Metal ve Metaloksit Mikrodisk Rezonatör Parlayıcı Gaz Sensörlerinin Araştırılması ve Geliştirilmesi

Program Kodu: 1001

Proje No: 110T803

Proje Yürütücüsü:

Prof. Dr. Alper KİRAZ

Araştırmacı:

Dr. Nevin TAŞALTIN

Bursiyerler:

Mustafa ERYÜREK

Ersan ÖZELCİ

EYLÜL 2014

İSTANBUL

Önsöz

Bu raporda TÜBİTAK tarafından desteklenen 110T803 numaralı “Metal ve Metaloksit Mikrodisk Rezonatör Parlayıcı Gaz Sensörlerinin Araştırılması ve Geliştirilmesi“ başlıklı araştırma projesinden elde edilen sonuçlar açıklanmaktadır. Proje kapsamında mikrodisk ve mikrodaire mikrorezonatörleri temelli optik gaz sensörleri geliştirilmişti. Bunun için UV fotolitografi ya da iki foton soğurma ile polimerizasyon teknikleri kullnılarak mikrorezonatör yapıları ve dalgakılavuzları üretilmiştir. Üretilen yapıların üzerine lift-off (aşındırma) yöntemiyle palladyum sensör tabakası kaplanmıştır. Dalgakılavuzlarına optik bağlaşma optik fiberler ile gerçekleştirilmiş ve optimum bağlaşma şartları sağlandığında optik fiberler alttaşa UV yapışltırıcı ile sabitlenmiştir. Böylece taşınabilir hale gelen sensör aygıatları test edilmiş ve hidrojen gazının %1 yoğunluktan daha düşük seviyelerde ölçülebildiği görülmüştür.

Projedeki çalışmalar bursiyer Mustafa Eryürek başta olmak üzere Dr. Nevin Taşaltın, Dr. Necmettin Kılınç, Dr. Yasin Karadağ, Ersan Özelci, ve Mehdi Aas’ın önemli katkıları ile Koç Üniversitesi Optofluidik ve Nano-Optik Araştırma Laboratuvarı’nda gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmalar aynı zamanda Mustafa Eryürek’in 2013 yılında Koç Üniversitesi Fizik Bölümü’nde savunduğu yüksek lisans tezinin konusunu oluşturmuştur.

İçindekiler

1 Giriş 13

2 Literatür Özeti ve Proje Amacı 14

2.1 Parlayıcı gaz sensörleri 14

2.2 Mikrodisk rezonatörlerin gaz algılama prensibi: 17

2.2.1 Mikrodisk rezonatör gaz sensörlerinin gaz algılama limiti 20

3 Satın Almalar 22

4 Elektromanyetik Benzeşimler 25

4.1 Meep Benzeşimleri 27

5 Pd Kaplamalı Mikrodisk rezonatörlerin üretilmesi 28

5.1 Fotolitografi ile Mikrodisk Üretimi 28

5.1.1 Maske tasarımı 28

5.1.2 Mikrodisk rezonatörlerin hazırlanması 31

5.1.3 Üretilen mikrodisk rezonatörlerin yapısal karakterizasyonu ... 32

5.2 İki Foton Polimerizasyon ile Mikrodisklerin Üretilmesi 35

5.3 Mikrodisklerin Lift-Off İşlemi ile Pd Kaplaması 40

5.3.1 Üretilmiş Pd Kaplamalı Mikrodisklerin SEM Görüntüleri 42

6 Deney Düzeneklerinin Kurulumu 45

7 Elde Edilen Sonuçlar 49

7.1 Sensörlerin Hazırlanması ve Optik Spektrum Ölçümleri 49

7.2 H_2 Gaz Sensör Testleri 52

8 Sonuç 60

9 Kaynakça 62

Şekiller Listesi

Şekil 2-1: Mikrodisk rezonatörün şematik görünümü. 18

Şekil 2-2: Mikrodisk rezonatör sensörlerin **(a)** spektral kaymanın ölçülmesine bağlı glikoz algılama grafiği [39] **(b)** ışık şiddetinin değişimine bağlı glikoz algılama grafiği [65]. 20

Şekil 3-1: Proje kapsamında satın alınan demirbaşların bir kısmının laboratuvarımızda çekilmiş fotoğrafları: Termostatlı su banyosu, gaz akışı kontrolörlerinden birisi, fotoalgılayıcı modüller, fotoalgılayıcı kafalar, hassas hareket sehpası..... 23

Şekil 3-2: Kızılötesi ışıma yapan ayarlanabilir Santec lazer. 24

Şekil 3-3: Düşük gürültülü akım yükselteci 24

Şekil 4-1: RSoft programı ile gerçekleştirilen iki boyutlu benzeşimlerde kullanılan dalga kılavuzu-rezonatör modeli. Benzeşimlerde kullanılan parametreler: Kırınım indisi: 1.57, mikrohalka iç yarıçapı: 4.9 μm, mikrohalka dış çapı: 5.1 μm, dalga kılavuzu genişliği 0.2 μm, dalgaboyu: 1.6 μm, dalga kılavuzu-mikrohalka arasındaki mesafe: 0.2-0.8 μm..... 25

Şekil 4-2: RSoft programı ile dört değişik dalga kılavuzu-mikrorezonatör mesafesi için gerçekleştirilen benzeşimler. Bu mesafeler sırasıyla 0.2 μm, 0.4 μm, 0.6 μm ve 0.8 μm'dir..... 26

Şekil 4-3: a) 20 mikronluk yarıçapa ve 1.5 kırınım indisine sahip mikrodisk rezonatöre 1 μm genişliğinde yine 1.5 kırılma indisine sahip dalga kılavuzundan elde edilen bağlaşımın 2 boyutta MEEP benzeşim sonuçları. Burada m ile ifade edilen değer Açısal yöndeki mod numarasını göstermektedir. b) Radyal yöndeki ilk 3 modun yakından görünümü. Diğer parametreler a durumu ile aynıdır. Dalga kılavuzu-disk arası mesafe 1 μm, kullanılan dalgaboyu ise telekom dalgaboyudur. 27

Şekil 5-1: L-Edit v.15 programında çizilip kodlanan karakterizasyon maskesinin bir kısmının L-edit programındaki görünümü. 29

Şekil 5-2: **T**asarlanan 4" alanlı maskenin L-Edit v.15 programındaki tüm yüzey görünümü..... 30

Şekil 5-3: SU-8 mikrodisk ve dalga kılavuzunun üretim basamakları..... 31

Şekil 5-4: Üretilen SU-8 mikrodisklerin ve dalga kılavuzlarının **(a)** optik mikroskop görüntüleri. **(b)** ve **(c)** SEM görüntüleri. 33

Şekil 5-5: Birbirine temas eden dalga kılavuzu ile mikrodisk yapıları. 34

Şekil 5-6: Bir mikrodisk ile dalga kılavuzunun arasındaki mesafeyi ve bu yapıların kalınlıklarını gösteren profilometre analizi. 35

Şekil 5-7: a) 80 mW güç ve 5 mm/s yazma hızı ile üretilmiş dalga kılavuzu. Enerjinin yetersiz olmasından dolayı dalga kılavuzunun bazı kısımları alttaşa yapışmamıştır. b) 120mW lazer gücü ve soldan sağa sırasıyla 0.2, 0.5 and 1.0 mm/s yazma hızları ile yapılan dalga kılavuzu üretimi denemesi. Enerji çok yüksek geldiği için SU-8 üzerinde yanıklar oluşmuştur. 36

Şekil 5-8: Dalga kılavuzlarının a) Fırınlama işleminden hemen sonraki görüntüsü b) Üretimin sonundaki görüntüsü. Buradaki dalga kılavuzlarının genişlikleri 4.7 μm'dir. 37

Şekil 5-9: a) Yazma çizgileri arası mesafenin 0.5 μm durumda üretilen yay şeklindeki yapılar. Üretim çizgileri arasındaki mesafenin çok olmasından dolayı üretim çizgileri optik mikroskop altında seçilebilmektedir. b) Yazma çizgileri arası mesafe 0.3 μm yapılarak üretilen yay şeklindeki yapılar. Bu mesafe ile daha pürüzsüz yapılar elde edilmiştir. 38

Şekil 5-10: a) UV lazer ile üretilen dalga kılavuzu ile iki foton soğurma yöntemi ile üretilen mikrohalka örneğinin SEM görüntüsü. Mikrohalkanın kenarları yeterince pürüzsüz görünmektedir. b) Yapıların birbirine yaklaştığı bölgenin yakından görüntüsü. Aradaki mesafe 1 μm olarak tasarlanmış ve 1.2 μm olarak ölçülmüştür. 40

Şekil 5-11: a) SU-8 mikrodisklerin işlemden önceki görünümü. b) Işıl direncin spin kaplama ile kaplanması. 40

Şekil 5-12: a) UV fotolitografi işlemi. b) Işıl direncin istenmeyen kısımlarının çözülmesi. 41

Şekil 5-13: a) Pd kaplama işlemi. b) Işıl direncin tamamen kaldırılması... 42

Şekil 5-14: Pd kaplamalı yapıların SEM görüntüleri. a) 45 derecelik yataydan görünüm. b) Üstten görünüm. c) Dalga kılavuzu-disk bağlaşım bölgesinin yakın görünümü. d) Üstten ve yakın görünüm. e) Dalga kılavuzunun alttaşın en kenarında kalan ve fiberden optik bağlaşım sağlandığı bölgesi..... 43

Şekil 5-15: Macaristan'da Szedeg Üniversitesi'nde ortak çalışmalar yaptığımız Prof. Pal Ormos'un grubunda bulunan iki foton soğurma ile polimerizasyon düzeneğinin genel görüntüsü. Kırmızı femtosaniye lazerin izlediği yol kırmızı çizgilerle gösterilmiştir. Gereksiz yere polimerleşmeleri engellemek için bilgisayar kontrollü bir shutter bulunmaktadır. Örnek mikroskobun üzerinde bulunan piezo hareket sehpalarının üzerine bulunmaktadır. 43

Şekil 6-1: Gaz sensörü test hücresi. 46

Şekil 6-2: Optik ölçümlerde kullanılan deney düzeneğinin son hali. 47

Şekil 6-3: Sensör test sisteminin şematik görünümü. 48

Şekil 6-4: Kurulan gaz algılama deney düzeneğinin genel görüntüsü. 48

Şekil 7-1: İki foton soğurma yöntemi ile üretilen örnekten ölçülen transmisyon spektrumu. Rezonatör yarıçapı 15 µm gibi küçük bir değer olduğundan FSR değeri de yüksek olmuştur (Spektrum ölçümü alınan örneğin optik mikroskop görüntüsü küçük resim olarak verilmiştir.). FSR'ın görünebilmesi içim lazer dalgaboyu geniş bir aralıkta taranmıştır. Lazerin çıkış gücünün dalgaboyuna bağlı olması sebebiyle transmisyon eğrisinde genel bir dalgalanma olmaktadır. 50

Şekil 7-2: a) Mercekle sonlandırılmış fiber kullanılarak dalga kılavuzuna bağlaşım elde edilmesi durumunda alınan transmisyon ışık spektrumu. Mercekle sonlandırılmış fiber ve dalga kılavuzu görüntüsü grafiğin sağ tarafında küçük resim olarak verilmiştir. b) Normal fiber ile dalga kılavuzuna bağlaşım elde edilmesi durumunda alınan transmisyon ışık spekturumu. Normal fiber ile dalga kılavuzunun görüntüsü grafiğin sağ tarafında küçük resim olarak verilmiştir. Mercekle sonlandırılmış fiber durumunun, normal fiber durumuna göre dalga kılavuzuna bağlaşım verimliliği açısından 3 kat daha iyi olması haricinde bir üstünlüğü yoktur. Rezonans dalgaboyları beklendiği gibi iki durum için de aynı değerlerde çıkmıştır..... 51

Şekil 7-3: Normal fiberler ile elde edilen bağlaşım durumunun UV yapıştırıcısı kullanılarak sabitlenmesi ile taşınabilir hale getirilmiş bir sensör test hücresi. Burada UV yapıştırıcı, lamelin iki tarafında saydam olarak görülebilmektedir. Ayrıca test hücresi üzerinde bulunan SU-8'ten üretilmiş mikrodisk ve dalga kılavuzu yapıları bile seçilebilmektedir..... 52

Şekil 7-4: Pd kaplaması bulunmayan bir mikrodisk rezonatör ile yapılan N_2 akış algılama deneyi sonuçları. Üstte mikrodiskden kaydedilen örnek bir spektrum gösterilmektedir. Altta bir FGK'nin zamana bağlı olarak spektral konumunun değişimi verilmektedir. Bu deney sırasında örnek odacığında N_2 akışı 900, 920, 950, ve 1000 ml/mn seviyelerinde sabit tutulmuştur. Deney sırasında odacığa H_2 gazı verilmemiştir..... 54

Şekil 7-5: Pd kaplaması bulunmayan bir mikrodisk rezonatör ile yapılan H_2 algılama deneyi sonuçları. Üstte mikrodiskden kaydedilen örnek bir spektrum gösterilmektedir. Altta bir FGK'nin zamana bağlı olarak spektral konumunun değişimi verilmektedir. Bu deney sırasında örnek odacığında N_2 akışı 1000 ml/mn seviyesinde sabit tutulmuş H_2 yoğunluğu ise kırmızı renkli eğride belirtildiği gibi %0, %2, %5 ve %10 değerlerine sabitlenmiştir..... 55

Şekil 7-6: Pd kaplı bir mikrohalka rezonatör ile yapılan H_2 algılama deneyi sonuçları. Üstte mikrohalkadan kaydedilen örnek bir spektrum gösterilmektedir. Altta bir FGK'nin zamana bağlı olarak spektral konumunun değişimi verilmektedir. Bu deney sırasında örnek odacığında N_2 akışı 1000 ml/mn seviyesinde sabit tutulmuş H_2 yoğunluğu ise kırmızı renkli eğride belirtildiği gibi %0, %1 ve %1.5 değerlerine sabitlenmiştir. 57

Şekil 7-7: Pd kaplı bir mikrohalka rezonatör ile yapılan H_2 algılama deneyi sonuçları. Üstte mikrohalkadan kaydedilen örnek bir spektrum gösterilmektedir. Altta bir FGK'nin zamana bağlı olarak spektral konumunun değişimi verilmektedir. Bu deney sırasında örnek odacığında N_2 akışı 1000 ml/mn seviyesinde sabit tutulmuş H_2 yoğunluğu ise kırmızı renkli eğride belirtildiği gibi %0, %1.5, %5 ve %10 değerlerine sabitlenmiştir. 58

Şekil 7-8: Kaplamasız (a) ve Pd-kaplamalı (b) iki sensör aygıtından değişik H_2 yoğunluklarında gözlenen spektral kayma miktarları. Kırmızı çizgiler H_2 yoğunluğununzamana göre değişimini vermektedir..... 60

Şekil 7-9: a) Beş farklı sensör aygıtından değişik H_2 yoğunluklarında ölçülen spektral kayma miktarları. Kırmızı kesik çizğili doğru %0.3-%1 arası yoğunluklarda elde edilen veriler için elde edilen en az hatalı doğrudur. Doğrunun eğimi 30pm/%H_2 sensör aygıtlarının hassasiyetini verir. b) Farklı H_2 yopunluklarında beş farklı sensör aygıtından ölçülen cevap zamanları..... 60

Özet

Hidrojen gazının enerji verimi petrolün enerji veriminden fazla olduğundan ve yanmasından sonra ortaya çıkan yan ürünlerinin zehirli olmamasından dolayı hidrojen gazı ilgi çekici bir enerji kaynağı olmaya başlamıştır. Ancak hidrojen gazının en düşük yanma sınırı hacimce %4'tür ve molekül hacmi küçük olduğundan saklanması zordur. Bu nedenle çok küçük hidrojen sızıntıları bile can ve mal güvenliği açısından çekince oluşturmaktadır. Bu yüzden düşük yoğunluklardaki hidrojen gazının seçici bir şekilde algılanması gerekmektedir.

Bu projede UV fotolitografisi ve iki foton soğurma ile polimerizasyon yöntemleri ile üretilen SU-8 polimerden yapılmış optik mikrodisk ve mikrohalka rezonatör tabanlı hidrojen gazı algılayıcısı tasarlanmış, üretilmiş ve test edilmiştir. Hidrojen gazının ortama verilmesiyle rezonatörlerin hacminin artması ve optik fısıldayan galeri kiplerinin (FGK'lerin) kayması, algılama yönteminin temelini oluşturmaktadır. Rezonatör hacminin artması, rezonatör üzerine palladyum kaplanarak sağlanmıştır. 5 μm termal oksit tabakası olan silisyum alttaş üzerine SU–8 ışıl direnci kullanılarak mikrodisk/mikrohalka ve dalga kılavuzu yapıları üretilmiştir. Telekom dalgaboyunda ayarlanabilir lazerden gelen lazer ışığı optik fiber ile dalga kılavuzunun uçları karşı karşıya getirilerek dalga kılavuzuna aktarılmıştır. Lazerin dalgaboyu değiştirilirken dalga kılavuzundan iletilen lazer ışığının gücü ölçülerek FGK'lerin ortaya çıkması sağlanmıştır. 200 μm çapındaki diskler için en yüksek nitelik katsayısı 1400 olarak ölçülmüştür. Mikroyapıların üzerine aşındırma (lift-off) yöntemi kullanarak palladyum kaplaması yapılmıştır. Hidrojen gazının palladyum kaplaması olmayan rezonatörler ile ölçümleri referans kabul edilerek palladyum kaplamalı rezonatörlerden hidrojen gazı ölçümü alınmıştır. Bu yapıların hidrojen gazı duyarlılığının hacimce %1'den (10000 ppm) daha az olduğu gözlemlenmiştir.

Projede elde edilen sonuçlar ile literatürde ilk defa olarak palladyum kaplamalı mikrodisk ve mikrohalka rezonatörlerin hidrojen sensörü olarak kullanımı gösterilmiştir. Mikrorezonatörlerin kalite faktörünün arttırılmasıyla hidrojen algılama hassasiyetinin 1000 ppm'den düşük değerlere ulaştırılması mümkündür. Ayrıca bu yöntem kullanılarak başka yanıcı/parlayıcı gazlar da algılanabilir.

Anahtar Kelimeler

Mikrodisk, mikrohalka, mikrorezonatör, fısıldayan galeri kipi, gaz sensörü, hidrojen sensörü, SU-8, palladyum, parlayıcı gaz

Abstract

Hydrogen gas is an attractive energy source since its energy conversion efficiency is higher than conventional oil and its side products after combustion are non–toxic. However, it has a very small lower flammable limit (4% by volume) and its storage is difficult because of small molecular volume. Therefore even low concentration leakages become very dangerous to the public health and the safety of property. Hence, selective detection of small concentrations of hydrogen gas is required.

In this project, we designed, fabricated and tested a hydrogen sensor based on polymer optical microdisk and microring resonators fabricated using UV photolithography and two-photon polymerization. The sensing mechanism relies on the shift of optical whispering gallery modes (WGMs) due to the size change of the resonator in the presence of hydrogen gas. The size change is induced by volume expansion of palladium layer coated on the microresonator. We fabricated microdisk/microring structures together with optical waveguides using SU–8 photoresist on Si substrates possessing a 5 µm–thick thermal oxide. A tunable telecom-wavelength laser was coupled into the waveguides using end–face coupling. When laser transmission was measured as a function of wavelength, transmission dips were observed revealing the WGMs. A maximum quality factor (Q–factor) of 1400 was measured for the observed WGMs of 200 µm–diameter microdisks. Palladium layer was coated on the fabricated microstructures using lift–off technique. Hydrogen gas sensitivities of these structures have been characterized. The hydrogen response of a microresonator without palladium coating is taken as the reference. We observed that hydrogen concentrations lower than 1% (10000 ppm) have been measured with our devices.

In conclusion, with this project we have demonstrated for the first time in literature the use of palladium coated microdisk and microring resonators for hydrogen gas sensing. The minimum gas detection limit of the devices can reach down to less than 1000 ppm by improving the quality factors of the optical microresonators. Besides, other flammable/explosive gases can also be detected using this method.

Keywords

Microdisk, microring, microresonator, whispering gallery mode, gas sensor, hydrogen sensor, SU-8, palladium, flammable gas

1 Giriş

Projenin amacı, yüksek hassasiyete sahip SU-8 ışıl direnci tabanlı, metal veya metaloksit kaplamalı mikrodisk rezonatör parlayıcı gaz sensörlerinin üretilmesi ve bu sensörlerin gaz algılama performanslarının araştırılması olmuştur. Bu kapsamda fotolitografi ve iki foton soğurma ile polimerizasyon teknmikleri ile mikrodisk ve mikrohalka rezonatörler üretilmiş. Bu rezonatörlerin optik rezonansları karakterize edilmiş. Daha sonra bu rezonatörlerin üzeri palladyum (Pd) ile kaplanarak hidrojen gaz sensörü testleri gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen testler sonucunda %1 hidrojen yoğunluğunun altında seviyelerin algılanabildiği tespit edilmiştir.

Halen farklı teknolojilerle geliştirilen pek çok parlayıcı gaz sensörü bulunmaktadır fakat mevcut sensörlerin zayıf yanları araştırmacıları bu alanda ilerlemeye sevketmiştir. Dolayısıyla, bu proje, parlayıcı gazların güvenli kullanılabilirliliğini sağlamak amacıyla parlayıcı gazların sızıntısını algılama yeteneğine sahip optik sensörlerin üretilmesine ve geliştirilmesine olan ihtiyaçtan kaynaklanmıştır. Üretilen metal mikrodisk rezonatör hidrojen gaz sensörü, daha önce mikrodisk rezonatörlerle parlayıcı gazların algılanması konusunda literatürde herhangi bir bilgi bulunmamasından dolayı bir ilk olmuştur.

