem sunmaktadır. Aynı koşullarda, sensör sistemlerinde tek bir sensör kullanmak yerine sensör dizisi kullanmak seçiciliği ve hassasiyeti arttırmaktadır (Legin vd., 1999). Bu nedenle gerçekleştirilmiş olan bu çalışmada sensör dizisi kullanarak bu avantajlardan azami ölçüde faydalanmak amaçlanmıştır.

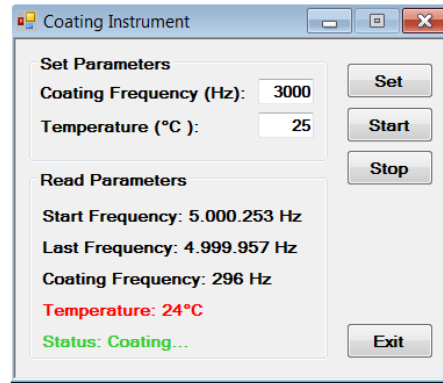
Tasarlanan kaplama düzenegi yardımıyla 11 farklı kimyasal malzeme ile kaplamalar yapılmış olup, bunlar tasarlanan ölçüm sisteminde denenmişlerdir. Fakat aralarından 3 tanesi suya karşı dayanıklı olup QCM kristal yüzeyine tutunmuştur. Diğerleri sensör sıvı içerisinde salınım yapmaya başladığında kristal yüzeyinden soyulmuşlar ve ölçümleri olumsuz etkilemişlerdir. Sonuçta üç sensörden oluşan bir dizi ile ölçümler tamamlanmış ve test edilecek olan kimyasal hakkında daha kapsamlı bir veriye ulaşılmıştır.

QCM kristaller algılaması istenen herhangi bir maddeye duyarlı bir kimyasal ile kaplandıklarında kristalin o maddeye karşı seçiciliği arttırılmış olmaktadır. QCM yüzeyini kaplayabilmek için püskürtme tekniğine dayalı bir düzenek tasarımı gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.9' da gerçekleştirilen ilk kaplama düzenegi tasarımı gösterilmiştir.



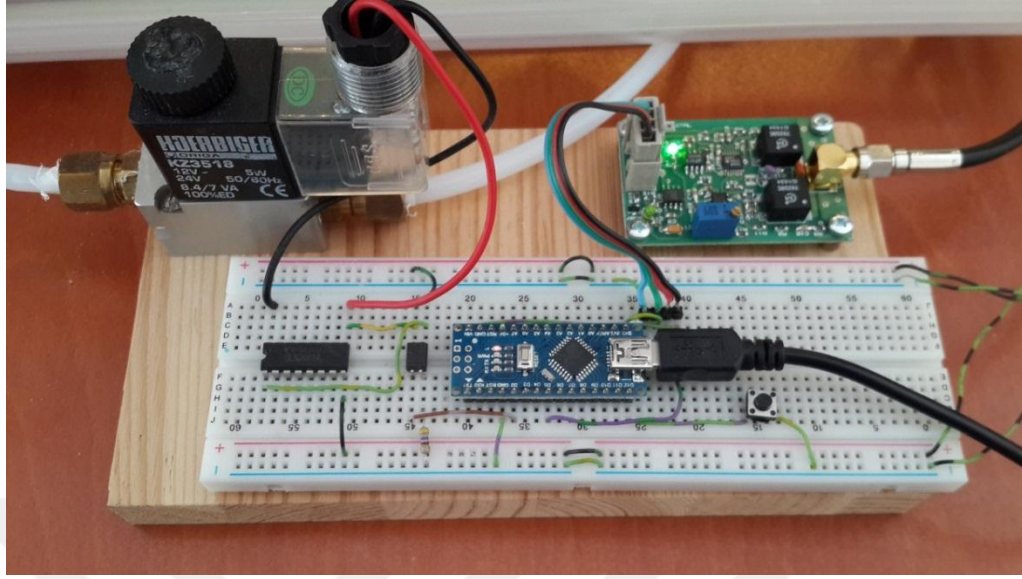
Şekil 3.9. Kaplama düzeneğinin ilk sürümü.

Kaplamaya başlamadan önce kaplama malzemesi hazırlanır. Kaplama yapılacak olan kimyasal malzeme kendi çözücü kimyasalı içerisinde iyice çözündürülür ve homojen bir şekilde dağılması sağlanır. Karıştırma oranı 1mg malzeme için 1ml çözücü konarak gerçekleştirilir. Hazırlanan kaplama kimyasal malzemesi püskürtme haznesi içerisine yerleştirilir.



Şekil 3.10. Kaplama programı ekran alıntısı.

Kaplama prosedürünü bilgisayar üzerinden denetlemek ve kontrol etmek adına bir program yazılmıştır. Bu programın ekran görüntüsü Şekil 3.10' da gösterilmiştir. Program üzerinde kaplama frekansı yani kaplamaya başlamadan önceki salınım frekansı ile kaplama tamamlandığındaki salınım frekansı arasındaki fark ve ortam sıcaklık değeri ayarlanabilmektedir. Ekranda kristalin salınım frekansının başlangıç değeri ile son değeri ve o ana kadarki kaplama frekans değeri gözükmektedir.



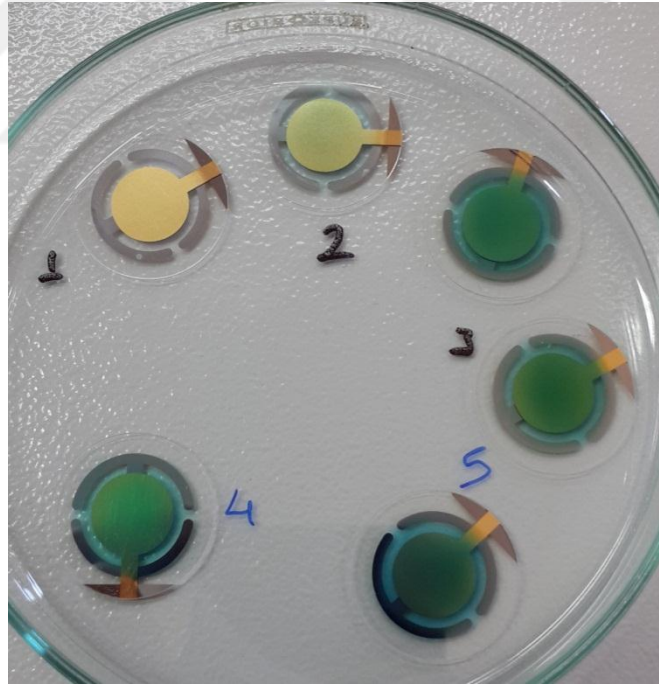
Şekil 3.11. Kaplama düzeneği kontrol ünitesi.

Kaplama düzeneği Şekil 3.11’de gösterilen kontrol kartı ile idare edilmektedir. Kontrol kartının merkezinde Arduino tabanlı ATmega328 mikrodnetleyicisi kullanılmaktadır. Hava akışının kontrol edilmesi için gerekli olan elektronik valf, ULN2003A yüksek akım darlington transistor dizi entegresi yardımıyla kontrol edilmektedir. Tasarlanan osilatör devresinin çıkışı mikrodnetleyici devresine bağlanmıştır. Mikrodnetleyici kartı da USB bağlantı ile bilgisayara bağlıdır.

Burada kontrol kartı QCM frekansını ölçerek sistemin çalışmasını başlatır. Saniyede bir frekans ölçümü alınır. Kaplama işlemine başlamadan önce kristalin kararlı hale gelmesini beklemek için 120 saniye boyunca ölçüm devam eder. Sonrasında 15 saniye boyunca elektronik valfi tetikleyerek airbrush’a kompresörden yaklaşık 1 barlık bir hava akışı sağlar. Bu basınçlı hava yardımıyla airbrush içerisinde konulan kaplama kimyasalı kristalin yüzeyine püskürtülür. On beş saniye dolduğunda kontrol kartı hava akışını keser ve kristalin frekansını 3sn boyunca ölçer. İlk kaplamaya başlamadan önceki frekans değeri ile arasındaki fark hesaplanır ve bilgisayardan ayarlanmış olan kaplama frekansı ile karşılaştırır. Eğer istenilen değer elde edilmiş ise kaplama işlemi sonlandırılır, bu değere ulaşamadıysa az önceki işlemler tekrar edilir.

Kapalı kutunun iki ucuna havalandırma delikleri açılmıştır. Bu deliklerden birine kutu içerisindeki kirli havayı dışarı çekecek bir vakum sistemi yerleştirilmiştir. Diğer delik ise filtreli bir hava giriş yeri olarak ayarlanmıştır. Aynı zamanda bu yeni düzenekte temiz kutunun içinin sıcaklığını sabit bir değerde tutmak için ısıtıcı veya soğutucu aktif edilerek her zaman için aynı koşullarda kaplama yapılması sağlanmaktadır. Kompresörün çıkışında da bir filtre yer almaktadır, böylece püskürtme işleminde kullanılan basınçlı hava da toz zerreciklerinden arındırılmış olmaktadır. Şekil 3.13’de kaplama düzeneğinin son hali gösterilmiştir. Aynı zamanda kaplama süresi boyunca QCM’ in konumunun değiştirilmesi gerekli olduğu durumlarda kaplama işlemini durdurmadan müdahale edebilmek amacıyla kutu üzerine iki adet eldiven deliği açılmıştır. Bu sayede QCM ile airbrush arasındaki mesafe istenildiği gibi değiştirilebilmektedir.

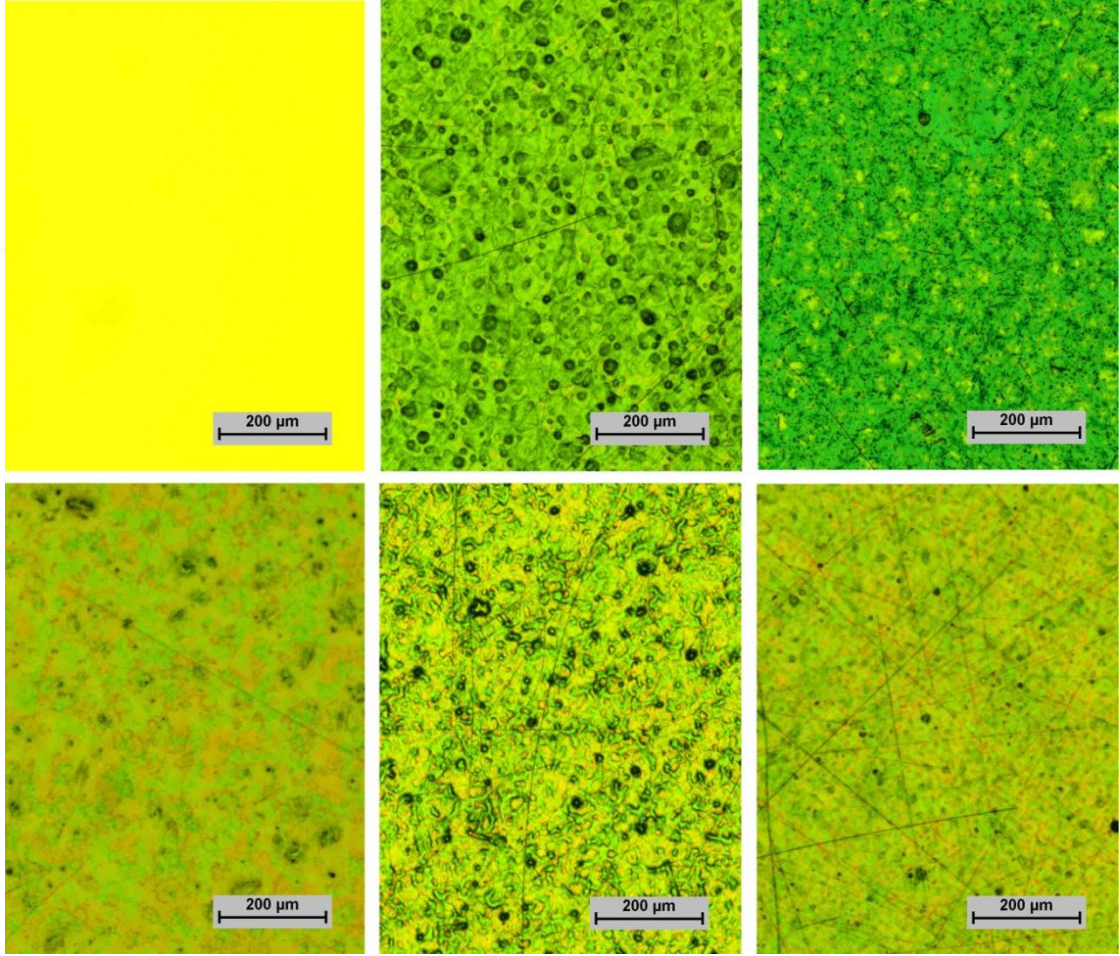
Şekil 3.14’de kaplama yapılmış QCM’ler gözükmemektedir. Kaplamada kullanılan kimyasalın rengine bağlı olarak sensör üzerindeki renkler farklılık göstermektedir.



Şekil 3.14. Kaplanmış QCM’ler.

QCM ’lerin yüzeyi 3KHz’lik frekans kayması yapacak şekilde kaplanmıştır. Yapılan ön ölçümler neticesinde sıvılarda 3KHz’lik kaplamanın duyarlılık ve gürültü seviyesi açısından en iyi sonucu verdiği belirlenmiştir. Bu nedenle kullanılan bütün sensörler 3KHz’lik kayma yapılacak şekilde kaplanmıştır. Şekil 3.15’de de görüldüğü gibi kaplama yapılmış sensörlerin yüzeyi mikroskop altında incelenmiş ve fotoğrafları çekilmiştir. Kullanılan kimyasalların QCM

yüzeyine eşit bir şekilde dağıldığı görülmüştür. Şekilde yer alan ilk resim kaplamasız bir QCM yüzeyini gösterirken diğer beş resim farklı kimyasalların yüzey dağılımını göstermektedir. Çözücü kimyasal içerisinde daha çok çözünen maddelerin yüzeyde dağılımının daha homojenik olduğu gözükmemektedir.



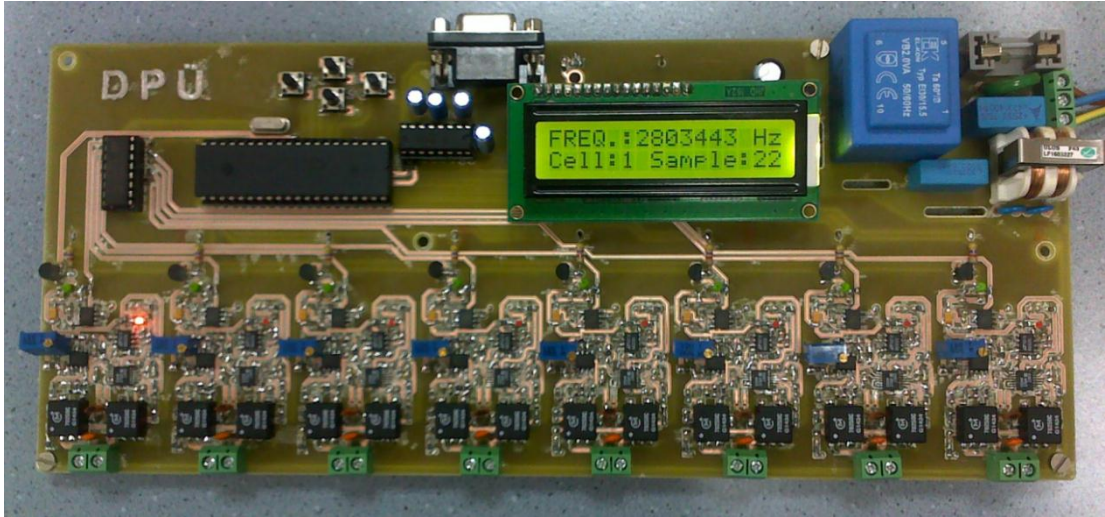
Şekil 3.15. Kaplanmış QCM yüzeylerinin mikroskop altındaki görüntüleri.

3.4. Gömülü Sistem

Tasarlanan elektronik dil sisteminin en temel bileşenlerinde bir diğeri de gömülü sistemdir. Gömülü sistem osilatör devrelerinin kontrolünü gerçekleştirirken aynı zamanda bilgisayar yazılımı ile entegre bir şekilde çalışarak ölçüm için gerekli olan veri iletişimini sağlamaktadır. Ölçüm sistemine bağlı olan motor, sensör vb. çevresel unsurlarının da kontrolünü gerçekleştirmektedir.

Tez çalışması süresince ihtiyaçlar doğrultusunda dört farklı gömülü sistem tasarımı gerçekleştirilmiştir. Bunlardan ilki; sekiz adet osilatör devresinin de yer aldığı kontrol kartıdır

ve Şekil 3.16’da gösterilmiştir. Devre osilatör devreleri, mikrodnetleyicili kontrol kısmı ve güç katı olmak üzere üç kısımdan oluşmaktadır. Osilatör devreleri daha önceden bahsedilmiş olan tekli osilatör devresinin çoğaltılmış halidir. Kontrol kısmında bir adet mikrodnetleyici, osilaör devrelerinin anahtarlamaı için 8x1 multiplexer ve bilgisayar ile iletiıımı saęlayabilmek adına MAX-232 ara yüzünden oluşmaktadır. Güç katında geleneksel bir güç devresi kullanılmış, giriıte şebekeden gelecek olan gürültülerden sistemin minimum düzeyde etkilenmesi için filtre devresi kurulmuıtır. Mikrodnetleyici olarak Microchip firmasının 8 bitlik bir entegresi olan PIC16F877 seçilmiıtır. Belirli aralıklarla osilatör devrelerinden örneklemeler alarak bunları hem LCD ekranda gösterip hem de seri port vasıtasıyla bilgisayarda yazılacak olan arayüz programına iletecektir. Sistem hem bilgisayar yazılımı ile beraber çalışabilmekte hem de LCD ekran ve kullanıcı seçimlerinin yapıldığı butonlar sayesinde bilgisayardan bağımsız olarak da ölçüm alabilmektedir.

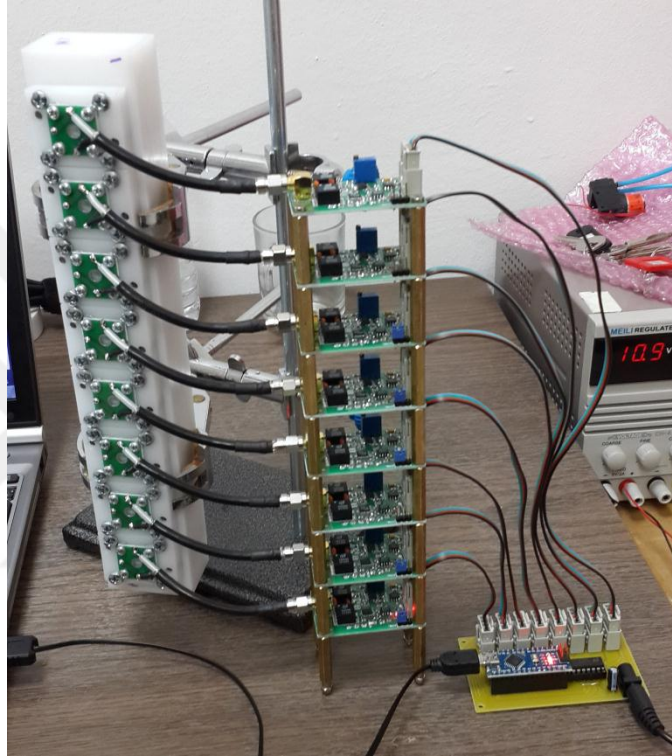


Şekil 3.16. Gömülü Sistem kartı sürüm 1.

Cihazın iki ayrı çalışma modu bulunmaktadır, bunlar: tek ve dizi çalışma modudur. Tek çalışma modunda aktif edilmek istenen sensör hücresi seçilerek istenilen süre boyunca örnek alınması sağlanmıştır. Dizi modunda ise bütün hücreler sıra ile aktif edilerek hepsinden örnekler alınmıştır.

Tasarlanan bu ilk devrede hem tasarımsal hatalar hem de ileriye yönelik bazı mantıksal kısıtlamalar olduğu ortaya çıkmıştır. İlk olarak tasarım aşamasında güç katının verebileceği güç hesapları yapılırken, iki veya daha fazla osilatör devresinin aynı anda çalışma durumunda çekeceği akımlar göz ardı edildiği için güç katı yetersiz kalmıştır. İkinci bir sıkıntı, tüm osilatör devrelerinin aynı kart üzerinde bulunması çoklu çalışma durumları olması gerektiğinde, bu

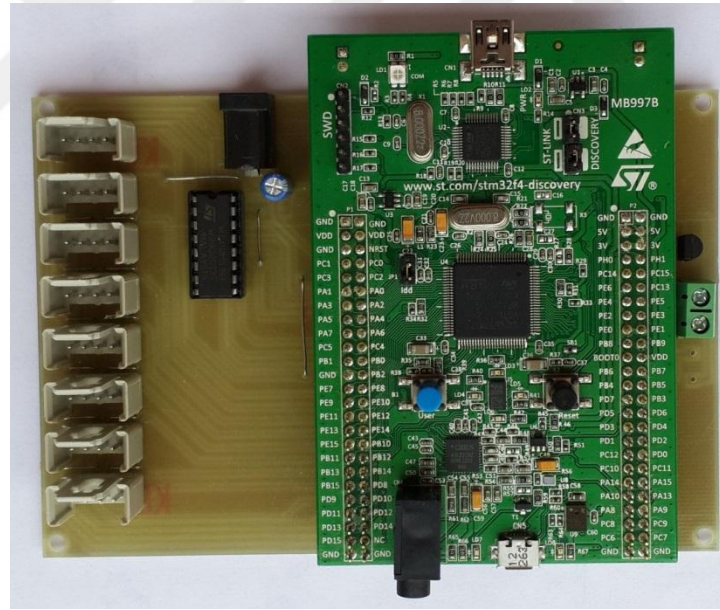
devrelerin birbirlerinden etkilenmelerine sebebiyet verebileceği gerçeği idi. Diğer bir sorun, osilatör kartlarından bir veya bir kaçının arızalanması durumunda bütün sistemin işleyişinin aksayacağı yönünde olmuştur. Bir diğer sıkıntı ise mikrodenetleyicinin hızının yavaş olması ve mikrodenetleyici için yazılan yazılımın PIC Basic Pro dilinde yazılmış olması nedeni ile frekans değerlerinin işlenmesinde çok fazla zaman kaybına sebebiyet vermesi olarak gösterilebilir.



Şekil 3.17. Gömülü Sistem kartı sürüm 2.

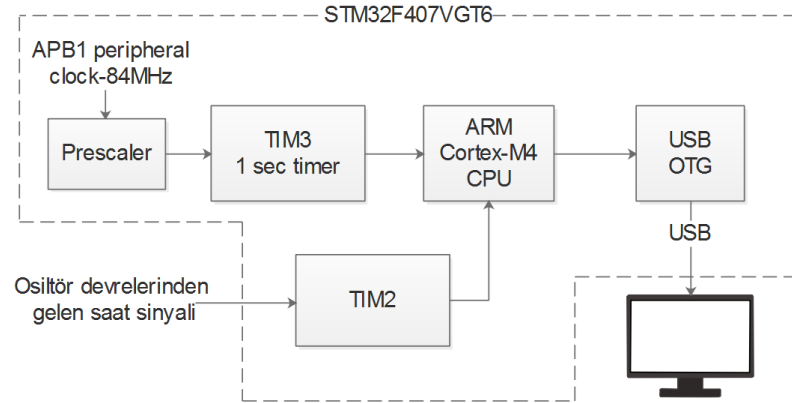
Tasarlanan ikinci gömülü sistem kartı Şekil 3.17’ de gösterilmiştir. Bu kartta tasarım aşamasında çok fazla zaman kaybetmemek adına Arduino nano kullanılmıştır. Arduino tabanlı mikrodenetleyiciler hem tasarım kolaylığı hem de çok kaynak olması sebebi ile günümüzde tercih edilmektedirler. Kart, bilgisayar ile USB üzerinden bağlantı kurmaktadır. İlk sürümdekinin aksine güç katına bu tasarımda yer verilmemiştir, onun yerine bir güç girişi ile dışarıdan bir kaynak ile besleme yoluna gidilmiştir. Bu tasarımda osilatör devrelerinden gelen saat sinyali sayarken internet üzerinden bulunan bir kütüphane dosyası kullanılmıştır. Fakat hassasiyet açısından çok fazla iyi olmadığından ve kartın yeteri kadar çevresel birimi kontrol edecek bağlantısı olmadığından ileride sıkıntı yaşanabileceği gerekçesi ile bu tasarımdan da vazgeçilmiştir. Aynı zamanda bu tasarımla hız açısından da yeterli bir seviyeye çıkılamamıştır.

Gömülü sistemin tasarlanan üçüncü sürümünde hem çevresel bağlantılar için giriş ve çıkışlarının daha çok olması hem de çalışma hızının daha yüksek olması nedeni ile ARM tabanlı bir mikrodenetleyici seçilmiştir. STM firmasının STM32F407VG entegresini barındıran STM32F4 Discovery geliştirme kartı kullanılmıştır. Bu mikrodenetleyici 32 bitlik ARM Cortex-M4 tabanlı bir mikrodenetleyicidir; 1 Mbyte Flash belleğe, 192 Kbyte RAM alanına sahiptir. Arduino nano kartına göre çok daha üst seviye bir kart olup daha kararlı bir çalışma sergilemektedir. Bu geliştirme kartının üzerine takılıp kullanıldığı arayüz kartı da Şekil 3.18'de görüldüğü gibidir. Kart üzerinde ortam koşullarını ölçmek için sıcaklık sensörü yerleştirilmiştir, ayrıca sıvı sıcaklığını ölçmek için kullanılan sıcaklık sensörünün bağlanması için de klemens ile bir giriş bağlantısı kart üzerine eklenmiştir. Yine ilk sürümde olduğu gibi kart üzerinde bir adet multiplexer yer almaktadır ve osilatör kartlarından gelen sinyalleri sıra ile okumak için kullanılmaktadır. Bilgisayar ile bağlantı kurmak için USB bağlantısı kullanılmıştır. Yazılımı Keil programı üzerinde C dili ile yazılmıştır.



