

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

İNDÜKSİYON ISITMA İLE MİKRO VE NANO DESENLERİN
POLİMER YÜZEYLERE BASKILANMASI

HAVVA DEMİRCİ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE

2022

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

İNDÜKSİYON ISITMA İLE MİKRO VE
NANO DESENLERİN POLİMER
YÜZEYLERE BASKILANMASI

HAVVA DEMİRCİ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
DR. ÖĞR. ÜYESİ ÖZGÜN YÜCEL

GEBZE
2022

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

**IMPRINTING MICRO AND NANO
PATTERNS ON POLYMER SURFACES
WITH INDUCTION HEATING**

HAVVA DEMİRCİ
**A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE**
DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR
ASSISTT. PROF. DR. ÖZGÜN YÜCEL

GEBZE
2022



YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 30/06/2022 tarih ve 2022/33 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 25/07/2022 tarihinde tez savunma sınavı yapılan HAVVA DEMİRCİ'nin tez çalışması Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE
(TEZ DANIŞMANI) : DR. ÖĞR. ÜYESİ ÖZGÜN YÜCEL

ÜYE : DR. ÖĞR. ÜYESİ HASAN ŞILDIR

ÜYE : DOÇ. DR. SEDAT YALÇINKAYA

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

Bu çalışmada belirli polimerlerin yüzeylerinde mikro ve nano desenlerin oluşturulma yöntemleri incelenmiştir. Birinci aşamada mevcut litografik yöntemlerin aksine daha az maliyetli ve daha az ekipman gerektiren sıcak baskılama cihazı tasarlanmıştır. Tasarım yapılırken en kısa sürede en iyi transferin sağlanabilmesi için en uygun malzeme seçimi ve çalışma prensibi belirlenmiştir. İkinci aşamada üretimi sağlanmış olan sıcak baskılama cihazı ile işlem parametrelerinin (sıcaklık, basınç, süre) optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. Belirlenen çalışma koşullarında nikel kalıp yardımıyla alternatif manyetik alan oluşturulup indüksiyon ısıtma yaparak polimer yüzeyine mikro ve nano desen transferi gerçekleştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Hızlı Isıtma, İndüksiyonlu Isıtma, Nikel Kalıp, Sıcak Baskılama Cihazı, Yumuşak Litografi.

SUMMARY

In this study, the methods of forming micro and nano patterns on the surfaces of certain polymers were investigated. In the first step, a hot imprinting device was designed which is less costly and requires less equipment, unlike the existing lithographic methods. While designing, the most suitable material selection and working principle were determined in order to ensure the best transfer in the shortest time. Optimization studies of the process parameters (temperature, pressure, time) were carried out with the hot imprinting device which was produced in the second step. In the determined working conditions, an alternative magnetic field had been created with the help of a nickel mold and micro and nano pattern transferred to the polymer surface is carried out by induction heating.

Key Words: Rapid Heating, Induction Heating, Nickel Mold, Hot Imprinting Apparatus, Soft Lithography.

TEŐEKKÜR

İlk olarak, yüksek lisans eğitimim ve akademik yařantım boyunca desteęini ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyip bilgisi ve tecrübesi ile bu çalışmanın oluşmasının yolunu açan eski danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Muhammed Enes ORUC'a,

Bütün yüksek lisans çalışmam boyunca destek olan, bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşan değerli danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Özgün YÜCEL'e,

Araştırmamın üretim aşamasında maddi ve manevi katkı sağlayan Sayın DEMİ MAKİNA teknik ekibine en içten teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma, Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'nun (TÜBİTAK) sağladığı 217M221 numaralı 3501 projesi tarafından desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
TABLolar DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
1.1. Tezin Amacı, Katkısı ve İçeriği	2
2. MİKRO KALIPLAMA	3
2.1. Mikro Kalıplama Yöntemleri	3
2.1.1. Enjeksiyon Kalıplama	3
2.1.2. Sıcak Baskılama	4
2.2. Isıtma Türleri	5
2.3. Temas Açısı	7
3. DENEY SİSTEMİ ve YÖNTEMİ	8
3.1. Sıcak Baskılama Cihazı	8
3.2. Mikro Desen Transferi Deney Sistemi	9
3.3. Nano Desen Transferi Deney Sistemi	12
4. SONUÇLAR ve YORUMLAR	16
KAYNAKLAR	26
ÖZGEÇMİŞ	27
EKLER	28

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler ve Açıklamalar

Kisaltmalar

Θ	: Temas açısı
Tg	: Camı geçiş sıcaklığı
V	: Volt
W	: Watt
x	: Büyütme oranı
HPLC	: Yüksek performanslı sıvı kromatografisi
MEMS	: Mikro elektromekanik sistem
PMMA	: Polimetilmetakrilat
PDMS	: Polidimetilsiloksan

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: Enjeksiyon kalıplama yöntemi.	4
2.2: Sıcak baskılama yöntemi.	5
3.1: Üretilen sıcak baskılama cihazı.	8
3.2: İndüksiyon bobini.	9
3.3: Mikro desen transferi üretim sistemi şematik diyagramı.	10
3.4: Mikro desenli metal kalıp 100x mikroskop görüntüsü.	10
3.5: Mikro desen transferi çalışma basamakları.	11
3.6: Nano desen transferi üretim sistemi şematik diyagramı.	12
3.7: PDMS kalıp 200x mikroskop merkez nokta görüntüsü.	13
3.8: Nano desen transferi çalışma basamakları.	13
4.1: Numune-5 50x mikroskop görüntüsü.	19

TABLULAR DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
3.1: Mikro desen transferi deney parametreleri.	11
3.2: Nano desen transferi deney parametreleri.	14
4.1: Mikro desen transferi deney sonuçları.	16
4.2: Nano desen transferi deney sonuçları.	19
4.3: Temas açısı değerleri.	24
4.4: Temas açısı görüntüleri.	25



1. GİRİŞ

Mikro akışkan çipler, mikro ölçekteki (metrenin milyonda biri) kanallar içerisinde mikro litre ve daha küçük hacimlerdeki akışkanların kontrol edilmesini ve hareket ettirilmesini sağlayan sistemlerdir [Web1, 2018]. Daha az numune tüketerek, pek çok sıralı laboratuvar işlemini basitçe gerçekleştirmek amacıyla kullanılırlar. Daha düşük numune hacmi, daha az kimyasal atık, paralel analiz, daha düşük analiz maliyeti, daha hassas algılama, taşınabilirlik, yüksek ayırma verimliliği, hızlı ayırma süresi gibi avantajlara sahiptirler [Li et al., 2008].

Mikro elektromekanik sistem (MEMS) teknikleri, biyosensörler, ilaç dağıtım sistemleri, biyokimyasal testler için mikro akışkan kanallar ve doku mühendisliği için yapı iskeleleri dâhil olmak üzere biyomedikal cihazları imal etmek için uyarlanmıştır. Genellikle, yüzeyleri hassas bir şekilde tasarlama yetenekleri ve silikonun beklenen biyoyumluluğu nedeniyle bu tür biyomedikal mikro cihazları yapmak için silikon bazlı üretim süreçleri kullanılır [Park et al., 2007].

İlk yıllarda geliştirilen mikro akışkan çipler, silikon ve cam substratlardan çoğunlukla fotolitograf ve aşındırma teknolojisi kullanılarak üretildi. Ancak bu üretim süreçleri maliyetli, el emeği yoğun ve zaman alıcıdır. Bu malzemelerle seri üretim yapmak neredeyse imkânsızdır. Son yıllarda, birçok polimerik malzeme, mikro akışkan çip gelişimine olan ilgiyi artırmaktadır. İmalat kolaylığı ve bu malzemelerden üretilen cihazların nispeten düşük maliyeti, onları silikon ve cama çekici bir alternatif haline getirmiştir [Li et al., 2008].

Mevcut yöntemler arasında nano baskı litografisi, düşük maliyet, yüksek verim ve yüksek çözünürlük avantajlarıyla polimer levhalar üzerinde mikro/nano yapıları kolayca ve güvenilir bir şekilde üretmenin en umut verici yollarından biridir. Nano baskı litografisi ilk olarak 1995 yılında tanıtılmış ve son yirmi yılda önemli gelişmeler kaydetmiştir. Tipik bir termal nano baskı litografi yönteminde, yüzey baskı desenlerini taşıyan sert bir kalıp, camsı geçiş sıcaklığının (Tg) üzerine ısıtılan yumuşatılmış veya erimiş bir polimer tabakasına preslenir. Polimer Tg'nin altına soğuyana ve tamamen katılaşıyana kadar dış basınç korunmalıdır. Polimer katılaştıkça, kalıp polimerden ayrılabilir ve baskılı nano desenleri polimer yüzeyinde bırakır [Fu et al., 2019].

1.1. Tezin Amacı, Katkısı ve İçeriđi

Mikro akışkan çipler günümüzde birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. İmalat kolaylığı ve nispeten düşük maliyetlerden dolayı silikona alternatif olarak polimerik malzemeler çip üretiminde büyük önem taşımaktadır.