Üç senelik proje süresince gerçekleştirilen çalışmalar aşağıdaki alt başlıklarda toplanmıştır:

a) Literatür özeti ve projenin amacının açıklanması

b) Gerçekleştirilen satın almalar

c) Problemin elektromanyetik benzeşimleri

d) Mikrodisk ve mikrohalka rezonatörlerin fotolitografi ve iki foton soğurma ile polimerizasyon kullanılarak üretlmesi ve üretilen rezonatörlerin lift-off tekniği ile Pd kaplaması

d) Optik deney düzeneği ve sensör test düzeneğinin kurulumu

e) Elde edilen hidrojen gaz sensörü sonuçları

2 Literatür Özeti ve Proje Amacı

2.1 Parlayıcı gaz sensörleri

Günümüzde, hidrojen (H_2) gazı, petrokimya sektöründe, içten yanmalı motorlarda, jet motorlarında, otomobillerde, otobüslerde ve roketlerde yakıt olarak kullanılmaktadır. Bu nedenle, hidrojen, geleceğin ideal bir enerji kaynağı olarak düşünülmektedir. Kimya endüstrisinde büyük miktarlarda üretim işlemlerinde aktif bileşen olarak tüketilmektedir. Düz cam üretiminde ve metallerin ısıl işlemlerinde koruyucu ve reaktif atmosfer bileşeni olarak, enerji santralleri ekipmanlarının soğutulmasında, yenebilir bitkisel yağların katılaştırılmasında kullanılır. Ayrıca, hidrojen, yakıt pili aracılığıyla yüksek verimle elektrik enerjisine dönüşebilen Hidrojen gazı renksiz, kokusuz, boğucu, aşırı derecede yanıcı ve herhangi bir ortamda hacimce % 4 oranında bulunduğunda parlayıcı, bu oranın üzerinde ise patlayıcı özelliğe sahiptir. 570 ^{0}C sıcaklıkta kendiliğinden tutuşur [1- 5]. Metan (CH_4) gazı, doğal gazın ana bileşeni olup, biyolojik ürünlerin çürütülmesiyle atmosfere katılır. Doğal gaz ile çalışan tüm cihazlarda, etanol, amonyak, asetilen üretiminde ve çeşitli elektronik elemanlarda kullanılan yüksek kaliteli karbon siyahı elde etmekte kullanılır. Metan gazı da renksiz, kokusuz ve patlayıcı bir gazdır, yer altındaki madenlerde oksijen oranını hacimce % 12' nin altına düşürecek kadar yoğun ise boğucu özellik göstermektedir. Hidrojen gazına benzer olarak metan gazı da herhangi bir ortamda hacimce % 4 oranında bulunduğu parlayıcı ve % 15 oranında bulunduğunda ise patlayıcı özelliğe sahiptir. 595 ^{0}C sıcaklıkta kendiliğinden tutuşur [6- 10]. Propan (C_3H_8) gazı, yakıt, sınai soğutucu ve termostat dolumlannda kullanılır. Isıtma uygulamaları ve alevle kesme uygulamalarında kullanılır. Renksiz parlayıcı gazdır ancak suni olarak kokulandırılmıştır. Ancak, herhangi bir ortamda hacimce % 2 oranında bulunduğunda parlayıcı, bu oranın üzerinde ise patlayıcı özelliğe sahiptir. Metan ve propan gazları birlikte doğal gazı oluşturan (metan % 70- 90, propan % < 5) hidrokarbonlardandır [11, 12]. H_2, CH_4 ve C_3H_8 gazlarının kullanıldığı ortamdaki oksijen seviyesinin % 19.5 üzerinde olmasını sağlanmalıdır, aksi halde oksijen yetersizliğinden dolayı canlıların hareketlerinde yavaşlama ve bilinç kaybı meydana getirir. Etkilenen kişi boğulduğunun farkına varmayabilir. Bu nedenle, sızıntısına dahi maruz kalınan tüm vakalarda derhal tıbbi müdahale zorunludur. Bir ortamda bulunan gazın sızıntısı veya hangi konsantrasyonda bulunduğu hakkında optik, elektriksel ve

mekaniksel sinyallere bağlı olarak ölçen birçok kimyasal sensör tipi bulunmaktadır.

Mikroboyutlu minyatürize, taşınabilir, güvenilir ve ucuz entegre sensörler, yeni jenerasyon entegre sensör sistemleri olarak kabul görmektedirler. Bu tür mikroboyutlu sensörler, entegre parçalarıyla birlikte tek bir çip üzerinde toplanabilmektedir. Böyle entegre sensör sistemlerine en iyi örneklerden biri de düzlemsel olarak kolayca entegre edilebilen ve yüksek duyarlığa sahip optik sensörlerdir. Düzlemsel optik sensörler, sensör yüzeyine yakın veya sensör üzerindeki değişikliklerin giderek sönen (evanescent) dalga algılama ilkesine dayanmaktadır [13]. Bunlar, tipik olarak Mach-Zehnder interferometreleri [14], dalga kılavuzları [15], mikrorezonatörler [16], yüzey plazmon rezonans sensörleri [17] ve fotonik kristal sensörleri [14,15] gibi gazı duyarlığa sahip aygıtlardır. Fotonik entegre devrelerde çok amaçlı elemanlar olan mikrokovuklar (mikrohalkalar, mikrodiskler, mikroküreler, fotonik kristal kusur kovukları, mikrotoroidler, vb.) sıkıştırılmış boyutları ve kolay kullanımları gibi avantajları sayesinde oldukça yoğun ilgi görmektedirler. Ayrıca, kalite faktörlerinin yüksek oluşu, mikrokovukların optik sensör olarak kullanımını sağlamıştır. Mikrokovuk sensör sistemlerinin pratik uygulamaları, maliyet ve güç dağılımları ve entegre sensör sistemlerinde kullanılan yapı, sensörün yapısını ve üretimini doğrudan etkiler [13]. Literatürde, değişik geometrilere sahip optik mikrokovuklar yayınlanmıştır: küre [18- 25], toroid [26- 31], halka [32- 39], disk [40- 43]. Düzlemsel mikrokovuklar, Si [44], SiO_2, SOI (Silicon on Insulator) [45], SiN [46], GaAs [47, 48] gibi kristal alttaşların üzerinde, SU-8, benzocyclobutane (BCB), Teflon AF, polydimethylsiloxane (PDMS), polystyrene (PS), polymethylmethacrylate (PMMA) [40, 49- 52] gibi malzemelerin şekillendirilmesi ile üretilmiştirler. SOI teknolojisi kullanılarak SiO_2 alttaş üzerinde bulunan Si tabakasının şekillendirilmesiyle de düzlemsel mikrokovuklar üretilebilmektedir [53]. Sıkıştırılmış mikrokovuklar için genellikle bükülme yarıçapının küçük olması istenir. Bu sebepten, çekirdek ile çekirdeğin etrafını örten kaplama arasındaki kırınım indisi kontrastı (Δ) yüksek olan optik dalga kılavuzu yapıları tercih edilir. Örneğin, son zamanlarda geliştirilmiş olan Silicon-on-Insulator (SOI) dalga kılavuzu, çok yüksek indis kontrastına (yaklaşık 2.0) sahiptir ve dolayısıyla çok küçük mikrokovuklarda kullanılabilir ($<10\mu m^2$). Bunun yanı sıra, SOI dalga kılavuzlarının oldukça küçük kesite (250-500 nm) sahip olacak şekilde üretilmeleri, üretimlerini pahalı ve zor hale getirir, çünkü bu boyutlarda SOI dalga

kılavuzlarının üretilmesi, sadece elektron-ışınım (e-beam) veya derin UV fotolitografisi gibi pahalı işlemler ile mümkündür. Ayrıca, SOI malzemesi kızılötesi bölgede ışığı geçirgen özelliğe sahiptir fakat görünür bölgede ışığı geçirgen özelliğe sahip değildir ki bu durum SOI nanotellerin görünür bölgede optik sensör olarak kullanılamamasına sebep olur [53].

Polimer malzemeler, ucuz olmaları ve şekillendirilmelerindeki kolaylıklar nedeniyle düzlemsel optik mikrokovukların üretimi için oldukça gözde malzemelerdir. Ayrıca, polimerlerin zengin yüzey fonksiyonalizesine sahip olmaları, sensör uygulamaları için oldukça ilgi çekici olmalarını sağlamıştır. Mikrokovuk içeren fotonik entegre cihazlarda benzocyclobuten (BCB), SU-8 ışıl direnci (photoresist), polikarbonat gibi çeşitli polimer malzemeler kullanılmaktadır. Son zamanlarda, hava kılıflı (air cladding'li) polikarbonat dalga kılavuzları hakkında birçok teorik ve deneysel çalışma yapılmaktadır. Böyle hava kılıflarının neden olduğu kırınım indisi kontrastının yüksek olması, küçük bükülme yarıçapı sağlamaktadır. Diğer yandan, yüksek indis kontrastından dolayı, bu tür mikrodisk rezonatörler, iyi bağlaşma (coupling) elde etmek için bağlaşma bölgesinde çok dar bir aralık (yüzlerce nm) olacak şekilde üretilmişlerdir. Böyle dar bir aralık elde edebilmek için nanobaskı tekniği (nanoimprint lithography) gibi bazı özel tekniklere ihtiyaç duyulmaktadır [53]. Önerilen bu proje kapsamında ise, SU-8 kullanılarak üretilecek mikrodisk yapılar üretimi kolaylaştıracak daha basit bir teknik olan UV fotolitografi tekniği kullanılarak üretilecektir.

Mikrodisk rezonatör biyosensörleri ve gaz sensörleri, son on yıldır optik sensör teknolojisinde yerlerini aldıkları için, oldukça kısıtlı sayıda yayın mevcuttur dolayısıyla mikrodisk rezonatör gaz sensörleri konusunda literatürde oldukça büyük bir açık mevcuttur. Mikrodisk rezonatör biyosensörler hakkındaki ilk teorik açıklamalar 2001 yılında Boyd ve Heebner [54] tarafından yayınlanmıştır. Boyd and Heebner, yüksek kalite faktörüne sahip bir mikrodisk rezonatör sensörün biyolojik patojen algılaması konusunda terorik bir model tanımlamışlardır. Bu model, patojen moleküllerinin mikrodisk tarafından soğurulması sonucunda algılamanın gerçekleşmesine dayandırılmıştır. Bu modele göre, yaklaşık 100 patojen molekülü algılanabilmektedir. Fakat bu modeli destekleyecek herhangi bir deneysel çalışma yapmamışlardır. Bu teorik modelin ışığında, 2006 yılında Cho ve arkadaşları [55] ilk mikrodisk rezonatör biyosensörleri üretmişlerdir. Üretilen mikrodisk rezonatör biyosensörler polimer tabanlı olup sudaki glikozun algılanma özellikleri araştırılmıştır. Ardından, 2008 yılında Hu ve arkadaşları [56],

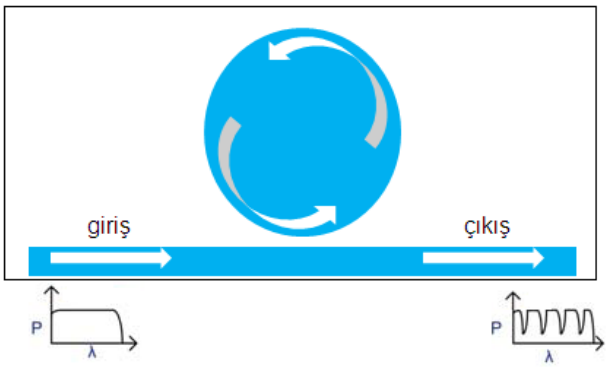
UV fotolitografi tekniğini kullanarak As_2S_3 ve $Ge_{17}Sb_{12}S_{71}$ camsı filmler içinde yüksek kalite faktörüne ve 182 nm/RIU kırınım indisi duyarlığına sahip mikrodisk rezonatör sensörler üretmeyi başarmışlardır. Daha sonra Kim ve arkadaşları [57], polimerik mikrodisk rezonatör üretip, rezonatörün yüzeyine yüksek kırınım indisine sahip TiO_2 ince film kaplamışlardır, böylece TiO_2 mikrodisk rezonatör sensörü elde etmişlerdir. Bu sensör ile 294 nm/RIU analit duyarlığına ulaşmışlardır. TiO_2 filmin kalınlığına bağlı olarak sensör duyarlığının değiştiğini açıklamışlardır. Mikrodisk rezonatör biyosensör çalışmalarına parallel olarak 2004 yılında Fang ve arkadaşları [58], sensör olarak ZnO/SiO_2 mikrodisk lazerler üretip bunların toluen ve benzen gibi uçucu organik bileşiklere duyarlıklarını araştırmışlardır. Toluen veya benzen moleküllerinin mikrodiskin yüzeyine tutunması sonucunda dalgaboyunda kayma olduğunu açıklayıp moleküllerin uzaysal yoğunluklarını hesaplamışlardır. Ayrıca, gaz testlerinden, mikrodisk lazer sensörlerin toluen ve benzen buharını farklı seviyelerde algıladıkları tespit edilmiştir. Daha sonra, 2007 yılında Bhola, doktora tezi çalışmasında [59] UV fotolitografi tekniğini kullanarak silika mikrodisk rezonatörler hazırlayıp, rezonatörlerin yüzeyine Pd ince film kaplayarak mikrodisk rezonatör gaz sensörü üretmiştir. Pd mikrodisk rezonatör sensörün hidrojen gazını algılama özelliklerini araştırmıştır ve rezonatörün kalite faktörüne bağlı olarak Pd mikrodiskin hidrojen gazını algılanmasına yönelik teorik hesaplamalar yapmıştır. Sonuçta, ürettiği Pd mikrodisk rezonatör sensörün hidrojen gazına duyarlığının yaklaşık 5 ppm olacağını kabul etmiştir. Ancak, bu konuda herhangi bir deneysel çalışma yapılmamıştır. Bu bağlamda, önerilen bu proje kapsamında üretilmesi planlanan metal (Pd, Pt, vb.) ve metaloksit (ZnO, SnO_2, TiO_2, vb.) mikrodisk rezonatörlerin, hidrojen, metan ve propan gazlarını algılama özelliklerinin araştırılması literatürde bir ilk olacaktır. Ayrıca, mikrodisk rezonatör gaz sensörünün üretiminde, daha önceki çalışmalarda [58,59] mikrodisk malzemesi olarak polimerik malzeme olan SU-8 kullanılmadığı için üretilmesi planlanan mikrodisk rezonatör gaz sensörü yapısı da literatürde bir ilk olacaktır.

2.2 Mikrodisk rezonatörlerin gaz algılama prensibi:

Gelen optik sinyal mikrodiskin rezonans şartını sağlaması durumunda mikrodiskin üzerinde çok büyük miktarlarda optik enerji hapsedilebilir. Rezonans şartı, mikrodisk rezonatörü saran dış ortamın kırılma indisine yüksek derecede bağlı olduğu için mikrodisk rezonatörler optik sensörler olarak kullanılabilirler. Mikrodisk rezonatörün üzerinde dönen optik sinyaller, fısıldayan galeri kipleri

(FGK'ler) olarak adlandırılır [60, 61]. Bu modlar, mikrodiskin kenarlarında hareket eder. Şekil 2-1'de, bu modların şematik görünümü verilmiştir.

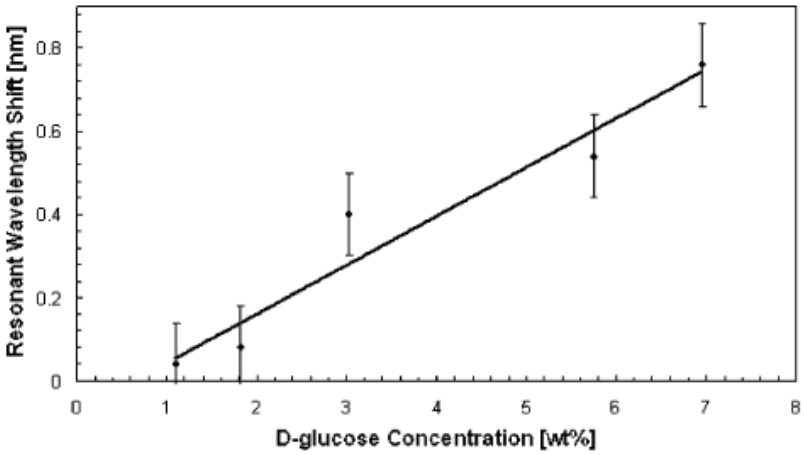
Rezonans şartı, belirli dalga boylarında sağlanır ve rezonans şartının sağlanması çıkış bağlantı noktasından alınan optik sinyal tayfında ani düşüşler halinde görülür. Optik sensörlerin gaz duyarlığı, algılanmak istenen gaz ile optik sinyalin etkileşim yolu veya zamanının uzunluğuna bağlıdır. Mikrodisk rezonatörde fısıldayan galeri kipleri (FGK'ler) uzun süreler boyunca hapsedildiği için mikrodisk rezonatörle optik sensörler gaza karşı yüksek duyarlığa sahip sensör adaylarıdırlar. Mikrodisk rezonatörün yüzeyi ile bu ortamda bulunan gazın kimyasal olarak etkileşime girmesinden dolayı mikrodisk yüzeyinin kırınım indisinde bir değişim meydana gelebilir ve bu değişim, cihazın FGK'lerinde spektral kaymaya sebebiyet verir. Alternatif olarak bu projede önerildiği gibi mikrodiskin yüzeyi ortamdaki gaz miktarı ile genleşen bir kaplama ile kaplandığında, kaplamadaki genleşme mikrodiske yansır ve bunun sonucu olarak aynı şekilde FGK'lerde spektral bir kayma gözlenir. FGK'lerde gözlenen spektral kayma miktarı mikrodisk rezonatörün kırınım indisine, gaz ortamına ve mikrodisk rezonatörün yapısına bağlıdır. Böylece, gaz algılama esnasında mikrodisk rezonatörün yüzeyinde oluşan kırınım indisi değişimi veya genleşme, esasen özellikle mikrodisk rezonatörün üretildiği malzemeye ve mikrodisk rezonatörün şekline bağlıdır. Bundan dolayı, mikrodiskin üzerine kaplanacak gazı algılayacak ince film tabakasının seçimi oldukça önemli bir aşamadır. Mikrodisk rezonatör optik sensörün üretimi, ancak ve ancak algılanmak istenen gaza uyumlu algılayıcı kaplama malzemesinin seçilmesi ile mümkün olur [62- 64].



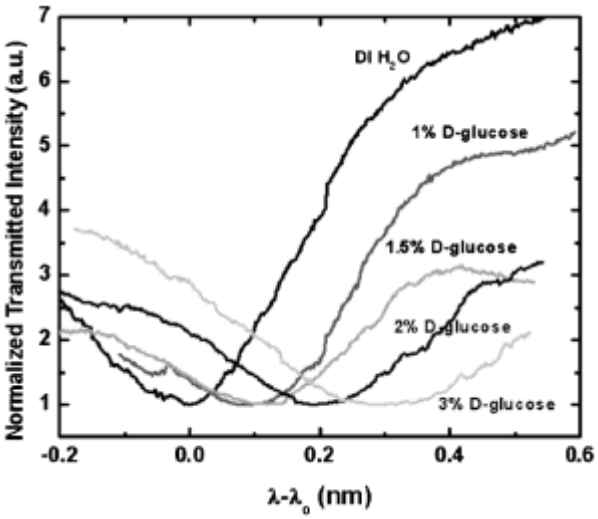
Şekil 2-1: Mikrodisk rezonatörün şematik görünümü.

Mikrodisk rezonatör optik sensörlerin gaz algılama özellikleri, gaz algılama öncesindeki ve sonrasındaki spektrumların kaydedilip gazın algılanmasından

kaynaklanan spektral kaymanın ölçümü ile tespit edilebilmektedir [42,62]. Gaz algılama öncesindeki ve sonrasındaki spektrumların kaydedilip gazın algılanmasından kaynaklanan spektral kaymanın ölçülmesinde, mikrodisk rezonatör her bir dalga boyunda uyarılır ve ışık şiddeti her dalga boyunda kaydedilir. Tipik şiddet değişim ölçümlerinde, dar çizgi kalınlığına (<500 kHz) sahip lazer kullanılır. Şekil 2-2'de, literatürdeki bazı mikrodisk rezonatör sensörlerin spektral kaymanın ölçülmesine bağlı glikoz algılama grafiği [39] ve ışık şiddetinin değişimine bağlı glikoz algılama grafikleri verilmiştir [65]. Işık şiddetine bağlı algılama grafiğindeki doğrusal aralığın ortalama eğimi duyarlılık ile ilgilidir. Mikrodiskin sahip olacağı keskin bir rezonans, daha yüksek kalite faktörüne, rezonans etrafındaki bir dalgaboyunda daha büyük ışık şiddeti değişimine ve böylece daha yüksek gaz duyarlılığına yol açar [42, 62].



a)



b)

Şekil 2-2: Mikrodisk rezonatör sensörlerin **(a)** spektral kaymanın ölçülmesine bağlı glikoz algılama grafiği [39] **(b)** ışık şiddetinin değişimine bağlı glikoz algılama grafiği [65].

2.2.1 Mikrodisk rezonatör gaz sensörlerinin gaz algılama limiti

Literatürde, FGK'ler ve mikrodisk rezonatörler kullanarak gaz algılama hakkında kısıtlı sayıda bilgi mevcuttur. Kimyasal sensörlerde, gaz algılama limiti (Limit of Detection (LOD)), algılama süresi (response time) ve sensörün gaz olmayan ortamdaki haline dönüş süresi (recovery time) en kritik parametrelerdir. Bu parametreleri etkileyen en önemli etkenler ise ısı değişimleri, basınç değişimleri ve nem gibi çevresel kaynaklı gürültü oluşturabilecek parametrelerdir. Mikrodisk rezonatör sensörlerin algılama limitini optimize etmek için büyük çaba sarfedilmektedir. Fakat sensörün algılama limitinin, entegre algılama sisteminin algılama limitini kısıtlama olasılığı henüz kesin olarak belli değildir. Örneğin, mikrodisk rezonatör sensörün algılama limiti çok iyi olabilir, ama optik sinyal üretimi veya sistem gürültüsü, sensörün algılamasını bastırırsa, sensör algılama limitinin çok iyi olması bir anlam ifade etmez. Bundan dolayı, mikrodisk rezonatör sensör sisteminin gürültü analizi, bu alanda yapılmakta olan/yapılacak araştırmalar için çok yüksek öneme sahiptir. Entegre sensör sistemlerinde, birçok gürültü kaynağı vardır ve bundan dolayı sensör sistemleri baskın gürültü kaynakları göz önünde bulundurularak tasarlanıp üretilmelidir. Bu bağlamda, mikrodisk rezonatör sensörlerin üretiminde geliştirilmeyi bekleyen oldukça fazla açık araştırma noktası mevcuttur [63].

Mikrodisk rezonatör sensöründe rezonansın eğimi arttırılarak veya rezonans tepesi keskinleştirilerek rezonansın kalite faktörünün (Q factor) artırılması, mikrodisk rezonatörün algılama limitini geliştirir, böylece tayf kayması ölçüm yöntemindeki rezonans dalgaboyu belirsizliği azaltılır. Kalite faktörünü artırmak için malzeme kayıplarının az olduğu bir dalga boyunun kullanılması ve cihazın çevre uzunluğunun (böylece optik yol uzunluğu kalite faktörü ile birlikte artar) arttırılması. Cihazın genel kalite faktörü (Q),bağlaşma ile elde edilen kalite faktörünün (Q_c) ve cihazın esas kalite faktörünün (Q_i) kombinasyonundan elde edilir. Bir mikrodisk rezonatörün esas kalite faktörü, dalga kılavuzu ile birleştirilmeden mikrodisk rezonatörün ideal kalite faktörüdür. Bu kalite faktörleri arasında aşağıda verilen bağıntı mevcuttur [63].

$$\frac{1}{Q} = \frac{1}{Q_i} + \frac{1}{Q_c}$$

Bir mikrodisk rezonatör için, kalite faktörü ve rezonator eğimini etkileyen 3 bağlaşma rejimi vardır: kritik-altı bağlaşma (undercoupled) ($Q_c > Q_i$), kritik bağlaşma (critically coupled) ($Q_c = Q_i$), ve kritik-üstü bağlaşma (overcoupled) ($Q_c < Q_i$). Bağlaşma derecesi, üretim esnasında dalga kılavuzu ile mikrodisk rezonatörün arasındaki aralık boyutunu ayarlayarak kontrol edilebilir. Dalga kılavuzu ile mikrodisk rezonatör etkileşime girer girmez, cihazın kalite faktörü sonlu Q_c den dolayı azalır. Eğer cihaz kritik-altı bağlaşma durumunda ise, rezonatör/dalga kılavuzu aralığı çok fazladır. Aralık mesafesi azaltılarak, rezonansdaki Q_c, Q ve çıkış gücü azaltılıır. Kritik bağlaşma noktasına yaklaşırken, rezonans çıkış gücü daha hızlı azalır. Kritik bağlaşma durumunda, rezonans çıkış gücü minimuma ulaşır. Eğer aralık mesafesi daha fazla azaltılırsa, rezonans çıkış gücü önce hızlı ve sonra daha yavaş azalır. Burada toplam Q azalır. Bu, cihazın kritik-üstü bağlaşma rejiminde olduğunu gösterir. İlginç bir şekilde, kritik bağlaşma noktası cihaz için kararsızlık noktasıdır. Bunun sensör uygulamarı için olumsuz etkileri vardır. Bu nedenle spectral kayma ile gaz algılaması uygulamalarında sensörün az miktarda kritik-altı bağlaşma rejiminde bulunması en doğrusal ve hassas algılama için önemlidir [13, 63].