Şekil 3.18. Gömülü Sistem kartı sürüm 3.

Entegre içerisine gömülen programın blok şeması Şekil 3.19'da gösterildiği gibidir. İki adet timer kullanılmış olup, TIM3 bir saniyelik örnekleme periyotlarını sağlamakla görevlidir. Timer 2 ise dışarıdan osilatör devrelerinden gelen saat sinyalinin yükselen kenar tetiğinde içindeki sayıcı değerini bir arttırmaktadır.

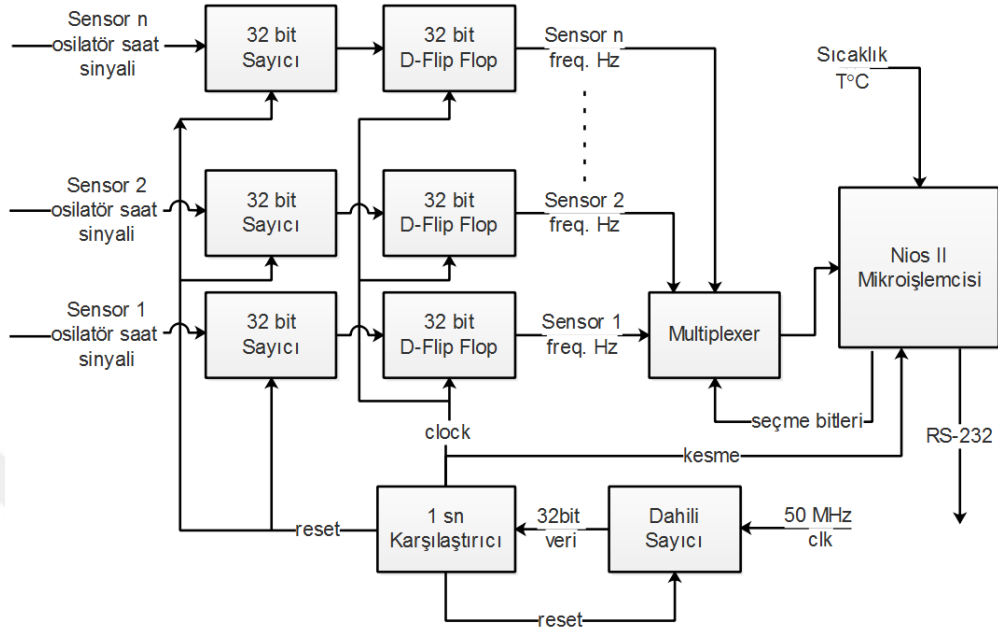


Şekil 3.19. Programın blok şeması.

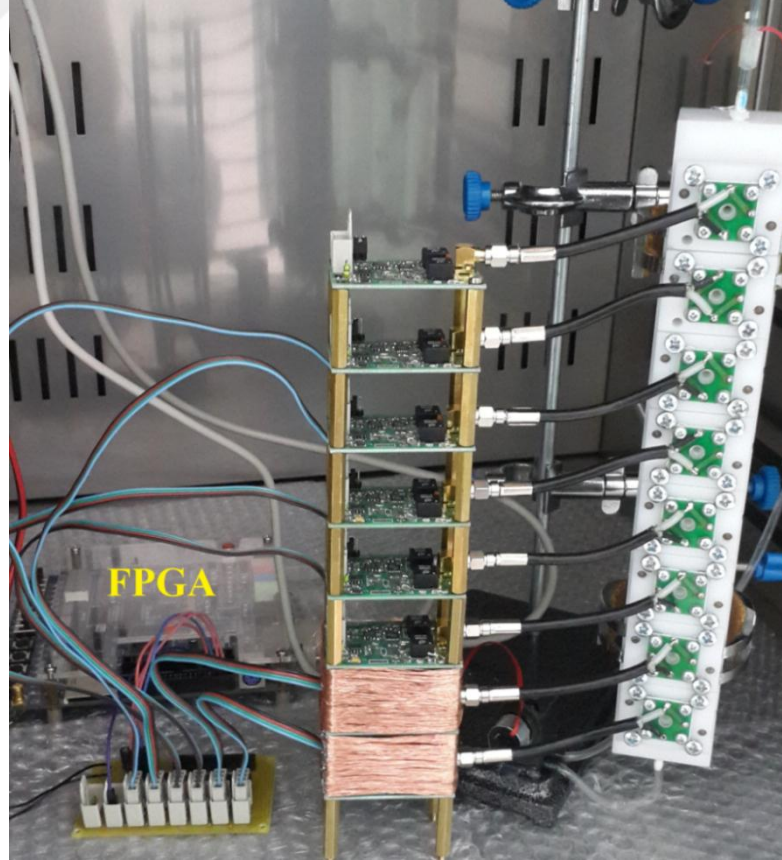
Tasarlanan gömülü sistem kartının üçüncü sürümü ilk iki sürümüne nazaran çok daha kararlı bir şekilde çalışmıştır. Her ne kadar kullanılan ARM tabanlı mikrodenetliyecinin çalışma freaknsı PLL yardımıyla 168MHz çıkarılabiliyor olsa da ölçümler sırasında yazılımdaki yavaşlıktan kaynaklı 5Hz lik bir frekans salınımı ortaya çıkmıştır. Bu salınım ölçümler sırasında ortalama değerler alınarak yok edilebilse de farklı bir gömülü sistem arayışına girilmiştir.

Son ve nihai gömülü sistem tasarımında FPGA (field programmable gate array-Alanda Programlanabilir Kapı Dizileri) seçilmiştir. Böylelikle bir önceki sürümde karşılaşılan 5Hz lik salınım ortadan kaldırılmıştır. Bu tasarımda Altera firmasının DE1 geliştirme kartı kullanılmıştır. Bu kart üzerinde Altera Cyclone II 2C20 FPGA entegresi bulunmaktadır. FPGA sayesinde, sitem üzerinde herhangi bir değişiklik veya genişleme yapmak eskisinden çok daha kolay bir hal almıştır. Sensör dizisinde artış yaşandığında FPGA bu artışı karşılayabilecek bir yapıdadır, sistem genişlemeye müsaittir. Sensör dizisindeki bütün sensörlerin aynı anda çalışma durumunda osilatörlerden gelen saat sinyallerinin paralel bir şekilde işlenmesi gerekmektedir. Bu paralellik için seçilebilecek en iyi sistemlerden biri FPGA tabanlı bir sistem olmaktadır. FPGA içerisinde oluşturulan blokların şeması Şekil 3.20’ de gösterildiği gibidir.

Her bir osilatör devresinden gelen sinyalleri saymak için 32 bitlik sayıcılar oluşturulmuştur, bu sayıcıların saat sinyalleri osilatör kartlarına bağlıdır. Frekansları birer saniye aralıklarla örnekleme yapmak için, bir saniyelik zamanlayıcı devresi kurulmuştur. Bu zamanlayıcı devresinin saat sinyali geliştirme kartı üzerinde bulunana 50MHz’lik kristalden alınmaktadır. Bir saniyelik süre tamamlandığı an sayıcıların çıkışlarına bağlı olan 32 bit’ lik D-Flip Flop’ lar tetiklenerek sayıcı çıkışındaki sayıları hafızaya almaları sağlanmaktadır. Bu şekilde daha hassas bir ölçüm kurgulanmış olmaktadır.



Şekil 3.20. FPGA blok şeması.



Şekil 3.21. Gömülü Sistem kartı sürüm 4.

Altera firmasının sanal mikroişlemcisi olan Nios II, FPGA içerisine dâhil edilmiştir. Bu mikroişlemci üzerinde koşacak olan program kodu yazılarak, kartın bilgisayar ile iletişimi, örneklerin alınması gibi bir takım işlerin kontrolleri gerçekleştirmesi sağlanmıştır. Nios II mikroişlemcisi birer saniye aralıklarla tetiklenerek multiplexer vasıtasıyla her bir sensörün frekans değerini D Flip Flop'lerden okur ve RS-232 portu üzerinden bu bilgiyi bilgisayara iletir. Aynı zamanda ölçümlere başlamadan önce, bilgisayar yazılımı ile iletişim kurarak hangi sensörlerin aktif edileceği, ne kadar süre ile ölçüm alınacağı bilgisini de alarak ölçümü bu şekilde başlatır.

Tasarlanan son gömülü sistem ve ölçüm sisteminin görseli Şekil 3.21' de gösterilmiştir. Burada FPGA ile osilatör devreleri arasındaki bağlantı, gömülü sistemin ikinci sürümünde kullanılan kart vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir.

FPGA tabanlı bir gömülü sistem kullanmanın avantajları ise; genişlemeye müsait bir yapı kurulmuştur, daha hassas ölçümler alınabilmektedir, istenildiği takdirde aynı anda bütün osilatör devrelerinin çalışmasına ve örneklenmesine imkan sağlanmıştır, son olarak da kurgulanan lojik yapı farklı bir firmanın veya daha iyi ve hızlı bir FPGA entegresinin kullanılması gerektiği bir durumda kolaylıkla adapte edilebilecektir.

En son iki tasarım olan ARM ve FPGA tabanlı kartların performansları karşılaştırılmıştır. Bu amaçla tasarımların örnekleme yapacakları saat sinyalleri ticari bir sinyal jeneratörü üzerinden ayarlanmıştır. Bu sinyal her iki sistemin girişine uygulanmış ve giriş sinyali ile ölçülen değer arasındaki farklar hesaplanmıştır ve sonuçlar Çizelge 3.1'de gösterildiği gibi gerçekleşmiştir.

Çizelge 3.1. STM32F407 ve FPGA'li tasarımlarının ölçüm performansı karşılaştırması.

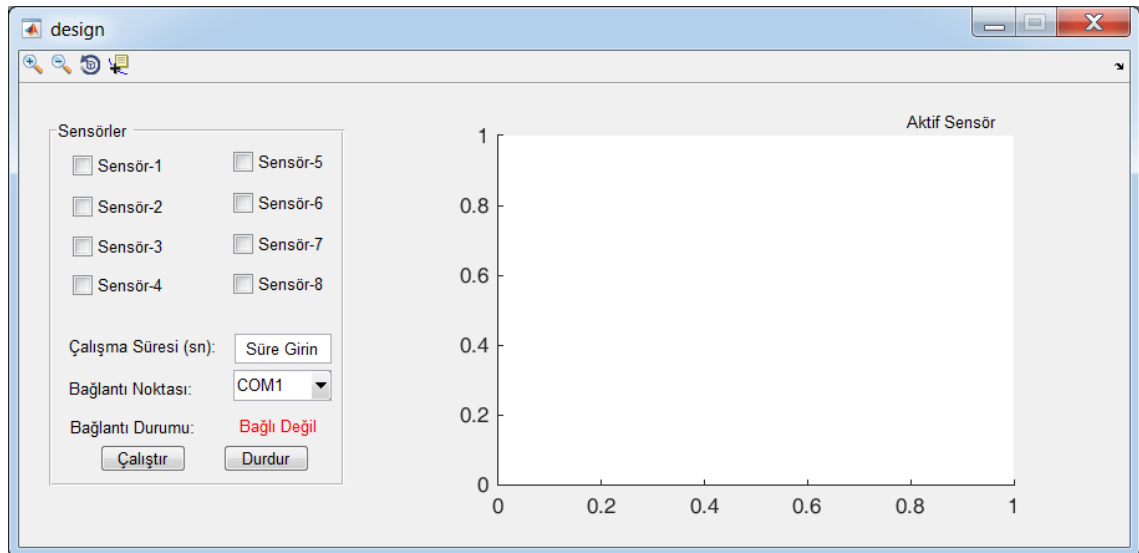
	Giriş Frekansı	ARM tabanlı devre	FPGA tabanlı devre	ARM Hata	FPGA Hata
Hertz	10	10	10	0	0
	100	100	100	0	0
	1000	999,95	1000	0,05	0
	10000	9999,5	10000	0,5	0
	100000	99995	100000	5	0
	1000000	999949	1000001	51	1
	5000000	4999753	5000007	247	7
	6000000	5999699	6000007	301	7

Çizelgeden de görüleceği üzere giriş sinyalinin frekansı arttıkça ARM tabanlı ölçüm sisteminin hata oranı artmaktadır. Bu çalışmada da kullanılmış olan QCM'lerin frekans değeri

olan 5 MHz'lık giriş sinyali için ARM tabanlı sistem 247 Hz'lik bir hata ile ölçüm gerçekleştirirken, FPGA sadece 7 Hz'lik bir hata ile ölçümleri gerçekleştirmiştir

3.5. Arayüz Programı

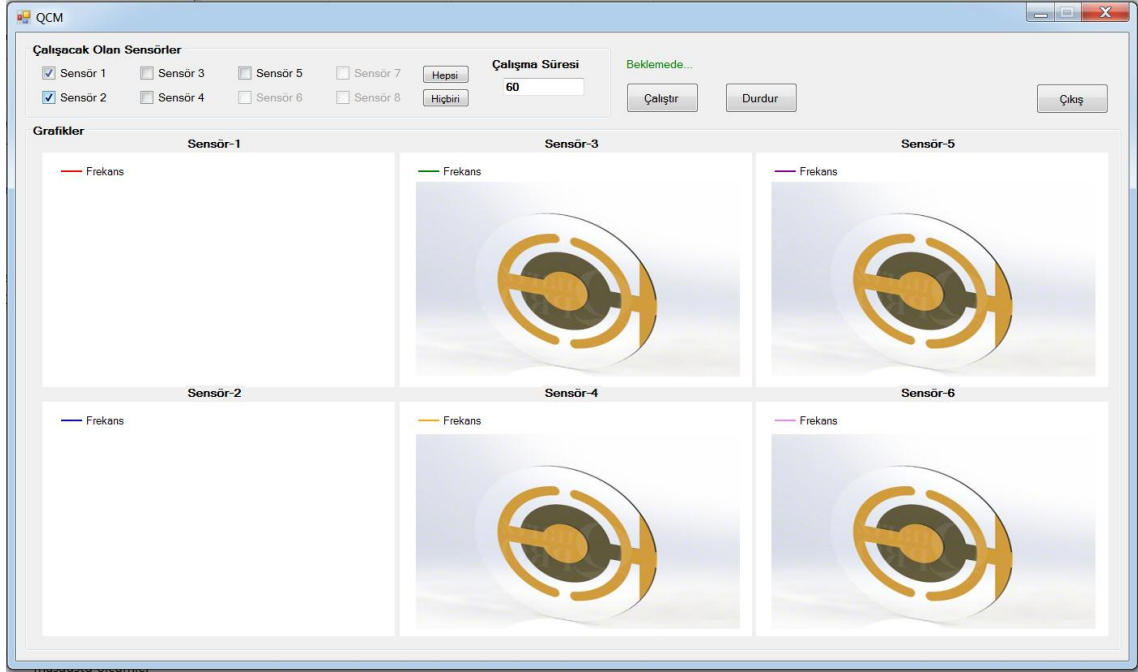
Tasarlanan elektronik dil sisteminde verilerin alındıktan sonra yorumlanıp sonuçlandırılması gerekmektedir. Bu verilerin kullanıcı istekleri doğrultusunda alınması, bir yerde saklanması vb. gereksinimleri bilgisayar üzerinde çalışan yazılım vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir. Gömülü sistem de olduğu gibi arayüz programında da farklı yazılım denemeleri olmuştur. İlk önce verilerin kayıt edildikten sonra veri işleme aşamasında Matlab programının kullanılacağı düşüncesi ile ilk arayüz programı Matlab ortamında Graphical User Interface (GUI) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu programın ekran alıntısı Şekil 3.22'de gösterilmiştir. Sol tarafta yer alan kutucuklardan hangi sensörlerin aktif edileceği seçiliyor. Onların altındaki kutucuğa sensörlerin çalışma süreleri saniye cinsinden giriliyor. Hemen altında ise gömülü sistem kartının hangi seri porta takıldığı seçilerek iletişim başlatılıyor. Yazılmış olan bu Matlab arayüz programı aşırı hantal olması ve bazı birtakım hataların giderilememesi nedeni ile terk edilmiştir. Bu tasarımda aynı anda sadece bir sensör çalıştırılması durumu söz konusu olup dolayısıyla tek bir sensörün verisi izlenebilmektedir.



Şekil 3.22. Matlab ortamında gerçekleştirilen arayüz programı.

Arayüz programının ikinci sürümü ise FPGA tabanlı gömülü sistem için tasarlanmıştır. Bu program Visual Studio programında C# dilinde yazılmıştır. Programın ekran alıntısı aşağıdaki gibidir. FPGA'li sistemden birden fazla sensör aynı anda çalıştırılabildiğinden

ekranda bütün sensörler için anlık değerleri görmek için grafikler yerleştirilmiştir. Bu tasarım Matlab ortamındaki tasarımın aksine çok daha hızlı ve anlık tepkiler verebilmektedir.



Şekil 3.23. Visual Studio ortamında gerçekleştirilen arayüz programı.

Matlab programındakinin aksine seri port ayarı için seçim konulmamıştır, program açıldığında otomatik olarak seri portları taramakta ve cihazın bağlı olduğu seri portu bulmaktadır.

Aktif olacak sensörler sol üstte olan kutucuklardan seçilir ve çalışma süresi yine saniye cinsinden girilir. Çalıştır butonu tıklandığı an ayarlanmış veriler seri port üzerinden FPGA kartına iletilir ve veri bekleme moduna geçilir. Her gelen veri ait olduğu grafikte gösterilir ve veri iletişimi bittiğinde alınan bütün veriler bir excel dosyasına kayıt edilir.

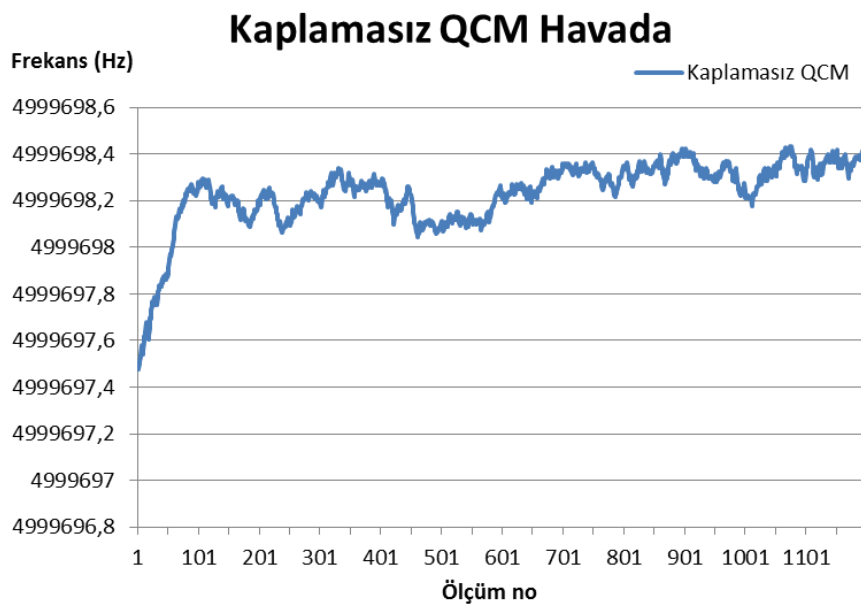
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalar iki ana kısma ayrılabilir. İlki asıl testlere başlamadan önce gerçekleştirilen ön ölçümlerdir, ikincisi ise test edilecek analitler üzerinde gerçekleştirilen ölçümlerdir.

4.1. Ön Ölçüm Çalışmaları

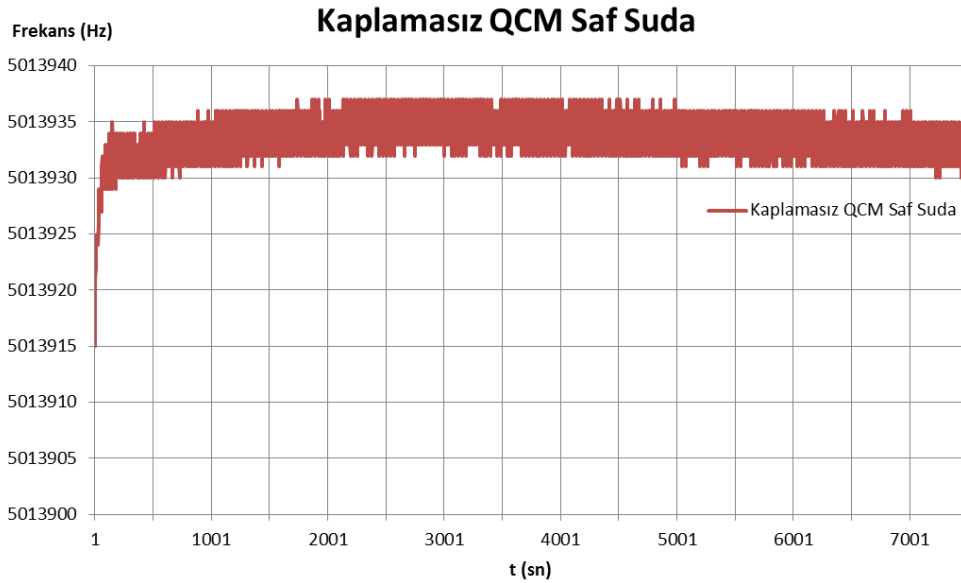
İlk adımda ön ölçüm çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Ön ölçüm çalışmalarında 3 farklı hedefe yönelik ölçümler alınmıştır. Bunlardan ilki, tasarlanan osilatör devresinin kararlılığını görmek adına gerçekleştirilen ölçümlerdir. İkincisi, sistemde asıl test edilecek sensörlerin ve analitlerin belirlenmesine yönelik ölçümlerdir. Üçüncüsü, testlerde uygulanacak olan ölçüm prosedürünün tespit edilmesine yönelik çalışmadır.

Tasarlanan osilatör devresinin ölçümlerde doğru sonuçlar verdiğinden emin olmak testlerin devamı için hayati önem taşımaktadır. Nitekim sonuçların doğru bir şekilde alınmasının ilk adımı osilatör devresinin kararlı bir şekilde çalıştığından emin olmaktan geçmektedir. Sıvı ortamda ölçümlere başlamadan önce hava ortamında kaplamasız QCM kristali ile ölçümler alınmıştır. Bu ölçümlerden birisini gösteren grafik Şekil 4.1’de gösterilmiştir. Bu ölçüm esnasında gömülü sistemimiz kullanılmamıştır, Agilent marka frekans sayıcı cihaz ile ölçümler alınmış ve excel ortamında kayıt edilmiştir. Grafik bir saatlik ölçümü yansıtmaktadır, 3 sn de bir ölçüm alınmıştır.



Şekil 4.1. Kaplamasız QCM kristalinin hava ortamında 1 saatlik tepkisi.

Grafikten de görüleceği üzere, frekans değeri, osilatör devresi kararlı hale geldikten sonra 0,2 Hz gibi çok ufak bir aralıkta salınım yapmıştır. Bu değer bizim sistemimiz açısından oldukça tatminkâr bir salınım değerini göstermektedir. Osilatör devresinin hava ortamında kararlı çalıştığını göstermek adına bir dizi daha ölçüm alınmış ve neticede salınım oranının uzun ölçümler de bile değişmediği gözlemlenmiştir. Ardından kaplamasız QCM kristali ile saf su ortamında da ölçümler gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümlerden birisi Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Bu ölçüm alınırken ARM tabanlı gömülü sistem kullanılmıştır. Daha önceki bölümlerde de bahsedildiği gibi ARM tabanlı gömülü sistem tasarımıımızda 5 Hz’lik bir salınım söz konusuydu, nitekim grafikte de bu salınım açıkça gözlemlenmektedir. Bu salınım değeri göz ardı edildiğinde kaplamasız QCM kristalinin tasarlanmış osilatör devresi ile saf su ortamında gayet kararlı bir şekilde çalıştığı gözlemlenmiştir. Grafikte iki saatlik ölçüm gözükmemektedir. Daha uzun ölçümler de alınmış ve netice değişmemiştir.



Şekil 4.2. Kaplamasız QCM kristalinin saf su ortamında 2 saatlik tepkisi.

Bu iki tip ölçüm ile osilatör devresinin kararlı bir şekilde çalıştığı ispatlanmış ve bu noktadan sonra alınacak ölçüm değerlerinin osilatör devresi kaynaklı bir sıkıntıya maruz kalmayacağı garanti edilmiştir.

Asıl ölçümlere başlamadan önce kullanılacak olan sensör kaplama kimyasalları ve test analitlerinin belirlenmesi için çok sayıda ölçüm gerçekleştirilmiştir. Öncelikle elde bulunan QCM kristalleri kaplama öncesi bir dizi temizlik işleminden geçirilmiştir. Temizlik için sıra ile

aseton, alkol, hidroklorik asit ve saf su kullanılmıştır. QCM yüzeylerinde herhangi bir artış kalmadığından emin olunduktan sonra TÜBİTAK MAM Malzeme Enstitüsü Sensör Grubundan tedarik edilmiş olan yaklaşık 10 ila 15 kaplama kimyasalı ile kaplamalar yapılmıştır. Kaplamaya başlamadan önce katı halde bulunan kimyasal kaplama malzemeleri kendi çözücülerinde çözünmeleri sağlanmıştır. Kullanılan kimyasala göre kloroform, THF veya aseton kimyasalları çözücü olarak seçilmiştir. 1mg kimyasal malzemeye 1ml çözücü eklenecek şekilde karışım ayarlanmıştır. Hazırlanan kimyasal malzemeler ufak cam tüplerde saklanmıştır (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. Hazırlanan kaplama kimyasalları.

Kısım 3.3’de anlatılan sensör kaplama düzeneği kullanılarak QCM sensörlerin kaplamaları gerçekleştirilmiştir. Kaplama prosedürünün ayrıntıları bu kısımda bahsedildiği gibidir. Sensör kaplamaları yapıldıktan sonra kristal yüzeyinde kalan sıvı çözücü malzemenin tamamen uzaklaştırılması amacıyla QCM ’ler 17-18 saat boyunca 50°C sıcaklıkta bekletilmişlerdir.