Son yıllarda mikro akışkan çip üretim sürecinde polimerik malzemelere mikro ve nano desenlerin uygulanabilmesi için en çok kullanılan metot basit ekipmanlar ve daha az yatırım gerektirmesi sebebi ile sıcak baskılama yöntemi olmuştur.

Bu tezin amacı optik geçirgenliği olan polimetilmetakrilat (PMMA) polimeri üzerinde nano ve mikro yapılar oluşturabilmek için sıcak baskılama cihazı üretmektir. Sıcak baskılama yönteminin başarılı olması baskılama sıcaklığı, baskılama süresi ve baskılama basıncına bağlıdır.

Bu tez kapsamında, öncelikle ikinci bölümde mikro kalıplama yöntemleri ve nano desen transferi anlatılmıştır. Isıtma yöntemleri hakkında temel bilgiler verilmiş ve indüksiyon ısıtmadan bahsedilmiştir. Üçüncü bölümde üretimi sağlanan cihaz anlatılmış ve çalışma prensibinden bahsedilmiştir. Dördüncü ve son bölümde ise baskı yapılan numune polimerler incelenmiş ve elde edilen sonuçlar ile ilgili yorumlar konu başlıkları altında anlatılmıştır.

2. MİKRO KALIPLAMA

MEMS teknikleri, biyosensörler, ilaç dağıtım sistemleri, biyokimyasal testler için mikro akışkan kanallar ve doku mühendisliği için yapı iskeleleri dâhil olmak üzere biyomedikal cihazları imal etmek için uyarlanmıştır. Genellikle, yüzeyleri hassas bir şekilde tasarlama yetenekleri ve silikonun beklenen biyouyumluluğu nedeniyle bu tür biyomedikal mikro cihazları yapmak için silikon bazlı üretim süreçleri kullanılır. Fakat, silikon bazlı işlemler, özellikle tek kullanımlık tıbbi mikro cihazlar için genellikle pahalıdır [Park et al., 2007]. Bir alternatif olarak, polimer malzemeleri kullanan MEMS üretimi, çeşitli fiziksel özelliklere sahip olan ve biyolojik ve kimyasal uygulamaların uyumluluk gereksinimlerini karşılayabilen çok çeşitli polimerler tarafından motive edilerek popülerlik kazanmaktadır. Ayrıca, fotolitografik yöntemlerle polimer fabrikasyonu ile ilişkili büyük masraf ve optik kırınım, polimer mikro cihazların gelişimini sınırlamıştır.

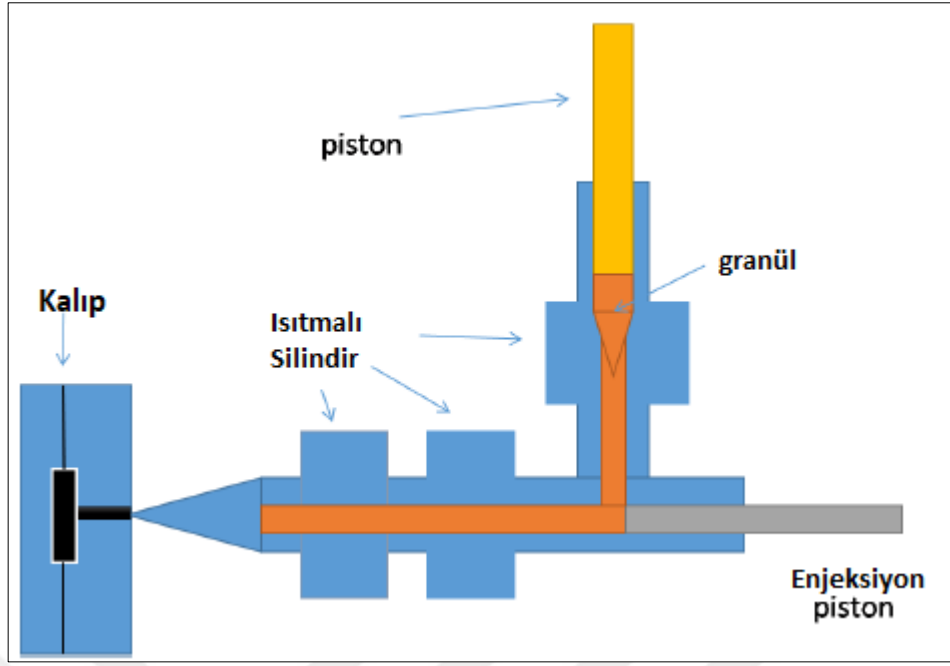
Fotolitografi yerine, mikro yapıları düşük maliyetli, basit işleme yöntemleri ve seri üretim potansiyeli ile üretmek için mikro kalıplama teknikleri geliştirilmiştir [Park et al., 2007]. Termoplastik polimerlerin mikro kalıplanması için kullanılan beş yöntem vardır: Enjeksiyon kalıplama, reaksiyon enjeksiyon kalıplama, sıcak baskılama, enjeksiyon sıkıştırma kalıplama ve ısıyla şekillendirme [Heckele and Schomburg, 2004].

2.1. Mikro Kalıplama Yöntemleri

Endüstride en çok kullanılan mikro kalıplama yöntemleri enjeksiyon kalıplama ve sıcak baskılama yöntemleridir.

2.1.1. Enjeksiyon Kalıplama

Enjeksiyon kalıplamada, Şekil 2.1'de de gösterildiği gibi polimer granüller erimiş halde kalıplara ve daha sonra malzemenin kalıbın şeklini ve dokusunu benimsediği belirli bir basınca maruz bırakılır. Kalıbın sıcaklığı, malzemeyi kalıp şekline sokar ve ardından ürün dışarı çıkar [Zıyara, 2015].



Şekil 2.1: Enjeksiyon kalıplama yöntemi.

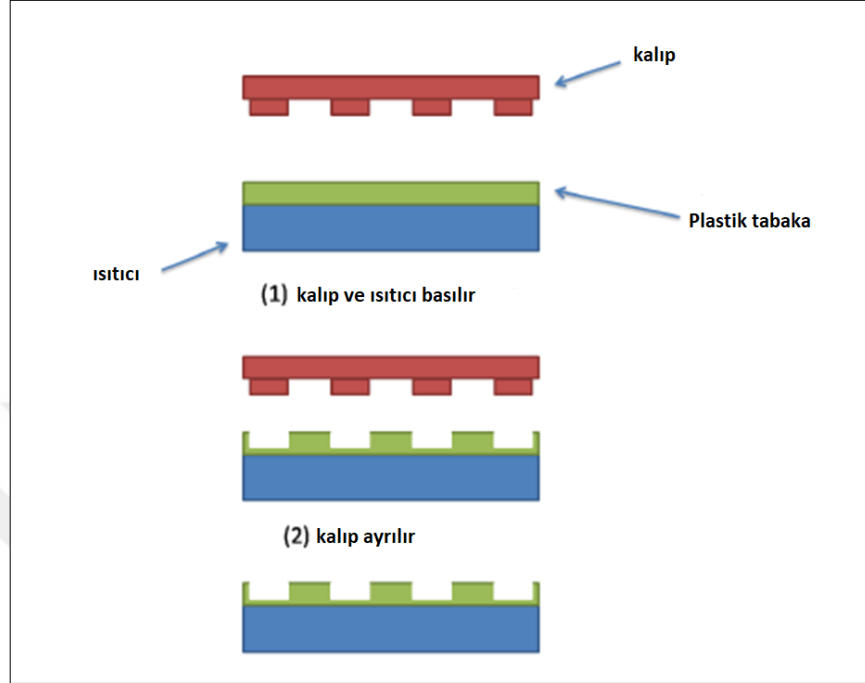
Enjeksiyon kalıplama yönteminin yaygın olarak bilinen dezavantajları büyük hacimli üretimler için yüksek takım maliyeti gerektirmeleri, kalıp ucunda yüksek baskı oluşması ve kalıp içi gerilmeleridir.

2.1.2. Sıcak Baskılama

Bu yöntemde öncelikle substrat ve kalıp temas halinde tutulur. Bu süreçte malzemenin camsı geçiş sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklığa (T_g) kadar ısıtma işlemi yapılır. Sıcaklık, T_g üzerine çıkınca sisteme üstten basınç uygulanmaya başlanır. Kalıbın mikro yapısı sıcaklık ve basıncın etkisi ile substrat yüzeyine transfer olur. Baskılama işlemi sona erdiğinde kalıp soğutulup substrattan ayrılır. Şekil 2.2'de gösterilmiştir.

Mikro akışkan çip üretiminin basit bir yolu olarak kabul edilen sıcak baskılama yöntemi tipik mikro fabrikasyon yöntemlerinin aksine basit ekipman ve daha az yatırım gerektirir. Ayrıca mikro enjeksiyon kalıplamada sadece düşük molekül ağırlıklı termoplastikler kullanılabilirken sıcak baskılamada düşük ve yüksek molekül ağırlıklı termoplastikler kullanılabilir. Yüksek verim ve yüksek çözünürlük avantajlarıyla polimer levhalar üzerinde mikro/nano yapılar kolayca ve güvenilir bir şekilde üretilebilir. Sıcak baskılama işleminin başarılı olabilmesi aşağıda verilen üç parametreye bağlıdır.