3 Satın Almalar

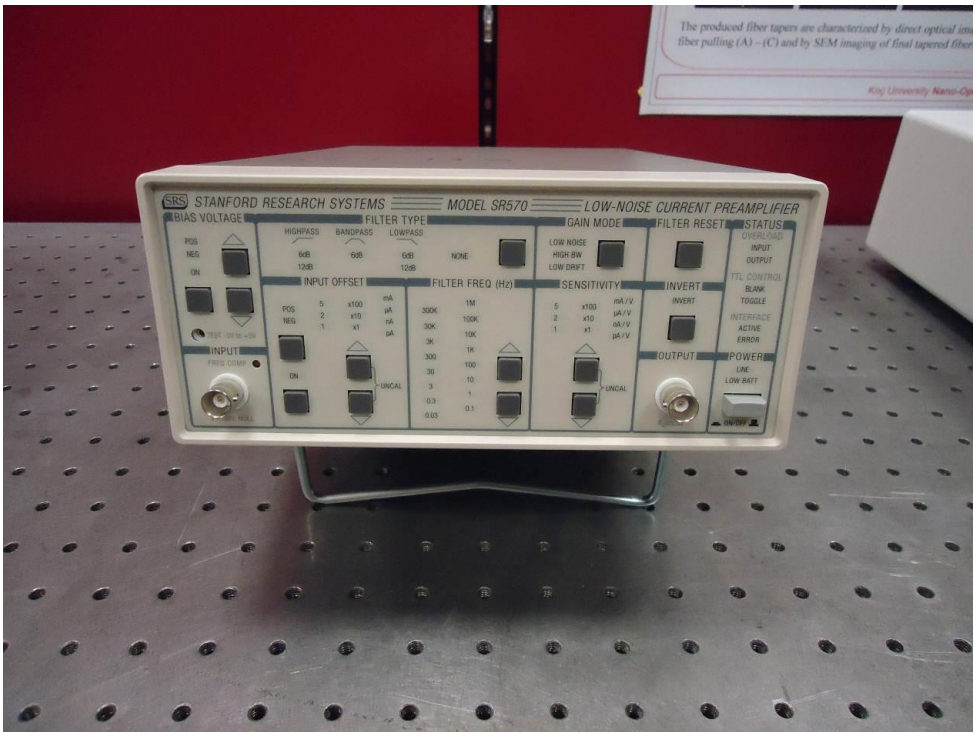
Proje kapsamında satın alınan başlıca teçhizat şöyledir: 4 adet gaz akış kontrolörü, termostatlı banyo, Yüksek Hızlı InGaAs Dedektör (3 adet), InGaAs Fotodiyot (3 adet), hassas hareket sehpası, düşük gürültülü akım yükselteci, veri toplama kartı ve taranabilen kızılötesi lazer. Bu teçhizatın resimleri Şekil 3-1 ile 3-3 arasında gösterilmektedir.

Satın alınan taranabilen kızılötesi lazer (Santec marka), kızılötesi dalgaboylarında (1500 nm ile 1680 nm arasında, 20 mW'a kadar güç ile) ışıma yapabilmekte ve ışıma yaptığı dalgaboyu ayarlanabilmektedir. Santec lazeri deney düzeneğinde, kızılötesi dalgaboylarında spektral olarak taranabilen ışık kaynağı olarak kullanılmaktır. Mikrodisklerin optik rezonansları bu lazerin dalgaboyunun taranması ile ortaya çıkmaktadır.

Satın alımı tamamlanıp laboratuarımıza ulaşan diğer bir teçhizat ise düşük gürültülü akım yükselteci'dir (bkz Şekil 3-3). Akım yükseltecinin deney düzeneğindeki rolü ise sensör ölçümlerinde dalgakılavuzundan toplanan ışığın fotoalgılayıcıdaki fotoakımı sinyalinin yükseltmesi olmaktadır.

Şekil 3-1: Proje kapsamında satın alınan demirbaşların bir kısmının laboratuvarımızda çekilmiş fotoğrafları: Termostatlı su banyosu, gaz akışı kontrolörlerinden birisi, fotoalgılayıcı modüller, fotoalgılayıcı kafalar, hassas hareket sehpası.

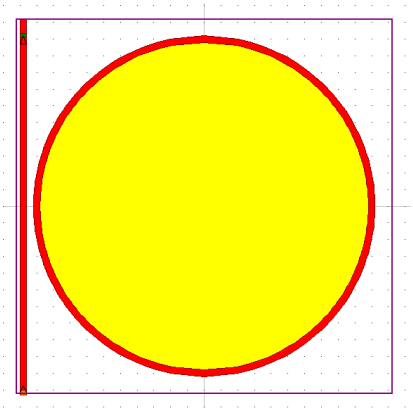
Şekil 3-2: Kızılötesi ışıma yapan ayarlanabilir Santec lazer.



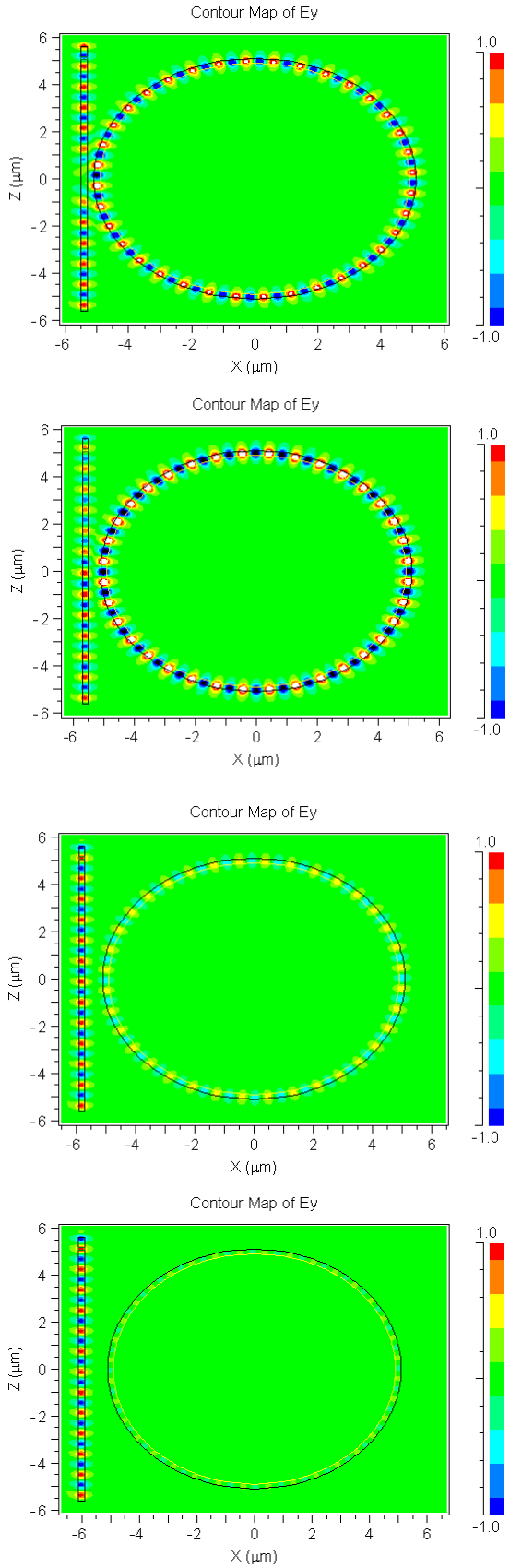
Şekil 3-3: Düşük gürültülü akım yükselteci

4 Elektromanyetik Benzeşimler

Projenin bu kısmında, Si/SiO_2 alttaş üzerine SU-8 ışıl direnci tabanlı bir rezonatörün üretilebilmesi için, SU-8 mikrodisk ve SU-8 dalga kılavuzunun yapısal tasarımı ile ilgili benzeşimler gerçekleştirilmiştir. RSoft programı kullanılarak yapılan benzeşimlerde varsayılan tipik ölçüler Şekil 4-1'de gösterilmektedir. İlk denemelerimizde rezonatör olarak mikrohalka rezonatörü seçilmiş ve optik bağlaşmanın dalga kılavuzu ile rezonatör arasındaki mesafeye bağımlılığı test edilmiştir. Aynı koşullarda değişik dalga kılavuzu-rezonatör mesafeleri için gerçekleştirilen benzeşimler Şekil 4-2'de gösterilmektedir. Bu benzeşimler incelenen durum için en uygun optik bağlaşmanın 0.4 μm mesafede gerçekleştiğini göstermektedir. Şekil 4-3'de tasarlanan maskedeki düzleştirilmiş bölgeye sahip mikrodiskler görülmektedir.



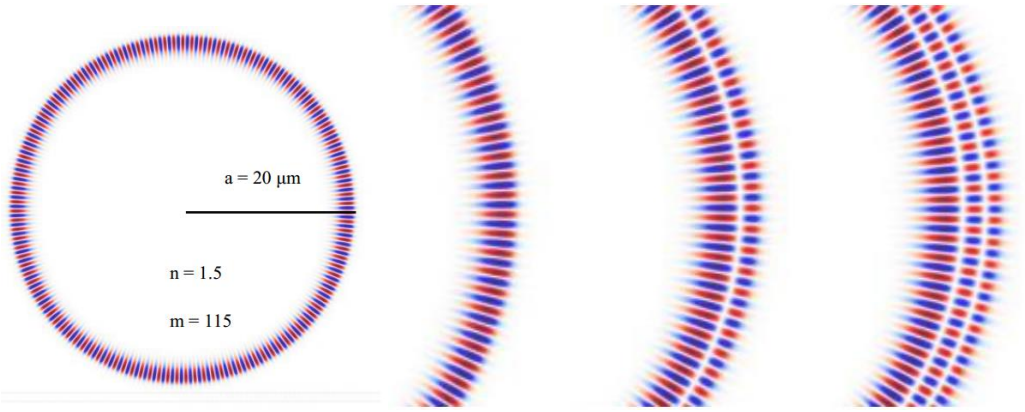
Şekil 4-1: RSoft programı ile gerçekleştirilen iki boyutlu benzeşimlerde kullanılan dalga kılavuzu-rezonatör modeli. Benzeşimlerde kullanılan parametreler: Kırınım indisi: 1.57, mikrohalka iç yarıçapı: 4.9 μm, mikrohalka dış çapı: 5.1 μm, dalga kılavuzu genişliği 0.2 μm, dalgaboyu: 1.6 μm, dalga kılavuzu-mikrohalka arasındaki mesafe: 0.2-0.8 μm.



Şekil 4-2: RSoft programı ile dört değişik dalga kılavuzu-mikrorezonatör mesafesi için gerçekleştirilen benzeşimler. Bu mesafeler sırasıyla 0.2 μm, 0.4 μm, 0.6 μm ve 0.8 μm'dir.

4.1 Meep Benzeşimleri

MEEP, MIT Electromagnetic Equation Propagation kelimelerinin baş harflerinden oluşan Linux tabanlı bir elektromanyetik dalga denklemlerini çözerek benzeşim yapan ücretsiz bir programdır. 20 μm yarıçaplı diskler için 2 boyutta elde edilen benzeşim sonuçları Şekil 4-3'de verilmiştir. Bu benzeşimler kullandığımız rezonatör boyutu olan 100 μm yarıçap değerine getirilebilir ayrıca 2 boyuttan 3 boyuttaki benzeşimlere geçilebilir. Fakat bu durumlarda benzeşimin tamamlanma süresi oldukça artmaktadır. Ayrıca bu parametreler rezonatör modların düzgün bir şekilde görülmesi için yeterlidir.



Şekil 4-3: a) 20 mikronluk yarıçapa ve 1.5 kırınım indisine sahip mikrodisk rezonatöre 1 μm genişliğinde yine 1.5 kırılma indisine sahip dalga kılavuzundan elde edilen bağlaşımın 2 boyutta MEEP benzeşim sonuçları. Burada m ile ifade edilen değer Açısal yöndeki mod numarasını göstermektedir. b) Radyal yöndeki ilk 3 modun yakından görünümü. Diğer parametreler a durumu ile aynıdır. Dalga kılavuzu-disk arası mesafe 1 μm, kullanılan dalgaboyu ise telekom dalgaboyudur.

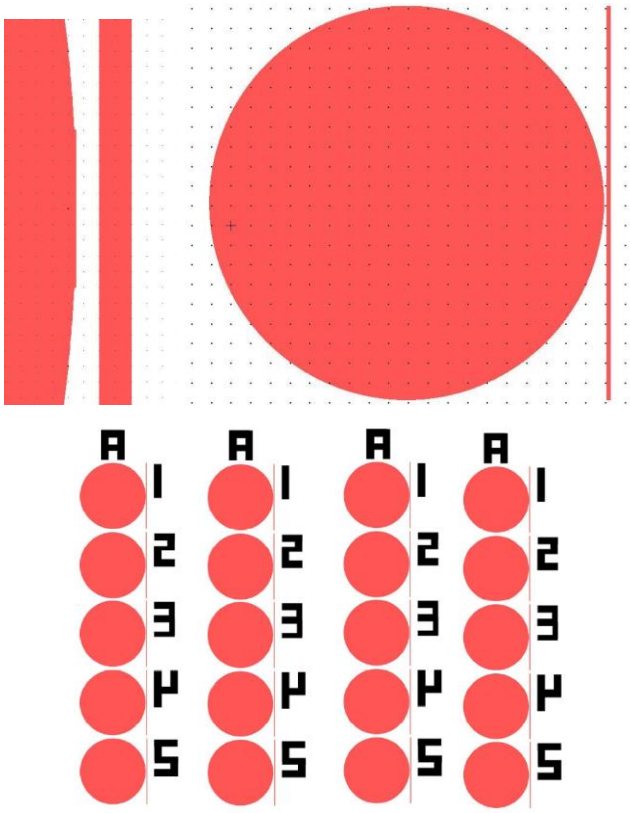
5 Pd Kaplamalı Mikrodisk rezonatörlerin üretilmesi

5.1 Fotolitografi ile Mikrodisk Üretimi

5.1.1 Maske tasarımı

Yapısal tasarım tamamlandıktan sonra, UV fotolitografi tekniği kullanılarak üretim kalibrasyonlarının yapılması ve fotolitografi parametrelerinin belirlenmesi için gerekli olan litografi maskesi L-Edit v.15 programı aracılığıyla tasarlanmıştır. Tasarlanan maske, hizmet alımı karşılığında Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi'nde hazırlanmıştır. Bu maskede dalga kılavuzu ile mikrodisk arasında değişik aralıklar tanımlanmıştır.

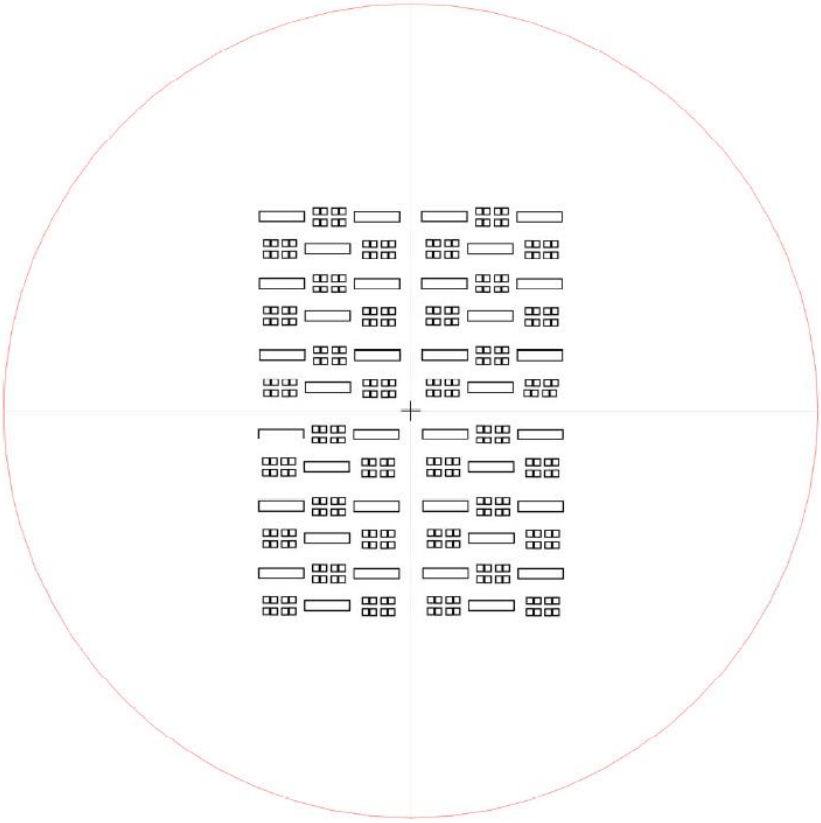
4" yüzey alanına sahip Si/SiO_2 alttaşın yüzeyinde SU-8 rezonatörlerin ve dalga kılavuzlarının UV fotolitografi ile üretiminde en iyi çözünürlüğün araştırılması için, maskede farklı boyutlu dalga kılavuzları ve farklı bağlaşma bölgeli mikrodiskler tasarlanmıştır. Şekil 5-1'de, L-Edit v.15 programında tasarlanan mikrodisklerin ve farklı boyutlardaki dalgakılavuzlarının görünümü verilmiştir. Her bir mikrodisk-dalga kılavuzu çiftine, mikrodisk ile dalga kılavuzu arasındaki mesafeyi ifade eden sayısal birer kod verilmiştir. Buna göre, mikrodisk ile dalga kılavuzu arasındaki mesafe 1 ile 5 μm arasında değişik ölçülerde tasarlanmıştır. Buna ilaveten, dalga kılavuzunun 2 μm veya 3 μm genişlikli üretilebilmesi için 2 ayrı mikrodisk dalga kılavuzu grubu tasarlanmıştır. 2 μm genişlikli dalga kılavuzu grubu A harfi ile, 3 μm genişlikli dalga kılavuzu grubu ise B harfi ile kodlanmıştır.



Şekil 5-1: L-Edit v.15 programında çizilip kodlanan karakterizasyon maskesinin bir kısmının L-edit programındaki görünümü.

Ayrıca, mikrodisk ile dalga kılavuzu arasındaki mesafenin en küçük değerini belirleyebilmek için maskede aralarında 1 ile 5 μm arasında değişen mesafeler bulunan rezonatörsüz dalga kılavuzları da tasarlanmıştır. Dalga kılavuzlarının yapısı 45º'lik açıyla döndürülüp çizilerek bu haliyle de UV fotolitografi sonucundaki çözünürlük limiti araştırılmıştır.

L-Edit v.15 programı kullanılarak hazırlanan bu yapıların hepsi, yine aynı programda 4"lik yüzey alanı dört bölgeye ayırıldıktan sonra her bir bölgeye yerleştirilmiştir. Böylece, tasarlanan bu maske, UV fotolitografi işleminde alttaşın dört ayrı bölgesinin bağımsız kullanılmasına olanak sağlamıştır. Bu şekilde diğer üretim parametreleri sabit tutularak sadece UV ışığa maruz kalma süresi kolay bir şekilde değiştirilebilmektedir. Şekil 5-2'de, tasarlanan 4" alanlı maske deseninin L-Edit v.15 programındaki tüm yüzey görünümü verilmiştir.

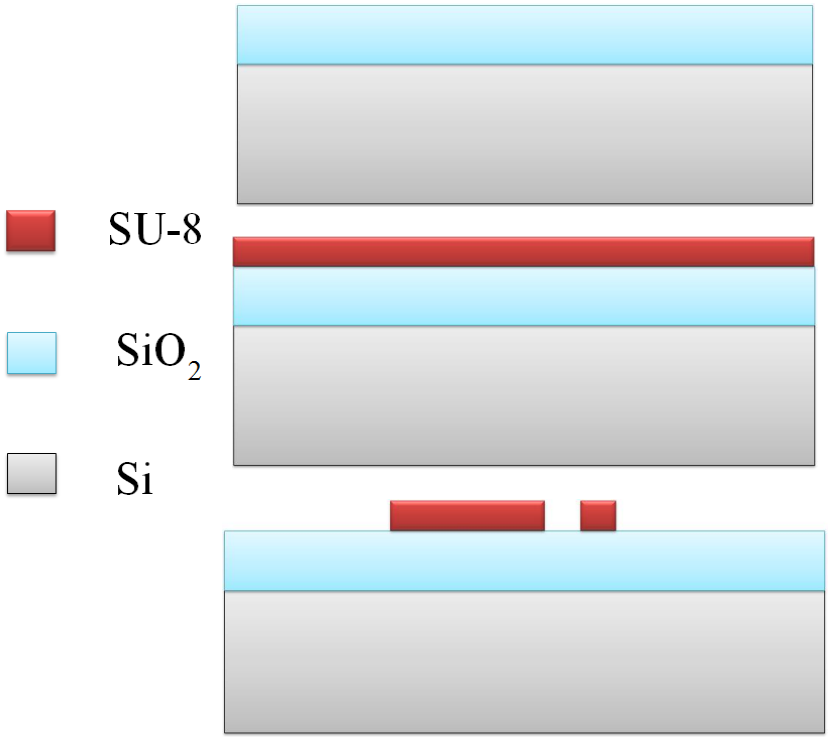


Şekil 5-2: Tasarlanan 4” alanlı maskenin L-Edit v.15 programındaki tüm yüzey görünümü.

Karakterizasyon maskesini kullanarak elde edilen üretim parametreleri ile (üretim parametreleri için bakınız bölüm 5.1.2) birisi SU-8 mikrodisk ve mikrohalka rezonatörlerin üretimi için, diğeri ise rezonatörler üzerine ince Pd film kaplama üretimi için olmak üzere birbirine uyumlu iki maske, yine hizmet alımı karşılığında Ulusal Nanoteknoloji Merkezi’nde hazırlanmıştır. SU-8 maskesinde hem mikrodiskler hem de mikrohalkalar bulunmaktadır. Mikrohalkaların et kalınlıkları 10 μm ile 50 μm arasında değiştirilmektedir. Her rezonatör için 2 μm ve 3 μm genişliğinde dalga kılavuzları ve 0 ile 2.5 μm arasında değişen rezonatör-dalga kılavuzu mesafeleri bulunmaktadır. Fakat UV fotolitografisinden elde ettiğimiz yapılarda genellikle rezonatör ile dalga kılavuzunun biribirine değmekte olduğu gözlemlenmiştir. Pd kaplama maskesi, SU-8 maskesine hizalanarak tasarlanmış ve üretilmiştir. Bu maskede de yarıçapları 75 ile 93 μm arasında değişen Pd disk kaplamaları bulunmaktadır.

5.1.2 Mikrodisk rezonatörlerin hazırlanması

Projede üretimi önerilen SU-8 tabanlı mikrodisk rezonatörler, hizmet alımı karşılığında, Koç Üniversitesi Temizoda Laboratuvarı'nda UV fotolitografi kullanılarak hazırlanmaktadır. SU-8 mikrodisk ve dalga kılavuzunun üretiminde izlenen üretim işlem basamakları Şekil 5-3'de verilmiştir.



Şekil 5-3: SU-8 mikrodisk ve dalga kılavuzunun üretim basamakları.

Proje kapsamında satın alınan 5 μm termal oksit katmanına sahip (100) kristal yönelimli 4" yüzey alanlı Si/SiO_2 alttaş temizlik işleminden geçirildikten sonra alttaş yüzeyine satın alınan negatif ışıl direnç SU-8 2002'den 4ml konulmuş ve spin kaplama yöntemi ile kaplanmıştır. Kaplama işlemi, 500 rpm/s ivmelenme ile 3000 rpm hızında 60 saniye boyunca yapılmıştır. SU-8 filmin Si/SiO_2 alttaşa düzgün yapışması ve yapıların sağlam olması için, spin kaplama işleminden sonra örnek 95ºC sıcaklıkta 1 dakika bekletilmiştir.

