Kimyasal, Biyolojik ve Fotonik Uygulamalarında Yüksek Çözünürlükte Floresans Mikroskopi Yöntemleri

Proje No: 105T500

Yrd. Doç. Dr. Alper KİRAZ
Adnan KURT
Prof. Dr. İskender YILGÖR
Doç. Dr. Levet DEMİREL
Yrd. Doç. Dr. İ. Halil KAVAKLI
Emel YILGÖR

HAZİRAN 2008
İSTANBUL

Önsöz

Bu raporda TÜBİTAK tarafından desteklenen 105T500 numaralı araştırma projesinden elde edilen sonuçlar özetlenmektedir. Proje kapsamında su tutmayan yüzey üzerinde duran su/gliserol mikrodamlacıkları optik spektroskopi yöntemiyle incelenmiş ve kurulan bir eşodaklı mikroskop ile eşodaklı görüntüleme ve ışıma korrelasyon spektroskopisi kalibrasyon deneyleri gerçekleştirilmiştir.

İçindekiler

1. Giriş 7
2. Su Tutmayan Yüzey Üzerinde Duran Su/Gliserol Mikrodamlacıkları ile Fotonik Uygulamalar 8
2.1. Deneysel Düzenek ve Örnek Hazırlığı 8
2.1.1. Deneysel Düzenek 8
2.1.2. Örnek Hazırlığı 8
2.2. Taranabilir Optik Mikrokovuk Gösterimleri 9
2.2.1. Nem Odacığında Buharlaşma/Yoğunlaşma ile Spektral Tarama 10
2.2.2. Su Tutmayan Yüzey Üzerinde Duran Su Mikrodamlacıklarının Hacimsel Stabilizasyonu 11
2.2.3. 1064 nm'de Işıyan Nd^{3+}:YVO_4 Katı-Hal Laserinin Tamamlanması 13
2.2.4. Su/Gliserol Mikrodamlacıklarının Odaklanmış Bir Laser ile Spektral Taranması 15
2.2.5. Elektroıslatma ile Spektral Tarama 16
2.3. Mikrodamlacıklar ile Geliştirilen Yeni Organik Işık Kaynağı Kuramları 18
2.1.1. Boya Molekülü Laseri Gösterimi 18
2.1.2. Mikrodamlacık Raman Laseri Gösterimi 20
2.1.3. Mikrodamlacıklarda Arttırılmış Enerji Transferi Gösterimi 22
3. Eşodaklı Görüntüleme ve Işıma Korrelasyon Spektroskopisi Deneyleri 26
3.1. Işıma Korrelasyon Spektroskopisi ve Eşodaklı Görüntüleme için Geliştirilen Labview Programları 26
3.1.1. Eşodaklı Görüntüleme için Geliştirilen Labview Programı 26
3.1.2. Işıma Korrelasyon Spektroskopisi için Geliştirilen Labview Programı 26
3.2. Kurulan Eşodaklı Mikroskobun Tanıtımı 27
3.2.1. Tek Molekül Görüntüleme Kalibrasyon Deneyleri 29
3.2.2. Işıma Korrelasyon Spektroskopisi Kalibrasyon Deneyleri 30
4. Sonuç 32
Referanslar 33
TÜBİTAK PROJE ÖZET BİLGİ FORMU 34

Şekiller Listesi

Şekil 1 Deneysel düzenek 8
Şekil 2 (a) Su tutan ve su tutmayan yüzey üzerinde duran milimetrik su damlaları [1] (b) Ultrasonik püskürtücü ile oluşturulan mikrodamlacıklar (c) Ultrasonik püskürtme sonucu su tutmayan yüzey üzerinde elde edilen değişik çaplarda su mikrodamlacıkları. 9
Şekil 3 Mikrokovuk kullanarak optik anahtarlama 9
Şekil 4 Elektrik ile kontrol edilen mini nemlendirici odacığı. Kısaltmalar: N: Ultrasonik püskürtücü, R: Isıtıcı direnç, W: Su deposu, M: Mini odacık, S: Su tutmayan yüzey, C: Lamel, O: Mikroskop objektifi 10
Şekil 5 Üç ayrı mikrodamlacığın kaydedilen ardışık ışıma spektrumları. Mikrodamlacıklar (a) buharlaşma, (b) yoğunlaşma ve (c) buharlaşmayı takip eden yoğunlaşma gösteriyor. (a), (b) ve (c)'de mikrodamlacıkların yarıçapları sırasıyla 9, 8 ve 5 μm'dir. Genlik değerleri değişken birimde çizilmiştir ve maviden kırmızıya doğru artmaktadır. 10
Şekil 6 (a) Hacimsel olarak sabit bir mikrodamlacıktan kaydedilen ardışık ışınım spektraları. Mikrodamlacığın yarıçapı 6 μm'dir. Genlik değerleri değişken birimde çizilmiştir ve maviden kırmızıya doğru artmaktadır. (b) FGM'lerin spektral aralıklarının 1/yarıçap ile değişimi. Kesik çizgili doğru ideal su mikroküreleri için beklenen dağılımı gösteriyor. *Küçük resim:* Bir su mikrodamlacığının ışıma görüntüsü. Karakteristik halka şekli görünüyor. 11
Şekil 7 (a) Odaklanmış bir Gaussian laser demeti kullanılan deneyin gösterimi. (b) (i) Düzlemsel dalga (plane wave) ile uyarılan bir mikrodamlacığın yarıçapa bağlı soğurma verimliliği. (ii,iii) Odaklanmış laser demeti ile uyarılan bir mikrodamlacığın normalize soğurma verimliliği. (Üstte)'da laser polarizasyonu düzleme dik, (ii,iii)'de ise x yönündedir. Mikrodamlacığın kırınım indeksi 50 μM Rhodamine B ile katkılı suyun 532 nm dalgaboyundaki soğurma katsayısı olan $1.33+4\cong10^{-5}i$ alınmıştır. Laser odak noktası mikrodamlacığın merkezinden x yönünde 6200 nm (ii) ve 5800 nm (iii) mesafede bulunmaktadır. 12
Şekil 8 (a) 13 numaralı spektrumdan itibaren hacim stabilizasyonu (c) Ardaşık denge noktalarında hacim stabilizasyonu. (a) ve (b)'de mikrodamlacıkların yarıçapları 6μm'dir. CCD kamera algılama zamanı ve verinin okunma zamanı 1 sn ve 2.1 sn'dir. 13
Şekil 9 Projemiz kapsamında üretimi tamamlanan 1064 nm'de ışıyan diyot pompalı Nd^{3+}:YVO_4 laserin kovuk tasarımı 13
Şekil 10 (a) Projemiz kapsamında üretimi tamamlanan 1064 nm'de ışıyan diyot pompalı Nd^{3+}:YVO_4 laserin görüntüsü. (b) Laser kocuğunun görüntüsü. (c) Elde edilen kızılötesi ışımanın görüntüsü. 14
Şekil 11 Projemiz kapsamında üretimi tamamlanan 1064 nm'de ışıyan diyot pompalı Nd^{3+}:YVO_4 laserinin çıkış gücünün pompa diyodu akımı ile değişim grafiği. 15
Şekil 12 43 mW gücünde kızılötesi laser kapalı (a,b) ve açık (c) iken bir gliserol/su mikrodamlacığından kaydedilen ardaşık mikroskop görüntüleri. Kızılötesi laser açıldığında mikrodamlanın çapı (a) 6.5 μm'den (b) 4.1 μm'ye düşüyor. Laser tekrar açıldığında mikrodamlanın çapı (c) 6.1 μm'a dönüyor. 15
Şekil 13 (a) Kızılötesi laserin gücü önce arttırılırken 8.2-μm-çapındaki bir mikrodamladan kaydedilen ışıma spektrumları. Oklar fısıldayan galeri modlarının (FGM) spektral harelet yönünü belirtmektedir. FGM'larında en yüksek kızılötesi laser gücü olan 390 μW'de toplam 16 nm'lik bir spektral kayma gözlenmektedir. (b) Üç farklı mikrodamla için fısıldayan galeri modlarında (FGM) gözlenen spektral kaymanın kızılötesi laser gücüne bağlı histerez eğreleri. A, B ve C mikrodamlalarının çapları (mikrodamlacık A) 8.2 μm, (mikrodamlacık B) 9.0 μm, ve (microdroplet C) 8.2 μm'dir. C mikrodamlasında 935 μW maksimum kızılötesi laser gücünde 30 nm'lik spektral kayma gözlenmiştir. 16
Şekil 14 Sabit hacimli ideal bir kesik kürenin normalize yarıçapının kontak açısının kosinüsüne göre aldığı değerleri gösteren eğri. Oklarla bazı kontak açısı değerleri gösterilmiştir. 17
Şekil 15 Deney düzeneğinin çizimi. C, lamel; S, su tutmayan yüzey; ITO, indium tin oksit kaplama; O, mikroskop objektifi. Çizim gerkçek ölçekte değildir. c1 ve c2 birim alana düşen kapasitans değerlerini ifade eder. 17
Şekil 16 (a) Voltaj değeri 0'dan 400 V'a doğru arttırılırken 5 μm çapındaki bir mikrodamladan kaydedilen normalize ışıma spektrumları. 400 V'da fısıldayan galeri modlarında (FGM) 3.3 nm'lik bir kırmızı kayma görülmekte. Yüksek voltaj değerlerinde FGM'lerde mavi bir sırt görülmekte. (b) (i) V_{AB} 0 V'dan 400 V'a (kareler) ve tekrar 400 V'dan 0 V'a (üçgenler) değiştirilirken FGM A'da gözlenen histerisis eğrisi. Eğri parabolic en iyi benzeşim eğrisini göstermekte: $\Delta\lambda=0.0145\ 3+2.04\cdot10^{-5}V_{AB}^{2}$. (ii) 8 farklı mikrodamlada V_{AB}'ye bağlı olarak gözlenen spektral kayma miktarları parabolik benzeşim fonksiyonları ile birlikte gösterilmektedir. A, B, C, D, E, F, G, ve H mikrodamlalarının çapları 5, 5, 6, 7.5,

7, 6.5, 7, and 6 μm'dir. G mikrodamlasında 400 V'da 4.7 nm'lik maksimum spektral kayma gözlenmekte. 18
Şekil 17 (a-c) Pompa gücüne bağlı 7.8 μm çapındaki bir gliserol/su mikrodamlacığından elde edilmiş ışıma spektrumları. (a), (b), ve (c)'deki uyarı fluensleri sırasıyla 200 J/cm^2, 940 J/cm^2, ve 4950 J/cm^2'dir. Mikrodamlacığın optik mikroskop görüntüsü, çizgili olarak belirtilen çember laser uyarı alanını ifade eder. (d) 4950 J/cm^2 uyarı fluensinde toplam 1.5 sn'lik uyarıdan sonra kaydedilen spektrum. 19
Şekil 18 (a) 7.8 μm çapındaki gliserol/su mikrodamlacığından elde edilen ışıma genliğinin uyarı fluensine göre grafiği. Laser ışıması gözlenen fisildayan geleri modu (601 nm), iki ayrı fısıldayan galeri modu (587 ve 592 nm) ve 580 nm'deki arkaplanı ışıması gösterilmektedir. (b) 6.9 μm çapındaki bir gliserol/su mikrodamlacığının laser ışıması gözlenen fısıldayan galeri modunun yarı maksimumdaki spektral genişliğinin uyarı fluensi ile değişimi. Laser ışıması görülen modun ve 580 nm'deki arkaplan ışımasının genliğinin uyarı fluensi ile değişimi. 20
Şekil 19 599 nm ve 607 nm'de iki fısıldayan galeri modunda aynı anda laser ışıması gösteren bir gliserol/su mikrodamlacığından elde edilmiş ışıma spektrumu. Uyarı fluensi 6530 J/cm^2'dir. Küçük grafikte laser ışıması gösteren modeların ve arkaplan ışımasının uyarı fluensi ile değişimi gösterilmektedir. 20
Şekil 20 10.9 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan kaydedilen kovuk-arttırılmış Raman saçılma (cavity enhanced Raman scattering). spektrumu Toplam kayıt süresi 45 s'dir. 21
Şekil 21 (a) Raman laser ışımasının gözlendiği, 12.4 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan elde edilen spektrum. (b) Aynı mikrodamlacıktan Raman laser ışımasının gözlenmediği bir periyotta kaydedilen spektrum. Küçük şekil kaydedilen ardışık spektrumlardaki açma/kapama davranışını gösteriyor. (c) % 100 (A eğrisi) ve % 13 (B eğrisi) su içeren gliserol/su karışımlarının Raman spektrumları. Toplam kayıt süresi 30 s'dir. 21
Şekil 22 (a) 21.5 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan kaydedilen zamana bağlı Raman laser ışıması genliği grafiği. 25 çerçeve/s'lik çerçeve hızı kullanılmıştır. 3348, 3349 ve 12083 numaralı çerçeveler üstte gösterilmektedir. (b) Raman laser ışıması gözlendiği bir anda bir mikrodamlacıktan kaydedilmiş gerçek renkli görüntü. Raman laser ışımasının kırmızı rengi görülebiliyor. 22
Şekil 23 (a) Förster rezonans enerji transferi (FRET) mekanizması. (b) Çalışmalarımızda kullanılan donor ve akseptör moleküllerinin normalize edilmiş soğurma ve ışıma spektrumları ile overlap fonksiyonu. 23
Şekil 24 (a) Kademeli akseptör söndürülmesi tekniği ile 5 μm çapındakji bir gliserol/su mikrodamlacığından elde edilen ışıma spektrumları. I–II, II–III, III–IV, ve IV–V numaralı spektrumlar arasında söndürme zamanları sırasıyla 5, 4, 4, ve 2 dakikadır. (b) Fısıldayan galeri mod alanı ve ofset seviyesinin kademeli akseptör söndürülme zamanı ile değişimi. Değerler deney başında 1'e normalize edilmiştir. Deney sonunda fısıldayan galeri mod alanı 40'a ulaştığında ofset seviyesi 4 seviyesine çıkmıştır. Bu rezonan dalgaboylarında 10 kat daha fazla enerji transferini gösterir. 24
Şekil 25 6 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan alınan ışıma mikroskopi görüntüleri. (a,b) Donor filtresi ile alınan görüntü laser uyarı noktasında büyük çapa göre simetrik noktada küçük bir tepe görülmektedir. (c,d) Akseptör görüntüsünde iki tepe arasındaki simetrinin arttığı gözleniyor. Bu arttırılmış enerji transferinin radyatif doğasına işaret eder. 24
Şekil 26 Eşodaklı görüntüleme deneyleri için geliştirilen Labview programı. 26
Şekil 27 Işıma korrelasyon spektroskopisi deneyleri için geliştirilen Labview programı. 27
Şekil 28 Işıma korrelasyon spektroskopisi ve eşodaklı görüntüleme deneylerinde kullanılacak yüksek çözünürlüklü eşodaklı mikroskop şeması. 28
Şekil 29 Laboratuvarımızda kurulumu tamamlanan, ışıma korrelasyon spektroskopisi ve eşodaklı görüntüleme deneylerinde kullanılan yüksek çözünürlüklü eşodaklı mikroskop. 29
Şekil 30 Eşodaklı mikroskop ile yansıma modunda alınan kalibrasyon görüntüleri. Görüntülerdeki çizgiler arası aralık 10 μm'dir. Her pikseldeki bekleme zamanı (integration time) 10ms (sol) ve 25ms (sağ)'dir. 30
Şekil 31 Eşodaklı mikroskop ile ışıma modunda Rhodamine B katkılı PMMA ince filminden alınan kalibrasyon görüntüleri. Görüntüler 100x100 piksel (sol) ve 50x50 piksel (sağ) içermektedir. Her iki görüntüde de piksel başına bekleme zamanı 25 ms'dir. 30
Şekil 32 Yüksek derecede seyreltilmiş Rhodamine B molekülünün su çözeltisi kullanılarak elde edilen ışıma karrelasyon spektroskopisi verisi. Uyarı için 532 nm'de ışıyan Nd:YAG laseri kullanılmıştır. 31

Özet

Bu TÜBİTAK Kariyer projesi kapsamında su tutmayan yüzey üzerinde duran su/gliserol mikrodamlacıkları ile yeni fotonik uygulamalar geliştirildi ve kurulan bir eşodaklı mikroskop ile eşodaklı görüntüleme ve ışıma korrelasyon spektroskopisi kalibrasyon deneyleri yapıldı. Mikrodamlacıklar ile gerçekleştirilen özgün çalışmalar iki ana başlıkta toplanabilir: Yeni spektral tarama yöntemlerinin ve yeni organik ışık kaynağı kavramlarının geliştirilmesi. Yeni spektral tarama yöntemleri, bir nem odacığının içinde tutulan mikrodamlacıkların buharlaşma/yoğunlaşmasının kontrol edilmesi ile, mikrodamlacıkların odaklanmış bir laser ile lokal olarak ısıtılması ile, ya da elektroıslatma yöntemiyle elde edildi. Mikrodamlacıkların lokal olarak odaklanmış bir laser ile ısıtılması projesi için gerekli diyot pompalı katı hal laseri proje kapsamında geliştirildi. Yeni organik ışık kaynakları kavramlarının geliştirilmesi alanında ise mikrodamlacıklar kullanılarak boya molekülü laseri, Raman laseri ve arttırılmış enerji transferi gösterimleri gerçekleştirildi. Kurulan eşodaklı mikroskop ile gerçekleştirilen eşodaklı görüntüleme deneylerinde polimer bir ince filmde bulunan tek boya molekülleri gözlendi. Ayrıca suda yüzen boya molekülleri kullanılarak ışıma korrelasyon spektroskopisi deneyleri gerçekleştirildi.

Projeden elde edilen sonuçlar ile Koç Üniversitesi Fizik Bölümü'nde bir yüksek lisans çalışması tamamlandı, prestijli uluslararası dergilerde 8 yayın ve uluslararası ve ulusal konferenslarda 14 sunum yapıldı. Uluslararası bir başka yayın ise hala değerlendirme aşamasındadır. Proje kapsamında yapılan yayınlar iki defa Nature Photonics dergisi tarafından önemli bir bilimsel gelişme olarak gösterildi.