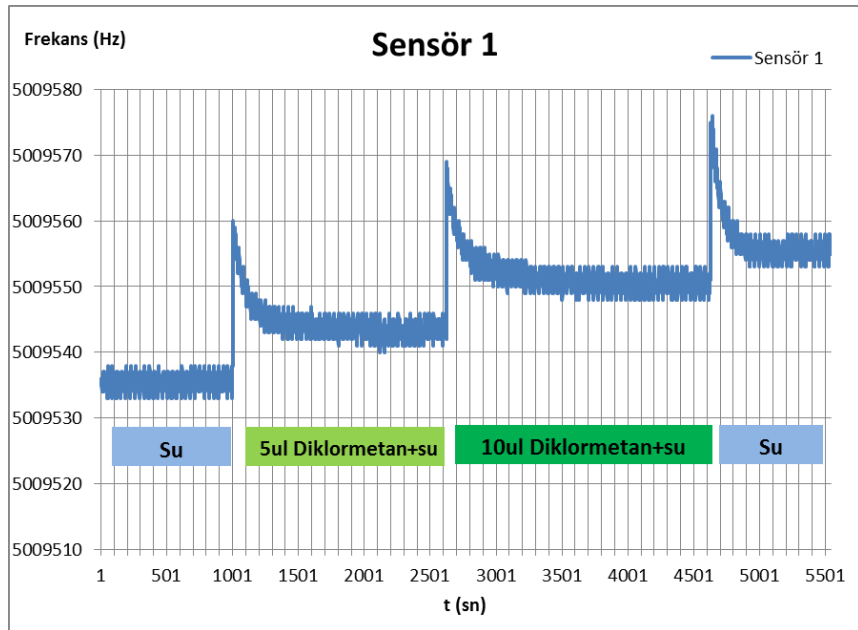
Kaplamalı QCM’ler ile öncelikle hava ortamında ölçümler gerçekleştirilmiştir. Ardından sensörler saf su ortamında test edilmeye başlanmıştır. Kaplamalardan bazıları saf su ile temas ettiklerinde QCM yüzeyinden kalkmaya başlamışlardır. Bazıları su devir daimi esnasında soyulmuştur. Bir grup ise sensörler aktif hale getirilip çalışmaya başladıklarında kristal yüzeyinden soyulmaya başlamışlardır. Tabi bu durumda kaplama sonrası salınım frekansları, kaplama kalınlığı ile ilişkili olarak azalmış olan sensörlerin, soyulma neticesinde salınım frekansları tekrar yükselmiştir. Ve zamanla bu yükselmeler devam etmiştir. Bu durumda da sensörlerin ölçümlerde kullanılabilmesi olanaksız hale gelmektedir. Saf su da çalışma durumunda soyulmayan kaplama kimyasalları ile ölçümlere devam edilmiştir.

Bu kaplamalar ile hangi analitlerin test edileceğine karar vermek adına ikinci tip ölçümlere başlanmıştır. Bu kısımda elde bulunan kimyasal malzemelerle (Şekil 4.4’de bazı kimyasallar yer almaktadır) çeşitli konsantrasyonlarda analitler hazırlanmıştır.



Şekil 4.4. Analit olarak denenene kimyasallardan bazıları.

Hazırlanan bu analitlerle herbir sensör için testler gerçekleştirilmiştir. Bazı sensörler ise bu test kimyasallarına maruz kaldıklarında kaplamalarında aşınmalar meydana gelmiştir. Örneğin; sensör 1 kimyasalının diklormetan içeren analit ortamında soyulduğu, Şekil 4.5'den anlaşılmaktadır. Sensörün saf su altındaki ilk frekans değeri 5009535 Hz iken, 5ul diklormetan içeren analit sıvısında test edilmeye başlandığında, sensörün salınım frekansı 10 Hz artarak 5009545 Hz'e yükselmiştir. Ardından 10ul diklormetan içeren analit içerisine sokulduğunda frekans yaklaşık bir 10 Hz daha artmıştır. Devamında uygulanan saf su da ise ilk saf su ölçümüne nazaran 20 Hz daha yüksek bir frekans değerinde salınım gerçekleştirmiştir.

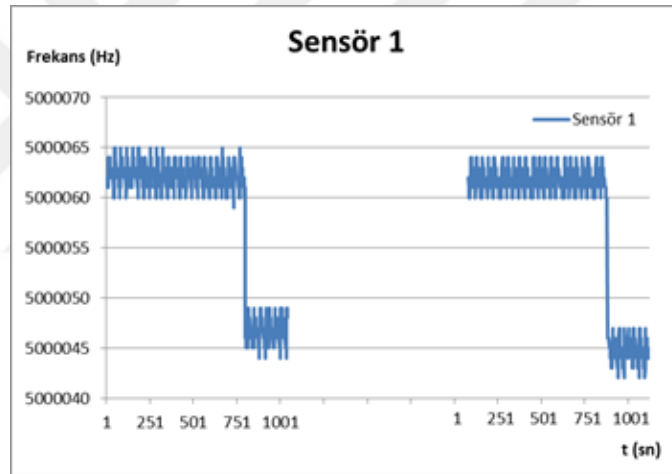


Şekil 4.5. Sensör 1'in diklormetan ile ölçümü.

Kimi sensörler bu analitlere tepki vermez iken kimileri vermiştir. Çizelge 4.1’de hazırlanan analitlerden bazılarına sensörlerin vermiş oldukları tepkiler gözükmektedir. Detaylı inceleyecek olursak butanol ve propanol için testte kullanılan üç sensörden tepki alınamamış iken tolüen için iki sensörden tepki alınmıştır.

Çizelge 4.1. Sensörlerin test analitlerinden bazılarına olan tepkileri.

	Ölçüm	Kaplamasız QCM	Sensör 1	Sensör 2	Sensör 4
Δf (Hz)	5ul Butanol	2	1	-4	3
	10ul Butanol	2	-1	0	-2
	5ul Propanol	-1	0	2	1
	5ul Toluen	1	15	25	-1



Şekil 4.6. Sensör 1'in farklı zamanlardaki ölçümü.

Şekil 4.6’da Sensör 1’in önce saf suda ardından 5ul tolüen içeren analit ile ölçümü gösterilmektedir. Belirli bir süre sonra ölçümler tekrarlanmış ve saf su ile 5ul tolüen içeren analit için aynı ölçüm sonuçları elde edilmiştir. Grafikteki x eksenini temsili değerleri göstermekte olup iki ölçüm arasındaki bekleme süresi 20 saattir.

Ön testler neticesinde ölçümlere tolüen, kloroform ve karbon tetraklorür ile devam edilmeye karar verilmiştir. Test edilecek analitler hazırlanırken 300ml saf suya farklı miktarlarda kimyasal malzemeler karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi tam bir homojen karışım elde etmek için Şekil 4.7’ da gösterilen manyetik karıştırıcı yardımıyla gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.7. Karışım hazırlamada kullanılan manyetik karıştırıcı.

Testlerde kullanılan tüm analitlerin ppm (parts per million-milyonda bir birim) oranları aşağıdaki tablolarda gösterilmiştir. Çizelge 4.2’de tek bir kimyasal madde içeren test analitlerindeki kimyasal oranları ppm cinsinden gösterilmiştir. Tabloda kimyasallar formül şeklinde gösterilmiştir, şöyle ki: C_7H_8 =Toluen, $CHCl_3$ =Kloroform, CCl_4 =Karbon tetraklorür.

Çizelge 4.2. Tek kimyasal içeren analitlerdeki kimyasal miktarları.

No	Tek Kimyasallı Karışımlar		
	C_7H_8	$CHCl_3$	CCl_4
1	14,44	0	0
2	28,88	0	0
3	43,32	0	0
4	57,76	0	0
5	72,20	0	0
6	0	197,71	0
7	0	395,42	0
8	0	593,13	0
9	0	790,84	0
10	0	988,55	0
11	0	0	26,49
12	0	0	52,98
13	0	0	79,47
14	0	0	105,96
15	0	0	132,45

Çizelge 4.3. İkili farklı kimyasal içeren analitlerdeki kimyasal miktarları.

No	1. Tip Karışım			2. Tip Karışım			3. Tip Karışım		
	C ₇ H ₈	CHCl ₃	CCl ₄	C ₇ H ₈	CHCl ₃	CCl ₄	C ₇ H ₈	CHCl ₃	CCl ₄
1	14,44	0	26,49	14,44	197,71	0	0	197,71	26,49
2	14,44	0	52,98	14,44	395,42	0	0	395,42	52,98
3	14,44	0	79,47	14,44	593,13	0	0	593,13	79,47
4	14,44	0	105,96	14,44	790,84	0	0	790,84	105,96
5	14,44	0	132,45	14,44	988,55	0	0	988,55	132,45
6	28,88	0	26,49	28,88	197,71	0	0	197,71	26,49
7	28,88	0	52,98	28,88	395,42	0	0	395,42	52,98
8	28,88	0	79,47	28,88	593,13	0	0	593,13	79,47
9	28,88	0	105,96	28,88	790,84	0	0	790,84	105,96
10	28,88	0	132,45	28,88	988,55	0	0	988,55	132,45
11	43,32	0	26,49	43,32	197,71	0	0	197,71	26,49
12	43,32	0	52,98	43,32	395,42	0	0	395,42	52,98
13	43,32	0	79,47	43,32	593,13	0	0	593,13	79,47
14	43,32	0	105,96	43,32	790,84	0	0	790,84	105,96
15	43,32	0	132,45	43,32	988,55	0	0	988,55	132,45
16	57,76	0	26,49	57,76	197,71	0	0	197,71	26,49
17	57,76	0	52,98	57,76	395,42	0	0	395,42	52,98
18	57,76	0	79,47	57,76	593,13	0	0	593,13	79,47
19	57,76	0	105,96	57,76	790,84	0	0	790,84	105,96
20	57,76	0	132,45	57,76	988,55	0	0	988,55	132,45
21	72,20	0	26,49	72,20	197,71	0	0	197,71	26,49
22	72,20	0	52,98	72,20	395,42	0	0	395,42	52,98
23	72,20	0	79,47	72,20	593,13	0	0	593,13	79,47
24	72,20	0	105,96	72,20	790,84	0	0	790,84	105,96
25	72,20	0	132,45	72,20	988,55	0	0	988,55	132,45

Çizelge 4.3’de iki farklı kimyasal madde içeren test analitlerindeki kimyasal oranları ppm cinsinden gösterilmiştir. Üç farklı tip karışım hazırlanmıştır. İlk tipte toluen ve karbon tetraklorürün değişik konsantrasyonlarda karışımları hazırlanmış ve sıra ile bunlar test edilmiştir. Her bir analit öncesi saf su ile ölçüm alınmıştır. İkinci tip karışımda toluen ve kloroform, üçüncü tipte ise kloroform ve karbon tetraklorür kullanılmıştır.



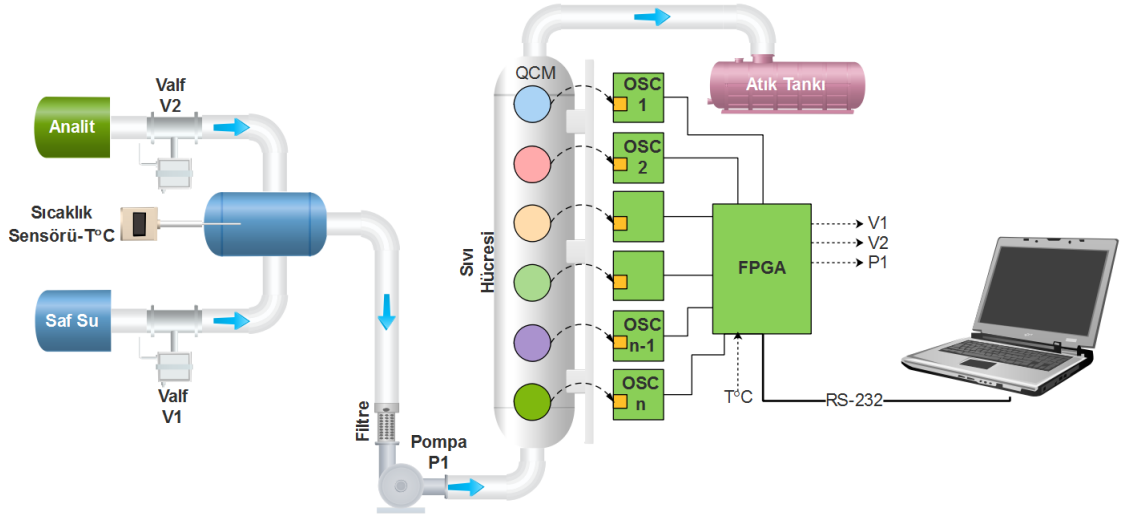
Şekil 4.8. Ölçümlerde kullanılan analitler.

Test edilecek olan analitler ölçüm yapılmadan önce hazırlanmış ve ölçüme başlamadan önce iklimlendirme kabineye yerleştirilerek 20°C sıcaklığa gelmeleri sağlanmıştır. Ölçümler sıcaklık etkisinin göz ardı edilebilmesi amacıyla iklimlendirme kabiniinde 20°C sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir. Bu nedenle ölçümde kullanılacak saf suyun ve analitlerin de ölçüm düzeneği ile aynı sıcaklıkta olması önem arz etmektedir. Ölçümlerde kullanılmak üzere hazırlanmış olan analitlerin bazıları Şekil 4.8’ de gösterilmektedir. Ölçümlerde kullanılan iklimlendirme kabini Şekil 4.9’da gösterilmiştir.



Şekil 4.9. İklimlendirme kabini.

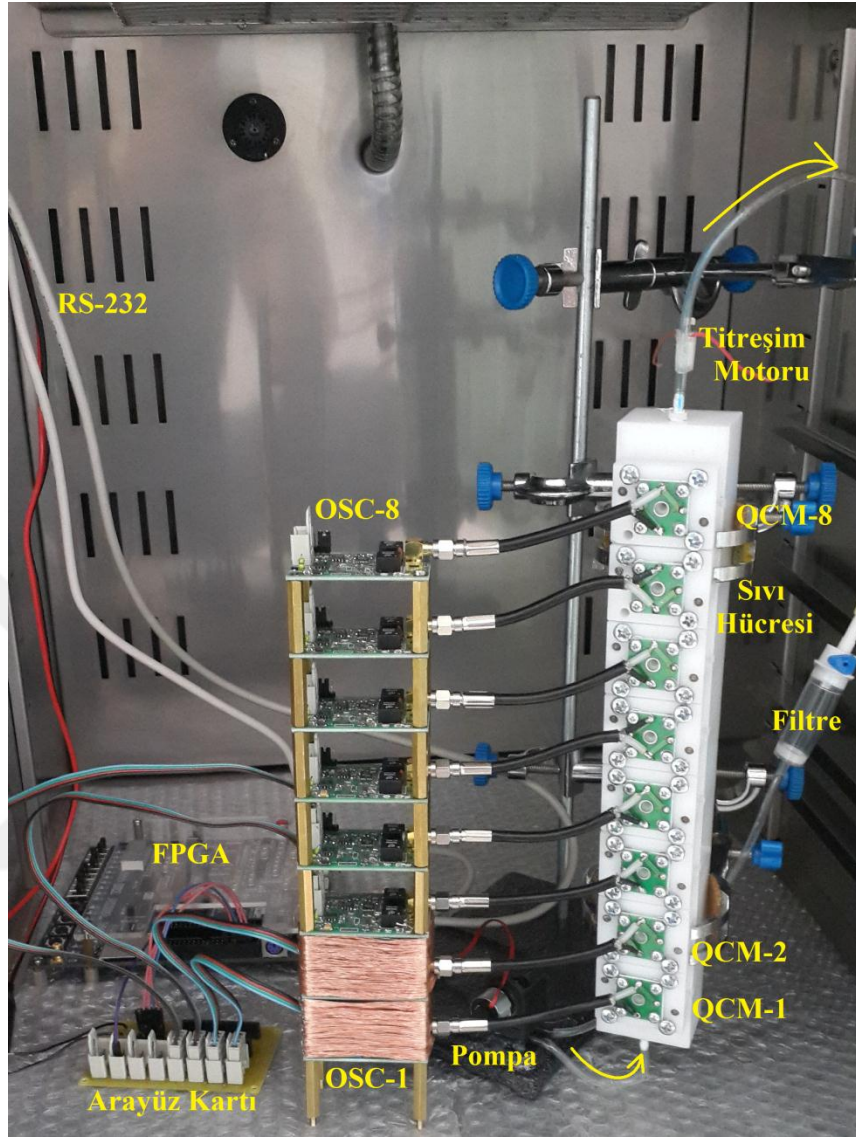
Deneysel çalışmaların son kısmında eğitim verilerinin yukarıdaki tabloda ppm konsantrasyonları verilen analitler için ölçülerek elde edilmesi sağlanmıştır. Bu ölçümlerin nasıl yapıldığına değinmeden önce tasarlanan ölçüm düzeneğimizin genel bir yapısını incelemekte fayda vardır.



Şekil 4.10. Ölçüm düzeneği blok şeması.

Şekil 4.10’da ölçüm düzeneğinin blok şeması gösterilmiştir. QCM sensörler sıvı hücresi içerisine konumlandırılmıştır. Her bir QCM sensör için osilatör devresi bulunmaktadır. Sıvı, hücrenin alt kısmından giriş yapıp üst kısmından çıkış yaptığı için bu akışı sağlamak maksadıyla hücrenin alt kısmına bir pompa yerleştirilmiştir. Şekil 4.11’de da tasarlanan ölçüm düzeneğinin gerçek hali gösterilmiştir. Sıvı hücresinin üst kısmına yerleştirilmiş olan titreşim motoru şekilde görülmektedir. Diğer iki motorla birlikte sıvı değişimi sırasında aktif edilerek hücre içerisinde kalan hava kabarcıklarının dışarı atılmasına katkıda bulunmaktadır.

Ölçümler sırasında her ne kadar saf su kullanılmış olsa da gerek sıvı değişimleri gerekse numune hazırlama esnasında sıvılara yabancı madde karışımı olmaktadır. Bu maddelerin ölçüm sonuçlarını olumsuz etkilememesi adına hücre girişine bir filtre yerleştirilmiştir. Bu filtrenin ölçümler sonundaki hali Şekil 4.12’de gösterilmiştir. Resimden de görüldüğü gibi filtreye birçok yabancı madde takılmıştır.



Şekil 4.11. Tasarlanan ölçüm düzeneği.



Şekil 4.12. Ölçümler sonunda filtrenin içi.

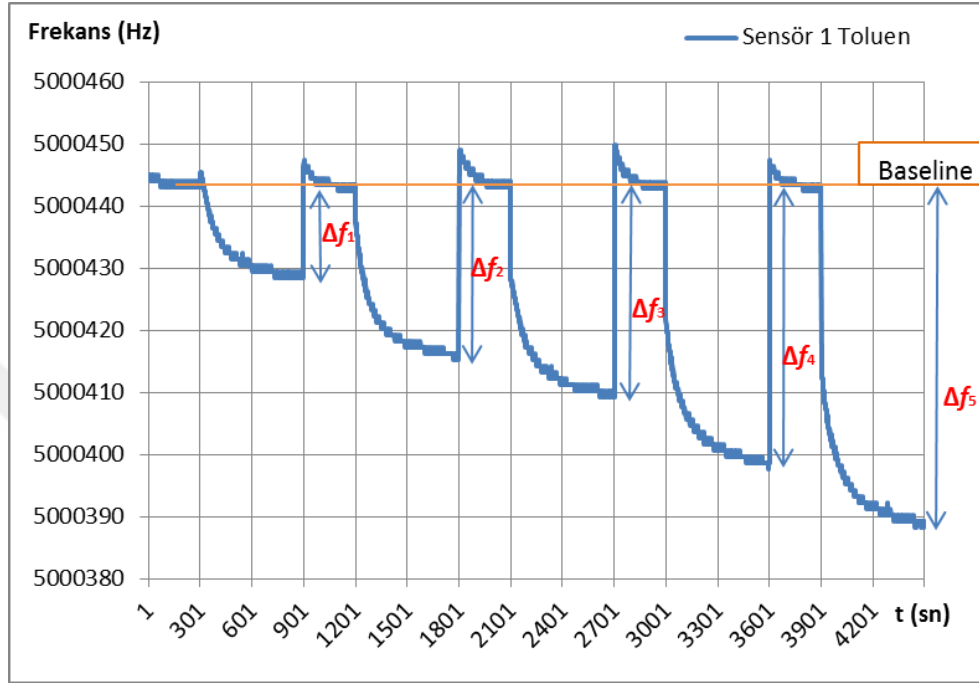
Ölçümler yapılırken bir prosedür belirlenmiş ve bütün ölçümler boyunca kararlı veriler almak için bu prosedür uygulanmaya devam edilmiştir. Bu prosedüre göre; kullanılacak olan sıvılar ölçüm öncesinde iklimlendirme kabinine yerleştirilerek, deney sıcaklığı olan 20°C'ye gelmeleri sağlanmıştır. QCM sensörler hücre içerisine yerleştirilir ve sensör PCB'leri vidalanır. Geriye kalan tüm elektriksel bağlantılar yapılır. Sıvı hücresi ilk kez doldurulacağı zaman, daha önceden de bahsedildiği gibi hücre içerisinde bulunan havanın tamamen çıkarılabilmesi için hücre kapasitesinin çok üzerinde bir saf su uygulanır. Temizleme gayesi ile de bu ilk kullanılan saf su atık tankına gönderilir. Bu işlem sırasında hem pompa hem de titreşim motorları aktif edilir. Hava kabarcıklarının tamamen giderildiğinden ve temizleme işleminin tamamlandığından emin olunduktan sonra motorlar ve pompa durdurulur, ilk ölçüm olan saf su ölçümü gerçekleştirilir. Saf su ile ölçümler beş dakika boyunca, analitlerle ölçümler on dakika boyunca sürdürülür; bu süreler ön ölçümler sonucunda sensörlerin kararlı hale gelmesi için gerekli olan süreler olarak belirlenmiştir. Beş dakikalık saf su ölçümü tamamlandıktan sonra hücre içerisindeki saf su analit ile değiştirilir. Değişim için hücre içerisindeki saf su atık tankına gönderilir. Hücre tamamen boşaltılmadan, analit sıvı hücreye verilir ve tam bir sıvı değişimi yaşanıncaya kadar hücreye konan sıvının atık tankına gönderilmesi sağlanır. Hücre içerisindeki sıvının değişimi gerçekleştiğinde, sıvı hücre içerisinde devir daim yapacak şekilde kısa bir süre daha dolandırılır. Ardından pompa ve motorlar durdurulur ve analit için ölçüm başlatılır. Analit için frekans değişimleri on dakika boyunca ölçüldükten sonra yukarıda belirtilen sıvı değişimi bu sefer saf su için gerçekleştirilir. Devamında saf su için bir beş dakika daha ölçüm alınır. Ölçümler bu şekilde bir saf su bir analit olacak şekilde Çizelge 4.2 ve Çizelge 4.3'deki bütün kimyasal karışımlar için uygulanır.

4.2. Testler ve Veri İşleme

Gerçekleştirilen ölçümler iki ana kısımda toparlanabilir. İlk kısımda, hazırlanmış olan üç farklı sensörün tek bir kimyasal içeren analitlere olan tepkileri gözlemlenmiştir. Ölçümler için kullanılan toluen, kloroform ve karbon tetraklorürün beş farklı konsantrasyonu içeren analitlerle ölçümler gerçekleştirilmiştir. Her bir sensörün, her bir kimyasal için ölçümü alınırken bir saniyede bir örnek alındığı düşünüldüğünde devasa bir veri kümesi oluştuğu gözükmektedir.

Sensör-1'in tek bir kimyasal içeren üç farklı tip ile ölçümleri gerçekleştirilmiştir ve bunlardan toluene vermiş olduğu tepkiler Şekil 4.13'de gösterilmiştir. Şekilde ilk 300 sn'lik kısım saf su tepkisini göstermektedir; bu da bizim sensörümüzün baseline (temel frekans) değerine karşılık gelmektedir. Ardından gelen 600 sn'lik kısımda 14,44 ppm toluen içeren analit

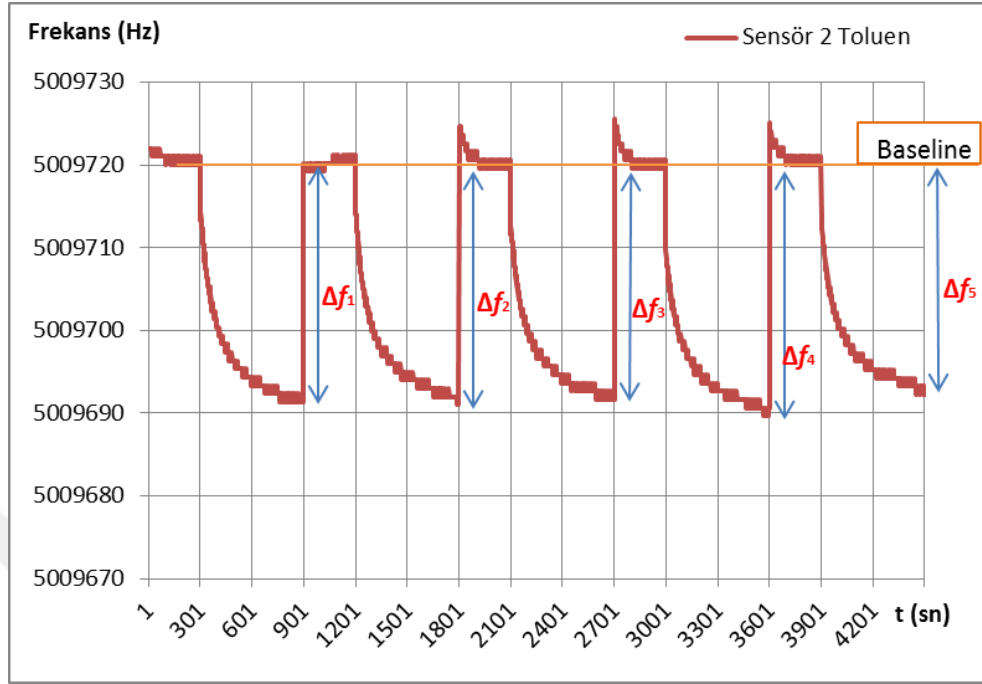
için tepkisi gözükmemektedir. Buradaki frekans kayması Δf_1 olarak ifade edilmiş olup 15,47Hz'e tekabül etmektedir.



