

T.C.
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANA BİLİM DALI



FeCl/Cu SÜPERÖRGÜLERİN DC PÜSKÜRTME
METODUYLA HAZIRLANMASI, MANYETİK ve YAPISAL
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MESUT EŞİYOK

BALIKESİR, MAYIS – 2014

**T.C.
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANA BİLİM DALI**



**FeCl/Cu SÜPERÖRGÜLERİN DC PÜSKÜRTME
METODUYLA HAZIRLANMASI, MANYETİK ve YAPISAL
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MESUT EŞİYOK

BALIKESİR, MAYIS – 2014

KABUL VE ONAY SAYFASI

Mesut EŐİYOK tarafından hazırlanan “FeCl/Cu SÜPERÖRGÜLERİN DC PÜSKÜRTME METODUYLA HAZIRLANMASI, MANYETİK ve YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 27.05.2014 tarihinde yapılmıŐ olup aŐađıda verilen jüri tarafından oy birliđi / oy çokluđu ile Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiŐtir.


Jüri Üyeleri

İmza

DanıŐman
Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR



Üye
Prof. Dr. Mustafa GÖKTEPE



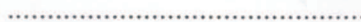
Üye
Prof. Dr. Nuri NAKİBOĐLU



Jüri üyeleri tarafından kabul edilmiŐ olan bu tez BAÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca onanmıŐtır.

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Cihan ÖZGÜR



**Bu tez çalışması Devlet Planlama Teşkilatı tarafından 2005K120170
nolu proje ile desteklenmiştir.**

ÖZET

**FeCl/Cu SÜPERÖRGÜLERİN DC PÜSKÜRTME METODUYLA
HAZIRLANMASI, MANYETİK ve YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MESUT EŞİYOK
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANA BİLİM DALI**

**(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. HAKAN KÖÇKAR)
(EŞ DANIŞMAN: YRD. DOÇ. DR. ALİ KARPUZ)
BALIKESİR, 2014**

Bu çalışmada, FeCl/Cu çokkatmanlı filmleri DC magnetron püskürtme sistemi kullanılarak iki farklı film serisi olarak üretildi. İncelenen FeCl/Cu çokkatmanlı filmlerinin ilk serisi Cu katmanlarının farklı kalınlıkları dikkate alınarak üretildi ve filmlerin özellikleri üzerinde Cu tabakalarının farklı kalınlıklarının etkisi araştırıldı. Süperörgülerin elementel analizi enerji ayırmalı X-ışını spektroskopisi ile yapıldı. Cu katmanlarının kalınlıkları 0 nm' den 24 nm' ye artırıldığında filmlerin Cu içeriği de % 0' dan % 47'ye arttığı görüldü. X-ışınları difraksiyonu ile yapılan kristal yapı analizine göre, filmlerin Cu içeriği arttıkça, yüzey merkezli kübik yapının (111) düzlemine ait olan pikin şiddeti de artış gösterdi. Elde edilen taramalı elektron mikroskobu görüntüleri incelendiğinde kaliteli, homojen, parlak ve aynaya benzer yüzeyler gözlemlendi. Titreşimli numune manyetometresi ile yapılan manyetik ölçümler, Fe içeriğinin azalmasıyla filmlerin manyetizasyonun azaldığını belirledi. 20 kOe'lik dış manyetik alanda, Cu tabaka kalınlığı 24 nm olan film için manyetizasyon değeri 348 emu/cm³ iken, saf Fe filminin manyetizasyonu 1473 emu/cm³ olarak ölçüldü.

FeCl/Cu süperörgülerinin ikinci serisi, ferromanyetik tabakaların düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) depozisyon oranları dikkate alınarak üretildi ve süperörgülerin özellikleri incelendi. Enerji ayırmalı X-ışını spektroskopisi ile yapılan elementel analizine göre, serinin tüm filmlerinde süperörgülerin Cu içeriği % 27 iken, Fe ve Cl içerikleri sırasıyla % 7 ve % 66 olarak tespit edildi. X-ışınları kırınımı tekniği ile yapılan yapısal karakterizasyonlar, süperörgülerde (111) düzlemlili yüzey merkezli kübik ve (110) düzlemlili cisim merkezli kübik yapının karışımı olan bir kristal yapının şekillendiğini gösterdi. Yüzey morfolojisi taramalı elektron mikroskobu ile analiz edildi ve yüzeylerin birbirini tutan ve parlak yapıda olduğu tespit edildi. Süperörgülerin yüzey pürüzlülük analizi atomik kuvvet mikroskobu ile yapıldı. Yüzeylerin yaklaşık olarak aynı pürüzlülüğe sahip olduğu gözlemlendi ve yüzeylerin ortalama pürüzlülük katsayısı ~29 nm olarak bulundu. Manyetik ölçümler, depozisyon oranı artırıldığında manyetizasyonun ve koersivitenin arttığını ortaya çıkardı. Ayrıca bütün süperörgüler için, manyetik kolay eksen yönünün süperörgü düzleminde (düzleme paralel) olduğu bulundu. Sonuçlara göre, manyetik özelliklerdeki değişiklikler ferromanyetik tabakanın farklı depozisyon oranlarından kaynaklanan yapısal özelliklerdeki değişikliklere atfedilebilir.

ANAHTAR KELİMELELER: DC Püskürtme, FeCl/Cu Çokkatmanlı Yapılar, İnce Film, Süperörgü, Manyetik Malzemeler

ABSTRACT

**PREPARATION of FeCl/Cu SUPERLATTICES by DC SPUTTERING
METHOD and INVESTIGATION of THEIR MAGNETIC and
STRUCTURAL PROPERTIES
MASTER' S THESIS
MESUT EŐİYOK
BALIKESİR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE
DEPARTMENT OF PHYSICS**

**(SUPERVISOR: PROF. DR. HAKAN KÖÇKAR)
(CO-SUPERVISOR: ASSIST. PROF. DR. ALİ KARPUZ)
BALIKESİR, 2014**

In this study, FeCl/Cu multilayer films were produced by using a DC magnetron sputtering by considering two different film series. The first series of FeCl/Cu multilayers was deposited with different thicknesses of Cu layer. The effect of different thicknesses of Cu layer on the properties of the films was investigated. The compositional analysis of the superlattices was done by energy dispersive X-ray spectroscopy. The Cu content in the films gradually increased from 0 at.% to 47 at.% as the Cu layer thickness was increased from 0 nm to 24 nm. According to crystal structure analysis achieved by X-ray diffraction technique, the intensities of the peaks which belong to the face centered cubic (111) planes increased with increasing Cu content of the films. Qualified, homogeneous, bright and mirror-like surfaces were observed in all images obtained by a scanning electron microscope. Magnetic measurements done by a vibrating sample magnetometer indicated that magnetization of the films decreased with decreasing Fe content. The magnetization of the film without Cu was 1473 emu/cm³ while the value of 348 emu/cm³ was detected for the film with 24 nm Cu layer thickness when an external magnetic field of 20 kOe was applied.

The second series of FeCl/Cu superlattices were grown by considering low (0.02 nm/s) and high (0.08 nm/s) deposition rates of ferromagnetic layer, and the properties of the superlattices were investigated. Compositional analysis of the superlattices by energy dispersive x-ray spectroscopy revealed that Fe and Cl contents were 7 at. % and 66 at. %, respectively while the Cu content of the superlattices was detected as 27 at. %. Structural characterizations by X-ray diffraction showed that a mixture of the face centered cubic (111) and the body centered cubic (110) structure formed in the superlattices. The surface morphology was exposed by a scanning electron microscope. The surfaces were coherent structure and bright. Surface roughness analysis of the superlattices was done by an atomic force microscope. The surfaces have almost same roughness and average roughness coefficient of surfaces was calculated as ~29 nm. The magnetic measurements revealed that the magnetization and the coercivity increased with increasing deposition rates. Also, the magnetic easy axis was found to be in the superlattice plane for all superlattices. According to results, the variations in the magnetic properties might be attributed to the structural changes caused by different deposition rates of ferromagnetic layer.

KEYWORDS: DC Sputtering, FeCl/Cu Multilayers, Thin Film, Superlattice, Magnetic Materials

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	v
TABLO LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ	viii
KISALTMALAR LİSTESİ	x
ÖNSÖZ	xi
1. GİRİŞ	1
2. KURUMSAL BİLGİLER	4
2.1 Kristal Örgü Sistemleri	4
2.2 Manyetizma	5
2.2.1 Manyetizmanın Temel Kavramları	5
2.2.2 Manyetik Maddelerin Sınıflandırılması ve Ferromanyetik Malzemeler	6
2.2.2.1 Diyamanyetikler ve Diyamanyetizma	6
2.2.2.2 Paramanyetikler ve Paramanyetizma	7
2.2.2.3 Ferromanyetikler ve Ferromanyetizma	8
2.2.2.4 Antiferromanyetizma ve Ferrimanyetizma	9
2.2.2.4.1 Antiferromanyetizma	10
2.2.2.4.2 Ferrimanyetizma	10
2.2.2.5 Manyetizasyon (Histeresiz) Çevrimi	12
2.2.2.6 Manyetik Farklı Eksenlilik (Manyetik Anizotropi)	13
2.2.2.7 Manyetik Etki Alanı (Manyetik Domain Yapıları)	14
2.3 İnce Film Depozisyon Teknikleri	14
2.3.1 Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi	15
2.3.1.1 Vakumda Buharlaştırma Tekniği	15
2.3.1.2 Püskürtme (Sputtering) Tekniği	16
2.3.2 Fiziksel Buhar Biriktirme Yönteminin Avantajları	18
3. FİLMLERİN ÜRETİMİ, DENEYSEL TEKNİKLER VE KULLANILAN MATERYALLER	19

3.1	Püskürtme Sisteminin Yapısı ve Film Üretimi	19
3.2	Plazma ve Plazma Ortamının Oluşturulması	21
3.3	DC Püskürtme Sisteminin Vakum Altına Alınması, Film Üretimi ve Vakum Ortamının Kaldırılması	21
3.4	Numunelerin Karakterizasyonunda Kullanılan Teknikler	26
3.4.1	Enerji Ayırmalı X-Işını Spektroskopisi	26
3.4.2	X-Işınları Kırınımı	27
3.4.3	Taramalı Elektron Mikroskobu.....	30
3.4.4	Atomik Kuvvet Mikroskobu.....	33
3.4.5	Titreşimli Numune Manyetometresi.....	34
4.	BULGULAR VE TARTIŞMA	37
4.1	FeCl/Cu Çok Katmanlı Yapılarında Cu Tabakasının Farklı Kalınlıklarının Etkisinin İncelenmesi	38
4.1.1	Elementel Analiz.....	39
4.1.2	Kristal Yapı Analizi	40
4.1.3	Yüzey Morfolojik Analizi	42
4.1.4	Manyetik Analiz.....	45
4.2	FeCl/Cu Çok Katmanlı Yapılarında FeCl Tabakasının Yüksek ve Düşük Depozisyon Oranları Dikkate Alınarak Üretilen Filmlerin Özelliklerinin İncelenmesi	48
4.2.1	Elementel Analiz.....	48
4.2.2	Kristal Yapı Analizi	48
4.2.3	Yüzey Morfolojik Analizi	50
4.2.4	Yüzey Pürüzlülük Analizi	52
4.2.5	Manyetik Analiz.....	55
5.	SONUÇ	58
6.	KAYNAKLAR	59

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

- Şekil 2.1:** Manyetik malzemelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre ve sıcaklığa göre değişim grafikleri ve manyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı olarak değişim grafiği; (a) Diyamanyetik maddelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre değişim grafiği, (b) Paramanyetik maddelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre değişim grafiği, (c) Paramanyetik maddelerde manyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı değişim grafiği, (d) Ferromanyetik maddelerde manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişim grafiği.....9
- Şekil 2.2:** Manyetik malzemelerin manyetik moment dizilimi;
a) Ferromanyetizma, b) Antiferromanyetizma c) Ferrimanyetizma ...11
- Şekil 2.3:** Histerisiz İlmeği13
- Şekil 2.4:** Vakum Ortamında Argon Gazı Atomlarının Hedef Malzeme Atomlarını Püskürtmesi (DC Püskürtme Sistemi).....17
- Şekil 3.1:** Püskürtme (Sputtering) Sisteminin Şematik Gösterimi20
- Şekil 3.2:** İnce Filmlerin Üretildiği Püskürtme Sistemi.....26
- Şekil 3.3:** Bir Kristal Düzleminden X- Işını Kırınımı28
- Şekil 3.4:** X-Işını Difraktometresinin Geometrik Gösterimi29
- Şekil 3.5:** Yüksek Enerjili Elektron Demetinin Malzeme İle Olan Etkileşiminden Ortaya Çıkan Işımlar ve Geri Yansıyan Elektronlar31
- Şekil 3.6:** Taramalı Elektron Mikroskopunun Şematik Diyagramı31
- Şekil 3.7:** Üretilen Elektronların (Gelen Elektronlar) Numune İle Çarpışması
a) Çarpışma Sonunda Numune Bünyesindeki Atomlardan Bazılarının Elektron Kaybettiği Durum b) Çarpışmanın Doğrudan Atom Çekirdeğiyle Olduğu Durum (Elastik çarpışma).....32
- Şekil 3.8:** Atomik Kuvvet Mikroskopunun Şematik Gösterimi34

Şekil 3.9: VSM' in Şematik Gösterimi.....	35
Şekil 4.1: Cu Tabakasının Farklı Kalınlıklarına Sahip FeCl/Cu Çok Katmanlı Yapılarının XRD Desenleri.....	41
Şekil 4.2: Cu İçeriğinin Farklı Değerleri İçin FeCl/Cu Çok Katmanlı Yapılarının SEM Görüntüleri; a) Cu % 0 b) Cu % 31 c) Cu % 47 d) Cu % 47 (yüksek büyütme oranında).....	43
Şekil 4.3: Cu Tabakalarının Farklı Kalınlıklarına Sahip Çok Katmanlı Yapıların Histerisiz Çevrimi Cu Tabaka Kalınlıklarının 0 nm, 2 nm, 4 nm, 6nm, 9 nm, 14 nm ve 24 nm Değerleri İçin Sırasıyla Cu İçerikleri; % 0, % 13, % 22, % 26, % 31, % 40, % 47. (//: Paralel and ⊥: Dik)	46
Şekil 4.4: FeCl Tabakalarının Yüksek (0.08 nm/s) ve Düşük (0.02 nm/s) Depozisyon Oranlarında Püskürtülmesiyle Üretilen FeCl/Cu Süperörgülerinin XRD Deseni	49
Şekil 4.5: FeCl tabakalarının düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) depozisyon oranları dikkate alınarak üretilen FeCl/Cu süperörgülerinin SEM görüntüleri.....	51
Şekil 4.6: Düşük depozisyon oranında (0.02 nm/s) üretilen filmin yüzeyinin AFM görüntüleri	53
Şekil 4.7: Yüksek depozisyon oranında (0.008 nm/s) üretilen filmin yüzeyinin AFM görüntüleri	54
Şekil 4.8: FeCl Tabakalarının Düşük (0.02 nm/s) ve Yüksek (0.08 nm/s) Depozisyon Oranları Dikkate Alınarak Üretilen FeCl/Cu Süperörgülerinin Histeresiz Çevrimi. (//: Paralel ve ⊥: Dik).....	56

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 3.1: Birinci Seride Üretilen Filmlere Ait Parametre Değerleri.....	24
Tablo 3.2: İkinci Seride Üretilen Filmlere Ait Parametre Değerleri.	25
Tablo 4.1: FeCl (6 nm) Kalınlığı Sabit Tutulup, Cu Tabaka Kalınlığının Değiştirildiği Film Serisinin Üretim Parametreleri.....	37
Tablo 4.2: FeCl Katmanlarının Yüksek ve Düşük Depozisyon Oranları Dikkate Alınarak Biriktirilen Film Serisinin Üretim Parametreleri.....	38
Tablo 4.3: Cu tabakasının farklı kalınlıklarının incelendiği filmlerin elementel analizin sonuçları.....	39
Tablo 4.4: Cu tabakalarının farklı kalınlıklarına sahip çok katmanlı filmlerin elementel, yapısal ve manyetik analizlerinden elde edilen sonuçlar	47
Tablo 4.5: FeCl tabakasının yüksek ve düşük depozisyon oranları dikkate alınarak üretilen çok katmanlı filmlerin elementel, yapısal ve manyetik analizlerinden elde edilen sonuçlar	57

SEMBOL LİSTESİ

n	: Nano
m	: Metre
s	: Saniye
Fe	: Demir
Cl	: Klor
Cu	: Bakır
M	: Manyetizasyon
V	: Hacim
H	: Manyetik alan şiddeti
χ	: Manyetik alınganlık
μ	: Manyetik geçirgenlik
μ_r	: Bağlı geçirgenlik
μ_0	: Boşluğun manyetik geçirgenliği
Ag	: Gümüş
Au	: Altın
K°	: Kelvin
M_s	: Doyum Manyetizasyonu
M_r	: Kalıcı manyetizasyon
H_c	: Kuarsivite alan
H_k	: Anizotropi alan
DC	: Doğru akım
RF	: Radyo frekans
kV	: Kilovolt
μm	: Mikrometre
mbar	: Milibar
mA	: Miliamper
HCl	: Hidroklorik asit
nm	: Nanometre

A°	: Angstrom
d	: Kristal düzlemleri arasındaki uzaklık
θ	: Bragg açısı
2θ	: Difraksiyon açısı
λ	: X-ışını dalga boyu
n	: Yansıma mertebesi, değerlik elektron sayısı
t	: Tane büyüklüğü
B	: Yarı yükseklikteki pik genişliği değeri
E	: Elektromotor kuvvet
ϕ	: Manyetik akı
kOe	: Kiloörsted
m	: Manyetik moment
cm	: Santimetre

KISALTMALAR LİSTESİ

- FBD** : Fiziksel buhar depozisyonu
- KBD** : Kimyasal buhar depozisyonu
- FBB** : Fiziksel buhar biriktirme
- Fcc** : Yüzey merkezli kübik (Face centered cubic)
- Bcc** : Cisim merkezli kübik (Body centered cubic)
- Hcp** : Hegzagonal sıkı paket (Hexagonal closed packed)
- Sccm** : Dakikadaki standart santimetreküp (Standart cubic centimetres per minute)
- EDX** : Enerji Ayırmalı X-Işını Spektroskopisi (Energy dispersive x-ray spectroscopy)
- XRD** : X-ışınları kırınımı (X- ray diffraction)
- SEM** : Taramalı elektron mikroskobu (Scanning electron microscope)
- VSM** : Titreşimli numune manyetometresi (Vibrating sample magnetometer)
- QCM** : Kuartz kristal mikroterazi (Quartz crystal microbalance)

ÖNSÖZ

Çalışmamın her aşamasında bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan ve yardımlarını esirgemeyen değerli danışmanlarım Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR ve Yrd. Doç. Dr. Ali KARPUZ' a çok teşekkür ederim.

Film üretimlerinin yapılması, ölçümlerinin alınması ve özelliklerinin incelenmesi aşamasında, XRD ölçümleri için Prof. Dr. Halil GÜLER'e, Püskürtme sistemi ile film üretimine olan katkılarından dolayı Uzm. Mehmet UÇKUN'a, VSM ölçümlerindeki katkılarından dolayı Doç. Dr. Öznur KARAAĞAÇ' a teşekkür ederim.

Bu tez kapsamında incelenen filmlerin XRD ve ICP–AES ölçümleri için Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Araştırma ve Uygulama Merkezi'ne, EDX ölçümleri ve SEM görüntüleri için Bilkent Üniversitesi, Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM)' ne ve AFM görüntüleri için Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi' ne teşekkür ederim.

Ayrıca, Sputtering ve VSM sistemlerinin alınmasına 2005K120170 nolu proje ile destek olan Devlet Planlama Teşkilatı' na teşekkür ederim.

Çalışmalarım boyunca maddi ve manevi yardımlarını benden esirgemeyen, her zaman yanımda olan aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Balıkesir, 2014

Mesut EŞİYOK

1. GİRİŞ

Son yıllarda nanoteknoloji oldukça ilgi çekici bir hale ulaşmış ve bilimsel çalışmalarda önemini pekiştirmiştir. Buna paralel olarak nano ölçekli manyetik malzemeler birçok çalışma için dikkat çekici özellikler sergilemektedir [1]. Bu yüzden, birçok araştırmacı tarafından bu tür manyetik malzemelerin uygulama alanları araştırılmış [2] ve birçok bilim insanı süperörgü, nanokontakt ve nanotel gibi nano ölçekli malzemeleri üretmeyi başarmıştır. Manyetik malzemeler bu gibi bilinen malzemelerin en iyi örnekleridir. Kalınlıkları nanometre mertebesinde olan ferromanyetik ince filmler eşsiz bilimsel ve teknolojik uygulamalarından dolayı ayrıca yoğun ilgi çekmektedir [3]. Bu ince filmler, manyetik kayıt gibi bilgi depolama teknolojisi, okuma ve yazma kafaları gibi manyetik algılama sistemleri, yarı iletken aletlerin üretimi ve özelliklerinin değiştirilmesinde yaygın olarak kullanılmaktadırlar [4].

Günümüzde ince film üretimi için birçok teknik vardır. Nano ölçekli manyetik süperörgüler elektrodepozisyon ve moleküler ışın epitaksi gibi çeşitli teknikler ile üretilebilirler [5,6]. Bunların yanı sıra, ince film üretimi için yaygın olarak kullanılan teknikler arasında, kimyasal buhar depozisyonu (KBD) ve fiziksel buhar depozisyonu (FBD) teknikleri sayılabilir [7]. Bu iki teknik detektör teknolojilerinden, entegrelere, mikro elektronik sitemlerden diğer birçok elektronik cihazın üretilmesinde kullanıldığından dolayı büyük önem arz etmektedir. Fiziksel buhar biriktirme (FBB) teknikleri, vakum ortamında termal buharlaştırma ve püskürtme (sputtering) tekniği olarak ikiye ayrılmaktadır.

Manyetik çok katmanlı yapıları sensör ve depolama teknolojilerindeki geniş uygulama alanlarından dolayı büyüyerek dikkat çekici hale gelmektedir [8]. Bu nedenle bazı malzemelerin üretiminde büyük çaba sarf edilmektedir [9]. Püskürtme tekniği yaygın olarak kullanılan bir teknik olmakla birlikte, manyetik filmlerin üretimi için oldukça faydalı ve kullanışlıdır [10,11]. Özellikle de çok katmanlı manyetik filmlerin üretimi için son derece avantajlı [5, 12] ve filmlerin bileşiminin kontrolü ve hızlı üretimi gibi olanaklara sahiptir [13]. Püskürtme tekniğinde püskürtme olayı vakumlu bir ortamda gerçekleşir. Bu yüzden, bu özellik beraberinde

birçok avantajı ortaya çıkarır. Bunun yanı sıra, farklı sıcaklıklarda çalışabilme [14], istenmeyen yönlü birikmelerin olmaması (kaplama kalınlığının homojen olması), parçalarda sertlik kaybı olmaması, ilerlemeye ve gelişmeye açık bir sistem olması, kaplanan tabakalarda çok yüksek tutunma kuvvetlerinin oluşması, sık dokulu kristal katman yapılarının oluşması, nanometre mertebesinde çok ince boyutlarda kaplama yapılabilmesi, kaplamaların sökülerek tekrar aynı alttabaka üzerine kaplama yapılabilmesi gibi birçok avantaja sahiptir. Püskürtme tekniği ile hazırlanan filmlerin birçok özelliği üretim esnasında kullanılan parametrelere bağlıdır [15]. Püskürtme tekniği ile hazırlanan filmlerde katman kalınlığı, filmin toplam kalınlığı, alttabaka sıcaklığı, depozisyon oranı ve manyetik ve manyetik olmayan katmanların kalınlığı gibi parametrelerin değişmesi ile filmlerin yapısal ve manyetik özelliklerinde değişikliğe neden olabilir [13]. Aynı zamanda, püskürtme sistemiyle üretilen bir filmin özellikleri depozisyon oranı, alttabaka sıcaklığı, toplam film kalınlığı ve manyetik ve manyetik olmayan katmanların kalınlığı gibi birçok parametreden etkilenmektedir. Filmlerin bu özelliklerinin değişmesi teknolojik uygulamalardaki verimliliklerini değiştirmektedir [16].

