

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



**ELEKTRODEPOZİSYON İLE ÜRETİLEN CoFeCu/Cu ÇOK
KATMANLI FİLMLEİN ELEKTROKİMYASAL, YAPISAL,
MANYETİK VE MANYETODİRENÇ ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
L(+) ASKORBİK ASİT VE SODYUM HİDROKSİT'İN
ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Turgut ŞAHİN

Balıkesir, Mayıs–2014

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



**ELEKTRODEPOZİSYON İLE ÜRETİLEN CoFeCu/Cu ÇOK
KATMANLI FİLMLEİN ELEKTROKİMYASAL, YAPISAL,
MANYETİK VE MANYETODİRENÇ ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
L(+) ASKORBİK ASİT VE SODYUM HİDROKSİT'İN
ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Turgut ŞAHİN

Balıkesir, Mayıs–2014

KABUL VE ONAY SAYFASI

Turgut Şahin tarafından hazırlanan "ELEKTRODEPOZİSYON İLE ÜRETİLEN CoFeCu/Cu ÇOK KATMANLI FİMLERİN ELEKTROKİMYASAL, YAPISAL, MANYETİK VE MANYETODİRENÇ ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE L(+) ASKORBİK ASİT VE SODYUM HİDROKSİT'İN ETKİSİNİN İNCELENMESİ" adlı tez çalışmasının savunma sınavı 29/05/2014 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı'nda DOKTRA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza


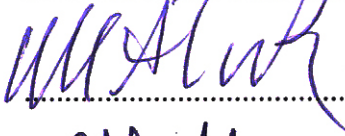



Danışman
Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR

Üye
Prof. Dr. Mürsel ALPER

Üye
Prof. Dr. Mustafa GÖKTEPE

Üye
Prof. Dr. Muhittin AHMETOĞLU

Üye
Prof. Dr. Rifat ÇAPAN


.....

.....

.....

.....

.....

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

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Cihan ÖZGÜR

.....

“Bu alıřma, Balıkesir niversitesi Rektrlėi Bilimsel Arařtırma Projeleri Birimi BAP 2012/33 nolu Arařtırma Projesi tarafından desteklenmiřtir. Teřekkr ederiz.”

ÖZET

ELEKTRODEPOZİSYON İLE ÜRETİLEN CoFeCu/Cu ÇOK KATMANLI FİLMLEİN ELEKTROKİMYASAL, YAPISAL, MANYETİK VE MANYETODİRENÇ ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE L(+) ASKORBİK ASİT VE SODYUM HİDROKSİT'İN ETKİSİNİN İNCELENMESİ

Turgut ŞAHİN

Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı

(Doktora Tezi/Tez Danışmanı: Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR)

Balıkesir, 2014

Bu çalışmada, polikristal Titanyum alt tabaka üzerine elektrodepozisyon ile büyütülen CoFeCu/Cu katmanlı filmlerin, yapısal, manyetotransport ve manyetik özellikleri araştırılmıştır. İlk aşamada filmlerin üretim şartlarını belirlemek amacı ile ferromanyetik tabaka kalınlığı ve katot potansiyeli değişkenlerine göre bir seri CoFeCu/Cu katmanlı filmler üretilmiştir. İkinci aşamada, katmanlı filmlerin özellikleri çözelti pH'ı, L(+) askorbik asit ve Sodyum hidroksit (NaOH) gibi kimyasallarla değiştirilerek incelendi.

Çözelti içindeki metallerin indirgenme potansiyelleri döngüsel voltammetri tekniği ile tahmin edilmiştir. Filmlerin büyüme mekanizmaları akım-zaman geçişleri ile incelenmiştir.

Yapısal karakterizasyon X-ışınları difraksiyonu (X-ray diffraction, XRD) ve taramalı elektron mikroskopu (Scanning electron microscopy, SEM) kullanılarak incelenmiştir. XRD ölçümleri, tüm filmlerin kristal yapısının yüzey merkezli kübik olduğunu ortaya çıkarmıştır. Filmlerin tercihli yöneliminin ve yüzey görüntülerinin depozisyon şartlarına bağlı olarak değiştiği gözlenmiştir. Enerji ayırmalı X-ışınları spektroskopisi ile yapılan elementel analiz sonuçları numunelerin Co, Fe ve Cu içeriğinin depozisyon potansiyeli, çözelti pH'ı ve tabaka kalınlıklarına bağlı olarak değiştiğini göstermektedir.

CoFeCu/Cu katmanlı filmler devasa magnetorezistans (Giant Magnetoresistance, GMR) göstermiştir. Filmlerin manyetik direnç ölçümleri oda sıcaklığında ± 12 kOe'lik manyetik alanda Van der Pauw metodu kullanılarak yapılmıştır. L(+) askorbik asit etkisi incelenen filmlerde azalan pH değeri ile filmlerin % GMR değerlerinin aldığı gözlenmiştir. Ancak sodyum hidroksit etkisi incelenen filmlerde GMR azalan pH ile artmaktadır. Çözelti içerisindeki 0.04 M NaOH içeren çözeltiden büyütülen filmlerde pH 3.5'a ulaştığında GMR etki gözlenmeye başlanmıştır. Titreşimli numune magnetometresi ile yapılan manyetik analizler manyetizasyonun filmlerin manyetik tabaka, depozisyon potansiyeli ve çözelti pH değişiminden etkilendiğini göstermektedir. Tüm filmlerde kolay eksenin film yüzeyine paralel olduğu bulunmuştur.

ANAHTAR SÖZCÜKLER: Elektrodepozisyon, Nanoyapılı malzemeler, CoFeCu/Cu süperörgüler, Magnetorezistans, GMR.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF EFFECT OF L (+) ASCORBIC ASID AND SODIUM HYDROXIDE ON THE ELECTROCHEMICAL, STRUCTURAL, MAGNETIC AND MAGNETOTRANSPORT PROPERTIES OF ELECTRODEPOSITED CoFeCu/Cu MULTILAYERS

Turgut ŞAHİN

Balikesir University, Institute of Science, Department of Physics

(Phd. Thesis/Supervisor: Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR)

Balikesir, 2014

In this study, the structural, magnetic and magnetotransport characterizations of CoFeCu/Cu films grown on polycrystalline Ti substrates with electrodeposition were investigated. Firstly, in order to determine the production conditions of the films, a series of CoFeCu/Cu multilayers were grown in terms of the nonmagnetic layer thickness and deposition potential. In the second step, the properties of the multilayers were investigated in terms of the electrolyte pH by varying the chemicals such as L(+) ascorbic acid and sodium hydroxide (NaOH).

The reduction potentials of the metals in the electrolyte were estimated by the cyclic voltammetry technique. The growth mechanism of the films was examined with the current-time transients.

The structural characterizations were studied using x-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) techniques. The XRD measurements revealed that all multilayered films have the face centered cubic structure. It was observed that, the preferred orientation and the surface images of the films were changed depending on the deposition conditions. Results of the elemental analysis studied with energy dispersive x-ray spectroscopy showed that the Co, Fe and Cu content of the samples varied with the deposition potential, electrolyte pH and the layer thicknesses.

CoFeCu/Cu multilayers showed giant magnetoresistance (GMR). Magnetoresistance measurements were made at room temperature in magnetic fields of ± 12 kOe by using the Van der Pauw (VDP) method. In the films which were studied by the effect of the L (+) ascorbic acid, it was observed that the GMR value was decreased with decreasing pH. However in the films which were studied by the effect of the sodium hydroxide the GMR was increased with decreasing pH. The films grown by the electrolyte containing 0.04 M NaOH began to show GMR when the electrolyte pH reaches 3.5. The magnetic properties studied with the vibrating sample magnetometer showed that the magnetizations of the samples are significantly affected by the layer thicknesses, the deposition potential and the electrolyte pH. It is found that the easy axis for all films is in the film plane.

KEYWORDS: Electrodeposition, Nanostructures, CoFeCu/Cu superlattices, Magnetoresistance, GMR.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	ii
ABSTRACT	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SEMBOL LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	vii
TABLO LİSTESİ	xiv
ÖNSÖZ	xv
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL BİLGİ	5
2.1. Kobalt (Co), Demir (Fe) ve Bakır (Cu) Metallerinin Genel Özellikleri.....	5
2.2 Ferromanyetik Nanoyapılı Malzemeler.....	6
2.3 Ferromanyetik Nanoyapılı Malzemelerin Üretim Teknikleri.....	8
2.3.1 Elektrodepozisyon.....	8
2.3.2 Katmanlı Yapıların Elektrodepozisyonu.....	12
2.3.3 Elektrodepozisyonu Etkileyen Parametreler.....	14
2.4 Manyetorezistans.....	15
2.4.1 Anizotropik Manyetorezistans (AMR).....	16
2.4.2 Devasa (Giant) Manyetorezistans (GMR).....	18
2.4.2.1 GMR'ı Etkileyen Parametreler.....	22
2.5 Manyetik Özellikler.....	24
3. DENEYSEL TEKNİKLER	27
3.1 Dönüşümlü Voltammetri Tekniği (CV).....	27
3.2 Elektrodepozisyon ile Filmlerin Üretilmesi.....	28
3.2.1 Alttabanın Hazırlanması.....	28
3.2.2 Filmlerin Depozisyonu ve Alttabakadan Sökülmesi.....	29
3.3 X- Işınları Kırınımı (XRD).....	31
3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Ayrımlı X-ışını Spektrometresi (EDX).....	33
3.4.1 SEM'in Çalışma Prensibi.....	34
3.5 İndüktif Eşleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES).....	35
3.6 Manyetik Direnç (Manyetorezistans - MR).....	38
3.7 Titreşimli Örnek Magnetometresi (VSM).....	40
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	43
4.1 CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmlerin Büyütülmesi ve Hazırlanması.....	43
4.1.1 Çözeltilerin Kimyasal Karakterizasyonu.....	44
4.1.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon.....	45
4.1.3 Elementel Analiz.....	54
4.1.4 Yapısal Analiz.....	58
4.1.5 Manyetorezistans Karakterizasyonu.....	66
4.1.6 Manyetik Analiz.....	72
4.2 L(+) askorbik Asitin CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmler Üzerine Etkisi.....	77
4.2.1 CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmlerin Büyütülmesi ve Hazırlanması..	77
4.2.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon.....	78

4.2.3 Elementel Analiz.....	81
4.2.4 Yapısal Analiz.....	86
4.2.5 Magnetorezistans Karakterizasyonu	97
4.2.6 Manyetik Analiz.....	105
4.3 NaOH'ın CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmler Üzerine Etkisi	114
4.3.1 CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmlerin Büyütülmesi ve Hazırlanması	114
4.3.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon	115
4.3.3 Elementel Analiz.....	116
4.3.4 Yapısal Analiz.....	122
4.3.5 Magnetorezistans Karakterizasyonu	136
4.3.6 Manyetik Analiz.....	146
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	154
6.KAYNAKÇA	160

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1:	a) bcc kristal yapısı [23] b) hcp kristal yapısı [24], c) fcc kristal yapısı [25]	6
Şekil 2.2:	(a) Ferromanyetik çok katmanlı yapı (b) Spin valf (c) Nanotel (d) Taneli alaşım [26].....	7
Şekil 2.3:	Depozisyon olayının çözelti alt tabaka ara yüzeyindeki şematik gösterimi	13
Şekil 2.4:	GMR etkinin şematik gösterimi. (a) Manyetik çok katmanlı yapıda uygulanan manyetik alanın fonksiyonu olarak direnç değişimi. (b) Çok katmanlı yapıda farklı manyetik alanlardaki manyetizasyon şekli: Sıfır manyetik alan durumunda manyetizasyonların antiparalel yönelimi ve manyetik alanın doyum alanından büyük olduğu durumda manyetizasyonların paralel yönelimi. (c) Çok katmanlı yapının manyetizasyon eğrisi [26].....	18
Şekil 2.5:	GMR' ın mekanizmasının şematik gösterimi.(a) Ferromanyetik tabakaların manyetizasyonu paralel durumda.(b) Ferromanyetik tabakaların manyetizasyonu antiparalel durumda [56]	20
Şekil 2.6:	Elektronların spin hareketi sonucu sahip oldukları manyetik momentler[68].....	23
Şekil 3.1:	Dönüşümlü voltammetri (DV) deneyi için kullanılan deney düzeneğinin şematik diyagramı (Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Katıhal Araştırma laboratuvarı)	28
Şekil 3.2:	CoFe/Cu filmlerin alttabakaya biriktirilmesinde kullanılan deneysel sistemi (Uludağ Üni. Fen Edebiyat Fakültesi Katıhal Araştırma laboratuvarı)	30
Şekil 3.3:	Kristal düzlemlerinden yansıyan X-ışınları	32
Şekil 3.4:	XRD cihazı (Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Laboratuvarı)	33
Şekil 3.5:	Taramalı Elektron Mikroskopunun(Scanning Electron Microscope, SEM) fotoğrafı	35
Şekil 3.6:	İndüktif eşleşmiş plazma [56]	36
Şekil 3.7:	Elektriksel direnç ölçümlerinde kullanılan deneysel geometriler, (a) BMR, (b) EMR.....	38
Şekil 3.8:	(a) Manyetoresistans Sistemi, (b) Örnek tutucu (Balıkesir Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik laboratuvarı)	40
Şekil 3.9:	Manyetik ölçümler için kullanılan Titreşimli Numune Magnetometresi.....	42
Şekil 4.1:	pH= 4.52 değerine sahip ve 40°C sıcaklığındaki H ₃ BO ₃ çözeltisinin (TB) DV eğrisi.....	46
Şekil 4.2:	pH= 2.35 değerine sahip ve 40°C sıcaklığındaki Co çözeltisinin (TCo) DV eğrisi	47
Şekil 4.3:	pH= 2.44 değerine sahip ve 40°C sıcaklığındaki Fe çözeltisinin (TFe) DV eğrisi.....	48
Şekil 4.4:	pH=4.46 değerine sahip ve 40°C sıcaklığındaki Cu çözeltisinin (TCu) DV eğrisi	49

Şekil 4.5:	pH=2.00 değerine sahip ve 40°C sıcaklığındaki CoFeCu çözeltisinin (TCFC) DV eğrisi	50
Şekil 4.6:	Farklı manyetik tabaka depozisyon potansiyeline göre üretilen filmlerin akım zaman eğrileri.....	52
Şekil 4.7:	Farklı Tabaka kalınlıklarında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin akım-zaman grafikleri.....	53
Şekil 4.8:	Farklı Cu tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği.....	55
Şekil 4.9:	Farklı depozisyon potansiyelinde üretilen CoFeCu/Cu filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği.....	57
Şekil 4.10:	Titanyum(Ti) alt tabakanın XRD spektrumu	58
Şekil 4.11:	pH:2.50, (a) 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)], (b) 334[CoFeCu(6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] , (c) 400[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)] kalınlığına sahip çok katmanlı filmin XRD spektrumu.....	60
Şekil 4.12:	pH:2.50, (a) 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)], (b) 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] ve (c) 400[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)], tabaka kalınlıklarına sahip çok katmanlı filmlerin yüzey morfolojisi	62
Şekil 4.13:	pH:2.50, 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığı ve manyetik tabaka depozisyon potansiyeli (a) -1.6, (b) -1.8, (c) -2.5 ve (d) -2.8V olan çok katmanlı filmin XRD spektrumu	64
Şekil 4.14:	Ferromanyetik tabaka depozisyon potansiyeli (a) -1.6V, (b) -1.8V (c) -2.5V ve (d) -2.8V değerine sahip filmlerin yüzey morfoloji.....	66
Şekil 4.15:	(a) 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)], (b) 286 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)], (b) 334 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin MR eğrileri.....	67
Şekil 4.16:	Manyetik tabaka depozisyon potansiyellerinin (a) -1.6V, (b) -1.8 V, (c) -2.0 V, (d) -2.3 V, (e) -2.5 V ve (f) -2.8 V olduğu 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] filmlerin MR eğrileri.....	69
Şekil 4.17:	pH:2.50 olan çözeltiden farklı depozisyon potansiyelinde üretilen filmlerde %BMR ve %EMR değişimi	71
Şekil 4.18:	250 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (6.0 nm)], 334 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (3.0 nm)] ve 400 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.).....	73
Şekil 4.19:	250 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri	73
Şekil 4.20:	Manyetik tabaka depozisyon potansiyeli -1.6V, -1.8V, -2.3V ve -2.8V olan filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.).....	74
Şekil 4.21:	-2.8 V katot potansiyelindeki, 250 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.....	75
Şekil 4.22:	pH= 3.20 değerine sahip ve 40°C sıcaklığındaki L(+) askorbik çözeltisinin DV eğrisi.....	79

Şekil 4.23:	Farklı çözelti pH değerlerinde üretilen CoFeCu/Cu filmlerin akım-zaman grafikleri	80
Şekil 4.24:	250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği.....	82
Şekil 4.25:	286[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği.....	83
Şekil 4.26:	334[CoFeCu(6.0nm)/Cu(3.0nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği.....	85
Şekil 4.27:	250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre XRD spektrumları, (a) 2.50, (b) 2.30, (c) 2.10, (d) 2.00, (e) 1.95 ve (f) 1.90.	87
Şekil 4.28:	250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi.....	88
Şekil 4.29:	(a) pH=2.10, (b) pH=2.00, (c) pH=1.95 ve (d) pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin yüzey morfolojileri.....	89
Şekil 4.30:	286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre XRD spektrumları, (a) 2.50, (b) 2.30, (c) 2.10, (d) 2.00 ve (e) 1.95	90
Şekil 4.31:	286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi.....	91
Şekil 4.32:	(a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10, (d) pH=2.00, (e) pH=1.95 ve (f) pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin yüzey morfolojileri.....	92
Şekil 4.33:	334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre XRD spektrumları, (a) 2.50, (b) 2.30, (c) 2.10, (d) 2.00 ve (e) 1.95.	94
Şekil 4.34:	334[Co (6.0 nm)/ Cu 3.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi.....	95
Şekil 4.35:	(a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10 ve (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin yüzey morfolojileri.	96
Şekil 4.36:	(a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10, (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin %MR değişimleri	98
Şekil 4.37:	250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre %BMR ve %EMR değişimi.....	99
Şekil 4.38:	(a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10 ve (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin %MR değişimleri.	100
Şekil 4.39:	286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre %BMR ve %EMR değişimi.....	102

Şekil 4.40:	(a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10 ve (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin %MR değişimleri.	103
Şekil 4.41:	334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre %BMR ve %EMR değişimi.....	104
Şekil 4.42:	(a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10, (d) pH=2.00, (e) pH=1.95 ve (f) pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)	106
Şekil 4.43:	pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.).....	107
Şekil 4.44:	pH:2.50 değerine sahip çözeltiden 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.	107
Şekil 4.45:	pH=2.50, pH=2.10, pH=2.00, ve pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.).....	109
Şekil 4.46:	pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.).....	109
Şekil 4.47:	pH:2.50 değerine sahip çözeltiden 286 [Co (6.0nm)/ Cu (4.5 m)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.	110
Şekil 4.48:	pH=2.50, pH=2.10, pH=2.00 ve pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.).....	111
Şekil 4.49:	pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.).....	111
Şekil 4.50:	pH:2.50 değerine sahip çözeltiden 334 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.	112
Şekil 4.51:	pH= 3.20 değerine sahip ve 40°C sıcaklığındaki 0.01M NaOH çözeltisinin DV eğrisi.....	115
Şekil 4.52:	250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği (0.01M NaOH).	117
Şekil 4.53:	268[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği (0.01M NaOH).	118
Şekil 4.54:	286[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği (0.02M NaOH)	120

Şekil 4.55:	286[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği (0.04M NaOH)	121
Şekil 4.56:	0.01M NaOH çözeltisinden 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında (a) pH:3.70, (b) pH:3.30, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 çözelti pH değerlerinde üretilen CoFeCu/Cu filmlerin x-ışını kırınım desenleri.....	123
Şekil 4.57:	250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi.....	124
Şekil 4.58:	0.01 M NaOH çözeltisinden (a) pH:3.70, (b) pH:3.30, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin yüzey morfolojisi	125
Şekil 4.59:	0.01 M NaOH çözeltisinden (a) pH:3.70, (b) pH:3.30, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin x-ışını kırınım desenleri.....	127
Şekil 4.60:	0.01N NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi.....	128
Şekil 4.61:	0.01 M NaOH çözeltisinden (a) pH:3.70, (b) pH:3.30, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin yüzey morfolojisi	128
Şekil 4.62:	0.02M NaOH çözeltisinden (a) pH:4.50, (b) pH:3.70, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin x-ışını kırınım desenleri	130
Şekil 4.63:	0.02M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi.....	131
Şekil 4.64:	0.02M NaOH çözeltisinden (a) pH:4.50, (b) pH:3.70, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin yüzey morfolojisi.....	132
Şekil 4.65:	0.04M NaOH çözeltisinden (a) pH:5.50, (b) pH:4.00, (c) pH:3.50 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin x-ışını kırınım desenleri	134
Şekil 4.66:	0.04M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi.....	135
Şekil 4.67:	0.04M NaOH çözeltisinden (a) pH:5.50, (b) pH:4.00, (c) pH:3.50 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin yüzey morfolojisi.....	135
Şekil 4.68:	0.01 M NaOH çözeltisinden 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri.....	137

Şekil 4.69:	0.01 M NaOH içeren çözeltide 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %BMR ve %EMR değişimi.....	138
Şekil 4.70:	0.01 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri.....	139
Şekil 4.71:	0.01 M NaOH içeren çözeltiden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %BMR ve %EMR değişimi.....	141
Şekil 4.72:	0.02 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri.....	142
Şekil 4.73:	0.02 M NaOH içeren çözeltiden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %LMR ve %TMR değişimi.....	143
Şekil 4.74:	0.04 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri.....	146
Şekil 4.75:	pH=3.70, pH=3.30, pH=3.00 ve pH=2.80 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)(0.01M NaOH).....	147
Şekil 4.76:	pH:2.80 değerine sahip çözeltiden 250 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.(0.01M NaOH).....	147
Şekil 4.77:	pH=3.70, pH=3.30, pH=3.00 ve pH=2.80 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)(0.01 M NaOH).....	148
Şekil 4.78:	pH:3.70 değerine sahip çözeltiden 286 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri(0.01M NaOH).....	149
Şekil 4.79:	pH=4.50, pH=3.30, pH=3.00 ve pH=2.80 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)(0.02M NaOH).....	150
Şekil 4.80:	pH:4.50 değerine sahip çözeltiden 286 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.(0.02 M NaOH).....	150
Şekil 4.81:	pH=5.50, pH=4.00, pH=3.50 ve pH=2.80 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.) (0.04 M NaOH).....	151
Şekil 4.82:	pH:2.80 değerine sahip çözeltiden 286 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.(0.04 M NaOH).....	152

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 2.1:	25°C' de sulu çözelti içindeki bazı metaller için volt (V) olarak SHE ve SCE'ye göre standart elektrot potansiyelleri (SEP).....	10
Tablo 4.1:	CoFeCu ve Cu tabakasının üretim potansiyeli değiştirilerek üretilen filmler.....	44
Tablo 4.2 :	Kullanılan çözeltilerin ICP sonuçları.....	45
Tablo 4.3:	Dönüşümlü Voltammetri için kullanılan çözeltilerin içerikleri	45
Tablo 4.4:	Farklı Cu tabaka kalınlığına sahip filmlerin kimyasal sonuçları.....	55
Tablo 4.5:	Farklı deposizyon potansiyeline sahip filmlerin kimyasal sonuçları	57
Tablo 4.6:	Manyetik tabaka deposizyon potansiyeli değiştirilen filmlerin %BMR ve %EMR değerleri	71
Tablo 4.7:	Cu tabaka kalınlığı ve CoFeCu deposizyon potansiyeline bağlı olarak elde edilen numunelerin elementel, yapısal manyetotransport ve manyetik sonuçları	76
Tablo 4.8:	Değişen L(+) askorbik asit miktarına göre üretilen filmler.....	77
Tablo 4.9:	250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları.....	82
Tablo 4.10:	286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları.....	84
Tablo 4.11:	334[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(3.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları.....	85
Tablo 4.12:	L(+) askorbik asit etkisi altındaki incelenen numunelerin elementel, yapısal manyetotransport ve manyetik sonuçları.....	113
Tablo 4.13:	Değişen NaOH miktarına göre üretilen filmler.....	114
Tablo 4.14:	0.01 M NaOH içeren çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları.....	117
Tablo 4.15:	0.01 M NaOH içeren çözeltilerden 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları.....	119
Tablo 4.16:	0.02 M NaOH içeren çözeltilerden 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları.....	120
Tablo 4.17:	0.04 M NaOH içeren çözeltilerden 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları.....	121

Tablo 4.18: NaOH etkisi altında incelenen numunelerin elementel, yapısal manyetotransport ve manyetik sonuçları	153
--	-----

SEMBOL LİSTESİ

<u>Simge</u>	<u>Adı</u>
M	Metal atomu
MA	Metal tuzu
e^-	Elektron
Cu	Bakır atomu
w	Elektroliz depozitinin ağırlığı
Z	Elektrokimyasal eşdeğer orantı sabiti
Q	Yük
I	Akım
t	Zaman
w_{Eq}	Bir grama eşdeğer depozit miktarı
N_A	Avagadro sayısı
F	Faraday sabiti
A_{wt}	Atomik kütle
n	Elektron sayısı
V	Hacim
h	Depozit kalınlığı
A	Alan
d	Yoğunluk
Q_i	Reaksiyon için gerekli yük miktarı
Q_{toplam}	Toplam yük miktarı
R_0	Normal direnç
ΔR	Dirençteki değişim,
θ	Açı
m_o	Yörünge manyetik momenti
m_s	Spin manyetik momenti
m	Net manyetik moment
M	Manyetizasyon
H	Manyetik alan
B	Manyetik indüksiyon
χ	Manyetik duygunluk
M_s	Doyum manyetizasyonu
M_r	Kalıcı manyetizasyon
H_c	Koersivite
μ	Manyetik geçirgenlik (permabilite)
E_{pc}	Katodik pik potansiyeli
E_{pa}	Anodik pik potansiyeli
i_{pc}	Katodik pik akımı
i_{pa}	Anodik pik akımı
d	Kristal düzlemleri arası mesafe
n	Yansıma düzlemi
2θ	Difraksiyon açısı
t	Tane büyüklüğü
B	Yarı yükseklikteki pik genişliği (FWHM)
R	Direnç
R(H)	Herhangi bir manyetik alandaki direnç
R_{min}	Minimum direnç

ÖNSÖZ

Doktora çalışmalarım her aşamada bilgi, tecrübe ve deneyimlerini benimle paylaşan, her konuda desteğini esirgemeyen ve bana yol gösteren kıymetli danışmanım Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR'a teşekkür ederim.

Tez izleme dönemlerinde yorumlarıyla ve deneysel çalışmalarında deneyim ve tecrübelerini benimle paylaşan ve her konuda desteğini esirgemeyen Uludağ Üniversitesi Fizik Bölümü'nden değerli hocam Prof. Dr. Mürsel ALPER'e teşekkür ederim.

Tez izleme dönemlerimde tecrübelerini benimle paylaşan kıymetli yorumlarıyla tez çalışmamın şekillenmesine katkıda bulunan Balıkesir Üniversitesi Fizik Bölümü'nden kıymetli hocam Prof. Dr. Mustafa GÖKTEPE'ye teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Manyetik filmlerin EDX-SEM ölçümleri için Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi, UNAM'a, filmlerin XRD ölçümleri için Balıkesir Üniversitesi Kimya Bölümünden Prof. Dr. Halil GÜLER'e teşekkür ederim.

BAP 2012/33 nolu proje ile bazı kimyasal-sarf malzemelerin alınması ve filmlerin EDX-SEM analizlerinin yapılması için destek sağlayan Balıkesir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne, TBAG-1771 numaralı projeye Uludağ Üniversitesi Fizik Bölümü Katıhal Araştırma Laboratuvarına Elektrodpozisyon sistemi alınmasını sağlayan TÜBİTAK'a teşekkür ederim. BAP 2001/02 ve 2005/18 sayılı projeler ile Balıkesir Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'ne MR sisteminin alınmasına destek sağlayan Balıkesir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne teşekkür ederim. Ayrıca VSM sisteminin alınmasına 2005K1201170 nolu proje ile destek olan Devlet Planlama Teşkilatı'na teşekkür ederim.

Her zaman yanımda olan ve manevi desteklerini benden esirgemeyen annem Sebile ŞAHİN ve Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Endüstri Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyesi ablam Yrd. Doç. Dr. Yıldız YULUĞKURAL'a çok teşekkür ederim.

Balıkesir, 2014

Turgut ŞAHİN

1. GİRİŞ

Nanoyapılı malzemeler teknolojik ve bilimsel açıdan katıhal fiziğinin yoğun ilgi çeken konularındandır. Nanokontaklar, taneli (granuler) alaşım filmler, nanoteller, çok katmanlı yapılar ve katmanlı yapılar (çok Katmanlı), bu tür malzemelere verilebilecek bazı örnekler arasında yer alabilir.

Nanokontaklar ya da taneli (granular) alaşım filmleri kuantum noktaları elektrodpozisyon tekniğinin başarıyla uygulandığı nanomalzeme sınıflarındandır. Bu yapılar üç boyutu nanometre boyutunda olan malzemelerdir. Ferromanyetik nanokontaklarda gözlenen manyetorezistans değişimler diğer nanoyapılı malzemelerde ölçülen değerler ile kıyaslanamayacak kadar büyüktür. Örneğin iki Ni tel (μm mertebesinde) arasına elektrodpozit edilen Ni nanokontaklar üzerinde yapılan manyetorezistans ölçümleri %3000'in üzerinde bir değişim göstermektedir [1]. Düşük manyetik alanlarda böylesine yüksek MR değerleri gösteren malzemeler, manyetik kayıt endüstrisinde son derece önemli teknolojik uygulamalar sağlayabilirler.

İki boyutu nanometre mertebesinde olan yapılar nanoteller olarak isimlendirilmektedir. Bu yapılar gözeneklerin nanometre mertebesinde olduğu üç boyutlu bir polimer kalıp için tek ya da çok katmanlı olarak büyütülebilirler. Çok katmanlı nanotellerin yapısı çok katmanlı yapılara benzer şekilde ferromanyetik ve ferromanyetik olmayan tabakaların periyodik bir şekilde büyütülmesiyle elde edilir. Nanoteller, film düzlemine dik olan akımda (CPP), GMR ölçümüne olanak sağlamaktadır. Sensör uygulamaları için uygun sistemlerdir [2-4].

Manyetik çok katmanlı yapılar, ardışık şekilde sıralanmış ferromanyetik tabakalar ve ferromanyetik olmayan tabakalardan oluşur. Ferromanyetik tabakalar Fe, Ni, Co veya bunların bir alaşımından meydana gelir. Ferromanyetik olmayan tabakalar ise Cr, Mn, Cu, Ag, Au v.b gibi soy metallerdir. Eğer tabaka kalınlığı bir elektronun ortalama serbest yolundan daha kısa ise bulk metalin özelliklerinden (elektrik, manyetik gibi) önemli ölçüde farklı olabilen yeni tür özellikler gösterebilirler. Çok katmanlı yapıların en ilginç özellikleri dış bir manyetik alanda

elektriksel dirençlerinde meydana gelen değişimdir. Bu olay literatürde ‘ Devasa Manyetik Direnç (Giant Manyetorezistans, GMR)’ olarak isimlendirilir. GMR ilk defa 1988 yılında Moleküler Demet Epitaksi (MBE) yöntemiyle hazırlanan Fe/Cr çok katmanlı yapılarda keşfedildi [5]. GMR’ın keşfinden bu yana Fe/Cr, Co/Cu, Co/Ag, CoFe/Cu ve NiCo/Cu gibi manyetik çokkatmanlı yapılar üzerinde çalışmalar yapılmaktadır [6-9].