Anahtar Kelimeler
Optik mikrokovuk, mikrodamlacık, su tutmayan yüzey, eşodaklı mikroskop, boya molekülü, ışıma korelasyon spektroskopisi

Abstract

In this TÜBİTAK Carrier project, novel photonics applications have been developped using water/glycerol microdroplets standing on a superhydrophobic surface, and a home-made confocal microscope has been constructed and first confocal microscopy and fluorescence correlation spectroscopy expeirments have been performed. Novel applications developped using microdroplets can be categorized under two main titles: Development of novel spectral tuning mechanisms and development of novel organic light emitting device concepts. Novel spectral tuning methods have been obtained using evapotation/condensation of microdroplets in a humidity chamber, local heating of microdroplets with a focused laser, and electrowetting. Diode pumped solid state laser required for local heating of microdroplets has also been developped during the course of the project. On the side of developping novel organic light emitting device concepts, dye lasing, Raman lasing, and enhanced energy transfer have been demonstrated using water/glycerol microdroplets standing on a superhydrophobic surface. Home-made confocal microscope has been used to obtain first confocal images of single molecules embedded in polymer thin films. Fluorescence correlation spectroscopy experiments have also been performed using the home-made confocal microscope on dye molecules in water.

The results obtained from this project have been the subject of an M.S. thesis in Physics at Koç University. The results have been published as 8 journal papers in prestigious international journals, and they have been presented in 14 international/national conferences. One other publication is also currently under review in an international journal. Two publications made during the course of this project have been highlighted by the journal, Nature Photonics.

Keywords
Optical microcavity, microdroplet, superhydrophobic surface, confocal microscope, dye molecule, fluorescence correlation spectroscopy

1. Giriş

Projemiz temel olarak iki ana parçadan oluşmaktadır:

(i) Su tutmayan yüzey üzerinde duran su mikrodamlacıklarının optik mikrokovuk olarak incelenmesi
(ii) Bir eşodaklı mikroskop sisteminin kurulması ve bu mikroskop kullanılarak eşodaklı görüntüleme ve ışıma korelasyon spektroskopisis deneylerinin yapılması

Projemizin (i) numaralı ana parçasında iki sene boyunca önemli gelişmeler kaydedilmiştir. Bunun sonucunda saygın uluslararası dergilerde 8 adet yayın ve birçok ulusal ve uluslararası konferanslarda sunum yapılmıştır. Elde edilen ilk sonuç su tutmayan yüzey üzerinde duran su mikrodamlacıklarında fısıldayan galeri modları olarak adlandırılan optik rezonansların gözlenmesi olmuştur. Daha sonra bu sistemde buharlaşma/yoğunlaşma dinamiği ve elektrik alan kullanarak üç farklı optik mikrokovuk tarama gösterimi gerçekleştirilmiştir. Bunun yanında bu sistemde boya molekülü laseri ve Raman laseri ışımaları ve arttırılmış enerji transferi gösterilmiştir. Böylece su tutmayan yüzeyler üzerinde duran mikrodamlacıklar kullanılarak taranabilen optik mikrokovuklar ve yeni organik ışık kaynakları alanlarında uluslararası literatüre önemli katkılar sağlanmıştır.

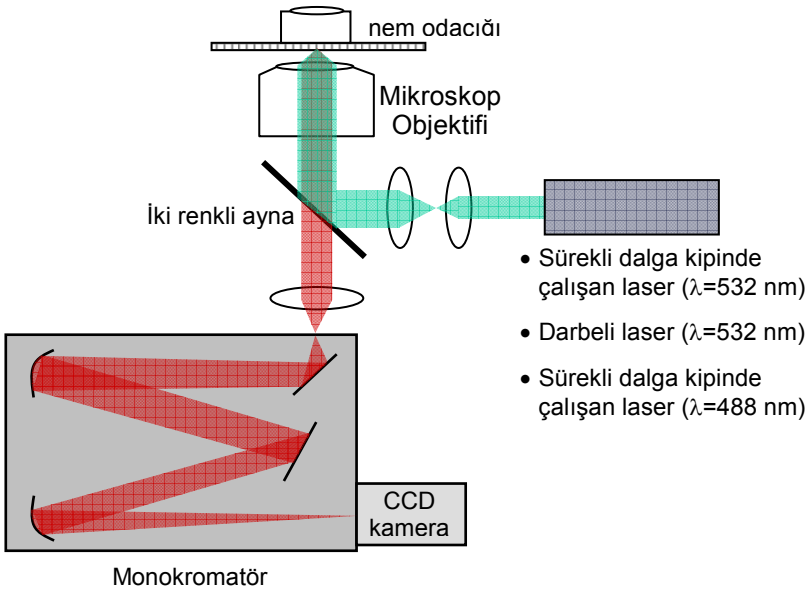
Projemiz kapsamında ayrıca kimyasal ve biyolojik uygulamalar için bir eşodaklı mikroskobun kurulumu tamamlanmış ve bu mikroskop ile kalibrasyon deneyleri gerçekleştirilmiştir. Polimer bir ince filmde bulunan Rhodamine B boya molekülleri eşodaklı mikroskop ile görüntülenmiş ve tek moleküller gözlenmiştir. Ayrıca suyun içinde Rhodamine B molekülleri kullanılarak ışıma korelasyon spektroskopisi deneyleri de gerçekleştirilmiştir.

Sonuç raporunun ikinci ve üçüncü bölümlerinde sırasıyla su tutmayan yüzey üzerinde duran mikrodamlacıklar ile gerçekleştirilen çalışmalar ve kurulan eşodaklı mikroskop ile gerçekleştirilen çalışmalar yer almaktadır. Mikrodamlacık çalışmaları taranabilen optik mikrokovuk ve organik ışık kaynağı kuramları başlıklarında iki gruba toplanmıştır. Eşodaklı mikroskop ile gerçekleştirilen çalışmalarda ise eşodaklı görüntüleme ve ışıma korelasyon spektroskopisi deney sonuçları açıklanmaktadır.

2. Su Tutmayan Yüzey Üzerinde Duran Su/Gliserol Mikrodamlacıkları ile Fotonik Uygulamalar

2.1. Deneysel Düzenek ve Örnek Hazırlığı

2.1.1. Deneysel Düzenek



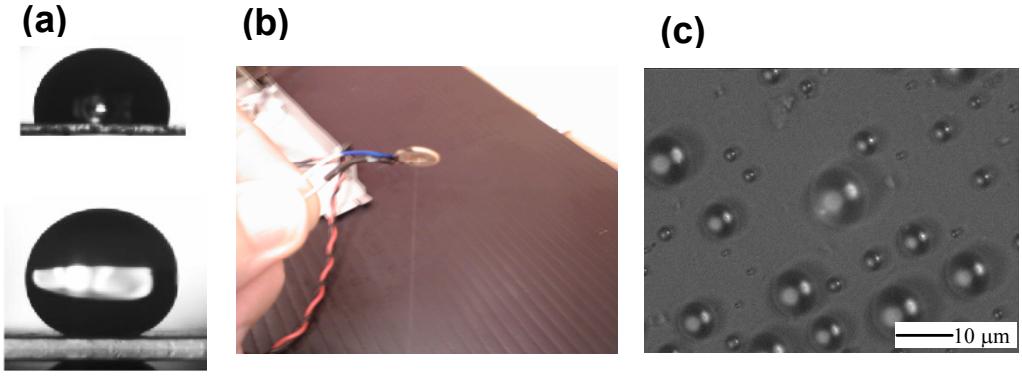
Şekil 1 Deneysel düzenek

Deneylerimizde boya molekülü katkılı su/gliserol mikrodamlacıkları kullanıldı. Yaklaşık 20-30 μm'ye kadar varan çaplarda su/gliserol mikrodamlacıkları bir ultrasonik püskürtücü ile oluşturuldu. Deneylerimizde kullanılan mikrodamlacıklar genelde boya molekülleri ile katkılandırıldı. Mikrodamlacıklarda sıkça 5-50 μM'lık derişimlerde Rhodamine B boya molekülü kullanılmıştır. Arttırılmış enerji transferi deneylerinde ise ek olarak Atto 488 boya molekülü de kullanılmıştır. Mikrodamlaların optik rezonansları olan fısıldayan galeri modları (FGMları) tek mikrodamlacıkların ışıma spektrumlarının bir monokromatör ve CCD kameradan oluşan bir spektrometrede kaydedilmesiyle gözlendi. Şekil 1'de gösterildiği gibi mikrodamlalcıklar sürekli dalga kipinde çalışan bir yeşil (λ=532 nm) veya mavi (488 nm) laser veya darbeli bir yeşil laser (λ=532 nm, darbe genişliği: 100 ns, tekrar oranı 1 kHz) ile uyarıldı. Deneylerde ters geometride uyarıyı sağlayan bir ters mikroskop çerçevesi kullanıldı. Bir mikroskop objektifi (yağ objektifi NA=1.4 60x veya hava objektifi NA=0.80 60x) laserin odaklanmasında ve mikrodamlacıklardan yayılan ışımanın toplanmasında kullanıldı. Mikroskop objektifi ile toplanan ışıma iki renkli aynadan geçirildikten sonra bir monokromatör ve CCD kameradan oluşan spektrometre ile 0.07 nm'ye varan bir spektral çözünürlükte algılandı. Işıma spektralarını kayıt etmek için bir Labview programı geliştirildi. Bazı deneylerde su/gliserol mikrodamlacıklarının buharlaşması ya da yoğunlaşması bir nem odacığı kullanılarak kontrol edildi bazı deneyler ise bir nem odacığı kullanılmaksızın oda koşullarında gerçekleştirildi.

2.1.2. Örnek Hazırlığı

Şekil 2'de gösterildiği gibi su tutmayan yüzey üzerinde duran su damlacıkları küresele yakın bir geometriye sahiptirler [1]. Yüzeye temas noktasında damlacığa teğet olan doğrunun yüzey ile yaptığı açı olarak tanımlanan kontak açısı ticari olarak elde edilebilen yüzey kaplamaları ile 150°-160°'ye rahatça ulaşabilir (180°'lik kontak açısı ideal bir küreyi ifade eder). Bu küresele çok yakın geometride FGM'lere ev sahipliği yapabilir. Çalışmalarımızda kullanılan superhidrofobik yüzeyler, hidrofobik kaplamalı silika nanoparçacıkların 40-60 mg/ml'lik etanol çözeltilerinin spin kaplama yöntemi ile

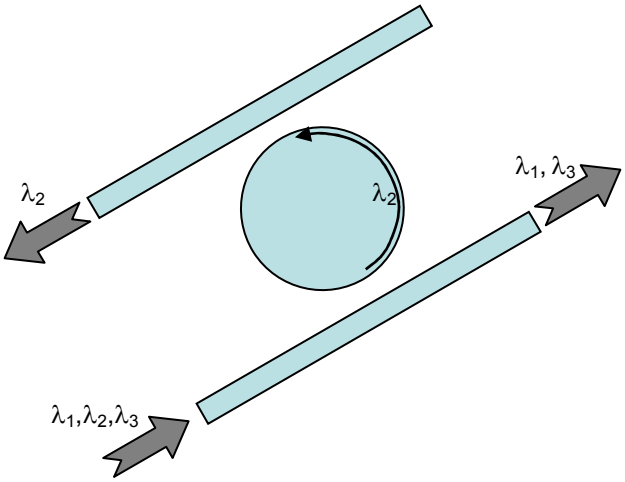
lamellere kaplanmasıyla elde edildi. Hidrofobik kaplamalı silika nanoparçacıkları Degussa firmasından elde edildi (Ürün modelleri: Aeroxide® LE1, LE2). Elde edilen bu yüzeyler görünür ışık dalgaboylarında transparan özellikde olup nanometrik mertebede pürüzlülüğe sahip olmaktadır. Milimetrik damlaların bu yüzeyler üzerindeki kontak açısı 155°'den büyük olarak ölçülmüştür. Şekil 2.1.2 (c) böyle bir su tutmayan yüzey üzerinde duran mikrodamlacıkların mikroskop görüntüsü gösterilmektedir.



Şekil 2 (a) Su tutan ve su tutmayan yüzey üzerinde duran milimetrik su damlaları [1] (b) Ultrasonik püskürtücü ile oluşturulan mikrodamlacıklar (c) Ultrasonik püskürtme sonucu su tutmayan yüzey üzerinde elde edilen değişik çaplarda su mikrodamlacıkları.

2.2. Taranabilir Optik Mikrokovuk Gösterimleri

Optik mikrokovuklar sahip oldukları keskin rezonanslar sayesinde dalgaboylarında çoğullanmış optik haberleşme ağlarında ihtiyaç duyulan hassas optik anahtarlama veya filtreleme aygıtlarının yapıtaşları olarak önemli bir uygulama alanına sahiptirler [2]. Şekil 3'de de gösterildiği gibi bir optik mikrokovuk, dalgaboyunda çoğullanmış optik haberleşme ağlarında belli bir kanalı filtrelemekte kullanılabilir. Bu potansiyele rağmen optik mikrokovuk temelli aygıtlar optik haberleşmede başarılı ticari ürünlere dönüşememişlerdir. Bunun temel nedeni katı optik mikrokovuk temelli uygulamalarda geniş spektral aralıklar boyunca taranabilme probleminin teknolojik olarak çözülememiş olmasıdır.



Şekil 3 Mikrokovuk kullanarak optik anahtarlama

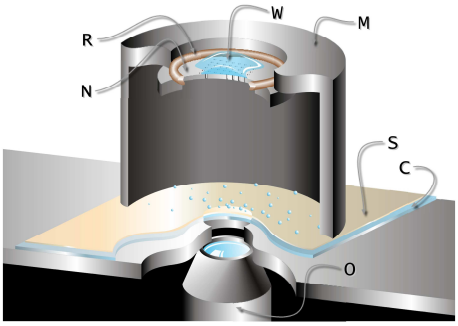
Bu probleme sıvı mikrokovuklar bir çözüm oluşturabilirler. Kolayca deforme edilebildikleri için sıvı mikrokovuklar geniş spektral aralıklarda taranabilen rezonanslara sahiptirler. Projemiz kapsamında gerçekleştirdiğimiz deneylerde su tutmayan yüzey üzerinde duran su/gliserol mikrodamlacıklarının FGM'larının geniş spektral aralıklarda üç değişik yöntem kullanılarak taranabildiğini gösterdik.

2.2.1. Nem Odacığında Buharlaşma/Yoğunlaşma ile Spektral Tarama

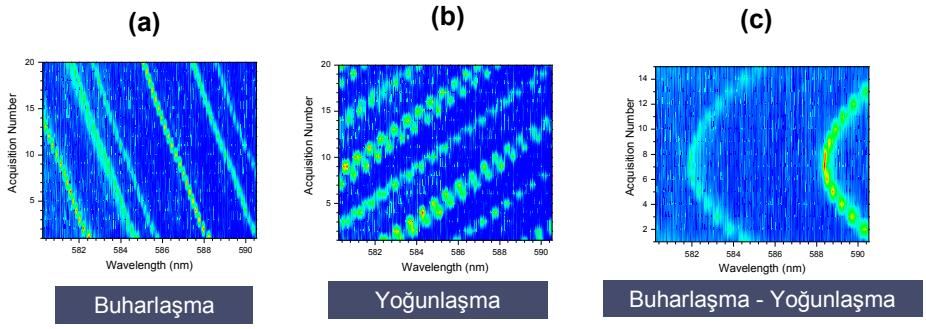
Bu çalışmamız aşağıdaki referansda yayınlanmıştır:
"Simple largely tunable optical microcavity", A. Kiraz, A. Kurt, M. A. Dündar, and A. L. Demirel, Appl. Phys. Lett. **89**, 081118 (2006).

Bu çalışmamızda su tutmayan yüzey üzerinde duran su mikrodamlacıklarının buharlaşması ve yoğunlaşması özgün bir "elektrik ile kontrol edilen mini nem odacığı" kullanılarak kontrol edildi. Mikrodamlacıkların boyutlarının değişmesiyle FGM'lerin geniş spektral aralıklar boyunca taranması sağlandı.

Elektrik ile kontrol edilen mini nem odacığının çizimi Şekil 4'de gösterilmektedir. Odacıkta bir ultrasonik püskürtücü mikrodamlacıkları su tutmayan yüzeye püskürtmekte kullanıldı. Püskürtülen mikdamlacıklar nem odacığının içinde dengeye ulaştıktan sonra püskürtücüye sarılı bir ısıtıcı dirençten geçen akımın kontrol edilmesiyle mikrodamlacıkların buharlaşması ya da yoğunlaşmasını kontrol edildi.



Şekil 4 Elektrik ile kontrol edilen mini nemlendirici odacığı. Kısaltmalar: N: Ultrasonik püskürtücü, R: Isıtıcı direnç, W: Su deposu, M: Mini odacık, S: Su tutmayan yüzey, C: Lamel, O: Mikroskop objektifi



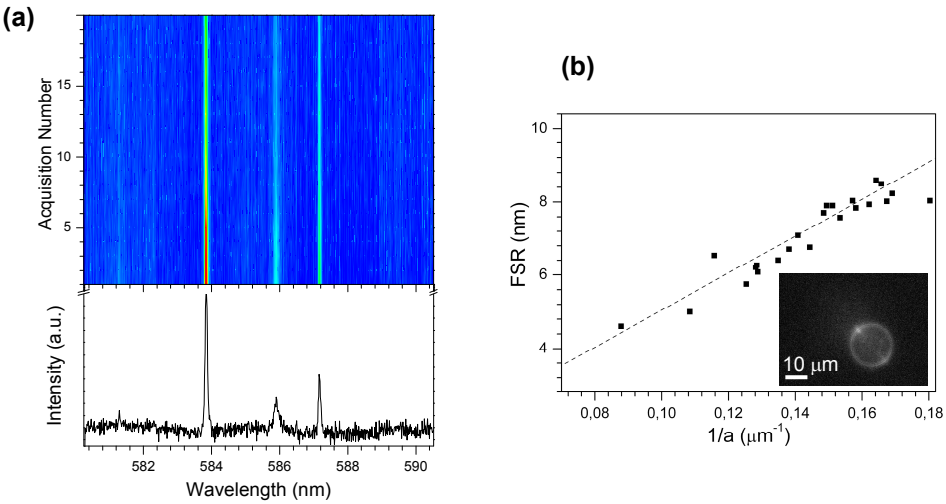
Şekil 5 Üç ayrı mikrodamlacığın kaydedilen ardışık ışıma spektrumları. Mikrodamlacıklar (a) buharlaşma, (b) yoğunlaşma ve (c) buharlaşmayı takip eden yoğunlaşma gösteriyor. (a), (b) ve (c)'de mikrodamlacıkların yarıçapları sırasıyla 9, 8 ve 5 μm'dir. Genlik değerleri değişken birimde çizilmiştir ve maviden kırmızıya doğru artmaktadır.