Püskürtülmüş Cu ve Fe kullanılarak çokkatmanlı sistemler ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır. Bunlara örnek olarak, bir çalışmada [17], Cu/V çokkatmanlı yapıların mekanik ve mikroyapısal özellikleri incelenirken, [14] çalışmasında farklı alttabaka sıcaklıklarının ZnO/Cu/ZnO yapılarının özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Ayrıca, başka bir çalışmada [18], Ni-Co/Cu çokkatmanlı yapıları üretilmiş ve manyetik özelliklerine bakılmıştır. Bunlara ek olarak, Fe ve Fe içerikli malzemelerin katman olarak kullanıldığı çokkatmanlı yapılara bakıldığında [19], Fe/Fe₃O₄ sistemlerinin yapısal ve manyetik özellikleri incelenirken, başka bir çalışmada ise [20], Fe/Pt/Au ve ayrıca Ni₈₀Fe₂₀/SiO₂ [21] yapılarının yapısal ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

Bu çalışmada, püskürtme tekniği ile ticari asetat film alttabakalar üzerine üretilen FeCl/Cu süperörgülerin yapısal ve manyetik özellikleri araştırıldı. Bunların yanı sıra, Yüzey morfolojisi ve yüzey pürüzlülük analizi gerçekleştirildi. FeCl/Cu çokkatmanlı filmleri iki ayrı seri olmak üzere püskürtme yöntemi kullanılarak üretildi. Birinci seride; Cu tabakaların farklı kalınlıklarının FeCl/Cu çok katmanlı yapıların özellikleri üzerinde etkisi incelendi. İkinci seride; ferromanyetik FeCl

katmanların farklı depozisyon oranlarının film özellikleri üzerine etkisi araştırıldı. Bunun için, düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) depozisyon oranları dikkate alınarak filmlerin üretimi gerçekleştirildi ve filmlerin yapısal özelliklerindeki değişimlerin manyetik özellikler üzerindeki etkisi incelendi. Çalışma beş ana bölümden oluşmaktadır. Birinci kısım çalışmanın amacının ve kapsamının belirtildiği “Giriş” bölümüdür. İkinci kısım ise çalışmada yer alan konulara ilişkin teorik bilgilerin verildiği “Kuramsal Bilgiler” bölümüdür. Bu bölümde genel olarak, kristal örgü sistemleri, manyetizma ve ince film depozisyon tekniklerinden bahsedilmiştir. Üçüncü kısım, deneysel yöntemlerin ve tekniklerin anlatıldığı, kullanılan araç ve gereçlerin özelliklerinin belirtildiği, deney düzeneğinin anlatıldığı, “Filmlerin üretimi, deneysel teknikler ve kullanılan materyaller” bölümüdür. Bu bölümde, püskürtme sisteminin yapısı, DC püskürtme sisteminin vakum altına alınması, vakum ortamının kaldırılması, film üretilmesi ve numunelerin karakterizasyonunda kullanılan teknikler anlatılmaktadır. Dördüncü kısım “Bulgular ve Tartışma” bölümüdür. Bu bölümde üretilen filmlerin elementel, yapısal, yüzey morfolojik, yüzey pürüzlülük ve manyetik karakterizasyonlardan elde edilen bulgular tartışılmış, şekil ve grafiklerle desteklenmiştir. Son bölümde, elde edilen bulgulardan ve yapılan tartışmalardan yola çıkarak çalışmanın ana sonuçlarına yer verilmiş, görüş ve önerilerde bulunulmuştur.

2. KURAMSAL BİLGİLER

Bu bölüm, kristal örgü sistemleri, çokkatmanlı yapılar, manyetizma ile ilgili temel bilgiler ve ince film depozisyon teknikleri ile ilgili genel bilgileri içermektedir.

2.1 Kristal örgü sistemleri

Kristaller, atomik veya moleküler yapı taşlarının, uzayda, periyodik ve düzenli sıralanması ile meydana gelen yapılardır. Bu tarife uyan kristallere ideal kristal denir [3]. Doğada bulunan kristallerin hiç biri ideal kristal değildir. Fakat fiziksel özellikler bakımından bazı hallerde kristalleri ideal kabul etmek mümkün olabilir. Bir kristali ideal kristal haline getirebilmek için büyük çaba harcanması gerekir [22]. Yeryüzündeki kristal malzemelerin tamamı yedi kristal sistemden ve on dört kristal kafesten biri ile tanımlanabilir. Metaller bu yedi sistemden üç tanesi ile açıklanabilir. Bu üç sistemi sıralayacak olursak; yüzey merkezli kübik (face centered cubic, fcc) yapı, hacim merkezli kübik (body centered cubic, bcc) yapı, hegzagonal sıkı paket (hexagonal closed packed, hcp) yapılarıdır [23].

Kristallerde örgü terimi ilk olarak Bravais tarafından bulunduğu için bu on dört değişik örgü çeşidine Bravais örgüleri olarak isim verilmiştir. Doğada incelenen kristal eksenleri açılara göre ve aralarındaki uzaklıklara göre sınıflandırılırsa toplam yedi eksen sistemi ortaya çıkmaktadır. Bu yedi eksen sistemi aşağıda kısaca açıklanmıştır [24];

- 1) Kübik $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90$ örgü sayısı: 3
- 2) Tetragonal $a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90$ örgü sayısı: 2
- 3) Heksagonal (altıgen) $a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90, \gamma = 120$ örgü sayısı: 1
- 4) Trigonal (rombohedral) $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma < 120, \neq 90$ örgü sayısı: 1
- 5) Rombik (ortorombik) $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90$ örgü sayısı: 4

- 6) Monoklinik $a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90 \neq \beta$ örgü sayısı: 2
7) Triklinik $a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90$ örgü sayısı: 1

Doğada açıklanan kristal kafes sistemleri şekillerine [23] referansından ulaşılabilir.

2.2 Manyetizma

Bu kısımda, manyetizmanın temel kavramları, manyetik malzemelerin sınıflandırılması ve teknoloji açısında birçok bilimsel ve mühendislik uygulamalarına sahip ferromanyetik malzemelerin özellikleri üzerinde durulacak, bunların yanı sıra, histeresiz çevrimi ile ilgili bilgiler verilecektir.

2.2.1 Manyetizmanın Temel Kavramları

Manyetik malzemelerin manyetik durumu, manyetizasyon vektörü (M) ile sembolize edilir. Manyetizasyon; bir katı maddenin birim hacmi (V) başına düşen manyetik moment sayısı (m) olarak tanımlanır. Birim hacim, o maddedeki en küçük hacimdir. Manyetik moment sayısını da kısaca spin hareketi olarak tanımlayabiliriz ya da bir maddede klasik olarak ulaşabileceğimiz en küçük mıknatıstır.

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

M ile ifade ettiğimiz manyetizasyon, manyetik alan şiddeti (H) ile orantılıdır. Manyetik alan şiddeti; bir iletkenin birim uzunluğundan geçen akımdır. Bu ifadeyi biraz daha açıklayacak olursak; 1m uzunluğundaki bir iletkenin geçen 1 amperlik bir akım 1m' lik radyal bir mesafede $(1/4\pi)$ (A/m) ' lik bir alan üretir.

$$M = \chi H \quad (2.2)$$

Farklı tipteki manyetik malzemeler alınganlık veya geirgenliklerine gre sınıflandırılır. Manyetik alınganlık χ ve manyetik geirgenlik μ bir manyetik malzemenin manyetik alana tepkisini ifade etmek iin kullanılır. Manyetik alınganlık boyutsuzdur. Manyetik geirgenlik μ , bořluğun manyetik geirgenlięi μ_0 olmak üzere;

$$\mu_r = \mu/\mu_0 \quad (2.3)$$

eřitlięi baęlı geirgenlik olarak tanımlanır.

2.2.2 Manyetik Maddelerin Sınıflandırılması ve Ferromanyetik Malzemeler

Malzemeler manyetik aıdan, manyetik alınganlık ve manyetik geirgenliklerine gre ferromanyetikler, paramanyetikler, diamanyetikler, antiferromanyetikler ve ferrimanyetikler olmak üzere beř ana sınıfa ayrılmaktadır. Bunlar arasında teknolojik aıdan en nemli sınıf, eřitiz zelliklerinden dolayı ferromanyetik malzemelerdir. Malzemeler manyetik aıdan ařaęıdaki gibi sınıflandırılabilirler.

2.2.2.1 Diyamanyetikler ve Diyamanyetizma

Manyetik malzemelerin hepsi diyamanyetik bileřene sahiptir [25]. Diyamanyetiklerin, manyetik alınganlıkları negatiftir. Bu nedenle, manyetik tepkileri uygulanan manyetik alana zıt olur. Bu maddeler kuvvetli bir mıknatis tarafından hafife itilirler. Cu, Ag ve Au diyamanyetiklere rnek olarak verilebilir.

Şekil 2.1 (a)' da görüldüğü gibi diyamanyetik malzemeler negatif bir alınganlığa sahiptir. Diyamanyetik malzemelerin alınganlığı paramanyetiklere ve ferromanyetiklere göre daha küçüktür. Bu malzemelerin alınganlıkları SI birim sistemine göre, -10^{-5} ile -10^{-6} arasındadır. Diyamanyetik maddelerin atomları sürekli bir dipol momente sahip değildir. Bir elektronun kendi eksenini etrafında dönmesinden kaynaklanan spin manyetik momenti ile çekirdek etrafında dönmesinden kaynaklanan yörünge manyetik momenti ile manyetizmaya katkı sağlarlar. Diyamanyetizmada, elektronun manyetizmaya katkısı elektronun kendi eksenini etrafında değil de yörünge etrafında dönmesinden kaynaklanır. Diyamanyetik malzemelerde son yörünge dolu olduğu için elektronun spin hareketinden diyamanyetizmaya bir katkı sağlamaz. Ayrıca, alınganlıkları sıcaklıktan bağımsızdır.

2.2.2.2 Paramanyetikler ve Paramanyetizma

Paramanyetikler χ küçük ve pozitif olan malzemelerdir ($\chi \approx 10^{-3} - 10^{-5}$). Paramanyetik malzemelerde manyetizasyon, düşük manyetik alanlarda manyetik alan ile doğru orantılıdır. Paramanyetiklerin alınganlığı diyamanyetiklere göre büyüktür. Paramanyetik maddeler mıknatısa yaklaştırıldığında ondan çok az etkilenir. Dış manyetik alan kalktığında paramanyetik maddelerin manyetizmaları yok olur. Paramanyetiklerin alınganlığı malzemenin kendisine ve sıcaklığa bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Paramanyetiklerin manyetizasyonu zayıftır fakat manyetik alanın yönüyle aynı doğrultuda paralel sıralanırlar. Paramanyetik maddelerin manyetizasyonları uygulanan manyetik alanla Şekil 2.1 (b)' deki gibi değişir. Paramanyetiklere örnek olarak Al, Pt ve Mn verilebilir.

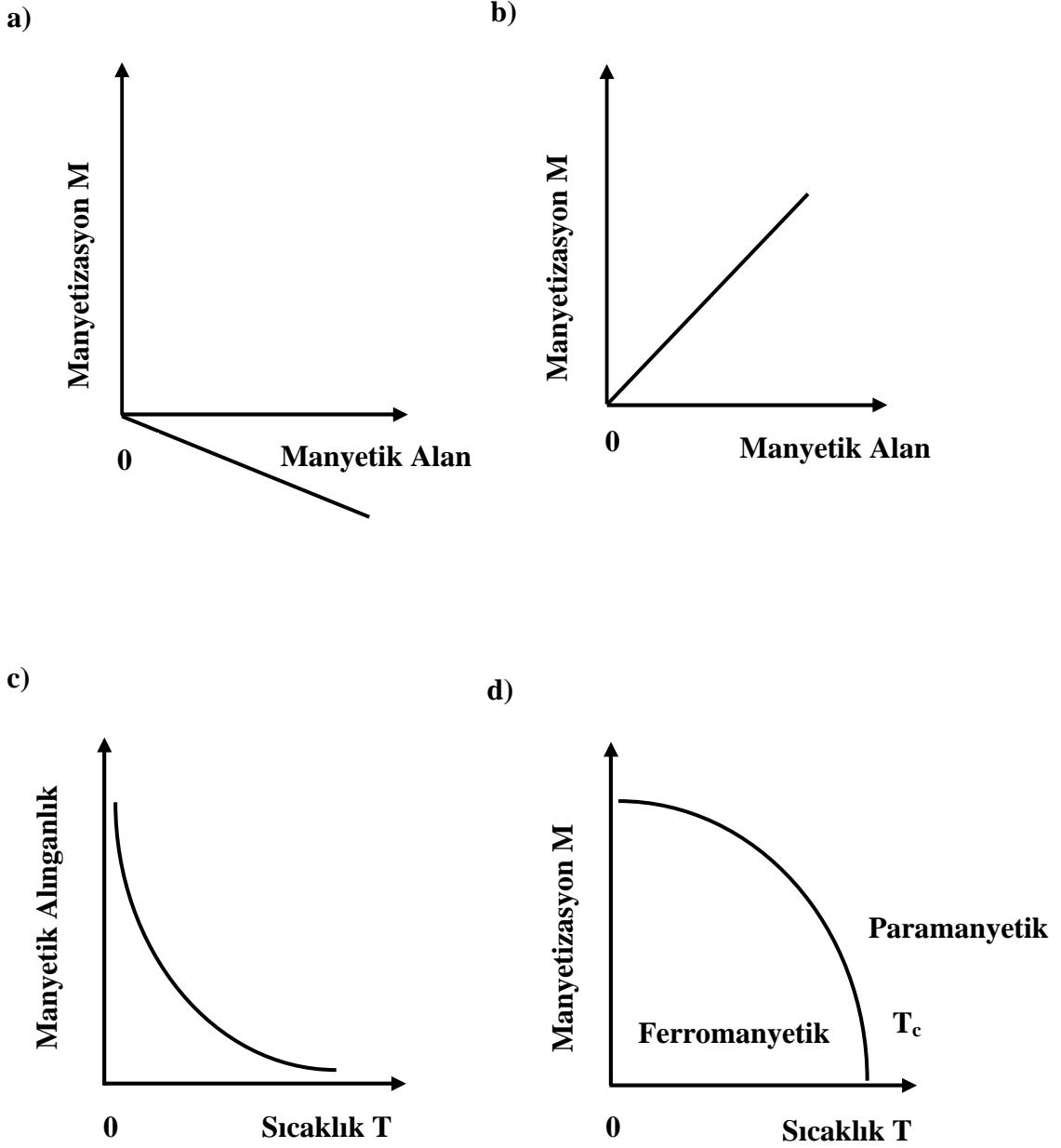
Paramanyetik özellik gösteren maddeler daha çok tek sayıda elektronu olan atomlar ve moleküllerdir. Paramanyetizma iyonik metallerde ve katılarda olmak üzere iki sınıfa ayrılmaktadır. İyonik katılarda paramanyetizma; manyetik alanın sıfır olması durumunda net manyetizasyon sıfırdır ve atomik manyetik momentler rasgele dağılmış durumdadır. Manyetik alan sıfır olduğunda mıknatıslanma sıfırdır. Bu durumda dipoller rasgele sıralanmışlardır. Mıknatıslanma artan alan ve azalan sıcaklıkla artmaktadır. Şekil 2.1 (c) ' de paramanyetik maddelerde manyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı değişimi gösterilmiştir. Yüksek alanlarda veya çok düşük

sıcaklıklarda mıknatıslanma doyum değerine yaklaşır. Bu durumda, tüm manyetik dipol momentler uygulanan manyetik alan yönünde sıralanmışlardır. Metallerde manyetizasyon sıcaklığa bağlı değildir. Çünkü elektronların termal hareketi yoktur. İyonik katılar ve metallerde paramanyetizma kıyaslaması yapıldığında, alınganlık iyonik katılarda daha büyük, metallerde ise küçüktür. Çünkü metallerde iletim bandındaki elektronlar rahatça dönebilecek şekilde serbest değildir. İyonik katılarda iletim bandındaki elektronlar serbestçe hareket edebilir [26, 27, 28].

2.2.2.3 Ferromanyetikler ve Ferromanyetizma

En yaygın şekilde bilinen manyetik malzemeler, alınganlıkları χ pozitif ve 1' den çok daha büyük olan ferromanyetik katılardır ($\chi \approx 50 - 10000$). Ferromanyetik maddeler mıknatıs tarafından çekilirler. Bu maddelere örnek olarak, demir, nikel, kobalt verilebilir. Bu maddeler ısıtıldıklarında belli bir sıcaklıkta (Curie sıcaklığı) mıknatıslık özelliğini kaybederler ve paramanyetik olurlar. Örneğin demir için bu sıcaklık 1043 K'dir. Bu durum kristal örgü içerisindeki iyon ya da atomların komşularıyla etkileşimlerinden kaynaklanır [29].

Ferromanyetik malzemeler, manyetizma-manyetik alan davranışı ile karakterize edilen histeresizi ve sıfır manyetik alanda kalıcı bir mıknatıslanma ile açıklanmaktadır. Şekil 2.1 (d)' de gösterildiği gibi Curie noktası sıcaklığındaki değerlerde ve daha yüksek değerlerde ferromanyetik malzemeler doğal manyetizasyonu kaybederek özelliğini yitirir ve malzeme paramanyetik hale gelir. Bu duruma Curie -Weiss Yasası denir [26].



Şekil 2.1: Manyetik malzemelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre ve sıcaklığa göre değişim grafikleri ve manyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı olarak değişim grafiği; (a) Diyamanyetik maddelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre değişim grafiği, (b) Paramanyetik maddelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre değişim grafiği, (c) Paramanyetik maddelerde manyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı değişim grafiği, (d) Ferromanyetik maddelerde manyetizasyonun sıcaklığa bağlı değişim grafiği.

2.2.2.4 Ferrimanyetizma ve Antiferromanyetizma

Ferromanyetizma, ferrimanyetizma ve antiferromanyetizma kuantum mekaniği ile açıklanarak elektronlar deęiş tokuř etkileřmesiyle paralel ve antiparalel dizildięi ifade edilebilir. Deęiş tokuř etkileřmesinin klasik fizikte örneęi yoktur. Elektronlar en düşük enerjii meydana getirmek için dizilmeye çalıřırlar. Spinlerin paralel ve antiparalel dizilmesi sistemin enerjisine dayanır. Atomik manyetik momentler arasındaki deęiş tokuř, paralel ya da antiparalel manyetik düzeni belirlemektedir.

2.2.2.4.1 Antiferromanyetizma

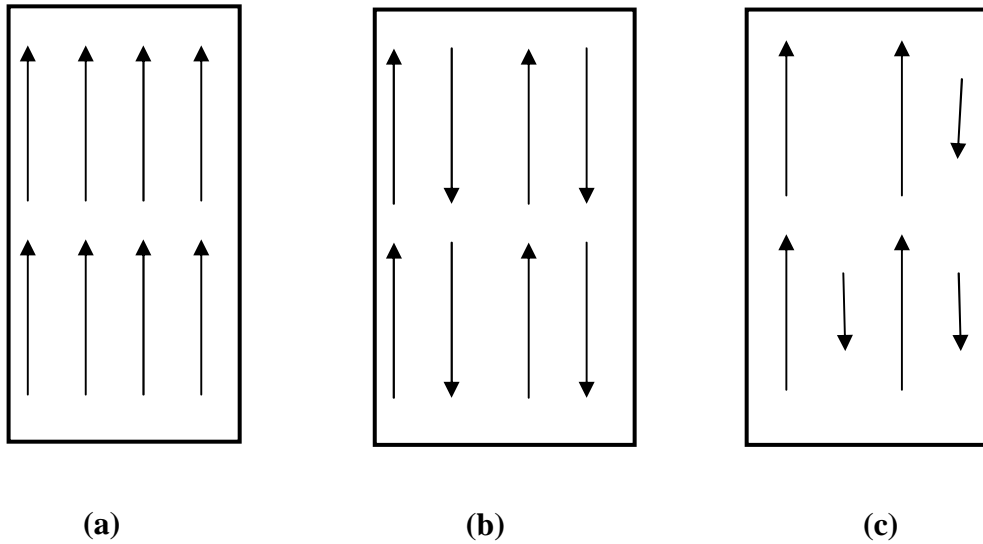
Antiferromanyetizma manyetik ferromanyetik maddenin tersi bir türüdür. Ferromanyetik malzemelerde spin yönelimleri aynı yönde iken antiferromanyetik malzemelerde birbirine zıt olacak şekilde spin yönelimleri gösterirler. Antiferromanyetizmanın ilk kez Neel tarafından açıklanmıştır [30]. Antiferromanyetik bir maddenin manyetik duyarlılığı, tüm sıcaklıklarda pozitif ve küçüktür. Fakat sıcaklık azaldıkça duyarlılık önce artar daha sonra ise Neel sıcaklığında bir maksimumdan geçerek azalmaya başlar. Madde Neel sıcaklığının üstünde paramanyetik, altında antiferromanyetikdir [31]. Antiferromanyetik maddelerde, Neel sıcaklığının altında spinlerin birbirine zıt yönelme eğilimleri oldukça büyüktür. Bu nedenle antiferromanyetik maddeye iç içe girmiş ve zıt yönlerde mıknatıslanmış iki alt örgüden oluştuęu düşünülebilir. Antiferromanyetik maddeler, net bir kendiliğinden mıknatıslanmaya sahip değildirler.

2.2.2.4.2 Ferrimanyetizma

Ferrimanyetik malzemeler iki farklı manyetik iyon bulunan bileşiklerdir. Bazı malzemelerde deęişik tür iyonlar farklı manyetik momentlere sahiptir ve bu manyetik momentler birbirlerine ters yönde paralel dizilmiştir. Bileşke manyetik moment ise zıt yöndeki manyetik momentlerin farkına eşittir. Ferrimanyetik malzemeler manyetik alan etkisinde ferromanyetik malzemelere benzer davranıř

gösterirler [32]. Ferromanyetik, ferrimanyetik ve antiferromanyetik malzemelerin manyetik momentleri bir tür iç etkileşimden dolayı kendiliğinden sıralanmış duruma gelirler. Ferromanyetik maddelerde manyetik momentleri paralel hale getirmeye çalışan bu etkileşim pozitif iken ferrimanyetik ve antiferromanyetik malzemeler için negatiftir. Ferrimanyetik ve antiferromanyetik malzemeler içiçe geçmiş birbirine zıt yönde sıralanmış manyetik momentlere sahiptirler. Ferrimanyetik malzemelerde bu manyetik momentlerin büyüklükleri farklı olduğundan ferromanyetikler gibi kendiliğinden mıknatıslanma gösterirler [30].

Şekil 2.2' de manyetik malzemelerin manyetik moment dizilimi gösterilmektedir. Değiş tokuş pozitif olduğu zaman elektronlar ferromanyetizmaya neden olacak şekilde Şekil 2.2 (a)' da gösterildiği gibi paralel dizilmektedir. Değiş tokuş negatif olduğu zaman elektronlar, net manyetizasyonun olmadığı antiferromanyetik düzeni oluşturmak için Şekil 2.2 (b)' de gösterildiği gibi paralel dizilmektedir. Ferrimanyetizma, antiferromanyetizmanın özel bir durumudur. Şekil 2.2 (c)' de gösterildiği gibi manyetik momentler zıt yönleri gösterirler ancak farklı büyüklüklere sahiptir. Ferrimanyetikler, makroskopik ölçekte ferromanyetikler gibi hareket ederler. Bu sebepten dolayı aralarında fark olduğu yıllarca fark edilememiştir [33]. Doğal manyetizasyonun büyüklüğü, değiş tokuş etkileşmesiyle paralel dizilen spin sayısına bağlıdır [25, 34].