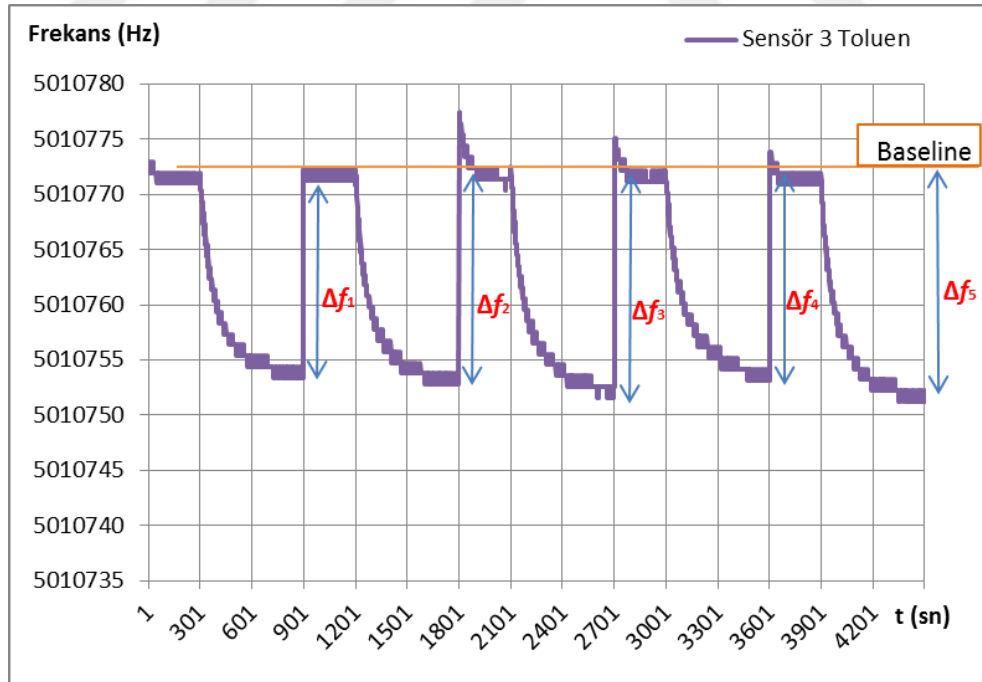
Şekil 4.13. Sensör-1'in tolüen tepkileri.

Grafikten de anlaşılacağı üzere, Sensör-1 tolüen maddesine duyarlı olan bir kaplamaya sahip olduğu için tolüen molekülleri QCM yüzeyine tutunmuşlardır. Bunun sonucu olarak QCM yüzeyindeki kütlede bir artış meydana gelmiş ve salınım frekansı daha da aşağı inmiştir. Ardından tekrar saf su uygulandığında (900-1200sn) salınım frekansı baseline'a geri yükselmiştir. Bu şekilde uygulanan tolüen miktarı arttıkça salınım frekansındaki azalama oranı da artmaktadır. Sonuç olarak grafikten de anlaşılacağı üzere Sensör-1 tolüen maddesine duyarlı bir sensör olup, test edilen karışımdaki tolüen miktarı arttırıldıkça sensörün frekans tepkisi de artmaktadır. Saf su uygulandığında ise her seferinde temel salınım frekansına döndüğü görülmektedir.

Şekil 4.14'de Sensör 2'nin, Şekil 4.15'de de Sensör 3'ün farklı tolüen konsantrasyonları için vermiş oldukları tepkiler gösterilmiştir. Grafikteki değerler Sensör 1'in değerleri ile karşılaştırıldığında bu sensörlerin tolüen için duyarlı olmadıkları sonucuna ulaşılabilir. Artan tolüen miktarları için sensörlerin vermiş oldukları tepkiler sabit kalmıştır denilebilir.



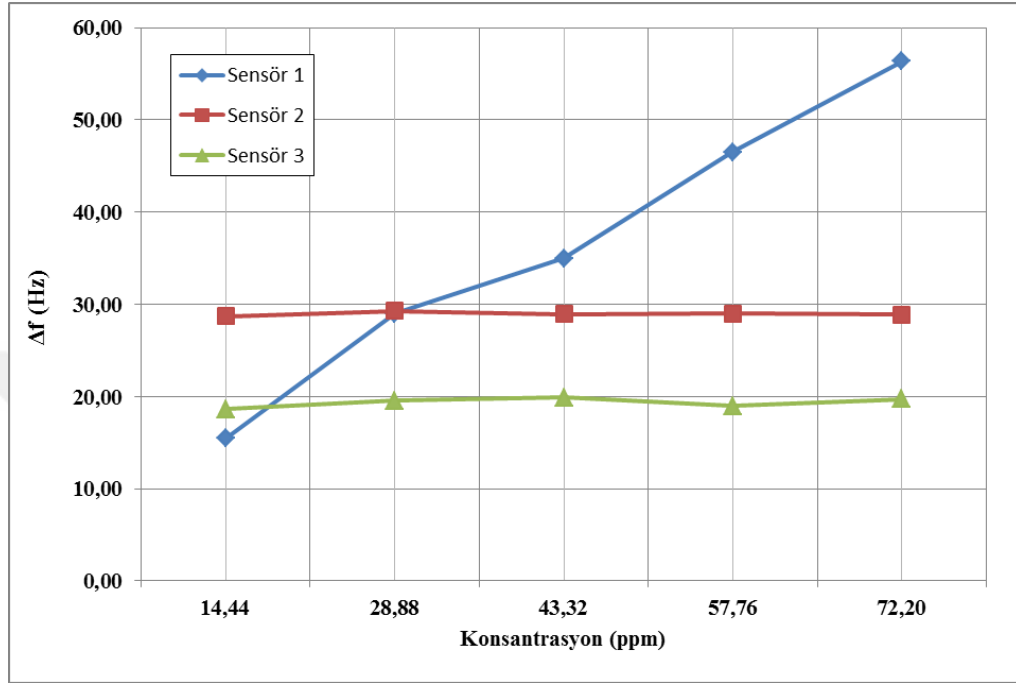
Şekil 4.14. Sensör-2'nin toluen tepkileri.



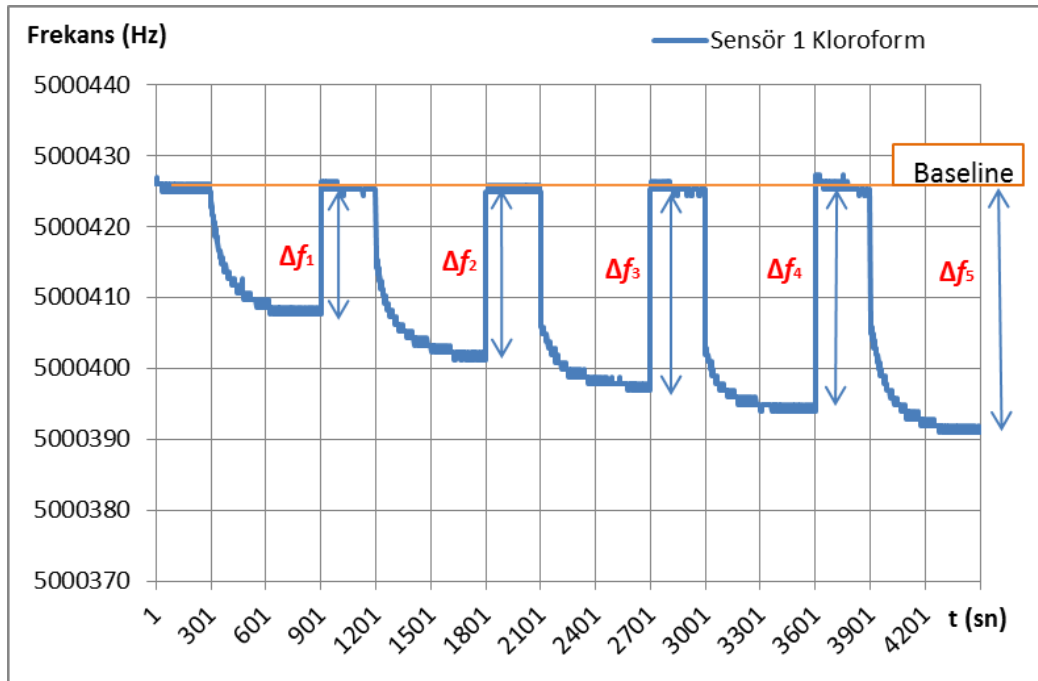
Şekil 4.15. Sensör-3'ün toluen tepkileri.

Şekil 4.16'da farklı kimyasal malzeme ile kaplı sensörlerin yalnızca toluen içeren analite vermiş oldukları tepkiler gösterilmiştir. Sensör 1 toluen için lineer bir tepki gösterirken

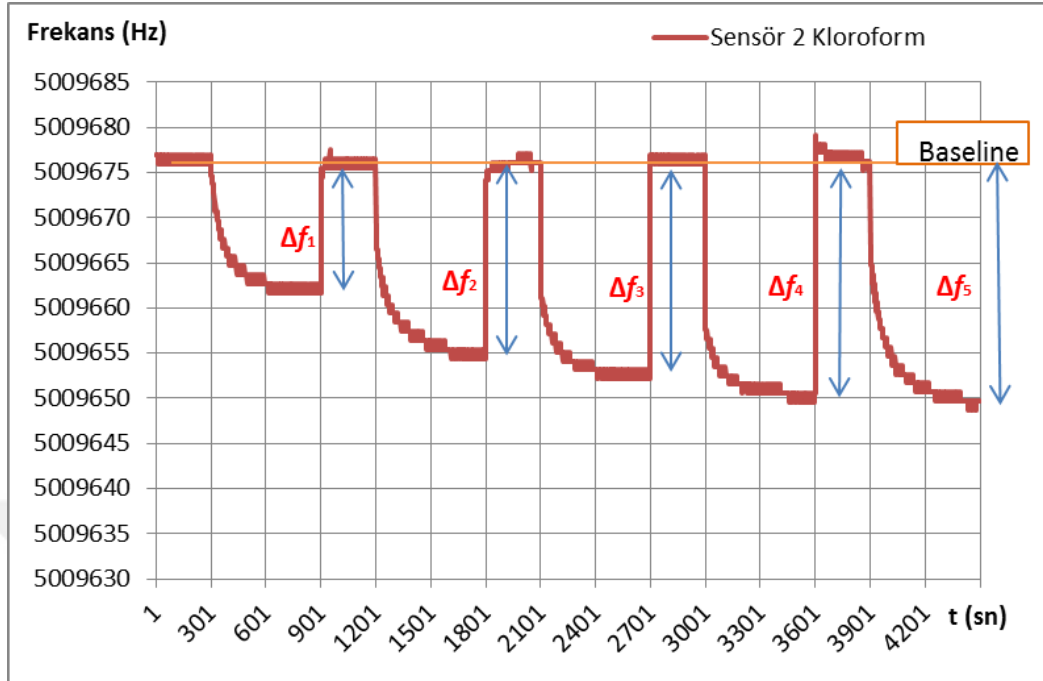
sensör 2 ve 3'ün tepkilerinin sabit kalmış olduğu gözlemlenmektedir. Bu da bizi sensör 2 ve 3'ün tolüene karşı pek duyarlı olmadıkları sonucuna götürür.



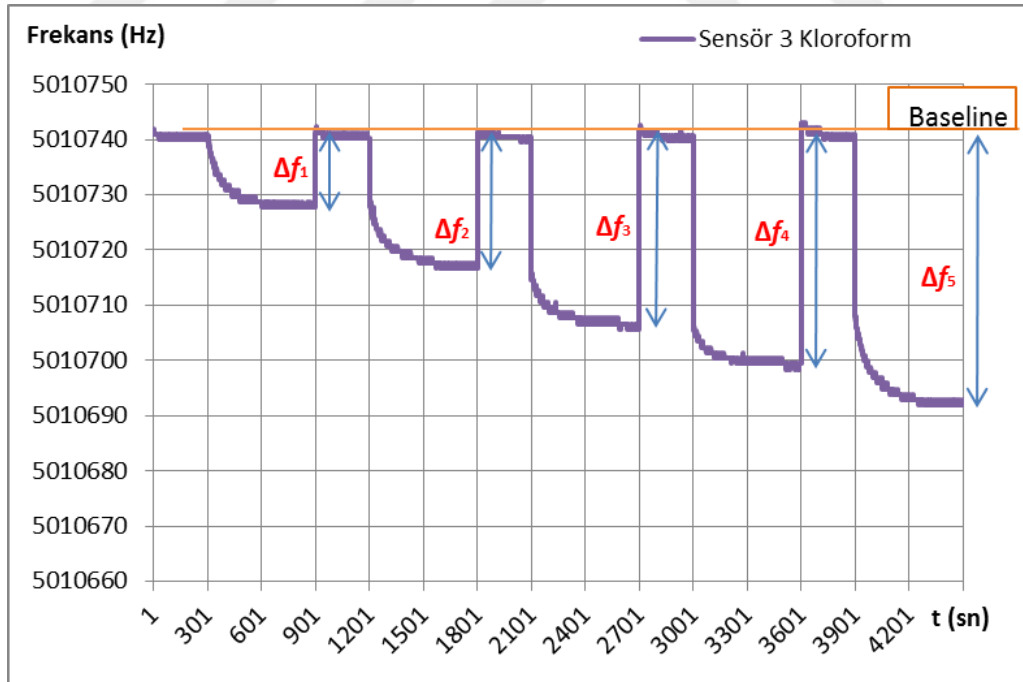
Şekil 4.16. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin tolüen tepkileri.



Şekil 4.17. Sensör-1'in kloroform tepkileri.



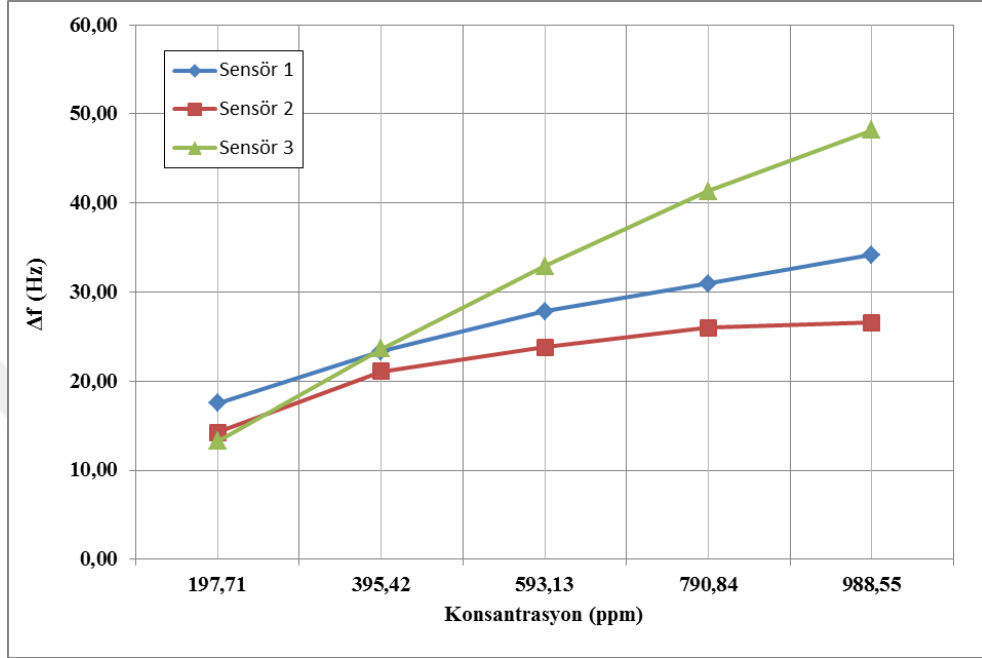
Şekil 4.18. Sensör-2'nin kloroform tepkileri.



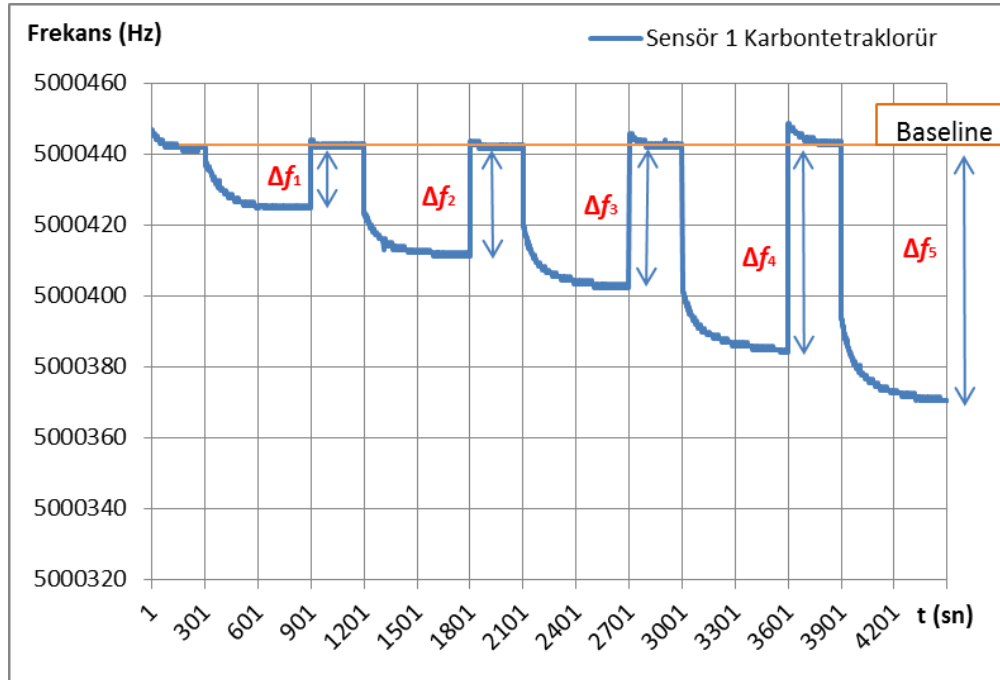
Şekil 4.19. Sensör-3'ün kloroform tepkileri.

Şekil 4.17, 4.18 ve 4.19'da sensörlerin kloroform içeren analitlere verdikleri tepkiler gösterilmektedir. Tüm sensörlerin tepkilerinin artan kloroform oranı karşısında arttığı

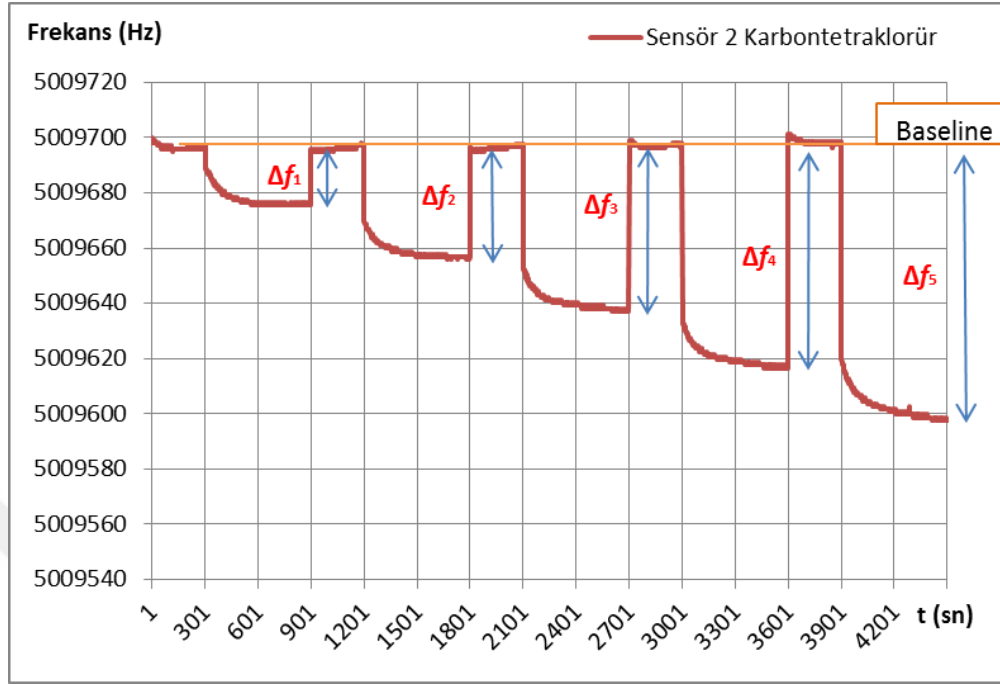
gözlemlenmiştir. Bunun yanında sensör 3'ün tepkisinin daha fazla oranda olduğu gözlemlenmiştir. Nitekim bu Şekil 4.20'den daha da net bir şekilde görülebilmektedir.



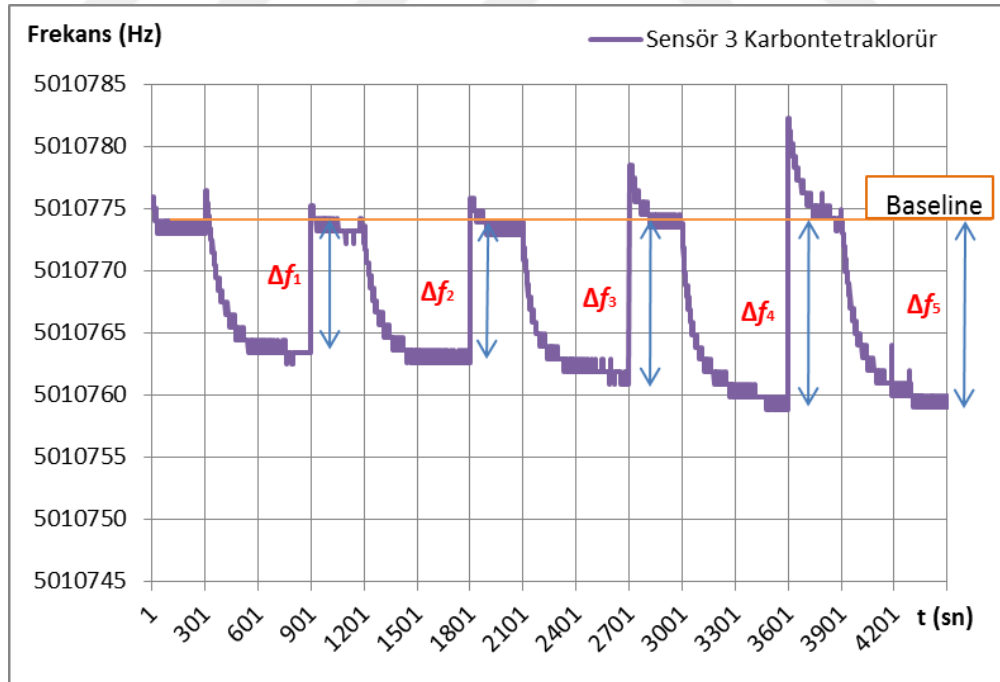
Şekil 4.20. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin kloroform tepkileri.



Şekil 4.21. Sensör-1'in karbontetraklorür tepkileri.



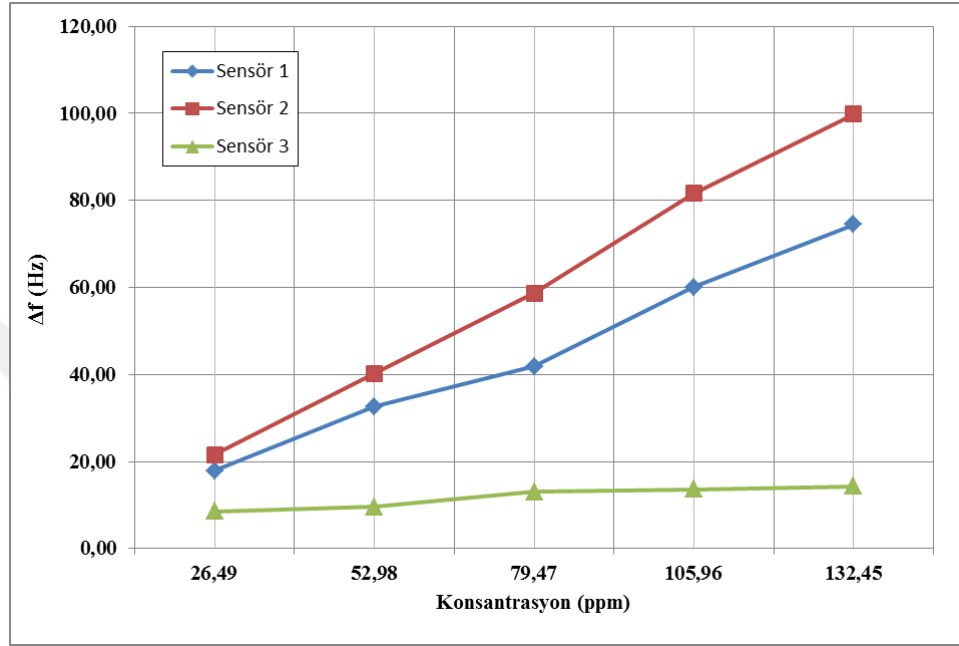
Şekil 4.22. Sensör-2'nin karbontetraklorür tepkileri.



Şekil 4.23. Sensör-3'ün karbontetraklorür tepkileri.

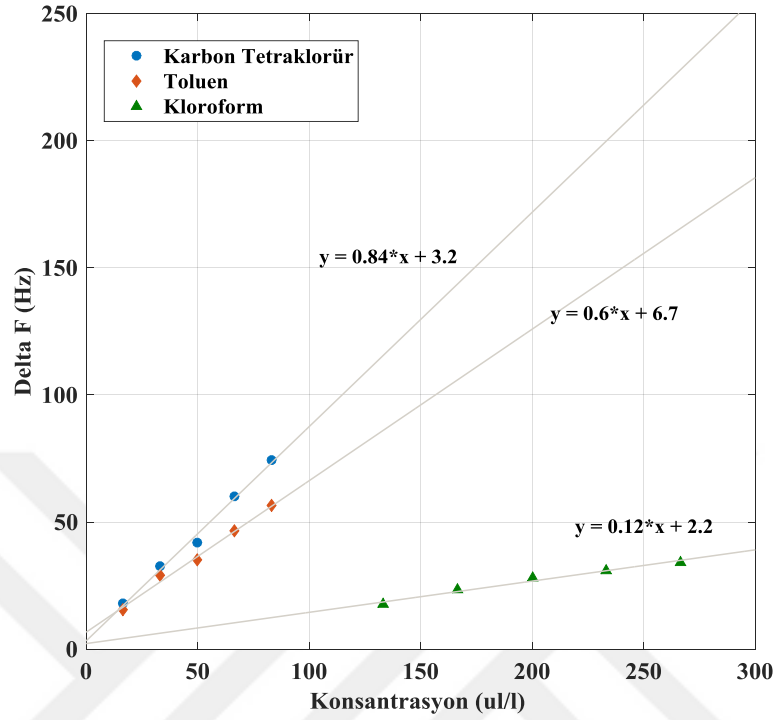
Şekil 4.21, 4.22 ve 4.23'de sensörlerin karbontetraklorür içeren analitlere verdikleri tepkiler gösterilmektedir. Sensör 1 ve Sensör 2'nin tepkileri incelendiğinde her ikisinin de artan

karbontetraklorür konsantrasyonları için artan tepkiler verdiği tespit edilmiştir. Sensör 3 ise nispeten sabit bir tepki ortaya koymuştur. Nitekim bu durum Şekil 4.24'den de açıkça görülebilmektedir. Sensör 3 genel irtibariyle 17-18 Hz'lik bir tepki ortaya koymuştur.