Çok katmanlı yapılar genellikle MBE ve Püskürtme (sputtering) gibi vakum sistemleriyle üretilmektedir. MBE aşırı yüksek vakum altında maddelerin buharlaştırma yoluyla uygun bir alttabaka üzerine depozit edildiği bir yöntemdir. Bu teknik kullanılarak mükemmel yakın kristaller elde edilebilir. Ancak burada gerekli olan cihazlar son derece pahalıdır. Ayrıca farklı maddeler için iyi büyüme koşullarını geliştirmek uzun zaman almaktadır [10]. Püskürtme yönteminde ise depozit edilecek maddeler, vakum altında Argon gibi bir asal gaz demetiyle bombardıman edilerek bir alttabaka üzerine çöktürülür. Bu teknik, MBE yönteminden daha ucuz, hızlı ve daha az karmaşık olduğundan daha yaygın şekilde kullanılır.

Vakumlu üretim tekniklerine alternatif olarak elektrodpozisyon tekniği kullanılmaktadır. Diğer metotlara kıyasla elektrodpozisyon daha avantajlı bir yöntemdir. Çünkü bu yöntemle oda sıcaklığı ve basıncında herhangi bir vakum sistemine gerek duyulmadan daha geniş alanlar depozit edilebilir. Aynı zamanda bu yöntem vakum sistemlerine kıyasla daha ucuz, basit ve daha yüksek depozisyon hızlarına sahiptir. Katmanlı yapıların üretilmesinde elektrokimyasal depozisyon ilk defa Blum tarafından saf Cu ve Ni tabakalarını ardışık şekilde depozit etmek için iki ayrı çözelti kullanılarak yapıldı [11]. Sonra Brenner tek bir çözelti kullanarak tabaka kalınlığı 300 nm kadar ince olan Cu/Bi çok katmanlı yapılarını üretmeyi başardı [12]. İki metal iyonu içeren tek bir çözelti kullanılarak çok ince (birkaç nm) tabaka kalınlıklarına sahip çok katmanlı yapıların elektrodpozisyonla üretilmesinden sonra bu teknik çok katmanlı yapıların hazırlanmasında daha sık kullanılmaya başlandı [13]. Elektrodpozisyonla üretilen ferromanyetik çok katmanlı yapıların da önemli ölçüde GMR özelliği gösterdiği ilk defa CoNiCu/Cu çok katmanlı yapılarda gözlemlendi [14].

Elektrodpozisyon tekniği konvensiyonel çok katmanlı yapılar kadar GMR gösteren taneli alaşımları [15] ve katmanlı nanotelleri [16-18] imal etmek için de

başarılı bir şekilde kullanıldı. Manyetik katmanlı nanoteller film yüzeyine dik (CPP) olarak geçen akımda direnç ölçümünde kolaylık sağlar. CPP geometrisi (akımın film yüzeyine paralel uygulanması) CIP'den daha ilgi çekicidir. Çünkü aynı madde için elde edilen CPP-GMR değeri, CIP-GMR değerinden oldukça büyüktür ve spin difüzyon uzunluğunun tayin edilmesine imkan sağlar [18,19]. Örneğin elektrodepozisyon yöntemiyle büyütülen CoNiCu/Cu katmanlı nanoteller için oda sıcaklığındaki GMR değeri %50'den daha büyüktür [20]. Oysa konvensiyonel çok katmanlı yapılarda bu değer %30'un altındadır. Bu nedenle katmanlı nanotellerin sahip olduğu GMR değerlerinin sensör uygulamalarında daha kullanışlı olacağı düşünülmektedir.

Bu tez kapsamında, CoFeCu/Cu ferromanyetik çok katmanlı yapılar Ti alttabaka üzerine elektrodepozisyon yöntemiyle büyütüldü. Ti üzerine üretilen çok katmanlı yapıların özellikleri ferromanyetik ve nanmanyetik tabakaların depozisyon potansiyeli, nanmanyetik tabaka kalınlığına ve (L+askaobik asit ve Sodyum Hidroksit) katkı maddelerini konsantrasyonu gibi değişkenlere göre incelendi. Depozisyon sırasında kullanılan çözeltilerin elektrokimyasal karakterizasyonu dönüşümlü voltammetri (cyclic voltammetry-CV) tekniği ile yapıldı. Elde edilen CV eğrilerinden Co, Fe ve Cu için depozisyon potansiyeli ve geri çözünme aralıkları belirlendi. Çok katmanlı yapıların depozisyonu sırasında kaydedilen akım zaman geçişlerinden büyüme süreçleri incelendi. Enerji dağılım X- ışını dedektörü (Energy Dispersive X ray Spectrometer- EDX) ile kimyasal analizleri yapıldı. Numunelerin yapısal özellikleri x ışını difraksiyon (x ray diffraction-XRD) tekniği ve taramalı elektron mikroskopuyla (scanning electron microscopy-SEM) gerçekleştirildi. XRD spektrumlarından yola çıkarak yansımalarla ait pik konumları, düzlemler arası uzaklık değerleri, örgü sabiti, yansımaların şiddet değerleri, örgü katsayıları ve yönelimleri hesaplandı. SEM resimlerinden yüzey morfolojileri hakkında bilgi edinildi. Manyetik alanın film düzlemine dik ve paralel uygulandığı durumlar için manyetorezistans (MR) ölçümleri yapıldı. Manyetik özellikleri titreşken numune manyetometresi (vibrating sample magnetometer-VSM) ile incelendi. Elde edilen histeresis eğrilerinden numunelerin doyum manyetizasyonu ve koersivite değerleri hesaplandı.

Bu tez giriş bölümü ile birlikte beş bölümden oluşmaktadır. Kuramsal Bilgi bölümünde tez çalışmaları için gerekli olan temel bilgiler yer almaktadır. Nanoyapıların çeşitleri, elektrodepozisyon, manyetik ince film üretiminde kullanılan malzemelerin özellikleri, manyetik ve manyetorezistans özellikleri ele alınmıştır. Materyal ve Yöntem kısmında çalışmalar sırasında kullanılan CV tekniği, numunelerin üretilmesi, XRD tekniği, SEM, EDX, MR ve VSM cihazları anlatılmıştır. Araştırma Sonuçları ve Tartışma kısmında ise Ti alttabaka üzerine büyütülen CoFeCu/Cu çok katmanlı yapılar için yapılan ölçümler, elde edilen sonuçlar ve bunların yorumları verilmiştir.

2.KURAMSAL BİLGİ

2.1 Kobalt (Co), Demir (Fe) ve Bakır (Cu) Metallerinin Genel Özellikleri

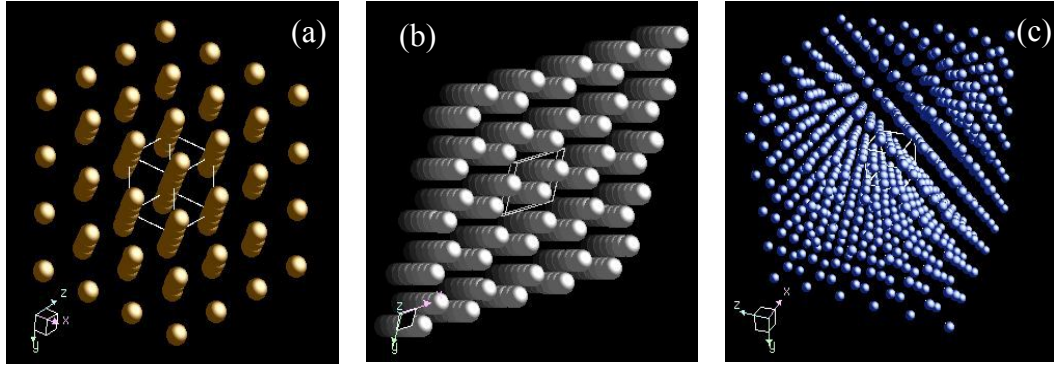
Kobalt (Co) ve demir (Fe) metalleri geçiş elementleri, manyetik özelliği en belirgin olan maddelerdendir. Manyetik alana içine girdikleri zaman manyetik alan yönünde net bir mıknatıslanmaya sahip olurlar. Bu durum ferromanyetik malzemelerin içyapısından kaynaklanmaktadır.

Demir, yerkabuğunun yapısında en çok bulunan metaldir. Co gibi geçiş metalidir. Manyetik özelliklerinden dolayı ferromanyetik Fe'in atom numarası 26, kristal yapısı şekil 1 (a)'da görüldüğü gibi cisim merkezli kübik (bcc) yapıdır. Örgü sabiti $a = 2.87 \text{ \AA}$, yoğunluğu 7.86 g/cm^3 , elektriksel direnci $100 \text{ n}\Omega\text{m}$ 'dir [21]. Yumuşak bir yapıya sahiptir. Standart hidrojen elektrot'a (SHE) göre standart elektrot potansiyeli -0.409 V 'tur [22].

Co, 1735 yılında George Brandt tarafından keşfedilmiştir. Normal şartlar altında metalik gri renkli olan 3d geçiş metallerinden biridir. Ferromanyetik bir malzeme olan Co'nun atom numarası 27'dir. Kristal yapısının hem hegzagonal (hcp) hem de yüzey merkezli kübik (fcc) olabildiği görülmektedir. Elektrodepozisyon ile üretilen filmlerde katot yüzeyindeki Hidrojen (H_2) gazı çıkışı filmlerin çoğunlukla fcc yapıda kristalleşmesine sebep olabilir. Co'nun hcp örgü sabiti $a = 2.51 \text{ \AA}$ ve $c = 4.07 \text{ \AA}$ ve fcc yapıda $a = 3.55 \text{ \AA}$. Yoğunluğu 8.90 g/cm^3 ve $200 \text{ }^\circ\text{C}$ deki elektriksel direnci $62.4 \text{ n}\Omega\text{m}$ olan Co sert bir yapıya sahiptir [21]. Şekil 1 (b)' de Co için hcp yapısı görülmektedir. Elektrokimyasal açıdan sulfat tuzlarından indirgenmeleri kolaydır ve Doymuş kalomel elektrot'a (Saturated Calomel Electrode SHE) göre standart elektrot potansiyeli -0.28 V 'tur [22].

Bakır (Cu), metali Co ve Fe gibi 3d geçiş metalidir. Manyetik tercihi diamanyetik olan Cu'nun atom numarası 29'dur. Şekil 1(c) de görüldüğü gibi yüzey merkezli kübik (fcc) yapıda kristallenir örgü sabiti $a = 3.62 \text{ \AA}$, yoğunluğu 8.96 g/cm^3 ve $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 'deki elektriksel direnci $16.78 \text{ n}\Omega\text{m}$ dir[21]. SHE'ye göre standart elektrot potansiyeli 0.3402 V 'tur [22].

SHE'ye göre standart elektrot potansiyelleri karşılaştırıldığında Cu, Co ve Fe'ye göre daha pozitifdir. Bundan dolayı Cu üçünün içinde en soy olan metaldir. Bu sebeple de çok katmanlı film üretimi için kullanılabilirler [22].



Şekil 2.1: a) bcc kristal yapısı [23] b) hcp kristal yapısı [24] c) fcc kristal yapısı [25].

2.2 Ferromanyetik Nanoyapılı Malzemeler

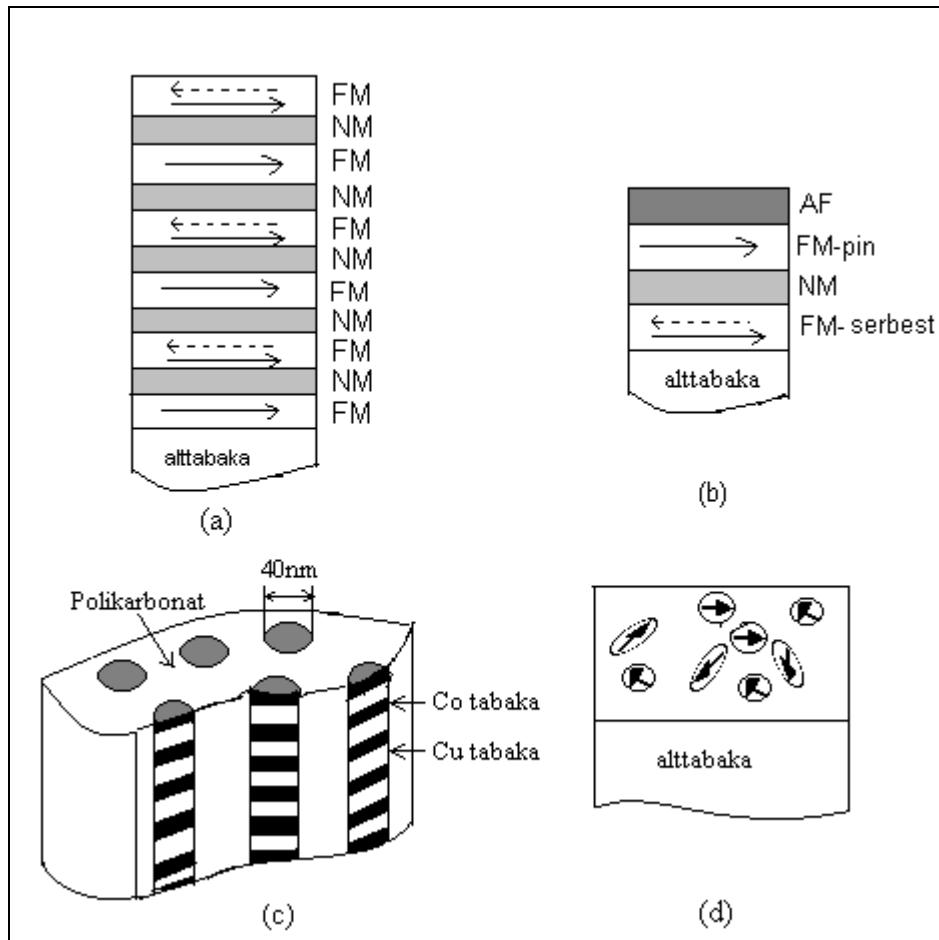
Ferromanyetik nanoyapılı malzemeler, bulk materyallerden daha üstün ve farklı nitelikte mekanik, elektrik, manyetik ve optik özelliklere sahip olmaları nedeniyle son yıllarda yoğun ilgi çeken malzemeler olmuşlardır. GMR özelliği gösteren ferromanyetik nanoyapılar boyutlarına göre tek boyutu, iki boyutu ve üç boyutu nanometre mertebesinde olan malzemeler olarak gruplandırılabilir.

Tek boyutu nanometre mertebesinde olan yapılara örnek olarak çok katmanlı yapılar, çok katmanlı yapılar ve spin valflar verilebilir. Şekil 2.1 (a)'da görüldüğü gibi çok katmanlı yapılar, ferromanyetik tabakaların (FM) ferromanyetik olmayan tabakalarla (NM) birbirinden ayrılması ve periyodik olarak sıralanması ile oluşur. Bu yapılarda manyetik momentler, antiferromanyetik aratabaka değiş tokuş etkileşimi nedeniyle sıfır manyetik alanda (kesikli ve kesiksiz çizgilerle belirtildiği gibi) antiparalel olarak yönelirler. Doyum alanında ise manyetik momentler (kesiksiz çizgi) birbirine paralel olarak dizilirler [26]. Spin valf yapılar ise, Şekil 2.2 (b)'deki gibi FM ve NM tabakaların sandviç şeklinde dizilmesi ile oluşurlar [27-29]. Bu yapılarda üstteki ferromanyetik tabaka bitişik antiferromanyetik tabaka ile çakılı iken, alt ferromanyetik tabaka uygulanan alan tarafından döndürülebilir serbestlikte. Spin valflarda, direnç değişimi için uygulanması gereken manyetik

alan küçüktür ve bu özellik bu yapıları teknolojik uygulamalar için daha kullanışlı kılmaktadır [30].

İki boyutu nanometre mertebesinde olan yapılardan olan nanoteller, Şekil 2.1 (c)'de görüldüğü gibi üç boyutlu bir polimer matris yapının içine metallerin depozit edilmesiyle oluşurlar. Bu yapılarda teller birbirine temas etmemektedir [31].

Nano kontaklar ve taneli alaşımlar üç boyutu nanometre mertebesinde olan malzemeler grubunda yer alırlar. Bu yapılar da, Şekil 2.2 (d)'de görüldüğü gibi NM metal malzeme içine ferromanyetik çökeltmeler yerleşmiş durumdadır. Bu çökeltmelerin manyetik alan yokluğunda rasgele yönelmiş olan manyetik momentleri, manyetik alan uygulanması ile aynı yöne yönlendirilebilirler [32].



Şekil2.2: GMR özellik gösteren nanoyapılı malzemeler: (a) Ferromanyetik çok katmanlı yapı (b) Spin valf (c) Nanotel (d) Taneli alaşım [26].

2.3 Ferromanyetik Nanoyapılı Malzemelerin Üretim Teknikleri

Nanoyapılı ferromanyetik malzemeler püskürtme, buharlaştırma, moleküler demet epitaksi (MBE) gibi vakum teknikleri ve elektrodepozisyon tekniği kullanılarak üretilmektedir. MBE tekniğinde, maddeler aşırı yüksek vakum altında buharlaştırma yoluyla uygun bir alttabaka üzerinde kaplamalar oluşturulur. Bu teknik düzgün kristaller elde etmekte kullanılabilir. Ancak farklı maddeler için uygun büyüme koşullarının geliştirilmesi oldukça zordur, fazla zaman almakta ve yüksek basınç altında yapıyor olması maliyetleri arttırmaktadır [33].

Püskürtme tekniğinde, depozit edilecek maddeler asal gaz ile bombardıman edilerek uygun bir alttabaka üzerine depozisyon gerçekleştirilir. Bu teknik MBE'ye göre biraz daha ucuz, hızlı ve basit oluşu nedeniyle daha yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak bu teknikle de MBE'de üretildiği kadar düzgün yapılar büyütülememektedir [14].

Elektrodepozisyon tekniği vakum sistemlerine alternatif bir tekniktir. Elektrodepozisyon, diğerlerine göre daha ucuz, daha basit olması, yüksek depozisyon hızlarına sahip olması, daha geniş alanlara ve geometrilere sahip depozitler sağlaması, oda sıcaklığı ve basıncında vakum gerektirmeden depozisyon yapılabilmesi gibi pek çok avantajları olan bir tekniktir [13, 27, 33]. Ayrıca, elektrodepozisyon tekniğinde depozit edilecek numunenin özelliklerini optimize edecek parametreler, diğer tekniklere kıyasla daha kolay kontrol edilebilmektedir [34].

2.3.1 Elektrodepozisyon

Elektrodepozisyonun temelini oluşturan elektrokimya bilim dalı, elektrik enerjisi ile birlikte yürüyen kimyasal olayları inceler. Elektrik akımının madde ile etkileşmesi sonucu yeni maddelerin açığa çıktığı tepkimelere elektrokimyasal tepkime adı verilir [35]. Yükseltgenme ve indirgenme reaksiyonlarından oluşan bu tür tepkimeler, elektrokimyasal hücre adı verilen bir kapta gerçekleşir. Elektrokimyasal hücre; elektriksel iletkenlik gösteren çözelti diğer adıyla elektrolit, iki veya daha fazla elektrot ve bu elektrotları birbirine bağlayan dış bir devreden oluşur. Yükseltgenme

reaksiyonunun meydana geldiği elektrota anot, indirgenme reaksiyonunun meydana geldiği elektrota katot denir. Elektrokimyasal hücreler, galvanik ve elektrolitik olmak üzere ikiye ayrılır. Elektrolitik hücrelerde reaksiyonun gerçekleşebilmesi için bir elektrik enerji kaynağına ihtiyaç duyulurken, galvanik hücrelerde kimyasal reaksiyonlar kendiliğinden meydana gelir ve bunun sonucunda elektrik akımı üretilir. Çözelti içindeki metal iyonlarının, elektron alarak metale indirgenmesi sonucu elektrodepozisyon olayı gerçekleşir. Katotta gerçekleşen bu tepkime;



şeklindedir. Bu ifadede; M^{n+} metal iyonunu, n elektron sayısını, e^{-} bir elektronu, M metal atomunu temsil eder.

Bir metal kendi iyonlarını içeren bir çözelti içine daldırılırsa; çözelti içindeki metal iyonları elektron alarak metale indirgenirken, metal atomları da elektron vererek metal iyonu haline gelir ve çözeltiliye karışır. Elektrokimyasal denge halinde, kristale yerleşen metal iyonlarının sayısı ayrılan metal iyonlarının sayısına eşittir. Bu durumda metal ile çözelti arasında bir potansiyel oluşur. Elektrokimyasal denge halindeki bir elektrotun sahip olduğu değişmeyen elektriksel potansiyele elektrot potansiyeli denir [36]. Elektrot potansiyelini ölçebilmek için elektrokimyasal hücreye referans elektrot bağlanır. Uluslararası kabul gören referans elektrot, standart elektrot potansiyeli sıfır olarak kabul edilen SHE'ye ya da Normal Hidrojen Elektrotu (NHE)' dur. İdeal bir referans elektrot, kolay hazırlanabilmeli ve çözelti bileşiminden etkilenmeyecek sabit bir potansiyele sahip olmalıdır. Uygulamadaki zorluklarından dolayı SHE'nin ideal bir referans elektrot olduğu söylenemez. Bu nedenle pratikte hazırlanması ve kullanımı daha kolay olan doymuş kalomel elektrot (SCE) tercih edilir. [37].

Çizelge 2.1' de bazı metaller için SHE ve SCE'ye göre standart elektrot potansiyelleri verilmiştir. Standart elektrot potansiyeli daha pozitif olan metal daha soy metal olarak bilinir. Çizelge 2.1'de verilen SCE'lere göre; Cu, Ni ve Co'tan daha soy, ancak Ag'den daha az soy bir metaldir. Birbirinden farklı metal iyonu içeren çözeltilerde, daha çok soy olan metalin iyonları daha az soy olan metalin iyonlarına kıyasla daha fazla indirgenir. Bu nedenle, daha soy olan metallerin çözelti içindeki konsantrasyonları daha az olsa bile, depozit edilen numune içerisindeki konsantrasyonlarının daha yüksek olma ihtimali vardır. Ancak demir grubu metallerinden (Co, Ni, Fe) birini veya daha fazlasını içeren elektrolitlerden büyütülen

filmlerde, daha soy olan metalin daha fazla indirgenmesi beklenirken, daha az soy olan metalin miktarının daha fazla olduğu görülür [13]. Bu olay anormal birlikte depozisyon olarak adlandırılır. Anormal birlikte depozisyon; depozisyon sırasında H₂ çıkışına bağlı olarak metal-çözelti ara yüzeyindeki pH'ın artmasından dolayı, daha az soy metalin hidroksitinin elektrot yüzeyine tutunarak daha soy metalin depozisyonunu engellemesine atfedilir [38].

Tablo 2.1 25°C' de sulu çözelti içindeki bazı metaller için Volt (V) olarak SHE ve SCE' ye göre standart elektrot potansiyelleri (SEP)

Reaksiyon	NHE'ye göre SEP (V)	SCE'ye göre SEP(V)
Ag ⁺ +e=Ag	0.7996	0.5581
Co ²⁺ +2e=Co	-0.28	-0.5215
Cu ²⁺ +2e=Cu	0.3402	0.0987
Fe ²⁺ +2e=Fe	-0.409	-0.6505
Ni ²⁺ +2e=Ni	-0.23	-0.4715
Zn ²⁺ +2e=Zn	-0.7628	-1.0043
Au ⁺ +e= Au	1.68	1.4385
Pt ⁺ +e= Pt	1.2	0.9585
2H ⁺ +2e= H ₂	0.0000	-0.2415
Hg ₂ Cl ₂ +2e=2Hg+2Cl ⁻ (SCE)	0.2415	0.0000

Bir metalin denge elektrot potansiyeli, çözeltideki iyonların konsantrasyonuna bağlı olarak değişebilir. Elektrot potansiyeli ile çözeltideki iyonların konsantrasyonu arasındaki bu ilişki Nernst denklemiyle (2.2) verilir:

$$E = E^{\circ} - \log C f a \quad RT / nF \quad (2.2)$$

Burada, E° standart elektrot potansiyeli, R ideal gaz sabiti, T sıcaklık, n değerlik elektron sayısı, F Faraday sabiti (96485 coulomb/mol), C metal iyonlarının molar konsantrasyonu, $f a$ ise metal iyonunun aktiflik katsayısıdır. Elektrokimyasal hücre içerisinde net bir akım gözlemlemek için, elektrota denge potansiyelinden farklı bir değerde potansiyel uygulanmalıdır. Bir elektrokimyasal hücredeki elektrotlar (anot ve katot) arasına uygulanan gerilim hücre gerilimi olarak isimlendirilir ve hücre gerilimi (E_{uyg});

$$E_{uyg} = E_{denge} + \eta + iR_s \quad (2.3)$$

şeklinde verilir. Burada, iR_s çözeltideki potansiyel düşmesi (ohmik polarizasyon), η ise aşırı potansiyeldir. R_s , elektrotlar arasındaki çözelti direnci, i ise net akım yoğunluğudur. Aşırı potansiyel olarak adlandırılan η , elektrottan akım geçtiğinde oluşan potansiyel ($E(I)$) ile denge potansiyeli arasındaki farktır:

$$\eta = E(I) - E \quad (2.4)$$

Eşitlik (2.4) ile verilen aşırı potansiyel değerinin, elektrotta meydana gelen bütün kısmi tepkimelerin oluşmasına izin verecek bir değer olması gerekmektedir. Bu kısmi tepkime potansiyelleri; yük transferi (η_v), difüzyon (η_d), kimyasal tepkime (η_t) ve kristallenme (η_k) olarak sıralanabilir. Bu durumda aşırı potansiyel, $\eta = \eta_v + \eta_d + \eta_t + \eta_k$, olarak verilebilir. Aşırı potansiyel terimi 1899 yılında Caspari tarafından tanımlanmıştır. Aşırı potansiyel ile akım yoğunluğu (A/cm^2) arasındaki deneysel ilişki ise 1905 yılında Tafel tarafından sunulmuştur. Tafel denklemi olarak bilinen bu ilişki;

$$\eta = a \pm b \log|i| \quad (2.5)$$

şeklinde dir. Burada, a ve b sabitleri, $|i|$ akım yoğunluğunun mutlak değerini ve \pm işareti ise akımın anodik ya da katodik olduğunu gösterir. Katodik akım olduğu zaman (+), anodik akım olduğu zaman (-) işareti alınır[39].

Elektrodepozisyon sırasında depozit edilen madde miktarı Faraday Yasası kullanılarak bulunabilir. Faraday Yasası'na göre elektrotlardan ayrılan madde miktarı, devreden geçen akım miktarı ile doğru orantılıdır:

$$q = NnF \quad (2.6)$$

Burada, q devreden geçen yük miktarı, N depozit edilen maddenin mol sayısı, n metalin değerliği ve F Faraday sabitidir. Depozit edilen filmin kalınlığı ise (2.7) bağıntısı ile bulunabilir;

$$t = M_A / FnA\rho \quad (2.7)$$

Bu ifadedeki M_A bağıl atomik kütleyi, A filmin yüzey alanını, n elektron sayısını ve ρ ise depozit edilecek metalin yoğunluğunu gösterir. Filmin kalınlığını etkileyen en önemli parametre akım verimliliğidir. Filmin kalınlığı her zaman Faraday Yasasıyla hesaplanan

değerde olmayabilir. Akım verimliliği, depozit edilen metalin gerçek miktarının Faraday Yasası'na göre hesaplanan değere oranı şeklinde tanımlanır.

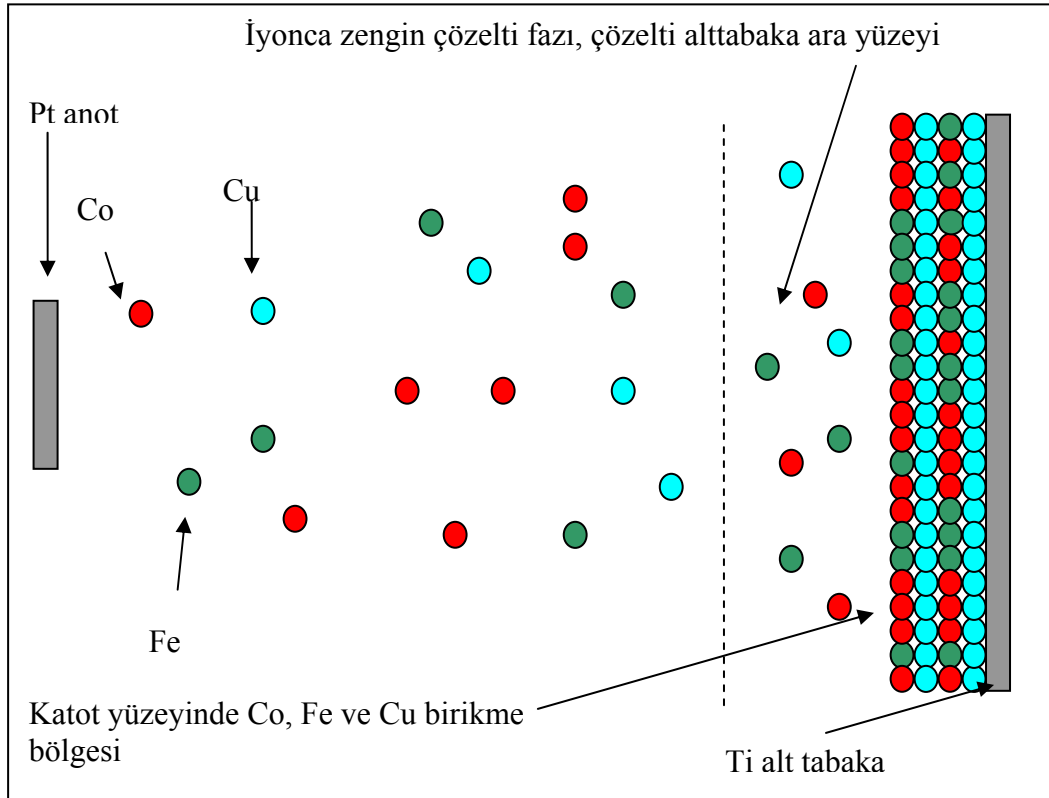
2.3.2 Katmanlı Yapıların Elektrodepozisyonu

Katmanlı yapıların elektrodepozisyonu ilk defa 1939'da Brenner[12] tarafından, iki bileşen içinde iki ayrı ayrı çözeltiler kullanılarak ve alttabaka sırasıyla her iki çözelti içine de periyodik olarak daldırılarak yapıldı [27]. İkili çözelti tekniği sürekli çözelti değiştirmek gerekmesi ve uzun sürede kaplama işleminin gerçekleşiyor olması sebebiyle pratikte pek kullanışlı değildir. Bu nedenle, deneylerde iki bileşeni de içeren bir çözeltiden oluşan tekli çözelti tekniği kullanılmaktadır. Yahalom ve Zadok ilk olarak Ni-Cu katmanlı yapıların bu metotla depozisyonunu araştırmıştır [40]. Cu ve Ni 'in indirgenme potansiyellerinin oldukça farklı olması ve her ikisinin de yüzey merkezli kübik (fcc) kristal yapıda olması bu yapıların tekli bir çözeltiden depozisyonu için bir avantajdır.

