

**T.C.**  
**BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**  
**FİZİK ANABİLİM DALI**

**ELEKTRODEPOZİSYON TEKNİĞİYLE ÜRETİLEN**  
**Co ve CoFe FİLMLEİN, YAPISAL ve**  
**MANYETODİRENÇ ÖZELLİKLERİNİN**  
**İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Turgut ŞAHİN**

**Balıkesir, Haziran–2006**

**T.C.**  
**BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**  
**FİZİK ANABİLİM DALI**

**ELEKTRODEPOZİSYON TEKNİĞİYLE ÜRETİLEN**  
**Co ve CoFe FİLMLEİN, YAPISAL ve**  
**MANYETODİRENÇ ÖZELLİKLERİNİN**  
**İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Turgut ŞAHİN**

**Balıkesir, Haziran–2006**

**T.C.**  
**BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**  
**FİZİK ANABİLİM DALI**

**ELEKTRODEPOZİSYON TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN Co**  
**ve Co-Fe FİLMLEİNİN, YAPISAL ve MANYETODİRENÇ**  
**ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Turgut ŞAHİN**

**Tez Danışmanları: Doç. Dr. Mürsel ALPER**

**Doç. Dr. Hakan KÖÇKAR**

**Sınav Tarihi : 30/06/2006**

**Jüri Üyeleri : Doç. Dr. Mürsel ALPER (Danışman-UÜ)**

**Yrd. Doç. Dr. Nuri NAKİBOĞLU (BAÜ)**

**Yrd. Doç. Dr. Muhiddin AHMETOĞLU (UÜ)**

**Balıkesir, Haziran - 2006**

## ÖZET

### ELEKTRODEPOZİSYON TEKNİĞİYLE ÜRETİLEN Co ve CoFe FİMLERİN, YAPISAL ve MANYETODİRENÇ ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

*Turgut ŞAHİN*

Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,  
Fizik Anabilim Dalı

(Yüksek Lisans Tezi / Tez Danışmanı: Doç. Dr. Mürsel ALPER  
İkinci Danışman: Doç. Dr. Hakan KÖÇKAR)

Balıkesir, 2006

Bu çalışmada Co ve CoFe filmlerin elektrokimyasal, kimyasal, yapısal ve manyetodirenç özellikleri incelenmektedir. Co ve CoFe filmler farklı depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı, elektrolit konsantrasyonu ve film kalınlığında çözeltiden polikristal Ti alttabaka üzerine depozit edildiler. Co filmlerin depozisyonu için elektrolit 0.5 M kobalt sülfat ve 0.3 M borik asit içermektedir ve CoFe filmlerin üretimi için benzer çözeltiye 0.1 M demir sülfat eklenmiştir.

Depozisyon potansiyellerini bulmak için elektrolit dönüşümlü voltametri ile karakterize edildi. Depozisyon potansiyeli her iki çözelti içinde doymuş kalomel elektroda (SCE) göre -1.8 V ile -2.7 V arasında alındı. Co ve CoFe filmler SCE'ye göre -2.5 V da depozit edildi ve film kalınlığı 3 µm olarak belirlendi. Co filmlerde elektrolit pH'ı başlangıç değerinden (2.40) 1.91 değerine düşürüldü. CoFe filmlerinde ise elektrolit pH'ı yavaş yavaş başlangıç değerinden (3.70) 2.96 ya düşürülmüştür. Aynı zamanda CoFe filmler farklı konsantrasyonlarda da üretilmiştir.

Yapısal analizde x-ışını kırınımı ile pH değişkenine bağlı olarak Co filmlerin karışık faz (hcp+fcc) ve fcc, CoFe filmlerin fcc ve fcc+bcc yapıya sahip oldukları bulundu. Filmlerin kompozisyon analizleri enerji ayırmalı x-ışını Spektroskopisi (EDX) kullanılarak tayin edildi. EDX ölçümleri CoFe filmlerin ~20% Fe ve ~80% Co içerdiğini göstermektedir. Filmlerin yüzey morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelendi. CoFe filmlerin SEM görüntülerinde depozisyon potansiyelinin (-1.8 V tan -2.7 V) ve pH değerinin (2.96 dan 3.70) artması tane büyüklüğünü arttırmaktadır. Manyetodirenç ölçümleri Van der Pauw(VDP) metodu kullanılarak oda sıcaklığında  $\pm 1$ T manyetik alan değerleri arasında yapılmıştır. Co ve CoFe filmler de ortalama 5,7% ve 8,8% değerinde anizotropik manyetodirenç gözlemlendi.

**ANAHTAR SÖZCÜKLER:** Elektrodepozisyon / Co ve CoFe manyetik film / Anizotropik manyetodirenç (AMR)

## ABSTRACT

### INVESTIGATION of STRUCTURAL and MAGNETOREZISTANCE PROPERTIES of Co AND CoFe FILMS PRODUCED by ELECTRODEPOSITION TECHNIQUE

*Turgut ŞAHİN*

Balikesir University, Institute of Science, Department of Physics

M. Sc Thesis / Supervisor: Assoc. Prof. Dr Mürsel ALPER  
(Second Supervisor :Assoc. Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR)

Balikesir, Turkey 2006

This study electrochemical, chemical, structural and magnetoresistance properties of Co and CoFe films have been investigated. Co and CoFe films were electrodeposited on polycrystalline Ti substrates from a solution at different deposition potentials, electrolyte pH, electrolyte concentration and film thickness. The electrolyte consists of 0.5 M cobalt sulphate and 0.3 M boric acid for the deposition of Co films and 0.1 M iron sulphate was added to the same electrolyte for the production of CoFe films.

In order to find the deposition potentials, the electrolytes were characterized with cyclic voltammeter (CV) method. The deposition potentials for both of the electrolytes were -1.8V and -2.7V with respect to saturated calomel electrode (SCE). Co and CoFe films were deposited at -2.5 V to SCE and the film thickness was fixed at 3µm. The electrolyte pH of Co Films was gradually lowered from its initial value (2.40) to 1.91. In the case of CoFe films, the electrolyte pH was gradually lowered from its initial value (3.70) to 2.96. CoFe films were also produced at different concentration.

The structural analysis by X-ray diffraction (XRD) revealed that Co films have fcc phase and mix phase (hcp and fcc) and CoFe films consist of fcc phase and mix phase (fcc and bcc) depending on the electrolyte pH. The composition analysis of the films were carried out by energy dispersive X-ray (EDX). EDX measurements indicated that Co-Fe films have ~20% Fe and ~80% Co. Scanning electron microscope (SEM) was used to study the surface morphology of the films. SEM images of the CoFe films showed that the increase of deposition potentials (-1.8 V to -2.7 V) and pH values (2.96 to 3.70) increase the particle sizes. The CoFe films have more uniform structure with the increase of Fe content. Magnetoresistance measurements were carried out using the Van der Pauw(VDP) method at room temperature and in magnetic fields up to  $\pm 1$ T. Co and CoFe films exhibited anisotropic magnetic resistance (AMR) up to 5.5% and 8.8%, respectively.

**KEY WORDS:** Electrodeposition / Co and CoFe Magnetic Films / Anisotropic Magneto-Resistance (AMR)

## İÇİNDEKİLER

	<b><u>Sayfa</u></b>
<b>ÖZET, ANAHTAR SÖZCÜKLER</b>	ii
<b>ABSTRACT, KEY WORDS</b>	iii
<b>İÇİNDEKİLER</b>	iv
<b>SİMGELER LİSTESİ</b>	vi
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b>	vii
<b>ÇİZELGE LİSTESİ</b>	xiii
<b>ÖNSÖZ</b>	xiv
<b>1. GİRİŞ</b>	1
<b>2. KURAMSAL BİLGİ</b>	3
<b>2.1. Metal Ve Alaşımlar</b>	3
2.1.1 Fe ve Co Metallerinin Genel Özellikleri	3
2.1.2 Malzeme Oluşumu	6
2.1.3 Fe ve Co Metalleri ile CoFe Alaşımının Kristal Yapıları	8
2.1.4 Alaşım Oluşumu	11
2.1.4.1 Alaşımlandırma ve İy yapı Oluşumu	11
2.1.4.2 Katı Eriyikler (Karışım Kristaller)	12
<b>2.2 Elektrokimyasal Depozisyon</b>	14
2.2.1 Elektrodpozisyona Atomik Bakış Açısı	20
2.2.1.1 Basamak sınır iyon transfer mekanizması	22
2.2.1.2 Sıra iyon transfer mekanizması	22
2.2.2 Elektrokimyasal Depozisyonu Etkileyen Parametreler	23
2.2.3 Dönüşümlü Voltammetri	24

<b>2.3. Manyetizma ve Manyetodirenç</b>	25
2.3.1 Manyetizmanın Temel Kavramları ve Ferromanyetik Maddeler	25
2.3.2 Elektriksel Direnç Kavramı	28
2.3.3 Manyetodirenç	29
<b>3. DENEYSEL TEKNİKLER</b>	32
3.1 Dönüşümlü Voltammetri Tekniği (CV)	32
3.2 Elektrodepozisyon ile Filmlerin Üretilmesi	33
3.3 X- Işınlari Kırınımı (XRD)	36
3.4 Elektron Mikroskobu (SEM) VE EDX Analizi	38
3.5 Manyetodirenç (MR)	40
<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA</b>	43
4.1 Co ve CoFe Alaşım Filmlerinin Üretilmesi	43
4.2 Co ve CoFe Filmlerin Elektrokimyasal Karakterizasyonu	44
4.3 CoFe Filmlerin Kimyasal Analiz	53
4.4 Co ve CoFe Filmlerin Yapısal Karakterizasyon	57
4.5 Co ve CoFe filmlerin Yüzey Morfolojisi	69
4.6 Co ve CoFe Filmlerin Manyetodirenç Analizi	74
4.6.1 CoFe Filmlerin, Film Kalınlığı ve Depozisyon Potansiyeli Belirlemek için Yapılan MR Analizleri	74
4.6.2 Co ve CoFe Filmlerin Depozisyon Parametrelerine Göre Manyetodirenç Analizleri	77
4.6.2.1 Çözelti pH'ına Göre Üretilen Co ve CoFe Manyetik İnce Filmlerin Manyetodirenç Analizleri	77
4.6.2.2 Film Kalınlığına Göre Üretilen Co ve CoFe Manyetik İnce Filmlerin Manyetodirenç Analizleri	80
4.6.2.3 Depozisyon Potansiyeline Göre Üretilen CoFe ve Co Filmlerin Manyetodirenç Analizleri	83

4.6.2.4 Çözelti İçindeki FeSO <sub>4</sub> Miktarı Değiştirilerek Büyütülen Filmlerin MR Analizleri	86
<b>5. SONUÇ</b>	89
<b>6. KAYNAKÇA</b>	92



## SEMBOL LİSTESİ

### Simge Adı

$n$	Yansıma mertebesi, Değerlik elektron sayısı
$\theta$	Bragg Açısı
$2\theta$	Difraksiyon Açısı
$d$	Kristal Düzlemleri arası Uzaklık
$M^{n+}$	Metal İyonu
$M$	Metal Atomu
$e^-$	Elektron
$E$	Denge Elektrot Potansiyeli
$E^0$	Standart Elektrot Potansiyeli
$T$	Mutlak Sıcaklık
$F$	Faraday Sabiti
$R$	İdeal Gaz Sabiti
$\eta$	Aşırı Potansiyel
$f_a$	Metal İyonun Aktiflik Katsayısı
$IR_s$	Ohmik Polarizasyon
$E_{Denge}$	Denge Potansiyeli
$E_{uyg}$	Hücre Potansiyeli
$q$	Yük
$N$	Mol Sayısı
$m$	Kütle
$M_a$	Atomik Kütle
$t$	Film kalınlığı
$A$	Alan
$\rho$	Yoğunluk
$H^+$	Hidrojen İyonu Konsantrasyonu
$c$	Metal İyonu Konsantrasyonu
$v$	Hız

D	Difüzyon Hızı
$\alpha$	Elektron Taşıma Katsayısı
$\Lambda$	Eşdeğer İletkenlik
$R_S$	Çözelti Direnci
$\lambda$	Dalga Boyu
$R_1$ ve $R_2$	Van der Pauw Direnci
MR	Manyetodirenç

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil Numarası	Adı	Sayfa
Şekil 2.1:	Co elektron dizilişi	(3)
Şekil 2.2:	Demirin elektron dizilişi	(4)
Şekil 2.3:	Metalik bağların oluşumu	(5)
Şeki 2.4:	Tek cins kristalden ibaret içyapı (şematik)	(7)
Şekil 2.5:	Kristal karışımı ( $\alpha+\beta$ ) yapısı (şematik)	(8)
Şekil 2.6:	Kobalt atomlarının uzaydaki dizilişi	(9)
Şekil 2.7	Demir atomlarının uzaydaki dizilişi	(9)
Şekil 2.8:	CoFe alaşımının faz diyagramı	(10)
Şekil 2.9:	Alaşımelerde bileşenler- üretim-sonuç özellikleri	(11)
Şekil 2.10:	Depozisyon olayı	(19)
Şekil 2.11:	Düşük indeksli kristal yüzeyinde bazı basit kusurlar: 1 kusursuz yüzey, sıralı; 2, çatlaklardan ortaya çıkan boşluk kusurları; 3, dizilişteki boşluklar; 4, dizilişteki iyonlar; 5, yüzeydeki basamak kaymaları, çıkıntı; 6, çıkıntılardaki boşluklar; 7, çıkıntı basamaklarındaki kıvrımlar	(21)
Şekil 2.12:	Metal depozisyonunun ilk ve son durumu	(21)
Şekil 2.13:	Basamak sınır iyon transfer mekanizması	(22)
Şekil 2.14:	Sıra sitelerindeki iyon transferi, yüzey dağılımı ve kıvrım sitelerinde birleşme.	(23)
Şekil 2.15:	Dönüşümlü Voltammogramın elde edilmesinde kullanılan potansiyelin zamanla değişimi	(25)
Şekil 2.16:	Klasik olarak bir elektronun çekirdek etrafında dolandığı eliptik yörünge	(26)
Şekil 3.1:	Dönüşümlü voltammetri (CV) deneyi için kullanılan deney düzeneğinin şematik diyagramı	(33)
Şekil 3.2:	Saf Co ve CoFe filmlerin alt tabakaya biriktirilmesinde	

	kullanıla deneysel sistemin diyagramı	(35)
Şekil 3.3:	Kristal düzlemlerinden yansıyan X-ışınları	(37)
Şekil 3.4:	XRD cihazı	(38)
Şekil 3.5:	SEM cihazının fotoğrafı	(39)
Şekil 3.6:	Elektriksel direnç ölçümlerinde kullanılan deneysel geometriler	(41)
Şekil 3.7:	Örnek tutturucu ve Manyetik Direnç Sistemi	(42)
Şekil 4.1:	pH= 4.52 değerine sahip ve oda sıcaklığındaki $H_3BO_3$ çözeltisinin (T0) CV eğrisi	(47)
Şekil 4.2:	pH= 2.35 değerine sahip ve oda sıcaklığındaki Co çözeltisinin (T1) CV eğrisi	(47)
Şekil 4.3:	pH= 2.44 değerine sahip ve oda sıcaklığındaki Fe çözeltisinin (T3) CV eğrisi	(48)
Şekil 4.4:	pH= 3.70 değerine sahip ve oda sıcaklığındaki CoFe çözeltisinin (T2) CV eğrisi	(48)
Şekil 4.5:	3 $\mu$ m kalınlıkta pH= 1,91 değerli T1 çözeltisinden farklı biriktirme potansiyellerinde üretilen filmlerin akım zaman grafikleri	(50)
Şekil 4.6:	3 $\mu$ m kalınlıkta -2.5V depozisyon potansiyelinde T1 çözeltisinden farklı çözelti pH değerlerinde üretilen filmlerin akım zaman grafikleri	(50)
Şekil 4.7:	-2.5V katot potansiyelinde, pH= 2.96 olan T2 çözeltisinden, farklı kalınlık değerlerinde üretilmiş olan CoFe filmlerin akım zaman grafikleri	(51)
Şekil 4.8:	3 $\mu$ m kalınlıkta, farklı depozisyon voltajı değerlerinde büyütülen CoFe alaşım filmlerin akım zaman grafikleri	(51)
Şekil 4.9:	3 $\mu$ m kalınlıkta pH= 3.70 değerli T2 çözeltisinden farklı çözelti pH değerlerinde üretilen filmlerin akım zaman grafikleri	(52)
Şekil 4.10:	3 $\mu$ m kalınlıkta 2.50 pH değerli farklı $FeSO_4$ konsantrasyonuna sahip çözeltilerden üretilen filmlerin akım zaman grafikleri	(53)
Şekil 4.11:	Saf Co filmleri için Akım Verimliliği grafiği	(55)

- Şekil 4.12: CoFe filmleri için Akım Verimliliği grafiği (55)
- Şekil 4.13: Çözeltideki Fe miktarına bağlı olarak Filmdeki %Fe miktarının değişimi (57)
- Şekil 4.14: 3µm kalınlıkta, -2.5V biriktirme potansiyelinde oda sıcaklığında, (a) pH= 2.35 ve (b) pH=1.91 olan çözeltiden üretilmiş saf Co filmlerin x-ışını kırınım deseni (59)
- Şekil 4.15: 3µm kalınlıkta, -2.5V biriktirme potansiyelinde oda sıcaklığında, (a) pH= 3.70 ve (b) pH=2.96 olan çözeltiden üretilmiş CoFe alaşım filmlerin x-ışını kırınım deseni. (61)
- Şekil 4.16: Oda sıcaklığında, (a) -1,8V ve (b) -2.5V biriktirme potansiyeli ile üretilmiş CoFe alaşım filmlerin x-ışını kırınım deseni. (63)
- Şekil 4.17: Oda sıcaklığında, FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonu (a) 0,01M, (b) 0,04M, (c) 0,08M, olan çözeltilerden üretilmiş CoFe alaşım filmlerin x-ışını kırınım deseni. (64)
- Şekil 4.18: Oda sıcaklığında, FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonu (a) 0,1M, (b) 0,12M olan çözeltilerden üretilmiş CoFe alaşım filmlerin x-ışını kırınım deseni. (66)
- Şekil 4.19: (a) -1.8V ve (b) -2.7V katot potansiyelinde büyütülen CoFe filmlerin yüzey morfolojisi (68)
- Şekil 4.20: (a) pH= 3.70 ve (b) pH= 2.91 değerlerinde büyütülen CoFe filmlerin yüzey morfolojisi (69)
- Şekil 4.21: (a) 0.01M FeSO<sub>4</sub> ve (b) 0.04M FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonuna sahip çözeltilerden büyütülen CoFe filmlerin yüzey morfolojisi (70)
- Şekil 4.22: (a) 0.08M FeSO<sub>4</sub> ve (b) 0.12M FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonuna sahip çözeltilerden büyütülen CoFe filmlerin yüzey morfolojisi (71)
- Şekil 4.23: pH= 2.64 değerinde 3µm kalınlıkta deneme ölçümleri için a) -1.8V, b) -2V, c) -2.3V değerlerinde üretilen filmler (73)
- Şekil 4.24: pH= 2.64 değerinde -2,3V üretim potansiyelinde deneme ölçümleri için a) 3µm, b) 4µm, c) 5µm değerlerinde üretilen filmler (74)
- Şekil 4.25: -2.5 katot potansiyeli, 3µm kalınlıkta, a) pH=2.35,

- b) pH=1.91 değerine sahip T1 çözeltisinden üretilmiş Co filmlerin MR eğrileri. (76)
- Şekil 4.26: -2.5 katot potansiyeli, 3µm kalınlıkta, a) pH=3.70, b) pH=3.30 c) pH=2.96 değerine sahip T2 çözeltisinden üretilmiş CoFe filmlerin MR eğrileri. (77)
- Şekil 4.27: CoFe alaşım filmleri için %MR ile pH arasındaki ilişkiyi veren grafik (78)
- Şekil 4.28: -2.5 katot potansiyeli, pH= 1,91 değerinde olan T1 çözeltisinden a)3µm, b) 4µm kalınlıkta üretilmiş Co filmlerin MR eğrileri (79)
- Şekil 4.29: -2.5 katot potansiyeli, pH= 2,96 değerinde olan T2 çözeltisinden a) 2µm, b) 3µm, c) 4µm kalınlıkta üretilmiş CoFe filmlerin MR eğrileri. (80)
- Şekil 4.30: CoFe alaşım filmleri için %MR ile film kalınlığı arasındaki ilişkiyi veren grafik (81)
- Şekil 4.31: pH= 1.91 değerinde 3µm kalınlıkta a) -1.8V, b) -2.7V üretim potansiyellerinde üretilen Saf Co filmlerin MR ölçümleri (82)
- Şekil4.32: pH= 2.45 değerinde 3µm kalınlıkta a) -1.8V, b) -2.3V c) -2.7V üretim potansiyellerinde üretilen CoFe filmlerin MR ölçümleri (83)
- Şekil 4.33: CoFe alaşım filmleri için %MR ile üretim potansiyeli arasındaki ilişkiyi veren grafik (84)
- Şekil 4.34: pH= 2.50 değerinde 3µm kalınlıkta, -2.5V a) 0,01M FeSO<sub>4</sub>, b) 0,08M FeSO<sub>4</sub> c) 0,12M FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonlarında üretilen CoFe filmlerin MR ölçümleri. (85)
- Şekil 4.35: CoFe alaşım filmleri için %MR ile Fe konsantrasyonu arasındaki ilişkiyi veren grafik (86)

## ÇİZELGE LİSTESİ

### Çizelge

<u>Numarası</u>	<u>Adı</u>	<u>Sayfa</u>
Tablo 4.1:	Co ve CoFe filmlerinin depozisyonunda ve çözeltilerin elektrokimyasal karakterizasyonunda kullanılan çözelti içerikleri	(44)
Tablo 4.2:	Saf Co filmler için ölçülen ve nominal kütleleri	(54)
Tablo 4.3:	CoFe alaşım filmler için nominal ve ölçülen kütleleri	(54)
Tablo 4.4:	3µm kalınlıkta üretilen CoFe alaşım filmlerin EDX sonuçları	(56)
Tablo 4.5:	Kalınlıkları 3 µm, biriktirme potansiyeli (-2,5 V) üretilmiş Co ve CoFe filmlerin çözelti pH I, üretim potansiyeli Fe konsantrasyonuna göre yapılmış XRD sonuçları.	(66)

## ÖNSÖZ

Yüksek lisans öğrenimim boyunca deneysel çalışmalar sırasında her aşamada bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan ve benden yardımlarını esirgemeyen yüksek lisans tez danışman hocalarım Doç. Dr. Mürsel ALPER ve Doç. Dr. Hakan KÖÇKAR teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Çalışmamın çözümleri hazırlama ve film üretme aşamasındaki yardımlarından dolayı Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Öğretim Üyesi Yrd. Doç. Dr. Nuri Nakiboğlu'na, filmlerin yapısal analizlerinin yapılmasında Anadolu Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Seramik Bölümüne ve Osman Gazi Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Öğretim Üyesi Doç. Dr. M.Celalettin BAYKUL'A teşekkür ederim.

Tüm çalışmam boyunca manevi desteklerinden dolayı grup arkadaşlarım, Araş. Gör. Hilal KURU, Araş. Gör. Elif GÜNGÖR, Araş. Gör. Mürşide ŞAFAK ve Ali KARPUZ'A, Manyetodirenç incelemelerin yapılmasında Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Araştırma Merkezine (BÜTAM), Uzm. Mehmet UÇKUN'A ve Ferit KARANFİL'E teşekkür ederim.

Ayrıca maddi, manevi desteklerini benden esirgemeyen annem Sebile ŞAHİN ve Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Endüstri Mühendisliği Bölümündeki ablam Araş. Gör. Yıldız YULUĞKURAL'A çok teşekkür ederim.

**Balıkesir,2006**

**Turgut ŞAHİN**



## 1. GİRİŞ

Katıhal fiziğinde çalışan birçok bilim adamı, nanoyapılı malzemeler ve bunların teknolojiadaki uygulamalarını geliştirmek için yoğun çalışmalar yapmıştır. Fe, Co, Ni gibi ferromanyetik maddeler, bunların alaşımları veya katmanlı yapılar bilim adamlarının ilgilerini bu tip konulara çekmiştir.

Ferromanyetik ince filmlerin üretilmesi ve katmanlı yapı oluşturulmasında Moleküler Demet Epitaksi (MBE), Püskürtme (Sputtering) ve Elektrodepozisyon gibi üretim teknikleri kullanılmaktadır. Bu yöntemlerden Moleküler Demet Epitaksi (MBE) ve Püskürtme (Sputtering) vakumlu üretim sistemlerindedir.

Elektrodepozisyon ise en basit, ucuz, büyük alanların depozisyonuna imkân sağlaması ve vakum sistemine gerek duymayan özelliklerinden dolayı daha yaygın bir kullanım alanına sahiptir. Bu teknik ile  $\mu\text{m}$  kalınlık mertebesinde filmler üretilebileceği gibi 1,5 nm kadar tabaka kalınlıklarına sahip katmanlı yapıların üretiminde de oldukça başarılı sonuçlar alınmaktadır [1]. Elektrodepozisyon yöntemi, ince film ve katmalı yapıların üretiminde 1948 yılından beri kullanılmaktadır [2]. Bu teknik ile depozisyon işlemi hem çift elektrolit hem de tek elektrolit kullanılarak yapılabilmektedir [3,4,5]. Elektrodepozisyon ile üretilen CoFe alaşım filmler birçok araştırmacıya çalışma konusu olmuştur [6,7]. CoFe ince filmler elektrodepozisyon tekniği ile üretilirken film kalitesini arttırmak, stresi azaltmak, kaliteli ve daha pürüzsüz bir film elde edebilmek için çözelti içerisinde sodyum sakarin konmaktadır [8].

Manyetik malzemeler bir manyetik alan içerisinde konulduklarında elektriksel dirençlerinde bir değişim gözlenmektedir. Bu değişim alaşım (AMR) ve katmanlı yapılarda (GMR) farklılık göstermektedir. Anizotropik Manyetodirenç (AMR) ilk kez William Thomson tarafından 1857 yılında Giant Manyetodirenç ise 1988 yılında Moleküler Demet Epitaksi (MBE) yöntemiyle hazırlanan Fe/Cr katmanlı yapılarında

keşfedildi [9,10]. CoFe alaşım ve katmanlı yapılar manyetik okuma, manyetik kayıt ve elektronik sanayindeki uygulamalarda kullanılmakta olan filmlerendirler [11,12,13,14]. Özellikle, elektrodepozisyonla hazırlanan Ni-Co-Cu/Cu süperörgülerinde GMR özelliğinin gözlenmesinin ardından yönetime olan ilgi daha da artmıştır [4].

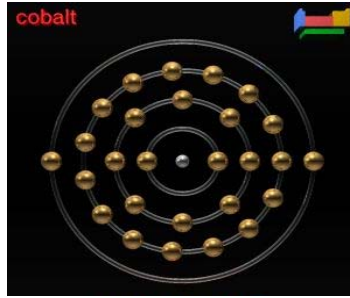
Bu çalışma, ferromanyetik malzemelerden olan Co ve CoFe elektrodepozisyon tekniği ile büyütülmesi, kimyasal, yapısal ve manyetodirenç özelliklerinin incelenmesi ile ilgilidir. Tezin kapsamında Giriş, Kuramsal Bilgi, Deneysel Teknikler, Bulgular ve Tartışma, Sonuç olmak üzere beş bölümden bulunmaktadır. Giriş bölümünde CoFe filmler ile ilgili yapılan çalışmaların yanı sıra tezin bölümleri anlatılmaktadır. Bölüm 2 de, metal ve alaşımlar, elektrokimyasal depozisyon ve manyetizma ve manyetodirenç başlıkları altında kuramsal bilgiler verilmiştir. Deneysel Teknikler bölümünde numunelerin üretildiği çözeltinin elektrokimyasal karakterizasyonu için gereken dönüşümlü voltametri (DV) tekniği, numune hazırlama işlemlerinden bahsedilmiştir. Bunun yanında filmlerin kimyasal analizi için kullanılan Enerji Ayrımlı X- Işını Spektroskopisi (EDX), yapısal analizlerinde kullanılan X-ışınları difraksiyonu (XRD) ve magnetorezistans özelliklerini ölçerken kullanılan Van der Pauw (VDP) teknikleri kısaca tanıtılmıştır. Üretilen CoFe filmlerin incelenen özelliklerinden elde edilen veriler ve yorumları Bulgular ve Tartışma bölümünde yer almaktadır. Son bölümde ise yapılan çalışmalar ve elde edilen sonuçlar kısaca özetlenmiştir.

## 2. KURAMSAL BİLGİ

### 2.1 Metal Ve Alaşımlar

#### 2.1.1 Fe ve Co Metallerinin Genel Özellikleri

Co ve Fe metalleri iletken olmalarının yanı sıra aynı zamanda manyetik maddelerdir. Manyetik alana kondukları zaman manyetik alan yönünde net bir mıknatıslanmaya sahip olurlar. Geçiş elementlerinden olan Co ve Fe elementlerinin bazı özellikleri sırasıyla verilmektedir. Bu elementlerden kobalt. 27 atom numarasına ve 58.9332 atom ağırlığına sahip olan bir element olmakla birlikte oda koşullarında (25°C 298 K) metalik gri renkli bir katıdır ve George Brandt tarafından keşfedilmiştir.



**Şekil 2.1:** Co elektron dizilişi[19]

Kobalt elementi birçok kullanım alanına sahiptir bunlardan bazıları aşağıda verilmektedir:

- Alnico adı verilen alüminyum, nikel ve kobalt alaşımı manyetodirenç ve dayanıklılığı arttırdığı,
- Mıknatıs çeliği ve paslanmaz çelik üretiminde [20].

kullanılmaktadır.

Fe elementi 26 atom numarasına ve 55.845 kütle numarası sahiptir ve oda koşullarında (25°C 298 K) Griye yakın parlak metalik bir katıdır, demir metalinin keşfi tam olarak bilinmemektedir.



Şekil 2.2: Demirin elektron dizilişi[19]

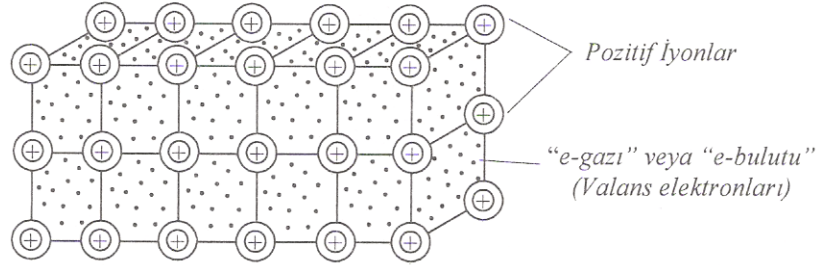
Demir elementinin bazı kullanım alanları aşağıda verilmiştir;

- Çelik sanayinin ana hammaddesi olarak,
- Saf halde demir karbon ve diğer metallerle alaşımları halinde,
- İnşaatlarda beton, kiriş ve yüzeylerin güçlendirilmesinde kullanılır. [20]

Yukarıda Co ve Fe elementlerine ayrı ayrı bakıldığında göstermiş oldukları bazı özellikler verilmiştir. Ancak bu iki element bir araya getirilerek bir alaşım yapıldığı zaman yukarıda belirttiğimiz tüm özellikleri değişmektedir. Co ve Fe metalleri arasında metalik bağ oluşmaktadır. Atomlar arası bağlar başlıca 4 grupta toplanabilir. Bunlar; İyonik Bağlar, Kovalent Bağlar, Metalik Bağlar, Van der Waals Bağlarıdır (zayıf bağ kuvvetleri).

İyonik bağ metal ametal atomları arasında, kovalent bağ iki ametal atomun bir birleri arasında, metalik bağ metal atomları arasında, Van der Waals bağ su molekülü gibi zayıf bağlarda bulunmaktadır.

Metalik Baę; bazı atomlar, aynı cinsten dięer atomlarla birincil baę oluřturdukları halde, sahip oldukları kuvvetli baęları, iyonik ve kovalent baę çeřitleri ile açıklanamazlar. “Metaller’e ait atomların kuvvetle bir arada tutulmasında, farklı yüklü iyonlar arasındaki elektrostatik çekim kuvveti veya belirli atomlar arasında ortak elektron kullanımı etkili deęildir. Aynı cins ve kimyasal benzerliğe sahip atomlar arasında etkili olan, üçüncü bir baę çeřidine, metalik baę denir. Metalik baęlar iyonik ve kovalent baęların bir birleřimi olarak düşünülerek açıklanabilirler: Metal atomlarının dıř kabuklarındaki elektron sayıları düşüktür ( $\leq 3$ ). Bu elektronlar atom gövdesinden kolaylıkla ayrılarak, yapı içerisinde serbest elektronlar kümesini oluřturur. Bu kümeye “elektron bulutu” veya “elektron gazı” denir. Her bir atomdan geriye kalan elektronlar çekirdeklerine daha sıkı baęlanırlar ve böylece pozitif iyonları oluřtururlar (řekil 2.3). Metalik baę yapısı, deęerlik elektronlarının sadece belirli atomlar arasında deęil, kristal yapısını meydana getiren bütün atomlar arasında ortak kullanıldıęı bir çeřit kovalent baę gibi düşünülebilir. Ayrıca pozitif metal iyonları ile elektron ortamı arasında elektrostatik çekim kuvveti de göz önüne alınırsa, metalik baę aslında kovalent baę ile iyonik baę karakterlerinin bir birleřimi gibi düşünülebilir.



**řekil 2.3:** Metalik baęların oluřumu [ 21 ]

Metallerin belirgin genel özellikleri metalik baę modellemesiyle daha iyi açıklanır:

- Elektronlar belli bir atom veya atom grubuna baęlı olmadığı için, serbest hareket edebilmeleriyle metallere yüksek ısı ve elektriksel iletkenliği kazandırır

- Metalik bağı, elektrostatik çekim kuvveti sonucu küresel (yönsüz) oluşu, atomların sık ( koordinasyon sayısı yüksek) ve düzenli dizilişlerine yol açar; kristal yapı oluşur. Metal iyonlarının bu yapı içerisinde özdeş olmaları, iyonların bir veya birkaç atomlar arası mesafe kadar yer değiştirmesine ve birbirinin yerini almasına izin verir.

Böylece metalik bağların varlığı ile metallere kalıcı şekiller verilebilir. Aynı mekanizmalarla, metallerin alaşımlandırılmaları da mümkündür.

Serbest elektronların üzerine düşen ışığı yüksek verimle yansıtabilmeleri, metallere parlaklık kazandırır[ 21 ].

### 2.1.2 Malzeme Oluşumu

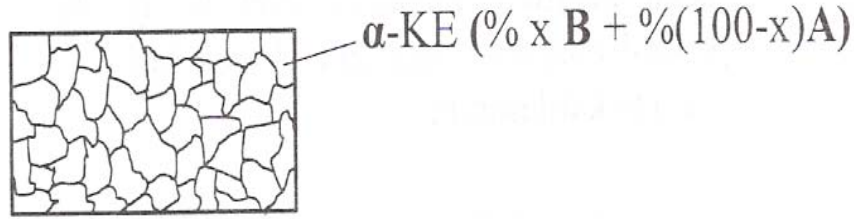
Bir malzemenin özelliklerinin belirlenebilmesi için bu malzemeyi oluşturan atom çeşitlerinin bilinmesi yeterli değildir. Bu malzemeyi oluşturacak element seçimini ve malzeme-bilimsel aşamaların her birinin bilinmesi aynı derecede önem taşımaktadır.

Bu aşamaları 4 sınıfta toplamak mümkündür:

- Bu safhada malzeme özellikleri, sadece seçilen temel element (A atomu) cinsiyle etkilenmiş olur. Etken büyüklük tektir: örneğin Al, Fe, Cu, Ni, gibi metal atomlarından Fe'in seçilmesiyle, atomdan çelik malzemeye götürecek süreçte ilk ve tek etken büyüklük (Fe elementi ) tayin edilmiş olur.
- Seçilen A atomlarının uzayda nasıl bir dizilişle katı cismi oluşturduğu (kristal yapısı), çoğu zaman, özellik değişiminde iki ayrı metal cinsinden daha büyük farklılığa yol açabilir. Bu aşama malzeme ve kristal cinsinin belirlenme safhasıdır: I. aşamada örnek olarak seçilmiş Fe atomlarından, malzemenin özelliklerini belirleyecek iki ayrı kristal oluşabilir veya kristal oluşumu engellenerek çok farklı özellik kazanan amorf yapıda katılaşabilir:  $\alpha$  -Fe (bcc) ve/veya  $\gamma$  -Fe (fcc), camsı demir (amorf demir).