Şekil 5 üç mikrodamlacıktan kaydedilen ardışık ışıma spektrumlarını göstermektedir. Şekil 5(a) ve 5(b)'de FGM'larında gözlenen düşük ve yüksek dalgaboylarına doğru kayma bu mikrodamlacıklarda sırasıyla buharlaşma ve yoğunlaşmayı ifade eder. Şekil 5(a) ve 5(b)'de FGM'larında 3.1 nm ve 9.6 nm'lik tarama sağlanmıştır. Şekil 5(c)'de ısıtıcı dirençteki akım 1 no'lu veri toplanmadan önce ani olarak 0.28 A'den 0.31 A'e çevrilmiştir. Bunun sonucu olarak başlangıçta buharlaşan mikrodamlacık 7 no'lu verinin toplanmasından itibaren yoğunlaşmaya başlamıştır. Böylece bu mikrodamlacığın FGM'ları önce 2.6 nm'ye kadar düşük dalgaboylarına tarandıktan sonra 3.3 nm boyunca yüksek dalgaboylarına taranabilmiştir.

Şekil 6(a)'da hacimsel olarak durağan kalan bir mikrodamlacıktan toplanan ardışık ışıma spektrumları gösterilmektedir. Yaklaşık bir dakikada toplanan toplam 20 veri boyunca $TE_{104,1}$ ve $TE_{105,1}$ numaralı FGM'ları deneysel düzeneğin çözünürlüğü olan 0.07 nm'den fazla bir spektral değişim göstermemiştir. Bu 8000'den yüksek bir kalite faktörünü ifade eder (Kalite faktörü: $Q=\lambda_0/FWHM$). Yarıçap ile FGM'lerin

spektral konumları ilişkilendirilerek bu verilerden mikrodamlacığın yaklaşık bir dakika boyunca yarıçapında 1 nm'den fazla bir değişim gözlenmediği sonucu çıkartılabilir. Erişilen bu yüksek hassasiyetteki stabilizasyon mekanizması ısıtıcı direnç ile elde edilen kontrol mekanizmasından daha karmaşıktır ve laser soğurmasının yarıçapa olan hassas bağlılığından kaynaklanır. Bu hassas stabilizasyon mekanizması Bölüm 2.2.2'de açıklanmaktadır.

Şekil 6(b)'de değişik mikrodamlacıklardan elde edilen spektral aralık verileri 1/yarıçap'ın bir fonksiyonu olarak çizilmiştir. İdeal su küresi için beklenen değişim şekilde kesik çlzgili doğru ile gösterilmiştir. Kesik çizgili doğru ile gözlenen dağılım ile ölçüm sonuçları sarasındaki uyum mikrodamlacıkların kesik küreye çok yakın bir geometriye sahip olduklarının göstergesidir.



Şekil 6 (a) Hacimsel olarak sabit bir mikrodamlacıktan kaydedilen ardışık ışınım spektraları. Mikrodamlacığın yarıçapı 6 μm'dir. Genlik değerleri değişken birimde çizilmiştir ve maviden kırmızıya doğru artmaktadır. (b) FGM'lerin spektral aralıklarının 1/yarıçap ile değişimi. Kesik çizgili doğru ideal su mikroküreleri için beklenen dağılımı gösteriyor. *Küçük resim:* Bir su mikrodamlacığının ışıma görüntüsü. Karakteristik halka şekli görünüyor.

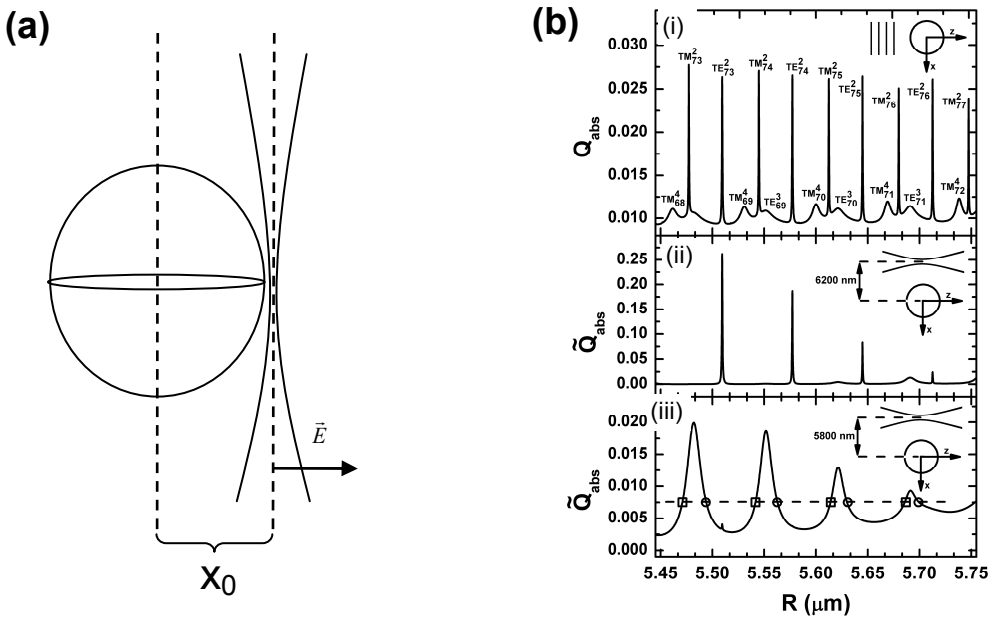
2.2.2. Su Tutmayan Yüzey Üzerinde Duran Su Mikrodamlacıklarının Hacimsel Stabilizasyonu

Bu çalışmamız aşağıdaki referansda yayınlanmıştır:
"Volume stabilization of single, dye-doped water microdroplets with femtoliter resolution", A. Kiraz, A. Kurt, M. A. Dündar, M. Y. Yüce, and A. L. Demirel, J. Opt. Soc. Am. B **24**, 1824-1828 (2007).

Bölüm 2.2.1'de belirttiğimiz buharlaşma veya yoğunlaşmayo kontrol ederek su mikrodamlacıklarının boyut kontrolü deneyleri sırasında karşılaştığımız bir etki su mikrodamlacıklarının hacimsel stabilizasyonu olmuştur. Gözlediğimiz hacimsel stabilizasyon mekanizması elektrik ile kontrol edilen mini nem odacığı ile mikrodamlacığa sağlanan sabit yoğunlaşma katsayısı ile mikrodamlacığın yarıçapına çok hassas olarak bağlı olan laser soğurma verimliliğinin birbirlerini dengelemesi sonucu ortaya çıkmıştır. Bu etkinin açıklanması aşağıda yapılmaktadır.

Şekil 7(b)'de odaklanmış bir laser ile uyarılan bir mikroküre için hesaplanan yarıçapa bağlı soğurma (Q_{abs}) ve modifiye soğurma ($\widetilde{Q}_{abs}$) verimlilikleri gösterilmektedir. Q_{abs} mikrokürenin soğurduğu toplam gücün, mikrokürenin z yönündeki projeksiyonuna yönlenen toplam güce oranı, $\widetilde{Q}_{abs}$ ise mikrokürenin soğurduğu toplam gücün odaklanmış Gaussian demedin toplam gücüne oranıdır. (i)'de Lorenz-Mie teorisi (ii,iii)'de ise odaklanmış bir Gaussian demetin öngörüldüğü modifiye Lorenz-Mie teorisi kullanılmıştır. (ii,iii)'de gösterilen modifiye soğurma verimlilikleri, laserin neden olduğu buharlaşma oranı (Γ_{buh}) ile doğrudan ilişkilidir.

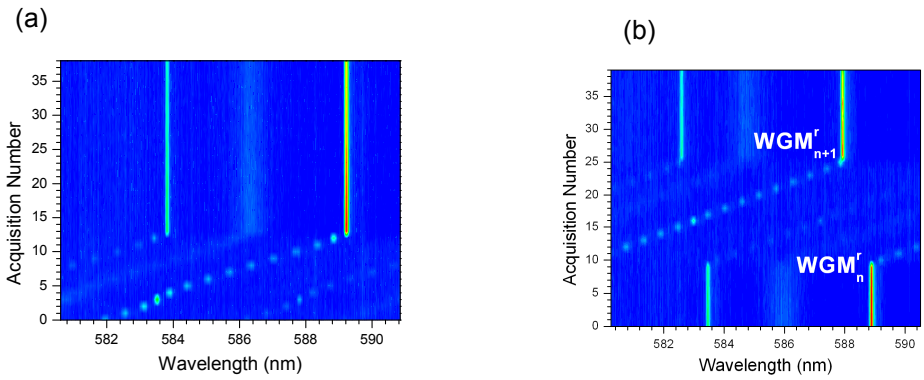
Şekil 7 (b)'de (iii) numaralı graifikte kesik çizgi ile bir mikrodamlacığa uygulanan yoğunlaşma oranı ($\Gamma_{yoğ}$) gösterilmiştir. Su mikrodamlacığındaki toplam su moleküllerinin değişiminin $\frac{dN}{dt} = \Gamma_{yoğ} - \Gamma_{buh}$ ile ifade edildiği basit bir model düşünüldüğünde, kare ve çember ile gösterilen noktalar mikrokürenin yarıçapının dengede kalacağı noktaları ifade eder. İki tip denge noktası olduğu açığa çıkacaktır. Kare ile gösterilen denge noktaları kararlı iken çember ile gösterilen denge noktaları kararsızdır. Uygun koşullar oluştuğunda mikrodamlacık kare ile gösterilen noktaların birinde kararlı olarak dengeyi bulabilecektir.



Şekil 7 (a) Odaklanmış bir Gaussian laser demeti kullanılan deneyin gösterimi. (b) (i) Düzlemsel dalga (plane wave) ile uyarılan bir mikrodamlacığın yarıçapa bağlı soğurma verimliliği. (ii,iii) Odaklanmış laser demeti ile uyarılan bir mikrodamlacığın normalize soğurma verimliliği. (Üstte)'da laser polarizasyonu düzleme dik, (ii,iii)'de ise x yönündedir. Mikrodamlacığın kırınım indeksi 50 μM Rhodamine B ile katkılı suyun 532 nm dalgaboyundaki soğurma katsayısı olan $1.33+4\cong10^{-5}i$ alınmıştır. Laser odak noktası mikrodamlacığın merkezinden x yönünde 6200 nm (ii) ve 5800 nm (iii) mesafede bulunmaktadır.

Deneylerimizde bu model ile tamamen açıklanan hacim stabilizasyonu mekanizmasını gözlemledik. Şekil 8(a)'da ışıma spektrumları gösterilen mikrodamlacık önce yoğunlaşmakta ve 13 numaralı spaktrumdan itibaren hacimde stabilize olmaktadır. Bunun bir sonucu olarak sabit bir oran ile yüksek dalgaboylarına doğru kayan FGM'ler 13 numaralı spektrumdan itibaren dalgaboyunda stabilize olmuştur. FGM'lerin deneysel düzeneğin çözünürlüğü olan 0.07 nm spektral genişlikte stabilize olması 1 nm'yi geçmeyen bir yarıçap stabilizasyonunu ifade eder.

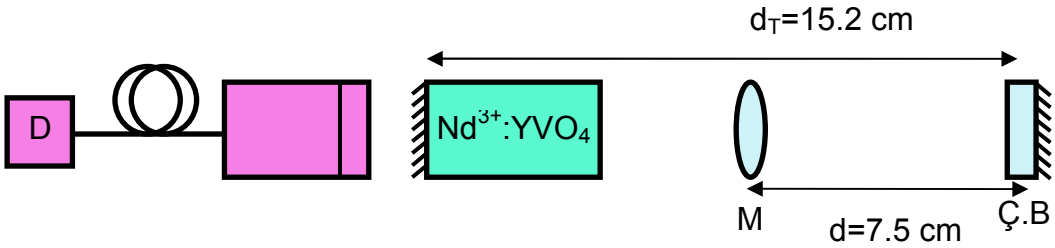
Şekil 8(b)'deki mikrodamlacık ise birinci spektrumdan itibaren hacimsel stabilizasyona ulaşmıştır. 5. spektrumdan önce laser demetinin 500 ms boyunca bloke edilmesi ile stabilizasyon kaybolmuş, mikrodamlacıktaki yoğunlaşmanın bir sonucu olarak FGM'ler yeniden yüksek dalgaboylarına doğru kaymıştır. Sistem daha sonra 19. spektrum ile tekrar hacimsel kararlılığa ulaşmıştır. 26. spektrumdan önce laser demetinin 500 ms boyunca yeniden bloke edilmesi ile hacimsel kararlılık tekrar yitirilmiş, mikrodamlacık yoğunlaşmaya devam etmiştir. Şekil 8(b) hacimsel kararlılığın sağlandığı noktanın laserin bloke edilmesi ile dijital olarak değiştirilebildiğini kanıtlamaktadır.



Şekil 8 (a) 13 numaralı spektrumdan itibaren hacim stabilizasyonu (c) Ardaşık denge noktalarında hacim stabilizasyonu. (a) ve (b)'de mikrodamlacıkların yarıçapları 6μm'dir. CCD kamera algılama zamanı ve verinin okunma zamanı 1 sn ve 2.1 sn'dir.

2.2.3. 1064 nm'de Işıyan Nd^{3+}:YVO_4 Katı-Hal Laserinin Tamamlanması

Projemizin üçüncü dönemi boyunca Koç Ünivsersitesi Laser Araştırma Laboratuvarı ile ortak bir çalışmayla 1064 nm'de ışıyan diyot pompalı Nd^{3+}:YVO_4 laserinin tasarımı ve çalıştırılması gerçekleştirilmiştir. Bu laserin kovuk tasarımı ve görüntüleri Şekil 9 ve 10'da gösterilmektedir. Bu laser Bölüm 2.2.4'deki su/gliserol mikrodamlacıklarının lokal ısıtma ile spektral taranması çalışmasında kullanılmıştır.

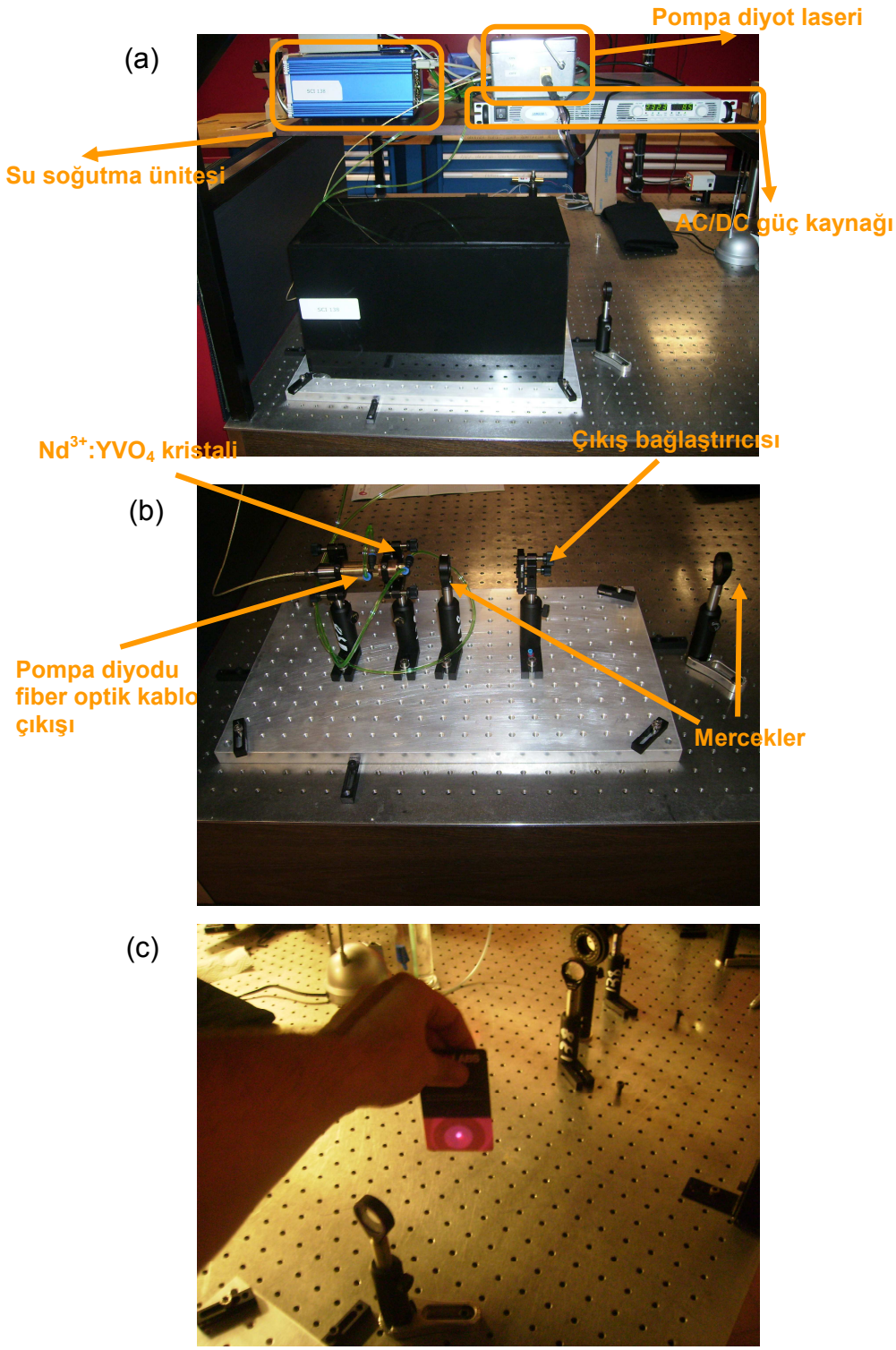


Şekil 9 Projemiz kapsamında üretimi tamamlanan 1064 nm'de ışıyan diyot pompalı Nd^{3+}:YVO_4 laserin kovuk tasarımı.

