

KABUL VE ONAY SAYFASI

Nadir KAPLAN tarafından hazırlanan “**Ni/AI İNCE FİLMLERİN ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU VE OPTİMİZASYONU**” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 20 Aralık 2024 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman

Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR
Balıkesir Üniversitesi

Üye

Prof. Dr. Hilal KURU
Balıkesir Üniversitesi

Üye

Prof. Dr. Aslan Deniz KARAOĞLAN
Balıkesir Üniversitesi

Üye

Prof. Dr. Ali KARPUZ
Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi

Üye

Dr. Öğretim Üyesi Turgut ŞAHİN
Gelişim Üniversitesi



Jüri üyeleri tarafından kabul edilmiş olan bu tez Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca onanmıştır.

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Dilek TÜRKER

.....

ETİK BEYAN

Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak tarafımda hazırlanan “Ni/Al İnce Filmlerin Üretimi, Karakterizasyonu ve Optimizasyonu” başlıklı tezde;

- Tüm bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Kullanılan veriler ve sonuçlarda herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Tüm bilgi ve sonuçları bilimsel araştırma ve etik ilkelere uygun şekilde sunduğumu,
- Yararlandığım esere atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,

beyan eder, aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Nadir KAPLAN

Bu tez çalışması, Balıkesir Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Destekleme Birimi tarafından 2022/068 No.lu proje, Fiziksel Buhar Biriktirme ve Titreşimli Numune Manyetometresi sistemlerinin edinilmesinde Devlet Planlama Teşkilatı tarafından 2005K120170 No.lu proje ile ve “Mikro/Nano/Opto-Elektromekanik Sistemler, İleri Fonksiyonel Malzeme ve Enerjik Malzeme Teknolojileri” Öncelikli Alanlarına Yönelik Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından Bilim İnsanı Destekleme Başkanlığı (BİDEB) 2211-C Yurt İçi Doktora Burs Programı kapsamında desteklenmiştir.

ÖZET

**Ni/Al İNCE FİLMLERİN
ÜRETİMİ, KARAKTERİZASYONU VE OPTİMİZASYONU
DOKTORA TEZİ
NADİR KAPLAN
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI
(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. HAKAN KÖÇKAR)
BALIKESİR, ARALIK - 2024**

Bu çalışmanın amacı, çok katmanlı Ni/Al ince filmlerin saçtırma tekniğiyle farklı üretim parametreleri altında esnek akrilik asetat alt tabakalar üzerine üretimi, karakterize edilmesi ve bu filmlerin potansiyel uygulamalar için en yüksek doyum manyetizasyonuna (highest Saturation Magnetisation, hMs) sahip olmasını sağlayan üretim parametre seviyelerinin belirlenmesidir.

İlk olarak, Ni/Al ince filmleri Ni biriktirme hızı (Ndr), Al katman kalınlığı (Alt) ve toplam film kalınlıkları (Tft) gibi farklı üretim parametreleri altında üretildi. Filmlerin enerji ayırımı X-ışını spektroskopisi ile gerçekleştirilen içerik analizleri, Ndr'nin artışıyla Ni içeriğinin arttığını, Alt ve Tft'nin artışının ise Ni içeriğinde bir azalmaya sebep olduğunu gösterdi. Filmlerin Ni içeriklerindeki en yüksek değişime Alt'nin sebep olduğu bulundu. Sıyırma Açısında X-ışını Kırınımı ile yapılan yapısal analizler, tüm filmlerin Ni ve Al içerik miktarlarıyla orantılı olarak yüzey merkezli kübik yapıda büyüdüklerini gösterdi. Taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilen film yüzey görüntülemeleri, film yüzeylerinin Ndr ve Alt artışından ciddi şekilde etkilendiğini, ancak Tft artışından daha az etkilendiğini gösterdi. Film yüzeyleri Ndr ve Alt'nin artışıyla homojen ve pürüzsüz morfoloji sergilediği bulundu. Titreşimli numune manyetometresi ile yapılan manyetik analizlerde, Ndr'nin artışıyla filmlerin doyum manyetizasyonu (Ms) değerlerinin arttığı, Alt ve Tft'nin artışıyla azaldığı bulundu.

Daha sonra hMs değerine sahip film elde etmek için Taguchi Yöntemi optimizasyonda kullanıldı. Ni biriktirme oranı (Ndr), Al biriktirme oranı (Adr), Ni tabaka kalınlığı (Nlt) ve toplam film kalınlığı (Tft) giriş parametreleri olarak seçildi ve bir dizi deney gerçekleştirildi. Filmlerin Ms tepkileri, hMs değerine sahip bir film elde etmek için "daha büyük daha iyidir" yaklaşımıyla analiz edildi. Sinyal/Gürültü oranları, hMs değerine sahip filmi elde etmek için gereken üretim parametrelerinin seviyelerini belirlemek için kullanıldı. Ayrıca, belirlenen parametrelerin seviyeleri ile bir doğrulama deneyi de yapılmış ve bu filmin Ms değeri 528.6 emu/cm³ olarak bulunmuştur.

Sonuç olarak, okuma-yazma kafaları, mikro-elektromekanik sistemler, manyetik rastgele-erişimli bellekler ve manyetik sensörler gibi potansiyel uygulamalar için çok katmanlı Ni/Al ince filmler saçtırma tekniğiyle olası hMs değerine sahip şekilde başarıyla üretildi.

ANAHTAR KELİMELER: Ni/Al ince filmler, Saçtırma tekniği, Manyetik özellikler, Taguchi yöntemi, Deney tasarımı

ABSTRACT

**PRODUCTION, CHARACTERISATION AND OPTIMISATION OF
Ni/Al THIN FILMS
PH.D THESIS
NADİR KAPLAN
BALIKESİR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE
PHYSICS
(SUPERVISOR: PROF. DR. HAKAN KÖÇKAR)
BALIKESİR, DECEMBER - 2024**

The aim of this study is to production and characterize multilayer Ni/Al thin films on flexible acrylic acetate substrates by the sputtering technique and to determine the fabrication parameter levels that allow achieving the highest saturation magnetization (hMs) for potential applications.

Firstly, Ni/Al thin films were produced with different important fabrication parameters such as Ni deposition rate (Ndr), Al layer thickness (Alt) and Total film thickness (Tft). Content analysis of the films performed by energy dispersive X-ray spectroscopy showed that the Ni content increased with the increase of Ndr, while the increase of Alt and Tft caused a decrease in the Ni content. It was found that the highest change in Ni content of the films was caused by Alt. Structural analysis by Grazing Incidence X-ray Diffraction showed that all films grew in a face-centered cubic structure proportional to the Ni and Al content amounts. Film surface imaging performed by scanning electron microscopy showed that the film surfaces were severely affected by the Ndr and Alt enhancement, however less affected from the increase in Tft. The film surfaces were found to exhibit homogeneous and smooth morphology with the increase of Ndr and Alt. In the magnetic analyses performed with the vibrating sample magnetometer, it was found that the saturation magnetization (Ms) values of the films increased with the increase of Ndr and decreased with the increase of Alt and Tft.

Afterwards, Taguchi Method was used in optimization to obtain film with hMs value. Ni deposition rate (Ndr), Al deposition rate (Adr), Ni layer thickness (Nlt) and Total film thickness (Tft) were chosen as input parameters and a series of experiments were carried out. The Ms responses of films, were analyzed with the “larger is better” approach to obtain a film with hMs value. The Signal/Noise ratios were used to determine the levels of the production parameters required to obtain the film with the hMs value. In addition, a validation experiment was also carried out with the levels of the parameters determined and the Ms value of this film was found to be 528.6 emu/cm³.

Consequently, multilayer Ni/Al thin films with the possible hMs value were succesfully produced by the sputtering technique for potential applications such as read-write heads, micro-electromechanics systems, magnetic random-access memory, and magnetic sensors.

KEYWORDS: Ni/Al thin films, Sputtering technique, Magnetic properties, Taguchi method, Design of experiment

İÇİNDEKİLER

Sayfa

| | |
|---|-------------|
| ÖZET | i |
| ABSTRACT | ii |
| İÇİNDEKİLER | iii |
| ŞEKİL LİSTESİ | iv |
| TABLO LİSTESİ | v |
| SEMBOL LİSTESİ | vi |
| KISALTMA LİSTESİ | vii |
| ÖNSÖZ | viii |
| 1. GİRİŞ | 1 |
| 2. KURAMSAL BİLGİLER | 8 |
| 2.1 Manyetizmada Temel Kavramlar..... | 8 |
| 2.1.1 Malzemelerin Manyetik Özellikleri | 9 |
| 2.1.2 Manyetik Histerezis Çevriminin Yorumlanması | 11 |
| 2.2 Çok Katmanlı Nano Yapıların Manyetik Özellikleri | 12 |
| 2.3 Nikel ve Alüminyum Metallerinin Genel Özellikleri | 14 |
| 2.4 Deney Tasarımında Temel Tanım ve Kavramlar..... | 16 |
| 2.4.1 Deney Tasarım Teknikleri | 24 |
| 2.4.1.1 Faktöriyel Deney Tasarımları..... | 26 |
| 2.4.1.2 Yanıt Yüzey Metodolojisi | 29 |
| 2.4.1.3 Taguchi Tasarım Yöntemi..... | 32 |
| 3. DENEYSEL TEKNİKLER | 40 |
| 3.1 Filmlerin Üretimi | 40 |
| 3.2 Yapısal, Morfolojik ve Manyetik Karakterizasyon Teknikleri..... | 46 |
| 3.2.1 Elementel İçerik Analizi | 46 |
| 3.2.2 Kristal Yapı Analizi | 47 |
| 3.2.3 Yüzey Morfolojik İnceleme | 50 |
| 3.2.4 Manyetik Karakterizasyon | 52 |
| 4. BULGULAR VE TARTIŞMA | 54 |
| 4.1 Üretim Parametrelerinin Yapısal ve Manyetik Özelliklerine Etkileri..... | 54 |
| 4.1.1 Ni Biriktirme Hızının Etkisi..... | 57 |
| 4.1.2 Al Katman Kalınlığının Etkisi | 64 |
| 4.1.3 Toplam Film Kalınlığının Etkisi | 70 |
| 4.2 Üretim Parametrelerinin Etkilerinin İnceleme Sonuçlarının Karşılaştırılması | 76 |
| 4.3 En Yüksek Doyum Manyetizasyonu için Taguchi ile Optimizasyon | 77 |
| 4.3.1 Parametre Seçimi ve Ortogonal Matris Tasarımı..... | 77 |
| 4.3.2 Taguchi Reçetesi ile üretilen Filmlerin Manyetik Karakterizasyonları | 78 |
| 4.3.3 Ana Yanıt Etkilerinin ve S/N Değerlerinin Belirlenmesi | 79 |
| 4.3.4 En Yüksek Doyum Manyetizasyonunun ve Güven Aralığının Tahmini | 82 |
| 4.3.5 Kalite Kaybı | 82 |
| 4.3.6 Deneysel ve Tahmini Sonuçların Karşılaştırılması..... | 83 |
| 5. SONUÇ | 86 |
| 6. KAYNAKLAR | 88 |
| ÖZGEÇMİŞ | 94 |

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

| | |
|---|----|
| Şekil 2.1: Ferromanyetik bir malzemenin tipik histerezis eğrisi. | 11 |
| Şekil 2.2: Tipik bir süreç şeması. | 16 |
| Şekil 2.3: Deney tasarım tekniklerinin 1999-2017 yılları arasında kullanımı. | 19 |
| Şekil 2.4: Deney tasarım tekniklerinin 1999-2024 yılları arasında kullanımı. | 19 |
| Şekil 2.5: İki faktörlü tasarım şeması..... | 28 |
| Şekil 2.6: Üç faktörlü tasarım şeması. | 28 |
| Şekil 3.1: Ultrasonik banyo cihazının fotoğrafı. | 42 |
| Şekil 3.2: Hazırlanan alt tabakanın fotoğrafı. | 43 |
| Şekil 3.3: Biriktirilen filmin fotoğrafı. | 44 |
| Şekil 3.4: Bir milimetrik cetvel yanında hazırlanmış numune film fotoğrafı. | 45 |
| Şekil 3.5: Fiziksel buhar biriktirme sisteminin fotoğrafı. | 45 |
| Şekil 3.6: EDX sisteminin şematik gösterimi. | 46 |
| Şekil 3.7: X-ışını kırınımında Bragg geometrisi. | 48 |
| Şekil 3.8: Sıyırma açısında X-ışını kırınımı tekniğinin geometrik gösterimi. | 49 |
| Şekil 3.9: Şematik olarak SEM sisteminin gösterimi. | 51 |
| Şekil 3.10: VSM sisteminin şematik gösterimi. | 53 |
| Şekil 4.1: Ni/Al ince film yapısının şematik dik kesiti. | 55 |
| Şekil 4.2: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin GIXRD desenleri..... | 58 |
| Şekil 4.3: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin SEM görüntüleri..... | 60 |
| Şekil 4.4: Farklı Ndr'ye sahip filmlerin paralel histerezis ilmekleri (iç şekil $H \pm 100$ Oe). 61 | |
| Şekil 4.5: Farklı Ni biriktirme hızlarında manyetik değerleri..... | 62 |
| Şekil 4.6: Ni biriktirme hızı 0.06 nm/s'de olan filmin dik ve paralel histerezis ilmekleri.. 63 | |
| Şekil 4.7: Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin GIXRD desenleri. | 65 |
| Şekil 4.8: Farklı Al katmanının kalınlıklarına sahip filmlerin SEM görüntüleri. | 67 |
| Şekil 4.9: Farklı Alt'ye sahip filmlerin paralel histerezis ilmekleri (iç şekil $H = \pm 200$ Oe). 68 | |
| Şekil 4.10: Farklı Al katman kalınlıklarına sahip filmlerin manyetik değerleri. | 69 |
| Şekil 4.11: Al katman kalınlığı 5.0 nm olan filmin dik ve paralel histerezis ilmekleri. | 70 |
| Şekil 4.12: Farklı kalınlıklarda üretilen filmlerin GIXRD desenleri. | 72 |
| Şekil 4.13: Farklı toplam kalınlıklarına sahip filmlerin SEM görüntüleri. | 73 |
| Şekil 4.14: Farklı Tft'lerde filmlerin paralel histerezis ilmekleri (iç şekil $H = \pm 200$ Oe). ... | 74 |
| Şekil 4.15: Farklı toplam kalınlıklarında üretilen filmlerin manyetik değerleri. | 75 |
| Şekil 4.16: Toplam kalınlığı 150 nm olan filmin dik ve paralel histerezis ilmekleri..... | 75 |
| Şekil 4.17: Taguchi serisi filmlerin paralel histerezis ilmekleri (iç şekil $H = \pm 200$ Oe). | 78 |
| Şekil 4.18: En yüksek M_s değeri için S/N değerleri ana etki grafikleri..... | 80 |
| Şekil 4.19: En yüksek M_s değeri için ortalamaların ana etki grafikleri..... | 81 |
| Şekil 4.20: En yüksek M_s değerine sahip filmin manyetik histerezis eğrisi..... | 83 |
| Şekil 4.21: En yüksek M_s değerine sahip filmin GIXRD deseni..... | 84 |
| Şekil 4.22: En yüksek M_s değerine sahip filmin SEM görüntüsü. | 84 |

TABLO LİSTESİ

Sayfa

| | |
|---|----|
| Tablo 2.1: Nikel ve Alüminyum metallerinin bazı özellikleri..... | 15 |
| Tablo 2.2: Örnek bir ANOVA çıktı çizelgesi..... | 31 |
| Tablo 4.1: Üretim parametrelerinin seviyeleri (kodlanmış) ve değerleri. | 56 |
| Tablo 4.2: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin film içerikleri. | 57 |
| Tablo 4.3: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin kristal yapı özellikleri..... | 59 |
| Tablo 4.4: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin manyetik özellikleri. | 61 |
| Tablo 4.5: Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin içerikleri..... | 64 |
| Tablo 4.6: Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin kristal yapı özellikleri..... | 66 |
| Tablo 4.7: Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin manyetik özellikleri..... | 69 |
| Tablo 4.8: Farklı toplam kalınlıklara sahip filmlerin içerikleri. | 71 |
| Tablo 4.9: Farklı toplam kalınlıklara sahip filmlerin kristal yapı özellikleri. | 72 |
| Tablo 4.10: Farklı toplam kalınlıklara sahip filmlerin manyetik özelliklere etkisi. | 74 |
| Tablo 4.11: Üretim parametrelerinin film özellikleri üzerine etkilerinin özeti. | 76 |
| Tablo 4.12: Ni/Al ince filmlerin üretim parametreleri ve seviyeleri..... | 77 |
| Tablo 4.13: Taguchi deneysel tasarım planı | 77 |
| Tablo 4.14: Taguchi serisi S/N değerleriyle birlikte deney yanıtları. | 79 |
| Tablo 4.15: En yüksek Ms için S/N yanıtları. | 79 |
| Tablo 4.16: En yüksek Ms için ortalamalar (Means) yanıtları. | 81 |
| Tablo 4.17: Taguchi tasarımı ile gerçekleştirilen optimizasyon çalışması özeti..... | 85 |

SEMBOL LİSTESİ

| | |
|--------------------------|--|
| $\% \text{ At.}$ | : Atomik yüzde |
| \bar{Y}_{M_s} | : Doyum manyetizasyonu yanıtının ortalama değeri |
| \bar{Y}_{opt} | : Başlangıçtaki istenene en yakın performans yanıtı |
| $M_{S_{opt}}$ | : En yüksek M_s için tahmin edilen performans değeri |
| $F_{(\alpha, v_1, v_2)}$ | : Güven aralığı için gerekli olan F-oranı |
| Y_{exp} | : Deneysel performans yanıtı |
| Y_{opt} | : Tasarım yanıtlarında en iyi performans yanıtı |
| n_{eff} | : Etkili çoğaltma sayısı |
| R^2 | : Belirleme katsayısı |
| S_y^2 | : Gözlenen verinin varyansı |
| $CI_{opt_{hM_s}}$ | : Tahmin edilen performans yanıtı güven aralığı |
| Δ_{η} | : S/N değerleri farkı |
| μ' | : Diferansiyel manyetik geçirgenlik |
| χ' | : Diferansiyel manyetik alınganlık |
| Δ | : Fark |
| B | : Manyetik indüksiyon |
| $^{\circ}C$ | : Santigrat derece, (Degree Celsius) |
| h | : Hedef değer |
| H | : Manyetik alan |
| k | : Düşük kalitenin maliyetini temsil eden bir sabit |
| $L(y)$ | : Kayıp fonksiyonu |
| M | : Manyetizasyon |
| m | : Modeldeki β katsayılarının sayısı |
| mS/m | : Metre başına mili Siemens |
| N | : Gözlem sayısı |
| η | : Sinyal/Gürültü Oranı (Signal/Noise Rate, S/N) |
| $^{\circ}$ | : Derece |
| r | : Doğrulama deneyinin tekrar sayısı |
| W/mK | : Mili Kelvin başına Watt |
| y | : Yanıt |
| $\beta_{1/2}$ | : Yarı yükseklikteki pik genişliği |
| θ | : Bragg açısı |
| λ | : Dalgaboyu |
| ξ | : Sıyırma açısı |
| dB | : Desibel |
| v_1 | : Hata serbestlik derecesi |
| v_2 | : Toplam serbestlik derecesi |
| β | : Parametre vektörü |
| P | : Deneysel elde edilen en iyi yanıt |
| μ | : Manyetik geçirgenlik |
| χ | : Manyetik alınganlık |

KISALTMA LİSTESİ

| | |
|-------------------------|---|
| Adr | : Al biriktirme hızı (Al deposition rate) |
| Alt | : Alüminyum katman kalınlığı, (aluminium layer thickness) |
| Au | : Altın (Aurum) |
| Bn | : İkili katman sayısı (bilayer number) |
| cdr_{Al} | : Al için sabit biriktirme hızı (constant Deposition rate of Aluminum) |
| ct_{Ni} | : sabit bir Ni kalınlığı (constant thickness of Ni) |
| DC | : Doğru akım, (direct current) |
| DD | : Doğrulama deneyi |
| DoE | : Deney tasarımı, (Design of Experiment) |
| EDX | : Enerji ayırmalı X-ışını spektroskopisi (Energy Dispersive X-ray spectroscopy) |
| emu | : Elektro-manyetik birim, (electro-magnetic unit) |
| fcc | : Yüzey merkezli kübik (face centered cubic) |
| GIXRD | : Sıyırma açısında X-ışını kırınımı, (Grazing Incidence X-ray Diffraction) |
| H_C | : Zorlayıcılık, Koersivite alanı, (Coercivity Field) |
| kA | : Kiloamper |
| kOe | : Kiloostered |
| LED | : Işık yayan diyot (Light Emission Diode) |
| m | : Metre |
| mbar | : Milibar |
| mm | : Milimetre |
| MPa | : Mega pascal |
| M_r | : Kalıcı manyetizasyonu, (remanence Magnetisation) |
| M_s | : Doyum manyetizasyonu, (Saturation Magnetisation) |
| N_D | : Kırınım normali (Diffraction Normal) |
| Ndr | : Nikel biriktirme hızı (Nickel deposition rate) |
| Nlt | : Nikel katman kalınlığı (Nickel layer thickness) |
| nm | : Nanometre |
| N_s | : Yüzey normali (Surface Normal) |
| Oe | : Oersted (manyetik alan birimi) |
| Pd | : Paladyum (Palladium) |
| PVD | : Fiziksel Buhar Biriktirme (Physical Vapour Deposition) |
| QCM | : Kuvartz kristal mikro terazi (Quartz Crystal Microbalance) |
| rpm | : Devir (dakikadaki yenileme hızı, revolution per minute) |
| sccm | : Standart kübik santimetre (standard cubic centimetre) |
| SEM | : Taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope) |
| Tft | : Toplam film kalınlığı (Total film thickness) |
| TÜBİTAK | : Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu |
| V_{DC} | : Doğru akım elektriksel gerilim |
| VSM | : Titreşimli Numune Manyetometresi, (Vibrating Sample Magnetometer) |
| XRD | : X-ışını kırınımı (X-ray Diffraction) |
| CI | : Güven aralığı (Confidence Interval) |

ÖNSÖZ

Doktora çalışmam sürecinde ihtiyaç duyduğum her an benden bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen, sabırla kılavuz olan değerli danışmanım Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR'a sonsuz teşekkür ve şükranlarımı sunarım.

Çalışmam boyunca Tez İzleme Komitesi üyesi olmasının dışında her zaman destek gördüğüm; özellikle, manyetik ölçümlerin gerçekleştirilmesi, yorumlanması ve yayınlanması sürecinde; deneyim, öneri ve emeklerini esirgmeden sunan Balıkesir Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Hilal KURU'ya çok teşekkür ederim.

Çalışmalarım süresince; özellikle deneysel optimizasyon sürecinde çalışmanın planlanması, yanıtların analizi ve yorumlanmasıyla, sonuçların yayın için hazırlanmasındaki destekleriyle katkı sağlayan, aynı zamanda Tez İzleme Komitesi üyesi Balıkesir Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Endüstri Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Aslan Deniz KARAOĞLAN'a çok teşekkür ederim.

Çalışmamın özellikle kurum dışından hizmet alımı yoluyla gerçekleştirilen yapısal ve morfolojik analizlerin gerçekleştirilmesi, yorumlanması ve yayına hazırlanması sürecinde destekleri için Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Kâmil Özdağ Fen Fakültesi, Fizik Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Ali KARPUZ'a çok teşekkür ederim.

Çalışmamın tüm aşamalarında, fikrine ihtiyaç duyduğum her zaman bilgi ve deneyimlerini esirgmeden paylaşarak katkı sağlayan Balıkesir Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Öznur KARAAĞAÇ'a çok teşekkür ederim.

Bu tezin hazırlanmasında üretilen filmlerin ileri yapısal ve morfolojik karakterizasyonlarının; SEM, EDX ve GIXRD analizlerinin gerçekleştirildiği Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi'ne teşekkür ederim. Ayrıca, bu tez çalışmasının gerçekleştirilmesi için, 2022/068 no'lu proje ile finansman sağlayan Balıkesir Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne, 2005K120170'nolu proje ile Fiziksel Buhar Biriktirme Sistemi ile Titreşimli Numune Manyetometresi sistemlerinin edinilmesine finansman sağlayan Devlet Planlama Teşkilatı'na ve BİDEB-2211-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurt İçi Doktora Burs Programı kapsamında finansal desteklerinden dolayı Bilim İnsanı Destek Programları Başkanlığı, Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)'na teşekkür ederim.

Bürokratik süreçlerde özverileri ile sağladıkları kolaylıklar için Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü çalışanlarına çok teşekkür ederim.

Ayrıca bu süreçte, görevimi sürdürmekte olduğum Türkiye Cumhuriyeti, Sağlık Bakanlığı, Balıkesir İl Sağlık Müdürlüğü, Karesi İlçe Sağlık Müdürlüğü ve Balıkesir Devlet Hastanesi'nin, COVID-19 Pandemi Krizi dönemindeki idarecilerine, şahsıma verilen filyasyon ekibindeki şoförlük görevlendirmesi sayesinde bolca düşünerek daha yaratıcı çözümlerle kendimi daha da geliştirme fırsatı sağladığınız için teşekkürü bir borç bilirim.

Bu tez çalışmam süresince her zaman olduğu gibi desteklerini esirgemeyen aileme, özellikle en zorlu zamanlarda; bana benden çok inanarak tekrar motivasyonumu kazanmamı sağlayan Sevgili Annecim, Ziyeti KAPLAN'a sonsuz şükranlarımı sunarım.

Son olarak, aramızdaki uzaysal mesafeyi anlayışla karşılayan ve sayısız felsefi yaklaşımlarıma sabırla eşlik eden harikulade bir hanımefendiyle hayatı paylaşmak benim için büyük bir mutluluktur. Daima sürece sevgisi ve desteği için eşim Deniz KOÇYİĞİT KAPLAN'a gönülden teşekkür ederim.

Bu satırları yazarken akla gelmeyen, bir şekilde katkıda bulunan herkese teşekkür ederim.

1. GİRİŞ

Günümüzde neredeyse her alanda, ihtiyaçların giderilmesi bilgi, teknoloji ve ürün geliştirilmesine bağlıdır. İnsanlar ihtiyaçlarını giderecek ürünlerin yeterli kalitede olmasını isterler. Bu sebeple ürün kalitesi, ürün geliştiricilerin pazara olan hâkimiyetini belirlemektedir. Pazarı ele geçirmek isteyen ürün geliştiriciler, ürünlerinin kalitesini yükseltmek zorundadırlar [1, 2]. Bir üründe, kalitenin yükseltilmesi de iş gücü ve maliyetlerin artmasına sebep olmaktadır [2, 3]. Artan maliyetler tüketicilere yansıtılmakta, dolayısıyla talep azalması gibi başlıca problemlerin ortaya çıkmasına sebep olabilmektedir. Talep dengesinin korunması için kaliteli bir ürünü sınırlı süre için sunmak, üreticiler için maalesef çoğu zaman tercih edilen ilk seçenek olarak ortaya çıkmaktadır [1-4]. Alternatif seçenekler de mevcuttur, ancak ya üreticiler tarafından henüz bilinmemekte ya da tercih edilmemektedir. Bu sebeple, kalitenin artırılmasına yönelik geliştirilen, halihazırda kullanılmakta olan ve kalitenin çok daha düşük maliyetlerle elde edilmesine olanak sağlayan yöntemlerin daha çok kitleye duyurulması, farkındalık oluşturulması anahtar bir önem taşıyor hale gelmiştir.

Ülkemizde, yüksek teknoloji ve öncelikli alanlarda katma değeri yüksek ürünlerin bilgi üretimi ve geliştirilmesi konusunda, alanlarına hâkim bireylerin yetiştirilmesi teşvik edilmekte ve desteklenmektedir [5]. Ülkemizin, bu vizyonlu teşvik ve destek programları sayesinde yüksek kaliteli ve yüksek teknoloji ürünlerinin üretiminde küresel çapta daha etkin bir konuma geleceği tartışmasız bir gerçektir. Özellikle, bazı yüksek öneme sahip yüksek teknoloji ürünleri için dışa bağımlılığın azaltılması, mühendislik çalışmalarının yanı sıra temel bilimlere yönelik teşvik ve desteklerin de artırılarak iş birliği içinde gerçekleştirilmelerini gerekli kıldığı açıktır [5]. Öyle ki, mühendislerin ürün geliştirmede ihtiyaç duyacakları kaliteli ve yüksek teknolojik malzemelerin sıklıkla temel bilimcilerin araştırmalarının bir çıktısı olduğu her geçen gün daha fazla anlaşılmaktadır. Yüksek teknoloji ürünlerinde dışa bağımlılığın azaltılmasına yönelik teşvik ve desteklerin başında olan bir örnek elektronik çiplerdir. Ancak, elektronik çip gibi mikro-nano ölçekte geliştirilecek cihazlar için bu ölçekteki malzemelerin istenen kalitede elde edilmesi gerekmektedir. Bu hedefin gerçekleştirilebilmesi için, bu malzemelerin üretim yöntemlerinin malzeme özellikleri üzerine etkililerinin iyi anlaşılması elzem hale gelmektedir. Üretilen malzemenin anlaşılmasını kolaylaştırmak amacıyla, kalınlığına göre levha, folyo, film, ince film ve ultra ince film gibi isimlendirmeler yapılmıştır [6-7].

İnsanoğlunun ihtiyaçları doğrultusunda, uzun yıllardır farklı kaplama yöntemleri geliştirilmekte ve kullanılmaktadır. Maddenin hallerine göre isimlendirilen kaplama yöntemlerinden biri olan buhar fazında yapılan kaplamalar; iyon demeti destekli, kimyasal buhar ve fiziksel buhar biriktirme olarak üç ana grupta toplanabilir [8-12]. Fiziksel buhar biriktirme yöntemi, ince film üretiminde sıklıkla başvurulmuş yöntemlerden biridir. Fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinden saçtırma (sputtering, püskürtme) tekniği, yeteri kadar enerji kazandırılmış iyonların hedef malzeme üzerine bombardımanı ile yüzeyden atom veya atom topluluğu koparma işlemidir [10-12]. Saçtırma tekniği, diğer birçok yöntemle kıyasla oldukça avantajlı bir tekniktir [11]. Her çeşit hedef malzemenin, yine her tür alt tabaka malzeme üzerinde ince film üretilebilmesine olanak sağlaması bu avantajların en başında gelmektedir. Dahası, filmlerin biriktirildiği alt tabaka yüzeyine tutunma kalitesi, sürecin vakum ortamında gerçekleşmesinden dolayı tüm tekniklerden açık ara öndedir. Film üretim sürecinde çevreye salınan toksik madde miktarının oldukça düşük olmasından dolayı doğa dostu bir teknik olduğu açıktır. Ayrıca, çok farklı geometriye sahip birçok malzeme türü alt tabaka olarak kullanılabilir. Alt tabaka üzerinde biriken film kalınlığı kaplanan yüzey boyunca oldukça homojendir. Dolayısıyla, bu teknik film yüzeyi boyunca kalınlık keskinliğinin oldukça yüksek olmasına olanak sağlar. Bu sayede, kaplama sonrası herhangi bir yüzey iyileştirme-pürüzsüzleştirme ihtiyacını ortadan kaldırmaktadır. Üretim parametrelerinin hassasiyetle kontrol edilebilmesi film özelliklerinin de hassasiyetle kontrol edilebilmesine olanak sağlar ki bu da saçtırma tekniğinin en önemli avantajlarından biridir. Saçtırma tekniğiyle üretilen çok katmanlı filmlerin özelliklerinin her bir katmanın kalınlığı, katmanların biriktirme hızı ve toplam film kalınlığı gibi üretim koşullarına büyük ölçüde bağlı olduğu iyi bilinmektedir [11-21]. Yapısında manyetik malzemeler bulunan okuma-yazma kafaları, mikro-elektromekanik sistemler (Micro-electromechanical System, MEMS), manyetik rastgele-erişimli bellekler (Magnetic Random-Access Memory, MRAM), spin-vanallı sistemler, sensörler vb. uygulamalarda ihtiyaç duyulan manyetik özellikteki elementleri yapısında bulunduran alaşım veya çok katmanlı filmler, manyetik çok katmanlı film ya da manyetik alaşım film olarak isimlendirilmektedir. Üretilen çok katmanlı manyetik filmlerin yeni özelliklerinin keşfedilmesi ise teknolojik uygulamalardaki verimlerini arttırmaktadır [15-22]. Bu sebeple, manyetizma alanındaki temel araştırmalar farklı geometri ve yapıya sahip çok katmanlı filmlerin keşfedilecek yeni özellikleri üzerine ivmelenmiştir. Çok katmanlı manyetik filmler sahip oldukları özgün farklı özellikleri sayesinde bilgi depolama sistemleri, manyetik alan sensörleri, manyetik rastgele-erişimli bellekler ve mikro-elektromekanik aygıtlar gibi teknolojik uygulamalarda önemli role sahip

olduklarından arařtırmaların konusu olmaktadır. Gerçekleřtirilen arařtırmalar neticesinde, üretilen çok katmanlı filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri elementlerin türü, biriktirme hızları, yapının katman kalınlığı ve toplam film kalınlığı gibi üretim parametrelerinin deęiřtirilmesiyle kontrol edilebilmektedir [11-21]. Manyetik özelliklerden doyum manyetizasyonu (saturation magnetisation, M_s) ve zorlayıcılık alanı ya da koersivite (coercivity, H_c) olarak adlandırılan manyetik deęerlerinin de bu yapısal deęiřimlerin bir sonucu olduęu iyi bilinmektedir [22-24]. Farklı biriktirme hızlarında biriktirilen saf Ni filmlerin manyetik ve elektriksel özelliklerinin arařtırıldıęı alıřmada [25] biriktirme hızının artıřından kristal yapı parametrelerinin etkilenmesiyle Ni yoğunluęunda bir deęiřim ile sonulandıęı ve bu durumun bir sonucu olarak filmlerin M_s deęerlerinin de arttıęı bulunmuřtur. Çok katmanlı Fe/Al filmlerin arařtırıldıęı alıřmada [11] Fe'nin biriktirme hızı artarken kristal yapının bundan önemli derecede etkilendięi ve M_s deęerlerinin de arttıęı, ancak Al biriktirme hızının da önemli derecede yüzey morfolojisinde etkili olduęu ve H_c deęerlerinin artıřının da bu yüzey morfolojisinin etkilenmesinin bir sonucu olduęu bulunmuřtur. Ek olarak, aynı alıřmada Al katman kalınlığının arttırılmasıyla M_s deęerlerinin azaldıęı, bir deęerden sonra H_c deęerlerinin de azaldıęı sonucuna varılmıřtır. Bir bařka alıřmada [20], Ni/Al katman kalınlığının filmlerin manyetik özellikleri üzerine etkisi arařtırılmıř ve Ni katman kalınlığının filmin manyetik özellikleri üzerine önemli etkilere sahip olduęu; Ni katmanının artıřının hem M_s hem de H_c deęerlerini arttırdıęı bulunmuřtur. Manyetik bilgi depolama sistemlerinde, manyetik kayıt ortamına bilgiler minimum güç gereksinimi ile yazılabilmeli ve okunabilmelidir. Manyetik kayıt ortamında kullanılacak filmler okuma iřlemi sırasında mümkün olduęu kadar büyük bir sinyal vermesi için yüksek doyum manyetizasyonuna sahip olmalıdır [26]. Filmlerin koersiviteleri ise ortamdaki dięer istenmeyen manyetik alanlar sebebiyle silmeyi önlemek için yeterli büyüklükte, ancak malzemenin kayıt için yeniden kullanılmasına izin verecek kadar da küçük olmalıdır. Malzemenin koersivitesinin 20-100 kA/m (250-1250 Oe) aralıęında olması, manyetik kayıt ortamları için tercih edilen bir özelliktir [26]. Bu sebeple, filmlerin istenen özelliklere sahip řekilde elde edilmeleri de oldukça önemli hale gelmektedir. Ülkemizde de bu arařtırmaların gerçekleştirilmesi teřvik edilmekte, ileri fonksiyonel malzeme ve enerji malzeme teknolojileri ile mikro/nano/opto-elektromekanik sistemlerin geliřtirilmesi desteklenmekte olan öncelikli alanlar haline gelmiřtir.

Manyetik ince filmler; alařım ve çok katmanlı yapılar olarak farklı tiplerde üretilmektedir [8-9]. Nikel ve Alüminyum elementleri hem manyetik özellikleri hem de

geri dönüştürülebilir olmaları sebebiyle manyetik ince film elde etmek için oldukça kullanışlıdır. Farklı manyetik özelliklere sahip birden fazla türde element içeren filmlerde gözlenen yeni özgün manyetik özellikler, onları bilim insanları için oldukça ilgi çekici hale getirmektedir. Dahası, çok katmanlı manyetik filmlerin sahip oldukları yeni özgün özelliklerin yanı sıra bu özelliklerin kontrol edilebilmesi de oldukça önemlidir. Farklı birçok teknik kullanılarak üretilen filmlerin özelliklerinin de farklı olması beklenildiğinden dolayı manyetizma alanındaki birçok temel araştırmanın konusunu üretim parametrelerinin manyetik özelliklere etkilerinin belirlenmesi oluşturmaktadır [7-26]. İstenilen özelliğe sahip manyetik filmlerin üretilmesi için, öncelikle, tercih edilen üretim tekniğinde kontrol parametrelerinin manyetik film özelliklerine etkilerinin belirlenmesi gerekmektedir. Vakum altında manyetik alanda saçırma (DC Magnetron Sputtering, DCMS) tekniğiyle yapısında ferromanyetik ve paramanyetik katmanların olduğu çok sayıda çok katmanlı manyetik ince film büyütülmüş ve karakterize edilerek özellikleri araştırılmıştır. Yapılan literatür araştırmalarımız sonucunda, DCMS tekniği ile hazırlanmış çok katmanlı yapıların manyetik özellikleri üzerine birçok çalışma olmasına rağmen çok katmanlı Ni/Al ince filmlerin incelendiği sadece bir çalışma bulunmuş [21] ve bu çalışmada da yalnızca Ni katman kalınlığının etkilerinin araştırıldığı belirlenmiştir. Ancak, DCMS tekniğiyle çok katmanlı Ni/Al manyetik ince filmlerde Ni biriktirme hızı, Al katman kalınlığı ve toplam film kalınlığı gibi diğer sentez parametrelerinin filmin manyetik özelliklerini nasıl etkilediğini gösteren herhangi bir çalışmayla karşılaşılmamış olması; bu çalışmanın gerçekleştirilmesi gerekliliğini ortaya çıkarmıştır. Bu sebeple, bu çalışmada üretilmesi planlanan Ni/Al ince filmlerin daha iyi anlaşılması amacıyla Ni biriktirme hızı, Al katman kalınlığı ve toplam film kalınlığının yapısal ve manyetik özellikleri üzerine etki mekanizmaları araştırılmıştır.

Manyetik ince filmlerin en sık araştırılan özellikleri, manyetik ölçümlerle elde edilen manyetik histerezis eğrilerinin analiziyle hesaplanan M_s ve H_c değerleridir. Malzemenin boyutlarını küçülterek daha küçük ve daha verimli cihazlar elde etmek için yüksek M_s değerleri gereklidir [26-28]. Ayrıca, düşük H_c değerlerine sahip yumuşak manyetik malzemeler; motorlar, röleler, sensörler ve transformatörler gibi cihazlar için benzersiz öneme sahiptir [26-28]. Yüksek M_s ve düşük H_c 'ye sahip manyetik malzemeler, manyetik depolama birimlerinde, özellikle okuma-yazma kafaları için çok umut vericidir [27-31]. Bu manyetik özellik, tipik bir elektromıknatis içeren tüm cihazlar için de geçerlidir [27, 28]. Bundan dolayı, Ni/Al manyetik ince filmlerin yüksek M_s ve düşük H_c 'ye sahip şekilde geliştirilmesi ileri teknoloji gerektiren manyetik bilgi depolama-uygulama alanı için

gereklidir. Yüksek M_s ve düşük H_c değerine sahip Ni/Al çok katmanlı filmin geliştirilmesi klasik optimizasyon tekniklerinden biri olan her seferinde bir yaklaşım tekniği kullanılarak da gerçekleştirilebilir. Filmlerin karakterizasyonu ile elde edilen veriler malzemenin karakteri hakkında bilgi vermektedir. Ancak, üretim parametrelerinin birbirlerini nasıl etkilediğini bilmek pek mümkün değildir. Her adımda bir yaklaşım ile elde edilen malzemenin karakterizasyonu malzeme hakkında detaylı bilgiyi sağlarken, malzeme özelliklerinin tüm mekanizmalarla birlikte tamamını tahmin etmeye ve özelliklerin istenilen değerlerde elde edilebilmesinde yetersizdir. Ancak bu yaklaşım, çok fazla sarf malzeme ve iş gücü gerektirmesiyle birlikte bazen yanıltıcı da olabilmektedir [33]. Bu sebeple, istatistiksel yaklaşımla tasarlanmış deney teknikleri kullanarak çok daha az sayıda deney sayısı ile yüksek kalitede istenilen özellikte malzeme hem sarf malzeme hem de iş gücünden tasarruf edilerek elde edilebilmektedir [33, 34]. Gerçekleştirilen araştırmalar kapsamında, Lin Jiang ve ark. tarafından ortaya konan çalışmada [35], Co/In/Cu püskürtme hedef kaynağının saçırma tekniği için hedef-destek plakasının optimum tasarımı sonlu elemanlar yöntemi ve Taguchi yöntemi kullanılarak başarıyla tamamlanmıştır. Araştırıldığı kadarıyla, genellikle, metalürji ve malzeme mühendisliği gibi disiplinler arası araştırma alanlarında deney tasarım yöntemlerinin kullanımı artsa da istenen özellikte ince filmlerin deney tasarımı kullanarak optimizasyonunun konu edildiği çalışma sayısı oldukça sınırlıdır. Dahası, araştırma sonuçları DCMS tekniğiyle üretilen ince filmlerin manyetik özelliklerinin deney tasarımı kullanılarak optimize edildiği çalışmaların, önceki araştırmalarımız dışında oldukça az sayıda olduğunu gösterdi. Taguchi tekniği kullanılarak istenen kalitede ince film elde edilen çalışmalardan bazıları ise şu şekildedir. Jing-Yi Zhong ve ark. tarafından yapılan çalışmada [36], Taguchi yöntemi kullanılarak DCMS tekniği ile üretilen orta seviye entropili alaşım nano ikiz CoCrFeNi ince filmlerin üretim parametreleri düşük elektriksel direnç ve yüzey pürüzlülüğü açısından başarıyla optimize edilmiştir. Ayrıca, Fong-Zhi Chen ve ark. tarafından gerçekleştirilen çalışmada [37], DCMS tekniğiyle biriktirilen MoN_x ince filmlerin düşük elektriksel direnç, düşük yüzey pürüzlülüğü ve yüksek sertlik değerlerinin en iyileştirilmesinde tek değişkenli (azot akış hızı) ve Taguchi yöntemlerinin başarı sağladığı rapor edilmiştir. Chuen-Lin Tien ve ark. tarafından yapılan çalışmada [38], ZrN ince filmler için plazma ve elektron-demeti buharlaştırma işlemleri için yüksek kırılma indisine, düşük kalıntı gerilime ve düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip olabilmesi için tepki yüzeyi metodolojisi kullanarak optimizasyonunu yapılmadan önce, Taguchi yöntemi ile en etkili parametreler belirlenerek daha az sayıda deneme ile daha verimli bir şekilde optimize edilmesinde avantajlı olduğu bildirilmiştir. Görüldüğü üzere, ince filmlerin özelliklerinin

optimizasyonunda Taguchi yöntemi kullanılarak başarılı sonuçlar elde edilebilmektedir. Bu nedenlerle, daha önce de bahsedildiği üzere, DCMS tekniğiyle farklı parametreler altında üretilen çok katmanlı Ni/Al ince filmlerin karakterizasyonu gerçekleştirilerek üretim sürecinin film yapısına etki mekanizmalarının anlaşılması; özellikle manyetik bilgi depolama sistemleri için okuma-yazma kafaları ve farklı amaçlara yönelik geliştirilecek MEMS ve MRAM gibi uygulama alanlarında kullanımı açısından anahtar rol oynamaktadır. Bu sebeple, deney tasarım teknikleri kullanılarak çok katmanlı Ni/Al ince filmlerin istenilen manyetik özelliklerde elde edilmesi de oldukça önemlidir.