Şekil 4.24. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin karbon tetraklorür tepkileri.

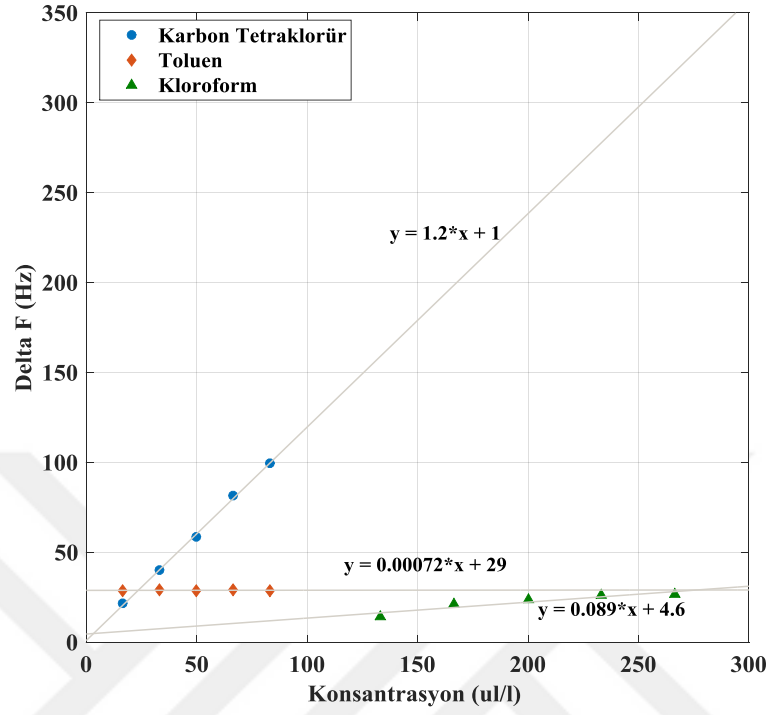
Test analitleri bazında verilmiş olan yukarıdaki grafiklerin yanında sensör bazında veriler de incelenmiştir. Şekil 4.25'de sensör 1 için eğri uydurma yöntemi kullanılarak çizilmiş grafik gösterilmiştir. Sensörün farklı üç kimyasal için lineer bir tepki verdiği anlaşılmaktadır. Her bir kimyasal için transfer fonksiyonu grafik üzerinde gösterilmiştir.



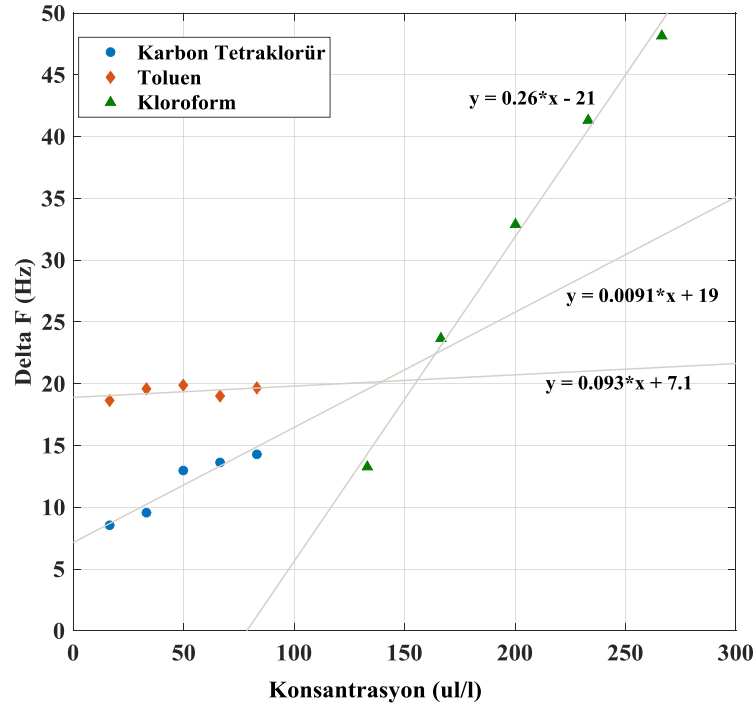
Şekil 4.25. Farklı kimyasallar için Sensör 1 lineer regresyon eğrileri.

Aynı şekilde sensör 2 için de lineer regresyon analizi Matlab da gerçekleştirilmiş ve veriler ışığında grafikleri çizdirilmiştir. Şekil 4.26'da sensör 2 için lineer eğriler gösterilmiştir. Fakat sensör 2 toluen için lineer bir tepki göstermemektedir. Toluenin artan konsantrasyon değerleri için tepkileri sabit kalmıştır.

Şekil 4.27'de sensör 3 için lineer regresyon analizi yapılmıştır. Test edilen üç farklı kimyasal içinden sadece ikisine lineer bir tepki verdiği gözükmemektedir. Toluen için neredeyse duyarsız kaldığı sonucuna varılırken, karbon tetraklorür için verdiği tepkiler incelendiğinde bu kimyasal için sensörün düşük bir duyarlılığa sahip olduğu gözükmemektedir. Fakat kloroform için hassas olduğunu bu grafikten çıkarabiliriz.

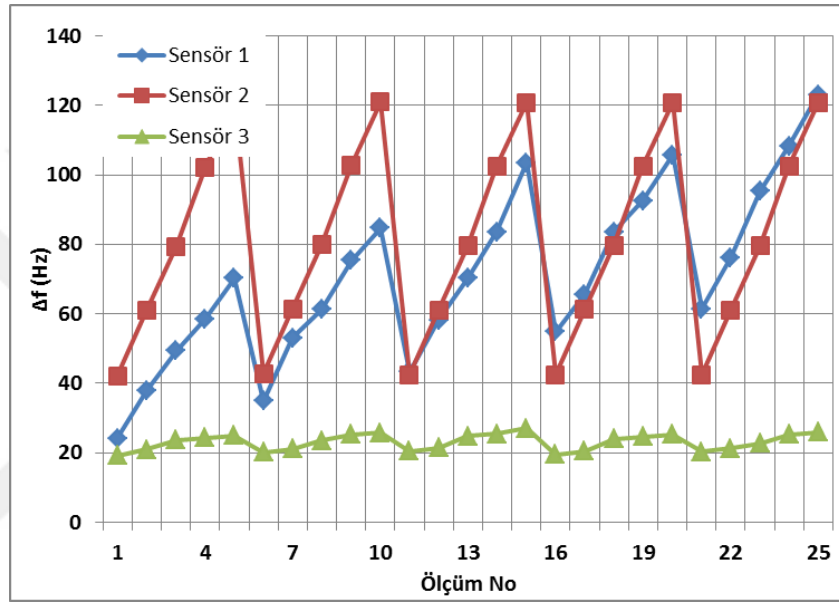


Şekil 4.26. Farklı kimyasallar için Sensör 2 lineer regresyon eğrileri.

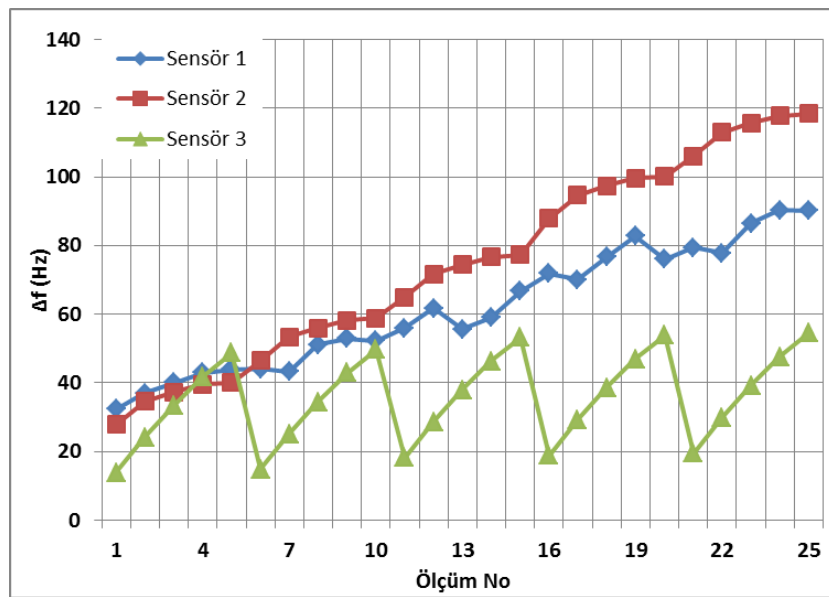


Şekil 4.27. Farklı kimyasallar için Sensör 3 lineer regresyon eğrileri.

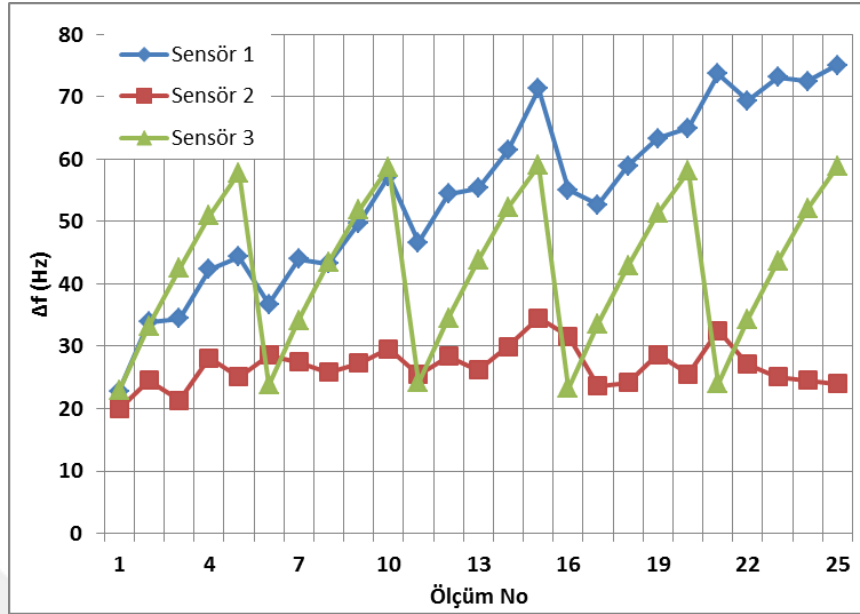
Bir önceki kısımda Çizelge 4.3’de yer alan karışımlar için ölçüm grafikleri Şekil 4.28, 29, 30’da gösterilmiştir. Sensörler genel itibariyle lineer tepkiler vermiş olsa da, resmin tümüne bakacak olursak ikili karışımlar için lineerlik bazı durumlarda söz konusu değildir. Aşağıdaki grafiklerdeki x eksenin göstermiş olduğu ölçüm numarası Çizelge 4.3’deki no ile aynı değeri göstermektedir. Ölçümler de bu sıra ile yapılmış olup her ölçüm de bir maddenin konsantrasyonu arttırılmıştır.



Şekil 4.28. Farklı kimyasal kaplı QCM’lerin Toluen+Karbon Tetraklorür tepkileri.



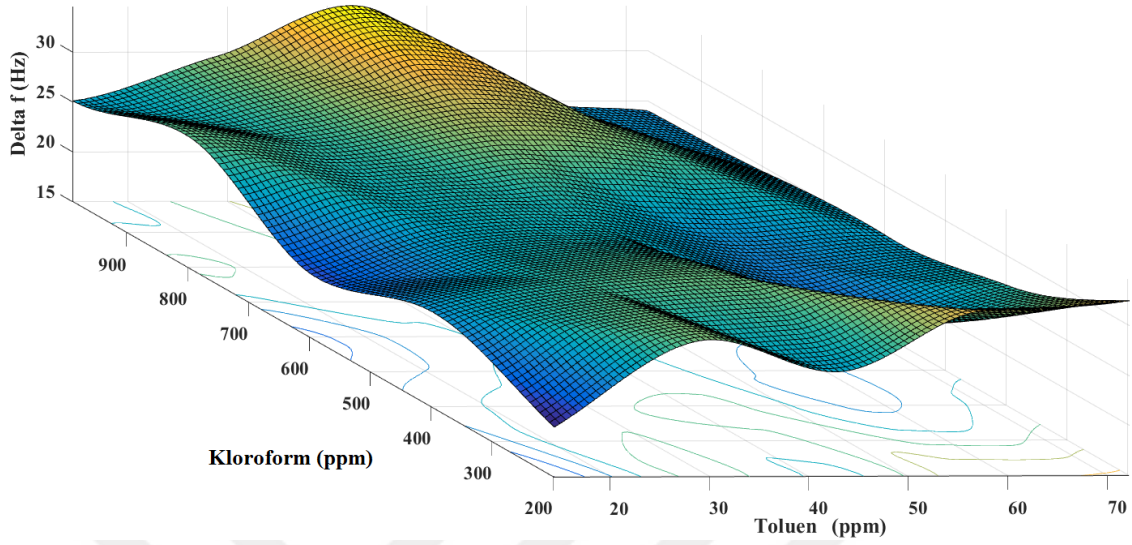
Şekil 4.29. Farklı kimyasal kaplı QCM’lerin Kloroform+Karbon Tetraklorür tepkileri.



Şekil 4.30. Farklı kimyasal kaplı QCM'lerin Toluen+Kloroform tepkileri.

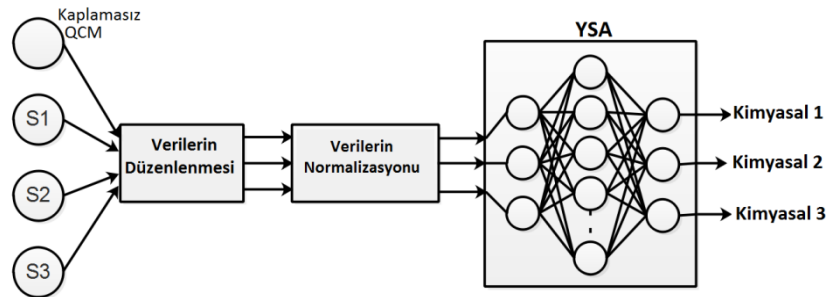
Ölçümler tamamlandıktan sonra elde edilen büyük miktardaki verilerden anlamlı bir çıkarım yapılması gerekmektedir. Bu bağlamda veriler incelenerek nasıl bir veri işleme metodu uygulanacağına karar verilmiştir.

Tek bir kimyasal içeren analitlerin ölçümlerinin sonucunda görüldü ki; sensörlerin tepkileri artan kimyasal konsantrasyonu karşısında genel itibariyle artış göstermiş ve lineer bir tepki ortaya koymuşlardır. Fakat sıra iki kimyasal içeren karışımların ölçümüne geldiğinde, sonuçların hepsinin lineer olmadığı gözlemlenmiştir, nitekim bu durum Şekil 4.31'de Sensör 2'nin toluen ve kloroform karışımı için vermiş olduğu tepkilerden de görülmektedir. Bunun sonucu olarak verilerin işlenmesi için lineerlik gerektirmeyen bir veri işleme metodunun seçilmesi gerekmektedir. Bu nedenle çalışmada YSA kullanımına gidilmiştir. Her ne kadar YSA kullanılmış olsa da sensör dizisinde daha çok sensörün kullanılması, daha çok verinin elde edilmesi gibi durumlarda başka veri işleme metodları da kullanılabilir. Asıl olan sıvılarda kimyasal algılayan bir sensör sisteminin oluşturulmuş olmasıdır.



Şekil 4.31. Sensör-2'nin Toluen+Kloroform tepkisi.

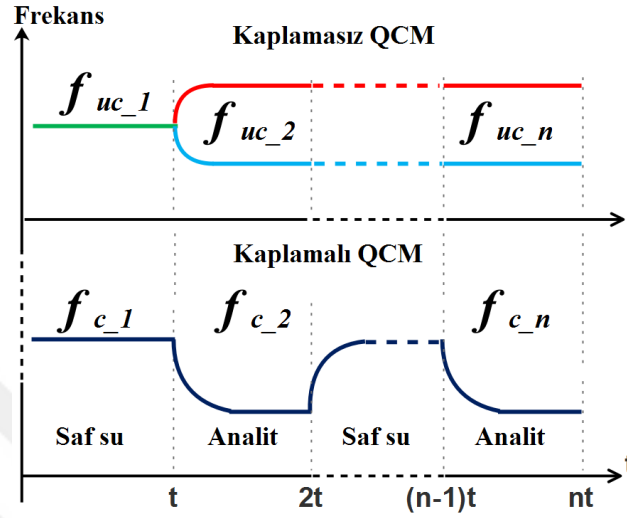
Şekil 4.32'de elde edilen verilerin nasıl bir veri işleme prosedürüne tabi tutulduğunu gösteren bir şema yer almaktadır. Toplamda 180 adet ölçüm alınmış olup, bunun 90 tanesi saf su ile 90 tanesi kimyasal içeren analitlerle yapılmıştır. Her bir saniyede bir ölçüm alındığı ve her ölçümün saf su için 300 saniye, analitler için 600 saniye olduğu düşünüldüğünde elde edilmiş büyük bir miktarda ham veri olduğu görülmektedir.



Şekil 4.32. Veri işleme adımları.

Bu ham verilerin YSA'da kullanmadan önce bir takım düzenlemelere tabi tutmak gerekmektedir. Öncelikle alınan verilerin boyutunu indirmek amacıyla sensör tepkilerinin kararlı hale geldikten sonraki değerlerinin ortalamaları alınmış ve veriler her bir ölçüm için tek bir değere indirgenmiştir. Ardından kaplamasız olan QCM sensörün vermiş olduğu tepkilere göre, sensörlerin vermiş olduğu tepkiler düzenlenmiştir. Bu düzenleme işlemi Şekil 4.33'e göre

bütün sensör verilerine uygulanmıştır ve QCM'lerin düzenlenmiş frekans değeri olan, f'_{c_x} eşitlik 4.1'den hesaplanmaktadır.



Şekil 4.33. Frekans kaymalarının saf suya göre elimine edilmesi.

$$f'_{c_x} = f_{c_x} - (f_{uc_x} - f_{uc_1}) \quad (4.1)$$

Burada f_{c_x} kaplamalı kristalin salınım frekansını, f_{uc_x} ise kaplamasız kristalin salınım frekansını göstermektedir. x değeri ise ölçüm sırasını göstermektedir ve 1'den n 'e kadar değerler alabilir. Son olarak da elde edilen değerleri YSA'da kullanırken, veriler, sigmoid fonksiyonun doyuma ulaşip yavaşlamamasını ve öğrenmesinin devamlılığını sağlamak amacıyla 0,1 ile 0,9 arasına normalize edilmişlerdir (Basheer vd., 2000). Bu hesaplama yapılırken eşitlik 4.2 kullanılmıştır.

$$x_i = \lambda_1 + (\lambda_2 - \lambda_1) \left(\frac{z_i - z_i^{\min}}{z_i^{\max} - z_i^{\min}} \right) \quad (4.2)$$

Burada z_i verileri, λ_1 ve λ_2 normalizasyon yapılacak olan aralık değerlerini, x_i normalize yapılmış değerleri gösterir.

Ardından elde edilen veriler Matlab üzerinde oluşturulan YSA'ya aktarılmıştır. Bu verilerin % 75'i YSA'yı eğitmek için kullanılmış olup, % 10'luk kısmı doğrulama amaçlı kullanılmıştır, geriye kalan %15'lik kısmı YSA'yı test amaçlı kullanılmıştır. Tasarlanan YSA iki katmanlı ileri beslemeli geriye yayılım (feed-forward back propagation) yapay sinir ağı

kullanılarak gerçekleştirilmiştir, gizli katmanda 12 nöron, çıkış katmanında da 3 nöron bulunmaktadır.

Çizelge 4.4’de YSA sinir ağını eğittikten sonra test verilerini uygulayarak elde edilmiş sonuçlar gösterilmiştir. İlk üç kolon gerçekte sistemi test ederken kullanılan analit içerisindeki kimyasal miktarlarının ppm cinsinden göstermektedir. Sonraki üç kolon YSA’nın eğitim sonrası test verilerine göre yapmış olduğu çıkarım değerleridir. En sondaki üç kolonsa gerçek değer ile tahmini değer arasındaki hata payını yüzde olarak hesaplanmış halidir. Hesaplama yapılırken 4.3’deki mutlak hata hesap formülü kullanılmıştır.

$$\%hata = \left| \frac{x_{ölçüm} - x_{gerçek}}{x_{gerçek}} \right| 100 \quad (4.3)$$

Bu hesaba göre gerçek değeri sıfır olması gereken değerlerin hata oranı anlamsız çıkacağından tabloda n/a olarak belirtilmiştir.

Çizelgeden de görüleceği üzere en büyük hata oranı %9,16 olarak gerçekleşmiştir. Fakat bu hata oranı sensör dizisindeki sensör sayısının artırılması ve daha çok analitin test edilmesi ile düşürülebilmektedir. Bizim bu çalışmadaki gayemiz sıvılarda kimyasal algılayan bir sistem tasarımı olduğundan bu bizim çalışmamızın kapsamı dışında kalmaktadır. Toluen için ortalama hata oranı % 4,73, kloroform için % 3,75 ve karbon tetraklorür için % 3,84 olarak gerçekleşmiştir.

Çizelge 4.4. Test sonuçları.

Gerçek oran (ppm)			YSA Tahmini (ppm)			Hata Yüzdesi (%)		
Toluen	Kloroform	Karbon Tetraklorür	Toluen	Kloroform	Karbon Tetraklorür	Toluen	Kloroform	Karbon Tetraklorür
43,32	0	0	42,42	0	0	2,12	n/a	n/a
0	790,84	0	0,63	732,75	3,14	n/a	7,93	n/a
0	0	79,47	0,89	7,39	76,12	n/a	n/a	4,4
28,88	790,84	0	29,23	776,54	0	1,19	1,84	n/a
43,32	790,84	0	46,4	805,23	3,87	6,65	1,79	n/a
43,32	988,55	0	46,32	1034,33	9,09	6,67	4,43	n/a
57,76	790,84	0	52,91	779,76	1,94	9,16	1,42	n/a
0	988,55	26,49	0	976,2	28,01	n/a	1,27	5,43
0	395,42	52,98	0	378,93	51,84	n/a	4,35	2,2
0	395,42	79,47	2,21	420,48	75,24	n/a	5,96	5,63
0	593,13	132,45	0	622,96	131,27	n/a	4,79	0,9
28,88	0	105,96	28,39	15,15	108,32	1,73	n/a	2,18
43,32	0	52,98	46,39	0	51,85	6,63	n/a	2,18
72,2	0	26,49	69,78	0	24,56	3,47	n/a	7,86

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada sıvı ortamda kimyasal maddeleri algılamaya yarayan bir sensör sistemi tasarımı amaçlanmıştır. Sensör olarak QCM kristaller kullanılmış. Kullanılan QCM kristallerin, hedef kimyasala karşı hassasiyetlerini ve seçiciliklerini arttırmak maksadıyla duyarlı olan bir malzeme ile kaplanmaları sağlanmıştır. Bu kaplama işlemi için bir kaplama düzeneği geliştirilmiştir. Hem bu kaplama düzeneğinde hem de asıl ölçüm düzeneğinde QCM'lerin çalışmasını sağlayacak olan osilatör devreleri tasarlanmıştır.

Tasarlanan osilatör devreleri gaz ortamda çalışan QCM osilatör devrelerinin aksine, sıvı ile temas nedeniyle farklı bir durumla karşılaşmaktadırlar. QCM kristaller sıvı ortama girdiklerinde, kristalin yüzeyine uygulanan kütle gaz ortamdakinden çok fazladır. Gaz ortamda çalışan osilatör devreleri bu yükü karşılayamaz ve salınım durur. Bu nedenle otomatik kazanç kontrollü bir osilatör devresi tasarımı gerçekleştirilmiştir. Bu sayede osilatör devresi kristalin yüzeyine uygulanan yüke göre kazancı değiştirerek salınım sinyalinin hep aynı genlikte kalmasını sağlamaktadır.

Osilatör devresi tasarımından sonra kaplama düzeneği tasarlanmıştır. Bu düzenek bilgisayar ve mikrodenetleyici temelli bir kontrol mekanizması ile istenen koşullarda, istenen kalınlıkta kaplama yapabilme olanağı sunmuştur. Kaplama kalınlığına, kristalin salınım frekansındaki kayma değerini temel alarak karar veren bir kontrol mekanizması gerçekleştirilmiştir. Tasarlanan bu kaplama düzeneği ile istenen özelliklerde ve istenen zamanda aynı değerlere sahip sensör hazırlanmasına imkân sağlanmıştır.

Kaplama düzeneği kullanılarak QCM kristaller istenen kimyasal malzemelerle kaplanarak sensör haline getirilmiştir. Bu sensörler ölçüm düzeneğinde yer alan özel tasarım sıvı hücresine konumlandırılarak sensör dizisi hazır hale getirilmiştir. Sıvı hücresinde sıvı alışverişinin sağlıklı bir şekilde yerine getirilebilmesi için pompalar, valfler ve titreşim motorlarından oluşan düzenek kurulmuştur ve bunların kontrolü kontrol kartına verilmiştir.