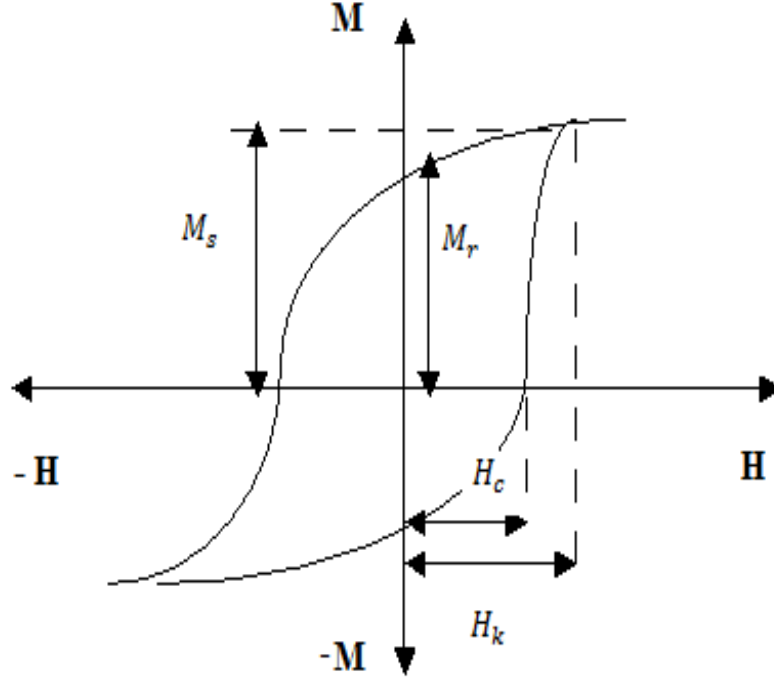
Şekil 2.2: Manyetik malzemelerin manyetik moment dizilimi; (a) Ferromanyetizma, (b) Antiferromanyetizma, (c) Ferrimanyetizma [26]

2.2.2.5 Manyetizasyon (Histeresiz) Çevrimi

Manyetik malzemelere manyetik alan uygulandığında ve daha sonra bu uygulanan alan ters çevrildiğinde manyetizasyon, davranışını histerezis çevrimi olarak göstermektedir. Histerezisin temel nedeni domain duvar hareketidir. Bunun yanında fazlalık atomların, çatlakların ve boşlukların etkisi olduğu bilinmektedir.

Bir maddede hiçbir zorluk olmaksızın tek bir domain duvarı düşünülerek manyetik histerezis anlaşılabilir. Manyetik alan artarken malzeme içindeki domain duvarının hareketi düzgün konumdadır. Manyetik alan sıfıra indirildiğinde eski konumuna geri döner. Manyetik maddede kristal kusurlarından birinin olması durumunda ve manyetik alan bununla karşılaşınca kadar malzemede domain duvarı hareketi devam eder. Domain duvarları bu durumda kalır ve bu durumu aşabilecek enerjiyi kazanıncaya kadar manyetik alan artar ve doyuma ulaşır. Bu duruma doyum manyetizasyonu, M_s denir. M_s , Şekil 2.3' de gösterilen histerezis ilmeğinde belirtilmiştir. Madde içindeki bütün manyetik momentlerin alan yönünde sıralanması durumuna doyum manyetizasyonu denir. Domain duvarı yeterli enerjiyi kazandığında yeni bir konuma geri dönmektedir. Alan uygulandığında başlangıçta alan yönünde yönelmiş olan bölgeler büyür, diğer yönlere yönelmiş olan bölgeler ise küçülür. Manyetik alan sıfıra doğru düşerken domain duvarları kendi eski konumuna dönmeye çalışır fakat yeterli enerjiye sahip olmadığı için kalıcı bir mıknatıslanma durumu meydana gelmektedir. Şekil 2.3'deki histerezis ilmeğinde gösterilen bu kalıcı manyetizasyon, M_r ile ifade edilir. Doyum alanı H_k , doyum manyetizasyonuna ulaşıldığındaki manyetik alan değeridir. Manyetizasyonun sıfır yapılabilmesi için ters yönde uygulanması gereken manyetik alana da kuarsivite alan, H_c denir. [26].

Şekil 2.3' de gösterilen histerezis ilmeğinde M_s , H_c , M_r ve H_k gösterilmektedir.



Şekil 2.3: Histeresiz ilmeği [26]

2.2.2.6 Manyetik Farklı Eksenlilik (Manyetik Anizotropi)

Malzemelerin özellikleri, kristalde özelliğin ölçüldüğü doğrultuya göre değişebilir. Değişik doğrultularda ve değişik düzenlerde farklı atomal diziliş görülür. Bu nedenle özellikler düzlemlere ve doğrultulara göre değişebilir. Buna anizotropi denir. Manyetik anizotropi, manyetik bir maddede manyetik momentlerin tercih edilen yönler boyunca yöneleceğini ifade etmektedir.

Atomik boyutta manyetik momentler belirli eksenler boyunca yöneldiği zaman düşük bir enerji değerine sahiptirler. Düşük enerjiye sahip bu eksenlere manyetizasyonun kolay ekseni ve enerjinin büyük olduğu eksenlere manyetizasyonun zor eksenleri denir. Malzemeyi kolay eksen boyunca manyetize etmek için diğer eksenlere göre daha düşük manyetik alan değerleri yeterli olur. Zor bir eksen boyunca manyetize yapmak zordur ve daha büyük manyetik alanlar gerekir. Bir manyetik malzeme birkaç kolay eksene ve birkaç zor eksene sahip olabilir. Ferromanyetik malzemelerin geçirgenlikleri veya alınganlıkları manyetizasyonun kolay ekseni boyunca büyük ve zor ekseni boyunca küçüktür.

2.2.2.7 Manyetik Etki Alanı (Manyetik Domain Yapıları)

Manyetizasyonun küçük bölgelere bölünmesiyle oluşan bölgelere domain denir. Bu domainler, domain duvarı denilen çok küçük bölgeler tarafından ayrılmaktadır. Bir domainde manyetik momentler arasındaki etkileşme çok güçlüdür. Domain duvarı içinde manyetik momentler belirli bir enerjiye sahiptir ve denge durumundadır. Bu denge anizotropi enerjisi ve değiş tokuş (Exchange) enerjisi arasındadır. Manyetik alanda meydana gelen bir değişim, manyetik momentlerin dönmesine neden olduğundan dolayı bu denge bozulmaktadır. Domain duvarı içinde, momentlerin dönmesi domain duvar geçişi olayına neden olmaktadır. Bu sebeple alanla aynı yönde yönelen domainler, domain duvarını genişletir, antiparalel yönelenler ise daraltır. Domain duvarında meydana gelen bu hareket domain duvar yer değiştirmesi olarak bilinmektedir.

Domain dönmesi, ferromanyetik malzemenin manyetizasyonunu etkileyen bir domain davranış biçimidir. Ferromanyetik bir malzeme manyetize edildiği zaman, domainler manyetik alan ile kendiliğinden dizilmektedir. Bu durum, domain duvar hareketi ve domain dönmesi etkilerinin birlikte oluşturduğu bir sonuç olarak ifade edilebilir. Uygulanan bir alanda tüm domainler manyetik alana paralel dizilir ve böylece tek bir domain oluşur ve tek bir domain gibi hareket ederler. Gerçekleşen, bu durum tekniksel manyetizasyon olarak adlandırılır [34].

2.3 İnce Film Depozisyon Teknikleri

Nano ölçekli manyetik malzemeler birçok çalışma için cazip özellikler sergilemektedir [1]. Günümüzde manyetik çokkatmanlı yapıları algılayıcı ve depolama teknolojilerindeki geniş uygulama alanlarından dolayı kapsamlı bir şekilde araştırılmaktadır. İnce filmler, yarı iletken aletlerin yapımında, manyetik kayıt ve algılama sistemlerinde, optik kaplamalarda ve dekoratif işlerde yaygınlıkla kullanılmaktadır. Kaplama yöntemlerindeki farklılıklar ve kaplama sırasındaki çeşitli işlemler sonucu, hacimli malzemede bulunmayan birçok özellik bu malzemelerin ince filmlerinde oluşturulabilmektedir. Bu bölümde, bu çalışmada incelenen

filmlerin üretim tekniđi olan FBB yöntemi ve FBB'nin bir çeşidi olan “Püskürtme” yöntemi ayrıntılı olarak ele alınacaktır.

2.3.1 Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi

Vakum altında özelliklerini koruyabilen her türlü malzemenin biriktirmesi Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi (FBB) yöntemi ile yapılabilmektedir. FBB tekniđinin en önemli özelliđi fiziksel bir yardım sayesinde aktarma yapılarak buharın kaynaktan alt tabakaya geçmesidir [4]. Bir malzeme için buhar türleri hem ısısal buharlaştırmayla hem de mekanik olarak yüksek enerjili ağır parçalar kullanarak, yüzeyden atomları ya da molekülleri koparma yoluyla gerçekleştirilebilir. FBB yöntemi ile üretilen kaplamalar alt tabakanın sertlik, sürtünme ve aşınma vb. mekanik özellikler gibi yüzey özelliklerini geliştirilmesinde son derece başarılı olmuştur. FBB yöntemi ile elektriksel, dekoratif, optik, mekanik ve kimyasal amaçlı kaplamalar üretilmektedir [35]. FBB tekniđi özellikleri bakımından “vakumda buharlaştırma tekniđi” ve “püskürtme tekniđi” olarak ikiye ayrılmaktadır.

2.3.1.1 Vakumda Buharlaştırma Tekniđi

Vakumda ısısal buharlaştırma tekniđi teknolojik açıdan yaygın olarak kullanılan FBB tekniklerinden biridir. Bu teknik katı malzemenin yeterince yüksek sıcaklıklarda ısıtılarak buharlaştırılması ve alttabaka üzerine biriktirilmesiyle (kaplanmasıyla) oluşur. Özellikle bileşikli yarıiletkenler ve bileşikli malzemeler tabaka büyütme çalışmaları için oldukça büyük öneme sahiptir [36].

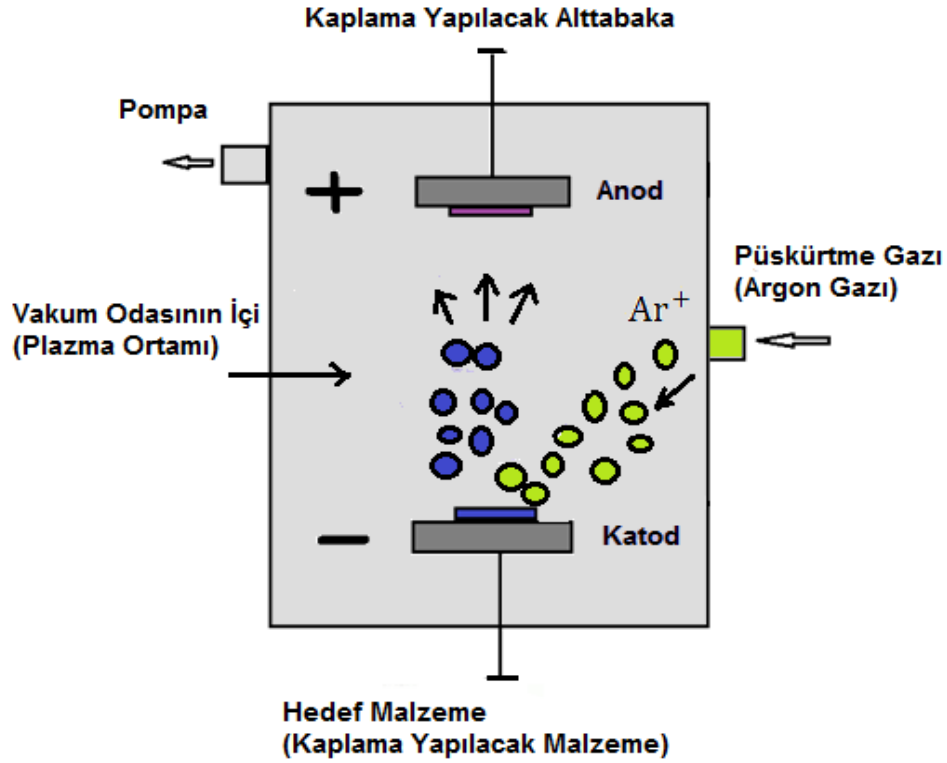
2.3.1.2 Püskürtme (Sputtering) Tekniđi

Püskürtme sistemi bir hedef malzemenin yüzey atomlarının iyonize olmuş gaz atomları (nötr gaz) tarafından kopartılarak fırlatılması ve bu fırlatılan atomların istenen alttabaka üzerine biriktirilmesi olayıdır. Sistemde genellikle argon gazı kullanılmakla birlikte, oksijen, azot gibi reaktif gazlar da kullanılmaktadır. Püskürtme sistemi ile ince film üretim tekniğinde uygulanan akım doğru akım (DC)'dir. Vakum sistemi içerisinde hedef malzemenin arkasındaki bir mıknatıs yerleştirilmek suretiyle spiral bir manyetik alan oluşturularak sistem içinde iyonizasyon artırılmaktadır [37].

Bir katı malzemenin yüzeyi, reaksiyona girmeyen yüksek enerjili iyonlarla bombardıman edilerek atomları ya da molekülleri hedeften kopartılabilir. Püskürtme (sputtering) olarak bilinen işlem bombardıman edilen iyonların hedef atomlarla etkileşerek momentum transferi yapması sonucunda oluşur. Şekil 2.4' de belirtilen DC püskürtme sisteminde gösterildiđi gibi püskürtülen atom ve moleküller bir ince film oluşturmak için alt tabaka üzerine biriktirilir. Püskürtme sisteminde, basıncı 0.1-10 Pa arasında olan soy gaz atmosferinde DC veya radyo frekansı (RF) güçkaynađı yardımı ile plazma ortamı oluşturulur. Plazma ortamı ilerleyen bölümlerde detaylı bir şekilde anlatılacaktır. DC püskürtme yöntemi için biriktirmesi yapılacak malzeme DC güçkaynađının negatifine bağlanır. Birikmiş malzeme miktarını arttırmak için plazmayı arttırmak son derece önemlidir. Bunu sağlamak için de katot yüzeyine paralel ve elektronları spiral yörüngede harekete zorlayacak elektronların anoda direkt ulaşmasını önleyecek bir manyetik alan kullanılabilir. Püskürtme ile alt tabaka yüzeyi istenen bir metalle kaplanabilir. Bunun yanında reaktif kaplama denilen ve buharlaştırılan malzemenin istenilen bir gazla alt tabaka yüzeyinde bileşik oluşturması sağlanabilir. Bu sayede sert bileşik malzemelerden üretilen kaplamalar yapılabilir.

DC püskürtme sistemi, negatif DC potansiyel uygulamalı bir hedef malzeme ile alttabaka tutucusunun bulunduğu bir vakum odasından oluşur. Alttabaka tutucusu hedef malzeme ile karşılıklıdır. Alt tabaka tutucusu üretim esnasında topraklanabilir, negatif potansiyel uygulanabilir, ısıtılabilir veya soğutulabilir. Yukarıda bahsettiğimiz kaplama işlemlerinin tamamı vakum odasında oluşturulan plazma ortamında gerçekleştirilir. Biriktirmesi yapılacak malzemeye (hedef malzeme) 2-3

kV' luk negatif potansiyel uygulayarak oluşturulan plazmadaki pozitif iyonlar, hedefe çarparak momentum değişim mekanizması ile hedef atomlarını yerlerinden çıkarırlar. Hedef malzemesinin atomlarının bu şekilde malzemedan uzaklaştırılması püskürtme tekniğinin temelini oluşturur. Püskürtülen atomlar alt tabaka yüzeyine giderek orada birikir ve ince bir film oluşturur. Püskürtme ile birçok malzeme başarılı bir şekilde biriktirilmektedir.



Şekil 2.4: Vakum Ortamında Argon Gazı Atomlarının Hedef Malzeme Atomlarını Püskürtmesi (DC Püskürtme Sistemi)

Püskürtme sistemleri, kullanılan manyetik alanın özelliğine, iyon geçiş özelliğine, hedef-alttabaka sisteminin geometrisine ve püskürtme kaynaklarındaki farklılıklara bağlı olarak çeşitlilik gösterir. Bu sistemlere sırasıyla; diyot püskürtme sistemi, konvansiyonel manyetik alan, dengesiz manyetik alan, radyo frekansı veya mikrodalga deşarj kullanan gelişmiş iyonizasyonlu manyetik alan, düşük basınçlı manyetik alan, yüksek hızlı manyetik alan ve kendi kendine püskürtmeli manyetik alan örnek olarak verilebilir [38]. Diyot püskürtme, püskürtme kalitesinin zayıf olması nedeniyle çok fazla kullanılmayan bir tekniktir. Konvansiyonel ve dengesiz

manyetik alanda püskürtme sistemlerinde yaklaşık 200 gauss'luk bir manyetik alan kullanılır. Konvansiyonel ve dengesiz manyetik alanda püskürtme, yüksek manyetik alan gerektirdiği için kalıcı mıknatıslardan veya elektromıknatıslardan faydalanılır. Gelişmiş iyonizasyonlu manyetik alan ve düşük basınçlı manyetik alan sistemleri, mikronüstü kaplama endüstrisinde önemli gelişmelere neden olmuşlardır [38].

2.3.2 Fiziksel Buhar Biriktirme Yönteminin Avantajları

FBB yöntemi her çeşit katı malzeme üzerine, her çeşit malzemeyi kaplamaya olanak sağlamaktadır. FBB'de kimyasal bileşim tanımlanabildiği ve kolay üretim gerçekleştiği için bu yöntem önemini giderek artırmıştır. FBB yöntemi bu özelliklerin yanında birçok özelliğe sahiptir. Bunların arasında;

1. Çevre kirliliğine yol açmaması,
2. Düşük sıcaklıklarda çalışabilme (hedef metalinin fazla ısınma tehlikesinin olmaması),
3. İstenmeyen yönlü birikmelerin olmaması (kaplama kalınlığının homojen olması),
4. Parçalarda sertlik kaybı olmaması,
5. İlerlemeye ve gelişmeye açık bir sistem olması,
6. Kaplanan tabakalarda çok yüksek tutunma kuvvetlerinin oluşması,
7. Sık dokulu kristal katman yapılarının oluşması,
8. Nanometre mertebesindeki düşük kalınlıklarda (1–5 μm) kaplama yapılabilmesi,
9. Karmaşık geometrili malzemelerin döner mekanizmalar sayesinde homojen özelliklerde kaplanabilmesi,
10. Köşelerin ve keskin uçların keskinlik özelliğini yitirmeden kaplanabilmesi,
11. Kaplamaların sökülerek tekrar aynı alttabaka üzerine kaplama yapılabilmesi gibi özellikler sayılabilir.

3. FİLMLERİN ÜRETİMİ, DENEYSEL TEKNİKLER VE KULLANILAN MATERYALLER

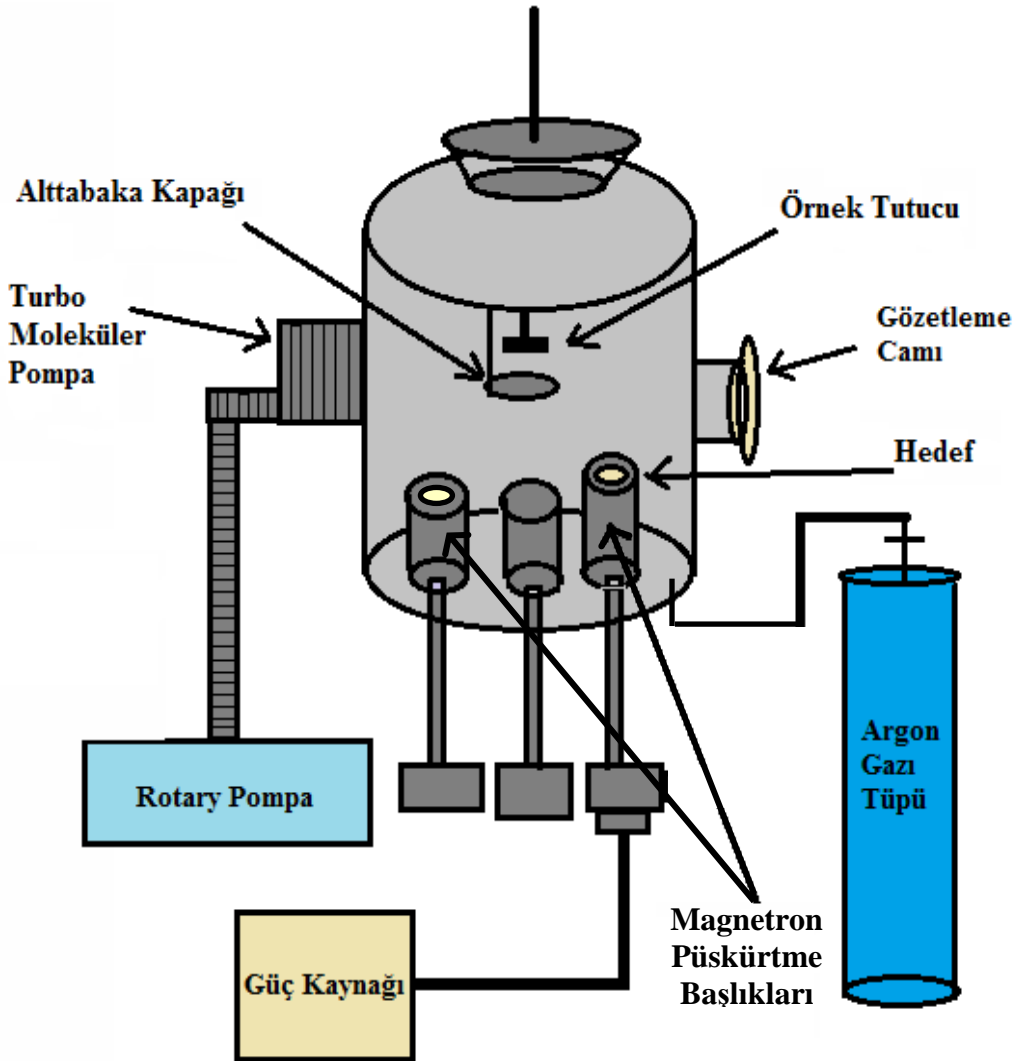
Bu bölümde, püskürtme sistemi ile film üretiminde kullanılan materyaller ve filmlerin analizinde kullanılan teknikler ele alınmıştır. Bölümde, ilk olarak püskürtme sisteminin bileşenleri ve filmlerin üretim aşamaları tartışılmıştır. Filmlerin elementel analizi için “Enerji Ayırmalı X-ışını Spektroskopisi (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDX)”, filmlerin yapısal analizde kullanılan “X-Işınları Kırınımı (X-Ray Diffraction, XRD)” tekniği ile ilgili ayrıntılar tartışılmıştır. Ayrıca, yüzey morfolojik görüntülerinin incelenmesinde kullanılan “Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope, SEM)”, incelenen malzemenin yüzey pürüzlülük analizi için kullanılan “Atomik Kuvvet Mikroskobu (Atomic Force Microscopy, AFM)” ve manyetik analizde kullanılan “Titreşimli Numune Manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometer, VSM)” tekniği ile ilgili bilgiler verilmiştir.

Manyetik süperörgüleri üretmek için iki DC magnetronlu bir püskürtme sistemi, her ikisinin de çapı 6 cm olan % 70 Fe ve % 30 Cl atomlarından oluşan bir manyetik hedef metal ve bir Cu hedef metal kullanıldı. FeCl hedef metalinin kimyasal bileşimi indüktif eşleşmiş plazma - atomik emisyon spektroskopisi (Inductively coupled plasma - atomik emisyon spektroskopisi, ICP-AES, Perkin Elmer Optima 3100 XL) ile belirlendi.