Bu çalışmanın temel amacı, DCMS tekniğiyle manyetik çok katmanlı Ni/Al ince filmlerin başarıyla üretildikten sonra yapısal ve manyetik karakterizasyonlarını gerçekleştirmek ve daha sonra deney tasarımı tekniklerinden Taguchi tasarımı kullanılarak potansiyel uygulama alanları için istenen manyetik özelliklere sahip şekilde elde edilebilmesi için üretim parametrelerinin optimizasyonunun yapılmasıdır. Burada optimizasyondan kasıt istenen özelliğin elde edilmesi olup, Taguchi tekniği istenen özelliğin hedeflenen bir en iyi değerden ziyade hedefe en yakın mümkün olan en iyi değerini elde edilmesini sağlamaktadır [33, 34]. Bu çalışma kapsamında optimizasyon olarak ifade edilen, DCMS tekniğiyle üretim parametrelerinin seviyelerinin belirlenerek filmlerin sahip olabileceği mümkün olan en yüksek M_s değerini elde etmektir.

Bu çalışma kapsamında, üretim parametrelerinin film özellikleri üzerine etkilerinin araştırılması ve en yüksek M_s değerine sahip Ni/Al filmlerin elde edilmesi için gereken üretim parametrelerinin seviyelerini belirlemek amacıyla filmlerin üretimleri iki aşamada gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada, her bir parametrenin film özellikleri üzerine etkilerinin belirlenmesi hedefiyle ön deneme çalışmaları yapılarak elde edilen veriler ışığında kullanılan teknikte en önemli parametreler (Ni biriktirme hızı, Al katman kalınlığı ve toplam film kalınlığı) belirlenmiştir. Bir seri film planlanan üretim parametrelerinden biri hariç diğerleri sabit tutularak üretilmiştir. Üretimi tamamlanan her bir seri sonunda filmlerin titreşimli numune manyetometresi (VSM) ile manyetik karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Manyetik analiz sonuçlarına göre, en yüksek M_s değerine sahip filmin araştırılan parametre için seviyesi belirlenmiş ve sonraki seri için bu değer sabitlenmiştir. Böylelikle, en yüksek M_s 'e sahip film için her adımda bir parametrenin sonunda tüm parametrelerin en iyi seviyeleri bulunmuştur. Tüm film üretimleri tamamlandıktan sonra; Enerji Ayırmalı X-Işınlı Spektroskopisi (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDX)

ile filmlerin elementel içerikleri, Sıyırma Açısında X-ışınları Kırınımı (Grazing Incidence X-ray Diffractometer, GIXRD) ile filmlerin kristal yapıları ve taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope, SEM) ile filmlerin yüzey özellikleri araştırılmıştır. İkinci aşamada, manyetik ince filmlerin endüstriyel uygulamalarda aranan özelliklerden en yüksek M_s değerine sahip olacak şekilde elde etmek için Taguchi tekniğiyle bir deney reçetesi tasarlanmıştır. Reçetede deneyler gerçekleştirilerek, istenilen yüksek M_s değerlerine sahip film için her bir üretim parametresinin filmlerin manyetik özellikleri üzerine etkileri hakkında detaylı şekilde bilgiler elde edilmiştir. Elde edilen yanıt bilgileri analiz edilerek, en uygun parametre seviyelerinde üretildiğinde filmin sahip olacağı en yüksek M_s değeri tahmin edilmiştir. Her bir parametre için bu seviyeler kullanılarak bir doğrulama deneyi gerçekleştirilmiş ve tahmin edilen değer ile deneysel sonuç karşılaştırılmıştır. DCMS tekniğiyle üretilen Ni/Al ince filmlerin en yüksek M_s değerine sahip şekilde elde edilmesi için üretim parametrelerinin en uygun seviyelerine başarıyla ulaşılmıştır.

Bu çalışma; Giriş, Kuramsal Bilgiler, Deneysel Teknikler, Bulgular ve Tartışma, Sonuç, Kaynaklar ve Özgeçmiş olmak üzere yedi ana bölümden oluşmaktadır. Giriş bölümünde, çok katmanlı Ni/Al ince filmlerin önemi, potansiyel kullanım alanları, mevcut problem ve çözümü ile ilgili genel bilgiler sunularak, çalışmanın amacı, içeriği ve bölümleri tanıtılmaktadır. Takip eden Kuramsal Bilgiler bölümünde, gerçekleştirilen çalışma ile ilgili teorik bilgilere detaylıca yer verilmiştir. Üçüncü bölümde, çalışma kapsamında kullanılan deneysel üretim yöntemi ve film özelliklerinin araştırılmasında kullanılan analiz teknikleri detaylıca açıklanmaktadır. Bulgular ve Tartışma başlıklı dördüncü bölümde, çalışma kapsamında elde edilen bulgular ile bu bulguların yorum ve değerlendirmeleri yer almaktadır. Beşinci, Sonuç kısmında ise çalışmanın detaylı bir özeti ve elde edilen bulgular ışığında çıkarımlar yer almaktadır. Takibinde çalışma kapsamında kullanılan Kaynaklar dizini ve son olarak da Özgeçmiş bölümünde yazarın akademik özgeçmişini verilmiştir.

2. KURAMSAL BİLGİLER

Bu bölümde, çalışma kapsamında başvuru bazı temel tanım ve kavramlar ile ilgili kuramsal bilgiler alt başlıklarda verilmiştir.

2.1 Manyetizmada Temel Kavramlar

Manyetizma, günlük hayattaki pek çok teknolojik uygulamanın temelini oluşturan, ancak karmaşıklığı nedeniyle tam olarak kavranması güç fiziksel bir olgudur. Mıknatısların çekme kuvvetinden elektrik motorlarına, bilgi depolama sistemlerinden tıbbi tanı ve tedavi yöntemlerine kadar birçok alanda manyetizma ile karşılaşmaktadır [27, 28]. Yüklü bir parçacığın hareketinin bir sonucu olduğu için manyetizmanın temeli maddenin atomik yapısından kaynaklanır. Atomların içinde yörünge ve spin hareketlerine sahip olan elektronlar, hızla hareket eden yüklü parçacıklar olmaları sebebiyle bir manyetik moment oluştururlar [27, 28]. Oluşan manyetik momentler tam dolu yörüngelerde birbirlerini sıfırlayarak net manyetik momentin sıfır olmasına sebep olur. Dolayısıyla, tam dolu olmayan yörüngelerdeki elektronların net manyetik momenti malzemenin manyetizasyonuna katkı sağlar. Malzemenin manyetizasyonu, birim hacim başına düşen net manyetik moment Denklem (2.1)'deki gibi tanımlanmaktadır [27, 28].

$$M = \frac{m}{V} \quad (2.1)$$

Burada, manyetizasyon, M , net manyetik moment, m ve maddenin birim hacmi ise V dir. Atomun içinde olduğu gibi bir iletken üzerinden akan kararlı elektronların hareketi de manyetik alan, H oluşturabilir. Bir ortamda bir şekilde H oluştuğunda, ortamın buna bir tepkisi olan manyetik indüksiyon (manyetik akı yoğunluğu), B ortaya çıkar. Bu kavramların birbirleriyle ilişkisi Denklem (2.2)'de görülebileceği gibi manyetik geçirgenlik, μ olarak ifade edilmektedir [27, 28]:

$$B = \mu H \quad (2.2)$$

Boş uzayda oluşturulan H ile B arasındaki bağıntı Denklem (2.3)'de:

$$B = \mu_0 H \quad (2.3)$$

olarak verilmektedir. Burada, boş uzayda metre başına Henry olarak bilinen boşluğun manyetik geçirgenliği, μ_0 olup değeri $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{H/m}$ 'dir [27, 28]. Bu bağıntı madde

ortamında, manyetik indüksiyona maddenin sahip olduğu manyetizasyondan da katkı geleceğinden Denklem (2.4)'de verildiği şekilde yeniden yazılmıştır [27, 28].

$$B = \mu_0(H + M) \quad (2.4)$$

Buradan çıkarımla, manyetik geçirgenlik, μ ayrıca ortama uygulanan manyetik alan başına ortamda oluşan manyetik indüksiyonun oranı olarak da ifade edilebilmekte ve Denklem (2.5)'de olduğu şekilde verilmektedir [27, 28].

$$\mu = \frac{B}{H} \quad (2.5)$$

Maddeye uygulanan manyetik alan başına maddede oluşan manyetizasyon ise manyetik alınganlık, χ olarak tanımlanmakta ve Denklem (2.6)'da verilmiştir [27, 28].

$$\chi = \frac{M}{H} \quad (2.6)$$

Bazı durumlarda manyetik alana başına manyetik indüksiyon ve manyetizasyon her zaman doğrusal bir fonksiyon olmamaktadır. Bu durumlarda, manyetik geçirgenlik ve manyetik alınganlık ifadelerinin diferansiyel olarak tanımlanması gerekmekte ve Denklem (2.7) ve Denklem (2.8)'deki gibi verilmektedir [27, 28].

$$\mu' = \frac{dB}{dH} \quad (2.7)$$

$$\chi' = \frac{dM}{dH} \quad (2.8)$$

Malzeme, ferromanyetik ve ferrimanyetik gibi sınıflardaysa manyetik domain yapısına sahip olduklarından dolayı farklı H değerlerinde M değerine katkının da farklı olması sebebiyle bu özelliklerin diferansiyel olarak tanımlanması gerekmektedir [27, 28].

2.1.1 Malzemelerin Manyetik Özellikleri

Bir maddenin sergilediği manyetik davranış, temelde onu oluşturan elementlerin elektronik yapısıyla yakından ilişkilidir. Özellikle, atomların sahip olduğu elektronların sayısı ve atom yörüngelerindeki dağılımı, maddenin manyetik özelliklerini belirleyen en önemli faktörlerdir [27, 28]. Bir malzeme manyetik bir alana maruz bırakıldığında, bu alandan

atomların içerisindeki elektronların yörünge hareketleri ve spinleri etkilenir. Elektronların bu etkileşimleri sonucu ortaya çıkan manyetik momentlerin vektörel toplamı, malzemenin net manyetik momentini belirler [27, 28]. Bu net manyetik moment, malzemenin manyetik alana verdiği yanıtı ve dolayısıyla manyetik özelliğinin tanımlanmasına olanak sağlar [27, 28]. Manyetik malzemeler, manyetik alana maruz kaldıklarında verdikleri tepkiye göre farklı sınıflara ayrılırlar.

Diyamanyetik malzemeler, manyetik alan yokluğunda net manyetik momentleri sıfırdır [27, 28]. Ancak, uygulanan manyetik alanla atom veya moleküllerindeki elektronların yörüngesel hareketleri sebebiyle zıt yönde zayıf bir manyetizasyon üreterek tepki verirler [27, 28]. Bu tepki, çok zayıf olması sebebiyle daha güçlü şekilde ortaya çıkan tepkilere sahip diğer sınıflarda gölgede kalsa da sıcaklıktan bağımsız olarak tüm maddelerde gözlenmektedir [27, 28].

Paramanyetik malzemeler, tam dolu olmayan yörüngeye sahip metallerde ve yüklü bileşiklerde gözlenen bir özelliktir. Bu malzemelerin manyetizasyonu, sıcaklığın neden olduğu titreşimler sebebiyle sürekli yön değiştiren elektronların spin momentumlarından kaynaklanır [27, 28]. Sıcaklığın artışıyla titreşimler de arttırdığından manyetik alınganlıkları azalır. Bu sebeple, paramanyetik malzemelerin manyetik alınganlıkları sıcaklıkla ters orantılıdır [27, 28]. Manyetik alana maruz bırakıldıklarında uygulanan dış alan ile aynı yönde zayıf bir yönelim göstererek zayıf bir manyetizasyonun ortaya çıkmasına sebep olur. Ancak, uygulanan dış manyetik alan kaldırıldığında, paramanyetik malzemelerin manyetizasyonu sıfır olur [27, 28].

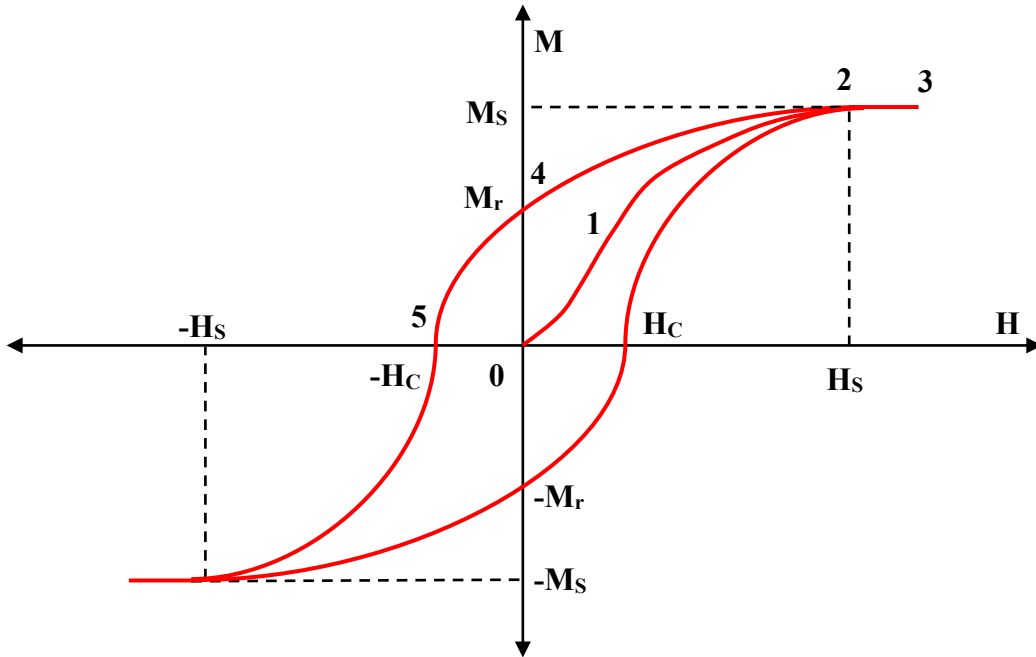
Ferrimanyetik ve antiferromanyetik malzemelerde, komşu atomların manyetik momentleri zıt yönlerde hizalanır. Bu durum, antiferromanyetik maddelerde eşit, ferrimanyetik maddelerde ise bu momentlerin büyüklükleri farklıdır [27, 28]. Ferrimanyetik malzemeler bu fark sebebiyle kendiliğinden manyetizasyon üretebilmektedir. Antiferromanyetik malzemelerde ise manyetizasyon yalnızca bir dış manyetik alan aracılığıyla ve yüksek sıcaklıklarda paramanyetik malzemelerdekiyle aynı davranışlar sebebiyle sadece düşük sıcaklıklarda oluşturulabilir [27, 28].

Ferromanyetik malzemelerde, çiftlenmemiş spinler arasında oluşan etkileşimler sebebiyle komşu atomların manyetik momentleri kendiliğinden aynı yönde hizalanabilir ve bu sayede kesin ve sürekli manyetizasyona sahip olabilirler [27, 28]. Bu duruma manyetik domain

adı verilir. Dış manyetik alana maruz bırakıldıklarında domain etkileşimleri sebebiyle yüksek manyetik akıya sebep olurlar. Ancak, her bir ferromanyetik malzeme için ayırt edici olan kritik bir noktada sıcaklığın sebep olduğu titreşimlerden kaynaklanan kaos komşu etkileşimlerine izin vermeyecek seviyeye ulaşarak paramanyetikler gibi davranmasıyla sonuçlanır [27, 28]. Ayrıca, ferromanyetik malzemeler dış manyetik alana maruz kaldıklarında sahip oldukları manyetik domainler de etkileşime girerek doğrusal olmayan şekilde manyetizasyona sebep olur. Bu sebeple, ferromanyetik malzemelerin manyetik özelliklerinin araştırılmaları için farklı manyetik alan değerlerine karşılık gelen manyetizasyon değerleri kaydedilerek manyetik histerezis eğrisi oluşturulur [27, 28]. Bu sınıf dahilindeki malzemelerin manyetik özelliklerinin anlaşılması manyetik histerezis eğrisinin yorumlanmasıyla mümkündür.

2.1.2 Manyetik Histerezis Çevriminin Yorumlanması

Manyetik histerezis çevriminin oluşmasındaki temel mekanizma, manyetik alan değişimleri sırasında domain duvarlarının hareket etmesidir [27, 28]. Bununla birlikte, fazlalık atomlar, kristal kafesindeki çatlaklar ve boşluklar gibi yapısal kusurlar da histerezis döngüsünün şeklini ve büyüklüğünü önemli ölçüde etkileyen ek faktörlerdir [27, 28]. Ferromanyetik bir malzeme için tipik bir histerezis eğrisi Şekil 2.1’de gösterilmiştir.



Şekil 2.1: Ferromanyetik bir malzemenin tipik histerezis eğrisi.

Şekil 2.1'den takip edilebileceği gibi, bir ferromanyetik malzeme içerisindeki domain hareketleri, uygulanan manyetik alanın şiddetiyle doğrudan ilişkilidir. Malzemeye zayıf bir manyetik alan uygulandığında ($0 \rightarrow 1$), domainlerin manyetik momentleri yavaşça bu alanla aynı doğrultuya yönelim almaya başlar. Manyetik alan şiddeti arttırıldıkça ($1 \rightarrow 2$), tüm domainler sonunda manyetik alanın kritik bir değerinde (doyum alanı, Saturation Field, H_s) tam olarak hizalanır ve malzemenin manyetizasyonu doyuma ulaşır (2). Ferromanyetik malzemelerde doyum manyetizasyonu (M_s) değerinden sonra, uygulanan alanın şiddetindeki artış, manyetizasyonda çok küçük bir değişim yaratır ($2 \rightarrow 3$) [27, 28]. Sonra alan şiddeti yavaşça azaltıldığında, domain duvarları eski yönlerine dönmeye çalışır ancak bazıları yönelimlerini korur (4). Bu kalıcı manyetizasyon (M_r) olarak adlandırılır [27, 28]. Ferromanyetik bir malzemenin manyetizasyonunu sıfıra indirmek için uygulanması gereken zıt yönlü manyetik alan şiddeti (5) ise koersivite alanı (H_c) olarak tanımlanmaktadır [27, 28]. Bu noktadan sonra, manyetik alanın zıt yönde doyuma kadar arttırıldığında ve tekrar sıfırlandığında domain duvarları aynı çevrimi sergilemektedirler [27, 28]. Sonunda, kapalı bir manyetik histerezis çevrimi tamamlanmış olur. Bir manyetik malzeme için manyetik histerezis eğrisinin içinde kalan alan M_r/M_s oranı ile tanımlanmaktadır ve en düşük 0 ile en yüksek 1 değerlerinde olabilmektedir. Bu oran ne kadar büyükse malzeme o kadar sert manyetik özelliklere sahipken alan ne kadar küçükse o kadar yumuşak manyetik özelliklere sahip olur [27, 28]. Ek olarak, malzemenin ölçüm geometrisindeki H_s değerinden manyetik kolay eksen hakkında çıkarım yapılabilmektedir [27, 28]. Bu sayede malzemenin manyetik kolay eksenini belirlenebilir.

2.2 Çok Katmanlı Nano Yapıların Manyetik Özellikleri

Çok katmanlı nanoyapılar, farklı malzemelerin atomik ölçekte düzenli olarak bir araya getirilmesiyle oluşturulan yapay yapılardır. Bu yapılar, elektronik, optik ve manyetik gibi birçok alanda potansiyel uygulamalara sahiptir [42]. Özellikle manyetik özellikleri, veri depolama, sensör teknolojileri ve biyomedikal uygulamalar gibi alanlarda büyük ilgi görmektedir [42]. Çok katmandan bahsedildiğinde iki katman arasında kalan ara yüzey etkileşmelerine bağlı olarak ortaya çıkan ara yüzey etkileri ilk olarak akla gelmektedir. Çok katmanlı nanoyapılarda, farklı malzemelerin ara yüzeyinde oluşan elektron dağılımındaki değişiklikler manyetik özellikleri önemli ölçüde etkiler. Ara yüzeyde oluşan spin polarizasyonu, manyetik anizotropi ve manyetik değiş-tokuş etkileşimleri gibi fenomenler, nanoyapının manyetik davranışına genel olarak katkı sağlar [26-28, 42]. Diğer taraftan,

nanometre ölçeğinde malzemelerin manyetik özellikleri, yığın (bulk) malzemelere göre oldukça farklıdır.

Bu malzemelerin farklı özellikler sergilemesinin ilk sebebi yüzey/hacim oranının yüksek olmasıdır [26]. Çok küçük boyutlardaki parçacıklar (atom, iyon, molekül) ya da bunlardan oluşan bir katman belirli bir mesafede tutulduğunda, ortaya çıkan etkiler nanoyapıların manyetik özelliklerini belirlemede önemli bir rol oynar [28]. Bu etkiler, katmanlı yapı içinde farklı katmanlarda farklı alınganlıklarla ilişkilidir. Özellikle çok katmanlı nanoyapılarda, katman sayısı ve kalınlığı manyetik özellikleri önemli ölçüde etkiler. Katman sayısının artması, manyetik etkileşimleri güçlendirirken; katman kalınlığının azalması, elektronların hareket özgürlüğünü kısıtlar. Farklı malzemelerin atomik düzeyde bir araya gelmesiyle oluşan ara yüzler, elektronlar için potansiyel engeller oluşturur. Bu engeller, elektronları belirli bölgelerde toplanmaya zorlar. Bu durum, elektronların enerji seviyelerini ve dolayısıyla malzemenin manyetik özelliklerini etkiler [26-28]. Bu etkiler, malzemenin manyetizasyon yönünü belirli bir yönde kısıtlayarak manyetik anizotropiye de neden olabilir. Bu özellik, manyetik kayıt cihazları gibi uygulamalarda oldukça önemlidir [26-28]. Bunun yanı sıra, elektronların spinlerinin belirli bir yönde hizalanmasını sağlayarak spin polarizasyonunu artırır [26-28]. Bu özellik, spin yönelimlerinin kontrolünden faydalanarak geliştirilen spintronik cihazlar için de büyük önem taşır [26, 28]. Kısaca, nanoyapıların boyutlarının küçülmesi ve katmanlı yapılarının olması, elektronların davranışlarını etkileyerek malzemenin manyetik özelliklerinde de önemli değişikliklere neden olur. Bu, yeni nesil manyetik malzemelerin ve cihazların geliştirilmesi için önemli bir araştırma alanı ortaya çıkarmaktadır. Çok katmanlı manyetik nano yapılarda, katmanların sırası, manyetik deęiş-tokuş etkileşimlerini ve dolayısıyla nanoyapının manyetik davranışını önemli ölçüde etkileyerek malzemenin farklı manyetik özellikler sergilemesine sebep olmaktadır [31]. Farklı malzemelerin bir araya getirilmesiyle elde edilen çok katmanlı nanoyapılarda, manyetik özellikler malzemelerin manyetik momentleri, manyetik anizotropi ve manyetik deęiş-tokuş etkileşimleri gibi parametrelere göre kontrollü şekilde ayarlanabilir [43-45]. Bu ayarlamaların gerçekleştirildięi moleküler demet epitaksi ve buhar biriktirme gibi farklı üretim teknikleri, nanoyapıların yapısını ve dolayısıyla manyetik özelliklerini kontrol etmek için kullanılabilir. Manyetik özellikleri kontrollü şekilde geliştirilen manyetik çok katmanlı nanoparçacıklar, hedefli ilaç taşıma ve görüntüleme gibi birçok biyomedikal uygulamalarda kullanılabilir. Diğer taraftan, çok katmanlı nanoyapılar, yüksek yoğunluklu veri depolama cihazlarında kullanılmak üzere geliştirilmektedir [45, 46]. Ayrıca, bu yapılar manyetik

alanları hassas bir şekilde ölçmek için kullanılan sensörlerde de kullanılabilir. Ek olarak, manyetik özellikleri kontrollü şekilde geliştirilen çok katmanlı nano yapılar, spin elektronığı temelli yeni nesil elektronik cihazların geliştirilmesinde önemli bir rol oynayabilir.

Uzun zamandır araştırmalara konu olan çok katmanlı nano yapıların manyetik özellikleri gelecek yıllarda da önemini yitirmeden devam edeceği öngörülmektedir. Manyetik çok katmanlı yapıların gelecekte birçok alanda önemli teknolojik gelişmelere yol açabilecek büyük bir potansiyele sahip olmasının yanında onların özelliklerinin çok sayıda değişkenden etkilenmesi tam olarak tanımlanmalarındaki süreci de uzatmaktadır. İleri teorik modellerin geliştirilmesi çok katmanlı nano yapıların manyetik özelliklerini daha iyi anlamaya yardımcı olabilir. Ayrıca, yeni manyetik malzemelerin keşfi ve bu malzemelerin ihtiyaç duyulan cihazlarda kullanılması, yeni uygulamaların geliştirilmesine olanak sağlayabilir.

2.3 Nikel ve Alüminyum Metallerinin Genel Özellikleri

Modern endüstride yaygın olarak kullanılan metallerden nikel ve alüminyum benzersiz fiziksel ve kimyasal özellikleri, onları çeşitli alanlarda vazgeçilmez kılar. En önemlisi ise, her iki metal de büyük oranda geri dönüştürülebilme ve ikincil üretim ürünü adını almaktadır. Bu sebeple, endüstriyel uygulamalarda ikincil nikel ve alüminyum kullanımı sürdürülebilirlik açısından oldukça avantajlıdır. Bu başlıkta, nikel ve alüminyumun atomik yapılarından başlayarak, fiziksel özellikleri, kimyasal özellikleri, üretim yöntemleri ve kullanım alanları gibi konularda kısaca bilgiler verilmiştir.

Nikel: Nikel (Ni), periyodik tablonun 10. grubunda yer alan, gümüş beyazı renkte, nispeten sert ve sünek bir geçiş metalidir. İsveçli kimyager Baron Axel Fredrik Cronstedt tarafından 1751 yılında keşfedilen Nikel, saf olarak üretimi ilk kez 1848 yılında Norveç'te gerçekleştirilmiştir [39]. Nikel, doğada genellikle sülfürlü veya silikatlı mineraller halinde bulunur ve sıklıkla laterit veya sülfür cevherlerinden elde edilir. Genellikle, bu cevherler fiziksel ve kimyasal olarak birtakım işlemlerden geçtikten sonra saflaştırılarak metalik nikel elde edilebilmektedir. Doğadaki kaynakların azalması ve kolayca geri dönüştürülebilir olması sebebiyle nikel, sıklıkla geri-dönüştürülmüş şekilde endüstriyel kullanıma geri kazandırılmaktadır. Nikel, yüksek yoğunluğa, yüksek erime ve kaynama noktasına, iyi elektrik ve ısı iletkenliğine, korozyon dayanıklılığına ve ferromanyetik özelliklerinden dolayı uygulamalarda sıklıkla ihtiyaç duyulan aranan fiziksel özelliklere sahip bir metaldir. Ayrıca, hava ile temas ettiğinde, havadaki oksijen sayesinde yüzeyinde ince bir oksit tabakası oluşturarak paslanmaya karşı dirençli hale gelmektedir. Ek olarak, nikel asitlerin

birçoğuna karşı oldukça dayanıklıdır. Dahası, nikel birçok metal ile alaşım oluşturabilme yeteneğine de sahiptir. Bu sayede, nikel ve alaşımları gıda endüstrisinden havacılık ve uzay endüstrisine kadar geniş bir yelpazede tercih edilmektedir. En önemlisi ise, elektronik ürünlerde; bilgisayar ve cep telefonu imalatında paslanmaz alaşım kasasından bilgi depolama birimlerine kadar farklı amaçlar doğrultusunda yaygın olarak kullanılmaktadır.

Alüminyum: Alüminyum (Al), periyodik tablonun 13. grubunda yer alan, hafif, gümüş beyazı renkte, yumuşak ve dövülebilir bir metaldir. Alüminyum, yer kabuğunda oksijen ve silisyumdan sonra en bol bulunan metallere biridir [40]. Alüminyum, dünyada ve ülkemizde boksit adı verilen bir alüminyum mineralinden elektroliz yöntemi ile elde edilir. Birincil alüminyum üretiminde, harcanan enerji maliyetinin toplam ürün maliyetine oranı %40 civarındayken, ikincil üretimde bu oran %5 civarına düşmektedir [40]. Bu sebeple, endüstriyel alanlarda ikincil alüminyum daha fazla talep görmektedir. Alüminyum, düşük yoğunluğa, düşük erime ve kaynama noktasına sahip olmasının yanında elektrik ve ısı iletkenliği, korozyon dayanımı gibi özellikleri nikel ile benzer olup uygulamalarda sıklıkla ihtiyaç duyulan aranan fiziksel özelliklere sahip bir metaldir. Nikele benzer şekilde, hava ile temas ettiğinde havadaki oksijen ile reaksiyona girerek yüzeyde ince bir alüminyum oksit tabakası oluşturarak paslanmaya karşı dirençli hale gelmektedir. Nikelden farklı olarak, saf Alüminyum asit ve bazlarla zaman içinde reaksiyona girer, dolayısıyla asit ve bazlara karşı uzun vadede dayanımı nispeten düşüktür. Bu sebeple, asit ve bazlarla temas halindeki uygulamalarda alüminyum alaşımları ya da oksitleri tercih edilmektedir. Nikel ve Alüminyum metallere bazı özellikleri karşılaştırmalı olarak Tablo 2.1’de verilmiştir [41].

Tablo 2.1: Nikel ve Alüminyum metallere bazı özellikleri.

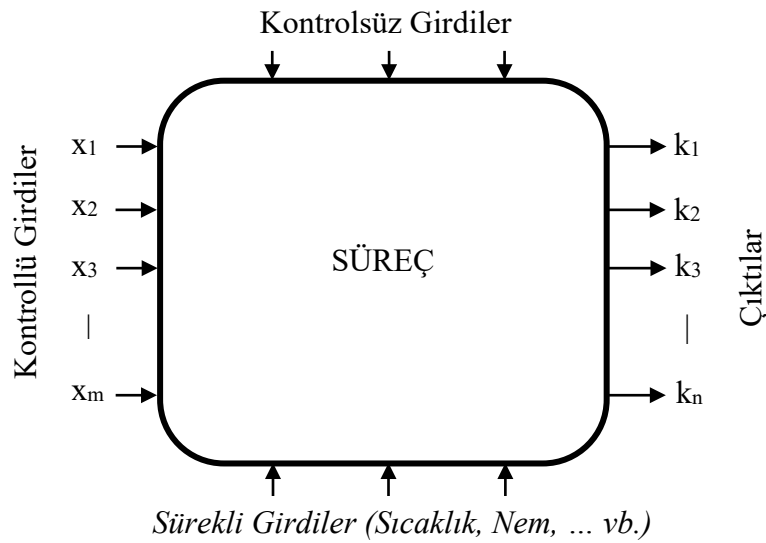
| Özellik | Nikel | Alüminyum |
|-------------------------------|---------------|--------------|
| Yoğunluk (g/cm ³) | 8.9 | 2.7 |
| Erime Noktası (°C) | 1455 | 660 |
| Kaynama Noktası (°C) | 2913 | 2519 |
| Sertlik (Vickers, MPa) | 638 | 167 |
| Elektrik İletkenliği (mS/m) | 14 | 38 |
| Isıl İletkenliği (W/mK) | 91 | 235 |
| Geril dönüşürülebilirlik | yüksek | yüksek |
| Korozyon Dayanımı | yüksek | yüksek |
| Manyetik Sınıf | ferromanyetik | paramanyetik |

Nikel ve alüminyum, modern endüstride anahtar öneme sahip farklı fiziksel ve kimyasal özellikler gösteren elementlerdir [39, 40]. Bu elementler benzersiz özellikleri sayesinde çeşitli alanlarda kullanılmaktadır [39, 40]. Yaygın olarak, yığın bir malzemenin nano

ölçeklerde elde edilmesiyle sıra dışı ve özgün yeni özellikler sergilediği iyi bilinmektedir [26]. Bu durum göz önünde bulundurulursa, nikel ve alüminyumun gelecekte yeni kullanım alanlarının keşfedilmesi ve uygulamalarda kullanılmaları daha verimli olması için bu alandaki çalışmaların devam edeceği hiç şüphesiz ortadadır.

2.4 Deney Tasarımında Temel Tanım ve Kavramlar

Bir hipotez veya varsayımı göstermek, tanımlamak, doğrulamak ve kanıtlamak amacıyla, önceden belirlenebilen bilimsel yöntem ve kurallar dizisine uygun olarak gerçekleştirilen işlem süreci “Deney” olarak anılmaktadır [33, 47-48]. Bir deney ya da süreç için girdi ve çıktıları detaylı şekilde gösteren tipik bir şema Şekil 2.2’de verilmiştir. Şekil 2.2’de, süreçten kasıt belirli bir çıktı (bilgi, teknoloji, ürün ve iş gücü karşılığı) elde etmek için kendi içinde etkileşim halindeki malzeme, yöntem, araç-gereç, ortam koşulları ve insan gibi etkenlerin dâhilindeki faaliyetler dizisi olarak tanımlanabilir. Burada da deney sonucunu etkileyen kontrol edilebilen veya edilemeyen her değişken ayrı birer faktör olarak ifade edilirler. Deney süreci içinde bazı faktörler istenilen değerlerde sabit tutulabilir. Kullanılan malzeme tipi, makine ayarları, üretim yöntemi vb. faktörler kontrol edilebilir faktörlerdir. Öte yandan, süreç içindeki bazı faktörlerin sürecin işleyişi esnasında sabit olarak tutulmaları imkânsız ya da çok zordur [51, 52]. Diğer bir ifadeyle ortamdaki nem miktarı, sıcaklık gibi çevresel faktörler her ne kadar ölçülebilir ise de bu tip faktörler kontrol edilemeyen faktörler olarak anılmaktadırlar.



Şekil 2.2: Tipik bir süreç şeması.

Deney tasarımı ifadesinin tanımı; bir bilgi, teknoloji veya ürünün geliştirilmesi sürecinde, işleyişin performansını iyileştirmek amacıyla, geliştirme sürecini etkileyen kontrol edilebilir faktörler üzerinde değişiklikler yaparak, süreç sonunda muhtemel çıktının özelliklerindeki değişikliklerin gözlemlenmesi, yorumlanması ve iyileştirilmesi olarak yapılabilir [50-54].

Tarihsel Süreçte Deney Tasarımı

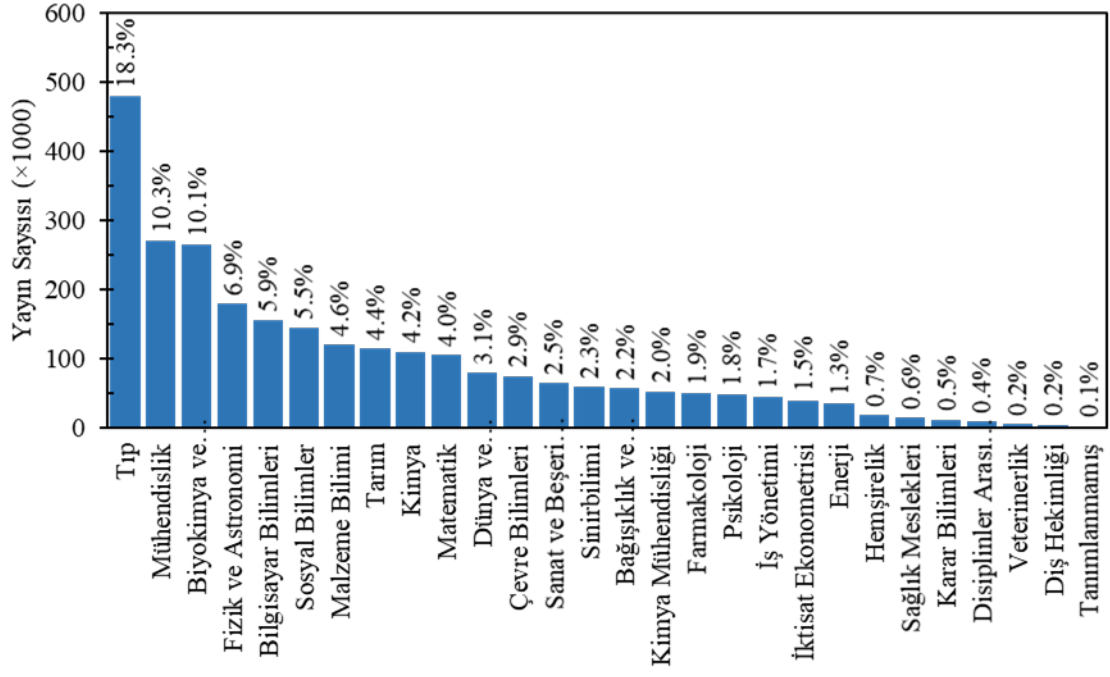
Tarih boyunca insanoğlunun merakı, çevresini gözlemleyerek daha iyi tanıma ve anlama yeteneklerinin geliştirmesi için bir kıvılcım olmuştur. İlk kabilelerde kendilerinden daha hızlı olan av hayvanlarını yakalamak çoğu kez başarısızlıkla sonuçlanmasına rağmen, insanoğlunun merakı sayesinde zaman içinde mızrak, yay ve ok gibi silahlar geliştirilip kullanılarak avlanmak çok daha kolay ve sıradan hale gelmiştir. İnsanoğlunun ihtiyaçlarıyla orantılı şekilde yaşamı kolaylaştıracak araçların arayışı da tarih boyunca devam etmiştir. Besin kaynaklarının sınırlı olması yerleşik toplum hayatına geçişi de geciktirmiştir. Sonunda ilk tarım faaliyetlerinin başlamasıyla yerleşik hayata geçişin temelleri de atılmıştır. Yerleşik topluma geçişle, tarım faaliyetlerinin başlamasıyla birlikte ihtiyaçların bir kısmı karşılanırsa da toplumu beslemek için kolay elde edilebilir besin kaynaklarının yetersiz olması sebebiyle o dönemden günümüze avcılık popülerliğini hiç yitirmemiştir. Her ne kadar, ilk kez 1747 yılında James Lind tarafından bir vitamin eksikliği problemi olan iskorbüt hastalığının tedavisi tıbbi ve biyolojik metotların kullanıldığı bilimsel ve kontrollü bir deney olarak kaydedilse de ilk toplulukların tarımsal problemlerinin deneysel olarak ele alınması oldukça yakın geçmişe, sadece birkaç yüzyıla kadar dayanmaktadır [33, 47-51]. 1843-1856 yılları arasında, İngiltere'nin Rothamsted kentinde, John Lawes ve Henry Gilbert tarafından başlatılan uzun vadeli saha deneylerine kadar tarımsal probleme çözüm arayışı hiç başlamamıştır [33, 47-49]. Bu çözüm arayışları modern bilimsel metotlarla yapılmamasına ve modern deney tasarım ilkelerinden oldukça uzak olsa da daha sonra Sir Ronald Aymler Fisher için yeni fikirler geliştirmeye yeterli gelmiştir. Rothamsted Deney İstasyonu'nda, R.A. Fisher ve Frank Yates tarafından gerçekleştirilen öncü çalışma ile Broadbalk kış buğday deneyi olarak bilinen inorganik bileşiklerin mahsul verimleri üzerine etkilerinin araştırılması modern ilkeleri ve günümüzün tanınmış deneysel tasarımlarının çoğunun geliştirilmesinde 1920'lerden başlayarak ilk adım olmuştur [47-51]. 1926 yılında, Russell tarafından kaydedilen bir söz

“Bir deney basitçe bir sırrı keşfetme umuduyla doğaya getirilen bir sorudur.”

deney ifadesi için kullanılmıştır [52]. Bu sözü göz önünde bulundurarak, deneylerin yüzyıllar boyunca insanoğlunun yaşamında ve çabalarında önemli bir rol oynadığı, en doğru

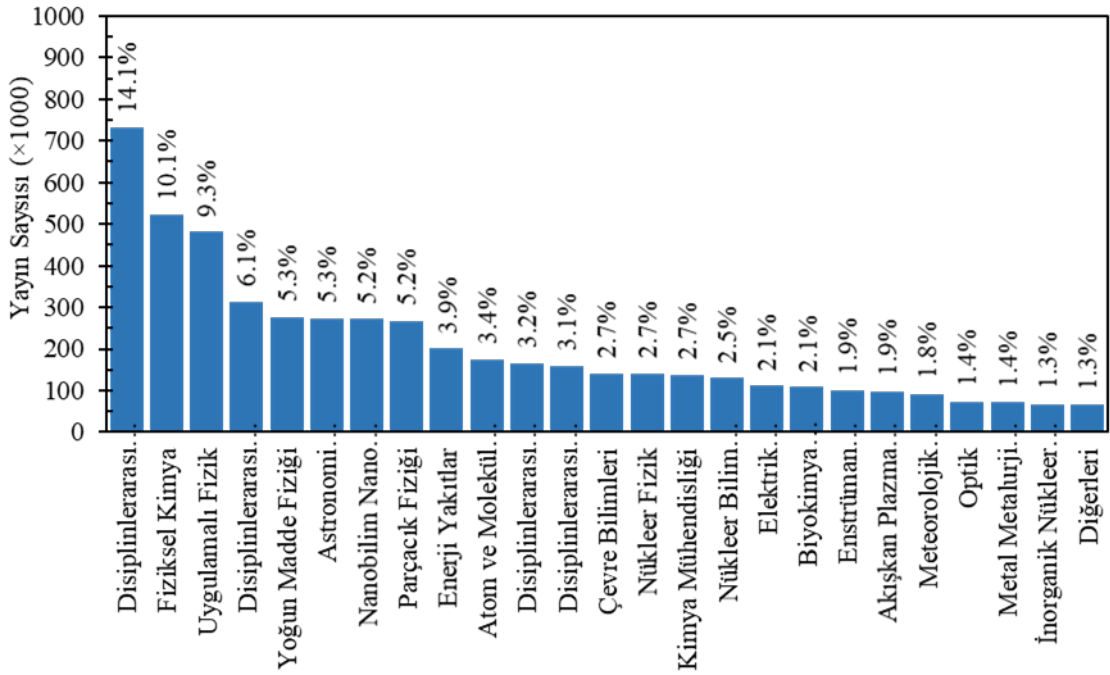
deney tasarımlarını bulmak için sorgulayan zihinlerin yoğun şekilde kafa yordukları aşikârdır. R.A. Fisher tarafından yapılan öncü çalışmaların çoğu, istatistiksel yöntemlerin tarımsal uygulamalarını ele aldı. Ancak, onun ifade ettiklerini anlamak o dönemin bilim insanları için dahi oldukça zordu. Bu sebeple sıradan bir örnek olarak, çay tadımı yapan bayan hipotezinin nasıl test edileceğini tarif etti; belirli bir sayıda bayan süt veya çayın ilk önce bardağa yerleştirilip yerleştirilmediğini sadece lezzetle ayırt edebildi. Bu yöntemler daha sonra biyolojik, psikolojik ve tarımsal araştırmalara geniş ölçüde uyarlanmıştır [52]. 1935'te deney tasarımı hakkında bir kitap yazdı, burada rahatsız edici faktörlerin varlığında deneyden nasıl geçerli bir sonuç çıkarılabileceğini açıkladı. Hava koşullarının (sıcaklık, yağış, toprak durumu) dalgalanması ile rahatsızlık faktörlerinin varlığını analiz etti [51, 52]. Yanıt Yüzey Yöntemi (Response Surface Method, RSM) ifadesi, aynı zamanda George Box tarafından tanımlandı. Süreç optimizasyonu için deneysel tasarım prosedürleri ile ilgileniyordu. 1550'lerde W. Edwards Deming, istatistiksel yöntemlerin yanı sıra deney tasarımı ile de ilgilendi. Japonya'da ise Genichi Taguchi, kalite geliştirme yöntemleri ile ilgilenmekteydi [51, 52].