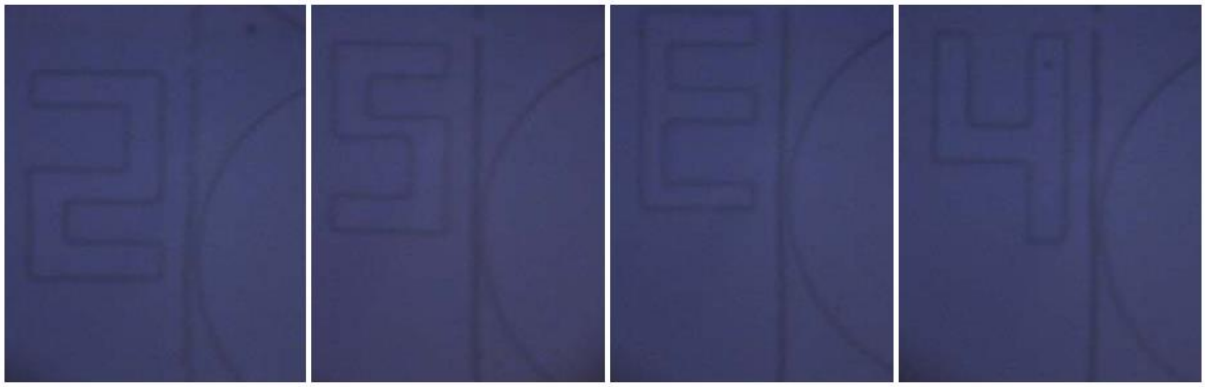
UV fotolitografi işlemi için, sırasıyla maske ve alttaş UV fotolitografi cihazına yerleştirilip, alttaş UV ışığa 20 ile 40 saniye arasında değişen sürelerde maruz bırakılmıştır. Ardından, alttaş 95ºC sıcaklıkta 1 dakika bekletildikten sonra, maske deseninin alttaş yüzeyinde oluşması için SU-8'e özel film banyosunda (developer) bekletilmiştir. SU-8 negatif bir ışıl direnç olduğundan bu sürenin (development süresi) üst limiti yoktur. Si/SiO_2 alttaş, film banyosundan

çıkarıldıktan sonra izopropil alkol püskürtülerek yıkanmış ve azot gazı ile kurutulmuştur.

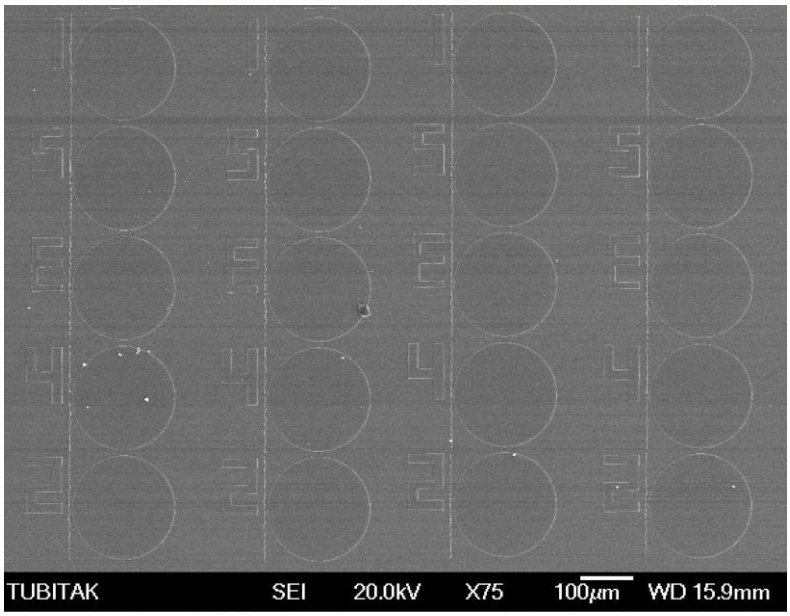
5.1.3 Üretilen mikrodisk rezonatörlerin yapısal karakterizasyonu

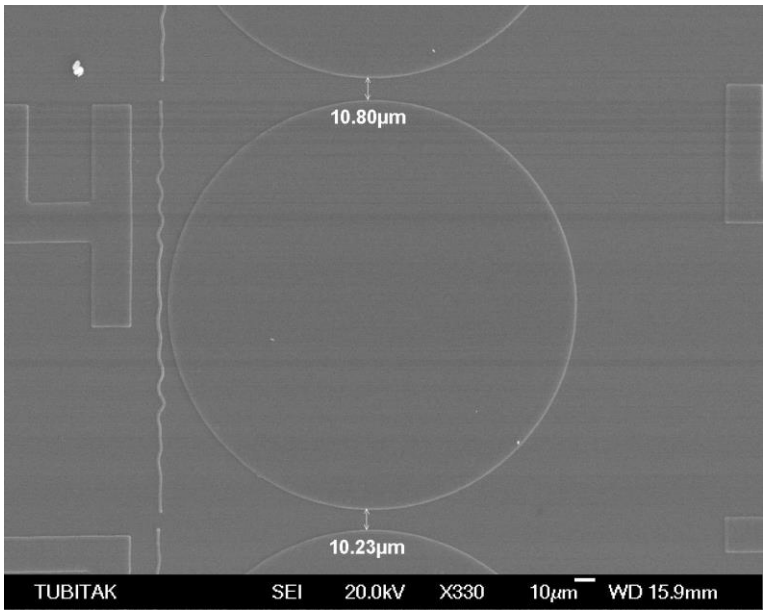
Si/SiO_2 alttaşın yüzeyi, optik mikroskop ile görüntülenmiştir ve SU-8 mikrodisk ve dalga kılavuzlarının gayet düzgün şekilde elde edildiği görülmüştür. Mikrodisklerin ve dalga kılavuzlarının daha detaylı yapısal analizi, taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yapılmıştır. Mikrodisklerin ve dalga kılavuzlarının optik mikroskop ve SEM kullanılarak alınan görüntüleri Şekil 5-4'de verilmiştir.

a)



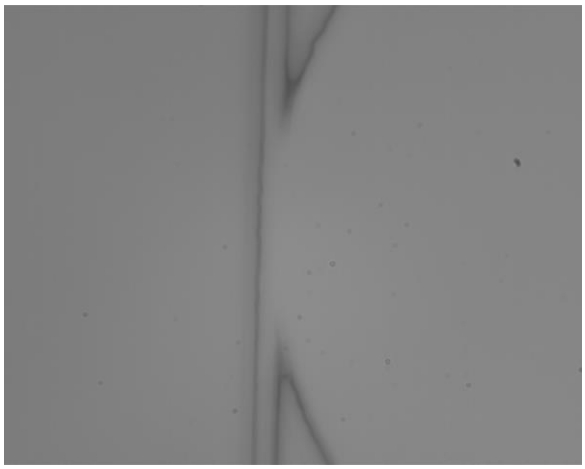
b)



c) 

Şekil 5-4: Üretilen SU-8 mikrodisklerin ve dalga kılavuzlarının **(a)** optik mikroskop görüntüleri. **(b)** ve **(c)** SEM görüntüleri.

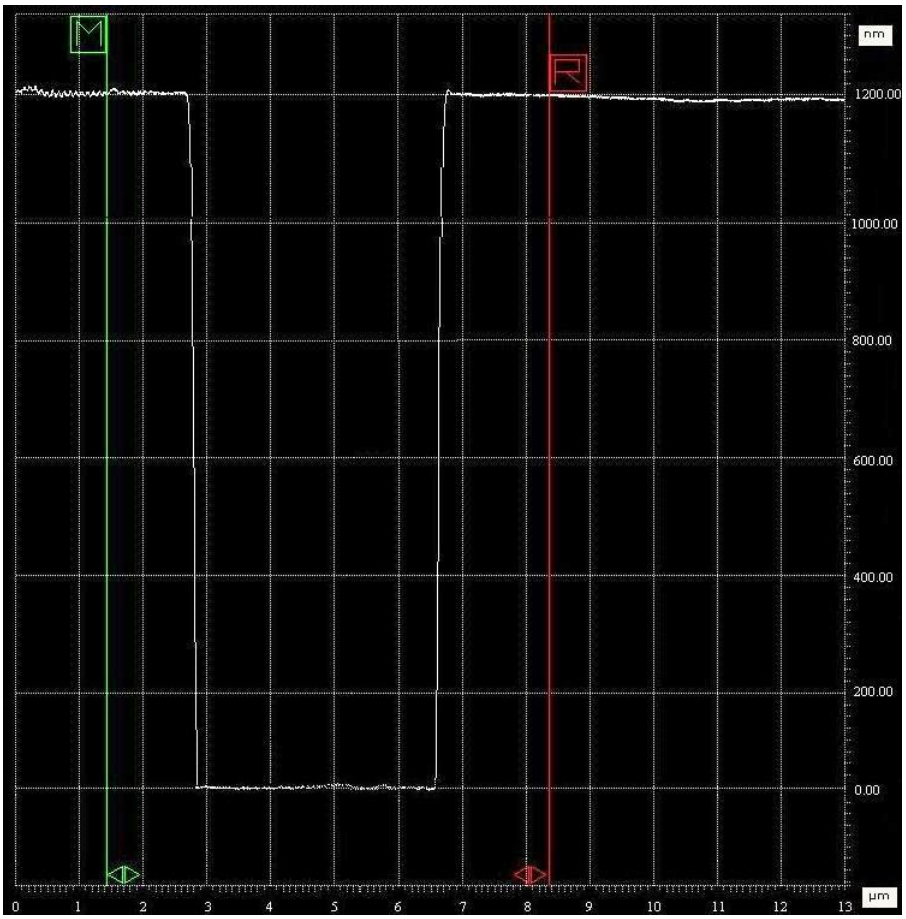
Yapılan analizlerde, 100 µm yarıçaplı rezonatörlerin gayet başarılı bir şekilde üretilebildiği görülmüştür. Ayrıca, 3 µm genişlikli dalga kılavuzunun, 2 µm genişlikli dalga kılavuzuna kıyasla daha yüksek verimde elde edildiği ve minimum dalga kılavuzu-rezonatör mesafesinin 2 µm olduğu görülmüştür. Fakat UV fotolitografisinin çözünürlüğünün altında kalmasından dolayı bu mesafe yinelenebilir bir şekilde üretilememektedir. Bu sebeple örneklerde genellikle dalga kılavuzu ile rezonatör birbirine temas etmektedir (bakınız Şekil 5-5). Dalga kılavuzunun rezonatöre değdiği durumda aşırı bağlaşmış (overcoupled) durum ile karşılaşılmasına rağmen FGK'ler gözlenmeye devam etmektedir [13,75]. Bu durumda Q-faktörleri azalmaktadır. Deneylerimizde enfazla ~1000 seviyesinde Q-faktör görülmesi aşırı bağlaşmış durum ile açıklanabilir. Bu seviyedeki Q-faktörleri birle hedeflenen sonuçları almamız için yeterli olmuştur.



Şekil 5-5: Birbirine temas eden dalga kılavuzu ile mikrodisk yapıları.

SU-8 mikrodisklerin ve dalga kılavuzlarının kalınlığı profilometre kullanılarak ölçülmüştür. Şekil 5-6'da bir mikrodisk ile dalga kılavuzunun arasındaki mesafeyi ve kalınlıklarını gösteren profilometre analizi verilmiştir. Bu analiz sonucunda SU-8 yapılarının kalınlıklarının 1.2 μm civarında olduğu gözlenmektedir. SU-8'in çok esnek bir polimer olmasından dolayı dalga kılavuzu-rezonatör arası mesafenin ölçümü için profilometre ölçümü çok sağlı değildir. Nitekim hiç 3.5 μm'lik mesafeye sahip tasarlanmış bir yapı olmamasına rağmen bu örnekteki mesafenin 3.5 μm olarak ölçülmesi bunu doğrulamaktadır.

Sonuç olarak gaz ölçümü deneyleri için optimum dalga kılavuzu parametreleri şunlardır: Genişlik: 3 μm, rezonatör-dalga kılavuzu mesafesi: 0 μm (rezonatör ile dalga kılavuzu birbirine dokunmaktadır), kalınlık: 1.2 μm. Bu parametrelerin fiberden dalga kılavuzuna bağlaşım deneyleri için de uygun olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 5-6: Bir mikrodisk ile dalga kılavuzunun arasındaki mesafeyi ve bu yapıların kalınlıklarını gösteren profilometre analizi.

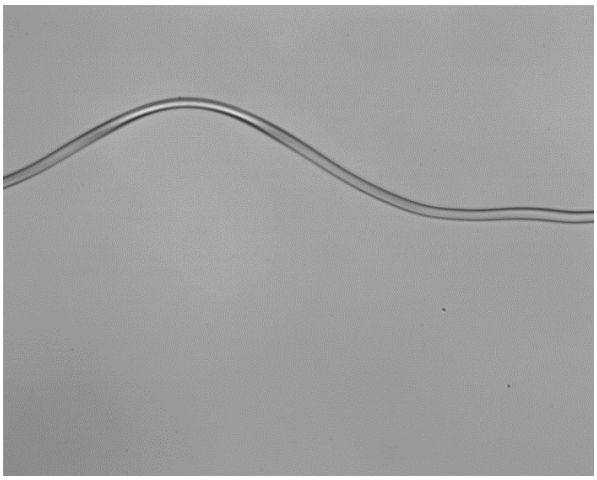
5.2 İki Foton Polimerizasyon ile Mikrodisklerin Üretilmesi

İki foton soğurma ile fotolitografi yöntemi, UV fotolitografi gibi tüm örneği aynı anda polimerleştirmenin aksine her noktayı tek tek polimerleştirme yöntemiyle çalışmaktadır. Bu sebeple iki foton soğurma yavaş çalışman bir yöntemdir. Fakat rezonatörlerin yüzeyleri UV fotolitografisinden daha pürüzsüz bir şekilde üretilebilmektedir. Yüzeylerin pürüzsüz olması kalite faktörünü, dolayısıyla da hassasiyeti arttıran bir etmendir. İki foton soğurma yönteminde SU-8 bir UV foton soğurmak yerine iki kırmızı fotonu aynı anda soğurmaktadır. Fakat iki foton soğurma lineer olmayan bir olay olduğu için ışık şiddetinin kritik bir değerden daha yüksek olması gerektirmektedir. İki foton soğurma yöntemi pürüzsüz yapılar elde edilmesinin en önemli sebebi de budur. Çünkü UV fotolitografisinde sadece direk gelen ışık değil, aynı zamanda saçılan veya yansıyan ışık da polimerizasyona katkıda bulunurken iki foton soğurma yönteminde sadece lazer ışığının odak hacmi içinde kalan SU-8 bölgeleri

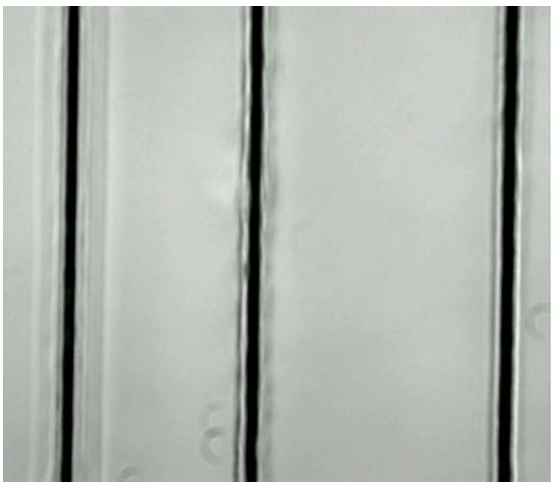
polimerleşmektedir. Bu durumun sebebi ışık şiddetinin sadece odak hacmi içerisinde kritik değerden daha yüksek olmasıdır.

Gerekli olan yüksek ışık şiddetini sağlamak için 785 nm dalgaboyunda ve 100 fs darbe zamanına sahip bir darbeli lazer kullanılmıştır. Lazer ışığı SU-8 üzerine odaklandıktan sonra piezoelektrik hareket sehpası üzerine konulmuş örnek bilgisayar kontrolü ile hareket ettirilmiş ve istenilen şekillerin üretilmesi sağlanmıştır. Eğer ışığın şiddeti iki foton soğurma işleminin gerçekleşmesi için yeterli değilse, SU-8 hiç polimerleşmemekte, eğer ışık şiddeti eşik değerinden yüksek ise SU-8 polimerleşmektedir. Bu sebeple odak hacmi içerisinde kalan bölgeler polimerleşirken diğer bölgeler polimerleşmemekte ve bu iki bölge arasında UV fotolitografisi yöntemine göre çok daha yüksek bir kontrast ve çözünürlük elde edilmektedir.

a)

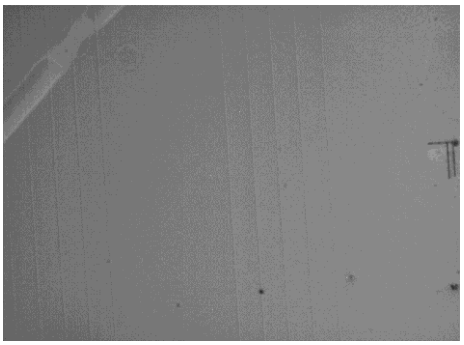


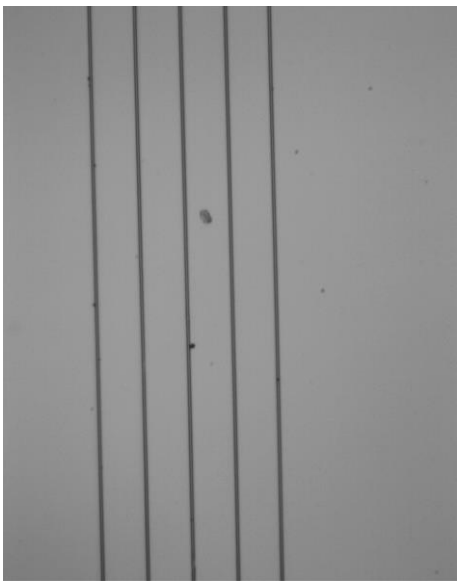
b)



Şekil 5-7: a) 80 mW güç ve 5 mm/s yazma hızı ile üretilmiş dalga kılavuzu. Enerjinin yetersiz olmasından dolayı dalga kılavuzunun bazı kısımları alttaşa yapışmamıştır. b) 120mW lazer gücü ve soldan sağa sırasıyla 0.2, 0.5 and 1.0 mm/s yazma hızları ile

yapılan dalga kılavuzu üretimi denemesi. Enerji çok yüksek geldiği için SU-8 üzerinde yanıklar oluşmuştur.

a) 

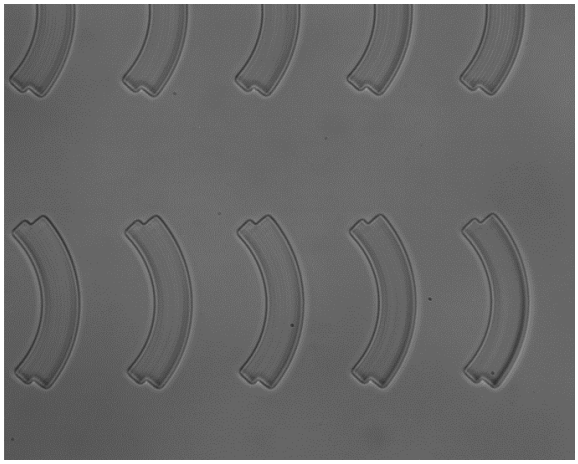
b) 

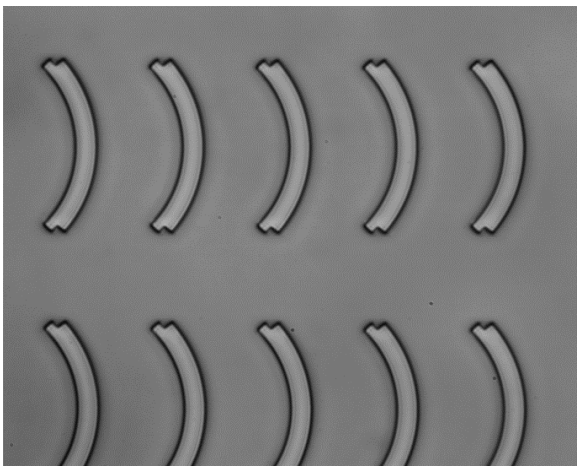
Şekil 5-8: Dalga kılavuzlarının a) Fırınlama işleminden hemen sonraki görüntüsü b) Üretimin sonundaki görüntüsü. Buradaki dalga kılavuzlarının genişlikleri 4.7 μm'dir.

İki foton soğurma fotolitografisi yöntemi sırasında kullanılan üretim basamakları şöyledir: Cam alttaşlar 10 dakika boyunca plazma içerisinde bekletilerek temizlenmiştir. Daha sonra SU-8 2002 bu alttaşlar üzerine dökülmüş ve 60 saniye boyunca 3000 rpm dönme hızı ile kaplanmıştır. 2 dakika boyunca örnekler 100^0C'de ısıtılmıştır. Bu aşamada optik rezonatörlerin üretiminden önce optik dalga kılavuzlarının üretimi yapılmıştır. Dalga kılavuzlarının gerektirdiği üretim çözünürlüğü rezonatörler kadar yüksek olmadığından dalga kılavuzları UV lazer kullanılarak üretilmiştir. Öncelikle ışık gücünün ve yazma hızının en uygun değeri araştırılmıştır. Optik güç 30 mW ile 120 mW arasında, yazma hızı da 0.2

mm/s'den 5 mm/s'ye kadar taranmıştır. Şekil 5-7'de ışık enerjisinin az (a) ve çok (b) olduğu durumlar verilmiştir.

Elde edilen en iyi dalga kılavuzu örnekleri 30 mW optik güç ve 0.5 mm/s yazma hızı ile elde edilmiştir. UV lazer işleminden sonra örnek 100^0C'de 10 dakika boyunca fırınlanmıştır. Bu fırınlama işlemi ışık almış SU-8'te küçük bir kırılma indisi değişimine sebep olduğundan üretilecek dalga kılavuzları optik mikroskop altında seçilebilmektedir (bakınız Şekil 5-8a). Dalga kılavuzlarının çözücüye konulmadan önce seçiliyor olması, dalga kılavuzları ile üretilecek rezonatörler arasındaki mesafenin iyi bir şekilde kontrol edilebilmesini sağlamaktadır. UV lazer ile dalga kılavuzu tanımlaması işleminden sonra iki foton soğurma işlemi ile rezonatör üretimi adımına geçilmiştir.

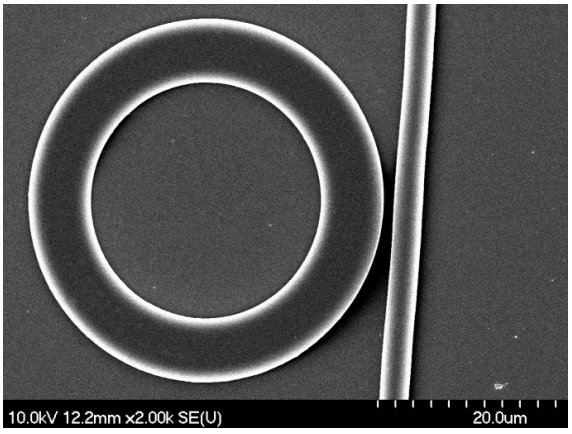
a) 

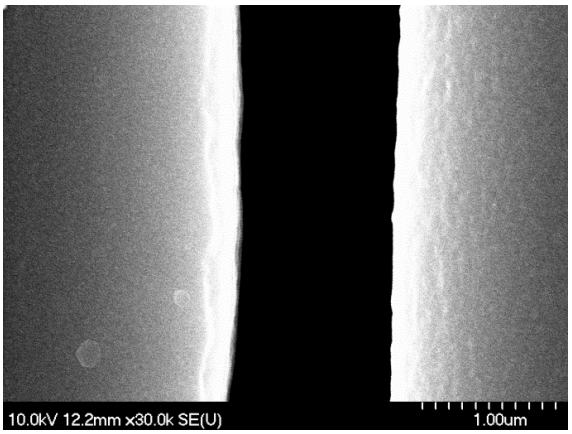
b) 

Şekil 5-9: a) Yazma çizgileri arası mesafenin 0.5 μm durumda üretilen yay şeklindeki yapılar. Üretim çizgileri arasındaki mesafenin çok olmasından dolayı üretim çizgileri optik mikroskop altında seçilebilmektedir. b) Yazma çizgileri arası mesafe 0.3 μm yapılarak üretilen yay şeklindeki yapılar. Bu mesafe ile daha pürüzsüz yapılar elde edilmiştir.