Laseri oluşturan ana birimler şunlardır: Pompa diyot laseri, Nd^{3+}:YVO_4 kristali odaklayıcı mercek ve çıkış bağlaştırıcısı (output coupler). Pompa diyotu olarak 808 nm merkez dalgaboyunda ışıyan 25 W çıkış gücüne sahip modül kullanılmıştır. Kullanılan pompa diyot laseri Coherent firmasından satın alınmıştır, ürün kodu FAP600-25W-808'dir. Pompa diyot laseri için AC/DC güç kaynağı kullanılmıştır. Güç kaynağının teknik özellikleri şöyledir:

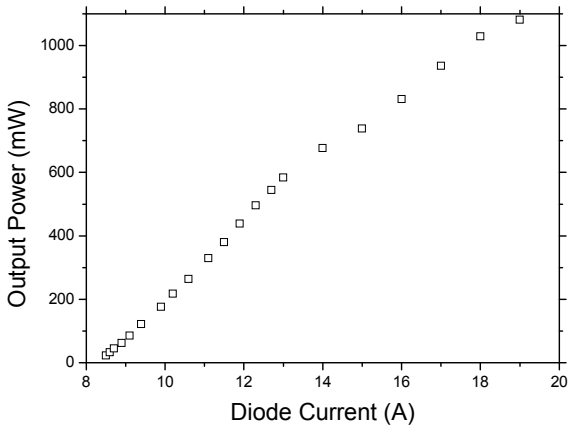
Model : GEN/E 6-100-750
Çıkış : 0-6VDC / 0-100A 600W
Marka : Lambda/Almanya

Nd^{3+}:YVO_4 kristali laser kovuğunun içinde su soğutmalı bir tutucu ile tutturulmuştur. Su soğutma için Thermaltake Aquarius III model bir sıvı soğutucu sistemi kullanılmıştır.



Şekil 10 (a) Projemiz kapsamında üretimi tamamlanan 1064 nm'de ışıyan diyot pompalı Nd^{3+}:YVO_4 laserin görüntüsü. (b) Laser kocuğunun görüntüsü. (c) Elde edilen kızılötesi ışımanın görüntüsü.

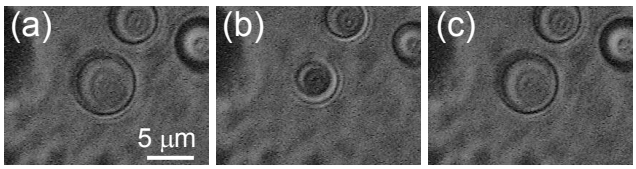
Üretimi tamamlanan laserimizin çıkış gücünün pompa diyodu akımı ile değişim grafiği Şekil 11'de gösterilmektedir. 19 A'lik pompa diyodu akımı için laserimizden 1.1 W'lık çıkış gücü elde edilmiştir. Bu değer beklentimiz olan 1 W çıkış gücünü karşılamaktadır.



Şekil 11 Projemiz kapsamında üretimi tamamlanan 1064 nm'de ışıyan diyot pompalı Nd^{3+}:YVO_4 laserinin çıkış gücünün pompa diyodu akımı ile değişim grafiği.

2.2.4. Su/Gliserol Mikrodamlacıklarının Odaklanmış Bir Laser ile Spektral Taranması

Bu çalışmamız aşağıdaki referansda yayınlanmıştır:
"Large spectral tuning of liquid microdroplets standing on a superhydrophobic surface using optical scattering force", A. Kiraz, S. Ç. Yavuz, Y. Karadağ, A. Kurt, A. Sennaroglu, and H. Çankaya, Appl. Phys. Lett. **91**, 231102 (2007).
Bu çalışmamız ayrıca Nature Photonics dergisinin Şubat 2008 sayısında highlight edilmiştir.



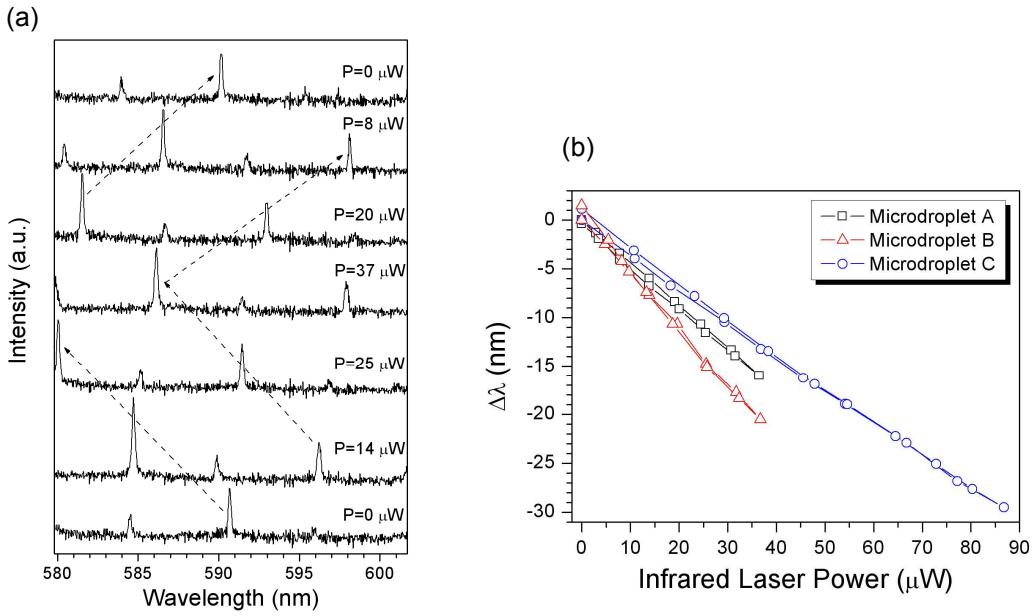
Şekil 12 43 mW gücünde kızılötesi laser kapalı (a,b) ve açık (c) iken bir gliserol/su mikrodamlacığından kaydedilen ardaşık mikroskop görüntüleri. Kızılötesi laser açıldığında mikrodamlanın çapı (a) 6.5 μm'den (b) 4.1 μm'ye düşüyor. Laser tekrar açıldığında mikrodamlanın çapı (c) 6.1 μm'a dönüyor.

Bu çalışmamızda yüksek bağıl neme sahip bir odacıkta su tutmayan yüzey üzerinde bulunan su/gliserol mikrodamlacıklarının lokal olarak bir kızılötesi laser kullanılarak ısıtılmasıyla boyutlarının geri dönüşümlü olarak değiştirilebildiği gösterilmiştir. Biribirinde çözünebilen uçucu ve uçucu olmayan iki sıvıyı içerien ikili damlacıklarda buharlaşma dinamiği çok zengin bir hal alır. İkili bir mikrodamla olarak su/gliserol damlalarının buharlaşma dinamiği daha önce detaylı olarak incelenmiştir [3,4]. Bu tür ikili bir damlada suyu buharlaşmasını kontrol eden aktivite katsayıları hassas deneylerle belirlenmiştir. Halen yaptığımız çalışmalarda bu aktivite katsayıları kullanılarak gözlemlerimizin hesaplamalarla uyumlu olduğu da görülmüştür.

Deneylerimizde ultrasonik püskürtücü ile püskürtülen Rhodamine B boya molekülü katkılı mikrodamlalar su tutmayan yüzeyin üzerine püskürtülmüş ve mikrodamlalar >90% bağıl neme sahip odacıklarda tutulmuştur. 1064 nm'de ışıyan bir kızılötesi laser mikrodamlaların yaklaşık olarak merkezine odaklanmıştır. 532 nm'de ışıyan bir diğer yaşil laser ile mikrodamlalar yandan uyarılmış ve mikrodamlalardan yayılan ışıma aynı mikroskop objektifi (NA=1.4) ile toplandıktan sonra monokromatör ve CCD kameradan oluşan spektrometrede algılanmıştır.

Şekil 12'de gösterilen spektral tarama mekanizmasının ana prensibi şöyle açıklanabilir. Kızılötesi laser ile ısıtıldığında su/gliserol mikrodamlasının sıcaklığı bulunduğu odacıktan daha yüksek olur. Bu yeni sıcaklıkta mikrodamladan su buharlaşır ve mikrodamla daha küçük bir boyutta odacık ile dengeye ulaşır. Mikrodamlanın yeni boyutunda gliserolün mol oranı artmış olur. Kızılötesi laser uyarısı kaldırıldığında ise mikrodamlanın sıcaklığı tekrar odacığın sıcaklığına eşitlenir ve bu yeni sıcaklıkta mikrodamla ortamdan su buharı emerek şişer ve eski boyutlarına hemen hemen geri döner. Gliserolün

uçucu olmadığının düşünüldüğü ideal senaryoda bu boyut değişimi mekanizması tamamıyla geri dönüşümlüdür. Pratik durumda ise, gliserolün buharlaşması bu spektral tarama metodunda küçük bir geri dönüşümsüzlüğe yol açar. Geri dönüşümsüzlük de odacığın su buharı bağıl neminin arttırılması ile azaltılabilmektedir. Şekil 13(a)'da kızılötesi laser gücünün artmasıyla FGM'lerde görülen mavi-kayma gözlenmektedir. Kızıl ötesi laserin gücü tekrar azaltıldığında FGM'leri tekrar kırmızı dalgaboylarına kayar. Laser gücü tekrar 0 μW'a ulaştığında FGM'lerin hemen hemen başlangıç noktalarına geri döndükleri görülür. Bu mikrodamlacıkta 37 μW'lık maksimum laser gücünde 16 nm'lik spektral kayma gözlenmiştir. Şekil 13(b)'de gösterildiği gibi başka mikrodamlalarda yaptığımız çalışmalarda maksimum 935 μW'lık laser gücünde 33 nm'ye kadar spektral tarama gözlenmiştir. Gösterilen bu spektral tarama tekniği çok yüksek spektral aralıklarda spektral tarama yapılmasına elverir ve gözlenen maksimum spektral miktrarı olan 33 nm'nin aşılmasının önünde pratik bir engel bulunmamaktadır.

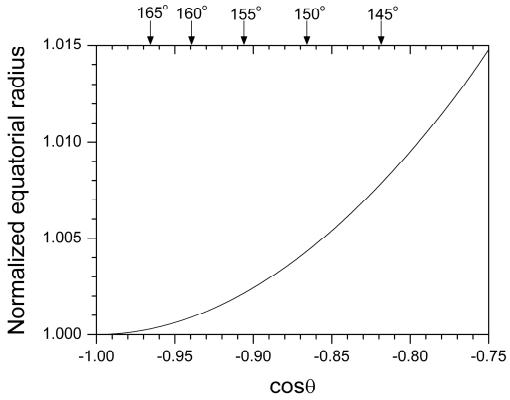


Şekil 13 (a) Kızılötesi laserin gücü önce arttırılırken 8.2-μm-çapındaki bir mikrodamladan kaydedilen ışıma spektrumları. Oklar fısıldayan galeri modlarının (FGM) spektral harelet yönünü belirtmektedir. FGM'larında en yüksek kızılötesi laser gücü olan 390 μW'de toplam 16 nm'lik bir spektral kayma gözlenmektedir. (b) Üç farklı mikrodamla için fısıldayan galeri modlarında (FGM) gözlenen spektral kaymanın kızılötesi laser gücüne bağlı histerez eğreleri. A, B ve C mikrodamlalarının çapları (mikrodamlacık A) 8.2 μm, (mikrodamlacık B) 9.0 μm, ve (microdroplet C) 8.2 μm'dir. C mikrodamlasında 935 μW maksimum kızılötesi laser gücünde 30 nm'lik spektral kayma gözlenmiştir.

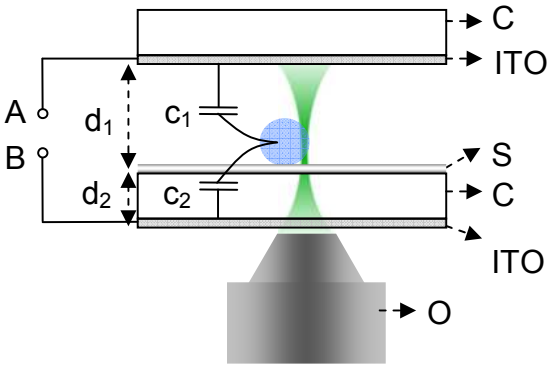
2.2.5. Elektroıslatma ile Spektral Tarama

Bu çalışmamız aşağıdaki referansda yayınlanmıştır:
"Spectral tuning of liquid microdroplets standing on a superhydrophobic surface using electrowetting", A. Kiraz, Y. Karadağ, and A. F. Coskun, Appl. Phys. Lett. **92**, 191104 (2008)

Elektroıslatma elektrik alan kullanarak su tutmayan bir yüzey üzerinde duran damlaların kontak açılarının azalmasını (yüzeyi daha fazla ıslatmalarını) ifade eder. Bu çalışmamızda elektroıslatma yöntemi kullanılarak mikrodamlaların FGM'lerinde spektral tarama gerçekleştirilmiştir. İdeal bir kesik küre düşünüldüğünde kontak açısının azalması sabit hacimde ekvatoral yarıçapta bir artışa yol açar. Bu da FGM'lerin kırmızı dalgaboylarına doğru kaymasına yol açar. İdeal bir kesik kürenin ekvatoral yarıçapının kontak açısının kosinüsü ile değişimi Şekil 14'de çizilmiştir. Sabit mikrodamla hacminde kontak açısı azaldıkça ekvatoral yarıçapın arttığı bu şekilde görülmektedir. Kontak açısı azaldıkça ekvatoral yarıçapda görülen bu artış, çalışmamızda gösterdiğimiz spektral tarama metodunun temelini oluşturur.



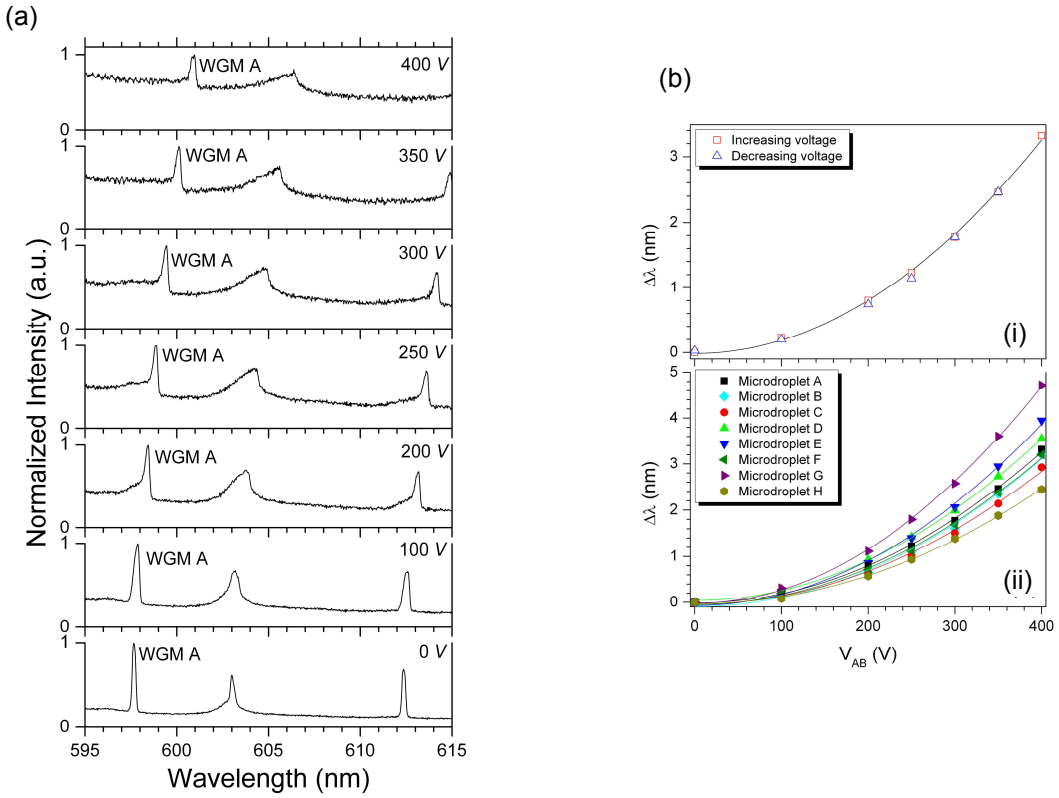
Şekil 14 Sabit hacimli ideal bir kesik kürenin normalize yarıçapının kontak açısının kosinüsüne göre aldığı değerleri gösteren eğri. Oklarla bazı kontak açısı değerleri gösterilmiştir.



Şekil 15 Deney düzeneğinin çizimi. C, lamel; S, su tutmayan yüzey; ITO, indium tin oksit kaplama; O, mikroskop objektifi. Çizim gerkçek ölçekte değildir. c1 ve c2 birim alana düşen kapasitans değerlerini ifade eder.

Kullanılan deneysel düzeneğin çizimi Şekil 15'de gösterilmektedir. Deneylerimizde bir yüzeyi indium thin oksit (ITO) diğer yüzeyi de superhidrofobik kaplamalı bir lamel kullanılmış, gliserol/su mikrodamlaları superhidrophobic kaplamanın üzerine püskürtülmüştür. Daha sonra ITO kaplamalı başka bir lamel kaplamalı yüzey mikrodamlalara bakacak şekilde diğer lamelin üzerine kapatılmıştır. Elde edilen odacık yapıştırıcı kullanılarak lameller arasındaki mesafeyi minimum tutarak tamamıyla kapatılmıştır. Sonuçta elde edilen odacıkta lameller arası mesafenin (d_1) 30-60 μm mertebesinde olduğu görülmüştür. Deneylerimizde ITO kaplı yüzeyler arasına 0-500 V arasında yüksek voltaj verilmesiyle elektroıslatma gerçekleştirilmiştir. FGM'ler Rhodamine B katkılı mikrodamlaların yeşil bir laser ile uyarılması ve ışıma spektrumunun bir spektrometrede algılanması ile gözlenmiştir.