- Baskılama sıcaklığı.
- Baskılama süresi.
- Basınç miktarı.



Şekil 2.2: Sıcak baskılama yöntemi.

Kalıbın geniş termal kütesinden dolayı yavaş termal döngü hızı ve dolayısıyla uzun bir döngü süresi meydana gelebilir. Bu şartlarda transfer gerçekleşmeyebilir. Baskılama süresinin minimum seviyelerde tutulması önemlidir. Bu sebeple sıcaklık, döngü boyunca korunmalıdır. İdeal sıcak baskılama prosesinde kalıbın ısıtılıp soğutulması aşamalarındaki verimliliği korumak için substrata göre optimum baskılama süresi ve basınç miktarı belirlenmelidir.

2.2. Isıtma Türleri

Genellikle kullanılan fosil kaynaklı yakıtların ısı enerjisine çevrilmesi ile oluşan ısıtma yöntemleri, çevreye zarar vermesi sebebi ile yerini elektrikli ısıtma sistemlerine devretmiştir. Elektrikli ısıtma sistemleri, elektrik enerjisinin diğer enerji türlerine çevriminin kolay olması ve çok çeşitli kaynaklardan elde edilebilmesi gibi avantajlarından dolayı tercih sebebi olmuştur. Elektrikli ısıtma sistemlerinin, plazma

ile ısıtma, lazer ile ısıtma, iletim ile ısıtma, rezistans ile ısıtma, elektrik arkı ile ısıtma ve indüksiyon ile ısıtma gibi çeşitli şekilleri vardır [Gündoğan, 2011].

İndüksiyonlu ısıtma sistemleri teorik olarak Faraday (1791-1867) zamanında biliniyor olsa da yeterli güç kaynaklarının olmaması sebebi ile uygulamaya 1897 yılında İngiltere’de Ferranti tarafından ilk patentin alınması ile geçti. Metal bobinin dışına konduğu için “halka” veya “nüveli” ocak olarak bilindi. 1900 yılında İsveç’te Kjellin tarafından kurulan çelik ergitme ocağı ticari ilk uygulama oldu.

İndüksiyon ocaklarının, özel, pahalı ve bakım güçlükleri fazla olan jeneratörlere ihtiyaç gösteren frekans düşüklüğü olması o devirdeki en büyük problemleri olmuştur. Yarı iletken güç sistemlerinin geliştirilmesi ile indüksiyon ergitmede 1966 yılından itibaren yeni bir devir başlamıştır. Bahsi geçen ekonomi sorunu yarı iletken teknolojinin gelişimi ile önemini kaybetmiş ve bu alandaki çalışmaların günümüzde yaygınlaşmasını sağlamıştır.

İndüksiyonla ısıtmanın üstünlükleri aşağıda sıralanmıştır.

- Oksidasyon ve kabuklaşma metallerin hızlı ısınmasından dolayı olmaz.
- Ürünün sınırlı bir yeri veya yüzeyi bütün parça yerine ısıtılabilir.
- İstendiği zaman ısıtma gücü kullanılarak fırın sıcaklığının devamlı kontrolüne gerek kalmaz.
- Malzeme yakıt gazları ile kirlenmez [Gündoğan, 2011].

Elektromanyetik enerjinin ısı enerjisine dönüştürülmesi indüksiyonlu ısıtmanın temel prensibidir. Amper yasasına göre bir bobine alternatif akım uygulandığında bobin etrafında değişken bir manyetik alan oluşur. Faraday kanununa göre bu manyetik alan ısıtılacak malzemeye bir gerilim indükler. Lenz kanununa göre indüklenen gerilim eddy akımlarının indüksiyon bobini içine yerleştirilmiş olan çalışma malzemesine geçmesi ile sonuçlanır.

İndüksiyonlu ısıtmada, ısıtılan malzemenin her tarafı eşit miktarda ısı almamaktadır. Malzemenin yüzeyinde çok yüksek ısı meydana gelirken iç kısımlarında az, merkezinde daha az ısı oluşmaktadır. Akım kaynağının frekansına ve nüfuz derinliğine bağlı olarak ısınma miktarı değişkenlik göstermektedir [Gündoğan, 2011].

2.3. Temas Açısı

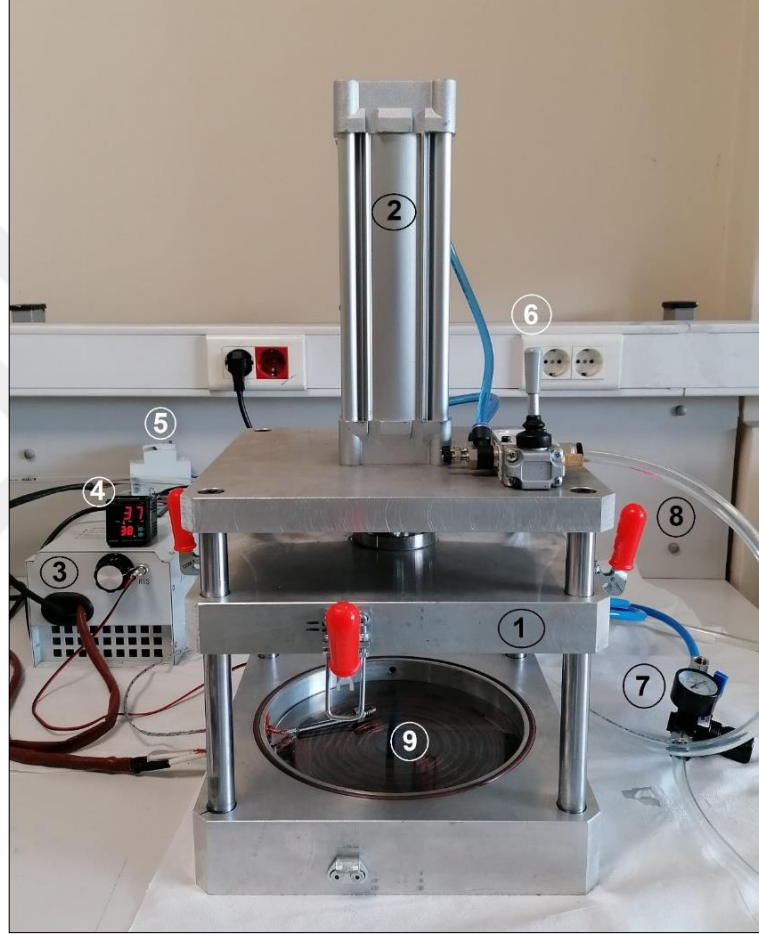
Bir sıvı yardımı ile katının ıslatılabilirliğinin sayısal olarak ölçümüdür ve katı ile sıvı damlanın kesiştiği ara yüzey sınırında oluşan teğet çizgisi ile hesaplanmaktadır. Sıvı damla olarak düşük viskoziteye sahip uçucu olmayan herhangi bir sıvı kullanılabilir. Eğer ölçülen açı değeri 0° eşit ise tamamen ıslanabilen, 90° 'den küçük ise kısmen ıslanabilen, 90° 'den büyük ise ıslanmayan yüzey olarak bilinir. 90° ile 150° arası hidrofobik yüzey olarak isimlendirilirken 150° üzerindeki açılar süperhidrofobik yüzey olarak isimlendirilir.



3. DENEY SİSTEMİ ve YÖNTEMİ

Mikro ve nano desen baskılama olmak üzere 2 ayrı grup şeklinde deneyler yürütülmüştür. Deneylerin hepsi üretilen sıcak baskılama cihazı ile yapılmıştır.

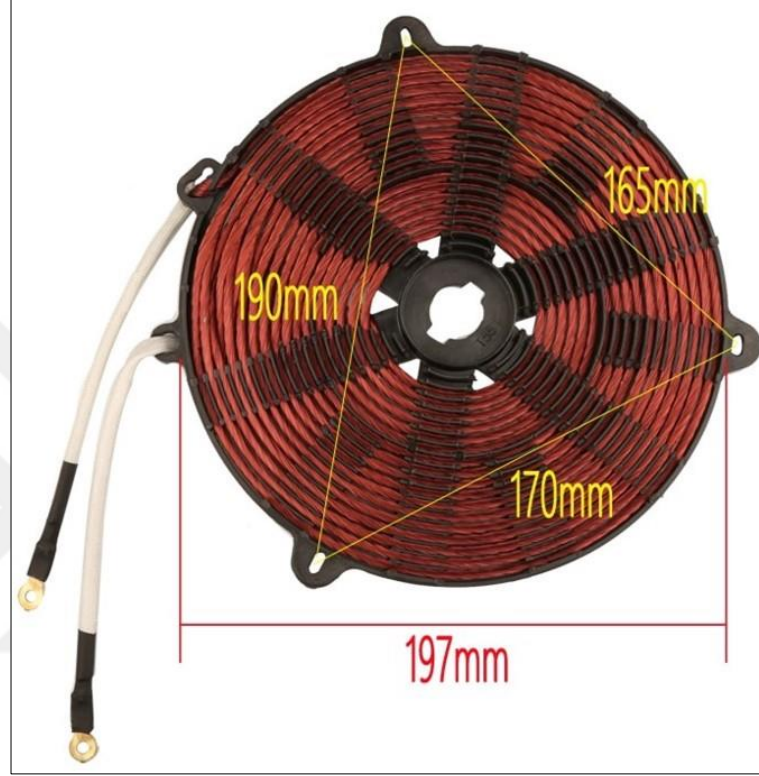
3.1. Sıcak Baskılama Cihazı



Şekil 3.1: Üretilen sıcak baskılama cihazı.