İlk insanların besin ihtiyaçlarını karşılamak için zorunlu olarak yaptıkları avcılık, günümüzde hobi amaçlı bir aktiviteye dönüşmüştür. Ancak, günümüzde hala elde etmek için büyük çaba ve gayret sarf etmeyi gerektiren pek çok ihtiyaç ve sorunla karşı karşıya olduğumuz yadsınamaz bir gerçektir. Yüksek maliyetli ve üstün çaba isteyen deney sürecini istatistikî deney tasarımları ile henüz deney yapılmadan bazı sorunların öngörülmesi ile daha ekonomik ve kolay hale getirmenin mümkün olduğu anlaşılmıştır. Bu ihtiyaç ve problemler çok geniş alanda, özellikle; temel bilimler, tıp, mühendislik ve endüstriyel uygulama alanlarında modern deney tasarım teknikleri uygulanarak hem iş gücünden hem de maliyetlerden tasarruf sağlanmaktadır [33, 34]. Bilgi, teknoloji ve ürün geliştirmede yüksek rekabetin olduğu günümüzde kaliteden ödün vermeden maliyetlerin azaltılmasında istatistiksel deney tasarım tekniklerinin kullanımı yüksek ilgi ve öneme sahip olduğu için çok çalışılan bir konu haline gelmiştir. Deney tasarımının 1999-2017 yılları arasında kullanımıyla ilgili istatistiklerde öne çıkan ilk 27 ve tanımlanmamış toplam 28 bilimsel alanın sıralaması Şekil 2.3'de verilmiştir [54]. 2017 yılına kadar, deney tasarım teknikleri tıp, mühendislik, biyokimya, fizik ve bilgisayar bilimlerinin bilimsel alanlarında en popüler olduğundan bu alanlardaki uygulaması diğer tüm bilimsel alanların yaklaşık yarısı kadardır. Mühendislik ve biyokimya birlikte yaklaşık % 20 paya sahipken, sadece tıp yaklaşık % 18 paya sahiptir. Diğer taraftan fizik ve bilgisayar bilimi yalnızca % 13 civarında pay almaktadır.



Şekil 2.3: Deneysel tasarım tekniklerinin 1999-2017 yılları arasında kullanımı.

Günümüze gelindiğinde, bu istatistiklerde ciddi değişim gözlenmiştir. İlk 24 bilimsel alan ve diğerlerinde deneysel tasarımının kullanımının 1999-2024 yılları arasında istatistiksel sıralaması Şekil 2.4'de gösterilmektedir [55].



Şekil 2.4: Deneysel tasarım tekniklerinin 1999-2024 yılları arasında kullanımı.

2024 yılına gelindiğinde, disiplinler arası Malzeme Mühendisliği yaklaşık %14 ile en büyük payı almaktadır. Bu süre içinde başta tıp alanı olmak üzere birçok alanda deney tasarım tekniklerinin uygulanması liste dışı kalmıştır. Özellikle malzeme biliminde ve çoğu fen biliminde deney tasarımı tekniklerinin uygulanması artan bir regresyon grafiği sergilediği bu şekillerden de açıkça görülmektedir.

Bütün bu bilgilere dayanarak, mevcut ve olası yeni bilimsel alanlarda uygulanması da dâhil olmak üzere, deney tasarım tekniklerinin bilim insanları tarafından kullanımının gelecekte de ivmelenerek artacağı açıkça ortadadır.

Deney Tasarımı ve Kalite

Kalite birçok zihinde lüks, nadir, üstün nitelikli, pahalı, ... vb. gibi olası uzatılabilecek bir listedeki tüm anlamları taşıyabilir. Kalite literatürüne katkı sağlayan birçok kişi farklı farklı tanımlamalar yapsa da bazı önde gelen zihinlere göre kalite istenen ihtiyaca yeterli cevabı veren her şeydir. Kalite tanımını saygın bir kuruluş olan Amerikan Kalite Denetim Derneği şöyle yapmıştır [53]:

“Bir ürün ya da hizmetin belirlenen gereksinimleri karşılayabilmesini sağlayan nitelik ve özelliklerin tümüdür.”

Kalitenin arzu edilen ihtiyacı karşılamaması durumunda deney tasarımının amacı karşılanmamış olacaktır. İstenilen bilgi, teknoloji, ürün ve hizmet ihtiyacının gereksinimlerinin karşılanmasını sağlamak bir deney tasarımcısının göz önünde bulundurması gereken en önemli etmendir.

Deney Tasarımının Amacı

Deney tasarımı, bir sürecin nasıl çalıştığını anlamak ve bu sürecin kalitesini artırmak için kullanılan güçlü bir istatistiksel yöntemdir. Bu yöntem sayesinde, bir sürecin çıktılarını etkileyen en önemli faktörler belirlenebilir, bu çıktılar istenilen değerlere en yakın hale getirilebilir ve süreçteki değişkenliği en aza indirgeyecek faktörler ve onların seviyeleri bulunabilir.

Deney tasarımının temel amacı, bir süreçteki faktörlerin, o sürecin sonucu üzerindeki etkilerini bilimsel yöntemlerle inceleyerek, sürecin performansını en üst düzeye çıkarmaktır. Bu sayede, bir ürünün istenen özelliklerini elde etmek veya mevcut bir sürecin verimliliğini arttırmak mümkün olur. Örneğin, yeni bir ürün geliştirme sürecinde, ürünün kalitesini etkileyen farklı faktörleri (kullanılan malzeme, üretim sıcaklığı, basınç gibi) deney tasarımı

yöntemleriyle inceleyerek, ürünün istenen özelliklere sahip olmasını sağlayacak sürecin en uygun koşulları belirlenebilir.

Deney tasarımı, süreçlerin daha iyi anlaşılması, optimize edilmesi ve geliştirilmesi için kullanılan etkili bir istatistiksel yöntemdir. Bu yöntem, özellikle ürün ve süreçlerin dış etkenlere karşı daha dayanıklı hale getirilmesi konusunda önemli bir role sahiptir. Kapsamlı bir tanım olarak deney tasarımı, bir sürecin sergilediği davranışlar hakkında bilgi toplayarak, bu sürecin kalite karakteristiklerini etkileyen faktörleri belirleyerek süreç kalitesinin iyileştirilmesi için hangi faktörlerin hangi seviyede olması gerektiğini tespit etmek amacıyla kullanılır [33, 34]. Böylece, süreçten beklenen en iyi performansın elde edilmesi için faktörlerin her biri için en iyi seviyeler belirlenerek sürecin kalitesi de ileri seviyeye taşınabilmektedir. Özetle, deney tasarımının amaçları;

- İlgilenilen çıktı üzerinde en fazla etkiye sahip olan faktörleri belirler,
 - İlgilenilen çıktıyı istenen değere en yakın kılan faktörlerini belirler,
 - İlgilenilen çıktıdaki değişkenliği en aza indirecek kontrol faktörlerini belirler,
 - Kontrol edilemeyen faktörlerin etkisini en aza indirecek kontrol faktörlerini belirler,
- şeklinde maddelenebilir [33].

Deney tasarımı, süreç geliştirmede ve mevcut bir sürecin performansını daha iyi hale getirilmesinde büyük önem arz etmektedir [33]. İstatistiksel deney tasarımı yaygın bir şekilde, bir ürün veya sürecin dış etkenler gibi kontrol edilmesi mümkün olmayan faktörlere karşı istenilen performansı sergilemesi olarak tanımlanan robust (sağlam) tasarımların geliştirilmesinde kullanılmaktadır [33, 34].

Deney Tasarımının Uygulama Süreci

Bir deneyi tasarlama ve analiz etmede istatistiksel yaklaşımı kullanmak için, deneye katılan her kişinin tam olarak neyin araştırılacağı, verilerin nasıl toplanacağı ve en azından nitel bir anlayış konusunda net bir fikre sahip olması gerekir. Ayrıca deney tasarımı öncesi bir planlama yapılması gerekmektedir. Bu planlama için aşağıdaki adımlar iyi bir kılavuz olarak önerilmektedir [32, 44].

- 1) Sorunun tanınması ve açıklanması
- 2) Tepki değişkeninin seçimi ve planlama
- 3) Faktörlerin, seviyelerin ve aralıkların seçimi
- 4) Deneysel tasarım seçimi

- 5) Deneyin yapılması
- 6) Verilerin istatistiksel analizi
- 7) Sonuçlar ve öneriler

Burada her bir konu ayrı ana başlıklar halinde genişletilebilir. Ayrıca, deney tasarım sürecinde bu kılavuz ilgilenilen probleme göre literatür taraması yapılarak istenilen problem çözümü için özgün nitelikte hazırlanmalı ve tüm adımları deneye dahil olan tüm ekip üyeleri tarafından iyi şekilde kavranmalıdır.

Ürün kalitesini etkileyen ürün bileşenlerini ve süreç şartları belirlendikten sonra, ürünlerin üretilebilirliği, güvenilirliği, kalitesi ve sürecin içinde bulunduğu alan performansını artırmak için ilerleme çabalarını yönetilebildiği deney tasarımlarıdır. Tasarlanmış bir deney, yanıtların gözlemlendiği ve aynı zamanda girdi değişkenlerinde bilinçli değişiklikler yapılan testlerin veya deneylerin bir serisidir. Endüstride, tasarlanmış deneyler, ürün kalitesini etkileyen süreç ve ürün değişkenlerinin sistematik olarak araştırılabilmesi için sıklıkla kullanılması öngörülen deney tasarımları standartlaşmışlardır [43].

En verimli şekilde bir deney gerçekleştirilmek isteniyorsa, deneyin planlanmasına bilimsel bir yaklaşım uygulanmalıdır. Deneylerin istatistiksel tasarımı, uygun verilerin istatistiksel yöntemlerle toplanıp analiz edilmesi için geçerli ve nesnel sonuçlara yol açacak şekilde deneyin planlanması sürecini ifade eder. Verilerden anlamlı sonuçlar çıkarılması isteniyorsa, deney tasarımına istatistiksel yaklaşım gereklidir. Sorun deneysel hatalara maruz kalan verileri içerdiğinde ise analizinde tek objektif yaklaşım istatistiksel yöntemlerdir. Bu bakımdan, bir sürecin iki yönü vardır. Bu sebeple, bir deneysel problemin çözülmesi için deneyin tasarımı ve verilerin istatistiksel olarak analizinin yapılması gerekmektedir. Bu iki konu yakından ilişkilidir, çünkü kullanılacak analiz yöntemleri doğrudan planlanan deney tasarımına bağlıdır [49-53]. Deney tasarımının üç temel prensibi rastgeleleştirme, çoğaltma ve bloke etmektir. Bunlar altta kısaca açıklanmıştır.

- a) **Rasgeleleştirme**, deneysel tasarımda istatistiksel yöntemlerin kullanılmasının altında yatan temeldir. Rasgeleleştirmeye hem deneysel materyalin tahsisi hem de deney çalışmalarının bireysel olarak gerçekleştirilme sırası rasgele belirlenir. İstatistiksel yöntemler, gözlemlerin (veya hataların) bağımsız olarak rastgele dağıtılmış değişkenler olmasını gerektirir. Rasgeleleştirme genellikle bu varsayımı geçerli kılar. Deneyi düzgün bir şekilde rastgeleleştirerek mevcut olabilecek yabancı faktörlerin etkilerinin de ortalanması sağlanabilir. Örneğin, sertlik deneyinde

numunelerin biraz farklı kalınlıklarda olduğunu ve söndürme ortamının etkinliğinin örnek kalınlığından etkilenebileceği varsayılırsa; yağ söndürme işlemine tabi tutulan tüm örnekler, tuzlu su söndürme işlemine tabi tutulandan daha kalınsa, farkında olmadan deneysel sonuçlara sistematik sapma katılmış olabilir. Bu sapma, söndürme ortamlarından birini engeller ve sonuç olarak sonuçları geçersiz kılar. Numuneleri söndürme ortamına rastgele atamak bu sorunu hafifletir [50-51].

- b) Çoğaltma,** her bir faktör kombinasyonunun bağımsız bir tekrar çalışmasını gerektirmektedir. Aynı metalürjik deneyde replikasyon, bir numunenin yağ söndürme ile işlenmesini ve bir numunenin tuzlu su söndürme ile işlenmesini içermelidir. Bu nedenle, her bir söndürme ortamında beş numune işlenirse, iki ayrı soğutucu için beş tekrar ve toplamda on deneme elde edilir. Bu denemelerin her biri rastgele sırada yürütülmelidir. Çoğaltma iki önemli özelliğe sahiptir. İlki, deneycinin deneysel hatayı tahmin etmesini sağlar. Gözlenen verilerdeki farklılıkların gerçekten istatistiksel olarak farklı olup olmadığını belirlemenin temel bir sağlaması haline gelen hata tahminidir [43]. İkincisi, deneydeki faktör seviyelerinden biri için gerçek ortalama yanıtı tahmin etmek için numune aracı kullanılırsa, çoğaltma deneycinin bu parametrenin daha kesin bir tahminini almasına izin verir [43-47].
- c) Bloklama,** ilgili faktörler arasında karşılaştırmaların yapıldığı hassasiyeti geliştirmek için kullanılan bir tasarım tekniğidir. Sıklıkla bloklama, rahatsız edici faktörlerden, yani deneysel yanıtı etkileyebilecek, ancak doğrudan ilgilenilmeyen faktörlerden aktarılan değişkenliği azaltmak veya ortadan kaldırmak için kullanılır. Örneğin, bir işlemdeki bir deney, gerekli tüm çalışmaları yapmak için iki grup hammadde gerektirebilir. Bununla birlikte, malzemenin tedarikçiden tedarikçiye değişkenlik gösterebilme olasılığı nedeniyle gruplar arasında farklılıklar olabilir ve bu etki ile özellikle ilgilenilmesi durumunda, hammadde partilerini rahatsızlık veren bir faktör olarak kabul edilmesi doğru olacaktır. Genel olarak, bir blok nispeten homojen deney koşulları kümesidir. Kimyasal işlem örneğinde, her hammadde grubu bir blok oluşturacaktır, çünkü bir parti içindeki değişkenliğin seriler arasındaki değişkenlikten daha küçük olması beklenir. Bu örnekte olduğu gibi, rahatsızlık faktörünün her seviyesi bir blok haline gelir. Daha sonra araştırmacı, gözlemleri istatistiksel tasarımdan her blokta çalıştırılan gruplara böler [45-47].

2.4.1 Deney Tasarım Teknikleri

Deney tasarımı temelinde ihtiyaç duyulan bir bilgi, teknoloji, ürün ve hizmet gibi bir ihtiyacın en düşük maliyetle ve en uygun şekilde giderilmesi için yapılmaktadır. Yani, asıl amaç bir problemin çözümüdür. Bu kapsamda, problemin tanımlanması deney tasarımının uygulama aşamasının ilk adımı olmalıdır [33]. Bu aşamada deneyin amacı ile ilgili tüm bilgiler toplanarak, deneyin amacı açık bir şekilde tanımlanır. Bu aşamada, incelenecek süreçle ilgili tüm ekip üyelerinden fikirlerinin alınması çok önemlidir. Problemin açık ve net bir şekilde ortaya konması, sorunun tüm ekip üyelerince en iyi şekilde anlaşılmasına ve problemin çözümüne de önemli derecede katkıda bulunur. Tam olarak anlaşılmamış basit bir problemi çözmek bile çok zor olabilir. Bu sebeple, bu aşama oldukça önemlidir. Problemin ortaya konmasının ardından sürece etki etmesi muhtemel tüm faktörlerin ve bu faktörlerin seviyelerinin tespit edilmesi gerekir. Bu aşamada, araştırılacak faktörlerin hangi değerlerinde deneme yapılacağı, faktörlerin nasıl kontrol edileceği ve nasıl ölçüleceği önceden belirlenmelidir. Faktörler ve bu faktörlere ait değerler tanımlandıktan sonra süreç hakkında bilgi verecek çıktı değişkeni tespit edilmelidir. Çıktı değişkeni belirlenirken, bunun süreç içindeki araştırılan gerekli bilgileri verdiğinden emin olunmalıdır.

İlgilenilen problemin amacına bağlı olarak uygulanacak olan deney tasarımı tekniğine karar verilir. Deneyin amacı seçilecek tasarımdaki en önemli ölçüttür [33, 34, 49]. Bu sebeple, amacı belirlemeden seçilip uygulanmaya çalışılan bir deney tasarımı tekniğinin doğru çıktılarını elde etmekten uzaklaşacağı unutulmamalıdır. Günümüzde sık kullanılan deney tasarımı yöntemleri altta kısaca verilmiştir.

Deneysel çalışmalarda sıkça kullanılan Eleme Tasarımının iki farklı yöntemi vardır. İlki, Tanımlayıcı Eleme Tasarımları, bir faktörün farklı seviyelerdeki etkilerini daha detaylı inceleyerek hem doğrusal hem de eğrisel ilişkileri ortaya çıkarabilir ve etkileşimleri analiz etmeye daha uygundur [47, 48]. Ancak daha fazla deney gerektirmektedir. Diğeri, Plackett-Burman Tasarımları ise daha az deneyle daha fazla faktörü incelemeye olanak tanır, ancak genellikle ana etkileri belirlemek için kullanılır ve etkileşimleri incelemek için ek deneyler (tasarımı katlama) gerektirebilir [47, 48]. Yani, Tanımlayıcı Eleme Tasarımları daha kapsamlı bir analiz sunarken, Plackett-Burman Tasarımları daha hızlı ve basit bir çözüm sunar. Hangi tasarımın kullanılacağı, araştırılan problemin karmaşıklığına ve araştırmacının önceliklerine bağlıdır.

Faktöriyel tasarımlar, birden fazla faktörün (yani deneyde değiştirilen özelliklerin) farklı seviyelerindeki etkilerini aynı anda incelemek için kullanılan deneysel bir yöntemdir. Bu yöntemde, her bir faktörün tüm seviyeleri diğer faktörlerin tüm seviyeleri ile birleştirilerek deneyler tasarlanır. Yani, faktörler sanki birbiriyle çarpılarak tüm olası kombinasyonlar oluşturulur. Bu sayede, faktörlerin sadece kendi başlarına değil, aynı zamanda birbirleriyle olan etkileşimlerinin de incelenmesi mümkün olur. Faktöriyel tasarımlarda genellikle tüm faktörler sayısal değerlerle ifade edilir ve bu değerler arasında doğrusal bir ilişki olduğu varsayılır. Farklı seviyelere sahip faktörlerin olması durumunda Karışık Seviye Tasarımları uygulanabilmektedir. Karışık Seviye Tasarımları, kontrol faktörleri, seviyeleri farklı sayılarda olan tasarlanmış bir deneydir. Kontrol faktörlerinin seviyelerine göre 2-seviye, 3-seviye, 4-seviye ve 5-seviye gibi adlandırılan tasarımlar olabilir. Bu kontrol faktörlerinin farklı seviyeleri olması durumunda farklı seviyelerin karıştırılması gerekebilir, kontrol faktörlerinin bir kısmı farklı seviyedeysen diğerleri farklı seviyelerde olabilir ve bu farklı seviyelere sahip faktörlerin bir karışımıyla da deney tasarımı yapılabilir [33, 47-51]. Ayrıca, faktörlerin tamamı numerik ve diğer bir kısmı kategorik de olabilir. Bu durumda, yine deney sayısı artmaktadır.

Karışım tasarımları, birkaç bileşen ya da içerikten yapılan araştırma altındaki ürünler için yanıt yüzey deneylerinin özel bir sınıfıdır. Bu deneyler için tasarımlar faydalıdır. Çünkü endüstride ürün tasarımı ve gelişimi aktiviteleri, formüller veya karışımlar çok fazla bulunmaktadır. Bu durumlarda; yanıt, karışımdaki farklı içeriklerin oranlarının bir fonksiyonudur. Örneğin, üç farklı kimyasal malzemenin bulunduğu yüzey dezenfektanı geliştirilmesi karışım tasarımı ile mümkündür [47-51]. En basit karışım deneyinde yanıt, ürünü oluşturan bileşenlerin (içeriklerin) bağıl oranlarına bağlıdır. Ağırlıklar, hacimler ya da bazı diğer birimler olarak ölçülen bileşenlerin miktarı genel toplama eklenir. Faktöriyel bir tasarımın aksine; yanıt, her bir faktörün miktarına bağlı olarak değişir. Basit Merkez, Basit Kafes ve Kısıtlı Köşeler olmak üzere üç farklı alt karışım tasarımında deney tipi mevcuttur [47, 48].

İşlem yapılan çevrede daha kararlı bir şekilde çalışan süreci ya da bir ürünü seçmeyi sağlayan tasarlanmış bir deney Taguchi tasarımı ile gerçekleştirilebilir. Taguchi tasarımları, değişkenliğe sebep olan tüm faktörleri tanımlamaz. Bu kontrol edilemeyen faktörler, gürültü faktörleri olarak isimlendirilir [47-51]. Taguchi tasarımları, gürültü faktörlerinin etkisini en aza indirerek kontrol edilebilen faktörleri tanımlamaya çalışır. Deneyler sırasında, oluşacak

değişimi güçlendirmek için gürültü faktörlerini de dâhil eder. Daha sonra gürültü faktörlerinden gelen değişime direnç veya üretim sağlamlığı ya da süreci oluşturan en uygun kontrol faktörleri seti belirlenir. Bu amaçla tasarlanan bir süreç, daha kararlı ve istenen değere en yakın şekilde çıktı verir. Böylece tasarlanan bir ürünün, çevre koşullarından etkilenmeden, sergilediği performansın daha kararlı olmasını sağlar.

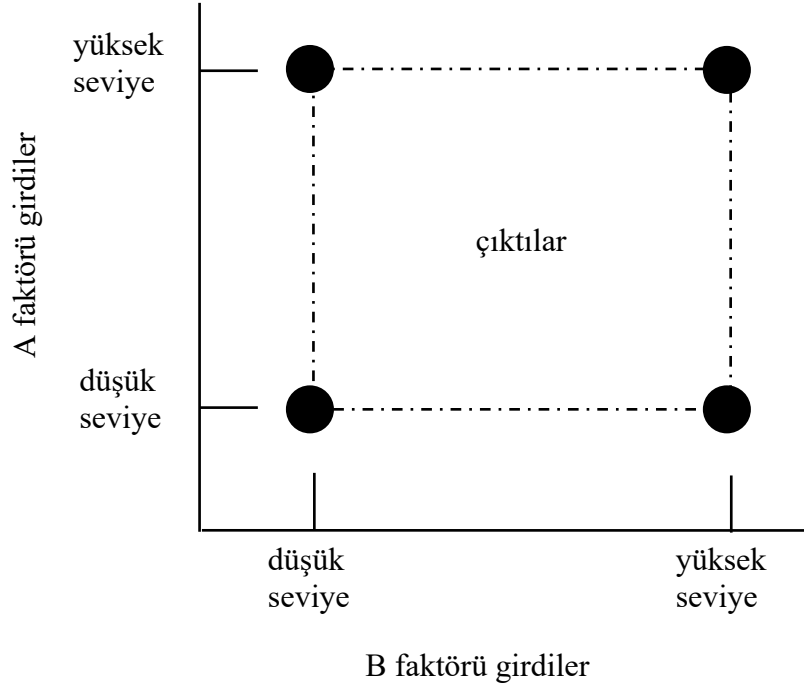
Deney tasarımı tekniği belirlendikten sonra deney tasarımına göre planlanan deneyler gerçekleştirilir. Deneyin gerçekleştirilmesi sürecinde dikkat edilmesi gereken en önemli kriterlerden biri de deneyin planlanan sınırlar dahilinde gerçekleştirilip gerçekleştirilmediğinin izlenmesidir. Bu süreçte karşılaşılabilecek muhtemel deney hataları deney sonucunda elde edilen yanıtların da geçerliliğini yitirmesine neden olur. Deney tasarımının sağlamlığı dikkat edilmesi önemli bir etmenken, deneyin uygulanması sırasındaki yapılacak hatalar sağlam şekilde planlanmış bir deney tasarımını dahi güvensiz hale getirebileceği unutulmamalıdır. Deneyin başarısı, iyi bir planlama ve planlanan şekilde uygulanmasına bağlıdır. Plan kapsamında belirlenen deneyler yapıldıktan sonra elde edilen sonuçlar objektif ve net çıkarımlar yapılabilmesi amacıyla istatistiksel olarak analiz edilerek değerlendirilir. Verilerin analiz edilmesinde kullanılmakta olan birçok paket program (Statistica, SAS, Design-Expert, SPSS, Prisma, Minitab, Statgraphics, ... vb.) mevcuttur [33, 47-59]. Varyans analizi, birden fazla faktörün bir değişken üzerindeki etkisini incelemek için kullanılan güçlü bir istatistiksel yöntemdir. Bu yöntem, faktörler arasındaki varyansı (değişimi) ölçerek, hangi faktörlerin bu değişime daha fazla katkıda bulunduğunu belirler. Ancak varyans analizi sonuçlarının geçerliliği, kullanılan modelin veriye ne kadar iyi uyduğu ile doğrudan ilişkilidir [33, 47, 48]. Bu nedenle, modelin uygunluğunu değerlendirmek için hata analizi gibi ek analizler yapılır. Veri görselleştirme teknikleri ve uygunluk testleri, analiz sonuçlarının daha iyi anlaşılmasını sağlar. Tüm bu süreç, araştırmacılara incelenen süreç hakkında daha derinlemesine bilgi ve güvenilir sonuçlar sunabilir.

2.4.1.1 Faktöriyel Deney Tasarımları

Bilimsel araştırmalarda çoğu zaman değişik ve birbirleriyle ilişkili olmayan etkilerin, bir başka ifadeyle faktör ya da parametrelerin, belirli bir özelliğe olan etkileri inceleme konusu yapılmaktadır. Ancak, bazı araştırma problemlerinde ilgilenilen bir özelliği, birden fazla faktörün etkilediği göz ardı edilemez. Bu durumda, her faktörün bağımsız etkisi kadar, eş zamanlı olarak diğer faktörlerin varlığında belirlenen özelliğe etkilerinin neler olduğu

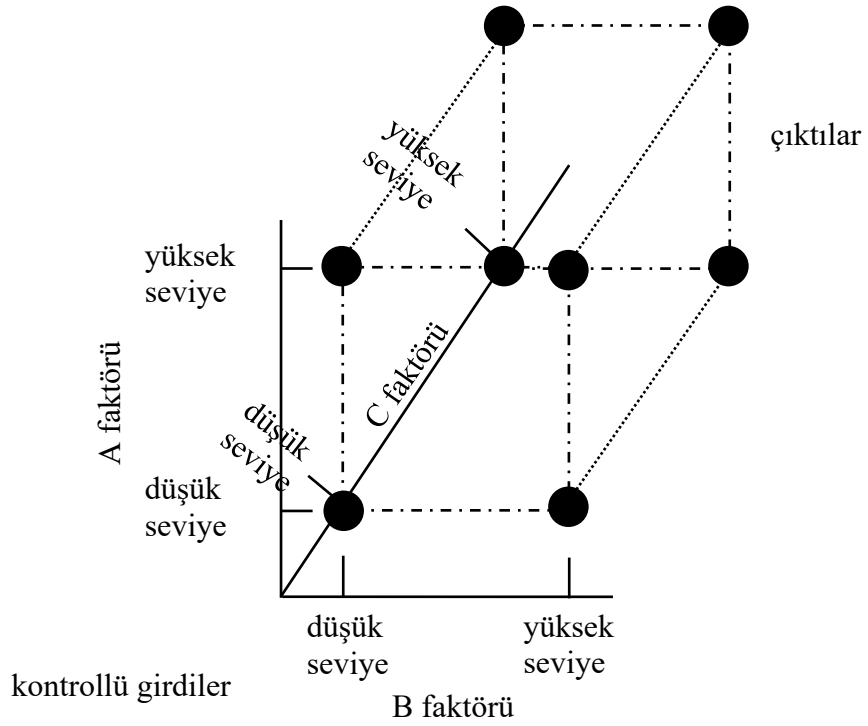
bilgisine ulařılmak istenir. Bu amala genellikle, her bir faktör, diđerlerini sabit bir seviyede tutarak incelenmektedir. Ancak, Fisher aynı anda birok faktörü incelemenin önemli avantajları olduđunu vurgulayarak “faktöriyel denemeler” olarak anılan deney tasarımına öncülük etmiştir. Günümüzde de bu yöntem hâlihazırda uygulanmakta olan araştırma deneyleri için önemli bir yerdedir [33, 47, 48]. Faktöriyel tasarımlar aracılığıyla, faktörlerin mümkün olabilecek bütün seviyeleri bir denemenin tamamı ya da denemelere karşılık gelen tekrarlarla bulunabilir. Böylelikle faktörlerin belirli bir özellik üzerine etki ya da etkilerine detaylı şekilde ulařılabilir. Öte yandan, birden fazla faktör aynı anda incelenirken hiçbir etkisi olmayan faktörler de olabilir. Bu durumda dahi elde edilen sonuç daha güvenilir olacaktır [33, 47-49]. Faktöriyel tasarımlar incelenecek olan faktörlerin birbiriyle vektörel olarak aprazlanmasıyla oluşturulmaktadır [33, 47]. Faktörlerin, herhangi bir sayıda seviyeye sahip olabildiđi ve tüm faktörlerin her bir seviyesinin etkilerinin incelenmesi durumunda tasarlanmış deney tipidir. Faktörlerin tümü doğrusal ve numeriktir [33, 47-49]. Deney sürecinin sonunda sistem ile ilgili çok iyi bilgi alınabilmektedir. Dezavantajlarından biri, deney sayısı her bir faktör ve seviyenin arpımı kadar yüksek sayıda olmasıdır [33, 47-49]. Bir faktörün belli bir seviyesi ile diđer başka bir faktörün seviyeleri arasındaki farka, o faktörün “basit etkisi” denir [33, 47, 48]. Basit etkilerin ortalaması ise esas etki olarak isimlendirilir [33, 47, 48]. Faktöriyel deney tasarımında sonuçlar doğrusallıktan uzaksa yanıt yüzey yöntemi bir alternatif olmaktadır [33, 47]. Diđer önemli bir dezavantajı ise ikili etkileşimler hakkında bilgi vermemesidir [33, 47-49]. Faktöriyel denemelerde, denemeye alınan deđişik faktörlerin etkileri birbirinden bağımsız veya bağımlı olabilir. Eğer faktörler arasında herhangi bir etkileşim yoksa bu faktörlerin etkileri “bağımsızdır” denir [33, 47-49]. Aksi halde, etkilerin birbirine bağımlı oldukları kabul edilir. 2² faktöriyel tasarımın tipik bir şeması Şekil 2.5’de gösterilmiştir.

Faktöriyel tasarım ile elde edilen yanıtlar hem faktör etkileri hem de faktör etkileşimleri tamamen doğrusaldır. Tüm faktörler en düşük (-1) ve en yüksek (+1) olmak üzere iki seviyede olabilmektedir [33, 47, 48]. Bu alıřmada, en yüksek Ms deđerine sahip şekilde Ni/Al ince filmin elde edilebilmesi için hem az sayıda deney yapılması hem de üretim parametrelerinin birbirleriyle olan olası karmaşık ilişkilerinin de belirlenmesi gerekmektedir. Bu durumda, bu tez alıřması kapsamında doğrusal olmayan daha karmaşık ilişkilerin olabileceđi ihtimali göz önünde alındığında, faktöriyel tasarımın uygun olmadığı sonucuna varılmasına neden olmuştur.



Şekil 2.5: İki faktörlü tasarım şeması.

2^2 faktöriyel tasarımdan farklı olarak, üçüncü bir faktör de incelenmek istendiğinde Şekil 2.6’da şematik olarak gösterildiği gibi 2^3 faktöriyel tasarım ortaya çıkacaktır [47-49].



Şekil 2.6: Üç faktörlü tasarım şeması.

2.4.1.2 Yanıt Yüzey Metodolojisi

Bir deneyde farklı faktörlerin yanıt üzerindeki etkisini incelemek için Yanıt Yüzey tasarımları oldukça faydalıdır. Bu tasarımda, faktörlerin farklı seviyeleri ardışık olarak uygulanarak yanıtın nasıl değiştiği incelenir. İlk olarak, eğriliği kontrol etmek ve önemli faktörleri belirlemek için merkez noktaları içeren bir faktöriyel tasarım kullanılır [33, 60-62]. Eğer bu tasarımın sonuçları eğrilik olduğunu gösterirse, deney merkez kompozit tasarım adı verilen bir yanıt yüzey tasarımına dönüştürülür. Bu dönüşüm, faktöriyel tasarıma eksensel noktalar eklenerek yapılır [60, 61]. Merkezi kompozit tasarım, merkezi birleşik tasarımların özel bir türüdür. Bu tasarımda, 2-seviyeli bir faktöriyel tasarıma merkez ve eksensel noktalar eklenerek eğriliği modellemek için daha kapsamlı bir analiz yapılabilir. Box-Behnken tasarımı, merkez kompozit tasarımlara göre daha az deney noktası gerektiren ve dolayısıyla daha ekonomik bir seçenektir. Bu tasarımda, her faktör için 3-seviye kullanılır ve faktörlerin uç noktalarında deney yapılmaz. Bu sayede hem birinci hem de ikinci dereceden etkiler etkili bir şekilde tahmin edilebilir. Diğer taraftan, Yanıt Yüzey tasarımında faktörlerin her bir seviyesi ve bu seviyelerin aralığında kalan alt seviyelerinin de uygulanabilmesi gerekmekte, yani sürekli değerlerde olması gerekmektedir [33, 47, 48]. Bu da deney sayısını nispeten azaltsa da hala çok fazla deneyin gerçekleştirilmesinin gerekliliği anlamına gelmektedir. Araştırmacı, incelediği faktörlerin çıktılar üzerine etkilerini istatistiksel çıkarım yöntemleri aracılığıyla elde ettiği verilerle belirler. Bir dizi veride her bir değer ortalamadan ne kadar uzaklaştığının göstergesi varyans olarak bilinmektedir. Eğer bir veya birden fazla dizi mevcutsa ve her bir dizinin tek bir yanıt ile ilişkisinin incelenmesi durumunda regresyon analizi yapılır [53]. Regresyon analizi, bir ya da daha fazla girdi faktörü ya da faktör(ler)i ile yanıt değişken(ler)i arasındaki istatistiksel ilişkiyi tanımlamak ve böylece yeni gözlemleri tahmin etmek için bir denklem oluşturur [33, 47-51]. Eğer tek bir değişken kullanılarak analiz yapılıyorsa buna tek değişkenli regresyon, birden çok değişken kullanılıyorsa çok değişkenli regresyon analizi olarak isimlendirilir [33, 53]. Genellikle lineer regresyon, kareli artıkların toplamını azaltarak eşitlik türeten en küçük kareler tahmin metodunu kullanır [53]. Regresyon analizi, varyans analizinden farklı olarak ilişki ya da ilişkilerin şeklini, yönünü ve istatistiksel olarak anlamlarını(kuvvetlerini) gösterir. İki değişkene ait değerlerin birlikte azalıp-çoğalmaları istatistiksel açıdan anlamlı olsa bile bu değişkenler arasında bir neden-sonuç ilişkisi bulunmayabilir. Örneğin, bir konutta su ve doğalgaz tüketimi bir arada ve aynı süre içinde artış gösterebilir. Fakat bu, söz konusu değişkenler arasında bir sebep-sonuç ilişkisinin bulunduğundan değil, sıcak su kullanımının artışından ya da muhtemel bir kaçaktan ileri geliyor olabilir. Bir başka ifadeyle, değişkenleri

etkileyen başka faktörlerin olabileceği de göz ardı edilmemelidir. Bu noktada, regresyon analizine ihtiyaç duyulmaktadır. Ayrıca, regresyon analizi ile bulunan katsayılar varyans analizi ile de doğrulanabilir [53, 62, 63]. Regresyon analizinde ilişkiler genelde doğrusallık gösterir, aksi durumda regresyon yöntemi uygun değildir. Regresyon analizinde ilişki doğrusunun x-ekseni ile eğimi regresyon katsayısını gösterir. Katsayının işareti ilişkinin yönünü gösterir [53].

Faktöriyel tasarımda girdi ve çıktı değişkenleri arasındaki ilişkiyi anlamak için regresyon analizi yaygın olarak kullanılır. Ancak, bu ilişkiler doğrusal olmadığında lineer regresyon yetersiz kalabilir. Yanıt Yüzey yöntemi ise, özellikle nicel değişkenlerin olduğu durumlarda, doğrusal olmayan ilişkileri modellemek ve optimize etmek için etkili bir alternatif sunar. Bu yöntem, daha fazla deney verisi gerektirse de karmaşık sistemlerin incelenmesinde daha doğru sonuçlar verir. Yanıt Yüzey yönteminde modelin matematiksel ifadesi, Denklem (2.9) ile gösterilmiştir [33, 64].

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^n \beta_i X_i + \sum_{i=1}^n \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i<j}^n \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (2.9)$$

Burada, Y çıktı değişkenini, X_i 'ler farklı girdi değişkenlerini (faktörleri), $X_i X_j$ çarpımları ise bu değişkenler arasındaki etkileşimleri temsil etmektedir. Ayrıca, her bir girdinin çıktıyı ne kadar etkilediğini gösteren β katsayıları modelin parametreleri iken, ε ise modelin açıklayamadığı varyasyonu ifade eden hata terimidir. Regresyon analizinde ilk adım, modelin hangi terimleri içereceğine karar vermektir. Yani, model sadece doğrusal bir ilişki mi (lineer), yoksa karesel terimler veya farklı girdiler arasındaki etkileşimler de içermeli midir? soruları sorularak karar verilmelidir. Bu karar, incelenen sistemin yapısı ve beklenen ilişkiler hakkında bilgi sahibi olmayı gerektirir. Üçüncü parti istatistiksel deney tasarım yazılımlarında, bu seçim kullanıcıya bırakılır. Modelin yapısına karar verildikten sonra β katsayıları hesaplanır. Bu katsayılar, verilere en iyi uyan modeli belirlemek için kullanılır. Denklem (2.10)'da bu hesaplamaların genel bir gösterimi verilmiştir [33, 64].

$$\beta = (X^T X)^{-1} (X^T Y) \quad (2.10)$$

Bu modelde, parametre vektörü β ile, çıktı vektörü Y ile, girdi değişkenleri matrisi X ile temsil edilmektedir. Çıktı vektörü Y , gerçekte gözlemlenen çıktı değerlerinin yer aldığı bir sütun vektörüdür. X matrisi ise, her bir satırında bir gözlemin tüm girdi değişkenlerine ait değerlerinin bulunduğu bir tablodur. Bu matrisin ilk sütunu, modeldeki sabit terimin (β_0)

katsayısını temsil etmek için tamamen 1'ler sütunundan oluşmaktadır. Diğer sütunlar ise Denklem (2.9)'da belirtilen sıraya göre faktörlerin değerlerini içerir. Ayrıca, Denklem (2.10)'da verilen T transpoz alma işlemine karşılık gelmektedir. Bir regresyon modeli oluşturduktan sonra, modelin ne kadar iyi bir uyum sağladığını ve verideki değişimi ne kadar açıkladığını değerlendirmek için belirleme katsayısı (R^2) ve varyans analizi (Analyses of Varyans, ANOVA) olmak üzere iki temel analiz yapılır. Belirleme katsayısı (R^2), modeldeki bağımsız değişkenlerin (X) bağımlı değişkeni (Y) ne kadar iyi açıkladığını gösteren bir istatistiktir [33, 64]. R^2 değeri 0 ile 1 arasında değişir. Değer 1'e yaklaştıkça, modeldeki bağımsız değişkenler bağımlı değişkendeki değişimi neredeyse tamamen açıklar. Yani, model verileri çok iyi temsil eder. Ancak, R^2 değeri düşükse, modelde bazı önemli değişkenler eksik olabilir veya modelin yapısı uygun olmayabilir. Bu durumda, yeni bağımsız değişkenler ekleyerek veya modelin yapısını değiştirerek modeli geliştirmek gerekebilir. Belirleme katsayısı Denklem (2.11) deki gibi hesaplanmaktadır [33, 64].

$$R^2 = \frac{\beta^T X^T Y - n\bar{Y}^2}{Y^T Y - n\bar{Y}^2} \quad (2.11)$$

Burada, belirleme katsayısı, R^2 değeri modelin verileri ne kadar iyi açıkladığını gösterirken, ANOVA ise modelin anlamlılığını test eder. Tipik bir ANOVA çıktı çizelgesi Tablo 2.2'de verildiği gibidir [33, 64].

Tablo 2.2: Örnek bir ANOVA çıktı çizelgesi.

| Değişimin Kaynağı | Serbestlik Derecesi | Kareler Toplamı (KT) | Kareler Ortalaması (KO) | F-Değeri |
|---------------------------------|---------------------|--------------------------|---|--------------------------------------|
| Regresyonda Açıklanan (işletim) | $m - 1$ | $KT_{işletim}$ | $KO_{işletim} = \frac{KT_{işletim}}{m - 1}$ | $F = \frac{KO_{işletim}}{KO_{hata}}$ |
| Regresyonda Açıklanmayan (hata) | $N - m$ | KT_{hata} | $KO_{hata} = \frac{KT_{hata}}{N - m}$ | |

ANOVA aracılığıyla modeldeki tüm bağımsız değişkenlerin birlikte bağımlı değişken üzerinde anlamlı bir etkisi olup olmadığı F-testi kullanarak anlaşılabilir. F değeri, istatistiksel hesaplardan serbestlik derecelerine göre (m :modeldeki β katsayılarının sayısı, N :gözlem sayısı) bulunabilecek F-kritik değeriyle karşılaştırılır. Diğer bir yol ise P değerinin anlamlılık sınırının neresinde olduğuna bakmaktır. Eğer F değeri kritik değerden büyük veya

%95 güven düzeyinde, P değeri 0.05'ten küçükse model anlamlı kabul edilir; yani, bağımsız değişkenler bağımlı değişken üzerinde anlamlı bir etkiye sahiptir [33, 64]. Bu sayede, oluşturulan modelin güvenilirliği hakkında daha fazla bilgi sahibi olunmuş olur. Kısaca özetlenirse, R^2 modelin uygunluğunu, ANOVA ise modelin geçerliliğini değerlendirir. Her ikisi de bir regresyon analizinde elde edilen sonuçların yorumlanması için önemlidir.