Rezonatör üretimi için üç farklı parametre optimize edilmiştir. Yazma hızı (6–24 μm/s), yazma çizgileri arasındaki mesafe (0.3 μm–0.7 μm) ve lazer gücü (3–7 mW). Elde edilen en iyi yapılar şu parametreler ile elde edilmiştir: Yazma hızı 24 μm/s, yazma çizgileri arası mesafe 0.3 μm ve lazer gücü 7 mW (bakınız Şekil 5-9).

Yazma işlemi sırasında lazer belli bir bölgedeki SU-8 katmanını polimerleştirdiği için üretilen yapıların belli kalınlıkları olmaktadır. Örneği UV lazer ile üretilen dalga kılavuzlarının, dalga kılavuzunun merkezinden yanlara doğru 2.35 μm kalınlığa sahip olduğu ölçülmüştür. Bu sebeple toplam dalga kılavuzu kalınlığı 4.7 μm olmuştur. İki foton soğurma yöntemi ile üretilen rezonatörlerde ise 0.25 μm'lik fazladan kalınlık gözlenmiştir. Örneğin yarıçapı 20 μm olarak tasarlanan rezonatörlerin yarıçapları 20.25 μm ölçülmüştür. Dalga kılavuzu-rezonatör arası mesafenin doğru bir şekilde üretilmesi için bu kalınlıkların hesaba katılması gerekmektedir. Örneğin dalga kılavuzu ile R yarıçaplı bir rezonatör arası mesafenin 1 μm olarak üretilebilmesi için rezonatörün merkezinin dalga kılavuzunun merkezinden (2.35 + 0.25 + 1.00 + R) μm kadar uzakta olması gerekmektedir. Bu hesabın doğru olup olmadığının test edilmesi için üretilen örneklerden SEM görüntüleri alınmıştır. Elde edilen görüntüler, bu hesabın doğru olduğunu göstermektedir (bakınız Şekil 5-10).

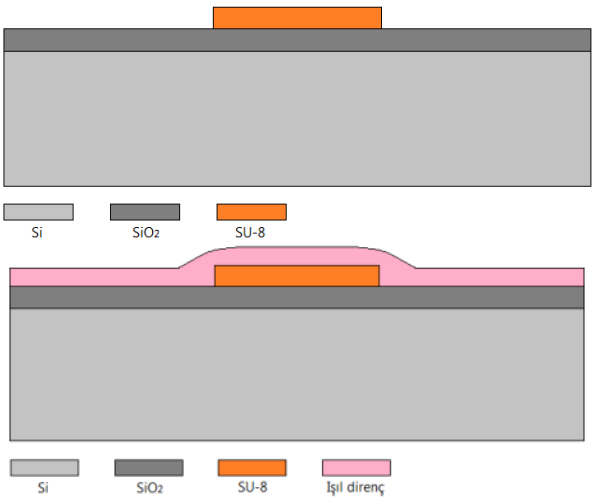
a) 

b) 

Şekil 5-10: a) UV lazer ile üretilen dalga kılavuzu ile iki foton soğurma yöntemi ile üretilen mikrohalka örneğinin SEM görüntüsü. Mikrohalkanın kenarları yeterince pürüzsüz görünmektedir. b) Yapıların birbirine yaklaştığı bölgenin yakından görüntüsü. Aradaki mesafe 1 μm olarak tasarlanmış ve 1.2 μm olarak ölçülmüştür.

5.3 Mikrodisklerin Lift-Off İşlemi ile Pd Kaplaması

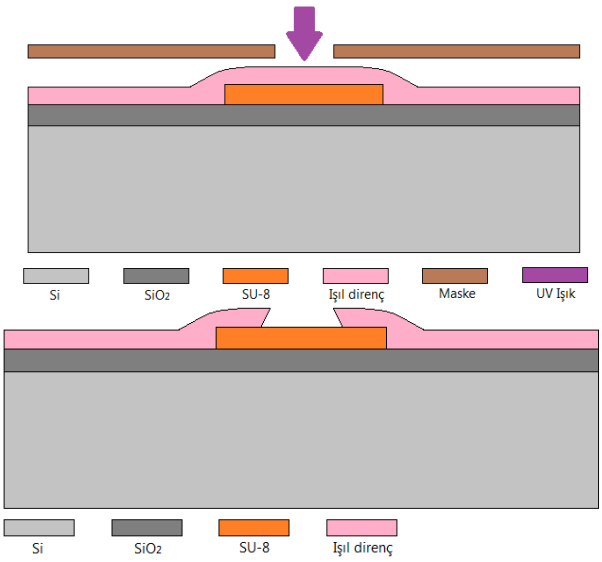
Üretilmiş SU-8 mikrodisklerin üzerine Pd kaplama işleminin aşağıdaki gibi yapılmıştır. Önceden üretilmiş olan SU-8 rezonatörler (bakınız Şekil 5-11a) üzerine ışıl direnç, spin kaplama yöntemiyle kaplanmıştır (bakınız Şekil 5-11b).



Şekil 5-11: a) SU-8 mikrodisklerin işlemden önceki görünümü. b) Işıl direncin spin kaplama ile kaplanması.

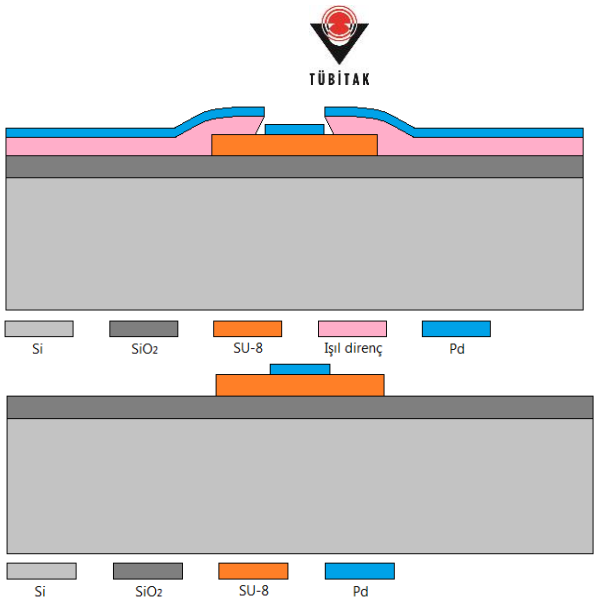
Daha sonra litografi maskesi kullanılarak UV fotolitografi işlemi yapılmıştır (bakınız Şekil 5-12a). SU-8 mikrodisklerin tam ortasındaki ışıl direnç, developer ile çözülecektir (bakınız Şekil 5-12b). Fakat burada dikkat edilmesi gereken iki önemli nokta bulunmaktadır. İlki, developer sadece ışıl direnci çözmeli, SU-8'e

herhangi bir zarar vermemelidir. Aksi halde mikrodiskler ve dalga kılavuzları zarar görecek ve ışık bağlaşımı ve fısıldayan galeri kiplerinin düzgün olmasında problem yaşanacaktır. İkincisi ise SU-8 rezonatörleri ile lift-off maskesinin birbirine düzgün bir şekilde hizalanması gerekmektedir. Aksi halde Pd kaplaması SU-8 rezonatörlerin kenarlarına gelecek ve fısıldayan galeri kipleri Pd metalinin varlığından dolayı çok çabuk sönümlenecek, dolayısıyla rezonatörlerin kalite faktörü azalacaktır.



Şekil 5-12: a) UV fotolitografi işlemi. b) Işıl direncin istenmeyen kısımlarının çözülmesi.

Önemli bir diğer nokta ise, Şekil 5-12b'de görüldüğü gibi ışıl direncin dikey duvarlara değil aralık mesafesi artan duvarlı (undercut) bir şekilde üretilmesidir. Çünkü Pd kaplaması yapılırken ışıl direncin açıkta kalan dikey duvarlarına Pd kaplanması istenmemektedir (bakınız Şekil 5-13a). Eğer dikey duvarlara da Pd kaplanırsa, istediğimiz yapıyı (bakınız Şekil 5-13b) elde etmek çok zor olacaktır. Bunun sebebi ise, duvarlara Pd kaplanması durumunda buradaki Pd'un, ışıl direncin tamamen kaldırılması için gerekli olan çözücü-ışıl direnç temasını engelleyecek olmasıdır.

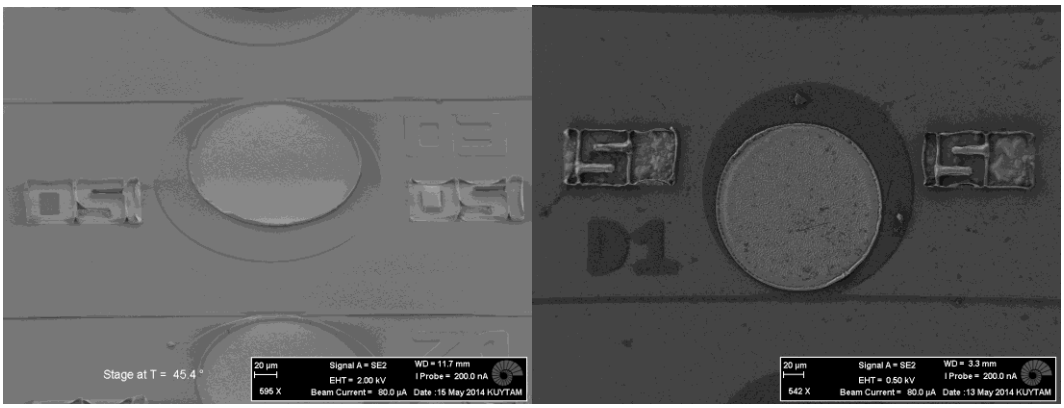


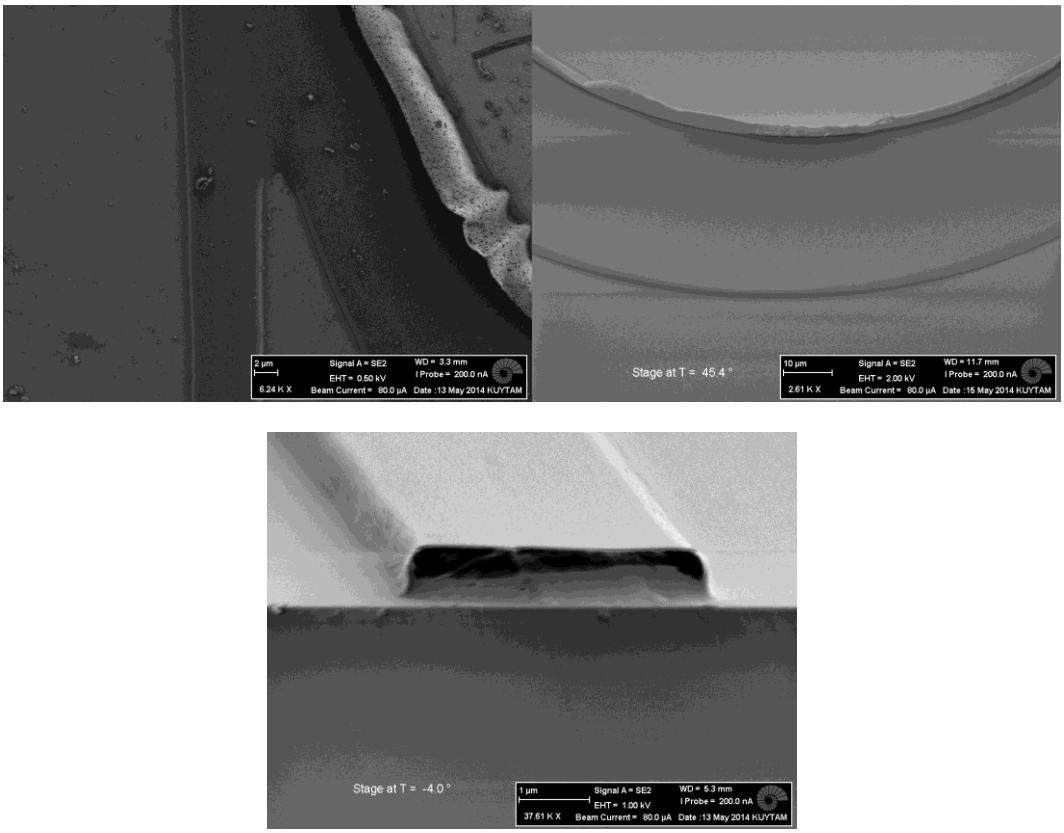
Şekil 5-13: a) Pd kaplama işlemi. b) Işıl direncin tamamen kaldırılması.

Şekil 5-14a'da lift-off ile üretilmiş Pd kaplamalı disklerin SEM görüntüleri verilmektedir. Pd kaplamasının en kenarda kısımlarının çok iyi üretilemediği görülmektedir. Bunun sebebi undercut yapısının kontrollü bir şekilde üretilememiş olmasıdır. Daha iyi undercut yapılarak düngün kenarlı Pd kaplamaları elde edilebilir, fakat bu yapıların hidrojen ölçümleri için yeterli olduğu görülmüştür.

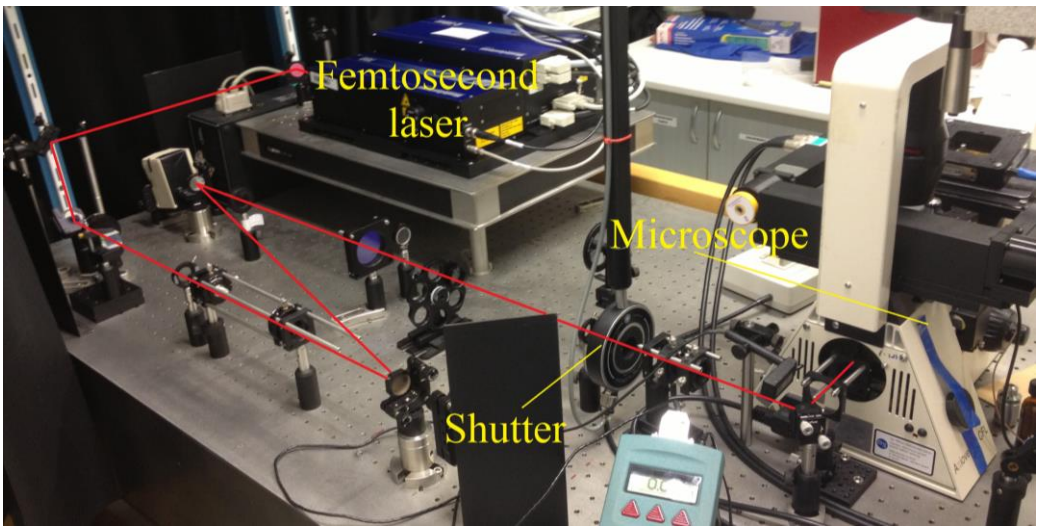
Disklerin SEM görüntülerinin dışında dalga kılavuzlarının da üstten ve kesitten SEM görüntüleri alınmıştır. Üstten görünümden gözlemlendiği kadarıyla dalga kılavuzları yeterince düzgün üretilmiştir (Şekil 5-14d). Kesit alanı görüntüsü mükemmel bir düzgünlükte olmamakla birlikte fiberden dalga kılavuzuna ışık bağlaşımı için yeterlidir (Şekil 5-14e). Bu kesit alanı, SU-8 rezonatörler ve dalga kılavuzlarının üretilmesinden sonra alttaşın kesilmesi sırasında oluşmaktadır. Kesme işlemi optimize edilerek kesit alanı daha düzgün hale getirilebilir.

5.3.1 Üretilmiş Pd Kaplamalı Mikrodisklerin SEM Görüntüleri





Şekil 5-14: Pd kaplamalı yapıların SEM görüntüleri. a) 45 derecelik yataydan görünüm. b) Üstten görünüm. c) Dalga kılavuzu-disk bağlaşım bölgesinin yakın görünümü. d) Üstten ve yakın görünüm. e) Dalga kılavuzunun alttaşın en kenarında kalan ve fiberden optik bağlaşım sağlandığı bölgesi



Şekil 5-15: Macaristan'da Szedeg Üniversitesi'nde ortak çalışmalar yaptığımız Prof. Pal Ormos'un grubunda bulunan iki foton soğurma ile polimerizasyon düzeneğinin genel

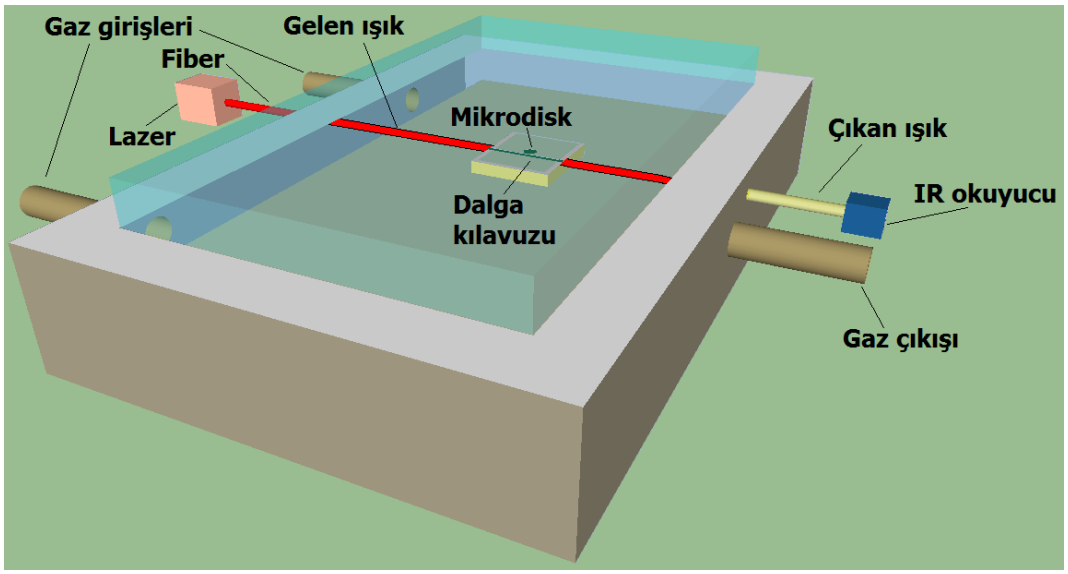
görüntüsü. Kırmızı femtosaniye lazerin izlediği yol kırmızı çizgilerle gösterilmiştir. Gereksiz yere polimerleşmeleri engellemek için bilgisayar kontrollü bir shutter bulunmaktadır. Örnek mikroskobun üzerinde bulunan piezo hareket sehpalarının üzerine bulunmaktadır.

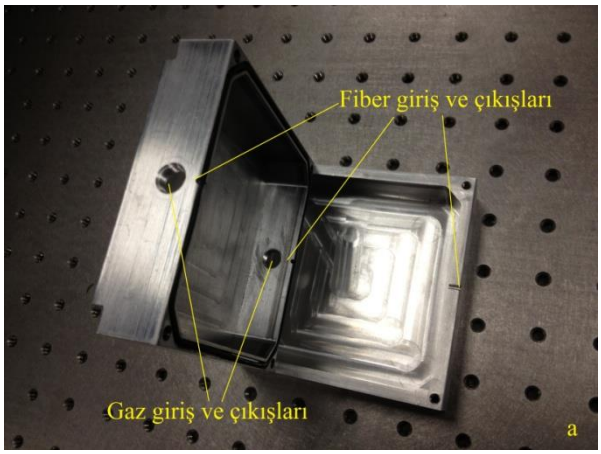
6 Deney Düzeneklerinin Kurulumu

SU-8 rezonatörlerin modlarının karakterize edilmesi için ayarlanabilir kızılötesi lazer kullanılmıştır. Bu lazerin rezonatörlere bağlaşımı için rezonatörlerle birlikte üretilmiş SU-8 dalga kılavuzları kullanılmaktadır. Dalga kılavuzlarına ise lazer ışığı, literatürde “end-face coupling” şeklinde adlandırılan uç uca bağlaşım yöntemi ile bağlaştırılmaktadır [66]. Bu yöntemde dalga kılavuzları ile giriş ve çıkış fiberlerinin uçları aynı noktaya getirilerek lazer ışığı öncelikle giriş fiberinden dalga kılavuzuna sonra da dalga kılavuzundan çıkış fiberine bağlaştırılmaktadır. Uç uca bağlaşım yöntemi çok yüksek bağlaşım verimliliklerine ulaşamamaktadır. Dalga kılavuzunun her iki ucuna kırınım ızgaraları yerleştirilerek rezonatöre daha yüksek verimlilikle lazer ışığı bağlaşımı sağlanabilir. Fakat bu yapılar mikron-altı çözünürlük gerektirdiğinden bu yapıların üretimi halen kullandığımız mikro-üretim yöntemimiz ile mümkün değildir. Ayrıca halihazırda kullandığımız uç uca bağlaşım yöntemi ile rezonatör mod karakterizasyonu için yeterli seviyede bağlaşım sağlanmaktadır.

1.4. Sensör test sisteminin kurulumu için yapılan çalışmalar

Üretilen mikrodisk rezonatör sensörlerin gaz algılama testlerinde kullanıldığı sensör test hücresi Şekil 6-1’de verilmiştir. Sensör test hücresi, optik fiberlerin ve gazların giriş-çıkışını sağlayan bir gaz odasıdır.

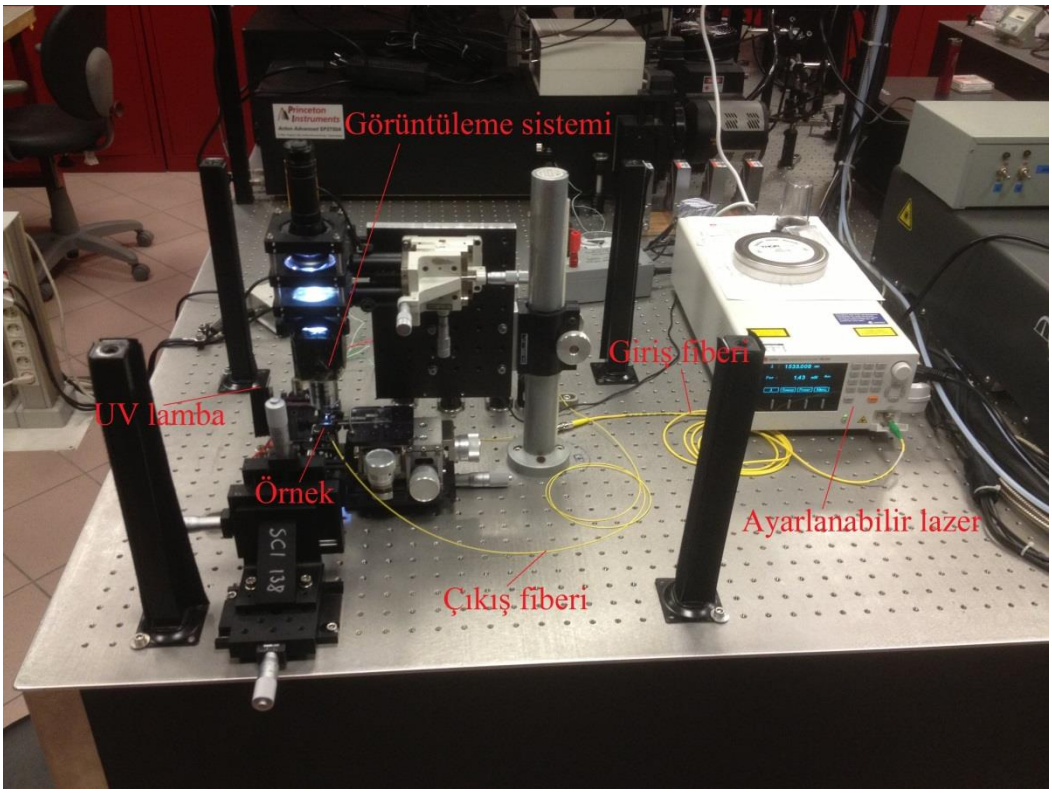




Şekil 6-1: Gaz sensörü test hücresi.