3.1 Püskürtme Sisteminin Yapısı ve Film Üretimi

Püskürtme sistemi genel olarak, vakum odasının (chamber) içinde bulunan alttabaka tutucu, hedef metal tutucu, magnetronlar ve vakum odasının dış kısmında yer alan turbo moleküler pompa, rotary pompa, magnetronları besleyen DC güç kaynağı, argon gazı tüpü ve soğutma sisteminden oluşmaktadır. Püskürtme sistemi şematik olarak Şekil 3.1’de gösterilmiştir.

Alttabaka tutucusu hedef malzeme ile karşılıklıdır. Alt tabaka tutucusu üretim esnasında topraklanabilir, negatif potansiyel uygulanabilir, kendi halinde bırakılabilir, ısıtılabilir veya soğutulabilir. Plazma ortamı oluşturmak için vakum sistem odasının basıncı uygun olmalıdır. Ark (kıvılcım) etkisi veya plazmanın başlatıldığı bir ortam sağlamak amacıyla vakum odasına püskürtme gazı olarak argon gazı gönderilir. Biriktirmesi yapılacak malzemeye negatif potansiyel uygulayarak, oluşturulan plazmadaki pozitif iyonlar hedefe çarparak momentum değişim mekanizması ile hedef atomlarını yerlerinden çıkarırlar. Püskürtülen iyonlar alt tabaka yüzeyinde birikerek bir film oluşturur.



Şekil 3.1: Püskürtme (Sputtering) Sisteminin Şematik Gösterimi.

3.2 Plazma ve Plazma Ortamının Oluşturulması

Plazma, elektriksel olarak nötr ve çok iyi bir iletkenidir. Plazma hali maddenin katı, sıvı ve gaz halinden ayrı bir kategoride değerlendirilir. Kendine özgü niteliklere sahiptir. Katı bir cisme gaz haline gelinceye kadar ısı verilir ve bu işleme gaz halinden sonra da devam edilirse iyonlaşma başlar. Yeterince ısıtılmış gaz içinde iyonlaşma defalarca tekrarlanır ve serbest elektron ve iyon bulutları oluşmaya başlar, bazı atomlar ise nötr kalmaya devam eder. Oluşan bu iyon, elektron ve nötr atom karışımı, plazma olarak adlandırılır. Serbest elektrik yükü sayesinde plazma yüksek bir elektrik iletkenliğine kavuşur ve elektromanyetik alanlardan kolaylıkla etkilenir. Plazma ortamı oluşturmak için vakum sistem odasının basıncı 0,1-10 Pa aralığında tutulur ve ark (kıvılcım) etkisi ya da ark oluşturmak için kısacası plazmanın başlatıldığı bir ortam sağlamak için vakum odasına püskürtme gazı olarak argon veya azot gazı gönderilir. Ark, elektrik akımının devresini hava üzerinden tamamlamasıdır. Başka bir ifade ile aralarında gaz bulunan iki elektrot arasında ışık saçan yüksek akım yoğunluklu elektriksel boşalmadır. Püskürtme sisteminde ortama argon gazı gönderilerek alttabaka ve hedef arasında ark etkisi meydana getirilerek plazma ortamı oluşturulur. Bu sayede atomlar hedeften kopartılarak plazma ortamı sayesinde alttabaka üzerine hareketi gerçekleştirir ve alttabaka üzerine biriktirmesi sağlanır.

3.3 DC Püskürtme Sisteminin Vakum Altına Alınması, Film Üretimi ve Vakum Ortamının Kaldırılması

DC püskürtme sisteminin ile film üretilirken ilk olarak bazı ön çalışmaların ve hazırlıkların yapılması gerekir. Üretime başlamadan önce ilk olarak, magnetronun üzerindeki kapak sökülerek hedef metal (kaynak) yerleştirilir. Kalınlık monitörü aktif hale getirilerek üretilen malzemenin yoğunluk ve "z faktörü" değerleri girilir. Hedef metal magnetronlara yerleştirildikten sonra elektriksel iletkenlik ölçen herhangi bir cihaz ile iletkenlikte herhangi bir sorun olup olmadığını kontrol etmek, cihazı vakum altına aldıktan sonra farkına varılacak temassızlıkları önlemede oldukça önemlidir. Bunun için iletkenlik ölçüm cihazının bir ucu magnetrondaki hedef metale diğer ucu ise magnetron bağlantı kablolarındaki son noktaya

dokundurulur. Cihazda okunan elektriksel direnç deęerinin çok küçük olması tercih edilir. Bunun yanı sıra iletkenlik ölçüm cihazının bir ucu magnetronlara dięer ucu da vakum odasına dokundurularak kaçak olup olmadığı kontrol edilir. Bu işlem yapıldığında herhangi bir elektriksel iletimin olmadığı gözlenmesi gerekir. Bu şekilde bağlantı kontrolleri yapıldıktan sonra vakum altına alma işlemine geçilir.

Vakum göstergesine bakarak ortamın basıncı 5×10^{-2} mbar civarına gelinceye kadar rotary pompa tek başına çalıştırılır. Ortamın basıncı bu değere geldiğinde, turbo moleküler pompa, rotary pompa ile birlikte çalıştırılır. Bu iki pompanın çalışması ile birlikte ortam basıncı 3×10^{-6} mbar civarına geldiği zaman üretim için uygun vakum ortamı elde edilmiş olur. Uygun basınç değerlerine ulaşıldığı zaman plazmayı oluşturmak için ortama yeterli miktarda argon gazı gönderilir. Gaz gönderildiğinde basınç yaklaşık 7.5×10^{-3} mbar seviyesine kadar artmalıdır. Püskürtme işlemine başlanmadan önce son olarak alttabaka kapağının kapalı konumda olduğundan emin olunur. Film üretimine başlamak için magnetronları besleyen güç kaynağı açılır ve DC akım gönderilir. Bu çalışmada plazma ortamı oluşturmak için DC akım değeri ilk olarak 100 mA seviyesine ayarlanmış ve bunun sonucunda da plazmanın oluşması gözlenmiştir. Plazma oluştuktan sonra, ortama gönderilen gaz değeri 80 sccm (dakikadaki standart santimetreküp) değerinden 10 – 15 sccm seviyesine kadar azaltılmıştır. Tüm üretimlerde en düşük gaz akış değerini kullanmak öncelikle daha düzgün depozitler oluşturmak ve gaz tasarrufu açısından oldukça önemlidir. Ancak gaz kısılırken plazmanın ark yapmamasına özen gösterilmelidir. Plazma oluştuktan 2 - 3 s sonra alttabaka kapağı açılarak biriktirme işlemine başlanmış olur. İstenilen özelliklerde film üretilene kadar beklenir ve üretim bittiğinde ilk olarak alttabaka kapağı kapatılır ve magnetronları besleyen güç kesilerek biriktirme işlemi sonlandırılır. Üretim bittikten sonra, son olarak vakumu kaldırma işlemi gerçekleştirilir. Üretilen film örnek tutucudan alınıp uygun şartlar altında saklanır. Bu çalışmada üretilen filmler karakterizasyonlar gerçekleştirilene kadar bir desikatörde muhafaza edilmiştir.

Film üretiminden sonra temizlik yapılması bir sonraki üretimlerin saflığı ve püskürtme sisteminin kullanım ömrü açısından oldukça önemlidir. Bu çalışmada, gözetleme camının temizliği sırasıyla önce % 10' luk HCl (hidroklorik asit) ve daha sonra izopropil alkol ile yapıldı. Kullanılan Alt tabakalar ise her üretimden önce izopropil alkol ile temizlendi. Magnetron kapaklarında her üretimden sonra oluşan

depozisyon kalıntıları, magnetron kapaklarının içi ve dışı izopropil alkol ile temizlendi.

Bu çalışmada FeCl/Cu çokkatmanlı yapıları DC püskürtme sistemi ile iki ayrı seri olarak üretilmiştir. İlk seride, Cu tabakasının farklı kalınlıklarının film özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiş, ikinci seride manyetik FeCl katmanlarının düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) deposisyon oranları dikkate alınarak, deposisyon oranının film özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. İncelenen filmlere ait üretim parametreleri; Cu kalınlığı (nm), FeCl kalınlığı (nm), katman sayısı, toplam kalınlık (nm), deposisyon süresi (s), akım şiddeti (mA) ve gaz akışı (sccm) değerleri Tablo 3.1' de ve Tablo 3.2' de verilmiştir. Tablo 3.1' de gösterildiği gibi, birinci seride toplam kalınlık olan 120 nm' nin değişmemesi için, FeCl tabaka kalınlığı (6 nm) sabit tutulurken, Cu katmanlarının kalınlığı sırasıyla 24 nm, 14 nm, 9 nm, 6 nm, 4 nm, 2 nm ve 0 nm olarak değiştirildi. Toplam kalınlığı korumak için filmlerin katman sayısı 4, 6, 8, 10, 12, 15 ve 1 olarak belirlendi. İlk seride belirlenen toplam film ve katman kalınlıkları;

x.[FeCl (6 nm)/Cu (y nm)]

x (katman sayısı): 4, 6, 8, 10, 12, 15, 1

y (nm) : 24, 14, 9, 6, 4, 2, 0 şeklinde özetlenebilir.

Cu tabaka kalınlığı arttıkça deposisyon süresi de artmıştır. İlk serideki tüm filmlerde deposisyon oranı tüm katmanlar için 0.045 nm/s olarak belirlenmiştir. İkinci seride üretilen filmlere ait parametrelerin verildiği tabloda da (Tablo 3.2) belirtildiği gibi, FeCl deposisyon oranının yüksek değeri 0.08 nm/s ve düşük değeri ise 0.02 nm/s olarak belirlenmiştir. Cu deposisyon oranı ise 0.05 nm/s' dir. İki ayrı filmde de katman sayısı, toplam kalınlığı (120 nm) korumak için, 10 olarak belirlenmiştir.

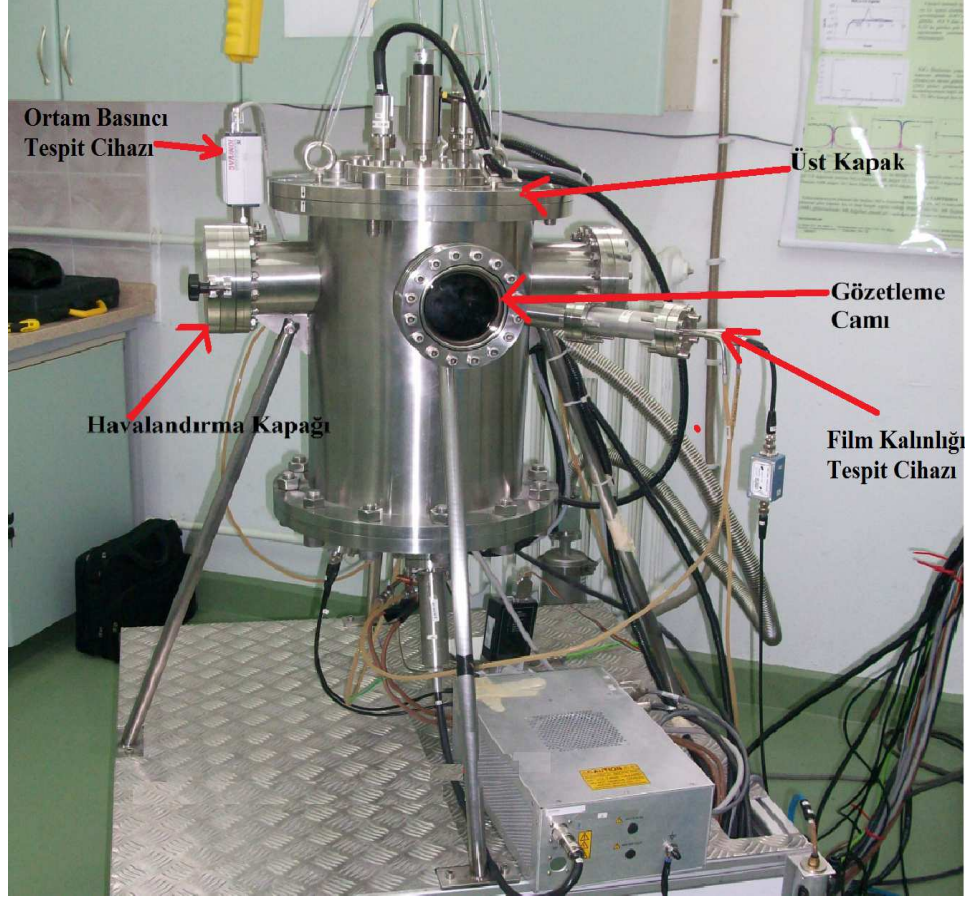
Tablo 3. 1: Birinci Seride Üretilen Filmlere Ait Parametre Değerleri

1.SERİ	Cu Katman Kalınlığı (nm)	FeCl Katman Kalınlığı (nm)	Katman Sayısı	Toplam Kalınlık (nm)	Depozisyon Oranı (nm/s)		Depozisyon Süresi (s)		Akım Şiddeti (mA)		Gaz Akış Değeri (sccm)	
					FeCl	Cu	FeCl	Cu	FeCl	Cu	FeCl	Cu
ME FeCl/Cu -1	24	6	4	120	0.5	0.4	126	510	100	140	20	20
ME FeCl/Cu -2	14	6	6	120	0.5	0.4	126	369	100	140	20	20
ME FeCl/Cu -4	9	6	8	120	0.5	0.4	127	192	100	140	20	20
ME FeCl/Cu -5	6	6	10	120	0.5	0.5	129	168	100	140	20	20
ME FeCl/Cu -6	4	6	12	120	0.5	0.5	130	85	100	140	20	20
ME FeCl/Cu -7	2	6	15	120	0.5	0.5	130	43	100	140	20	20
ME FeCl/Cu -9	0	120	1	120	0.5	-	130	-	100	-	20	-

Tablo 3. 2: İkinci Seride Üretilen Filmlere Ait Parametre Değerleri

2.SERİ	FeCl Depozisyon Oranı (nm/s)	Cu Depozisyon Oranı (nm/s)	Katman Sayısı	Toplam Kalınlık (nm)	Katman Kalınlığı (nm)		Depozisyon Süresi (s)		Akım Şiddeti (mA)		Gaz Akış Değeri (sccm)	
					FeCl	Cu	FeCl	Cu	FeCl	Cu	FeCl	Cu
ME FeCl/Cu 2-1	0.08	0.5	10	120	6	6	43	117	165	140	20	20
ME FeCl/Cu 2-6	0.02	0.5	10	120	6	6	322	133	45	140	20	20

Bu çalışmada, FeCl/Cu çokkatmanlı ince filmlerinin üretilmesinde, Balıkesir Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi, Nanomanyetik Malzeme Üretim Laboratuvarında bulunan Mantis Deposition Limited Şirketi tarafından üretilen SEREN marka püskürtme cihazı kullanılmıştır. İnce filmlerin üretildiği püskürtme sistemi ve sistemin bileşenleri Şekil 3. 2' de gösterilmiştir.



Şekil 3.2: İnce Filmlerin Üretildiği Püskürtme Sistemi

3.4 Numunelerin Karakterizasyonunda Kullanılan Teknikler

Bu bölümde numunelerin elementel analizi ile yapısal ve manyetik karakterizasyonunda kullanılan EDX, XRD, SEM AFM ve VSM teknikleri üzerinde durulacak, bu tekniklerin çalışma prensiplerinden bahsedilip ilgili şekiller ile desteklenecektir.

3.4.1 Enerji Ayırmalı X-ışını Spektroskopisi

EDX, SEM yardımıyla kullanılan ve SEM' de görüntüsü araştırılan örneğin kimyasal bileşimi hakkında veri elde edilmesini sağlayan bir spektroskopi çeşididir. Kendi türünden olan diğer spektroskopik tekniklere kıyasla daha avantajlı

bir sistemdir. EDX analizi yapılırken analizi yapılacak numune, elektron mikroskobu içinde 10-20 keV değerinde yüksek enerjili elektron demetiyle bombardıman edilir. Bu elektronlar, numunenin elektronları ile çarpışarak bu elektronları yörüngeden çıkarır. Boşalan elektronun yerini, üst yörüngelerden gelen daha fazla enerjili bir elektron doldurur. Üst yörüngeden alt yörüngeye gelen bu elektronda enerji fazlalığı oluşur. Bu fazla enerji x-ışını olarak dışarı yayınlanır. Yayınlanan bu x-ışınları sonucunda bir EDX spektrumu elde edilir. Spektrumda görülen pikler, yayınlanan X-ışınlarına uygun şiddetleri gösterir ve her biri bir atoma özgü olduğu için bir elemente uyar. Piklerin şiddeti, o elementin numunedeki miktarını ifade eder [39]. EDX, üretilen x-ışınlarının, enerjinin bir fonksiyonu olarak ölçülmesi prensibine dayanır. EDX'te numuneden yayılan X-ışınlarının özelliklerine göre malzemenin kimyasal bileşimi tayin edilir. Kimyasal analiz yapılacak numunenin herhangi bir noktasının veya istenilen herhangi bir bölgesinin elementel analizi gerçekleştirilebilir. Elektron demeti gönderilerek oluşturulan X-ışını fotonlarının enerjisi incelenen numunenin özelliklerine bağlıdır. EDX ile elementel analiz, numunenin SEM görüntüsünün elde edilmesi ile aynı anda gerçekleştirilebilir [40, 41].

Bu çalışmada, püskürtme tekniği ile üretilen FeCl/Cu çok katmanlı ince filmleri, EDX ile yapılacak elementel analize uygun bir şekilde kesildi ve analize kadar bir desikatörde muhafaza edildi. İnce filmlerin EDX ölçümleri, Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM)' nde bulunan SEM cihazına bağlı "GENESIS APEX 4—EDAX, AMETEK" markalı EDX cihazı ile yapıldı.

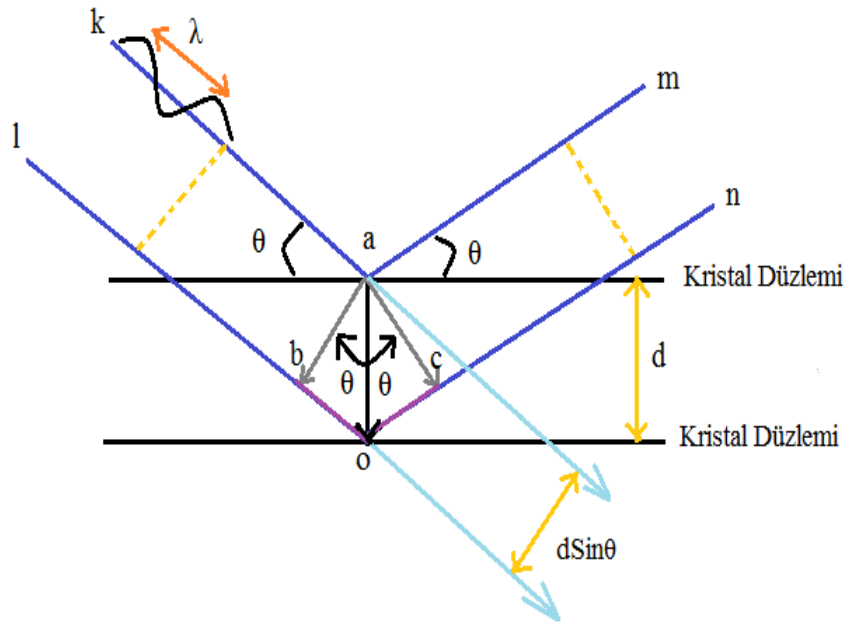
3.4.2 X- Işınları Kırınımı

XRD malzemelerin kristal yapısının tayininde kullanılan önemli bir tekniktir. XRD tekniği ile analiz yapılırken kristale zarar vermeden, örgü noktalarındaki atomların cinsleri, kristal düzlemleri ve düzlemler arası mesafeler hesaplanabilir. Bir kristalin yapı tayini atomla etkileşen elektromanyetik dalgaların oluşturduğu kırınım desenleri incelenerek bulunur. Malzeme üzerine x-ışını gönderildiğinde örgü noktalarındaki atomlar tarafından bu x-ışınları saçılmaya uğrar. Saçılan bazı x-ışınları yıkıcı girişim yaparak birbirini yok ederken, bazı x-ışınları ise yapıcı girişim

yaparak birbirini kuvvetlendirir. Bir kristal yapının x-ışını analiz sonuçları bu yapıcı girişim ile tespit edilir. Elde edilen kırınım deseninden, örneğe ait kristal düzlemleri ve düzlemler arası mesafe d , Eşitlik (3.1)'de verilen Bragg yasası kullanılarak bulunabilir.

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

Şekil 3.3' de bir kristal düzleminde x- ışını kırınımı gösterilmiştir. Şekilde gelen k ve l ışınları ile birlikte, kristal düzlemi ile θ açısı yaparak yansıyan m ve n ışınları gösterilmektedir. Şekil 3.3' de görüldüğü gibi d düzlemler arasındaki mesafe, θ gelen ışınlarla kristal düzlemi arasındaki açı, λ x-ışınının dalgaboyu ve n yansımanın kaçınıcı düzlemler arasında olduğunu belirten yansıma mertebesidir [42, 43].



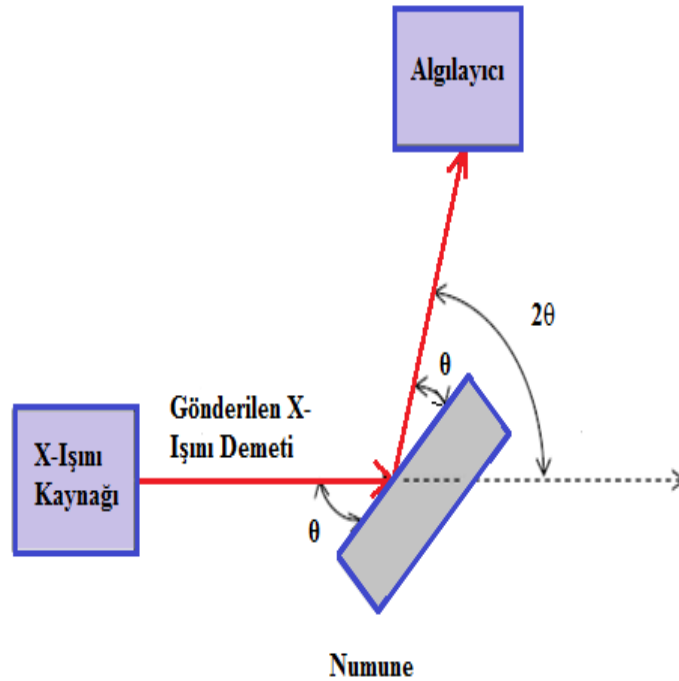
Şekil 3.3: Bir Kristal Düzleminde X- Işını Kırınımı

Bir X- Işını difraktometresinin geometrik gösterimi Şekil 3.4'te verilmiştir. Bragg bağıntısı kullanarak malzemenin kristal yapısı hakkında bilgi sahibi olmak için, numuneye dalgaboyu bilinen x-ışını gönderilir ve yapıcı girişimin olduğu noktalardaki θ değerinin ölçülmesiyle kristal düzlemleri arasındaki d mesafesi

bulunur. Düzlemler arası mesafenin bilinmesi durumunda X-ışını dalgaboyu λ , ya da λ değeri bilinmesi durumunda düzlemler arası mesafenin bulunması mümkündür. Gelen ve yansıyan ışınların arasındaki açiya kırınım açısı denir ve değeri 2θ olan kırınım açısı her zaman sabittir [42, 43]. Farklı θ açılarında ölçümler alınarak numune için x- ışını kırınım deseni elde edilir. Yapıcı girişimin olduğu açılar X-ışını kırınımı deseninde pikler olarak görülür. Piklerin yarı yüksekliğindeki genişliği, eşitlik (3.2) ile verilen Scherrer bağıntısında kullanılarak yansımanın olduğu kristal düzleminin tane büyüklüğü hesaplanabilir [44].

$$t = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta} \quad (3.2)$$

Scherrer bağıntısında, t kristal düzleminin tane büyüklüğü değeri, λ kristal düzleme gönderilen X-ışınının dalga boyu, B düzleme ait pikin yarı yüksekliğindeki pik genişliği, θ yansımanın gerçekleştiği açı değeridir [44].