Yanıt yüzey tasarımı yöntemi ile problemin çözümü için gereken bilgilerin kapsamlı şekilde elde edilmesi ancak çok fazla deney gerçekleştirilerek mümkündür. Bu kapsamda değerlendirildiğinde, bu tez çalışması kapsamında en yüksek Ms değerine sahip şekilde Ni/Al ince film parametrelerine daha az deney gerçekleştirilerek ulaşmak amaçlandığından uygun olmayacağı öngörülmüş ve kullanılacak deney tasarım listesinden çıkarılmıştır.

2.4.1.3 Taguchi Tasarım Yöntemi

Japonya'da 1950'li yıllarda Genichi Taguchi tarafından geliştirilmiş olup ismini de geliştiricisinden alan Taguchi Tasarımı, deneysel tasarım yöntemlerinden biridir. Taguchi tasarımı ilk olarak Japonya'da Nippon Telefon ve Telgraf Araştırma Merkezi'nin oluşturulmasında öngörülen 20 yıl üzerindeki süreci 4 yıla düşürmüş ve ilgi görmeye başlamıştır. Sonra üretim endüstrilerinde kullanılmış, sağladığı faydalar endüstride büyük destek görmüş ve zaman içinde dünya çapında kabul görmüştür [52, 59]. Taguchi tasarımı, ürün ve proseslerin tasarımında, değişkenliğin etkisini en aza indirerek en iyi kaliteyi elde etmeyi amaçlayan bir deneysel tasarım yöntemidir. Bu yöntem, deney sayısını azaltarak zamandan ve maliyetten tasarruf sağlarken, daha yüksek kaliteli ürünler ve süreçlerin ortaya koyulmasına yardımcı olur [56-63].

Taguchi tekniğinin felsefesi aşağıdaki şekilde maddeler halinde özetlenebilir.

- **Ortogonal Diziler:** Taguchi tasarımı ile deneylerin tasarlanmasında ortogonal diziler kullanılmaktadır. Ortogonal diziler, deneysel tasarımda kullanılan matematiksel araçlardır. Bu diziler, faktör seviyelerinin tüm kombinasyonlarını denemenin en verimli yolu olan bir dizi kombinasyondur. Ortogonal diziler kullanarak, Taguchi Tekniği, deney sayısını önemli ölçüde azaltır ve daha az kaynak kullanarak daha düşük maliyetle daha fazla bilgi elde edilmesini mümkün hale getirmektedir [56-59].
- **Kaliteyi Ürün Tasarımında Sağlama:** Üretim sürecinde herhangi bir kalite sorununun giderilmesi daha fazla maliyet gerektirmektedir. Bu sebeple, Taguchi yöntemi, süreç içinde değil de henüz tasarım aşamasında yüksek kaliteyi sağlamaya

odaklanır, yani kaliteyi tasarlar. Bu sayede, üretim sırasında hatalı ürünlerin oluşması ve ürünün kalitesinin düşmesi önlenir [56-59].

- **Sinyal/Gürültü Oranı:** Taguchi yöntemi, ürün veya sürecin kalitesini ölçmek için Sinyal-Gürültü Oranı (S/N) kavramını kullanır. S/N değeri, kontrol edilebilir faktörlerin etkisini (sinyal) kontrol edilemez faktörlerin etkisinden (gürültü) ayırt etmeyi sağlar. Varyans analizinde faktörlerin etki dereceleri belirlenip rank sıraları elde edilir [57, 58]. Taguchi tekniğinde ise kontrol edilebilir faktörlerin S/N değerleri en yüksekte en düşüğe doğru sıralandığında varyans analizi ile belirlenen etki derecelerinin sırasıyla aynı sonuç bulunur. Bu sayede, dizilerle yapılan diğer yöntemlerde sapmalar ancak varyans analizi ile belirlenebilirken, Taguchi tekniğinde S/N değerleri aynı zamanda bu sapmaların da bir ölçüsüdür. Bu nedenle, Taguchi tekniği kullanılan bir deney tasarımında ayrıca varyans analizinin yapılmasına gerek kalmamaktadır [57-59]. Hedeflenen kaliteden sapma ile bağıntılı kayıp fonksiyonu kullanılarak S/N değerleri hesaplanabilmektedir [60]. S/N değerlerinin analizi, tasarımın performans özelliklerine göre üç kategoride gerçekleştirilerek daha küçük olan daha iyi (Smaller is Better, SB) (Denklem (2.12)), normal olan daha iyi (Nominal is Best, NB) (Denklem (2.13)) ve daha büyük olan daha iyi (Larger is Better, LB) (Denklem (2.14)) şeklinde bulunabilir. Bu analizlerin her biri için S/N değerleri alttaki şekilde hesaplanmaktadır [56-61].

$$(S/N)_{SB} = -10 \log \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2 \right) \quad (2.12)$$

$$(S/N)_{NB} = 10 \log \left(\frac{\bar{y}}{S_y^2} \right) \quad (2.13)$$

$$(S/N)_{LB} = -10 \log \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2 \right) \quad (2.14)$$

burada, gözlenen veri, y , gözlenen verilerin ortalaması, \bar{y} , gözlenen verinin varyansı, S_y^2 ve n ise gözlem sayısıdır. Analiz sonuçlarının değerlendirilmesinde hangi S/N değerinin kullanılmasından bağımsız bir şekilde en yüksek S/N değeri her zaman en iyi sonucu ifade etmektedir.

- **Kontrol Edilebilir Faktörlere Odaklanma:** Kontrol edilebilir faktörlere (kontrol değişkenleri) odaklanarak kontrol edilemez faktörlerin (gürültü faktörleri) etkilerini

ayırt etmek ve kontrol edilebilir faktörlerin en uygun seviyelerini belirlemektir. Kontrol edilebilir faktörler bir sistemde set edilerek kontrol edilmesi mümkün parametreleri ifade etmektedir. Diğer taraftan ürün veya süreci etkileyen ancak kontrol etmenin mümkün olmadığı diğer tüm parametreler ise kontrol edilemez faktörlerdir [56, 57].

- **Değişkenliği Azaltma:** Ürün ve süreçlerin tasarımında değişkenliği en aza indirmeyi amaçlar. Bu sayede, ürünlerin ve süreçlerin daha sağlam ya da kararlı hale gelmesi ve farklı koşullara karşı daha dirençli olmasına olanak sunar [59].
- **Kayıp Fonksiyonu:** Ürün veya sürecin kalitesindeki sapmalardan kaynaklanan kayıpları ölçmek için bir kayıp fonksiyonu kullanır. Kayıp fonksiyonu, deney sonuçlarının analiz edilmesine ve en uygun faktör seviyelerinin belirlenmesine olanak sağlar. Böylelikle, en fazla kalite kaybına neden olan faktör iyileştirilerek istenen kaliteye yaklaşmak daha kolay ve hızlı şekilde mümkündür [59-61]. Taguchi yönteminde kalite kaybı, düşük kalite maliyetiyle hedeflenen kaliteden sapmanın bağıntısının ikinci dereceden bir fonksiyonudur. Eğer y , kaliteyle ilgili yanıt ve h , hedef değer ise kayıp fonksiyonu $L(y)$ aşağıdaki şekilde Denklem (2.15)'de tanımlanmaktadır:

$$L(y) = k \cdot (y - h)^2 \quad (2.15)$$

burada k , düşük kalitenin birim maliyetini temsil eden bir sabit değerdir. Hedeften sapma ($y-h$) ne kadar artarsa kalite kaybı da ikinci dereceden üstel olarak artacaktır.

- **Deneysel Tasarım:** Taguchi yöntemi, deneysel tasarım tekniklerini kullanarak ürün ve süreçlerin tasarımında en uygun faktör seviyelerini belirlemeyi sağlar. Bu sayede, daha az deney ile daha fazla bilgi elde edilmesi ve daha hızlı ve daha ucuz bir şekilde yüksek kaliteli ürünlerin ve süreçlerin ortaya koyulması mümkün olur [59-61].
- **Sürekli Geliştirme:** Taguchi yöntemi, statik bir yöntem değil, sürekli gelişmeyi ve iyileşmeyi teşvik eden bir yöntemdir. Bu sayede, ürün ve süreçlerin kalitesi sürekli olarak artırılabilir [57-63].

Taguchi tasarımı endüstride kalite kontrol, ürün ve süreç tasarımı ile farklı alanlarda kullanılmaktadır. Kalite kontrol kendi içinde on-line ve off-line olarak ikiye ayrılmaktadır. Bir ürünün imalatı sürecinde ve imalat sonrası hizmetlerin sağlandığı sırada süreç kontrolünün istatistiksel olarak incelenmesi ve analizi on-line kalite kontrol faaliyetleridir. Bir

ürün ile ilgili pazar araştırması ile ürün ve imalat sürecinin geliştirilmesi sürecinde gerçekleştirilen faaliyetler ise off-line kalite kontroldür [58-60].

Taguchi Yönteminin Uygulama Alanları

Taguchi felsefesinin etrafında toplanmış ve felsefenin maddelerini gerçekleştiren üç temelde sistematik şekilde uygulanabilmektedir. Bunlar arasında sistem tasarımı, tolerans tasarımı ve parametre tasarımı vardır.

a) Taguchi Yöntemiyle Sistem Tasarımı

Kaliteli ürün elde etmenin en ucuz yolu ürünü henüz üretmeden önce yüksek kaliteli ürünlerin nasıl üreteceğini öngörmek ve birden fazla bileşenden oluşan karmaşık üretim sistemlerinin geliştirilmesi ve en iyi hale getirilmesi sürecidir. Taguchi tekniği, sistem tasarımı aşamasında aşağıdaki amaçlara ulaşmak için kullanılabilir [59, 60].

- **Sistemin genel performansını en iyi hale getirmek:** Sistemin bileşenlerini ve bunların arasındaki etkileşimleri en iyi hale getirerek sistemin genel performansını en üst düzeye çıkarmak için kullanılabilir.
- **Sistemin sağlamlığını artırmak:** Sistemin değişkenliklere karşı daha dirençli hale gelmesi için kontrol edilebilir faktörlerin en uygun seviyelerini belirlemek için kullanılabilir.
- **Sistemin maliyetini düşürmek:** Sistemin tasarımında ve üretim sürecinde daha az kaynak kullanılmasını sağlayarak sistemin maliyetini düşürmek için kullanılabilir.

Örnek olarak bir elektronik devrenin tasarımı için Taguchi tekniği kullanılabilir. Bu durumda, devrenin performansını etkileyen faktörler (kontrol edilebilir faktörler) belirlenir ve bu faktörlerin farklı seviyelerinde deneyler gerçekleştirilir. Deney sonuçları analiz edilerek en uygun faktör seviyeleri belirlenir ve devrenin tasarımı optimize edilebilir.

b) Taguchi Yöntemiyle Tolerans Tasarımı

Bir ürünün veya sürecin bileşenlerinin boyut ve şekil gibi özelliklerinin kabul edilebilir aralıklarını belirleme sürecidir. Doğru tolerans tasarımı, ürünün işlevselliğini ve kalitesini korurken üretim maliyetlerini de düşürebilir [58-60]. Taguchi tekniği, tolerans tasarımı aşamasında aşağıdaki amaçlara ulaşmak için kullanılabilir:

- **Ürün ve süreçlerin sağlamlığını artırmak:** Toleransları en iyi hale getirerek ürün ve proseslerin değişkenliklere karşı daha dirençli hale gelmesini sağlayabilir. Üretim

sürecinde çalışanların değişimi ile hem üretim hattının hem de çıkan ürünün kalitesinin olumsuz etkilenmesi önlenebilir.

- **Üretim hatalarını azaltmak:** Toleransları en iyi hale getirerek üretim hatalarını ve bunların neden olduğu maliyetleri azaltabilir. Üretim sürecindeki hataların düzeltilmesi de ekstra maliyete sebep olmaktadır. Önemli olan üretim sürecinde hatalarla karşılaşmadan önce kaliteli bir üretim sistemi tasarlamaktır.
- **Ürün ve süreçlerin kalitesini artırmak:** Taguchi tekniği, toleransları en iyi hale getirerek ürün ve proseslerin kalitesini ve müşteri memnuniyetini artırabilir. Kaliteli bir ürünü ortaya koyabilen kaliteli bir üretim süreci hem ürün taleplerini hem de ürün imalatçıları memnun edecektir.

Örnek olarak, bir dişli kutusunun tasarımı için Taguchi tekniği kullanılabilir. Bu durumda, dişlilerin boyut ve şekil gibi özelliklerinin toleransları belirlenir ve bu toleransların farklı seviyelerinde deneyler gerçekleştirilir. Deney sonuçları analiz edilerek en uygun toleranslar belirlenir ve dişli kutusunun tasarımı en iyi hale getirilebilir.

c) Taguchi Yöntemiyle Parametre Tasarımı

Bir ürünün veya sürecin işlevini ve performansını belirleyen parametrelerin seviyelerini belirleme süreci parametre tasarımı ile sağlanabilir. Doğru parametre tasarımı, ürünün işlevselliğini ve kalitesini en iyi hale getirirken üretim maliyetlerini de ciddi şekilde aşağıya çekebilir [58-60]. Taguchi tekniği, parametre tasarımı aşamasında aşağıdaki amaçlara ulaşmak için kullanılabilir:

- **Ürün ve süreçlerin performansını en iyi hale getirmek:** Parametreleri en iyi hale getirerek ürün ve süreçlerin performansını en üst düzeye çıkarabilir. Üretim sürecinde bazen yüksek maliyetli bir hammadde bazen daha düşük seviyede kullanılarak daha yüksek kalite elde edilebilir.
- **Ürün ve süreçlerin sağlamlığını artırmak:** Parametreleri en iyi hale getirerek ürün ve süreçlerin değişkenliklere karşı daha dirençli hale gelmesini sağlayabilir. Ürün ve sürecin çevresel faktörlerden en az etkilenecek şekilde üretilmesine olanak sağlar.
- **Ürün ve süreçlerin kalitesini artırmak:** Parametreleri en iyi hale getirerek ürün ve proseslerin kalitesini ve müşteri memnuniyetini artırabilir. Kaliteli bir ürün zaman içinde kendi reklamını yapar ve pazar hakimiyetini artırır.

Örneğin, bir ışık yayan diyot (Light Emitting Diode, LED) tasarımı için Taguchi tekniği kullanılabilir. Bu durumda, LED'in parlaklığı, renk sıcaklığı ve ömrünü etkileyen parametrelerin alt ve üst limit değerleri belirlenir. Sonra, bu parametrelerle uygun deney tasarımı seçilir, planlama yapılır. Tasarımın önerdiği deneyler gerçekleştirilir. Sonuçlar istenen özellik açısından analiz edilerek yanıtlar belirlenmiş olur. Daha sonra yanıtlar çalışılan özelliğin istenilen kaliteye ulaşması için analiz edilerek en uygun özelliğe sahip LED elde etmek için üretim parametrelerinin en uygun seviye değerleri belirlenir. Sonunda, incelenen özelliği istenen kalitede LED'in elde edilebilmesi için üretim parametrelerinin hangi seviyelerinin kullanılması gerektiği bulunabilir.

Taguchi Yönteminin Avantajları

Taguchi tasarımının diğer yöntemlere göre üstün bazı avantajları mevcuttur. Bu avantajlardan bazıları şu şekilde sıralanabilir. Diğer deneysel tasarım yöntemlerine kıyasla daha az sayıda deney ile daha fazla bilgi elde edilmesini sağlar. Bu sayede deney sayısını azaltarak zamandan, işgücünden ve maliyetten tasarruf sağlar. Süreç ve/veya ürünün daha yüksek kalitede elde edilmesini sağlar. Sağlam, dayanıklı ürünlerin ve bu ürünlerin imalatındaki süreçlerinin de sağlam bir şekilde tasarlanmasına yardımcı olur. Ürün ve/veya bir süreç için talepleri karşılamaya olan başarısı sayesinde çıktılar ürün bazında kullanıcıyı, süreç bazında ise imalatçıyı memnun eder. Ayrıca, karmaşık sistemlerin tasarımında kullanılabilir. Deneysel tasarım sürecinde tasarımcı için hızlı, kolay ve pratik şekilde uygulanabilir. Ek olarak, dinamik oluşu ile sürekli gelişmeyi ve iyileşmeyi teşvik eder [59-61].

Taguchi tekniği ürün ve süreçlerin tasarımında yüksek kaliteyi elde etmek için birlikte kullanılabilir. Taguchi tekniği, deneylerin tasarımı ve yürütülmesi için bir çerçeve sağlar. Taguchi tasarımı ile araştırılacak olan faktörleri ortogonal diziler haline getirilir ve bu dizilerle oluşturulan deney reçetesi uygulanır. Reçetedeki deneylerin sırayla yapılmasına gerek olmadığı gibi rastgele yapılması da hataları azalttığından dolayı tasarlanmış deneylerin rastlantısal ilkesine de uygundur. Deneysel optimizasyon ise, deney sonuçlarını analiz ederek ve en uygun faktör seviyelerini belirleyerek ürün ve süreçlerin performansını istenen kaliteye getirmek için kullanılır. Taguchi tasarımında kalite optimum bir değerden ziyade optimuma en yakın bir değer alır. Bu çalışma boyunca optimum kelimesi de bu anlamda kullanılmıştır. Daha sonra doğrulama deneyi adımına geçilerek, tahmin edilen değerlerin en iyi sonucu verip vermediği kontrol edilir [59-61]. Bu çalışma kapsamında, Ni/Al çok

katmanlı ince filmlerin istenen en yüksek doyum manyetizasyonuna sahip şekilde elde edilebilmesi için Taguchi tekniği uygulanmıştır.

Performans Tahmini

Taguchi yöntemi, ürün ve süreçlerin kalitesini artırmak amacıyla kullanılan istatistiksel bir deney tasarımı yöntemidir [33, 47, 48]. Bu yöntemde, S/N değerleri ölçümüyle, kontrol edilebilen faktörlerin (sıcaklık, basınç) istenen çıktı üzerindeki etkisini, kontrol edilemeyen faktörlerin (ham madde kalitesi, kalibrasyon hataları) çıktı üzerindeki olumsuz etkisine oranlayarak en iyi sonuçları veren faktör kombinasyonlarını belirler [33, 62-64] Taguchi yöntemi hem nicel hem de nitel değişkenlerle çalışabilir, faktör seviyelerinin eşit olmasını gerektirmez ve az sayıda deneyle etkili sonuçlar verir. Ancak, bu yöntemin en büyük dezavantajı, tam olarak optimum çözümü değil, bu çözüme oldukça yakın bir sonuç vermesidir [33, 62-64]. Tahmin edilen performans değeri, her bir faktörün her bir seviyesi için Taguchi analizi ile elde edilen ortalama tablosundaki yanıt değerleri ve deney reçetesindeki en yüksek yanıt değeri ile de bağıntılıdır [62-64]. Her bir faktörün istenen performans değerinin tahmin edilmesi için Denklem (2.9)'dan farklı olarak aşağıda verilen Denklem (2.16)'da olduğu gibi kullanılmıştır.

$$Y_{opt} = \bar{Y}_{opt} + (\bar{A}_l - \bar{Y}_{opt}) + (\bar{B}_l - \bar{Y}_{opt}) + (\bar{C}_l - \bar{Y}_{opt}) + \dots \quad (2.16)$$

Burada, ortalama tablosunda istenen performansa göre en uygun değerleri, ($\bar{A}_l, \bar{B}_l, \bar{C}_l, \dots$) ve deney reçetesindeki deneylerde elde edilen performans değerlerinden istenene en yakını, Y_{opt} 'dur. İstenen performansa göre en uygun değerler de değişir.

Güven Aralığının Belirlenmesi

Taguchi tasarımı ile yapılan analiz sonucunda istenen performans için bir tahmin yapılabildiği gibi, istenen performansın güven aralığı (Confidence Interval, CI) da belirlenebilir [33, 66]. Toplam deney sayısı, N ve toplam serbestlik derecesi, T_{dof} olmak üzere etkili çoğaltma sayısı aşağıdaki Denklem (2.17) kullanılarak;

$$n_{eff} = \frac{N}{1 + v_2} \quad (2.17)$$

elde edilir. Etkili çoğaltma sayısı da kullanılarak güven aralığı aşağıdaki Denklem (2.18) kullanılarak hesaplanabilir [33].

$$CI = \sqrt{F_{(\alpha, v_1, v_2)} v_1 \left(\frac{1}{n_{\text{eff}}} + \frac{1}{r} \right)} \quad (2.18)$$

burada, %100(1 - α) güven aralığının hesaplanabilmesi için gerekli olan; hata serbestlik derecesi, v_1 ve toplam serbestlik derecesi, v_2 kullanarak F-tablosu okunarak belirlenen F-oranı, $F_{(\alpha, v_1, v_2)}$ ve doğrulama deneyinin tekrar sayısı, r 'dir. Doğrulama deneyi gerçekleştirildikten sonra istenen performans değeri hesaplanan CI ile tekrar hesaplanarak beklenen performansın kabul edilebileceği değerlerin bant aralığı aşağıdaki Denklem (2.19) ile gösterilmiştir.

$$Y_{opt_{hMs}} \left(Y_{opt_{hMs}} - CI < ? < Y_{opt_{hMs}} + CI \right) = 0.95 \quad (2.19)$$

Kalite Kaybı

Deney sonucunda elde edilen performans yanıtı bu güven aralığında olmak zorundadır. Kalite kaybının belirlenmesi, istenen performans için kalite kaybı, performansın başlangıç değeri, $L_{ini}(y)$ ile istenen performansın deneysel değeri, $L_{opt}(y)$ 'nin oranının 1/2'nin S/N değerleri farkı kadar ki kuvvetiyle orantılı olduğundan aşağıdaki oran Denklem (2.20) ile ifade edilmektedir [66].

$$\frac{L_{opt}(y)}{L_{ini}(y)} \approx \left(\frac{1}{2} \right)^{\Delta_\eta} \quad (2.20)$$

burada, başlangıçtaki yanıt, $L_{ini}(y)$, optimum kombinasyonunun yanıtı, $L_{opt}(y)$ ve S/N değerleri farkı, Δ_η dir.

Taguchi yöntemi kullanılarak hazırlanan bir deney seti gerçekleştirilerek yanıtlardan tasarımın analizi yapıldıktan sonra elde edilen parametre seviyeleriyle en uygun performans yanıtı da tahmin edilebilir [33, 58]. Sonunda, bir doğrulama deneyi gerçekleştirilerek tahmin edilen performans değeri ile gerçek deneysel performans değerinin bir karşılaştırması yapılabilir [33, 58]. Bu çalışmada, en yüksek M_s değerine sahip şekilde Ni/Al ince filmin elde edilebilmesi için en az sayıda deney yapılması, faktörlerin (üretim parametreleri) hem numerik hem de kategorik olabilmesi ve ayrıca faktörlerin birbirleriyle olan farklı dereceden ilişkilerinin belirlenebilmesine olanak sağlaması sebebiyle Taguchi tekniği tercih edilmiştir.

3. DENEYSEL TEKNİKLER

Bu tez çalışması iki aşamadan oluşmaktadır. Birinci aşamada çok katmanlı Ni/Al filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri üzerine üretim parametrelerinin etkisini incelemek için farklı üretim parametreleri altında farklı seriler olarak filmler üretilmiştir. İkinci aşamada ise Taguchi yöntemi ile optimizasyon için bir seri film daha üretilmiştir. Daha sonra alınan sonuçlara göre hesaplamalar yapılarak Taguchi doğrulama deneyi kapsamında bir film daha üretilerek tahmin edilen değerlerle kıyaslama yapılabilmesine olanak sağlayacak üretim tamamlanmıştır. Bu süreçlerde, tüm filmler aynı aşamalarla hazırlanmış sadece üretim parametreleri planlanan şekilde ayarlanarak gerçekleştirilmiştir. Filmler üretimi tamamlandıktan sonra vakumlu cam desikatörlerde saklanmış ve en kısa sürede analiz edilerek karakterize edilmiştir. Bu bölümde, tüm filmler için üretim ve karakterizasyonlar hakkında bilgiler alt başlıklarda verilmiştir.

3.1 Filmlerin Üretimi

Filmlerin üretim süreci açıklanmadan önce üretim yöntemi ile ilgili teknik bilgiler film üretiminin hazırlık aşamaları daha iyi anlaşılacağından öncesinde verilmiş, daha sonra film üretim aşamaları detaylı şekilde açıklanmıştır.

Günümüzde malzeme üretim süreci yukarıdan-aşağıya (up-down) ve aşağıdan-yukarıya (down-up) olmak üzere iki farklı yaklaşımla gerçekleştirilebilmektedir [26, 31]. Sanayide sıklıkla tercih edilen tornalama, frezeleme, tıraşlama, zımparalama, parlatma, öğütme gibi geleneksel üretim yöntemleri yukarıdan-aşağıya malzeme üretiminde en bilinen örneklerdendir. Bu yöntemlerin yanı sıra elektro-korozyon, lazer kesme ve kazıma gibi daha yakın zamanda ortaya çıkan modern yöntemler de artık herkes tarafından bilinir hale gelmektedir. Malzeme üretiminde diğer bir yaklaşım ise aşağıdan-yukarıya malzeme üretim yöntemleridir. Bu yöntemlerde bir malzemenin üzerinde yeni bir malzeme istenilen kalınlığa gelene kadar yığınlar halinde biriktirilir. Bu yöntem kaplama olarak da bilinmektedir ve nikelaj ve emaye en bilinenlerine örnek olarak verilebilir. Kaplama yöntemi, kaplanacak malzemenin bulunduğu faza göre; buhar, sıvı, eriyik ya da yarı eriyik ve katı olmak üzere dört ana başlık altında gruplanmaktadır. Özellikle, yüksek kaliteli sonuçlar vermesi sebebiyle buhar fazdan yapılan kaplamalar sıklıkla yüksek teknoloji uygulamalarında tercih edilmektedir. Yüksek teknolojik uygulamalar için malzeme üretiminde İyon Demeti Destekli Biriktirme, Kimyasal Buhar Biriktirme ve Fiziksel Buhar Biriktirme (Physical Vapour Deposition, PVD) yöntemleri geliştirilmiştir [26, 31]. PVD kaplama yöntemleri

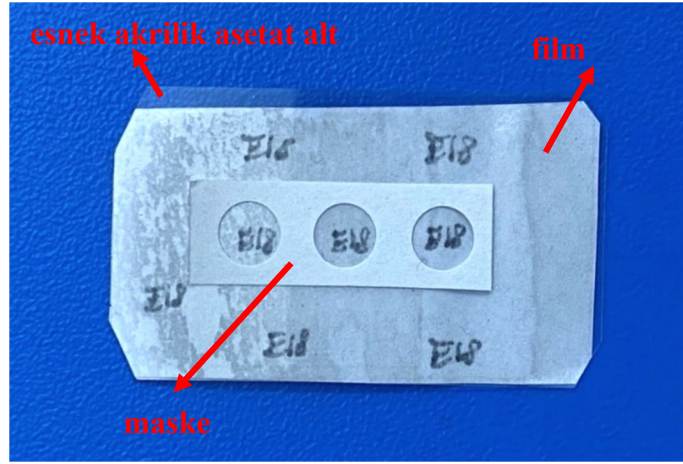
buharlaştırma (evaporation) ve saçırma (püskürtme, sputtering) olarak gerçekleştirilebilmektedir. Ek olarak, saçırma tekniği kaplama yapılacak kaynak malzemenin hedeflenme yöntemine göre manyetik alan, iyon demeti, diyet ve triyot olarak farklı şekillerde gerçekleştirilebilmektedir. Bu çalışmada, saçırma sürecinde iyonlar doğru akım ile hızlandırılarak kaynağın üzerine kalıcı bir miknatısın oluşturduğu manyetik alan ile hedeflenmiştir. Bu sebeple, bu yöntem doğru akım magnetron saçırma (DC Magnetron Sputtering, DCMS) olarak anılmaktadır [26, 31]. Fiziksel buhar biriktirme işlemi; buhar fazın oluşturulması, oluşan buharın kaynaktan alt tabakaya taşınması ve alt tabaka üzerine yoğunlaşarak birikmesi süreciyle gerçekleştirilir [26, 31]. Buharlaştırma sürecinde, malzeme kaynağına uygulanan termal enerji sayesinde atomlar veya moleküller yüzeyden koparılır. DCMS tekniğinde ise bir taşıyıcı gaz (genellikle reaktif bir gaz) aracılığıyla kaynaktan sökülüp alt tabaka üzerine taşınarak ince film oluşturulur. DCMS tekniğinde, oldukça düşük basınçta kaynak hedef (katot) ile alt tabaka (anot) arasında çoğunlukla inert bir gaz gönderilir. Katot ile anot arasında bir gerilim oluşturulur. Bu gerilim, katot ile anot arasındaki gazın iyonlaşmasına sebep olur. Oluşan iyonlar pozitif yüklü oldukları için elektrik alanda hızlanırlar ve katot üzerine doğru küçük bir iyon akımının oluşmasına sebep olur. Gerilimin artmasıyla akım da artarak hedef yüzeyine çarpan iyonların sayısı da artmaya başlar. Bu süreçte, kritik bir noktadan sonra iyonların hedef yüzeyinden söktüğü elektronlar, ortamda henüz nötr haldeki gaz atomlarına çarparak onları da iyonize eder. Bu durum birbiri ardına gerçekleşerek çığ gibi durdurulamaz şekilde meydana gelir. Çığ benzeri bu durum meydana geldiğinde, üretilen elektron sayısı yeterli iyon üretmeyi sağlar ve üretilen iyonlar da tekrar aynı sayıda elektronu üretir. Böylece, oluşan deşarj kendi kendini sürdürür hale gelerek gözle görülür bir ışıldamanın oluşmasına sebep olur. Bu noktada uygulanan gerilim bir miktar azalarak akım aniden yüksek bir değere çıkar. Bu ışıltı bölgesinde kaynak hedef yüzeyindeki iyon bombardımanı alanı yüzeyin pürüzlü olduğu bölgelerde yoğunlaşabilir. Bu yoğunlaşmadan kaçınmak için, güç artırılarak homojen bir parıltı, dolayısıyla homojen bir saçılma elde edilebilir [26, 31]. DCMS tekniği, optik, yarıiletken cihazlar ve nanoteknoloji uygulamaları gibi yüksek teknoloji uygulamalarında ihtiyaç duyulan malzemelerin üretiminde sıklıkla tercih edilen teknik haline gelmiştir [26, 31]. DCMS tekniğiyle neredeyse her tür malzemenin yine her türlü malzeme üzerine yüksek kalitede kaplama yapılarak istenilen yapıya sahip çok katmanlı filmlerin üretilmesi mümkündür. PVD yöntemlerinde, yüksek kaliteli filmlerin elde edilmesinde öne çıkmasının sebebi filmin üretildiği ortamın yüksek vakum koşullarında olması ve kullanılan hedef kaynakların da yüksek saflıkta olmasıdır.

Bu çalışma kapsamında, 50.8 mm çapa ve 2.0 mm kalınlığa sahip Ni ve Al hedef kaynaklar (%99.99, Kurt J. Lesker, ABD) ve alt tabaka olarak esnek bir polimer olan ticari akrilik asetat (0.168 ± 0.006 mm kalınlıkta, Jeje Products, Acrylic Acetate Clear Sheets, İspanya) kullanılmıştır. Kaliteli bir kaplama elde edilebilmesinde diğer bir husus ise filmi oluşturan ilk katmanda atomların etkili bir şekilde alt tabaka yüzeyine tutunabilmeleri için filmlerin üretileceği alt tabaka yüzeyinin de yeterince temiz olmasıdır. Bu sebeple, hem kullanılan hedef kaynaklar hem de alt tabakalar organik atıklar ve diğer her türlü kirleticiden çok iyi arındırılmalıdır. Bu amaçla hem hedef kaynaklar hem de her bir alt tabaka film üretiminden önce izopropil alkol (%99.9 Iso-propyl Alcohol, IPA, Sigma-Aldrich, ABD) ile dolu bir beher ve beherinde içine bulunduğu yüksek saflığa sahip deiyonize su ile dolu olan bir ultrasonik banyo (ISOLAB; 625.05.006, Almanya) içinde yüksek frekanslı titreşimlerle 10 dakika süreyle temizlenmiştir. Ultrasonik banyonun fotoğrafı Şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.1: Ultrasonik banyo cihazının fotoğrafı.

Temizlik işleminden sonra hedef kaynaklar ve alt tabakalar temiz plastik bir penset aracılığıyla temiz mikrofiber bir bez üzerinde oda koşullarında kendiliğinden kurumaya bırakılmıştır. Kurduklarına emin olunduktan sonra, hedef kaynaklar vakum odası içindeki magnetronlara uygun şekilde yerleştirilmiştir. Alt tabakalar ise her türlü kirleticiden sakınarak maskelenmiş, etiketlenmiş ve vakum odası içinde alt tabaka tutucuya uygun şekilde yerleştirilerek sabitlenmiştir. Maskelenerek hazırlanan alt tabakanın fotoğrafı Şekil 3.2’de verilmiştir. Hedef kaynaklar ilk üretim öncesi temizlenip magnetronlara yerleştirildikten sonra filmlerin tamamının üretimleri bitene kadar değiştirilmemiştir, ancak alt tabakalar için bu temizlik süreci her bir filmin üretimi öncesinde tekrarlanmıştır.

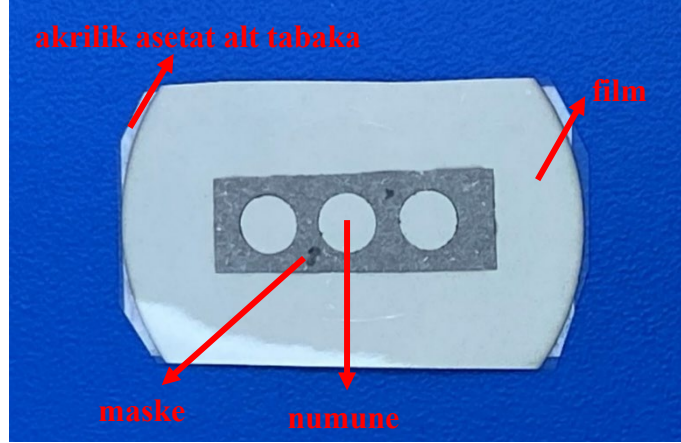


Şekil 3.2: Hazırlanan alt tabakanın fotoğrafı.

DCMS tekniğinde kaynak yüzeyinden koparılan atomların alt tabakaya ulaşacak ve ulaştıktan sonra da birleşip yığınlar oluşturabilecek seviyede enerjiye sahip olması gerekmektedir. Dolayısıyla, filmlerin üretileceği hacimde kirletici ya da enerjiyi soğurabilecek herhangi yabancı atomların varlığı kabul edilemeyeceğinden yüksek vakumlu ortam şartları sağlanır [26, 31]. Bu çalışma kapsamında, vakum odası kapağı sızdırmazlık sağlanarak kapatıldıktan sonra bir döner kanatlı pompa (ULVAC KIKO, GLD-201B, Japonya) aracılığıyla vakum odası boşaltılmaya başlandı. Vakum odasının basıncı 5×10^{-3} mBar seviyesinin altına düşene kadar boşaltma işlemine devam edildi. Basınç değeri, bu sınırın altına indiğinde bir turbo moleküler pompa (Turbo Molecular Pump, TMP) (Varian Vacuum Inc., V301 Navigator, İtalya) çalıştırıldı. Vakum odası basıncı 5×10^{-6} mBar olana kadar TMP ile vakum işlemine devam edildi. Daha sonra, vakum odasında ihtiyaç duyulan iyonları oluşturmak için yüksek saflığa sahip inert Argon (%99.99) gazı kullanıldı. Film üretim şartlarının belirlenmesi sürecinde, gerçekleştirilen ön denemeler neticesinde vakum odasına Argon gazı 60 sccm ($\text{cm}^3/\text{dakika}$) olarak gönderildi.

Üretim sürecine başlamadan önce programlanabilir bir doğru akım güç kaynağı (TDK-Lambda, GEN600-1.3, ABD) kullanılarak 500V_{DC} elektriksel potansiyel gerilim altında farklı akım değerleri ile gücü değiştirmek suretiyle plazma oluşturuldu. Kullanılan teknikle, farklı biriktirme hızları akım değerleri değiştirilerek elde edilebilmektedir. Film üretimi süresince, biriktirme hızı ve katman kalınlıkları üretim sistemine bütünleşmiş halde bulunan 13 mm çapında, 6 Mhz'lik, altın kaplı kuvarz kristal mikro-denge (Quartz Crystal Microbalance, QCM) sensörü aracılığıyla gerçek zamanlı bir kalınlık monitörü (Sycon, STM-100/MF, US) ile takip edildi ve kaydı tutuldu. Sonra, film çıkarılana kadar vakum

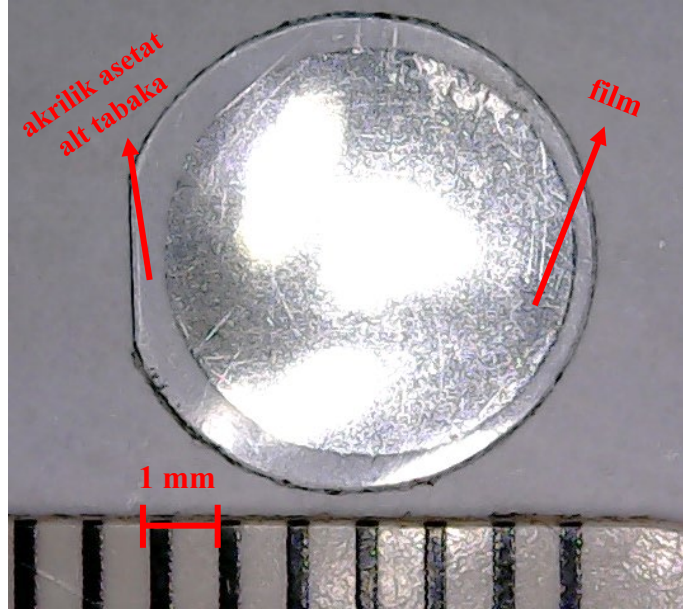
odasında düşük basınç korundu. Daha sonra, olası oksitlenmeden kaçınmak için Argon gazı ile doldurularak vakum odası basıncı atmosfer basıncına eşitlendi. Basınç eşitlendikten sonra film vakum odasından çıkarılarak analiz yapılana kadar nem tutucu özellikte bir desikatörde korundu. Şekil 3.3 film üretimi süreci sonrasında bir filmin fotoğrafını göstermektedir.



Şekil 3.3: Biriktirilen filmin fotoğrafı.

Her bir film üretiminde yeni alt tabaka yerleştirilerek süreç tekrarlandı. Vakum odası içinde bulunan magnetron konumlarının farklı olması sebebiyle film içeriklerinin daha homojen olmasını sağlamak amacıyla, filmlerin üretimleri sürecinde alt tabakanın kendi eksenini etrafında 20 ± 0.2 devir/dakika ile dönmesi sağlanmıştır [18]. Böylelikle filmlerin içeriklerinin homojen dağılıma sahip olmaları sağlandı. Film üretim sürecinde, bazı kontrol edilemeyen dinamiklerden dolayı olduğu tahmin edilen sıcaklık değişimleri gözlemlendi. Bu değişimler alt tabaka için takip edildi. Tüm filmler için, bu dinamiklerden dolayı alt tabakanın sıcaklığı 23 ± 3 °C aralığında gözlemlenmiştir.

Filmlerin karakterizasyonları için üretilen filmde bir numune hazırlanmış ve bu numunenin fotoğrafı Şekil 3.4’de sunulmuştur. Hazırlanan numune ile ilgili detaylı bilgi bölüm “3.2.4 Manyetik Karakterizasyon” başlığı altında verilmiştir.



Şekil 3.4: Bir milimetrik cetvel yanında hazırlanmış numune film fotoğrafı.

Filmlerin üretimleri, Türkiye Cumhuriyeti, Balıkesir Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Nanomanyetik Malzeme Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan PVD sistemi (MANTIS, QPrep-500, Birleşik Krallık) kullanılarak DCMS tekniği ile gerçekleştirilmiştir. Bu sistemin fotoğrafı Şekil 3.5'de sunulmuştur.



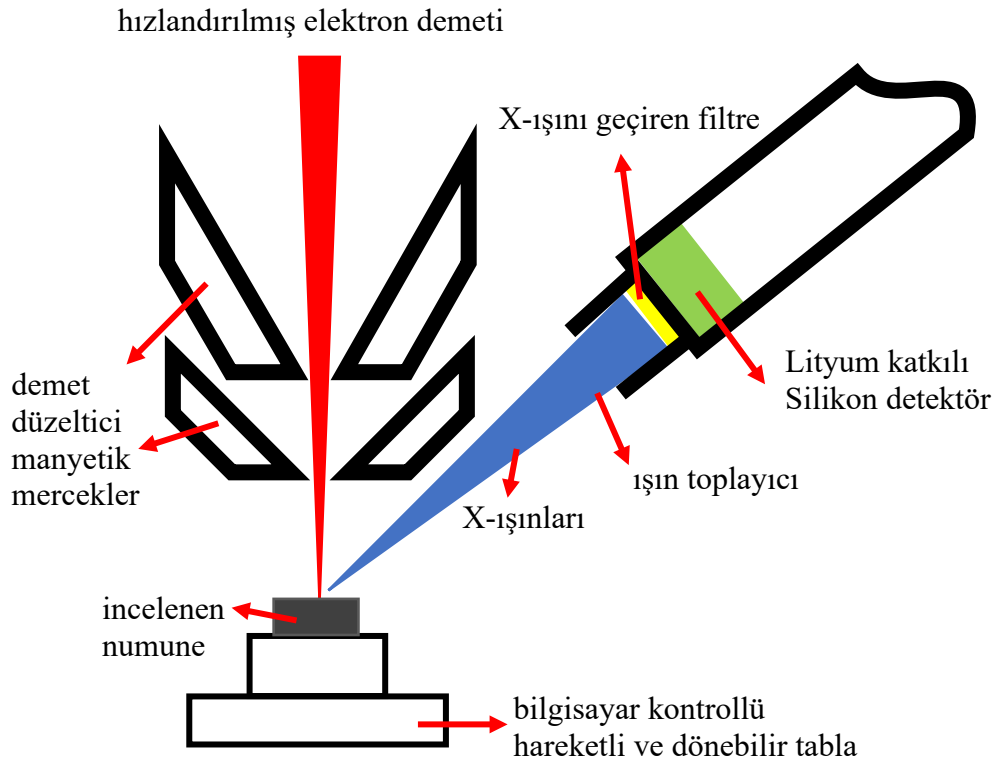
Şekil 3.5: Fiziksel buhar biriktirme sisteminin fotoğrafı.

3.2 Yapısal, Morfolojik ve Manyetik Karakterizasyon Teknikleri

Bu çalışma kapsamında üretilen filmlerin yapısal, morfolojik ve manyetik karakterizasyonlarında kullanılan teknikler alt başlıklarda detaylı şekilde açıklanmıştır.

3.2.1 Elementel İçerik Analizi

Bir malzemenin elementel içeriğinin belirlenmesinde Enerji Ayırmalı X-ışınları Spektroskopisi (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDXS) araştırmacılar tarafından sıklıkla kullanılmaktadır. Bu teknikte, incelenen numunenin yüzeyine gönderilen hızlandırılmış elektronlar numunedeki elektronlara çarparak onları uyarır. Uyarılan elektronların eski kararlı hallerine dönüşü karakteristik X-ışını fotonlarının yayınlanmasıyla sonuçlanır. Yayınlanan X-ışınlarının uygun detektörlerle algılanarak farklı enerji seviyelerine karşılık gelenlerinin kaydı tutularak analiz edilmesi numuneyi oluşturan içeriklerin tespit edilmesine olanak sağlar [68], Şekil 3.6’da bir şeması verilmiştir.