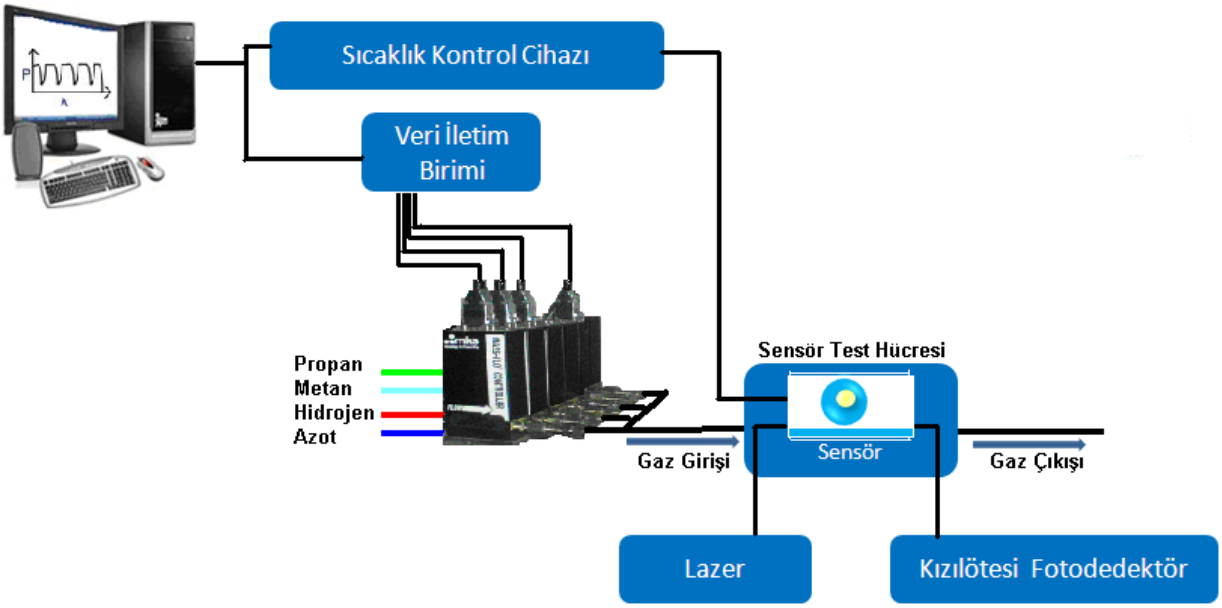
SU-8 tabanlı metal ve metal oksit film kaplı mikrodisk rezonatör sensörlerin parlayıcı gaz/gazları algılama performanslarının belirlenmesi için Koç Üniversitesi Optofluidik ve Nano-Optik Araştırma Laboratuvarı'na optik sensör test sistemi kurulmuştur. (Bakınız Şekil 6-3 ve Şekil 6-4)

Kalın SiO_2 alttaş üzerine Pd kaplamalı ve referans için Pd kaplaması olmayan SU-8 kullanarak mikrodisk ve dalga kılavuzu örnekleri üretilmiştir. Üretilen bu örneklerdeki dalga kılavuzlarına uç uca bağlaşım yöntemiyle telekom dalgaboyundaki kızılötesi ayarlanabilir lazer ışığı bağlaştırılmış ve rezonatörlerin fısıldayan galeri kipleri uyarılmıştır. Çalışmalarda kullanılan optik bağlaşma düzeneği Şekil 6-2'de gösterilmektedir. Bağlaşım sağlandıktan sonra fiberler UV yapıştırıcı veya epoksi yapıştırıcı ile sabitlenerek taşınabilir hale getirilmiş ve sonra test hücresi içine taşınarak gaz algılama denemeleri yapılmıştır.

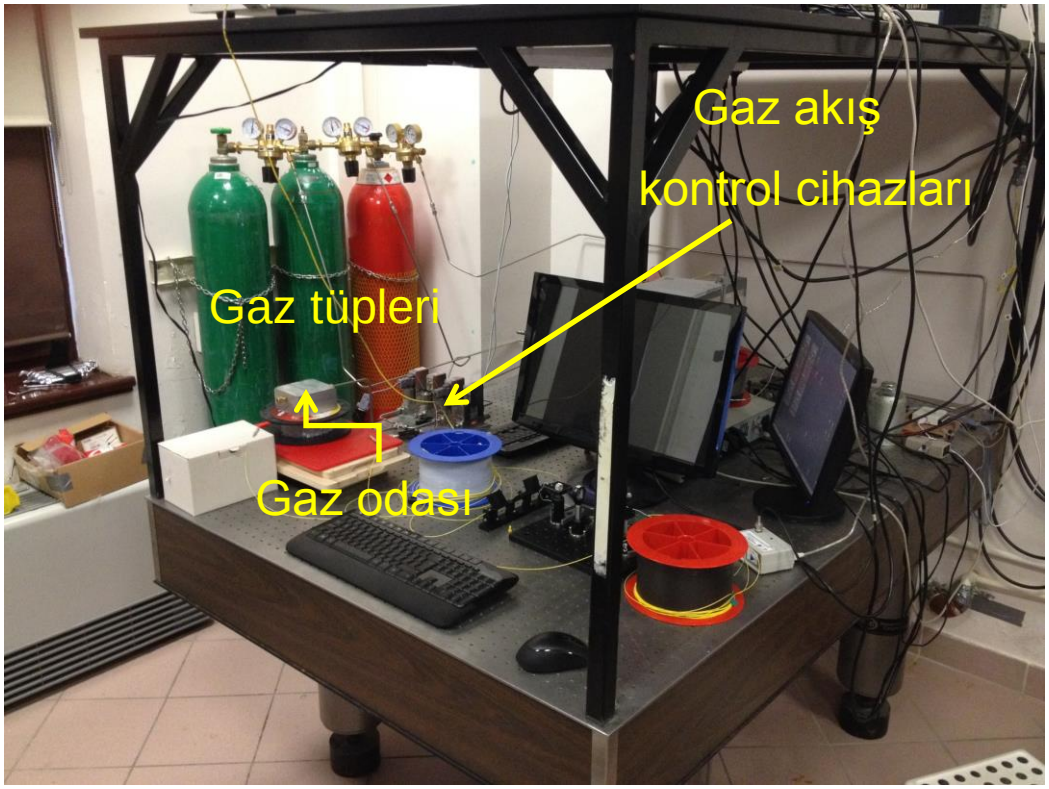


Şekil 6-2: Optik ölçümlerde kullanılan deney düzeneğinin son hali.

Sensörlerin gaz algılama testlerini yapmak için, saf N_2 gaz tüpü, içinde N_2 ile seyreltilmiş H_2 bulunan gaz tüpü, ve saf H_2 gaz tüpü kullanılmıştır. Gaz akış kontrol ünitesi kullanılarak bilgisayar kontrollü gaz sisteminde test hücresine, gaz algılama testleri için istenilen oranda gaz gönderilmiştir. Testler esnasında ortamdaki nemin etkisinden kurtulmak için öncelikle azot gazı verilmiştir. Daha sonra istenilen oranlarda hidrojen gazı verilerek kızılötesi fotodetektör yardımı ile rezonans dalgaboyunun kaymasına bakılmıştır.



Şekil 6-3: Sensör test sisteminin şematik görünümü.



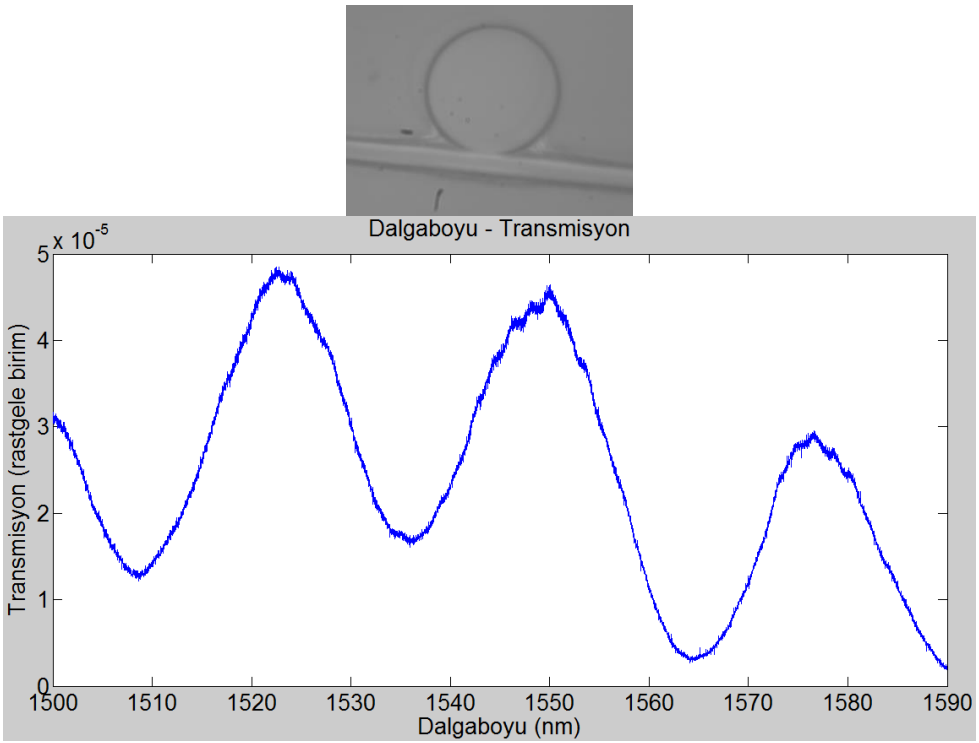
Şekil 6-4: Kurulan gaz algılama deney düzeneğinin genel görüntüsü.

7 Elde Edilen Sonuçlar

7.1 Sensörlerin Hazırlanması ve Optik Spektrum Ölçümleri

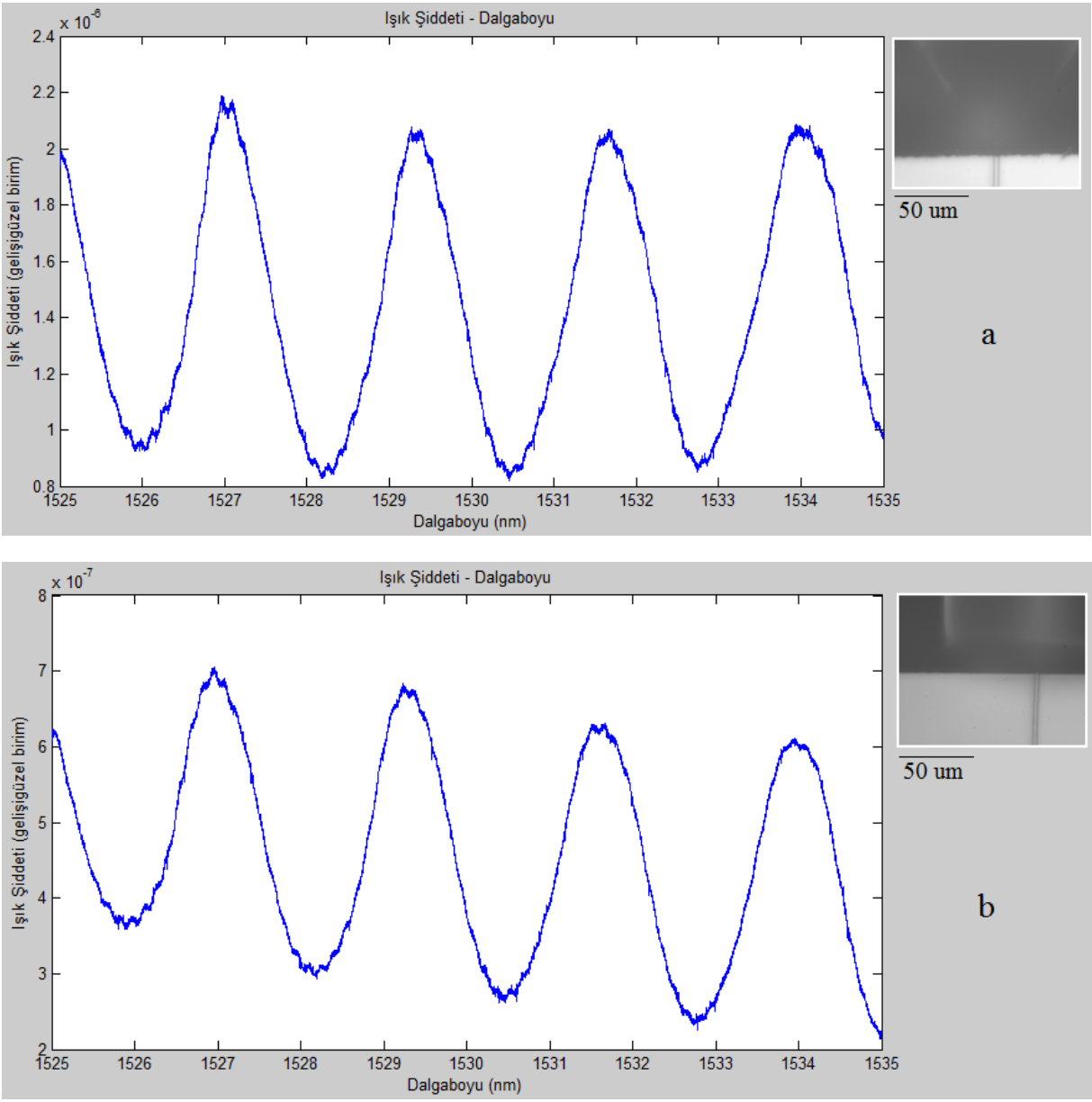
Dalga kılavuzunda ilerleyen lazer ışığı, eğer rezonans şartını sağlıyorsa, dalga kılavuzu-mikrodisk bağlaşım bölgesine gelince mikrodiske bağlaşmaktadır. Bu sebeple ayarlanabilir lazer kullanılarak lazerin dalgaboyu taranmış ve mikrodiskten geçen lazer ışığı, dalga kılavuzundan fiber kullanılarak toplanmıştır.

İki foton soğurma yöntemi ile üretilen bir mikrodisk rezonatörden elde edilen spektrum ölçümü Şekil 7-1'de gösterilmektedir. İki foton soğurma yöntemi yavaş çalışan bir işlem olduğu için bu aşamada 15-20 μm yarıçaplı rezonatörler üretilmiştir. Bu sebeple FSR değeri (15.452 nm - 17.362 nm) UV fotolitografisi ile üretilen 100 μm yarıçaplı rezonatörlerin bağımsız spektral aralık (FSR, Free Spectral Range) değerinden (2.331 ± 0.059 nm) daha yüksek olmuştur. Ayrıca, yine aynı sebepten dolayı bükülmeye bağlı optik kayıp da arttığından nitelik katsayıları düşük çıkmıştır (120). İki foton soğurma yöntemi ile yeterince büyük rezonatörler üretildiği zaman yüksek nitelik katsayısı ölçüleceği öngörülmektedir.



Şekil 7-1: İki foton soğurma yöntemi ile üretilen örnekten ölçülen transmisyon spektrumu. Rezonatör yarıçapı 15 μm gibi küçük bir değer olduğundan FSR değeri de yüksek olmuştur (Spektrum ölçümü alınan örneğin optik mikroskop görüntüsü küçük resim olarak verilmiştir.). FSR'ın görünebilmesi içim lazer dalgaboyu geniş bir aralıkta taranmıştır. Lazerin çıkış gücünün dalgaboyuna bağlı olması sebebiyle transmisyon eğrisinde genel bir dalgalanma olmaktadır.

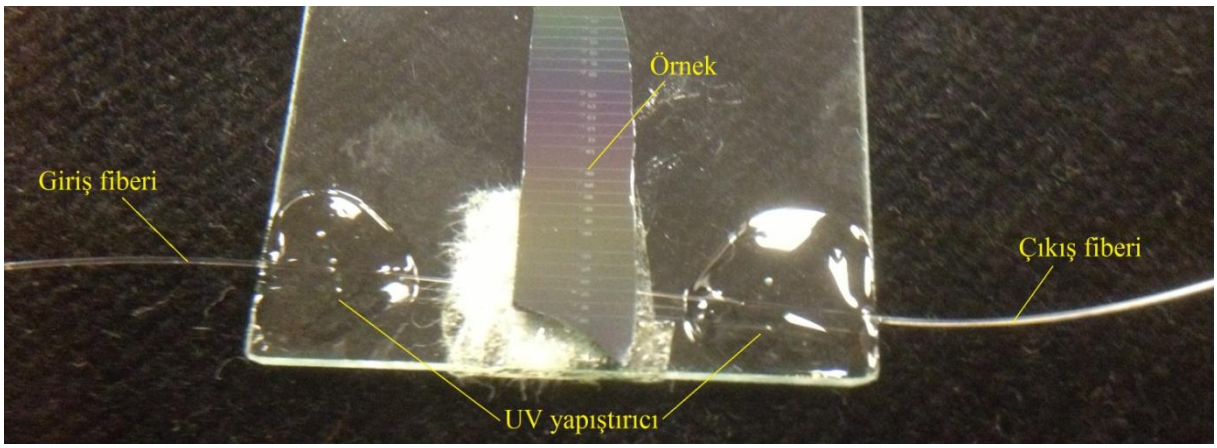
Şekil 7-2'de fotolitografi ile üretilen bir mikrodiskten elde edilen spektrumları gösterilmektedir. Şekil 7-2a'daki spektrum mercekle sonlandırılmış fiberler (lensed fiber) kullanılarak elde edilmiş iken Şekil 7-2b'deki spektrum normal fiberler ile elde edilmiştir. Bu spektrumlarda elde edilen FSR değeri elimizdeki 100 mikron yarıçapındaki mikrodiskler için yaklaşık olarak 2.30 nm olarak hesaplanmıştır. Bu değer literatürdeki benzer bir yayın ile karşılaştırılmıştır. Yayında mikrodiskler SU-8'ten üretilmiş, mikrodisklerin yarıçapı 100 mikron ve lazer ışığının dalgaboyu telekom dalgaboyu olarak seçilmiştir. Bu durumda ve FSR'ın 2.28 ± 0.08 nm olarak ölçüldüğü belirtilmiştir [39].



Şekil 7-2: a) Mercekle sonlandırılmış fiber kullanılarak dalga kılavuzuna bağlaşım elde edilmesi durumunda alınan transmisyon ışık spektrumu. Mercekle sonlandırılmış fiber ve dalga kılavuzu görüntüsü grafiğin sağ tarafında küçük resim olarak verilmiştir. b) Normal fiber ile dalga kılavuzuna bağlaşım elde edilmesi durumunda alınan transmisyon ışık spekturumu. Normal fiber ile dalga kılavuzunun görüntüsü grafiğin sağ tarafında küçük resim olarak verilmiştir. Mercekle sonlandırılmış fiber durumunun, normal fiber durumuna göre dalga kılavuzuna bağlaşım verimliliği açısından 3 kat daha iyi olması haricinde bir üstünlüğü yoktur. Rezonans dalgaboyları beklendiği gibi iki durum için de aynı değerlerde çıkmıştır.

Mercekle sonlandırılmış fiberler normal fiberlere göre daha pahalı olduğundan normal fiber ile bağlaşım denemeleri de yapılmıştır. Normal fiberle yapılan deneylerde de, mercekle sonlandırılmış fiber deneylerinde izlenen yol izlenmiştir. Öncelikle üretilen dalga

kılavuzuna bağlaşım sağlanmış, daha sonra lazerin dalgaboyu taranarak mikrodiskten geçen ışığın spektrumuna bakılmıştır. Elde edilen veriler karşılaştırıldığında mercekle sonlandırılmış fiber düzeneği ile normal fiber düzeneği arasında önemli miktarda bir bağlaşım verimliliği farkı olmadığı gözlenmiştir (bakınız Şekil 7-2b). Normal fiber ile bağlaşım sağlanması, taşınabilir ve ucuz sensör test hücresi üretimi açısından büyük önem taşımaktadır.



Şekil 7-3: Normal fiberler ile elde edilen bağlaşım durumunun UV yapıştırıcısı kullanılarak sabitlenmesi ile taşınabilir hale getirilmiş bir sensör test hücresi. Burada UV yapıştırıcı, lamelin iki tarafında saydam olarak görülebilmektedir. Ayrıca test hücresi üzerinde bulunan SU-8'ten üretilmiş mikrodisk ve dalga kılavuzu yapıları bile seçilebilmektedir.

Normal fiber ile elde edilen bağlaşım durumunun taşınabilir bir sensör test hücresi haline getirilmesi UV yapıştırıcı ya da epoksi yapıştırıcı kullanılarak başarılmıştır. Bu işlemde hareket sehpaları yardımıyla elde edilen bağlaşım durumu, fiberlerin UV yapıştırıcı kullanılarak sabitlenmesiyle ile kalıcı hale getirilmiştir. UV yapıştırıcı, görünür ışık altında yapışma göstermeyen, fakat UV ışık altında hızlı bir şekilde kür olarak sertleşen bir yapıştırıcı türüdür. UV yapıştırıcı ile yapılan sabitleme işleminden sonra fiberler hareket sehpalarından sökülerek sensör test hücresi taşınabilir duruma getirilmiştir. Böylelikle üretilen sensör test hücresi, gaz odası içerisine taşınarak hidrojen gaz sensör testleri gerçekleştirilmiştir.