Şekil 3.1’de gösterilen sıcak baskılama cihazı tarafımızdan üretilmiştir. Alt, orta ve üst plakalar cihazın hafif olması ve ısı iletkenliği göz önünde tutularak alüminyum malzemeden tasarlanmıştır. Orta plaka (1) aşağı ve yukarı olacak şekilde hareketlidir. Orta plaka pnömomatik silindir piston (2) sayesinde hareket etmektedir. Pistonun plakayı hareket ettirmesi için pnömomatik valf (6) kullanılmıştır. Sistem çalışırken plakalar arasından basınç sebebiyle hava çıkışı olmasını engellemek için ekstraputumaklar (8) kullanılmıştır. Isıtıcı olarak 197 mm çapında 220V besleme ile 2500 W güç üretebilen indüksiyon bobini (9) kullanılmıştır. Kullanılan bobin görseli Şekil 3.2’de

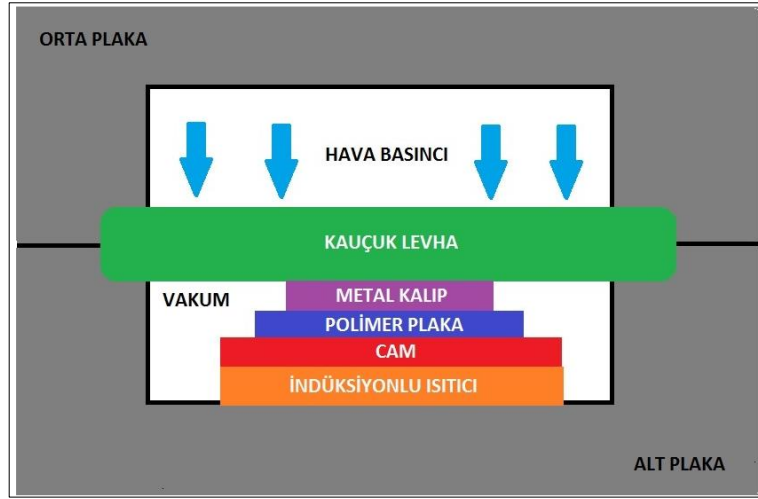
gösterilmiştir. İndüksiyon bobini beslemek için ise 3500 W ve 5-40 kHz çalışma aralığına sahip güç kaynağı (3) kullanılmıştır. Güç kaynağını çalıştırıp kapatmak için anahtar (5) kullanılmıştır. Yüzeiden sıcaklık ölçümü sağlamak için Arduino Uno (4) ile Max 6675 modülü ve K tipi termokupl kullanılmıştır. Baskılama işlemi yapılırken sisteme basınç uygulamak için pnömatik regülatör (7) kullanılmıştır.



Şekil 3.2: İndüksiyon bobini.

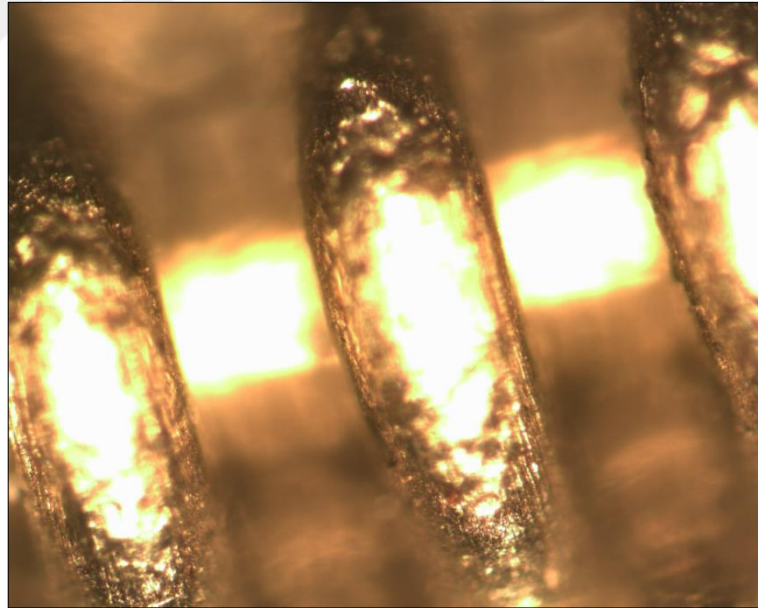
3.2. Mikro Desen Transferi Deney Sistemi

Şekil 3.3'de mikro desen transferi üretim sistemi şematik diyagramı gösterilmiştir. Isıtıcı üzerindeki cam polimerin erimesini önlemek için kullanılmıştır. 1 mm kalınlığındaki kauçuk levha ise numune üzerine istenen basınç kuvvetini iletmek için kullanılmıştır. Polimer plaka olarak 3 mm kalınlığında 2 cm x 2 cm alanında PMMA kullanılmıştır.



Şekil 3.3: Mikro desen transferi üretim sistemi şematik diyagramı.

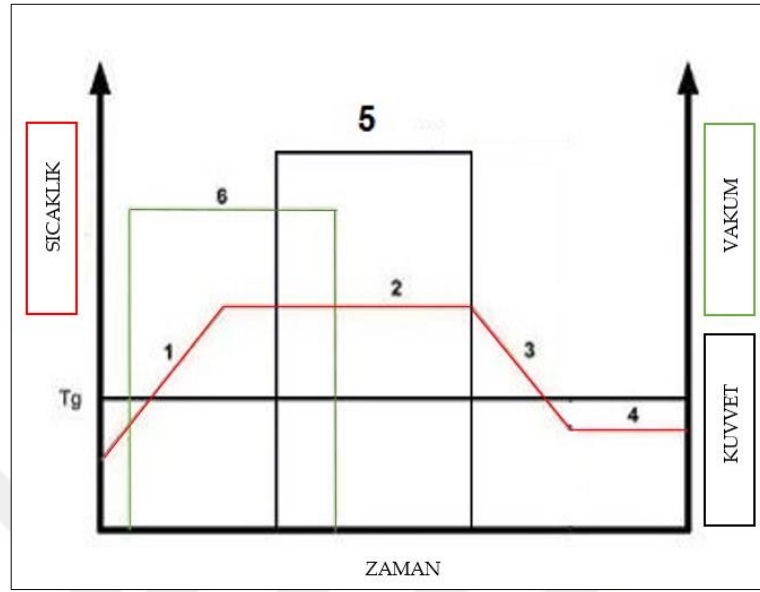
3 mm kalınlığındaki PMMA levhadan 2 cm x 2 cm alanında numuneler kesildi. Numuneler deiyonize su ile yıkandı ve nitrojen gazı ile kurutuldu. Cam yüzeyin üzerine sırası ile PMMA, metal kalıp ve kauçuk levha yerleştirildi. Kullanılan metal kalıp Şekil 3.4'te gösterilmiştir. Orta plaka kapatıldı. Tutamaklar sıkıldı.



Şekil 3.4: Mikro desenli metal kalıp 100x mikroskop görüntüsü.

Sistem vakum altına alındı (6). Güç kaynağı çalıştırıldı. PMMA'in Tg değeri üzerindeki bir sıcaklığa sistem ısıtıldı (1). Sıcaklık istenilen değere ulaştığında (2) istenen basınç değeri (5) istenilen süre boyunca uygulandı. Basınç uygulaması sonlanınca sistem soğutulmaya başlandı (3). Sıcaklık istenilen değerin altına düştükten

sonra cihaz açıldı (4). Numune ve kalıp ayrıldı. Çalışma basamakları Şekil 3.5’de gösterilmiştir.



Şekil 3.5: Mikro desen transferi çalışma basamakları.