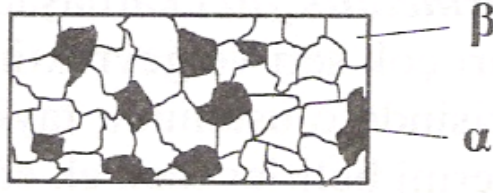
Atom cinsi seçilmiş ve kristal yapısı da belli olan, kusursuz tek kristal bu aşamanın verilerini oluşturmaktadır.

- Ancak teknik malzemeler “Tek Kristal” değil, çok kristalli bir yapıdadır (Polikristal); tek kristal, özel haller için üretilebilir. Bu aşamada devreye giren, malzemelerin özelliklerini belirleyici ek etkenler:
  - Ortalama tane (kristal) büyüklüğü (tane sınırlarının çokluğu),
  - Mevcut tanelerdeki kristal hatalarının (dislokasyonlar ve noktasal kusurlar gibi) yoğunluğu
  - Tercihli kristal yönelmesi olup olmadığı,
  - İç gerilmenin varlığı ve büyüklüğü.
- Yapıda başka elementler de bulunabilir (veya alaşımlandırılır). Bu durumda önceki aşamalardaki var olanlara ek olarak, özellik belirleyici yeni parametreler devreye girerler (A+B kompozisyonu): (A+B) sıvısından katılaştıran yapı tek cins kristallerden ( $\alpha$  – Katı Eriyiği (KE) ) oluşabilir.[ 10 ]



**Şekil 2.4:** Tek cins kristalden oluşan içyapı (şematik) [21]

Yukarıda iki farklı A ve B elemanlarının birleşmesi sonucunda aynı tür bir kristal yapı oluşmaktaydı. Bunun yanı sıra bu iki eleman birleştiklerinde farklı cins kristal bölgeleri oluşabilir ( $(\alpha+\beta)$  yapısı).



**Şekil 2.5:** Kristal karışımı ( $\alpha+\beta$ ) yapısı (şematik) [21]

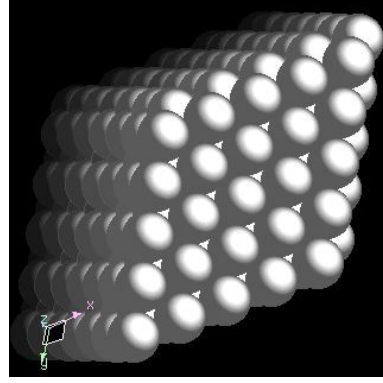
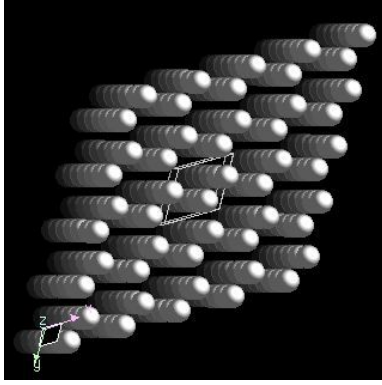
A ve B elementleri kendi kristal şekillerinden tamamen başka üçüncü bir kristal tipinde (metaller arası bileşik; intermetalik faz) katılaşabilir. Genelde karmaşık kafes yapıları çok sert ve gevrektiler.

### 2.1.3 Fe, Co Metallerinin ve CoFe Alaşımının Kristal Yapıları

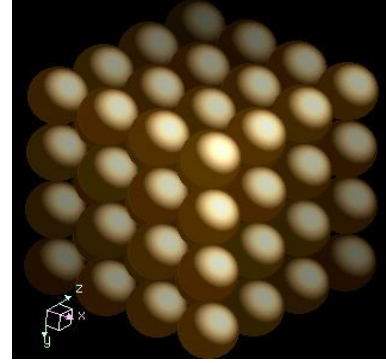
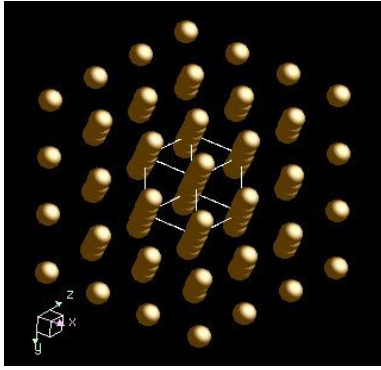
Atomların dizilişine göre maddeleri iki grupta toplayabiliriz. Bunlar kristal ve amorf yapıya sahip olan maddelerdir. Kristal yapıya sahip olan maddelerde atomlar üç boyutlu uzayda bir düzene göre dizilmişlerdir. Bunun tam aksine amorf yapılar ise periyodik bir dizilime sahip değildir. Kristal yapıda bulunan maddeler bu özelliklerinden dolayı kendi hacimleri içerisinde kristal yapılarını tekrar ederler. Bir kristal yapıyı tanımlayabilmek için birim hücre kavramını tanımlamak gerekir. Birim hücre bir kristal yapı içerisinde bu kristal örgünün karakteristik özelliğini sergileyen en küçük birim eleman olarak tanımlanabilir. Bu kristalin tüm özelliklerini gösterebilen en küçük parça ile tüm uzay kaplanmak istenildiğinde parçalardan oluşan sistem tüm uzayı boşluk bırakmaksızın doldurmak zorundadır.

Demir ve Kobalt' da doğada kristal yapıda bulunurlar. Literatüre de farklı çevre koşullarında demir Yüzey Merkezli Kübik (fcc) ve Hacim Merkezli Kübik (bcc) olarak kristalleşirken kobalt ise Sıkı Paketlenmiş yapı (hcp) ve fcc olarak kristalleşmektedir.



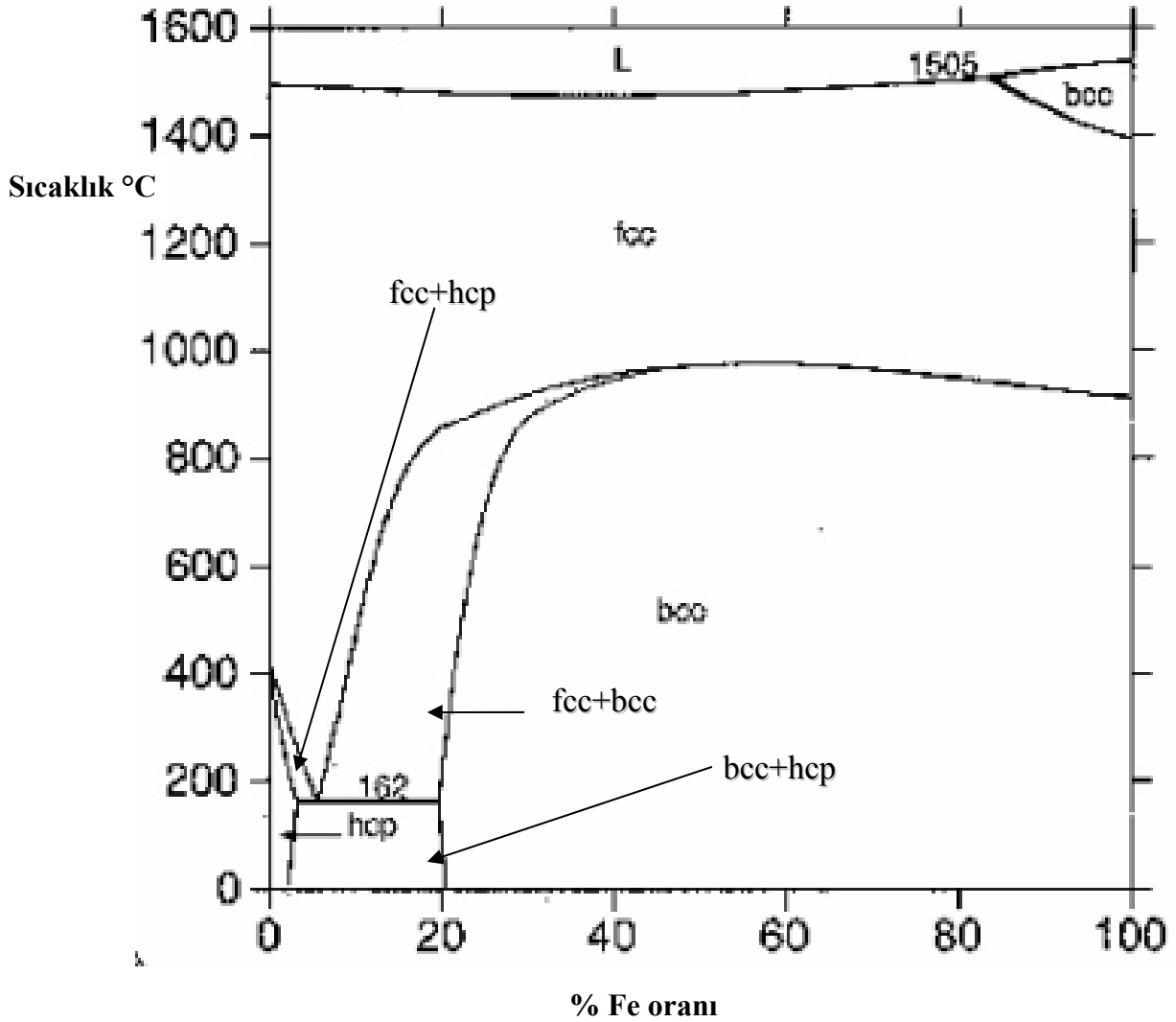


**Şekil 2.6:** Kobalt atomlarının uzaydaki dizilişi [19]



**Şekil 2.7:** Demir atomlarının uzaydaki dizilişi[19]

Şekil 2.6 ve Şekil 2.7’de Co ve Fe elementlerinin kristal yapılar verilmektedir. Bu iki metal birbirleri ile alaşımlandırıldıklarında iki farklı şekilde kristalleşebilirler. Bunlar ya kendi kristal yapılarını korumaya çalışırlar ya da ikisinin de kristal yapısından farklı bir yapıda kristalleşirler. CoFe alaşımının değişen şartlara göre kristal yapısının nasıl değiştiği alaşımın faz diyagramına bakarak anlamak mümkündür.

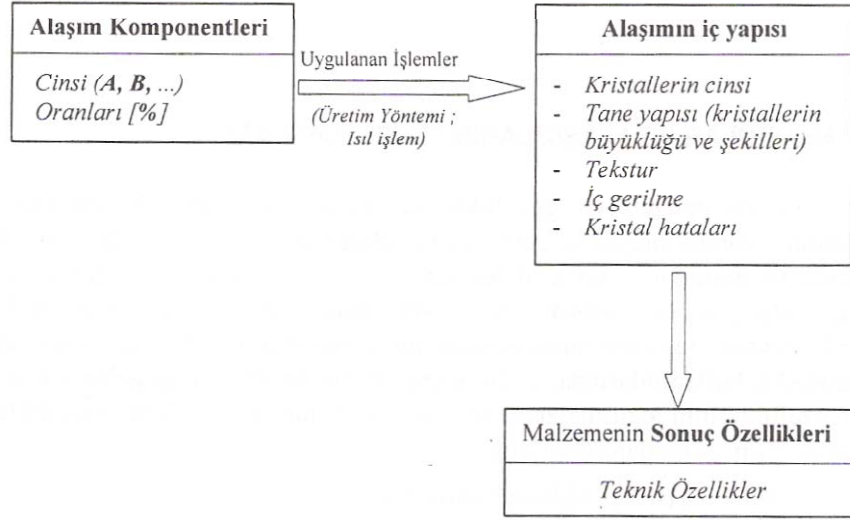


**Şekil 2.8:** CoFe alaşımasının faz diyagramı [22]

Şekil 2.8 CoFe alaşımına ait faz diyagramını göstermektedir. Diyagrama bakıldığında alaşımdaki Fe konsantrasyonu çok az ve ortam sıcaklığı 162°C nin altında olduğu durumda alaşım hcp yapıdadır. Bunun yanı sıra film bileşimindeki demir konsantrasyonu %20 nin üzerine çıktığında CoFe alaşımlarında kristal yapının bcc ye dönüştüğü görülmektedir. Ancak bütün sıcaklıklar için bcc yapı görülmez, CoFe alaşımının sıcaklığı 900°C nin üzerine çıktığında bcc yapının artık fcc yapıya dönüşür. Kristal yapı dönüşümleri demir konsantrasyonunu %80'nin üzerinde ve CoFe alaşımının sıcaklığı da 1400°C - 1505°C olduğunda bcc yapı meydana gelir.

## 2.1.4 Alaşım Oluşumu

İki farklı metalin herhangi bir oranda karıştırılmasıyla oluşan yeni yapıya alaşım adı verilir. İki metalden alaşım oluştururken alaşım özelliklerini anlayabilmek için, alaşımı oluşturan elementlerin cinsi, miktarı (oranı) ve tane yapısını anlamak oldukça önemlidir.



Şekil 2.9: Alaşımlarda bileşenler- üretim-sonuç özellikleri[21]

### 2.1.4.1 Alaşımlandırma ve İçyapı Oluşumu

Herhangi bir alaşım oluşturacak A ve B elementlerinin cinslerine bağlı olarak, oluşturabilecekleri içyapıyı (katı halde alaşımın içyapısını) ikiye ayrılmaktadır:

İlk seçenek olarak tek bir cins kristal oluşabilir ( $\alpha$ - kristali gibi). Bu durumda yapı, bir kristal cinsinden oluşur ama çok kristal (polikristal) yapıdadır. Bu kristal cinsi alaşım elementlerinden birinin kristal şekli olabilir(katı eriyik) , veya her iki elemente ait atomlar alaşım elementlerinin her birinin kristal cinsinden tamamen farklı bir kristal kafesi ve atom yerleşim biçimi ile başka bir kristal türü oluşturabilirler.

Alařımı oluřturan metallere alařım ierisinde her biri ayrı ayrı kendi kristalini oluřturabilirler (kristal karıřımı). Bu kristaller diđer elementi sınırlı oranda eritebilir; belli oranda eritilmiř olarak yapı ierisinde katı eriyik kristalleri halinde bir arada bulunabilirler. Alařımın iyapısının hangi fazlardan oluřacađı alařım elementlerinin

- Kimyasal zelliklerine ( elektron konfigrasyonu, elektronegatiflik gibi),
- Atom aplarının byklđne (atom apı oranlarına),
- Byk lde her bir metalin kendi kafes yapılarına bađlı olarak ortaya ıkar[21].

#### **2.1.4.2 Katı eriyikler (Karıřım Kristalleri)**

Bir kristalin (szgelimi A-metal) bařka bir kristali (B-metal) hangi orana kadar eritebileceđine (eritme yeteneđi) veya sonuta hangi cins bir karıřım olacađına iliřkin tayin edici etkenleri nemine gre zellikle iki noktaya indirgemek mmkndr:

- Kafes yapıları benzerliđi
- Atom yarıapı farkı

Metallerin (A ve B) birbirlerini her oranda eritebilen katı eriyik oluřturabilmeleri iin, bu metallere ait kristallerin aynı kafes yapılarına sahip olmaları ve kafes parametrelerinin (atom aplarının) yakın olması gerekir; bu yakınlık derecesi eritebilme mertebesini (eritme sınırını) belirleyecek en nemli etkindir. Co metalinin iyon yarıapı 1.25Å ve Fe metalinin iyon yarıapı 1.27Å dur [23,40]. İyon yarıaplarının bir birine ok yakın olması bu iki metalin iyi bir alařım oluřturabileceklerinin bir kanıtıdır. Alařım oluřmasında diđer bir nemli parametre olan malzemenin kristal yapılarına bakıldıđında Co hcp yapıda kristalleřirken, Fe metaline ise bcc yapıda kristalleřir [23,40]. Kristal yapıları birbirinden tamamen farklı olduđundan bu iki element alařım yapmaz denebilir.

Bu iki husus gerekli ancak sonucun belirlenmesinde yeterli değildir; diğer büyüklükler de (valans elektronu yoğunluğu, elektronegatiflik gibi.) katı eriyik oluşumuna etki gösterirler.

Atom yarıçapı farkı ne kadar küçükse (kafes parametreleri ne kadar yakınsa) elementlerin katı halde birbirlerini eritebilme yetenekleri o kadar büyür. Co ve Fe'in örgü parametrelerine inceleyelim. Co hcp yapıda kristalleştiği için bunun iki tane örgü parametresi vardır,  $a=2.51\text{\AA}$  ve  $c=4.07\text{\AA}$  tur. Bunun yanı sıra Fe metali de bcc yapıda kristalleşir ve bunun örgü parametresi  $a=2.87\text{\AA}$  dur. Buraya bakıldığında bu iki metalin alaşım yapmaması gerektiği söylenebilir ancak iki metalin alaşımlanıp alaşımlanmaması tek bir özellik ile anlaşılacak kadar kolay değildir [21].

Atom çapları farklı %8' den az olan elementler birbirlerini her oranda eritebilir, aynı kristal içerisinde her iki A ve B atomları her oranda yer alabilirler. Burada bilindiği gibi  $r_{\text{Fe}}=1.27\text{\AA}$  ve  $r_{\text{Co}}=1.25\text{\AA}$  ise bunlar arasındaki fark  $r_{\text{Fe}}-r_{\text{Co}}=0.02$  dır. Buda %2 lik bir farka karşılık gelir ve bu iki metalin birbirini her oranda eritebileceği söylenebilir. Buradaki atomlar arasındaki çap farkının artması ile katı eriyik alanı daralır, eritme yeteneği düşer; A ve B atom çapları farkının %14÷15' ten daha fazla olması durumunda her iki element katı halde birbirlerini eritemez kabul edilebilir.

Kafes yapılarının ve atom yerleşim düzenlerinin aynı olması her oranda eritebilmenin başta gelen koşuludur; kristal yapılarındaki farklılıklar katı eriyik oluşumunu sınırlar veya (diğer etkenlerle birlikte) engeller. Alaşımı oluşturan elementlerin “kimyasal değerlik” ve “elektronegatiflik” değerleri birbirine ne kadar yakın ise, birbirini eritme yetenekleri o kadar artar.

Farklı valans değerliklerine sahip olma durumunda birbirlerini eritme oranları da farklıdır: aynı şartlar altında, eritebilmesinden daha fazladır. Benzer şekilde elementlerin “elektronegatiflik” değer farkı ne kadar az ise eritme yeteneği o kadar artar.

Bir element için elektronegatiflik kavramı,  $0,31((v+1)/R)+0,50$  olarak ifade edilir; v: valans elektronlarının sayısı, R: atom yarıçapı. Bu farkın artması metalik bağ karakterinin zayıflamasına ve katı eriyik yerine kimyasal ilginin artmasıyla bileşiklerin oluşmasına yol açar. Fe metalinin elektronegatifliği 1,83 iken Co metalinin elektronegatifliği ise 1,88 dir. Elektronegatiflikler Pauli birimine göredir. Bu iki elementin elektronegatifliklerinin birbirine bu kadar yakın olması bu iki metalin iyi bir alaşım oluşturabileceğini gösterebilir [20,21].

## 2.2 Elektrokimyasal Depozisyon

Elektrokimya, elektriksel ve kimyasal enerjilerin birbirine dönüşmesi sonucunda elektrokimyasal hücrenin elektrotlarında meydana gelen kimyasal reaksiyonları inceleyen bilim dalıdır. Elektrokimyasal hücre en az iki tane elektrot ve bu elektrotların arasındaki iletimi sağlayacak olan bir elektrolitten oluşur ve elektrotlar dış devreyle bağlantılı olmalıdır. Bu durumda elektrokimyasal hücre tamamlanmış olur. Elektrokimyasal hücre içerisine koyulan elektrolitler elektrik akımını iletme özelliğine sahip olan çözeltilerdir. Elektrolitler içlerindeki maddelerin iyonlarına ayrışmasına bağlı olarak kuvvetli ve zayıf elektrolitler olarak iki gruba ayrılırlar. Kuvvetli elektrolitler nerdeyse tamamı iyonlarına ayrışabilen elektrolitlerken zayıf elektrolitler az miktarda iyonlarına ayrışan elektrolitlerdir. elektrolitlerin iletkenliği Denklem 2.1 ile verilmektedir.

$$\Lambda = KV \quad (2.1)$$

Bu bağıntıda V, eşdeğer katı içeren çözeltilinin  $\text{cm}^3$  cinsinden hacmi  $\Lambda$  eşdeğer iletkenlik, K da özgül iletkenliktir.

Bir elektrokimyasal hücrede indirgenme reaksiyonun olduğu elektroda katot yükseltgenmenin meydana geldiği elektrota da anot denir. Elektrokimyasal hücreler genel olarak iki gruba ayrılmaktadır. Bunlar galvanik elektrokimyasal hücreler ve elektrolitik elektrokimyasal hücreler olarak adlandırılırlar. Bu iki elektrokimyasal hücre çeşidini birbirinden ayıran en önemli özellik enerji ile aralarındaki ilişkidir.

Galvanik hücrede kimyasal reaksiyonlar dışarıdan bir enerji verilme gereği duyulmadan kendiliğinden gerçekleşir ancak elektrolitik hücrede ise kendiliğinden bir kimyasal reaksiyon gerçekleşmez. Kimyasal bir reaksiyon gerçekleşebilmesi için dışarıdan sisteme enerji verilmesi zorunludur. Galvanik hücrede katot potansiyeli anoda göre daha pozitif, elektrolitik hücrede katot potansiyeli anoda göre daha negatiftir [25].

Bir metalin elektrokimyasal biriktirme işlemi metal iyonlarını içeren elektrokimyasal bir hücrenin metallerin indirgenmesiyle meydana gelmektedir. Bu metal iyonlarını indirgenmesi sonucunda katot da meydana gelen reaksiyon aşağıdaki gibidir,



$M^{n+}$ , metal iyonlarını, M, metal atomunu,  $e^{-}$ , bir elektronu ve n atom başına aktarılan elektron sayısını temsil etmektedir. Her metalin çözeltilerdeki konsantrasyonuna bağlı olarak bir indirgenme potansiyeli vardır. Elektrotta oluşan indirgenme işlemi konsantrasyon 1 molar, olduğu durumda referans elektroda göre ölçülür. Ölçülen büyüklük standart elektrot potansiyeli (SEP) 'dır. Referans birim etkinliği 1 molar, standart elektrot potansiyeli sıfır olarak kabul edilen Standart Hidrojen Elektrotu (SHE) ya da Normal Hidrojen Elektrotu (SHE)' dir[26].

Kullanımda ideal sayılabilecek bir referans elektrot, bilinen bir çözelti bileşiminden etkilenmeyen bir potansiyele sahip olmalı ve kolay hazırlanır olmalıdır. SHE' de elektrot yüzeyinin hazırlanmasında ve tepkimeye giren maddelerin aktivitelerinin kontrolünde karşılaşılan zorluklar bu elektrotun yeteri kadar pratik olmadığını göstermektedir. Bu tip referans elektrotlar yerine daha çok doymuş kalomel elektrotlar( saturated calomel electrode, DKE) ve gümüş/gümüş klorür elektrotlar kullanılmaktadır. Doymuş kalomel elektrot (DKE), kalomel ( $Hg_2Cl_2$ ) ve Hg'dan oluşturulmuş bir karışım ile metalik Hg ve KCl çözeltisinden yapılır. DKE'nin potansiyeli  $25^{\circ}C$ 'de NHE'na göre 0.242V'tur. Gümüş/ Gümüş klorür elektrot DKE'ye benzer bir yapıdadır. Gümüş elektrot hem gümüş klorür hem de potasyum klorür yönünden doymuş bir çözeltilere daldırılır. Bu elektrotun elektrot

potansiyeli 25°C’de 0.199 V ’tur. Co ve Fe elementleri için DKE’ye göre depozisyon potansiyelleri Co; -0.5215 V iken, Fe; -0.6505 V dır [28].

Standart elektrot potansiyeli daha pozitif olan metallere soy metal denir. Soy metaller kendilerinden daha az soy olan metallere daha fazla birikirler. Bu yüzden soy metallerin çözelti içindeki miktarları azda olsa film içindeki miktarı daha fazla olabilmektedir. Fakat demir grubu metallerinin üçünden birini (Ni, Co, Fe) veya daha fazlasını içeren çözeltilerde genellikle anormal birlikte depozisyon gözlenir. Anormal birlikte biriktirme daha az soy olan metalin depozisyonunun tercih edilmesidir. Bu olay Fe-Ni, Co-Ni, Ni-Zn, Fe-Co ve Co-Zn gibi çeşitli alaşım depozisyon sistemlerinde görülebilir. Anormal birlikte depozisyon bazı alaşımlarda gözlenme derecesi sırasıyla CoNi>NiFe>CoFe olacak şekilde azalmaktadır. Örneğin Fe-Ni elektrodepozisyonunun da Ni, Fe ’den daha çok soydur ve depozisyonda tercih edileceği beklenir ama tam tersi davranış gözlenir. Böylece depozitteki Ni ’in Fe’e göre konsantrasyon oranı çözeltide olduğundan daha düşük olur. Anormal birlikte depozisyonu açıklamak için Dahms ve Croll tarafından 1965’te geliştirilen bir modelde, elektrot yüzeyi yakınında pH deki bölgesel yükselme depozisyon sırasındaki hidrojen çıkışına bağlı olarak meydana gelir ve daha az soy metalin hidroksiti elektrotun çevresinde adsorblanır. Buda daha soy metalin depozisyonunun engellenmesi ama daha az soy olan metalinkine izin verilmesi şeklindedir [29,42].

İncelenen bir metalin denge elektrot potansiyeli, çözeltideki iyonların konsantrasyonuna göre değişebilir. Elektrot potansiyeli ile çözelti derişimi arasındaki bu ilişki Nernst denklemiyle verilir.

$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \ln \frac{a_{red}}{a_{ox}} \quad (2.3)$$

Burada E<sup>0</sup> standart elektrot potansiyelini, T sıcaklığı, n alınıp verilen elektron sayısını, F Faraday sabitini ( Bir coulomb, 1,11800 mg gümüş ayıran elektrik miktarı olduğuna göre, 1 atom gram gümüş ayırmak için gerekli elektrik miktarına 107,880/0,0011180=96496 coulomb olduğu hesaplanmıştır. Bu miktara bir Faraday denir ve F ile gösterilir.), R ideal gaz sabitini (8,314 J/mol. K) a<sub>red</sub> indirgenmiş türün



aktifliğini,  $a_{ox}$  yükseltgenmiş türün aktifliğini simgeler. Nerst eşitliği, daha genel haliyle aşağıdaki gibi ifade edilir.

$$E = E^0 - \frac{0.0592}{n} \log \frac{C_{red} f_{red}}{C_{ox} f_{ox}} \quad (2.4)$$

Bu eşitlikte  $C_{red}$  indirgenmiş türün konsantrasyonu,  $f_{red}$  indirgenmiş türün aktiflik katsayısı,  $C_{ox}$  yükseltgenmiş türün konsantrasyonu,  $f_{ox}$  yükseltgenmiş türün aktiflik katsayısıdır. Net bir akım gözlemek için elektroda onun denge değerinden farklı bir potansiyel uygulamak gereklidir. Eğer, elektrot potansiyeli denge potansiyelinden daha negatif yapılırsa katodik akım geçer ve depozisyon meydana gelir. Bunun tersi olarak eğer elektrot potansiyeli denge potansiyelinden daha pozitif ise anodik akım geçer. Hücre voltajı ( $E_{uyg}$ );

$$E_{uyg} = E_{den} + \eta + iR_s \quad (2.5)$$

Denklem 2,5 ile verilir. Burada  $\eta$ , aşırı potansiyel,  $iR_s$ , çözültideki potansiyel düşmesi (ohmik polarizasyon)'dir. Elektrokimyasal hücreler metalik iletkenler de olduğu gibi yük akışına karşı direnç gösterirler. Burada  $R_s$  elektrotlar arasında çözülti direncidir. Aşırı potansiyel, elektrot potansiyelinin denge değerinden sapması ve elektrotun polarizasyon derecesi olarak tanımlanır. Aşırı potansiyel, elektrottaki elektron aktarımı tepkimelerinin yavaş olması, (yük aktarımı aşırı gerilim,  $\eta_{ya}$ ), elektroda ulaşması gereken maddelerin yeterince hızlı gelmemesi (kütle aktarımı aşırı gerilim,  $\eta_{ka}$ ), ve elektrotta tepkimeye girecek maddenin bazen yavaş bir çözülti tepkimesi ile üretilmesi (kimyasal tepkime aşırı gerilim,  $\eta_{kt}$ ) nedenleriyle ortaya çıkar. Burada bahsetmekte olduğumuz polarizasyonda çözülti içindeki durumlara bağlı olarak 3 grupta toplamak mümkündür. Bunlar;

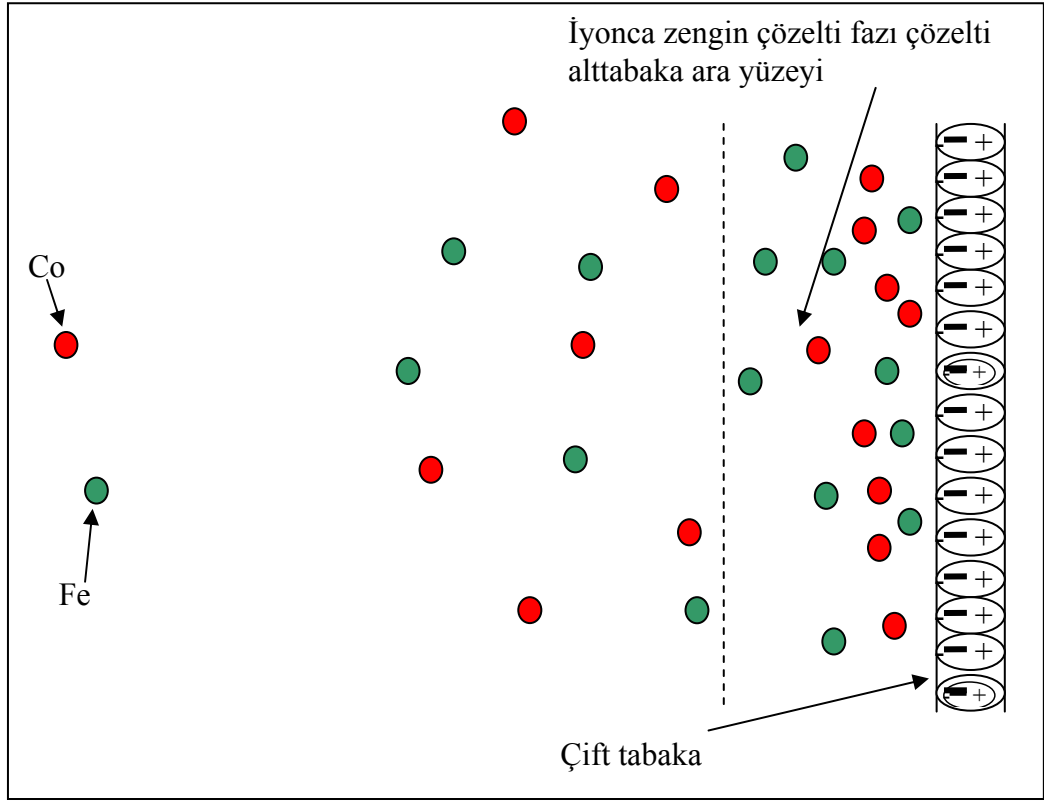
- 1) Difüzyon polarizasyonu
- 2) Kinetik polarizasyon
- 3) Kristalleşme polarizasyonu

olarak sayılabilir. Buradaki difüzyon polaritesi çözelti ile çalışma elektrotu ara yüzeyinde gerçekleşen bir olaydır. Bu bölgede madde miktarı hiçbir zaman homojen değildir. Bu bölgede bulunan atomlar depozisyon işlemine katılmaktadır. Bu çözelti ile çalışma elektrotu ara yüzeyindeki bölgenin dışında bulunan bölgede atomlar homojen olarak dağılmışlardır. Çözelti ile çalışma elektrotu arasında atom yoğunluğu azaldığında bu bölgeye çözelti içinden bir geçiş olur işte çözelti içindeki değişik bölgelerdeki atomları bu bölgeye sürüklemek için ek bir enerji verilmelidir. Bu difüzyon polaritesine sebep olmaktadır. İkinci polarizasyon çeşidi ise kinetik polarizasyondur. Bu çeşit polarizasyonda ise çözelti içinde bulunana değişik maddelerin birbirleriyle olan etkileşmelerinden kaynaklanır. Burada çözelti içindeki maddeler tepkimeye uğruyorlarsa bu durumda biriktirme yapılacak olan bu maddelerin düzgün bir şekilde çalışma elektrotuna gönderilebilmesi için verilmesi gereken enerjiden kaynaklanır. Son olarak ise çalışma elektrotunda depozisyon işlemi yapılırken biriken maddelerin alttabakaya ve birbirlerine daha iyi tutunabilmesi için verilmesi gereken ek enerjiden kaynaklanmaktadır. Denklem 2.6 da kullanılan  $\eta$  bütün bunların toplamına eşittir

$$\eta = \eta_{ya} + \eta_{ka} + \eta_{kt} \quad (2.6)$$

Metallerin biriktirme işleminde ikili elektrot sistemleri kullanılmasının yanı sıra daha çok üçlü elektrotlu sistemler kullanılmaktadır. Üçlü elektrot sistemleri anot (yardımcı elektrot), katot (çalışma elektrotu) ve referans elektrotundan oluşmaktadır. Burada kullanılan referans elektrot,  $R_s$  çözelti direncini azaltmak amacıyla çalışma elektrotuna oldukça yakın konulmaya çalışılır.

Referans elektrottan çok küçük bir akım geçtiğinden diğer elektrotlardan geçen akım değişse bile bu elektrot deney süresince değişmeyen sabit bir potansiyel sağlar. Bu metotta akım, çalışma elektrotu ile yardımcı elektrot arasından geçer. Potentiostat çalışma ve yardımcı elektrotlar arasındaki potansiyeli değiştirerek çalışma ve referans elektrotlar arasındaki potansiyeli kontrol etmek için kullanılır [15]



**Şekil 2.10:** Depozisyon olayı

Şekil 2.10'de elektrodepizisyon olayı gösterilmektedir. Çözelti içerisinde Co ve Fe iyonları homojen şekilde dağılmıştır. Akım uygulanmadan önce çözelti ile elektrot ara yüzeyi arasında bir elektriksel çift tabaka oluşur. Bu yapı kondansatöre benzetilebilir ve ilk başta verilen akım, nasıl kondansatörlü devrelerde ilk olarak kondansatör yükleniyorsa depozisyon olayında da çift tabaka yüklenir. Bu aşamada depozisyon gerçekleşmez. Elektrota daha fazla potansiyel uygulandığı zaman elektrot negatif yüklenir ve burada çözelti ile elektrot ara yüzeyine doğru pozitif yüklü Co ve Fe iyonlarını çekmeye başlar bu sayede depozisyon işlemi uygulanan akım ile başlamış olur.

Elektrodepizisyon sırasında depozit edilen madde miktarı Faraday yasasından yararlanılarak bulunabilir. Elektrotlardan ayrılan madde miktarı devreden geçen akım miktarı ile doğru orantılıdır.

$$q = NnF \quad (2.7)$$

şeklinde verilir. Burada  $q$  devreden geçen yük miktarı,  $N$  depozit edilen maddenin mol sayısı,  $n$  metalin değerliği ve  $F$  Faraday sabitidir. Depozit edilen metalin mol sayısı, kütle ( $m$ ) ve bağıl atomik kütle ( $M_a$ ) ile ifade edilerek film kalınlığı bulunabilir. Buna göre kalınlık ( $t$ ) ifadesi:

$$t = \frac{qM_a}{A\rho Fn} \quad (2.8)$$

Bağıntısı ile verilebilir. Burada  $A$  filmin yüzey alanı,  $\rho$  depozit edilen metalin yoğunluğudur.

## 2.2 Elektrodpozisyona Atomik Bakış Açısı

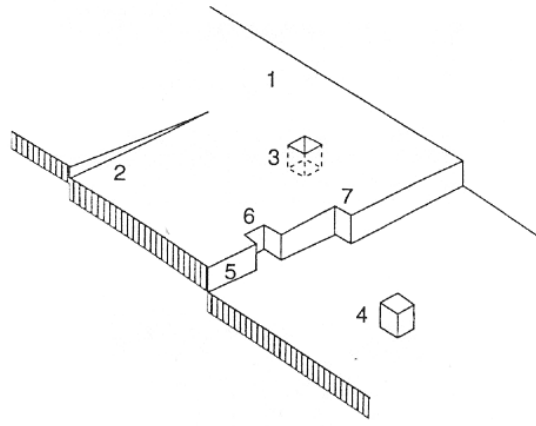
Metallerin elektrodpozisyona bakıldığında depozisyon işlemi esnasında çözelti içindeki  $M^{n+}$  metal iyonlarının iyonik metal birim hücre içine transferleri anlaşılmaktadır. Bu durum Denklem 2.9'da en basit şekli ile gösterilmektedir.