Şekil 3.6: EDX sisteminin şematik gösterimi

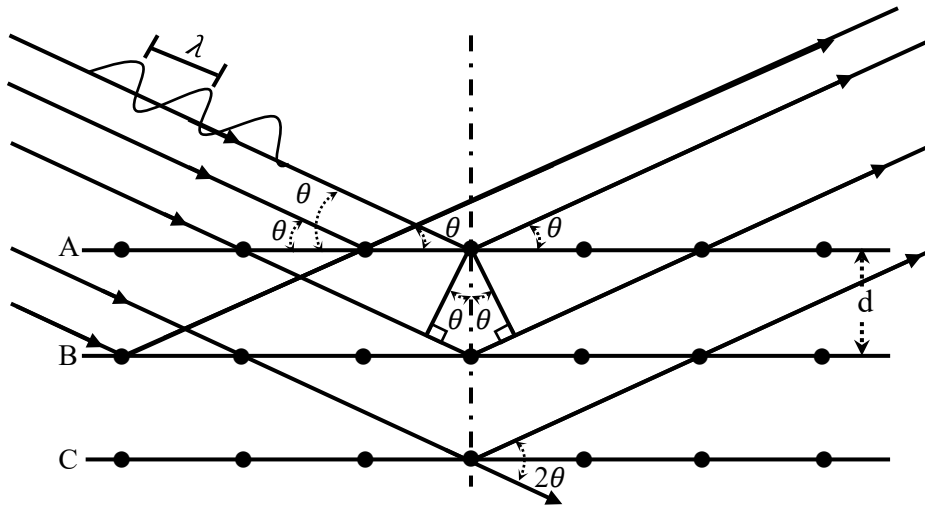
Hızlandırılan elektronların enerjisi, incelenecek numunedeki elektronların bağ enerjisinden çok daha büyük olmak zorundadır. Böylelikle, elektronlar iç yörüngelere ulaşabilmektedir. İç yörüngelere ulaşan elektronlar numune atomlarının elektronlarını uyararak kopmalarına

sebepler olur [68]. Daha yüksek enerjiye sahip olan diğer elektronlar, koparak yeri boşalan elektronların boş bıraktığı yerleri doldurur [68]. Daha düşük enerjili yeri dolduran yüksek enerjili elektron daha kararlı yörüngeye otururken fazla enerjisini bir X-ışını yayınlayarak atar. İncelenen numune içindeki atomların sayısıyla yayınlanan X-ışını foton sayısı orantılıdır. Foton sayısı ise X-ışınlarının şiddeti ile de orantılı olması beklenmektedir. Bu şiddetli X-ışınları özgün bir detektör ile toplanarak kaydedilir. Şiddetleri ölçülerek farklı enerji değerlerine göre sınıflandırılan X-ışınları numune içeriği hakkında bilgi verir. Toplanan X-ışınları ile oluşturulan spektrum deseninden bazı enerjilere karşılık gelen yerlerde yüksek şiddete sahip X-ışınlarının enerjileri belirlenebilir. Bu işleme enerji ayırmalı X-ışınları spektroskopisi denir [63]. Spektrum deseninde gözlenen farklı enerjiye ve frekansa sahip her bir pik karakteristik olduğundan yalnızca o pike ait bir elemente karşılık gelmektedir. Bir numune içinde bir elementten ne kadar çok varsa o kadar fazla karakteristik foton yayınlanmasına sebep olur. Bu da o enerji ve frekansa sahip pikin şiddetinin de yüksek olmasıyla sonuçlanır [68]. Böylelikle desendeki her bir pik alanının tüm piklerin alanına oranı hesaplanarak madde içindeki o pike ait elementin miktarı hakkında detaylı bilgiye ulaşılabilir. Bu yöntem incelenecek numunede tek bir noktaya uygulanabileceği gibi belirli bir bölge için de uygulanarak o bölgenin elementel içerik haritası elde edilebilir. Yüksek vakum, numune konumlandırma gibi ihtiyaçlar elektron mikroskobu cihazlarıyla ortak olduğundan, EDX ölçüm sistemleri genelde SEM sistemleriyle bütünleşmiş şekilde bulunmaktadır. Bu sebeple, çalışma kapsamında üretilen filmlerin içerik analizleri Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi, BİLTEM’de mevcut SEM ile yüzeylerinin araştırılması sırasında SEM cihazına bütünleşmiş X-ışını spektroskopisi cihazı (EDX, EDAX Element, AMETEK, ABD) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma kapsamında gerçekleştirilen EDX analizlerinde, tüm filmlerde %0.2’ lik kısmını geçmeyen, H, O ve C gibi elementleri içerdiği, bu safsızlıkların muhtemel gerekçesinin ise filmlerin alt tabakalarından kaynaklı olduğu kabul edilmiştir.

3.2.2 Kristal Yapı Analizi

Bir katının kristal yapısı hakkında bilgi X-ışını kırınımı (X-Ray Diffraction, XRD) kullanılarak yapılarak herhangi bir parçacık sökülmediğinden, malzemede herhangi bir hasar oluşturmaksızın gerçekleştirilebilmektedir. Bu sayede, bu teknik yapısal analizlerde sıklıkla kullanılır [69, 70]. İncelenecek numuneye karakteristik X-ışınları gönderilerek, araştırılan numunenin atomlarıyla etkileşimleri sağlanır. Bu etkileşimler soğurma ve saçılma şeklinde

olabilir. İncelenecek numuneye gönderilen X-ışınları ya soğrulur ya da farklı açılarda saçılırlar. Farklı açılarda detekte edilerek, kristaldeki birbirlerine komşu düzlemdeki atomlarla etkileşime girerek yapıcı girişim oluşturarak bir kırınım deseninin oluşması için kaydı tutulur. Bu kırınım deseninin analizi ve elde edilen sonuçların hesaplanmasıyla yapı hakkında detaylı birçok bilgi elde edilebilir. İdeal bir kristal incelendiğinde X-ışınlarının incelenecek numunenin farklı seviyede düzlemlerdeki atomlarla etkileşerek izledikleri yolun geometrisinin sembolik gösterimi Şekil 3.7’de verilmiştir. Şekil 3.7’de paralel kristal düzlemleri (A//B//C) arasındaki boşluk, d , incelenecek numune düzlemi ile kaynaktan gelen ışınlarla arasındaki açı, θ , yansıma sırasında yapıcı girişim desenindeki mertebe, n olmak üzere X-ışını geometrisi;



Şekil 3.7: X-ışını kırınımında Bragg geometrisi.

olarak verilmiştir. Kristal yapıdaki atomlar tarafından saçılan X-ışınlarının, belirli bir açıda yapıcı girişimde bulunarak kırınım desenleri oluşturması için, bu ışınların kristalin atom düzlemleri arasında kat ettiği yol farkının, ışığın dalga boyunun tam sayı katları ($n\lambda$) olması, Ardışık düzlemlerden yansıyan ışınlar arasındaki yol farkı dalga boyunun tam katları olduğunda yapıcı girişim meydana gelir. Bu Bragg yasası;

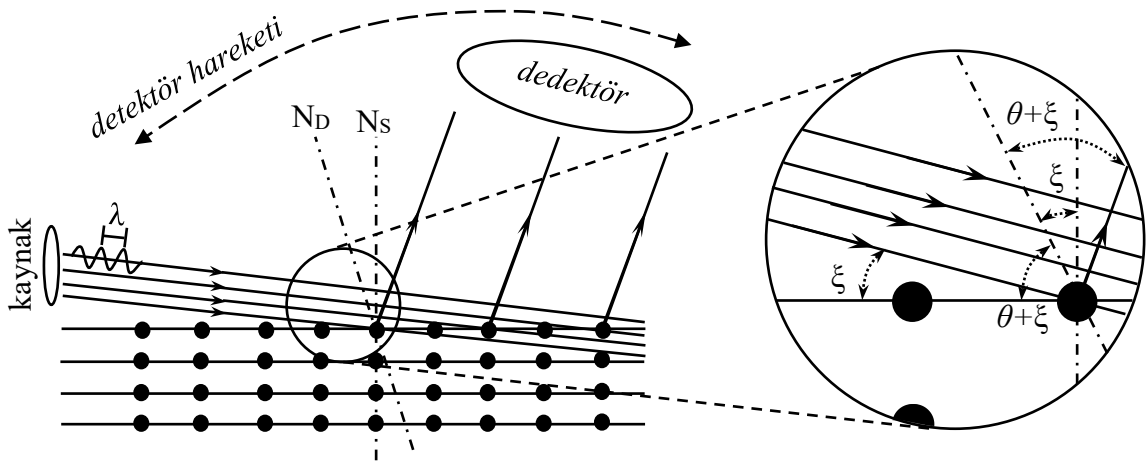
$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (n = 1,2,3, \dots) \quad (3.1)$$

olarak bilinmektedir [69, 70]. Bu durum, kristalin düzenli atomik yapısı sayesinde, belirli açılarda şiddetlerin en yüksek seviyede gözlemlenen kırınım olayının temelini oluşturur. [69]. Kristal yapı ile ilgili bilgiler Denklem (3.1)’de verilen Bragg tarafından geliştirilen dalga teorisi aracılığıyla hesaplanabilir [69, 70]. X-ışını kırınım deseninde yapıcı girişimin

gerçekleştiği açılarda şiddeti yüksek alanlar pik olarak tanımlanmaktadır. Bu desenden elde edilen yarı yükseklikteki pik genişliği Scherrer bağıntısında yerine yazılarak girişimin gerçekleştiği kristal düzleminin tane büyüklüğü hesaplanabilir. Ayrıca, kristal örgü sabiti ve düzlemler arası mesafe de hesaplanarak bulunabilir [69, 70]. Aşağıda verilen Scherrer bağıntısı, kristal yapının tane büyüklüğü, t kullanılarak bulunur [69, 70]:

$$t = \frac{0.9 \cdot \lambda}{\beta_{1/2} \cdot \cos\theta} \quad (3.2)$$

burada, kullanılan X-ışınının dalga boyu, λ , yarı yükseklikteki pik genişliği, $\beta_{1/2}$, θ ise yansıma açısıdır [69, 70]. X-ışınlarının yapısal analizde kullanımı giriciliklerinin yüksek olması sayesinde çoğu zaman bir avantajdır. Bu sayede, incelenecek malzemenin tüm iç yapısı hakkında bilgiye ulaşılması mümkündür. Ancak, ince filmler gibi neredeyse iki boyutlu numunelerin incelenmesi gerektiğinde, numune üzerine gönderilen ışınların büyük çoğunluğu numuneyi aşarak arka planda numune dışındaki ortamda kırınımına uğrar [69]. Dolayısıyla, sayılan kırınım fotonlarının çoğu istenmeyen gürültünün oluşmasına sebep olur. Bu durum ise maalesef elde edilen bilginin bu gürültünün içinde ayırt edilemeyecek kadar düşük oranda kalmasıyla sonuçlanır. Bu problemin üstesinden gelebilmek amacıyla, XRD tekniğinde X-ışını kaynağı incelenecek ince film ile ξ kadar sabit küçük bir açı (sıyırma açısı, grazing incidence) yapacak şekilde gönderildiğinde, ışın demeti incelenecek numune ile daha fazla etkileşime girebileceği çıkarımı yapılmıştır [69]. Bu çözüm, kaynak sabitken sadece detektör hareket ettirilerek çok daha fazla sayıda bilgi fotonunun sayılabılmesine olanak sağlamaktadır. Bu tekniğin geometrisinin sembolik gösterimi Şekil 3.8'de sunulmuştur.



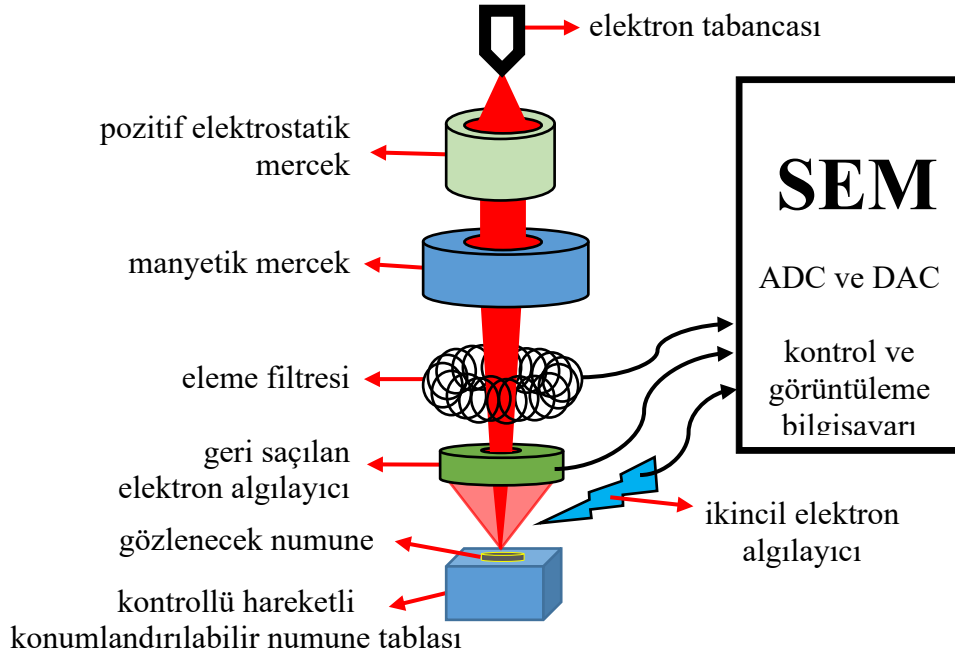
Şekil 3.8: Sıyırma açısında X-ışını kırınımı tekniğinin geometrik gösterimi.

Burada, yüzey normali (Surface Normal, N_s) ve kırınım normali (Diffraction Normal, N_D) olarak iki normal tanımlanmaktadır. Bu geometride, kaynak ışın demeti açısının küçük bir değerinde ve sabit olarak belirlenmesi dışında neredeyse her şey XRD tekniğiyle aynıdır. Bu teknik sıyırma açısında X-ışını kırınımı (Grazing Incidence X-ray Diffraction, GIXRD) olarak anılmaktadır [69, 70].

Bu çalışma kapsamında üretilen filmlerin kristal yapı karakterizasyonları GIXRD tekniğiyle, Cu- $K_{\alpha 1}$ radyasyonu kullanılarak (1.54059 Å), sıyırma açısı $\xi = 5.0^\circ$ ve 2θ 'nın 30° ile 80° arasında 0.02° adım aralığıyla taranarak gerçekleştirilmiştir. Filmlerin üzerinde büyütüldüğü alt tabakanın GIXRD tekniği ile elde edilen deseni amorf yapıya sahip olduğu doğrulanmış ve bu sebeple Bölüm 4. "Bulgular ve Tartışma" başlığı altında GIXRD kırınım desenleri verilirken şekillere dahil edilmemiştir. Filmlerin GIXRD analizleri Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi, BİLTEM'de bulunan bir X-ışını Difraktometre Cihazı (Bruker, D8 Advance with Davinci Design for XRD², Birleşik Krallık) LYNXEYE XE model detektör kullanılarak oda koşullarında gerçekleştirilmiştir. Filmlerin GIXRD desenlerinde gözlemlenen pikler Uluslararası Kırınım Verileri Merkezi (International Center for Diffraction Data-JCPDS) arşivinde bulunan kırınım bilgileri kartları (Ni için [JCPDS-PDF-004-0850, 088-2326, 089-7129] ve Al için [JCPDS-PDF-004-0787, 085-1327]) kullanılarak belirlenmiştir.

3.2.3 Yüzey Morfolojik İnceleme

Katı maddelerin yüzey karakterizasyonu için kullanılan taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope, SEM), yüksek büyütme ve çözünürlükte detaylı görüntüler elde etmek amacıyla bilim insanları tarafından sıklıkla tercih edilir. SEM'de, incelenecek elektriksel iletkenliğe sahip numune, yüksek vakum ortamında elektron demeti ile taranır. Yalıtkan numunelerin ise iletken bir tabaka ile kaplanması gerekmektedir. Yüksek ve sabit enerjili odaklanmış bir demetinin numune ile etkileşimleri sonucu oluşan sinyaller bir operasyonel yükseltici (operational amplifier, Op-Amp) yardımıyla anlamlı seviyeye yükseltilir, iki boyutta demetin gönderildiği her bir koordinat için dijital ortamda kaydı tutulur. Bu sayede, elde edilen ham veriler kullanılarak kaydı tutulan koordinatlarda bu sinyaller birleştirilerek yüksek çözünürlüklü görüntüler oluşturulur [68]. SEM sisteminin şematik gösterimi Şekil 3.9'da verilmiştir.



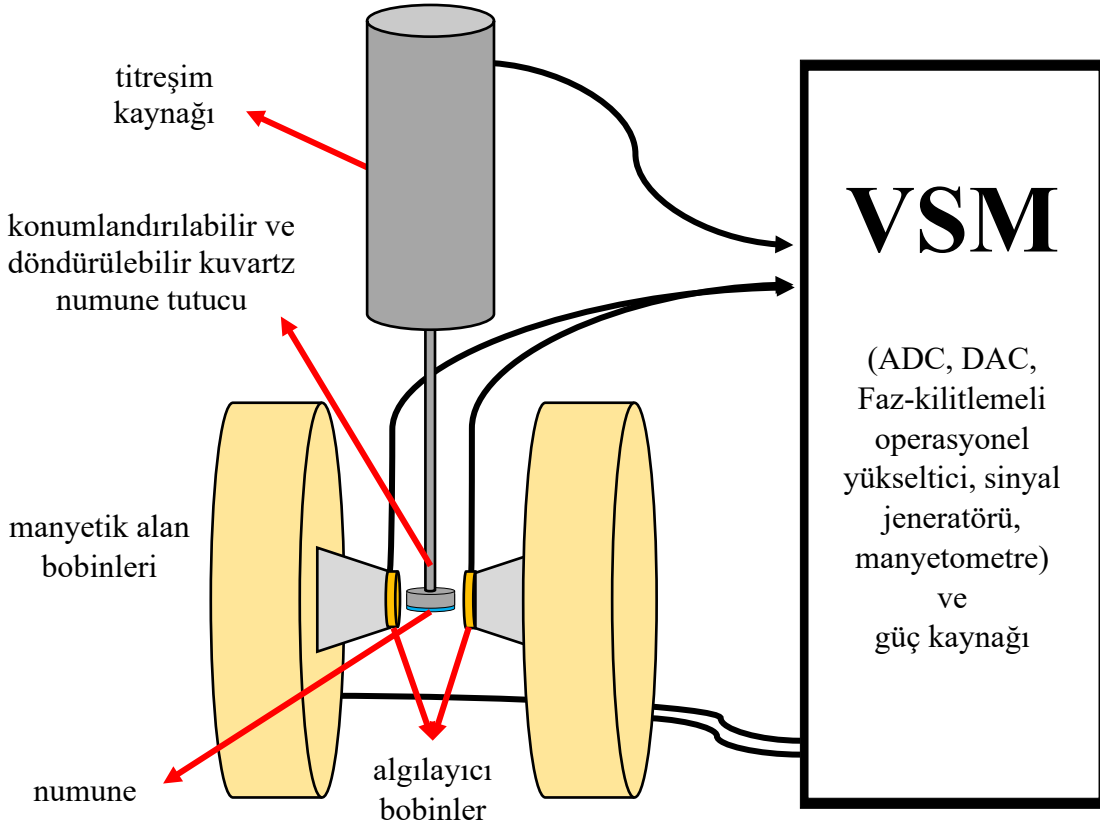
Şekil 3.9: Şematik olarak SEM sisteminin gösterimi.

Elektron mikroskobu ile görüntülemeye, elektron demeti toroidal manyetik mercekler aracılığıyla incelenecek numunenin yüzeyine yönlendirilir. Bu elektronlar, numune atomlarının dış yörüngelerindeki elektronlarla etkileşime girer. Bu etkileşimler, elastik veya inelastik çarpışmalar şeklinde gerçekleşir. İnelastik çarpışmalar sonucu, numune atomlarında elektron boşlukları oluşur ve bu boşlukların dolmasıyla Auger elektronları adı verilen karakteristik enerjili elektronlar yayılır [68]. Auger elektronlarının enerji seviyeleri, numuneyi oluşturan atomların kimyasal yapısıyla doğrudan ilişkilidir. Bu nedenle, Auger elektron spektroskopisi yalnızca numune yüzeyinin element bileşimi ve kimyasal bağlanma durumları hakkında detaylı bilgi sağlar [68]. Öte yandan, elastik çarpışmalar sırasında, numune yüzeyindeki atomlardan ikincil elektronlar koparılır. Bu ikincil elektronlar, daha düşük enerjili olup, numune yüzeyinin topografik özellikleri hakkında bilgi verir. İkincil elektron detektörleri, bu elektronları toplayarak numunenin yüzeyinin morfolojisinin net bir şekilde oluşturulmasına yardımcı olur. Sonuç olarak, elektron mikroskobu ile görüntülemeye hem Auger elektronları hem de ikincil elektronlar, numune hakkında farklı türde bilgiler sağlar. Auger elektronları, numunenin kimyasal bileşimini ve bağlanma durumunu belirlemek için kullanılırken, ikincil elektronlar, numunenin yüzey morfolojisi hakkında bilgi edinmek için kullanılır. Bu iki yöntemin birlikte kullanılması, malzeme bilimi, yüzey kimyası ve diğer birçok alanda detaylı malzeme analizi yapılmasına olanak sağlar [68].

İletken olmayan yüzeylerde negatif yüklü elektronlar yüzeyde yüklenmeye sebep olmaktadır. Yüzeğe kaplama işlemi, bilimsel arařtırmalarda kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem sayesinde, numunenin yüzey özelliklerini iyileřtirerek, elektron mikroskobu gibi cihazlarla yapılan analizlerin kalitesi artmaktadır. Altın veya altın-paladyum gibi metal veya metal alařımları kullanılarak yüzeyin kaplanması, numunenin homojen bir yüzeye sahip olmasını, yüzey yüklenmesini önlenmesini ve ikincil elektronların daha kolay yayılmasını sağlayarak daha iyi görüntü elde edilmesini sağlar [68]. Filmlerin yüzey özelliklerini alt tabaka ile kıyaslayabilmek amacıyla alt tabakanın SEM ile görüntülenmesi istendiğinde yüklenme sorunu yaşanmıştır. Bu sorunun üstesinden gelebilmek amacıyla alt tabaka Karamanođlu Mehmetbey Üniversitesi, Bilimsel ve Teknolojik Arařtırmalar Uygulama ve Arařtırma Merkezi, BİLTEM’de SEM görüntüleme numune hazırlaması için kullanılan bir püskürtme sistemi (Leica Microsystems, EM ACE200, Almanya) kullanılarak 10 saniye süre ile Au-Pd ile kaplanmış, daha sonra SEM görüntülemesi gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma kapsamında tüm filmlerin yüzey görüntüleri aynı laboratuvarında bulunan SEM cihazı (Hitachi, SU5000, Japonya) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

3.2.4 Manyetik Karakterizasyon

Bu çalışma kapsamında filmlerin manyetik karakterizasyonları Titreřimli Numune Manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometer, VSM) ile gerçekleştirilmiştir. Bu sistem; numune konumlandırma ve açılardırma ünitesi, titreřim ünitesi, elektro-mıknatıslar, manyetometre, faz kilitlemeli operasyonel yükseltici, diđer kontrol üniteleri, güç kaynađın ve sođutma ünitesinden meydana gelir [28, 68, 71]. Őekil 3.10’da VSM sisteminin Őematik bir gösterimi verilmiştir. VSM analizi, düzgün dıř bir manyetik alan etkisi altında titreřtirilen bir numunenin Faraday Yasası geređi algılayıcı bobinler üzerinde indüklenen voltajın tespiti prensibine dayanır [27, 28, 68]. VSM analizinde, ölçüme başlanmadan önce numunenin boyutları ve doyum manyetizasyonu bilinen bir standart numune kullanılarak sistemin kalibrasyonu gerçekleştirilir. Bu çalışma kapsamında VSM analizinde, algılayıcı bobinler üzerinde indüklenen voltaj numunenin standart bir Nikel numunenin manyetik momenti ile orantılı olacak Őekilde iliřkilendirilmiştir. Böylelikle, sistemin manyetizasyon deđerlerini en dođru konumda en dođru deđerde elde edilmesi sağlanmıştır. Sınırlı manyetik alan Őiddeti aralıđında, aşamalı Őekilde yapılan ölçüm sonucunda malzemelerin manyetik özelliklerini ifade eden histerezis eđrisi elde edilebilir. Elde edilen bu eđri analiz edilerek malzemenin manyetik özellikleri hakkında detaylı bilgiye ulařılabilir.



Şekil 3.10: VSM sisteminin şematik gösterimi.

Ek olarak, elde edilen manyetik histerezis eğrisinden doyum manyetizasyonu (Saturation Magnetization, M_s), kalıcı manyetizasyon (remanence Magnetization, M_r) ve koersivite alanı (Coercivity Field, H_c) değerleri gibi manyetik özellikleri bulunabilir [27, 28, 68, 71]. Bu çalışma kapsamında, filmlerin histerezis çevrimlerinden belirlenen manyetizasyon değerleri film hacmine bölünmesi aracılığıyla elde edildi.

Bu çalışma kapsamında üretilen tüm filmlerin manyetik ölçümleri, şekil anizotropisinden kaçınmak için numuneler 6 mm çapında disk şeklinde hazırlanmıştır. Hazırlanan numuneler Balıkesir Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Nano-manyetik Malzeme Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan VSM sistemi (ADE Technologies, DMS-EV9, ABD) kullanılarak manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik olarak en küçüğü 1 Oe olan şiddetlerde ± 20 kOe aralığında taranarak oda koşullarında gerçekleştirilmiş ve histerezis eğrileri elde edilmiştir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu tez çalışması kapsamında; üretim parametrelerinin filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri üzerine etkilerini araştırmak ve en yüksek doyum manyetizasyonu, Ms değerine sahip filmin elde edilmesi amacıyla iki aşamada gerçekleştirilmiştir.

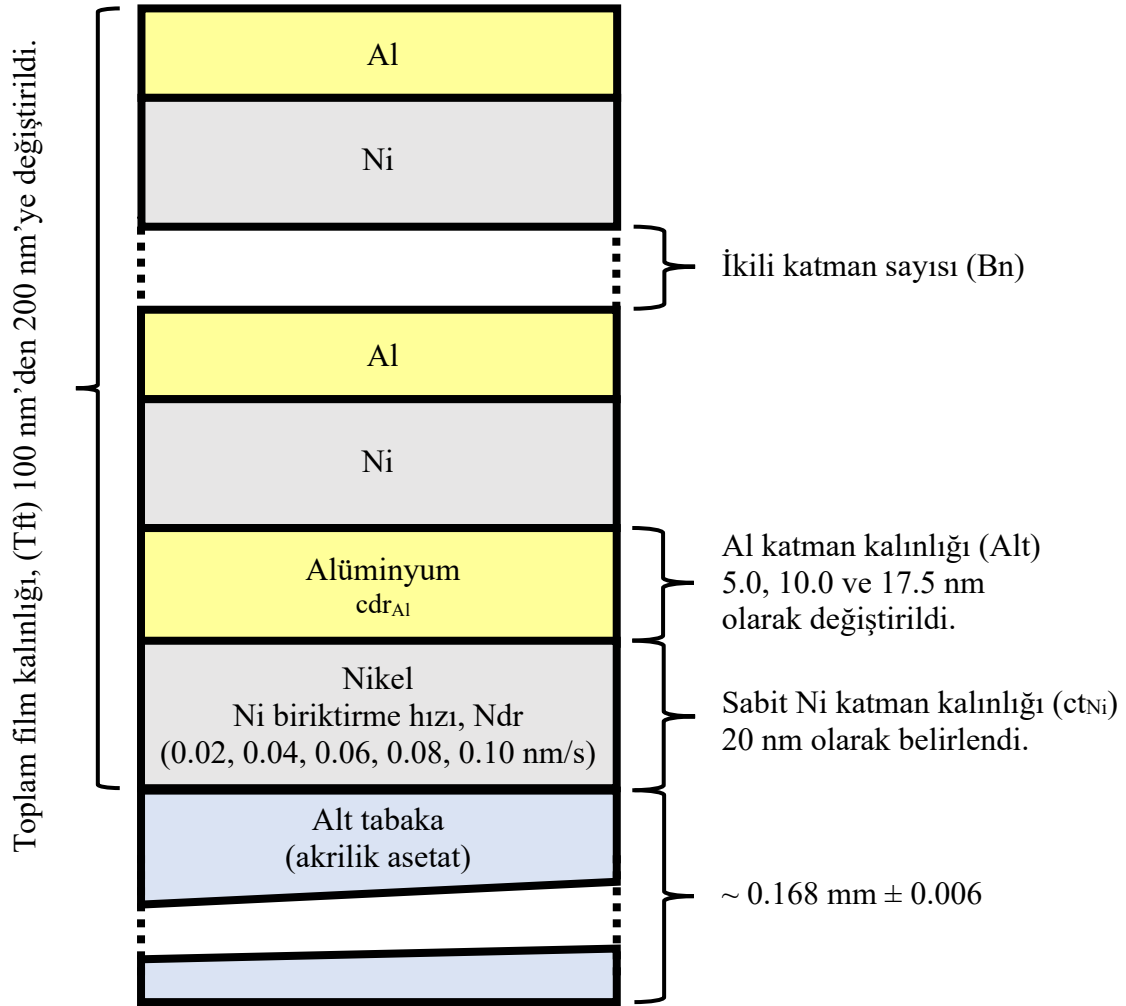
Deneysel tasarım teknikleriyle en yüksek Ms değerine sahip filmin üretim parametrelerinin ideal seviyelerinin belirlenebilmesi için her bir üretim parametresinin sınır seviyeleri ve etkilerinin bilinmesi gerekmektedir [33]. Bu sebeple ilk aşamada, her bir parametrenin film özellikleri üzerine etkilerinin tespit edilmesi hedeflenmiştir. Bu hedef doğrultusunda, ön deneme çalışmaları neticesinde elde edilen veriler sonucunda kullanılan teknikte en önemli parametreler Ni/Al çok katmanlı filmler üretim parametrelerinden Ni biriktirme hızı, Al katman kalınlığı ve toplam film kalınlığı olarak belirlenmiştir. Her seri film planlanan bu dört üretim parametresinden biri hariç diğerleri sabit tutularak üretilmiştir. Her aşamada elde edilen manyetik analiz sonuçları değerlendirilerek en yüksek Ms değerine sahip filmin araştırılan parametre için değeri belirlenmiş ve sonraki seride filmler üretilirken bu değer sabitlenerek üretime devam edilmiştir. Bu düzende parametre seçimi tüm seriler tamamlanana kadar uygulanmıştır. Tüm serilerin üretimleri tamamlandığında VSM ile manyetik karakterizasyonlar gerçekleştirilmiştir. Sonunda, tüm üretim parametrelerinin filmlerin manyetik özelliklerini nasıl etkiledikleri belirlenmiştir.

İkinci aşamada ise, yüksek Ms değerine sahip manyetik ince filmler endüstriyel uygulamalarda oldukça aranan malzemelerdir. Bu sebeple, Ni/Al filmin yüksek Ms değerine sahip olacak şekilde üretilmesi gerekmektedir. En yüksek Ms değerine sahip filmi elde etmek için her bir parametrenin hangi seviyesi seçilmeli sorusuna yanıt ise deney tasarım yöntemlerinden Taguchi tekniğiyle gerçekleştirilmiştir. Bu süreçte elde edilen sonuçlar alttaki başlıklarda detaylı şekilde sunulmuştur.

4.1 Üretim Parametrelerinin Yapısal ve Manyetik Özelliklerine Etkileri

Bu çalışma kapsamında, film üretim parametrelerinin sınır seviyeleri PVD sisteminin güvenlik sınırları içinde olacak şekilde belirlenmesi, cihaz ve çalışma güvenliği açısından anahtar öneme sahip olduğundan, bazı ön deneme çalışmaları gerçekleştirildi. Bu ön çalışmalar sonucunda, Ni/Al çok katmanlı filmlerin özelliklerinin değişmesinin beklendiği parametrelerin PVD sisteminin güvenli sınırları dahilinde seviyeleri belirlenerek film planı şematik olarak hazırlandı. Bu şematik plan Şekil 4.1'de sunulmuştur. Filmlerin manyetik

analizleri üretimlerinin hemen sonrasında, diğer karakterizasyonlar ise tüm filmlerin üretimleri tamamlandıktan sonra gerçekleştirilmiştir. DCMS tekniğiyle üretilen Ni/Al filmlerin yapısal ve manyetik özelliklerini bu üretim tekniğindeki parametrelerin nasıl etkilediğini belirlemek amacıyla bir deney planı hazırlanmıştır. Bu amaçla hazırlanan planda film üretim parametrelerinin seviyelerinin değerleri kodlanmış ve kodlanmamış şekilde Tablo 4.1’de verilmiştir.



Şekil 4.1: Ni/Al ince film yapısının şematik dik kesiti.

Tablo 4.1’de Ni biriktirme hızı (Nickel deposition rate, Ndr), Al katman kalınlığı (Al layer thickness, Alt) ve toplam film kalınlığının (Total film thickness, Tft) farklı seviyeleri (1, 2, 3, 4 ve 5) olarak kodlanmıştır. Tüm serilerde, Ni katman kalınlığı (Ni layer thickness, Nlt) için sabit bir Ni kalınlığı (constant thickness of Ni, ct_{Ni}) 20 nm ve Al katmanı için sabit biriktirme hızı (constant deposition rate of Aluminum, cdr_{Al}) 0.02 nm/s olarak belirlenmiştir.

Tablo 4.1: Üretim parametrelerinin seviyeleri (kodlanmış) ve değerleri.

| No | Ni Biriktirme Hızı | | Al Katman Kalınlığı | | Toplam Film Kalınlığı | |
|-----|--------------------|--------|---------------------|------|-----------------------|------|
| | Kodlanmış | (nm/s) | Kodlanmış | (nm) | Kodlanmış | (nm) |
| 1. | Ndr - 1 | 0.02 | | | | |
| 2. | Ndr - 2 | 0.04 | | | | |
| 3. | Ndr - 3 | 0.06 | Alt - 2 | 10.0 | Tft - 3 | 150 |
| 4. | Ndr - 4 | 0.08 | | | | |
| 5. | Ndr - 5 | 0.10 | | | | |
| 6. | | | Alt - 0 | 0.0 | | |
| 7. | | | Alt - 1 | 5.0 | | |
| 8. | Ndr - 5 | 0.10 | Alt - 2 | 10.0 | Tft - 3 | 150 |
| 9. | | | Alt - 3 | 17.5 | | |
| 10. | | | | | Tft - 1 | 100 |
| 11. | | | | | Tft - 2 | 125 |
| 12. | Ndr - 5 | 0.10 | Alt - 1 | 5.0 | Tft - 3 | 150 |
| 13. | | | | | Tft - 4 | 175 |
| 14. | | | | | Tft - 5 | 200 |

Her bir seride parametrelerden yalnızca birinin film özelliklerini nasıl etkilediği araştırılmıştır. Tablo 4.1'den görülebileceği gibi; 1-5 no'lu filmlerin olduğu ilk seride, Ni biriktirme hızları 0.02 nm/s'den başlayarak 0.10 nm/s'ye kadar, 0.02 nm/s'lik artışlarla değiştirilerek üretilmiştir. Böylece, farklı Ni biriktirme hızlarının film üzerindeki etkileri incelenmiştir. Benzer şekilde, 6-9 no'lu filmlerin olduğu ikinci seride, farklı Al katman kalınlıklarının, elde edilen filmlerin özelliklerini nasıl etkilediğini anlamak için Al katman kalınlıklarının sırasıyla 0.0, 5.0, 10.0 ve 17.5 nm olacak şekilde filmler üretilmiştir. Bu amaçla, Şekil 4.1'den görülebileceği gibi, Al katman kalınlığının film özellikleri üzerine etkilerinin incelendiği seride şematik gösterimde toplam film kalınlığının 150 nm olabilmesi için, Al katman kalınlıklarının 5.0, 10.0 ve 17.5 nm olmaları durumunda ikili katman sayısı (Bilayer number, Bn) değerleri sırasıyla 6, 5 ve 4 olarak seçilmiştir. Üretilen filmlerin özellikleri incelenerek, Al katman kalınlığının filmlerin özelliklerine olan etkisi belirlenmiştir. Son seride, Toplam film kalınlığı, 25 nm'lik artışlarla 100 nm'den 200 nm'ye kadar değiştirilerek 10-14 no'lu filmler üretilmiştir. Toplam film kalınlığı parametresinin etkilerinin incelendiği bu seride ise Şekil 4.1'de görülebildiği gibi 25 nm'lik adımlarla 100 nm'den 200 nm'ye farklı değerler elde edilebilmesi için Bn sayısı sırasıyla 4, 5, 6, 7 ve 8 olarak seçilmiştir. Bu sayede, toplam film kalınlığının film özelliklerine olan etkisi mümkün oldukça geniş bir aralıkta incelenebilmiştir. Tüm parametrelerin tamamlanmasıyla, istenilen yüksek Ms değerlerine sahip filmi bulmak için her bir üretim parametresinin tek tek film özellikleri üzerine etkileri hakkında bilgiler elde edilmiştir.

4.1.1 Ni Biriktirme Hızının Etkisi

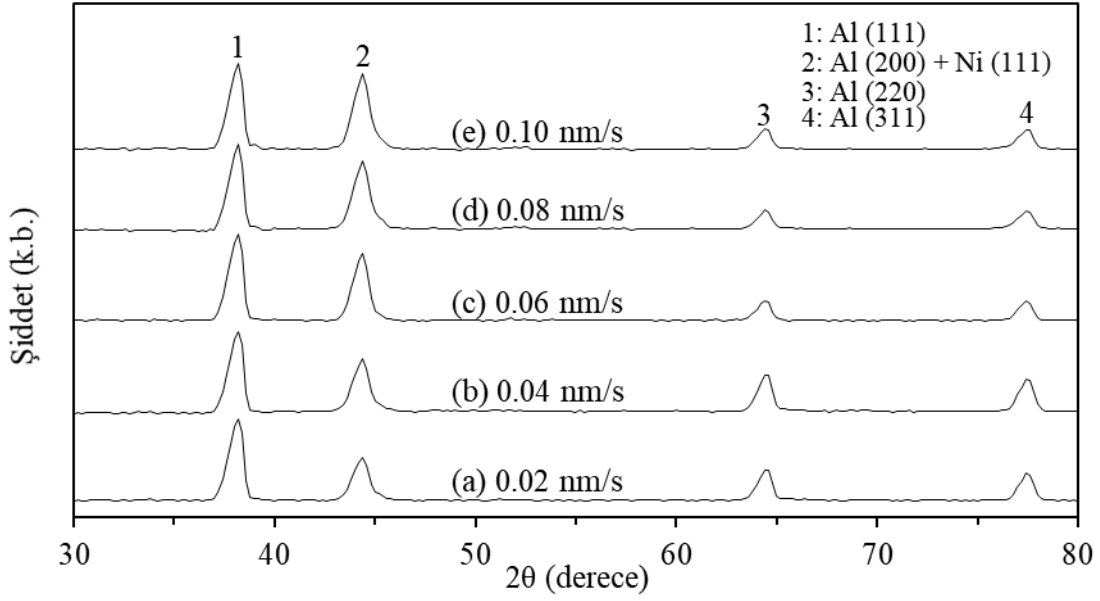
Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin EDX ile elde edilen içerikleri Tablo 4.2’de verilmiştir. Ni biriktirme hızları 0.02, 0.06 ve 0.10 nm/s büyütülen filmlerin elementel analiz sonuçlarına göre filmler sırasıyla % 61.5, % 65.5 ve % 69.6 oranlarında Ni ve geri kalanının ise Al içeriği ve % 0.2 safsızlıklara sahip olduğu bulunmuştur.

Tablo 4.2: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin film içerikleri.

| İncelenen Parametre | Biriktirme Hızı (nm/s) | Al Katman Kalınlığı (nm) | | Toplam Film Kalınlığı (nm) | | Film İçerikleri (EDX) (% At.) | |
|---------------------|------------------------|--------------------------|-----|----------------------------|------|-------------------------------|--|
| | | Ndr | Alt | Tft | Ni | Al | |
| Ni Biriktirme Hızı | 0.02 | | | | 61.5 | 38.3 | |
| | 0.04 | | | | - | - | |
| | 0.06 | | 10 | 150 | 65.5 | 34.3 | |
| | 0.08 | | | | - | - | |
| | 0.10 | | | | 69.6 | 30.2 | |

Poddar N.P. ve ark. tarafından gerçekleştirilen, biriktirme oranının Ni ince filmlerin elektriksel ve manyetik özelliklerine etkilerinin araştırıldığı çalışma [25]’de, 75 nm kalınlıkta farklı Ni biriktirme oranlarında filmler üretilmiş ve Ni biriktirme hızının artışıyla birim hacimde daha fazla Ni atomunun yığılmış olması sebebiyle Ni yoğunluklarının da arttığı rapor edilmiştir. Tablo 4.2’de görülen sonuçlardan da anlaşılabilir gibi, Ni biriktirme hızının arttırılmasıyla filmlerin Ni içeriğinde de artışla sonuçlanmıştır. Bunun muhtemel sebebi Ni biriktirme hızının artışıyla Ni katmanlarında, Ni atomlarının birim hacimde nispeten daha fazla yığılarak yoğunluğunun artması olabilir. Bu sonuç, Poddar N.P. ve ark. tarafından gerçekleştirilen çalışma [25]’nin bulgularıyla tutarlı bulunmuştur.

Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin GIXRD tekniğiyle elde edilen kırınım desenleri Şekil 4.2’de verilmiştir.



Şekil 4.2: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin GIXRD desenleri.

Şekil 4.2’deki GIXRD desenleri incelendiğinde, Ni için JCPDS 88-2326 ve Al için JCPDS 04-0787’ye göre, yüzey merkezli kübik (face centered cubic, fcc) yapıya ait $2\theta \approx 38.4^\circ$ ’de Al (111), $2\theta \approx 44.7^\circ$ ’de Al (200), $2\theta \approx 64.9^\circ$ ’de Al (220) ve $2\theta \approx 78.2^\circ$ ’de Al (311) pikleri görülmektedir. Ayrıca, $2\theta \approx 44.7^\circ$ ’de Ni (111) düzlemine ait pik, Al (200) piki ile birlikte görülmektedir. Bu nedenle, iki pikin örtüşmesiyle oluştuğu için Şekil 4.2’de 2 numaralı pik Al(200)+Ni(111) olarak belirtilmiştir. Ayrıca, Şekil 4.2’de görülen Al düzlemlerine ait piklerin şiddeti Ni biriktirme hızının artması ile değişmezken $2\theta \approx 44.4^\circ$ ’de görülen Al (200)+Ni (111) düzlemlerine ait pikin şiddeti Ni biriktirme hızının artışıyla kademeli olarak artmıştır. Ni biriktirme hızı artarken Al piklerinin şiddeti azalırken 2 numaralı pikin şiddetinin artmasının nedeni, bu pikin hem Ni (111) hem de Al(200) düzleminden geldiği için filmdeki Ni içeriğinin artmasıyla Ni (111) pikinin de şiddetini arttırmıştır. Bu çalışmada sunulandan farklı olarak $2\theta \approx 38.4^\circ$ ’de gözlenen Al (111) piki, Mahesh R.A. ve ark. tarafından Fe ve Ni bazlı süper alaşımlar üzerinde büyütülen Ni-Al alaşım ince filmlerin araştırıldığı çalışma [72]’de gözlenmemiştir. Bunun muhtemel sebebi ise, bu çalışmadan farklı alt tabaka kullanımı ya da bu çalışmada filmlerin çok katmanlı yapıya sahip olmasıdır. Yapılan kristal yapı analizi ile filmlerin tamamının fcc yapıya sahip olduğu anlaşılmıştır. Ayrıca, Şekil 4.2’de Al(220) ve Al(311) düzlemlerine karşılık gelen 3 ve 4 numaralı piklerin şiddetleri Ni biriktirme hızının artışıyla hafifçe azaldığı belirlenmiştir.