Tekli çözelti tekniğinde, depozit edilecek bütün metallerin iyonları aynı çözelti içinde bulunur. Depozit edilecek her metalin farklı bir standart elektrot potansiyeli olduğu için her metalin iyonu farklı potansiyelde indirgenir. Katmanlı yapılar, iki farklı depozisyon potansiyeli uygulanarak üst üste tabaka tabaka büyütülür. Örneğin, X ve Y gibi iki metalin iyonlarını içeren bir çözeltiden katmanlı yapıların büyütülme mekanizması şu şekilde olur: X metalinin Y'den daha soy bir metal olduğu kabul edilirse, X metalini depozit etmek için uygulanan potansiyel X'in indirgenme potansiyelinden daha negatif bir değerde, ancak Y'ninkinden daha pozitif bir değerde olmalıdır. Y'nin depozisyonu için de Y'nin indirgenme potansiyelinden daha negatif bir potansiyel uygulanmalıdır. Böylece Y metali depozit olurken X metali de Y ile birlikte depozit olacaktır. Bu nedenle, tek bir çözeltiden depozit edilen bir katmanlı yapı ardışık (saf X) ve (X-Y alaşımı) olan tabakalardan oluşacaktır. Elde edilen yapı Y-X/X biçiminde bir alaşım süperörgüsü olacaktır. Örneğin, Co ve Cu iyonlarından oluşan bir çözeltiden depozisyon yapıldığında Co-Cu/Cu alaşım süperörgüsü elde edilir. Ancak, Co-Cu tabakası içindeki Cu miktarı çok az olduğu için bu süperörgüler literatürde genel olarak Co/Cu biçiminde ifade edilir. Elektrodepozisyon işleminde iki metali içeren tekli çözeltiden yapılan

depozisyonda, daha soy metalin deposyonu sırasında daha az soy olan metalinde indirgenerek saf bir tabaka değil de alaşım olan bir tabaka oluşturması bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır. Tekli çözelti tekniğinde, diğer bir problemde, daha soy metalin deposyonu başladığı zaman, daha az soy olan metal geri çözünmesidir. Örneğin, Co/Cu için Cu depozit edilmeye başlanınca Co geri çözünür. Bu problemlere rağmen ikili çözelti tekniğine kıyasla daha çok katmanlı yapıların deposyonunda yaygın olarak kullanılmaktadır[13, 14, 27].

Şekil 2.3’de elektrodosyonu olayı gösterilmektedir. Çözelti içerisinde Co, Fe ve Cu iyonları homojen şekilde dağılmıştır. Akım uygulanmadan önce çözelti ile elektrot ara yüzeyi arasında bir elektriksel çift tabaka oluşur. Bu yapı kondansatöre benzetilebilir ve ilk başta verilen akım, nasıl kondansatörlü devrelerde ilk olarak kondansatör yükleniyorsa deposyon olayında da çift tabaka yüklenir. Bu aşamada deposyon gerçekleşmez. Elektrotta daha fazla potansiyel uygulandığı zaman elektrot negatif yüklenir ve burada çözelti ile elektrot ara yüzeyine doğru pozitif yüklü iyonlarını çekmeye başlar bu sayede deposyon işlemi uygulanan akım ile başlamış olur.



Şekil 2.3: Depozisyon olayının çözelti alt tabaka ara yüzeyindeki şematik gösterimi

2.3.3 Elektrodepozisyonu Etkileyen Parametreler

Elektrodepozisyon ile üretilen malzemelerin özellikleri depozisyon şartlarına göre değişebilmektedir. Depozisyon potansiyeli, pH, çözelti konsantrasyonu, çözelti sıcaklığı, katkı maddeleri, depozisyon sırasında çözeltiye manyetik alan uygulanması malzemenin üretim esnasında özelliklerini etkileyen elektrokimyasal parametrelerdendir.

Düzenli ince film üretebilmek için depozisyon potansiyeli önemli rol oynamaktadır. Burada uygulanacak olan potansiyel aralığı dönüşümlü voltametri ile belirlenebilir. Uygulanan potansiyel film kalitesi ve parlaklığı için önemlidir. Depozisyon potansiyeli değiştirilerek üretilen CoFe alaşım filmlerde, film özelliklerinin değiştiği görülmekte [41] ve CoFeNi/Cu süper örgülerde Cu depozisyon potansiyelindeki değişim MR hassasiyetliğini arttırmaktadır.

Çözeltinin içerdiği iyonların her konsantrasyon değerinde düzenli film üretmek mümkün olmayabilir. Optimum bir çözelti konsantrasyonu bulunmalıdır [67]. Çözelti pH'ı filmlerin özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerden biridir. Fe grubu metallerinin depozisyonu sırasında metal çözelti ara yüzeyindeki pH değeri bulk çözeltininkinden genellikle daha yüksektir. pH'ın yüksek olması ara yüzeydeki H⁺ iyonlarının daha az olduğunu gösterir. H⁺ iyonlarının azalması ise film depozisyonu sırasında hidrojen gazının (H₂) çıkmasından kaynaklanır. H₂ çıkışı akım verimliliğini düşürür ve filmlerin istenen kalınlıklarına göre daha ince olmasına sebep olur. Sülfamate çözeltilerinde elektrot yüzeyine yakın pH değişikliği sülfat ve klorit çözeltilerine göre daha kararlıdır [42-44].

Çözeltiyi oluşturan metal iyonlarının konsantrasyonları, depozisyonu etkileyen önemli bir parametredir. Çünkü depozit edilen filmin manyetik ve yapısal özellikleri çözeltideki metal oranlarına dolayısıyla da ve depozitin konsantrasyonuna bağlı olarak değişir. Katkı maddeleri de depozit edilen malzemelerin elementel ve fiziksel yapısını belirgin ölçüde değiştirmektedir. Malzemelerin parlaklık ve sertlikleri gibi fiziksel özellikleri kullanılan kimyasal katkı maddeleri ile ayarlanabilmektedir. Örneğin, borik asit katkısı depozitin pürüzlülüğünü etkiler.

Borik asit ile hidrojen çıkışı azaltılarak metallerin indirgenmesi arttırılabilir [42-44]. Çözelti sıcaklığı, elektrodepozisyonun kararlı olabileceği uygun bir değerde seçilmelidir. Depozisyon sıcaklığı, optimum sıcaklıktan 5°C sapma gösterdiğinde numune kalitesi, depozisyon hızı gibi özellikler değişebilir [39]. Elektrot yüzeyinin birim alanından geçen akım olarak tanımlanan akım yoğunluğu, homojen yapıda film oluşumunu etkileyen bir faktördür. Homojen ve düzgün bir yüzeyin elde edilmesi için düşük akım yoğunlunda çalışılmalıdır [45]. Bunun nedeni, yüksek akım yoğunluklarında elektrot yüzeyine gelen atomların hareket hızlarının artması atomların yüzeye yapışmasının düzensizleşmesindedir.

2.4 Magnetorezistans

Potansiyel farkı uygulanmış bir iletkenin, üzerinden geçen akıma karşı gösterdiği zorluk direnç olarak isimlendirilir. Metallerde elektriksel direnç iletim elektronlarının saçılması sonucu meydana gelmektedir. Metal içinde gerçekleşen elektron saçılmalarını, yabancı atomlar, safsızlıklar, örgü kusurları ve fononlar ile etkileşimler olarak gruplandırılabilir. Metallerin bir manyetik alan içine iken elektriksel dirençlerinde bir değişim gerçekleşir. Bu değişim manyetorezistans olarak isimlendirilmektedir. Bu etki ilk defa 1856 'da William Thomson tarafından keşfedilmiştir[46]. Thomson demir ile yaptığı deneylerde akımın manyetik kuvvet doğrultusunda olduğu durumda direncin arttığını, manyetik kuvvete 90° olduğu durumda azaldığını gözlemiştir. Daha sonra yapılan araştırmalarda ise farklı yapılara sahip malzemelerin normal magnetorezistans (NMR), anizotropik magnetorezistans (AMR), devasa magnetorezistans (GMR) ve manyetik tünel etki (TMR) gibi farklı türde magnetorezistans gösterdiği keşfedilmiştir. Böylece MR'ın büyüklüğü ve işareti ölçülen malzemenin türüne göre değişir.

2.4.1 Anizotropik Magnetorezistans (AMR)

Ferromanyetik malzemelerde görülen AMR, elektrik akımı ve uygulanan manyetik alan arasındaki açığa bağlı olarak malzemenin elektriksel direncinde gözlenen değişimdir. Bu etki manyetik alan yönündeki elektronların s-d saçılmalarına atfedilmiştir. Ferromanyetik metaller ve bu metallerin alaşımları çok

küçük manyetik alanlara bile duyarlıdır ve bir elektriksel direç değişimi gözlenir. Bu malzemelerde manyetik alanın akıma paralel uygulandığı durumda (BMR) manyetik alan artışıyla direnç artar, manyetik alanın akıma dik uygulandığı durumda (EMR) ise alan artışıyla direnç azalır. Bu etki Anizotropik Magnetorezistans olarak adlandırılır [47, 48].

Genel olarak, iletim elektronlarının spin-yörünge etkileşmelerinden kaynaklanan anizotropik saçılmaları sonucunda, paralel durumdaki MR her zaman dik durumdaki MR'dan büyük olur. Ferromanyetik metallerde gözlenen AMR değeri genellikle küçüktür. Saf bulk demirdeki AMR etki % 0.5'ten küçük iken, bu etki Co ve Ni için sırasıyla % 2.0 ve % 2.5'tur. Üç boyutlu elementlerde, demir küçük AMR göstermesine rağmen Fe ya da Co'nun Ni ile olan alaşımları MR'ı önemli derecede artırır. Örneğin permalloy olan $Ni_{80}Fe_{20}$ ikili alaşımda AMR % 5.2 civarında bulunurken $Ni_{80}Co_{20}$ alaşımda % 6.0 civarında bulunmuştur [48, 49].

AMR'nin mekanizması, 3d band yarılması ve spin-yörünge etkileşmesi ile açıklanabilir. Ferromanyetik metallerin 4s bandı geniş, 3d bandı dardır. Elektron sayısı d bandında fazla olduğu için durum yoğunluğu büyüktür. 4s bandındaki elektronların mobiliteleri yüksek olmasından dolayı iletkenlik bu elektronlar ile gerçekleştirilmektedir. Ferromanyetik metallerde iletkenliği sağlayan elektronlar, spin yukarı ve spin aşağı (manyetizasyona paralel spinli ve manyetizasyona antiparalel spinli) elektronlardır ve akımın taşınmasında büyük rol oynarlar. Ferromanyetik metallerdeki d bantları değiş-tokuş etkileşmesi nedeniyle yarılmaya uğrarlar. Bu sebepten spin yukarı elektronların bulunduğu band yaklaşık olarak doludur. Bu nedenle 4s spin yukarı elektronları yalnızca 4s durumlarına saçılabilir, spin aşağı elektronlar ise hem 4s hem de 3d durumlarına saçılabilir. Bu da spin aşağı elektronların, spin yukarı elektronlara göre daha büyük dirence sahip olmasına sebep olur. Manyetizasyon arttırıldığında 3d bandında spin yukarı elektronların yoğunluğu azalır ve böylece dirençte azalır. Dirençteki anizotropi ise spin-yörünge etkileşmesi nedeniyle oluşur. Mutlak sıfırda bile manyetizasyona paralel boş d bantları vardır. Elektronlar bu bantlara eşit olarak yerleşmezler ve s bandının spin yukarı elektronlarının paralel d bantlarına geçiş olasılıkları vardır. Örgü kusurları ve örgü titreşimleri nedeniyle s elektronları d bandlarına geçebilirler. Bu s elektronlarının örgü düzlemine dik hareket ettiği durumda geçiş olasılıkları daha küçük olur [50-52].

Bir malzemeye, manyetik alan uygulandığında malzemenin direncindeki deęişim ařağıdaki denklem ile verilir:

$$R = R_0 + \Delta R \cos^2\theta \quad (2.9)$$

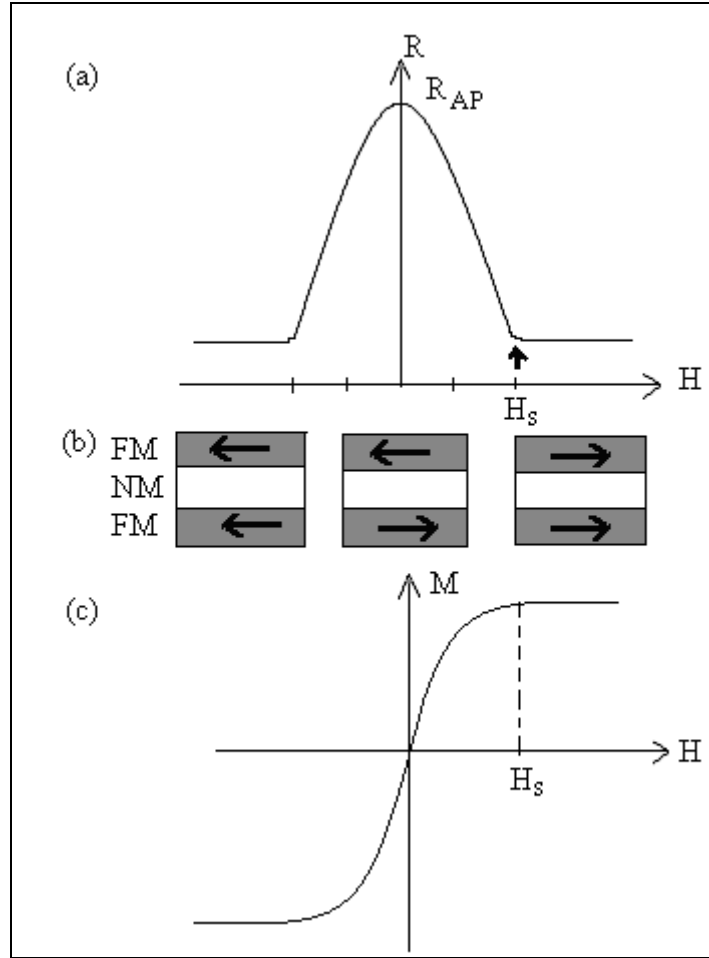
Burada, R_0 normal direnç, ΔR akıma dik veya paralel olarak uygulanan alanla dirençteki deęişim, θ manyetizasyon vektörü ile akım arasındaki açıdır. Manyetizasyon vektörü ile akım paralel olduęunda ($\theta=0$) (2.15) eřitlięinde görüldüęü gibi manyetik direnç maksimum olur. Manyetizasyon vektörü akıma dik olduęunda ($\theta=90$) direnç R_0 'a eřit olur [53].

2.4.2 Devasa Magnetorezistans (GMR)

Fe, Ni, Co ya da onların alařımlarından oluřan ferromanyetik bir metal ile Cr, Mo, Cu, Ag, Au, Ru gibi manyetik olmayan metallerin tabakalar halinde üstüste dizilmesi ile oluřan bazı çok katmanlı yapılar, NM metallerin ve FM metallerin gösterdięi magnetorezistans çok daha büyük negatif bir magnetorezistans gösterir. Ferromanyetik çok katmanlı yapılardaki direnç, manyetik alanın film düzleminden geçen akıma ne řekilde uygulandığına baęlı olmadan artan manyetik alan ile azalır. Bu azalma oranı çok büyük olduęu için manyetik çok katmanlı yapılardaki MR Devasa Magnetorezistans (Giant Magnetorezistans–GMR) olarak adlandırılır. GMR'ı, AMR'den ayırt eden özellik yalnız büyüklükleri deęil, GMR'ın tüm alan yönlerinde (boyuna ve enine) negatif olmasıdır [54, 55]. GMR 1988'de Albert Fert ve Peter Grünberg tarafından keřfedilmiřtir. GMR 'ın keřfiyle, hard-disk okuma-bařlıkları, manyetik alan sensörleri ve manyetik hafıza çipleri gibi temeli bu özellięe dayanan ticari aygıtların geliřimi hızlanarak endüstride kullanılır hale gelmiřtir [56, 57].

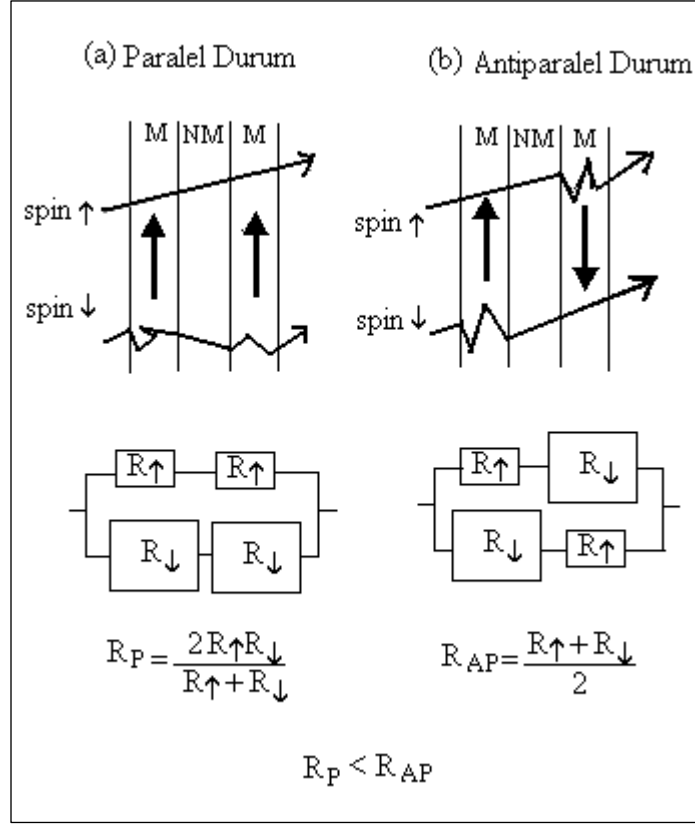
Ferromanyetik katmanlı yapıda sıfır manyetik alanda, birbirini izleyen ferromanyetik tabakalardaki manyetizasyonlar antiparalel bir yönelimde ise manyetik alanın uygulanması ile yönelim paralel hale getirilebilir. Direnç, komřu ferromanyetik tabakaların manyetik momentleri antiferromanyetik (antiparalel)

durumdan ferromanyetik (paralel) duruma geçtiğinde Şekil 2.4’de görüldüğü gibi bir maksimumdan minimuma geçer. GMR ’ın büyüklüğü bu iki durum arasındaki (ΔR) direncinin bağıl değişimine bağlıdır ve genellikle $\Delta R/R_{\text{sat}}$ olarak tanımlanmaktadır. Burada R_{sat} tamamen paralel dizilimdeki dirençtir [26, 58].



Şekil: 2.4 GMR etkinin şematik gösterimi. (a) Manyetik çok katmanlı yapıda uygulanan manyetik alanın fonksiyonu olarak direnç değişimi. (b) Çok katmanlı yapıda farklı manyetik alanlardaki manyetizasyon şekli: sıfır manyetik alan durumunda manyetizasyonların antiparalel yönelimi ve manyetik alanın doyum alanından büyük olduğu durumda manyetizasyonların paralel yönelimi. (c) Çok katmanlı yapının manyetizasyon eğrisi [26].

Manyetik çok katmanlı filmlerdeki GMR, Fe, Ni, Co gibi manyetik tabakalar ve onların alaşımlarında elektron saçılması dikkate alınarak açıklanabilir. Bu metallerde iletim elektronları s, d ve hibritleşen sd elektronlarıdır. Bu elektronlar, spin yukarı ve spin aşağı elektronlardır. GMR, manyetik katmanlı yapıda birbirini izleyen ferromanyetik tabakalardaki manyetizasyonların bağıl yönelimindeki değişikliklerle ilişkilidir. GMR'ın temeli Mott modeli ile anlaşılabilir. Bu model 1936'da ferromanyetik metallerde Curie sıcaklığı üzerine çıkıldığında dirençteki ani yükselmeyi açıklamak için ileri sürülmüştür. Ferromanyetik katmanlı yapılarda Mott modeli dikkate alındığında GMR'ın temel mekanizması şu şekildedir: Şekil 2.5'de görüldüğü gibi ferromanyetik tabakaların aynı yönetime sahip olduğu paralel durumu ele alınsın. Birbirini izleyen ferromanyetik tabakalar paralel olduğunda, spin- aşağı elektronlar, ferromanyetik tabakalarda güçlü bir şekilde saçılır ve elektrik akımına daha az katkıda bulunur. Bununla birlikte spin yukarı elektronlar bütün tabakalarda zayıf bir şekilde saçılır ve elektrik akımının büyük bir bölümünü taşırlar. Bu, Fermi düzeyindeki durum yoğunluğunun asimetric olduğunu belirtir. Her iki spin yolu için iletkenlik paralel olarak alındığında katmanlı yapının direnci (R_P) küçük olur. Birbirini izleyen ferromanyetik tabakaların manyetizasyonun antiparalel olduğu durumda (Şekil 2.5) ise her iki spin yöneliminin elektronları alternatif olarak güçlü ve zayıf bir şekilde, birbirini takip eden ferromanyetik tabakalarda saçılır. Bu durumda da katmanlı yapının toplam direnci (R_{AP}) büyük olur. Sonuç olarak $R_{AP} > R_P$ olacaktır.



Şekil : 2.5 GMR'in mekanizmasının şematik gösterimi. (a) Ferromanyetik tabakaların manyetizasyonu paralel durumda. (b) Ferromanyetik tabakaların manyetizasyonu antiparalel durumda [58].

GMR'in gözlenmesi için, ferromanyetik tabakaların manyetik momentlerinin, birbirine göre yönlendirilebileceği uygun durumun sağlanması gerekir. Bu, ferromanyetik çok katmanlı yapılarda, aratabaka değiş-tokuş etkileşmesinin özel bir durumu olan antiferromanyetik ara tabaka etkileşimi ile başarılır. Ara tabaka değiş-tokuş etkileşimi, metalik ara tabakadaki (NM) serbest elektronların aracılığı ile oluşur. Ara tabaka değiş-tokuş etkileşimi ferromanyetik ve antiferromanyetik durum arasında NM tabaka kalınlığının fonksiyonu olarak değişim gösterir. NM tabaka için uygun kalınlık seçilerek ferromanyetik tabakaların dizilimi antiparalel hale getirilebilir ve daha sonra uygun alan ile manyetik momentleri aynı yöne yöneltmek mümkün olur.

GMR'in meydana gelmesi için antiferromanyetik ara yüzey etkileşiminin varlığı her zaman gerekli bir koşul değildir. Bazı yapılarda antiparalel yönelim, birbirini izleyen ferromanyetik tabakaların farklı kuarsivitelere olması ile de

sağlanabilir. Bu durumda yumuşak ve sert manyetik tabakaların manyetik momentleri farklı manyetik alan değerleriyle döndürülür ve gerekli alan sağlandığında tamamen antiparalel yönelirler, sonuç olarak da direnç büyür. Bu durum spin valf yapılarında gözlenir. Spin valflarda bir FM tabakanın manyetizasyonu bitişik FM tabaka ile çakılı durumda iken diğer FM tabakanın manyetizasyonu uygulanan alan ile dönebilecek serbestlikindedir. Spin valflarda direnç değişimi için sadece küçük alanların yeterli olması, bu yapıları teknik uygulamalar için kullanılabilir kılımlıdır [59].

2.4.2.1 GMR'ı etkileyen faktörler

Çok katmanlı yapılarda GMR, depozisyon potansiyeli, çözelti pH'ı, tabakaların bileşimi, ferromanyetik olmayan tabaka kalınlığı, arayüzdeki pürüzlülük gibi faktörlerden etkilenmektedir. Bunun yanı sıra sıcaklık gibi parametreler yalnızca elektrodepozisyon ile üretilen filmlerin GMR davranışını etkiler.

Çok katmanlı yapılarda manyetik ve nonmanyetik tabakaların cinsi ve kalınlığı farklı GMR değerlerine sahip malzemeler elde edilmesini sağlar. GMR etkisi, manyetik olmayan tabaka kalınlığı ile tabakalar arası değişim çiftlenmesinden dolayı osilasyon davranışı gösterir. Manyetik olmayan tabakanın kalınlığı arttıkça, iletim elektronlarının ferromanyetik tabakalar arasında geçiş olasılığı azalacağından ferromanyetik tabakalar arası etkileşme zayıflar ve osilasyon düşer. Manyetik olmayan tabaka içindeki elektronların ortalama serbest yolu tabaka kalınlığından daha büyük olması ile de açıklanabilir. Bunun yanı sıra manyetik olmayan tabakanın kalınlığının az olması tabakalar arası antiferromanyetik etkileşmeyi azaltarak GMR değerinin düşmesini sağlar. GMR değeri, çok ince ferromanyetik tabakalarda düşüktür, kalınlık arttıkça artar ve bir maksimum değere ulaşır ve tabaka kalınlığı artmaya devam ettikçe tekrar azalır. Çok ince ferromanyetik tabakalarda elektronlar tabakalar içerisinde düşük ortalama serbest yolları ile yetersiz saçılma yaparlar. Spine bağlı ara yüzey saçılmalarında ise FM/NM ara yüzeyinde kritik bir tabaka kalınlığı değeri vardır. Bu değer için GMR düşüktür. Tabaka kalınlığı arttıkça GMR değeri de artar. Daha büyük tabaka kalınlıklarında, özellikle Co ve Fe için, ara

yüzeylerdeki spine bağlı saçılmalardan ziyade ferromanyetik tabakanın kendi içinde bulk saçılmaları artması GMR'ı düşürür[13, 26].

Çok katmanlı yapıların ara yüzeylerinde tabakaların oluşumu sırasında iki farklı atomun birbiri içinde karışması ara yüzeyde pürüzlülüğe sebep olmaktadır. Pürüzlülük tek başına GMR'ı etkileyen bir faktör olarak düşünülemez. Pürüzlülük, tekrarlama sayısı (N), modülasyon dalga boyu, t_{FM} ve t_{NM} ferromanyetik ve manyetik olmayan tabaka kalınlıklarının modülasyon dalga boyuna oranları ile düşünülmelidir. GMR, Fe/Cr çokkatmanlı yapılarında ara yüzey pürüzlülüğünün artmasıyla artarken Co/Cu'da azalmaktadır. Bu değişim maddelerin mikroskopik özelliklerinin farklı olmasına atfedilmiştir [26]. Çözelti pH'ı çok katmanlı yapıların yüzeyinde veya ara yüzey kabalığında, kristal boyutlarında, ferromanyetik tabaka içindeki manyetik olmayan metal miktarında ve çekirdeklenme hızında değişikliğe sebep olur. Bu faktörler ise GMR'ı etkiler. Fe grubu metalleri depozisyon ve geri çözünme olayları sırasında iyonlar çözelti içindeki su molekülleri ile kompleks oluşturarak elektrot yüzeyine tutunan bir hidroksil ara ürününe sahiptir. Filmlerin ara yüzey pürüzlülüğünün pH'a göre değişmesi, yüzeye tutunan ara ürünün yüzeyi kaplama miktarı ve yüzeyde kalma süresi ile açıklanır. Düşük pH değerlerinde ara ürünün yüzeyi kaplama miktarı az olduğundan daha keskin ara yüzeylerin elde edilmesiyle GMR değeri büyüktür. Yüksek pH' da ara ürünün yüzeyi geniş şekilde ve uzun süre kaplaması GMR' ın düşmesine sebep olur. Bunun yanında elektrodpozisyon sırasındaki çekirdeklenme hızı pH'a göre değişir. Düşük pH'da büyütülen çok katmanlı yapılar düşük çekirdeklenme hızına sahiptir. Düşük hızda filmin katmanlarının oluşumu sırasında yerleşen atomların düzgün bir şekilde yerleşmesi düzgün bir kristal yapının oluşmasını sağlar. Kristal yapıdaki bu düzen GMR'ın yüksek değerde olmasına neden olur. Yüksek pH değerlerinde yüzeye tutunan ara ürün, metalin katotta indirgenmesini engeller. Bu, kristal yöneliminin kaybolmasına ve örgünün rastgele olmasına sebep olur. pH değerinin 1-3 arasındaki değerlerden daha düşük olması, yoğun hidrojen çıkışı nedeniyle kristal yapıları düzgün çok katmanlı yapıların üretilmesini zorlaştırır. Bu pH değerlerinde üretilen çok katmanlı yapılarda da GMR düşüktür [42, 61-63].

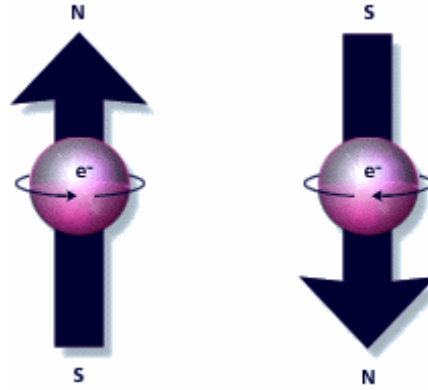
Triton, NaCl, sakarin ve tiyoüre (thiourea) gibi katkı maddelerinin süper örgülerin yapısını ve GMR'ı nasıl değiştirdiği incelenmiştir [64]. Bu katkı maddeleri

kullanılarak yapılan çözümlenmiş büyütülen filmlerin GMR değerlerinin katkı maddesiz büyütülen filmlere göre daha düşük olduğu bulunmuştur [65].

2.5 Manyetik Özellikleri

Manyetizma, madde içinde ve çevresinde oluşan itme veya çekme kuvvetlerinden doğar. Manyetizasyon bütün maddelerin sahip olduğu bir özelliktir. Bazı maddeler yüksek manyetizasyon (mıknatıslanma) gösterirken bazıları ise sıfır denebilecek kadar az manyetizasyon gösterir. 1819 yılında bir iletkenin elektrik akımı geçtiğinde manyetik alan oluştuğunu gören Oersted, manyetik alanın kaynağının elektrik yüklü parçacıkların hareketi olduğunu keşfetmiştir [55].

Malzemelerin manyetik özelliklerini, atomik seviyede sahip oldukları manyetik momentleri (m) oluşturur. Manyetik moment, elektronun kendi ekseninde yaptığı spin hareketi ile çekirdek etrafında yaptığı yörünge hareketinden kaynaklanır. Şekil 2.6'da elektronların kendi yörüngelerindeki hareketleri sonucu oluşan manyetik momentleri ve yönleri görülmektedir.



Şekil 2.6: Elektronların spin hareketi sonucu sahip oldukları manyetik momentler [68].

Spin manyetik momentini (m_s) ile yörünge manyetik momentinin (m_o) toplamı, toplam manyetik momentini verir:

$$m = m_o + m_s \quad (2.10)$$

Bir katının birim hacmindeki manyetik momente manyetizasyon (M) denir ve denklem (2.11) ile ifade edilir.

$$M = m/V \quad (2.11)$$

Manyetik alan (H) ile manyetizasyon arasındaki ilişki;

$$M = \chi H \quad (2.12)$$

ifadesiyle verilir. Burada χ , manyetik alınganlıktır. Manyetik alan içerisindeki bir malzemenin bu alana karşı gösterdiği tepkiye o malzemenin manyetik alınganlığı denir. Manyetik alınganlığın yanında, manyetik geçirgenlik (μ) kavramı da manyetik malzemeler için ayırt edici özelliktir. Manyetik akı yoğunluğu (B), malzemenin boşluktaki manyetik indüksiyonu ($\mu_0 H$) ve numune içerisindeki manyetizasyonundan kaynaklanan manyetik indüksiyonun ($\mu_0 M$) toplamı kadardır;

$$B = \mu_0 (H+M) \quad (2.13)$$

bu ifadedeki μ_0 , boşluğun manyetik geçirgenliğidir ve değeri $4\pi \times 10^{-7}$ Wb/Am' dir.