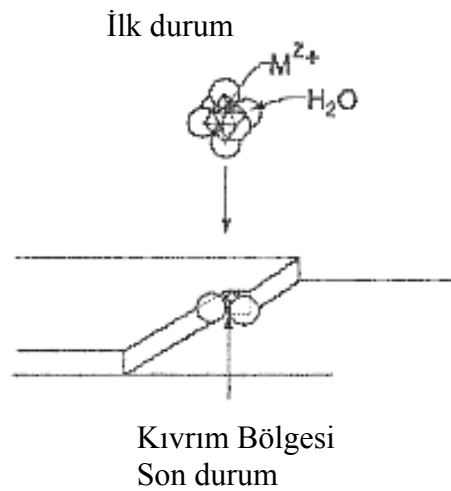
Bu reaksiyonda  $M$  metalindeki elektron gazının kaynağı olan  $n$  elektronlarının transferi söz konusudur. Atomik boyutta elektrodpozisyon süreci yukarıdaki denklemle verilebilmektedir. Burada asıl düşünülmesi gerekli olan şey metalin basit karakteristik açıdan hacim ve yüzey yapısının özellikleridir.

Yüzey ideal ve gerçek olmak üzere ikiye ayrılır. İdeal yüzeylerde kafes kusurları yoktur. Gerçek yüzeylerde çeşitli kusurlar vardır. Örneğin bir metaldeki boşlukların yoğunluğu  $10^8 \text{ cm}^{-2}$  iken bu metaldeki atomların yoğunluğu  $10^{15} \text{ cm}^{-2}$  dir. Gerçek yüzey yapıları pürüzlü yüzeyler olmalarından dolayı ideal yüzeylerden farklıdır. İdeal yüzeyler atomik olarak düzeltilmişlerken gerçek yüzeylerde kusurlar, basamaklar, kıvrımlar, boşluklar, kümeler yok sayılır. (Şekil 2.11)

Atomik süreçte elektrodepozisyon Denklem 2.9 deki gibidir. Buradaki sürecin  $M^{n+}$ (çözelti) ile başladığı ve  $M^{n+}$ (kafes) ile tamamlandığı düşünülmektedir. Sulu çözeltideki metal iyonları Denklem 2.9 deki ilk durumdaki yapının su ile birleştirilmiş hale gelmesini  $[M(H_2O)_x]^{n+}$  sağlanmaktadır. Kristal yapı içindeki kıvrımlara yerleşmekte olan bir M iyonu Şekil 2.12’de görüldüğü gibi su molekülü ile çevrelenmiş şekilde bulunmaktadır. Bu kıvrımlara temas etme Denklem 2.9 in tamamında bakıldığında iki mekanizma ile gerçekleşir ; (1) basamak sınır iyon-transfer mekanizması, (2) Set iyon-transfer mekanizması.



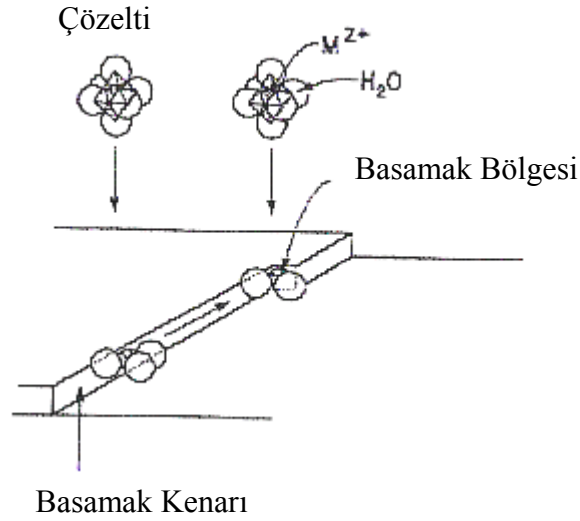
**Şekil 2.11:** Düşük indeksli kristal yüzeyinde bazı basit kusurlar: 1, kusursuz yüzey, sıralı; 2, çatlaklardan ortaya çıkan boşluk kusurları; 3, dizilişteki boşluklar; 4, dizilişteki iyonlar; 5, yüzeydeki basamak kaymaları, çıkıntı; 6, çıkıntılardaki boşluklar; 7, çıkıntı basamaklarındaki kıvrımlar. [28]



**Şekil 2.12:** Metal depozisyonunun ilk ve son durumu[28]

### 2.2.1.1 Basamak Sınır İyon-Transfer Mekanizması

Basamak sınır iyon-transferi veya direkt transfer mekanizması Şekil 2.13'de gösterilmektedir. Şekil 2.13'de gösterilen çözeltideki iyon transfer mekanizması basamak sınırları veya diğer basamak sınırlarında kıvrım sitelerine yerleşmektedir. Her iki durumda da  $M^{n+}$  iyonu metal kristal kafesinin içinde olur. Doğrudan transfer durumunda adım sınır sitelerindeki kıvrımlarda metal iyonları, kıvrımları buluncaya kadar basamak sınırları boyunca difüze edilirler. Böylece iki farklı basamak sınır transfer mekanizması meydana gelmiş olur: 1) Kıvrım bölgelerine direkt transfer ve 2) Basamak sınır difüzyonu.

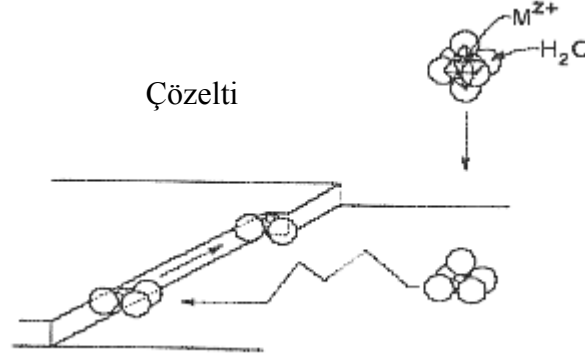


Şekil 2.13: Basamak sınır iyon transfer mekanizması[28]

### 2.2.1.2 Sıra İyon Transfer Mekanizması

Sıralı iyon transfer mekanizmasında metal iyonları çözeltiden sıralı bölgelerin düz yüzeylerine transfer edilmektedir. Bu durumda metal iyonları su molekülleri ile daha sıkı çevrelenmişlerdir. Böylece kristale daha zayıf bağlanırlar. Bu konumda

yüzeyde daha düşük enerji konumları ararken yayılırlar. Son konumda kıvrım bölgelerindedirler.



**Şekil 2.14:** Sıra sitelerindeki iyon transferi, yüzey dağılımı ve kıvrım sitelerinde birleşme. [28]

### 2.2.3 Elektrokimyasal Biriktirmeyi Etkileyen Parametreler

Elektrokimyasal biriktirme (elektrodepozisyon) tekniğinde oluşan ince filmin kalitesini etkileyen bazı parametreler vardır. Bu parametreleri değiştirerek aranan özelliklere göre manyetik ince film üretmek mümkündür. Elektrodepozisyonu etkileyen parametreler aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- 1) Depozisyon potansiyeli
- 2) Çözelti pH'ı
- 3) Akım yoğunluğu
- 4) Elektrolit sıcaklığı
- 5) Çözelti içine katılan kimyasal maddeler

Depozisyon potansiyeli: iyi ince film üretebilmek için depozisyon potansiyeli önemli rol oynamaktadır. Burada uygulanacak olan potansiyel aralığı dönüşümlü voltametri ile belirlenebilir. Bu uygulanan potansiyel film kalitesi ve parlaklığı için önemlidir.

Çözelti pH'ı: Depozisyonu etkileyen faktörlerden biri olan elektrolit pH 'ı çözelti içindeki hidrojen iyonlarının bir ölçüsüdür ve

$$\text{pH} = - \log_{10} a_{\text{H}^+} \quad (2.10)$$

ifadesi ile verilir. Çözeltideki pH değerinin değişmesi çözelti içindeki H iyonlarının konsantrasyonunun artması veya azalması anlamına gelmektedir. H iyonlarının çıkması sonucunda da film kalitesi etkilenir ve akım verimliliği değişir.

**Akım yoğunluğu:** Elektrodepozisyonu etkileyen faktörlerden biride akım yoğunluğudur. Akım yoğunluğu elektrot yüzeyinin birim alanı başına geçen akım olarak tanımlanır. Bu özellik yüzey morfolojisini ve filmin kristal yapısını etkileyebilir. Kaliteli ince film üretmek için düşük akım yoğunlukları tercih edilir.

**Kimyasal katkı maddeleri:** Biriktirme işleminde kullanılan çözelti içine bazen katkı maddeleri katmak gerekmektedir. Burada katkı maddeleri ince film kalitesini arttırmak bazen de oluşmasına yardımcı olmak için kullanılır.

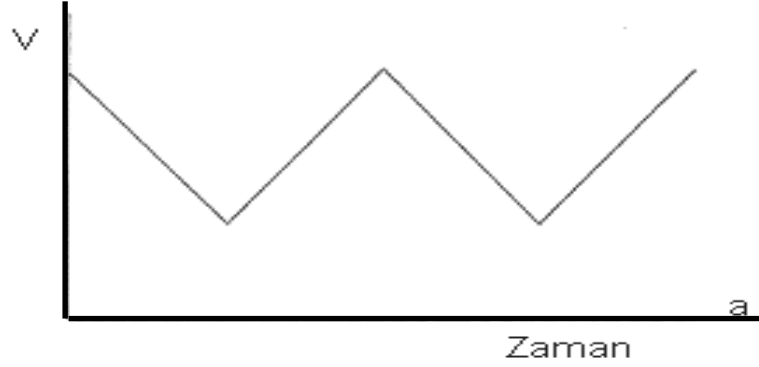
#### **2.2.4 Dönüşümlü Voltammetri**

Voltammetri, bir çalışma elektrotunun polarize olduğu şartlar altında akımın, uygulanan potansiyelin bir fonksiyonu olarak ölçülmesinden faydalanarak, analitik hakkında bilgi edinilen bir grup elektroanalitik metotlara verilen isimdir. Genellikle polarizasyonu sağlamak için Voltammetri de çalışma elektrotları yüzey alanı pek çok uygulamada birkaç milimetre kare ve bazılarında ise birkaç mikrometre kare olan mikroelektrotlardır. Voltammetri, inorganik, fiziko ve biyokimyacılarca çeşitli ortamlarda meydana gelen yükseltgenme ve indirgenme işlemlerinin incelenmesi, yüzeydeki adsorpsiyon işlemlerinin araştırılması ve kimyasal olarak modifiye edilmiş elektrot yüzeylerinde cereyan eden elektron aktarım mekanizmalarının aydınlatılması gibi analitik olmayan amaçlar için kullanılması oldukça yaygındır[31].

Voltammetri bir çözelti içindeki yükseltgenme ve indirgenme reaksiyonları ile madde miktarı tayininde kullanılan bir yöntemdir. Dönüşümlü Voltammetri ise voltajın hem pozitif hem de negatif yönde voltaj taraması yapılan yöntemdir. Dönüşümlü Voltammetri yönteminde akım voltaj eğrisi ortaya çıkmaktadır. Her



maddenin bir indirgenmeye başladığı potansiyel noktası vardır. Dönüşümlü Voltammetri’de maddelerin bu indirgenme potansiyelleri bulunabilmektedir.



**Şekil 2.15:** Dönüşümlü Voltammogramın elde edilmesinde kullanılan potansiyelin zamanla değişimi [31]

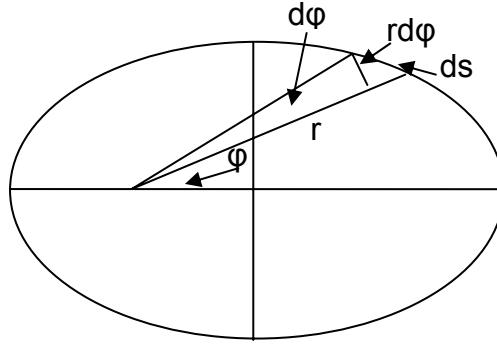
Şekil 2.15 da dönüşümlü voltammogram elde etmek için uygulanan potansiyel biçimi verilmiştir.

### 2.3 Manyetizma ve Manyetodirenç

#### 2.3.1 Manyetizmanın Temel Kavramları ve Ferromanyetik Maddeler

Manyetik maddelerin içerisinde bulunan atomlar manyetizmanın temelini oluştururlar. Bir atom ortada artı yüklü bir çekirdek ve bu çekirdek etrafında dolanan negatif yüklü elektronlardan oluşmaktadır. Atomlardaki elektronların hem çekirdek etrafında hem de kendi eksenleri etrafında yapmış oldukları hareketlerden kaynaklanan manyetik momentleri vardır.

Şekil 2.16’da görüldüğü gibi elektronların çekirdeğin etrafında dönmesinden dolayı oluşan akım (  $i$  );



**Şekil 2.16:** Klasik olarak bir elektronun çekirdek etrafında dolandığı eliptik yörünge [32].

$$i = \frac{e}{\tau} \quad (2.11)$$

dır. Burada  $e$  elektronun yükü ve  $\tau$  ise alan. Manyetik moment, elektronun yörünge hareketinden kaynaklandığından yörünge manyetik moment ( $m_0$ );

$$\begin{aligned} m_0 &= iA \\ &= -\frac{eA}{\tau} \end{aligned} \quad (2.12)$$

olur. Aynı zamanda buradaki açısal momentum  $p_0$  ;

$$p_0 = m_e r^2 \frac{d\phi}{dt} \quad (2.13)$$

Denklem 2.13 de  $m_e$  elektronun kütlesi ve  $r$  elektronun dolandığı yarıçaptır.

$$A = \left(\frac{1}{2}\right) p_0 \frac{\tau}{m_e} \quad (2.14)$$

$A$  değerimizde bu şekilde bir ifadeye sahipse yörüngesel manyetik moment ( $m_0$ );

$$m_0 = - \left( \frac{e}{2m_e} \right) p_0 \quad (2.15)$$

dır. Benzer şekilde elektronun kendi etrafında dönmesinden kaynaklanan bir manyetik moment vardır. Spin manyetik moment;

$$m_s = - \left( \frac{ep_s}{m_e} \right) \quad (2.16)$$

olarak bulunur. Toplam manyetik moment ( $m_T$ );

$$m_T = m_s + M_0$$

$$m_T = -g \left( \frac{e}{2m_e} \right) p_T \quad (2.17)$$

Denklem 2.17 de g, Lande g faktörü  $p_T$ , toplam açısal momentumdur.  $p_T = j\hbar$ , ise;

$$m_T = -g\mu_B j \quad (2.18)$$

dır. Bu formülü n tane elektron için geneller ve mıknatıslanmayı yazarsak;

$$M = \frac{n\mu_j}{V} \quad (2.19)$$

olur. Her manyetik madde bir manyetik alanın içine girdiği zaman bu manyetik alana karşı bir tepki gösterirler. Bu tepkiye manyetik alınganlık denir ve  $\chi$  ile gösterilir.

$$\chi = \frac{M}{H} \quad (2.20)$$

Manyetik alınganlık gibi manyetik geçirgenlik kavramı da manyetik maddeler için ayır edici bir özelliktir ve Denklem 2.21 deki gibi verilmektedir.

$$\mu = \frac{B}{H} \quad (2.21)$$

Ferromanyetik maddeler yüksek manyetik alınganlık ve manyetik geçirgenliğe sahip manyetik maddelerdir. Bu özelliklerinden dolayı ticari bir öneme sahiptirler. Ferromanyetik maddelerde de mıknatıslanmanın kaynağı diğer manyetik maddelerde olduğu gibi elektronlardır. Ferromanyetik maddelerde  $10^{13} - 10^{15}$  tane elektronun bir araya gelmesiyle oluşan gruplara Domain adı verilir ve bu yapılar sadece ferromanyetik maddelerde görülürler. Ferromanyetik maddeler bir manyetik alan maruz bırakıldıklarında domain yapıları manyetik alan ile aynı yönlü yöneleceklerdir. Yönelme tüm domainler manyetik alan yönünde oluncaya kadar devam eder. Bu durumda malzeme tek domain durumuna gelir. Tek domain durumundaki malzeme üzerinden manyetik alan kaldırıldığında domain yapılarında önemsenecek bir değişiklik gözlenmez. Bu durum manyetizmada kalıcı mıknatıslanma olarak adlandırılır. Her manyetik madde için kalıcı mıknatıslanma değeri farklıdır. Kalıcı mıknatıslanma şiddetine bağlı olarak devamlılığını sürdürebilir belli bir süre sonra etkisi azalır ve tamamen kaybolur. Bunu yanı sıra kalıcı mıknatıslanma mekanik ve ısısal bazı enerji aktarımlar ile de ortadan kaldırılabilir.

### 2.3.2 Elektriksel Direnç Kavramı

Yükler, iletken içindeki elektrik alanın etkisi ile akım üretmek için hareket ederler. Ancak iletken içinde yüklerin hareketi çeşitli sebeplerden dolayı kısıtlanır ve yüklerin tamamı akım üretmek kullanılamaz. Bu yüklerin madde içerisinde karşılaştıkları etkiye elektriksel direnç denir. Elektriksel direnç elektriksel iletkenlik ile alakalı olduğundan. A kesit alanlı ve I akım taşıyan bir iletken düşünelim. İletken içindeki J akım yoğunluğu, birim hacim başına düşen akım olarak tanımlanır.  $I = nqv_s A$  olduğundan, akım yoğunluğu,

$$J \equiv \frac{I}{A} = nqv_s \quad (2.22)$$

ile verilir. Burada  $J$ , SI da  $A/m^2$  birimindedir. Bu ifade sadece, akım yoğunluğunun düzgün ve yüzeyin akım yoğunluğuna dik olması halinde geçerlidir. Genelde akım yoğunluğu vektörel bir büyüklüktür ve,

$$\vec{J} = nqv_s \quad (2.23)$$

dır.

Bir iletkenin uçları arasına bir potansiyel farkı uygulanırsa, iletken içinde bir  $J$  akım yoğunluğu ve bir  $E$  elektrik alan meydana gelir. Şayet potansiyel farkı sabitse, iletken içindeki akım da sabit olacaktır. Bazı maddelerde akım yoğunluğu, elektrik alan ile doğru orantılıdır. Bu Denklem 2.24'te gösterilmektedir.

$$J = \sigma E \quad (2.24)$$

$\sigma$  orantı katsayısına iletkenin iletkenliği denir. Birçok metal için akım yoğunluğunun elektrik alana oranının sabit ( $\sigma$ ) olduğu bilinir.  $\sigma$  elektriksel iletkenlik türünden elektriksel direnç Denklem 2.25 ile verilmektedir [44].

$$\rho = \frac{1}{\sigma} \quad (2.25)$$

### 2.3.3 Manyetodirenç

Anizotropik Manyetodirençin genel kavramı kolay anlaşılır ve modern aygıtlara hızlı ve doğru bir şekilde uygulanabilir. Metalik direncin teorisindeki ilginçlikler Meaden'inde belirttiği gibi Anizotropik manyetodirenç uygunluk sağlar. Anizotropik manyetodirenç 1945'li yıllardan daha önceki yıllarda çalışılmış konular olmasına rağmen yorumlamada bazı sorunlar yaşanmıştır. McKeehan nikel ve Permollylerde paralel direncin hem stres hemde magnetizasyon ile nasıl etkilendiğini açıklamıştır. O paralel direncin yaklaşık olarak yalnız dönen manyetik momentlerin fonksiyonu olduğunu ve verilen yönetime bağımlı olmaksızın elastik stres ve uygulanan

manyetik alan tarafından üretildiğini göstermiştir. Bozorth manyetodirençi domain teori bakımından aydınlatmaya çalışıldığında açık bir şekilde Ni-Fe alaşım film sistemlerini  $\Delta\rho/\rho_{av}$  ölçümlerinin hem dik hem de paralel dirençle ilişkili olduğunu gösterdi. Alaşımların küçük parçalarındaki bağımlılık onların magnetostrictive etkileşimleri ve tane yapılarından kaynaklanır [43]. Araştırmacılar bu olayı aydınlatmak için birçok çalışma yapmış ve manyetodirençin teorisini ortaya koymuşlardır.

Metallere akım verildiğinde bu akımı oluşturan elektronlar numune içindeki kristal kusurları gibi kristalin mükemmelliğini bozan sebeplerden dolayı %100 verimlilikle metalin içinde hareket edemez. Buna elektriksel direnç denir ve tüm metallerde gözlenir. Bunun yanı sıra metallerdeki elektriksel direnç manyetik alanın değişmesiyle de değişim göstermektedir. Bir metalin herhangi bir manyetik alana girmesi sonucunda elektriksel direncinin değişmesi olayına “Manyetodirenç” denir. Direnç artan manyetik alan artmasıyla birlikte artabilir (pozitif MR) ya da azalabilir (negatif MR). Herhangi bir metal için ölçülen MR sadece uygulanan manyetik alanın şiddetine bağlı değil, aynı zamanda metalden geçen akıma göre uygulanan manyetik alanın yönüne de bağlıdır. Ferromanyetik maddelerde ve bunların alaşımlarında Anizotropik Manyetodirenç (AMR) gözlenir. AMR de manyetik alan akıma dik olduğu zaman enine manyetodirenç (EMR), paralel olduğu zaman boyuna manyetodirenç (BMR) ölçülür. Cu ve Ag gibi ferromanyetik olmayan metallerde hem enine hem de boyuna olan MR (manyetodirenç) uygulanan manyetik alanın artmasıyla çok az bir artış gösterir. Ferromanyetik metallerde (Fe, Ni, Co) ve bunların alaşımlarında elektriksel direnç manyetik alan akıma paralel olduğu zaman manyetik alan arttıkça artar, dik olduğu zaman manyetik alan artarken direnç azalır. Her iki durumda da belli bir manyetik alan değerinin üstünde dirençteki azalma veya artma doyuma ulaşır [15].

Manyetik maddeler manyetik alana kondukları zaman farklı özellikler gösterirler. Bu durum manyetik maddelerin farklı yapısal özelliklerinin olmasından kaynaklanmaktadır. Bu farklı özelliklere göre manyetodirenç; Tunneling Manyetodirenç (TMR), Collasal Manyetodirenç (CMR), Anizotropik

Manyetodirenç (AMR), Giant Manyetodirenç (GMR), Ordinary Manyetodirenç (OMR).

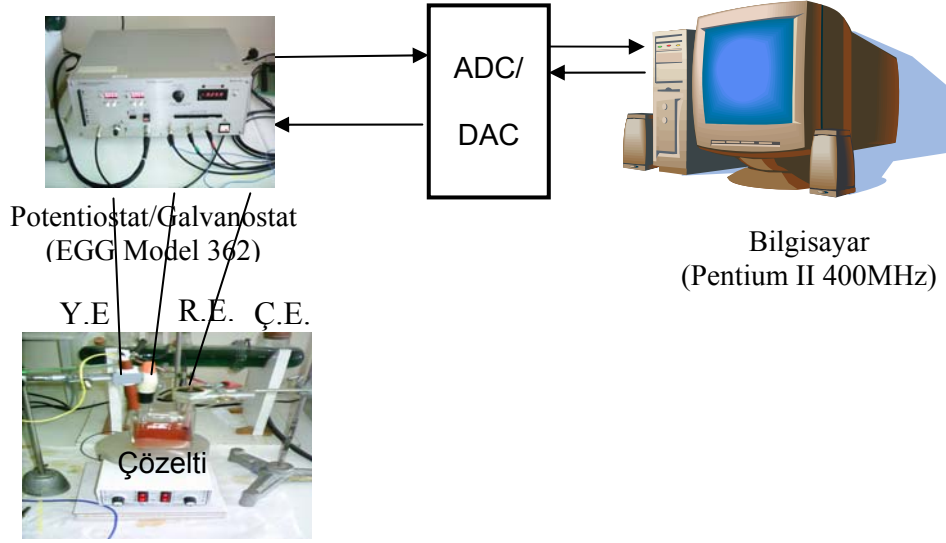
### **3. DENEYSEL TEKNİKLER**

Bu çalışmada, elektrodepozisyon sistemi ile film üretimi ve üretilen filmlerin elektrokimyasal, yapısal ve yüzey analizlerinin yanı sıra manyetodirenç analizlerinde kullanılan materyal ve teknikler ayrıntılı olarak ele alınmıştır. Bu bölümde ilk olarak depozisyon potansiyelinin belirlendiği dönüşümlü voltammetri tekniği kullanılarak filmlerin hazırlanması ile ilgili bilgiler verilmektedir. Film üretim aşamasının ardından filmlerin yapısal analizi için x-ışını kırınım yöntemi ve taramalı elektron mikroskobu anlatılırken kimyasal analiz içinde enerji ayrımlı x-ışını spektrometresi anlatılmaktadır. Son aşama olarak ise filmlerin manyetodirenç analizlerinin yapıldığı manyetodirenç sistemi verilmektedir.

#### **3.1 Dönüşümlü Voltammetri Yöntemi**

Saf Co ve CoFe manyetik ince filmlerin biriktirilmesinde kullanılan çözeltilerin elektrokimyasal özellikleri dönüşümlü voltammetri (DV) yöntemi ile incelendi. Bu elektrokimyasal karakterizasyon için Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik bölümü Katıhal Araştırma laboratuvarında geliştirilen sistem Şekil 3.1 de verilmektedir. Bu düzenekte üçlü elektrot sistemi (Çalışma elektrotu; Ç.E., yardımcı elektrot; Y.E. ve referans elektrot; R.E) kullanılmaktadır. Buradaki sistem üçlü elektrot sistemine sahip bir hücre, akım ve voltaj değerlerini kaydeden bir bilgisayar ve taramalı potentiostat/galvonostat (P/G)'dan oluşmaktadır. Düzenekte Ç.E.'u olarak platin tel, Y.E. olarak platin levha, R.E. olarak ise DKE kullanılmıştır. Düzenekle yapılan deney, bilgisayarda pascal dilinde hazırlanmış bir program ile kontrol edilmektedir. Taramalı P/G potansiyeli istenen hızda ileri ve geri yönde tarayarak akım ve voltaj bilgisayar tarafından kaydedilir.



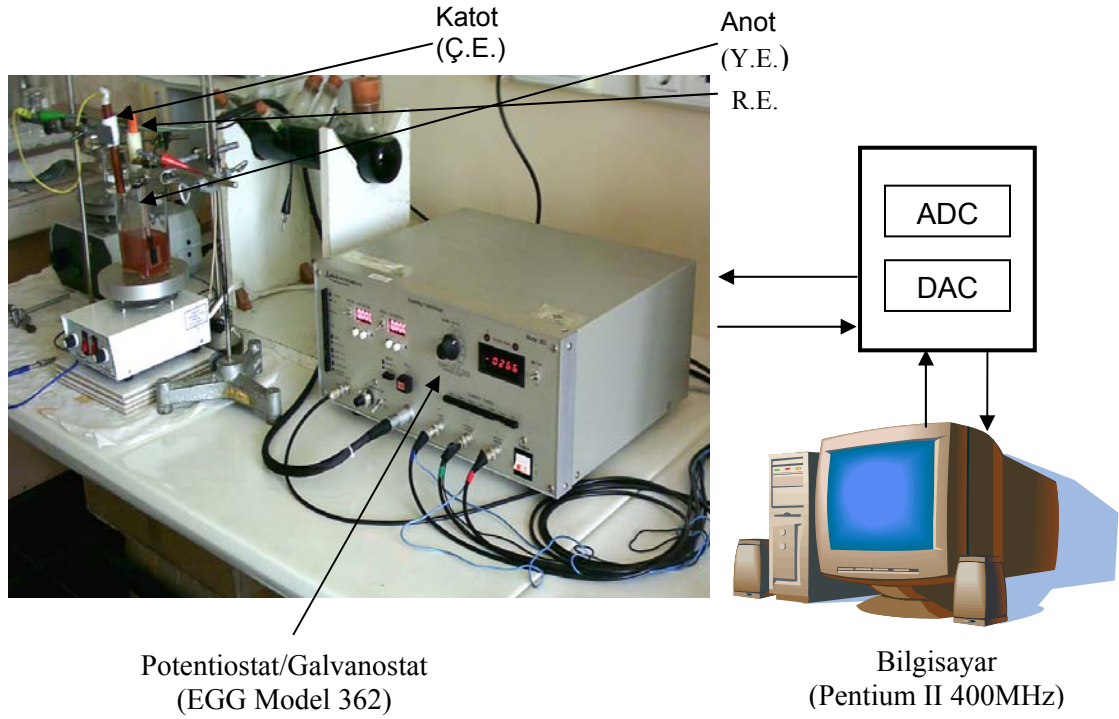


**Şekil 3.1.** Dönüşümlü voltametri (DV) deneyi için kullanılan deney düzeneğinin şematik diyagramı (Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Katıhal Araştırma laboratuvarı)

### 3.2 Elektrodepozisyon ile Filmlerin Üretilmesi

Filmlerin hazırlanması aşaması; filmlerin biriktirileceği alttabakanın hazırlanması, filmlerin biriktirme işlemi ve filmlerin alttabakadan sökülmesi işlemlerinin tamamlanmasıyla son bulur. Kullanılacak olan alttabakanın seçimi ve temizliği çok önemlidir. Alttabaka, depozit edilecek filmin düzgün oluşmasını sağlamak için temiz ve pürüzsüz bir yüzey olmalıdır. Bunun için alttabaka mekanik temizleme (zımparalama) yapılır. Zımparalama işleminde sırasıyla 240 ve 400'lük zımpara kâğıtları kullanılmaktadır. Alttabaka bu zımpara kâğıtlarıyla pürüzlülük ortadan kalkana kadar zımparalanır. Alttabaka temizlendikten sonra üzerine filmin depozit edileceği alan ( $2.88\text{cm}^2$ ) açıkta kalacak şekilde bantlandıktan sonra alttabaka saf su ve %10'luk  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisiyle yıkanarak temizlenir. Bu işlemin ardından alttabaka yine saf su ile yıkanır ve depozisyon işlemi için hazırlanmış olur. Temizlenen alttabaka depozisyon sistemine yerleştirilerek filmler büyütülebilir. Depozisyon işlemi gerçekleştirildikten sonra filmler jilet yardımıyla alttabakadan kolaylıkla çıkarılır. Alttabakadan çıkarılan filmler kurulama kâğıdı üzerine alınarak muhafaza edilir.

Bu çalışmada filmleri üretmek için Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik bölümü Katıhal Araştırma laboratuvarında TÜBİTAK tarafından desteklenen TBAG-1771 proje kapsamında geliştirilen [17] deneysel sistem kullanıldı (Şekil 3.2). Sistem üç elektrotlu potentiostat/galvanostat (P/G), bilgisayar, digital-analog çevirici (DAC), analog-digital çevirici (ADC) ve elektrokimyasal hücre (çözelti kabı)'den oluşmaktadır. Biriktirme, bilgisayar kontrollü yapılabildiği gibi bilgisayar kontrolsüz de yapılabilmektedir. Sistem potansiyel kontrollü olarak kullanıldığı zaman, P/G Ç.E.'nin potansiyelini R.E.'a göre sabit bir değerde tutulmasını sağlar. Hazırlanan alttabaka çalışma elektroduna bağlanır ve biriktirme bu elektrot yüzeyinde meydana gelir. Deneyde Y.E. olarak 2,5 cm\*2,5 cm yüzey alanına sahip bir platin levha kullanılır. Platin elektrot çözelti ile reaksiyona girmeyen bir metal olduğundan özellikle tercih edilmiştir. Y.E.'un amacı Ç.E.'nin gerektirdiği akımı sağlamaktır. Y.E.'un konumu ve biçimi Ç.E.'nin yüzeyi üzerindeki akım dağılımını belirlediği için önemlidir. Sistemde kullanılan Ç.E.'un yüzey alanı Y.E.'un yüzey alanından daha küçüktür. Homojen bir akım ve potansiyel dağılımı isteniyorsa Y.E.'un Ç.E.'dan mümkün olduğu kadar uzağa konması gerekir. R.E. Ç.E.'ye mümkün olduğu kadar yakın yerleştirilmelidir. Bu deneyde kullanılan elektrokimyasal hücrede Ç.E. ile R.E. arasındaki mesafe yaklaşık 2,5 cm, hücrenin toplam uzunluğu ise 7,5 cm'dir. Ç.E. ve R.E. arasındaki mesafe, bu iki elektrot arasında  $I R_S$  kadar bir potansiyel düşmesine sebep olur. Meydana gelen potansiyel düşmesi Y.E. ve Ç.E. arasındaki potansiyel farkından çok daha küçüktür.



**Şekil 3.2:** Saf Co ve CoFe filmlerin alttabakaya biriktirilmesinde kullanılan deneysel sistemin diyagramı (Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Katıhal Araştırma laboratuvarı)

DAC ve ADC, bilgisayar kullanılarak gerçekleştirilecek biriktirmede bilgisayar ile P/G arasındaki iletişimi sağlar. DAC, bilgisayardan gelen sinyali bir analog sinyale (voltaja) çevirir ve bu değer R.E.'a göre Ç.E.'nin potansiyeli olarak P/G'a gönderilir. ADC, P/G'dan gelen analog sinyalleri dijital sinyallere çevirerek bilgisayara gönderir. Bilgisayar hücrenin anodu ve katodu arasında geçen yük miktarını elde etmek üzere akımı toplar. Bu yük miktarından yola çıkarak bulunan filmin kalınlığı, istenilen değere ulaştığında bilgisayar potansiyel uygulamasını durdurur. Burada tabaka kalınlığı için gerekli yük miktarı (anot ve katot arasında geçen bütün yük), Faraday kanununa göre hesaplanır. Bu hesaplamada akım verimliliği %100 kabul edilir. Bu şekilde hesaplanan tabaka kalınlığına o metalin nominal (varsayılan, itibari) kalınlığı denir. Pratikte akım verimliliği, hidrojen gazı çıkışı sebebiyle %100'den daha küçük olabileceğinden, filmin gerçek kalınlığı nominal kalınlığın akım verimliliği ile çarpımından bulunabilir.

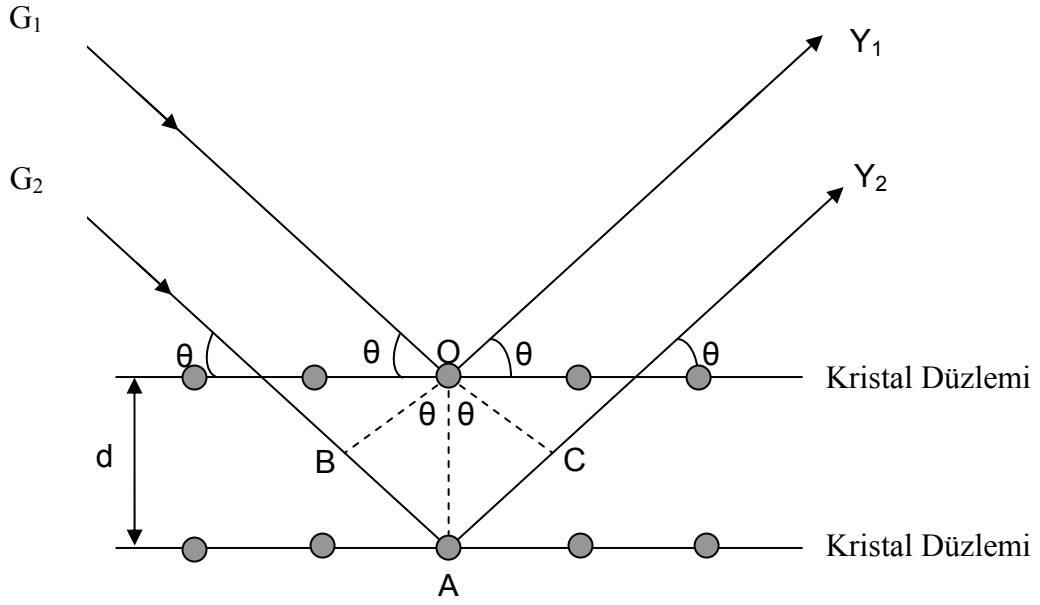
Filmlerin hazırlanmasında son aşama ise filmlerin biriktirildiği alttabakadan sökme işlemidir. Biriktirme işlemi bitirildikten sonra titanyum alttabaka üzerinde olan film çözelti içinden çıkartıldıktan sonra saf su ile yıkanır. Daha sonra biriktirme işleminde alttabakaya yapıştırmış olduğumuz bant filme zarar vermeden çıkartılır. Daha sonra film alttabaka üzerinden jilet yardımıyla sıyrılır ve kurulama kâğıdının arasında saklanır.