Ölçüm düzeneğinde ilk başta, verilerin alınıp kayıt edilmesi, bilgisayar ile veri alışverişi vs. işleri yerine getirebilmek adına 8-bit'lik microchip firmasına ait bir mikrodenetleyici kullanılarak ilk ölçüm kartı tasarlanmıştır. Tasarlanan bu kartta osilatör devrelerinin bir arada olması, güç hesabının yanlış yapılması nedeni ile güç katında sıkıntı yaşanması ve kullanılan mikrodenetleyicinin yavaş kalması gibi sebepler akabinde ikinci kontrol kartı tasarımı gerçekleştirilmiştir. Bu kartta Arduino tabanlı bir kontrol kartı tasarımı gerçekleştirilmiş, fakat çevresel bağlantılarının az olması, hız açısından tatminkâr bir performans sergileyememesi

üzerine ARM tabanlı bir mikrodenetleyici kullanan üçüncü tip kart tasarımı gerçekleştirilmiştir. Bu kartta da gerekli hız elde edilemediğinden osilatörün salınım frekansı ölçülürken 5Hz'lik bir salınım her ölçüm sonucunda yer almıştır. Bu nedenle en son nihai kontrol kartı olarak FPGA tabanlı bir tasarım gerçekleştirilmiştir. Logic seviyede gerçekleşen bu tasarım sayesinde ölçüm sistemi hem hızlanmış, hem de kararlı ölçümler elde etmiştir. FPGA kartında oldukça fazla oranda çevresel birimin bulunması da tasarlanan sistemde birçok unsurun kontrol edilmesine imkân tanımıştır.

Sensörlerin hazırlanmasının, ölçüm düzeneğinin kurulmasının ardından testlere başlanmıştır. Kaplaması yapılan ve suda çözünmeyen üç sensörden gerekli veriler alındıktan sonra, bu ham veriler üzerinde işleme yapılmış ve YSA kullanılarak sistemin bilinmeyen bir oranda sisteme uygulanan kimyasalların oranlarını tespit etmesi sağlanmıştır.

Tasarlanan bu sistem çalışmanın başında da belirtildiği gibi su analizlerinde kullanılacağı gibi gerekli sensörlerin hazırlanabilmesi durumunda biyolojik analizlerde de kullanım imkanı bulabilir. QCM kristalleri bu doğrultuda kaplanarak istenilen enzimi, mikroorganizmayı vb. maddeleri tespit edebilecek hale gelebilirler.

Gelecek çalışmalarda kurgulanan bu sistemin prototip bir ürün haline gelmesi sağlanabilir. Aynı zamanda ölçümler sırasında her ne kadar sıcaklık değerleri sabit tutulmuş olsa da, ileriki çalışmalar da sıcaklık değeri de parametre olarak dikkate alınarak daha gerçekçi bir ölçüm sistemi tasarımı da gerçekleştirilmiş olabilir. Aynı zamanda sistemde kullanılan sensör sayıları artırılarak farklı veri işleme metotları uygulanarak gerçeğe daha yakın sonuçlar elde edilebilir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR), (2015), Public Health Statement Toluene, Department of Health and Human Services.

Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR), (1997), Public Health Statement Chloroform, Department of Health and Human Services.

Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR), (2005), Public Health Statement Carbon Tetrachloride, Department of Health and Human Services.

Arnau, A., Ferrari, V., Soares, D., Perrot, H., (2008), Interface electronic systems for AT quartz crystal microbalance sensors, in *Piezoelectric Transducers and Applications*, A. Arnau Vives (Ed.), Second Edition, Springer-Verlag, 117–186.

Ayad M. M., ve Torad, N. L., (2009), Alcohol vapours sensor based on thin polyaniline salt film and quartz crystal microbalance, *Talanta*, Cilt 78, s. 1280-1285.

Basheer, I.A., Hajmeer, M., (2000), Artificial neural networks: fundamentals, computing, design, and application, *Journal of Microbiological Methods*, Cilt 43, s. 3-31.

Behrends, R., Kaatz, U., (2001), A high frequency shear wave impedance spectrometer for low viscosity liquids, *Measurement Science and Technology*, Cilt 12, p. 519.

Butler, F., (1946), Series Resonant Crystal Oscillators. *Wireless Eng.* 23(6), 157-160, VHF harmonic circuits.

Chagnard, C., Gilbert, P., Watkins, A. N., Beeler, T., Paul, D. W., (1996), An electronic oscillator with automatic gain control: EQCM applications, *Sensors and Actuators B: Chemical*, Cilt 32, s. 129-136.

Ciosek, P., Wroblewski, W., (2007) Sensor arrays for liquid sensing--electronic tongue systems, *Analyst*, Cilt 132, s. 963-78.

Deisingh, A. K., Stone, D. C., ve Thompson, M., (2004), Applications of electronic noses and tongues in food analysis, *International Journal of Food Science & Techno.*, Cilt 39, s. 587-604.

Eichelbaum, F., Borngräber, R., Schröder, J., Lucklum, R., Hauptmann, P., (1999), Interface circuits for quartz-crystal-microbalance sensors, *Review of Scientific Instruments*, Cilt 70, s. 2537-2545.

Erbahar, D. D., Gürol, I., Gümüş, G., Musluoğlu, E., Öztürk, Z. Z., Ahsen, V., (2012), Pesticide sensing in water with phthalocyanine based QCM sensors, *Sensors and Actuators B: Chemical*, Cilt 173, s. 562-568.

Ferrari, M., Ferrari, V., Marioli, D., Taroni, A., Suman, M., ve Dalcanale, E., (2006), In-liquid sensing of chemical compounds by QCM sensors coupled with high-accuracy ACC oscillator, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Cilt 55, s. 828-834.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

Ferrari, V., Marioli, D., Taroni, A., (2002), Accuracy and range limitations in oscillator-driven QCM sensors, in Proc. 7th Nat. Conf. Sens. Microsyst., Bologna, Italy, 382–387.

Fraden J., (2004), Handbook of Modern Sensors, Physics, Design and Applications, Springer.

Garcia-Breijo, E., Peris, R. M., Pinatti, C. O., Fillol, M. A., Civera J. I., ve Prats, R. B., (2013), Low-Cost Electronic Tongue System and Its Application to Explosive Detection, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Cilt 62, no. 2, s. 424-431, 2013.

Harbeck, M., Erbahar, D. D., Gürol, I., Musluoğlu, E., Ahsen, V., ve Öztürk, Z. Z., (2010), Phthalocyanines as sensitive coatings for QCM sensors operating in liquids for the detection of organic compounds, Sensors and Actuators B: Chemical, Cilt 150, s. 346-354.

Harbeck, M., Erbahar, D. D., Gürol, I., Musluoğlu, E., Ahsen, V., ve Öztürk, Z. Z., (2011), Phthalocyanines as sensitive coatings for QCM sensors: Comparison of gas and liquid sensing properties, Sensors and Actuators B: Chemical, Cilt 155, s. 298-303.

<http://www.st.com>

<https://www.altera.com/>

Kanazawa, K. K. ve Gordon, J. G., (1985) Anal. Chem. 57, 1771.

Krantz-Rülcker, C., Stenberg, M., Winqvist, F., ve Lundström, I., (2001), Electronic tongues for environmental monitoring based on sensor arrays and pattern recognition: a review, Analytica Chimica Acta, Cilt 426, s. 217-226.

Legin, A., Rudnitskaya, A., Vlasov, Y., Di Natale, C., Mazzone, E., ve D'Amico, A., (1999), Application of Electronic Tongue for Quantitative Analysis of Mineral Water and Wine, *Electroanalysis*, Cilt 11, s. 814-820.

Legin, A. V., Rudnitskaya, A. M., Vlasov, Y. G., Natale, C. Di, D'Amico, A., (1999), The features of the electronic tongue in comparison with the characteristics of the discrete ion-selective sensors, Sensors and Actuators B: Chemical, Cilt 58, s. 464-468.

Lieberzeit, P., Halikas, K., Afzal, A., & Dickert, F. (2008), Analytical and Bioanalytical Chemistry, 392, 1405.

Lu, C., Czanderna, A. W., (1984), Applications of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalances, Methods and Phenomena Their Applications in Science and Technology, Elsevier Science Publishing Company Inc., New York.

M. Otto ve J. D. R. Thomas, (1985), Anal. Chem., 57, 2647.

Matthys, R. J., Crystal Oscillator Circuits, Revised Edition, Krieger Publishing Company, Florida

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Nimsuk, N., Nakamoto, T., (2007), Improvement of capability for classifying odors in dynamically changing concentration using QCM sensor array and short-time Fourier transform," Sensors and Actuators B: Chemical, Cilt 127, s. 491-496.
- Özmen A., Doğan, E., (2009), Design of a Portable E-Nose Instrument for Gas Classifications, IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, Cilt 58, s. 3609-3618.
- Öztemel, E., "Yapay Sinir Ağları", Papatya Yayıncılık, 2006.
- Patel, R., Zhou, R., Zinszer, K., & Josse, F. (2000), Analytical Chemistry, 72, 4888.
- Rabe, J., Buttgenbach, S., Schroder, J., Hauptmann, P., (2003), Monolithic miniaturized quartz microbalance array and its application to chemical sensor systems for liquids, IEEE Sensors Journal, Cilt 3, s. 361-368.
- Rösler, S., Lucklum, R., Borngraber, R., Hartmann, J., & Hauptmann, P. (1998), Sensors and Actuators B: Chemical , 48, 415.
- Saraoğlu, H. M., Selvi, A. O., Ebeoğlu, M. A., Taşaltın, C., (2013), Electronic Nose System Based on Quartz Crystal Microbalance Sensor for Blood Glucose and HbA1c Levels From Exhaled Breath Odor, IEEE Sensors Journal, 13(11), 4229 – 4235.
- Sauerbrey, G., (1964), Mitteilung aus dem 1. Physikalischen Institut der TU Berlin. 18, 617.
- Schröder, J., Borngräber, R., Eichelbaum, F., Hauptmann, P., (2002), Advanced interface electronics and methods for QCM," Sensors and Actuators A: Physical, Cilt 97, s. 543-547.
- Sharma, P., Ghosh, A., Tudu, B., Sabhapondit, S., Baruah, P. Tamuly, B. D., (2015), Monitoring the fermentation process of black tea using QCM sensor based electronic nose, Sensors and Actuators B: Chemical, Cilt 219, s. 146-157.
- Speller, N. C., Siraj, N., Vaughan, S., Speller, L. N., Warner, I. M., (2017), QCM virtual multisensor array for fuel discrimination and detection of gasoline adulteration, Fuel, Cilt 199, s. 38-46.
- Speller, N. C., Siraj, N., McCarter K. S., Vaughan, S., Warner, I. M., (2017), QCM virtual sensor array: Vapor identification and molecular weight approximation, Sensors and Actuators B: Chemical, Cilt 246, s. 952-960.
- Suede, R., Intakong, P. A., Lieberzeit, P., Wanichapichart, P., Chooto, P., & Dickert, F. L. (2007), Journal of Applied Polymer Science, 106, 3861.
- Vlasov, Y. G., Legin, A. V., Rudnitskaya, A. M., D'Amico, A., ve Di Natale, C., (2000), «Electronic tongue» — new analytical tool for liquid analysis on the basis of non-specific sensors and methods of pattern recognition, Sensors and Actuators B: Chemical, Cilt 65, s. 235-236.
- Xu, X., Cang, H., Li, C., Zhao, Z. K., Li, H., (2009), Quartz crystal microbalance sensor array for the detection of volatile organic compounds," Talanta, Cilt 78, s. 711-716.

EKLER

EK.1. Makale

“A QCM sensor array based electronic tongue with the optimized oscillator circuit using FPGA” isimli makalemiz IEEE Transactions on Instrumentation & Measurement isimli dergiye 18.07.2017 tarihinde yüklenmiş ve ilk değerlendirme sonucunda Major Revision almıştır. Gerekli düzenlemeler yapılarak 07.09.2017 tarihinde tekrar yüklenmiş olup, 21.09.2017 tarihinde kabul almıştır. Makalemiz bir sonraki sayfada mevcuttur.



A QCM sensor array based electronic tongue with the optimized oscillator circuit using FPGA

Fırat AYDEMİR and Mehmet Ali EBEOĞLU

Abstract—In this study, an electronic tongue based on quartz crystal microbalance (QCM) sensor array was designed and the methods for sensor data analysis were described. In this regard, as chemical sensors, QCM crystals coated with three different phthalocyanines were employed to discriminate toxic chemicals in liquid media. For sensors preparation, an automatic coating instrument was developed based on the airbrush technique. The oscillator circuits used in the coating instrument and measurement setup were optimized to minimize the noise and mutual interference of the other oscillator circuits in the sensor array. The designed measurement system, which was responsible for collecting and storing data, communicating with a computer, consisted of a field programmable gate array (FPGA) based control unit. The measurement system collected training data from the sensor array, and then a computer application using MATLAB used an ANN to find the composition of toxic chemicals in the sample water. The measurement system was tested for three different toxic chemicals, and the average success rate in predicting them was 4.08%. The desired chemicals can be detectable by preparing the necessary sensor array with the proposed electronic tongue.

Index Terms—Electronic tongue, liquid sensor, QCM, sensor array, FPGA.

I. INTRODUCTION

THROUGHOUT the world, there are various types of pollution that affect the quality of life for all living creatures and the earth's ecological systems. Unfortunately, most pollution is caused by human activities, and a major part of them consists of developing industries. Waste water which contains chemicals washed down drains and discharged from factories is a huge source of water pollution. The world generates billions of tons industrial waste, much of which is pumped untreated into rivers, oceans, and other waterways each year. These facts show that monitoring and controlling pollution in water sources become important day by day, moreover, the governments are enforced to take an action.

An electronic tongue (ET) which can be defined as analytical instrument consists of a sensor array to specify different components in liquid media. It uses specific pattern recognition methods to identify these components, seems the best solution for pollution monitoring of the water sources. This concept has already used in many researches; such as water and wine analysis [1], food and beverage analysis [2-3], environmental monitoring [4] and explosive detection [5].

There are plenty of sensor systems can be used in the ETs, like voltammetric, potentiometric, optical or enzymatic sensors [6]. Among all sensor systems, researches for quartz crystal

microbalance (QCM) based systems are increasing rapidly for gaseous and liquid media [7-19]. The majority of these studies aimed to detect the volatile substances in a gaseous media. Although the oscillator circuits were commonly employed in these studies, they are not suitable for liquid media because of the heavy loads [20]. Hence the special circuit configurations are required to the interface with QCM sensors under liquid applications. Moreover, the frequency measurements were taken by using either commercially available frequency counter instruments or the designed circuits based on microcontrollers. The microcontroller can only process data sequentially, one instruction at a time, so if it is needed to add a new feature for the design, while sampling the oscillator circuit output at the same time, the architecture and speed of the microcontroller will not be enough. On the other hand, the studies which proposed the detection and discrimination of substances in liquid media used expensive and time-consuming devices based on network analyzers.

Using sensor array instead of using single sensor has given a new aspect for the detection and discrimination of the chemicals and other elements to the researchers. The advantages of using sensor array instead of the single sensor were shown in [16-19, 21]; furthermore, it was experimentally proved that the detection limit and the selectivity of the sensor array were several times better than the single sensor [22]. After getting data from the sensor array, by applying different types of data processing methods and algorithms, estimations about chemicals and other elements have become more accurate than ever.

In this work, we developed a simple and cost-effective solution to detect chemicals in liquid media. The developed measurement system consisted of an optimized oscillator circuit with automatic gain control (AGC) in order to interface with the QCM sensor array. Then by using the designed oscillator circuits, both coating instrument and FPGA-based measurement setup were developed. The designed FPGA based measurement instrument is able to be reconfigurable easily based on the measurement system requirements or the specific characteristics of the QCM sensors. Discrimination of the chemicals in water was achieved with an artificial neural network (ANN) after training algorithm was applied. Finally, an ET system which was capable of monitoring of the chemical levels in water was achieved. Even if in this paper three different chemicals were distinguished by using three sensors, it is possible to detect the desired chemicals by making necessary sensor coatings with this system.

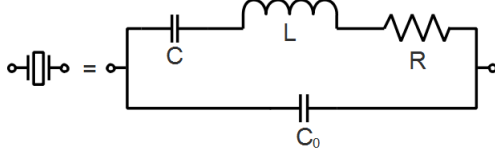


Fig. 1: Electrical equivalent circuit for QCM in vacuum

II. PRINCIPLE OF OPERATION

A. QCM Theory

A quartz crystal resonator is formed by placing quartz disk into the two parallel electrodes. When an alternating voltage applies between these two electrodes, the quartz crystal starts to oscillate according to cut angle and its thickness. In sensor applications, AT-cut crystals are used because of their low-temperature dependence.

The Butterworth-Van Dyke equivalent circuit of quartz crystal is shown in Fig.1 for unloaded quartz. L , C and R represent motional inductance, motional capacitance and resistance respectively. L and C are frequency sensitive elements of quartz crystal, and the parallel capacitance, C_0 , represents the capacitance between two parallel electrodes of quartz disk. The quartz resonator can detect any mass changes on its surface; therefore, it is used as a microbalance. (1) shows the relationship between the frequency shift and mass change on QCM surface [23]

$$\Delta f = -\frac{2f_0^2}{A\sqrt{\rho_q\mu_q}}\Delta m \quad (1)$$

where Δf is the frequency shift, Δm is the mass change, f_0 is the oscillating frequency of quartz, A is the electrode area, ρ_q is the quartz density, μ_q is the shear modulus of quartz. When QCM works in liquid media, there is an additional frequency shift which depends on liquid properties and the relation is shown in (2) [24]

$$\Delta f_{liquid} = -\sqrt{f_0^3 \frac{\rho_L \eta_L}{\pi \rho_q \mu_q}} \quad (2)$$

where Δf_{liquid} is the frequency shift due to liquid, ρ_L is the density of a liquid, η_L is the viscosity of a liquid.

The QCM crystal must be coated with a sensitive material to the desired analyte in order to increase the mass change responses on its surface [16]. The oscillating frequency of the crystal shifts to the new frequency, f_c , with the coating according to its thickness. The QCM crystal becomes more selective to the desired analyte with this sensitive coating; thus, when it starts to oscillate in the liquid media containing the test analyte, the frequency shift of QCM will be higher than the uncoated QCM. Our main focus in this study is to detect the frequency shifts of the coated QCM crystals in liquid media as shown in (3) (Fig. 2)

$$\Delta f = f_c - f_s \quad (3)$$

where f_c is the oscillating frequency of the coated crystal in

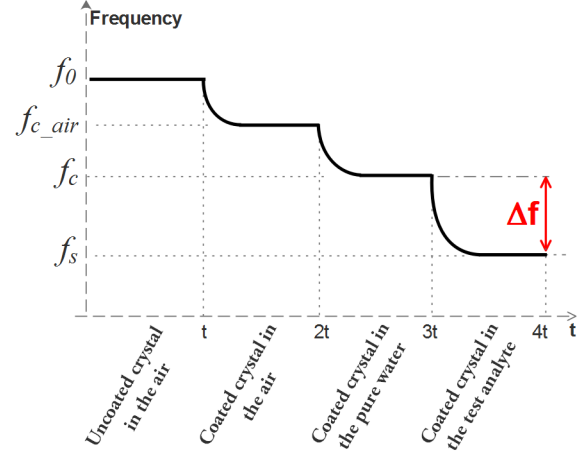


Fig. 2: Target frequency shifts

the pure water, f_s is the oscillating frequency of the coated crystal in the test analyte. The value of f_s changes according to the sensitivity of QCM sensor; for example, if the coating material is too sensitive to the test analyte, f_s will be lower with proportional to its sensitivity. However, if an insensitive coating of QCM sensor for the test analyte is chosen, f_s will be close to f_c , so Δf will be low. Since the frequency shift of QCM crystals is the main point in sensor applications, this is our target point for our study.

B. Oscillator Circuit

Unlike the oscillator circuits which are employed in gaseous media, the significant dissipation of energy exists in liquid media because of the liquid contact of QCM. In order to eliminate this energy loss, the oscillating signal is monitored, and the gain is changed continuously according to the oscillating requirements. The designed oscillator circuit which uses AGC to keep the oscillating signal constantly depending on the load at QCM surface is shown in Fig.3. The AGC provides the QCM crystal with the required signal amplitude to overcome the losses because of liquid contact, and it ensures the continuity of the series resonance [25-26].

Two transformers, T1 and T2, were used to isolate QCM crystal from the oscillator circuit. Another function of the T1 transformer was to eliminate the crystals terminal capacitance, C_0 , so the motional series resonant frequency became only

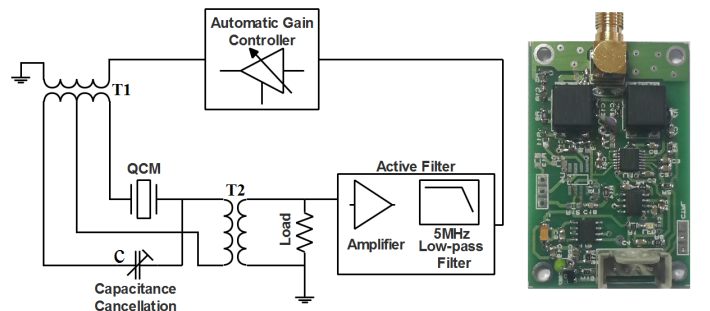


Fig. 3: Basic structure of the oscillator circuit

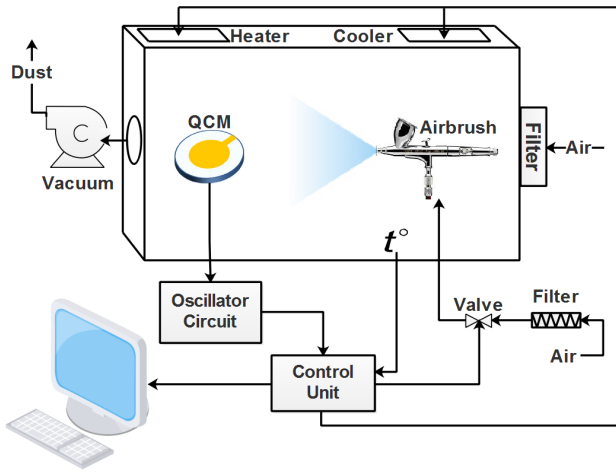


Fig. 4: QCM coating Instrument

dependent on the motional inductance and capacitance under unloaded condition. The elimination concept is based on adding opposite-phase voltage through the C capacitance to the LC tank circuit [27-31].

Feedback for the oscillator circuit contained an active low pass filter which operated not only as a filter but also an amplifier, thus under heavy loads, the oscillation would continue.

The oscillator circuits were assembled separately onto the different printed circuit boards (PCB) and each PCB was shielded to eliminate the mutual interference between the other oscillator circuits. The ground plane on the PCB was kept as wide as possible to avoid different potentials on the ground paths and minimize the noise level.

C. Sensor Array

The most fundamental structure of the ET tongue is the sensor array. Using sensor array gives chance to obtain the most detailed information about the target analyte. Each sensor in the array was coated with a different selective material to increase sensitivity and selectivity. The designed coating instrument that is shown in Fig. 4 is capable of setting the environmental conditions inside of the clean box by using the heater, cooler and vacuum; thus, all conditions can be the same when the coating is done.

After the user sets the coating frequency for QCM sensor, coating procedure starts. During this procedure, QCM is coated for fifteen seconds and then for three seconds, its oscillating frequency is measured. These steps repeat themselves until the required frequency shift achieved. After completion of coating procedure, the remaining solvent on the QCM can be removed by keeping the sensor at 60°C for 18 hours before its usage.

By using this coating instrument, the same sensor can be prepared at any time with the same specifications; so the reproducibility of the sensors can be achieved. The uncoated and the coated QCM surface images which were taken from microscope are shown in Fig. 5.

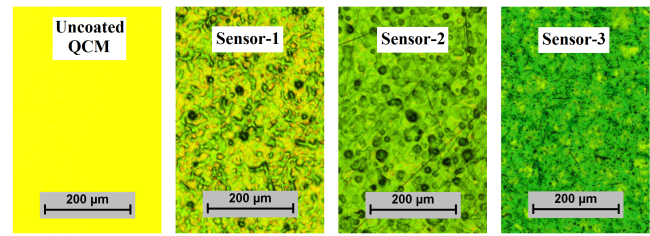


Fig. 5: QCM surface images

D. Coating of the sensitive materials and measured analytes

The studies show that phthalocyanines are good for the chemical gas and chemical liquid sensors as a sensitive material. Besides their sensitivity to organic compounds is remarkable [9-11].

In this study five different phthalocyanines were used; however, two of them were detached from QCM surface when QCM started to oscillate in water, therefore, measurements were implemented with three coating.

Three different toxic chemicals, which can be detectable with the phthalocyanines used in this study, are toluene, chloroform and carbon tetrachloride. These randomly chosen analytes are harmful to human body. Toluene may affect human nervous system; temporary effects are headaches, dizziness or unconsciousness, and long term effects are incoordination, cognitive impairment, vision and hearing loss [32]. When a large amount of chloroform enters the human body, it affects the central nervous system, liver, and kidneys [33]. The last chosen analyte, carbon tetrachloride, may harm liver and kidneys [34]. Considering the serious health issues mentioned above, the existence of these three toxic chemicals in liquid media must be detected which is able to be implemented with the proposed approach.

E. Measurement Instrument and Data Analysis

The designed measurement instrument which can be named as ET consists of QCM sensor array, a liquid cell, the oscillator circuits and FPGA based control unit. The custom design liquid cell which has eight different crystal locations uses coaxial cables to make connections with the oscillator circuits. Power supply connections of the oscillator circuits are controlled from FPGA board, and frequency outputs of the oscillators are directly connected to the FPGA board. Extra filter components are located on each oscillator circuit to minimize the noise, caused by the power supply. Fig. 6 shows the block diagram of the implemented logic on FPGA, Altera Cyclone II 2C20. Altera's NIOS II soft processor which is defined in a hardware description language is implemented on the FPGA. An embedded software loaded into the NIOS II processor is responsible for communicating with the PC software via RS-232 port. It receives the measurement time and the number of sensors from PC and triggers the measurement by taking samples from oscillators, then sends the sample values to the PC.