Maddelerin sahip oldukları manyetik alınganlık ve manyetik geçirgenlik değerleri, hangi tür manyetik malzeme olduklarının belirlenmesinde önemli rol oynamaktadır. Buna göre manyetik malzemeler; diamanyetik, paramanyetik ve ferromanyetik olmak üzere başlıca üç sınıfa ayrılır. Diamanyetik malzemelerin alınganlıkları genellikle negatif ve 10^{-5} mertebesinde dir. Manyetik geçirgenlikleri ise boşluğun manyetik geçirgenliğinden küçüktür. Manyetik alan yokluğunda, çekirdek etrafındaki d orbitallerinde çiftlenmemiş elektronları bulunmadığından bu elektronların spin ve açısal momentinden kaynaklanan manyetik momentleri birbirini yok eder ve net manyetik moment sıfır olur. Dış bir manyetik alan uygulandığında ise bu iki elektrondan birinin dönme hızı artarken, diğerinin azalır. Bu durumda Lenz yasasına göre, bizmut, bakır vb. metaller, bütün yarı metaller ve organik maddelerin çoğu diamanyetiktir. Paramanyetik maddelerin alınganlıkları $10^{-3} - 10^{-5}$ arasındadır ve manyetik geçirgenlikleri boşluğun manyetik geçirgenliğinden biraz

büyüktür. Manyetik alan yokluğunda, manyetik momentler rastgele dizilmişlerdir ve net bir manyetik momente sahiptirler. Bu net manyetik momentleri d orbitallerindeki çiftlenmemiş elektronlardan kaynaklanmaktadır. Birçok paramanyetik malzemede alınganlığın sıcaklıkla ters orantılı olduğu, Curie tarafından bulunmuştur ve Curie Yasası olarak bilinen bu bağıntı $\chi = C/T$ şeklindedir. Burada, C Curie sabitini ve T sıcaklığı gösterir. Düşük sıcaklıkta, yüksek bir manyetik alan uygulandığında, manyetik momentler uygulanan manyetik alan yönünde yönelirler. Oksijen, alüminyum ve platin, paramanyetik malzemelere örnek olarak gösterilebilir [55].

Manyetik malzemelerin en önemli sınıfını ferromanyetik maddeler oluşturmaktadır. Co, Ni, Fe ve bunların alaşımlarından oluşan malzemeler ferromanyetik maddeler olarak isimlendirilir. Manyetik alınganlıkları ile manyetik geçirgenlik değerleri çok yüksektir. Bu maddelerin manyetik momentleri manyetik alanın yokluğunda bile aynı yönlü yönelmeye çalışırlar. Bu yönelme madde içerisinde kısa erimli olsa da numune içinde aynı yönelmiş küçük bölgeler oluşmasına yetecek kadardır. Numune içinde birlikte yönelmiş komşu spinler arasındaki kuvvetli etkileşim numunede kalıcı mıknatıslanma oluşmasını sağlar. Ferromanyetik malzemeleri diğer manyetik malzemelerden ayıran bir diğer önemli özellik ise domain adı verilen bölgelerin varlığıdır. Domainler birbirine paralel olarak yönelmiş manyetik momentlerin oluşturduğu bölgelerdir. Domain bölgelerini birbirinden ayıran sınırlara domain duvarları denir. Dış bir manyetik alan uygulandığında, bütün domainler uygulanan manyetik alanın yönünde yönelmeye çalışırlar. Bu yönelme Curie sıcaklığına (T_c) kadar devam eder, örneğin Ni için $T_c = 358^\circ C$ 'dir. Bu kritik sıcaklık değerinin üstüne çıkıldığında ise, manyetik momentler gelişi güzel dizilirler ve ferromanyetik madde kalıcı manyetizasyonunu kaybederek paramanyetik madde haline gelir.

Ferromanyetik malzemelerin; doyum manyetizasyonu (M_s), kalıcı manyetizasyon (M_r), koersivite (H_c), başlangıç geçirgenliği, maksimum geçirgenlik ve histerisis kaybı gibi manyetik özellikleri, histerisis eğrilerinden elde edilir. Bu eğriler, malzemenin uygulanan manyetik alana karşı oluşturduğu tepkiyi gösterir. Numune üzerine uygulanan manyetik alan arttırıldıkça belirli bir değerden sonra manyetizasyon değeri değişmez. Bu manyetizasyon değerinde, numune içindeki tüm manyetik momentler manyetik alan yönünde dizilmişlerdir ve bu değer doyum

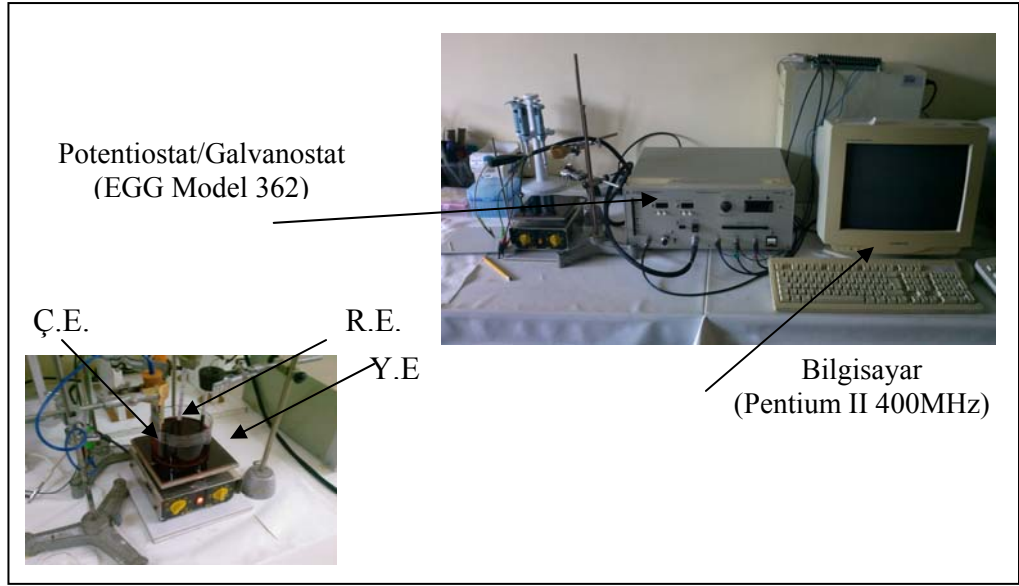
manyetizasyonu olarak adlandırılır. Manyetik alanın sıfır olduđu durumda, malzemede kalan manyetizasyon deęerine kalıcı manyetizasyon denir. Doyuma ulařmıř manyetizasyonu sıfıra indirmek iin uygulanan ters manyetik alana koersivite denir ve koersivite malzemenin bulunduđu kořullardan (sıcaklık uygulanması, deformasyon) etkilenir [55].

Manyetik malzemeler koersivite alanının büyüklüęüne göre yumuřak ya da sert manyetik malzemeler olarak sınıflandırılırlar. Koersivite deęeri 12.5 Oe'nin altında olan malzemelere yumuřak manyetik madde, koersivite deęeri 125 Oe'nin üzerinde olan malzemelere ise sert manyetik madde denir. Yumuřak manyetik maddeler; jeneratör gibi elektriksel uygulamalarda kullanım alanı bulurken, sert manyetik maddeler ise kalıcı mıknatıslık özelliklerinden dolayı elektriksel güç üretmenin zor olduđu durumlarda kullanılırlar.

3. DENEYSEL TEKNİKLER

3.1 Dönüşümlü Voltammetri Yöntemi (CV)

Dönüşümlü voltammetri (Cycle Voltametry, CV) yöntemi çözeltilerin elektrokimyasal özelliklerinin araştırılması için kullanılan bir tekniktir. Bu teknikte çözelti içerisindeki elektrotlara uygulanan potansiyelle bağlı olarak değişen akım incelenmektedir. Potansiyel pozitif bir değerden başlayarak basamaklı olarak başka bir negatif potansiyelle kadar değiştirilir ve bu sırada değişen akım değerleri bilgisayar ile kaydedilir. Bu işlem bu belirlenen potansiyel aralığında tekrarlanabilir. Bu elde edilen grafik incelenerek çözelti içindeki atomların cinsini ya da atomların cinsi biliniyorsa bu atomların hangi potansiyelde indirgenip hangi aralıkta da yükseltildiği belirlenebilir. Bu atomların indirgendiği potansiyel depozisyon potansiyeli denir. Bu depozisyon potansiyelleri bir referans potansiyeline göre belirlenir. Atomların teorik depozisyon potansiyelleri hidrojen atomlarının depozisyon potansiyeli sıfır kabul edilerek belirlenmektedir. Bu çalışmadaki filmlerin üretilmesinde kullanılan çözeltilerin elektrokimyasal özellikleri CV yöntemi ile incelendi. Bu elektrokimyasal karakterizasyon için Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katihal Araştırma Laboratuvarında geliştirilen sistem Şekil 3.1’de verilmektedir. Bu düzenekte anot, katot ve referans elektrottan (R.E) oluşan üçlü elektrot sistemi kullanılmaktadır. Buradaki sistem elektrotlar, çözeltinin bulunduğu hücre, akım ve voltaj değerlerini kaydeden bir bilgisayar ve taramalı potentiostat/galvonastat (P/G)’dan oluşmaktadır. Düzenekte katot olarak platin tel, anot olarak platin levha, R.E. olarak ise doymuş kalomel elektrot (Saturation Calomel Electrode SCE) kullanılmıştır. Düzenekle yapılan deney, bilgisayarda pascal dilinde hazırlanmış bir program ile kontrol edilmektedir. Taramalı P/G potansiyeli istenen hızda ileri ve geri yönde tarayarak akım ve voltaj bilgisayar tarafından kaydedilir.



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

3.2 Elektrodepozisyon ile Filmlerin Üretilmesi

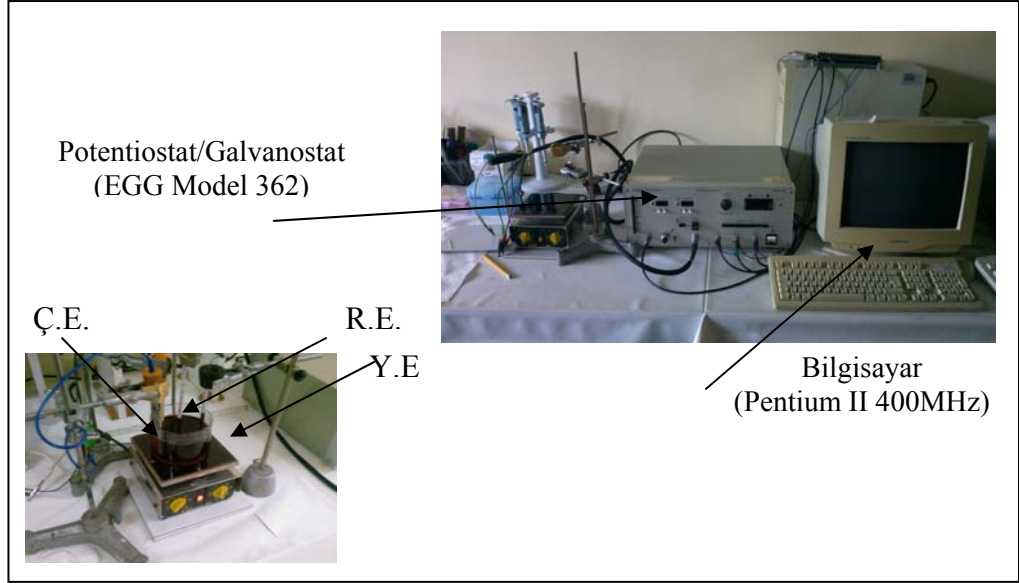
3.2.1 Alttabakanın hazırlanması

Filmlerin üretiminin ilk bölümü olan alt tabakanın seçimi ve temizliği kaliteli bir manyetik ince film oluşumu için çok önemlidir. Alttabaka seçiminin yapılması planlanan filmin kristal yapısına göre seçilmesi ve filmin alt tabakadan düzgün sökülebilmesi için önem taşımaktadır. Kristal yapısı ve örgü sabiti birbirine çok yakın iki malzemenin kullanılması durumunda filmi alttabakadan sökmek kolay olmayacaktır. Alttabaka seçiminin film özelliklerini etkilediği bilinmektedir. Bu konu üzerine yapılan çalışmalara literatürde sıklıkla rastlanmaktadır. Alttabakanın temizliği için mekanik (zımparalama) ve kimyasal temizleme işlemi yapılmaktadır. Mekanik temizleme için sırasıyla 240 ve 400'lük zımpara kâğıtları kullanılmaktadır. Alttabaka bu zımpara kâğıtlarıyla pürüzlülük ortadan kalkana kadar zımparalanır. Alttabaka temizlendikten sonra üzerine filmin depozit edileceği alan (2.88 cm^2) açıkta kalacak şekilde bant ile kaplanır. Bantlama işleminden sonra alttabakada

oluşabilecek kirliliği gidermek için alt tabaka %10'luk H₂SO₄ çözeltisiyle yıkanarak kimyasal temizlik gerçekleştirilir. Bu işlemin ardından alttabaka yine saf su ile yıkanır ve depozisyon işlemi için hazırlanmış olur. Temizlenen alttabaka depozisyon sistemine yerleştirilerek filmler büyütülebilir.

3.2.2 Filmlerin Depozisyonu ve altttabakadan sökülmesi

Katmanlı ince film üretmek için kullanılan sistem Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik bölümü Katıhal Araştırma Laboratuvarında TÜBİTAK tarafından desteklenen TBAG-1771 proje kapsamında geliştirilmiştir (Şekil 3.2). Sistem üç elektrotlu potentiostat/galvanostat (P/G), bilgisayar, digital-analog çevirici (DAC), analog-digital çevirici (ADC) ve elektrokimyasal hücre (çözelti kabı)'den oluşmaktadır. Biriktirme, bilgisayar kontrollü yapılabildiği gibi manüel de yapılabilmektedir. Sistem potansiyel kontrollü olarak kullanıldığı zaman, P/G Ç.E'nun potansiyelini R.E'ye göre sabit bir değerde tutulmasını sağlar. Hazırlanan alttabaka çalışma elektroduna bağlanır ve biriktirme bu elektrot yüzeyinde meydana gelir. Deneyde Y.E. olarak (2.5 cm × 2.5 cm) yüzey alanına sahip bir platin levha kullanılır. Platin elektrot çözelti ile kimyasal reaksiyona girmeyen bir metal olduğundan özellikle tercih edilmiştir. Y.E'nun amacı Ç.E'nun gerektirdiği akımı sağlamaktır. Y.E'nun konumu ve biçimi Ç.E'nun yüzeyi üzerindeki akım dağılım ve yoğunluğunu değiştirebileceği için önemlidir. Homojen bir akım ve potansiyel dağılımı isteniyorsa Y.E'nun Ç.E'dan mümkün olduğu kadar uzağa konması gerekir. R.E, Ç.E'ye mümkün olduğu kadar yakın yerleştirilmelidir. Bu deneyde kullanılan elektrokimyasal hücrede Ç.E ile R.E arasındaki mesafe 9.4 cm'dir. Ç.E ve R.E arasındaki mesafe, bu iki elektrot arasında IR_s kadar bir potansiyel düşmesine sebep olur. Meydana gelen potansiyel düşmesi Y.E ve Ç.E arasındaki potansiyel farkından çok daha küçüktür.



Şekil 3.2: CoFeCu/Cu filmlerin alttabakaya biriktirilmesinde kullanılan deneysel sistemi (Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Katıhal Araştırma Laboratuvarı)

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

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

Daha sonra film alttabaka üzerinden jilet yardımıyla sıyrılır ve kurulama kâğıdının arasında saklanır.

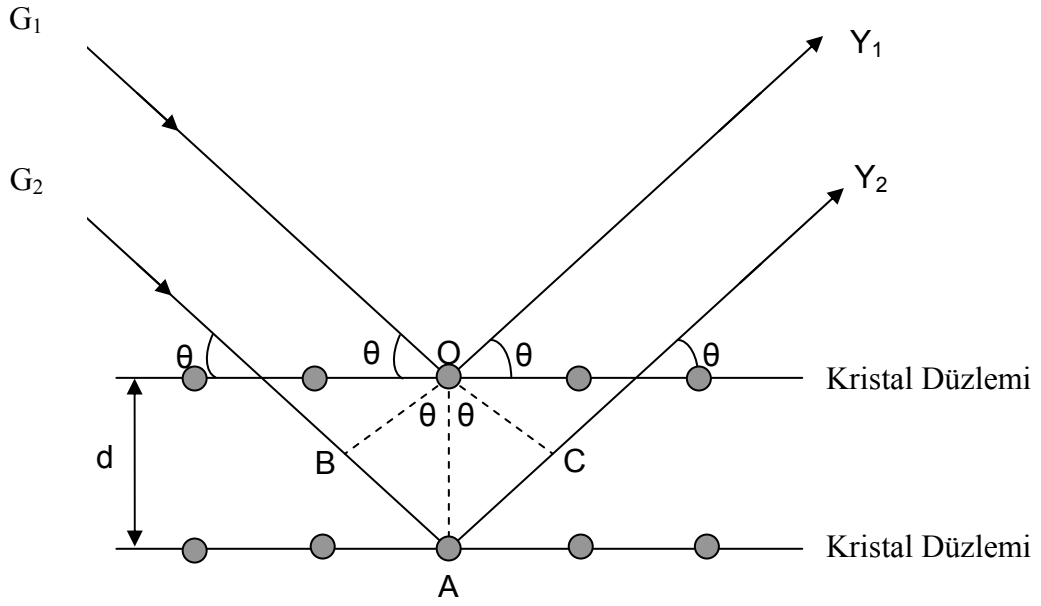
3.3 X-Işını Difraksiyonu (XRD)

Doğada bulunan maddeler atomlarının katı içerisindeki dizilimlerine bakılarak iki gruba ayrılmaktadır. Bu yapılardan amorf maddelerde atomlar belli bir düzen ve periyodiklik içermez katı içerisinde rastgele sıralanmaktadır. Bunun yanı sıra bazı maddenin atomları düzenli ve periyodik olarak katı içerisinde sıralanırlar. Bu tip yapılar kristal olarak adlandırılmaktadır. Bu maddeler içindeki atomlar arası uzaklığın yaklaşık 1-2 Å arasında olduğu bilinmektedir. Bu derece yakın ve sıralı atomlardan oluşan maddelerin kristal yapılarını belirlemek için kullandığımız tekniğe X-Işını Kırınımı ve bu ölçümleri alan cihaza da X-Işını Difraktometresi (XRD) denir.

Madde üzerine gönderilen x-ışını demetinin madde atomlarıyla etkileşmesi sonucu her yönde saçılmalar olmaktadır. Bu saçılmalar sırasında bazı x-ışınları birbirini yok ederken (yıkıcı girişim) bazıları da bir birini kuvvetlendiren yapıcı girişim oluştururlar. Yapıcı girişim yalnızca Bragg denklemini sağlayan geliş açılarında meydana gelmektedir:

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

Denklem (3.1)'de d düzlemler arası mesafe, θ düzleme gelen ve düzlemden yansıyan ışınlarla düzlem arasındaki açı, λ gelen X-ışınının dalgaboyu ve n yansıma mertebesidir. n'nin en küçük değeri 1 olmalıdır. Şekil 3.3'de görüldüğü gibi kristal yapı üzerine G_1 ve G_2 ışınları düzlemlerle θ açısı yapacak şekilde gelmiştir. Bu ışınlar kristal yapıdaki atomlarda difraksiyona uğrayarak Y_1 ve Y_2 ışınları gibi saçılırlar. Burada geçen ve yansıyan ışınlar arasındaki açı 2θ 'dır. Bu değere difraksiyon açısı denir ve deneylerde θ yerine 2θ ölçülür. XRD tekniği kullanılarak alaşımların ve süper örgülerin kristal yapılarının aydınlatılmasında kullanılmaktadır



Şekil 3.3: Kristal düzlemlerinden yansıyan X-ışınları

Numunelerin kristal düzlemler arası mesafelerinin hesaplanmasında Bragg yasası kullanılırken bu kristal düzlemlerine ait tane büyüklükleri, ise Scherrer formülü [54] ile hesaplanır:

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

Eşitlik (3.2)'de t tane büyüklüğünü, B incelenen düzleme ait pikin yarı yükseklikteki pik genişliğini belirtir.

Bir x-ışını kırınım deseni, numunenin üretim koşulları hakkında bilgi sahibi olmamızı sağlar. Alaşım olarak kristalleşen numunelerde kristal yapı yada numune içindeki metal cinslerine bağlı olarak birden fazla kristal yapının pikleri görülürken, katmanlı yapıda kristalleşen numunelerde bu pikre ek olarak bu piklerin sağ ve solunda şiddeti daha küçük iki pik gözlenebilmektedir. Bu gözlenen pikler numunenin katmanlı olarak kristalleştiğinin bir ispatıdır. Şekil 3.4'de Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Laboratuvarı, XRD cihazının fotoğrafı verilmektedir. Bu çalışmada hazırlanan filmlerin XRD ölçümleri, Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler

Laboratuvarı bünyesinde bulunan Rigaku-rint 2200 model x-ışını difraktometresi ile yapıldı. Ölçümler, Cu K_{α} (1.54059 Å) ışınması kullanılarak $2\theta=40^{\circ}$ - 100° arasındaki açılarda 0.02° adımlar halinde gerçekleştirildi. 2θ 'nın 40° ile 100° arasında seçilmesinin nedeni Co, Fe ve Cu'nun beklenen yansımalarının bu bölgede bulunmasıdır.

XRD cihazı



Şekil 3.4: XRD cihazı (Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Laboratuvarı)

3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Ayrımlı X-ışını Spektrometresi (EDX)

İnsan gözünün görme aralığı sınırlıdır. Bu nedenle gözün algılayamayacağı küçük boyutların görülebilmesine olanak sağlayan merceklerin kullanıldığı optik cihazlar geliştirilmiştir. Ancak bu cihazlar, gerek büyütme miktarlarının sınırlı oluşu gerekse elde edilen görüntü üzerinde işlem yapma imkânının olmayışı nedeniyle araştırmacıları yeni sistemler geliştirmeye itmiştir. Elektronik ve optik sistemlerin birlikte kullanımı ile yüksek büyütmelerde üzerinde işlem ve analizler yapılabilen görüntülerin elde edildiği cihazlar geliştirilmiştir. Elektrooptik prensipler çerçevesinde tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM), bu cihazlardan birisidir. SEM, birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarında kullanımı yanında, mikro elektronikte yonga üretiminde, sanayinin

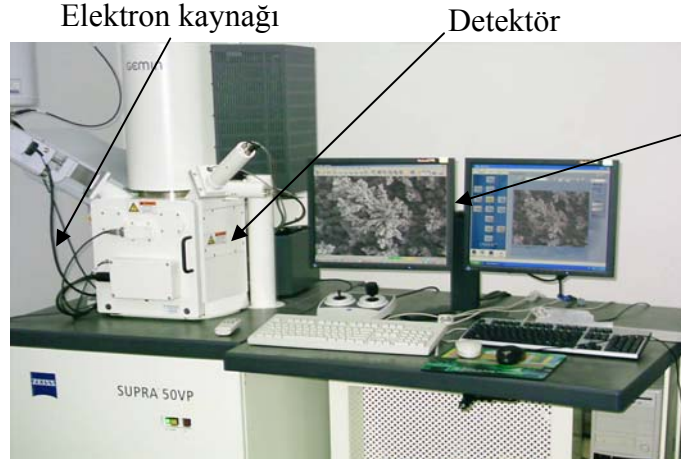
değişik kollarında hata analizlerinde, biyolojik bilimlerde, tıp ve kriminal uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. İlk ticari taramalı elektron mikroskobu 1965'de kullanılmaya başlanmış, bundan sonra teknik gelişmeler birbirini izlemiştir. SEM görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir. Gerek ayırım gücü, gerek odak derinliği gerekse görüntü ve analizi birleştirebilme özelliği, taramalı elektron mikroskobunun kullanım alanını genişletmektedir. Örneğin 1000X büyütmede optik mikroskobun odak derinliği yalnızca 0.1 µm iken taramalı elektron mikroskobunun odak derinliği 30 µm dir.

3.4.1 SEM'in Çalışma Prensibi

SEM'de optik kolon, numune hücresi ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon kısmında;

- 1) Elektron demetinin kaynağı (elektron tabancası)
- 2) Elektronları numuneye doğru hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası
- 3) İnce elektron demeti elde etmek için yoğunlaştırıcı mercekler
- 4) Demeti numune üzerinde odaklamak için objektif merceği,
- 5) Elektron demetinin numune yüzeyini taraması için tarama bobinleri

yer almaktadır. Mercek sistemleri elektromanyetik alan ile elektron demetini inceltmekte veya numune üzerine odaklamaktadır. Tüm optik kolon ve numune 10^{-4} Pascal vakumda tutulmaktadır. Görüntü sisteminde, elektron demeti ile numune girişimi sonucunda oluşan çeşitli elektron ve ışınları toplayan detektörler, bunların sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranıyla senkronize tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır.



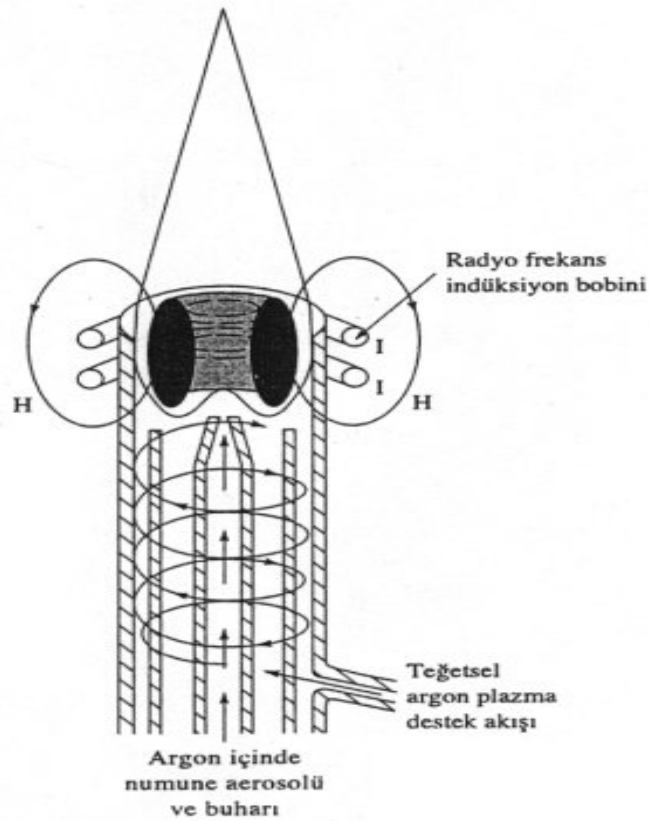
Şekil 3.5: Taramalı Elektron Mikroskobunun(Scanning Electron Microscope, SEM) fotoğrafı

EDX analizi numune üzerine gönderilen elektron demetinin atomlar ile etkileşerek bir X-ışını oluşturması prensibine dayanır. Gönderilen elektron demetinin enerjisi 10-20keV civarındadır. Elektron demeti bir katı içerisine gönderildiğinde bu katı içindeki elektronlar ile saçılmalara uğrayabilirler. Eğer katı içerisine verilen elektronlar, elektronların orbitallere bağlanma enerjilerinden daha büyükse atom içerisinden bir elektronu söker. Sonuç olarak burada boşalan elektron yörüngesine bir üst yörüngeden başka bir elektronun bu boşalan yere geçmesiyle bir X- ışını yayınlanır. Her bir elementin elektronik yapısı birbirinden farklı olacağından oluşan X-ışını fotonu her elementten emilecek olan x-ışınlarına bağlıdır. İşte EDX de bu soğrulan X-ışınlarına göre elementler tayin edilir. Şekil 3.5’de filmlerin SEM-EDX analizlerinin yapıldığı cihaz görülmektedir.

3.5 İndüktif Eşleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES)

Atomik emisyon spektroskopisi (AES) atom veya iyonların uyarılmış enerji düzeyine çıkmaları ultraviyole veya görünür bölge ışınlarının absorblanması dışında başka bir yolla gerçekleştiğinde yayılan ışınların ölçülmesine denir. Atomik emisyon spektroskopisinde, atomlaştırıcı ve uyarıcı kaynak olarak indüktif eşleşmiş plazma kullanılan yöntem indüktif eşleşmiş plazma atomik emisyon spektroskopisi olarak adlandırılır. Plazma önemli derişimde katyon ve elektron (bu ikisinin derişimi

net elektrik yükü sıfır olacak şekildedir) içeren elektriksel olarak iletken gaz karışımıdır. Atomlaştırıcı kaynak olarak plazma kullanmanın üstünlüklerinden birincisi, çok yüksek sıcaklıklara çıkılabilmesi ve uygulanan bu yüksek sıcaklıkların sonucu olarak elementler arası girişim etkilerinin düşük olmasıdır. İkincisi, belirli uyarma koşullarında birçok element için iyi emisyon spektrumları elde edilmesi ve bunun sonucunda birçok elementin spektrumunun aynı anda kaydedilebilmesidir. Yüksek enerjili plazma kaynaklarının diğer bir üstünlüğü, termal bozunmaya karşı yüksek direnç gösteren bor, fosfor, tungsten, uranyum gibi elementlerin ve klor, brom, iyot ve kükürt gibi ametallerin tayinininde yapılabilmesidir



Şekil 3.6: İndüktif eşleşmiş plazma [22]

Şekil 3.6 'de hamlaç adı verilen indüktif eşleşmiş plazma kaynağının şeması görülmektedir. Hamlaç ortak merkezli üç adet borudan oluşmaktadır. Hamlacın içteki borusundan örnek ve taşıyıcı gaz, diğer iki borusunun arasından da argon gazı geçmektedir. Hamlacın üst kısmında radyo frekans (RF) jeneratörü ile beslenen su soğutmalı indüksiyon bobini yer almaktadır. İndüksiyon bobinine bir radyo frekans

gücü uygulandığı zaman jeneratör frekansına benzer bir hızda titreşimler veya bobin içinde ve dışı doğru bir alternatif akım oluşur. Argon gazının hamlaktan dönerek geçmeye başlamasıyla, argon atomlarından ayrılmış olan bazı elektronlar manyetik alanda tutulur ve onlar tarafından ivmelendirilir. Bu şekilde bobin kullanılarak elektronlara enerji verilmesi indüktif eşleme olarak adlandırılır. Bu elektronların diğer argon atomlarıyla çarpışmaya başlamasıyla argon atomlarından, elektronlardan ve argon iyonlarından oluşan plazma oluşur. Oluşan plazma bir zincir reaksiyonu halinde devam eder. H ile gösterilen bölgede indüksiyon bobininden plazmaya indüktif enerji transferi olur. Bu bölgede sıcaklık yaklaşık 10000 Kelvindir [22,56].