### 3.3 X-ışınları Kırınımı (XRD)

Doğada bulunan birçok madde düzenli ve periyodik bir yapıya sahiptir. Bu maddeler içindeki atomlar arası uzaklığın yaklaşık 1-2Å olduğu bilinmektedir. Bu derece yakın ve sıralı atomlardan oluşan maddelerin kristal yapılarını belirlemek için kullandığımız tekniğe X-Işını Kırınımı ve bu ölçümleri alan cihaza da X-Işını Difraktometresi (XRD) denir.

Madde üzerine x-ışını demeti gönderildiğinde maddenin atomlarından bu x-ışını demeti bütün yönlerde saçılacaktır. Saçılma sırasında bazı x-ışınları birbirini yok ederken (yıkıcı girişim) bazıları da bir birini kuvvetlendiren yapıcı girişim oluştururlar. Yapıcı girişim yalnızca Bragg denklemini sağlayan geliş açılarında meydana gelmektedir:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (3.1)$$



**Şekil 3.3:** Kristal düzlemlerinden yansıyan X-ışınları

Denklem 3.1’de  $d$  düzlemler arası mesafe,  $\theta$  düzleme gelen ve düzlemden yansıyan ışınlarla düzlem arasındaki açı,  $\lambda$  gelen X-ışınının dalgaboyu ve  $n$  yansıma mertebesidir.  $n=0$  değerini alırsa herhangi bir yansıma gözlenmez.  $n$ ’nin en küçük değeri 1 olmalıdır. Şekil 3.3’de görüldüğü gibi kristal yapı üzerine  $G_1$  ve  $G_2$  ışınları düzlemlerle  $\theta$  açısı yapacak şekilde gelmiştir. Bu ışınlar kristal yapıdaki atomlarda difraksiyona uğrayarak  $Y_1$  ve  $Y_2$  ışınları gibi saçılırlar. Burada geçen ve yansıyan ışınlar arasındaki açı  $2\theta$ ’dir. Bu değere difraksiyon açısı denir ve deneylerde  $\theta$  yerine  $2\theta$  ölçülür [40]. XRD tekniği kullanılarak alaşımların yapıları da aydınlatılabilmektedir.

Alaşım oluşumunda, malzeme içindeki atomların bireyselliğini bozup alaşımlandırılmaları isteniyorsa bir birinin yerini her oranda alabilen atomlara sahip olan maddeler seçilmelidir. Buna en iyi örnek NiCu alaşımlarıdır. Bu iki maddeden alaşım oluşturulduğunda bir birlerini çok iyi örtmelerinin sebebi hem Ni hem de Cu atom yarıçaplarının birbirine çok yakın olması ve kristal yapılarının aynı olmasıdır. Bir x-ışını kırınım deseni atomların dizilmiş olduğu düzlemleri göstermektedir. İşte bu düzlemler yardımıyla alaşımımızın hangi yapıda kristalleştiğini bulmak mümkün

olmaktadır. Aşağıdaki şekilde Anadolu Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme Bilimi Seramik Bölümündeki XRD cihazının fotoğrafı verilmektedir. Bu çalışmada hazırlanan filmlerin XRD ölçümleri, Eskişehir Anadolu Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi Bölümü'nde bulunan Rigaku-rint 2200 model x-ışını difraktometresi ile yapıldı. Ölçümler, Cu K $\alpha$  (1,54059 Å) ışınması kullanılarak  $2\theta=40^\circ-100^\circ$  arasındaki açılarda  $0.02^\circ$  adımlar halinde gerçekleştirildi.  $2\theta$ 'nın  $40^\circ$  ile  $100^\circ$  arasında seçilmesinin nedeni Co ve Fe'in beklenen yansımalarının bu bölgede bulunmasıdır.



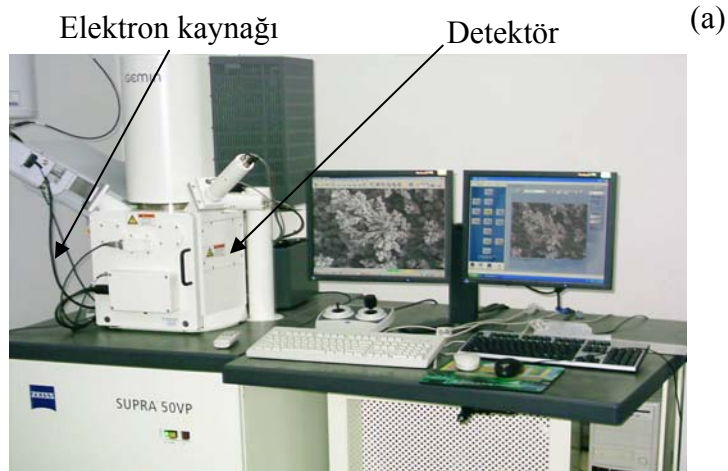
**Şekil 3.4:** XRD cihazı (Anadolu Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Seramik Bölümü)

### 3.4 Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX Analizi

Çok küçük cisimlerin büyük görüntülerini oluşturmak için elektron mikroskopları kullanılır. Yüksek ayırma gücüne sahip bir teknik olan taramalı elektron mikroskobu katı yüzeyinin çok ince bir tabakasının incelenmesi için geliştirilmiştir. Filmlerin yüzey görüntülerinin alınmasında kullandığımız Taramalı Elektron Mikroskobu Zeiss Supra 50 Vp model bir mikroskoptur.

Taramalı Elektron Mikroskopunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir [45,46].

Mikroskopta yapılacak incelemelerde numuneler genellikle inorganik ve organik olarak iki grupta toplanabilir. Ayrıca inorganik numuneler de metal ve metal-olmayanlar şeklinde iki gruba ayrılabilir. Metal numuneler iletken oldukları için yüzeyleri kaplama yapılmadan incelenebilir. Ancak metal olmayan yalıtkan numunelerin yüzeyleri en fazla 20 nm mertebesinde iletkenliği sağlayan altın veya karbon ile kaplanması gerekmektedir. Yüksek çözünürlüğe sahip numune görüntüsü elde etmek için, incelenecek numuneler metal olsa bile yüzeylerine altın kaplama işlemi uygulanmaktadır. Aşağıdaki şekilde Anadolu Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme Bilimi Seramik Bölümündeki SEM cihazının fotoğrafı verilmektedir [34].



**Şekil 3.5:** SEM cihazının fotoğrafı(Anadolu Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Seramik Bölümü)

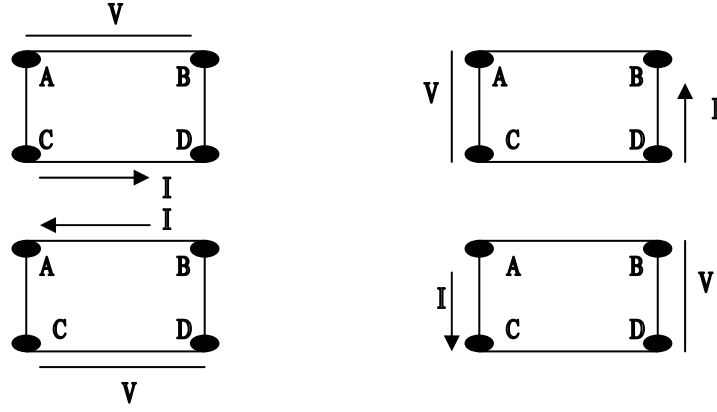
EDX analizinde iletken örnek üzerine elektron demeti gönderilir. İletken üzerine gönderilen elektron demetinin enerjisi 10-20keV civarındadır. Bunun sebebi iletken maddede ki atomlardan yayımlanan x-ışınlarıdır. X- ışınları madde ile 2 mikron kalınlık civarında etkileşirler. Filmdeki her bir elementin madde içerisindeki resmi elektron demetinin taşınmasıyla SEM e benzer bir davranış elde edilir.

Elektron demeti bir katı içerisine gönderildiğinde bu katı içindeki elektronlar ile saçılmalara uğraya bilirler. Eğer katı içerisine verilen elektronlar, elektronların orbitallere bağlanma enerjilerinden daha büyükse atom içerisinden bir elektronu söker. Sonuç olarak burada boşalan elektron yörüngesine bir üst yörüngeden başka bir elektronun bu boşalan yere geçmesiyle bir x- ışını yayınlanır. Her bir elementin elektronik yapısı birbirinden farklı olacağından oluşan x-ışını fotonu her elementten emilecek olan x-ışınlarına bağlıdır. İşte EDX de bu soğrulan X-ışınlarına göre elementler tayin edilir.

### **3.5 Manyetodirenç**

Manyetik ince filmler,( Ni, Co, Fe ve bunların alaşımları ) belirli bir manyetik alana maruz bırakıldığında elektriksel iletkenliğinde değişim gözlenen malzemelerdir. Bu değişime manyetodirenç adı verilmektedir. İnce filmlerin manyetodirenç ölçümleri Van der Pauw (VDP) metodu kullanılarak yapılabilir. Manyetodirenç ölçümlerinde film bir örnek tutturucu üzerine yerleştirilir ve örnek üzerinden geçen akıma karşılık film üzerindeki voltaj değerleri kaydedilir. Bu kaydedilen voltaj değerlerinden faydalanılarak manyetodirenç değerleri hesaplanmaktadır. Literatürden de bilindiği gibi iki farklı manyetodirenç ölçüm konumları mevcuttur. Bunlar; manyetik alanın uygulanan akıma paralel olduğu Boyuna Manyetodirenç (BMR) ve uygulanan akıma dik olduğu Enine Manyetodirenç (EMR) olarak bilinmektedirler. Bu manyetodirenç ölçümlerinin yapıldığı geometriler Şekil 3.6'de verilmektedir.





**Şekil 3.6:** Elektriksel direnç ölçümlerinde kullanılan deneysel geometriler

Şekil 3.6'daki gibi akım C ve D noktaları arasında uygulanırken potansiyel farkı A ve B noktaları arasında ölçülürse filmin Van der Pauw direnci; [41]

$$R_1 = \frac{V_A - V_B}{I_{CD}} \quad (3.2)$$

eşitliği ile verilir. Bu bağlantılar ile filmin boyuna manyetik direnci (BMR) ölçülür. Aynı sonuç akımın A ve B noktalarına uygulanarak potansiyelin C ve D noktalarından ölçülmesi ile de bulunabilir. Eğer akım B ve D noktaları arasında uygulanır, A ve C noktaları arasındaki potansiyel farkı ölçülürse filmin direnci:

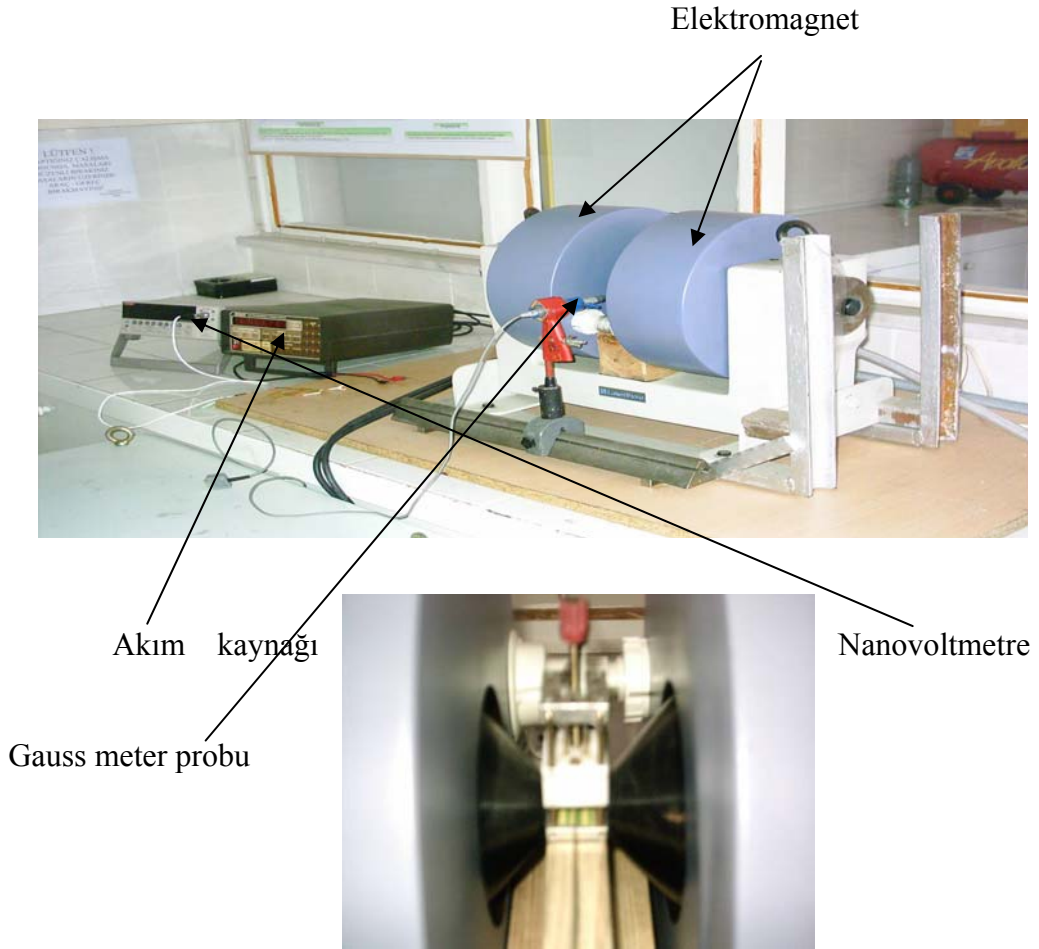
$$R_2 = \frac{V_A - V_C}{I_{BD}} \quad (3.3)$$

olarak belirlenir. Burada ise filmin enine manyetodirenci (EMR) ölçülmüş olur. Benzer şekilde numunenin EMR değeri, A ve C noktaları arasına akım uygulanarak, B ve D noktaları arasından potansiyel ölçülmesiyle de tespit edilebilir.

Saf Co ve CoFe alařım filmlerin MR ölçümleri oda sıcaklığında,  $\pm 10$  kOe arasında uygulanan manyetik alanlarda yapılmıřtır. Filmin direncindeki yüzde deęiřim miktarı MR (%);

$$MR(\%) = \frac{R(H) - R_{\min}}{R_{\min}} \times 100 \quad (3.4)$$

Denklem 3.4'e göre hesaplanmıřtır. Burada  $R(H)$  uygulanan herhangi bir manyetik alandaki direnç,  $R_{\min}$  ise direncin en küçük olduęu deęerdir. řekil 3.7 de Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Arařtırma Laboratuarlarında MR (TBAG-1771 sayılı proje ile alınan) ölçümleri aldığımız sistem ve kullandığımız örnek tutucu verilmektedir.,



**řekil 3.7:** Örnek tutucu ve Manyetodirenç Sistemi (Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Arařtırma Merkezi Fizik laboratuarı)

## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

### 4.1 CoFe Alaşım Filmlerinin Hazırlanması

Co ve CoFe filmlerin depozisyonu için hazırlana çözeltilerin bileşimleri ve depozisyon şartları Tablo 4.1 te verilmiştir. Co filmler T1 çözeltisi kullanılarak farklı elektrokimyasal parametrelere göre büyütülmüştür.

Bu çalışmada ilk olarak filmler farklı pH değerlerine göre büyütülmektedir. Çünkü T1 çözeltisinden film ürettikçe filmin üretildiği çözelti pH'nın giderek azaldığını görülmektedir. Bu nedenle filmler, pH değeri sabitlendikten sonra diğer parametreler (depozisyon potansiyeli, film kalınlığı gibi) kullanılarak depozit edilmiştir. pH a göre üretilen filmlerin pH değerleri 2.76, 2.22, 1.91 ve doymuş kalomel elektrota (DKE) göre -2.5V'luk bir katot potansiyeli kullanılarak 3µm kalınlıkta filmler büyütüldü. İkinci turda büyütülen filmler üretim potansiyeli değişkenine göre incelendi. Farklı depozisyon potansiyeli kullanılarak büyütülen filmler sabit çözelti pH'ına (1.91) ve 3µm film kalınlığına sahiptirler. Depozisyon işleminin gerçekleşmesi için çözelti içindeki elektrotlar arasına uygulanan potansiyeller -1.8 V , -2.0 V, -2.3 V, -2.5V ve -2.7 V tur. Tüm bu işlemler yapıldıktan sonra son aşama olarak film kalınlığı değiştirilerek saf Co filmler üretilmiştir. Filmlerin kalınlıkları 3µm ile 5µm arasında değiştirilmiştir. Burada bu işlemlerin yapılmasının amacı farklı üretim koşullarında Co filmlerin özelliklerinin nasıl değiştiğini görmektir.

**Tablo 4.1:** Co ve CoFe filmlerinin depozisyonunda ve çözeltilerin elektrokimyasal karakterizasyonunda kullanılan çözelti içerikleri

<b>ÇÖZELTİ</b>	<b>Kobalt Sülfat (M) CoSO<sub>4</sub>7H<sub>2</sub>O</b>	<b>Demir Sülfat (M) FeSO<sub>4</sub>7H<sub>2</sub>O</b>	<b>Borik Asit (M) H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub></b>
<b>T0</b>	0	0	0.3
<b>T1</b>	0.5	0	0.3
<b>T2</b>	0.5	0.1	0.3
<b>T3</b>	0	0.1	0.3
<b>T4</b>	0.5	0.01	0.3
<b>T5</b>	0.5	0.04	0.3
<b>T6</b>	0.5	0.08	0.3
<b>T7</b>	0.5	0.12	0.3

CoFe filmlerin depozisyonu için T2 çözeltisi kullanıldı. Co filmler için yapmış olduğumuz tüm işlemler CoFe alaşım filmleri içinde yapılmıştır. Co filmlerin üretim parametrelerinin tamamı ve ayrıca Fe konsantrasyonuna bağlı olarak CoFe filmler üretilmiştir. Böylece Fe'in CoFe filmlerin kalitesine etkisi de incelenmiştir.

#### **4.2 Filmlerin Elektrokimyasal Karakterizasyon**

Bu bölüm iki kısımdan oluşmaktadır. İlk kısımda Co ve CoFe filmlerin alttabaka üzerine depozit olmaya başladığı potansiyel değerinin belirlendiği dönüşümlü voltametri yöntemiyle depozisyon potansiyeli belirlenmiştir. İkinci kısımda ise filmlerin depozisyonu esnasında bilgisayar ortamına kaydedilen veriler yardımıyla elde ettiğimiz akım-zaman eğrileri incelenmektedir.

Bu çalışmada ilk olarak Co ve CoFe manyetik ince filmlerin depozisyon potansiyelinin belirlemek için Dönüşümlü Voltametri (DV) tekniği kullanılmıştır. Çözeltilerin dönüşümlü voltamogramları elde edilirken potansiyel taraması, pozitif

potansiyelden (DKE'ye göre +1.0V) negatif potansiyele (DKE'ye göre -1.6V'a) doğru 20 mV/s'lik tarama hızı ile titanyum alttabakada 0.1\*0.1 cm<sup>2</sup> yüzey alanı kesilmiş bir bölge üzerinde gerçekleştirildi. Çözeltilerin DV eğrilerinden faydalanarak Co ve CoFe filmleri için alttabaka üzerine depozisyonun başladığı potansiyeli ve alttabakadan geri çözünmeye başladıkları potansiyeller belirlendi.

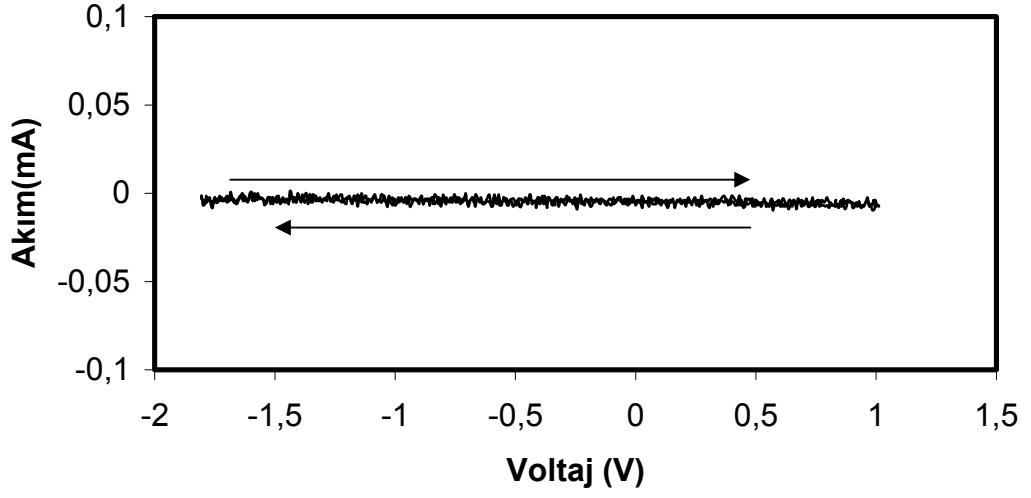
Borik asidin depozisyona olan etkisini görmek için, DV eğrisi öncelikli olarak ele alındı. Şekil 4.1'de T0 çözeltisinden alınan DV grafiği verilmektedir. Grafiği incelediğimizde potansiyel taraması altında çözelti içerisinde akım geçmediği görülmektedir. Bu beklenen bir sonuçtur ve depozisyon işleminde borik asidin depozit edilmediği anlamına gelir.

Şekil 4.2'de pH = 4.67 değerine sahip olan saf Co çözeltisinin (T1) DV eğrileri görülmektedir. Potansiyel taramasında DKE'ye göre +1.0V'la -0.8V değerleri arasında çözelti içerisinde geçen akımın sıfıra çok yakındır. Akımın bu değerlerde olması bu potansiyel aralığının çözeltideki kobalt iyonlarının çözelti-elektrot ara yüzeyinden elektrot yüzeyine gelmesine yetecek seviyede olmadığını göstermektedir. Yani bu potansiyel aralığında Co film büyütmemiz mümkün değildir. Grafiklerden de görüleceği gibi katodik potansiyel DKE'ye göre -0.8V'un üzerindeki değerlere çıktığında çözelti içindeki elektrotlar arasında giderek artan bir akım gözlenmektedir. Bu akım artışı muhtemelen çözelti içindeki Co ve hidrojen iyonlarının katot yüzeyinde indirgenmesinden kaynaklanmaktadır. Katodik limite (-1.6V) ulaşıldıktan sonra tarama bu seferde ters yönde yapılmaya başlanır. Bu durumda potansiyel DKE'ye göre -0.8V değerine gelene kadar akım katodik olarak azalmaktadır. Ancak akımın azalması ters yönde bir hareketin olabileceğini akla getirmemelidir. Yani burada hala katot üzerine biriktirme işlemi gerçekleşmektedir. Ancak akımın azalıyor olması voltaj değerinin düşmesinden dolayı Co atomlarının elektrot yüzeyine daha yavaş depozisyonundan kaynaklanır. DV eğrisine bakıldığında DKE'ye göre 0V değerinden -1.6V değerine gidiş ile bu değerden 0V değerine geri dönüşün aynı yolu izlemediği görülmektedir. Bunun sebebi akımın ilk geçmeye başladığı konumda alttabaka üzerinde depozisyon olmasına rağmen potansiyel taraması geri çevrildiğinde alttabakanın film ile kaplanmış olması olabilir. Anodik yönde potansiyel taraması devam ederken DKE'ye göre 0.5V civarında bir

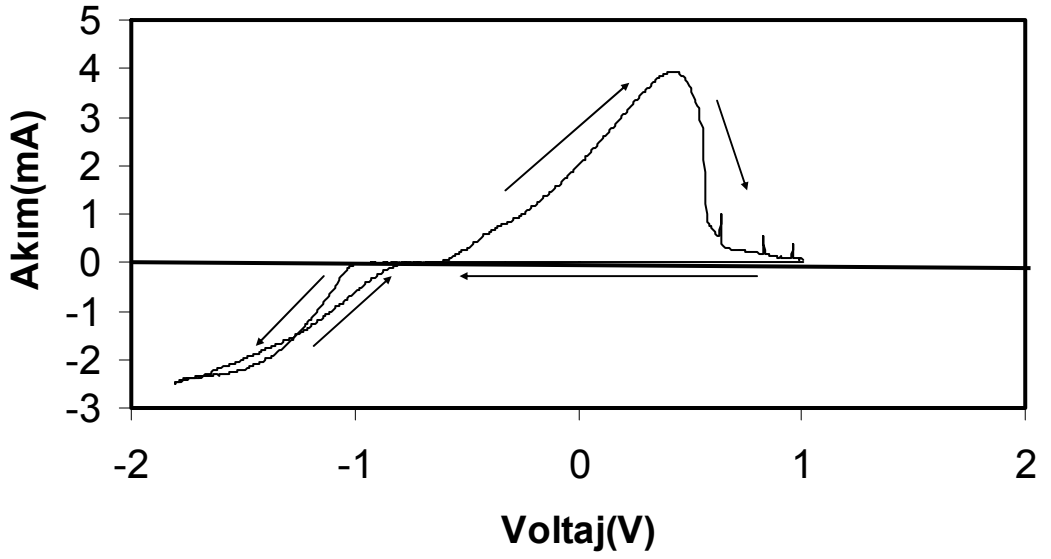
pik gözlenmektedir. (Literatürdeki bazı çalışmalarda da Co anodik yöndeki potansiyel taramalarında geri çözünme piki olduğu görülmektedir.) [35]. Bu pik tahmin edileceği gibi Co'ın geri çözünme pikidir. Tek pik gözlenmesi Co ın tek aşamada geri çözündüğünü göstermektedir. Ancak yapılan çalışmalarda Co elementi için iki geri çözünme pikinin olduğu çalışmalrda mevcuttur [39].

CoFe alaşım filmlerin depozisyona başladığı potansiyelleri belirlerken Co ve Fe metallerinin tek başlarına DV grafiklerini incelenmesi CoFe filmlerin depozisyon potansiyelinin belirlenmesi için faydalı olacaktır. Saf Fe çözeltisinin DV eğrisinde de görüldüğü gibi ilk başta DKE'ye göre -1.0V ile +1.0V arasında önemli bir akım geçişi gözlenmez, buda bu arada bir biriktirme işleminin olmadığını göstermektedir. Fe iyonlarının alttabaka üzerine depozisyonu -1.0V tan sonra başlamaktadır [36]. O halde Co ve Fe'in aynı anda alttabakada depozit olmasını istiyorsak -1.0V tan daha büyük bir potansiyel farkı uygulanmalıdır.

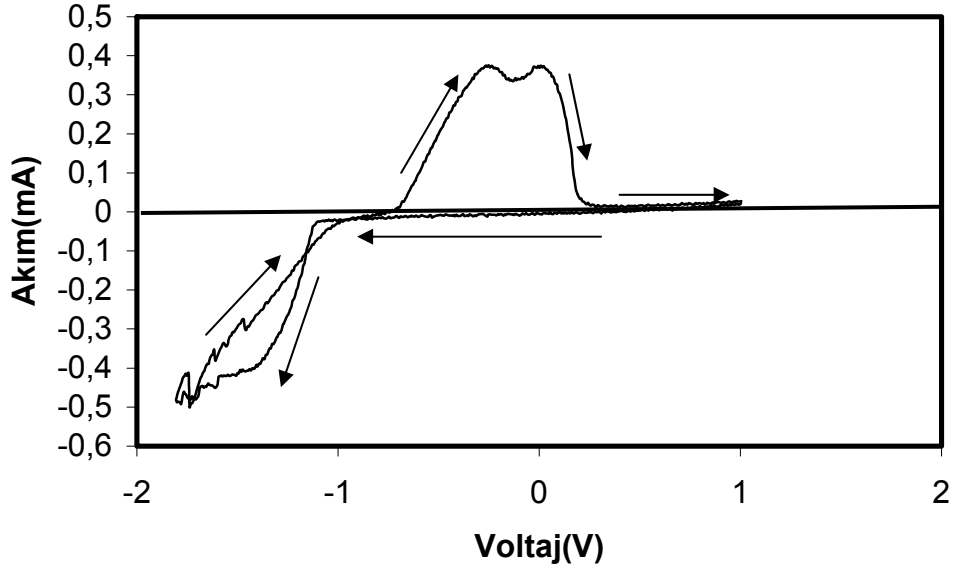
Şekil 4.4'te görülen T2 çözeltisinin DV grafiğine göre akım değeri DKE'ye göre +1.0V ile -0.8V (Şekil 4.4 bakınız) arasında hemen hemen sıfır değerini göstermektedir. Yani bu potansiyeller arasında CoFe alaşımı elektrot yüzeyinde oluşamaz. -0.8V değerinden sonra akım değerinde sürekli bir artış gözlenmektedir. CoFe manyetik filmlerin depozisyonunda kullanmış olduğumuz demir tuzu  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  olduğundan bu maddeden hazırlanan çözelti hava ile temas ettiğinden çözelti içindeki  $Fe^{+2}$  iyonları  $Fe^{+3}$  iyonlarına dönüşmektedir. T3 çözeltisinin DV eğrisinin anodik tarama kısmında  $Fe^{+2}$  ve  $Fe^{+3}$  gözlenen pikler de elektrot yüzeyinden farklı zamanlarda geri çözündüklerini ortaya koymaktadır. T2 çözeltisini anodik taraması yapıldığında geri çözünme piklerinin bulunduğu bölgede çok sayıda piklenme görülmektedir. Buradaki pikler hem demir iyonlarından hem de Co'ın geri çözünme pikleri olduğu ileri sürülebilir.



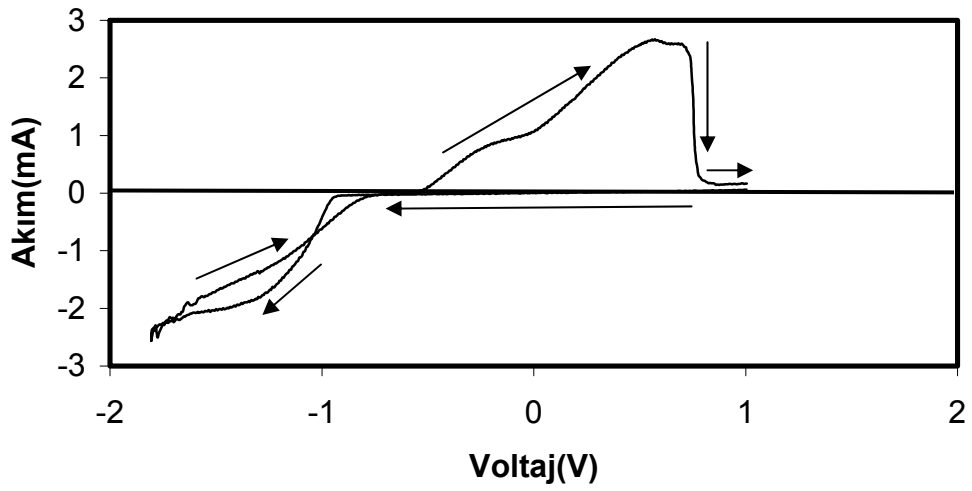
Şekil 4.1: pH= 4.52 değerine sahip ve oda sıcaklığındaki H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> çözeltisinin (T0) DV eğrisi



Şekil 4.2: pH= 2.35 değerine sahip ve oda sıcaklığındaki Co çözeltisinin (T1) DV eğrisi



Şekil 4.3: pH= 2.44 değerine sahip ve oda sıcaklığındaki Fe çözeltisinin (T3) DV eğrisi



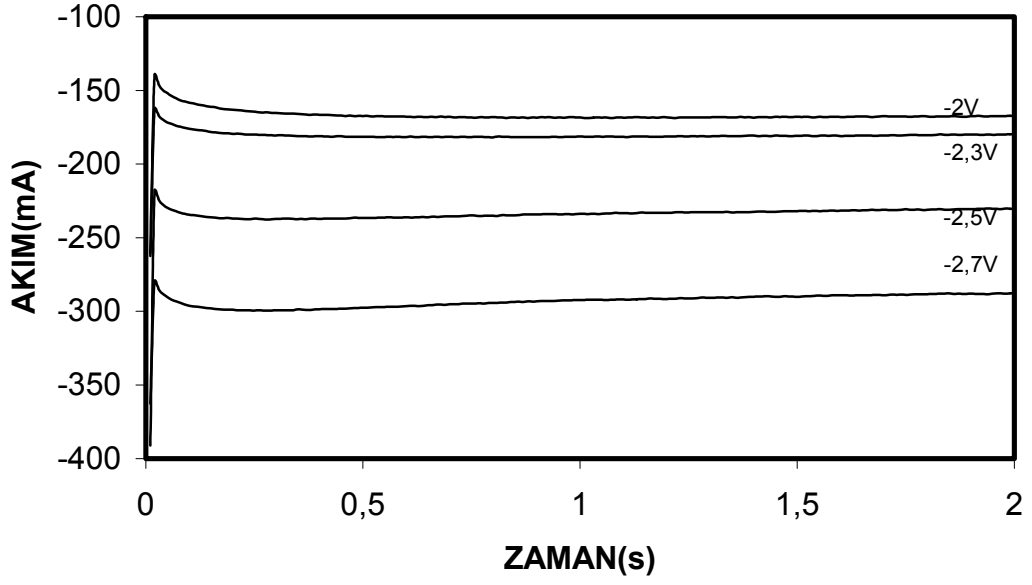
Şekil 4.4: pH= 3.70 değerine sahip ve oda sıcaklığındaki CoFe çözeltisinin (T2) DV eğrisi



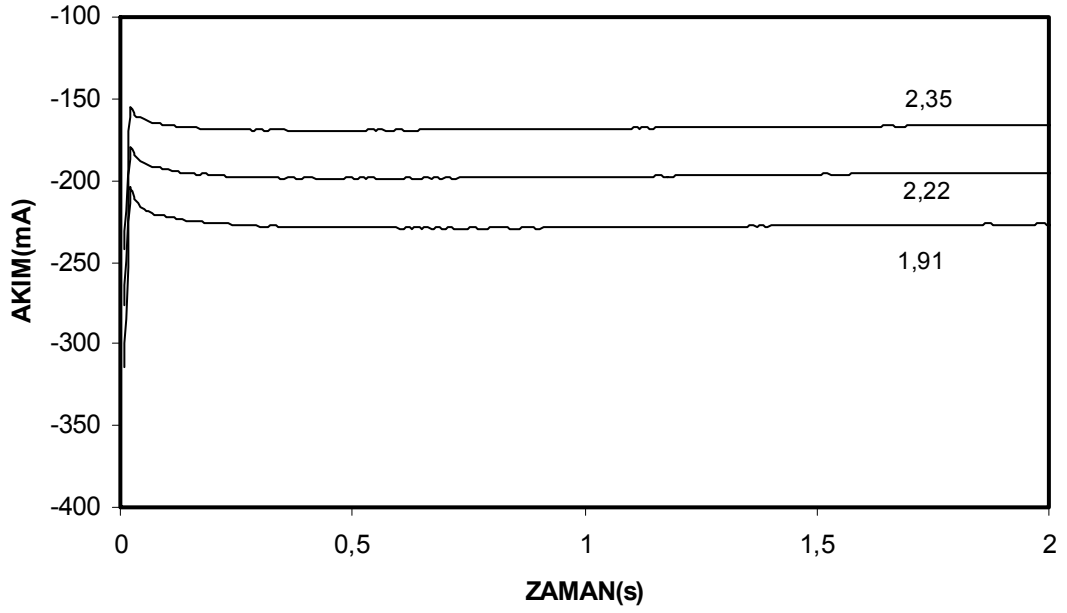
Bu bölümün ikinci kısmında Co ve CoFe filmlerin büyüme mekanizmalarını Bölüm 3.2’de anlatıldığı şekilde depozisyon sırasında bilgisayar ortamına kaydedilen akım-zaman geçişleri çözelti pH’ı, depozisyon potansiyeli ve konsantrasyona göre incelenmiştir.

Şekil 4.5’ de pH= 1.91 olan T1 çözeltisinden 3µm kalınlığında farklı biriktirme potansiyelleri kullanılarak büyütülen Co filmlerin akım zaman grafikleri incelenmiştir. Grafiklerden görülebildiği gibi ilk birkaç saniyeden sonraki durumlarda akım sabitlenmektedir. Depozisyon işleminin kararlı bir akım altında gerçekleştiğini göstermektedir. Kararlı akım olması depozisyon işlemi boyunca alttabakaya giden Co ve Fe iyonlarının hemen hemen sabit hıza sahip olduklarını gösterir ki bu da üretilen filmimizin kalitesiyle ilişkilidir. Alttabakada üzerine depozit etmek istediğimiz atomlar ne kadar düzenli olarak alttabakaya gelirlerse film o kadar düzgün bir yapıda kristalleşir. Bu aşamada filmlerin sabit bir akım altında oluştuğunu ispatladığımızı göre bundan sonra filmlerin büyütme mekanizmaları incelenirken ilk 2 saniyelik kısımlarının alınması yeterli olacaktır. Farklı üretim potansiyellerinde filmlerin büyüme mekanizmalarına bakıldığında artan biriktirme potansiyeline paralel olarak elektrotlar arasından geçen akım değeri de büyümektedir.