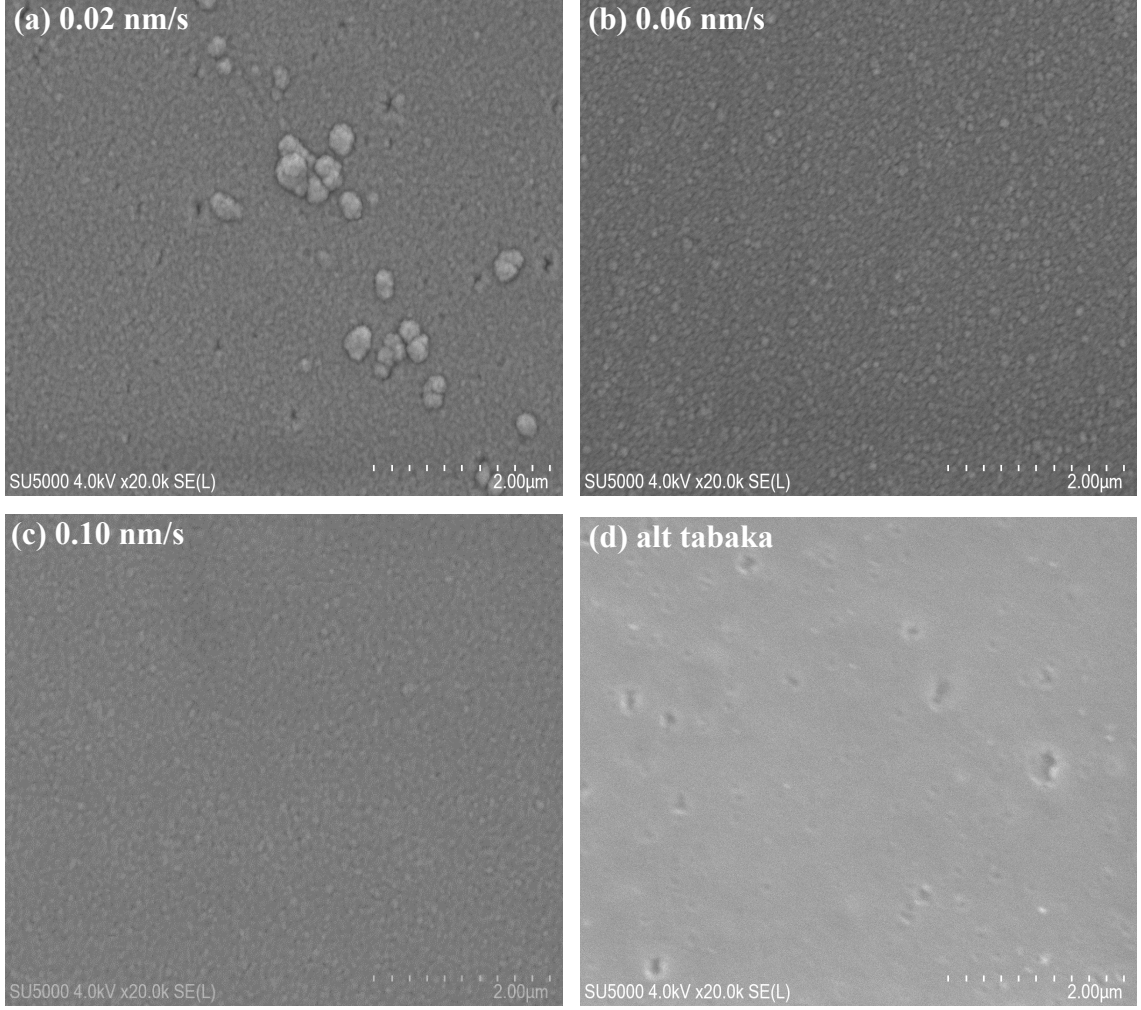
Filmlerin GIXRD desenlerinden yapısal parametreler de hesaplanmış ve Tablo 4.3’de verilmiştir. Ni biriktirme hızının sırasıyla 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 ve 0.10 nm/s olarak üretilen filmlerde parçacık boyutu, t sırasıyla 9.1, 9.2, 9.3, 9.5 ve 9.6 nm olarak ve düzlemler arası mesafe, d değerleri ise 0.2361 ile 0.2362 nm arasında hesaplanmıştır.

Tablo 4.3: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin kristal yapı özellikleri.

| İncelenen Parametre | Biriktirme Hızı (nm/s) | Al Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) | Kristal Yapı Özellikleri (GIXRD) (nm) | | |
|---------------------|------------------------|--------------------------|----------------------------|---------------------------------------|------------------|------------------|
| | Ndr | Alt | Tft | t ₍₁₎ | d ₍₁₎ | a ₍₁₎ |
| Ni Biriktirme Hızı | 0.02 | | | 9.1 | 0.2361 | 0.4084 |
| | 0.04 | | | 9.2 | 0.2361 | 0.4080 |
| | 0.06 | 10 | 150 | 9.3 | 0.2362 | 0.4075 |
| | 0.08 | | | 9.5 | 0.2362 | 0.4067 |
| | 0.10 | | | 9.6 | 0.2362 | 0.4063 |

Ayrıca, filmlerin örgü sabitleri, a ise sırasıyla 0.4084, 0.4080, 0.4075, 0.4067 ve 0.4063 nm olarak bulunmuş olup bu değerler bulk Ni ve Al’ın sırasıyla örgü sabiti ($a_{Ni} = 0.3524$ nm ve $a_{Al} = 0.4049$ nm) [69] olan değerlerinden biraz daha büyük olup Al değerine yaklaşmakta olduğu bulunmuştur. Ni biriktirme hızının artışıyla örgü sabitlerinin azalışı, Ni katmanlarında, Ni atomlarının birim hacimde nispeten daha fazla yığılarak yoğunluğunun artışıyla sonuçlandığını doğrular nitelikte olduğu tespit edilmiştir.

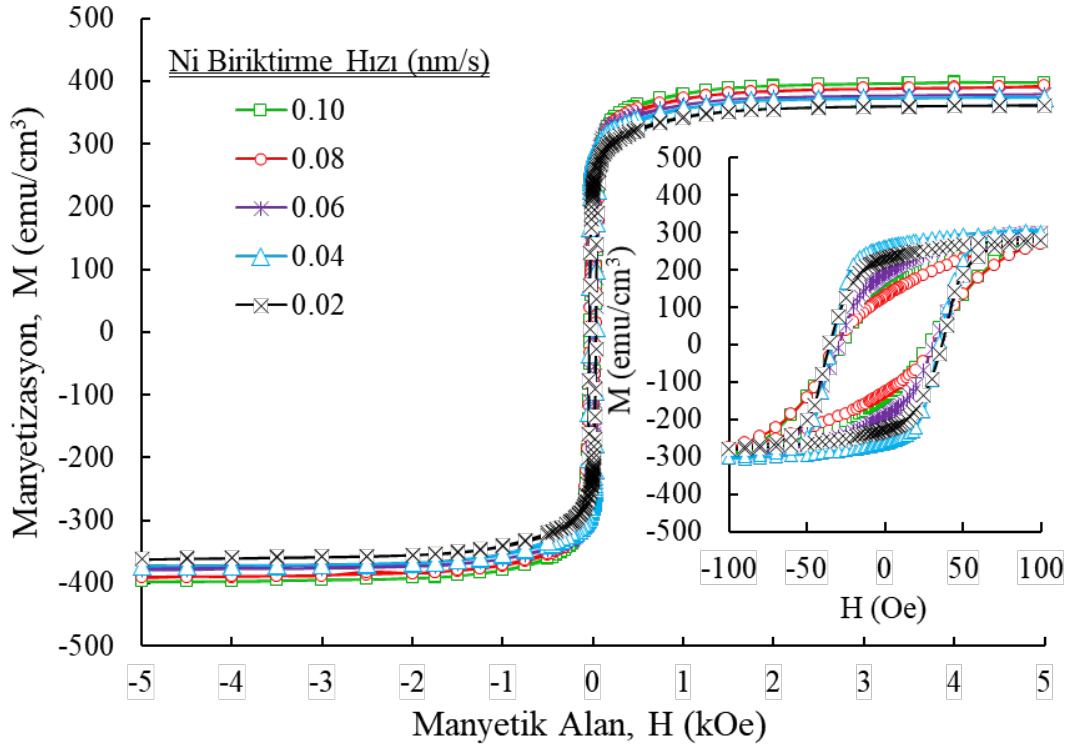
Şekil 4.3(a, b ve c)’de farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin Şekil 4.3(d)’de alt tabakanın SEM ile elde edilen yüzey görüntüleri sunulmuştur. Filmlerin yüzeyleri, nispeten pürüzlü olan alt tabakanın SEM görüntülerine göre bazı farklılıklara sahip olduğunu göstermiştir.



Şekil 4.3: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin SEM görüntüleri.

Şekil 4.3(a)'da görülebileceği gibi, çapı 240 nm'yi geçmeyen yüzeyin belli bölgelerinde gözlenen oldukça iri taneli yapıların varlığı dikkat çekmektedir. Şekil 4.3(b)'de, 0.06 nm/s biriktirme hızında üretilen filmin SEM görüntüsünde, yüzey boyunca rastgele yayılmış olan çapı yaklaşık 100 nm'yi geçmeyen nispeten daha küçük taneli yapılar mevcuttur. Şekil 4.3(c)'de, 0.10 nm/s'lik filmin SEM görüntüsünden de görüldüğü gibi, taneli yapılar neredeyse gözlenemeyecek şekilde birbirine içine girmiş yüzey boyunca çok daha homojen bir görüntü sergilemektedir. Şekil 4.3(d)'de, nispeten düzgün yüzeye sahip alt tabakanın SEM görüntüsü kıyaslayabilmek için verilmiştir. Düşük hızda üretilen filmlerde gözlenen aşırı iri taneli yapılar yüksek hızlarda gözlenmemiştir. Ni biriktirme hızının artışıyla filmlerin yüzeyleri daha homojen ve pürüzsüz bir yüzeye sonuçlanmıştır. Daha kaliteli film yüzeylerinin elde edilebilmesi için Ni biriktirme hızının da yüksek değerlerde biriktirilmesi gerektiği anlaşılmaktadır.

Ni biriktirme hızının filmin manyetik özellikleri üzerine etkisini incelemek için filmlerinin VSM ile elde edilen histerezis eğrileri ± 5 kOe manyetik alan aralığında Şekil 4.4’de ve daha iyi anlaşılması için şekil içinde $H = \pm 100$ Oe aralığında çizdirilerek sunulmuştur.



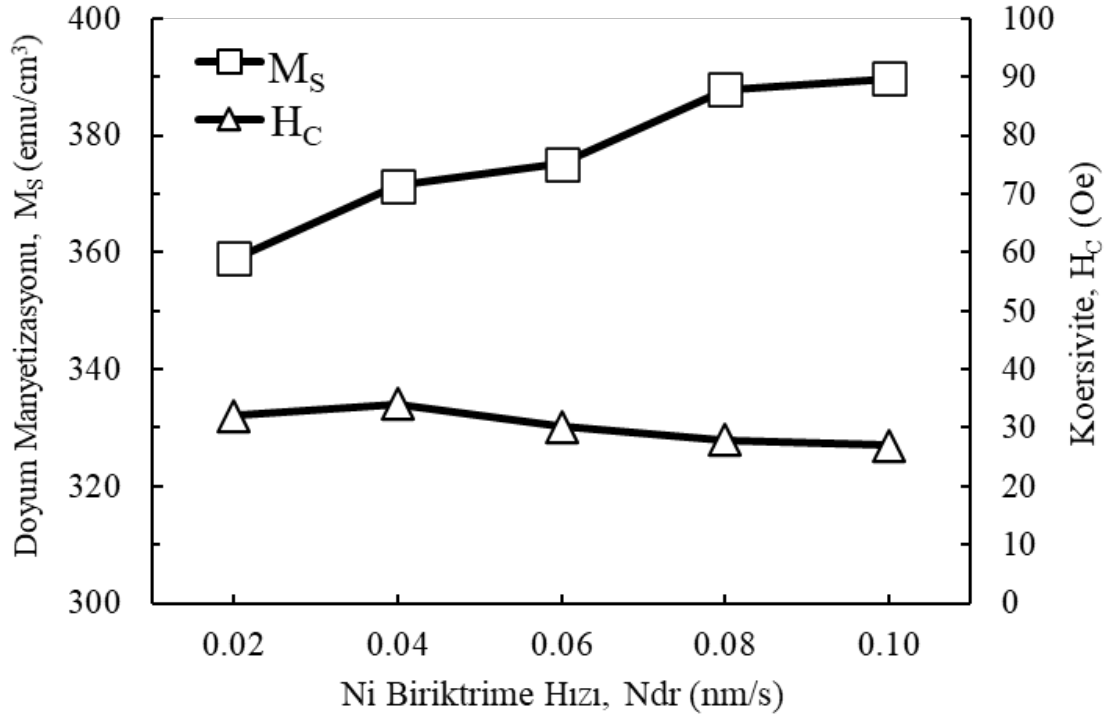
Şekil 4.4: Farklı Ndr’ye sahip filmlerin paralel histerezis ilmekleri (iç şekil $H = \pm 100$ Oe).

Histerezis eğrileri analiz edilerek elde edilen filmlerin manyetik özellikleri Tablo 4.4’de ayrıca verilmiştir.

Tablo 4.4: Farklı Ni biriktirme hızlarında üretilen filmlerin manyetik özellikleri.

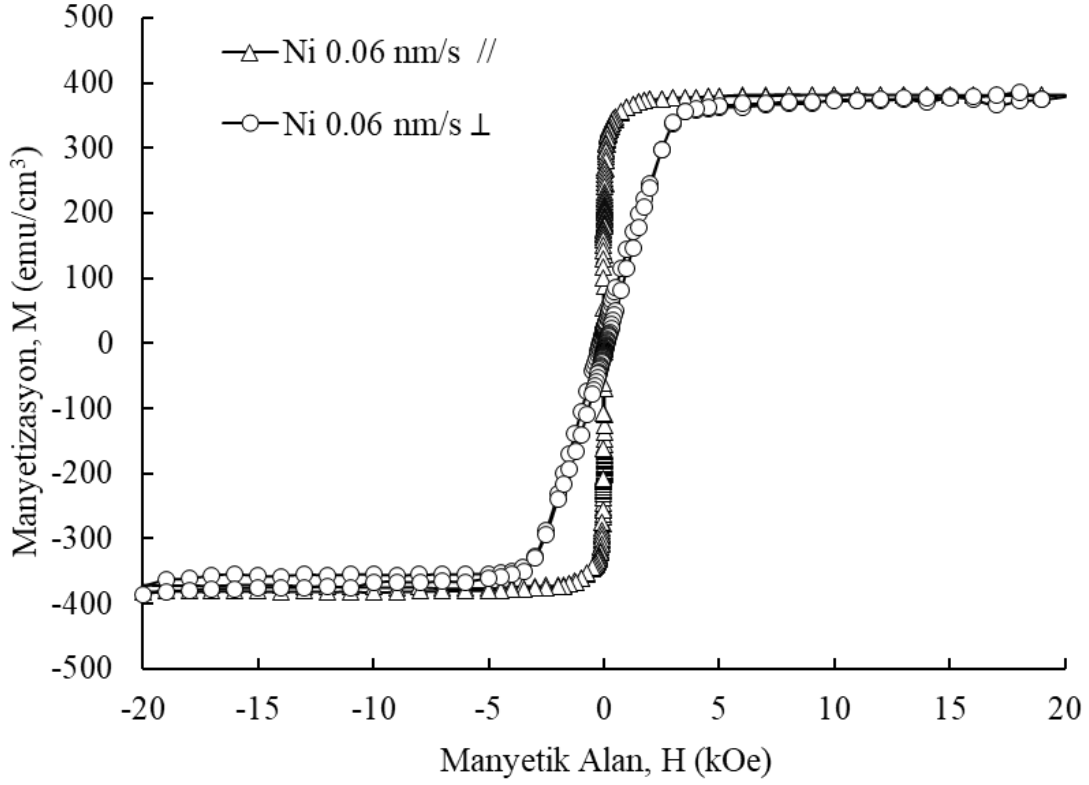
| İncelenen Parametre | Biriktirme Hızı (nm/s) | Al Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) | Manyetik Özellikler | | |
|---------------------|------------------------|--------------------------|----------------------------|------------------------------|------------|-----------|
| | Ndr | Alt | Tft | M_s (emu/cm ³) | H_c (Oe) | M_r/M_s |
| Ni Biriktirme Hızı | 0.02 | 10 | 150 | 359.0 | 32 | 0.636 |
| | 0.04 | | | 371.4 | 34 | 0.706 |
| | 0.06 | | | 375.1 | 30 | 0.509 |
| | 0.08 | | | 387.9 | 28 | 0.369 |
| | 0.10 | | | 389.7 | 28 | 0.331 |

Ni biriktirme hızına karşılık gelen manyetik değerlerin değişimleri Şekil 4.5’de verilmiştir.



Şekil 4.5: Farklı Ni biriktirme hızlarında manyetik değerleri.

Manyetik alan film yüzeyine paralel ve dik uygulandığında filmlerin manyetik davranışını incelemek amacıyla Ni biriktirme hızı 0.06 nm/s olan filmin yüzeyine paralel ve dik manyetik alanlar ± 20 kOe aralığında uygulanarak filmin paralel ve dik histerezis eğrileri elde edilmiş ve Şekil 4.6'da sunulmuştur.



Şekil 4.6: Ni biriktirme hızı 0.06 nm/s’de olan filmin dik ve paralel histerezis ilmekleri.

VSM analizi sonuçlarına göre, Ni biriktirme hızından filmlerin manyetik özellikleri etkilenmiştir. Biriktirme hızları 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 ve 0.10 nm/s olan filmlerin M_s değerleri sırasıyla 359.0, 371.4, 375.1, 387.9 ve 389.7 emu/cm^3 ve M_r değerleri ise sırasıyla 228.3, 262.3, 191.0, 143.2 ve 128.8 emu/cm^3 olarak bulunmuştur. Filmlerin M_s değerinin artışının en muhtemel sebebi, Ni biriktirme hızının artışıyla, Ni katmanlarındaki birim hacimde nispeten daha fazla Ni atomu yığılmasıyla Ni içeriğinin artışıyla sonuçlanmıştır. Filmlerin koersivite değerleri ise SEM görüntülerinde de görüldüğü gibi yüzeylerdeki taneli yapıların boyutları ve sıklıklarıyla orantılı olarak 34 ile 28 Oe arasında azalan bir değişim sergilediği bulunmuştur. Filmlerin H_c değerlerinin azalmasının muhtemel sebebi Ni biriktirme hızının artışıyla Al miktarının azalması ve film yüzeyinin daha homojen ve pürüzsüz hale gelmesi olabilir. Bu sonuçlar, daha önce Ni katman kalınlığının Ni/Al çok katmanlı filmlerin yapısal ve karşılık gelen manyetik özelliklerine etkilerinin araştırıldığı Karpuz A. ve ark. tarafından gerçekleştirilen çalışma [12] ile uyum içerisinde olduğu bulunmuştur. Ni biriktirme hızı 0.10 nm/s olan film en yüksek M_s ve en düşük H_c değerlerine sahip şekilde elde edilmiştir. Daha yüksek M_s değerine sahip film elde edilmesi için Ni biriktirme hızının da daha yüksek değerlerde seçilmesi gerektiği anlaşılmaktadır. Ni biriktirme hızının artışıyla filmlerin H_c değerleri ile benzer olarak histerezis alanı da azalan bir değişim sergilediği

gözlenmektedir. Filmlerin manyetik alana paralel olduklarında daha kolay doyuma ulaştıkları, diğer filmlerinde paralel ve dik histerezis eğrileri benzer şekilde manyetik alana paralel olduklarında daha kolay doyuma gittikleri bulunmuştur. Bu sebeple, tüm filmlerin manyetik kolay ekseninin film yüzeyine paralel olduğu çıkarımı yapılabilir. Daha önce 75 nm kalınlıkta Ni filmin araştırıldığı çalışma [25]'deki bulgulara kıyasla mevcut filmlerin film düzlemine dik elde edilen manyetik davranışları benzerken, Ni/Al ince filmlerin film düzlemine paralel elde edilen manyetik eğrilerinden görülebildiği gibi, düşük alan şiddetinde daha kolay doyuma gittiği, böylelikle çok katmanlı Ni/Al filmlerin manyetik okuma-yazma kafaları ve MEMS gibi cihazların üretilmesinde kullanım potansiyeline sahip olduğu sonucuna varılabilir. Bu serinin manyetik analizlerinden elde edilen Tablo 4.4'deki sonuçlardan görülebileceği gibi, en yüksek Ms değerine sahip film Ni biriktirme hızının 0.10 nm/s değerinde üretilen film olduğu için sonraki diğer parametrelerin araştırıldığı serilerde filmler büyütülürken Ni biriktirme hızı 0.10 nm/s olarak alınmıştır.

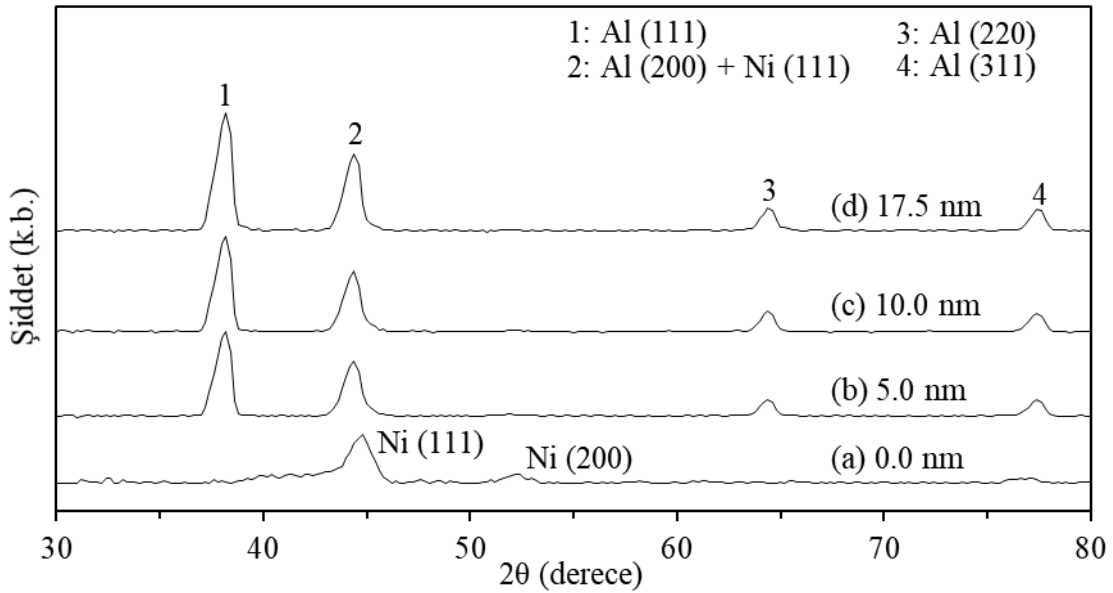
4.1.2 Al Katman Kalınlığının Etkisi

Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin EDX ile elde edilen içerikleri Tablo 4.5'de verilmiştir. Al katman kalınlıkları 5.0, 10.0 ve 17.5 nm olan filmlerin Al içerikleri sırasıyla % 35.8, % 49.2 ve % 50.2 kadar bulunmuş ve filmlerin geri kalanının ise Ni atomlarından oluştuğu bulunmuştur. Kıyaslayabilmek amacıyla Al katman kalınlığı 0.0 nm olan film de üretilmiştir. Al katman kalınlığı 0 nm olan filmin içeriğinde % 99.8 Ni, geri kalan % 0.2 ise safsızlıklar olarak tespit edilmiştir. Bu filmde Al içeriğine rastlanmadığından saf Ni film olduğu görülmektedir. Tablo 4.5'de görülen sonuçlardan da anlaşıldığı gibi üretim için kullanılan parametrelerden biri olan Al katman kalınlığının artırılması, filmlerin Al içeriğinde de artışa sebep olmaktadır. Bu artışın Ni içeriğinde orantısal olarak azalmaya sebep olduğu açıkça görülmektedir. Filmlerin içerikleri Al katman kalınlığının değişmesinden önemli miktarda etkilenmiştir.

Tablo 4.5: Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin içerikleri.

| İncelenen Parametre | Biriktirme Hızı (nm/s) | Al Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) | Film İçerikleri (EDX) (% At.) | |
|---------------------|------------------------|--------------------------|----------------------------|-------------------------------|------|
| | Ndr | Alt | Tft | Ni | Al |
| Al Katman Kalınlığı | 0.10 | 0.0 | 150 | 99.8 | — |
| | | 5.0 | | 64.0 | 35.8 |
| | | 10.0 | | 50.6 | 49.2 |
| | | 17.5 | | 49.6 | 50.2 |

Al katman kalınlığına göre üretilen GIXRD ile elde edilen kırınım desenleri Şekil 4.7’de sunulmuştur. Şekil 4.7(a) incelendiğinde, Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filme ait kırınım deseninde $2\theta \sim 44.9^\circ$ ’de Ni (111) düzlemine ait pik ve $2\theta \sim 52.7^\circ$ ’de nispeten düşük şiddete sahip Ni (200) piki görülmektedir. Farklı Al katman kalınlıklarına sahip şekilde üretilen filmlerin kırınım desenleri Şekil 4.7(b, c ve d) de incelendiğinde ise, Farklı Al katman kalınlıklarına sahip şekilde büyütülen filmlerde Al (200) ve Ni (111) piklerinden gelen yansımalar çok yakın açılarda olduğu için, $2\theta \sim 44.9^\circ$ ’deki piki bu iki düzlemden gelen piklerin toplamı olduğu düşünülebilir. Ancak, Al tabaka kalınlığı arttıkça pik şiddetinin de artması nedeniyle bu pikin ağırlıklı olarak Al (200) yansımalarından geldiği düşünülmektedir. Al katman kalınlığının artışı ile sırasıyla filmlerin kırınım desenlerinde $2\theta \sim 38.4^\circ$ Al (111), $2\theta \sim 44.4^\circ$ Al (200) + Ni (111), $2\theta \sim 64.9^\circ$ Al (220) ve $2\theta \sim 78.2^\circ$ Al (311)’de görülen Al düzlemlerine ait olduğu tahmin edilen piklerin şiddetlerinin kademeli şekilde arttığı görülmektedir.



Şekil 4.7: Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin GIXRD desenleri.

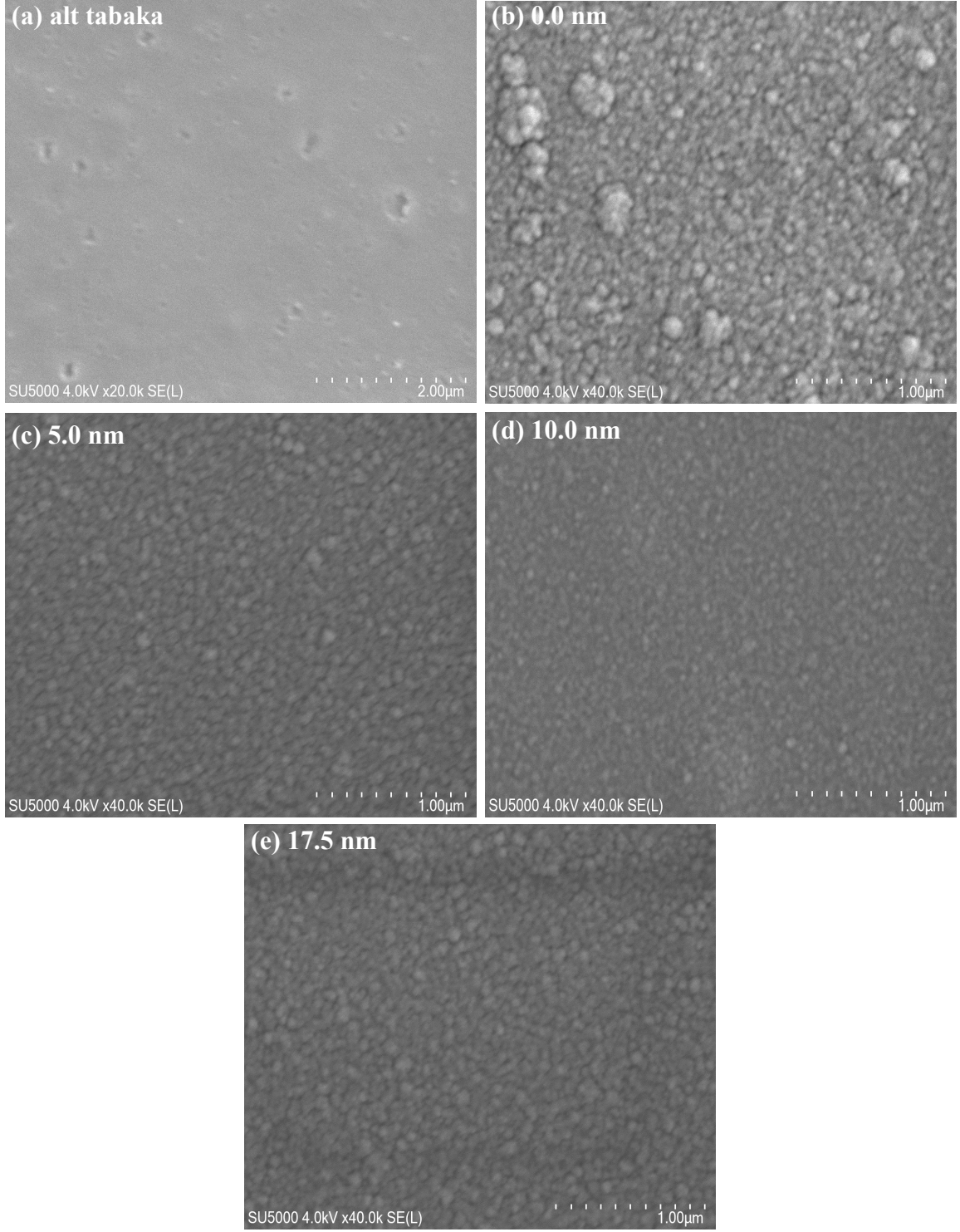
Tablo 4.6’da filmlerin GIXRD desenlerinden yararlanılarak hesaplanan yapısal parametreler sunulmuştur. Al katman kalınlıklarının sırasıyla 5.0, 10.0 ve 17.5 nm olarak üretilen filmlerde parçacık boyutu, t sırasıyla 9.0, 9.8 ve 10.3 nm olarak hesaplanmıştır. Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmde 6.9 nm olarak hesaplanan tanecik boyutu Ni/Al katmanlı filmlerde daha büyük bulunmuş ve Al katman kalınlığının arttırılmasıyla hafifçe artmıştır. Bu farklı Al katman kalınlıklarındaki filmler için düzlemler arası mesafe, d ise 0.2363 ile

0.2361 nm arasında bulunmuştur. Ayrıca, Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmin örgü sabiti, a, 0.3508 nm olarak hesaplanırken, farklı Al katman kalınlıklarındaki filmlerin örgü sabitleri 0.4092 nm olarak bulunmuştur. Al katman kalınlığı 17.5 nm olarak üretilen filmin örgü sabitinin hafifçe azalarak 0.4090 nm olduğu hesaplanmıştır. Ni/Al filmlerin örgü sabiti, filmler yüksek oranda Al içeriğinden dolayı Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmin örgü sabitinden çok daha büyük bulunmuştur.

Tablo 4.6: Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin kristal yapı özellikleri.

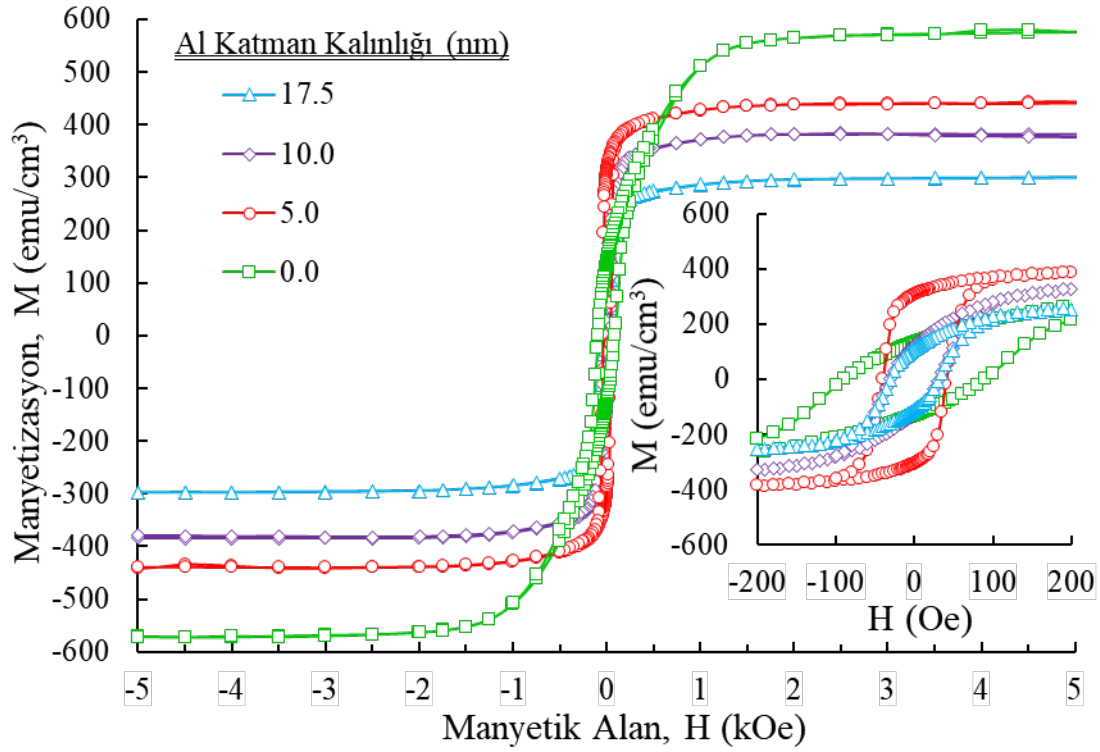
| İncelenen Parametre | Biriktirme Hızları (nm/s) | Al Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) | Kristal Yapı Özellikleri (GIXRD) (nm) | | |
|---------------------|---------------------------|--------------------------|----------------------------|---------------------------------------|------------------|------------------|
| | | | | t ₍₁₎ | d ₍₁₎ | a ₍₁₎ |
| Al Katman Kalınlığı | 0.10 | 0.0 | 150 | 6.9 | 0.2025 | 0.3508 |
| | | 5.0 | | 9.0 | 0.2363 | 0.4092 |
| | | 10.0 | | 9.8 | 0.2363 | 0.4092 |
| | | 17.5 | | 10.3 | 0.2361 | 0.4090 |

Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin yüzey özelliklerini daha iyi anlayabilmek ve karşılaştırabilmek için, filmlerin SEM görüntüleri Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmin ve alt tabakanın SEM görüntüleriyle birlikte Şekil 4.8’de sunulmuştur. Şekil 4.8(a) alt tabakanın, (b) Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmi ve (c) 5.0, (d) 10.0 ve (e) 17.5 nm Al katmanı kalınlıklarında üretilen filmlerin SEM görüntülerini göstermektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde, hem Şekil 4.8(a)’daki alt tabakanın hem de Şekil 4.8(b)’deki Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmin SEM görüntüleri ile kıyaslandığında Şekil 4.8(c, d ve e)’deki farklı Al katman kalınlıklarına sahip filmlerin SEM görüntülerinden oldukça farklı olduğu göze çarpmaktadır. Şekil 4.8(b)’de Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmin yüzeyinde görülen çapları birkaç mikrometre mertebesine ulaşarak dikkat çeken iri taneli yapılar Şekil 4.8(c, d ve e)’de çok katmanlı Ni/Al filmlerin SEM görüntülerinde gözlenmemektedir. Şekil 4.8(c, d ve e)’den de görülebileceği gibi, tüm filmlerin yüzeyi sıkı ve düzgün şekilde yüzey boyunca dağılmış taneli yapılardan oluşmakta ve yüzey morfolojileri benzer özellikleri sergilemektedirler. Ancak, Al katman kalınlığı 17.5 nm olarak üretilen filmin SEM görüntülerinde taneli yapıların çaplarının hafifçe arttığı gözden kaçmamaktadır. Ek olarak, Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmin yüzeyindeki çok iri yapıların Ni/Al filmlerin yüzeylerinde gözlenmemesinin sebebi, Al katmanının, bu çok iri yapıların oluşmasını baskıladığı, böylelikle daha pürüzsüz yüzeylere sebep olduğu çıkarımı yapılabilir.



Şekil 4.8: Farklı Al katmanının kalınlıklarına sahip filmlerin SEM görüntüleri.

Farklı Al katman kalınlıklarına sahip Ni/Al filmlerin manyetik özelliklerini gösteren ve VSM aracılığıyla elde edilen manyetik histerezis eğrileri Şekil 4.9’da sunulmuştur. VSM sonuçlarına göre, Al katman kalınlığının değiştirilmesinden filmlerin manyetik özellikleri önemli ölçüde etkilenmektedir.



Şekil 4.9: Farklı Alt'ye sahip filmlerin paralel histerezis ilmekleri (iç şekil $H=\pm 200$ Oe).

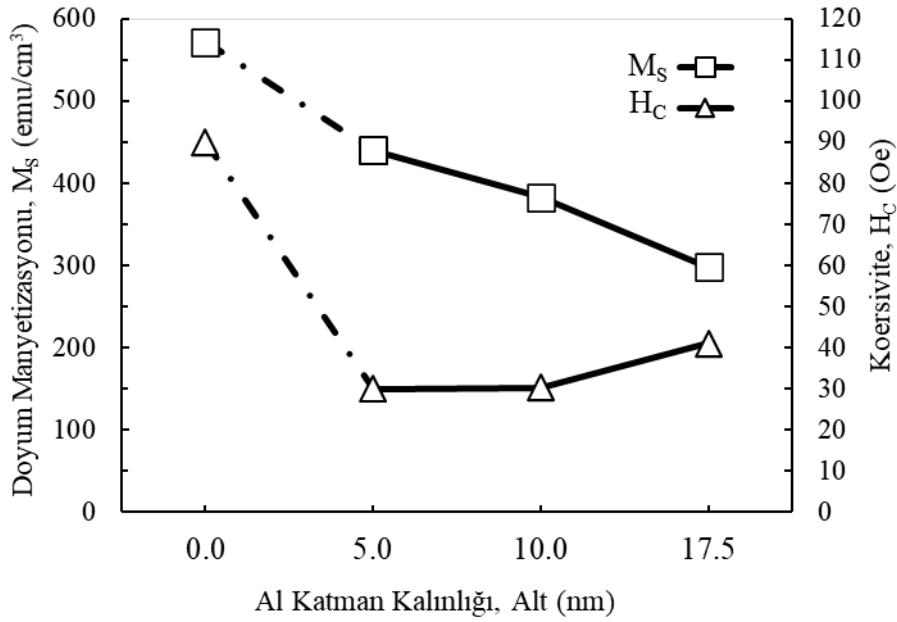
Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmin ve Ni/Al filmlerin histerezis eğrileri karşılaştırıldığında Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmin M_s değerinin Al içeren katmanlı filmlere göre çok daha büyük olduğu görülmektedir. Tablo 4.7'de VSM ölçümlerinden elde edilen manyetik değerler verilmektedir. Tablo 4.7 incelendiğinde Al katman kalınlığı 0.0 nm olan filmin M_s değeri 571.7 emu/cm^3 , M_r değeri ise 131.1 emu/cm^3 ve H_c değeri ise 90 Oe olarak bulunmuştur. Al katman kalınlığı 5.0, 10.0 ve 17.5 nm olarak üretilen filmlerin M_s değerleri sırasıyla 440.1, 383.4, 297.8 emu/cm^3 ve M_r değerleri ise sırasıyla 305.7, 121.6 ve 109.9 emu/cm^3 olarak bulunmuştur. Bu durumun muhtemel sebebi, Al katman kalınlığının artışı film içindeki Al oranının artışı ve dolayısıyla film içeriğinde Ni miktarının da azalışıyla sonuçlanmaktadır. Bu nedenle, Şekil 4.9'dan da görüldüğü gibi, Al katman kalınlığının artışı M_s değerlerinin kademeli olarak azalmasına sebep olmuştur. Filmlerin koersivite değerleri ise Al katman kalınlığı ile artmasıyla 30 Oe'den 41 Oe'e çıkmıştır. Koersiviteledeki bu artış filmlerin Şekil 4.13'deki SEM görüntüleri dikkate alındığında beklenen bir durumdur. Çünkü, Al katman kalınlığı 5.0 ve 10.0 nm olan filmlerin yüzey görüntüleri hemen hemen aynı, daha küçük taneli ve homojen bir yapı sergilemekteyken, 17.5 nm Al katman kalınlığına sahip filmin yüzeyi daha iri taneli ve pürüzlüdür. Bu da Al katman kalınlığı 17.5 nm'ye çıkartıldığında H_c değerindeki artışı açıklamaktadır. Taneler büyüdükçe uygulanması

gereken H_c değeri de artmaktadır. Sonuç olarak, Al katman kalınlığının artışı filmlerde Al içeriğinin de artmasına sebep olmuş ve dolayısıyla Ni içeriğinin azalmasıyla birlikte M_s değerlerinin de azalması ve H_c değerlerinin ise biraz artmasına sebep olmuştur.

Tablo 4.7: Farklı Al katman kalınlıklarında üretilen filmlerin manyetik özellikleri.