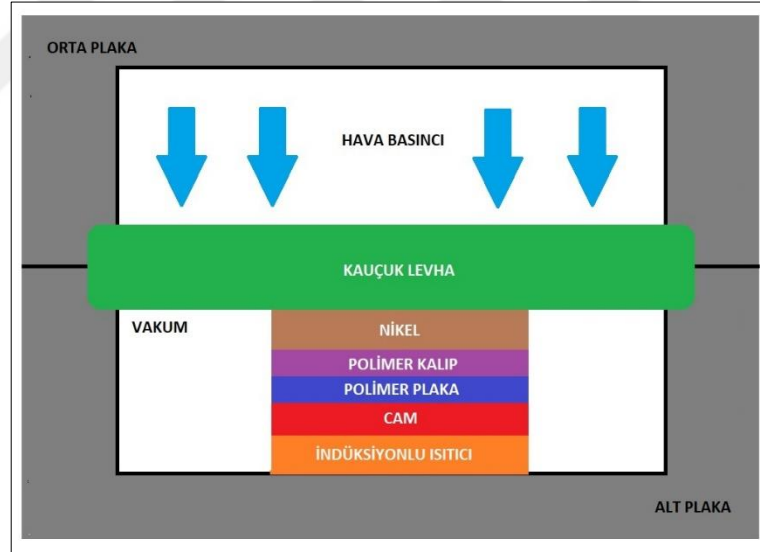
Tablo 3.1: Mikro desen transferi deney parametreleri.

Numune	Sıcaklık (°C)	Basınç (bar)	Temas süresi (dk)
1	90	2,5	1
2	105	2,5	1
3	120	2,5	1
4	130	2,5	1
5	130	2	1
6	130	1,5	1
7	130	2,5	2

Tablo 3.1’de yapılan mikro desen transferi deneysel çalışma parametreleri özetlenmiştir. Numune 1, 2, 3 ve 4’de sıcaklık denemeleri, numune 4, 5 ve 6’da basınç denemeleri, numune 4 ve 7’de temas süresi denemeleri yapılmıştır. Denemeler sırasında diğer tüm parametreler sabit tutulmuştur. Her deneme vakum ve aynı şartlar altında yapılmıştır.

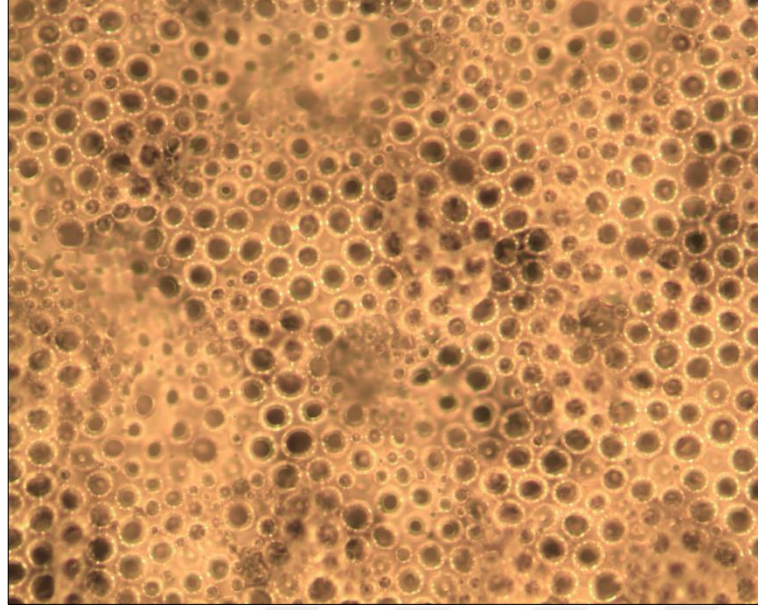
3.3. Nano Desen Transferi Deney Sistemi

Şekil 3.6’da nano desen transferi üretim sisteminin şematik diyagramı gösterilmiştir. Isıtıcı üzerindeki cam mikro desen transferi deney sisteminde olduğu gibi polimerin erimesini önlemek için kullanılmıştır. 1 mm kalınlığındaki kauçuk levha ise yine mikro desen transferi deney sisteminde olduğu gibi numune üzerine istenen basınç kuvvetini iletmek için kullanılmıştır. Polimer plaka olarak 3 mm kalınlığında 2 cm x 2 cm kare PMMA kullanılmıştır. Mikro desen transferi yönteminden farklı olarak metal kalıp yerine polimer kalıp tercih edilmiştir. Polimer kalıp olarak PDMS kullanılmıştır. İndüksiyonlu ısıtıcının polimer plakayı ısıtabilmesi için manyetik alan oluşturulması gerekmektedir. Mikro desen transfer deney sisteminde metal kalıp ile manyetik alan sağlanırken nano desen transferinde kalıp olarak polimer tercih edildiği için manyetik alan oluşturabilmek mümkün değildir. Bu sebep ile kalıp üzerine nikel yerleştirilmiştir.

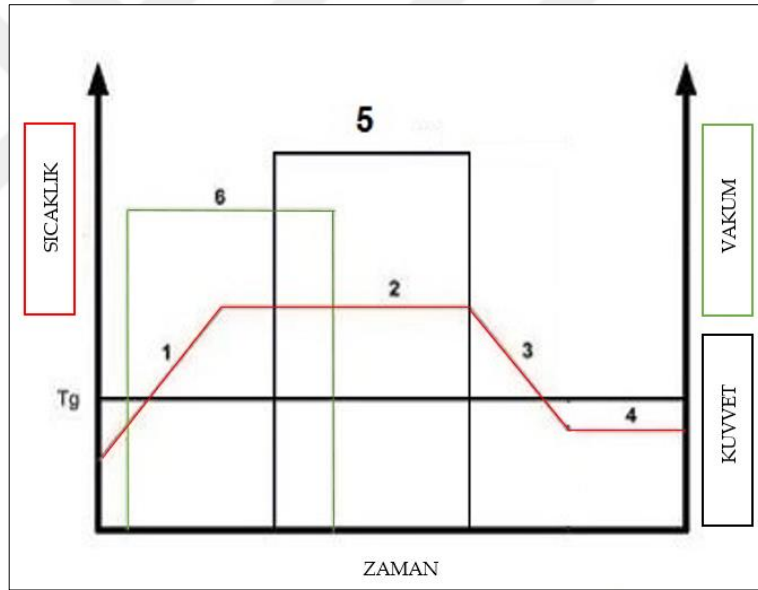


Şekil 3.6: Nano desen transferi üretim sistemi şematik diyagramı.

3 mm kalınlığındaki PMMA levhadan 2 cm x 2 cm numuneler kesildi. Numuneler deiyonize su ile yıkandı ve nitrojen gazı ile kurutuldu. Cam yüzeyin üzerine sırası ile PMMA, PDMS kalıp (önceden hazırlanmış olan PDMS kalıbın mikroskop görüntüsü Şekil 3.7’de gösterilmiştir), nikel ve kauçuk levha yerleştirildi. Orta plaka kapatıldı. Tutamaklar sıkıldı.



Şekil 3.7: PDMS kalıp 200x mikroskop merkez nokta görüntüsü.



Şekil 3.8: Nano desen transferi çalışma basamakları.

Sistem vakum altına alındı (6). Güç kaynağı çalıştırıldı. PMMA'in Tg değeri üzerindeki bir sıcaklığa sistem ısıtıldı (1). Sıcaklık istenilen değere ulaştığında (2) istenen basınç değeri (5) istenilen süre boyunca uygulandı. İstenilen temas süresi boyunca basınç uygulandıktan sonra basınç uygulaması kapatıldı ve sistem soğutulmaya başlandı (3). Sıcaklık belirli bir değer altına düştükten sonra cihaz açıldı (4). Numune ve kalıp birbirinden ayrıldı. Çalışma basamakları Şekil 3.8'de gösterilmiştir.

Nano desen transferinde sıcaklık, basınç ve temas sürelerinin optimizasyonu için deneyler yapılmıştır. Tablo 3.2’de deney parametreleri verilmiştir. Numune 1, 2, 3, 4, 5 ve 6’da sıcaklık denemeleri, numune 7, 8, 9, 13, 14 ve 15’de basınç denemeleri, numune 10, 11, 12, 16, 17 ve 18’de temas süresi denemeleri yapılmıştır. Denemeler sırasında diğer tüm parametreler sabit tutulmuştur. Her deneme vakum ve aynı şartlar altında yapılmıştır.

Tablo 3.2: Nano desen transferi deney parametreleri.

Numune	Sıcaklık (°C)	Basınç (bar)	Temas süresi (dk)
1	180	2,5	2
2	220	2,5	2
3	230	2,5	2
4	240	2,5	2
5	250	2,5	2
6	260	2,5	2
7	240	2	2
8	240	2,5	2
9	240	3	2
10	240	3	1
11	240	3	2
12	240	3	3

Tablo 3.2: Devam.