Şekil 4.6’da verilen DKE’ye göre -2.5V ta, 3µm kalınlıkta 2.35, 2.22, 1.91 gibi farklı pH değerlerin de büyütülen filmlerin akım zaman grafiklerine incelendiğinde azalan pH değeri ile çözelti içerisinde geçen akımın bir miktar arttığı gözlenmektedir. Bunun sebebi pH değerinin azalmasıyla çözelti içerisindeki hidrojen iyonu sayısının artması ve bu hidrojen iyonlarının da depozisyon işlemine katılmasından veya elektrot konumlarından kaynaklanmış olabilir.

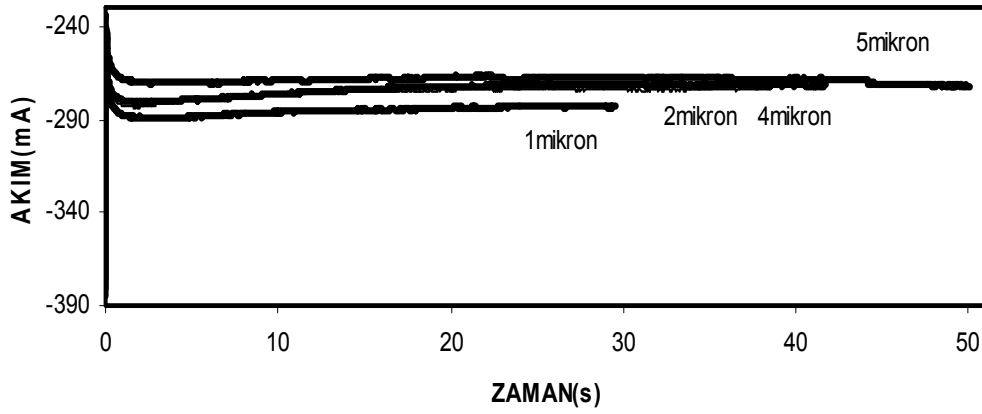


Şekil 4.5: 3µm kalınlıkta pH= 1.91 değerli T1 çözeltisinden farklı biriktirme potansiyellerinde üretilen filmlerin akım zaman grafikleri

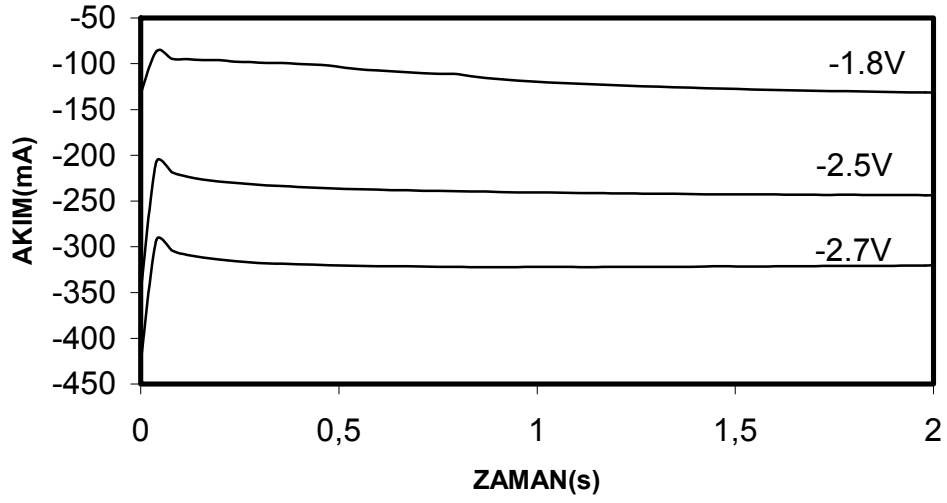


Şekil 4.6: 3µm kalınlıkta DKE'ye göre -2.5V depozisyon potansiyelinde T1 çözeltisinden farklı çözelti pH değerlerinde üretilen filmlerin akım zaman grafikleri

Şekil 4.7’de pH= 2.96 değerindeki T2 çözeltisinden farklı kalınlıklarda büyütülen CoFe alaşım filmleri için akım zaman grafikleri yardımıyla büyüme mekanizmaları incelenmiştir. CoFe alaşım filmlerde de saf Co filmlerinde olduğu gibi kalınlık değişimiyle elektrotlar arasındaki akım değerinin neredeyse sabit olduğu görülmektedir. Kalınlık arttıkça CoFe alaşım filmlerin biriktirme işleminin gerçekleştiği süre artmaktadır. Akım değerinin yaklaşık sabit olması biriktirme işleminin doğru yapıldığını göstermektedir. Şekil 4.8’de T2 çözeltisinden 3µm kalınlıkta, farklı depozisyon voltajında büyütülen filmlerin akım zaman grafikleri gösterilmektedir. Kararlı bir akım geçmekle birlikte Co filmlerinde olduğu gibi artan voltaj ile akım değeri de arttığı görülmektedir.

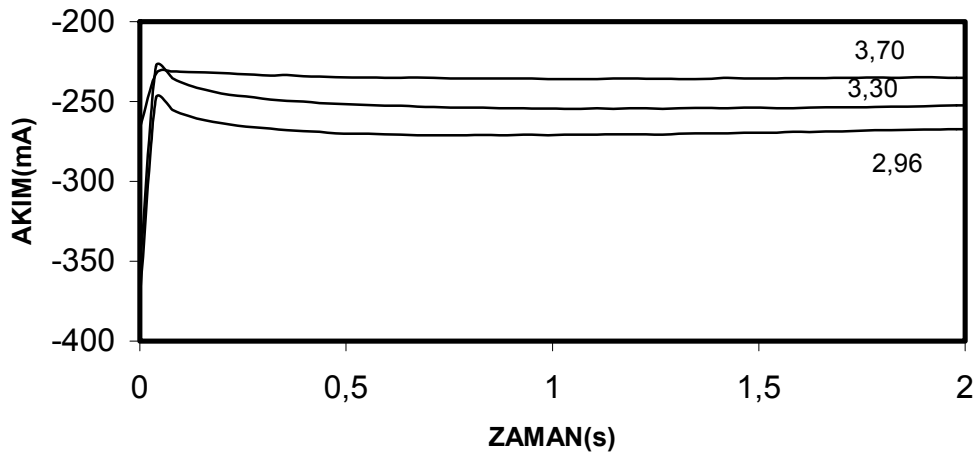


**Şekil 4.7:** DKE’ye göre -2.5V katot potansiyelinde, pH= 2.96 olan T2 çözeltisinden farklı kalınlık değerlerinde üretilmiş olan CoFe filmlerin akım zaman grafikleri



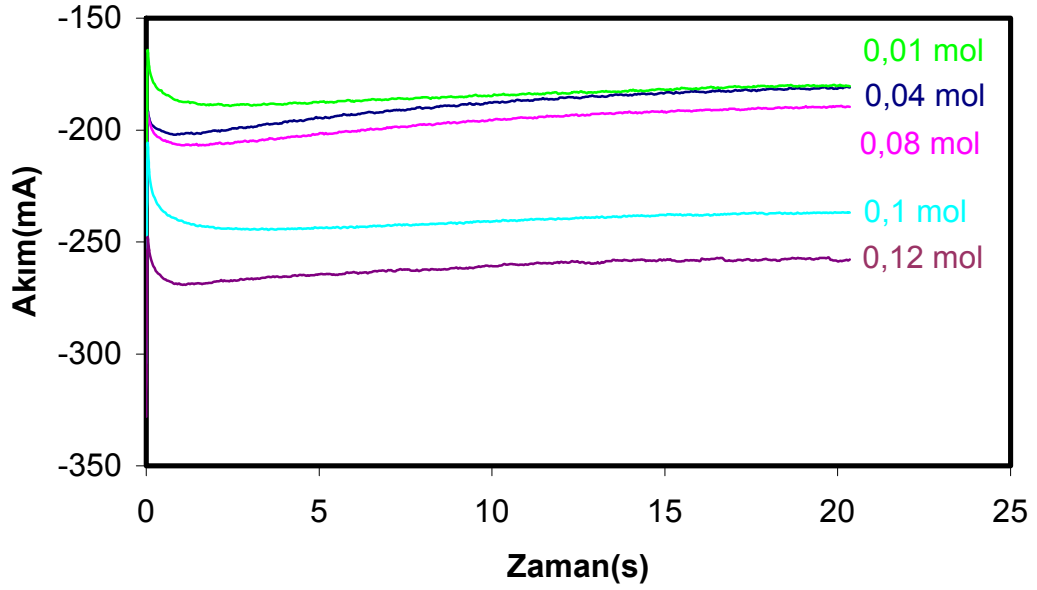
**Şekil 4.8:** 3µm kalınlıkta, farklı depozisyon voltajı değerlerinde büyütülen CoFe alaşım filmlerin akım zaman grafikleri

Şekil 4.8 incelendiğinde saf Co filmlerindeki grafiklerinden elde edilen sonuçlar CoFe filmleri için de geçerlidir. Çözelti içinden geçen akım değeri her filmin üretim süreci içinde sabittir. Ancak farklı pH değerlerine sahip filmlerde az miktarda da olsa bir akım artışı gözlenmektedir.



**Şekil 4.9:** 3µm kalınlıkta pH=3.70 değerli T2 çözeltisinden farklı çözelti pH değerlerinde üretilen filmlerin akım zaman grafikleri

Şekil4.10’da farklı FeSO<sub>4</sub> bileşimine göre hazırlanan T4, T5, T6, T7 çözeltilerinden büyütülen filmlerin akım zaman eğrileri incelenmiştir. Grafiklerden çözelti içerisindeki FeSO<sub>4</sub> miktarının artması ile çözelti içerisinde geçen akımda artmış olduğu görülmektedir. Eklenen FeSO<sub>4</sub> ile birlikte çözelti içerisindeki iyon sayısı artmış ve artan iyon sayısından dolayı devreden geçen akımda artmaktadır.



Şekil 4.10: 3µm kalınlıkta pH=2.50 değerli farklı FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonuna sahip çözeltilerden üretilen filmlerin akım zaman grafikleri

### 4.3. CoFe Filmlerin Kimyasal Analizi

Bu bölümde ilk olarak Co ve CoFe filmlerin ölçülen kütlelerin nominal kütleyle olan grafikleri ile filmler için akım verimliliği değerleri belirlenmiştir. Bu sayede filmlerin depozisyon verimi tespit edildi. İkinci kısımda ise elektrodepozisyon ile üretilen CoFe alaşım filmler içerisindeki madde miktarları enerji ayırmalı x-ışını spektrometresi ile tayin edildi ve filmlerin içerisindeki Co ve Fe yüzde olarak tayin edildi.

Elektrodepozisyon ile büyütülen Co ve CoFe filmler alttabakadan mekaniksel olarak çıkarıldıktan sonra yaklaşık 1.2 x 1.2 cm<sup>2</sup> kare şeklinde kesildi. Kare şeklinde

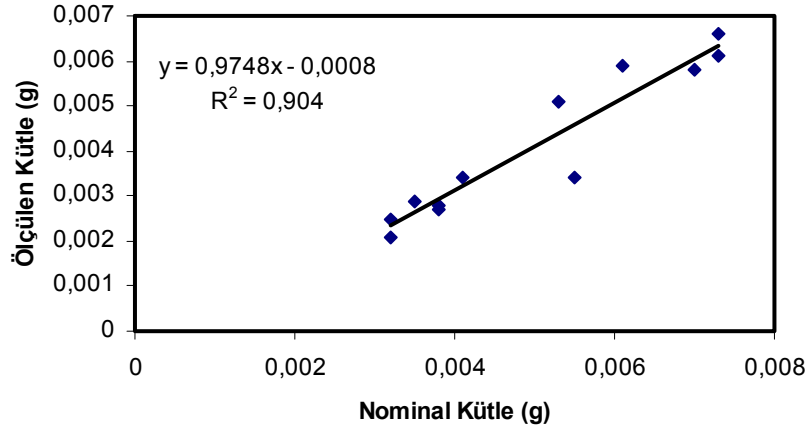
kesilen parçalar 0.1 mg hassasiyetli terazi ile tartıldı. Bu ölçüm sonrasında ölçülen kütlelerin nominal kütlelerden ( hesaplama yolu ile bulunan değer ) daha küçük olduğu bulundu. Bu durum katot akım verimliliğinin (ölçülen kütlelerin nominal kütleyle oranı) %100 olmadığına işaret etmektedir. Şekil 4.11 ve Şekil 4.12’de saf Co ve CoFe alaşım filmleri için ölçülen kütlelerin nominal kütleyle karşı çizilen grafikleri verilmiştir. Grafiklerden görülebileceği gibi Saf Co filmlerin akım verimliliği %97 civarındayken CoFe alaşım filmlerin akım verimliliği ise %96 civarındadır. Akım verimliliğindeki ufak farklılık CoFe alaşımında iki farklı metal iyonunun alttabakada üzerine birlikte birikiyor olmalarından kaynaklanabilir. Çözelti içinden geçen tüm akımın ve dolayısıyla yük miktarının tamamen kütleyle dönüşmediği anlaşılmaktadır. Akım verimliliğinin %100 olmayışı, alttabaka üzerindeki biriktirme sırasında metal iyonlarının yanı sıra hidrojeninde metallerle birlikte alttabaka üzerinde depozisyonuna bağlanabilir. Tablo 4.3 ve Tablo 4.4 da akım verimliliği hesabında kullanılan filmlerin ölçülen kütleleri ile nominal kütleleri verilmektedir.

**Tablo 4.2:** Saf Co filmler için ölçülen ve nominal kütleleri

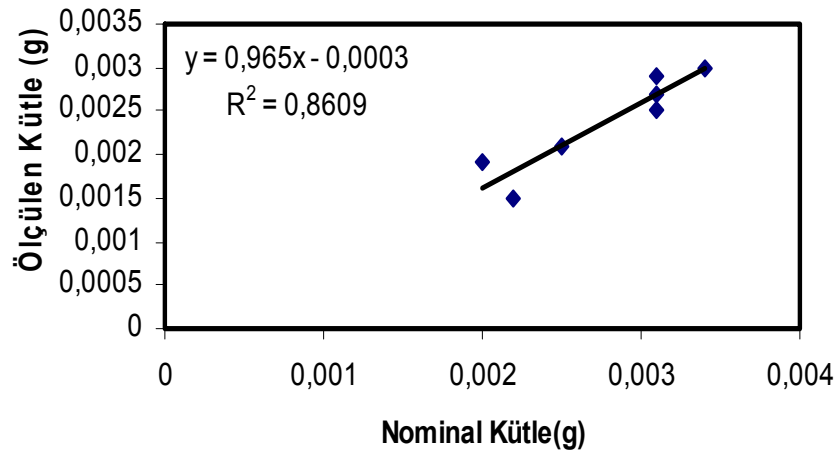
Co		
Örnek Adı	Ölçülen Kütle(g)	Nominal Kütle(g)
TSC4	0,0034	0,0041
TSC5	0,0058	0,007
TSC6	0,0066	0,0073
TSC9	0,0059	0,0061
TSC11	0,0029	0,0035
TSC21	0,0025	0,0032
TSC14	0,0028	0,0038
TSC13	0,0027	0,0038
TSC16	0,0021	0,0032
TSC17	0,0061	0,0073
TSC19	0,0034	0,0055
TSC20	0,0051	0,0053

**Tablo 4.3:** CoFe alařım filmler için nominal ve ölçülen kütleleri

CoFe		
Örnek Adı	Ölçülen Kütle(g)	Nominal Kütle(g)
TFC31	0,0029	0,0031
TFC28	0,0027	0,0031
TFC36	0,0015	0,0022
TFC38	0,0025	0,0031
TFC39	0,003	0,0034
TFC52	0,0019	0,002
TFC54	0,0021	0,0025



**Şekil 4.11:** Saf Co filmleri için akım verimliliği grafiđi



**Şekil 4.12:** CoFe filmleri için akım verimliliği grafiđi

Bu çalışmada farklı çözelti pH'ı, farklı üretim voltajı değerlerine göre ve çözelti içindeki Fe konsantrasyonuna bağlı olarak büyütülen CoFe alaşım filmlerin kimyasal analizleri EDX kullanılarak yapılmıştır. Tablo 4.5'te EDX sonuçları verilmektedir.

**Tablo 4.4:** 3µm kalınlıkta üretilen CoFe alaşım filmlerin EDX sonuçları

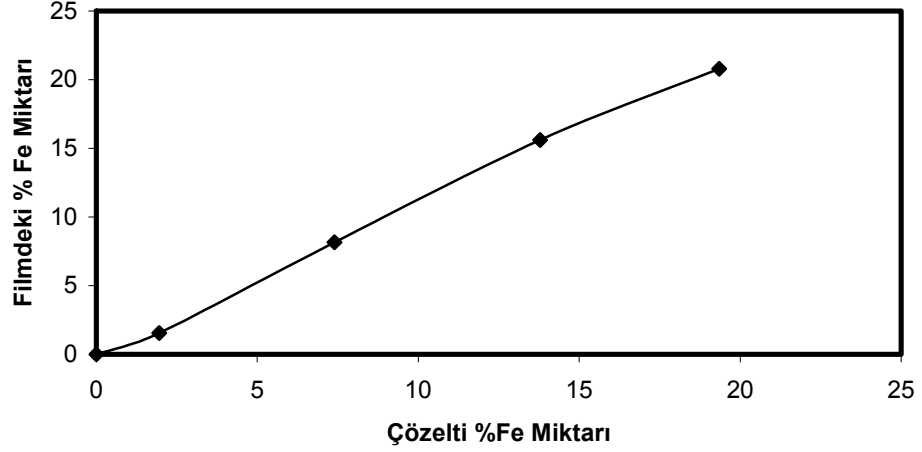
Numuneler	Fe(M) (Çözelti)	pH	Voltaj (V)	Co%	Fe%	Safsızlıklar
TFC35	0.1	2.96	-1.8	76.53	21.08	2.39
TFC38			-2.7	81.25	15.75	3.01
TFC52		3.70	-2.5	84.30	11.01	4.69
TFC55		2.96		87.99	12.01	0
TFCK3	0.01	2.50	-2.5	98.44	1.56	0
TFCK4	0.04			91.83	8.17	0
TFCK7	0.08			84.39	15.61	0
TFCK13	0.12			76.98	20.80	2.22

DKE'ye göre -2.7V ve -1.8V depozisyon potansiyeli değerine sahip filmlerin EDX sonuçları incelendiğinde depozisyon potansiyelinin artması ile film içerisindeki Co miktarı artarken Fe miktarında bir düşme gözlenmektedir. pH= 3.70 ve pH=2.96 değerine sahip çözeltilerden üretilen filmlerin kimyasal bileşimleri karşılaştırıldığında film içindeki Co ve Fe miktarlarında önemli bir değişim olmamaktadır.

Şekil 4.13'de saf Co çözeltisi içindeki Fe miktarı artırılarak büyütülen filmlerin kimyasal analiz sonucunda içerdikleri %Fe miktarlarını gösteren grafik verilmektedir. Grafikte görüldüğü gibi çözelti içindeki Fe miktarı arttıkça film içerisindeki Fe miktarı da ona paralel olarak artmaktadır. %Fe miktarındaki artış, çözelti içerisinden büyütülen filmlerde gözlemek istediğimiz bir sonuçtur. Burada grafiğe baktığımızda neredeyse doğrusal bir artış gözlenmektedir. Bunun sebebi Co



ve Fe elementlerinin standart elektrot potansiyelleri bir birine çok yakın olması olabilir.



**Şekil 4.13:** Çözeltideki Fe miktarına bağlı olarak Filmdeki %Fe miktarının değişimi

#### 4.4. CoFe Filmlerin Yapısal Karakterizasyon

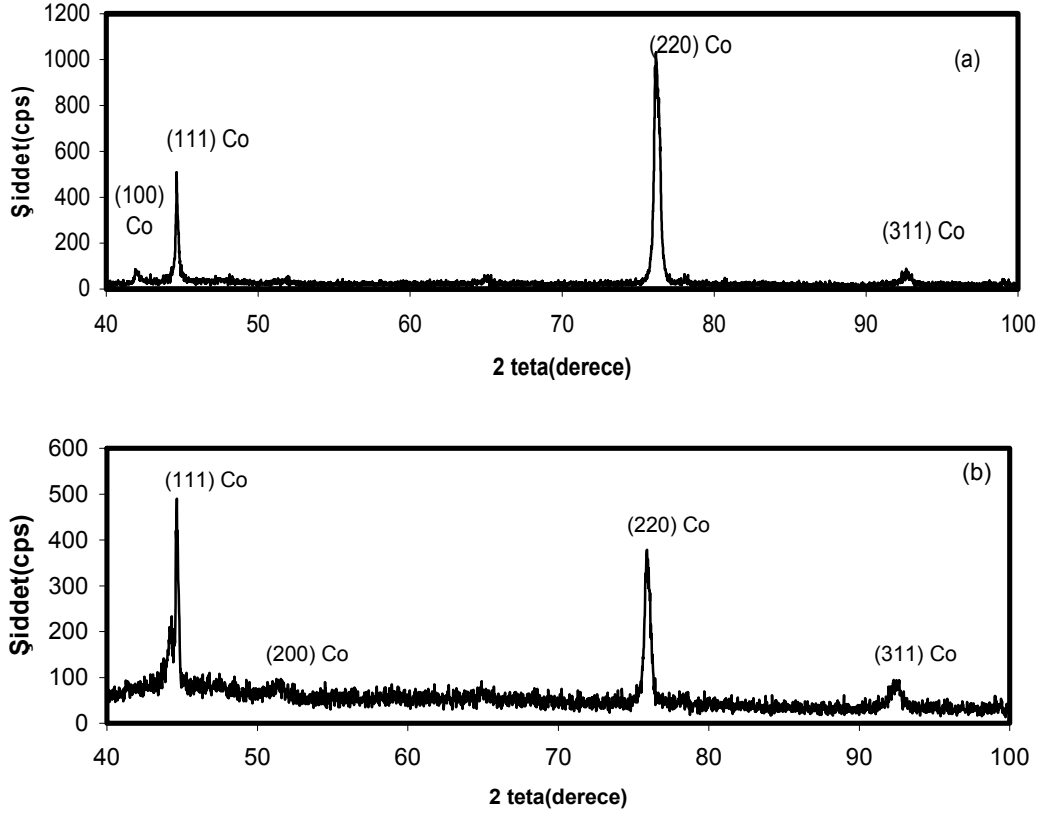
Bu bölümde elektrodepozisyon ile Co ve CoFe filmlerin yapısal analizi çözelti pH'ı, depozisyon potansiyeli ve film içindeki Fe konsantrasyonuna göre incelenmiştir. Filmler için elde edilen x-ışını kırınım desenleri kullanılarak filmlerin atomları arası uzaklıkları, kristal yapıları ve örgü parametreleri gibi bazı özellikleri belirlenmiştir. Hesaplanan değerler Tablo 4.5'de verilmektedir.

Çözelti pH değişkenine göre üretilen saf Co filmlerin yapısal analizi XRD ile yapıldı. Şekil 4.14a'da yüksek pH (2,35) ve Şekil 4.14b'de düşük pH(1.91) değerlerinde büyütülmüş olan ince filmlerin x-ışınları kırınım desenleri görülmektedir. Şekil 4.14a'da görüldüğü gibi, yüksek pH değerinde büyütülen film için fcc yapının üç karakteristik piki (111), (220), (311) sırasıyla 44°, 76° ve 92° gözlenmektedir. Bunun yanı sıra Co'nun hcp piki olan (100) piki de 41° ortaya çıkmaktadır. Pikler incelendiğinde film ağırlıklı olarak fcc yapıdadır. Denge şartları altında, oda sıcaklığında saf Co hcp yapı göstermesine rağmen elektrodepozisyon ile

oda sıcaklığında büyütülen filmlerde fcc yapıda olduğunu gösteren çalışmalar da mevcuttur [37,39]. Ektrodepozisyon ile büyütülen saf Co filmlerin fcc yapıya sahip olmalarının sebebi, depozisyon sırasında açığa çıkan hidrojen gazının filmle birlikte depozisyonu olabilir. Yüksek pH'da büyütülen filmin (Şekil 4.14'a) piklerinin şiddetlerine göre sırası (220), (111), (311) dir. Bu film için en şiddetli pik olan (220) ve (111) piklerinin integre pik şiddetlerinin oranlarına bakıldığında bu oran  $I_{(220)}/I_{(111)}=4.45$  olarak hesaplanır. Bu değer rasgele yönelmiş saf Co filmlerin aynı düzlemler için beklenen değerinden (0.25) çok büyük olduğundan yüksek pH değerine göre büyütülen Co filmlerin kuvvetli bir (220) yönelimine sahip olduğu görülmektedir. Şekil 4.14a'da ki x-ışınları kırınım deseninde (220), (111) ve (311) düzlemleri arasındaki uzaklıklar sırasıyla  $d_{(220)}=(0.12490 \pm 0.00027)$  nm,  $d_{(111)}=(0.20280 \pm 0.00080)$  nm,  $d_{(311)}=(0.10663 \pm 0.00098)$  nm dir. Bu üç düzlemin açısalları ve miller indisleri yardımıyla numunenin örgü sabiti en küçük kareler yöntemi kullanılarak  $(0.35500 \pm 0.000017)$  nm olarak bulundu. Yapılan hesaplamalardan düzlemler arası uzaklıklar ve örgü sabiti değerlerinin literatürde [29] verilen değerlerle ortalama olarak %2 dan daha az bir hata ile uyumlu olduğu görülmüştür. Oluşan hata payının sebebi yüksek pH değerindeki filmin fcc+hcp karışık faz olmasından kaynaklanıyor olabilir. Aynı zamanda (220), (111) ve (100) düzlemlerinden gelen piklerin açısalları ve ayrı genişlikleri kullanılarak bu yönelimlere ait tane büyüklükleri (t) Scherrer bağıntısını [40] yardımıyla hesaplandı ve bu düzlemler için tane büyüklükler sırasıyla 29nm, 43nm, 20nm dir.

Düşük pH'da üretilen saf Co filmlerin x-ışını kırınım deseninde (Şekil 4.13b'de) filmin fcc yapıda olduğu görülmektedir. Yüksek pH değerinde  $41^\circ$  gözlenen (100) hcp piki burada görülmemektedir. Gözlenen pikler, beklenen açısalları konumlarında sırasıyla (111), (220) ve (311) miller indislerindeki yansımaları göstermektedir. Yüksek pH değerinde en şiddetli pik (220) piki iken düşük pH da üretilen filmde en şiddetli pik (111) miller indisine sahip düzlemlerden gelen pik olmuştur. Şekil 4.12b'deki x-ışını kırınım deseninde gözlenen (111), (220) ve (311) düzlemleri arası uzaklıklar sırasıyla  $d_{(111)}=(0.20280 \pm 0.00086)$  nm,  $d_{(220)}=(0.12520 \pm 0.00028)$  nm,  $d_{(311)}=(0.10650 \pm 0.00015)$  nm dir. En küçük kareler yöntemiyle elde edilen örgü sabiti değeri  $(0.35440 \pm 0.00001)$  nm dir. Bu değerlerde gerçek değerlerle %2 den daha az bir hata ile uyum içindedir. (111), (220), (311)

düzlemleri için hesaplanan tane büyüklükleri de sırasıyla 34nm, 28nm ve 20nm olarak bulunmuştur.

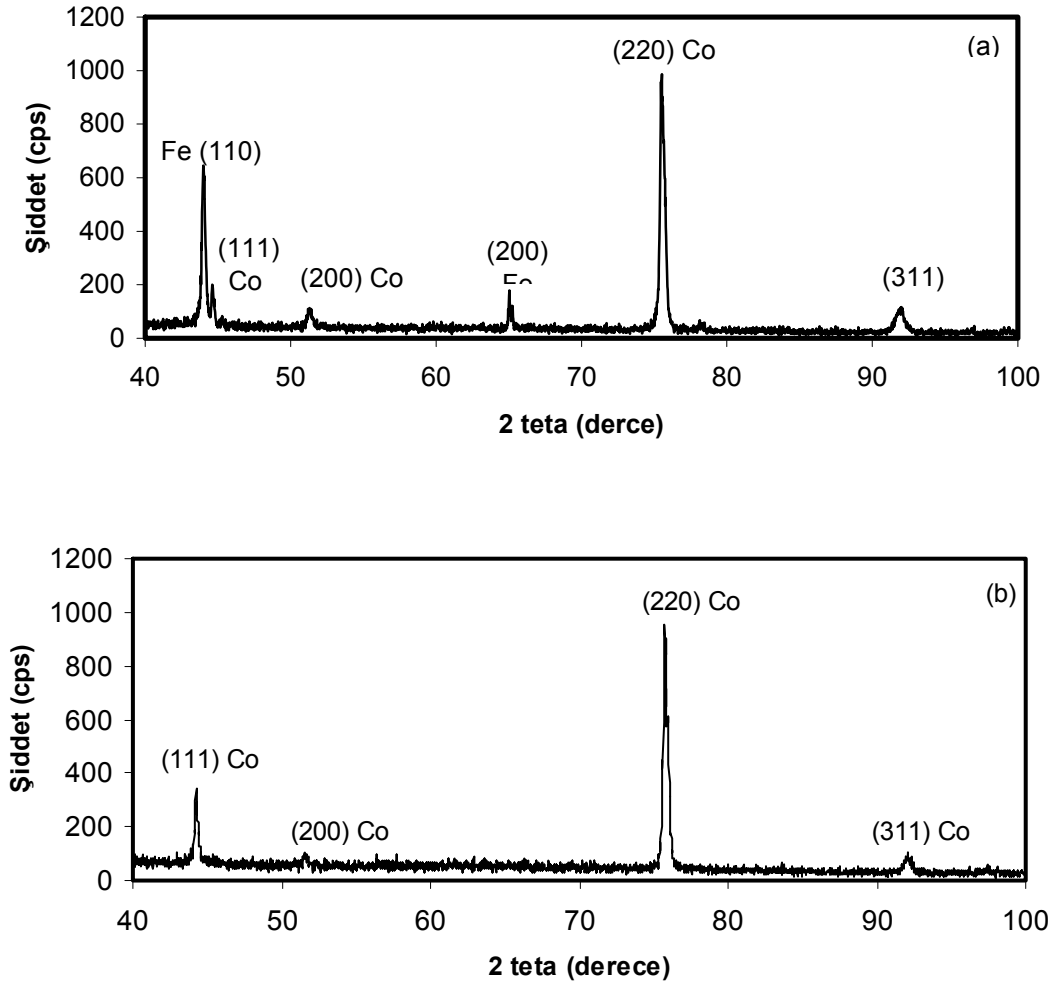


**Şekil 4.14:** 3µm kalınlıkta, DKE'ye göre -2.5V biriktirme potansiyelinde oda sıcaklığında, (a) pH= 2.35 ve (b) pH=1.91 olan çözeltilerden üretilmiş saf Co filmlerin x-ışını kırınım deseni

Şekil 4.15 pH değişkenine göre büyütülen CoFe alaşım filmlerin x-ışını kırınım desenleri görülmektedir. Şekil 4.15a da verilen yüksek pH değerli filmde fcc yapıya ait (111), (200), (220) ve (311) pikleri sırasıyla 43,9°, 51,2°, 75,5° ve 91,8° de görünürken bcc fazına ait (110), (200) piklerde sırasıyla 44,6° ve 65,04° de ortaya çıkmaktadır. Bu filmin en şiddetli üç piki (220), (111) ve (200) düzlemlerinden gelen yansımalarla oluşmaktadır. Bu düzlemler için iki düzlem arasındaki uzaklıklar sırasıyla  $d_{(220)}=(0.12580 \pm 0.00283)\text{nm}$ ,  $d_{(111)}=(0.20570 \pm 0.00889)\text{ nm}$  ve  $d_{(200)}=(0.14330 \pm 0.00392)\text{ nm}$  dır. Fcc ve bcc fazın en şiddetli üç pikin açıl konumları ve miller indisleri kullanılarak elde edilen örgü sabiti değeri sırasıyla  $(0.34100 \pm 0.00001)\text{ nm}$  ,  $(0.28620 \pm 0.00063)\text{ nm}$  olmakla birlikte teorik değerler ile

%2 ten daha az bir hata içermektedir. (111), (200), (220) pikleri için kristal yapı içindeki tane büyüklükleri sırasıyla 34nm, 32nm ve 45nm dır. Burada fcc+bcc karışık faz gözlenmekte ve fcc fazında en şiddetli pik (220) iken bcc fazı için en şiddetli pik (200) yönelimi olmaktadır. Bu filmdeki fcc ve bcc fazlarına ait piklerin toplam alanları karşılaştırıldığında yapının fcc ağırlıklı olduğu ortaya çıkmaktadır.

Şekil 4.15(b) de ise pH=2.96 değerine sahip filmin x-ışını kırınım deseni görülmektedir. Burada ise pH değerinin düşmesiyle (yani çözelti içindeki hidrojen iyonlarının miktarının arttığı) film sadece fcc'nin karakteristik piklerini göstermektedir. Bu pikler sırasıyla 44°, 51°, 75° ve 92° de görünmektedir. Bunların en şiddetli üç pik (220), (111), (311) şiddet sırasına göre verilmiştir. Bu piklerden en şiddetli olan ikisinin integre pik şiddetlerine bakıldığında ( $I_{(220)}/I_{(111)}=4.23$ ) integre pik şiddeti oranı bu açılardaki fcc fazına ait piklerin beklenen değerinden (0.25) daha büyük olduğundan yönelim (220) dir. Yukarıda verilen en şiddetli üç pikin düzlemleri arasındaki uzaklıklar sırasıyla,  $d_{(220)}=(0.1254 \pm 0.000862)\text{nm}$   $d_{(111)}=(0.2046 \pm 0.000878)\text{nm}$ ,  $d_{(311)}=(0.1070 \pm 0.000180)\text{nm}$  dır. Bu filmdeki düzlemlerin açılal konumları ve miller indisleri kullanılarak en küçük kareler yöntemiyle hesaplanan örgü sabiti değeri ( $0.3550 \pm 0.000018$ ) nm olarak hesaplanmış ve literatürdeki değerler ile %2 ten daha az bir hata payı içinde uyumlu çıkmaktadır. Düşük pH değerinde büyütülen filmlerde ağırlıklı olarak gözlene piklerin film içindeki tane büyüklükleri sırası ile 46nm, 32nm, 28nm dır.