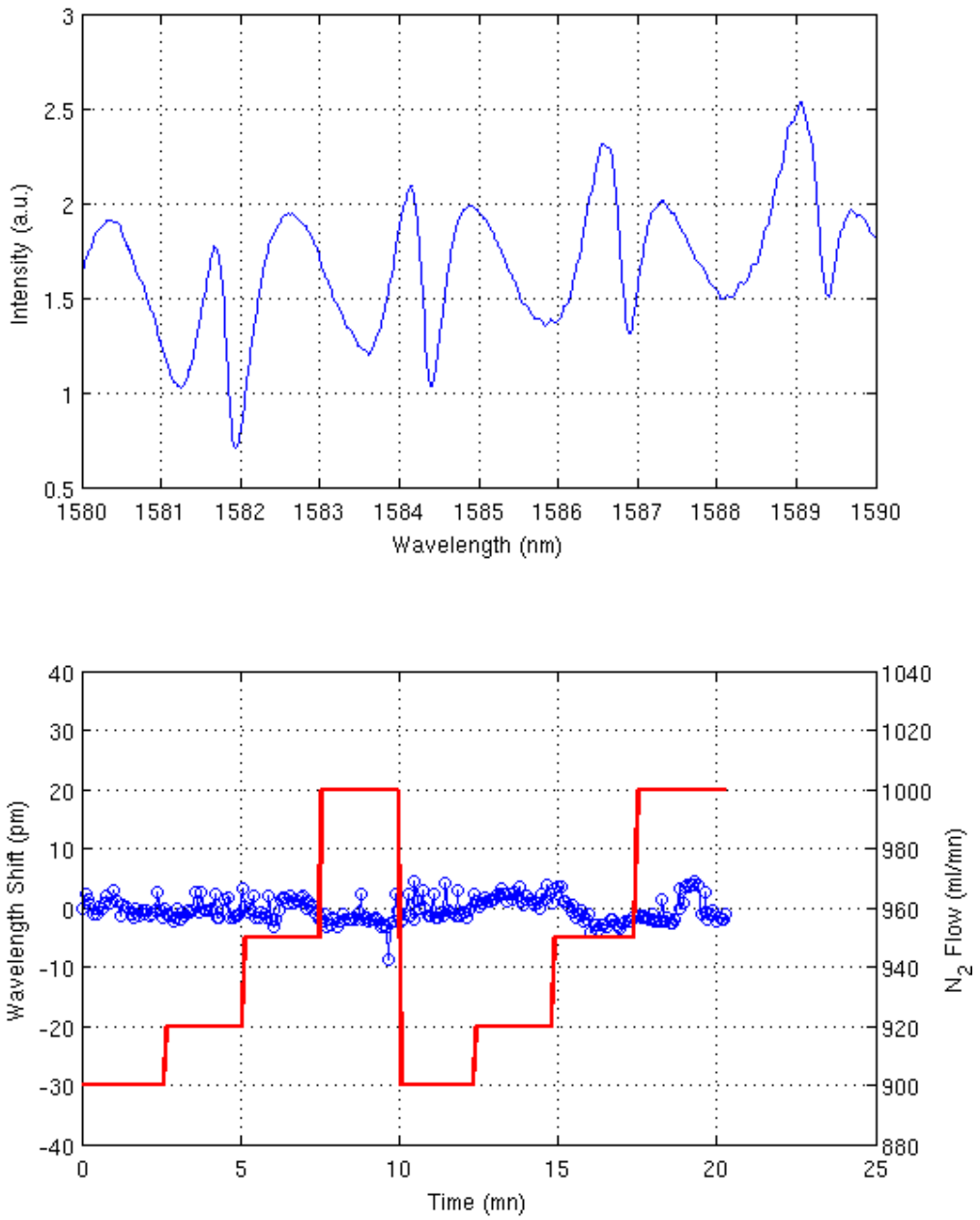
7.2 H_2 Gaz Sensör Testleri

Fiberlerin yapıştırılması ile hazırlanan sensörler H_2 gaz algılaması testlerine tabi tutulmuş ve arzu edilen H_2 algılama hedefine ulaşılmıştır. Elde edilen sonuçlar Şekil 7-4 ile 7-7 arasında sunulmaktadır. Bu sonuçları içeren bir makalenin yazımına hali hazırda başlanmıştır ve makalenin 1-2 ay gibi bir sürede Applied Physics Letters dergisine sunulması hedeflenmektedir.

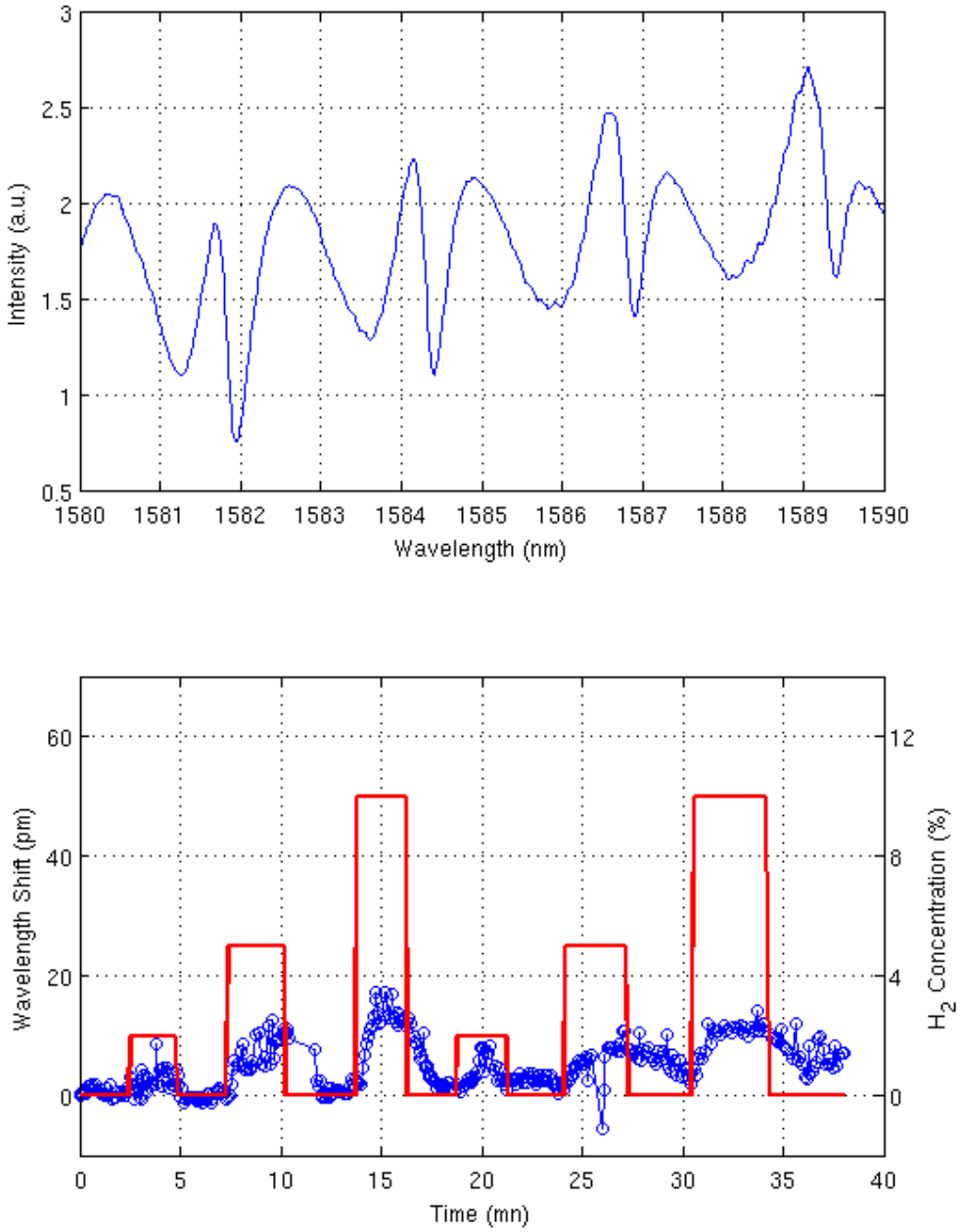
Şekil 7-4 ve Şekil 7-5'te öncelikle Pd kaplamasız bir mikrodisk ile gerçekleştirilen kontrol deneylerinin sonuçları gösterilmektedir. Şekil 7-4'teki deneyde mikrodisk öncelikle uzun süre (3-4 saat boyunca) N_2 akışına maruz bırakılmış ve böylece ortamın neminin etkisi kaldırılmıştır. Daha sonra mikrodiske değişen akış oranlarında N_2 gazı verilmiş. Akış oranları 900, 920, 950 ve 1000 ml/mn değerlerinde tutulmuştur. Bu şekilde görüldüğü gibi N_2 gazının akış değerlerinin bu mertebelerde değiştirilmesi ile FGK'nin spektral pozisyonu değişmediği ve N_2 gazının akışının FGK'leri etkilemediği gözlemlenmiştir.

Şekil 7-5'deki deneyde ise Şekil 7-4'deki Pd kaplamasız mikrodisk kullanılmış ve N_2 akışı 1000 ml/mn seviyesinde sabit tutularak örnek odacığına %2, %5 ve %10 yoğunluklarında H_2 verilmiştir. H_2 gazı verilmesinin sonucu olarak FGK'lerin spektral konumlarında artı yönde bir kayma görülmektedir. Gözlenen kayma %10'luk H_2 yoğunluğunda yaklaşık 15 pm mertebesindedir. Bu kaymanın sebebini mikrodiski oluşturan SU-8 polimerinin H_2 adsorpsiyonu (yüzermesi) olarak açıklıyoruz. Burada dikkat edilmesi gereken nokta ancak %5'lik H_2 yoğunluklarından sonra SU-8 adsorpsiyonunun FGK'lerde ölçülebilir bir kaymaya yol açmasıdır. H_2 gaz sensörü uygulaması için hedef yoğunluk olan %1 ve altı yoğunluk değerlerinde Pd kaplamasız aygıtların ölçüm yapamadığı görülmüştür.

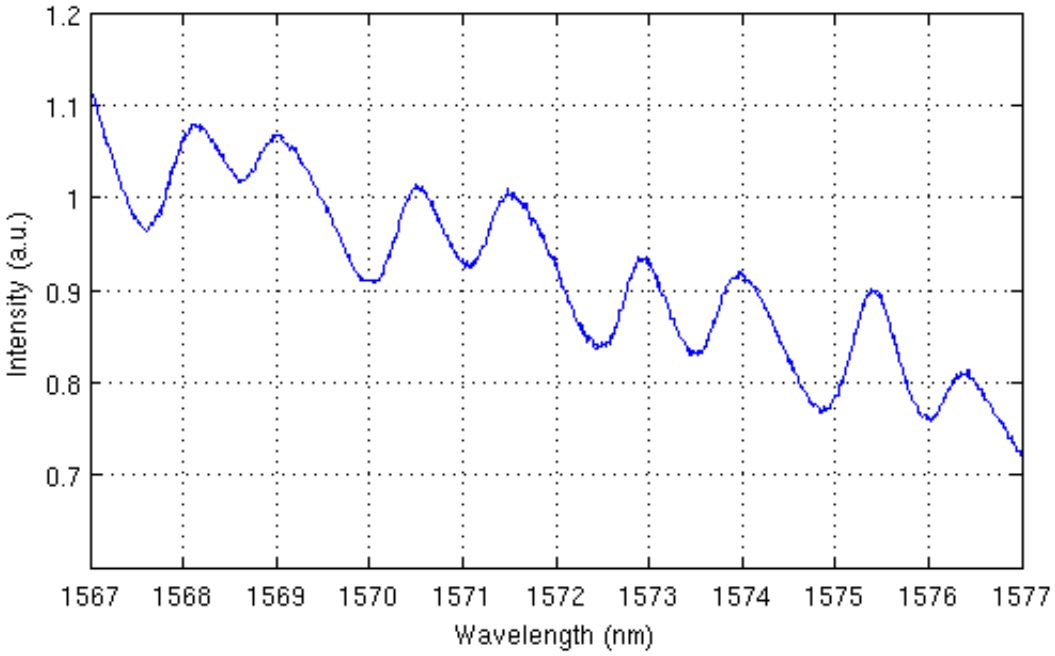
Pd kaplamalı bir mikrohalka resonatör ile gerçekleştirilen H_2 sensör deneylerinin sonuçları Şekil 7-6 ve 7-7'de gösterilmektedir. Bu deneylerde mikrohalka sırasıyla %1, %1.5, %5 ve %10 yoğunluklarında H_2 gazına maruz bırakılmıştır. Şekil 7-6'da gösterilen ilk deneylerde %1'lik H_2 gazının FGK'lerde artı yönde yaklaşık 30 pm'lik bir kaymaya yol açtığı görülmektedir. Daha sonra H_2 yoğunluğu %1.5 seviyesine çıkartıldığında bu kayma miktarı 40 pm civarına ulaşmıştır. Şekil 7-7'de takip eden deneylerde aynı mikrohalka iki defa %1.5 daha sonra %5 ve %10'luk H_2 yoğunluklarına maruz bırakılmıştır. Her seferinde yaklaşık 30 pm'den yüksek spektral kaymalar görülmüştür. Ancak H_2 yoğunluğu %10 mertebesine getirildiğinde artık spektral kaymanın H_2 yoğunluğu ile doğrusal olarak artmadığı da gözlenmiştir. Bunun nedeni Pd kaplaması içerisine H_2 gazının soğurulmasından sonra oluşan PdH_x yapısının geri dönüşümlü fazı olan alfa fazından geri dönüşümsüz fazı olan beta fazına geçmiş olmasıdır. Beta fazının görülmeye başladığı geçiş yoğunluğu x=%1.5 iken olmaktadır [67]. Palladyumun değişik alaşımları kullanılarak beta fazına geçiş yoğunluğu geciktirilebilir.

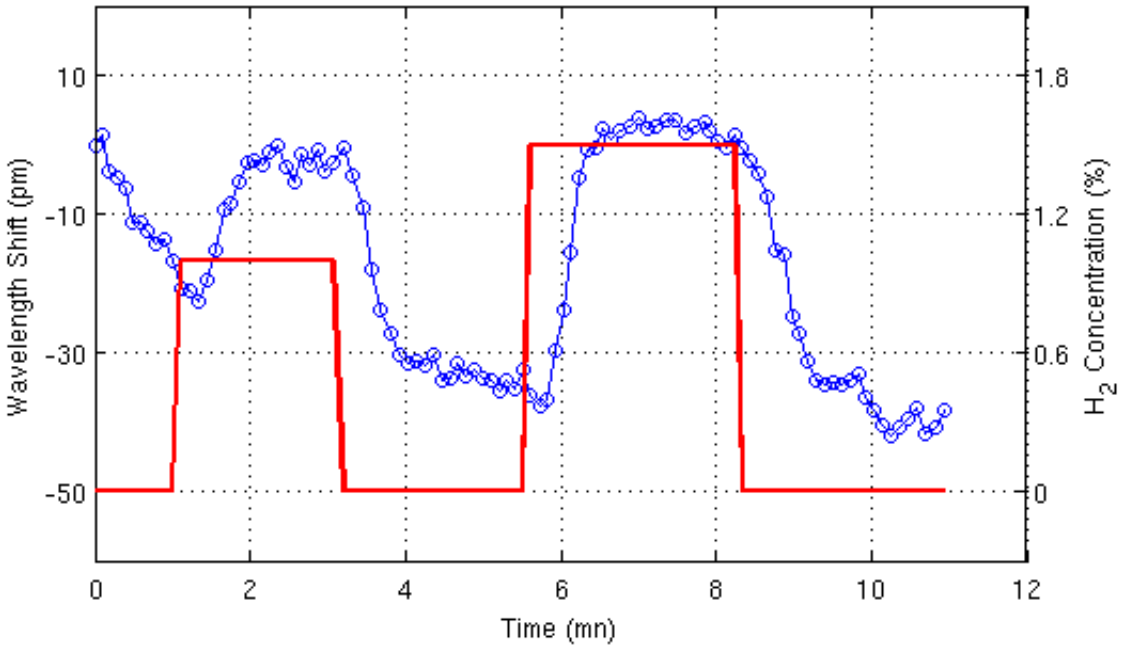


Şekil 7-4: Pd kaplaması bulunmayan bir mikrodisk rezonatör ile yapılan N_2 akış algılama deneyi sonuçları. Üstte mikrodiskden kaydedilen örnek bir spektrum gösterilmektedir. Altta bir FGK'nin zamana bağlı olarak spektral konumunun değişimi verilmektedir. Bu deney sırasında örnek odacığında N_2 akışı 900, 920, 950, ve 1000 ml/mn seviyelerinde sabit tutulmuştur. Deney sırasında odacığa H_2 gazı verilmemiştir.

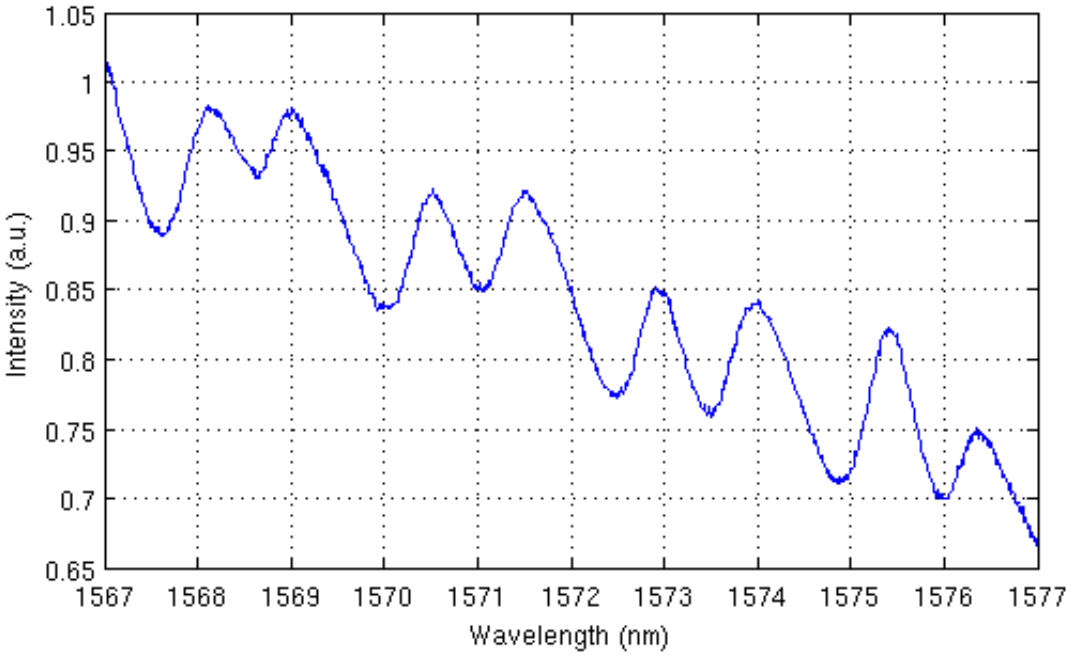


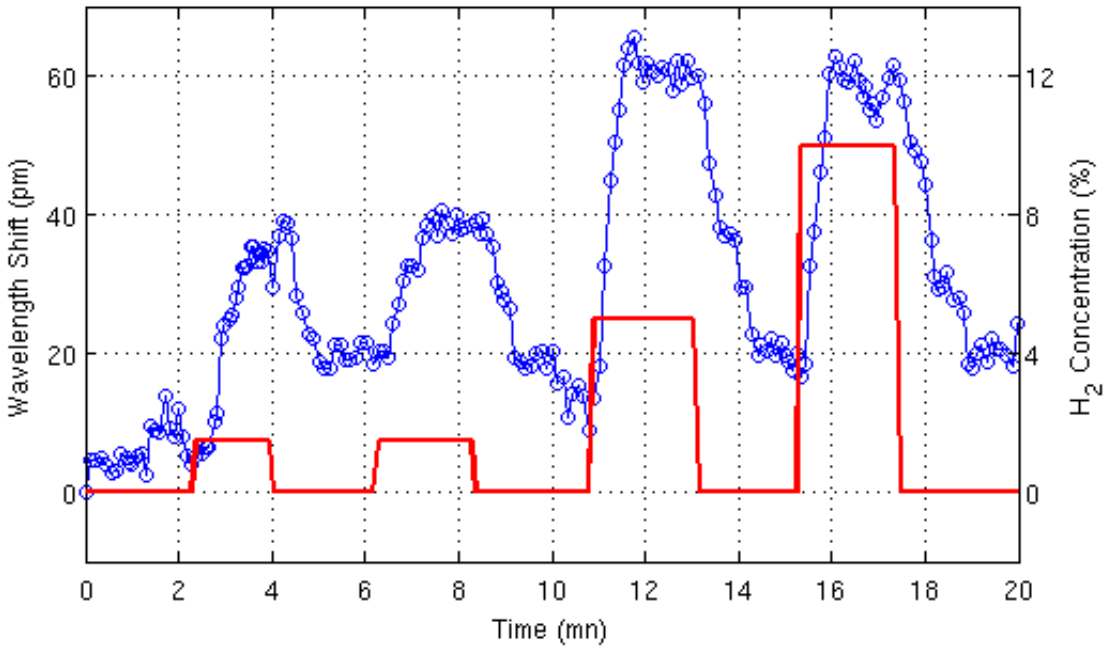
Şekil 7-5: Pd kaplaması bulunmayan bir mikrodisk rezonatör ile yapılan H_2 algılama deneyi sonuçları. Üstte mikrodiskden kaydedilen örnek bir spektrum gösterilmektedir. Altta bir FGK'nin zamana bağlı olarak spektral konumunun değişimi verilmektedir. Bu deney sırasında örnek odacığında N_2 akışı 1000 ml/mn seviyesinde sabit tutulmuş H_2 yoğunluğu ise kırmızı renkli eğride belirtildiği gibi %0, %2, %5 ve %10 değerlerine sabitlenmiştir.


1.2
1.1
1
0.9
0.8
0.7
Intensity (a.u.)
1567
1568
1569
1570
1571
1572
1573
1574
1575
1576
1577
Wavelength (nm)


10
-10
-30
-50
Wavelength Shift (pm)
1.8
1.2
0.6
0
H_2 Concentration (%)
0
2
4
6
8
10
12
Time (mn)

Şekil 7-6: Pd kaplı bir mikrohalka rezonatör ile yapılan H_2 algılama deneyi sonuçları. Üstte mikrohalkadan kaydedilen örnek bir spektrum gösterilmektedir. Altta bir FGK'nin zamana bağlı olarak spektral konumunun değişimi verilmektedir. Bu deney sırasında örnek odacığında N_2 akışı 1000 ml/mn seviyesinde sabit tutulmuş H_2 yoğunluğu ise kırmızı renkli eğride belirtildiği gibi %0, %1 ve %1.5 değerlerine sabitlenmiştir.

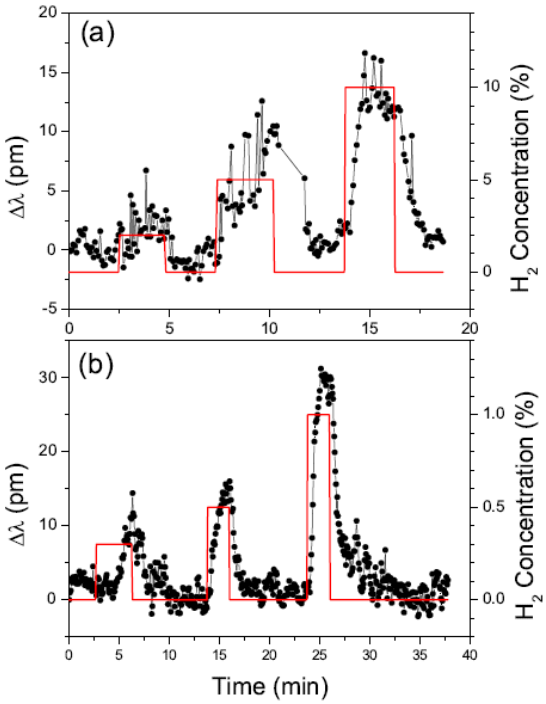




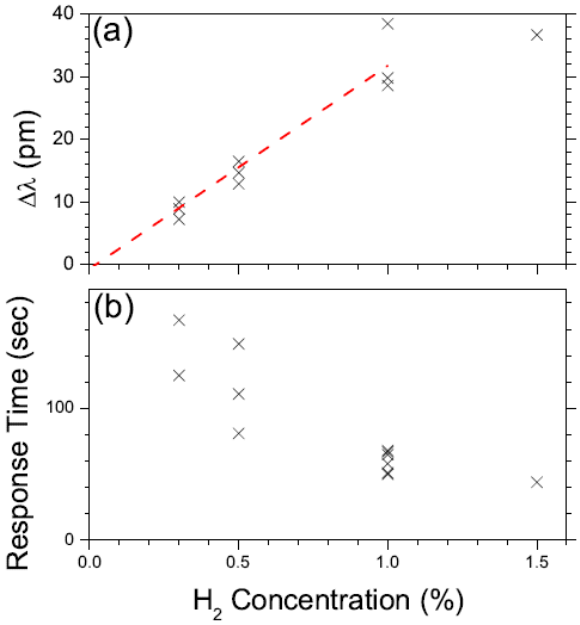
Şekil 7-7: Pd kaplı bir mikrohalka rezonatör ile yapılan H_2 algılama deneyi sonuçları. Üstte mikrohalkadan kaydedilen örnek bir spektrum gösterilmektedir. Altta bir FGK'nin zamana bağlı olarak spektral konumunun değişimi verilmektedir. Bu deney sırasında

örnek odacığında N_2 akışı 1000 ml/mn seviyesinde sabit tutulmuş H_2 yoğunluğu ise kırmızı renkli eğride belirtildiği gibi %0, %1.5, %5 ve %10 değerlerine sabitlenmiştir.