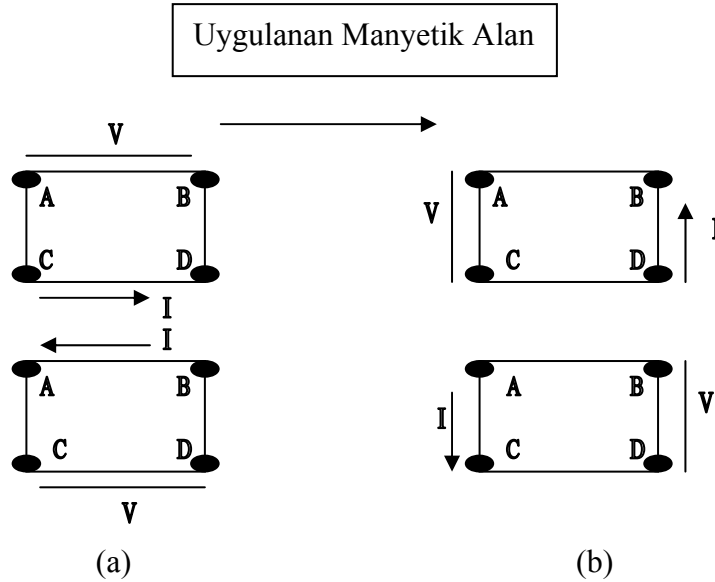
Örnek, argon akışıyla çapraz akışlı bir sisleştirici içinde sisleştirilir. Argon gazı ile gelen örnek hamlacın en içteki borusundan geçer ve plazmaya gelir. Burada çözelti fazındaki örnek sırasıyla kurur, parçalanır, bir kısmı atomlaşır ve bir kısmı iyonlaşır. Bu şekilde oluşan atom ve iyonlar uyarılır ve yaptıkları emisyon bir spektrometreye gönderilir[22].

Uyarılan atomların çevreye yaydığı ışın spektrometreye bir slitten girdikten sonra parabolik toplayıcı aynaya gelir. Parabolik toplayıcı ayna ışını echelle optik ağ üzerine gönderir ve echelle optik ağı ile ışın ayrıştırılır. Işın ultraviyole ışını ve ultraviyole ile görünür bölge ışın demetlerindeki ayıran schmidt çapraz dağıtıcı üzerine düşer. Schmidt elemanı, merkezinde görünür ışının prizmadan geçmesini sağlayan bir delik bulunan silindirik bir yüzeye yerleşmiş bir optik ağdan oluşur. Ayrılmış iki ışın demeti, görünür ve ultraviyole bölge dedektör elemanları üzerine düşürülerek ölçüm alınır. Cihazda görünür ve ultraviyole bölge olmak üzere iki adet yük eşleşmiş dedektör vardır[22,56].

İndüktif eşleşmiş plazma emisyon spektroskopisi daha çok suda veya organik çözücülerde çözülebilen örneklerin analizlerinde kullanılır. Metalik elementler, plazma emisyon spektroskopisi ile tayin edilebilir

3.6 Manyetik Direnç (Manyetorezistans - MR)

Co, Fe, Ni gibi ferromanyetik numuneler ve bunların belirli oranlarda birleştirilmesiyle oluşan alaşım ya da katmanlı yapıların elektriksel dirençleri belirli bir manyetik alana maruz bırakıldığında elektriksel iletkenliğinde değişim gözlenmektedir. Bu değişime manyetoresistans (magnetoresistance, MR) adı verilmektedir. Filmlerin MR ölçümleri Van der Pauw (VDP) metodu kullanılarak yapılmıştır. MR ölçümlerinde film bir örnek tutturucu üzerine yerleştirilir ve üzerine potansiyel fark uygulanan iki magnetin arasına yerleştirilir. Örnek tuturucu üzerine yerleştirilen filmin iki komşu ucuna akım uygulanarak diğer iki uçundan numune üzerinde oluşan potansiyel fark ölçülür. Bu ölçüm ± 10 kOe arasında yapılmaktadır. Manyetik alan değeri + 10 kOe değerinden başlayarak basamaklı olarak azaltılarak - 10 kOe değerine kadar indirilmektedir. Bu işlem iki kere tekrarlanarak manyetik ölçüm değeri tamamlanmış olur. Bu çalışma kapsamında iki farklı MR ölçüm konumu kullanılmıştır. Bunlar; manyetik alanın uygulanan akıma paralel olduğu Boyuna Manyetik Direnç (BMR) ve uygulanan akıma dik olduğu Enine Manyetik Direnç (EMR) olarak bilinmektedirler. Bu MR ölçümlerinin yapıldığı geometriler Şekil 3.6'de verilmektedir.



Şekil 3.7: Elektriksel direnç ölçümlerinde kullanılan deneysel geometriler, (a) BMR, (b) EMR

Şekil 3.7'deki gibi akım C ve D noktaları arasında uygulanırken potansiyel farkı A ve B noktaları arasında ölçülürse filmin VDP direnci; [36]

$$R_1 = \frac{V_A - V_B}{I_{CD}} \quad (3.3)$$

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

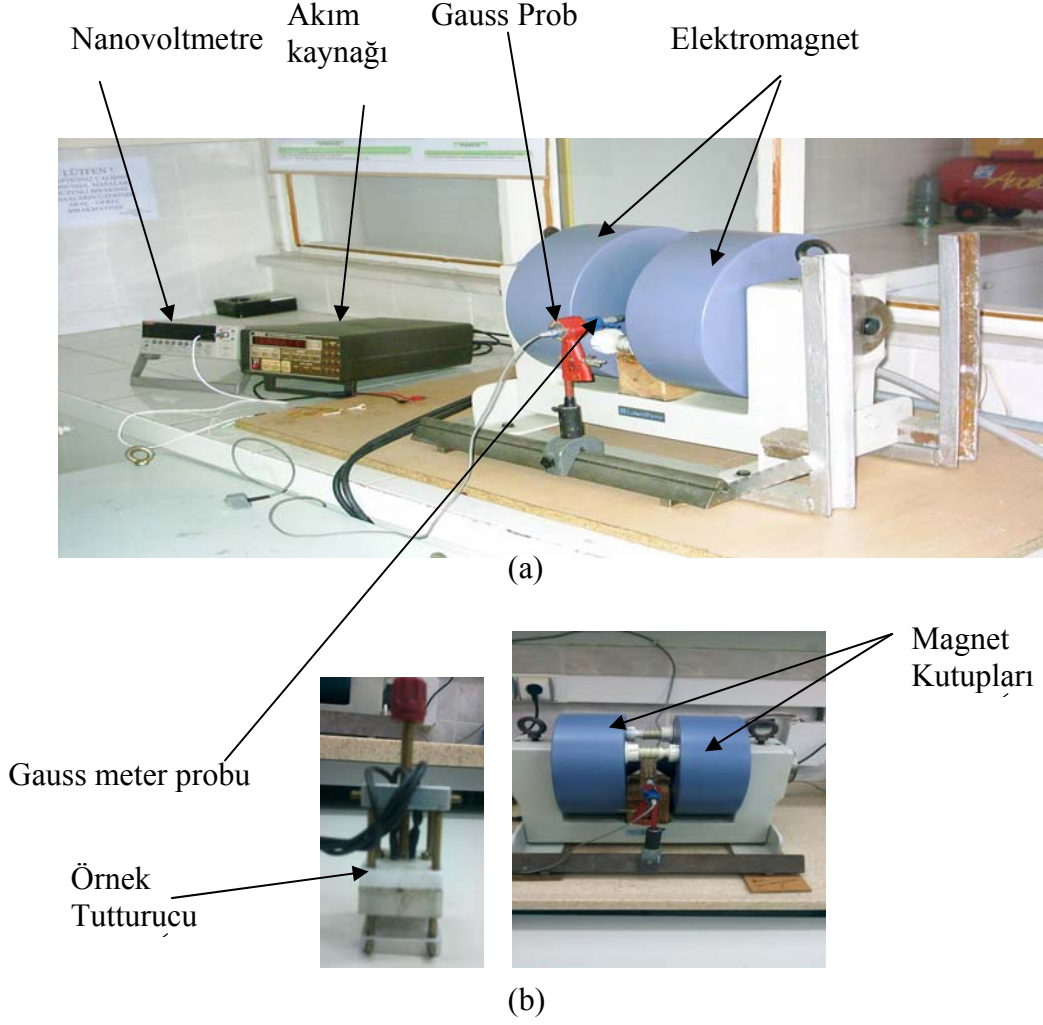
$$R_2 = \frac{V_A - V_C}{I_{BD}} \quad (3.4)$$

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

CoFeCu/Cu filmlerin MR ölçümleri oda sıcaklığında, ± 10 kOe arasında uygulanan manyetik alanlarda yapılmıştır. Filmin direncindeki yüzde değişim miktarı MR (%);

$$MR(\%) = \frac{R(H) - R_{\min}}{R_{\min}} \times 100 \quad (3.5)$$

Eşitlik (3.5)'e göre hesaplanmıştır. Burada R(H) uygulanan herhangi bir manyetik alandaki direnç, R_{\min} ise direncin en küçük olduğu değerdir. Şekil 3.8'de Balıkesir Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Laboratuvarında MR (BAP 2001/02 ve 2005/18 sayılı proje ile alınan) ölçümleri aldığımız sistem ve kullandığımız örnek tutucu verilmektedir.



Şekil 3.8: (a) Manyetoresistans Sistemi, (b) Örnek tutucu (Balıkesir Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Laboratuvarı)

3.7 Titreşimli Numune Magnetometresi (VSM)

Titreşimli Numune Magnetometresi (Vibrating Sample Magnetometer-VSM) titreşen numunenin uygulanan manyetik alana karşı gösterdiği tepkiyi ölçerek, numunenin manyetik özelliklerini belirleyen bir sistemdir. VSM sistemi Şekil 3.9’ da görüldüğü gibi güç kaynağı, kontrol panelleri olan elektronik kısımlar ile numune titreştirici, elektromagnet ve bilgisayardan oluşur. VSM’in çalışma prensibi indüksiyon yasasına dayanır. Faraday indüksiyon kanununa göre bir kapalı devredeki manyetik akı değişimi, devrede indüksiyon e.m.k. oluşturur. Oluşan indüksiyon emk, ϵ , manyetik akının, Φ zamanla değişimine eşittir.

$$\varepsilon = -\frac{d\Phi}{dt} \quad (3.6)$$

Manyetik akı deęişimi için iki farklı durumda gerçekleştirilebilir. Bunlardan ilki numune sabit tutulurken numune üzerine zamanla deęişen manyetik alan uygulamak ikincisi ise dc manyetik alana konan numuneyi titreştirmektedir. VSM manyetik alanda titreşen numunede manyetik akı deęişimi oluşturur ve bu manyetik akı deęişimi sonucunda oluşan indüksiyon e.m.k.'sını ölçer. VSM ile manyetizasyon doğrudan ölçülür. VSM'de numune bobinler arasına iken oluşan manyetik indüksiyon bobinler arasında numune yok iken yapısal ölçüm ile kıyaslanarak numune üzerindeki manyetik indüksiyon hesaplanır [55]. VSM ölçümü alınan numunenin manyetizasyon deęerini doğru belirlemek için, manyetik moment deęeri bilinen nikel (Ni) standart kıyaslanması gerekir. Bu sistemin kalibrasyonu olarak bilinir. Kalibrasyonda bilinen manyetizasyon deęerinin ölçülen manyetizasyon deęerine oranı kalibrasyon sabiti olarak hesaplanır ve dięer ölçümlerde kullanılarak örnekler için gerçek manyetik moment deęerleri ortaya konur. Kalibrasyondan sonra VSM, tüm ölçümler için aynı hesaplamayı yaparak ölçülen numune için gerçek manyetik moment deęerlerinin, uygulanan manyetik alana karşı deęişimini verir. Kalibrasyon işleminde sonra numune örnek tutucunun ucuna yerleştirilip titreştiriciye takılır. Numunelerin manyetik alana paralel veya dik olarak yerleştirilmesi ve ± 22.5 kOe'e kadar çıkabilen manyetik alan uygulanmasıyla ölçüm yapılır. Böylece numunelerin histeresis eğrileri elde edilir [70]. Bu çalışmada numunelerin manyetik ölçümleri şekilde gösterilen Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümüne 2005K120170 nolu DPT projesi ile kurulan ADE EV9 Model VSM ile yapılmıştır.



Şekil 3.9: Manyetik ölçümler için kullanılan Titreşimli Numune Magnetometresi

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada elektrodepozisyon tekniği CoFeCu/Cu çok katmanlı filmler büyütülmüştür. Tezin ilk bölümünde çok katmanlı filmlerin nanmanyetik tabaka kalınlığı ve manyetik tabaka depozisyon potansiyeli gibi depozisyon parametreleri incelenmiştir. Bu inceleme çok katmanlı filmlerin üretim şartlarının belirlenmesi için yapılmıştır. Tezin ikinci ve üçüncü bölümlerinde CoFeCu/Cu filmlerin büyüme mekanizmasının L(+) askorbik asit ve sodyum hidroksit gibi katkı maddelerinden nasıl etkilendiği araştırılmıştır. Burada her bölümün başında öncelikle filmleri üretmek için kullanılan çözeltiler elektrokimyasal olarak karakterize edilmekte ve üretilen filmlerin büyüme mekanizmaları incelenmektedir. Daha sonra filmlerin sırasıyla elementel, yapısal, magnetorezistans ve manyetik özellikleri incelenmektedir.

4.1 CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmlerin Büyütülmesi ve Hazırlanması

CoFeCu/Cu filmi üretmek için kobalt sülfat ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), demir sülfat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), bakır sülfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ve borik asit (H_3BO_3) TCFC çözeltisi hazırlandı. Çözelti ilk hazırlandığında 27°C sıcaklığında ve pH değerleri 2.50 olarak ölçüldü. Filmlerin üretimi için seçilecek potansiyel değerlerinin belirlenmesi için Bölüm 4.1.2'de bahsedilen CV eğrilerinden yola çıkarak bir potansiyel aralığı seçildi, sonra bir seri numune üretilerek metalik parlaklıkları karşılaştırılarak uygun depozisyon potansiyelinin seçimine karar verildi. Potansiyel değerlerinin belirlenmesi için manyetik tabaka depozisyon potansiyeli standart kalomel elektrota göre (SCE) -1.6 V ile -2.8 V arasında değiştirilirken nanmanyetik tabaka depozisyon potansiyeli SCE'ye göre -0.2 V ile -0.4 V arasında değiştirilmiştir. Üretilen filmler Tablo 1'de verilmektedir. Film kalitesi katot yüzeyinden depozisyon sırasında çıkan H_2 gazı ile doğrudan etkilenmektedir. Manyetik ve nanmanyetik tabaka depozisyon potansiyeli için uygulanan yüksek potansiyellerde yoğun bir hidrojen gazı çıkışı gözlenmektedir. Bu durum film kalitesini etkilediğinden filmin alt tabakadan sökülmesi zorlaşarak kırılğan filmler oluşmaktadır. Düşük potansiyellerde ise filmlerin alt tabaka üzerine biriktirme işlemi tam gerçekleşmediği için film oluşumu gözlenmemektedir. Bu yapılan çalışmalar sonucunda filmlerin, polikristal Ti

alttabaka üzerine SCE'ye göre -1.6 V'luk manyetik tabaka depozisyon potansiyeli ve -0.3 V nanmanyetik tabaka depozisyon potansiyelinde üretilmesine karar verilmiştir.

CoFeCu/Cu filmlerin L(+) askorbik asit ve sodyum hidroksit katkı maddelerinden nasıl etkilendiğini incelerken kullanılacak film kalınlığının belirlenmesi için depozisyon potansiyelinde yapıldığı gibi bir dizi film üretildi. Bu filmlerin manyetik tabaka kalınlığı 6.0 nm değerinde sabit tutlurken nanmanyetik tabaka kalınlığı 6.0, 3.0 ve 1.5 nm değerlerinde değiştirilmiştir. Tüm filmlerin nominal kalınlığı 3 µm olacak şekilde büyütüldü. Böylece CoFeCu/Cu filmlerin nanmanyetik tabaka kalınlığı ve depozisyon potansiyellerini uygun çalışma aralığı belirlenmiş oldu.

Tablo 4.1: CoFeCu ve Cu tabakasının depozisyon potansiyeli değiştirilerek üretilen filmler.

Örnek Adı	(CoFeCu/Cu)	Bilayer	pH	Kalınlık (µm)	Depozisyon Potansiyeli (V)	
					CoFe	Cu
TM16	60/60	250	2.20	3	-1.6	-0.3
TM80					-1.8	
TM18					-2.0	
TM19					-2.3	
TM81					-2.5	
TM82					-2.8	
TM23					-1.6	-0.1
TM24						-0.2
TM16						-0.3
TM25						-0.4

4.1.1 Çözeltilerin Kimyasal Karakterizasyonu

Film üretiminde kullanılacak olan çözeltilerin kimyasal karakterizasyonu ICP ile yapılmıştır. Tez kapsamında TCFC çözeltisi kullanılarak önce katkı maddesiz daha sonrada aynı çözelti içerisine L(+) askorbik asit ve sodyum hidroksit konularak çözeltiler oluşturuldu. Bu çözeltiler içerisindeki Co, Fe ve Cu miktarlarının başlangıç çözelti konsantrasyonlarına göre karşılaştırmaları bu bölüm kapsamında yapılacaktır. Katkı maddesiz hazırlanan çözelti içerisinde 0.470 M Co, 0.100 M Fe ve 0.030 M Cu olduğu bulundu. Çözelti içerisine L(+) askorbik asit eklenmiş çözelti

içerisinde 0.500 M Co, 0.109 M Fe ve 0.023 M Cu olduğu belirlenirken NaOH çözeltisi eklendiğinde çözelti bileşimi 0.484 M Co, 0.089 M Fe ve 0.028 M Cu olarak belirlenmiştir. Tablo 4.2’de çözeltilerin kimyasal bileşenleri verilmektedir.

Tablo 4.2 Kullanılan çözeltilerin ICP sonuçları

Çözelti	Çözelti İçeriği		
	Co (M)	Fe (M)	Cu (M)
Katkı Maddesiz	0.470	0.100	0.030
L(+) askorbik asitli	0.500	0.109	0.023
NaOH	0.484	0.089	0.028

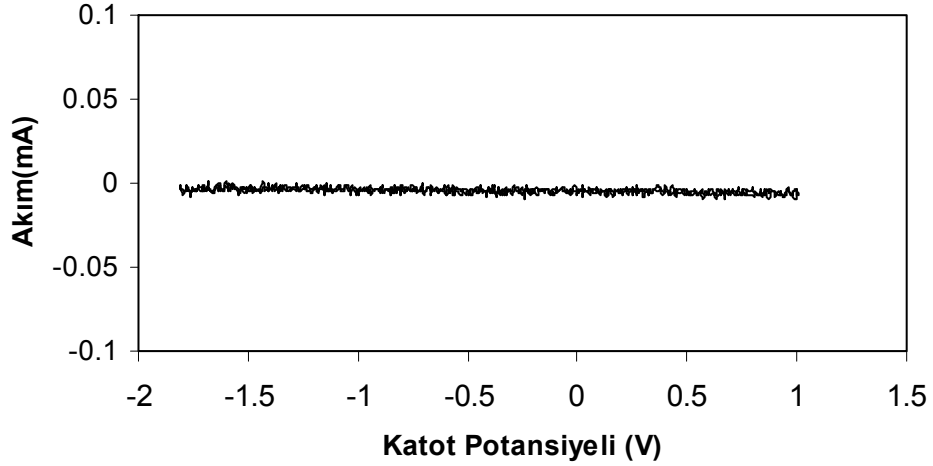
4.1.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon

Elektrokimyasal karakterizasyon için dönüşümlü voltammetri yöntemi kullanıldı. Dönüşümlü voltammetri (Cyclic Voltammetry, CV) yönteminde çözelti içinde bulunan iyonlarının alt tabakada birikip birikmediği ya da hangi potansiyel aralığında çalışılırsa daha düzgün ve kaliteli filmler üretilebilirin araştırılması yapıldı. Üretilmesi planlanan filmler için kullanılacak her bir kimyasalın hem tek başına hemde birlikte oluşturulmuş çözeltilerinin dönüşümlü voltammetri eğrileri incelendi ve çalışmada kullanılacak depozisyon potansiyeli belirlenmeye çalışıldı. Burada CV yönteminde potansiyel taraması anodik ve katodik olmak üzere iki yönlü olarak yapılmaktadır. Buradaki çalışmada kullanılan çözeltiler Tablo 4.3’de verilmektedir.

Tablo 4.3 Dönüşümlü Voltammetri için kullanılan çözeltilerin içerikleri

Çözelti	H ₃ BO ₃ (M)	CoSO ₄ 7H ₂ O (M)	FeSO ₄ 7H ₂ O (M)	CuSO ₄ 5H ₂ O (M)
TB	0.5	-	-	-
TCo		0.5	-	-
TFe		-	0.1	-
TCu		-	-	0.03
TCFC		0.5	0.1	0.03

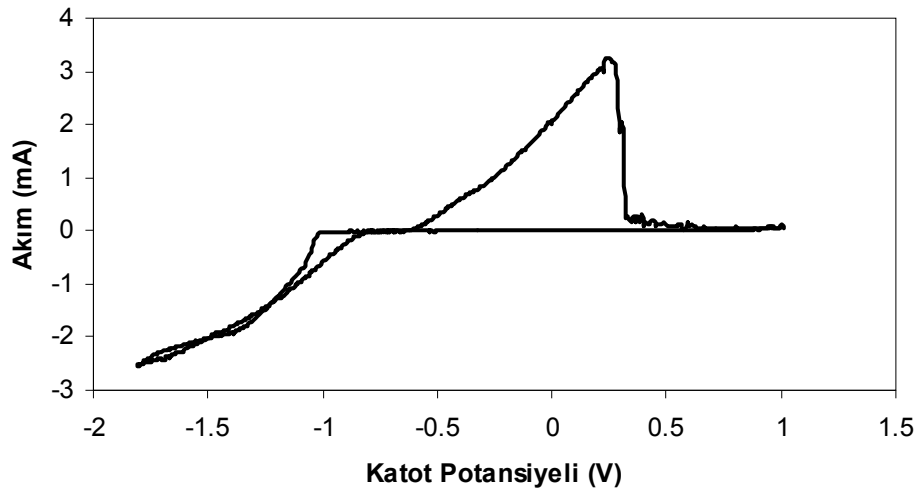
Borik asidin CV incelemesinde potansiyel aralığı SCE'ye göre +1.0 V ile -1.5 V aralığında yapılmıştır. Dönüşümlü voltammetri eğrisi incelendiğinde uygulanan potansiyele karşılık sıfıra yakın bir akım gözlemlendi. Akımın bu derece küçük olması bu maddelerin alt tabakada depozit edilmediğini göstermektedir ve bu bizim için olması beklenen bir sonuçtur. Çözelti içerisindeki borik asit depozisyon işlemi pH değerini ve akım yoğunluğunu düzenlemek amacıyla ile çözelti içine eklenmektedir. Şekil 4.1'de borik asit voltammogramı verilmiştir.



Şekil 4.1: pH= 4.52 değerine sahip ve 40 °C sıcaklığındaki H₃BO₃ çözeltisinin (TB) DV eğrisi

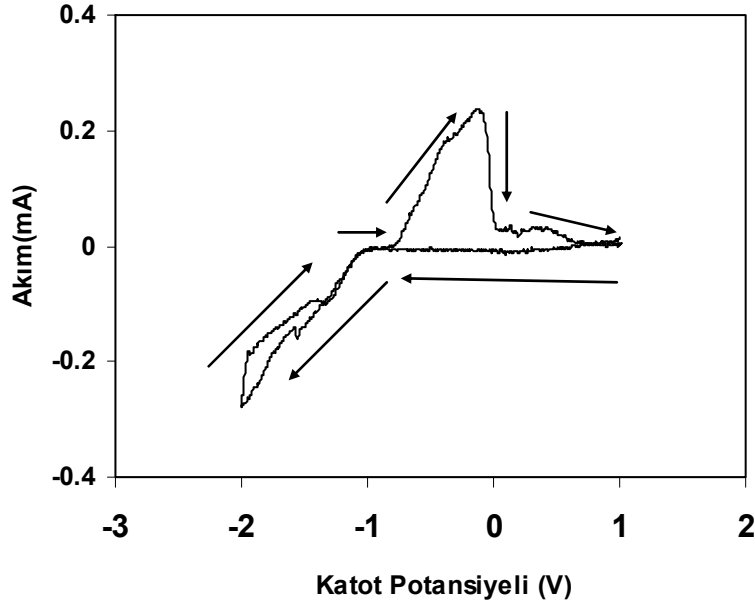
Co çözeltisi için yapılan potansiyel taraması SCE'ye göre +1 V'luk pozitif potansiyel ile -1.8 V'luk negatif potansiyel arasında 20 mV/s'lik hızla yapıldı. CV eğrilerini katodik kısmında -0.8 V a kadar akım geçmiyor olması depozisyon işleminin başlamadığını göstermektedir. Akım değerinin -0.8 V tan sonra artıyor olması elektrolitteki Co iyonlarının depozisyonunun başladığının bir göstergesidir. Katodik limitten (-1.8 V) tarama yönü ters çevrildiğinde akımın -1.0 V civarında sıfırlandığı görülmektedir. Bu durum başlangıçta ilk çekirdeklenme evresinde alt tabakanın üzerinde Co metal tabakasının bulunmasına bağlanabilir. Eğrini anodik kısmına bakıldığında +0.3 V civarında görülen pikin depozit edilen Co'nun geri

çözünmesinden kaynaklanmaktadır. Co CV grafiği şekli 4.2’de görülmektedir. Literatürde yapılan çalışmalarda çözeltiye dışarıdan uygulanan manyetik alan, karbon alt tabaka ve sülfat ve klorür banyoları gibi değişkenlere göre Co elektrokimyasal incelemeleri yapılmış bulunan sonuçlar bizim çalışmamızda elde edilen sonuçlardan farklılıklar göstermek ile birlikte temelde birbirini desteklemektedir. Bu farklılıkların deney şartlarından kaynaklandığı düşünülmektedir [70-73].



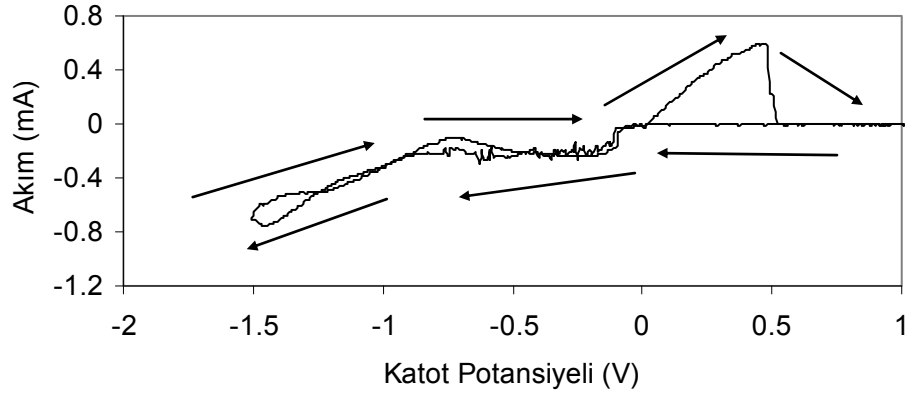
Şekil 4.2: pH= 2.35 değerine sahip ve 40 °C sıcaklığındaki Co çözeltisinin (TCo) DV eğrisi

Şekil 4.3, Fe çözeltisi için CV eğrisini göstermektedir. Fe çözeltisi için yapılan potansiyel taraması 20 mV/s tarama hızında SCE'ye göre +1.0 V ile -1.8 V arasında yapılmıştır. CV eğrisine bakıldığında çözelti içinde yaklaşık -0.9 V değerine kadar akım geçmediğini göstermektedir. Akım bu değerden sonra hızlı bir artış göstermektedir. Bu durum Fe iyonlarının alt tabaka üzerinde depozisyonun başladığını göstermektedir. Eğride potansiyel anodik yönde tarama işlemine başladığında SCE'ye göre -0.3 V ve -0.1 V değerinde iki tane geri çözünme piki görülmektedir. Fe çözeltisinde iki farklı geri çözünme pikinin görülmesi çözelti içindeki Fe⁺² ve Fe⁺³ iyonlarının geri çözünme potansiyellerinin farklı değerlere sahip olmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Demirin literatürdeki elektrokimyasal incelemelerinde depozisyonun başlangıç potansiyelleri uyumlu iken anodik yöndeki geri çözünme piki tek pik olarak bulunmuştur. Bu farklılığında deney koşullarından kaynaklanmakta olduğu düşünülmektedir. [70-73].



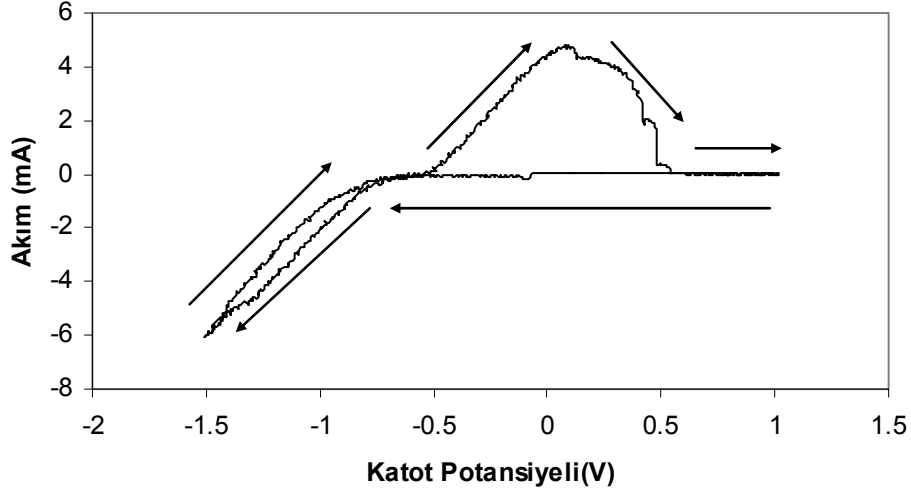
Şekil 4.3 : pH= 2.44 değerine sahip ve 40 °C sıcaklığındaki Fe çözeltisinin (TFe) DV eğrisi

Şekil 4.4'te 4.46 pH'ı ve 40 °C çözelti sıcaklık değerine sahip çözülden elde edilen CV grafiği görülmektedir. Cu çözeltisi için yapılan potansiyel taraması SCE'ye göre +1 V ile -1.5 V arasında 20 mV/s tarama hızında gerçekleştirilmektedir. Akım değeri -0.1 V civarında başlamaktadır. Bu da Cu depozisyonunun başladığını göstermektedir. Çözeltinin potansiyel taraması anodik tarafa geçirildiğinde +0.4 V değerinde bir adet anodik geri çözünme piki görülmektedir.