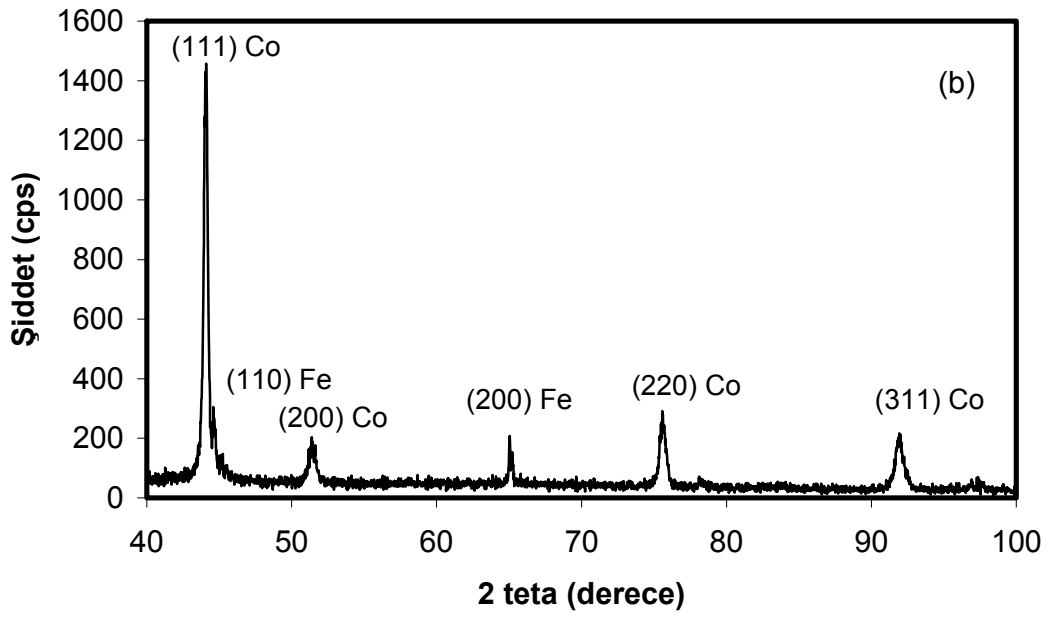
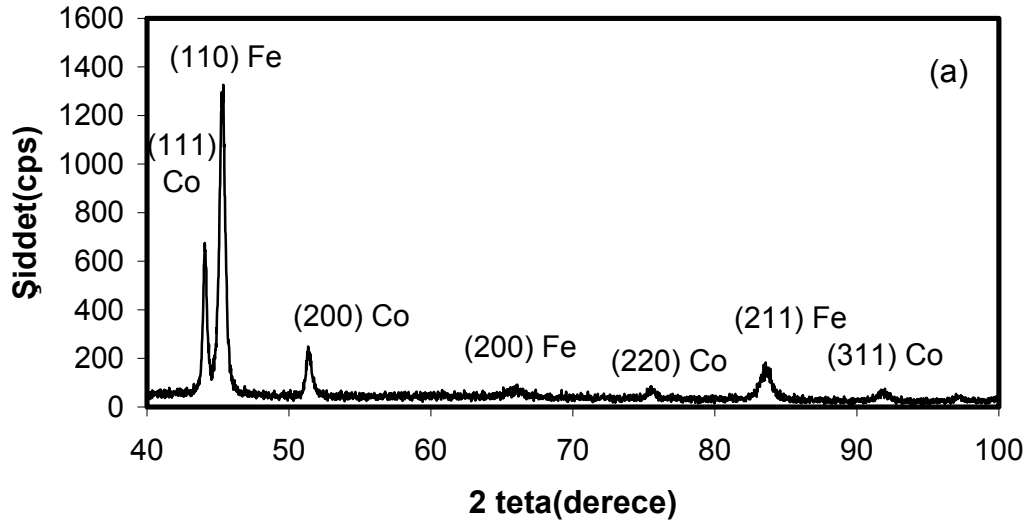


**Şekil 4.15:** 3µm kalınlıkta, DKE'ye göre -2.5V biriktirme potansiyelinde oda sıcaklığında, (a) pH= 3.70 ve (b) pH=2.96 olan çözeltiden üretilen CoFe alaşım filmlerin x-ışını kırınım deseni.

Şekil 4.16'da farklı üretim potansiyeli değerlerinde büyütülen filmlerin x-ışını kırınım deseni verilmektedir. Şekil 4.16a'deki x-ışını kırınım deseninde fcc ye ait olan pikler (111), (200), (220), (311) olmakla birlikte bcc ye ait olan pikler ise (110), (200), (211) dir. X-ışını kırınım deseninde ki piklerin alanlarına bakıldığında ağırlıklı olarak bcc olmasına rağmen fcc+bcc karışık faz da kristalleşmiştir. fcc fazında en kuvvetli yönelim (111) iken bcc fazındaki en şiddetli yönelim (110) dir. Şekil 4.16a'daki kırınım desenine baktığımızda en şiddetli üç pik sırasıyla (110), (111), (200) olduğu görülmektedir. Açısal konumlardan faydalanılarak hesaplanan düzlemler arası uzaklıklar sırasıyla;  $d_{(110)}=(0.20030 \pm 0.00838)\text{nm}$ ,

$d_{(111)}=(0.20540 \pm 0.00885)\text{nm}$ ,  $d_{(200)}=(0.17780 \pm 0.00645)\text{nm}$  dır. Film içindeki fcc ve bcc fazlar için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabiti sırasıyla  $(0.35580 \pm 0.000616)$  nm ve  $(0.28300 \pm 0.00063)$  nm olarak hesaplandı. Bu düzlemlere ait tane büyüklükleri de hesaplandığında sırası ile 20nm 27nm ve 21nm olduğu bulundu. Buradaki değerler literatürdeki değerlerle karşılaştırıldığında %2 ten daha az bir hata payının olduğu görüldü.

DKE'ye göre -2.7V ta üretilen filmin x-ışını kırınım deseninde de -1.8V ta olduğu gibi fcc+bcc karışık faz görülmektedir. Ancak DKE'ye göre -1.8V tan farklı olarak ağırlıklı olarak fcc fazı ortaya çıkmaktadır. Buda yüksek potansiyel altında artık filmlerin ağırlıklı olarak fcc yapıda olduğunu göstermektedir. Düşük potansiyelde baskın olan (110) düzleminin şiddeti azalırken (111) fcc pikinin şiddeti artmış ve film fcc karakterli olmuştur. Filmde gözlenen piklerin miller indisleri ve açıları sırasıyla fcc yapıda;  $44^\circ$  (111),  $51^\circ$  (200),  $75^\circ$  (220) ve  $92^\circ$  (311) pikleri, bcc yapıda;  $44^\circ$  (110) ve  $65^\circ$  (200) pikleri görülmektedir. Fcc fazının ağırlıklı yönelimi (111) iken bcc fazının ağırlıklı yönelimi (110) dır. Filmde en şiddetli üç pik sırasıyla (111), (220), (110) dır. Bu düzlemler arasındaki uzaklıklar hesaplandığında  $d_{(111)}=(0.20540 \pm 0.00885)\text{nm}$ ,  $d_{(220)}=(0.12570 \pm 0.00282)\text{nm}$ ,  $d_{(110)}=(0.20290 \pm 0.00863)\text{nm}$  olmakla birlikte fcc ve bcc fazlar için bu miller indisleri ve açısal konumlardan faydalanılarak hesaplanan örgü sabiti değeri sırasıyla  $(0.35560 \pm 0.00061)$  nm ve  $(0.28610 \pm 0.00062)$  dır. Yapılan hesaplamalar literatürdeki değerleri ile karşılaştırıldığı zaman %2 den daha az bir hata payı olduğu bulunmuştur. Aynı düzlemler için hesaplanan tane büyüklükleri de sırasıyla 26nm, 25nm, 18nm olarak hesaplanmıştır.



**Şekil 4.16:** Oda sıcaklığında, DKE'ye göre (a) -1.8V ve (b) -2.7V biriktirme potansiyeli ile üretilmiş CoFe alaşım filmlerin x-ışını kırınım deseni.

Şekil 4.17'de 0.01M, 0.04M, 0.08M FeSO<sub>4</sub> içeren çözeltilerden depozit edilen CoFe filmlerin x-ışını kırınım deseni verilmektedir. Şekil 4.17(a)'da 0.01M FeSO<sub>4</sub> içeren çözeltilerden büyütülen filmlerde 41° (100) hcp piki ve fcc yapının 44° (111), 76° (220) ve 92°'de (311) pikleri görülmektedir. Pik şiddetleri karşılaştırıldığında yapının fcc karakteristikli olduğu görülmektedir. Şekil 4.17(a)'daki x-ışını kırınım

deseninde gözlenen (111), (220) ve (311) düzlemleri arası uzaklıklar sırasıyla  $d_{(111)}=(0.20335 \pm 0.00035)\text{nm}$ ,  $d_{(220)}=(0.12495 \pm 0.00029)\text{nm}$ ,  $d_{(311)}=(0.10658 \pm 0.00012)\text{nm}$  dır. En küçük kareler yöntemiyle elde edilen örgü sabiti değeri  $(0.35440 \pm 0.00079)$  nm dır. Bu değerlerde gerçek değerlerle %2 den daha az bir hata ile uyum içindedir. (111), (220), (311) düzlemleri için hesaplanan tane büyüklükleri sırasıyla 28 nm, 32 nm ve 23 nm olarak bulunmuştur.

Şekil 4.17(b) ve Şekil 4.17(c)'de verilen x-ışını kırınım desenlerinde Şekil 4.17(a)'da ortaya çıkan (100) hcp piki görülmemektedir. Bu kırınım deseninde fcc yapının  $44^\circ$  (111),  $76^\circ$  (220) ve  $92^\circ$ 'de (311) pikleri mevcuttur. Pik şiddetleri karşılaştırıldığında filmin tercihli kristal yöneliminin (220) olduğu açıkça anlaşılmaktadır. Şekil 4.17(b) ve Şekil 4.17(c)'deki x-ışını kırınım desenlerinde gözlenen (111), (220), (311) düzlemleri arası uzaklıklar sırasıyla, Şekil 4.17(b)'de  $d_{(111)}=(0.20413 \pm 0.00024)\text{nm}$ ,  $d_{(220)}=(0.12528 \pm 0.00087)\text{nm}$ ,  $d_{(311)}=(0.10694 \pm 0.00042)\text{nm}$  ve Şekil 4.17(c)'de  $d_{(111)}=(0.20440 \pm 0.00021)\text{nm}$ ,  $d_{(220)}=(0.12551 \pm 0.00035)\text{nm}$ ,  $d_{(311)}=(0.10708 \pm 0.00042)\text{nm}$  dır. En küçük kareler yöntemiyle elde edilen örgü sabiti değeri ortalama olarak  $(0.35558 \pm 0.00079)$  nm dır. Bu değerlerde gerçek değerlerle %2 den daha az bir hata ile uyum içindedir. (111), (220), (311) düzlemleri için hesaplanan tane büyüklükleri sırasıyla 30 nm, 32 nm ve 22 nm olarak bulunmuştur.

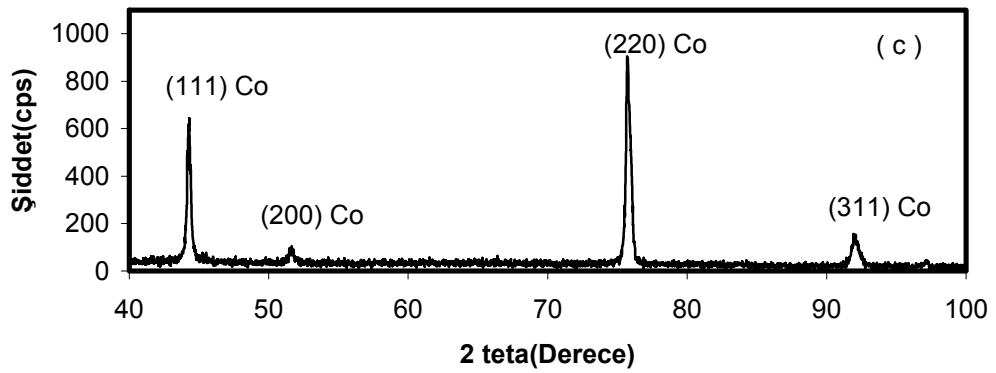
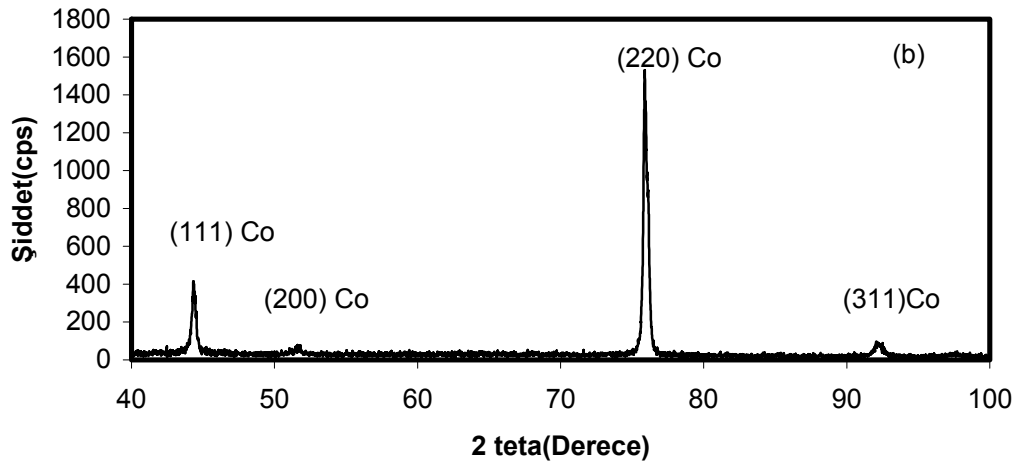
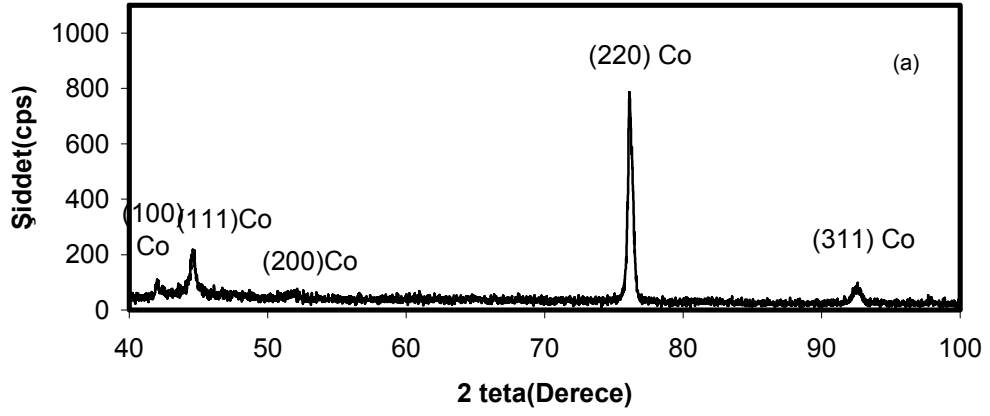
Şekil 4.18(a)'daki x-ışını kırınım deseninde de fcc+bcc karışık faz görülmektedir. Film ağırlıklı olarak fcc yapıda kristallenmektedir. Filmde gözlenen piklerin miller indisleri ve açıları sırasıyla fcc yapıda;  $44^\circ$  (111),  $76^\circ$  (220) ve  $92^\circ$  (311) pikleri, bcc yapıda;  $45^\circ$  (110),  $66^\circ$  (200) ve  $83^\circ$  (211) pikleridir. Fcc yapının ağırlıklı yönelimi (111) iken bcc fazının ağırlıklı yönelimi (110) dır. Filmde en şiddetli üç pik sırasıyla (111), (110), (200) dır. Bu düzlemler arasındaki uzaklıklar hesaplandığında  $d_{(111)}=(0.20457 \pm 0.00025)\text{nm}$ ,  $d_{(110)}=(0.19944 \pm 0.00763)\text{nm}$ ,  $d_{(200)}=(0.17724 \pm 0.00015)\text{nm}$  olmakla birlikte fcc ve bcc fazlar için bu miller indisleri ve açılardan faydalanılarak hesaplanan örgü sabiti değeri sırasıyla  $(0.35650 \pm 0.00081)$  nm ve  $(0.28031 \pm 0.00062)$  nm dır. Yapılan hesaplamalar literatürdeki değerleri ile karşılaştırıldığı zaman %2 den daha az bir hata payı olduğu



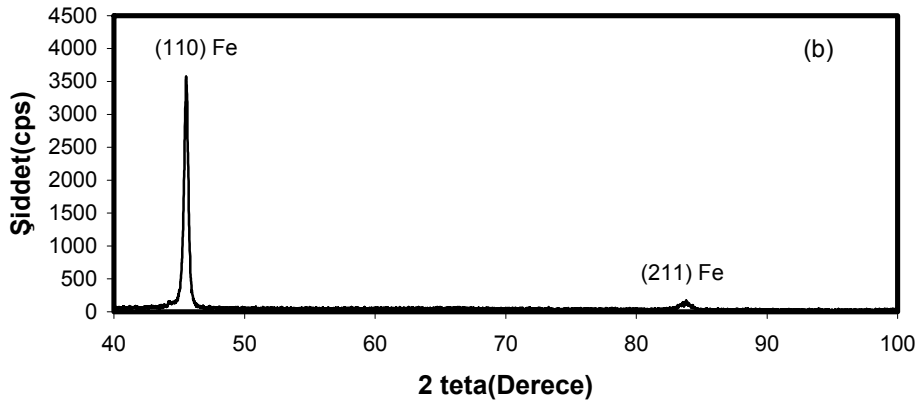
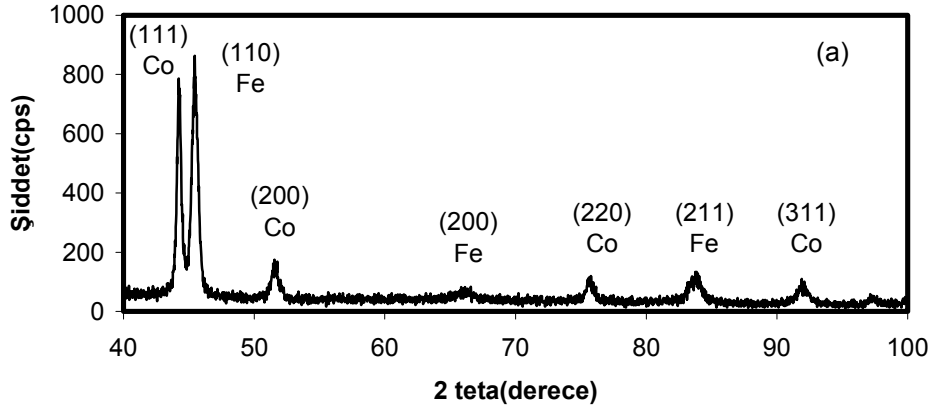
bulunmuştur. Aynı düzlemler için hesaplanan tane büyüklüğü de sırasıyla 23 nm, 18 nm, 13 nm olarak hesaplanmıştır.

Şekil 4.18(b) 0.12M FeSO<sub>4</sub> içeren çözeltiden büyütülen filmin x-ışını kırınım desenidir. Bu filmin kırınım deseninde fcc yapının piklerinin tamamen kaybolduğu ve sadece bcc yapının (110) ile (211) piklerinin ortaya çıktığı görülmektedir. Filmde gözlenen piklerin miller indisleri ve açıları sırasıyla bcc yapıda; 45° (110) ve 83° (211) pikleri görülmektedir. Filmde en şiddetli iki pik sırasıyla (110) ve (211) dir. Bu miller indislerine ait düzlemler arası uzaklıklar hesaplandığında  $d_{(110)}=(0.19903 \pm 0.00021)\text{nm}$ ,  $d_{(211)}=(0.15410 \pm 0.00012)\text{nm}$ , olmakla birlikte bu miller indisleri ve açısal konumlardan faydalanarak hesaplanan örgü sabiti değeri  $(0.28330 \pm 0.00063)$  nm dir. Yapılan hesaplamalar literatürdeki değerleri ile karşılaştırıldığı zaman %2 den daha az bir hata payı olduğu bulunmuştur. Aynı düzlemler için hesaplanan tane büyüklüğü de sırasıyla 24 nm, 16 nm, olarak hesaplanmıştır.

CoFe çözeltisi içindeki demir miktarı değiştirilerek demir konsantrasyonunun CoFe filmler üzerine etkisi incelenmiştir. 0.01 M FeSO<sub>4</sub> içeren çözelti ile üretilen filmlerin x-ışını kırınım desenlerinin fcc yapıda kristallendiği görülmektedir. Çözelti içerisine 0.1 M FeSO<sub>4</sub> eklenerek üretilen filmlerde fcc yapının yanı sıra bcc yapıda kendini göstermektedir. Konsantrasyon arttırılmaya devam edilip FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonu 0.12M'a çıkarıldığında filmin bcc yapıda kristallendiği görülmektedir.



**Şekil 4.17:** Oda sıcaklığında,  $\text{FeSO}_4$  konsantrasyonu (a) 0.01 M, (b) 0.04 M, (c) 0.08 M, olan çözeltilerden üretilmiş CoFe alaşım filmlerin x-ışını kırınım deseni.



**Şekil 4.18:** Oda sıcaklığında,  $\text{FeSO}_4$  konsantrasyonu (a) 0.1 M, (b) 0.12 M olan çözeltilerden üretilmiş CoFe alaşım filmlerin x-ışını kırınım deseni.

**Tablo 4.5:** Kalınlıkları 3 µm, biriktirme potansiyeli DKE'ye göre -2,5 V'ta üretilmiş Co ve CoFe filmlerin çözelti pH I, üretim potansiyeli Fe konsantrasyonuna göre yapılmış XRD sonuçları.

	TSC8	TSC11	TSC21	TFCK3	TFCK4	TFCK7	TFC36	TFCK13	TFC35	TFC28	TFC38	TFC52	TFC53	TFC55	
<b>Voltaj (V)</b>	-2,5								-1,8	-2,3	-2,7	-2,5			
<b>pH</b>	2,35	2,22	1,91	2,50					2,96			3,70	3,30	2,96	
<b>Fe Konsant(M)</b>	0	0	0	0.01	0.04	0.08	0.1	0.12	0,1						
<b>Kristal Yapı</b>	fcc+ hcp	fcc+ hcp	fcc	fcc+ hcp	fcc	Fcc	bcc+ fcc	bcc	bcc+ fcc	bcc+ fcc	bcc+ fcc	bcc+ fcc	bcc+ fcc	fcc	
<b>En Şiddetli Kristal Yönelimi</b>	(220)	(220)	(111)	(220)	(220)	(220)	(110)	(110)	(110)	(111)	(111)	(220)	(220)	(220)	
<b>Örgü Sabiti (nm) a fcc</b>	0,3550	0,3540	0,3544	0,3546	0,3542	0,3555	0,3565	-	0,3558	0,3559	0,3556	0,3556	0,3555	0,3550	
<b>Örgü Sabiti (nm) a bcc</b>	-	-	-	-	-	-	0,2803	0,2833	0,2830	0,2837	0,2861	0,2862	0,2862	-	
<b>1.pik</b>	<b>2θ(der)</b>	76,180	76,220	44,641	76,120	75,881	75,720	45,44	45,539	45,241	44,060	44,060	75,500	75,660	75,740
	<b>d (nm)</b>	0,1248	0,1248	0,2028	0,1249	0,1252	0,1255	0,199	0,1990	0,2002	0,2053	0,2053	0,1258	0,1255	0,1254
	<b>Hkl</b>	(220)	(220)	(111)	(220)	(220)	(220)	(110)	(110)	(110)	(111)	(111)	(220)	(220)	(220)
	<b>t (nm)</b>	29	29	34	32	36	33	18	24	20	27	26	34	38	46
	<b>Şiddet</b>	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
<b>2.pik</b>	<b>2θ(der)</b>	44,640	44,619	75,880	44,520	44,041	44,279	44,24	83,741	44,060	45,199	75,580	43,981	44,659	44,239
	<b>d (nm)</b>	0,2028	0,2029	0,1252	0,2033	0,2041	0,2044	0,204	0,1154	0,2053	0,2004	0,1257	0,2057	0,2027	0,2045
	<b>Hkl</b>	(111)	(111)	(220)	(111)	(111)	(111)	(111)	(211)	(111)	(110)	(220)	(111)	(110)	(111)
	<b>t (nm)</b>	43	18	28	28	28	30	23	16	27	18	25	32	38	32
	<b>Şiddet</b>	40,1	10	90,6	16,2	22,10	59,20	94,6	3,2	50,2	44,5	18,3	55,9	21,8	24,7
<b>3.pik</b>	<b>2θ(der)</b>	92,36	92,35	92,581	92,559	92,160	92,00	51,51	-	51,340	65,041	44,620	65,040	44,199	92,061
	<b>d (nm)</b>	0,1066	0,1067	0,1065	0,1056	0,1069	0,1070	0,177	-	0,1778	0,1432	0,2029	0,1432	0,2047	0,2045
	<b>hkl</b>	(311)	(311)	(311)	(311)	(311)	(311)	(200)	-	(200)	(200)	(110)	(200)	(111)	(311)
	<b>t (nm)</b>	20	18	20	23	22	23	13	-	21	41	18	45	33	28
	<b>Şiddet</b>	4,3	6	10	6,9	4,3	12,8	13,7	-	17	30,2	16,4	13,3	16,8	6,1

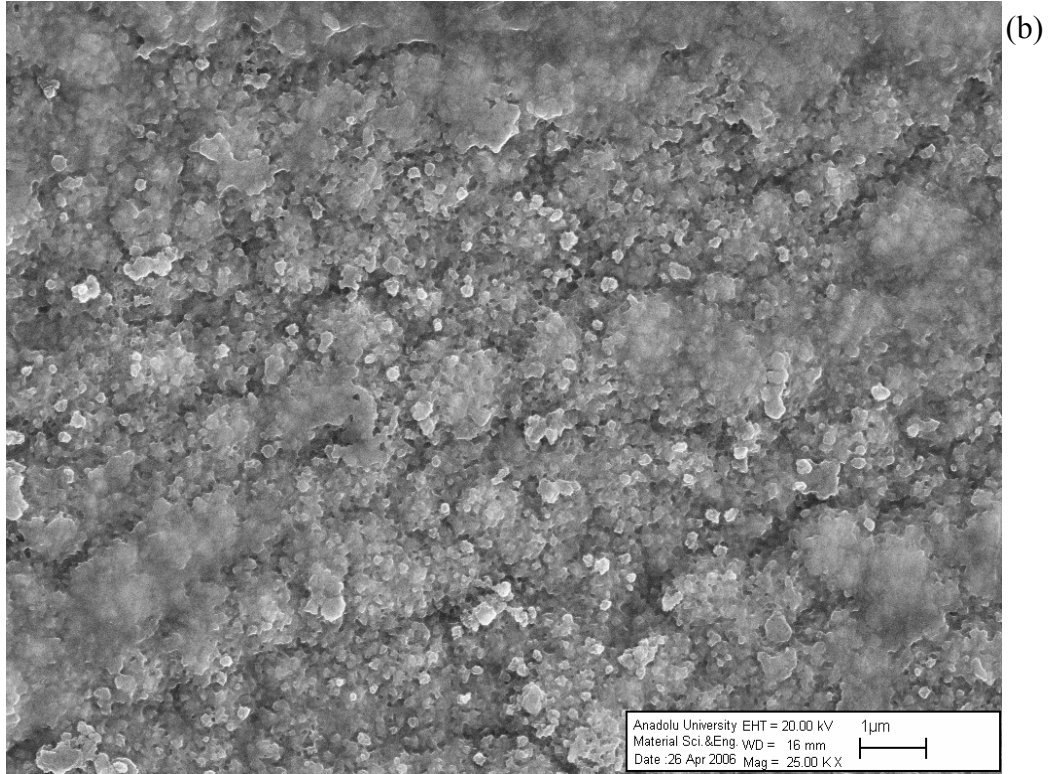
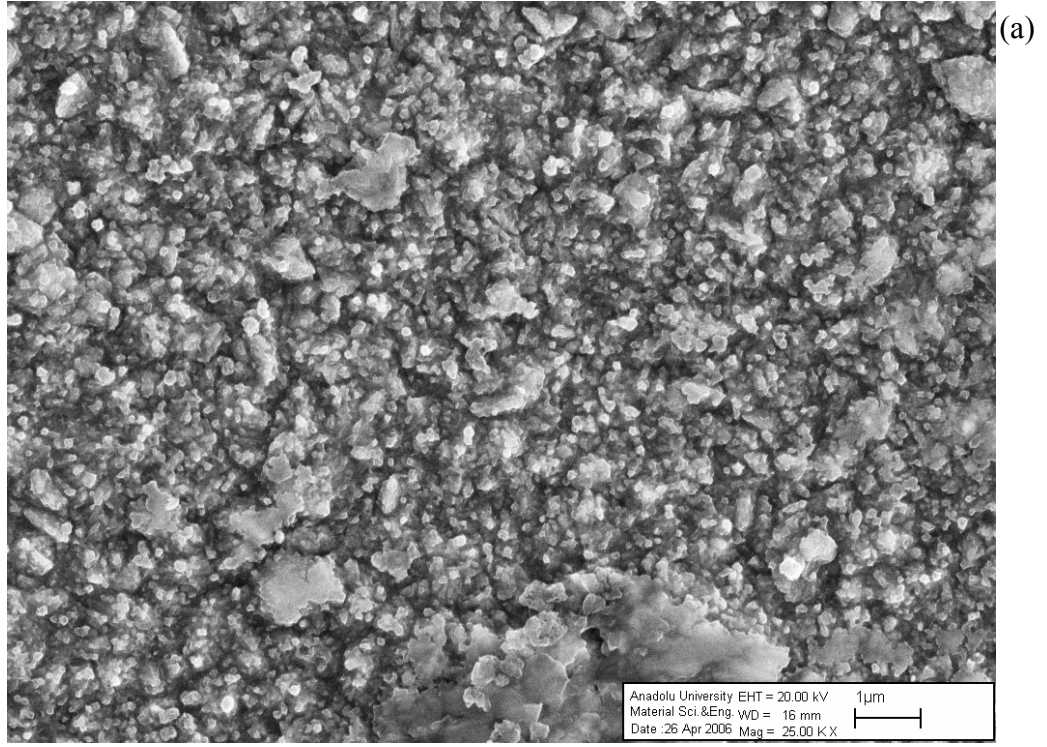
#### 4.5 CoFe Filmlerin Yüzey Morfolojisi

Ölçümler alınırken örnek hazırlama aşaması kaliteli görüntü almak için şarttır. Yalıtkan maddelerdeki yüzey görüntülerini elde edebilmek için numuneler altın ile kaplanmalıdır. Altın ile kaplama iletkenliği artırıp kaliteli bir çekim yapılmasını sağlamaktadır. CoFe alaşım filmler iletken malzemeler olmasına rağmen bunların üzerini de altın ile kaplandı. Altın kaplama işlemi Anadolu Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme Mühendisliği Seramik Bölümündeki Agar Sputtr Coater marka Sputtring cihazı ( 30mA akım verilerek) ile yapıldı. Bu cihazın çalışma prensibi, içinde bulunan altın kaynaktan altın atomlarını kopartarak numune üzerine gönderilmesine dayanmaktadır. Sputtring cihazında (0.1 mbar a kadar) vakumlama sistemi kullanılmaktadır. Vakumlama uygulanmasının amacı altın atomlarının hava molekülleri ile çarpışmadan daha düzgün bir şekilde numune yüzeyine gitmesini sağlamaktır. Bu şekilde daha düzgün bir kaplama olur ve daha güzel SEM görüntüleri elde edilir.

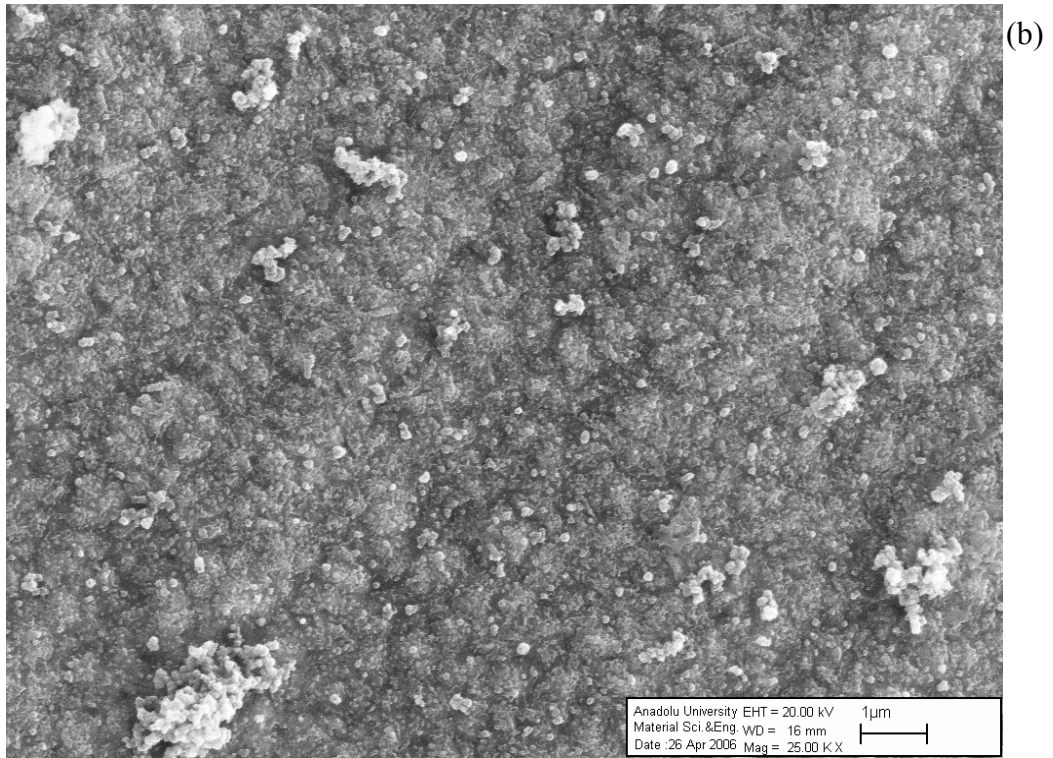
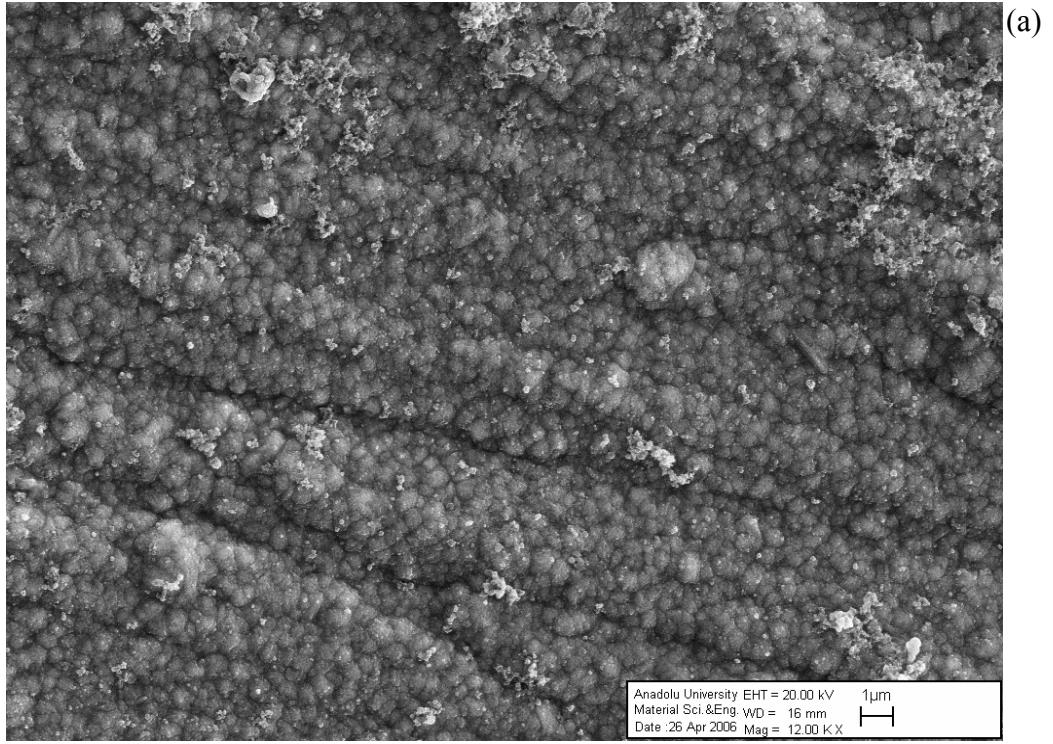
Çalışmada CoFe filmlerinin farklı pH, farklı üretim voltajı ve farklı Fe konsantrasyonuna göre SEM görüntüleri alındı. Filmlerin SEM görüntüleri alınırken büyütme oranı 25000X olarak belirlendi. Şekil 4.19'da farklı üretim voltajı değerinde büyütülen filmlerin SEM görüntüleri verilmektedir. Şekil 4.19'da üretim voltaj değerini artması ile filmleri oluşturan tane yapılarının büyüdüğünü yüzeyin daha büyük taneli hale geldiği görülmektedir.

Şekil 4.20 da farklı çözelti pH değerinde büyütülen filmler incelenmiştir. pH değerini azalması durumunda üretilen filmlerdeki tanelerin büyüdüğü görülmektedir.