Data processing scheme consists of a data adjustment layer for the input values taken from QCM crystals, a normalization

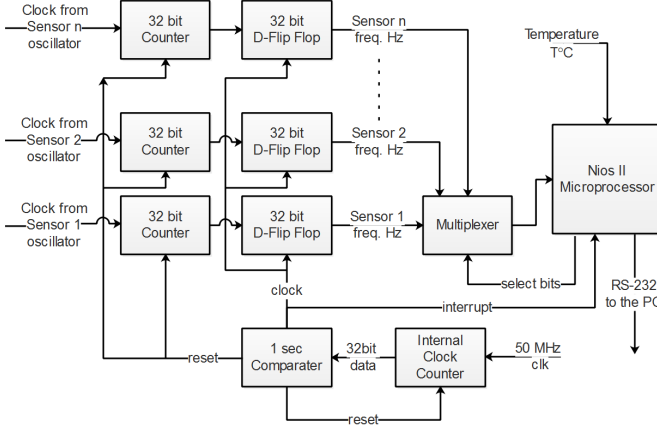


Fig. 6: FPGA block diagram

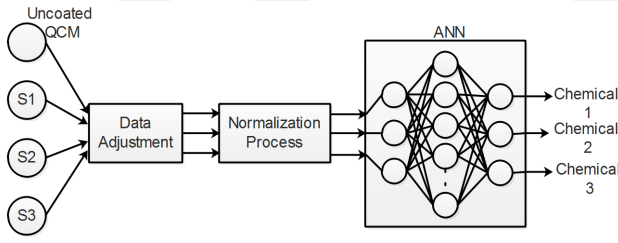


Fig. 7: Data processing scheme

layer, and an ANN layer as shown in Fig. 7. When it is considered that the total measurement time for training data was too long, and each sample was taken for one second periods, a large amount of raw data was received from the sensor array. Therefore, it is necessary to process the raw data before training ANN. First, the average of each sensor data for the individual measurements was calculated after sensor responses became stable. In order to ensure for the stable baseline, a reference sensor is used to eliminate the frequency drift which is caused by the environmental factors [35-36]. For instance, even if all measurements were done at a constant temperature cabinet, the inside temperature of the cabinet maintained to within $\pm 2^\circ\text{C}$ of set value which could cause small variations on the base line of the crystal resonant frequency. Therefore, the frequency responses of

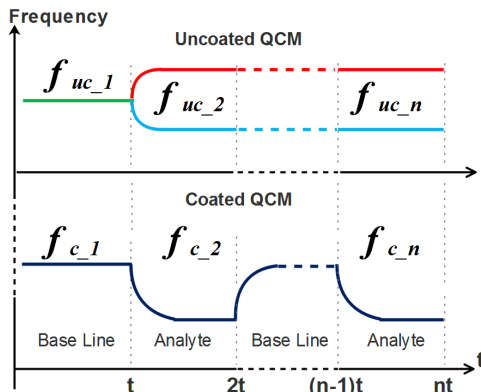


Fig. 8: Elimination of the frequency drifts on the baseline

uncoated crystal, which was employed as a reference sensor, were applied to all sensor data according to the Fig. 8 and the corrected oscillating frequency of the coated crystal, f'_{c-x} , was derived as in the closed-form equation:

$$f'_{c-x} = f_{c-x} - (f_{uc-x} - f_{uc-1}) \quad (4)$$

where f_{c-x} , f_{uc-x} are the oscillating frequencies of the coated and uncoated crystals respectively. Besides, $x=1,2,3,\dots,n$ is the order of measurement.

Finally, for ANN data processing approach, all data were normalized to be between 0.1 and 0.9 to avoid saturation of the sigmoid function which may cause slowness or no learning results[37]. For ANN, we tried several back propagation architectures, we got the best results with the two-layer feed-forward back-propagation neural network using the Levenberg-Marquardt algorithm implemented with 12 neurons in the hidden layer, and 3 neurons in the output layer. The hyperbolic tangent sigmoid and linear transfer functions were used at hidden layer and output layer respectively. The number of neurons in the hidden layer was decided after the several trials.

Thanks to the designed ET, when the numbers of sensors in the array are increased, different data analyses and pattern recognition methods such as principal component analysis, fuzzy logic, partial least squares can be applied to find the composition of any chemicals.

III. EXPERIMENT AND RESULTS

A. Measurement Procedure

In this study commercially available 5MHz, 1 inch, AT-cut with gold electrodes QCM transducers were used. The test analytes were prepared before measurements by adding different amounts of chemicals to the 300ml pure water to adjust the desired concentrations. Table 1 shows test analytes concentrations used in the measurements. The measurement setup is shown in Fig. 9.

In order to remove the bubbles easily from the liquid cell, it was placed vertically, and also three mini vibrating motors which were placed at the top, bottom, and middle of the liquid cell were activated during the liquid exchange process. Moreover, the liquid entered from the bottom of the cell carried to the top. All results were taken at a constant temperature of 20°C .

The oscillator circuits which were connected to the four sensors in use were shielded. Besides, the number of sensors can be increased as needed at any time. For all measurements, a protocol was determined, and to get stable results it was applied during whole tests. According to this protocol, before the tests, QCM sensors which were placed into the liquid cell

TABLE I: Concentration ranges of the test analytes

Analyte	Concentration (ppm)
Toluene	14.44-72.2
Chloroform	26.49-132.45
Carbon Tetrachloride	197.71-988.55

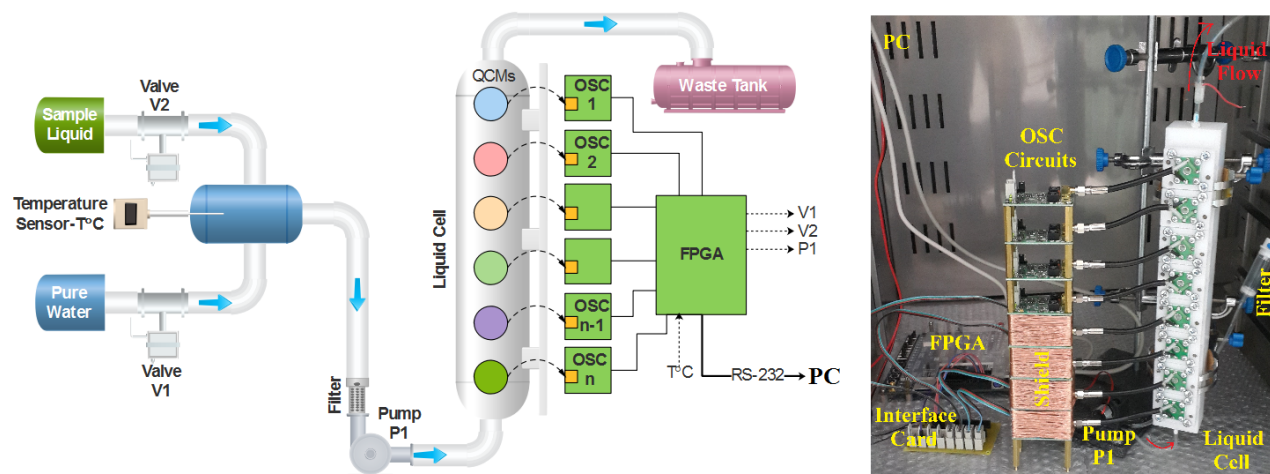


Fig. 9: Measurement Setup

were exposed to the pure water. When the water entered the liquid cell for the first time, water exchange was performed much more than the capacity of the liquid cell to remove air bubbles. Afterward, all bubbles were removed; the inside of the cell wasn't drained unless it was necessary. The first measurement was taken with the pure water for 5 minutes, and then the test analyte was exposed to the liquid cell about 3 times higher than the liquid cell capacity for the complete liquid exchange. When the liquid exchange was completed, next measurement started and proceeded for 10 minutes.

After the completion of test analyte measurement, the test analyte inside of the filter and hoses were evacuated until the only remaining analyte was inside of the liquid cell; so the occurrence of air bubbles was prevented. After that, inside of the filter and hoses were filled with pure water without activating pump; therefore the replacement of water with air took some time. When the filter and hoses were filled, to remove the remaining analyte in the liquid cell, the pump was activated and a large amount of pure water, which was about 5 times higher than the liquid cell capacity, was allowed to flow through the cell. Then, once again, the pure water measurement was implemented. The same liquid exchange procedure that is mentioned above repeated itself before each measurement. Furthermore, if it is needed, the sampling time can be changed from the computer application. During all measurement cycles, FPGA sampled the oscillator circuits outputs for 1-second intervals.

B. Results

All experiments can be divided into two main parts; the first part was done to see the responses of sensors in the array for the individual test analytes. For instance; during toluene measurement, responses of Sensor 1 for the various concentrations of toluene in the water are shown in Fig.10. Test time for the pure water was about 300 seconds, and it was 600 seconds for the analyte. The sensor responses were increasing with the increase of toluene concentration. Fig. 11, Fig. 12, and Fig. 13 show the responses of the Sensor 1, Sensor 2, and Sensor 3 respectively for three different test analytes. Symbols

on the graph represent the experimental data points and gray lines show the best fit lines. The second part was implemented with the binary mixtures of chemicals which were prepared with different concentration ratios, and placed into the test chamber before the measurements for temperature regulation. Because all test analytes must be at the same temperature value to get the accurate results.

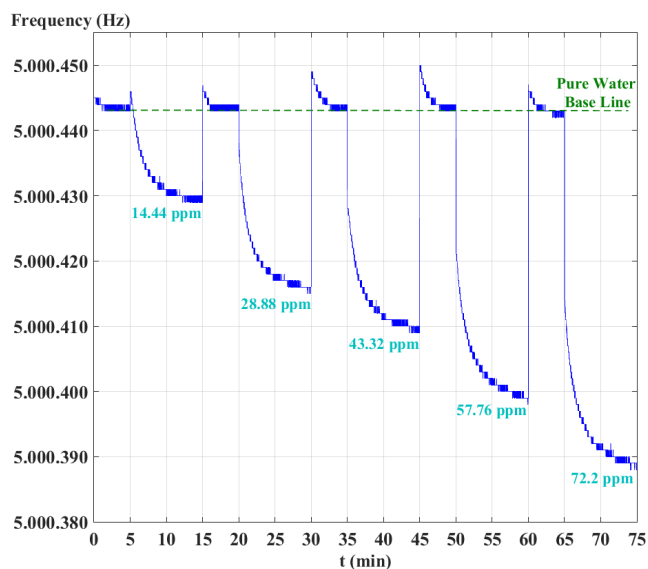


Fig. 10: Sensor 1 response for single toluene measurement

Most of the results which were taken from these binary mixtures of the chemicals and the results taken from the single chemical test analytes were used as a training data for the data analysis. As it seen from Fig. 11, single analyte responses for Sensor 1 were linear; however, the binary mixture responses of toluene and chloroform for Sensor 2 shown in Fig. 14 weren't linear. It was necessary to choose data analysis methods that are not required linearity; therefore, ANN was used. After completion of the measurements, 75% of all data was used as the training data for ANN, 10% for validation sets and the

TABLE II: Results for test data

Actual Chemical Concentration in the water (ppm)			ANN Predictions (ppm)			Relative Percentage Error(%)		
Toluene	Chloroform	Carbon tetrachloride	Toluene	Chloroform	Carbon tetrachloride	Toluene	Chloroform	Carbon tetrachloride
43.32	0	0	42.42	0	0	2.12	n/a	n/a
0	790.84	0	0.63	732.75	3.14	n/a	7.93	n/a
0	0	79.47	0.89	7.39	76.12	n/a	n/a	4.4
28.88	790.84	0	29.23	776.54	0	1.19	1.84	n/a
43.32	790.84	0	46.4	805.23	3.87	6.65	1.79	n/a
43.32	988.55	0	46.32	1034.33	9.09	6.67	4.43	n/a
57.76	790.84	0	52.91	779.76	1.94	9.16	1.42	n/a
0	988.55	26.49	0	976.2	28.01	n/a	1.27	5.43
0	395.42	52.98	0	378.93	51.84	n/a	4.35	2.2
0	395.42	79.47	2.21	420.48	75.24	n/a	5.96	5.62
0	593.13	132.45	0	622.96	131.27	n/a	4.79	0.9
28.88	0	105.96	28.39	15.15	108.32	1.73	n/a	2.18
43.32	0	52.98	46.39	0	51.85	6.63	n/a	2.18
72.2	0	26.49	69.78	0	24.56	3.47	n/a	7.86

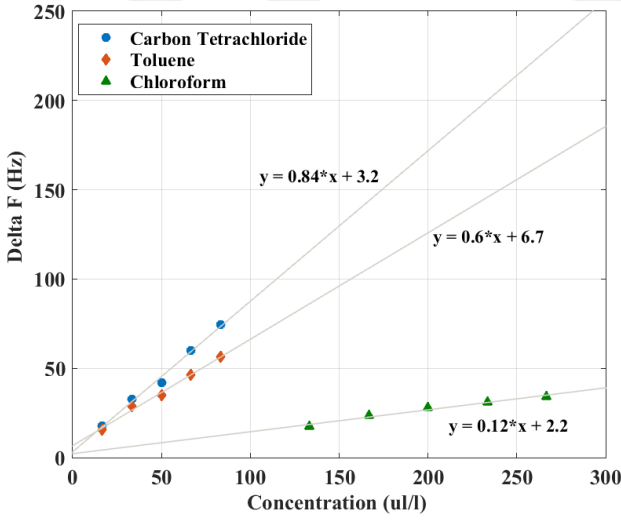


Fig. 11: Sensor 1 responses for three individual tested analytes

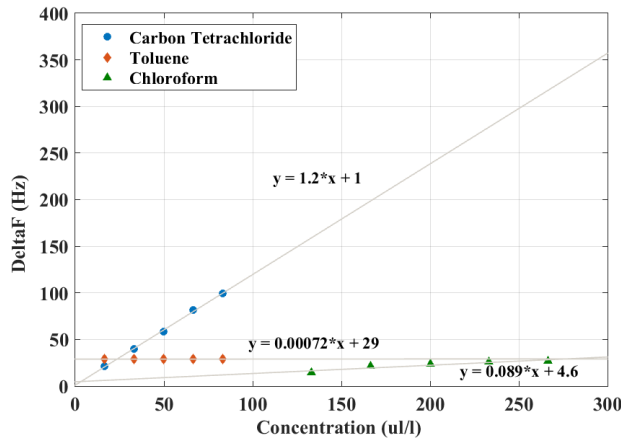


Fig. 12: Sensor 2 responses for three individual tested analytes

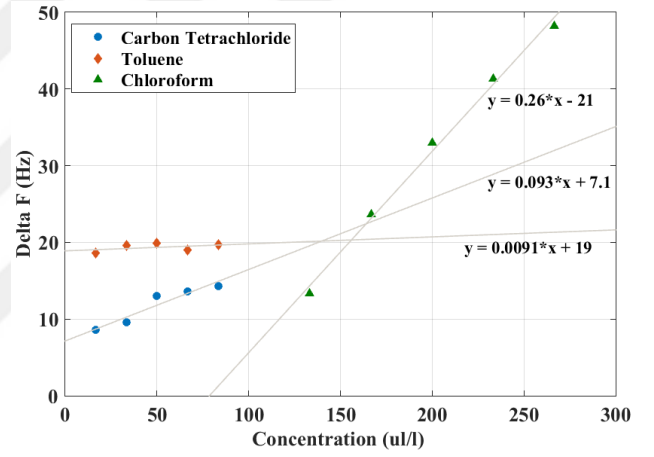


Fig. 13: Sensor 3 responses for three individual tested analytes

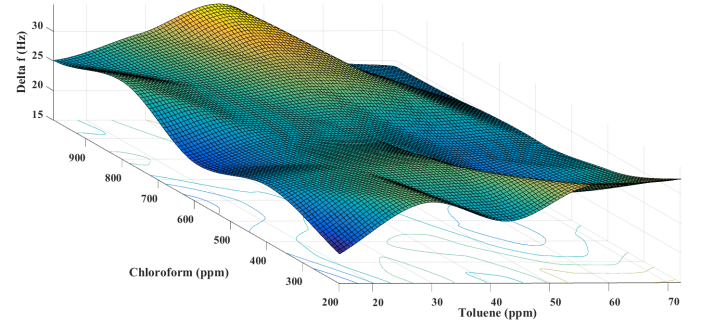


Fig. 14: Sensor 2 responses for toluene and chloroform mixtures in the water

rest was used as the test data to show the success rate of the ANN, and these datasets were chosen randomly in MATLAB.

Table 2 shows the test results; the highest prediction error for test data is 9.16%. However, the prediction error can be decreased with increasing of training data or with the number

of the sensors in the array. When actual value is zero, the relative percentage error is undefined. The average prediction errors for toluene, chloroform, and carbon tetrachloride are 4.73%, 3.75% and 3.84% respectively.

IV. CONCLUSION

In this paper, the electronic tongue based on QCM sensor array with the optimized oscillator circuits and ANN as a data analysis method was designed for detection and discrimination of chemicals in the water. The oscillator circuits, the main

structure of electronic measurement system, are capable of oscillating under heavy loads that it is necessary for under liquid measurements of QCM crystals. QCM crystals were coated with three different phthalocyanines via the developed instrument in order to detect three desired test analytes during measurements. However, thanks to the expandable FPGA control unit and custom designed liquid cell with eight crystal positions, the measurement system can distinguish more analytes with more sensors. The average prediction error according to all test data was 4.08%. The success rates in predicting chemical amounts in the water were 95.3% for toluene, 96.25% for chloroform and 96.16% for carbon tetrachloride.

Even if ANN was used in this study, different data processing methods and algorithms can be used to generate more accurate decisions with the increasing number of sensors and data. For future studies, we are planing to use more sensors and different data analysis methods which may be run on the FPGA, and also, the measurements will be made under different environments.

ACKNOWLEDGEMENT

Five different coating chemicals used in this study were taken from TUBITAK-Marmara Research Center (MAM) and we would like to thank İlke GÜROL for providing these chemicals.

REFERENCES

- [1] A. Legin, A. Rudnitskaya, Y. Vlasov, C. Di Natale, E. Mazzone, and A. D'Amico, "Application of Electronic Tongue for Quantitative Analysis of Mineral Water and Wine," *Electroanalysis*, vol. 11, pp. 814-820, 1999.
- [2] Y. G. Vlasov, A. V. Legin, A. M. Rudnitskaya, A. D'Amico, and C. Di Natale, "Electronic tongue new analytical tool for liquid analysis on the basis of non-specific sensors and methods of pattern recognition," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 65, pp. 235-236, 2000/06/30.
- [3] A. K. Deisingh, D. C. Stone, and M. Thompson, "Applications of electronic noses and tongues in food analysis," *International Journal of Food Science & Technology*, vol. 39, pp. 587-604, 2004.
- [4] C. Krantz-Ricker, M. Stenberg, F. Winquist, and I. Lundström, "Electronic tongues for environmental monitoring based on sensor arrays and pattern recognition: a review," *Analytica Chimica Acta*, vol. 426, 2001/01/12.
- [5] E. Garcia-Breijo, R. M. Peris, C. O. Pinatti, M. A. Fillol, J. I. Civera and R. B. Prats, "Low-Cost Electronic Tongue System and Its Application to Explosive Detection," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 62, no. 2, pp. 424-431, 2013.
- [6] P. Ciosek and W. Wroblewski, "Sensor arrays for liquid sensing-electronic tongue systems," *Analyst*, vol. 132, pp. 963-78, Oct 2007.
- [7] H. M. Saraoğlu, A. O. Selvi, M. A. Ebeoğlu, C. Taştun, "Electronic Nose System Based on Quartz Crystal Microbalance Sensor for Blood Glucose and HbA1c Levels From Exhaled Breath Odor", *IEEE Sensors Journal*, 13(11), 4229-4235.
- [8] M. Ferrari, V. Ferrari, D. Marioli, A. Taroni, M. Suman, and E. Dalcanale, "In-liquid sensing of chemical compounds by QCM sensors coupled with high-accuracy ACC oscillator," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 55, pp. 828-834, 2006.
- [9] M. Harbeck, D. D. Erbahar, İ. Gürol, E. Musluoğlu, V. Ahsen, and Z. Z. Öztürk, "Phthalocyanines as sensitive coatings for QCM sensors operating in liquids for the detection of organic compounds," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 150, pp. 346-354, 2010/09/21.
- [10] M. Harbeck, D. D. Erbahar, İ. Gürol, E. Musluoğlu, V. Ahsen, and Z. Z. Öztürk, "Phthalocyanines as sensitive coatings for QCM sensors: Comparison of gas and liquid sensing properties," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 155, pp. 298-303, 2011/07/05.
- [11] D. D. Erbahar, İ. Gürol, G. Gümüş, E. Musluoğlu, Z. Z. Öztürk, V. Ahsen, et al., "Pesticide sensing in water with phthalocyanine based QCM sensors," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 173, pp. 562-568, 2012/10/01.
- [12] P. Sharma, A. Ghosh, B. Tudu, S. Sabhapondit, B. D. Baruah, P. Tamuly, et al., "Monitoring the fermentation process of black tea using QCM sensor based electronic nose," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 219, pp. 146-157, 2015/11/01.
- [13] M. M. Ayad and N. L. Torad, "Alcohol vapours sensor based on thin polyaniline salt film and quartz crystal microbalance," *Talanta*, vol. 78, pp. 1280-1285, 2009/06/15.
- [14] A. Özmen and E. Doğan, "Design of a Portable E-Nose Instrument for Gas Classifications," *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 58, pp. 3609-3618, 2009.
- [15] J. Rabe, S. Buttgenbach, J. Schroder, and P. Hauptmann, "Monolithic miniaturized quartz microbalance array and its application to chemical sensor systems for liquids," *IEEE Sensors Journal*, vol. 3, 2003.
- [16] N. Nimsuk and T. Nakamoto, "Improvement of capability for classifying odors in dynamically changing concentration using QCM sensor array and short-time Fourier transform," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 127, pp. 491-496, 2007/11/15.
- [17] N. C. Speller, N. Siraj, S. Vaughan, L. N. Speller, and I. M. Warner, "QCM virtual multisensor array for fuel discrimination and detection of gasoline adulteration," *Fuel*, vol. 199, pp. 38-46, 7/1/ 2017.
- [18] N. C. Speller, N. Siraj, K. S. McCarter, S. Vaughan, and I. M. Warner, "QCM virtual sensor array: Vapor identification and molecular weight approximation," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 246, pp. 952-960, 2017.
- [19] X. Xu, H. Cang, C. Li, Z. K. Zhao, and H. Li, "Quartz crystal microbalance sensor array for the detection of volatile organic compounds," *Talanta*, vol. 78, pp. 711-716, 2009/05/15.
- [20] F. Eichelbaum, R. Borngrber, J. Schrder, R. Lucklum, and P. Hauptmann, "Interface circuits for quartz-crystal-microbalance sensors," *Review of Scientific Instruments* vol. 70, pp. 2537-2545, 1999.
- [21] S. Capone, M. Epifani, F. Quaranta, P. Siciliano, A. Taurino, and L. Vasanelli, "Monitoring of rancidity of milk by means of an electronic nose and a dynamic PCA analysis," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 78, pp. 174-179, 2001/08/30.
- [22] A. V. Legin, A. M. Rudnitskaya, Y. G. Vlasov, C. Di Natale, and A. D'Amico, "The features of the electronic tongue in comparison with the characteristics of the discrete ion-selective sensors," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 58, pp. 464-468, 1999/09/21.
- [23] G. Sauerbrey, Mitteilung aus dem 1. Physikalischen Institut der TU Berlin A.E.U. 18, 617, 1964.
- [24] K. K. Kanazawa and J. G. Gordon, *Anal. Chem.* 57, 1771, 1985.
- [25] C. Chagnard, P. Gilbert, A. N. Watkins, T. Beeler, and D. W. Paul, "An electronic oscillator with automatic gain control: EQCM applications," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 32, pp. 129-136, 1996/05/01.
- [26] J. Schrder, R. Borngrber, F. Eichelbaum, and P. Hauptmann, "Advanced interface electronics and methods for QCM," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 97, pp. 543-547, 2002/04/01.
- [27] R. J. Matthys, "Crystal Oscillator Circuits", Revised Edition, Krieger Publishing Company, Florida
- [28] F. Butler, "Series Resonant Crystal Oscillators". *Wireless Eng.* 23(6), 157-160, VHF harmonic circuits, 1946.
- [29] R. Behrends and U. Kaatz, "A high frequency shear wave impedance spectrometer for low viscosity liquids," *Measurement Science and Technology*, vol. 12, p. 519, 2001.
- [30] A. Arnau, V. Ferrari, D. Soares, and H. Perrot, "Interface electronic systems for AT quartz crystal microbalance sensors", in *Piezoelectric Transducers and Applications*, A. Arnau Vives (Ed.), Second Edition, Springer-Verlag, 117186, 2008.
- [31] V. Ferrari, D. Marioli, and A. Taroni, "Accuracy and range limitations in oscillator-driven QCM sensors", in *Proc. 7th Nat. Conf. Sens. Microsyst.*, Bologna, Italy, 382387, 2002.
- [32] Agency for Toxic Substances and Disease Registry, Public Health Statement Toluene, Dept. of Health and Human Ser., 2015.
- [33] Agency for Toxic Substances and Disease Registry, Public Health Statement Chloroform, Dept. of Health and Human Ser., 1997.
- [34] Agency for Toxic Substances and Disease Registry, Public Health Statement Carbon Tetrachloride, Dept. of Health and Human Ser., 2005.
- [35] T. Abe, M. Higuchi, "A Monolithic QCM Array Designed for Mounting on a Flow Cell", *Sensors Journal*, IEEE, 11. 86-90, 2011.
- [36] J. Liang, J. Zhang, W. Zhou, T. Ueda, "Development of a Flow Injection Based High Frequency Dual Channel Quartz Crystal Microbalance", Passaro VMN, ed. *Sensors*, 2017.
- [37] I.A. Basheer, M. Hajmeer, "Artificial neural networks: fundamentals, computing, design, and application", *Journal of Microbiological Methods*, vol. 43, pp. 3-31, 2000.

EK.2. Bildiri-1

“Development of an Airbrush Spray-Coating Instrument for QCM” isimli uluslararası bildirimiz 2nd International Conference On Advances In Science ICAS 2017 konferansında kabul edilmiş olup, 15.09.2017 günü poster sunumu gerçekleştirilmiştir. Bildirimiz bir sonraki sayfada mevcuttur.