Elektrikıslatmanın karakteristik özelliği kontak açısının kosinüsü ile uygulanan voltaj arasındaki parabolik ilişkidir. Bizim deneysel durumumuza uygulandığında bu parabolik ilişkinin FGM'lerin spektral pozisyonları ile uygulanan voltaj arasında da gözlenmesi gerektiği ortaya çıkar. Bu parabolik ilişkinin $\lambda = \lambda_0 + 0.032\lambda_0 \dfrac{\varepsilon_0 \varepsilon_d C_{eq}^2}{d_2 \sigma_{lv} C_2^2} V_{AB}^2$ olduğu bulunmuştur. Bu denklemde λ, λ_0, ε_0, ε_d , σ_{lv} , d_2, c_2, c_{eq}, ve V_{AB} FGM dalgaboyu, sıfır voltajdaki FGM dalgaboyu, boş uzayın sığallığı (permittivity of free space), dielektrik sabiti, sıvı-buhar arayüz enerjisi, lamel kalınlığı, birim alana düşen kapasitans $c_2 = \varepsilon_0 \varepsilon_d / d_2$, eşdeğer kapasitans ($c_{eq} = c_1 c_2 / (c_1 + c_2)$, $c_1 = \varepsilon_0 / d_1$) ve uygulanan voltajı ifade eder. Deneyimizde kullanılan değerler için parabolik ilişki $\lambda = \lambda_0 + 1.53 \cdot 10^{-5} V_{AB}^2$ (nm biriminde) olarak öngürülmüştür.



Şekil 16 (a) Voltaj değeri 0'dan 400 V'a doğru arttırılırken 5 μm çapındaki bir mikrodamladan kaydedilen normalize ışıma spektrumları. 400 V'da fısıldayan galeri modlarında (FGM) 3.3 nm'lik bir kırmızı kayma görülmekte. Yüksek voltaj değerlerinde FGM'lerde mavi bir sırt görülmekte. (b) (i) V_{AB} 0 V'dan 400 V'a (kareler) ve tekrar 400 V'dan 0 V'a (üçgenler) değiştirilirken FGM A'da gözlenen histerisis eğrisi. Eğri parabolic en iyi benzeşim eğrisini göstermekte: $\Delta\lambda=0.0145\ 3+2.04\cdot10^{-5}V_{AB}^{2}$. (ii) 8 farklı mikrodamlada V_{AB}'ye bağlı olarak gözlenen spektral kayma miktarları parabolik benzeşim fonksiyonları ile birlikte gösterilmektedir. A, B, C, D, E, F, G, ve H mikrodamlalarının çapları 5, 5, 6, 7.5, 7, 6.5, 7, and 6 μm'dir. G mikrodamlasında 400 V'da 4.7 nm'lik maksimum spektral kayma gözlenmekte.

Bir mikrodamladan elde edilen ışıma spektrumlarının uygulanan voltaja göre değişimi Şekil 16(a)'da gösterilmektedir. Bu şekildeki A ile gösterilen FGM'nin voltaja göre spektral kayma miktarı da Şekil 16(b)(i)'de gösterilmektedir. Bu grafik uygulanan voltaj ile gözlenen spektral kayma arasındaki parabolik ilişkiyi göstermektedir. En iyi parabolik benzeşim fonksiyonundan parabolik katsayı $2.04\cdot10^{-5}$ olarak bulunmuştur. Bu değer öngörülen $1.53\cdot10^{-5}$ değerine oldukça yakındır. Ayrıca Şekil 16(b)(i)'de FGM'de elde edilen bu spektral taramada histerez kaybı olmadığı da gösterilmektedir. Şekil 16(b)(ii)'de gösterildiği gibi 7 diğer mikrodamlada da FGM'lerdeki spektral kayma ile uygulanan voltaj arasında parabolik bir ilişki gözlenmiştir. En iyi benzeşim fonksiyonlarından elde edilen parabolik katsayılar da $1.56\cdot10^{-5}$ ile $2.94\cdot10^{-5}$ arasında olmuştur.

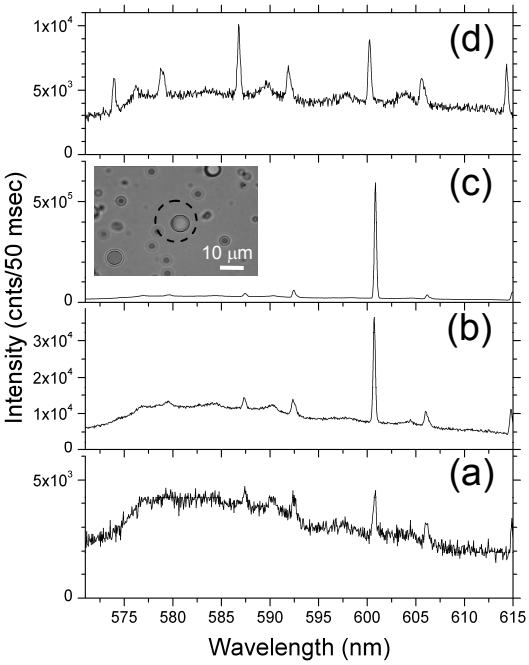
2.3. Mikrodamlacıklar ile Geliştirilen Yeni Organik Işık Kaynağı Kuramları

2.1.1. Boya Molekülü Laseri Gösterimi

Dönem içerisinde gerçekleştirilen bu çalışmamız aşağıdaki referansda yayınlanmıştır:
"Lasing from single, stationary, dye-doped glycerol/water microdroplets located on a superhydrophobic surface", A. Kiraz, A. Sennaroglu, S. Doğanay, M. A. Dündar, A. Kurt, H. Kalaycioglu, and A. L. Demirel, Opt. Commun. **276**, 145-148 (2007)

Mikrodamlacıklar optik mikrokovuk özelliklerinden dolayı ışığı yüksek kaliteli rezonanslarında saklayabilirler. Bu özellik sayesinde mikrodamlacıklardan düşük eşik seviyeli laserler elde etmek mümkündür. Literatürde 20 yılı aşkın senedir havada uçan mikrodamlacıklardan laser ışıması rapor edilmiştir [5,6,7]. 2006 senesinde ayrıca elektrik alanla tuzaklanmış mikrodamlacıklarda da laser

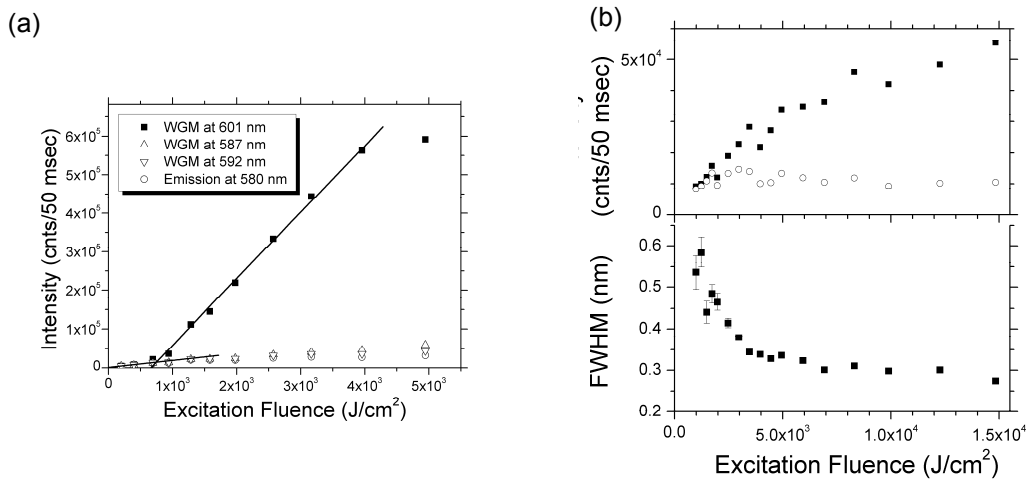
ışıması elde edilmiştir [8]. Çalışmamızda literatürde ilk defa olarak bir alttaşın üzerinde duran mikrodamlacıklarda boya molekülü laser ışıması elde edilmiştir.



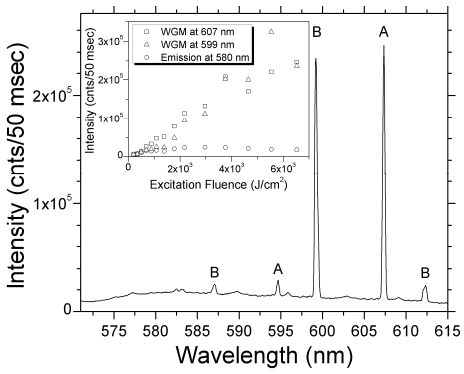
Şekil 17 (a-c) Pompa gücüne bağlı 7.8 μm çapındaki bir gliserol/su mikrodamlacığından elde edilmiş ışıma spektrumları. (a), (b), ve (c)'deki uyarı fluensleri sırasıyla 200 J/cm^2, 940 J/cm^2, ve 4950 J/cm^2'dir. Mikrodamlacığın optik mikroskop görüntüsü, çizgili olarak belirtilen çember laser uyarı alanını ifade eder. (d) 4950 J/cm^2 uyarı fluensinde toplam 1.5 sn'lik uyarıdan sonra kaydedilen spektrum.

Görünür ışığı geçiren superhidrofobik yüzeyler silika nanoparçacıkların (Degussa AG, Aeroxide LE1) lamelin üzerine 50mg/ml'lik etanol çözeltisi kullanılarak spin kaplanmasıyla elde edildi. 225 μM Rhodamine B ile katkılandırılmış 90/10 oranında su/gliserol çözeltisi ultrasonik mikrodamla üreteci yardımı ile hazırlanan yüzeyin üzerine püskürtüldü. Yüzeye konan mikrodamlacıklar küresel şekillerinde hızla buharlaşıp denge boyutlarına ulaştılar. Elde edilen küresel mikrodamlacıkların çapları birkaç mikrometre ile yaklaşık 20 mikrometre arasındaydı. Buharlaşma sonrasında mikrodamlacıkların 0.225-2.25 mM aralığında Rhodamine B içerdiği beklenmektedir. Mikrodamlacıklar Koç Üniversitesi Laser Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan bir Q-anahtarlamalı Nd:YAG laser ile 532 nm dalgaboyunda uyarıldı. Kullanılan pompa laserinin darbe tekrar oranı 1KHz ve darbe genişliği 100 ns'dir. Mikrodamlacıklar laserin 14 μm çapında bir alana odaklanması ile uyarıldılar. Yüksek nümerik açılı bir mikroskop objektifi (60x, NA=1.4) mikrodamlacıkların uyarılmasında ve mikrodamlacıklardan yayılan ışımanın toplanmasında kullanıldı. Toplanan ışımanın spektral dağılımı iki renkli bir ayna ve 1.5x yükseltici elemandan geçirildikten sonra 1/2m'lik bir monokromatör ve bir CCD kamera ile ölçüldü. Ölçümlerde 0.24 nm'lik spektral çözünürlüğe erişildi. Bir diafram kullanılarak pompa laseri 50 ms'lik uyarı zamanları dışında bloke edildi.

Şekil 17'de laser ışıması gözlenen bir gliserol/su mikrodamlacığından elde edilen değişik ışıma spektrumları gösterilmektedir. Laser ışıması gösteren modun diğer modlar ile karşılaştırıldığında doğrusal olmayan uyarı gücü bağımlılığı görülüyor. 4950 J/cm^2'lik uyarı fluensinde laser ışıması görülen fısıldayan galeri modu diğer bütün modlarınkinden daha yüksek bir genliğe erişiyor. Şekil 17(d)'de görüldüğü gibi 1.5 sn'lik uyarı sonucunda boya moleküllerinin sönmesinden dolayı laser ışıması sonlanıyor. 601 nm civarında bulunan bu fısıldayan galeri modunun uyarı fluensi ile doğrusal olamayan değişimi Şekil 18(a)'da gösterilmektedir. Bu mod için eşik fluensi 750 J/cm^2 olarak belirlenmiştir.



Şekil 18 (a) 7.8 μm çapındaki gliserol/su mikrodamlacığından elde edilen ışıma genliğinin uyarı fluensine göre grafiği. Laser ışıması gözlenen fisildayan geleri modu (601 nm), iki ayrı fısıldayan galeri modu (587 ve 592 nm) ve 580 nm'deki arkaplanı ışıması gösterilmektedir. (b) 6.9 μm çapındaki bir gliserol/su mikrodamlacığının laser ışıması gözlenen fısıldayan galeri modunun yarı maksimumdaki spektral genişliğinin uyarı fluensi ile değişimi. Laser ışıması görülen modun ve 580 nm'deki arkaplan ışımasının genliğinin uyarı fluensi ile değişimi.



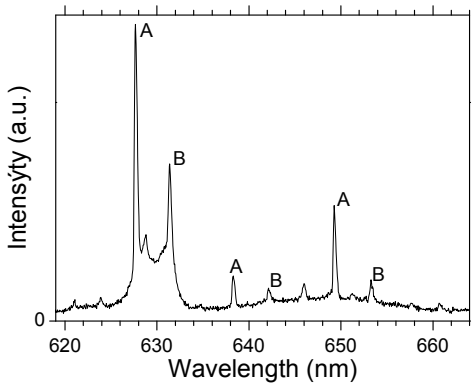
Şekil 19 599 nm ve 607 nm'de iki fısıldayan galeri modunda aynı anda laser ışıması gösteren bir gliserol/su mikrodamlacığından elde edilmiş ışıma spektrumu. Uyarı fluensi 6530 J/cm^2'dir. Küçük grafikte laser ışıması gösteren modeların ve arkaplan ışımasının uyarı fluensi ile değişimi gösterilmektedir.

Optik mikrokovuklardan laser ışıması gözlenmesinin önemli bir başka göstergesi de laser ışıması gösteren modun spektral genişliğinin pompa gücü ile azalmasıdır. Bu gözlem Şekil 18(b)'de gösterilmektedir. Son olarak, bazı mikrodamlacıklarda laser ışıması aynı anda birden fazla fısıldayan galeri modunda gözlenmiştir. Şekil 19'da iki fısıldayan galeri modunda aynı anda laser ışıması gösteren bir mikrodamlacığın ışıma spektrumu gösterilmektedir. 599 nm ve 607 nm'de görülen fısıldayan galeri modları polarizasyonları farklı olan (TE ve TM) iki farklı gruba aittirler. Bu gruplar şekilde A ve B harfleri ile gösterilmektedir.

2.1.2. Mikrodamlacık Raman Laseri Gösterimi

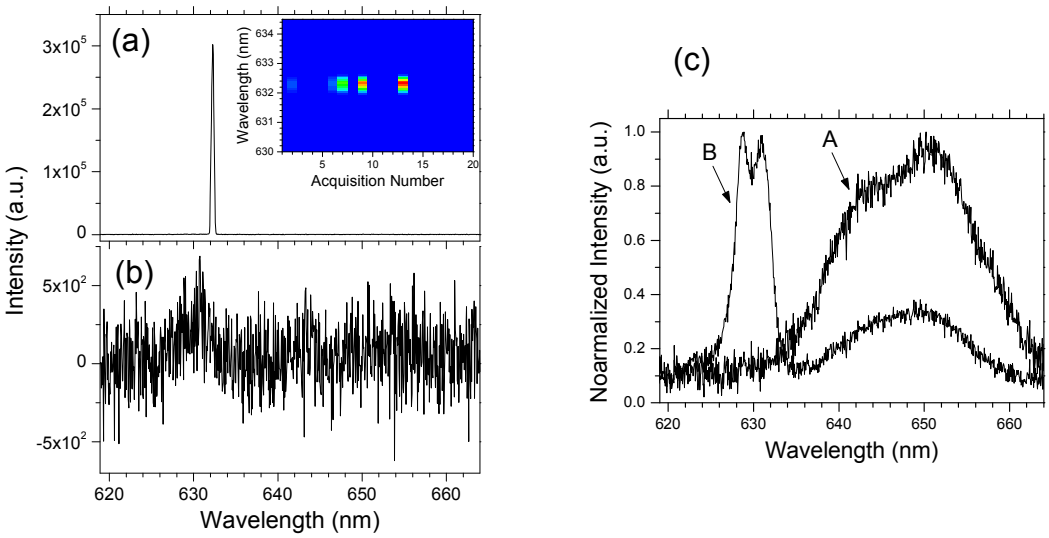
Bu çalışmamız aşağıdaki referansda yayınlanmıştır:
"Raman lasing near 630 nm from stationary glycerol-water microdroplets on a superhyrophobic surface", A. Sennaroglu, A. Kiraz, M. A. Dündar, A. Kurt, and A. L. Demirel, Opt. Lett. **32**, 2197-2199 (2007)
Bu çalışmamız ayrıca Nature Photonics dergisinin Ağustos 2007 sayısında highlight edilmiştir.

Bu çalışmamızda su tutmayan yüzey üzerinde duran gliserol/su mikrodamlacıklarında Raman laser ışıması gözlenmiştir. Deneylerde 11-15 μm çaplarında bulunan gliserol/su mikrodamlacıkları darbeli bir yeşil laser (λ=532 nm) ile uyarıldı. Değişik mikrodamlacıklarda iki değişik etki gözlendi: kovuk arttırılmış Raman saçılması (cavity enhanced Raman scattering) ve Raman laser ışıması. Raman laser ışıması gözlenen durumda laser ışıması arkaplan ışımasından 30 dB'den daha fazla bir oranla daha yüksek genlikde elde edildi. Raman laser ışımasında ısıya bağlı yanma/sönme gözlendi. Azot gazı ile mikrodamlacıkların verimli bir şekilde soğutulması sonucu yanıp/sönme zamanı 2.3 s'den 0.4 s'ye kadar indirilebildi.



Şekil 20 10.9 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan kaydedilen kovuk-arttırılmış Raman saçılma (cavity enhanced Raman scattering). spektrumu Toplam kayıt süresi 45 s'dir.