Sensör aygıtlarının alt algılama sınırı, hassasiyetleri ve cevap zamanlarını belirlemek için yaptığımız çalışmaların sonuçları Şekil 7-8 ve Şekil 7-9'da gösterilmektedir. Şekil 7-8(b)'de görüldüğü gibi %0.3'lük H_2 yoğunluğunda yaklaşık 10 pm'lik spektral kayma gözlenebilmiştir. Bu değer 2 pm olan gürültü seviyesinin üzerindedir. Dolayısıyla sensör aygıtımız %0.3 H_2 yoğunluklarını ölçebilmektedir. 2 pm'lik gürültü sınırın düşünüldüğünde bu alt sınır yaklaşık %0.07 değerine kadar azaltılabileceği görülmektedir. Farklı semsör aygıtlarıyla değişik H_2 yoğunluklarında yaptığımız deneylerin sonuçları Şekil 7-9'da özetlenmektedir. Şekil 7-9(a)'da görüldüğü gibi sensör aygıtlarımız %0.3-%1 arası H_2 yoğunluklarında 30pm/%H_2 hassasiyetiyle algılama yapabilmektedir. %1'lik yoğunluğun üzerinde ise temel olarak Pd örgüsünün yapı bozulmasından kaynaklanan bir satürasyon görülmektedir. Beş farklı sensör aygıtmızın değişik H_2 yoğunluklarındaki cevap zamanları Şekil 7-9(b)'de gösterilmektedir. Cevap zamanı H_2 yoğunluğundaki artışı takiben spektral kayma miktarının %10 kaymadan %90 kaymaya ulaşması için gereken zaman olarak tanımlanır. Literatür ile uyumlu olarak H_2 yoğunluğunun artmasıyla cevap zamanının azaldığı görülmektedir. H_2 yoğunluğundaki artış ile cevap zamanındaki bu azalma Pd-yüzeyindeki H_2 adsorbsiyonunun yoğunluk artışı ile artmasıyla açıklanmaktadır.



Şekil 7-8: Kaplamasız (a) ve Pd-kaplamalı (b) iki sensör aygıtından değişik H_2 yoğunluklarında gözlenen spektral kayma miktarları. Kırmızı çizgiler H_2 yoğunluğununzamana göre değişimini vermektedir.



Şekil 7-9: a) Beş farklı sensör aygıtından değişik H_2 yoğunluklarında ölçülen spektral kayma miktarları. Kırmızı kesik çizgili doğru %0.3-%1 arası yoğunluklarda elde edilen veriler için elde edilen en az hatalı doğrudur. Doğrunun eğimi 30pm/%H_2 sensör aygıtlarının hassasiyetini verir. b) Farklı H_2 yopunluklarında beş farklı sensör aygıtından ölçülen cevap zamanları.

Yakın zamanda elde ettiğimiz tüm bu sonuçlar bir makale olarak hazırlanmış ve 1 Eylül 2014 tarihinde Applied Physics Letters dergisine gönderilmiştir. Makale metni sonuç raporunun ekinde bulunmaktadır. Malzeme karakterizasyonunun da yapıldığı daha geniş kapsamlı sonuçlarımız daha uzun bir makale şeklinde sunulacaktır. Bu makalenin hazırlıkları halen devam etmektedir.

8 Sonuç

Bu proje ile mikrodisk/mikrohalka rezonatörleri temelli optik parlayıcı gaz sensörlerinin geliştirilmesi için gerekli mikrofabrikasyon, tümleştirme, karakterizasyon ve gaz sensörü testi adımları gerçekleştirilmiştir. Testler sonucunda %1 yoğunluktan daha düşük yoğunluklarda hidrojen gazı varlığını yaklaşık 30 saniye gibi bir cevap süresi ile algılayabilen sensör gösterimi başarılmıştır. Bu değerin %0.1 seviyesine kadar getirilmesi hedeflenmektedir.

Geliştirilen bu optik gaz sensörünün kullandığı algılama yöntemiyle hidrojen gaz algılaması daha önce literatürde gösterilmemiştir. Literatürde daha önce optik rezonatör sensörler kullanılarak amonyak [68,69], etanol [70], su buharı [71] ve asetilen [72] gibi değişik gazların algılaması yapılmıştır. Optik rezonatör ile hidrojen gazı algılaması üzerine sadece birkaç çalışma vardır. 73 no'lu referansda palladyum kaplı fotonik kristal lazeri kullanılarak %0.8'e kadar H_2 ölçümü yapılmıştır. Fakat elde edilen cevap süresi 2 ile 5 dakika arasındadır ve üretilen fotonik kristal kompleks bir üretim işlemi gerektirmektedir. 74 no'lu referansda WO_3 kaplı silikon rezonatörün hidrojen varlığında termooptik etki sebebiyle rezonanslarının kayması yöntemi ile hidrojen ölçümü gösterilmiştir. Fakat mekanizmanın geri dönebilir olup olmadığı belirtilmemiştir. Ayrıca bu çalışmada rapor edilen ölçülmüş en düşük H_2 konsantrasyonu %1.4 olarak verilmiştir. Dolayısıyla geliştirdiğimiz yöntem palladyumun genişlemesi ile polimer mikrorezonatörün esnemesine dayalı olup yeni bir mekanizma kullanmaktadır ve bu yöntemin gaz sensör hassasiyeti literatürdeki alternatif gösterimlerle karşılaştırılabilir seviyededir. Proje kapsamında elde ettiğimiz sonuçlar halihazırda uluslararası bir dergide yayınlanmak üzere hazırlanmaktadır.

Geliştirdiğimiz gaz algılama yönteminin mikrorezonatör kalite faktörünün arttırılması ile hassasiyetinin arttırılması ve hidrojenden farklı gazların algılanmasında kullanılması mümkün olacaktır. Farklı gazların algılanması için gerektiği takdirde palladyumdan başka metal, metal oksit ya da metal alaşımları kullanılabilir. Bu tür denemeler taşınabilen ve düşük seviyede gaz yoğunluklarını algılayabilen heyecan verici yeni optik gaz sensörlerine esin kaynağı olabilecektir.

9 Kaynakça

[1] Christofides, C., and Mandelis, A. 1990. "Solid-state sensors for trace hydrogen gas detection", Journal of Applied Physics, 68, R1-R30.

[2] Chtanov A., and Gal, M. 2001. "Differential optical detection of hydrogen gas in the atmosphere", Sensors and Actuators B, 79, 196-199.

[3] Xu T., Zach M. P., Xiao Z. L., Rosenmann D., Welp U., Kwok W. K., and Crabtree G. W. 2005. "Self-assembled monolayer-enhanced hydrogen sensing with ultrathin palladium films", Appl. Phys. Lett. 86 203104.

[4] Hung C.-W., Lin K.-W., Liu R.-C., Tsai Y.-Y., Lai P.-H., Fua S.-I, Chena T.-P., Chend H.-I., and Liu W.-C. 2007. "On the hydrogen sensing properties of a Pd/GaAs transistor-type gas sensor in a nitrogen ambiance", Sensors and Actuators B, 125, 22–29.

[5] Kanungo, J., Saha, H., and Basu, S. 2009. "Room temperature metal–insulator–semiconductor (MIS) hydrogen sensors based on chemically surface modified porous silicon", Sensors and Actuators B, 140, 65–72.

[6] Bhattacharyya, P., Basu, P. K., Saha, H., and Basu, S. 2007. "Fast response methane sensor using nanocrystalline zinc oxide thin films derived by sol–gel method", Sensors and Actuators B, 124, 62–67.

[7] Chakraborty, S., Sen, A., and Maiti, H.S. 2006. "Selective detection of methane and butane by temperature modulation in iron doped tin oxide sensors", Sensors and Actuators B, 115, 610–613.

[8] Massie, C., Stewart, G., McGregor, G., and Gilchrist, J. R. 2006. "Design of a portable optical sensor for methane gas detection", Sensors and Actuators B, 113, 830–836.

[9] Benounis, M., Renault, N. J., Dutasta, J.-P., Cherif, K., and Abdelghani, A. 2005. "Study of a new evanescent wave optical fibre sensor for methane detection based on cryptophane molecules", Sensors and Actuators B, 107, 32–39.

[10] Dong, L., Yin, W., Ma, W., Zhang, L., and Jia, S. 2007. "High-sensitivity, large dynamic range, auto-calibration methane optical sensor using a short confocal Fabry–Perot cavity", Sensors and Actuators B, 127, 350–357.

[11] Carbajal-Franco, G., Tiburcio-Silvera, A., Dominguez, J.M., and Sanchez-Juarez, A. 2000. "Thin film tin oxide-based propane gas sensors", Thin Solid Films, 373, 141-144.

[12] Aguilar-Leyva, J., Maldonado, A., and Olvera, M. L. 2007. "Gas-sensing characteristics of undoped-SnO2 thin films and Ag/SnO2 and SnO2/Ag structures in a propane atmosphere", Materials Characterization, 58, 740–744.

[13] Jokerst, N., Royal, M., Palit, S., Luan, L., Dhar, S., and Tyler, T. 2009. "Chip scale integrated microresonator sensing systems", J. Biophoton., 2 (4), 212–226.

[14] Fabricius, N., Gauglitz, G., and Ingenhoff, J. 1992. "A gas sensor based on an integrated optical Mach-Zehnder interferometer", Sens. Act. B, 7, 672- 676.

[15] D'Orazio, A., De Sario, M., Giasi, C., Mescia, L., Petruzzelli, V., and Prudenzano, F. 2004. "Design of Planar Optic Sensors for Hydrocarbon Detection", Opt. Quantum Electron. 36, 507–526.

[16] Boyd, R. W., and Heebner, J. E. 2001. "Sensitive disk resonator photonic biosensor", Appl. Opt., 40, 5742-5747.

[17] Mauriz, E., Calle, A., Abad, A., Montoya, A., Hildebrandt, A., Barcelo, D., and Lechuga, L. M. 2006. "Determination of carbaryl in natural water samples by a surface plasmon resonance flow-through immunosensor", Biosens. Bioelectron., 21, 2129–2136.

[18] Yang, J., and Guo, L. J. 2006. "Optical sensors based on active microcavities", IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron., 12, 143–147.

[19] Hanumegowda, N. M., Stica, C. J., Patel, B. C., White, I., and Fan, X. D. 2005. "Refractometric sensors based on microsphere resonators", Appl. Phys. Lett., 87, 201107.

[20] Arnold, S., Khoshsima, M., Teraoka, I., Holler, S., and Vollmer, F. 2003. "Shift of whispering-gallery modes in microspheres by protein adsorption", Opt. Lett., 28, 272–274.

[21] Cai, M., Painter, O., and Vahala, K. J. 2000. "Observation of Critical Coupling in a Fiber Taper to a Silica-Microsphere Whispering-Gallery Mode System", Phys. Rev. Lett., 85, 74–77.

[22] Cai, M., Painter, O., and Vahala, K. J., and Sercel P. C. 2000. "Fiber-coupled microsphere laser", Opt. Lett., 25, 1430–1432.

[23] Collot, L., Lefevreseguin, V., Brune, M., Raimond, J. M., and Haroche, S. 1993. "Very High-Q Whispering-Gallery Mode Resonances Observed on Fused Silica Microspheres", Europhys. Lett., 23, 327–334.

[28] Sandoghdar, V., Treussart, F., Hare, J., Lefevre-Seguin, V., Raimond, J. M., and Haroche, S. 1996. "Very low threshold whispering-gallery-mode microsphere laser", Phys. Rev. A, 54, R1777–R1780.

[24] Vollmer, F., Arnold, S., Braun, D., Teraoka, I., and Libchaber, A. 2003. "Multiplexed DNA Quantification by Spectroscopic Shift of Two Microsphere Cavities", Biophys. J., 85, 1974–1979.

[25] Armani, A. M., Kulkarni, R. P., Fraser, S. E., Flagan, R. C., and Vahala, K. J. 2007. "Label-Free, Single-Molecule Detection with Optical Microcavities", Science, 317, 783–787.

[26] Armani, D. K., Kippenberg, T. J., Spillane, S. M., and Vahala, K. J. 2003. "Ultra-high-Q toroid microcavity on a chip", Nature, 421, 925–928.

[27] Martin, A. L., Armani, D. K., Yang, L., and Vahala, K. J. 2004. "Replica-molded high-Q polymer microresonators", Opt. Lett., 29, 533–535.

[28] Armani, A. M. and Vahala, K. J. 2006. "Heavy water detection using ultra-high-Q microcavities", Opt. Lett., 31, 1896–1898.

[29] Ilchenko, V. S., Gorodetsky, M. L., Yao, X. S., and Maleki, L. 2001. "Microtorus: a high-finesse microcavity with whispering-gallery modes", Opt. Lett., 26, 256–258.

[30] Polman, A., Min, B., Kalkman, J., Kippenberg, T. J., and Vahala, K. J. 2004. "Ultralow-threshold erbium-implanted toroidal microlaser on silicon", Appl. Phys. Lett., 84, 1037–1039.

[31] Cho, S.-Y., Dobbs, G., Jokerst, N. M., and Mizaikoff, B. 2007. " Surface customized optical microresonator sensors for integrated chip-scale portable sensing applications", IEEE Sensors, Vols. 1-3, 1275–1278.

[32] Chao, C. Y. and Guo, L. J. 2006. "Design and optimization of microring resonators in biochemical sensing applications", J. Lightwave Tech., 24, 1395–1402.

[33] Chao, C. Y., Fung, W., and Guo, L. J. 2006. "Polymer microring resonators for biochemical sensing applications", IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron., 12, 134–142.

[34] Chin, M. K. and Ho, S. T. 1998. " Design and modeling of waveguide-coupled single-mode microring resonators", J. Lightwave Technol., 16, 1433–1446.

[35] Cho, S. Y. and Jokerst, N. M. 2007. "Integrated thin film photodetectors with vertically coupled microring resonators for chip scale spectral analysis", Appl. Phys. Lett., 90.

[36] Little, B. E., Chu, S. T., Haus, H. A., Foresi, J., and Laine, J. P. 1997. "Microring resonator channel dropping filters", J. Lightwave Technol., 15, 998–1005.

[37] Cho, S.-Y. and Jokerst, N. M. 2006. "Polymer microrings integrated with thin film InGaAs MSM photodetectors for Sensor-on-a-Chip applications", IPRM Proc., Princeton, NJ, USA, 222–225.

[38] Ramachandran, A., Wang, S., Clarke, J., Ja, S. J., Goad, D., Wald, L., Flood, E. M., Knobbe, E., Hryniewicz, J. V., Chu, S. T., Gill, D., Chen, W., King, O., and Little, B. E. 2008. "A universal biosensing platform based on optical micro-ring resonators", Biosens. Bioelectron., 23, 939–944.

[39] Cho, S. Y., and Jokerst, N. M. 2006. "A Polymer Microdisk Photonic Sensor Integrated onto Silicon", IEEE Photon. Tech. Lett., 18, 2096–2098.

[40] Fujita, M., Ushigome, R., and Baba, T. 2000. "Continuous wave lasing in GaInAsP microdisk injection laser with threshold current of 40 μA", Electron. Lett., 36, 790–791.

[41] Koonath, P., Indukuri, T., and Jalali, B. 2006. "Monolithic 3-D silicon photonics", J. Lightwave Tech., 24, 1796–1804.

[42] Luan, L., Cho, S.-Y., and Jokerst, N. M. 2007. "Vertically coupled polymer microdisk resonators fabricated by photolithography technique", 57th ECTC Proc., 2035–2040

[43] Soltani, M., Yegnanarayanan, S., and Adibi, A. 2007. "Ultra-high Q planar silicon microdisk resonators for chip-scale silicon photonics", Opt. Express, 15, 4694–4704.

[44] De Vos, K., Bartolozzi, I., Schacht, E., Bienstman, P., and Baets, R. 2007. "Silicon-on-Insulator microring resonator for sensitive and label-free biosensing", Opt. Express, 15, 7610–7615.

[45] Lee, J. Y., Luo, X. S., and Poon, A. W. 2007. "Reciprocal transmissions and asymmetric modal distributions in waveguide-coupled spiral-shaped microdisk resonators", Opt. Express, 15, 14650–14666.

[46] Ramachandran, A., Wang, S., Clarke, J., Ja, S. J., Goad, D., Wald, L., Flood, E. M., Knobbe, E., Hryniewicz, J. V., Chu, S. T., Gill, D., Chen, W., King, O., and Little, B. E. 2008. "", Biosens. Bioelectron., 23, 939–944.

[47] Chin, M. K., Youtsey, C., Zhao, W., Pierson, T., Ren, Z., Wu, S. L., Wang, L., Zhao, Y. G., and Ho, S. T. 1999. "GaAs microcavity channel-dropping filter based on a race-track resonator", IEEE Photon. Tech. Lett., 11, 1620–1622.

[48] Cho, S.-Y., Dobbs, G., Jokerst, N. M., and Mizaikoff, B. 2007. " Surface customized optical microresonator sensors for integrated chip-scale portable sensing applications", IEEE Sensors, Vols. 1-3, 1275–1278.

[49] Chao, C. Y. and Guo, L. J. 2006. "Design and optimization of microring resonators in biochemical sensing applications", J. Lightwave Tech., 24, 1395–1402.

[50] Kim, D. H., Im, J. G., Lee, S. S., Ahn, S. W., and Lee, K. D. 2005. "Polymeric microring resonator using nanoimprint technique based on a stamp incorporating a smoothing buffer layer", IEEE Photon. Tech. Lett., 17, 2352–2354.

[51] Berciaud, S., Cognet, L., Blab, G. A., Lasne, D., Remacle, J., Tamarat, P., and Lounis, B. 2006. "Absorption spectroscopy of individual nano-objects and improved readout of DNA microarrays using photothermal detection", Progress in Biomedical Optics and Imaging – Proc. SPIE, San Jose, CA, United States, p. 60920.

[52] Dai, D., Yang, L., Sheng, Z., Yang, B., and He, S. 2009. "Compact Microring Resonator With 2x2 Tapered Multimode Interference Couplers", Journal of Lightwave Technology, 27 (21), 4878-4883.

[53] Boyd, R. W., and Heebner, J. E. 2001. “Sensitive disk resonator photonic biosensor,” Appl. Opt., 40, 5742–5747.

[54] Cho, S. Y., and Jokerst, N. M. 2006. "A Polymer Microdisk Photonic Sensor Integrated onto Silicon", IEEE Photon. Tech. Lett., 18, 2096–2098.

[55] Hu, J., Carlie, N., Feng, N., Petit, L., Agarwal, A., Richardson, K., and Kimerling, L. 2008. "Planar waveguide-coupled, high-index-contrast, high-Q resonators in chalcogenide glass for sensing", Opt. Lett., 33, 2500-2502.

[56] Kim, G.-D., Son, G.-S., Lee, H.-S., Kim, K.-D., and Lee, S.-S. 2009. "Refractometric sensor utilizing a vertically coupled polymeric microdisk resonator incorporating a high refractive index overlay", Optics Letters, 34 (7), 1048-1050.

[57] Fang, W., Buchholz, D. B., Bailey, R. C., Hupp, J. T., Chang, R. P. H., and Cao, H. 2004. "Detection of chemical species using ultraviolet microdisk lasers", Applied Physics Letters, 85 (17), 3666–3668.

[58] Bhola, B., PhD Thesis, Electrical Engineering, University of Southern California, (2007)

[59] Oraevsky, A. N. 2002. "Whispering-gallery waves", Quantum Electron., 32, 377–400.

[60] Matsko, A. B., and Ilchenko, V. S. 2006. "Optical resonators with whispering-gallery modes-part I: basics", IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron., 12, 3–14.

[61] Rindorf, L., and Bang, O. 2008. "Highly sensitive refractometer with a photonic-crystal-fiber long-period grating", Opt. Lett., 33, 563–565.

[62] Yariv, A. 2000. "Universal relations for coupling of optical power between microresonators and dielectric waveguides", Electron. Lett., 36, 321–322.

[63] Armani, A. M., Kulkarni, R. P., Fraser, S. E., Flagan, R. C., and Vahala, K. J. 2007. "Label-Free, Single-Molecule Detection with Optical Microcavities", Science, 317, 783–787.

[64] Kim, G. D., Son, G. S., Lee, H. S., Kim, K. D., and Lee, S. S. 2008. "Integrated photonic glucose biosensor using a vertically coupled microring resonator in polymers", Opt. Commun., 281, 4644–4647.

[65] Chao, C. Y., Fung, W., and Guo, L. J. 2006. "Polymer microring resonators for biochemical sensing applications", IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron., 12, 134–142.

[66] Mizuno, Y., and Nakamura, K. 2011. "Core Alignment of Butt Coupling Between Single-Mode and Multimode Optical Fibers by Monitoring Brillouin Scattering Signal", J. Lightwave Technol., 29, 2616.

[67] Kılınç, N. 2013. “Resistive Hydrogen Sensors Based on Nanostructured Metals and Metal Alloys”, Nanoscience and Nanotechnology Letters, 5(8), 825-841.

[68] Yebo, N. A., Sree, S. P., Levrau, E., Detavernier, C., Hens, Z., Martens, J. A., and Baets, R. 2012. "Selective and reversible ammonia gas detection with nanoporous film functionalized silicon photonic micro-ring resonator", Opt. Express, 20 (11), 11855-11862.

[69] Passaro, V. M. N., Dell’Olio, F., and De Leonardis, F. 2007. "Ammonia optical sensing by microring resonators", Sensors 7, 2741-2749.

[70] Yebo, N. A., Lommens, P., Hens, Z., and Baets, R. 2010. "An integrated optic ethanol vapor sensor based on a silicon-on-insulator microring resonator coated with a porous ZnO film", Opt. Express, 18 (11), 11859-11866.

[71] Bhola, B., Nosovitskiy, P., Mahalingam, H., and Steier, W. H. 2009. "Sol-gel-based integrated optical microring resonator humidity sensor", IEEE Sensors Journal 9 (7), 740-747.

[72] Robinson, J. T., Chen, L., and Lipson, M. 2008. "On-chip gas detection in silicon optical microcavities", Opt. Express, 16 (6), 4296-4301.

[73] Griffin, B. G., Arbabi, A., Kasten, A. M., Choquette, K. D., and Goddard, L. L. 2012. "Hydrogen detection using a functionalized photonic crystal vertical cavity laser", IEEE J. Quantum Electronics, 48 (2), 160-168.

[74] Yebo, N. A., Taillaert, D., Roels, J., Lahem, D., Debliquy, M., Van Thourhout, D., and Baets, R. 2009. "Silicon-on-insulator (SOI) ring resonator-based integrated optical hydrogen sensor", IEEE Photonics Technology Letters, 21 (14), 960-962.

[75] Boriskina, S. V., Benson, T. M., Sewell, P., and Nosich, A. I. 2003. “Tuning of Elliptic Whispering-Gallery-Mode Microdisk Waveguide", J. Lighwave Technology, 21 (19), 1987-1995.