Şekil 3.4: X- Işını difraktometresinin geometrik gösterimi [45]

Bu çalışmada X-ışını kırınımı ölçümleri, Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Araştırma Merkezi'nde bulunan "PW 1710 PANalytical" markalı bir difraktometre ile dalga boyu, $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ olan Cu-K $_{\alpha}$ radyasyonu kullanılarak yapılmıştır. Tarama yapılırken kullanılan adım büyüklüğü 0.1° olarak belirlenmiştir.

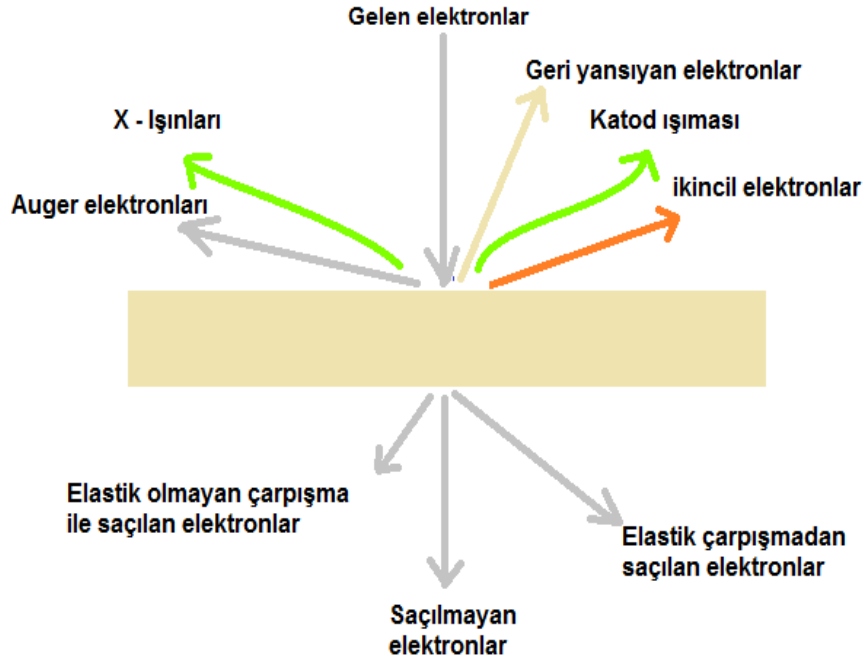
3.4.3 Taramalı Elektron Mikroskobu

Elektron mikroskopları katı yüzeylerin fiziksel nitelikleri hakkında bilgi edinmek ve çok küçük boyuttaki cisimlerin büyük görüntülerini oluşturmak için kullanılmaktadır. Taramalı elektron mikroskobu yüksek çözünürlüklü resimler elde etmek için kullanılan bir yöntemdir [46]. Elektron mikroskoplarında yüksek enerjilere çıkarılabilen elektronlar ışıktan daha kısa dalga boyuna sahip olurlar ve bu sebepten ayırma güçleri optik mikroskoplardan çok daha yüksek olur. Taramalı elektron mikroskobunda örnekten yansıyan elektronlarla görüntü oluşturulur. Mikroskopta oluşturulan resimler, elektron demetinin numune ile olan etkileşiminden ortaya çıkan ışımalar veya geri yansıyan elektronlar sayılarak oluşturulur.

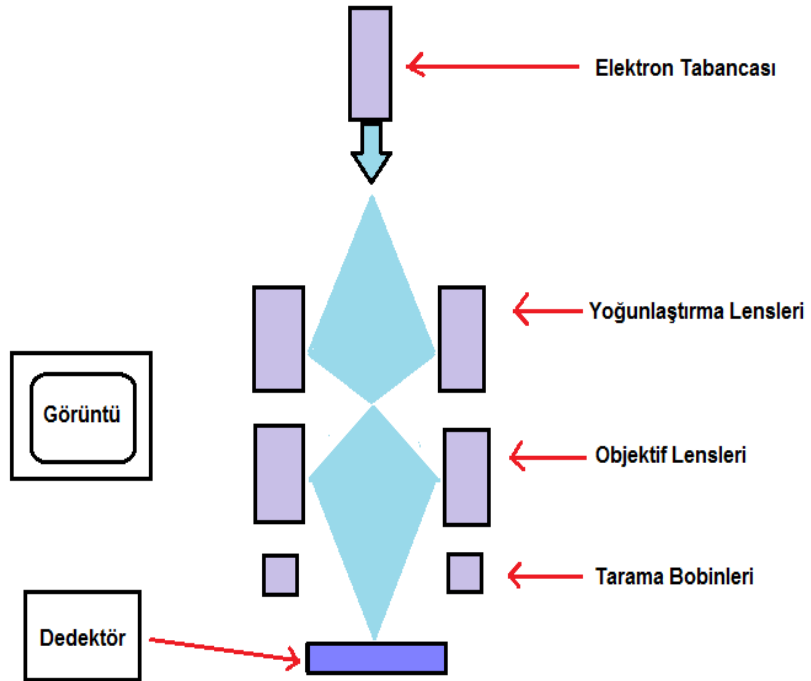
Taramalı elektron mikroskobu;

- (1) İncelenecek numunenin yüzey analizinde kullanılır.
- (2) İncelenen yapıların element analizini yapmak için kullanılır [47].

SEM' de numunenin yüzeyi çok iyi odaklanmış bir elektron demetiyle ince tabakalar halinde taranır. Şekil 3.5' de yüksek enerjili elektron demetinin malzeme ile olan etkileşiminden ortaya çıkan ışımalar ve geri yansıyan elektronlar gösterilmiştir. SEM' de Şekil 3.5'de de gösterildiği gibi yüksek enerjili elektron demeti numuneye çarptığında bazı elektronlar geri saçılırlar. Bazıları x- ışını üretirken diğerleri atomların dış kabuklarından düşük enerjili ikincil elektronları atarlar. Bunlardan biri veya daha fazlası tespit edilebilir ve sinyal olarak görülebilir. SEM' de tarama, numunenin haritasını çıkarmakla aynı anlama gelmektedir. Şekil 3.6' da bir taramalı elektron mikroskobunun şematik diyagramı görülmektedir. SEM' de demetin bir kesiti iki bobin tarafından indirgenir. Objektif mercekler içindeki iki bobin numunenin yüzeyini taramak için kullanılır.

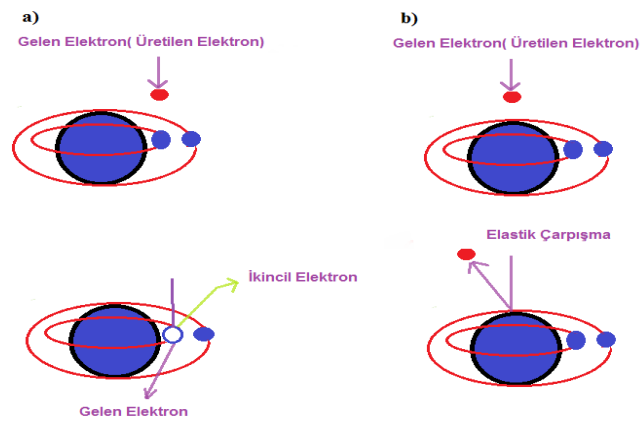


Şekil 3.5: Yüksek Enerjili Elektron Demetinin Malzeme İle Olan Etkileşiminden Ortaya Çıkan Işımlar ve Geri Yansıyan Elektronlar [46].



Şekil 3.6: Taramalı Elektron Mikroskobunun Şematik Diyagramı [46]

Şekil 3.7' de bir taramalı elektron mikroskopunda üretilen elektronların numune ile çarpışması gösterilmiştir. Şekil 3.7 (a)' da gösterildiği gibi, numune üzerine gönderilen yüksek enerjili elektronlar numune atomlarının dış yörüngedeki elektronları ile elastik olmayan girişimi sonucunda düşük enerjili Auger elektronları oluştururlar. Bu elektronlar numune yüzeyi hakkında bilgi edinilmesini sağlar. Yörünge elektronları ile olan diğer girişimler sonucunda yörüngelerinden atılan veya enerjisi azalan demet elektronları numune yüzeyine doğru hareket eder. İkincil elektron olarak adlandırılan bu elektronlar yüzeyin 10 nm veya daha düşük derinlikten geldiği için numunenin yüksek çözünürlüğe sahip topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılır. Şekil 3.7 (b)' de gösterildiği gibi, numune üzerine odaklanan elektron demeti numune atomları ile ayrıca elastik çarpışma yapabilir. Bu girişimlerde tabancadan üretilen elektronlar, numune atomlarının çekirdeğinin çekim kuvveti ile saptırılarak numune yüzeyinden geri saçılmaktadır. Bunlar geri saçılmış elektronlar olarak tanımlanır [48]. Oluşan bu görüntüye de geri saçılmış elektron görüntüsü denir. Geri yansıyan elektronların görüntüsü örneğin topografisi ve kompozisyonu hakkında bilgi verir. Geri yansıyan elektronlar numunenin derinlerinden geldiği için ayırım gücü düşüktür. Bu yüzden geri saçılmış elektron görüntüleri en fazla 2000 kat civarında büyütme kadar olan incelemelerde kullanılmaktadır [48]. SEM' de görüntü almada üç değişken faktör vardır. Bunlar; (1) Uygulanan voltaj değeri (keV). (2) Çalışma aralığı boyutu (mm). (3) Objektif açıklığı (μm)' dir.



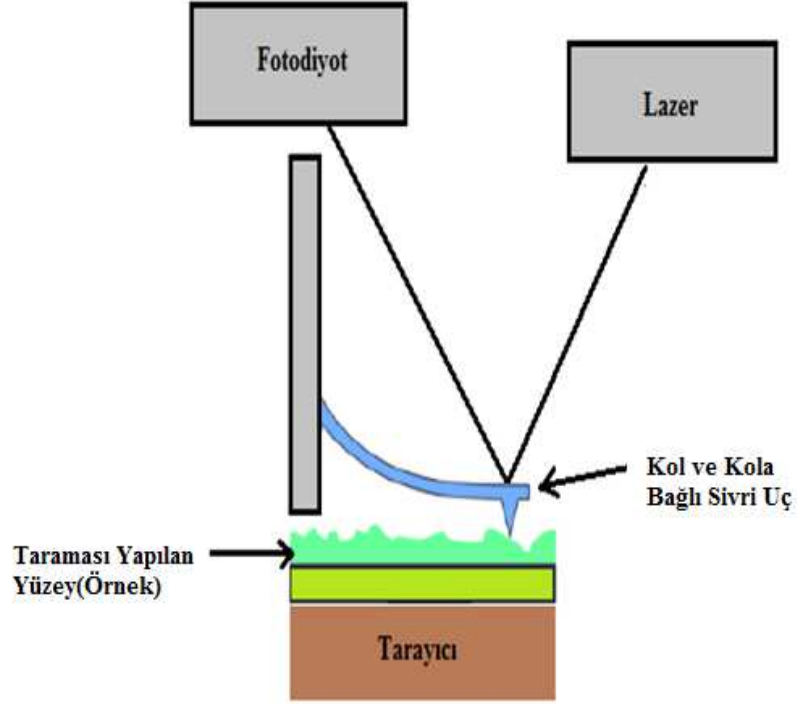
Şekil 3.7 Üretilen Elektronların (Gelen Elektronlar) Numune İle Çarpışması; (a) Çarpışma sonunda numune bünyesindeki atomlardan bazılarının elektron kaybettiği durum, (b) Çarpışmanın doğrudan atom çekirdeğiyle olduğu durum (Elastik çarpışma).

Bu çalışmada, püskürtme tekniği ile üretilen FeCl/Cu ince filmleri SEM görüntüsünün ve EDX analizinin alınacağı karakterizasyona uygun bir şekilde kesildi. Filmler ölçümlere kadar bir desikatörde muhafaza edildi ve SEM görüntüleri Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM)' nde bulunan "FEI™, NOVANANOSEM430" markalı SEM ile yapıldı.

3.4.1 Atomik Kuvvet Mikroskobu

AFM maddenin yapı taşlarını görmemize yardımcı olan çok yüksek çözünürlüklü bir taramalı kuvvet mikroskobudur [49]. İnce bir şekilde sivriltilmiş bir iğne ucu yardımıyla, yüzeyin yüksek çözünürlükte üç boyutlu görüntüsünün elde edilmesini sağlar. Görüntüleme, iğne ucunun yüzey ile etkileşiminin incelenmesi sonucunda elde edilir. Yüzey hakkında bilgi, mekanik bir ucun yüzeyi algılamasıyla elde edilir. AFM' de kuvvetlerin hassas ölçümü, ucuna bastırınca bükülebilen bir kol ve çıplak gözle görülmesi zor olan ve bu kola bağlı bir uç yardımıyla yapılır. Şekil 3.8' de AFM' nin şematik diyagramı ve kısımları gösterilmiştir. Gözle görülmesi zor olan bu küçük kolun bir ucuna çok küçük bir kuvvet uygulandığında ölçüm yapılabilir derecede bir bükülme oluşur. Bükülme, kuvvetle doğru orantılı olduğundan, bükülme ölçülerek dolaylı olarak kuvvet ölçülür. Küçük kol ve ucunda ona dik olarak duran iğne bir yüzeye yaklaştırıldığında, iğne yüzeye temas eder etmez kol bükülmeye başlar. Kol, ölçümü yapılacak örnek yüzeyi (taraması yapılacak yüzey) üzerinde gezdirilirken oluşan bükülme, yüzeydeki atomların ve moleküllerin meydana getirdiği tepeleri ve çukurları algılar. Bir bilgisayar sayesinde koldaki ölçülebilir bükülmeler kayıt altına alınır ve yüzeyin şekli de bulunmuş olur [50]. AFM' de çözünürlük değeri birkaç nanometre ölçeğinde olup diğer optik sistemlerinden çok daha fazladır. Normal bir mikroskopla küçük bir cisim görebiliriz, fakat atomik kuvvet mikroskobu ile bir cismin ya da yüzeyin nasıl olduğunu öğrenebileceğimiz bir resim elde edilebilir.

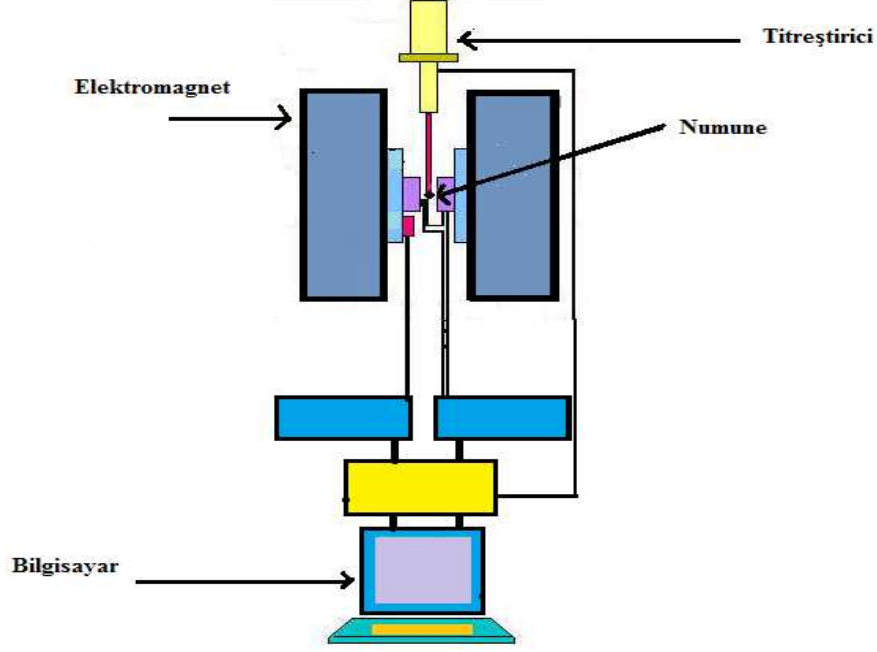
Bu çalışmada üretilen FeCl/Cu ince filmlerinin yüzeyi hakkında daha detaylı bilgi elde etmek için, yüzey pürüzlülük analizi "NanoMagnetics Instruments" markalı AFM ile 5 µm x 5 µm' lik bir tarama alanı dikkate alınarak yapıldı.



Şekil. 3.8: Atomik Kuvvet Mikroskobunun Şematik Gösterimi

3.4.2 Titreşimli Numune Manyetometresi

VSM düzgün bir manyetik alan içinde titreşen numunenin bulunduğu sistemden oluşan bir cihazdır. VSM ile incelenen malzemenin manyetik karakterini ortaya koyan manyetizasyon eğrisi elde edilir. VSM sistemi şematik olarak Şekil 3.9’ da gösterilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi sistemin başlıca bileşenleri bilgisayar, numune titreştirici, elektromagnet ve numune tutucudan oluşmaktadır. VSM’ in çalışma prensibi elektromanyetik indüksiyon olayına dayanır. Burada, manyetik alanda titreşen numune ile manyetik akı değişimi oluşturulması ve bu manyetik akı değişimi sonucu oluşan indüksiyon elektro motor kuvvet (e.m.k.) ’in ölçülmesi esastır. İndüklenen e.m.k. titreşen numunenin manyetizasyonu ile orantılı olduğundan bu yöntemden faydalanarak örneğin manyetizasyon değeri ölçülebilir.



Şekil. 3.9: VSM' in Şematik Gösterimi [39]

VSM cihazının içindeki numune DC manyetik alanda titreşim yapar ve numunenin titreşim manyetik alanı Faraday İndüksiyon yasasına göre algılayıcı bir voltaj indükler. Faraday indüksiyon yasası emk 'nın büyüklüğünün bobin içindeki manyetik akının zamanla değişim hızı ile orantılı olduğunu ifade eder.

$$E = - \frac{d\phi}{dt} \quad (3.3)$$

(3.3) eşitliğinde E , elektromotor kuvveti ve ϕ , örnek ile bobini ilişkilendiren manyetik akıdır [51].

Bu çalışmada kalibrasyon (ölçümleme) için standart bir nikel örneği kullanıldı. Manyetik ölçümler, 6 mm çapında daire şeklinde kesilen FeCl/Cu süperörgülerin histeresis eğrileri elde edilerek gerçekleştirildi. Histeresis eğrileri, manyetik alanın +20 kOe'den -20 kOe' e kadar taranması, daha sonra +20 kOe 'e geri getirilmesiyle oda sıcaklığında elde edildi. Ölçümler, manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulanması ile iki farklı durum için alındı. Burada "dik" olarak ifade edilen ölçüm dış manyetik alanın film yüzeyine dik olarak uygulandığı, "paralel" ölçüm ise dış manyetik alanın film yüzeyine paralel olarak uygulandığı

ölçümdür. Bu çalışmada üretilen FeCl/Cu ince filmlerinin manyetik özellikleri, Balıkesir Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Nanomanyetik Malzemeler Ölçüm Laboratuvarında bulunan, duyarlılığı 0.5 μ emu olan “ADE TECHNOLOGIES DMS-EV9” markalı bir VSM sistemi ile incelendi.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde, incelenen FeCl/Cu çok katmanlı yapılarının yapısal ve manyetik analizinden elde edilen bulgular verilir ve bu bulgular tartışılacaktır. İncelenen ilk seride, FeCl/Cu çok katmanlı yapılarında Cu tabakasının farklı kalınlıklarının filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri üzerine etkisi incelendi. Tablo 4.1, bu seride üretilen filmlerin üretim parametrelerini göstermektedir. Tabloda da görüldüğü gibi film serisi üretilirken, toplam film kalınlığı (120 nm) ve FeCl tabakalarının kalınlığı (6 nm) sabit tutulup, Cu tabaka kalınlığı ve bunun sonucu olarak katman sayısı değiştirilmiştir.

Tablo 4.1: FeCl (6 nm) Kalınlığı Sabit Tutulup, Cu Tabaka Kalınlığının Değiştirildiği Film Serisinin Üretim Parametreleri.

Film Adı	Katman Sayısı	FeCl Kalınlığı (nm)	Cu Kalınlığı (nm)	Toplam Kalınlık (nm)
ME FeCl/Cu -1	4	6	24	120
ME FeCl/Cu -2	6	6	14	120
ME FeCl/Cu -4	8	6	9	120
ME FeCl/Cu -5	10	6	6	120
ME FeCl/Cu -6	12	6	4	120
ME FeCl/Cu -7	15	6	2	120
ME FeCl/Cu -9	1	120	0	120

İncelenen ikinci seride, filmlerin FeCl ve Cu katmanlarının kalınlıkları 6 nm olarak belirlenmiş ve filmler on katmandan oluşmuştur. Diğer taraftan, ferromanyetik FeCl katmanlarının yüksek ve düşük depozisyon oranları dikkate alınarak, depozisyon oranının filmlerin yapısal ve manyetik özelliklerine etkisi incelendi. Tablo 4.2, ferromanyetik FeCl katmanlarının düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) depozisyon oranları dikkate alınarak büyütülen filmlerin üretim parametrelerini göstermektedir.

Tablo 4.2: FeCl Katmanlarının Yüksek Ve Düşük Depozisyon Oranları Dikkate Alınarak Biriktirilen Film Serisinin Üretim Parametreleri.

Film Adı	Katman Sayısı	FeCl Kalınlığı (nm)	Cu Kalınlığı (nm)	Toplam Kalınlık (nm)	FeCl' nin Depozisyon Oranı (nm/s)
ME FeCl/Cu 2-1	10	6	6	120	0.08
ME FeCl/Cu 2-6	10	6	6	120	0.02

4.1 FeCl/Cu Çok Katmanlı Yapılarında Cu Tabakasının Farklı Kalınlıklarının Etkisinin İncelenmesi

Film üretiminde kullanılan hedef metallerden Cu kaynak metal DC magnetronlardan birine sabitlenmiş iken, manyetik FeCl kaynağı magnetronlardan diğerine yerleştirildi. Filmler dikdörtgen şeklinde kesilmiş (5cm x 2.5 cm) ticari asetat film alttabakalar üzerine büyütüldü. Tüm depozisyonlar oda sıcaklığında yapıldı. Bu seride üretilen filmler için tüm katmanların depozisyon oranı 0.045 nm/s olarak belirlendi. FeCl katmanlarının kalınlığı 6 nm' de sabit tutulurken Cu katmanlarının kalınlığı 0 nm'den 24 nm'ye kadar değiştirildi ve katmanların kalınlığı Kuartz kristal mikroterazi (Quartz crystal microbalance, QCM) kalınlık monitörü ile belirlendi.