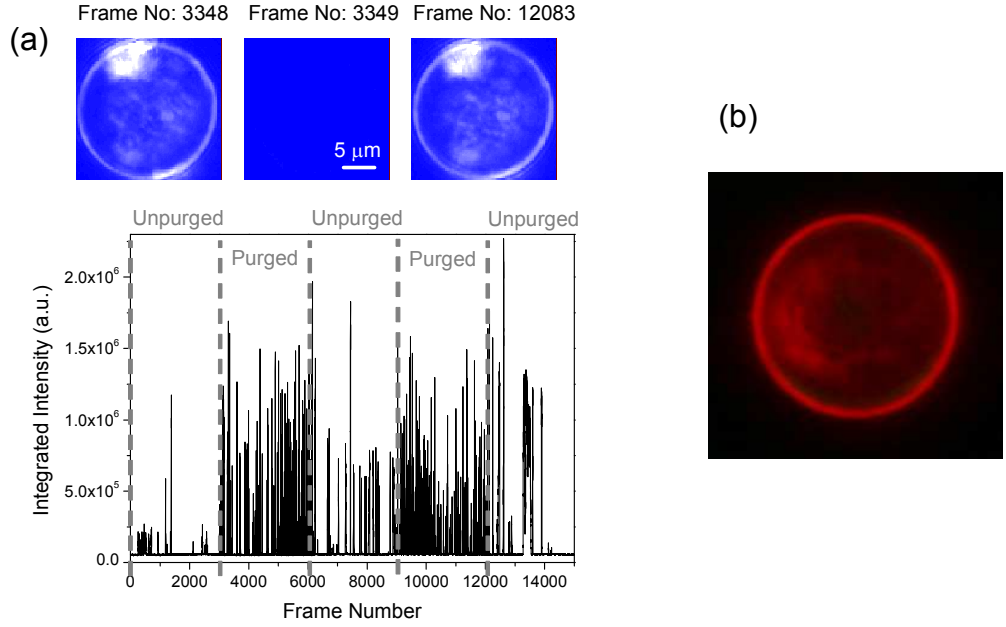
Şekil 20'de 10.9 μm çapında bir gliserol/su mikrodamlacığından elde edilen kovuk arttırılmış Raman saçılma spektrumu gösterilmektedir. Bu spektrumda mikrodamlacığın FGM'leri açıkça görülmektedir. Şekilde değişik mode kümelerine ait FGM'ler A ve B ile gösterilmektedir. Yüksek pompa laser gücü ile pompalanmasına rağmen bu mikrodamlacıkda Raman laser ışıması gözlenmemiştir. Raman laser ışımasının gözlenmemesi FGM'lerin göreceli olarak düşük olan kalite faktörlerine (Q~2000) yorulmuştur.



Şekil 21 (a) Raman laser ışımasının gözlendiği, 12.4 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan elde edilen spektrum. (b) Aynı mikrodamlacıktan Raman laser ışımasının gözlenmediği bir periyotta kaydedilen spektrum. Küçük şekil kaydedilen ardışık spektrumlardaki açma/kapama davranışını gösteriyor. (c) % 100 (A eğrisi) ve % 13 (B eğrisi) su içeren gliserol/su karışımlarının Raman spektrumları. Toplam kayıt süresi 30 s'dir.

Daha büyük çaplardaki mikrodamlacıklarda Raman laser ışıması sıkça gözlenmiştir. Şekil 21(a)'da Raman laser ışıması gösteren 12.4 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan elde edilen spektrumlar

gösterilmektedir. Ardışık kaydedilen spektrumlarda yüksek kazançlı Raman bandlarının yer aldığı 632.3 nm dalgaboyunda anlık olarak yüksek genlikteki Raman laser ışıması gözlenmiştir. Bu Raman laser ışımasının açık bir göstergesidir. Şekil 21(a)'deki ardışık spektrumlarda Raman laser ışımasında gözlenen yanıp/sönme fenomeni de gözlenmketedir.
Şekil 21(b)'de gözterilen sönme anına göre Şekil 1.1.5(a)'daki yanma durumunda Raman laser ışıması 30 dB oranında yüksek bir genliğe ulaşmıştır. Raman laser ışıması Şekil 21(c)'de B eğrisi ile gösterilen 630 nm civarında bulunan gliserol'e ait Raman bandı gözlenmiştir. Bu band A eğrisi ile gösterilen, su ile elde edilen Raman spektrumunda mevcut değildir.

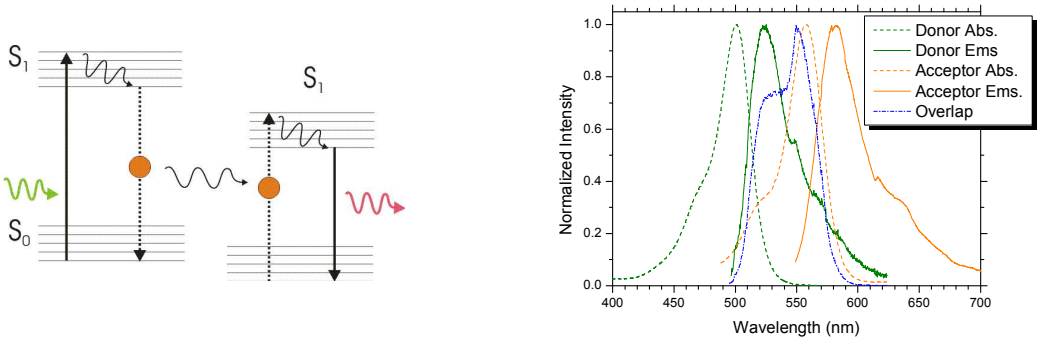


Şekil 22 (a) 21.5 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan kaydedilen zamana bağlı Raman laser ışıması genliği grafiği. 25 çerçeve/s'lik çerçeve hızı kullanılmıştır. 3348, 3349 ve 12083 numaralı çerçeveler üstte gösterilmektedir. (b) Raman laser ışıması gözlendiği bir anda bir mikrodamlacıktan kaydedilmiş gerçek renkli görüntü. Raman laser ışımasının kırmızı rengi görülebiliyor.

Yanma/sönme fenomeni Raman laser ışıması gösteren mikrodamlacıkların video görüntülerinin kaydedilmesi ile incelenmiştir. Şekil 22(a)'da Raman laser ışıması gösteren 21.5 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan kaydedilen videdan elde edilen zamana bağlı Raman laser ışıması genliği grafiği görülmektedir. Yanma/sönme fenomeni bu grafikte açık olarak görülmektedir. Bu mikrodamlacıkda azot gazı ile temizlenme sonucunda yanma/sönme zaman aralığı 2.3 s'den 0.4 s'ye düşürülmüştür. Şekil 22(b)'de ise bir başka mikrodamlacığın yanma anında kaydedilen renkli kamera görüntüsü bulunmaktadır. Bu görüntüde Raman laser ışımasının kırmızı rengi açık olarak görülmektedir.

2.1.3. Mikrodamlacıklarda Arttırılmış Enerji Transferi Gösterimi

Bu çalışmamız aşağıdaki referansda yayınlanmıştır:
"Enhanced energy transfer in single glycerol/water microdroplets standing on a superhydrophobic surface", A. Kiraz, S. Doğanay, A. Kurt, and A. L. Demirel, Chem. Phys. Lett. 444, 181-185 (2007).

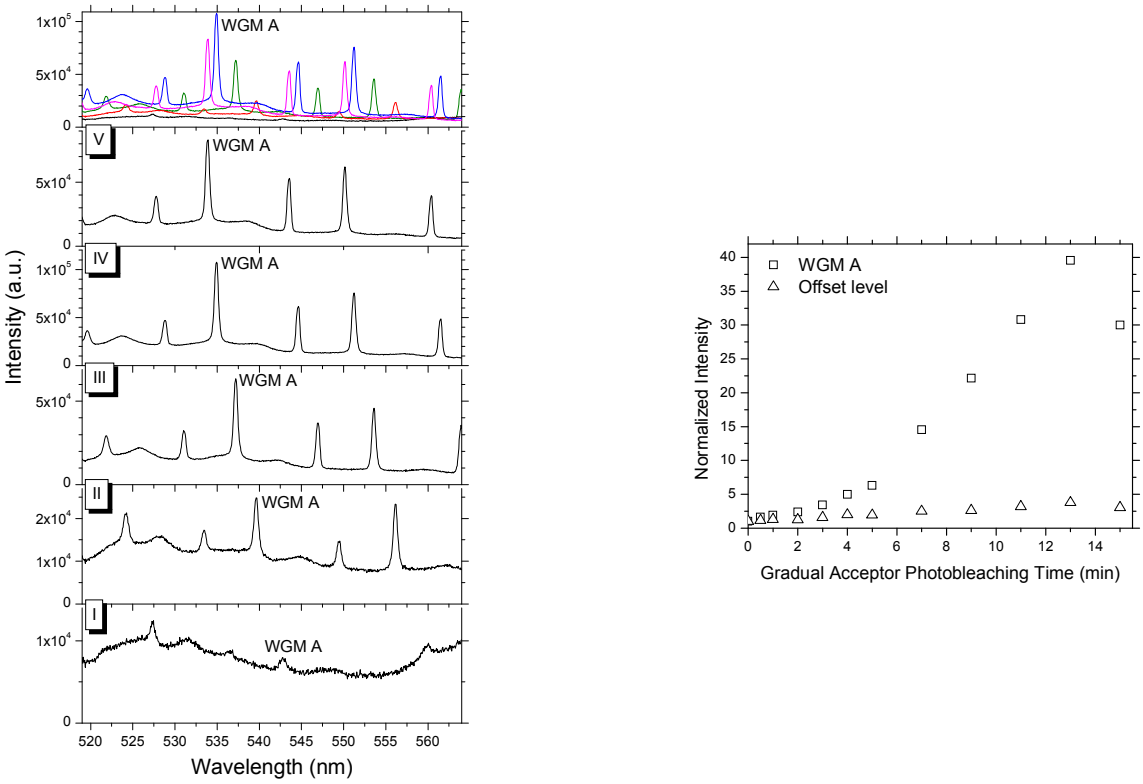


Şekil 23 (a) Förster rezonans enerji transferi (FRET) mekanizması. (b) Çalışmalarımızda kullanılan donor ve akseptör moleküllerinin normalize edilmiş soğurma ve ışıma spektrumları ile overlap fonksiyonu.

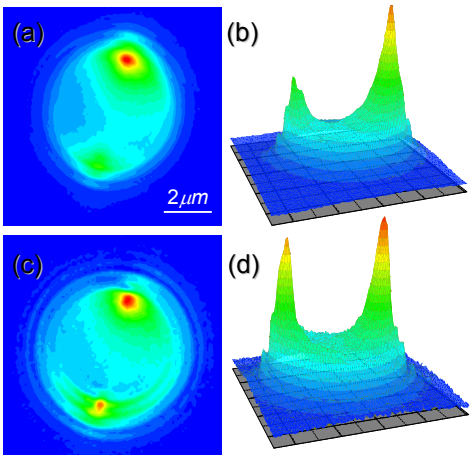
Birbirlerine yakın mesafelerde (<λ/10) duran donor ve akseptör molekülleri arasında enerji transferi gerçekleştirilebilir (Şekil 23(a)). Förster rezonans enerji transferi (FRET) olarak adlandırılan bu enerji transferinin gerşekleşmesi şu koşullara bağlıdır: (i) Molekülerin dipol yönelimlerinin uyumlu olması, (ii) aralarındaki mesafenin küçük (<λ/10) olması ve (iii) donor molekülünün yayılım spektrumu ile akseptör molekülünün soğurma spektrumu arasında spektral bir örtüşmenin bulunması. FRET fenomeni moleküller arası hassas mesafe ölçmekte ve organik LED ile laserlerin geliştirilmesinde önemli uygulamalar bulmaktadır.

Donor ve akseptör moleküllerinin arasındaki enerji transferi optik mikrokovuk mod'ları ile önemli bir ölçüde arttırılabilir. Seçilen optik mikrokovuğa göre iki molekül arasında Förster tipi, ışımaya dayanmayan (nonradiative) enerji transferi arttırılabilir veya ışımaya dayanan (radiative) enerji transferi gerçekleştirilebilir. Literatürde bu iki tür gözlem de gerçekleştirilmiştir. Deneylerimizde gliserol/su mikrodamlacıklarının içinde bulunan donor ve akseptör molekülleri arasındaki enerji transferi ölçülmüştür. Optik mikrokovuk mod'larının bulunduğu dalgaboylarında arttırılmış ışımaya dayanan (radiative) enerji transferi olduğu gözlenmiştir. Çalışmnalarımızda kullandığımız donor (Atto 488) ve akseptör (Rhodamine B) moleküllerinin normalize edilmiş soğurma ve ışıma spektrumları Şekil 23(b)'de gösterilmektedir. Donor moleküllerinin ışıma spektrumu ile akseptör moleküllerinin soğurma spektrumu arasındaki örtüşme (overlap) fonksiyonu da Şekil 23(b)'de gösterilmektedir.

Deneylerimizde enerji transferinin varlığını kanıtlamak için "kademeli akseptör söndürülmesi" (gradual acceptor photobleaching) tekniği kullanılmıştır. Bu teknikte örnek yalnızca akseptör molekülleri tarafından soğurulan bir laser ile (λ=532 nm) belli aralıklar ile uyarılır. Bu uyarılma sonucu akseptör moleküllerinin söndürülmesi sağlanır. Akseptör moleküllerinin söndürülmesi sonucunda donor moleküllerinin ışımasında kademeli olarak bir artış gözlenir. Bu artış enerji transferinin şüphe götürmeyen bir kanıtı olmaktadır. Şekil 24(a)'da kademeli akseptör söndürülmesi ile elde edilen donor molekül ışıma spektrumları bulunmaktadır. Bu spektrumlarda enerji transferinin bir sonucu olarak donor molekül ışımasının kademeli olarak arttığı gözlenmektedir.



Şekil 24 (a) Kademeli akseptör söndürülmesi tekniği ile 5 μm çapındakji bir gliserol/su mikrodamlacığından elde edilen ışıma spektrumları. I–II, II–III, III–IV, ve IV–V numaralı spektrumlar arasında söndürme zamanları sırasıyla 5, 4, 4, ve 2 dakikadır. (b) Fısıldayan galeri mod alanı ve ofset seviyesinin kademeli akseptör söndürülme zamanı ile değişimi. Değerler deney başında 1'e normalize edilmiştir. Deney sonunda fısıldayan galeri mod alanı 40'a ulaştığında ofset seviyesi 4 seviyesine çıkmıştır. Bu rezonan dalgaboylarında 10 kat daha fazla enerji transferini gösterir.



Şekil 25 6 μm çapındaki bir mikrodamlacıktan alınan ışıma mikroskopi görüntüleri. (a,b) Donor filtresi ile alınan görüntü laser uyarı noktasında büyük çapa göre simetrik noktada küçük bir tepe görülmektedir. (c,d) Akseptör görüntüsünde iki tepe arasındaki simetrinin arttığı gözleniyor. Bu arttırılmış enerji transferinin radyatif doğasına işaret eder.

Arttırılmış enerji transferi mikrodamlacıkların fısıldayan galeri modları (whispering gallery modes) ile rezonansda bulunan donor molekülü ışımasının rezonans olmayan ışıma ile karşılaştırılması ile açığa çıkar. Şekil 24(b)'de akseptör söndürülmesi ile bir fısıldayan galeri modunda (FGM) elde edilen artış ile rezonansta olmayan arkaplan ışımasındaki artış karşılaştırılmaktadır. 15 dakikalık akseptör

söndürülmesi sonucunda FGM'undaki artışın arkaplan ışımasındaki artışa göre yaklaşık 10 kat daha fazla olduğu görülmektedir. Bu FGM'lerde arttırılmış enerji transferinin kanıtıdır.

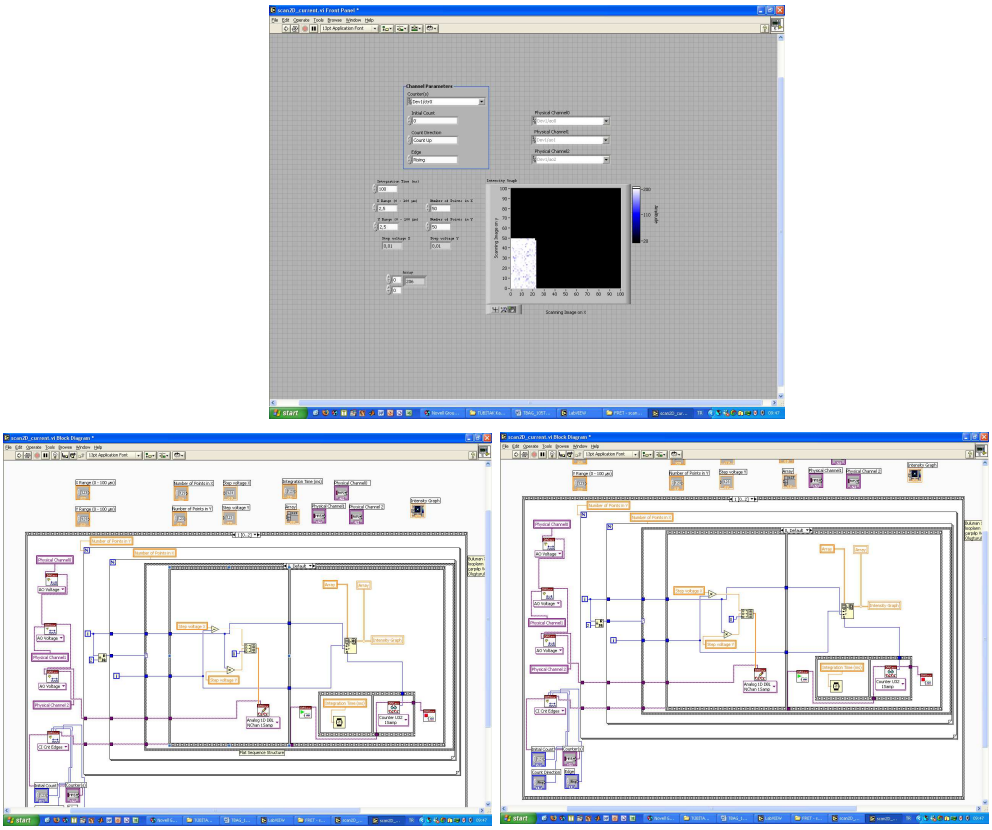
FGM'ler tarafından arttırılan enerji transferinin radyatif doğası mirodamlacıkların donor ve akseptör görüntülerinde açığa çıkar. Şekil 25'de bir mikrodamlacıkdan alınan donor ve akseptör görüntüleri gösterilmektedir. Donor görüntüsü laserin uyarma noktasında yoğunlaşmıştır. Mikrodamlacık içinde odaklanmadan dolayı uyarılma noktasına çapa göre simetrik noktada düşük genlikli bir tepe görülmektedir. Akseptör görüntüsünde çapa göre simetrik noktada bulunan tepe noktasında artıştan dolayı daha yüksek simetri gözlenmektedir. Bu artan simetri donor ile akseptör molekülleri arasında meydana gelen enerji transferinin radyatif dopasına işaret eder. Donor moleküllerinin ışıması radyatif olarak FGM'lere bağlaşırlar. FGM'lerdeki bu ışıma da akseptör molekülleri tarafından verimli bir şekilde soğurulur. Sonuç olarak uzun menzilli, radyatif bir enerji transferi elde edilir.