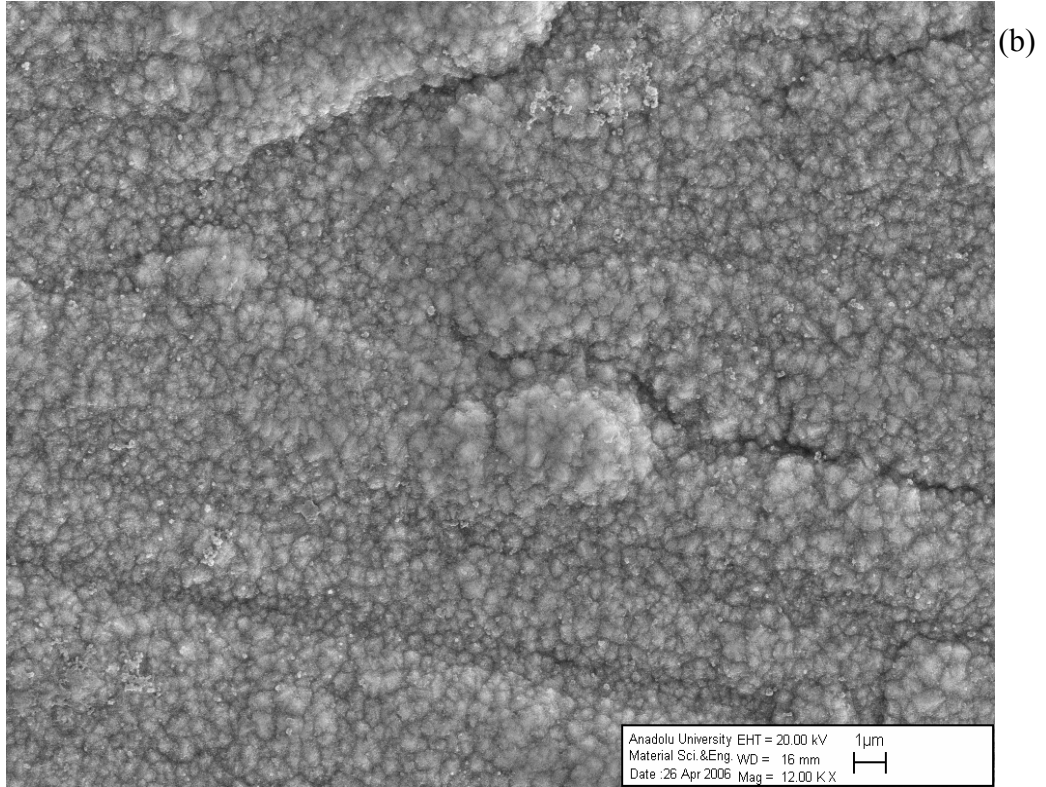
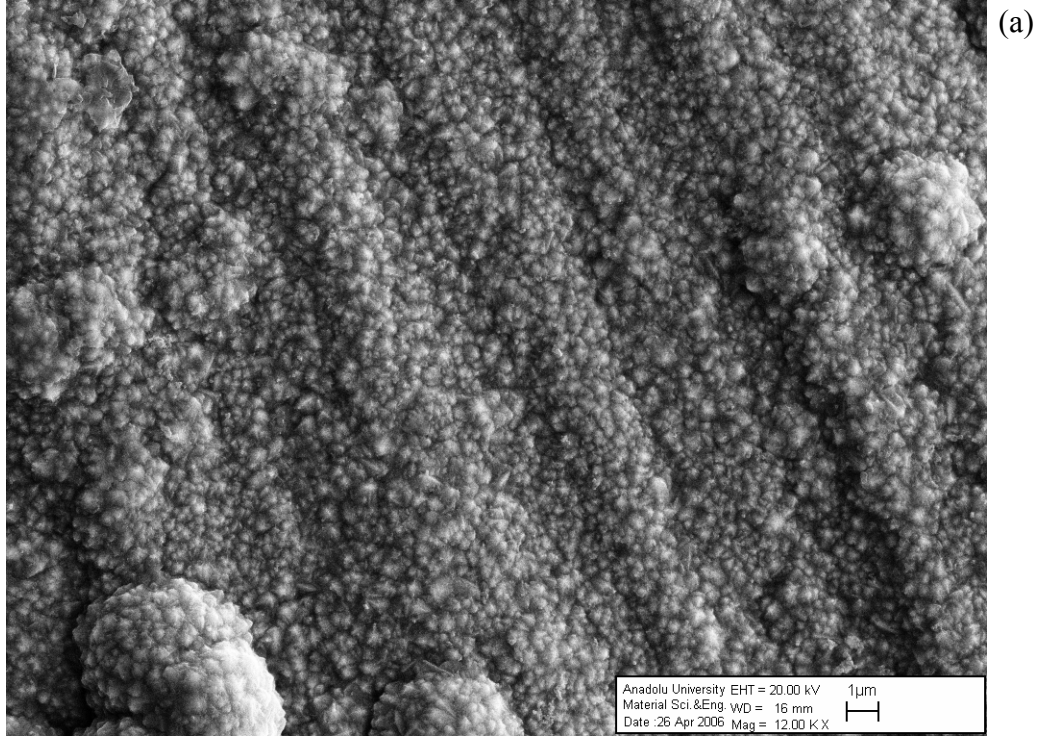
Şekil 4.21 ve Şekil 4.22 de CoFe çözeltisi içindeki  $FeSO_4$  miktarı değiştirilerek büyütülen filmlerin SEM görüntüleri görülmektedir. Bunlara bakıldığında burada Fe miktarı az olan filmlerden Fe miktarı arttırıldıkça yüzeyde nasıl bir değişme olduğu görülmektedir.



**Şekil 4.19:** DKE'ye göre (a) -1.8V ve (b) -2.7V katot potansiyelinde büyütülen CoFe filmlerin yüzey morfolojisi

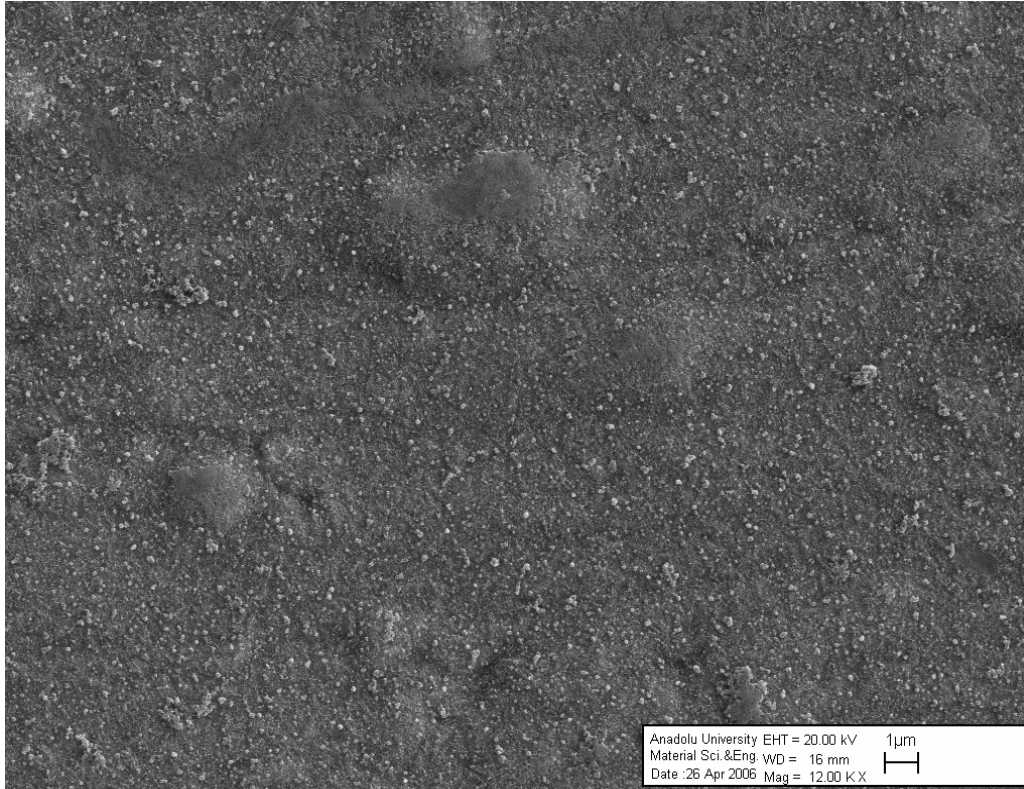
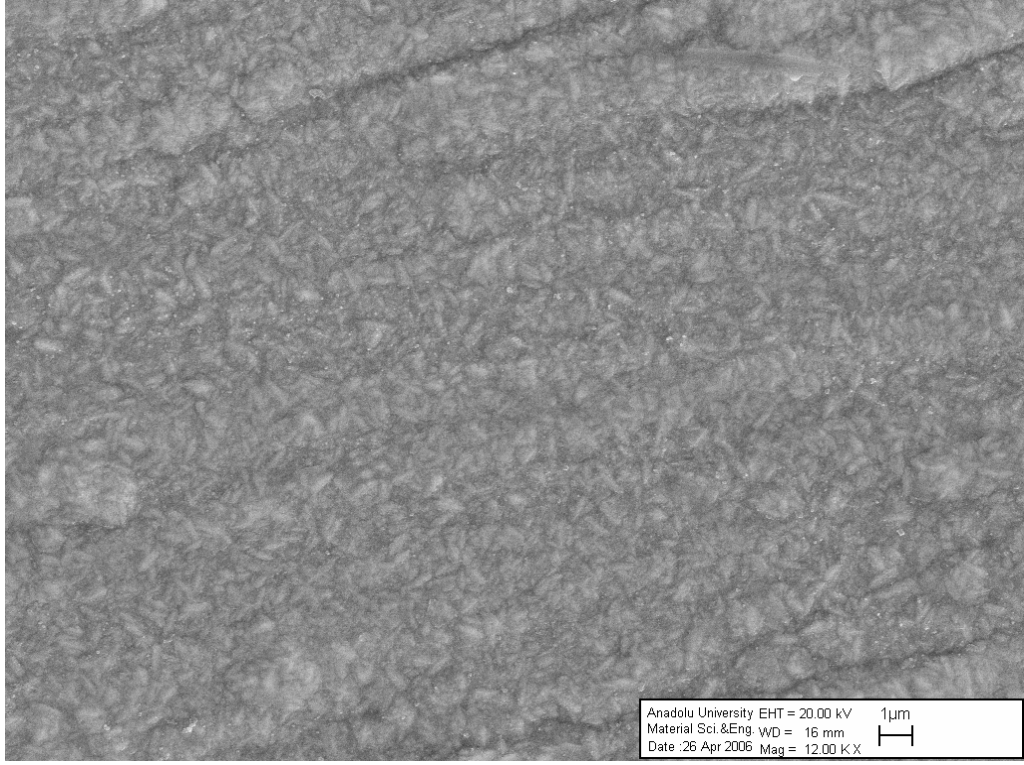


**Şekil 4.20:** Çözelti pH değeri (a) pH=3.70 ve (b) pH=2.91 değerlerinde büyütülen CoFe filmlerin yüzey morfolojisi



**Şekil 4.21:** (a) 0.01M FeSO<sub>4</sub> ve(b) 0.04 FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonuna sahip çözeltilerden büyütülen CoFe filmlerin yüzey morfolojisi





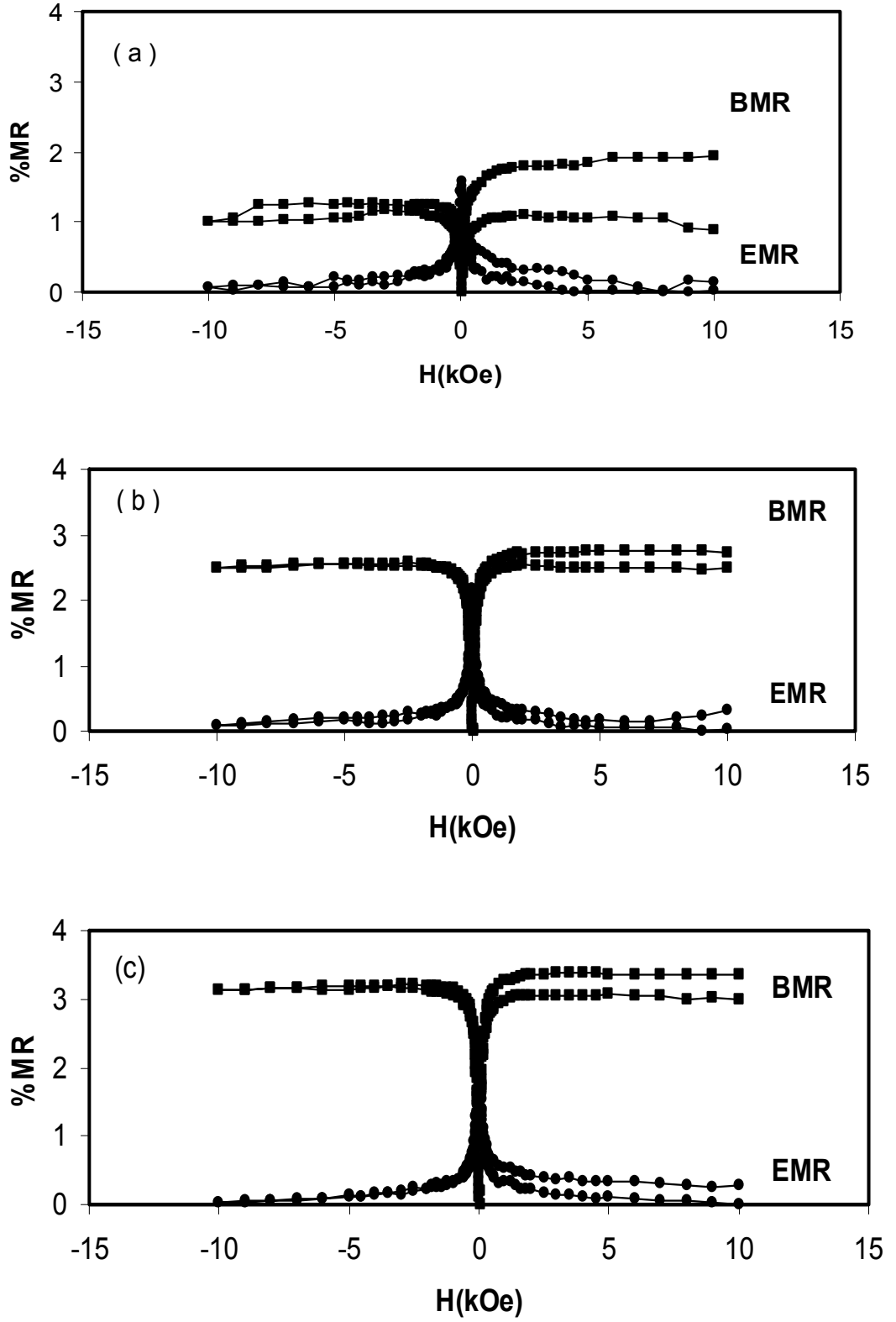
**Şekil 4.22:** (a) 0.08M FeSO<sub>4</sub> ve (b) 0.12 FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonuna sahip çözeltilerden büyütülen CoFe filmlerin yüzey morfolojisi

#### **4.6. Co ve CoFe Filmlerin Manyetodirenç Analizi (MR)**

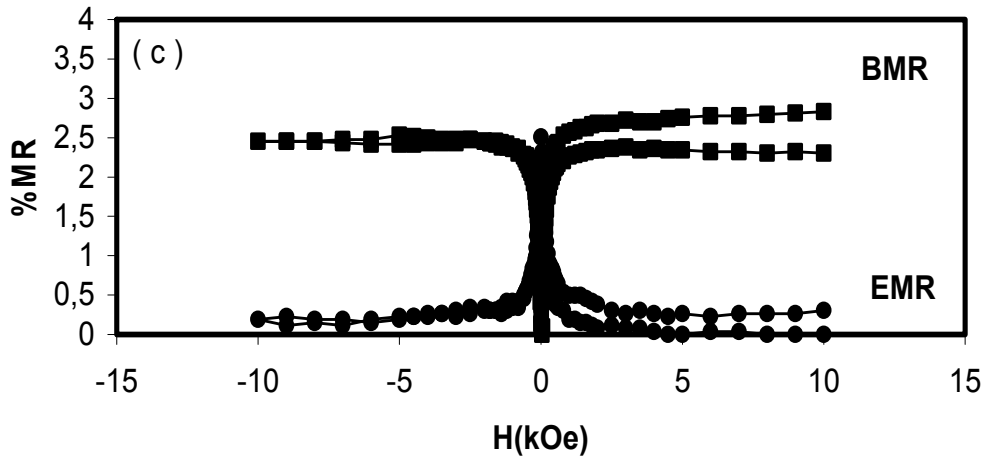
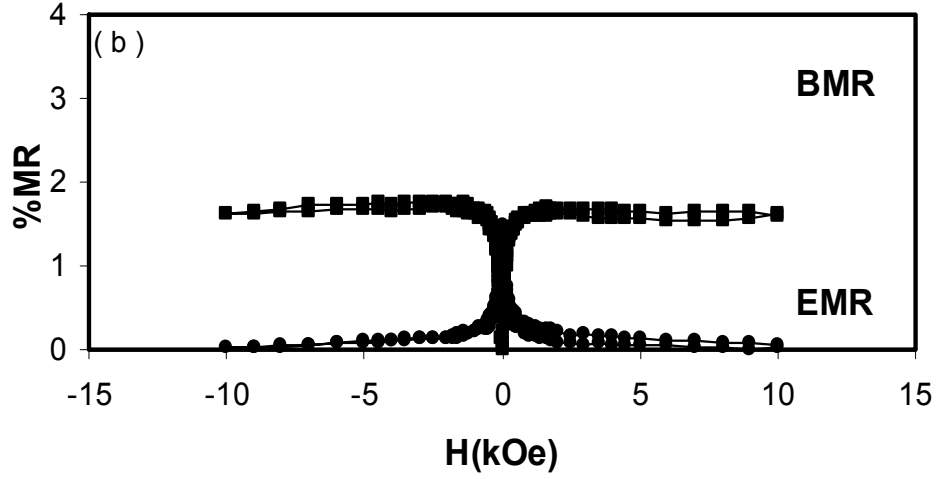
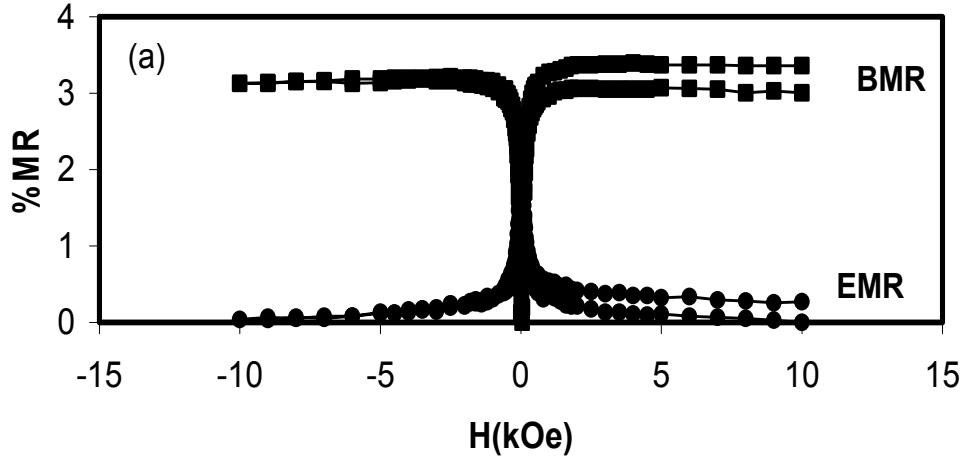
Bu çalışmada Co ve CoFe filmlerin manyetodirenç ölçümleri iki bölümden oluşmaktadır. İlk bölümde CoFe filmlerin film kalınlığını ve depozisyon potansiyelini belirlemek için, filmlerin manyetodirenç analizi incelendi ve MR% değerinin yüksek olduğu film özelliklerinde incelemeler yapıldı. İkinci bölümde ise ilk bölümde yapılan çalışmalar baz alınarak C1 ve CoFe filmlerde yüksek değerde MR% veren filmler belirlenmeye çalışıldı.

##### **4.6.1 CoFe Filmlerin, Film Kalınlığı ve Üretim Potansiyeli Belirlemek için Yapılan Denemeler**

Bu çalışmada üretilen filmlerin manyetodirenç ölçümleri yapılarak %MR değişimleri incelenmiştir. Manyetodirenç ölçümlerinde yüksek MR değerine sahip olan filmlerden faydalanılarak deneme aşmasında üretim potansiyelini belirlenecektir. Depozisyon potansiyeli için yapılan bu işlemler film kalınlığı belirleme aşamasında da tekrarlandı ve uygun film kalınlığı tespit edildi. Deneme ölçümlerinde depozisyon potansiyelinin belirlenmesinde elektrokimyasal karakterizasyon olan DV metodu kullanıldı ve üretim potansiyeli aralığı tespit edildi ve filmler için üretim potansiyeli DKE'ye göre -1.8V, -2.0V, -2.3V olarak seçildi. Potansiyeli belirlenen filmler için film kalınlığı 3µm olarak sabit tutuldu. Bu potansiyel değerlerine bakıldığında artan potansiyel ile hem film parlaklığı hem de %MR değerleri artmaktadır. Bu sebeple üretim potansiyeli ilk aşamada -2.3V olarak belirlendi ve film kalınlığına göre filmler üretilmeye başlandı. -2.3V üretim potansiyelinde 3µm, 4µm, 5µm kalınlıkta filmler üretildi. Bu denemelerde de film kalınlığı 3µm olduğunda filmlerde yüksek MR değerleri görüldü ve bu kalınlık değeri CoFe filmleri için üretimde kullanılacak kalınlık olarak belirlendi.



**Şekil 4.23:** pH=2.64 değerinde 3µm kalınlıkta deneme ölçümleri için DKE'ye göre a) -1.8V, b) -2V, c) -2.3V değerlerinde üretilen filmler



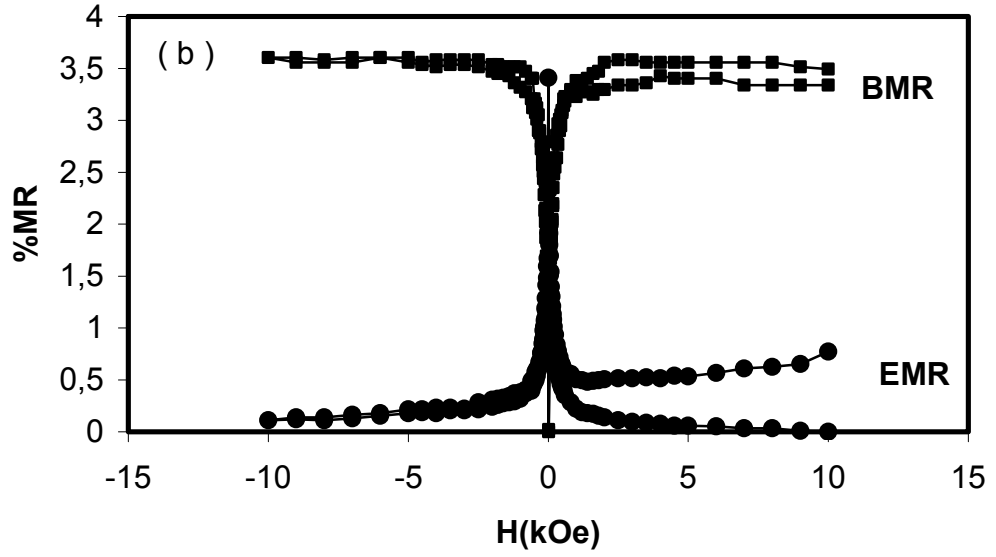
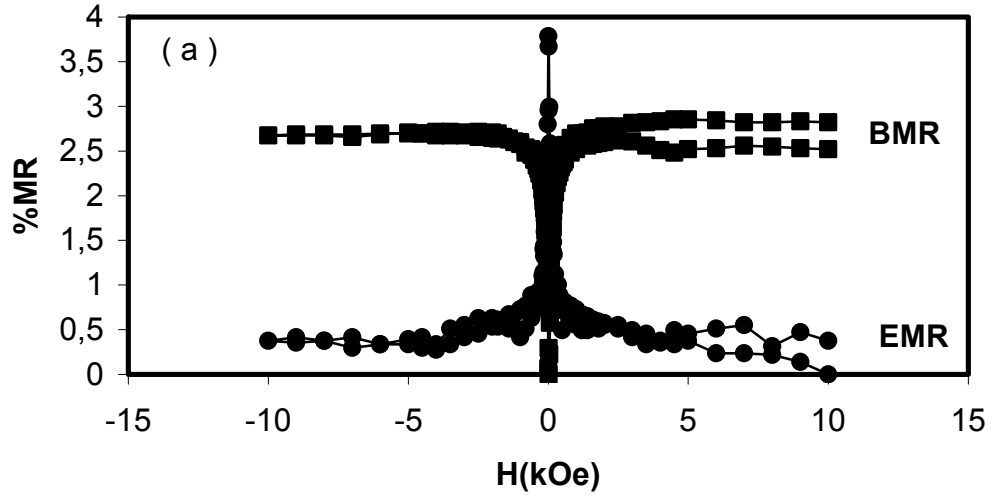
**Şekil 4.24:** Çözelti, pH=2.64 değerinde DKE'ye göre -2,3V üretim potansiyelinde deneme ölçümleri için a) 3µm, b) 4µm, c) 5µm değerlerinde üretilen filmler

#### **4.6.2 Co ve CoFe Filmlerin Depozisyon Parametrelerine Göre Magnetorezistans Analizleri**

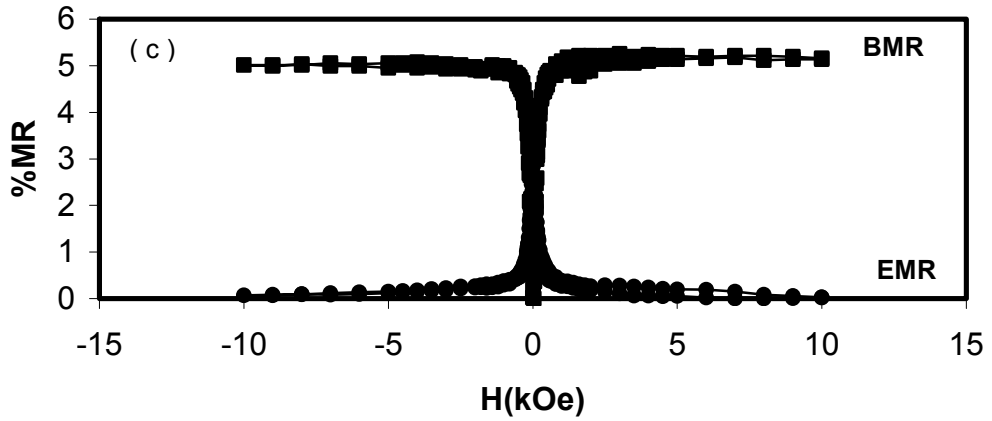
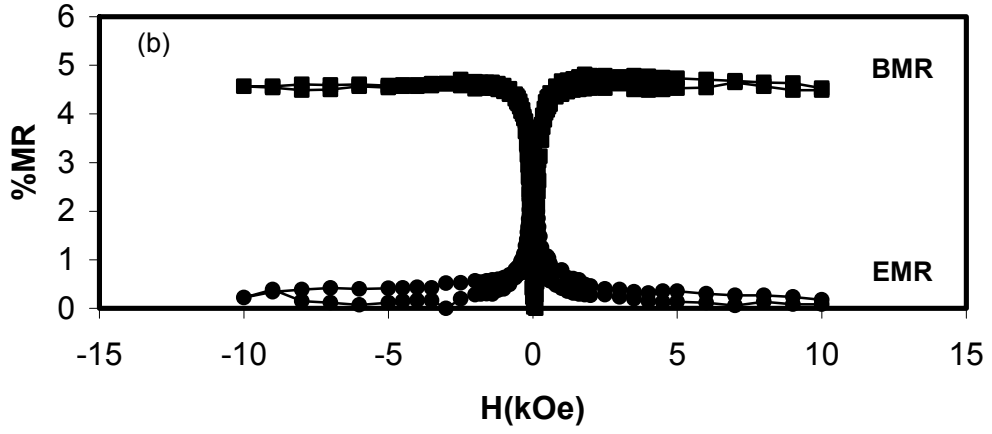
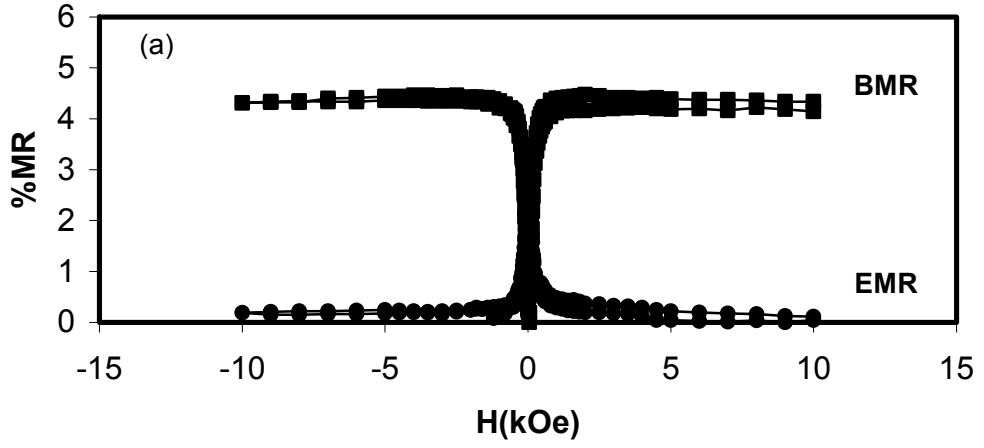
Elektrodepozisyon ile üretilen Co ve CoFe manyetik ince filmlerin manyetodirenç ölçümleri Van der Pauw metodu kullanılarak yapılmıştır. Üretilen filmlerin çözelti pH'ı, üretim potansiyeli, film kalınlığı ve çözelti içerisindeki %Fe konsantrasyonu değişkenlere göre manyetodirenç değişimleri incelenmiştir. Manyetodirenç grafikleri incelendiğinde Boyuna Manyetodirenç (BMR) artan manyetik alan ile artmakta Enine Manyetodirenç (EMR) artan manyetik alan değeri ile azalmaktadır. Bu durum Anizotropik Manyetodirenç (AMR) olarak tanımlanmaktadır. Bu çalışmada incelenen saf Co ve CoFe alaşım ince filmleri AMR özelliği göstermektedir. Manyetodirenç grafikleri incelendiğinde manyetik alan değeri 2kOe civarında doyuma ulaşmaktadır.

##### **4.6.2.1 Çözelti pH'ına Göre Üretilen Co ve Cofe Manyetik İnce Filmlerin Manyetodirenç Ölçümleri**

Şekil 4.25 de kalınlığı 3µm olan, DKE'ye göre -2.5V katot potansiyelinde, üretilen Co filmlerin yüksek pH (2.35) ve düşük pH (1.91)'da elde edilen MR grafikleri verilmektedir. Bu grafikler incelendiğinde saf Co için çözelti pH değerinin azalması BMR ve EMR değerlerinde çok fazla bir değişime sebep olmamaktadır. Şekil 4.26 de 3µm kalınlıkta, -2.5V katot potansiyelinde, yüksek pH (3.70) ve düşük pH (2.96)'da üretilmiş olan CoFe alaşım filmlerin MR ölçümleri verilmektedir. Burada Saf Co filmlerinden farklı olarak CoFe alaşım filmlerinde pH değeri azaldıkça BMR ve EMR değerleri artmaktadır.

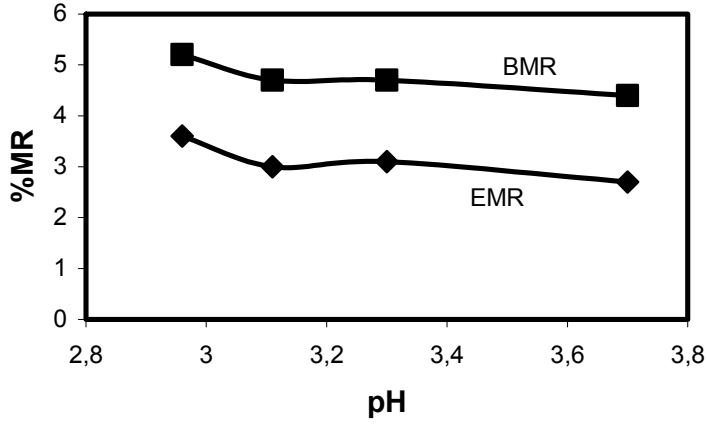


Şekil 4.25: DKE'ye göre -2.5 katot potansiyeli, 3µm kalınlıkta, a) pH=2.35, b) pH=1.91 değerine sahip T1 çözeltisinden üretilmiş Co filmlerin MR eğrileri.



**Şekil 4.26:** DKE'ye göre -2.5 katot potansiyeli, 3 $\mu$ m kalınlıkta, a) pH=3.70, b) pH=3.30 c) pH=2.96 değerine sahip T2 çözeltisinden üretilmiş CoFe filmlerin MR eğrileri.

CoFe filmlerinin Manyetodirenç ölçümleri sonucunda Manyetodirençin Çözelti pH'ı ile değişimi aşağıdaki Şekil 4.27 ile daha net görülmektedir.