4.1.1 Elementel Analiz

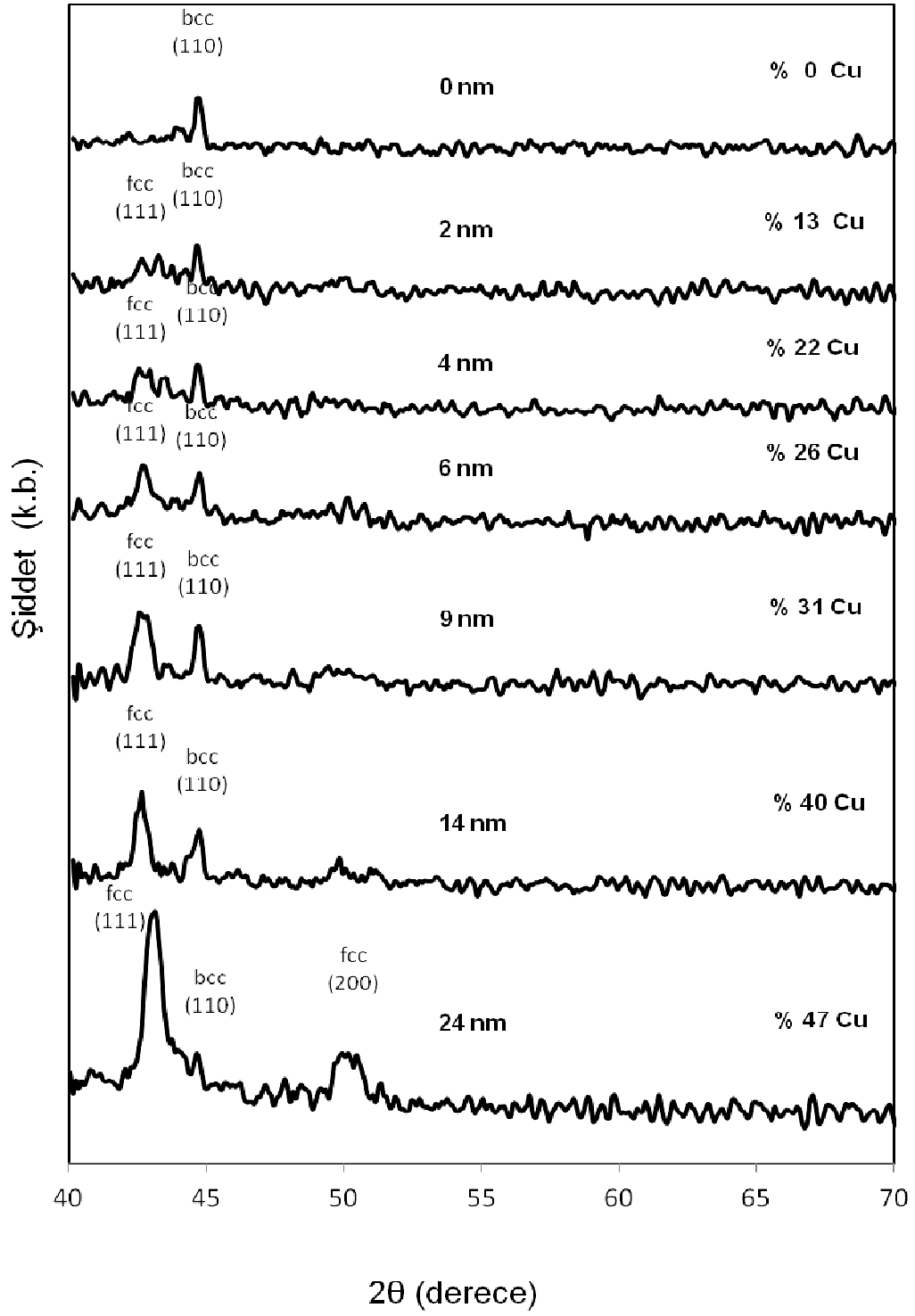
Cu katmanlarının kalınlıklarının 0-24 nm arasında kademeli olarak arttırıldığı bu film serisinde, filmlerin Fe, Cl ve Cu içerikleri Tablo 4.3’de bir arada verilmiştir. Tabloda da görüldüğü gibi, Cu tabakasının kalınlığı arttıkça, filmlerin Fe ve Cl içerikleri kademeli olarak azalırken, Cu içeriği artmıştır. Cu katmanlarının 0 nm, 2 nm, 4 nm, 6 nm, 9 nm, 14 nm ve 24 nm kalınlıkları için sırasıyla filmlerin atomik Cu içerikleri % 0 % 13, % 22, % 26, % 31, % 40 ve % 47 olarak bulundu. Filmlerin geri kalan kısmı ise FeCl katmanlarından oluşmaktadır. Bu durum, Cu tabakalarının kalınlıkları arttırıldığında Cu içeriğinin de arttığını ve buna paralel olarak FeCl atomlarının içeriğinin azaldığını ortaya çıkardı (bakınız Tablo 4.3). Tabaka kalınlığı ve film içeriği arasındaki bu bağımlılık, tüm depoizasyonlarda aynı toplam kalınlık kullanıldığı için [52] çalışmasında da belirtilmiştir.

Tablo 4.3: Cu tabakasının farklı kalınlıklarının incelendiği filmlerin elementel analiz sonuçları.

Cu Tabaka Kalınlığı (nm)	Film içeriği (at.%)		
	Cl	Fe	Cu
0	89	11	0
2	77	10	13
4	71	7	22
6	67	7	26
9	63	6	31
14	56	4	40
24	50	3	47

4.1.2 Kristal Yapı Analizi

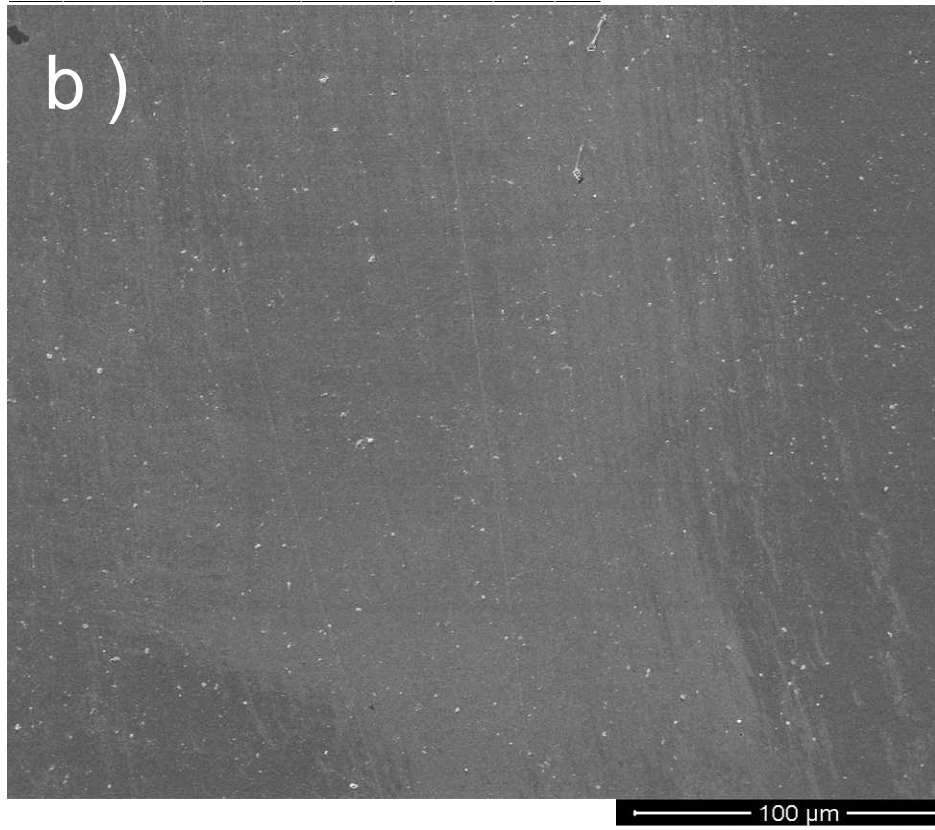
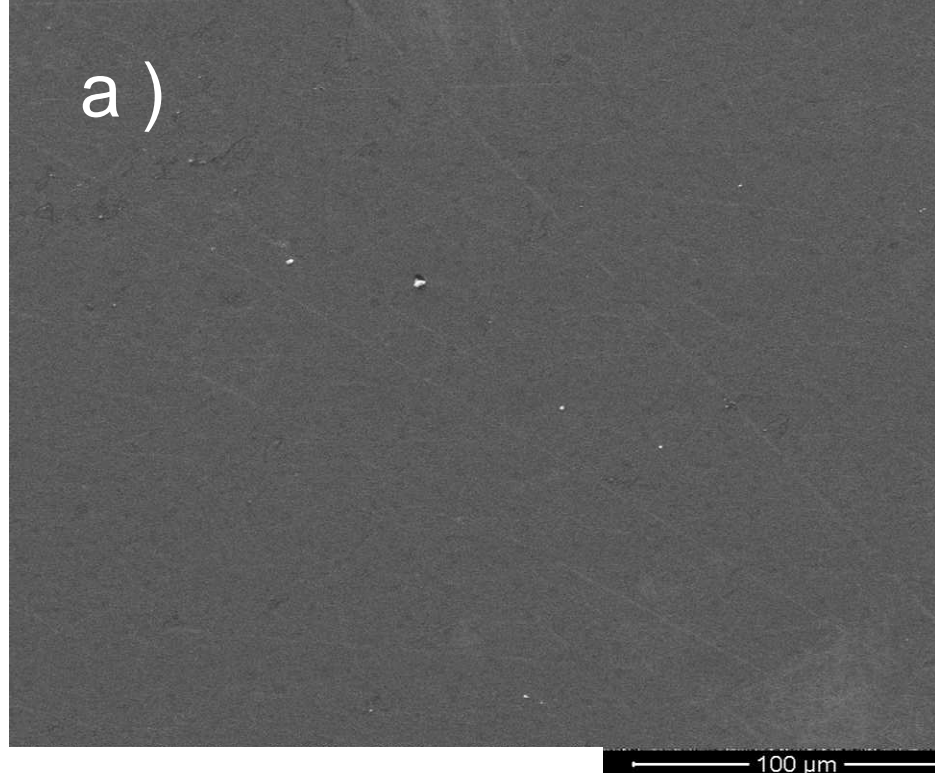
Kristal yapı analizi Cu-K_α radyasyonu kullanılarak X-ışınları kırınımı tekniği ile FeCl/Cu çokkatmanlı yapıların kristal yapısı üzerinde Cu katmanlarının farklı kalınlıklarından kaynaklanan, farklı Cu içeriklerinin etkisini belirlemek için XRD ölçümleri yapıldı. FeCl/Cu çokkatmanlı yapıların XRD desenleri Şekil 4.1’de gösterilmiştir. Filmlerin ölçümleri amorf alt tabakalarda gerçekleştirildi. Elde edilen sonuçlar gösterdi ki, XRD desenlerinde gözlenen pikler, cisim merkezli kübik yapı (bcc) ve yüzey merkezli kübik yapı (fcc)’ye aittir. Şekil 4.1’de gösterilen, Cu tabakasının farklı kalınlıklarına sahip FeCl/Cu çok katmanlı yapılarının XRD desenlerinde belirtildiği gibi FeCl (Cu % 0) filmi sadece $2\theta \approx 45^\circ$ de şekillenen bir ana bcc (110) pikine sahiptir. Bu durum FeCl filminin kristal fazının sadece bcc yapıya sahip olduğunu açıklar. Bununla birlikte atomik % 13 ile % 47 arasındaki Cu içerikli filmler fcc ve bcc fazının bir karışımına sahiptir. Bu filmlerin XRD desenlerinde ki iki ana pik, $2\theta \approx 43^\circ$ de ve $2\theta \approx 45^\circ$ de gözlenen sırasıyla fcc (111) ve bcc (110) düzlemlerine aittir. Bu durum Şekil 4.1’ deki XRD desenlerinde açıkça görülmektedir. Sonuç olarak, Cu tabaka kalınlığı ve bu yüzden filmlerin Cu içeriği arttığı zaman fcc (111) pikinin şiddeti arttığı ve bcc (110) pikinin şiddeti kademeli olarak azaldığı görülmektedir. Bu duruma ek olarak, % 47 Cu içerikli filmin XRD deseninde $2\theta \approx 51^\circ$ de, fcc fazının karakteristik (200) piki ortaya çıkmıştır. İncelenen bu çok katmanlı film serisinin kristal yapısının bcc yapıdan, çoğunluğunun fcc yapı olduğu fcc ve bcc yapının bir karışımına dönüştüğü tespit edilmiştir. Başka bir deyişle, bcc Fe filmi hariç, filmler bcc Fe ve fcc Cu’ ın kristal yapısına sahip iken, atomik olarak % 47 Cu içeren filmin bcc yapısı, Cu atomlarının fcc yapısı tarafından değiştirilmiştir. Bunlara ek olarak, çokkatmanlı yapıların tercihli yönelimleri [53] çalışmasında yapıldığı gibi, bağıl pik şiddetleri dikkate alınarak belirlendi. Cu’ nun içeriği atomik olarak % 0’ dan % 47’ ye artırıldığında tercihli yönelimin (110) düzleminden (111) düzlemine döndüğü belirlendi. Filmler amorf alttabakalar üzerine büyütüldüğü için tercihli yönelimleri belirlenmesinde alt tabakanın kristal yapısının ihmal edilebilir olduğu farz edilebilir. Bu durum kendi alt tabakası ile aynı yönelime sahip olan elektrodepozisyonla üretilmiş çokkatmanlı yapıları inceleyen [2] çalışmasından farklıdır. Yapılan yapısal analize göre, filmlerin kristal yapısının ve tercihli yöneliminin Cu tabakasının farklı kalınlıklarından etkilendiği sonucuna varılabilir.



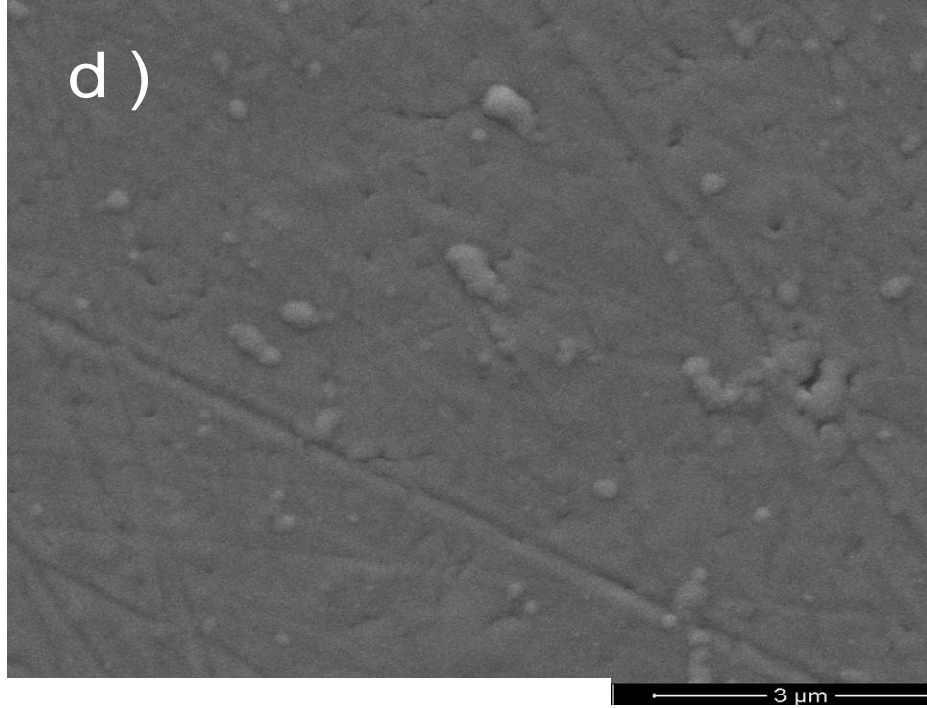
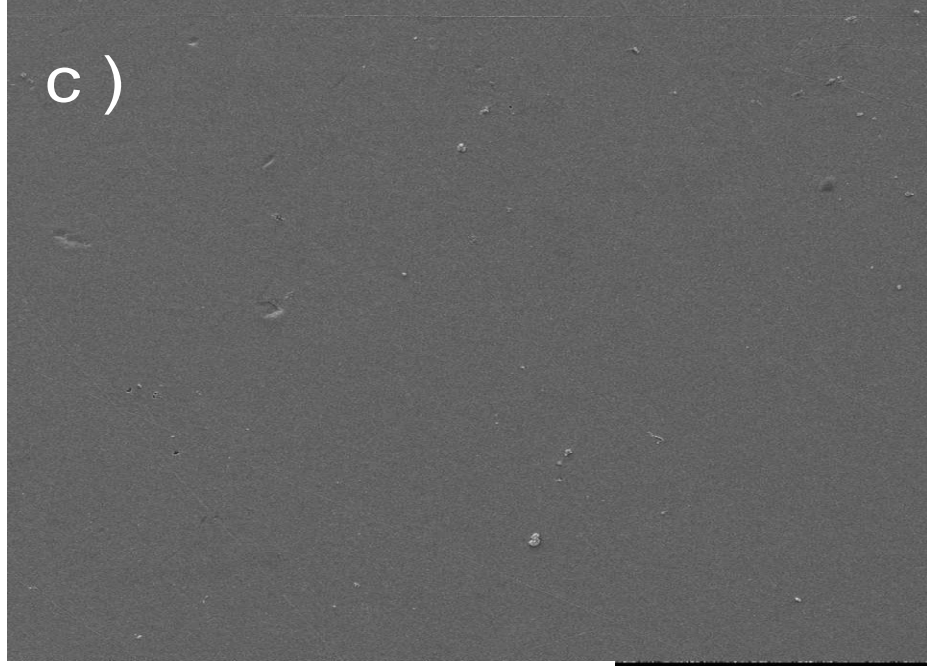
Şekil 4.1: Cu tabakasının farklı kalınlıklarına sahip FeCl/Cu çok katmanlı yapılarının XRD desenleri.

4.1.3 Yüzey Morfolojik Analizi

Süperörgü filmlerin yüzey morfolojik analizini belirleyen SEM görüntüleri Şekil 4.2' de gösterilmiştir. Yapılan analiz sonucunda, tüm filmlerin hemem hemen aynı yüzey morfolojisine sahip olduğu belirlendiği için, yedi film içerisinde sadece % 0, % 31 ve % 47 atomik Cu içeriğine sahip olan filmlerin SEM görüntüleri verilmiştir. Cu içeriğinin farklı değerlerine sahip FeCl/Cu çok katmanlı yapılarının yüzey morfolojisi analizi için; % 0 at. Cu içeren filmin SEM görüntüsü Şekil 4.2 (a)' da, % 31 at. Cu içeren filmin SEM görüntüsü Şekil 4.2 (b)' de ve % 47 at. Cu içeren filmin SEM görüntüsü Şekil 4.2 (c)' de gösterilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde filmlerin yüzeyinin genel olarak kaliteli ve parlak olduğu anlaşılmaktadır. Filmler aynaya benzer bir görünüme sahiptir. Bu SEM görüntülerinin yanı sıra, % 47 at. Cu içeren film için daha yüksek büyütme SEM görüntüsü Şekil 4.2 (d)' de gösterilmiştir. Bu görüntüde film yüzeyinin alttabaka yüzeyinden dolayı bazı çizgi ve deformasyona sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca bu yüzeylerin elektrodepozisyon tekniği ile üretilen filmlerin [54] yüzeyinden farklı olarak daha homojen ve sade bir yapıya sahip olduğu ortaya çıkmıştır. Bu tespitlere ek olarak, yapılan çalışmada gözlenen yüzey morfolojileri, [52] çalışmasında belirtilen tanecikli yüzey morfolojisinden önemli farklılıklar göstermektedir. Bu durum yapılan çalışmaya göre malzemelerin farklı deposisyon tipinden ve farklı alttabaka seçiminden kaynaklandığı düşünülmektedir.



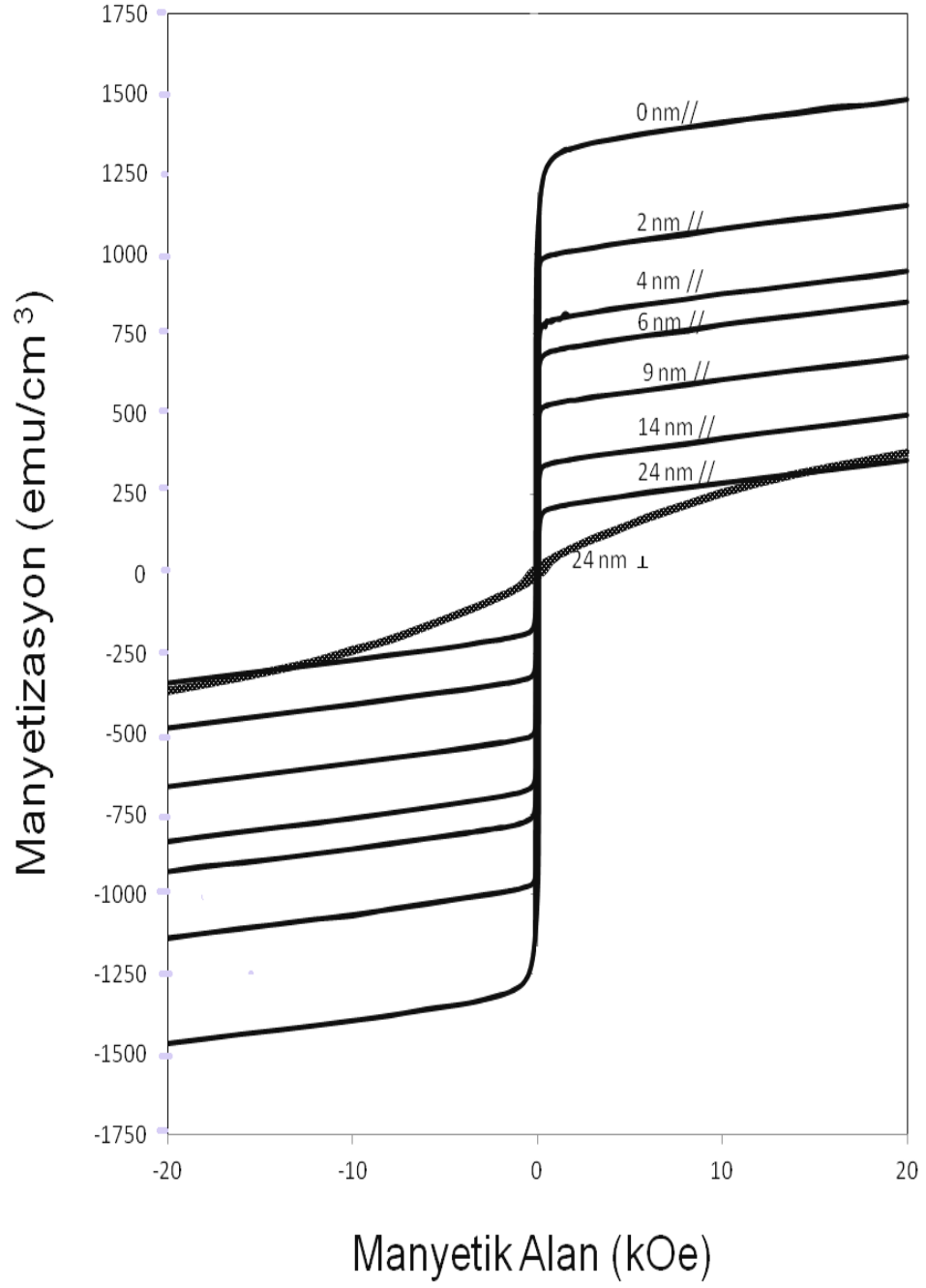
Şekil 4.2: Cu içeriğinin farklı değerleri için FeCl/Cu çok katmanlı yapılarının SEM görüntüleri; (a) Cu % 0, (b) Cu % 31, (c) Cu % 47, (d) Cu % 47 (yüksek büyütme oranında)



Şekil 4.2'nin devamı: Cu içeriğinin farklı değerleri için FeCl/Cu çok katmanlı yapılarının SEM görüntüleri; (a) Cu % 0, (b) Cu % 31, (c) Cu % 47, (d) Cu % 47 (yüksek büyütme oranında)

4.1.4 Manyetik Analiz

Cu katmanlarının farklı kalınlıkları dikkate alınarak üretilen filmlerin histeresiz eğrisi, ± 20 kOe manyetik alan şiddeti altında, oda sıcaklığında, filmleri 6 mm çapında dairesel şekilde keserek ticari bir VSM sistemi ile elde edildi. Elde edilen histeresiz eğrileri Şekil 4.3' de gösterilmiştir. Dış manyetik alan değeri 20 kOe olarak uygulandığında manyetizasyon değeri, Cu katmanlarının 0 nm, 2 nm, 4 nm, 6 nm, 9 nm, 14 nm ve 24 nm kalınlıkları için sırasıyla 1473 emu/cm^3 , 1144 emu/cm^3 , 938 emu/cm^3 , 843 emu/cm^3 , 672 emu/cm^3 , 490 emu/cm^3 ve 348 emu/cm^3 olarak bulunmuştur. Başka bir ifadeyle, Cu tabaka kalınlığı arttığında ve dolayısıyla filmlerin Fe içeriği azaldığında (bakınız Tablo 4.3), filmlerin manyetizasyonunun azaldığı tespit edildi. Bu durum Fe'nin manyetik özellikleri ile açıklanabilir. Şöyle ki, bir malzemenin manyetizasyonu, malzemenin birim hacmi başına aynı yöne yönelmiş manyetik momentlerinin sayısı ve büyüklüğü ile ilgili olduğu için, manyetizasyon değeri malzeme içindeki manyetik bileşenin miktarı ile değişebilir [34]. Bu duruma benzer olarak, farklı Co içerikli Ni-Co filmlerinin incelendiği [55] çalışmada, Co içeriği azaldığı zaman doyum manyetizasyonu kademeli olarak azalmıştır. Manyetik analiz yapılırken, paralel histeresiz eğrilerinin yanı sıra dik histeresiz eğrileri de ayrıca elde edildi. Örnek olarak, 24 nm Cu tabaka kalınlığına sahip film için dik histeresiz eğrisi Şekil 4.3' te verilmiştir. Şekildeki dik ve paralel histeresiz eğrileri karşılaştırıldığında, paralel histeresiz eğrisinin dik histeresiz eğrisine göre daha düşük bir H_c değerine ve daha yüksek bir kalıcı manyetizasyona sahip olduğu görülmektedir. Bu durum manyetizasyonun kolay eksen yönünün süperörgü düzleminde olduğuna işaret etmektedir. Manyetik analizi yapılan tüm filmler için paralel ve dik histeresiz eğrileri arasında aynı farklılıklar gözlemlendiği için, tüm filmlerde manyetizasyonun kolay eksen yönünün film düzlemine paralel olduğu sonucuna varılabilir. Bu durumun [56] çalışmada da belirtildiği gibi manyetik şekil anizotropisinden kaynaklandığı sonucuna varıldı. Sonuç olarak; FeCl/Cu çok katmanlı yapılarında, Cu tabakasının farklı kalınlıklarının etkisinin incelendiği film serisinde, Cu katmanlarının farklı kalınlıklarının, manyetik özelliklerde dikkate değer bir etki meydana getirdiği gözlemlendi.