Şekil 4.4: pH=4.46 değerine sahip ve 40 °C sıcaklığındaki Cu çözeltisinin (TCu) DV eğrisi

Şekil 4.5’de Co, Fe ve Cu iyonlarını birlikte içeren çözeltisinin CV eğrisi görülmektedir. Bu eğriye bakıldığında, Fe, Co ve Cu için alınan CV grafiklerini desteklemektedir. Buradaki CV grafiyinde SCE’ye göre +1.0 V ile -1.5 V arasında 20 mV/s tarama hızında potansiyel taraması gerçekleştirilmiştir. Taramanın katodik bölgesinde SEC’ye göre -0.1 V civarında ufak bir akım değeri gözlenmektedir. Bu değer Cu CV grafiğinde de görülen Cu depozisyonun başladığını göstermektedir. Potansiyel taramasının devam etmesiyle birlikte SCE’ye göre -0.8 V değerinde akım değerini hızlı bir artış gösterdiği görülmektedir. Bu potansiyel değerinde depozisyon olayına tüm maddelerin katıldığını göstermektedir. Potansiyel taraması pozitif yöne çevrildiğinde akım değerinin SCE’ye göre -0.8V derinden sonra azaldığı görülmektedir. anodik yönde yapılan taramada SCE’ye göre +0.1V, +0.3V ve +0.4V civarında geri çözünme pikleri gözlenmektedir. Bu oluşan piklerin Co, Fe ve Cu geri çözünme piklerine karşılık geldiği düşünülmektedir. Bulunan sonuçlar literatür ile uyumludur. [70-73].



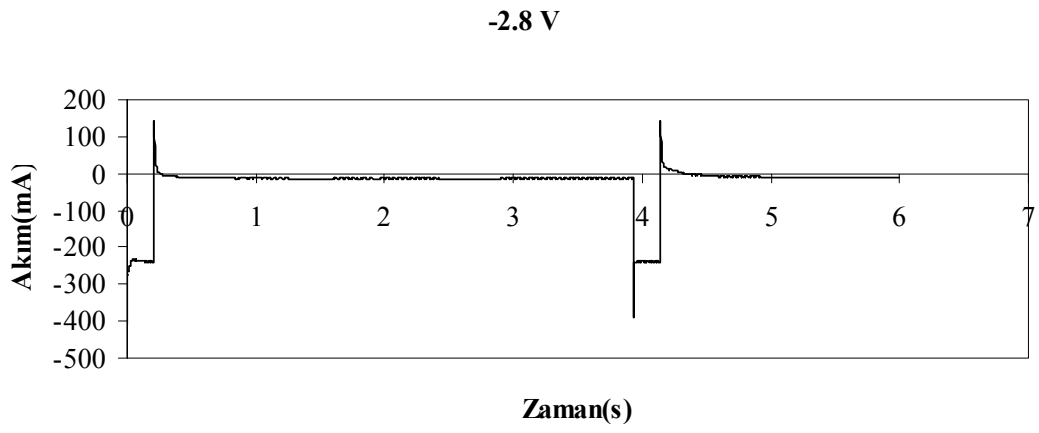
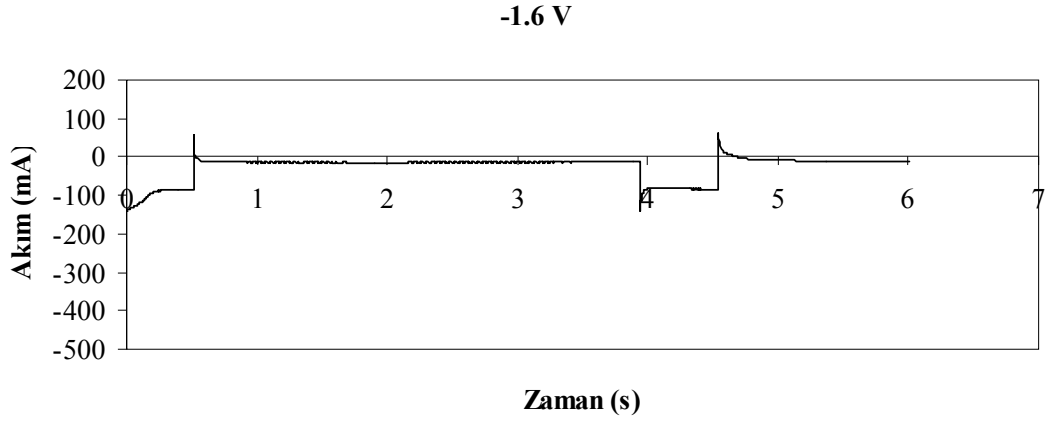
Şekil 4.5: pH=2.00 değerine sahip ve 40 °C sıcaklığındaki CoFeCu çözeltisinin (TCFC) DV eğrisi

Filmlerin büyüme mekanizmaları ve ilk çekirdeklenme evreleri depozisyon sırasında kaydedilen akım zaman eğrilerine bakılarak yorumlanabilir. Burada akım zaman geçişlerini ayrıntılı inceleyebilmek için eğriler sadece ilk birkaç saniye içinde kaydedilen değerler dikkate alınarak çizilmiştir.

Şekil 4.6’de pH=2.5 olan çözeltiden 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında -1.8 V ve -2.8 V manyetik tabaka depozisyon potansiyeline sahip CoFeCu/Cu filmlerin akım zaman eğrileri verilmiştir. Manyetik tabakanın depozisyonu daha büyük potansiyel değerinde gerçekleştiği için depozisyon sırasında geçen akım değeri de daha büyüktür. Bu sebepten akım değerini büyük olduğu bölgeler manyetik tabakanın depozisyonun gösterirken akım değerini küçük olduğu bölgelerse nanmanyetik tabakanın depozisyonun gerçekleştiği bölgeyi temsil etmektedir. Depozisyon potansiyelinin artması ile beklendiği gibi manyetik tabakanın üretimi sırasında kaydedilen akım değerinde artış gözlenmektedir. Nanmanyetik tabaka potansiyelin değiştirilmesiyle üretilen filmlerin akım zaman grafikleride manyetik tabakaya benzer davranış göstermekte ve potansiyel değerinin artmasıyla birlikte nanmanyetik tabakanın depozisyonu sırasında geçen akım değerinin arttığı gözlenmektedir. Akımdaki küçük farklılıklar elektrotların yerleştirilmesindeki farklılıklardan ya da hidrojen çıkışından kaynaklanabilir.

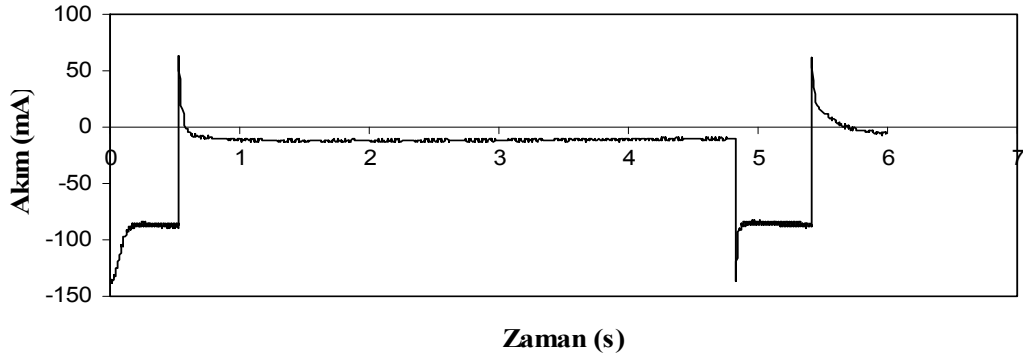
Şekil 4.7’de -1.6 V manyetik -0.3V nanmanyetik depozisyon potansiyelinde 2.5 pH değerindeki çözeltilerden 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] ve

400[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip CoFeCu/Cu filmlerin akım zaman eğrileri verilmiştir. Akımın ilk birkaç saniyeden sonra sabitlendiği görülmektedir. Bu durum depozisyon işleminin kararlı bir akımda gerçekleştiğinin göstergesidir. Akımın kararlılığı depozisyon işlemi esnasında alt tabakaya gelen metal iyonlarının aynı hıza sahip olduğunu belirtir. Bu da oluşan filmin daha homojen olmasını sağlayarak kalitesini artırır. Depozisyon esnasında geçen akımın çözelti pH'ı ile önemli ölçüde değişmediği görülmektedir. Grafikler incelendiğinde filmlerin nanmanyetik tabaka kalınlığının artmasıyla birlikte nanmanyetik tabakanın depozisyon süresindeki artış olduğu görülmektedir. Bütün akım-zaman eğrilerinde görüldüğü gibi katodik akım depozisyon işleminin başlaması ile birlikte bir pik değerine yükselmekte daha sonra kararlı bir hale gelmektedir. Kararlı hale geldikten sonra da depozisyon tamamlanana kadar sabit kalmaktadır. Akım-zaman grafikleri kendi içinde incelendiğinde Cu tabaka akımının azalıp depozisyon süresinin arttığı görülmektedir. Bu durum depozisyon sürecinde katot yüzeyine yakın bölgelerde bulunana Cu iyonlarının azalmasından kaynaklanmaktadır. Cu depozisyonun gerçekleştiği bölgede anodik yönde bir akım görülmektedir. Bu akım, kapasif bir geçişten kaynaklanır.

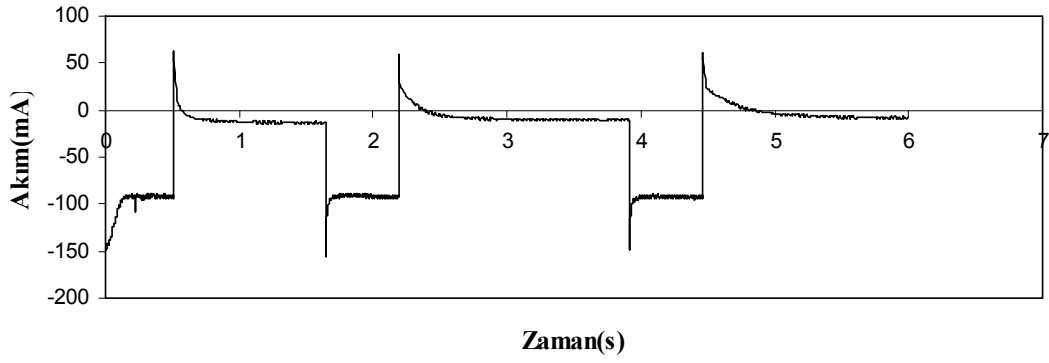


Şekil 4.6: Farklı manyetik tabaka depozisyon potansiyeline göre üretilen filmlerin akım zaman eğrileri

CoFeCu (6.0nm)/Cu(6.0nm)



CoFeCu(6.0nm)/Cu(1.5nm)

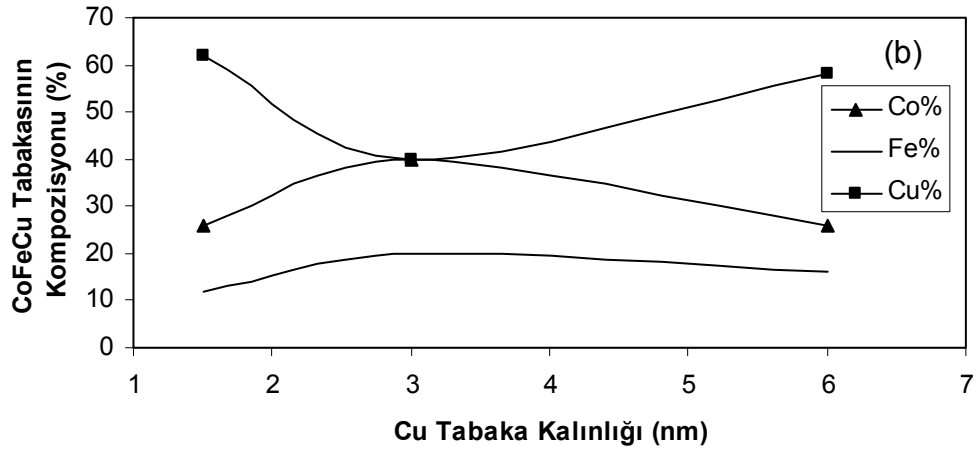
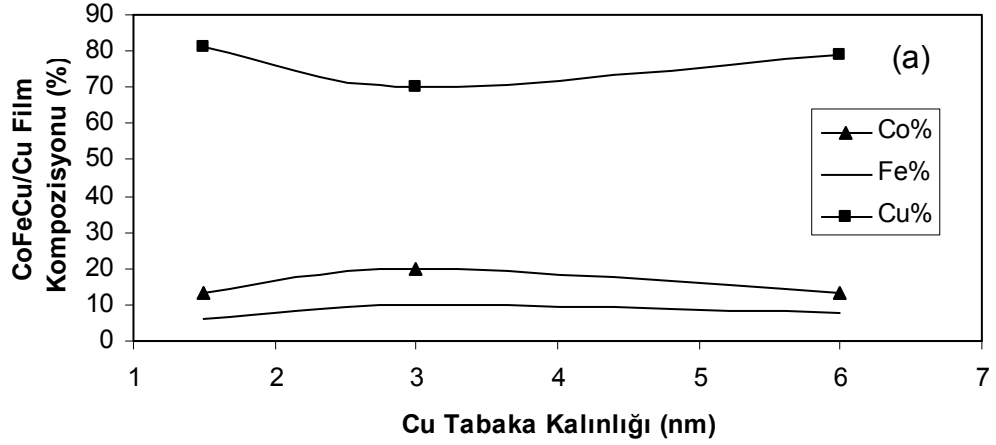


Şekil 4.7: Farklı tabaka kalınlıklarında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin akım-zaman grafikleri

4.1.3 Elementel Analiz

a) Farklı Cu tabaka kalınlığına göre üretilen filmler

Farklı Cu tabaka kalınlığında üretilen filmlerin kimyasal analizleri enerji dağılımlı X-ışını (EDX) spektrometresi kullanılarak yapılmıştır. Filmlerde manyetik tabaka kalınlığı 6.0 nm değerinde sabit tutularak 400[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)], 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] ve 250[CoFeCu(6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarında filmler üretilmiştir. Üretilen filmlerin manyetik tabaka depozisyon potansiyeli Cu'nda depozisyonuna uygun bir potansiyel değeri olduğu için manyetik tabaka içerisine CoFe ile birlikte Cu da depozit edilerek manyetik tabaka CoFeCu üçlü alaşım olmaktadır. Bu CoFe manyetik tabaka içine yerleşen Cu miktarı incelendiğinde film içindeki Cu tabaka kalınlığının artmasıyla birlikte manyetik tabaka içindeki Cu miktarında azalma gözlenmektedir. Film genelindeki %Co(at.), %Fe(at.) ve %Cu(at.) oranlarına bakıldığında Cu tabaka kalınlığındaki artışa bağlı olarak film içerisindeki Cu miktarında da artış gözlenmektedir. Bu değişim Şekil 4.8'de verilmektedir. Manyetik tabaka içerisindeki Cu miktarı film içerisindeki madde miktarları ile beklenen teorik değerler karşılaştırılarak hesaplandı ve film içeriği ile manyetik tabaka içeriğide Tablo 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.8: Farklı Cu tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin, (a) film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği

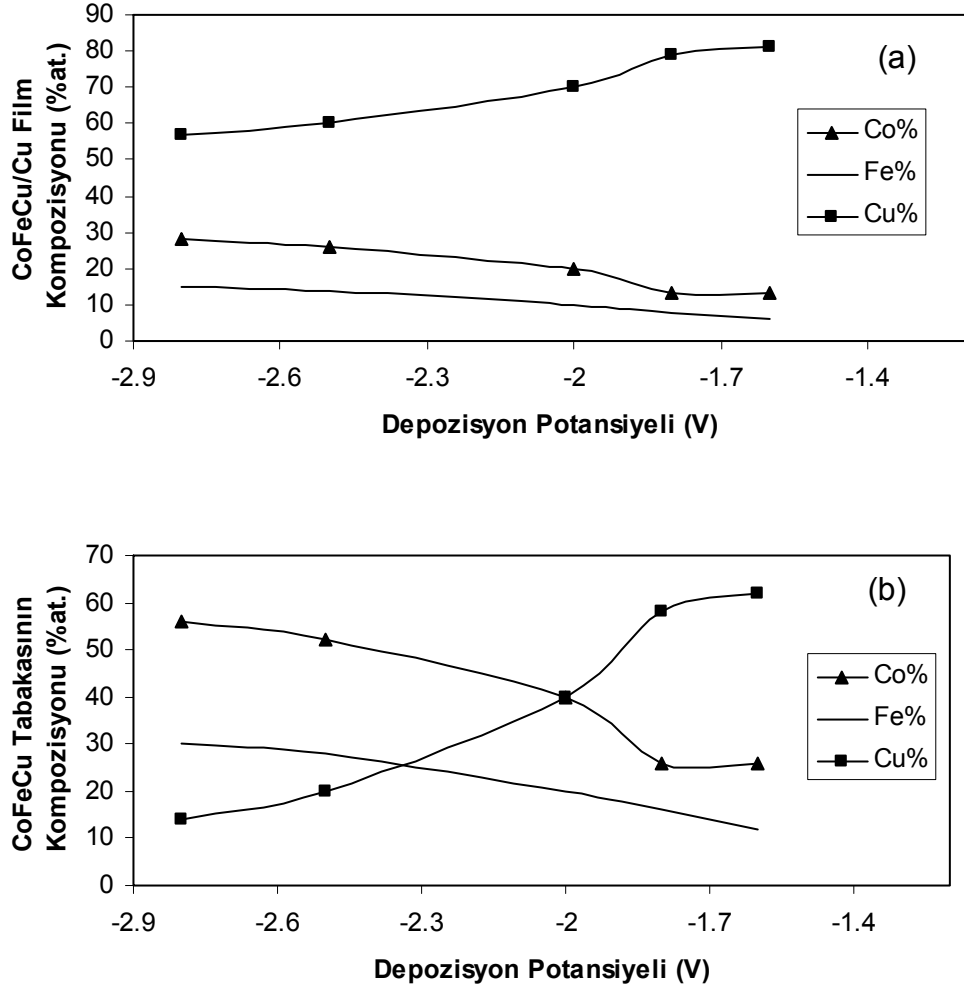
Tablo 4.4: Farklı Cu tabaka kalınlığına sahip filmlerin kimyasal sonuçları

Cu Tabaka Kalınlığı (nm)	CoFeCu/Cu Film Kompozisyonu			CoFeCu Tabakasının Kompozisyonu		
	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %
1.5	14	4	82	17	5	78
3.0	12	5	83	18	8	74
6.0	11	4	85	22	8	70

b) Farklı CoFe tabaka depozisyon potansiyeli

CoFeCu/Cu filmlerin kimyasal analizleri enerji dağılımlı X-ışını spektrometresi kullanılarak yapılmıştır. Filmlerin manyetik tabaka depozisyon potansiyeli -1.6 V ile -2.8 V arasında değiştirilerek filmler üretilmiştir. Filmlerin kimyasal içerikleri, -1.6 V manyetik tabaka depozisyon potansiyelinde Co at.% 13, Fe at.% 6 ve Cu at.% 81, -1.8 V da Co at.% 20, Fe at.% 10 ve Cu at.% 70, -2.0 V da Co at.% 13, Fe at.% 8 ve Cu at.% 79, -2.5 V da Co at.% 26, Fe at.% 14 ve Cu at.% 60 ve -2.8 V da Co at.% 28, Fe at.% 15 ve Cu at.% 57 olarak belirlendi. Üretilen filmin manyetik tabakasının oluşumu sırasında manyetik tabaka içerisinde Cu biriktiği de bilinmektedir. Manyetik tabaka içerisindeki Cu miktarı film içerisindeki madde miktarları ile beklenen teorik değerler karşılaştırılarak hesaplandı ve film içeriği ile manyetik tabaka içeriği de Tablo 4.5'te verilmiştir.

Film içeriği ile ferromanyetik tabaka içerikleri incelendiğinde ferromanyetik tabakanın depozisyon potansiyelindeki artış film ve manyetik tabaka içerisindeki Co ve Fe miktarının artmasını sağlarken Cu miktarının azalmasına sebep olmuştur. Film ve ferromanyetik tabaka içeriğinin depozisyon potansiyeline göre değişimi Şekil 4.9'da verilmiştir. Bu durum depozisyon potansiyeli Cu'a göre daha büyük olan Co ve Fe'in yüksek depozisyon potansiyelinde daha iyi depozisyon olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.9: Farklı depozisyon potansiyelinde üretilen CoFeCu/Cu filmlerin, (a) film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği

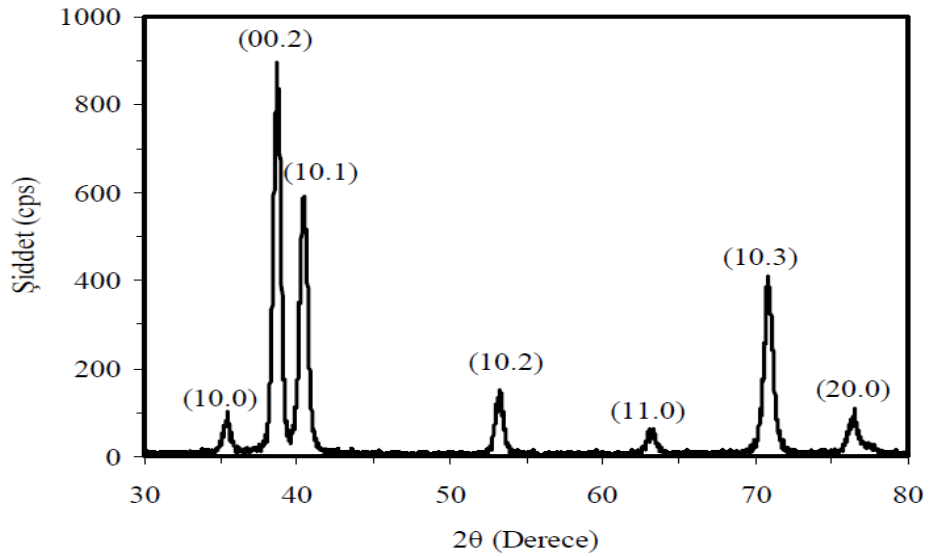
Tablo 4.5: Farklı depozisyon potansiyeline sahip filmlerin kimyasal sonuçları

Üretim Potansiyeli (V)	CoFeCu/Cu Film Kompozisyonu			CoFeCu Tabakasının Kompozisyonu		
	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %
-1.6	13	6	81	26	12	62
-1.8	20	10	70	40	20	40
-2.0	13	8	79	26	16	58
-2.5	26	14	60	52	28	20
-2.8	28	15	57	56	30	14

4.1.4 Yapısal Analiz

a) Farklı Cu Tabaka Kalınlığında Üretilen CoFe/Cu Filmler

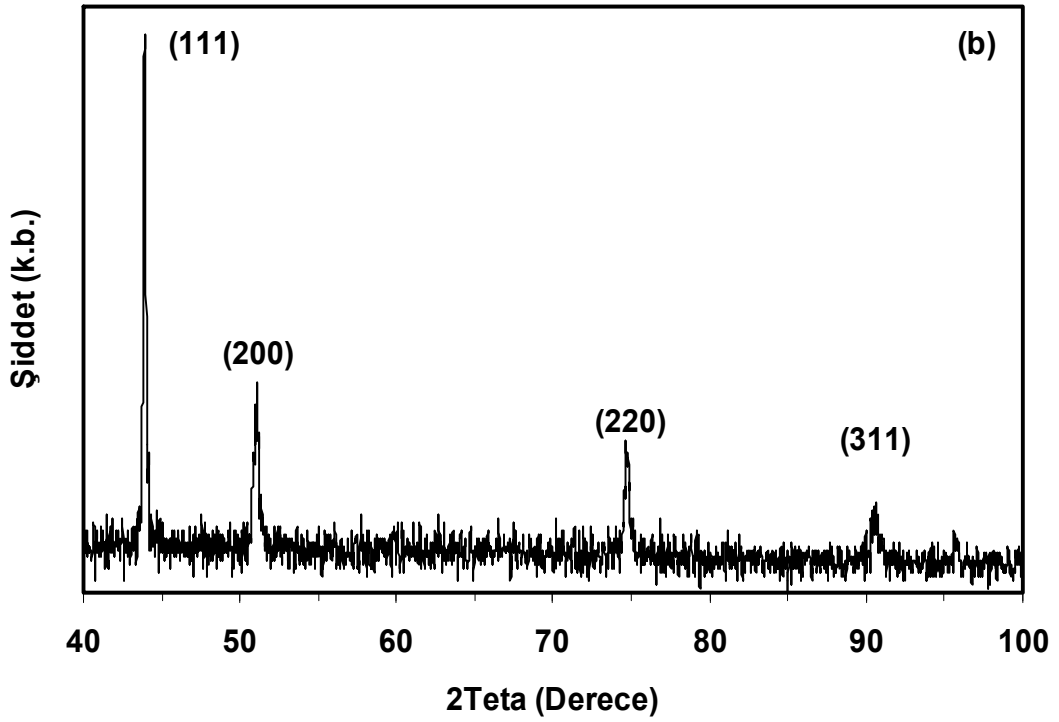
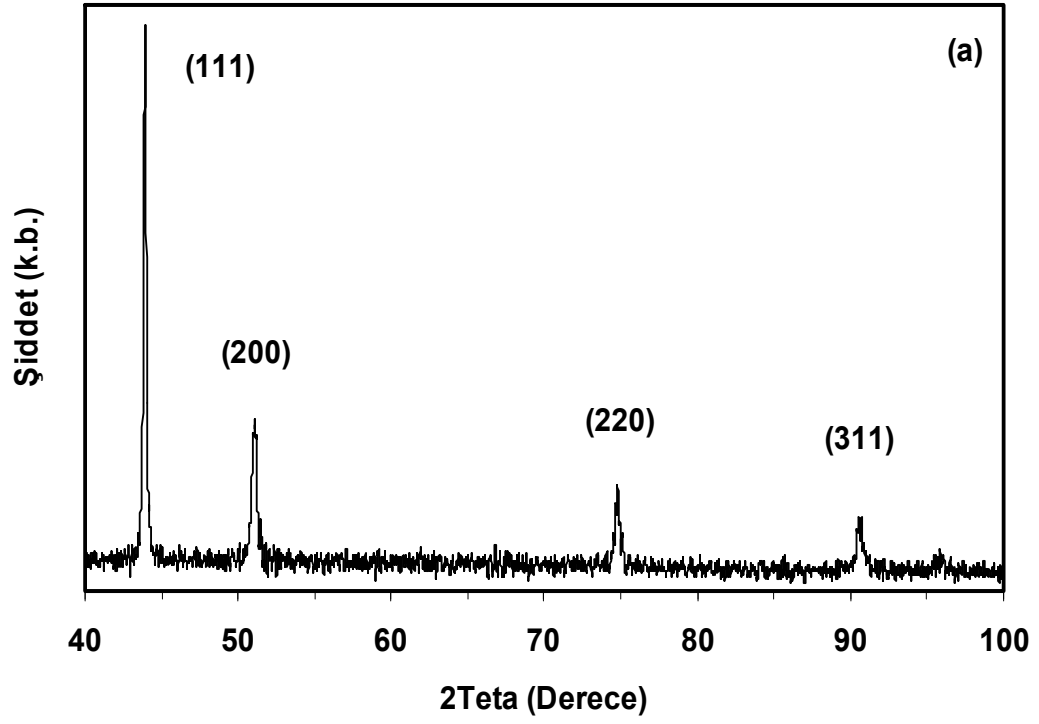
Şekil 4.10'da alttabaka olarak kullanılan polikristal Ti'un XRD spektrumu verildi. Spektrumda 35° , 39° , 40° , 53° , 63° , 71° , 76° civarında hcp yapının karakteristik pikleri gözlemlendi ve bu pikler şekil üzerinde isimlendirildi. Buradan Ti'un hcp yapıya sahip olduğu tespit edildi. En şiddetli iki yansıma ait (00.2) ve (10.1) piklerinin konumlarından örgü sabiti değerleri hesaplandı. $a=0.29434$ nm ve $c=0.46642$ nm olarak bulundu. Bu değerler Ti'un literatürdeki $a=0.29512$ nm ve $c=0.46845$ nm değerleri ile oldukça uyumludur [54].