Aydemir, F., Ebeoğlu, M. A., “Development of an Airbrush Spray-Coating Instrument for QCM”, ICAS’17, pp.260-262, 13-15 September 2017, İstanbul, ISBN:978-605-9546-07-2.



DEVELOPMENT OF AN AIRBRUSH SPRAY-COATING INSTRUMENT FOR QCM

*Fırat AYDEMİR, M. Ali EBEOĞLU

Electrical Electronics Engineering
Dumlupınar University

Keywords: QCM crystal, airbrush, coating, oscillator circuit

*Corresponding author: Fırat AYDEMİR, +90(274) 265 20 23-4277
fırat.aydemir@dpu.edu.tr

ABSTRACT—The quartz crystal microbalance (QCM) sensors are widely used in gas and liquid measurements in the literature. These piezoelectric devices are generally coated with the sensitive material in order to increase their sensitivity to the desired compounds or elements. There are different types of coating procedures such as spin coating, airbrush, electrodeposition. In this study, we developed an automatic coating instrument based on airbrush technique. The instrument consists of an oscillator circuit which is necessary to operate QCM crystal, a control unit based on a microcontroller which is responsible for setting environmental conditions identical at each coating procedure. Moreover, it measures the crystal oscillating frequency during coating. The ability to prepare the same coating every time makes the sensor production reproducible which is very critical for sensor applications can be achieved by the developed instrument.

1. INTRODUCTION

Different types of sensor systems are in use all around the world. Among all sensor systems, the usage of quartz crystal microbalance (QCM) as sensor both in gaseous and liquid media is very common in today's applications. In literature, they are used as a chemical sensor for pesticide sensing [1], alcohol vapours sensing [2], organic pollutants detection in water [3, 4], and gas classification [5].

The QCM devices are used as extremely sensitive mass measurement sensors. Any mass changes on the QCM surface changes its oscillating frequency. By monitoring this frequency changes the desired element or compounds can be detected. In order to increase the response of QCM to the mass change on its surface, it must be coated with a sensitive material to the desired analyte [6].

In this study, we developed a coating instrument which will be used for future studies. By using this designed instrument any sensor coating can be done with the same specification at any time. It gives a chance to the users to try different coating thicknesses for their researches and to find the optimum value.

2. PRINCIPLE OF INSTRUMENT

2.1. Oscillator Circuit

The design of a suitable QCM sensor interface circuit is the first step of our coating instrument. The oscillator circuit is the most common interface method for QCM sensor because of its simplicity and low cost [6]. The basic oscillator circuit requires amplification, positive feedback and a frequency determining device which is quartz crystal in this circuit. The accuracy of the frequency oscillation is extremely stable because of the crystal. The quartz crystal has two resonant

frequencies, a series resonant frequency and a parallel resonant; however, operating in series resonant frequency makes the crystal impedance minimum, and the oscillation conditions can be achieved easily. In order to keep the crystal in series resonant frequency, the capacitance compensation was applied to the oscillator circuit as shown in Fig. 1 by adding opposite-phase voltage through the C capacitance.

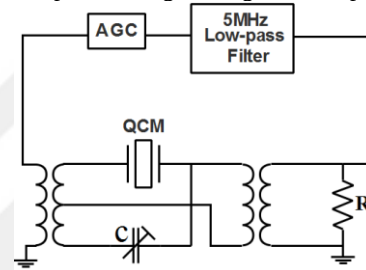


Fig. 1-Block diagram of the designed oscillator circuit

The oscillation amplitude was kept constant with an automatic gain control (AGC) circuit which has been used in many applications before [7-9]. In this way, the oscillation goes on irrespective of the load on the QCM surface.

2.2. Coating Instrument

The basic block of the designed coating instrument is shown in Fig. 2. QCM crystal and airbrush are located into the isolated clean box, and QCM crystal is directly connected to the oscillator circuit. Before each coating procedure, the air inside of the box is cleaned by vacuum to create the dust-free environment.

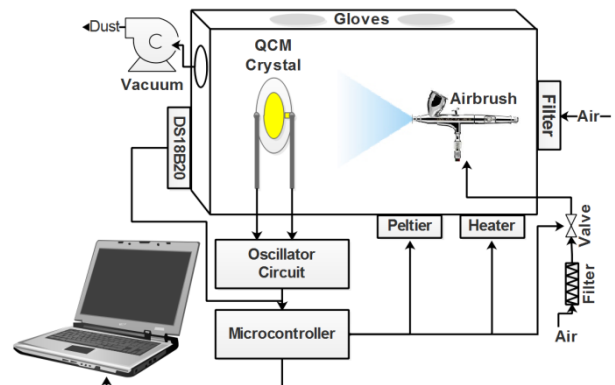


Fig. 2-QCM Coating Instrument block scheme

If any floating dust exists inside the box, it can move towards to the QCM surface with the air flow during the coating process and hold there. As a result, the oscillating frequency changes undesirably. When the vacuum is activated, a structure containing a filter located against the vacuum provides fresh air into the box.

The user can adjust the desired coating frequency and the temperature inside the box before the process by using the developed software (Fig. 3). The software transmits the set parameters to the microcontroller and receives frequency and temperature information while the coating process is being performed.

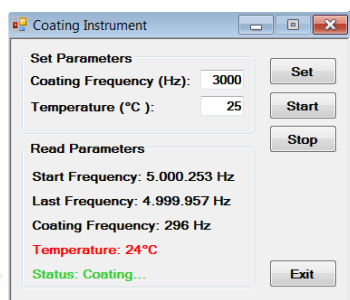


Fig. 3-The developed computer software

The microcontroller measures the temperature via a temperature sensor, DS18B20, and activates the cooler or heater to provide necessary environmental conditions.

The coating procedure works as follows: first, the desired coating chemical is placed into the airbrush; then, the user sets the coating frequency through the computer. When microcontroller gets the coating parameters, it cleans the air inside of box by activating vacuum for one minute; by the time, according to set temperature value, it activates cooler or heater. When all environmental conditions are settled; it opens the valve and let the air passes through the filter and goes to the airbrush. For fifteen seconds coating process continues, then coating stops and for three seconds oscillating frequency of QCM is measured. This procedure repeats itself until the required frequency shift achieved. The remaining solvent on the QCM surface should be removed by keeping QCM at 60°C for almost 20 hours before use.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Five different coatings based on phthalocyanines were made with the designed instrument (Fig.4).



Fig. 4-QCM Coating Instrument

The uncoated and the coated QCM sensor images taken with a microscope are shown in Fig.5. As it is seen from surface images, the homogeneous distribution of coating is in the satisfactory levels.

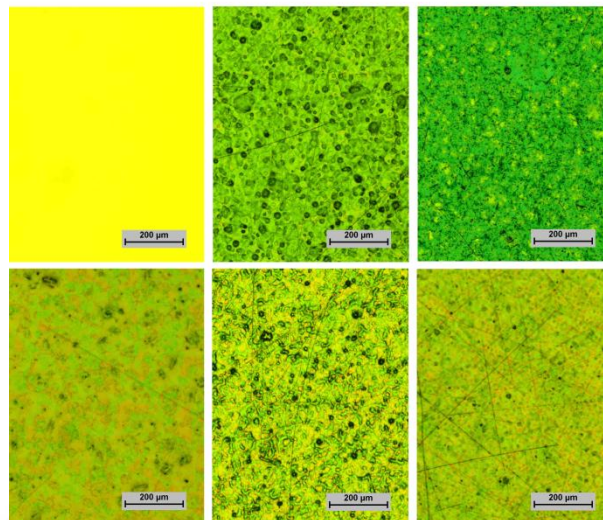


Fig. 5-QCM sensor surfaces

A number of measurements were made to demonstrate the effects of the coating. The uncoated and coated QCM sensors were tested in liquid media, and the first measurements were taken with the pure water. Fig. 6 and 7 show the frequency responses of the uncoated and phthalocyanine coated QCM sensors respectively.

The responses of the uncoated QCM sensor appear to be identical for pure water and water containing toluene and butanol. Although there are small variations, these are not considerable changes for sensor applications.

On the other hand, the response of the coated QCM sensor to toluene is remarkable. The frequency shift between pure water and toluene is about 15 Hz. After the second pure water measurement, the test analyte which includes 300ml pure water and 10ul butanol was exposed to the QCM sensor. Since the coated sensor is not sensitive to butanol, a very low-frequency shift has occurred that is same as in the uncoated QCM sensor.

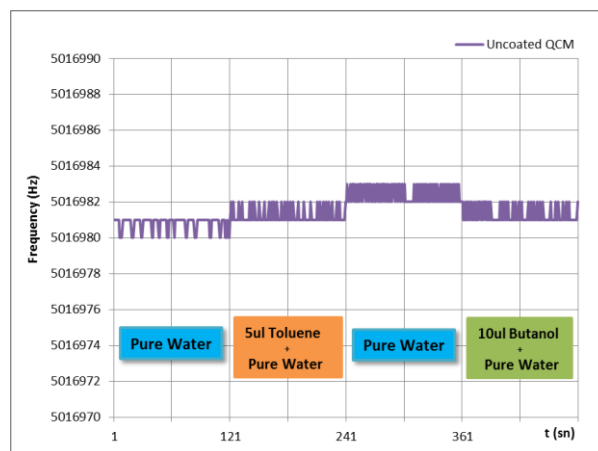


Fig. 6-Uncoated QCM crystal responses to the pure water and test analytes

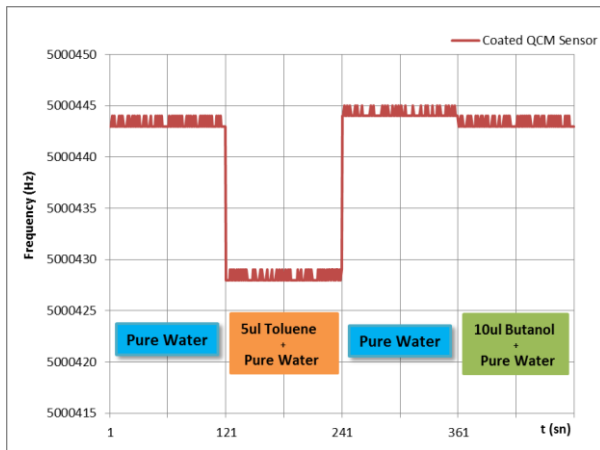


Fig. 7-Coated QCM crystal responses to the pure water and test analytes

According to the graphs shown above, it can be clearly seen that the coating on the QCM surface increases the sensitivity and selectivity of QCM to the desired test analyte. Therefore, the coated QCM crystals are widely used as chemical sensors.

4. CONCLUSION

The oscillating frequency of QCM crystal changes with the mass change on its surface. In addition, its sensitivity to the mass change can be increased with the specific coating. This coating processes the selectivity and sensitivity of the QCM crystal to the desired analyte. In this study, an instrument was designed to make the necessary coatings used in the sensor applications. The oscillator circuit was used to run QCM crystal, and microcontroller based control unit measures the oscillating frequency of QCM by taking samples from the oscillator circuit. It controlled the coating process to get the required frequency shift, and also it was responsible for setting the appropriate conditions during the coating process. By using this instrument, we are able to prepare the same coating at any time with the same specifications.

REFERENCES

- [1] D. D. Erbahar, I. Gürol, G. Gumus, E. Musluoglu, Z. Z. Öztürk, V. Ahsen, et al., "Pesticide sensing in water with phthalocyanine based QCM sensors", *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 173, pp. 562-568, 10/01/2012.
- [2] M. M. Ayad and N. L. Torad, "Alcohol vapours sensor based on thin polyaniline salt film and quartz crystal microbalance", *Talanta*, vol. 78, pp. 1280-1285, 2009/06/15/ 2009.
- [3] M. Harbeck, D. D. Erbahar, I. Gürol, E. Musluoğlu, V. Ahsen, and Z. Z. Öztürk, "Phthalocyanines as sensitive coatings for QCM sensors: Comparison of gas and liquid sensing properties", *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 155, pp. 298-303, 2011/07/05/ 2011.
- [4] M. Harbeck, D. D. Erbahar, I. Gürol, E. Musluoğlu, V. Ahsen, and Z. Z. Öztürk, "Phthalocyanines as sensitive coatings for QCM sensors operating in liquids for the detection of organic compounds," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 150, pp. 346-354, 2010/09/21/ 2010.
- [5] A. Ozmen and E. Dogan, "Design of a Portable E-Nose Instrument for Gas Classifications," *IEEE Transactions*

on Instrumentation and Measurement, vol. 58, pp. 3609-3618, 2009.

- [6] F. Eichelbaum, R. Borngräber, J. Schröder, R. Lucklum, P. Hauptmann, "Interface circuits for quartz-crystal-microbalance sensors", *Review of Scientific Instruments*, 70 (1999), 2537-2545.
- [7] C. Chagnard, P. Gilbert, A. N. Watkins, T. Beeler, and D. W. Paul, "An electronic oscillator with automatic gain control: EQCM applications," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 32, pp. 129-136, 1996/05/01/ 1996.
- [8] J. Schröder, R. Borngräber, F. Eichelbaum, and P. Hauptmann, "Advanced interface electronics and methods for QCM," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 97, pp. 543-547, 2002/04/01/ 2002.
- [9] A. S. Hou, "An AGC Circuit Design for a Variable-Frequency Sinusoidal Oscillator with Wide Frequency Range and Low Distortion Level," *Circuits, Systems and Signal Processing*, vol. 23, pp. 551-569, December 01 2004.

M. Ali Ebeoğlu received the B.Sc. degree from the Hacettepe University, Faculty of Engineering, Electronics Department, Ankara, Turkey, in 1980, and the Ph.D. degree from Dicle University, Diyarbakır, Turkey, in 1989. He is with the Department of Electrical and Electronics Engineering, Dumlupınar University, Kütahya, Turkey. His current research interests include circuits and sensors operational systems.

Fırat Aydemir received the B.Sc. degree from the Gazi University, Faculty of Engineering, Electrical & Electronics Department, Ankara, Turkey, in 2005, and the M.Sc. degree from University of Rochester, Rochester/NY, USA, in 2009. He is with the Department of Electrical and Electronics Engineering, Dumlupınar University, Kütahya, Turkey where he is currently working toward the Ph.D. degree and developing his thesis. His current research interests include embedded circuits and sensors systems.

EK.3. Bildiri-2

“Precise Frequency Measurement for QCM Sensors with FPGA” isimli uluslararası bildirimiz 2nd International Conference On Advances In Science ICAS 2017 konferansında kabul edilmiş olup, 15.09.2017 günü poster sunumu gerçekleştirilmiştir. Bildirimiz bir sonraki sayfada mevcuttur.

Aydemir, F., Ebeoğlu, M. A., “Precise Frequency Measurement for QCM Sensors with FPGA”, ICAS’17, pp.173-174, 13-15 September 2017, İstanbul, ISBN:978-605-9546-07-2.



PRECISE FREQUENCY MEASUREMENT FOR QCM SENSORS WITH FPGA

*Fırat AYDEMİR, M. Ali EBEOĞLU

Electrical Electronics Engineering
Dumlupınar University

Keywords: QCM sensor, FPGA, ARM microcontroller, frequency measurement

*Corresponding author: Fırat AYDEMİR, +90(274) 265 20 23-4277

firat.aydemir@dpu.edu.tr

ABSTRACT—In this study, two different measurement circuit design have been implemented. One of these circuits was implemented on an ARM-based microcontroller board which is named as STM32F4 Discovery. The other circuit was designed by using an FPGA-based board named Altera DE1 board. Both of them were tested with the clock signal at different frequencies; the responses were the same at low frequencies; however, it was seen that FPGA's measuring circuit has better results at the higher frequencies. Although the results of FPGA measurement circuit are sufficient for the QCM sensors that oscillate at 5 MHz, which are being used in our work, the circuit can be developed to operate more accurate at higher frequencies.

1. INTRODUCTION

The documentations about the usage of quartz crystal microbalance (QCM) sensors as mass sensitive transducers in liquid and gaseous media are increasing day by day. These sensors have been already used as gas classification [1], alcohol vapours sensing [2], biomedical application [3] and odor classifying [4].

QCM sensors are employed to detect the slightest mass changes on their surface. When any mass is applied to the surface of the QCM, the crystal oscillation frequency shifts proportional to this mass change. In many sensor applications, these frequency shifts are focused. In this regard, the oscillation frequency of the oscillator circuit, which provides the operation of the QCM sensor, must be observed; so the necessity of the circuit design which can make accurate measurement arises. In literature, microcontroller-based frequency measurement circuits and commercially available frequency counters have been used.

In this study, we developed two different measurement circuits one of which is based on a microcontroller, the other one is FPGA. Both circuits were tested under the same conditions. The test results were compared, and the most accurate measurement results were obtained from the FPGA based design. For future studies, this circuit design will be integrated into a measuring device which will be used to detect toxic chemicals in liquids.

2. DIGITAL COUNTER WITH ARM

The first design which was used to measure the frequency of QCM sensor is based on ARM Cortex-M4 microcontroller (μ C) named as STM32F407VGT6 on the STM32F4Discovery board. Two internal timers and USB on-the-go full-speed (OTG_FS) core were in use as shown in Fig. 1.

To set μ C configurations easily, a graphical software configuration tool, STM32CubeMX, which is provided from STMicroelectronics, was used. The software application

which ran on the μ C was written in Keil IDE by using C language.

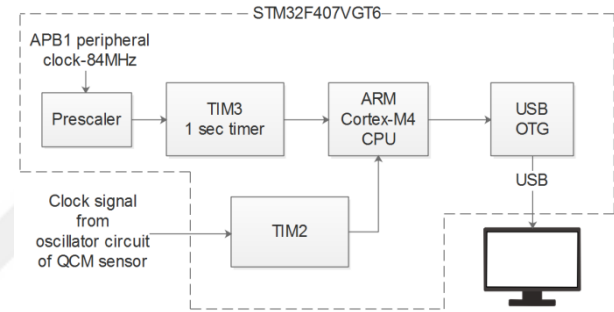


Fig. 1-Internal block diagram of ARM μ C

During the measurement, one of the two timers, TIM3, was employed to set the one-second interrupt. Clock source for TIM3 was assigned from an internal clock signal which was increased to 84MHz via PLL.

The prescaler and period values were set according to (1) to make the exact one-second interval.

$$TIM_{UpdateFrequency(Hz)} = \frac{Clock}{(PSC + 1) * (Period + 1)} \quad (1)$$

The second timer, TIM2, was triggered by the every rising edge of the QCM sensor clock signal. The clock signal incremented the counter value stored in the memory. The CPU read the counter value from memory to transmit to PC through USB connection after triggered from the TIM3 interrupt. After every reading procedure, the counter value was reset by the software and it started from the beginning.

3. DIGITAL COUNTER WITH FPGA

The second design based on FPGA is shown in Fig.2. The logic blocks were implemented on Altera Cyclone II 2C20 FPGA on the Altera DE1 board. The value of the 32-bit counter was incremented by the clock signal coming from the external clock source. The counter output was sampled in every one-second period, and it fed to the 32-bit D-flip flop via internal clock counter and one-second comparator logic block. This counting process repeated itself continuously as long as the clock signal was applied from external clock source which would be the oscillator circuit output of QCM sensor in a real application.

One-second timer consisted of a counter and a comparator block. The counter block used 50MHz oscillator signal which is provided by Altera DE1 board. The 32-bit counter output signal was assigned as an input signal for the comparator.

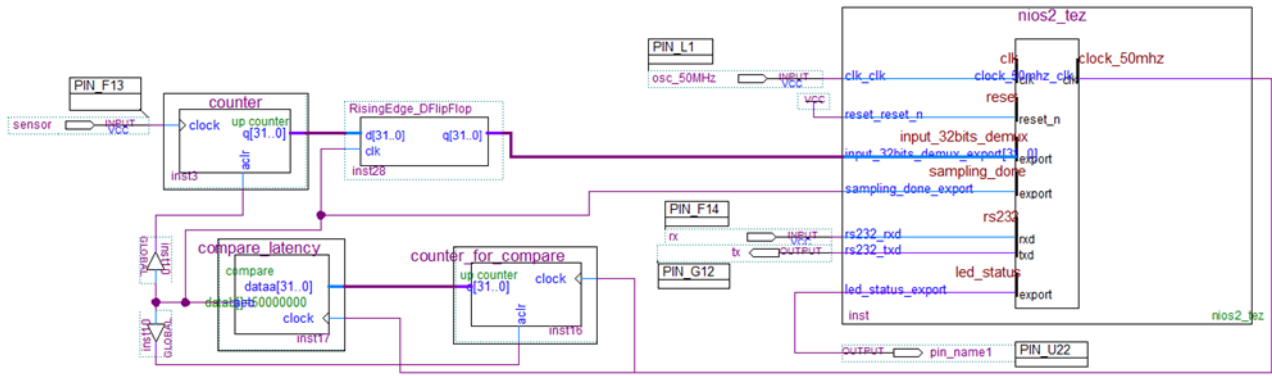


Fig. 2-Logic blocks in FPGA

When the comparator input signal value reaches to 50.10^6 , the comparator output signal set.

Altera's Nios II configurable 32-bit processor which is defined in a hardware description language was loaded into the FPGA. A software application which was written in C language was loaded into the Nios II processor. The output of the comparator logic block interrupted the Nios II processor to sample the output value of D-flip flop and transmit it to PC via the RS-232 connection.

4. RESULTS AND DISCUSSION

The same clock signal was applied to the two designed circuits. Both circuits sampled the input signal in a one-second period during one minute. All data were transmitted to the PC via USB or RS-232 depending on the circuit.

Table 1 shows the measurement results for various input frequencies, from low to high. All values show the average values of sixty seconds interval.

Table 1-Measurement Results

	Input Frequency	ARM based circuit	FPGA based circuit	Error in ARM	Error in FPGA
Hertz	10	10	10	0	0
	100	100	100	0	0
	1000	999,95	1000	0,05	0
	10000	9999,5	10000	0,5	0
	100000	99995	100000	5	0
	1000000	999949	1000001	51	1
	5000000	4999753	5000007	247	7
	6000000	5999699	6000007	301	7

At low frequencies such as 10, 100 Hz, both ARM based and FPGA based circuits had good performance in the measurements; they had an exact match at frequency counting. At the frequencies between 1 kHz and 100 kHz, the error of ARM based circuit started to increase; however, it was still at reasonable ratios. When the frequency reached 1 MHz, the error rate of ARM based circuit reached a level that could negatively affect the test results. On the other hand, the FPGA based circuit measurement results were considerably better than ARM. At 5 MHz, which is also the operating frequency of QCM, the error ratio was 0.00014 %. According to the Table-1, it can be seen that the error rate increases with the increasing value of input frequency. However, the frequency values higher than 5MHz are not the focus of this study.

5. CONCLUSION

Two different measurement circuits were designed to get accurate results for QCM sensor applications. The input signal was applied from Agilent DSOX2002A Wave Generator at various frequencies. The taken sample values were transmitted through USB and RS-232 interfaces to PC. The comparison was made between two designed circuits, and the results showed that FPGA based measurement system had better performance than ARM μ C because of its configurable logic gates out of software control. However, for high-resolution measurements, more studies are required.

REFERENCES

- [1] A. Ozmen and E. Dogan, "Design of a Portable E-Nose Instrument for Gas Classifications," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, vol. 58, 2009.
- [2] M. M. Ayad and N. L. Torad, "Alcohol vapours sensor based on thin polyaniline salt film and quartz crystal microbalance", Talanta, vol. 78, 2009.
- [3] H. M. Saraoğlu, A. O. Selvi, M. A. Ebeoğlu, and C. Taştaltın, "Electronic Nose System Based on Quartz Crystal Microbalance Sensor for Blood Glucose and HbA1c Levels From Exhaled Breath Odor," in IEEE Sensors Journal, vol. 13, no. 11, Nov. 2013.
- [4] N. Nimsuk, T. Nakamoto, "Improvement of capability for classifying odors in dynamically changing concentration using QCM sensor array and short-time Fourier transform", Sensors and Actuators B: Chemical, 2007.
- [5] <https://www.altera.com/>
- [6] <http://www.st.com>

M. Ali Ebeoğlu received the B.Sc. degree from the Hacettepe University, Faculty of Engineering, Electronics Department, Ankara, Turkey, in 1980, and the Ph.D. degree from Dicle University, Diyarbakır, Turkey, in 1989. He is with the Department of Electrical and Electronics Engineering, Dumlupınar University, Kütahya, Turkey. His current research interests include circuits and sensors operational systems.

Fırat Aydemir received the B.Sc. degree from the Gazi University, Faculty of Engineering, Electrical & Electronics Department, Ankara, Turkey, in 2005, and the M.Sc. degree from University of Rochester, Rochester/NY, USA, in 2009. He is with the Department of Electrical and Electronics Engineering, Dumlupınar University, Kütahya, Turkey where he is currently working toward the Ph.D. degree and developing his thesis. His current research interests include embedded circuits and sensors systems.

ÖZGEÇMİŞ

Fırat AYDEMİR, 1983’de Diyarbakır’da doğdu. İlköğretim 1. ve 2. sınıflarını Çorum’da, 3. sınıfını Şanlıurfa’da, 4. ve 5. sınıfını Gaziantep’de okudu. Orta öğretimini Gaziantep Fitnat Nuri Tekerekoğlu Anadolu Lisesinde, Lise eğitimini Ankara Dr. Binnaz Ege Dr. Rıdvan Ege Anadolu Lisesinde tamamladı. 2001 yılında Gazi Üniversitesi Elektrik Elektronik Mühendisliği Bölümünde lisans eğitimine başladı, 2005 yılında buradan mezun oldu. 2006 yılından itibaren Ankara’da Oriental Elektronik San. Tic. Ltd. Şti.’de Ar-Ge Mühendisi olarak görev aldı. 2007 yılında Milli Eğitim Bakanlığı’nın bursu ile ABD’deye gitti ve beş ay boyunca dil eğitimi aldı, ardından University of Rochester’da yüksek lisans eğitimine başladı. 2009 yılında yurda döndükten sonra beş ay boyunca Dumlupınar Üniversitesi’nde araştırma görevlisi olarak çalıştı, sonrasında askerlik görevini yerine getirmek için altı aylığına bu görevinden ayrıldı. 2010 yılından itibaren halen bu üniversitede Araştırma Görevlisi olarak görev yapmaktadır. Akademik olarak sensör sistemleri ve gömülü sistemler üzerine çalışmalarını sürdürmektedir.