Şekil 4.3: Cu tabakalarının farklı kalınlıklarına sahip çok katmanlı yapıların histerisiz çevrimi. Cu tabaka kalınlıklarının 0 nm, 2 nm, 4 nm, 6 nm, 9 nm, 14 nm, ve 24 nm değerleri için sırasıyla Cu içerikleri; % 0, % 13, % 22, % 26, % 31, % 40 , %47. (//: Paralel and ⊥: Dik)

Tablo 4.4: Cu tabakalarının farklı kalınlıklarına sahip çok katmanlı filmlerin elementel, yapısal ve manyetik analizlerinden elde edilen sonuçlar

Cu Kalınlığı (nm)	EDX (atomik %)			XRD	SEM	VSM
	Fe	Cl	Cu	Kristal Yapı	Film Yüzeyi	M (emu/cm ³)
24	3	50	47	bcc + çoğunlukla fcc	Kaliteli ve Parlak	348
14	4	56	40	bcc + çoğunlukla fcc	Kaliteli ve Parlak	490
9	6	63	31	bcc+fcc	Kaliteli ve Parlak	672
6	7	67	26	bcc+fcc	Kaliteli ve Parlak	843
4	7	71	22	bcc+fcc	Kaliteli ve Parlak	938
2	10	77	13	bcc+fcc	Kaliteli ve Parlak	1144
0	11	89	0	bcc	Kaliteli ve Parlak	1473

4.2 FeCl/Cu Çok Katmanlı Yapılarında FeCl Tabakasının Yüksek ve Düşük Depozisyon Oranları Dikkate Alınarak Üretilen Filmlerin Özelliklerinin İncelenmesi

Bu çalışmada 10[FeCl(6 nm)/Cu(6 nm)] süperörgüleri ferromanyetik katmanların düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) depozisyon oranları dikkate alınarak üretildi. Filmlerin özellikleri araştırılırken, elementel, yapısal ve manyetik analizleri yapıp, incelenen depozisyon parametresindeki değişikliğin film özelliklerine nasıl etki ettiği üzerinde durulmuştur.

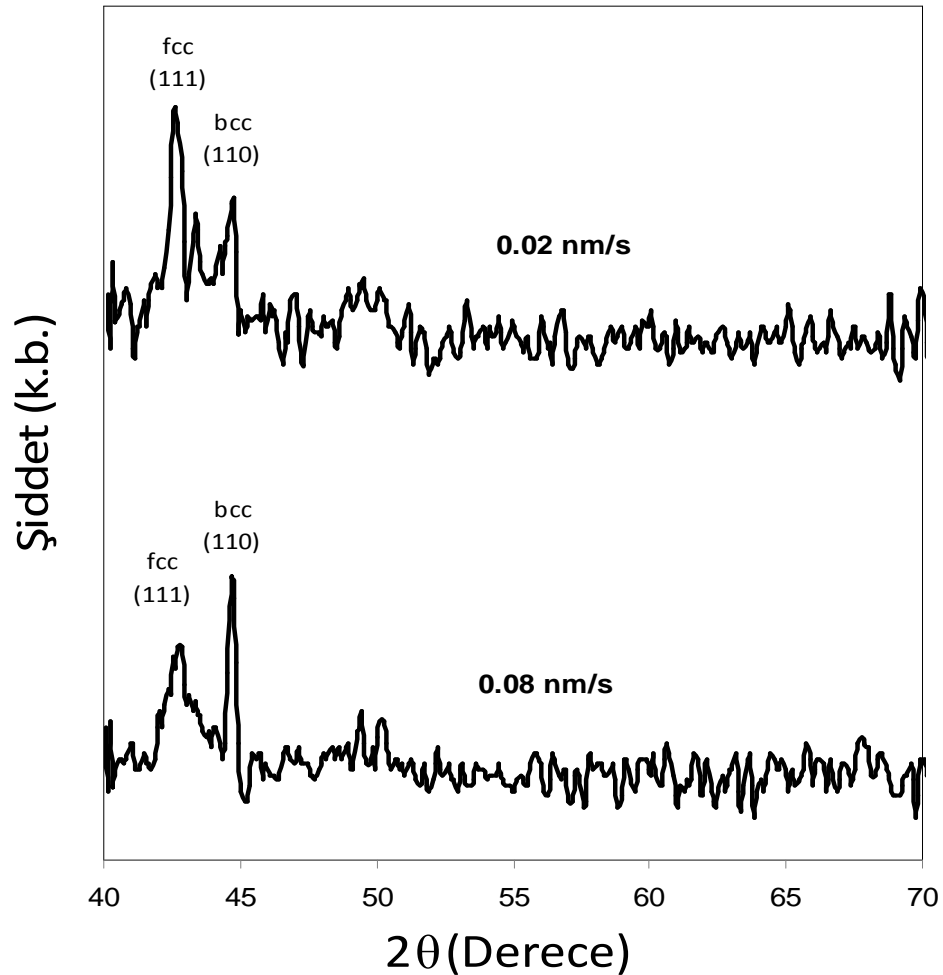
4.2.1 Elementel Analiz

FeCl tabakasının farklı depozisyon oranlarında üretilen filmlerin elementel analizine göre, filmler FeCl tabakasının düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) depozisyon oranlarında büyütüldüğünde, atomik Cu içeriği % 27, Fe ve Cl atomlarının içeriği ise sırasıyla % 7 ve % 66 olarak bulunmuştur. Bir başka deyişle, depozisyon oranı değişmesine rağmen üretilen filmlerin bileşimi aynı kalmıştır. Elde edilen sonuçlar, elektrodepozisyon tekniği ile üretilen süperörgülerin özellikleri üzerinde, depozisyon potansiyelinin ve bunun sonucu olarak depozisyon oranının etkisinin incelendiği [57] çalışmasında elde edilen sonuçlardan farklılık göstermektedir.

4.2.2 Kristal Yapı Analizi

FeCl/Cu süperörgülerinin yapısal özellikleri üzerinde, FeCl tabakalarının depozisyon oranının etkisini araştırmak için elde edilen XRD desenleri Şekil 4.4' te gösterilmiştir. Elde edilen XRD desenleri, FeCl tabakalarının yüksek (0.08 nm/s) ve düşük (0.02 nm/s) depozisyon oranları kullanılarak üretilen süperörgülerin kristal yapılarının yüzey merkezli kübik (fcc) ve cisim merkezli kübik (bcc) yapıların bir karışımı olduğunu ortaya çıkardı. Filmlerin XRD desenlerinde iki ana pik gözlenmiştir (bakınız Şekil 4.4). Bu temel Bragg pikleri sırasıyla $2\theta \approx 43^\circ$ ve $2\theta \approx 45^\circ$ 'te gözlenen fcc (111) ve bcc (110) düzlemlerinden meydana gelmektedir. Bu

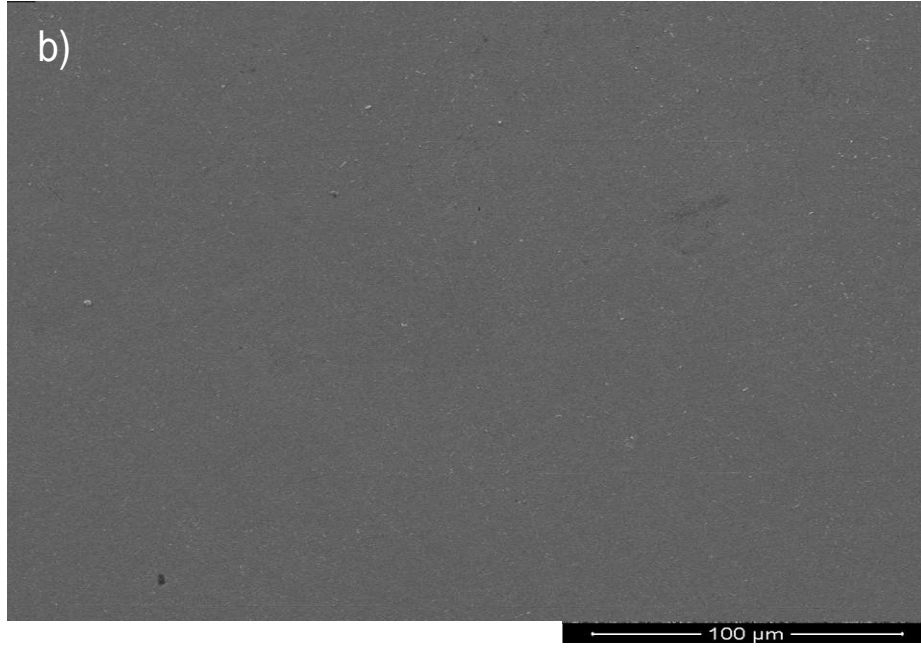
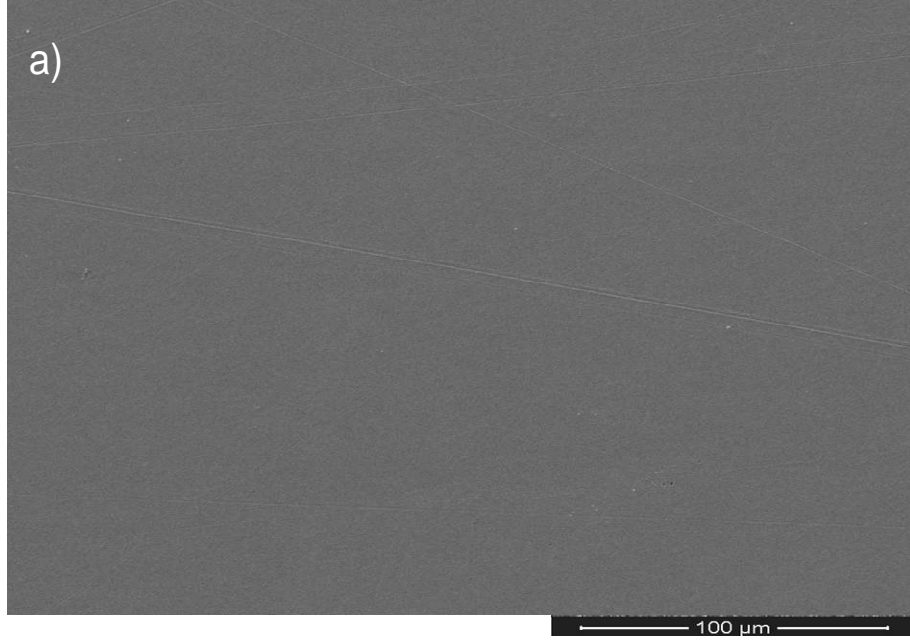
yüzden süperörgülerin kristal yapısının fcc ve bcc yapıların bir karışımına sahip olduğu sonucuna varıldı. Depozisyon oranı 0.02 nm/s' de büyütülen süperörgü için fcc (111) pikinin şiddeti bcc (110) pikinden daha büyüktür. Diğer taraftan depozisyon oranı arttırıldığında yani 0.08 nm/s olarak belirlendiğinde, fcc (111) pikinin şiddeti bcc (110) pikinin şiddetine göre düşüktür. Bir başka deyişle, FeCl/Cu süperörgülerinin üretiminde manyetik tabakanın depozisyon oranı arttırıldığında bcc (110) piki en şiddetli pik haline gelmiştir. Bu sonuçlara ek olarak, yüksek depozisyon oranında üretilen filmin fcc (111) piki, düşük depozisyon oranında büyütülen süperörgünün fcc (111) pikinden daha geniştir. Bu analiz sonuçlarından yola çıkarak, FeCl katmanlarının depozisyon oranı 0.02 nm/s' den 0.08 nm/s' ye arttırıldığında tercihli yönelimin (111)' den (110)' a döndüğü bulunmuştur.



Şekil 4.4: FeCl tabakalarının yüksek (0.08 nm/s) ve düşük (0.02 nm/s) depozisyon oranlarında püskürtülmesiyle üretilen FeCl/Cu süperörgülerinin XRD deseni.

4.2.3 Yüzey Morfolojik Analizi

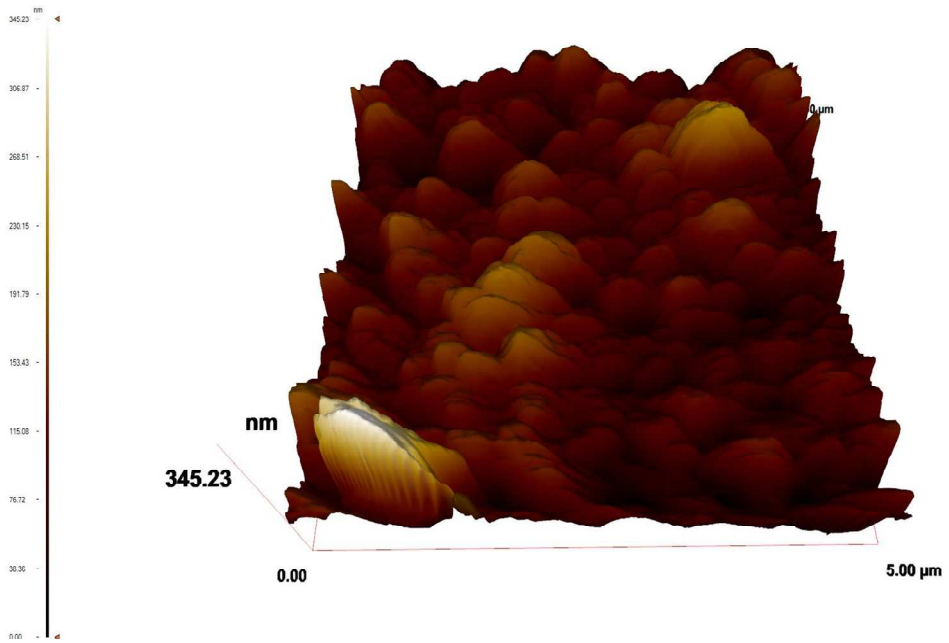
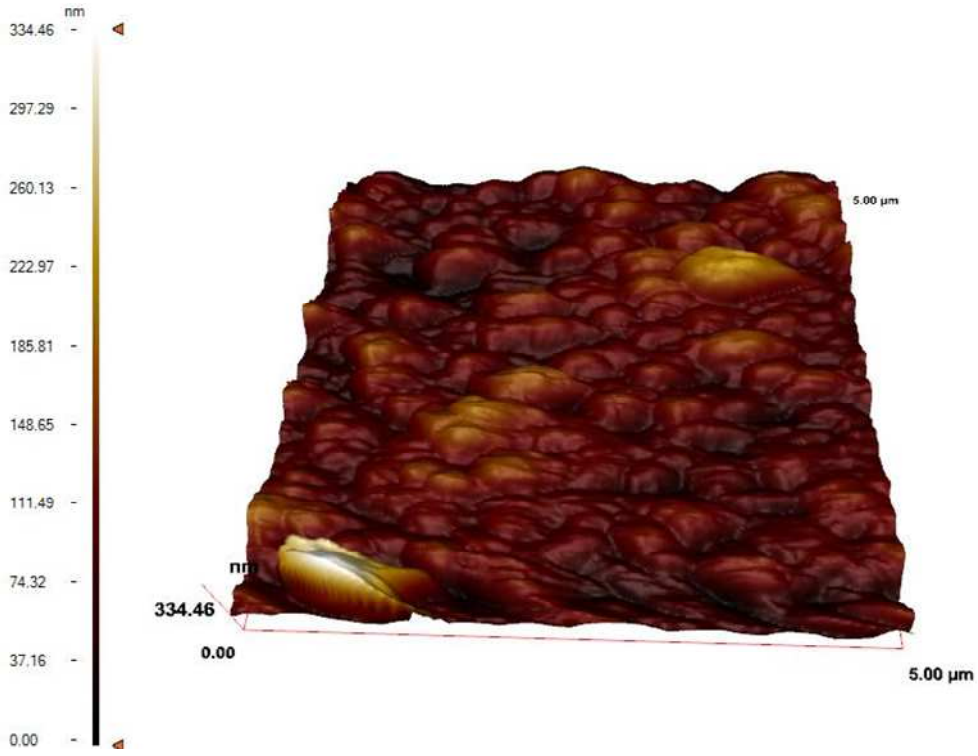
FeCl manyetik tabakasının yüksek ve düşük depozisyon oranlarında üretilen süperörgülerin yüzey morfolojisini gösteren SEM resimleri sırasıyla Şekil 4.5 (a) ve Şekil 4.5 (b)' de verilmiştir. Genel olarak, bu seride incelenen her iki süperörgünün de yüzeyi güzel ve uygun yapıdadır. Bir başka deyişle, parlak ve birbirini tutan yapılar gözlenmiştir. Yapılan morfolojik analiz sonucunda, manyetik tabakanın farklı depozisyon oranlarının film yüzeyi üzerinde dikkate değer herhangi bir etkisinin olmadığı sonucuna varılabilir.



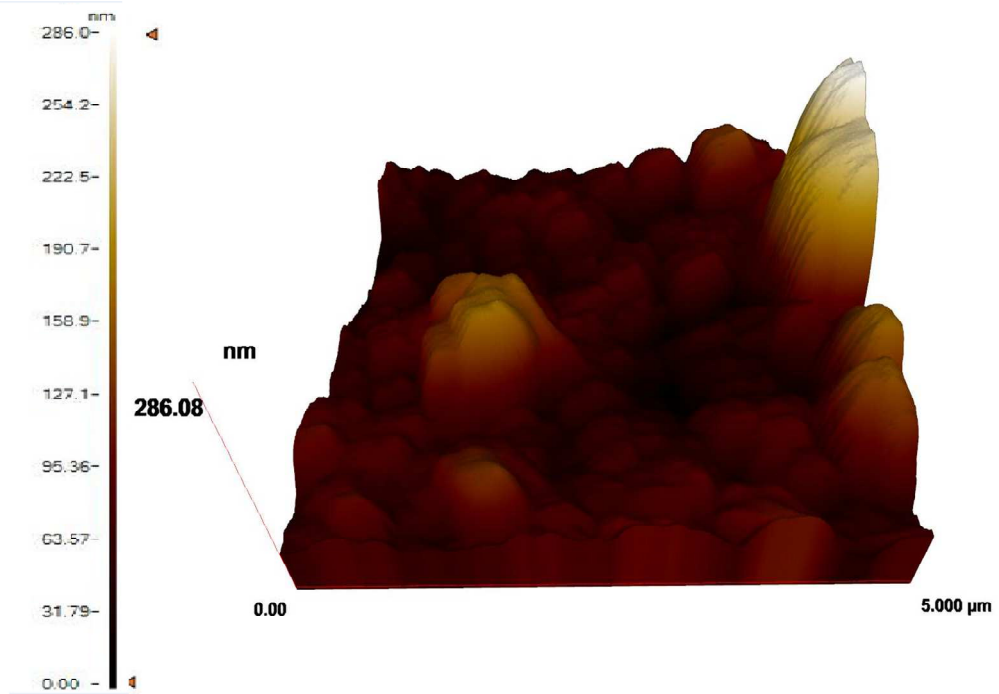
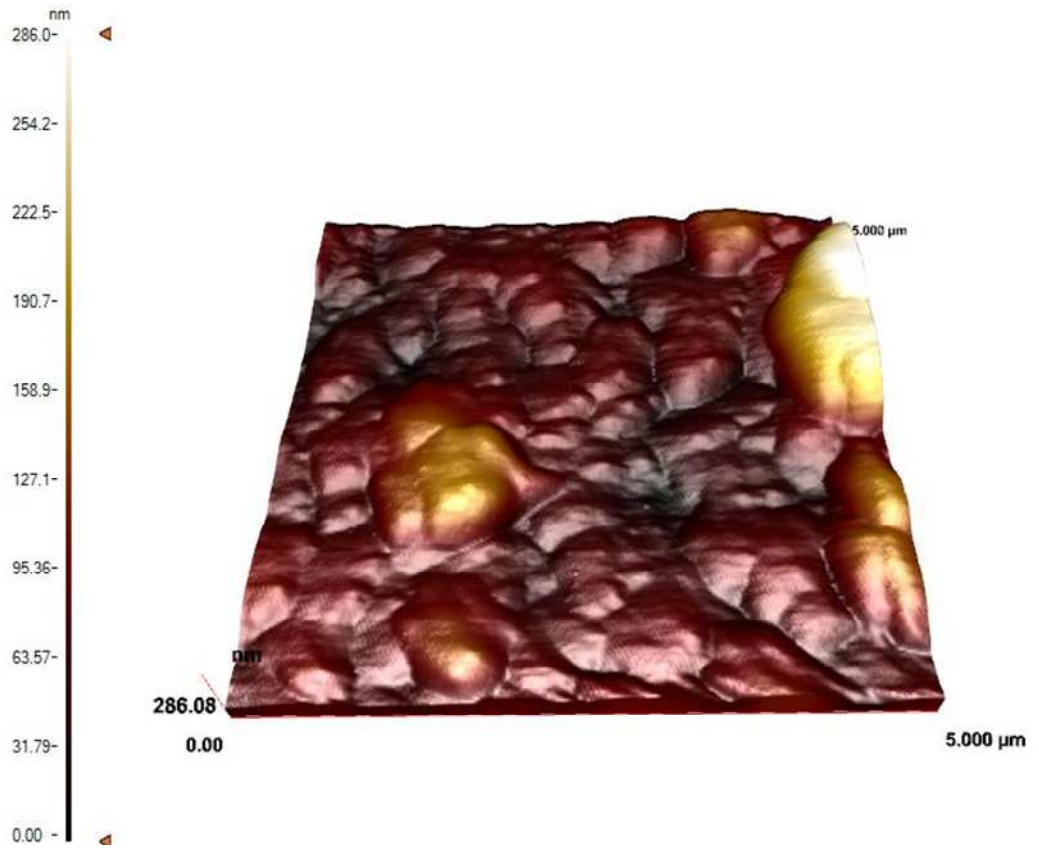
Şekil 4.5: FeCl tabakalarının düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) depozisyon oranları dikkate alınarak üretilen FeCl/Cu süperörgülerinin SEM görüntüleri.