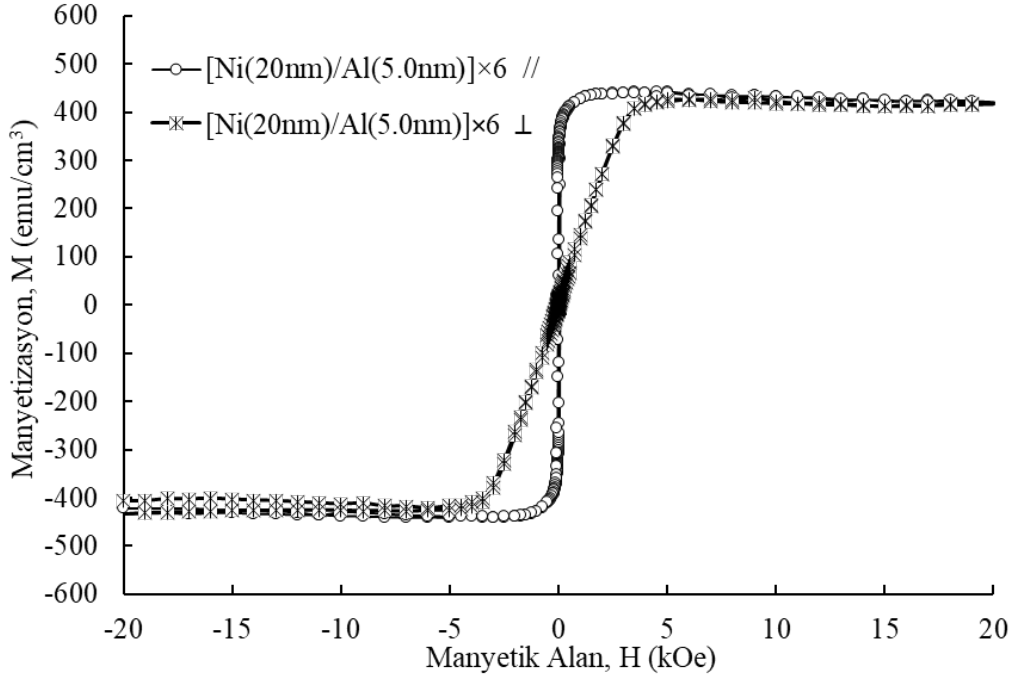
| İncelenen Parametre | Biriktirme Hızı (nm/s) | Al Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) | Manyetik Özellikler | | |
|---------------------|------------------------|--------------------------|----------------------------|------------------------------|------------|-----------|
| | Ndr | Alt | Tft | M_s (emu/cm ³) | H_c (Oe) | M_r/M_s |
| Al Katman Kalınlığı | 0.10 | 0.0 | 150 | 571.7 | 90 | 0.048 |
| | | 5.0 | | 440.1 | 30 | 0.369 |
| | | 10.0 | | 383.4 | 30 | 0.317 |
| | | 17.5 | | 297.8 | 41 | 0.695 |

Ayrıca, değişimin daha iyi anlaşılması için farklı Al katman kalınlıklarına karşılık gelen filmlerin M_s ve H_c değerleri değişimleri Şekil 4.10'da verilmiştir.



Şekil 4.10: Farklı Al katman kalınlıklarına sahip filmlerin manyetik değerleri.

Al katman kalınlığı 5.0 nm olan filmin histerezis ilmeği dik ve paralel olarak Şekil 4.11'de sunulmuştur. Bu şekilde de paralel ölçümlerde filmin daha küçük manyetik alanlarda doyuma ulaştığı ve manyetik kolay eksenin film düzlemine paralel olduğu görülmektedir.



Şekil 4.11: Al katman kalınlığı 5.0 nm olan filmin dik ve paralel histerezis ilmekleri.

Al katman kalınlığının etkilerinin araştırıldığı filmlerin manyetik analizlerinden elde edilen Tablo 4.7’deki sonuçlardan görüleceği üzere, Al katman kalınlığı 5.0 nm olan film en yüksek M_s değerine sahip olduğu için sonraki seride filmler büyütülürken Al katman kalınlığı 5.0 nm olarak alınmıştır.

4.1.3 Toplam Film Kalınlığının Etkisi

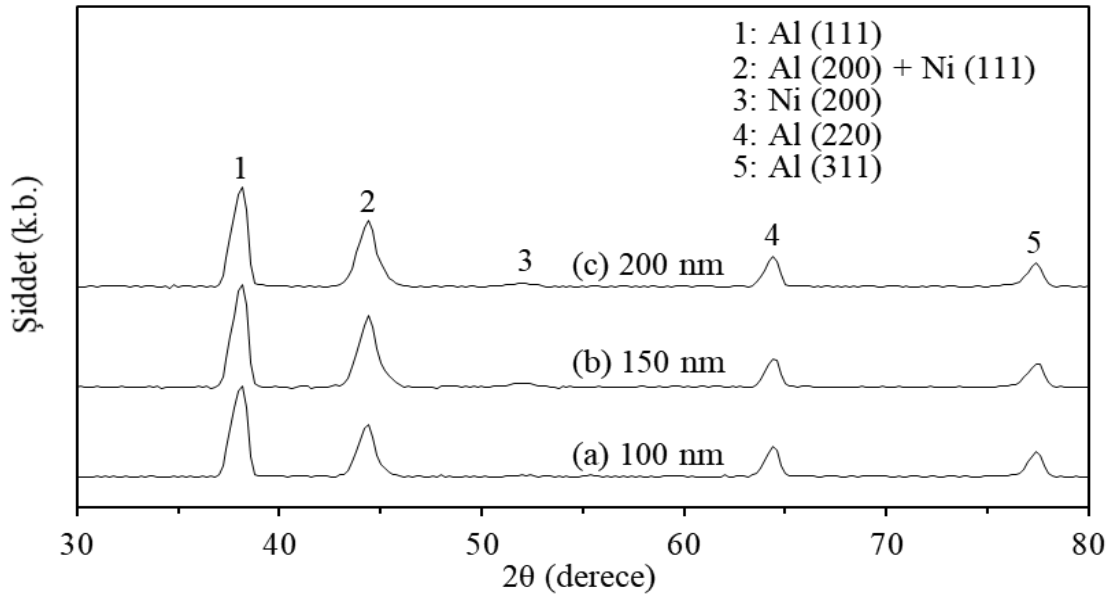
Toplam film kalınlığının yapısal ve manyetik özellikler üzerine etkisini araştırmak amacıyla üretilen dördüncü seri de karakterize edilmiştir.

Tablo 4.8’de farklı toplam film kalınlıklarına sahip filmlerin EDX ile elde edilen atomik içerikleri sunulmuştur. Toplam film kalınlığı 100, 150 ve 200 nm olan filmlerin sırasıyla % 60.4, % 57.0 ve % 55.5 Ni içerdiği ve filmlerin geri kalanının ise % 0.2 safsızlıklarla birlikte Al atomlarından oluştuğu bulunmuştur. Tablo 4.8’de görülen sonuçlardan da anlaşılacağı gibi üretim için kullanılan parametrelerden biri olan toplam film kalınlığının artırılması, filmlerin Ni içeriğinde kademeli olarak bir azalışa sebep olmaktadır. Bunun muhtemel sebebi, toplam film kalınlığının artırılması için katman sayısının artışı gerekliken, dolayısıyla, katman sayısının artışıyla birlikte Ni’e göre daha küçük atomik çapa sahip olan Al’nin ara katmanlarda Ni katmanının içine nüfuz etmesi olabileceği tahmin edilmiştir.

Tablo 4.8: Farklı toplam kalınlıklara sahip filmlerin içerikleri.

| İncelenen Parametre | Biriktirme Hızı (nm/s) | Al Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) | Film İçerikleri (EDX) (% At.) | |
|-----------------------|------------------------|--------------------------|----------------------------|-------------------------------|------|
| | Ndr | Alt | Tft | Ni | Al |
| Toplam Film Kalınlığı | 0.10 | 5 | 100 | 60.4 | 39.4 |
| | | | 125 | - | - |
| | | | 150 | 57.0 | 42.8 |
| | | | 175 | - | - |
| | | | 200 | 55.5 | 44.3 |

Farklı toplam film kalınlıklarında üretilen filmlerin GIXRD tekniğiyle elde edilen kırınım desenleri Şekil 4.12’de sunulmuştur. Şekil 4.12 incelendiğinde, filmlerin kırınım desenlerinde $2\theta \sim 38.2^\circ$ ’de Al (111), $2\theta \sim 44.4^\circ$ ’de Al (200) + Ni (111), hafifçe beliren $2\theta \sim 52.7^\circ$ ’de Ni (200), $2\theta \sim 64.9^\circ$ ’de Al (220) ve $2\theta \sim 78.2^\circ$ ’de Al (311) düzlemlerinden gelen yansımaların oluşturduğu pikler görülmektedir. Tüm filmlerin desenlerinden görüldüğü gibi en şiddetli pik Al (111) pikidir. Ayrıca, toplam film kalınlığı 150 nm olarak üretilen filmin kırınım deseninde Al piklerinin yanı sıra gözlemlenmeyen $2\theta \sim 52.7^\circ$ civarında Ni (200) piki hafifçe görülür hale gelmiş ve toplam kalınlık 200 nm olan filmde bu pikin şiddeti biraz daha artarak daha fazla görülür hale gelmiştir. Bu durum, toplam film kalınlığı arttığı için Ni düzlemlerinden gelen yansımaların daha fazla olmasından kaynaklanıyor olabilir. Toplam film kalınlığının artışıyla Al piklerinin şiddetleri hafifçe artmıştır. Bu durumun muhtemel sebebi ise toplam film kalınlığının artışıyla Ni’e göre nispeten küçük çapa sahip Al atomlarının Ni atomlarının içine daha fazla nüfuz ederek büyümüş olması olabilir. Dolayısıyla bu durumun, toplam film kalınlığı artarken daha fazla arayüzey oluşması sebebiyle daha fazla gerçekleşmesi olabilir.



Şekil 4.12: Farklı kalınlıklarda üretilen filmlerin GIXRD desenleri.

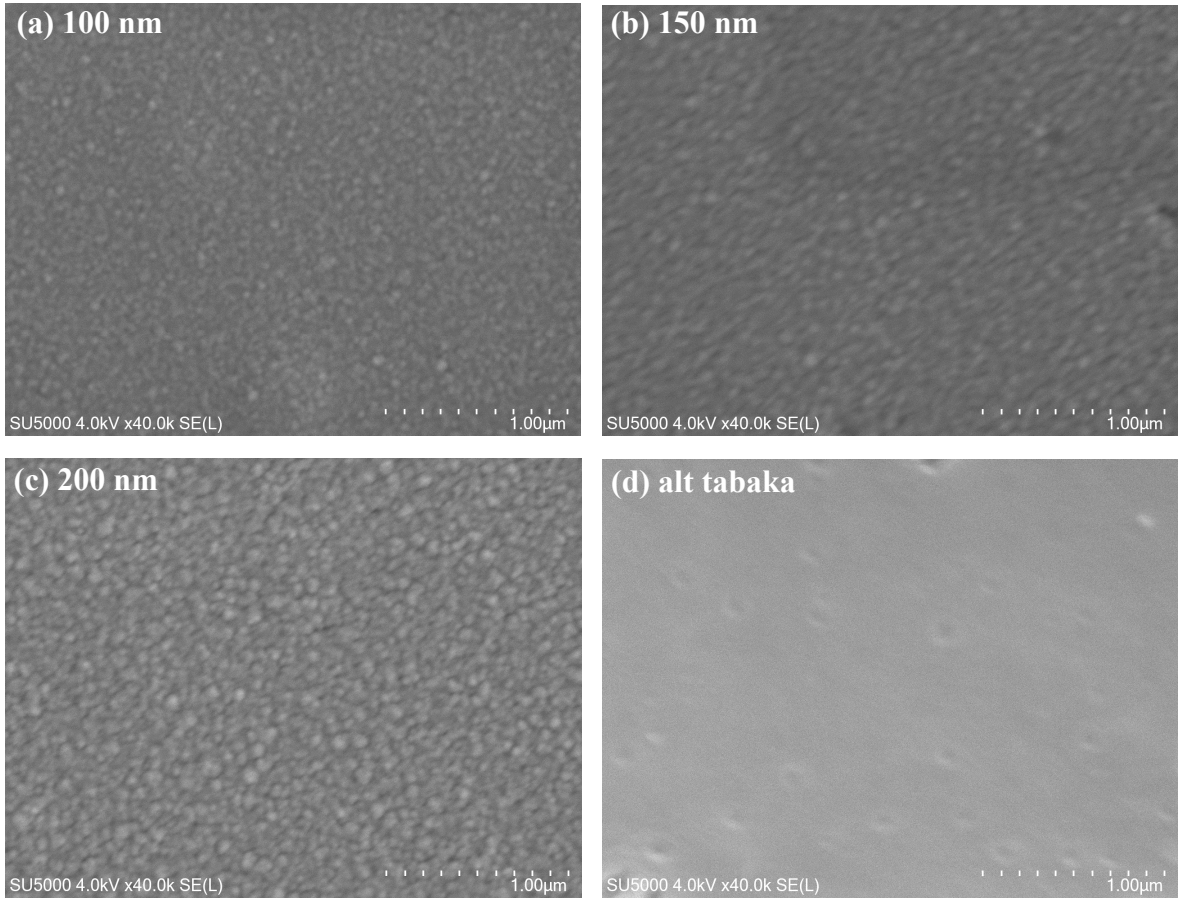
Tablo 4.9’da yapısal analizle elde edilen parametreler verilmiştir. Toplam film kalınlıklarının sırasıyla 100, 150 ve 200 nm olarak üretilen filmlerde parçacık boyutu, t sırasıyla 8.0, 7.3 ve 7.3 nm olarak, düzlemler arası mesafe, d ise 0.2041 ile 0.2043 arasında ve örgü sabitleri, a ise 0.4081 ile 0.4086 arasında hesaplanmıştır. Örgü sabitleri, bulk Ni ve bulk Al değerlerinin dışında olup Al’den biraz daha büyük olduğu bulunmuştur. Yapısal analiz sonuçlarına göre filmlerin yapıları toplam film kalınlıklarının değişiminden nispeten daha az etkilendiği ancak Al’a daha fazla benzer özelliğe doğru kaydığı söylenebilir.

Tablo 4.9: Farklı toplam kalınlıklara sahip filmlerin kristal yapı özellikleri.

| İncelenen Parametre | Biriktirme Hızları (nm/s) | Al Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) | Kristal Yapı Özellikleri (GIXRD) (nm) | | |
|-----------------------|---------------------------|--------------------------|----------------------------|---------------------------------------|-----------|-----------|
| | | | | $t_{(1)}$ | $d_{(1)}$ | $a_{(1)}$ |
| Toplam Film Kalınlığı | 0.10 | Al | 100 | 8.0 | 0.2043 | 0.4086 |
| | | | 125 | - | - | - |
| | | | 150 | 7.3 | 0.2040 | 0.4081 |
| | | | 175 | - | - | - |
| | | | 200 | 7.3 | 0.2041 | 0.4082 |

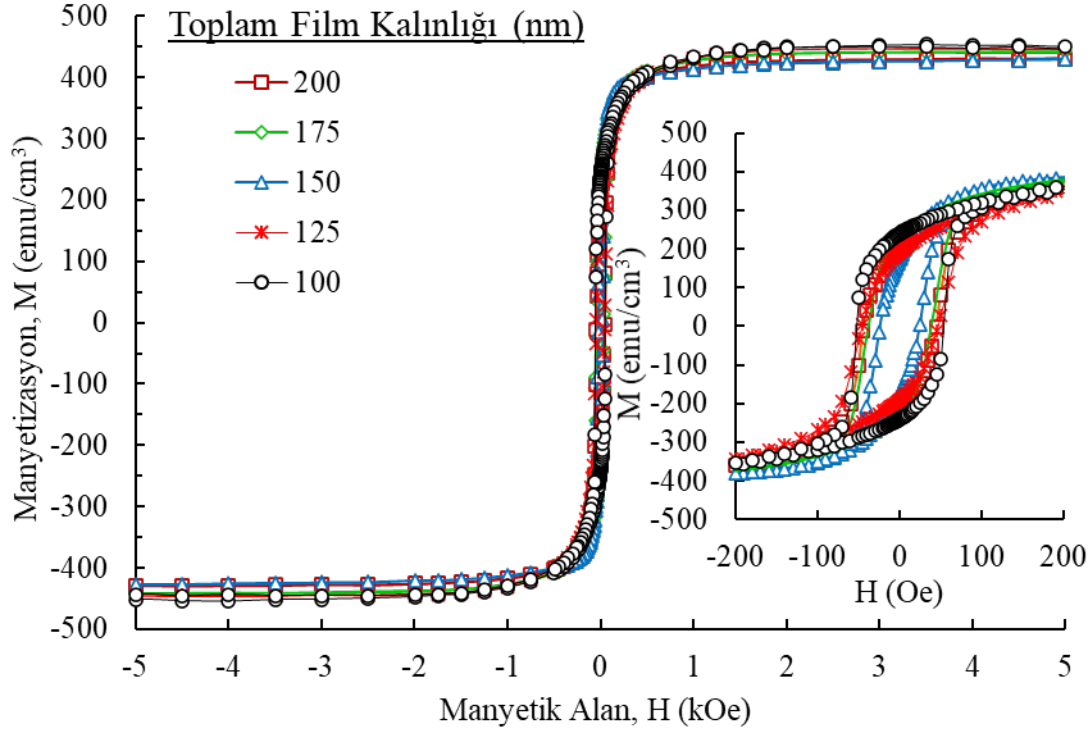
Farklı toplam kalınlıklarda üretilen filmlerin yüzey görüntüleri ve alt tabakanın SEM görüntüsü Şekil 4.13’de sunulmuştur. SEM görüntülerinden anlaşıldığına göre, filmlerin yüzeylerinde bazı küçük farklılıklar dikkatle incelendiğinde gözlenebilmektedir. Kalınlığı 100 nm olan filmin SEM görüntüsü Şekil 4.13(a)’da görülebileceği gibi, çapı 70 nm

civarında olan yüzey boyunca homojen olarak yayılmış çok sayıda taneli yapıların varlığı dikkat çekmektedir. Kalınlığı 150 nm olan filmin SEM görüntüsü Şekil 4.13(b)'de, yüzey boyunca yaygın şekilde görülen taneli yapıların boyutları biraz daha büyümüştür. Kalınlığı 200 nm olan filmin Şekil 4.13(c)'deki SEM görüntüsünde, taneli yapıların çaplarının biraz daha artarak yer yer 120 nm civarına kadar arttığı gözlenmektedir.



Şekil 4.13: Farklı toplam kalınlıklarına sahip filmlerin SEM görüntüleri.

Farklı toplam kalınlıklarda üretilen filmlerin manyetik histerezis ilmekleri hem ± 5 kOe hem de daha iyi anlaşılması için iç şekilde $H = \pm 200$ Oe olarak Şekil 4.14'de sunulmuştur. Filmlerin bu histerezis eğrilerinden elde edilen manyetik büyüklükleri ise Tablo 4.10'da verilmiştir. Toplam film kalınlığı 100, 125, 150, 175 ve 200 nm olarak üretilen filmlerin M_s değerleri sırasıyla 450.0, 446.2, 441.0, 430.9 ve 427.4 emu/cm^3 , M_r değerleri ise sırasıyla 239.1, 193.0, 230.3, 174.6 ve 203.0 emu/cm^3 olarak ve H_c değerleri sırasıyla 52, 46, 38, 47 ve 45 Oe olarak bulunmuştur.

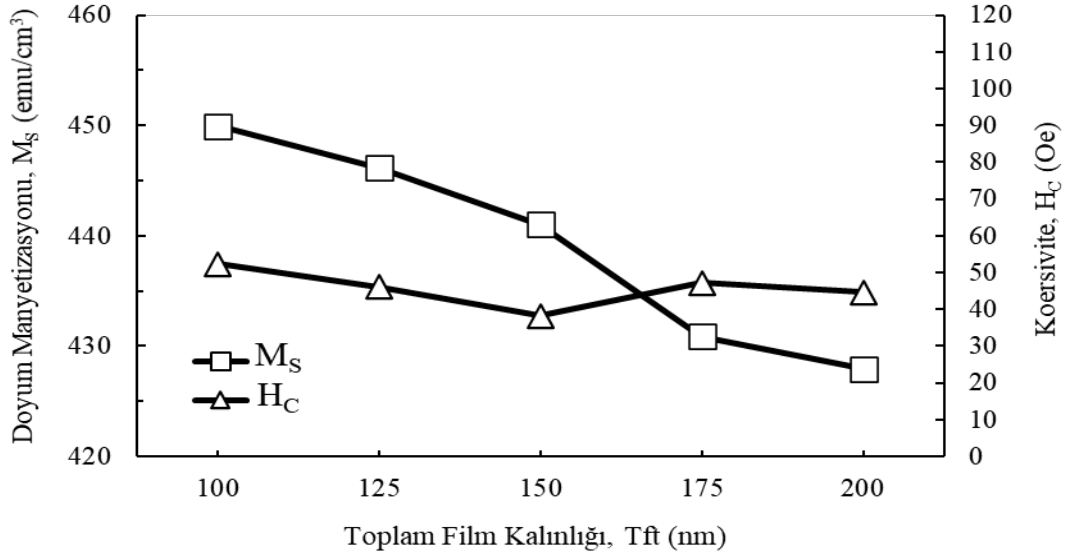


Şekil 4.14: Farklı Tft'lerde filmlerin paralel histerezis ilmekleri (iç şekil $H=\pm 200$ Oe).

Tablo 4.10: Farklı toplam kalınlıklara sahip filmlerin manyetik özelliklere etkisi.

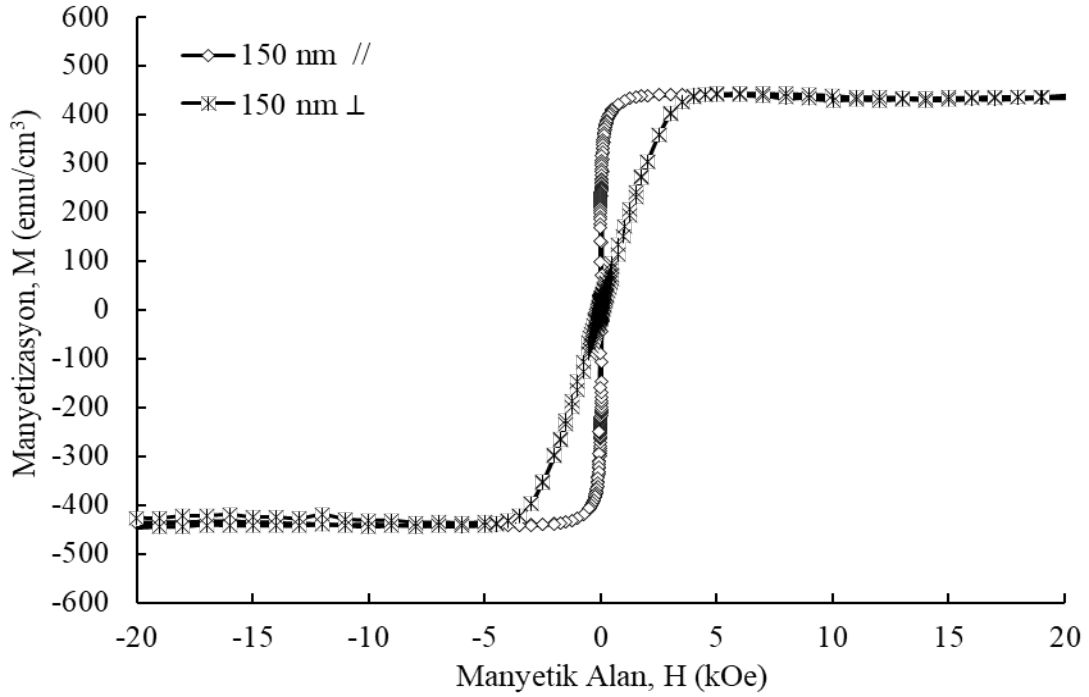
| İncelenen Parametre | Biriktirme Hızı (nm/s) | Al Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) | Manyetik Özellikler | | |
|-----------------------|------------------------|--------------------------|----------------------------|------------------------------|------------|-----------|
| | | | | M_s (emu/cm ³) | H_c (Oe) | M_r/M_s |
| Toplam Film Kalınlığı | 0.10 | Al | 100 | 450.0 | 52 | 0.531 |
| | | | 125 | 446.2 | 46 | 0.432 |
| | | | 150 | 441.0 | 38 | 0.522 |
| | | | 175 | 430.9 | 47 | 0.405 |
| | | | 200 | 427.4 | 45 | 0.474 |

Filmlerin farklı toplam kalınlıklarda M_s ve H_c değerlerinin değişimi Şekil 4.15'de ayrıca verilmiştir. Şekilden görüldüğü gibi M_s değeri toplam kalınlık arttıkça hafifçe azalmıştır. Bu durumun toplam kalınlık artışıyla film içeriğinde Ni oranının azalıp Al oranının artmasından kaynaklanacağı düşünülmektedir. Tablo 4.10'dan da anlaşılacağı üzere en yüksek M_s değeri toplam film kalınlığı 100 nm olan filmde elde edilmiştir.



Şekil 4.15: Farklı toplam kalınlıklarında üretilen filmlerin manyetik değerleri.

Toplam kalınlığı 150 nm olan filmin dik ve paralel histerezis ilmekleri Şekil 4.16'da sunulmuştur. Diğer kalınlıklardaki filmlerin de dik ve paralel histerezis ilmekleri benzer şekilde olduğu ve tüm filmlerin manyetik kolay eksenlerinin film düzlemine paralel olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.16: Toplam kalınlığı 150 nm olan filmin dik ve paralel histerezis ilmekleri.

4.2 Üretim Parametrelerinin Etkilerinin İnceleme Sonuçlarının Karşılaştırılması

Araştırılan bu seriler ile Ni biriktirme hızı, Al katman kalınlığı ve Toplam film kalınlığının çok katmanlı Ni/Al ince filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri üzerine etkileri incelendi. Her bir seride yalnızca etkisi araştırılan parametre kademeli olarak değiştirilirken diğer tüm parametreler sabit tutuldu. Böylelikle, her seride en yüksek Ms elde edilen film için o parametre seviyesi seçilerek sabitlendi. Böylelikle, her adımda bir faktör yaklaşımıyla çok katmanlı Ni/Al filmler en yüksek Ms için optimize edilmiştir. Gerçekleştirilen analiz sonuçlarına göre, filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri Ni katmanının biriktirme hızının değişiminden etkilendiği bulunmuştur. Al katmanı biriktirme hızının değişiminden nispeten az etkilenirken, Al katman kalınlığının değişiminden ciddi oranda etkilenmiştir. Ayrıca, toplam film kalınlığının değişiminden de etkilendiği bulundu. En yüksek Ms değerine sahip film için Ni biriktirme hızı için 0.10 nm/s, Al katman kalınlığı 5.0 nm ve toplam film kalınlığının için 100 nm olduğu tespit edilmiştir. Bu serilerin üretim parametreleri, film içerikleri, kristal yapı değerleri ve manyetik özellikleri bir araya getirilerek bir özet tablosu oluşturuldu. Bu özet bilgilerin yer aldığı çizelge Tablo 4.11’de sunulmuştur.

Tablo 4.11: Üretim parametrelerinin film özellikleri üzerine etkilerinin özeti.

| Film Üretim Parametreleri | | | Film İçerikleri* | | Kristal Yapı** | | | Manyetik Değerler | | | | | |
|---------------------------|------|------------|------------------|-------------|----------------|-------------|---------------|------------------------|---------------|----------------|--------------|--------------|--------------|
| (nm/s) | (nm) | | (at.) % | | (nm) | | | (emu/cm ³) | | (Oe) | — | | |
| Ndr | Alt | Tft | Ni | Al | t | d | a | Ms | Mr | H _C | Mr/Ms | | |
| | | | 61.5 | 38.3 | 9.1 | 0.2361 | 0.4084 | 359.0 | 228.3 | 32 | 0.636 | | |
| | | | — | — | 9.2 | 0.2361 | 0.4080 | 371.4 | 262.3 | 34 | 0.706 | | |
| 1. | 0.06 | 10.0 | 150 | 65.5 | 34.3 | 9.3 | 0.2362 | 0.4075 | 375.1 | 191.0 | 30 | 0.509 | |
| | | | | — | — | 9.5 | 0.2362 | 0.4067 | 387.9 | 143.2 | 28 | 0.369 | |
| | | | | 69.6 | 30.2 | 9.6 | 0.2362 | 0.4063 | 389.7 | 128.8 | 28 | 0.331 | |
| | | 0.0 | | 99.8 | — | 6.9 | 0.2025 | 0.3508 | 571.7 | 131.1 | 90 | 0.048 | |
| 2. | 0.10 | 5.0 | 150 | 64.0 | 35.8 | 9.0 | 0.2363 | 0.4092 | 440.1 | 305.7 | 30 | 0.369 | |
| | | 10.0 | | 50.6 | 49.2 | 9.8 | 0.2363 | 0.4092 | 383.4 | 121.6 | 30 | 0.317 | |
| | | 17.5 | | 49.6 | 50.2 | 10.3 | 0.2361 | 0.4090 | 297.8 | 109.9 | 41 | 0.695 | |
| | | | | 100 | 60.4 | 39.4 | 8.0 | 0.2043 | 0.4086 | 450.0 | 239.1 | 52 | 0.531 |
| | | | | 125 | — | — | - | - | 446.2 | 193.0 | 46 | 0.432 | |
| 3. | 0.10 | 5.0 | 150 | 57.0 | 42.8 | 7.3 | 0.2040 | 0.4081 | 441.0 | 230.3 | 38 | 0.522 | |
| | | | | 175 | — | — | - | - | 430.9 | 174.6 | 47 | 0.405 | |
| | | | | 200 | 55.5 | 44.3 | 7.3 | 0.2041 | 0.4082 | 427.4 | 203.0 | 45 | 0.474 |

* Tüm filmler %0.2’ye varan oranda H, O ve C gibi safsızlıkları içermektedir.

** Hesaplamalarda, GIXRD desenindeki piklerin en şiddetlileri kullanılmıştır.

4.3 En Yüksek Doyum Manyetizasyonu için Taguchi ile Optimizasyon

Tez çalışmasının bu aşamasında en yüksek Ms değerine sahip filmin elde edilmesi için Taguchi tasarımı yöntemi kullanılarak gerçekleştirilen tasarım, istatistik ve diğer hesaplamalar elde edilen sonuçlar alt başlıklarda detaylıca paylaşılmış ve tartışılmıştır.

4.3.1 Parametre Seçimi ve Ortogonal Matris Tasarımı

Deneysel tasarım sürecinde, diğer ortogonal tasarımlara kıyasla çok daha az sayıda deney ile gerçekleştirilmesine olanak sağladığı için Taguchi tasarım tekniği tercih edilmiştir. Ön deneme çalışmaları neticesinde, DCMS tekniğiyle biriktirilen Ni/Al çok katmanlı ince filmler için Ni biriktirme hızı (Ni deposition rate, Ndr), Al biriktirme hızı (Al deposition rate, Adr), Ni katman kalınlığı (Ni layer thickness, Nlt) ve Toplam film kalınlığı (Total film thickness, Tft) bazı en önemli üretim parametreleridir. Bu parametrelerin limit seviyeleri üretim sisteminin güvenlik limitleri sınırında belirlenmiş ve Tablo 4.12’de gösterilmiştir.

Tablo 4.12: Ni/Al ince filmlerin üretim parametreleri ve seviyeleri.

| Faktörler | Sembol | Birim | Seviye 1 | Seviye 2 | Seviye 3 |
|-----------------------|--------|--------|----------|----------|----------|
| Ni biriktirme hızı | Ndr | (nm/s) | 0.02 | 0.06 | 0.10 |
| Al biriktirme hızı | Adr | (nm/s) | 0.02 | 0.03 | 0.04 |
| Ni katman kalınlığı | Nlt | (nm) | 5.0 | 20.0 | 45.0 |
| Toplam film kalınlığı | Tft | (nm) | 100 | 150 | 200 |

En yüksek Ms değerine sahip filme ulaşmak için üç seviyeli dört faktörden oluşan standart Taguchi L9(3⁴) ortogonal tasarım matrisi hazırlanarak Tablo 4.13’de verilmiştir.

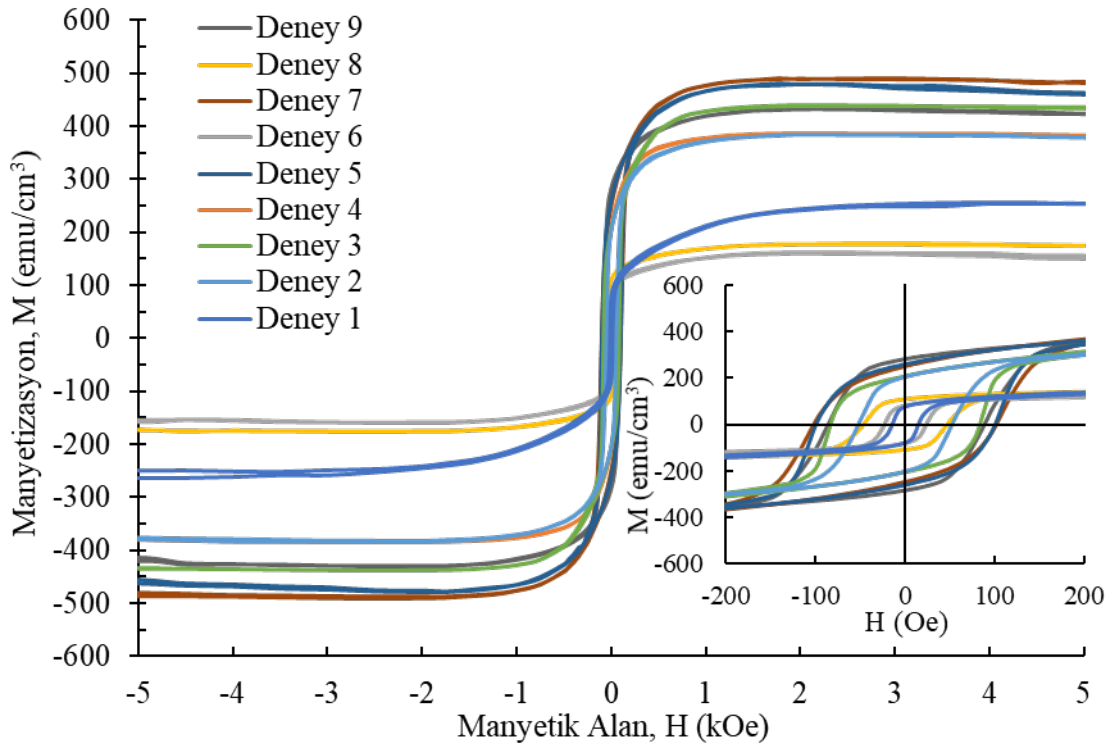
Tablo 4.13: Taguchi deneysel tasarım planı

| Deney No | Biriktirme Hızları (nm) | | Ni Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) |
|----------|----------------------------|------|-----------------------------|-------------------------------|
| | Ndr | Adr | Nlt | Tft |
| 1 | 0.02 | 0.02 | 5.0 | 100 |
| 2 | 0.02 | 0.03 | 20.0 | 150 |
| 3 | 0.02 | 0.04 | 45.0 | 200 |
| 4 | 0.06 | 0.02 | 20.0 | 200 |
| 5 | 0.06 | 0.03 | 45.0 | 100 |
| 6 | 0.06 | 0.04 | 5.0 | 150 |
| 7 | 0.10 | 0.02 | 45.0 | 150 |
| 8 | 0.10 | 0.03 | 5.0 | 200 |
| 9 | 0.10 | 0.04 | 20.0 | 100 |

Tablo 4.13’de, Taguchi tasarımı ile oluşturulan deney reçetesi sırasıyla verilse de, filmlerin üretimleri rastgele sırada gerçekleştirilmiştir.

4.3.2 Taguchi Reçetesi ile üretilen Filmlerin Manyetik Karakterizasyonları

Tablo 4.13’de verilen, tasarım reçetesindeki parametre seviyelerine göre sırasıyla numaralandırılan deneyler gerçekleştirilerek Taguchi serisi filmleri üretilmiştir. Her bir film üretimi tamamlandıktan sonra desikatör içinde saklandı ve tüm filmlerin üretimi tamamlandığında VSM ile manyetik ölçümleri gerçekleştirilerek histerezis eğrileri elde edildi. Üretilen filmlerin manyetik histerezis eğrileri ± 5 kOe ve daha iyi anlaşılması için iç şekil olarak ± 200 Oe aralığında çizdirilerek Şekil 4.17’de gösterilmiştir.



Şekil 4.17: Taguchi serisi filmlerin paralel histerezis ilmekleri (iç şekil $H=\pm 200$ Oe).

Taguchi tasarımının verdiği reçetedeki her bir film üretilmiş, manyetik analizleri yapılarak M_s değerleri belirlenmiş, Taguchi tasarımı analiz edilerek S/N değerleri elde edildi ve en yüksek M_s değeri veren başlangıç kombinasyonu kalın işaretlenerek Tablo 4.14’de verilmiştir.

Tablo 4.14: Taguchi serisi S/N değerleriyle birlikte deney yanıtları.

| Deney No | Biriktirme Hızları (nm/s) | | Ni Katman Kalınlığı (nm) | Toplam Film Kalınlığı (nm) | Deney Yanıtları | |
|----------|---------------------------|-------------|--------------------------|----------------------------|-----------------|---------------------------|
| | Ndr | Adr | Nlt | Tft | S/N (dB) | Ms (emu/cm ³) |
| 1 | 0.02 | 0.02 | 5 | 100 | 48.06 | 253.1 |
| 2 | 0.02 | 0.03 | 20 | 150 | 51.71 | 384.9 |
| 3 | 0.02 | 0.04 | 45 | 200 | 52.83 | 437.8 |
| 4 | 0.06 | 0.02 | 20 | 200 | 51.72 | 385.6 |
| 5 | 0.06 | 0.03 | 45 | 100 | 53.60 | 478.6 |
| 6 | 0.06 | 0.04 | 5 | 150 | 44.09 | 160.2 |
| 7 | 0.10 | 0.02 | 45 | 150 | 53.80 | 490.0 |
| 8 | 0.10 | 0.03 | 5 | 200 | 44.99 | 177.6 |
| 9 | 0.10 | 0.04 | 20 | 100 | 52.70 | 431.6 |

Başlangıçtaki Kombinasyon = Ndr₃Adr₁Nlt₃Tft₂.

\bar{Y}_{M_s} (Doyum manyetizasyonu toplam ortalama değeri) = 355.5 emu/cm³.

\bar{Y}_{M_s} S/N (Doyum manyetizasyonu için S/N değerlerinin toplam ortalama değeri) = 50.39 dB.

Şekil 4.17 ve Tablo 4.14'den de anlaşılacağı gibi filmlerin sahip olduğu Ms değerleri en düşüğü 160.2 emu/cm³ ve en yükseği 490.0 emu/cm³ olarak bulunmuştur. Ayrıca, kapsam dışı olması sebebiyle herhangi bir tabloya dahil edilmemesine rağmen, filmlerin H_c değerleri ise 15 ile 102 Oe arasında olduğu bulundu.

4.3.3 Ana Yanıt Etkilerinin ve S/N Değerlerinin Belirlenmesi

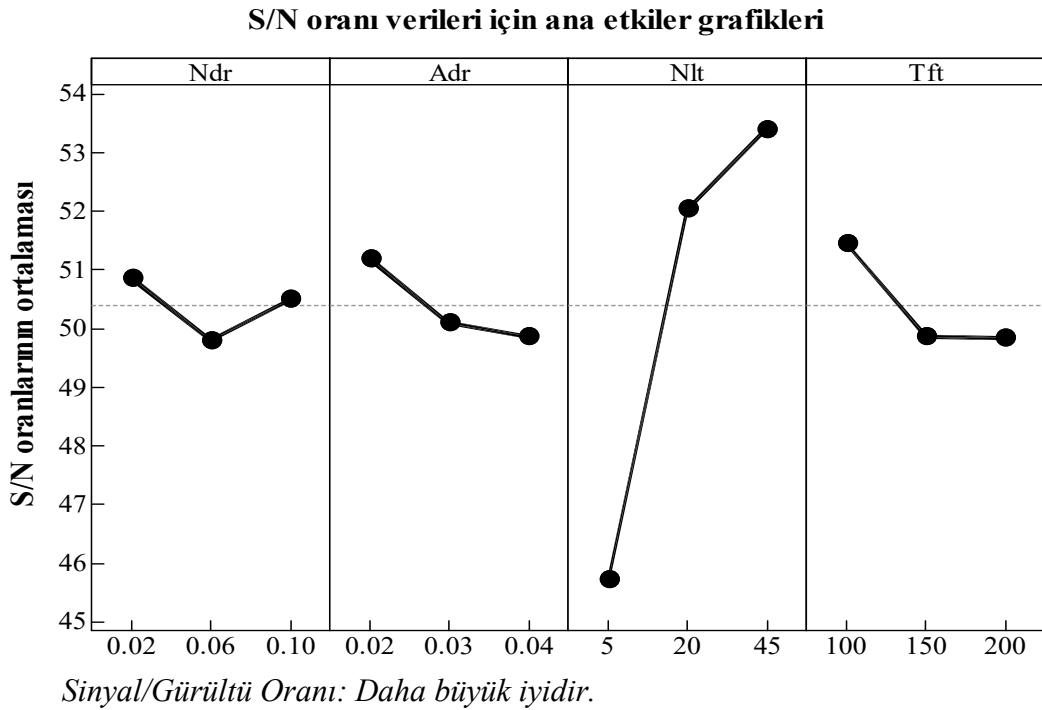
Filmlerin Ms yanıtları ile Taguchi tasarımı en yüksek Ms performansı için “*daha büyük olan iyidir*” yaklaşımıyla analiz edildiğinde her bir bağımsız parametresi için S/N değerleri yanıt tablosu Tablo 4.15’de verilmiştir. Ayrıca, her bir üretim parametrelerinin S/N değerleri için ana etkiler grafikleri Şekil 4.18’de gösterilmiştir.

Tablo 4.15: En yüksek Ms için S/N yanıtları.

| Seviye | Ndr | Adr | Nlt | Tft |
|--------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 1 | 50.87 | 51.20 | 45.72 | 51.45 |
| 2 | 49.81 | 50.10 | 52.04 | 49.87 |
| 3 | 50.50 | 49.87 | 53.41 | 49.85 |
| Δ | 1.06 | 1.32 | 7.69 | 1.61 |
| Sıra | 4 | 3 | 1 | 2 |

Taguchi tasarımının en önemli avantajlarından biri de S/N değeri Bölüm 2.4.1.3’de “Taguchi Tasarım Yöntemi” başlığı altında da detaylı şekilde anlatıldığı gibi, yanıtların kaliteden

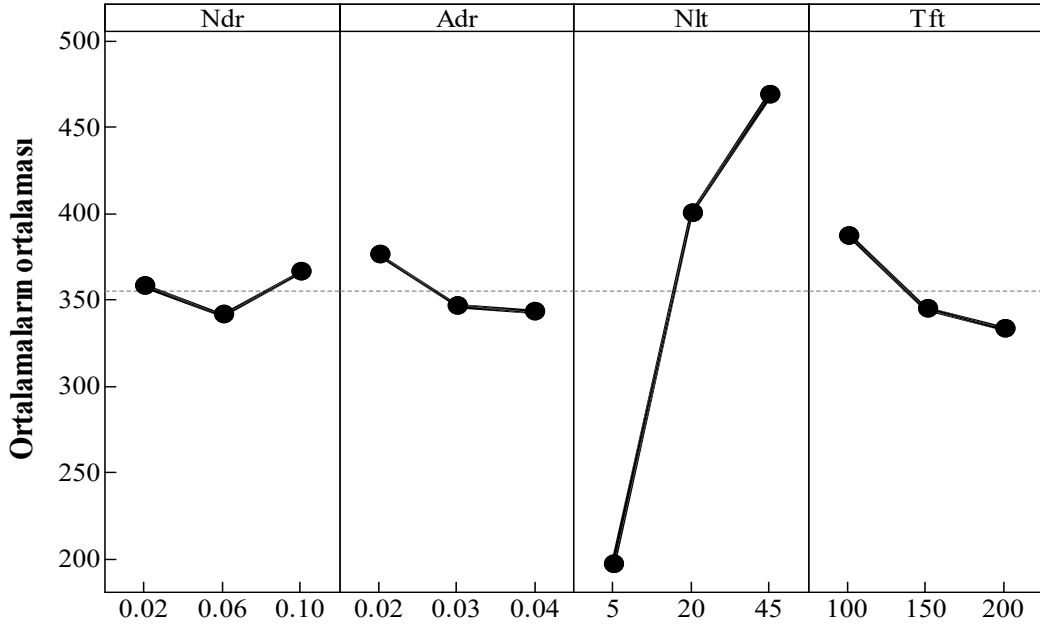
sapmasının bir ölçüsüdür. Bu bakımdan S/N değeri tablosu varyans analizi ile aynı bilgileri verebilmektedir. Uzun yıllardır, Taguchi tasarımı kullanımının tercih edilmesinin en önemli sebebi, yanıtlardaki değişkenliği en aza indirecek faktörlerin en uygun seviyelerini bulmaktır. Bu durum, faktör etkilerinin belirlenmesinde varyans analizine kıyasla daha çok önerilmektedir [49, 54-56]. Ancak, hangi kalite kategorisinde analiz yapılıyorsa yapılsın S/N değeri büyük olan en büyük etkiye sahiptir [54, 58]. Tablo 4.15’den de görülebileceği gibi, Ni/Al ince filmlerde en yüksek M_s yanıtının elde edilmesi için en çok etkinin Nlt parametresinden geldiği, bunu takiben ana etkilerin etki dereceleri sırasıyla Tft, Adr ve Ndr olarak bulunmuştur.