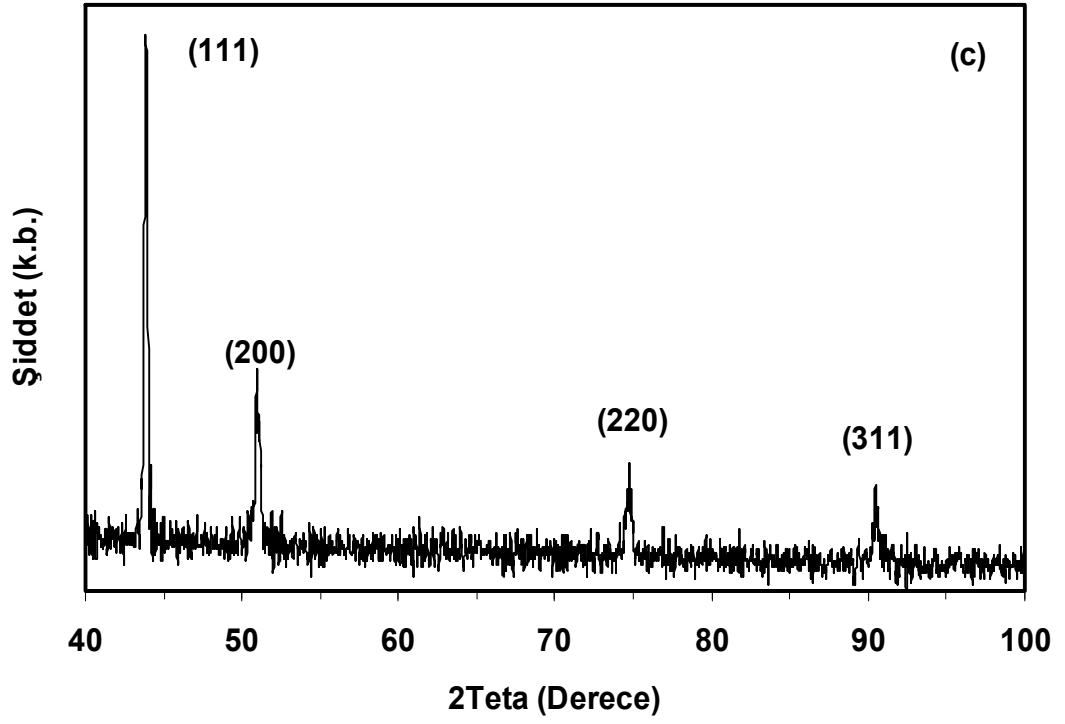
Şekil 4.10: Titanyum(Ti) alt tabakanın XRD spekturumu

Şekil 4.11'de pH:2.50 değerine sahip Ti alttabaka üzerine depozit edilen $400[\text{CoFeCu (6.0 nm)/ Cu 1.5 nm}]$, $334[\text{CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)}]$ ve $250[\text{CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)}]$ tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin XRD spektrumları verildi. Farklı Cu tabaka kalınlığına göre üretilen filmlerin XRD spektrumlarının fcc yapıya sahip olduğu gözlemlenmektedir. Ti alttabaka hcp yapıya sahip olmasına rağmen Cu fcc yapıda olduğundan ve Co, Cu ile birlikte fcc yapıda kristallendiğinden filmler fcc yapıdadır. Film içerisinde bulunan demir bulk

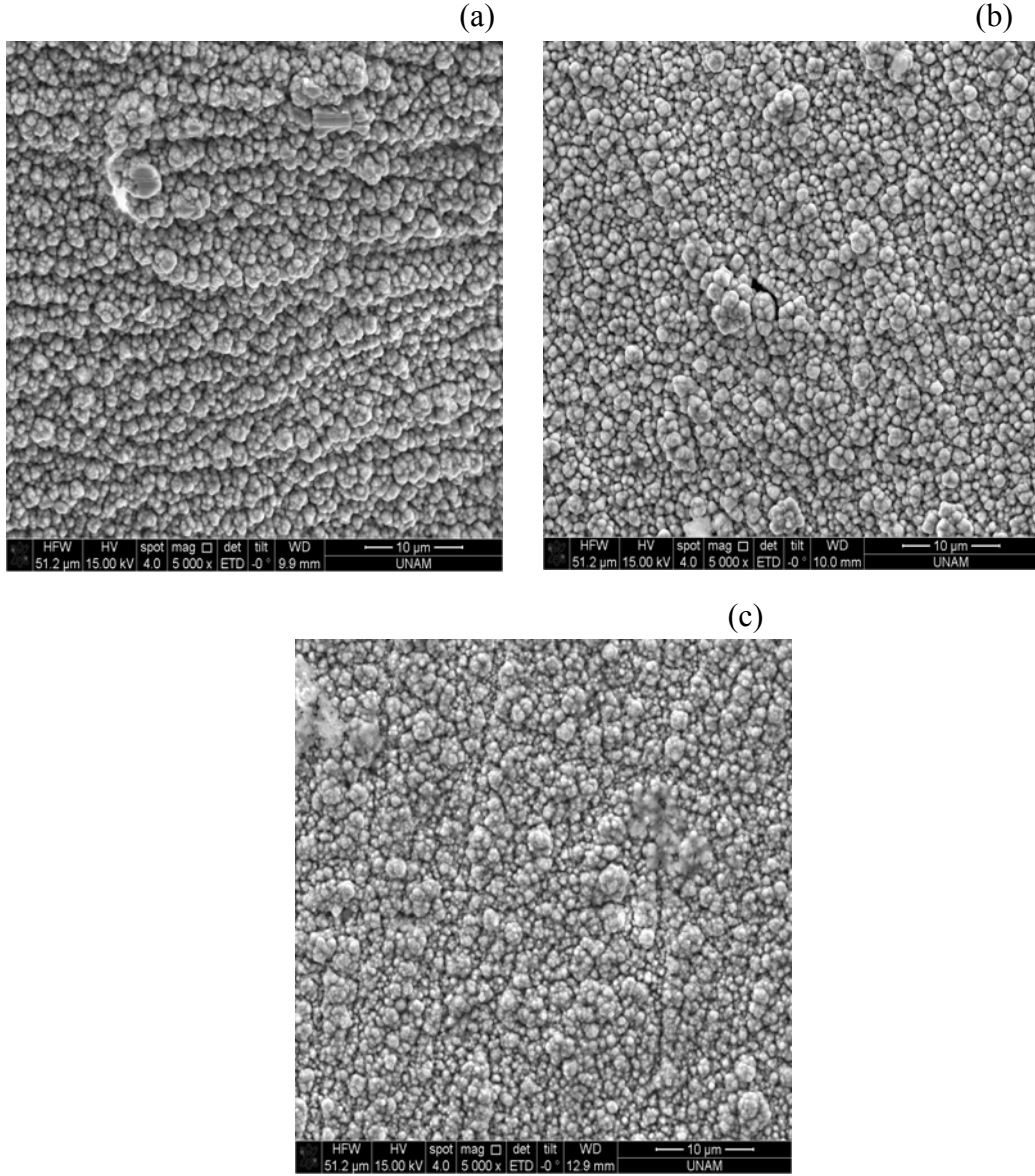
yapılarında hacim merkezli yapı (bcc) göstermektedir. Ancak film içeriğinde yüzde olarak demirin Co ve Cu göre az olması bcc yapının filmlerde görünmesini engellemektedir. Farklı nanmanyetik tabaka kalınlığı sahip filmler 44° , 51° , 74° ve 90° civarında fcc yapının karakteristik pikleri olan sırasıyla (111), (200), (220) ve (311) yansımaları gözlenmektedir. Her bir film için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabitleri hesaplandı. Nanmanyetik tabaka kalınlığı 6.0 nm, 3.0 nm ve 1.5 nm büyütülen filmler için örgü sabiti sırasıyla 0.3584 nm, 0.3581 nm ve 0.3577 nm olarak bulundu. Bu değerler literatürdeki Co, Fe ve Cu'ın örgü sabitleri arasındadır. Cu tabaka kalınlığının azalması ile örgü sabitinin azalarak Co'ın örgü sabitine yaklaşması film içindeki Co miktarının artmasının bir sonucudur. EDX analizlerine göre Cu tabaka kalınlığı azaldıkça film içindeki Co miktarı artmaktadır. XRD spektrumlarında filmlerin uydu pikleri dedekte edilememiştir. Bu Cu'ın depozisyonu sırasında Co'ın geri çözünerek CoFe tabaka kalınlıklarının beklenenden daha ince olmasına ve toplam kalınlığının 3 μm ulaşincaya kadar multilayer yapının bir miktar bozulmasına atfedilebilir [69]. Ancak filmlerin MR ölçüm sonuçlarına göre numunelerin GMR göstermesi yapının çok katmanlı olduğunu doğrulamaktadır. Eşitlik (3.5)'den yararlanılarak yapılan şiddet hesaplamalarına göre Cu tabaka kalınlığı 6.0 nm olan filmlerde $F_{(111)} = 1.084$ bulunduğundan film (111) yönelimine sahipken Cu tabaka kalınlığı 3.0 ve 1.5 nm olan filmlerde sırasıyla $F_{(220)}=1.282$ ve $F_{(220)}=1.146$ bulunduğundan çok katmanlı yapılar (220) yönelimine sahiptir. Şekil 4.12 (a) 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] ve (b) 400[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)] Tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin SEM resimleri gösterildi. Cu tabaka kalınlığı azaldıkça taneler daha dağınık ve heterojen bir dağılıma sahipken Cu tabaka kalınlığı arttıkça daha düzenli bir yapı görülmektedir. XRD desenlerinde gözlenen düzlemler göre hesaplanan filmlerin ortalama tane büyüklükleri 6.0 nm ve 3.0 nm olan filmlerde 62 nm iken tabaka kalınlığı 1.5 nm iken 76 nm ye çıktığı gözlenmektedir.



Şekil 4.11: pH:2.50, (a) 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] (b) 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] , (c) 400[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)] kalınlığına sahip çok katmanlı filmin XRD spektrumu



Şekil 4.11 (devam): pH:2.50 (a) 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] (b) 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] (c) 400[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)] kalınlığına sahip çok katmanlı filmin XRD spektrumu.

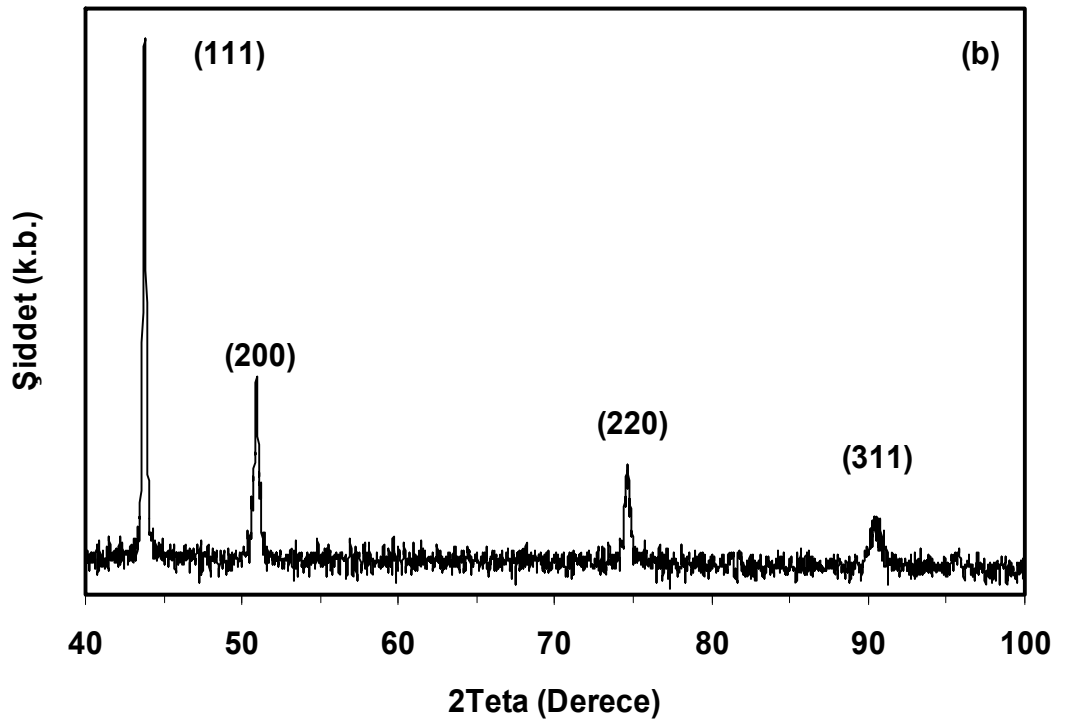
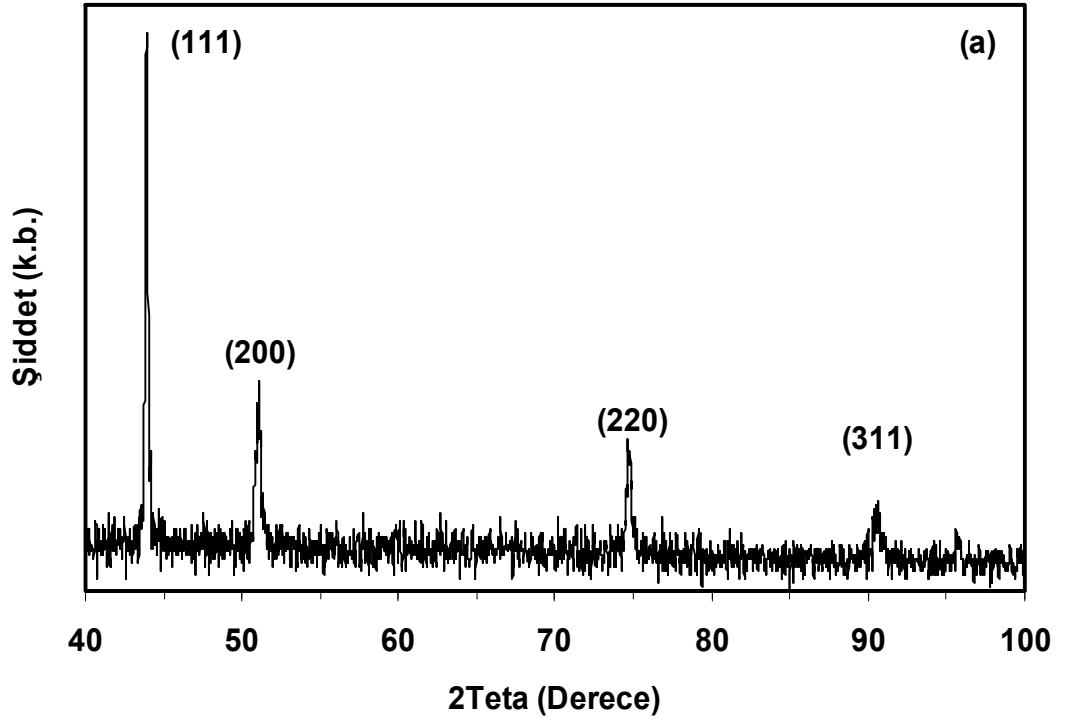


Şekil 4.12: pH:2.50, (a) 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)], (b) 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] ve (c) 400[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)], tabaka kalınlıklarına sahip çok katmanlı filmlerin yüzey morfolojisi

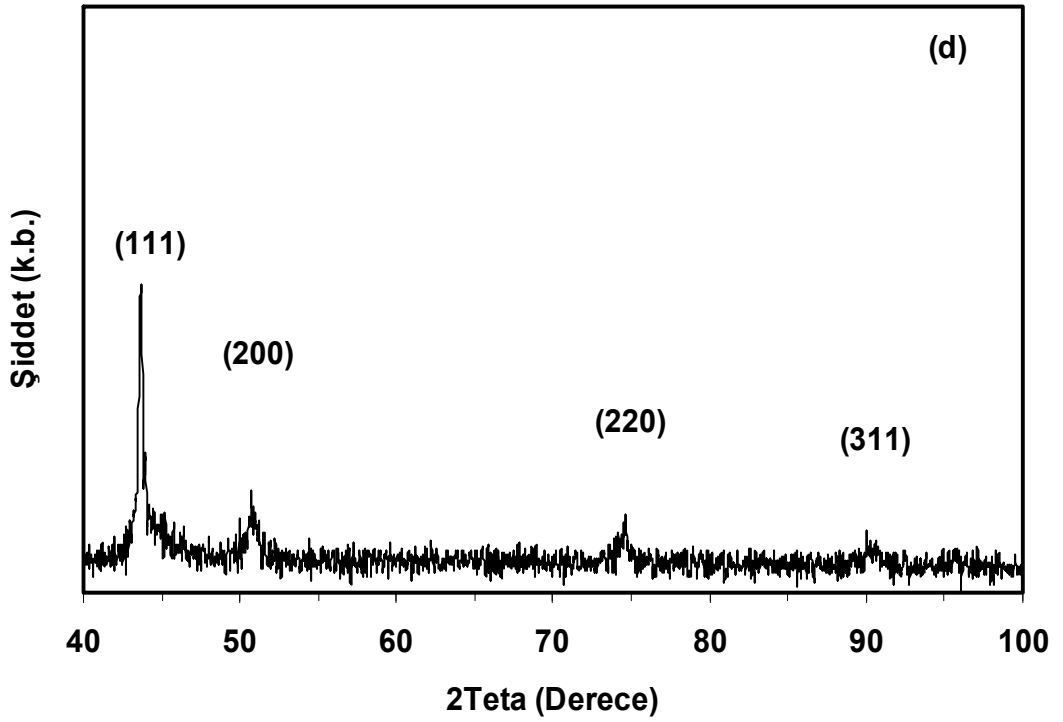
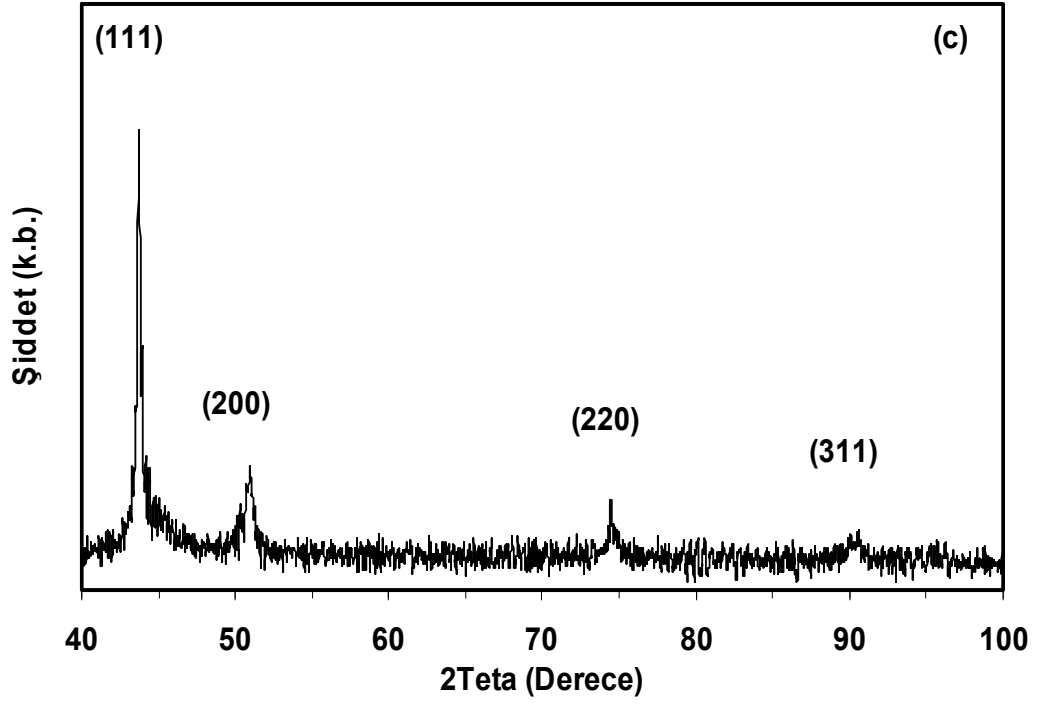
b) Farklı Manyetik Tabaka Depozisyon Potansiyeli

Şekil 4.13’de pH:2.50,değerine sahip Ti alttabaka üzerine 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığı ve manyetik tabaka depozisyon potansiyeli -1.6, -1.8, -2.5 ve -2.8 V olan filmlerin XRD spektrumları verildi. Farklı manyetik tabaka depozisyon potansiyeline göre üretilen filmlerin XRD spektrumlarının fcc yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Ti alttabakanın hcp yapısı film içerisinde bulunan

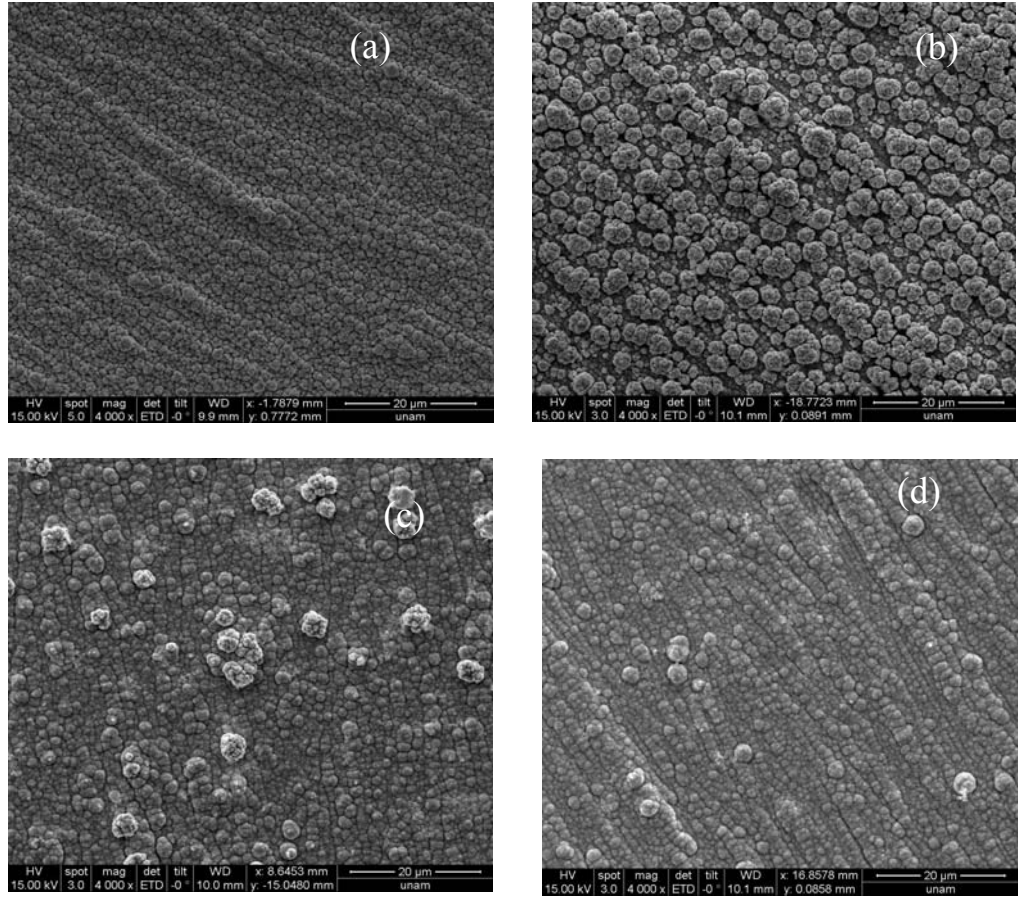
Fe'in bcc yapısı, Cu ve Co'nun fcc yapısının baskınlığından dolayı kendini göstermemiştir. Farklı manyetik tabaka depozisyon potansiyeline sahip filmler 44°, 51°, 74° ve 90° civarında fcc yapının karakteristik pikleri olan sırasıyla (111), (200), (220) ve (311) yansımaları gözlenmektedir. Her bir film için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabitleri hesaplandı. Manyetik tabaka depozisyon potansiyeli -1.6, -1.8, -2.5 ve -2.8 V değerlerinde büyütülen filmler için örgü sabiti sırasıyla 0.3582 nm, 0.3588 nm, 0.3591 nm ve 0.3592 nm olarak bulundu. Bu değerler literatür ile uyumludur [71]. XRD spektrumlarında çok katmanlı yapıların uydu pikleri dedekte edilememiştir. Bu Cu'ın depozisyonu sırasında Co'nun geri çözünerek geri çözünme sırasında çok katmanlı yapının bir miktar bozulmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir [69]. Eşitlik (3.5)' den yararlanılarak yapılan şiddet hesaplamalarına göre manyetik tabakanın depozisyon potansiyeli -1.6 ve -1.8 V olan filmlerde $F_{(311)} = 1.309$ ve $F_{(311)} = 1.189$ bulunduğundan film (311) yönelimine sahipken manyetik tabaka depozisyon potansiyeli -2.5 ve -2.8V olan filmlerde sırasıyla $F_{(220)}=1.204$ ve $F_{(220)}=1.373$ bulunduğundan filmler (111) yönelimine sahiptir. Şekil 4.14 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığı ve pH= 2.50 çözeltisinden farklı manyetik tabaka depozisyon potansiyeline göre üretilen filmlerin SEM resimleri gösterilmektedir. -1.6 V manyetik tabaka potansiyeli üretilen filmlerde film yüzeyi düzgün ve homojen bir yapıya sahipken depozisyon potansiyelindeki artışla birlikte film yüzeyindeki homojenlik bozulmakta ve daha düzensiz bir yapının oluştuğu görülmektedir. Bu düzensizlik XRD desenlerinden hesaplanan tane büyüklükleri ile de anlaşılabilir. Filmlerin ortalama tane büyüklükleri manyetik tabaka depozisyon potansiyeli -1.6, -1.8, -2.5 ve -2.8 V alınarak üretilen filmlerde sırasıyla 40, 60, 72 ve 43nm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 4.13: pH:2.50 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığı ve manyetik tabaka deposiyon potansiyeli (a) -1.6, (b) -1.8, (c) -2.5 ve (d) -2.8V olan çok katmanlı filmin XRD spektrumu



Şekil 4.13 (devam): pH:2.50, 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığı ve manyetik tabaka deposizyon potansiyeli (a) -1.6, (b) -1.8, (c) -2.5 ve (d) -2.8V olan çok katmanlı filmin XRD spektrumu



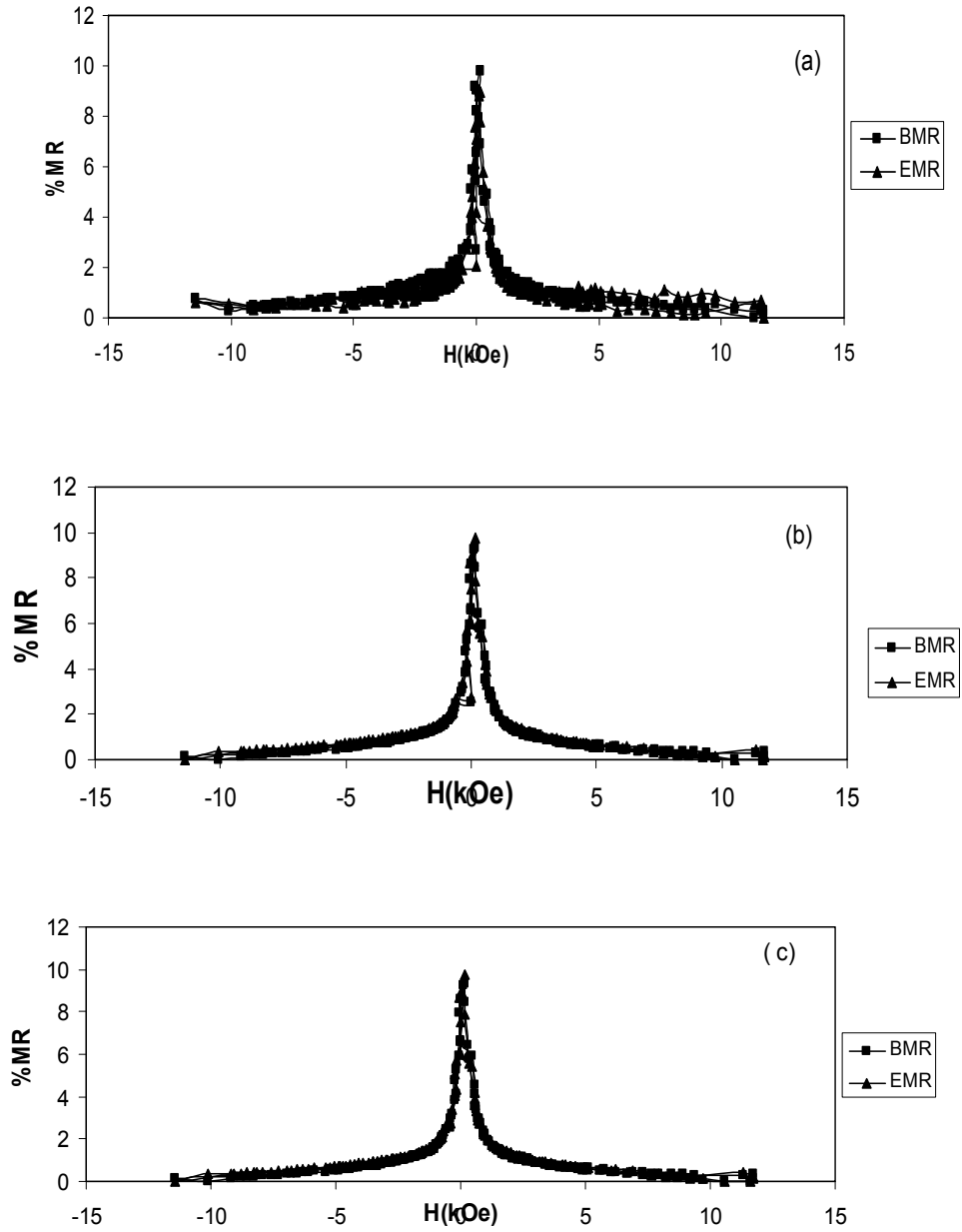
Şekil 4.14: Ferromanyetik tabaka depozisyon potansiyeli (a) -1.6 V, (b) -1.8 V (c) - 2.5 V ve (d) -2.8 V değerine sahip filmlerin yüzey morfolojisi

4.1.5 Manyetorezistans Karakterizasyonu

a) Farklı Cu Tabaka Kalınlığında Üretilen CoFe/Cu filmler

Şekil 4.15’de pH= 2.5 değerindeki çözeltiden üretilen, CoFeCu tabaka kalınlığı 6 nm’de sabit tutularak Cu tabaka kalınlığı değiştirilen çok katmanlı filmlerin MR eğrileri gösterildi. Her iki değerde Eşitlik (3.5)’den yararlanılarak bulundu. Tüm filmler GMR etki göstermektedir. Grafikler incelendiğinde Cu tabaka kalınlığının artması ile eğrilerin doyuma ulaşma eğilimlerinde artma gözlenmektedir. MR değerinin Cu tabaka kalınlığına bağlı olarak değişimi incelendiğinde filmlerin ortalama % 9 MR değişimi gösterdiği görülmektedir. Şekillerden görüldüğü gibi MR değerleri 5 kOe’ lik manyetik alanlarda bile doyuma ulaşmaz. Bu,

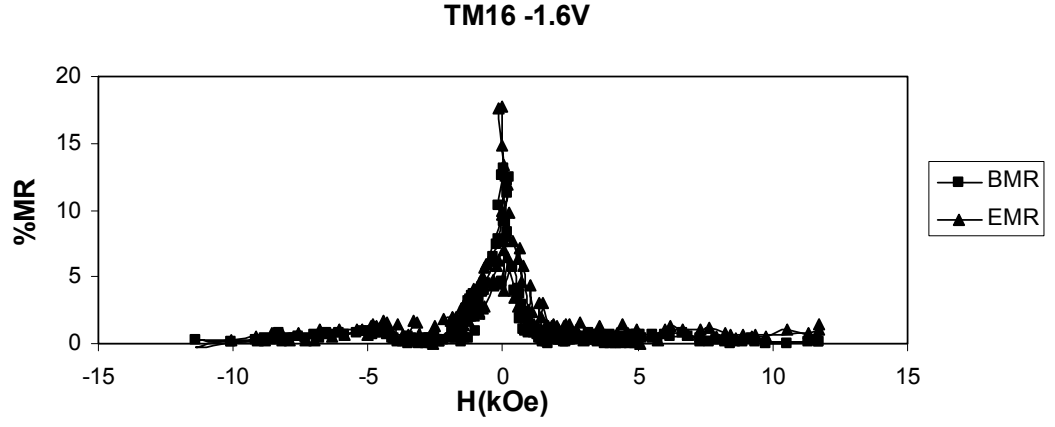
ferromanyetik tabakalar içindeki süperparamanyetik (SPM) bölgelerin varlığına atfedilebilir [74,75]