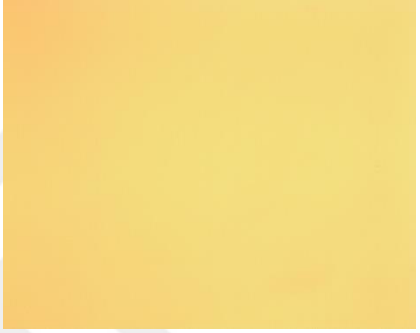




13	230	2	2
14	230	2,5	2
15	230	3	2
16	230	3	1
17	230	3	2
18	230	3	3

Mikroskop görüntülerini desteklemek amacıyla en iyi sonuçların elde edildiği 230 °C ve 240 °C numunelerin yüzey özelliklerini incelemek için Thetalite marka 101 model cihaz ile GTÜ kimya mühendisliği bölümü 121 numaralı odada temas açısı ölçümü gerçekleştirilmiştir. Cihaz, numune yüzeyi üzerine damlatılan damlanın katı yüzey ile yaptığı açının ölçülmesini sağlamaktadır. Numune ışığın ve objektifin hizasında bulunan panele yerleştirilmiştir. Damlatma işlemi için 2 mikrosiemens'den küçük iletkenlikte olan LabScab'den alınan C23C11X kodlu HPLC su kullanılmıştır. 5 mikrolitrelik damla, damlatma iğnesi yardımıyla yüzey üzerine damlatılmış ve 3 adet görüntü alınmıştır. Program yardımı ile alınan görüntüler üzerinden ölçümler gerçekleştirilmiştir. Bu işlem numune yüzeyinin 5 farklı noktasında tekrarlanmıştır. 5 noktadan alınan değerlerden yola çıkarak ortalama temas açısı hesaplanmıştır. Yapılan çalışma neticesinde elde edilen temas açı değerleri Tablo 4.3'de verilmiştir.

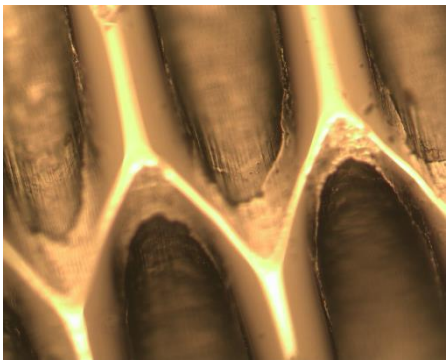

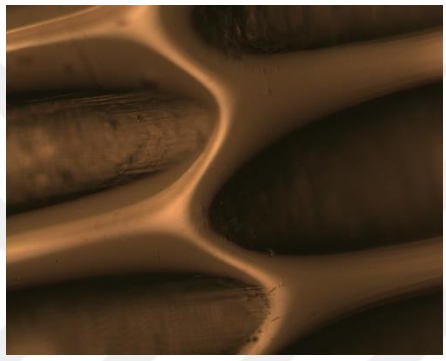
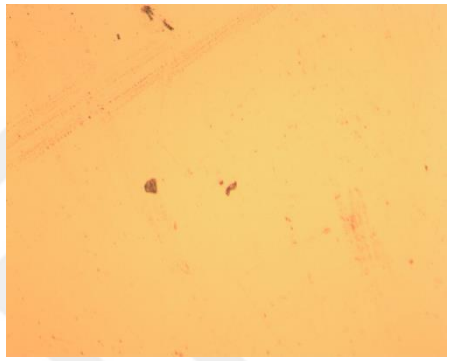
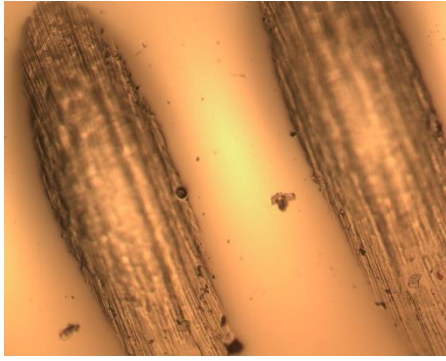
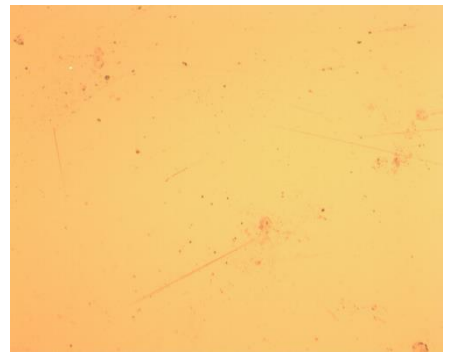
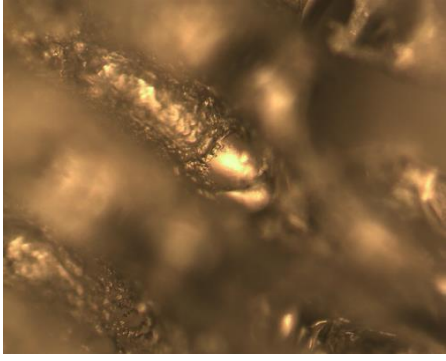
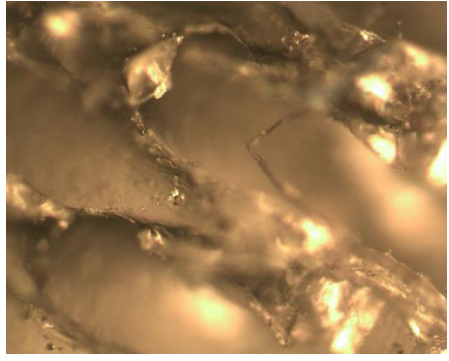
4. SONUÇLAR ve YORUMLAR

Mikro desen transferi kapsamında yapılan deneylerin sonuçları Tablo 4.1'de gösterilmiştir.

Tablo 4.1: Mikro desen transferi deney sonuçları.

Numune	100x Mikroskop köşe nokta görüntüsü	100x Mikroskop merkez nokta görüntüsü
1 (90 °C, 2,5 bar, 1 dk)		
2 (105 °C, 2,5 bar, 1 dk)		
3 (120 °C, 2,5 bar, 1 dk)		

Tablo 4.1: Devam.

<p>4 (130 °C, 2,5 bar, 1 dk)</p>		
<p>5 (130 °C, 2 bar, 1 dk)</p>		
<p>6 (130 °C, 1,5 bar, 1 Dk)</p>		
<p>7 (130 °C, 2,5 bar, 2 dk)</p>		

Numunelere baskılanan desenler gözle görülmesine rağmen 100x mikroskop görüntüleri GTÜ kimya mühendisliği bölümü 121 numaralı odada Nikon Eclipse marka LV100 model cihaz ile kaydedilmiş ve Tablo 4.1’de verilmiştir. Mikroskop görüntülerinden de yola çıkarak aşağıda elde edilen sonuçlar verilmiştir.

Numune 1’de 90 °C sıcaklık 2,5 bar 1 dk temas süresi ile çalışılırken numune 2’de 105 °C sıcaklık 2,5 bar basınç ve 1 dk temas süresi ile çalışılmıştır. Ve her iki numunede de mikro desen transferi sağlanamadığından PMMA’in camsı geçiş sıcaklığı altındaki sıcaklık çalışmalarında transfer baskılaması yapılamayacağı sonucuna varılmıştır.

Numune 3’de 120 °C sıcaklık 2,5 bar basınç 1 dk temas süresi çalışılmış olup yüzeysel ve uniform olmayan transfer elde edilmiştir. Bu transfer şekli bize camsı geçiş sıcaklığı üzerindeki bir sıcaklık değerinde çalışılması gerektiğini göstermiştir.

Numune 4, 5, 6 ve 7’de aynı sıcaklık değeri (130 °C) çalışılmış fakat farklı basınç ve temas süreleri denenmiştir. Numune 7’de temas süresi 2 dakika olarak denenmiştir. Temas süresinin uzatılmasının PMMA yüzeyinde bozunmalara yol açtığı görülmüştür. Bu sebeple 1 dakikalık temas süresinin yeterli olacağı saptanmıştır.

Numune 5 ve 6’da sırası ile 2 bar ve 1,5 bar basınçlar denenmiş fakat her iki numunede de numune merkezinde transfer yokken numune köşe noktalarında desen transferi sağlandığı gözlemlenmiştir. Numune 5’in 50x mikroskop görüntüsü Şekil 4.1’de gösterilmiştir. Mikroskop görüntüsünde de görüldüğü gibi köşelerden merkeze doğru yaklaştıkça baskılanan desen transferi küçülmekte ve merkezde transfer gerçekleşmemektedir. Düşük basınçlarda merkezden köşe noktalara doğru transfer gerçekleşmesi beklenirken tam tersi durum elde edilmiştir. Numune 5 ve 6’dan elde edilen görüntüler ile 2,5 bar basınçta çalışılmaya karar verilmiştir.

Numune 4’de 130 °C sıcaklık 2,5 bar basınç ve 1 dakika temas süresi ile çalışılarak düzenli mikro desen transferi sağlanmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda optimum sıcaklık 130 °C, optimum basınç 2,5 bar ve optimum temas süresi 1 dakika olarak belirlenmiştir.