3. Eşodaklı Görüntüleme ve Işıma Korrelasyon Spektroskopisi Deneyleri

3.1. Işıma Korrelasyon Spektroskopisi ve Eşodaklı Görüntüleme için Geliştirilen Labview Programları

3.1.1. Eşodaklı Görüntüleme için Geliştirilen Labview Programı

Eşodaklı görüntüleme için geliştirilen Labview programı Şekil 26'da gösterilmektedir. Bu programda piezoelektrik tarayıcının üç boyutta hareketini kontrol eden üç kanala veri toplama kartının analog çıkışlarından 0-10 V arasında bir voltaj verilir. Bu voltaj piezoelektrik tarayıcının yükselticisi tarafından yükseltilerek piezoelektrik tarayıcıda her boyutta 0-100 μm'lik harekete yol açar. Program ile örnek üzerinde taranacak alan ve taramada x ve y yönlerinde atılacak adım sayısı belirlenir. Daha sonra program örnek alanında adım adım tarama yapar ve her pikselde belli bir zaman boyunca tek foton sayıcıdan algılanan fotonları sayar. Sonunda her pikselde sayılan fotonların görüntülenmesi ile eşodaklı görüntü elde edilecektir.

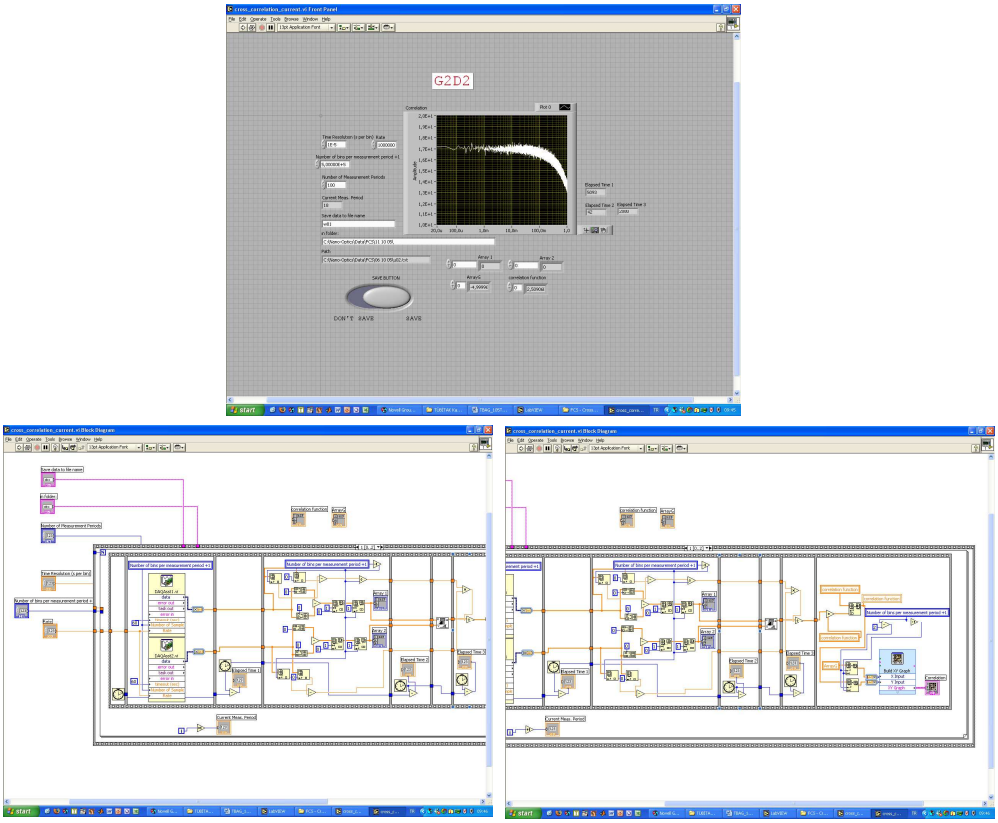


Şekil 26 Eşodaklı görüntüleme deneyleri için geliştirilen Labview programı.

3.1.2. Işıma Korrelasyon Spektroskopisi için Geliştirilen Labview Programı

Işıma korrelasyon spektroskopisi için geliştirilen Labview programı Şekil 27'de gösterilmektedir. Bu programda iki kanaldan gelen TTL darbeleri belli bir süre boyunca dışarıdan tetiklemeli olarak sayılır. Dışarıdan tetikleme için birkaç yüz KHz frekansında kare dalga üreten bir fonksiyon üreteci kullanılabilir. Daha sonra iki algılayıcıdan kaydedilen foton geliş zamanlarının çapraz korrelasyon fonksiyonu hesaplanır. Bu işlem istenilen yükseklikte sinyal/gürültü oranına ulaşıncaya kadar tekrarlanır. Bu programda zaman çözünürlüğü dışarıdan tetikleme için uygulanan darbe üreteci ile

belirlenir. Hedeflediğimiz ışıma korrelasyon spektroskopisi deneylerinde 10μs mertebesinde zaman çözünürlüğü yeterli olacaktır.

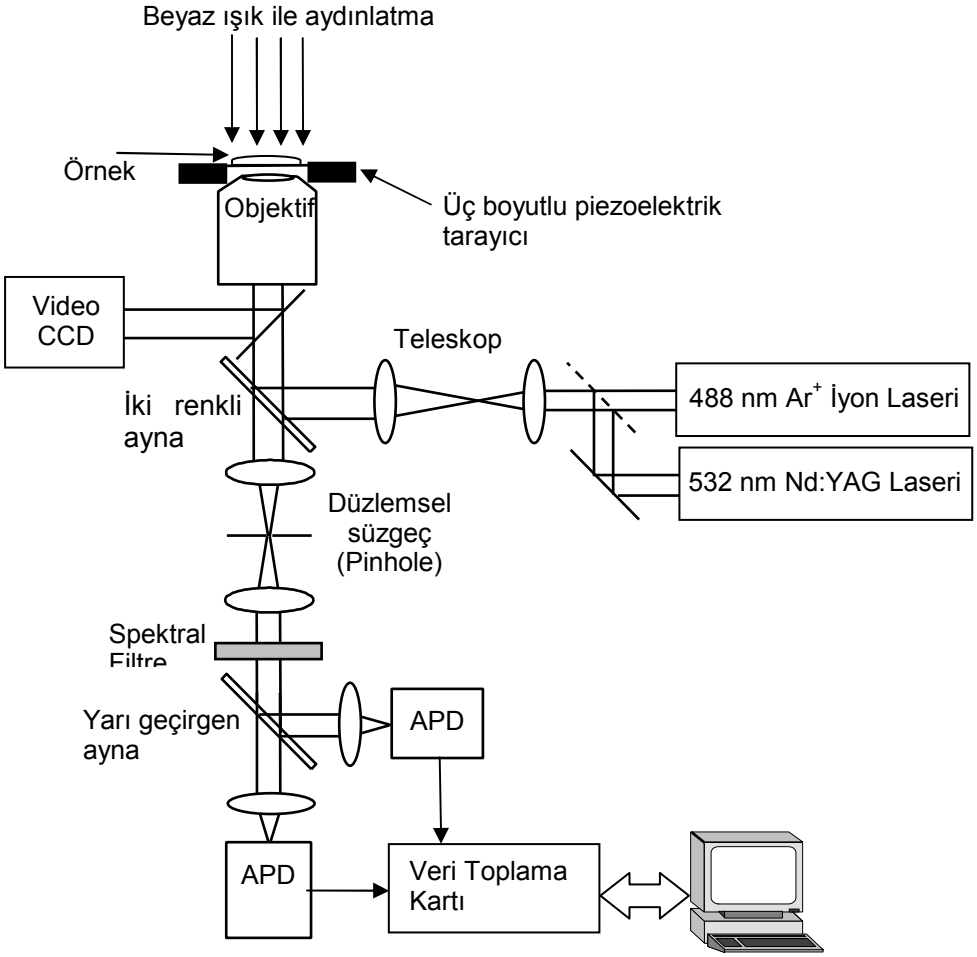


Şekil 27 Işıma korrelasyon spektroskopisi deneyleri için geliştirilen Labview programı.

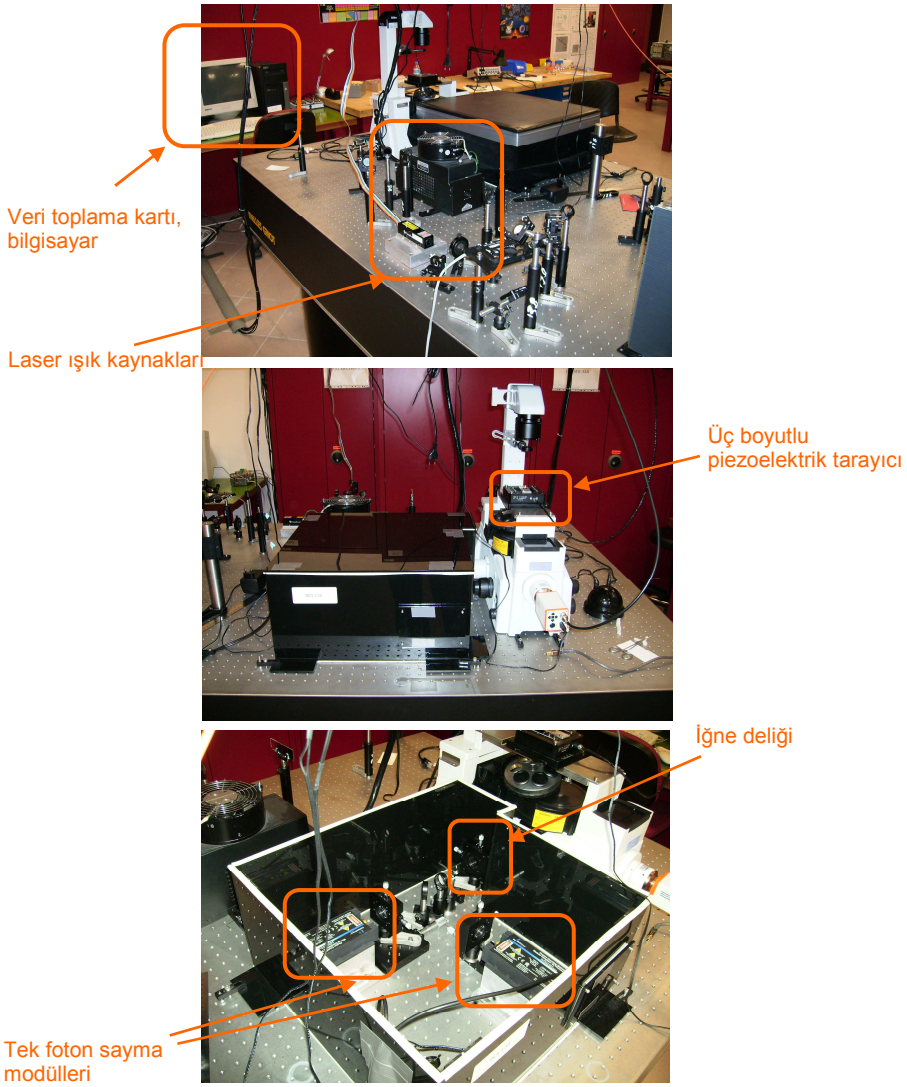
3.2. Kurulan Eşodaklı Mikroskobun Tanıtımı

Işıma korelasyon spektroskopisi ve eşodaklı görüntüleme deneyleri için kurulan eşodaklı mikroskobun şeması Şekil 28'de gösterilmektedir. Bu şemayı temel alınarak kurulan mikroskopumuzun fotoğrafları ise Şekil 29'da gösterilmektedir.

Eşodaklı mikroskobumuzda ters geometrili bir mikroskop gövdesi kullanılmıştır. Örneğin taraması için kullanılan üç boyutlu piezoelektrik tarayıcı kendi tasarımımız olan bir paslanmaz çelik levha ve şaryo sistemi ile mikroskop gövdesine monte edilmiştir. Mikroskopta algılama bir yarı geçirgen aynanın iki çıkışında bulunan iki tek foton sayma modülü ile yapılmaktadır. Işın yolunda yarı geçirgen aynadan önce bir iğne deliği bulunmaktadır. Tek foton sayma modüllerinin yüksek ışık hassasiyetinden dolayı algılama üniteleri siyah pleksiglas bir kutunun içine monte edilmiş, karanlık ortamın temini sağlanmıştır.



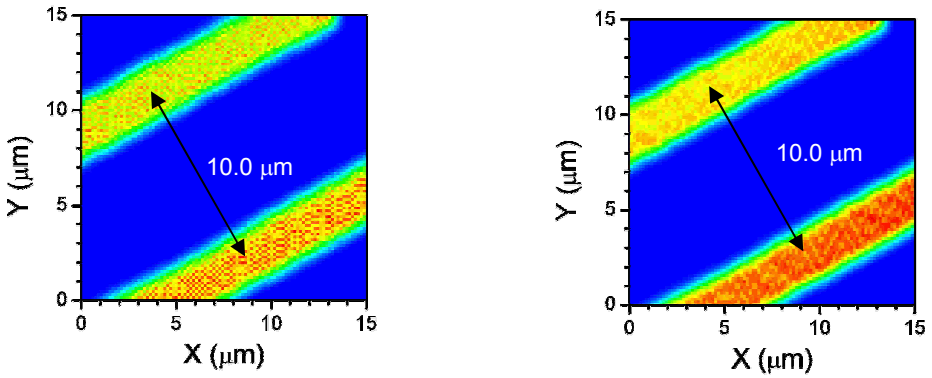
Şekil 28 Işıma korrelasyon spektroskopisi ve eşodaklı görüntüleme deneylerinde kullanılacak yüksek çözünürlüklü eşodaklı mikroskop şeması.



Şekil 29 Laboratuvarımızda kurulumu tamamlanan, ışıma korrelasyon spektroskopisi ve eşodaklı görüntüleme deneylerinde kullanılan yüksek çözünürlüklü eşodaklı mikroskop.

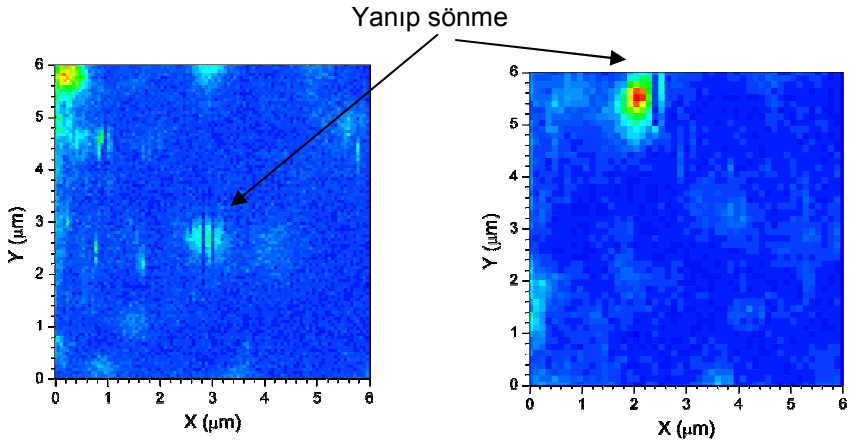
3.2.1. Tek Molekül Görüntüleme Kalibrasyon Deneyleri

Kurulan eşodaklı mikroskop ile yansıma modunda yapılan kalibrasyon ölçümlerinin sonuçları Şekil 30'da gösterilmektedir. Bu şekilde 10 μm'lik aralıklara sahip çizgiler içeren bir kalibrasyon örneğinden alınan görüntüler gösterilmektedir. Görüntülerdeki piksel sayısı 100x100 piksel ve her piksel başına bekleme zamanı (integration time) 10 ms (sol) ve 25 ms (sağ)'dir. Çizgiler arası mesafe düzeneğimizde 10.0 μm olarak ölçülmüştür, bu kalibrasyon örneğindeki çizgiler arası mesafeye denk gelir. 10 ms ve 25 ms bekleme zamanıyla alınan ölçümlerde görüntünün korunması, kullanılan pizeoelektrik tarayıcının 10 ms bekleme zamanıyla çalışacak kadar hızlı olduğunu göstermektedir. Bu hız görüntünün alınması için geçen toplam bekleme süresinin kısalığı için önemlidir.



Şekil 30 Eşodaklı mikroskop ile yansıma modunda alınan kalibrasyon görüntüleri. Görüntülerdeki çizgiler arası aralık 10 μm'dir. Her pikseldeki bekleme zamanı (integration time) 10ms (sol) ve 25ms (sağ)'dir.

Şekil 31'de eşodaklı mikroskop ile ışıma modunda Rhodamine B katkılı PMMA ince filminden aldığımız kalibrasyon görüntüleri bulunmaktadır. Elde edilen görüntülerde aydınlık noktalar ışıyan Rhodamine B moleküllerini göstermektedir. Görüntüleride bazı parlak noktalarda karanlık çizgiler bulunmaktadır. Bu karanlık çizgiler tek moleküllerde rastlanan yanıp sönme olayından kaynaklanmaktadır. Karanlık çizgilerin gözlenmesi tek molekül gözleminin bir göstergesidir.