Şekil 4.18: En yüksek M_s değeri için S/N değerleri ana etki grafikleri.

Tablo 4.15 ve Tablo 4.16’deki Δ , her seviyenin maksimum ve minimum değeri arasındaki farktır. Her parametre için belirlenen en yüksek S/N değeri, en iyi deneysel sonucu, yani M_s değeri hatasının en düşük olduğu deneysel sonucunu sağlar. Ayrıca, her bir parametrenin en yüksek ortalama değeri en iyi deneysel bulguyu sağlar. S/N analizine ek olarak süreç parametrelerinin ortalama yanıt üzerindeki ana etkileri de araştırıldı. Ortalama yanıt, her bir parametre için farklı düzeylerdeki kalite özelliklerinin ortalama değerini ifade eder. Böylece, her bir parametre için üç farklı seviyeye karşın ortalamaların ortalama değerleri hesaplanmış ve Şekil 4.19’da çizdirilmiştir.

Ortalama veriler için ana etkiler grafikleri



Şekil 4.19: En yüksek Ms değeri için ortalamaların ana etki grafikleri.

Aynı kategoride tasarım analiz edildiğinde her bir bağımsız parametresi için ortalamalar yanıt tablosu Tablo 4.16’da ayrıca verilmiştir.

Tablo 4.16: En yüksek Ms için ortalamalar (Means) yanıtları.

| Seviye | Ndr | Adr | Nlt | Tft |
|----------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 1 | 358.6 | 376.2 | 197.0 | 387.7 |
| 2 | 341.5 | 347.0 | 400.7 | 345.0 |
| 3 | 366.4 | 343.2 | 468.8 | 333.7 |
| Δ | 24.9 | 33.0 | 271.8 | 54.1 |
| Sıra | 4 | 3 | 1 | 2 |

Şekil 4.18 ve Şekil 4.19 incelendiğinde, ana etkilere ek olarak, süreç parametrelerinden dolayı değerlerin farklı olmasıyla birlikte grafikler hemen hemen aynı trendi sergilemekte ve en yüksek Ms değerine sahip filmler için aynı parametrelerin aynı seviyelerinin uygun olduğunu göstermektedir. Ms değerinin en yüksek değerine ulaşması için parametrelerin en iyi seviyeleri; Ndr parametresi için en yüksek seviye, Ni biriktirme hızı (0.02 nm/s), Adr parametresi için en düşük seviye, Al biriktirme hızı (0.02 nm/s), Nlt parametresi için en yüksek seviye, Ni katman kalınlığı (45 nm) ve Tft parametresi için en düşük seviye, Toplam film kalınlığı (100 nm) olarak bulunmuştur. Ek olarak, Ndr için farklı seviyelerin en yüksek olarak görülmesi birbirine çok yakın S/N değerine sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Bu

bağlamda, en yüksek Ms değerine sahip filmin elde edilmesi için Tablo 4.15 ve Tablo 4.16 değerlendirildiğinde, Ndr için S/N değerleri grafiği 0.02 nm/s olarak önerirken, ortalamaların ortalamaları 0.10 nm/s önermektedir. Burada kararı araştırmacı vermelidir. Bu sebeple doğrulama deneyinin gerçekleştirilmesinde hem daha yüksek Ms hem de daha kaliteli yüzeye sahip film elde edildiğinden dolayı Ndr'nin 0.10 nm/s seviyesinin kullanılmasına karar verilmiştir.

4.3.4 En Yüksek Doyum Manyetizasyonunun ve Güven Aralığının Tahmini

Taguchi yönteminin verdiği çıktılara istinaden, üretim parametrelerinin Ndr için 0.10 nm/s, Adr için 0.02 nm/s, Nlt için 45 nm ve Tft için 100 nm olarak belirlenerek en yüksek Ms değeri Bölüm 2.4.1.3'de açıklandığı gibi Denklem 2.16 ve Tablo 4.16'daki değerler kullanılarak hesaplandı. Bu kapsamda toplanan veriler ve ortalama yanıtlar kullanılarak filmlerin Ms değeri $M_{S_{opt}} = 532.6 \text{ emu/cm}^3$ olarak tahmin edilmiştir. Güven aralığının hesaplanabilmesi serbestlik derecelerinin bilinmesi gerekmektedir. Sonucun güvenilirliğinin %95 olduğu varsayılırsa, toplam serbestlik derecesi ve hata serbestlik derecesi değerleri kullanılarak; [32]'den F dağılım yüzdeleri tablosundan $F_{(\alpha,1,f_e)} = 19.3$ olarak bulundu. Toplam deney sayısı $N = 9$ ve toplam serbestlik derecesi, $T_{dof} = 8$ olarak Bölüm 2.4.1.3'de açıklandığı gibi Denklem 2.17'da yerine koyularak $n_{eff} = 1.00$ olarak bulundu. Akabinde, aynı bölümde açıklandığı gibi, Denklem 2.18 kullanılarak güven aralıkları hesaplanmış ve $CI = \pm 6.2$ olarak bulunmuştur. Bu durumda, en yüksek Ms için güven aralığı %95 güven düzeyinde $CI_{opt_{hMs}} = [526.4; 538.8]$ olarak bulunmuştur.

4.3.5 Kalite Kaybı

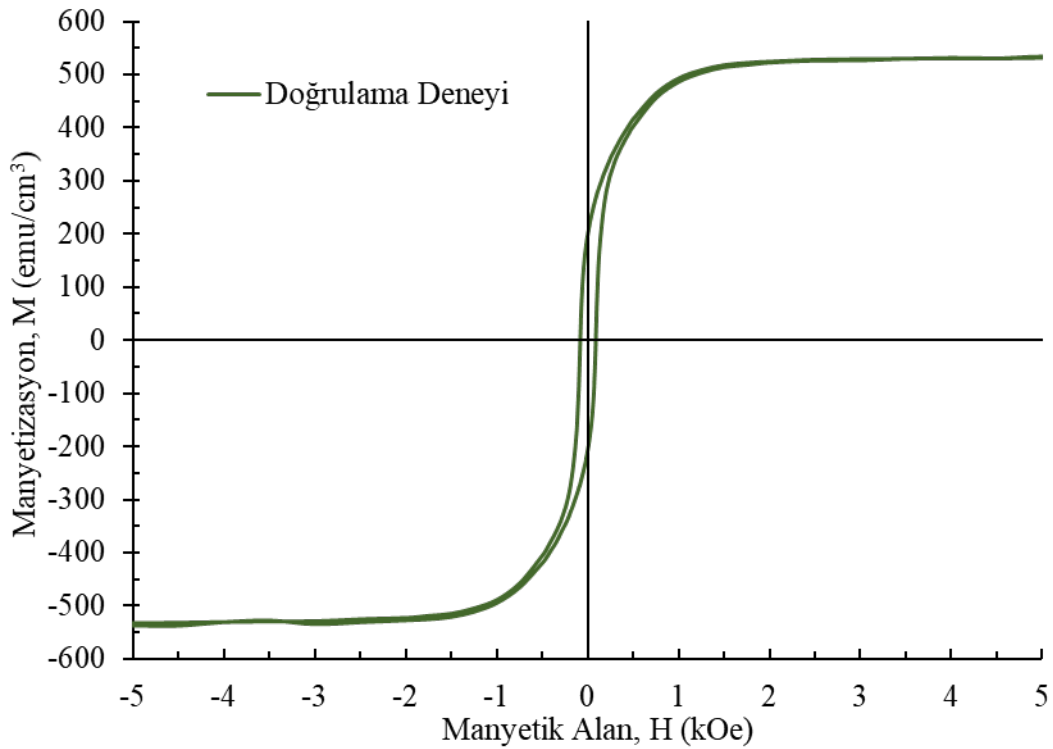
Filmin en iyi kombinasyonu ile en yüksek Ms 532.6 emu/cm^3 olarak tahmin edildi. Doğrulama deneyi filmin Ms değerinin 528.6 emu/cm^3 olduğunu gösterdi. En iyi kombinasyon ve doğrulama deneyi arasındaki yanıt farkı, mali katsayı 1:1 olarak kabul edildiğinde, Bölüm 2.4.1.3'de verilen Denklem 2.15 kullanılarak kalite kaybı,

$$L = k (528.6 - 532.6)^2 = 2$$

olarak hesaplanmıştır. Ayrıca, Taguchi tasarımı ile gerçekleştirilen optimizasyon çalışmasında, başlangıç yanıt değeri ile deneysel en yüksek Ms yanıtı arasında %7.9'luk bir artış olmuştur. Dahası, tahmin edilen en yüksek Ms ile deneysel en yüksek Ms arasındaki sapma ise % 0.8 olarak bulunmuştur. Bu değer kabul edilebilir sınır aralığında oldukça iyi bir değerdir.

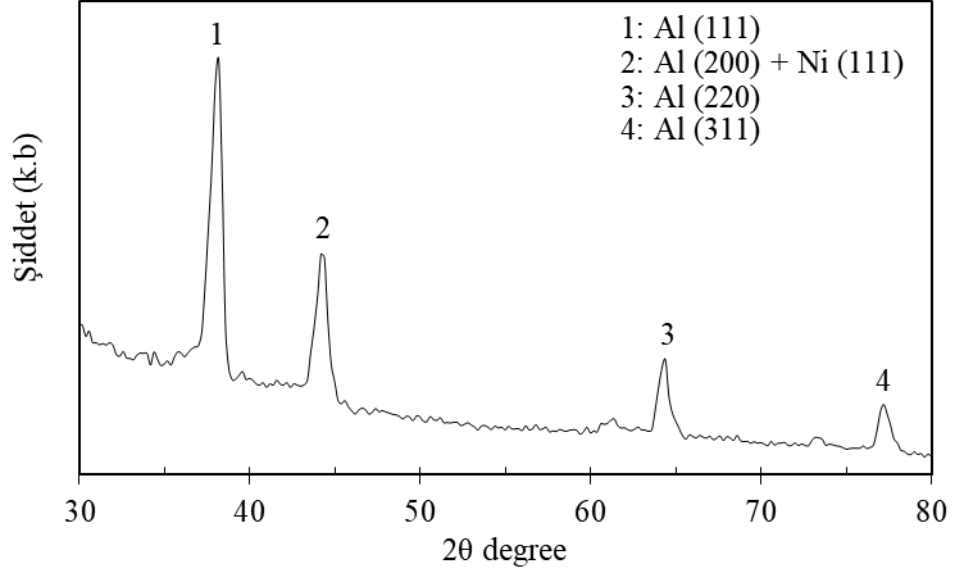
4.3.6 Deneysel ve Tahmini Sonuçların Karşılaştırılması

S/N değerleri analizi ile parametrelerin en yüksek değerleri Ndr için 0.10 nm/s, Adr için 0.02 nm/s, Nlt için 45 nm ve Tft için 100 nm olarak belirlenmiştir. En yüksek hMs değerini vermesi beklenen kombinasyon Ndr₃Adr₁Nlt₃Tft₁ olan film (Doğrulama Deneyi) üretimi de gerçekleştirildi. Filmin VSM ile gerçekleştirilen manyetik karakterizasyonu ile elde edilen manyetik histeresis eğrisi Şekil 4.20’de verilmiştir. Literatürdeki araştırmalarda da [34-37] araştırılan filmin aranan özelliklere sahip şekilde elde edilebilmesi için üretim parametrelerinin seviyeleri Taguchi yöntemi ile başarıyla belirlenebilmiş, bu çalışmada da benzer şekilde en yüksek Ms değerine sahip filmin üretim parametreleri başarıyla belirlenmiştir.

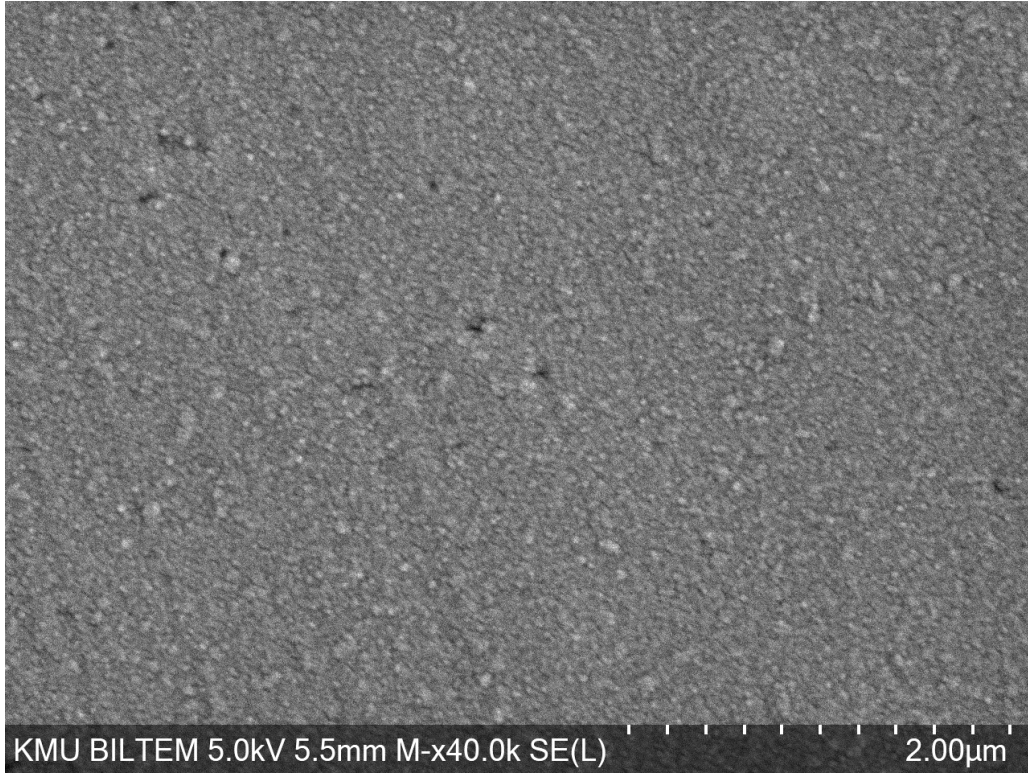


Şekil 4.20: En yüksek Ms değerine sahip filmin manyetik histeresis eğrisi.

Ayrıca, doğrulamama deneyi ile elde edilen filmin GIXRD deseni Şekil 4.21’de ve SEM görüntüsü Şekil 4.22’de verilmiştir.



Şekil 4.21: En yüksek M_s değerine sahip filmin GIXRD deseni.



Şekil 4.22: En yüksek M_s değerine sahip filmin SEM görüntüsü.

Doğrulama deneyi ile üretilen filmin manyetik ölçümleri sonrası histerezis eğrisinden elde edilen M_s değeri 528.6 emu/cm^3 olarak bulunmuştur. Doğrulama deneyi ile elde edilen filmin deneysel M_s yanıtı % 95 güven düzeyi sınırları içinde tahmin edilen en iyi değerin

hafifçe altında bulunmuştur. Ayrıca, en yüksek Ms değerine sahip filmin Hc değeri ise 85 Oe olarak bulunmuştur.

Taguchi tasarımı ile optimizasyon çalışmasında hazırlanan reçete ve doğrulama deneyi olarak üretilen filmlerin manyetik özelliklerinin bir özeti hazırlanmış ve Tablo 4.17’de verilmiştir.

Tablo 4.17: Taguchi tasarımı ile gerçekleştirilen optimizasyon çalışması özeti.

| Deney No | Film Üretim Parametreleri | | | | | Yanıt |
|------------|---------------------------|---------------|-------------|-------------|-------------|------------------------------|
| | Ndr (nm/s) | Adr (nm/s) | Nlt (nm) | Alt (nm) | Tft (nm) | Ms (emu/cm ³) |
| 1. | 0.02 | 0.02 | 5.0 | 5.0 | 100 | 359.0 |
| 2. | 0.02 | 0.03 | 20.0 | 5.0 | 150 | 371.4 |
| 3. | 0.02 | 0.04 | 45.0 | 5.0 | 200 | 375.1 |
| 4. | 0.06 | 0.02 | 20.0 | 5.0 | 200 | 387.9 |
| 5. | 0.06 | 0.03 | 45.0 | 5.0 | 100 | 389.7 |
| 6. | 0.06 | 0.04 | 5.0 | 5.0 | 150 | 383.4 |
| 7. | 0.10 | 0.02 | 45.0 | 5.0 | 150 | 377.6 |
| 8. | 0.10 | 0.03 | 5.0 | 5.0 | 200 | 369.4 |
| 9. | 0.10 | 0.04 | 20.0 | 5.0 | 100 | 571.7 |
| DD. | 0.10 | 0.02 | 5.0 | 5.0 | 100 | 528.6 |

DD: Doğrulama Deneyi

5. SONUÇ

Bu çalışma kapsamında, ticari olarak edinilen esnek akrilik asetat alt tabakalar üzerinde Ni/Al ince filmlerin saçtırma tekniğiyle sentezi, karakterizasyonları ve optimizasyonu yapılmıştır. Filmlerin manyetik özellikleri, okuma-yazma kafaları, sensörler ve ayrıca mikro elektromekanik sistemler gibi potansiyel uygulama alanları için en yüksek doyum manyetizasyonu (M_s)'na sahip şekilde elde edilmesi amacıyla istatistiksel deney tasarım yöntemlerinden Taguchi tekniği ile bir deney tasarım uygulamasıyla araştırılmıştır.

İlk olarak Ni/Al ince filmler, her bir üretim parametresinin film özelliklerini nasıl etkilediğini anlamak amacıyla her adımda bir parametre araştırılmak üzere sentezlendi. Filmler, Ni biriktirme hızı (Ndr), Al katman kalınlığı (Alt) ve toplam film kalınlıkları (Tft) gibi farklı üretim parametreleri ile birleştirildi. Yapısal ve manyetik karakterizasyonları gerçekleştirilerek her bir parametrenin film özelliklerini nasıl etkilediği belirlendi. Enerji ayırmalı X-ışını spektroskopisi ile gerçekleştirilen filmlerin içerik analizleri, Ndr'nin artışıyla filmlerin Ni içeriği artarken Alt ve Tft'nin artışıyla Ni içeriğinde azaldığını gösterdi. Ndr'nin artışı filmlerin Ni içeriğini % 61.5'den % 69.6'ya kademeli olarak yükselttiği bulundu. Alt'nin artışıyla da filmlerin Ni içeriği % 99.8'den % 49.6'ya kademeli olarak azaldığı bulundu. Tft'nin artışıyla filmlerin Ni içerikleri % 60.4'den % 55.5'e kademeli olarak azalışıyla sonuçlandırıldığı bulundu. Film içeriklerindeki en yüksek etki eden parametrenin Alt olduğu bulunmuştur. Sıyırma açısında X-ışını kırınımı ile yapılan filmlerin yapısal analizi, tümünün yüzey merkezli kübik (fcc) yapıya sahip olduğunu gösterdi. Filmlerin Ndr, Alt ve Tft'nin artmasıyla hem Al hem de Ni düzlemlerinde büyüdükleri bulundu. Filmlerin kristal boyutları; Ndr'nin artışıyla 9.1 nm'den 9.6 nm'ye, Alt'nin artışıyla 9.0 nm'den 10.3 nm'ye artışıyla sonuçlanırken Tft'nin artışıyla 8.0 nm ile 7.3 nm'ye azaldığı ve sonra sabit kaldığı bulundu. Taramalı elektron mikroskobu ile incelenen film yüzey görüntüleri, artan Ndr ve Alt ile belirgin şekilde etkilenecek daha homojen ve pürüzsüz yüzeylere sahip olurken, Tft'nin artmasıyla çok değişmezken yüksek kalınlıklarda taneli yapıların boyutlarının büyüdüğünü göstermektedir. Titreşimli numune manyetometresi ile yapılan manyetik analizlere gelince, filmlerin doyum manyetizasyon (M_s) değerlerinin; Ndr'nin 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 ve 0.10 nm/s değerlerinde üretilen filmler için sırasıyla 359.0, 371.4, 375.1, 387.9 ve 389.7 emu/cm³ olarak elde edildi. Alt'nin 0.0, 5.0, 10.0 ve 17.5 nm değerlerinde üretilen filmlerin M_s değerleri sırasıyla 571.7, 440.1, 383.4 ve 297.8 emu/cm³ olarak sonuçlandı. Tft'nin 100, 125, 150, 175 ve 200 nm olarak üretilen filmlerin M_s değerleri sırasıyla 450.0, 446.2, 441.0, 430.9 ve 427.4 emu/cm³ kademeli olarak azaldığı bulundu. Filmlerin koersivite

(H_C) deęerleri N_{dr} ve A_{lt}'nin artışıyla hafifçe azaldığı belirlendi. Ancak, T_{ft}'nin artışıyla filmlerin H_C deęerlerinin çok az deęiştigi ve neredeyse sabit kaldığı bulundu.

İkinci aşamada, en yüksek M_s deęerine sahip Ni/Al ince filmlerin elde edilmesi için ortogonal deney tasarım yöntemlerinden Taguchi teknięi kullanılarak bir deney serisi tasarlandı. Filmlerin Ni biriktirme hızı (N_{dr}), Al biriktirme hızı (A_{dr}), Ni katman kalınlığı (N_{lt}) ve toplam film kalınlıkları (T_{ft}) gibi en önemli üretim faktörleri ile tasarlanan deneyler gerçekleştirilerek M_s yanıtları elde edildi. En yüksek M_s için Taguchi yöntemindeki “daha büyük daha iyidir” yaklaşımı ile bir takım istatistiksel analizler gerçekleştirildi. Elde edilen yanıtlardan ana yanıtlar için sinyal/gürültü oranı, ortalama deęerler, en yüksek M_s tahmini, güven aralığı, kalite kaybı hesaplandı. Bu hesaplamalarla en yüksek M_s 532.6 emu/cm³ olarak tahmin edildi. Güven aralığı ± 6.2 ve kalite kaybı ise %3.438 olarak hesaplandı. En yüksek M_s deęerine sahip film elde edilmesi için gereken üretim parametrelerinin seviyeleri belirlendi. En yüksek M_s deęerine sahip Ni/Al filmin üretilebilmesi için N_{dr} için 0.10 nm/s, A_{dr} için 0.02 nm/s, N_{lt} için 45 nm ve T_{ft} için 100 nm olarak üretilmesi gerektięi bulundu. Bir doęrulama deneyi yapılarak, elde edilen yanıt M_s deęeri tahmin edilen deęerlerle karşılaştırıldı. Doęrulama deneyi ile filmin M_s deęeri, tahmin edilen deęerin biraz altında ve %95 güven düzeyi aralığının içinde 528.6 emu/cm³ olarak bulundu.

Sonuç olarak, bu tez çalışması kapsamında başarıyla üretilen çok katmanlı Ni/Al ince filmlerin halihazırda ileri fonksiyonel malzeme ve enerjik malzeme teknolojileri ile mikro/nano/opto-elektromekanik sistemler gibi öncelikli alanlarda kullanılmakta olan dięer malzemelerle yarışabilecek nitelikte olduęu; dahası, okuma-yazma kafaları, bilgi depolama sistemleri, manyetik rastgele erişimli bellekler ve manyetik sensörler gibi potansiyel uygulama alanları için doęru akım manyetik alanda saçırma teknięiyle istenen özelliklerde başarıyla üretilebildięi sonucuna varıldı. Böylelikle, istenen kalitede çok katmanlı Ni/Al ince filmlerin, ikincil olarak üretilebilen metallere ilgili uygulama alanlarında kullanılmak üzere sektörel olarak sürdürülebilir şekilde elde edilebilmesine olanak sağladığı sonucuna varılmıştır.

6. KAYNAKLAR

- [1] Ciccarelli M. and Marotta F. “Demand or supply? An empirical exploration of the effects of climate change on the macroeconomy”, *Energy Economics*, 129, 107163, 2024.
- [2] Wang P., Yang Y.Y., Heidrich O., Chen L.Y., Chen L.H., Fishman T. and Chen, W.Q. “Regional rare-earth element supply and demand balanced with circular economy strategies”, *Nature Geoscience*, 17(1), 94-102, 2024.
- [3] Yu H., and Yan X. “Advance selling under uncertain supply and demand: a robust newsvendor perspective”, *International Transactions in Operational Research*, 31(4), 2672-2715, 2024.
- [4] Jin X., Zhou H. and Wang J. “Financing the retailer capital-constrained supply chain with consideration of product quality and demand uncertainty”, *International Transactions in Operational Research*, 31(2), 1122-1148, 2024.
- [5] TÜBİTAK, “Bilim ve Teknoloji Yüksek Kurulu 29. Toplantısı – 17 Şubat 2016” [Online] Erişim adresi: <https://tubitak.gov.tr/tr/kurumsal/politikalar/bilim-ve-teknolojileri-yuksek-kurulu/toplantilar/bilim-ve-teknoloji-yuksek-kurulu-29-toplantisi-17-subat-2016> Son Erişim: 14.01.2025
- [6] D.M. Mattoks, “Vacuum coating technology.”, New York: William Andrew Publishing, 2003.
- [7] Tracton A.A., “Coatings technology: fundamentals, testing, and processing techniques”, New York: Taylor and Francis group, 2006.
- [8] Hedayati K., “Structural and magnetic characterization of electrodeposited Ni–Cu/Cu and Fe–Ni–Cu/Cu multilayer”, *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process*, 118:3, 975–979, 2015.
- [9] Hilal Kuru, Hakan Kockar and Mürsel Alper, “Characterizations of NiCu/Cu multilayers: dependence of nonmagnetic layer thickness”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 26:779–784, 2013.
- [10] Karpuz A., Köçkar H., Çölmekçi S. and Uçkun M., “Impact of Deposition Rate on the Structural and Magnetic Properties of Sputtered Ni/Cu Multilayer Thin Films”, *De Gruyter Z. Naturforsch.*, 73(1)a: 85–90, 2018.
- [11] Karpuz A., Köçkar H., Çölmekçi S. and Uçkun M., Parametric Characterizations of Sputtered Fe/Al Multilayer Thin Films”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 33:463–472, 2020.

- [12] Paul A., Damm T., Burgler D.E., Stein S., Kohlstedt H., and Grünberg P., “Correlation of magnetotransport and structure in sputtered Co/Cu multilayers”, *J. Phys.: Condens. Matter*, 15, 2471–2491, 2003.
- [13] Bakkaloğlu Ö.F., “A magnetic study of sputtered Fe/Cu multilayer films”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 182, 324-328, 1998.
- [14] Neilingera P., Ščepka T., Mruczkiewicz M., Dérer J., Manca D., Dobročka E., Samardak A.S., Grajcar M. and Cambel V., “Ferromagnetic resonance study of sputtered Pt/Co/Pt multilayers”, *Applied Surface Science*, 461, 202–205, 2018.
- [15] Liu L., Liu W., Song Y.H., Zhao X.T., Chang Y., Li S.K., Liang Y.M., Li Y., Zhao X.G. and Zhang Z.D., “Coercivity enhancement of sputtered (La,Nd,Dy)-Fe-Co-B multilayers by inserting Ta space layers”, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 52, 145001(9pp), 2019.
- [16] Ghosh S.K., Singh S. and Basu S., “Structural and magnetic characterization of electrodeposited Ni/Cu multilayers”, *Mater. Chem. Phys.*, 120, 199–205, 2010.
- [17] Hemmous M., Layadi A., Guittoum A., Souami N., Mebarki M. and Menni N., “Structure, surface morphology and electrical properties of evaporated Ni thin films: Effect of substrates, thickness and Cu underlayer”, *Thin Solid Films*, 562, 229–238, 2014.
- [18] Zhang Y. and Ivey D.G., “Characterization of Co-Fe and Co-Fe-Ni soft magnetic films electrodeposited from citrate-stabilized sulfate baths”, *Materials Science and Engineering B*, 140, 15–22, 2007.
- [19] Liu G.F., Zhang Z.D., Dang F., Cheng C.B. and Hou C.X., “Formation and characterization of magnetic barium ferrite hollow fibers with low coercivity via co-electrospun”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 412, 55-62, 2016.
- [20] Florez S.H. and Gomez R.D., “Strain-Induced Resistance Changes in CoFe/CuGMR Multilayers”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 39(5), 3411-3413, 2003.
- [21] A. Karpuz A., Köçkar H. and Çölmekçi S., “Structural and Corresponding Magnetic Properties of Sputtered Ni/Al Multilayer Films: Effect of Ni Layer Thickness”, *Acta Physica Polonica A*, No:6 Vol. 134, p1180-1186, 2018.
- [22] Sun N.X., and Wang S.X., “Soft High Saturation Magnetization (Fe_{0.7}Co_{0.3})_{1-x}N_x Thin Films For Inductive Write Heads”, *IEEE Trans. Magn.*, 36, 2506, 2000.
- [23] Liu X. and Zangari G., “in: Magnetic Materials, Processes, and Devices VI: Applications to Storage and Microelectromechanical Systems (MEMS): Proc. Int.

- Symp., Eds. S. Krongelb, L.T. Romankiw, J.W. Chang, W. Schwarzacher, C.H. Ahn, Electrochemical Society, Pennington (NJ), p. 211, 2001.
- [24] Liu G.F., Zhang Z.D., Dang F., Cheng C.B. and Hou C.X., “Formation and characterization of magnetic barium ferrite hollow fibers with low coercivity via co-electrospun”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 412, 55-62, 2016.
- [25] Poddar N.P., Chelvane J.A., Prasad N.V. and Raja M.M., “Magnetic and Electrical Properties of Sputtered Ni Films”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 1-8, 2024.
- [26] Nalwa H.S., “Handbook of Thin Film Materials: Deposition and processing of thin films”, cilt 5, Tokyo: Academic Press, 2002.
- [27] Jiles D., “Introduction to magnetism and magnetic materials.”, CRC press, 2015.
- [28] Cullity B.D. and Graham C.D. “Introduction to magnetic Materials”, John Wiley & Sons, 2011.
- [29] Osaka T., Takai M., Hayashi K., Ohashi K., Saito M., and Yamada K. “A soft magnetic CoNiFe film with high saturation magnetic flux density and low coercivity”, *Nature*, 392(6678), pp.796-798, 1998.
- [30] Sun N.X. and Wang S.X., “Soft high saturation magnetization $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{1-x}\text{N}_x$ thin films for inductive write heads”, *IEEE transactions on magnetics*, 36(5), pp.2506-2508, 2000.
- [31] Krongelb S., “Magnetic Materials, Processes, and Devices VI: Applications to Storage and Microelectromechanical Systems (MEMS): Proceedings of the International Symposium”, The Electrochemical Society, 2001.
- [32] Seshan K., ve Schepis D. (Eds.). “Handbook of thin film deposition”, 4th Edition, William Andrew, 2018.
- [33] Montgomery D.C., “Design and Analysis of Experiments Ninth edition”, Hoboken: NJ:John Wiley & Sons, Inc., 2017.
- [34] Karna S.K., and Sahai R. “An overview on Taguchi method”, *International journal of engineering and mathematical sciences*, 1(1), 1-7, 2012.Cu
- [35] Jiang L., Zhang L. And Liu, Z.Q., “Optimal design of Co/In/Cu sputtering target assembly using finite element method and taguchi method”, *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 32, 1407-1414, 2019.
- [36] Zhong J.Y., Wang J.J. and Ouyang F.Y., “Optimization of sputtering process for medium entropy alloy nanotwinned CoCrFeNi thin films by taguchi method”, *Materials*, 15(22), 8238, 2022.

- [37] Chen F.Z., Ting I.S., Kang W.Z., Lin Y.W. and Huang J.H., “Deposition processing and surface metrology of MoNx thin films by design of experiment and single variable (nitrogen flow rate) methods”, *Surface Topography: Metrology and Properties*, 11(1), 014011, 2023.
- [38] Tien C.L., Chiang C.Y. and Lin S.C., “Optimization of Electron-Beam Evaporation Process Parameters for ZrN Thin Films by Plasma Treatment and Taguchi Method”, *Plasma*, 6(3), 478-491, 2023.
- [39] Erođlu G. ve Akgök Y.Z., Dünyada ve Türkiye’de Nikel, Fizibilite Etütleri Dairesi Başkanlığı, Maden Tetkik ve Arama Genel Müdürlüğü, 2018, Erişim adresi: <https://www.mta.gov.tr/v3.0/sayfalar/bilgi-merkezi/maden-serisi/img/Nikel.pdf> Son Erişim: 14.01.2025
- [40] Erođlu G. ve Şahiner M., Dünyada ve Türkiye’de Alüminyum, Fizibilite Etütleri Dairesi Başkanlığı, Maden Tetkik ve Arama Genel Müdürlüğü, 2018, Erişim adresi: <https://www.mta.gov.tr/v3.0/sayfalar/bilgi-merkezi/maden-serisi/img/10Aluminyum.pdf> Son Erişim: 14.01.2025
- [41] Periodic Table Erişim adresi: <https://ptable.com> Son Erişim: 14.01.2025
- [42] Inoue J.I., “GMR, TMR and BMR. In Nanomagnetism and spintronics”, pp. 15-92, Elsevier, 2009.
- [43] Quint W. ve Vogel M. (Eds.). “Fundamental Physics in Particle Traps”, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg: Springer, 2014.
- [44] Gardiner C. ve Zoller P. “The quantum world of ultra-cold atoms and light book II: the physics of quantum-optical devices”, World Scientific Publishing Company, 2015.
- [45] Han J.H., Kim, N.Y., Kim, S.J., Kwak W., Cho B., Park S.J. ve Lee D.S. “Magnetically enhanced luminescence of CdSe/ZnS quantum dot light-emitting diodes using circular ferromagnetic Co/Pt multilayer disks”, *Optics express*, 27(25), pp.36601-36610, 2019.
- [46] Tianshu Lan, Baofu Ding and Bilu Liu, “Magneto-optic effect of two-dimensional materials and related applications”, *Nano Select*, 1(3), pp.298-310, 2022.
- [47] Fisher R.A., “The Design of Experiments 9th Edition Reprinted”, Newyork:Hafner Press, 1974.
- [48] Srinagesh K., “The Principles of Experimental Research”, 2nd ed., ss.33-50, Butterworth Heinemann, 2006.
- [49] Taguchi, G., Elsayed, A. and Hsiang, T., “Quality Engineering in Production Systems”, McGraw Hill, New York., 1989.

- [50] Masaaki I., “Gemba Kaizen: A Commonsense Approach to a Continuous Improvement Strategy”, 2nd ed., pp.21-32, McGraw-Hill Professional, Newyork, 2012.
- [51] Telford J.K., “A Brief Introduction to Design of Experiments”, *Johns Hopkins APL Technical Digest*, 27(3), pp.224-232, 2007.
- [52] Altunbağ M., “ISO 9000 Standartları ve Toplam Kalite Yönetiminin Uluslararası Pazarlamaya Etkileri: İç Anadolu Bölgesi’nde Bir Uygulama”, Yüksek Lisans Tezi, Sosyal Bilimler Enstitüsü, Erciyes Üniversitesi, 2005.
- [53] Can M., “İstatistiksel Süreç Kontrolünde Deney Tasarımlı Süreç Optimizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Selçuk Üniversitesi, 2007.
- [54] Tarama sonucu Analizi: “Use of DoE for 1999-2017”, Web of Science, Çevrimiçi Erişim adresi: <https://www.webofscience.com/wos/woscc/analyze-results> Son Erişim: 14.01.2025
- [55] Tarama sonucu Analizi: “Use of DoE for 1999-2024”, Web of Science, Çevrimiçi Erişim adresi: <https://www.webofscience.com/wos/woscc/analyze-results> Son Erişim: 14.01.2025
- [56] Kawa M.J.R., “Optimize the Taguchi method, the signal-to-noise ratio, and the sensitivity”, *International Journal of Statistics and Applied Mathematics*, 8(6), pp.64-70, 2023.
- [57] Canıyılmaz E., “Kalite geliştirmede Taguchi Metodu ve Bir Uygulama”, Gazi üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Ankara, 2001.
- [58] Taguchi G., “Introduction to Quality Engineering”, Asian Productivity Organization (APO), Tokyo, Japan, 1990.
- [59] Ross P.J., “Taguchi Techniques for Quality Engineering”, 2nd ed., McGraw-Hill, New York, 1996.
- [60] Park S.H., “Robust Design and Analysis for Quality Engineering”, Chapman & Hall, London, 1996.
- [61] Mandal N., Doloi B., Mondal B. ve Das R. “Optimization of flank wear using zirconia toughened alumina (ZTA) cutting tool: Taguchi method and regression analysis”, *Measurement*, 44, pp.2149–2155, 2011.
- [62] Lochner R.H. ve Matar J. E., “Designing for quality: an introduction to the best of Taguchi and western methods of statistical experimental design”, (1st ed), Chapman and Hall, 1990.

- [63] Fratila D. ve Caizar C., “Application of Taguchi method to selection of optimal lubrication and cutting conditions in face milling of AlMg”, *Journal of Cleaner Production*, 19, pp.640–645, 2011.
- [64] Karaođlan A.D., Alicı G., Düzgün G. ve Sali, S.G. “Plastik termoform prosesinin adaptif yanıt yüzey yöntemi ile eniyilenmesi: Şahlan Plastik firmasında uygulaması”, *Balikesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 23(2), pp.377-388, 2021.
- [65] Sibalija T.V. and Majstorovic V.D., “An integrated approach to optimise parameter design of multi-response processes based on Taguchi method and artificial intelligence”, *Journal of Intelligent Manufacturing*, 23, pp.1511–1528, 2012.
- [66] Ozel T. and Karpaz Y., “Predictive modeling of surface roughness and tool wear in hard turning using regression and neural networks”, *International Journal Machine Tools Manuf*, 45, pp.467–479, 2005.
- [67] Liu Y.T., Chang W.C. and Yamagata Y.A., “A study on optimal compensation cutting for an aspheric surface using the Taguchi method”, *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, 3, pp.40–48, 2010.
- [68] Douglas A.S., Holler F.J. and Crouch S.R., “Principles of Instrumental Analysis 7th Ed.”, Boston:Cengage Learning, 2017.
- [69] Dutta P. “Grazing incidence X-ray diffraction”, *Current Science*, 1478-1483 (2000).
- [70] Cullity B.D. ve Stock S.R., “Elements of X-ray Diffraction”, New Jersey: Pearson Prentice Hall, 2014.
- [71] Kumar C.S. (Ed.), “Magnetic Characterization Techniques for Nanomaterials”, Springer, 2017.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Nadir KAPLAN
Doğum tarihi ve yeri : 20.05.1988 - Balıkesir
e-posta : nadirkaplan@baun.edu.tr
nsonerk10@gmail.com

Öğrenim Bilgileri

| Derece | Okul/Program | Yıl |
|-----------|---|------|
| Y. Lisans | Balıkesir Üniversitesi / Fizik (Kathal) | 2019 |
| Lisans | Balıkesir Üniversitesi / Fizik | 2015 |
| Lise | Gürsu Sağlık Koleji | 2006 |

Yayın Listesi

- [1]. **Nadir Kaplan**, Hakan Köçkar, “Martensitic Phase Mechanism of Ternary FeCrMn Thin Films Influenced by the Substrate Rotation Speeds: Structural and Magnetic Properties”, *Journal of Physica Scripta*, Vol 99, No. 10, p.105913 (2024). **Q2**
- [2]. **Nadir Kaplan**, Ali Karpuz, Hakan Köçkar, “Structural Properties Controlled Magnetisation of Ni/Al Multilayers Sputtered on Flexible Polymer Substrate: Impact of Ni Deposition Rates”, *Journal of Physica Scripta*, Vol 99, No. 6, p.065975, (2024). **Q2 [Tezden türetilmiştir]**
- [3]. **Nadir Kaplan**, Hilal Kuru, Hakan Köçkar, “Investigation of the influence of Al layer and total film thicknesses on structural and related magnetic properties in sputtered Ni/Al multilayer thin films”, *Journal of Material Science in Electronics*, Vol 35, No. 4, p302, (2024). **Q2 [Tezden türetilmiştir]**
- [4]. Hakan Köçkar, **Nadir Kaplan**, Oznur Karaagac “Martensitic ternary FeCrMn thin films sputtered from austenitic AISI 202 stainless steel target: Phase transition and corresponding magnetic properties under the influence of deposition rate”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 171352, Vol 587, No. 5, p.171352, (2023). **Q2**
- [5]. Ali Karpuz, Hakan Köçkar, **Nadir Kaplan**, “Investigation of the effects of Cu layer thickness and annealing temperature under air atmosphere on the properties of Co/Cu multilayer films”, *Journal of Physica Scripta*, Vol 98, No. 10, p.105957, (2023). **Q2**
- [6]. Hakan Köçkar, **Nadir Kaplan**, Ali Karpuz, Oznur Karaagac, “Improvement of saturation magnetisation of sputtered Fe/Al multilayer thin films using Taguchi method supported by ANOVA, Response Surface Methodology and Regression Analysis”, *Acta Physica Polonica A*, Vol 143, pp.381-388, (2023). **Q4**

- [7]. Köçkar H., **Kaplan N.**, “Investigation of soft magnetic properties of Ni/Cu multilayer films: Definitive screening design and response surface methodology”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 32 (16), pp.20955-20964, (2021). **Q2**
- [8]. Köçkar H., **Kaplan N.**, “Single crystal martensitic phase of structural properties-related magnetic behaviour of FeCrNi thin films: in-plane magnetic anisotropy under different substrate rotation speeds”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31 (15), pp.12823-12829, (2020). **Q2**
- [9]. Köçkar H., Şenturk Ö., Karaagac O., **Kaplan N.**, Kuru H., “Easy Controlled Properties of Quaternary FeNiCrCd Thin Films Deposited from a Single DC Magnetron Sputtering Under the Influence of Deposition Rate”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, Vol. 32, pp.3535-3540, (2019). **Q3**
- [10]. Köçkar H., **Kaplan N.**, Karpuz A., Kuru H., Kaya B., “Characterizations of Binary FeCr (AISI 430) Thin Films Deposited from a Single Magnetron Sputtering Under Easy Controllable Deposition Parameters”, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, Vol. 32, Issue 8, pp.2457-2465, (2019). **Q3**
- [11]. **Kaplan N.**, Köçkar H., Karpuz A., Kuru H., Uçkun M., “Ternary FeCrNi martensitic thin films sputtered on a flexible substrate from a single AISI 304 austenitic stainless steel source: Effect of deposition rate on structural and magnetic properties”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol.476, pp.597-603 (2019). **Q2**