4.2.1 Yüzey Pürüzlülük Analizi

Bu seride üretilen filmlerin yüzeyleri hakkında daha ayrıntılı sonuçlara ulaşmak için, SEM görüntüleri ile yapılan yüzey morfolojisi incelemesine ek olarak, yüzeylerin pürüzlülük analizleri de yapıldı. Yüzeylerin pürüzlülük analizi, AFM görüntüleri incelenerek gerçekleştirildi. FeCl tabakasının düşük depozisyon oranında üretilen filmin yüzeyinin AFM görüntüleri Şekil 4.6' da ve yüksek depozisyon oranında üretilen filmin yüzeyinin AFM görüntüleri Şekil 4.7' de gösterilmiştir. AFM şekillerinden de anlaşılacağı gibi, yüzeyler FeCl tabakasının depozisyon oranına bakmaksızın hemen hemen aynı pürüzlülüğe sahiptir. Ortalama pürüzlülük katsayısı FeCl tabakalarının düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) depozisyon oranında büyütülen filmleri için ~ 29 nm olarak bulundu. AFM resimlerinin incelenmesi sonucunda makul düzeyde engebeli bir yüzey gözlemlendi.



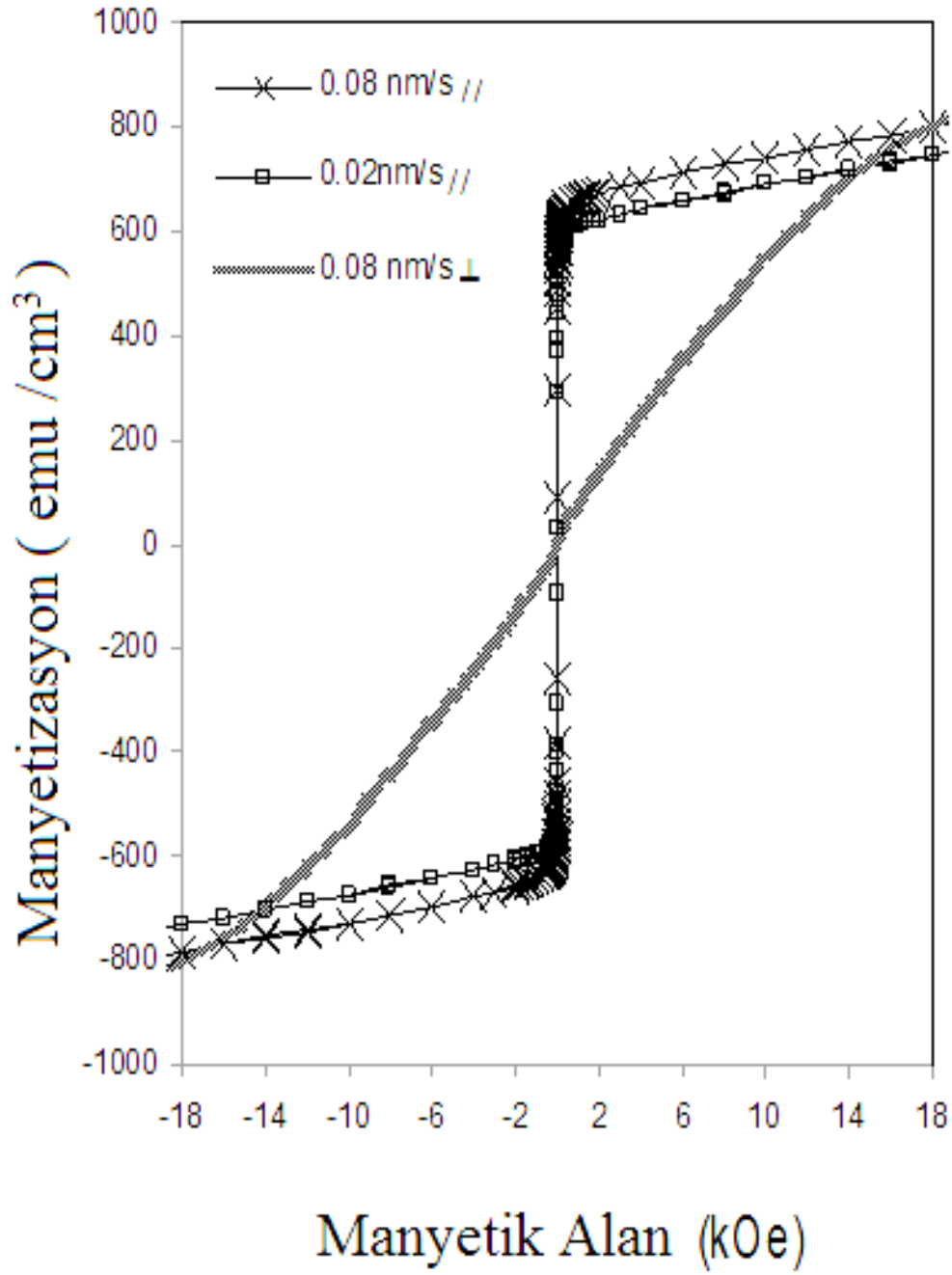
Şekil 4.6: Düşük depozisyon oranında (0.02 nm/s) üretilen filmin yüzeyinin AFM görüntüleri.



Şekil 4.7: Yüksek depozisyon oranında (0.08 nm/s) üretilen filmin yüzeyinin AFM görüntüleri.

4.2.1 Manyetik Analiz

Şekil 4.8, FeCl katmanlarının düşük ve yüksek depozisyon oranlarında büyütülen FeCl/Cu süperörgülerinin paralel ve dik histeresiz çevrimlerini göstermektedir. Histeresiz eğrilerini gösteren Şekilde, histeresiz eğrilerinin dış manyetik alanın ± 18 kOe arasında kalan kısmı gösterilmesine rağmen, verilen manyetizasyon değerleri 20 kOe değerinde bir dış manyetik alan uygulandığında elde edilen sonuçlardır. Buna göre, FeCl tabakasının 0.02 nm/s ve 0.08 nm/s depozisyon oranları için manyetizasyon değerleri sırasıyla 755 emu/cm^3 ve 805 emu/cm^3 olarak bulunmuştur. Süperörgülerin koersivitesi (H_c), depozisyon oranının 0.02 nm/s ve 0.08 nm/s değerleri için sırasıyla 20 Oe ve 25 Oe olarak bulundu. Başka bir deyişle, yüksek depozisyon oranı manyetik olarak daha sert olan filmlere sebep olmuştur. Ayrıca, manyetizasyonun kolay eksen yönünü bulmak için elde edilen dik histeresiz eğrisi paralel histeresiz eğrileri ile kıyaslandı. 0.08 nm/s depozisyon oranında büyütülen süperörgülerin dik histeresiz eğrisi Şekil 4.8' de gösterilmiştir. İncelenen ilk seride yapıldığı gibi dik ve paralel histeresiz eğrileri karşılaştırıldığında, paralel histeresiz eğrisinin, dik histeresiz eğrisinden daha yüksek bir kalıcı manyetizasyona ve daha düşük bir H_c değerine sahip olduğu görülmektedir. Bu nedenle, manyetizasyonun kolay eksen yönünün süperörgü düzleminde olduğu bulunmuştur. Bu durum, film düzleminde olan şekil anizotropisine bağlanabilir. Manyetizasyonun uygulanan dış manyetik alana olan benzer tepkisi, sırasıyla Co-Ni-Cu üçlü alaşım ve Fe-Cu ikili alaşımları inceleyen [58] ve [59] çalışmalarında daha önceden bildirilmişti. FeCl/Cu süperörgülerinin manyetik özelliklerinde gözlenen farklılıklar, ferromanyetik tabakanın farklı depozisyon oranlarından kaynaklanan, kırınım desenlerindeki pik şiddetlerinin veya filmlerin tercihli yöneliminin değişmesi gibi yapısal değişikliklere atfedilebilir. FeCl/Cu filmlerinin üretiminde, manyetik tabakanın depozisyon oranı değiştirildiği zaman, yüzey morfolojisinde ve pürüzlülüğünde dikkate değer bir değişimin gözlenmemesi, manyetik özelliklerdeki özellikle H_c değişimin, daha çok kristal yapıdaki değişimlerden kaynaklandığı varsayımını güçlendirmektedir.



Şekil 4.8: FeCl tabakalarının düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) deposisyon oranları dikkate alınarak üretilen FeCl/Cu süperörgülerinin histeresiz çevrimi. (//: Paralel ve ⊥: Dik)

Tablo 4.5: FeCl tabakasının yüksek ve düşük depozisyon oranları dikkate alınarak üretilen çok katmanlı filmlerin elementel, yapısal ve manyetik analizlerinden elde edilen sonuçlar

Depozisyon Oranı (nm/s)	EDX (atomik %)			XRD	SEM	AFM	VSM	
	Fe	Cl	Cu	Kristal Yapı	Film Yüzeyi		M (emu/cm ³)	H _c (Oe)
0.02	7	66	27	bcc + fcc	Parlak ve birbirini tutan yapıda	Makul düzeyde engebeli	755	20
0.08	7	66	27	bcc + fcc	Parlak ve birbirini tutan yapıda	Makul düzeyde engebeli	805	25

5. SONUÇ

Bu çalışmada, FeCl/Cu filmleri iki DC magnetronlu bir püskürtme sistemi kullanılarak büyütüldü. İlk seride üretilen filmlerin analiz sonuçlarına göre; Cu tabakalarının kalınlıkları 0 nm' den 24 nm' ye artırıldığında, atomik Cu içeriği % 0'dan % 47' ye kademeli olarak arttı. Yapısal analiz sonuçlarına göre, artan Cu içeriği ile birlikte bcc yapının piklerinin şiddeti azalırken fcc yapının piklerinin şiddeti arttı. Filmlerin yüzeylerinin genel olarak kaliteli ve parlak olduğu gözlemlendi. 20 kOe' lik bir dış manyetik alanda elde edilen manyetizasyon değeri ise azalan Fe içeriği ile birlikte azaldı. Elde edilen bu sonuçlara göre, FeCl/Cu çokkatmanlı yapılarında manyetik olmayan tabakaların kalınlığının değişimi, Cu içeriğinde ve böylelikle yapısal ve manyetik özelliklerde dikkate değer değişikliklere sebep oldu.

İkinci seride ise, FeCl/Cu süperörgüleri FeCl tabakalarının düşük (0.02 nm/s) ve yüksek (0.08 nm/s) depozisyon oranlarında büyütülerek, manyetik tabaka depozisyon oranının film özellikleri üzerine etkisi araştırıldı. Yapısal analiz sonuçlarına göre, süperörgülerin kristal yapısının fcc ve bcc yapıların bir karışımı olduğu ve bu yapıları temsil eden piklerin şiddetlerinin uygulanan depozisyon oranından etkilendiği tespit edildi. Bununla birlikte, depozisyon oranı 0.02 nm/s' den 0.08 nm/s' ye artırıldığında, tercihli yönelim (111)' dan (110)' a yöneldi. Filmlerin yüzey özelliklerini belirlemek için yapılan analizler sonucunda, genel olarak tüm yüzeylerin parlak ve birbirini tutan yapılar olduğu ve filmler manyetik tabakanın farklı depozisyon oranlarında büyütülmelerine rağmen, yüzeylerinin hemen hemen aynı pürüzlülüğe sahip olduğunu bulunmuştur. Manyetik analiz sonuçlarına göre, FeCl tabakalarının depozisyon oranı 0.02 nm/s' den 0.08 nm/s' ye artırıldığında, süperörgülerin H_c değeri 20 Oe değerinden 25 Oe değerine arttığı görüldü. H_c değerinin bu değişimi kristal yapıdaki değişimlere atfedildi.

Yapılan bu çalışma, potansiyel olarak manyetik sensör teknolojisinde FeCl/Cu süperörgülerin kullanılabilme durumunda, yapısal ve manyetik özelliklerin depozisyon parametreleri ile kontrol edilebildiğini göstermektedir.

6. KAYNAKLAR

- [1] Nabiyouni, G., Schwarzacher, W., Rolik, Z. and Bakonyi, I., “Giant magnetoresistance and magnetic properties of electrodeposited Ni–Co–Cu/Cu multilayers”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 253, 77–85, (2002).
- [2] Shi, D., Aktaş, L., Pust, B. and Mikailov, F., *Nanostructured magnetic materials and their applications*, LNP 593, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, pp. 111-128, (2002).
- [3] Çelik, Y., “Kimyasal yöntemle büyütülen çinko oksit ince filmlerin yapısal, optiksel ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, (2005).
- [4] Doğan, H., Karamolla, M., "Yüzey Kaplama Teknolojileri - Çelikleri Borlama ve PVD", (22 Kasım 2013), <http://www.arge9.com>, (2013).
- [5] Bakkaloğlu, Ö. F., “A magnetic study of sputtered Fe/Cu multilayer films,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*”, 182, 324-328, (1998).
- [6] Schwarzacher, W., Attenborough, K., Michel, A., Nabiyouni, G. and Meier, J. P., “Electrodeposited nanostructures”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 165, 23-29, (1997).
- [7] By admin, “İnce Film Kaplama Teknikleri”, (4 Kasım 2013), <http://www.notdenizi.com>, (2013).
- [8] Neamtu, J., Volmer, M. and Coraci, A., “Magnetoresistive properties of permalloy thin Films and permalloy/Cu multilayers”, *In proceeding of: Semiconductor Conference*, vol 1, DOI: 10. 1109/SMICND. 1998, 732348, CAS '98 Proceedings, (1998).

- [9] Dulal, S. M. S. I., Charles, E. A. and Roy, S., *Characterisation of Co-Ni(Cu)/Cu Multilayers deposited from a citrate electrolyte in a flow channel cell*, *Electrochimica Acta*, 49, 2041-2049, (2004).
- [10] Meydan, T. ve Kockar, H., “The influence of production conditions on the magnetic properties of sputtered and laser deposited thin films,” *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 6, (2), 633 - 636, (2004).
- [11] Meydan, T. ve Kockar, H. And Williams, P. I., “Magnetic characterization of silicon -iron magnetic material produced by a novel rotating cryostat”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 254-255, 91- 93, (2003).
- [12] Tong, L., Du, J., Pan, M., Lu, M., Feng, D., Chen, L., Jin, X. and Zhai, H., “Magneto-optical, optical and GMR effect in Ni-Co/Cu multilayers”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 198 - 199, 273 - 275, (1999).
- [13] Yi, J. B., Zhou, Y. Z., Ding, J., Chow, G. M., Dong, Z. L., White, T., Gao, X. Y., Wee, A. T. S. and Yu, X. J., “An investigation of structure, magnetic properties and Magnetoresistance of Ni films prepared by sputtering”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 284, 303-311, (2004).
- [14] Sahu, D.R. and Huang, Jow-Lay., “Properties of ZnO/Cu/ZnO multilayer films deposited by simultaneous RF and DC magnetron sputtering at different substrate temperatures”, *Microelectronics Journal*, 38, 299–303, (2007).
- [15] Mansur, F., “Püskürtme Yöntemi İle Hazırlanan SnO₂ İnce Filmlerin Özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Adana, (2007).
- [16] Özergin, E., “Elektrodepozisyon Tekniği İle Büyütülen CoFeCu Filmlerin Yapısal, Manyetik ve Manyetodirenç Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2008).
- [17] Fu, E.G., Li , N., Misra, A., Hoagland, R.G. , Wang, H. and Zhang, V., “Mechanical properties of sputtered Cu/V and Al/Nb multilayer films”, *Materials Science and Engineering*, A 493, 283–287, (2008).

- [18] Tong, L., Du, J., Pan, M., Lu, M., Feng, D., Chen, L., Jin, X. and Zhai, H., “Magneto-optical, optical and GMR effect in Ni-Co/Cu multilayers”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 198–199, 273–275, (1999).
- [19] Kim, Y.K. and Oliveria, M., “Magnetic Properties and Texture of Sputtered Fe/Fe₃O₄ Multilayer Films”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 30, 3, (1994).
- [20] Yu, Y.S., Li, Hai-Bo., Li, W.L., Liu, M., Zhang, Yu-Mei. and Fei, W.D., “Structure and magnetic properties of magnetron-sputtered [(Fe/Pt/Fe)/Au]_n multilayer films”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, 1770–1774, (2010).
- [21] Russak, M. A., Jahnes, C. V., Re, M. E., Webb, B. C. and Mirzamaani, S. M., “Magnetics and microstructure of sputtered Ni₈₀Fe₂₀/SiO₂ multilayer films”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 26, 5, (1990).
- [22] Atalay, T., Katıhal Fiziği, (Çev: T. Atalay), İstanbul Üniversitesi, (2001).
- [23] Demir, A., “Malzeme Bilimi Kristal Yapısı”, Marmara Üniversitesi, İstanbul, 8-10, (2013).
- [24] Özdemir, M. D., “Atmalı Plazma Katodik Ark Yöntemi ile Elde Edilen ZnO İnce Filmlerin Optik ve Yapısal Özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi , Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana, (2006).
- [25] Atkinson, D., “Physical Principles of Magnetic Materials, Short Course Notes”, Wolfson Centre For Magnetics Technology, Cardiff School of Engineering University of Wales, Cardiff, (1996)
- [26] Güngör, E., “Fe ve %3 SiFe Filmlerinin Alttabaka ve Konsantrasyonuna Bağlı Olarak Manyetik Ve Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi, Balıkesir, (2004).
- [27] Bayrak, M., *Temel Elektrik Ve Manyetizma*, İstanbul: Nobel Yayın Dağıtım, (2002).

- [28] Bleaney, B.I. and Bleaney B., *Electricity and Magnetism*, vol 2, USA: Oxford Academ, Oxford University Press, (2012).
- [29] Joseph A. Edminister, Elektromanyetik, (Çev: Dr M.Timur Aydemir, Dr. Erkan Afacan, Dr. K.Cem Nakiboğlu, SCHAUM'S OUT Lines), Nobel Yayın Dağıtım, Ankara, 2000.
- [30] Emen, F., "+3 Değerli Demir ve Nikel İyonları İçeren $\text{LiFe}_{1-x}\text{Ni}_x\text{O}_2$ Bileşiklerinin Manyetik Özellikleri", Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Adana, (2005).
- [31] Özçelik, B., "Oda Sıcaklığında Manyetik Maddelerin Mıknatıslanmasını Ölçen Bir Magnetometre Yapımı Kalibrasyonu ve Ön Ölçümler", Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Adana, (1986).
- [32] Onaran, K., Malzeme Bilimi, İstanbul: Bilim Teknik Yayınevi, 368 , (1993).
- [33] Köçkar, H., Manyetizma Ders Notları, (Çev: B. B. İskender, H. Yıllık, L. Kılıç), (2008).
- [34] Jiles,D., *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, London: Chapman and Hall Press, (1991).
- [35] Yaylacı E., "(PVD) Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi", (2 Aralık 2012), <http://www.yupyaylaci.com/pvdfiziksel-buhar-biriktirme-yontemi/>, (2010).
- [36] Keleşoğlu, E., *Sert Kaplamalar Üretim Teknikleri Ve Özellikleri*, İstanbul: Yıldız Teknik Üniversitesi, (2011).
- [37] Tekin, A., "İnce Film Kaplama Sistemleri", (5 Eylül 2013), <http://www.atum.itu.edu.tr/>, Malzeme Bilimleri Ve Teknolojileri Uygulama Araştırma Merkezi İstanbul Teknik Üniversitesi, (2012).
- [38] Realwan, "Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemi", (3 Aralık 2012), <http://www.bilgisayar kurdu.com/>, (2007)
- [39] Karaağaç, Ö., "CoCu Alaşım Fimlerin Elektrodpozisyonu, Yapısal ve Manyetik Özellikleri Üzerine Depozisyon Parametrelerin Etkisinin İncelenmesi",

Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı*, Balıkesir, (2007).

[40] Walker, C., Taramalı Elektron Mikroskobu - Enerji Dağılımlı X-ray, (17 Kasım 2013), [www.http://uksaf.org/tech/edx.html](http://uksaf.org/tech/edx.html), (2006).

[41] Tynan, G., Plasma Materials Interactions/Materials Diagnostics/SEM/Energy Dispersive Spectroscopy, (17 Kasım 2013), <http://www.pisces.ucsd.edu/pisces/>, (2010).

[42] Gündüz, E., *Modern Fiziğe Giriş*, İzmir: Ege Üniversitesi Fen Fakültesi Kitaplar Serisi, 319, (1992).

[43] Kittel, C., *Introduction to Solid State Physics*, (Çev: B. Karaoğlu), İstanbul: Bilgitek Yayıncılık, 21, (1996)

[44] Skoog, D.A., Holler F.J. and Nieman, T.A., *Principles of Instrumental Analysis*, Harcourt Brace & Company, (Çev: Kılıç E., Köseoğlu F. ve Yılmaz H.), İstanbul: Bilim Yayıncılık, 591, (1998)

[45] Özergin E., “Elektrodepozisyon Tekniği İle Büyütülen CoFeCu Filmlerin Yapısal, Manyetik ve Manyetodirenç Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2008).

[46] Bahar, “Taramalı Elektron Mikroskobu”, (5 Eylül 2012), <http://www2.aku.edu.tr/>, 21-40, (2010).

[47] Can, A., *Taramalı Elektron Mikroskobunda Örnek Hazırlama ve İnceleme Yöntemleri*, Biyoteknoloji Enstitüsü Lisans-Üstü Doktora Eğitim Programı, Ankara: Ankara Üniversitesi (2005).

[48] İstanbul Üniversitesi, “Taramalı Elektron Mikroskobu (Sem)”, (8 Haziran 2012), <http://www.İstanbul.Edu.Tr/Eng/Metalurji/Sem.Htm>, (2010).

- [49] Özkan, N., *Orta Doğu Teknik Üniversitesi AR-GE Eğitim ve Ölçme Merkezi Elektrik, Manyetik ve Optik Özellikler Ölçüm Laboratuvarı (EMOL)*, Ankara: Orta Doğu Teknik Üniversitesi, (2011).
- [50] Aliemir, “Atomik Kuvvet Mikroskobu”, (13 Nisan 2014), <http://www.yararlibilgiler.net>, (2009).
- [51] Köçkar, H., “Magnetic Material Production Using A Novel Rotating Crystot and Their Magnetic And Structural Analysis”, Degree of Doctor of Philosophy, *University of Wales Cardiff*, 84-86, Cardiff-UK, (1998).
- [52] Şafak, M., Alper, M. ve Kockar, H., “Growth and characterisation of electrodeposited Co/Cu superlattices”, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, X, 1-7, (2007).
- [53] Kim, H. J., Kim, K., Rae Lee, S. and Jeung, W. Y., “Thickness dependence of (001) texture evolution and magnetic properties of sputter-deposited FePt:MgO nanocomposite films”, *IEEE Transactions on Magnetics*, 44 (11), 3535 - 3538, (2008).
- [54] Tang, X. -T., Wang, G. -C. and Shima, M. , “Magnetic layer thickness dependence of magnetization reversal in electrodeposited CoNi/Cu multilayer nanowires”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 309, 188–196, (2007).
- [55] Karpuz, A., Kockar, H., Alper, M., Karaagac, O. ve Hacıismailoglu, M., “Electrdeposited Ni - Co films from electrolytes with different co contents”, *Applied Surface Science*, 258, 4005 - 4010, (2012).
- [56] Kockar, H., Alper, M., Sahin, T., ve Hacıismailoglu, M. Safak, “Co - Fe films: Effect of Fe content on their properties”, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 10, 7369 -7642, (2010).
- [57] Alper, M., Kockar, H., Sahin, T. ve Karaagac, O., “Properties of Co–Fe Films: Dependence of Cathode Potentials”, *IEEE transactions on magnetics*, 46(2), 390–392, (2010).

[58] Gómez, E., Pané, S. and Vallés, E., “Electrodeposition of Co-Ni and Co-Ni-Cu systems in sulphate-citrate medium”, *Electrochimica Acta* 51, 146 - 153, (2005).

[59] Karpuz, A., Alper, M. ve Kockar, H., “The Role of Cu Content on Properties of Electrodeposited Fe-Cu Films”, *Sensor Letters*, 7(3), 255 - 258, (2009).