Şekil 31 Eşodaklı mikroskop ile ışıma modunda Rhodamine B katkılı PMMA ince filminden alınan kalibrasyon görüntüleri. Görüntüler 100x100 piksel (sol) ve 50x50 piksel (sağ) içermektedir. Her iki görüntüde de piksel başına bekleme zamanı 25 ms'dir.

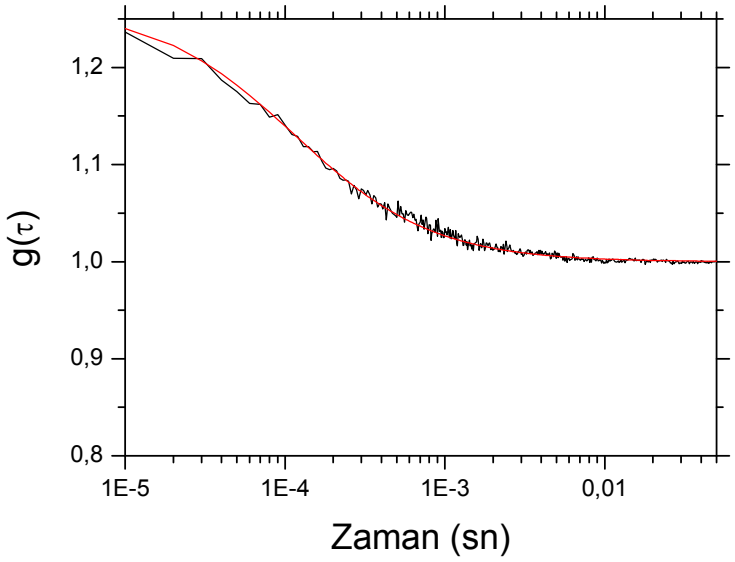
3.2.2. Işıma Korrelasyon Spektroskopisi Kalibrasyon Deneyleri

Eşodaklı mikroskop kullanılarak ışıma korelasyon spektroskopisi kalibrasyon deneyleri gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerde aşırı seyreltik (~20 nM) sulu Rhodamine B çözeltisi kullanılmıştır. 10 μsn'lik zamansal çözünürlükte gerçekleştirilen deneylerde elde edilen örnek bir eğri Şekil 32'de siyah renk ile gösterilmektedir. Bu eğriye yapılan en yakın yaklaşım eğrisi kırmızı ile gösterilmektedir. En yakın yaklaşım eğrisinin hesaplanmasında aşağıdaki formül kullanılmıştır:

$$g(\tau) = 1 + \frac{1}{\overline{N}}\left(1 + \frac{t}{\tau_D}\right)^{-1}\left(1 + \frac{t}{\omega^2 \tau_D}\right)^{-1/2} \qquad (1)$$

Bu eşitlikte $\overline{N}$ uyarıcı laser hacminde belli bir zamanda bulunan ortalama molekül sayısını, τ_D difüzyon zamanını ifade eder. $\omega = \omega_z / \omega_{xy}$ uyarıcı laserin düzlemsel ve z yönündeki boyutlarının oranınıdır. Işıyan moleküllerin moleküler difüzyon sabiti D ve difüzyon zamanı τ_D, $\tau_D = \omega_{xy}^2 / 4D$

denklemi ile ilişkilendirilmektedir. En yakın yaklaşım erisinden elde edilen parametreler şöyledir: $\overline{N} = 3.83$, $\tau_D = 114.83 \mu sn$, ve $\omega^2 = 21.56$. Literatürde oda sıcaklığında suyun içinde Rhodamine B moleküllerinin difüzyon sabitini $D = 3.6 \cdot 10^{-6} cm^2 sn^{-1}$ olarak rapor edilmiştir [9]. Bu değer deneysel veriler ile karşılaştırıldığında uyarıcı laserin düzlemsel ve z yönündeki boyutarı $\omega_{xy} = 407 nm$ ve $\omega_z = 1.89 \mu m$ olarak buunur. Bu değerler kullanılan 532 nm'deki uyarıcı laserin beklenen odak özellikleri ile uyumludur.



Şekil 32 Yüksek derecede seyreltilmiş Rhodamine B molekülünün su çözeltisi kullanılarak elde edilen ışıma karrelasyon spektroskopisi verisi. Uyarı için 532 nm'de ışıyan Nd:YAG laseri kullanılmıştır.

4. Sonuç

Proje kapsamında optik spektroskopi yöntemiyle su tutmayan yüzey üzerinde duran su/gliserol mikrodamlacıkları incelendi, ve kurulan bir eşodaklı mikroskop ile eşodaklı görüntüleme ve ışıma korrelasyon spektroskopisi kalibrasyon deneyleri gerçekleştirildi. Mikrodamlacıklar ile yapılan çalışmalarda yeni spektral tarama yöntemleri ve yeni organik ışık kaynakları kavramlarının geliştirilmesi konularında uluslararası alanda özgün fotonik uygulamalar geliştirildi. Buharlaşma/yoğunlaşma dinamiği, odaklanmış bir laser ile lokal ısıtma ve elektroıslatma yöntemleri ile mikrodamlacıkların geniş spektral pencerelerde taranması gösterildi. Bunun yanında mikrodamlacıklar kullanılarak boya laseri, Raman laseri, ve arttırılmış enerji transferi gösterimleri gerçekleştirildi. Eşodaklı görüntüleme deneylerinde polimer ince filmde bulunan tek boya molekülleri görüntülendi. Işıma korrelasyon spektroskopisi ile de su içindeki boya moleküllerinin yayınım sabiti ölçüldü.

Mikrodamlacıklar üzerinde yaptığımız çalışmaların ileride mikrodamlacık temelli optik haberleşme birimlerine esin kaynağı olma potansiyeli vardır. Bunun yanında geliştirdiğimiz teknikler kovuk elektrodinamiği ve sıvı damlaların incelenmesi konularındaki temel araştırmalarda kullanılabilir.

Referanslar

1. Erbil H. Y., Demirel A. L., Avci Y., Mert O., Transformation of a Simple Plastic into a Superhydrophobic Surface, *Science*, Vol. 299, pp. 1377-1380 (2003).
2. Vahala K. J., Optical Microcavities*, Nature (London)*, Vol. 424, 839 (2003).
3. H. Tu and A. K. Ray, Measurement of Activity Coefficients from Unsteady State Evaporation and Growth of Microdroplets, *Chem. Eng. Comm.*, Vol. 192, 474–498 (2005).
4. A. K. Ray, R. D. Johnson, and A. Souyri, Dynamic Behavior of Single Glycerol Droplets in Humid Air Streams, *Langmuir*, Vol. 5, 133–140 (1989).
5. H.B. Lin, J.D. Eversole, and A.J. Campillo, Spectral properties of lasing microdroplets, *J. Opt. Soc. Am. B*, Vol. 9, 43 (1992).
6. S.-X. Qian, J.B. Snow, H.M. Tzeng, and R. K. Chang, Lasing Droplets: Highlighting the Liquid-Air Interface by Laser Emisison, *Science*, Vol. 231, 486 (1986).
7. H.-M. Tzeng, K.F. Wall, M.B. Long, and R. K. Chang, Laser emission from individual droplets at wavelengths corresponding to morphology-dependent resonances, *Optics Letters*, Vol. 9 (11), 499 (1984).
8. H. Azzouz, L. Alkhafadiji, S. Balslev, J. Johansson, N. A. Mortensen, S. Nilsson, and A. Kristensen, Levitated droplet dye laser, Optics Express, Vol. 14 (10), 4374 (2006).
9. S. Abdul Rani, B. Pitts, and P. S. Stewart, *Rapid Diffusion of Fluorescent Tracers into Staphylococcus epidermidis Biofilms Visualized by Time Lapse Microscopy*, *Antimicrobial Agents and Chemoterapy*, Vol. 49, pp. 728–732 (2005)

TÜBİTAK PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje No: 105T500

Proje Başlığı: Kimyasal, Biyolojik ve Fotonik Uygulamalarında Yüksek Çözünürlükte Floresans Mikroskopi Yöntemleri

Proje Yürütücüsü ve Araştırmacılar: Yrd. Doç. Dr. Alper Kiraz (Yürütücü)

Araştırmacılar: Adnan Kurt, Prof. Dr. İskender Yılgör, Doç. Dr. Levet Demirel, Yrd. Doç. Dr. İ. Halil Kavaklı, Emel Yılgör

Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi: Koç Üniversitesi, Fizik Bölümü,

Rumelifeneri Yolu, Satıyer, 34450, İstanbul

Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi: Destekleyen kuruluş yoktur.

Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: 01/05/2006 – 01/07/2008

Öz (en çok 70 kelime)

Bu projede su tutmayan yüzey üzerinde duran su/gliserol mikrodamlacıkları ile yeni fotonik uygulamalar geliştirildi ve kurulan bir eşodaklı mikroskop ile eşodaklı görüntüleme ve ışıma korrelasyon spektroskopisi kalibrasyon deneyleri yapıldı. Mikrodamlacıklar ile gerçekleştirilen özgün çalışmalarda yeni spektral tarama yöntemleri gösterildi ve yeni organik ışık kaynağı kavramları geliştirildi. Gerçekleştirilen eşodaklı görüntüleme deneylerinde polimer bir ince filmde bulunan tek boya molekülleri gözlendi. Ayrıca suda yüzen boya molekülleri kullanılarak ışıma korrelasyon spektroskopisi deneyleri gerçekleştirildi.

Anahtar Kelimeler:

Optik mikrokovuk, mikrodamlacık, su tutmayan yüzey, eşodaklı mikroskop, boya molekülü, ışıma korelasyon spektroskopisi

Projeden Yapılan Yayınlar:

Tezler:

No	Yayın Bilgileri
T1	Dündar M. A., *Introducing a novel optical microcavity: A glycerol/water microdroplet on a superhydrophobic surface,* (Yüksek Lisans Tezi), Koç University, Fizik Bölümü, Ağustos 2007.

Uluslararası Dergilerde Yapılan Yayınlar: Yayınların kopyaları ektedir.

No	Indeks	Yayın Bilgileri
Y1	SCI	Kiraz A., Karadağ Y., Muradoğlu M., *Large Spectral Tuning of a Water/Glycerol Microdroplet by a Focused Laser: Characterization and Modeling, Phys. Chem. Chem. Phys.,* değerlendirme aşamasında (2008).
Y2	SCI	Kiraz A., Karadağ Y., Coskun A. F., *Spectral tuning of liquid microdroplets standing on a superhydrophobic surface using electrowetting, Appl. Phys.*

		Lett., Vol. 92, 191104 (2008).
Y3	**SCI**	Kiraz A., Yavuz S. Ç., Karadağ Y., Kurt A., Sennaroglu A., Çankaya H., *Large spectral tuning of liquid microdroplets standing on a superhydrophobic surface using optical scattering force*, *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 91, 231102 (2007).
Y4	**SCI**	Kiraz A., Sennaroglu A., Doğanay S., Dündar M. A., Kurt A., Kalaycıoğlu H., Demirel A. L., *Lasing from single, stationary, dye-doped glycerol/water microdroplets located on a superhydrophobic surface,* Opt. Commun. Vol. 276, 145-148 (2007).
Y5	**SCI**	Kiraz A., Kurt A., Dündar M. A., Yüce M. Y., Demirel A. L., *Volume stabilization of single, dye-doped water microdroplets with femtoliter resolution,* J. Opt. Soc. Am. B, Vol. 24, 1824-1828 (2007).
Y6	**SCI**	Kiraz A., Doğanay S., Kurt A., Demirel A. L., *Enhanced energy transfer in single glycerol/water microdroplets standing on a superhydrophobic surface,* Chem. Phys. Lett., Vol. 444, 181-185 (2007).
Y7	**SCI**	Sennaroglu A., Kiraz A., Dündar M. A., Kurt A., Demirel A. L., *Raman lasing near 630 nm from stationary glycerol-water microdroplets on a superhyrophobic surface,* Opt. Lett. Vol. 32, 2197-2199 (2007).
Y8	**INSPEC**	Kiraz A., Dündar M. A., Demirel A. L., Doğanay S., Kurt A., Sennaroglu A., M. Y. Yüce, *Single glycerol/water microdroplets standing on a superhydrophobic surface: Optical microcavities promising original applications, J. Nanophoton. Vol. 1, 011655 (2007).*
Y9	**SCI**	Kiraz A., Kurt A., Dündar M. A., Demirel A. L., *Simple largely tunable optical microcavity*, *Appl. Phys. Lett., Vol. 89 , 081118 (2006).*

Sunulan Bildiriler: Bildiri özetleri ektedir. Sunum tipleri uluslararası (UA) ve ulusal (U) olarak belirtilmiştir.

No	**Sunum Tipi**	**Yayın Bilgileri**
S1	UA	(POSTER SUNUMU) Kiraz A., Doğanay S., Kurt A., Demirel A. L., *Enhanced radiative energy transfer in single glycerol/water microdroplets on a superhydrophobic surface*, *Conference on Lasers and Electro-Optics (CLEO), Mayıs 2008, San Jose, ABD.*
S2	UA	*(POSTER SUNUMU)* Kiraz A., Yavuz S. Ç ., Karadağ Y., Kurt A., Sennaroglu A., Çankaya H., *Large spectral tuning of liquid microdroplets using the optical scattering force,* Conference on Lasers and Electro-Optics (CLEO), Mayıs 2008, San Jose, ABD.
S3	UA	(POSTER SUNUMU) Kiraz A., Kurt A., Dündar M. A., Demirel A. L., *Single water microdroplets resting on a superhydrophobic surface: Largely tunable optical microcavities,* Quantum Electronics and Laser Science Conference, Mayıs 2007 (QELS 2007), Baltimore, Maryland, USA.
S4	UA	(POSTER SUNUMU) Kiraz A., Sennaroglu A., Doğanay S., Dündar M. A., Kurt A., H. Kalaycıoğlu, Demirel A. L., *Lasing from single, stationary, dye-doped glycerol/water microdroplets located on a superhydrophobic surface,* International Quantum Electronics Conference, Haziran 2007 (IQEC 2007), Munich, Germany.
S5	UA	(DAVETLİ SUNUM) Kiraz A., Demirel A. L., Doğanay S., Dündar M. A., Kurt A., A. Sennaroğlu, Yüce M. Y.*, Single glycerol/water microdroplets standing on a superhydrophobic surface: Optical microcavities promising original applications,* NanoTR-III, Nanobilim ve Nanoteknoloji Konferansı, Haziran 2007, Bilkent University, Ankara.

S6	UA	(DAVETLİ SUNUM) Kiraz A., Dündar M. A., Demirel A. L., Doğanay S., Kurt A., Sennaroglu A., Yüce M. Y., *Glycerol/Water Microdroplets on a Superhydrophobic Surface: Optical Microcavities Promising Original Applications,* 5th International Student Conference of the Balkan Physical Union, ISCBPU-5, Ağustos, 2007, Bodrum.
S7	U	(DAVETLİ SUNUM) Kiraz A., Dündar M. A., Demirel A. L., Doğanay S., Kurt A., A. Sennaroğlu, Yüce M. Y., *Su tutmayan yüzey üzerinde duran mikrodamlacıklar ile fotonik alanında uygulamalar,* 9. Ulusal Optik, Elektro-Optik ve Fotonik Çalışma Toplantısı, Eylül 2007, ASELSAN, Ankara.
S8	U	(SÖZLÜ SUNUM) Kiraz A., Demirel A. L., Doğanay S., Dündar M. A., Kurt A., Sennaroğlu A., *Su tutmayan yüzey üzerinde duran gliserol/su mikrodamlacıkları kullanılarak özgün optik mikrokovuk uygulamaları,* Türkiye Bilimler Akademisi Üstün Başarılı Genç Bilim İnsanlarını Ödüllendirme Programı (TÜBA-GEBİP) Koç Üniversitesi Toplantısı, Eylül 2007, Koç Universitesi, Istanbul.
S9	UA	(POSTER SUNUMU) Yorulmaz M., Kiraz A., Demirel A. L., *"Single Molecule Imaging to Analyze Diffusion and Dipole Orientation,* PhOREMOST "ADVANCES IN NANOPHOTONICS' Workshop, Eylül 2007, İstanbul.
S10	UA	(POSTER SUNUMU) Yavuz S. Ç., Kiraz A., Demirel A. L., Doğanay S., Dündar M. A., Kurt A., Sennaroğlu A., Yüce M. Y., *Glycerol/water microdroplets on a superhydrophobic surface: Optical microcavities promising original applications,* PhOREMOST "ADVANCES IN NANOPHOTONICS' Workshop, Eylül 2007, İstanbul.
S11	U	(POSTER SUNUMU) M. Yorulmaz, Kiraz A., Demirel A. L., *Tek Molekül Görüntülemesi Yöntemi ile Moleküllerin Yayınımı ve Dipol Yönelimlerinin İncelenmesi,* 9. Ulusal Optik, Elektro-Optik ve Fotonik Çalışma Toplantısı, Eylül 2007, Ankara.
S12	UA	(SÖZLÜ SUNUM) Kiraz A., *Applications of high resolution fluorescence microscopy in photonics, and polymer science,* Israeli-Turkish Workshop on Nano Photonics, Mart 2007, Ramat-Gan, İsrail.
S13	UA	(SÖZLÜ SUNUM) Kiraz A., Kurt A., Demirel A. L., Dündar M. A., *An Indiviaual Water Microdroplet Standing on a Superhydrophobic Surface as a Largely-Tunable Optical Microcavity*, 12th International Workshop on 'Single Molecule Spectroscopy and Ultra Sensitive Analysis in the Life Sciences', Eylül , 2006, Berlin.
S14	U	(SÖZLÜ SUNUM) Kiraz A., Kurt A., Dündar M. A., Doğanay S., Turgut Ş., Demirel A. L., *Yüksek Çözünürlüklü Işıma Mikroskopisi Uygulamları: Optik Spektroskopi, Geniş Alanda Görüntüleme ve Eşodaklı Görüntüleme,* Türkiye Bilimler Akademisi Üstün Başarılı Genç Bilim İnsanlarını Ödüllendirme Programı (TÜBA-GEBİP) Atatürk Üniversitesi Toplantısı, Eylül , 2006, Erzurum.