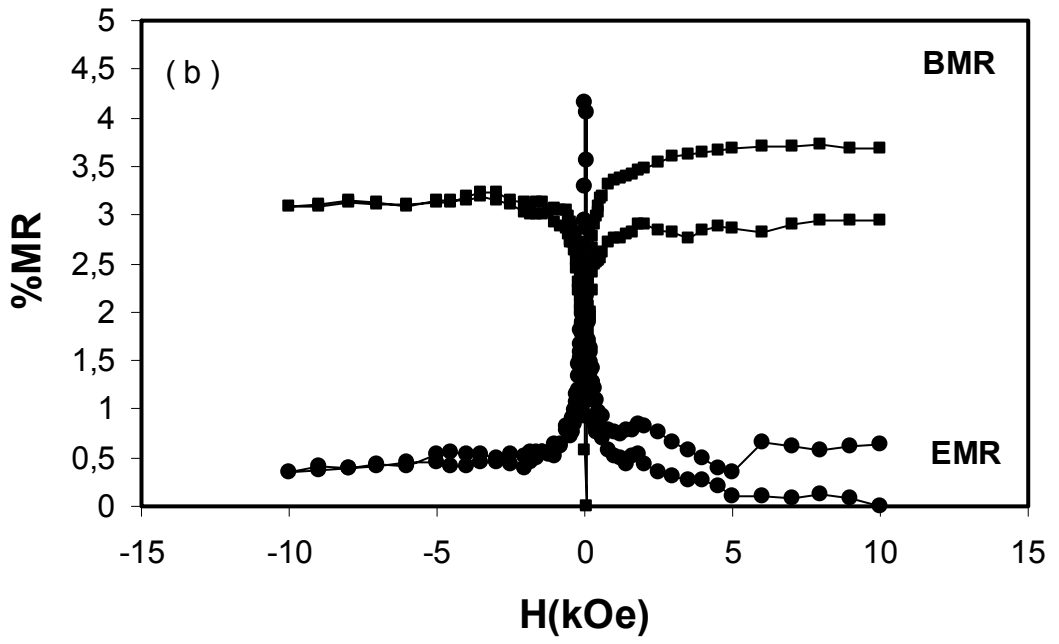
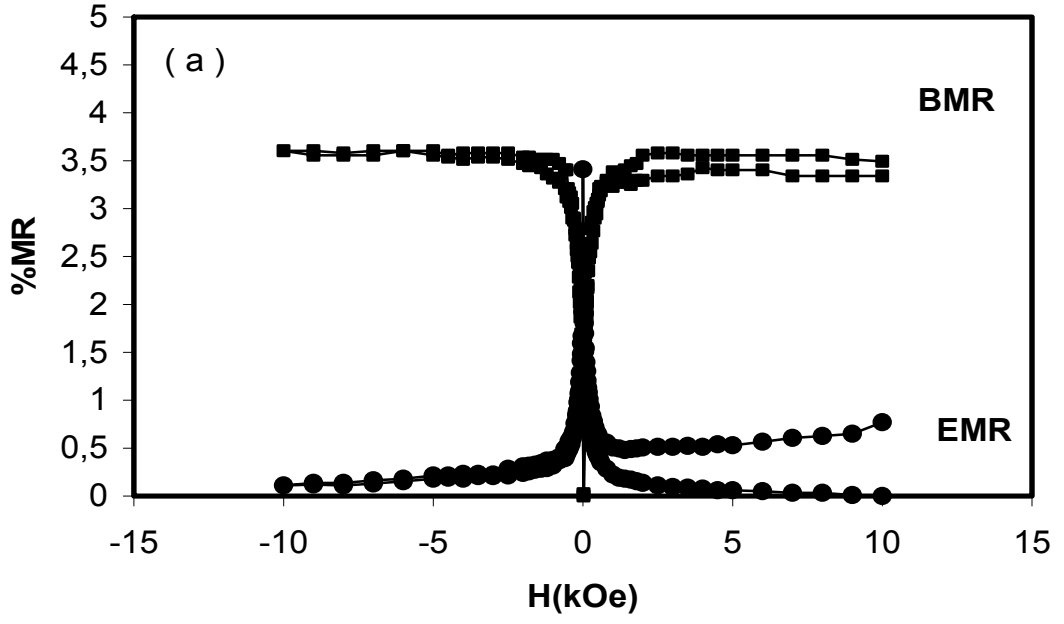


Şekil 4.27: CoFe alaşım filmleri için %MR ile pH arasındaki ilişkiyi veren grafik

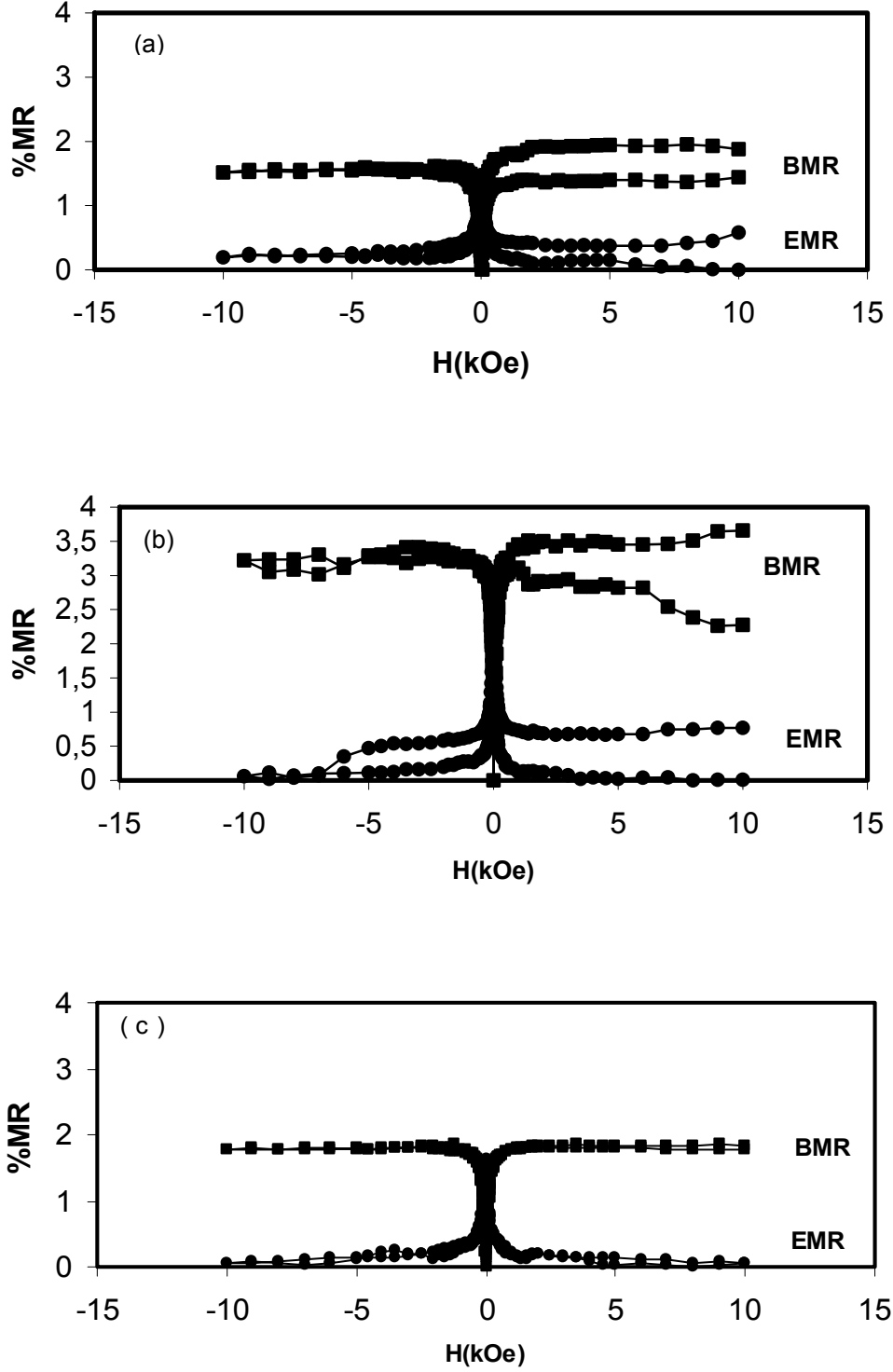
#### 4.6.2.2 Film Kalınlığına Göre Üretilen Co ve Cofe Manyetik İnce Filmlerin Manyetodirenç Ölçümleri

DKE'ye göre -2.5 V katot potansiyelinde, 1.91 pH değerindeki T1 çözüldü ve -2.5V katot potansiyelinde, 2.96 pH değerinde sabitlenen T2 çözeltisinden üretilen 3µm ve 5µm kalınlıklı filmlerin MR eğrilerine bakıldığında BMR ve EMR değerlerinin Co filmlerde değişmediği ancak CoFe alaşım filmlerinde 3µm kalınlıkta üretilmiş olan filmde BMR ve EMR değerlerinin diğerlerine göre daha fazla olduğu görülmektedir.



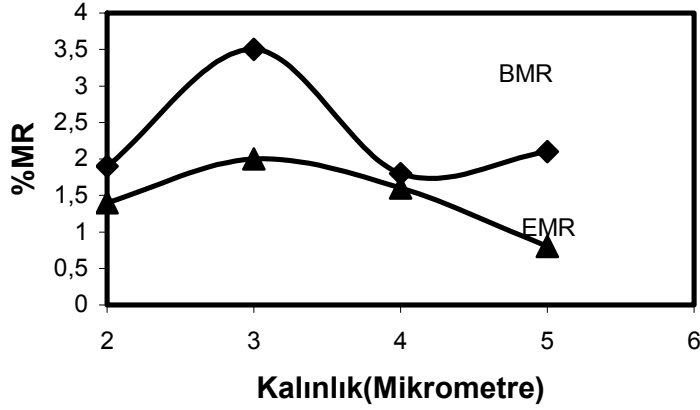


Şekil 4.28: -2.5 katot potansiyeli, pH= 1.91 değerinde olan T1 çözeltisinden a)3µm, b) 4µm kalınlıkta üretilmiş Co filmlerin MR eğrileri



Şekil 4.29: DKE'ye göre -2.5 katot potansiyeli, pH=2.96 değerinde olan T2 çözeltisinden a) 2 $\mu$ m, b) 3 $\mu$ m, c) 4 $\mu$ m kalınlıkta üretilmiş CoFe filmlerin MR eğrileri.

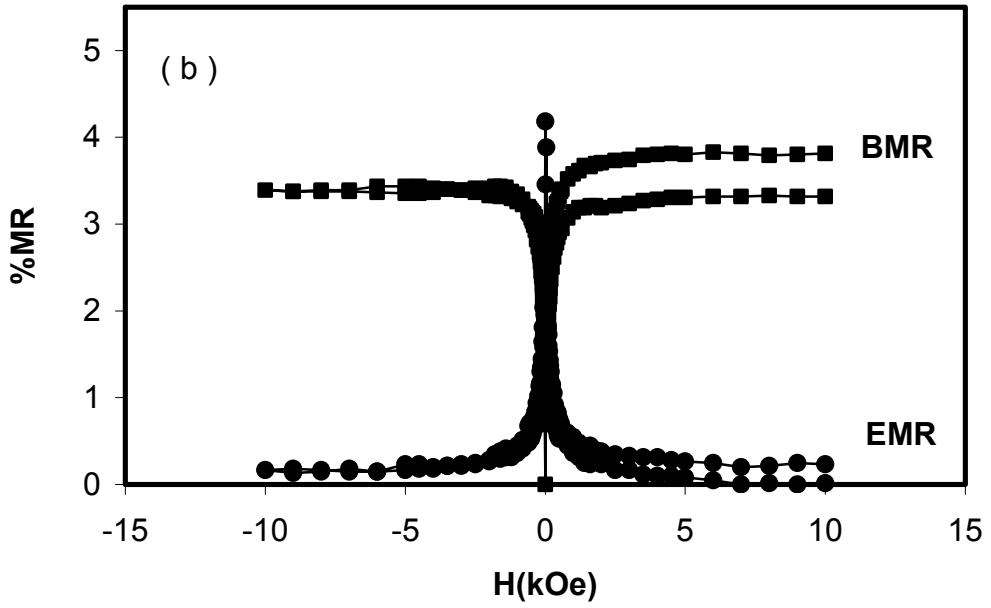
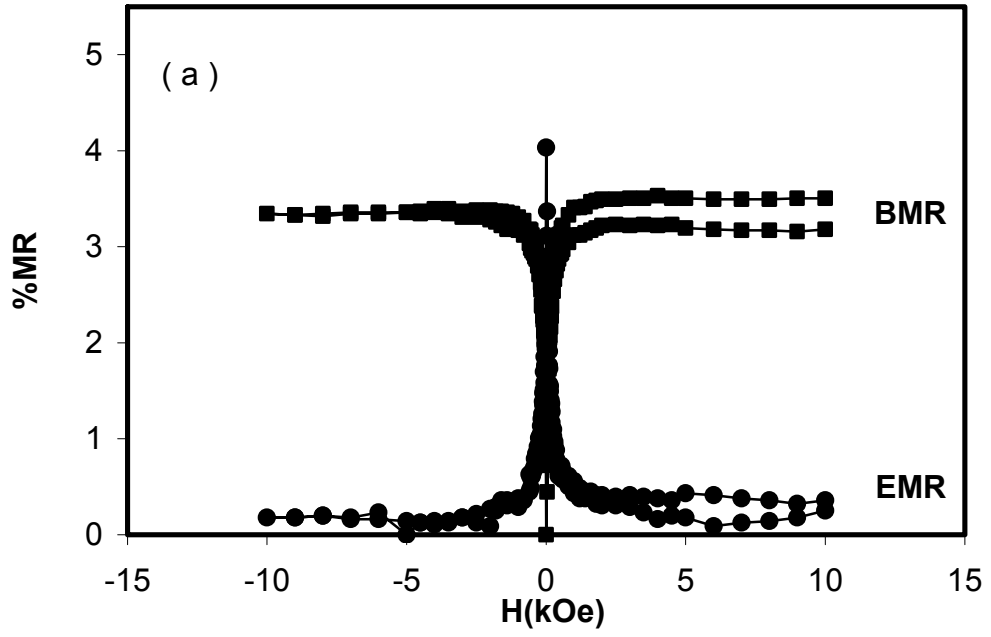
Şekil 4.30'da CoFe alaşım filmlerindeki %MR değişiminin kalınlık ile değişimi açıkça görülmektedir. 3µm den daha ince yapılarda kusurlar gibi faktörlerin film üzerine olan etkilerinin artması ile filmin %MR değerinde düşme gözlenirken aynı şekilde kalınlığın artması durumunda ise yüzey kabalığının artması %MR değerlerinin düşmesine sebep olmuş olabilir.



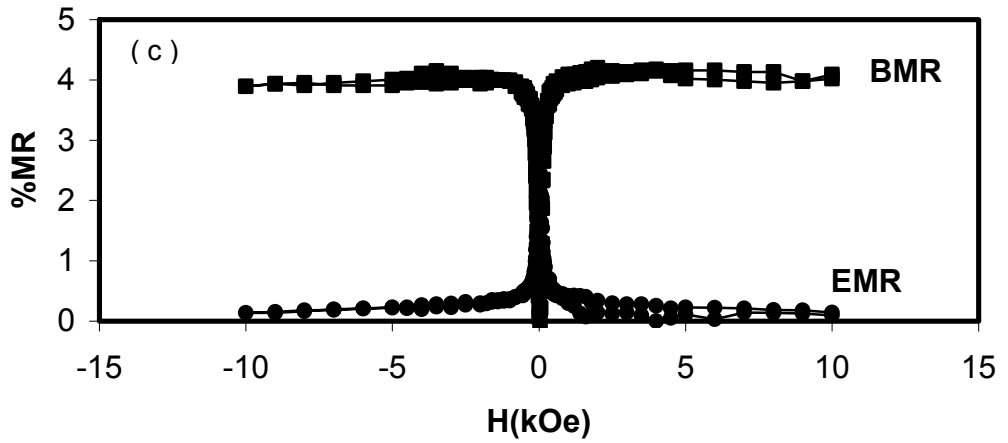
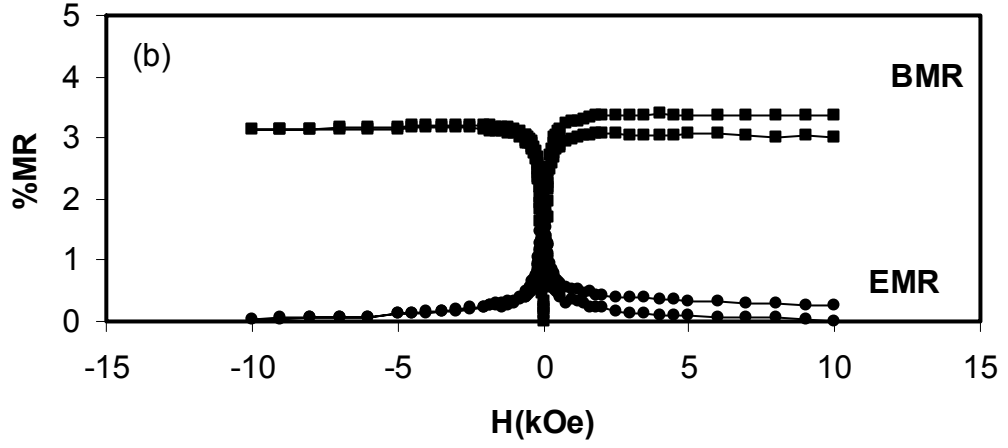
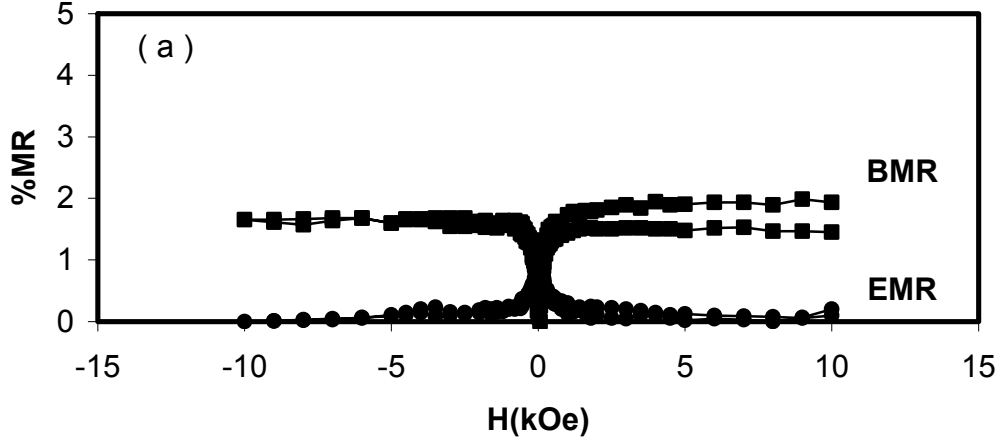
Şekil 4.30: CoFe alaşım filmleri için %MR ile film kalınlığı arasındaki ilişkiyi veren grafik

#### 4.6.2.3 Depozisyon Potansiyeline Göre Üretilen CoFe ve Saf Co Filmlerin Manyetodirenç Analizleri

1.91 çözelti pH değerinde 3µm kalınlıkta saf Co filmler üretim potansiyeli değişkenine göre DKE'ye göre -1.8V, -2.0V, -2.3V, -2.5V, -2.7V değerlerinde üretilmiştir. Ancak filmlerin üretiminde kullanılan depozisyon potansiyelinin değişmesi %MR da değişime sebep olmamaktadır. CoFe alaşım filmler 2.45 pH değeri ve 3µm kalınlık değerleri sabit tutularak saf Co filmlerin üretim potansiyelleri verilerek üretilmişlerdir. Burada saf Co filmlerin aksine CoFe alaşım filmler üretim potansiyelinin artmasıyla MR değerlerinin de artmış olduğu görülmektedir.

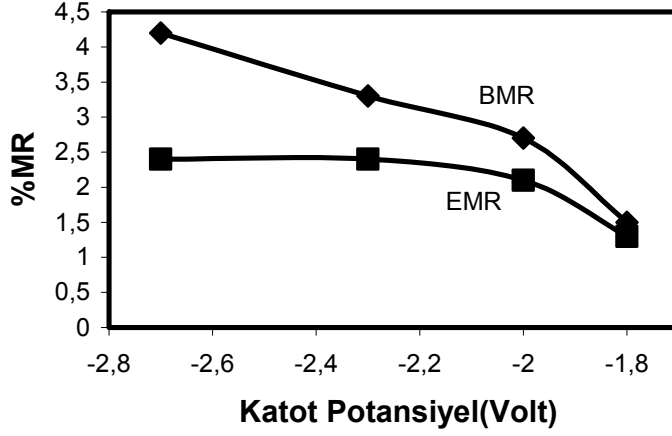


Şekil 4.31: pH=1.91 değerinde 3µm kalınlıkta DKE'ye göre a) -1.8V, b) -2.7V üretim potansiyellerinde üretilen Saf Co filmlerin MR ölçümleri



Şekil 4.32: pH=2.45 değerinde 3 $\mu$ m kalınlıkta DKE'ye göre DKE'ye göre a) -1.8V, b) -2.3V c) -2.7V üretim potansiyellerinde üretilen CoFe filmlerin MR ölçümleri

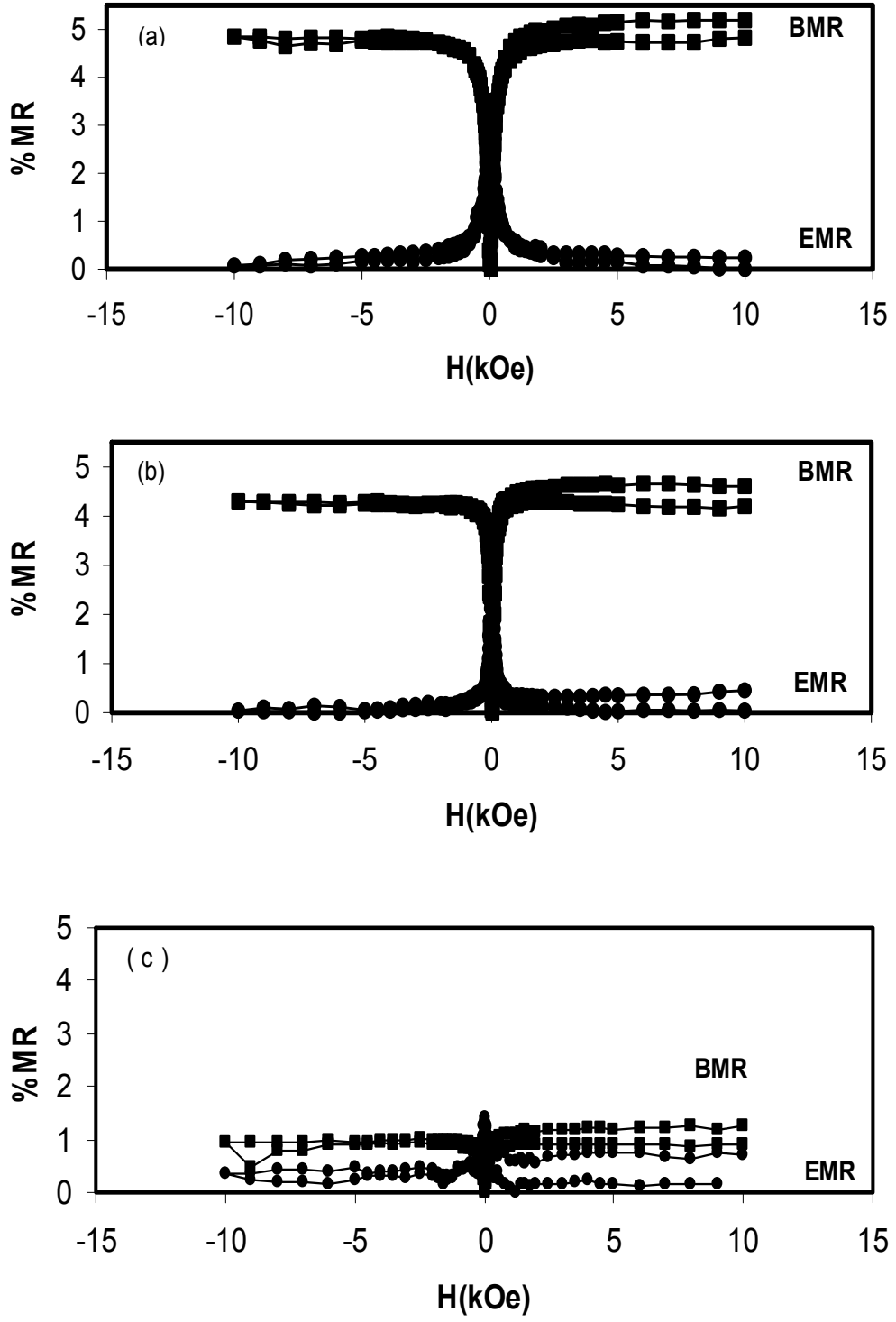
%MR deęişiminin üretim potansiyeli ile olan ilişkisi Şekil 4.33'de görölmektedir ve potansiyel artması ile %MR da artmaktadır.



Şekil 4.33: CoFe alaşım filmleri için %MR ile üretim potansiyeli arasındaki ilişkiyi veren grafik

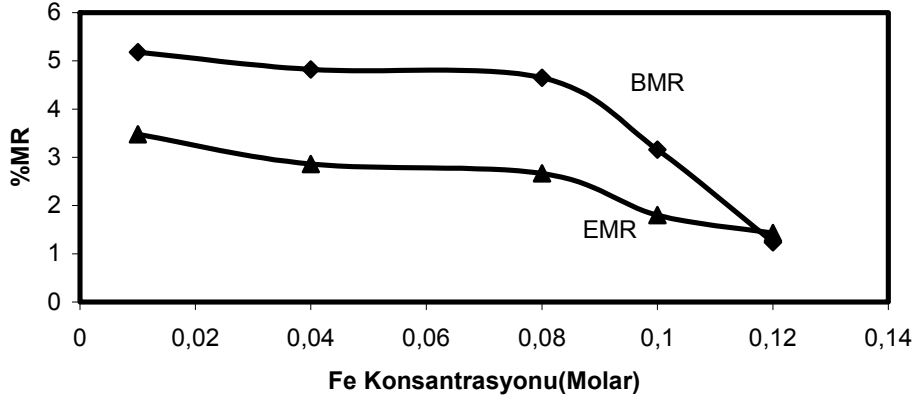
#### 4.6.2.4 Çözelti İçindeki FeSO<sub>4</sub> Miktarı Deęiştirilerek Büyütölen Filmlerin MR Analizleri

Konsantrasyona göre üretilen filmlerde artan Fe iyonlarına baęlı olarak %MR da ki deęişim incelenmiştir. Farklı FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonuna sahip çözeltilerden üretilen filmler 2.50 çözelti pH'ı, -2.5V depozisyon potansiyeli ve 3µm kalınlıkta büyütölmüştür. Burada hazırlanan çözeltiler 0.01M, 0.04M, 0.08M, 0.1M ve 0.12M FeSO<sub>4</sub> içermektedirler. Bu koşullarda üretilen filmlerin %MR deęişimine bakıldığında çözelti içindeki FeSO<sub>4</sub> miktarı azaltıldığında elde edilen MR deęerlerinin arttığı gözlenmektedir.



**Şekil 4.34:** pH=2.50 değerinde 3µm kalınlıkta, DKE'ye göre -2.5V a) 0.01M FeSO<sub>4</sub>, b) 0.08M FeSO<sub>4</sub> c) 0.12M FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonlarında üretilen CoFe filmlerin MR ölçümleri.

Şekil 4.35’da Fe konsantrasyonu ile %MR değeri artmaktadır.



Şekil 4.35: CoFe alaşım filmleri için %MR ile Fe konsantrasyonu arasındaki ilişkiyi veren grafik



## 5. SONUÇ

Elektrodepozisyon tekniđi manyetik ince film üretmede basit ve ucuz bir yöntemdir. Bu çalışmada Saf Co ve CoFe alaşım filmler farklı elektrodepozisyon parametrelerine bađlı olarak üretilmiştir. Elektrodepozisyon sisteminde üretilen filmler %100 akım verimliliđi kabul edilerek büyütölmektedir. Ancak oluşan filmlerin akım verimliliđi hesaplandıđında Co filmler için %97 iken CoFe filmler için %96 olduđu göröldü. CoFe filmlerin akım verimliliđinin düşük olmasının sebebi hidrojen iyonlarının depozisyona eşlik etmesinden kaynaklanmış olabilir.

Çözeltilerin elektrokimyasal karakterizasyonları DV metoduyla incelendi. Seçilen bu potansiyel deđerinde Co ve CoFe filmler büyütölmüştür. Filmlerin büyüme mekanizmaları akım zaman grafikleri yardımıyla incelendi. Üretilen filmlerde depozisyon potansiyeli arttırıldıđında buna bađlı olarak akım deđerinin de arttıđı gözlendi. Çözelti pH deđeri akımı çok fazla deđiştirmez iken çözelti konsantrasyonu arttıđında devreden geçen akımında arttıđı göröldü. Akım zaman grafiklerinde kararlı bir akım gözlenmektedir. Bu da filmlerin düzgün depozit edildiđini anlaşılmaktadır.

Filmlerin kimyasal analizi EDX ile yapılmıştır. Voltaja göre büyütölen filmlerde depozisyon potansiyeli arttıka Co miktarı artarken Fe miktarı azalmaktadır. Çözelti pH'ına göre büyöten filmlerde madde miktarlarında önemli bir deđişim olmamaktadır. Bunların yanı sıra çözelti içindeki FeSO<sub>4</sub> tuzunun miktarı arttırıldıđında film içerisinde biriken Fe miktarının da arttıđı göröldü.

Co filmler pH deđişkenine, CoFe filmler ise depozisyon potansiyeli, çözelti pH'ı ve Fe konsantrasyonuna göre yapısal olarak incelendi. Çözelti pH'ına göre büyütölen Co filmlerde fcc yapıya ait (111), (220) ve (311) pikleri görölmektedir. Normal koşullar altında Co hcp yapıda kristallenmektedir ancak depozisyon olayına hidrejen iyonlarının katılmasından dolayı yapı fcc'ye kaymış olabilir. Yüksek pH

değerinde büyütülen Co filmlerin kırınım desenleri incelendiğinde hcp yapının (100) pikinin ortaya çıktığı gözlemlendi. Filmler ağırlıklı olarak (220) yönelimine sahiptir. Bu filmler için örgü sabitleri, tane büyüklükleri ve atomlar arası uzaklıklar hesaplandı ve literatür ile uyumlu olduğu bulundu.

CoFe filmler yüksek pH değerinde büyütüldüklerinde fcc yapının (111), (200), (220) ve (311) pikleri ile bcc yapının (100) ve (200) pikleri kırınım deseninde gözlenmektedir. Çözelti pH değeri düşürüldüğünde büyütülen filmlerde ise sadece fcc yapının (111), (200), (220) ve (311) pikleri görülmektedir. Bu filmler kuvvetli (220) yöneliminde kristallenmişlerdir. Çözelti pH değeri düştüğünde oluşan filmlerin fcc yapısına sahip olduğu görülmektedir.

Depozisyon potansiyeline göre büyütülen CoFe filmlerde de fcc ve bcc yapı birlikte görülmektedir. Film üretim potansiyeline bağlı olarak kristal yönelimini değiştirmektedir. -1.8V'da büyütülen filmde kristal yönelimi bcc yapıya ait (110) iken, -2.7V'da büyütülen filmde ise fcc yapıya ait (111) yönelimi ağırlık kazanmaktadır.

Çözelti içindeki Fe konsantrasyonu değiştirilerek büyütülen filmlerde fcc+hcp yapıdan bcc yapıya bir geçiş gözlenmektedir. 0.01M FeSO<sub>4</sub> içeren çözülden büyütülen film fcc yapının (111), (200), (220) ve (311) piklerini ve hcp yapının (100) pikini içermektedir. 0.12M FeSO<sub>4</sub> içeren çözelti den üretilen filmde ise bcc yapının (110) ve (211) pikleri görülmektedir. CoFe alaşımlara ait faz diyagramlarına bakıldığında bu faz değişimi film içindeki %Fe miktarının %20 ve üzerine çıktığı durumlarda gözlenmektedir. Kimyasal analizlere bakıldığında 0.12M FeSO<sub>4</sub> içeren çözelti den üretilen film içerisinde %20 oranında Fe olduğu görülmektedir.

CoFe filmlerin hepsinde örgü sabiti ve atomlar arası uzaklık gibi büyüklükler hesaplandı ve bulunan değerler literatürdekiler ile uyumlu çıkmaktadır[40].

Filmlerin manyetodirenç ölçümleri oda sıcaklığında  $\pm 10$ kOe arasında uygulanan manyetik alanlarda, Van der Pauw metodu ile yapıldı. Ölçülen tüm

filmlerde Anizotropik Manyetodirenç gözlenmektedir. Hazırlanan filmler depozisyon potansiyeli, pH, kalınlık, ve konsantrasyon deęişkenlerine göre incelendi. Co filmlerde bu deęişkenlere göre %MR'ların önemli bir artış göstermedięi bulundu.

CoFe filmlerde depozisyon potansiyeli arttıkça ve çözelti pH deęeri azaldıkça %MR deęişiminde yaklaşık %1,5'lik bir artma olduęu görölmektedir. Kalınlık deęişkenine göre bakıldığında 3µm kalınlıklı filmlerde maksimum MR gözlenmektedir. Fe konsantrasyonu deęişen filmlerde %MR film içindeki Fe oranının azalması ile azalmaktadır.

Filmlerin yüzey morfolojileri SEM kullanılarak incelendi. CoFe filmler depozisyon potansiyeli, çözelti pH'ı ve Fe konsantrasyonuna baęlı olarak incelendi. Filmlerin depozisyon potansiyeli arttıkça ve çözelti pH deęeri azaldıkça filmleri oluşturan tane büyüklüklerinin de büyüdüęü görölmektedir. Fe konsantrasyonuna göre incelenen SEM görüntülerinde Fe konsantrasyonu arttıkça film içerisindeki tanelerin küçüldüęü görüldü.

## 6. KAYNAKÇA

- [1] Schwarzacher W. Lashmore DS., *IEEE Trans. Magn.* **32**, 3133 (1996).
- [2] A.Brenner, Electrodeposition of Alloys Principles and Practice. Chap.40 (Academic Pres.NewYork 1963)
- [3] J.Yahalom and O.Zadok, *J.Mater,Sci.*Vol.22. p.499,1987
- [4] D.Tench and J.White, *Metal Trans.A.*,vol.157, p.2039 (1984)
- [5] T.Yokoshima,K.Lmai. D.Shinga,K. Takashima, and T.Osaka, High B<sub>S</sub> CoFe Thin Films Prepared by Electrodeposition IEEE, 2003
- [6] K.I. Aral, H. W. Kang, and K. Isiyama *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol.27, No.6,November 1991
- [7] N.V.Myung and K.Nobe, *Journal of Electrochemical Society*,148 (3) C136-C144 (2001)
- [8] L.Ricq, F.Ldlemand,M.P.Gigandet, J.Pagetti. *Surface and Coating Technology* 138 (2001) 278-283
- [9] W.Thomson,"On the Electrodynamic Qualities of Metals: Effects of Magnetization on The Electric Conductivity of Nicel and Iron" *Proc.Rey.Soc.*Vol3, p546-550.1857
- [10] M.Baibich, M.N., J.M.Broto, A.Fert, F.Nguyen Van Dau, F.Petroff, P.Etienne, G.Creuzé, A.Friederich, J.Chazeles. 1988. *Phys. Rev. Lett.*, 61, p.2472
- [11] F.Lallemand, L.Ricq, E.Deschaseaux, L.De.Vettor, P.Beçot. *Surface and Coating Technology* 197 (2005)
- [12] S.H., Liao *Intermag Conference*, 1988
- [13] I.W.Wolf, *J.Appl. Phys.* 33, 1152 (1962)
- [14] W.Metzdorf, *IEEE Trans. Mag.*MAG-2 575 (1966)
- [15] (Alper M. 1995. *Elektrodeopsited Magnetic Supperlattices*. Ph. D Thesis , University of Bristol,p.1-62
- [16] Alper M, Attenborough K, Hart R, Lane SJ, Lashmore DS, Younes C, Schwarzacher W, *Appl. Phys. Lett.*, **63**, 2144 (1993a).

- [17] Alper M. 2003. Manyetik Süperörgülerin Elektrokimyasal Olarak Sentezlenmesi. TÜBİTAK Raporu, No: TBAG-1771(yayınlanmamış),Bursa.10-53s
- [18] E.M Kakuno, D.H Mosca, I. Mazzaro, N.Mattaso, W. H. Schreiner, and M.A. B.Gomes J.Electrochem. Soc.,Vol.144,No.9 September1997
- [19] www.webelements.com\_(20.03.2006)
- [20] www.kimyaokulu.com (06.01.2005)
- [21] Malzeme Bilgisi ve Malzeme Muayenesi Prof. Dr:-Ing. A.Halim DEMİRCİ
- [22] A.Fernandez Guillermet, High Temp, High Prese,Vol19(1988) p477-499
- [23] Charles Kittel Katıhal Fiziğine Giriş Çeviren: Bekir KARAOĞLU Bilgi Tek Yayıncılık İstanbul 1996
- [24] Prof. Dr. A Sezai SARAÇ Metal Kaplama ve Elektrokimyasal Teknolojiler
- [25] Kılıç, E.,F. Köseğlı,H. Yılmaz.1998. Enstrumantel Analiz Teknikleri Bilim Yayıncılık, Ankara.267-411s
- [26] Moore,W.J.1966, Physical Chemistry, Longmans, London p.379-394
- [27] Atkins,P.W.1994. Physical. Oxford Universty, Oxford, p.
- [28] Modern Electroplating Mordechay Schlesinger, Milan Paunovic
- [29] Ganganish D. And Talbot Jan B., Dahms H., Croll I.M., Anrricacos P.C.,Arana C., Myung N.V., Grande Wendy C].
- [30] Greef ,R.,R.Peat,L.M.Peter,D. Pletcher,J. Robinson.1990 Instrumental Methods and Electrochemistry.The Macmillan Pres Ltd.,London.p.161
- [31] Skoog, D.A, Holler F.J., Nieman T.A. Principles of Instrumental Analysis,Harcourt Brace & Company, Çeviri Ed. Kılıç E., Köseoğlı F., Yılmaz H., Bilim Yayıncılık, 591(1998),
- [32] Introduction to Magnetisem and Magnetic Materials, David Jiles

- [33] Alper M., M. Sc., ‘‘Electrodeposited Magnetic Superlattices’’ Ph. Doktora Tezi, H.H. Wills Physics Laboratory, University of Bristol, (1995)
- [34] [www.istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm](http://www.istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm).
- [35] Fabio R. Bento and Lucia H. Mascaro J. Braz. Chem., Soc. Vol.13, No.4, 502-509, 2002
- [36] Adrina N. Correia, Regina C.B. de Olivereira and Pedro de Lima-Neto J. Braz. Chem., Soc. Vol.17, No.1, 90-97, 2006
- [37] Armanyov S. 2000. Electrochemical Acta, 45, p.3323
- [38] Cavallotti, P.L., A. Vicezno, M. Bestetti, S. Franz. 2003. Surface Coating & Technology, 169-170, p.76
- [39] Mürşide Şafak, Co-Cu Alaşım Filmlerin Elektrodepozisyonu ve Özelliklerinin İncelenmesi Yüksek Lisans Tezi, Bursa 2005
- [40] X- Işınları Difraksiyonu Çev: Prof. Dr. Ali Sümer (Yazan: Cullity) İstanbul Teknik Üniversitesi Matbaası Gümüşsüyü-1966
- [41] Pauw L. J. Van der ‘‘A Method of Measuring Specific Resistivity and Hall Effect of Discs of Arbitrary Shape’’ Philips Research Reports, 1958.
- [42] Myung N.V. and Nobe K., ‘‘Electrodeposited Iron Group Thin-Film Alloys Structure- Property Relationships’’, J. Electrochem. Soc., 148, 136 (2001)
- [43] T.R. McGUIRE and R.I. POTTER ‘‘Anisotropic Magnetoresistance in Ferromagnetic 3d Alloys’’, IEEE Transactions on Magnetics, Vol. Mag-11, No.4, July 1975
- [44] Elektrik ve Manyetizma Işık ve Optik, Raymond A. Serway, Robert J. Beichner, Çeviri editörü, Prof. Dr. Kemal Çolakoğlu Palme Yayıncılık 2002
- [45] [www.mos.org/sln/sem](http://www.mos.org/sln/sem) (07.04.2006)
- [46] [www.sem.com/analytic/sem.htm](http://www.sem.com/analytic/sem.htm) (07.04.2006)