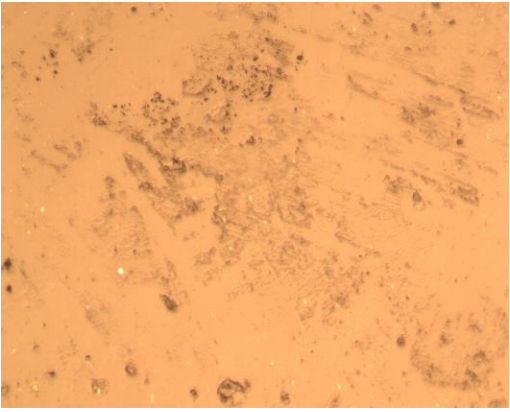
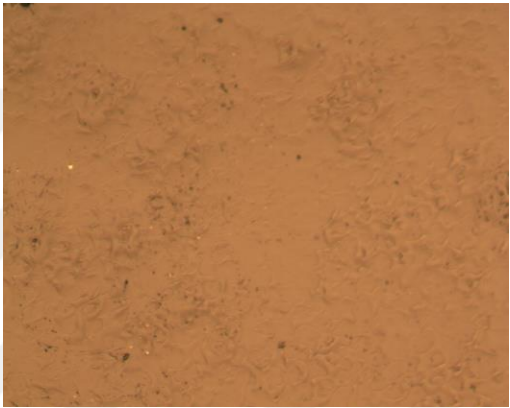
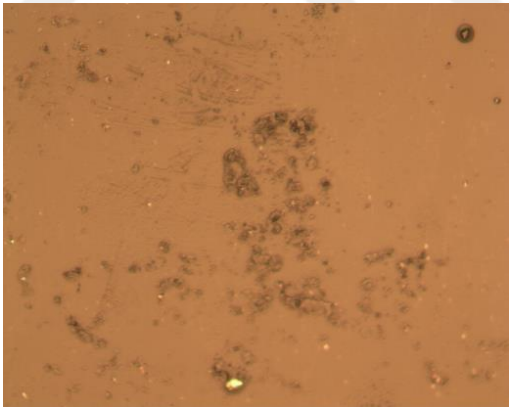
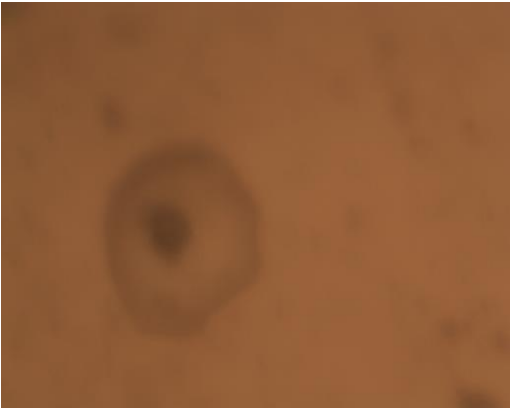


Şekil 4.1: Numune-5 50x mikroskop görüntüsü.

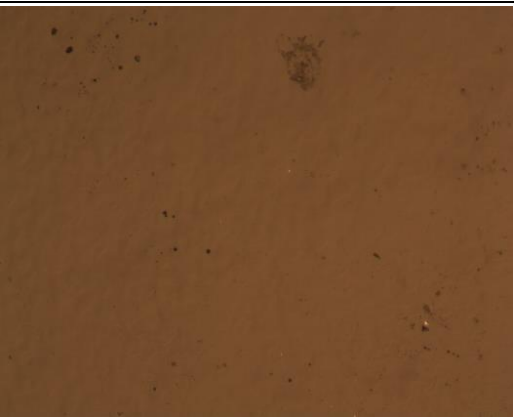
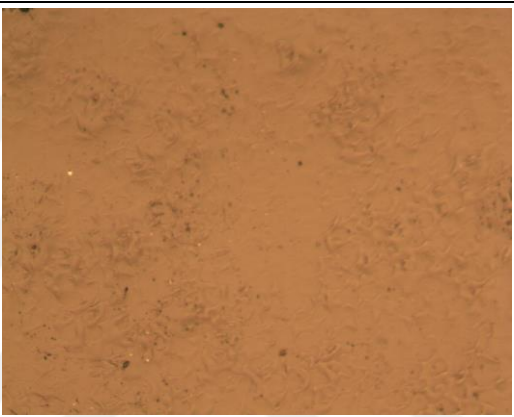
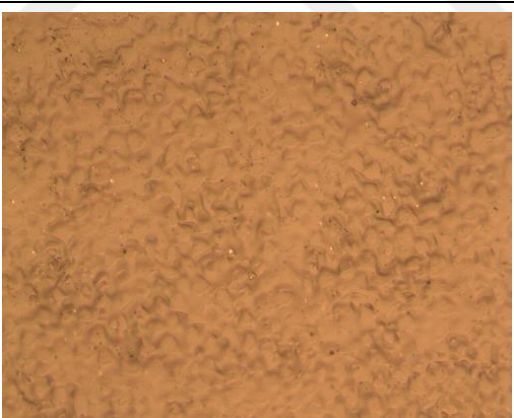
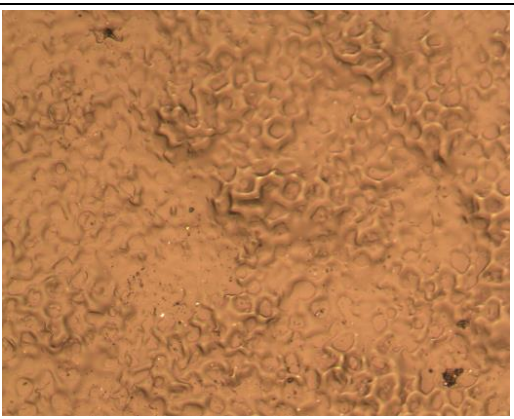
Tablo 4.2: Nano desen transferi deney sonuçları.

Numune	200x Mikroskop merkez nokta görüntüsü
1 (180 °C, 2,5 bar, 2 dk)	
2 (220 °C, 2,5 bar, 2 dk)	



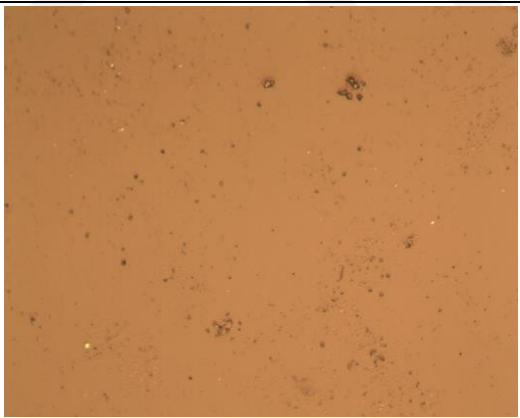
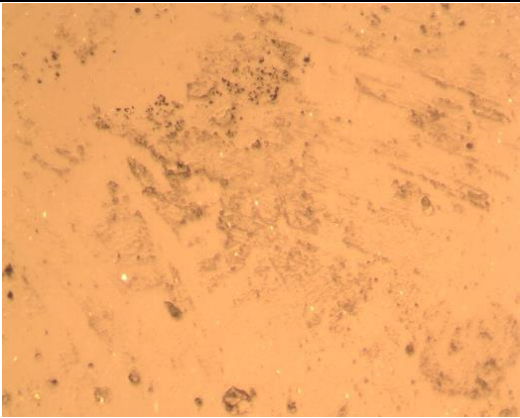
Tablo 4.2: Devam.

<p>3 (230 °C, 2,5 bar, 2 dk)</p>	
<p>4 (240 °C, 2,5 bar, 2 dk)</p>	
<p>5 (250 °C, 2,5 bar, 2 dk)</p>	
<p>6 (260 °C, 2,5 bar, 2 dk)</p>	

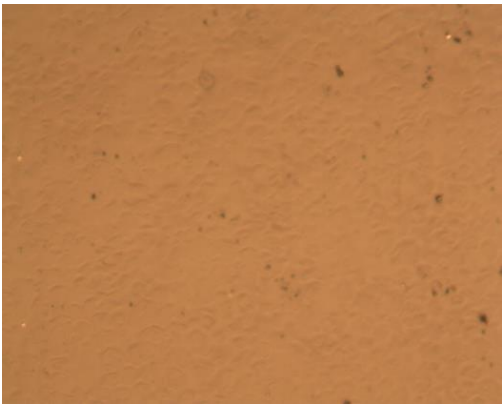
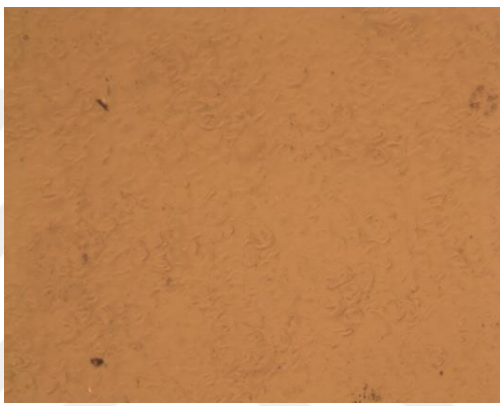
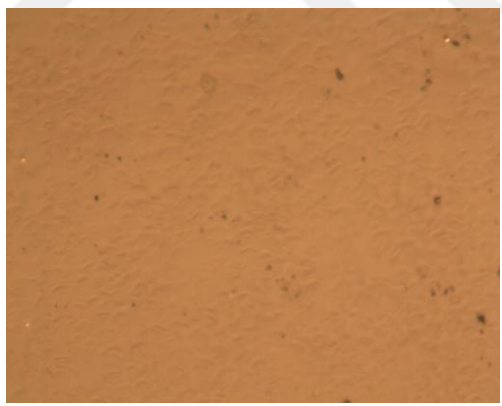
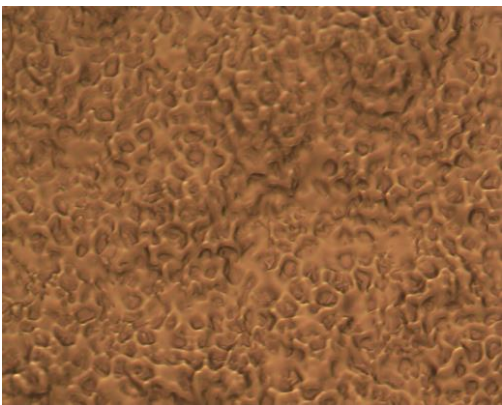
Tablo 4.2: Devam.

<p>7 (240 °C, 2 bar, 2 dk)</p>	
<p>8 (240 °C, 2,5 bar, 2 dk)</p>	
<p>9 (240 °C, 3 bar, 2 dk)</p>	
<p>10 (240 °C, 3 bar, 1 dk)</p>	

Tablo 4.2: Devam.

<p>11 (240 °C, 3 bar, 2 dk)</p>	
<p>12 (240 °C, 3 bar, 3 dk)</p>	
<p>13 (230 °C, 2 bar, 2 dk)</p>	
<p>14 (230 °C, 2,5 bar, 2 dk)</p>	

Tablo 4.2: Devam.

<p>15 (230 °C, 3 bar, 2 dk)</p>	
<p>16 (230 °C, 3 bar, 1 dk)</p>	
<p>17 (230 °C, 3 bar, 2 dk)</p>	
<p>18 (230 °C, 3 bar, 3 dk)</p>	

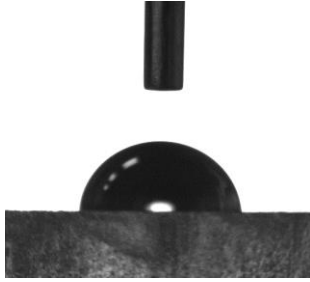
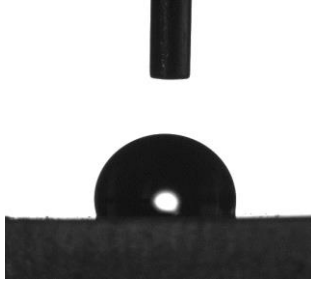
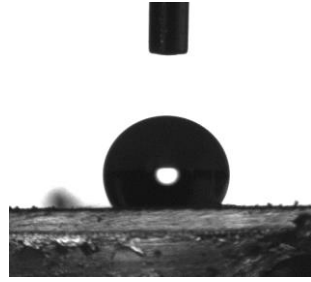
Nano desen transferi kapsamında yapılan deneylerin sonuçları Tablo 4.2’de gösterilmiştir. Numunelere baskılanan desenlerin 200x mikroskop görüntüleri kaydedilmiş ve Tablo 4.2’de verilmiştir. Mikroskop görüntülerinden yola çıkarak aşağıda elde edilen sonuçlar verilmiştir.

Numune 1, 2, 3, 4, 5 ve 6’ da sıcaklık denemeleri yapılmıştır. Numune 5 ve 6’da PMMA yüzeyi bozunduğu gözlemlenmiştir. Numune 1, 2 ve 3’de nano desen transferi sağlanamadığı görülmüştür. Numune 7, 8 ve 9’da 240 °C için basınç denemeleri yapılmıştır. En net desen transferi 3 bar basınçta elde edildiği gözlemlenmiştir. Numune 10, 11 ve 12’de 240 °C için temas süresi denemeleri yapılmıştır. En net görüntü 3 dakika temas süresi olan numune 12’de gözlemlenmiştir. Numune 14, 15, 16, 17, 18 ve 19’da 230 °C için deneyler yapılmıştır. Fakat net bir şekilde transfer sağlanamadığı görülmüştür.

Tablo 4.3: Temas açısı değerleri.

Numune	Temas açısı (Θ)
Transfer uygulanmamış PMMA	86,47° \pm 0,06
13 (230 °C, 2 bar, 2 dk)	90,15° \pm 0,04
14 (230 °C, 2,5 bar, 2 dk)	89,23° \pm 0,11
16 (230 °C, 3 bar, 1 dk)	89,78° \pm 0,08
17 (230 °C, 3 bar, 2 dk)	83,78° \pm 0,07
18 (230 °C, 3 bar, 3 dk)	88,79° \pm 0,05
7 (240 °C, 2 bar, 2 dk)	99,01° \pm 0,08
8 (240 °C, 2,5 bar, 2 dk)	103,60° \pm 0,03
10 (240 °C, 3 bar, 1 dk)	95,36° \pm 0,03
11 (240 °C, 3 bar, 2 dk)	105,58° \pm 0,04
12 (240 °C, 3 bar, 3 dk)	103,95° \pm 0,03
PDMS Kalıp	122,26° \pm 0,07

Tablo 4.4: Temas açısı görüntüleri.

Transfer uygulanmamış PMMA	Numune 12	PDMS Kalıp
		

Tablo 4.3’de verilen ölçülmüş temas açısı değerleri yapılan çalışma neticesinde transfer uygulanmamış PMMA hidrofilik, PDMS kalıp hidrofobik olarak ölçülmüştür. Ölçülen numune sonuçları hata payı içerisinde ve oldukça anlamlıdır. Numuneler transfer yapılmamış PMMA ile karşılaştırılınca yüzeyde transfer olduğunu kanıtlamıştır. PDMS kalıp ile karşılaştırılınca 240 °C için çalışılan numuneleri 230 °C’de çalışılan numunelere göre daha hidrofobik sonuç verdiği görülmektedir. Bu sonuç ise mikroskop görüntüleri ile oldukça tutarlıdır.

Temas açısı görüntüleri yukarıda bulunan Tablo 4.4’de verilmiştir. Elde edilen görüntülerden de yola çıkarak başarılı bir şekilde hidrofobik yüzey oluşturulduğu kabul edilmiştir.

Nano desen transferi kapsamında yapılan bütün deneyler sonucunda optimum sıcaklık 240 °C, optimum basınç 3 bar ve optimum temas süresi 3 dakika olarak belirlenmiştir.

Elde edilen sonuçlar sıcak baskılama cihazını başarılı bir şekilde ürettiğimizi ve mikro ve nano desen transferi için üretime yeterince elverişli olduğunu göstermektedir. Sıcak baskılama cihazının yapılan çalışma neticesinde mevcut sistemlerin aksine nispeten daha düşük maliyetli, daha az ekipman gerektirdiği, imalat kolaylığı, seri üretime elverişli olduğu ve daha az el emeği gerektirdiğinden zaman tasarrufu yüksek olduğu tespit edilmiştir. Gelecek çalışmalar için umut vaat etmektedir.

KAYNAKLAR

Fu X., Chen Q., Chen X., Zhang L., Yang A., Cui Y., Yuan C., Ge H., (2019), “A rapid thermal nanoimprint apparatus through induction heating of nickel mold”, *Micromachines*, 10, 334-345.

Gündoğan K., (2011), “Elektromanyetik Alan Etkisindeki Metallerin Isıl Modellemesi”, Doktora Tezi, Kırıkkale Üniversitesi.

Heckele M., Schomburg W.K., (2004), “Review on micro molding of thermoplastic polymers”, *J. Micromech. Microeng.* 14, R1–R14.

Li J.M., Liu C., Qiao H.C., Zhu L.Y., Chen G., Dai X.D., (2008), “Hot embossing/bonding of a poly(ethylene terephthalate) (PET) microfluidic chip”, *J. Micromech. Microeng.* 18, 015008.

Park J., Choi S., Kamath R., Yoon Y., Allen M., Prausnitz M., (2007), “Polymer particle-based micromolding to fabricate novel microstructures”, *Biomed Microdevices*, 9,223–234.

Web1, (2018), <https://bilimgenc.tubitak.gov.tr/makale/mikroakiskan-cip-teknolojisi-sagliktan-gidaya-her-alanda-hayatimizda>, (Erişim Tarihi: 25/07/2022).

Zıyara A.A İbrahim, (2015), “Optimization of The Fabrication Processes of Microfluidic Chips by Hot Embossing”, Yüksek Lisans Tezi, Çankaya Üniversitesi.

ÖZGEÇMİŞ

Havva DEMİRCİ 2013 yılında başladığı Selçuk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümünü 2018 yılında başarıyla tamamlayarak 2019 yılında yüksek lisans eğitimine Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında başladı. 01.02.2021 tarihi itibari ile Demi Makina Metal San. Ve Tic. Ltd. Şti için çalışmaktadır.



EKLER

Ek A: Tez Çalışması Kapsamında Yapılan Yayınlar

Demirci H., Yılmaz A., Oruç M.E., (2021), “Mikro ve Nano Kalıplama için Sıcak Baskılama Cihazı Üretimi”, Gebze Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 5. Lisansüstü Araştırmalar Sempozyumu, 10-11 Haziran.