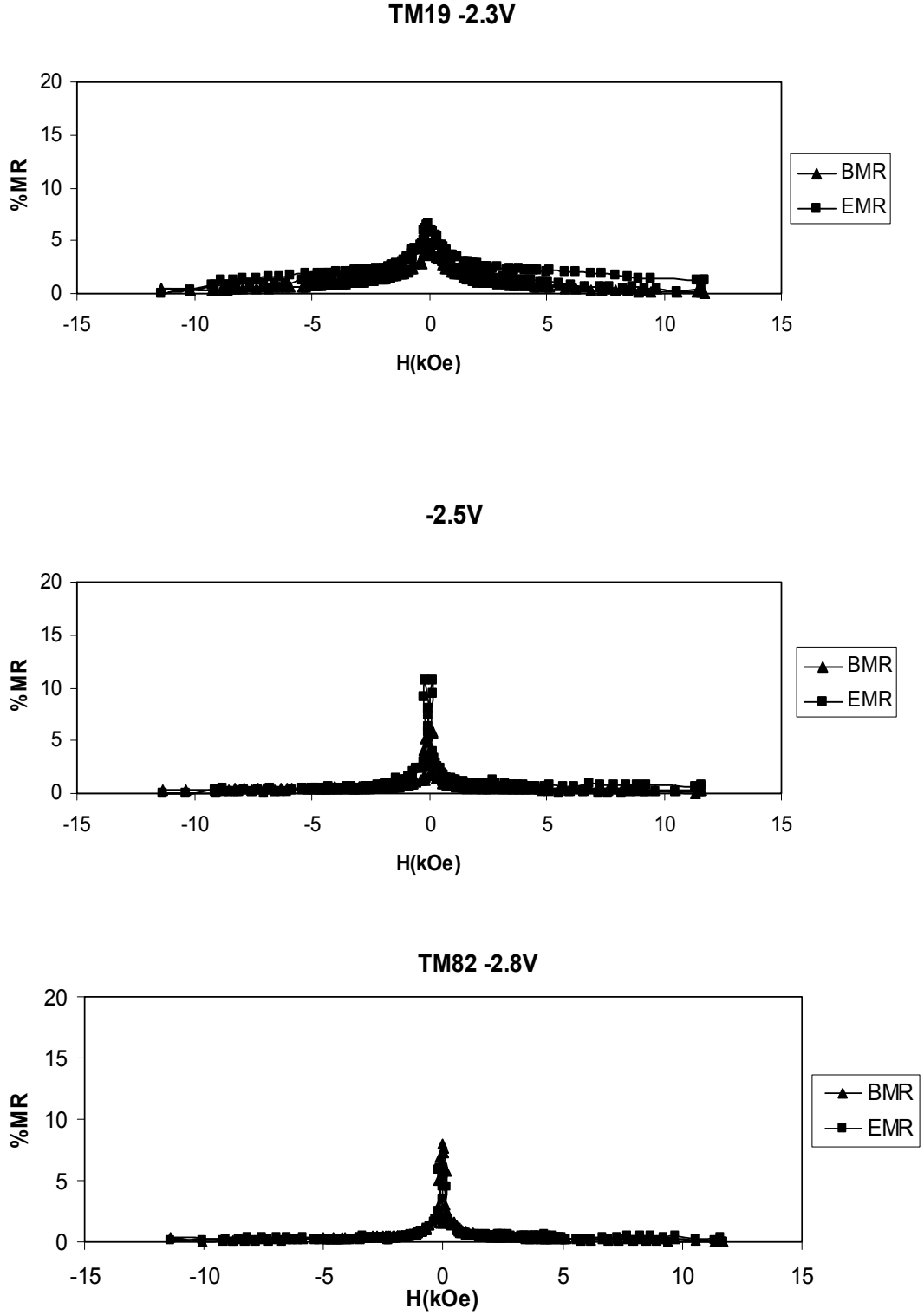
Şekil 4.15: (a) 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)], (b) 334 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)], (c) 400 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin MR eğrileri

b) Farklı CoFe Tabaka Depozisyon Potansiyeli

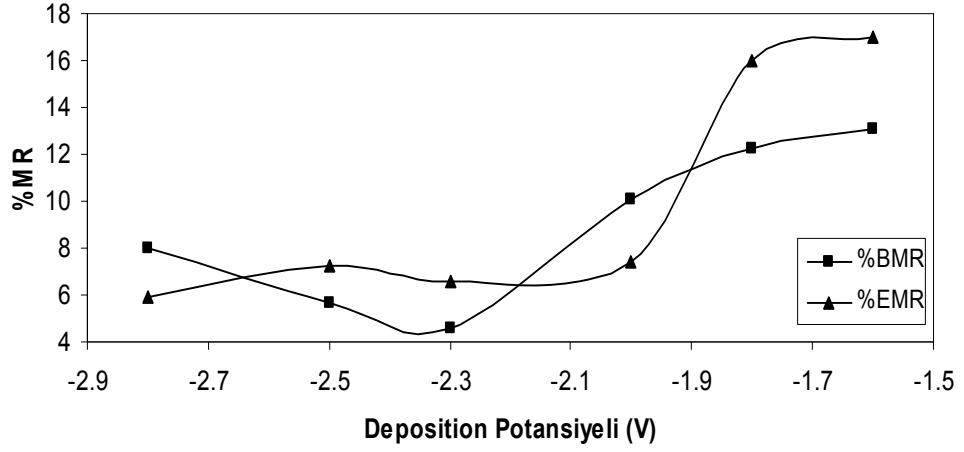
Şekil 4.16 (a) ve (b)'de sırasıyla -1.6 V, -1.8 V, -2.0 V, -2.3 V, -2.5 V ve -2.8 V manyetik tabaka depozisyon potansiyelinde üretilen 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] filmlerin MR eğrileri verildi. Filmlerde düşük potansiyelde (-1.6 V) üretilen filmlerin doyuma ulaşmaları daha fazla alan verilmesi gerekmekte iken yüksek depozisyon potansiyelinde (-2.8 V gibi) üretilen filmler doyuma ulaşmaları daha küçük alanlarda gerçekleştiği gözlenmektedir. Şekil 4.17' da 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin MR değerlerinin manyetik tabaka potansiyeli ile değişimi verildi. Potansiyeldeki artış ile filmlerin BMR ve EMR değerlerinin azaldığı görülmektedir. Filmlerin %BMR ve %EMR değerlerinin depozisyon potansiyeline göre değişimleri Tablo 4.6'te verilmiştir. MR değerinin azalması farklı örgü oluşumu, yüzey/ ara yüzey kabalığı ve ferromanyetik tabakadaki Cu miktarı gibi farklı mikroyapısal değişikliklerden kaynaklanabilir. EDX sonuçlarına göre, incelenen filmlerde depozisyon potansiyeli arttıkça hem tüm filmde hemde ferromanyetik tabaka içerisindeki Co ve Fe miktarında artış görülmektedir. Cu miktarı da azalmaktadır. Bu, yüksek depozisyon potansiyelinde Co'ın geri çözünmesinin azalmasından kaynaklanabilir. Dolayısıyla Co'ın geri çözünmesi azaldıkça ara yüzeylerin pürüzlülüğü de azalacağından Co tabakaları arasındaki ferromanyetik çiftlenim kuvvetlenir ve MR değeri yükselir.



Şekil 4.16: Manyetik tabaka depozisyon potansiyellerinin (a) -1.6 V, (b) -1.8 V, (c) -2.0 V, (d) -2.3 V, (e) -2.5 V ve (f) -2.8 V olduğu 250 [CoFeCu (6.0 nm)/Cu (6.0 nm)] filmlerin MR eğrileri



Şekil 4.16 (devam): Manyetik tabaka deposiyon potansiyellerinin (a) -1.6 V, (b) -1.8 V, (c) -2.0 V, (d) -2.3 V, (e) -2.5 V ve (f) -2.8 V olduğu 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] filmlerin MR eğrileri.



Şekil 4.17: pH:2.50 olan çözültiden farklı depozisyon potansiyelinde üretilen filmlerde %BMR ve %EMR değişimi

Tablo 4.6: Manyetik tabaka depozisyon potansiyeli değiştirilen filmlerin %BMR ve %EMR değerleri

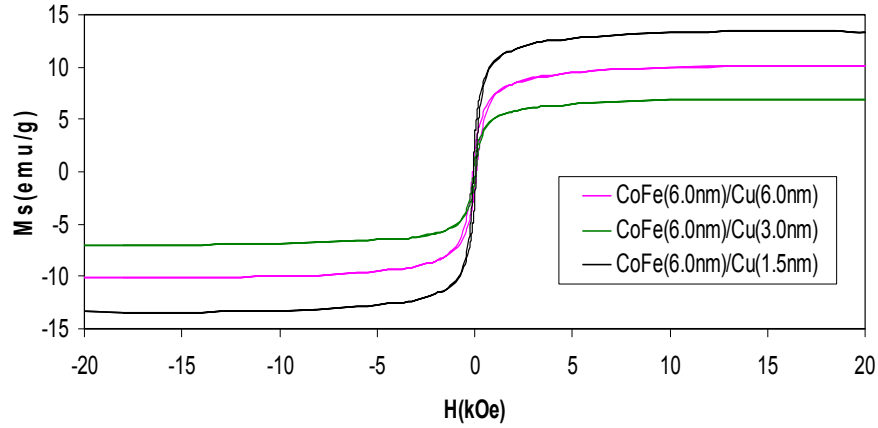
Depozisyon Potansiyeli (V)	%BMR	%EMR
-1.6	13	17
-1.8	12	16
-2.0	10	7
-2.3	4	6
-2.5	5	7
-2.8	8	6

4.1.6 Manyetik analiz

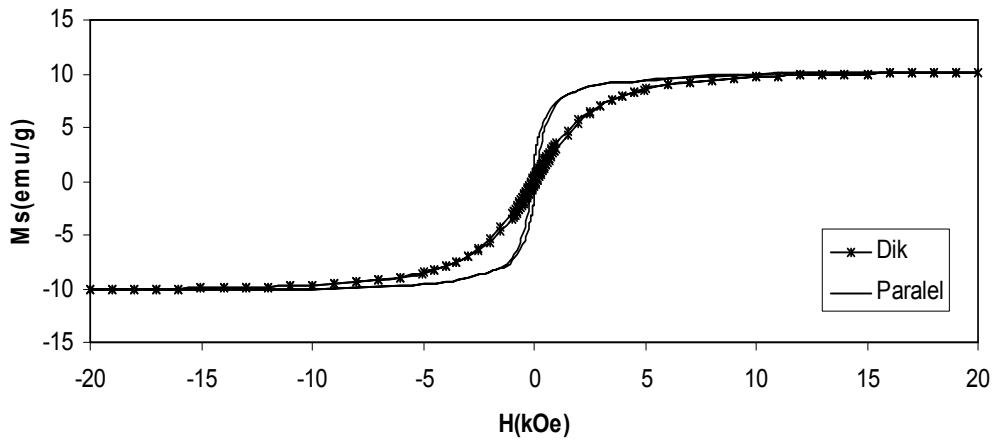
a) Farklı Cu Tabaka Kalınlığında Üretilen CoFe/Cu filmler

Farklı Cu tabaka kalınlığına sahip filmlerin manyetik ölçümleri, manyetik alan film düzlemine hem paralel hem de dik uygulanarak VSM ile yapıldı. Histerisis eğrilerinin doyuma ulaştıkları noktalardaki manyetik moment değeri numunenin kütlesine bölünerek birim kütle başına düşen manyetik moment değeri (doyum manyetizasyonu) hesaplandı.

Şekil 4.18 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)], 334 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)], 400 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerinin histerisis eğrilerini göstermektedir. Cu tabaka kalınlığı sırasıyla 6.0, 3.0 ve 1.5 nm olan filmler için hesaplanan doyum manyetizasyonu (M_s) değerleri 7, 10 ve 13 emu/g dir. Cu tabaka kalınlığı arttıkça, M_s azaldığı görülmektedir. Bu azalma beklenen bir sonuçtur. Film içerisindeki manyetik bileşenlerin % değerlerindeki azalma sebebi ile gerçekleşebileceği düşünülmektedir. Manyetik filmlerde koersivite alanının (H_c) 125 Oe altında olması filmin yumuşak üstünde olması ise sert manyetik malzeme olarak isinlendirilmesine neden olmaktadır. 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmin $H_c = 93$ Oe iken 334 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] kalınlığına sahip filmde 59 Oe olarak belirlendi. H_c 'nin azalan Cu tabaka kalınlığına bağlı olarak azaldığı görülmektedir. Şekil 4.19 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik olduğu durumları göstermektedir. Buradan net olarak görülmektedirki kolay eksen film yüzeyine paraleldir.



Şekil 4.18: 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)], 334 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] ve 400 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (1.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)



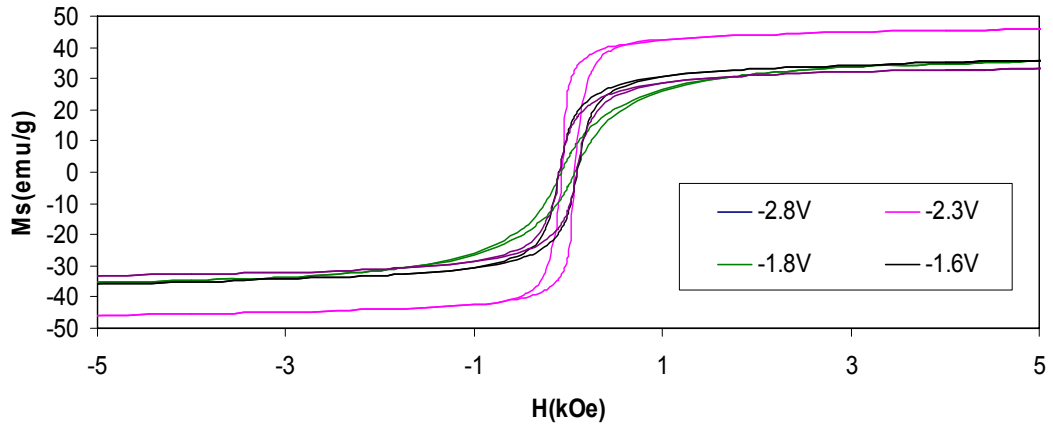
Şekil 4.19: 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri

b) Farklı CoFe Tabaka Depozisyon Potansiyeli

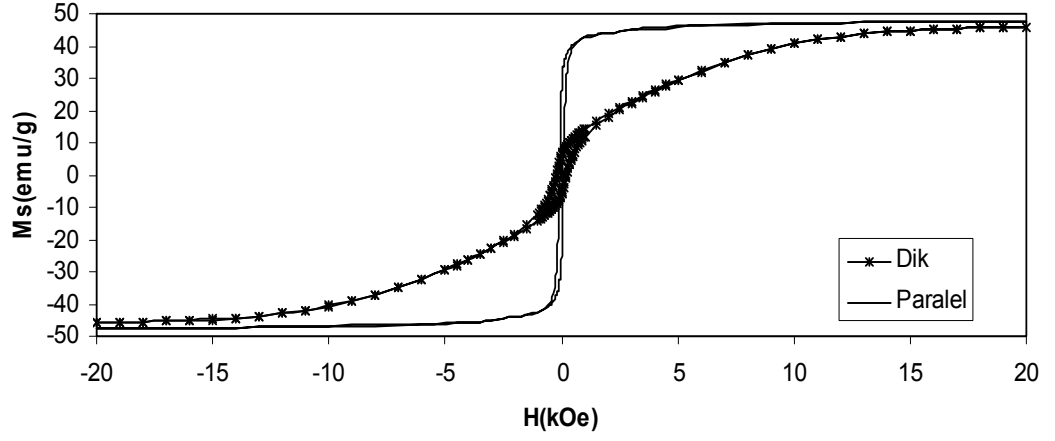
Şekil 4.19 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında -1.6 V, -1.8 V, -2.3 V ve -2.8 V ta üretilen filmlerin histerisis eğrilerini göstermektedir. Depozisyon potansiyeli -1.6 V,-1.8 V,-2.3 V ve -2.8 Volan filmler için doyum manyetizasyonu değerleri (M_s) sırası ile 34, 39, 12 ve 47 emu/g olarak hesaplandı. Depozisyon potansiyelindeki artış ile birlikte, M_s değerlerinde kısmi bir artış olmakla

birlikte -2.3 V deęerinde M_s deęerinin bu artıřtan saparak bir miktar azaldığı grlmektedir. M_s deęerleri film ierisindeki manyetik malzeme miktarı ile doęru orantılıdır. EDX sonuları incelendięinde filmlerdeki depozisyon potansiyelinin artmasına baęlı olarak manyetik malzemeninde arttıęı grlmektedir. Bu artıřta aynı zamanda yzey kabalıęından dolayı Cu tabakası iine giren Co miktarının ve yzey kabalıęının azalmasının da ekisi olduęu dřnlmektedir. Filmlerin kalıcı manyetizasyonları (M_r) incelendięinde bu deęerlerinde M_s deęerleri gibi arttıęı grlmektedir. 1.6 V, -1.8 V, -2.3 V ve -2.8 V depozisyon potansiyeline sahip filmlerin koversivite deęerlerinin sırasıyla 90, 94, 74 ve 67 Oe olduęu belirlendi. H_c 'nin aratan manyetik tabaka depozisyon potansiyeline baęlı olarak azalma eęiliminde olduęu grlmektedir. Őekil 4.21 manyetik tabaka depozisyon potansiyeli -2.8 V olan film iin manyetik alanın film yzeyine paralel ve dik olduęu durumları gstermektedir. Buradan net olarak grlmektedirki kolay eksen film yzeyine paraleldir.

Tm filmlerin retim Őartları, elementel analizleri, yapısal analizleri, manyetik diren olmleri ve manyetik analizleri Tablo 4.7'da zetlenmiřtir



Őekil 4.20: Manyetik tabaka depozisyon potansiyeli -1.6 V, -1.8 V, -2.3 V ve -2.8 V olan filmlerin histerisis eęrileri(Manyetik alan film dzlemine paralel uygulanmıřtır.)



Şekil 4.21: -2.8 V katot potansiyelindeki, 250 [CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri

Tablo 4.7: Cu tabaka kalınlığı ve CoFeCu depoziyon potansiyeline bağı olarak elde edilen numunelerin elementel, yapısal manyetotransport ve manyetik sonuçları.

Film Üretim Parametreleri				Sonuçlar										
Numune	pH (±0.02)	Tabaka Kalınlığı CoFeCu(nm)/Cu(nm)	Üretim Potansiyeli (V)		EDX			XRD	%MR		VSM			
			CoFeCu	Cu	Co (%at.)	Fe (%at.)	Cu (%at)	Tane Büyüklüğü (nm)	%BMR	%EMR	M _s (emu/g)	H _c (Oe)		
TM8	2.50	6.0/6.0			11	4	85	62	9.8	9.1	10	93		
TM7		6.0/3.0			12	5	83	62	9.3	9.7	7	59		
TM6		6.0/1.5			-1.6	-0.3	14	4	82	76	9.2	9.6	13	-
TM16		6.0/6.0		-1.6	-0.3	13	6	81	40	13	17	34	90	
TM80						-1.8	20	10	70	60	12	16	39	94
TM19						-2.0	13	8	79	-	10	7	-	-
TM81						-2.5	26	14	60	72	5	7	-	-
TM82						-2.8	28	15	57	43	8	6	47	67

4.2 CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmlere L(+) askorbik asit etkisi

4.2.1 CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmlerin Büyütülmesi ve Hazırlanması

Bu bölümde CoFeCu/Cu filmlere L(+) askorbik asitin etkisi incelenmektedir. Bu nedenle TCFC çözeltisine 0.01 M, 0.02 M, 0.04 M, 0.06 M, 0.08 M ve 0.1 M L(+) askorbik asit eklenerek çözeltiler oluşturuldu. Çözelti sıcaklıkları tüm çalışma boyunca 40°C'de sabit tutulurken artan asit miktarıyla çözeltilerin pH değerleri sırasıyla 2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95 ve 1.90 değerlerine sahiptir. Çözelti içerisine eklenen L(+) askorbik asit çözelti içerisinde bulunan Fe⁺² iyonlarının Fe⁺³ iyonlarına dönüşerek çözelti içerisinde sarımtırak bir çökelti oluşmasını engellemektedir. Bu durum asit ile demir iyonlarının bir kompleks oluşturmasına ve oksitlenmelerinin azalmasına atfedilebilir. Asit eklenen çözeltilerden 250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0 nm)], 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] ve 334[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(3.0 nm)] tabaka kalınlıklarında toplam kalınlığı 3µm olan filmler üretildi. Filmlerin üretimi için seçilecek potansiyel değerleri bir önceki bölümde farklı depozisyon potansiyeline göre üretilen filmlerden elde edilen sonuçlar göz önüne alınarak manyetik tabaka depozisyon potansiyeli -1.6 V seçilirken nanmanyetik tabaka depozisyon potansiyeli -0.3 V olarak belirlenmişti.

L(+) askorbik asitin CoFeCu/Cu filmlerin büyüme mekanizmalarını, film kompozisyonlarını, yapısal, manyetorezistans ve manyetik özelliklerini nasıl etkilediğini görmek amacı ile üretilen filmlere ait değerler Tablo 4.8'de verilmiştir.

Tablo 4.8: Değişen L(+) askorbik asit miktarına göre üretilen filmler

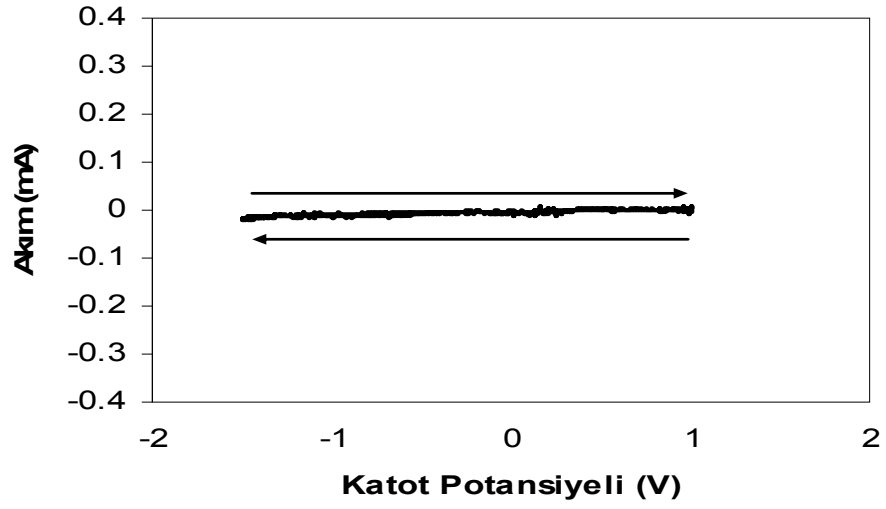
ÖRNEK ADI	[CoFeCu(nm)/Cu(nm)]	L(+) Askorbik Asit (M)	pH
TM45	60/60	0.01	2.50
TM49		0.02	2.30
TM53		0.04	2.10
TM60		0.06	2.00
TM116		0.08	1.95
TM122		0.1	1.90

ÖRNEK ADI	[CoFeCu(nm)/Cu(nm)]	L(+) Askorbik Asit (M)	pH
TM100	60/45	0.01	2.50
TM102		0.02	2.30
TM113		0.04	2.10
TM115		0.06	2.00
TM117		0.08	1.95
TM124		0.1	1.90

ÖRNEK ADI	[CoFeCu(nm)/Cu(nm)]	L(+) Askorbik Asit (M)	pH
TM46	60/30	0.01	2.50
TM50		0.02	2.30
TM54		0.04	2.10
TM61		0.06	2.00
TM118		0.08	1.95
TM123		0.1	1.90

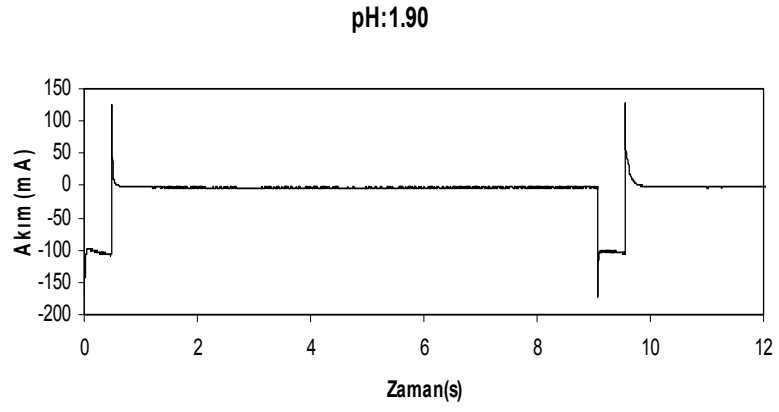
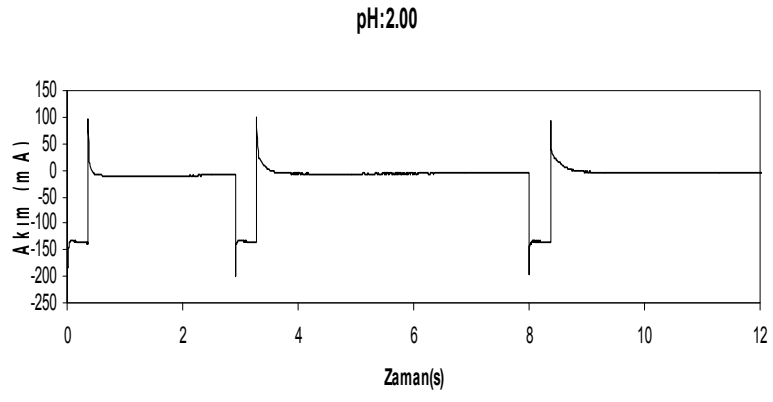
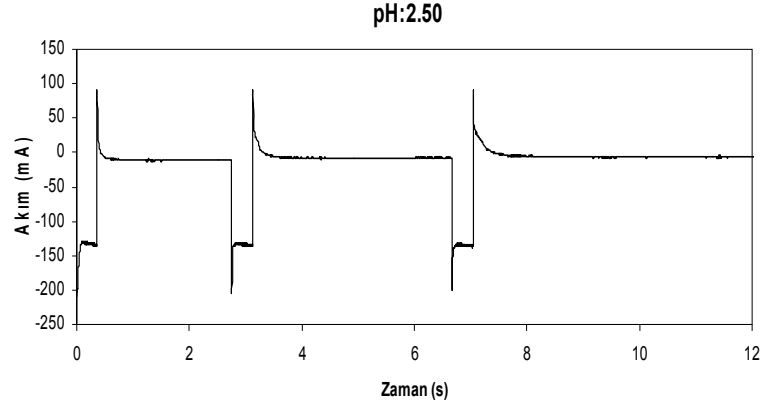
4.2.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon

Elektrokimyasal karakterizasyon için dönüşümlü voltametri yöntemi kullanıldı. Bölüm 4.1.1’de Co, Fe, Cu iyonları ile CoFeCu iyonlarından oluşan çözeltinin elektrokimyasal incelemesi yapılmıştır. Bu bölümde malzemelerin L(+) askorbik asit etkisindeki elektrokimyasal incelemeleri yapıldı. L(+) askorbik asit borik asitte olduğu gibi değişen potansiyel ile çözelti içerisinde bir akım oluşturmamakta buda bu maddenin çözelti içerisinde diğer kimyasallar ile birlikte depozisyona katılmadığının bir göstergesidir. Şekil 4.22’de L(+) askorbik asitin dönüşümlü voltametri grafiği görülmektedir.



Şekil 4.22: pH= 3.20 değerine sahip ve 40°C sıcaklığındaki L(+) askorbik çözeltisinin DV eğrisi

Filmlerin büyüme mekanizmaları film depozisyonu sırasında bilgisayar programı tarafından kaydedilen akım zaman grafikleri ile incelenmektedir. Şekil 4.23'te pH değişimine göre büyütülen filmlerin akım zaman grafikleri verilmiştir. Akım zamanları göstermektedirki azalan pH ile CoFeCu tabakasının depozisyonun gerçekleştiği zaman aralıklarında akım değerleri neredeyse sabittir. Ancak azalan pH değeri ile Cu depozisyonunun gerçekleştiği zaman aralığının arttığı görülmektedir.

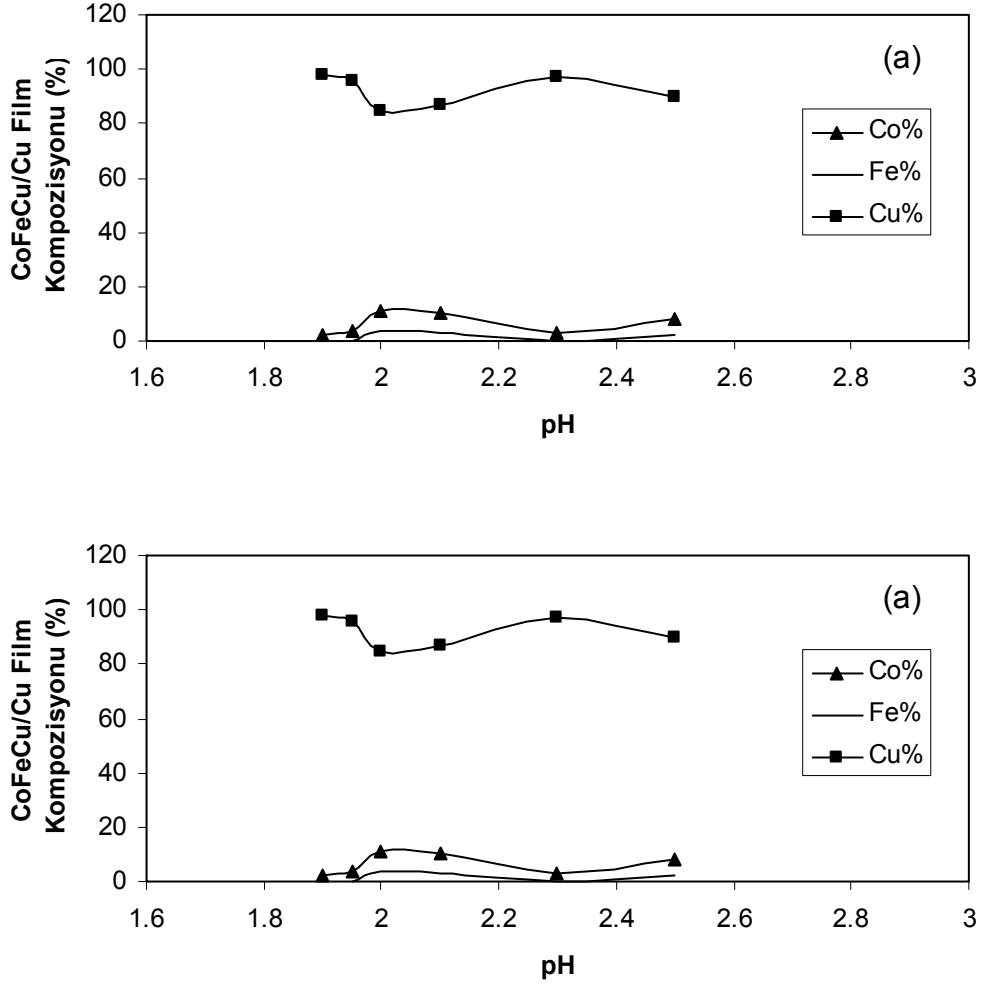


Şekil 4.23: Farklı çözelti pH değerinde üretilen CoFeCu/Cu filmlerin akım-zaman grafikleri

4.2.3 Elementel Analiz

CoFeCu/Cu filmlerin üretilmesi sırasında çözelti içindeki L(+) askorbik asit molaritesi 0.01 (pH=2.5), 0.02 (pH=2.3), 0.04 (pH=2.10), 0.06 (pH=2.00), 0.08 (pH=1.95) ve 0.1 (pH=1.90) M olacak şekilde farklı çözeltiler kullanıldı. Bu hazırlanan çözeltilerden 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)], 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] ve 334[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(3.0 nm)] tabaka kalınlıklarında toplam kalınlığı 3µm olan filmler üretildi.

250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] filmlerin üretildiği çözelti içerisindeki L(+) askorbik asit miktarının değişimine bağlı olarak üretilen filmlerin elementel analizleri incelendi ve film içerikleri pH 2.50'da Co(at.) %8, Fe(at.) 2, Cu(at.) %90, pH 2.30'da Co(at.) %3, Cu(at.) %97, pH 2.10'da Co(at.) %10, Fe(at.) %3, Cu(at.) %87, pH 2.00'da Co(at.) %11, Fe(at.) %4, Cu(at.) %85, pH 1.95'da Co(at.) %4, Cu(at.) %96 v pH 1.90'da Co(at.) %2, Cu(at.) %98 olarak belirlendi. Şekil 4.24 film geneli ve manyetik tabaka içindeki %Co, %Fe ve %Cu miktarlarının değişimin göstermektedir. Sonuçlardan da görüleceği gibi filmlerin elementel analizlerinin pH değerinin azalmasıyla birlikte dalgalanma gösterdiği görülmektedir. pH=2.50 değerinden 2.00 değerine kadar Co ve Fe miktarında artma gözlenirken bu pH değerinden sonra film içerisindeki Cu miktarında artış gözlenmektedir. Film içerisindeki Fe atomlarının % miktarlarındaki azalma çözelti içerisine eklenen asit miktarının artmasına bağlı olarak çözelti içinde gerçekleşen kimyasal reaksiyonlar sebebi ile gerçekleştiği düşünülmektedir. Filmlerin ve film içindeki manyetik tabakaya ait film kompozisyonları Tablo 4.9'de verilmektedir.

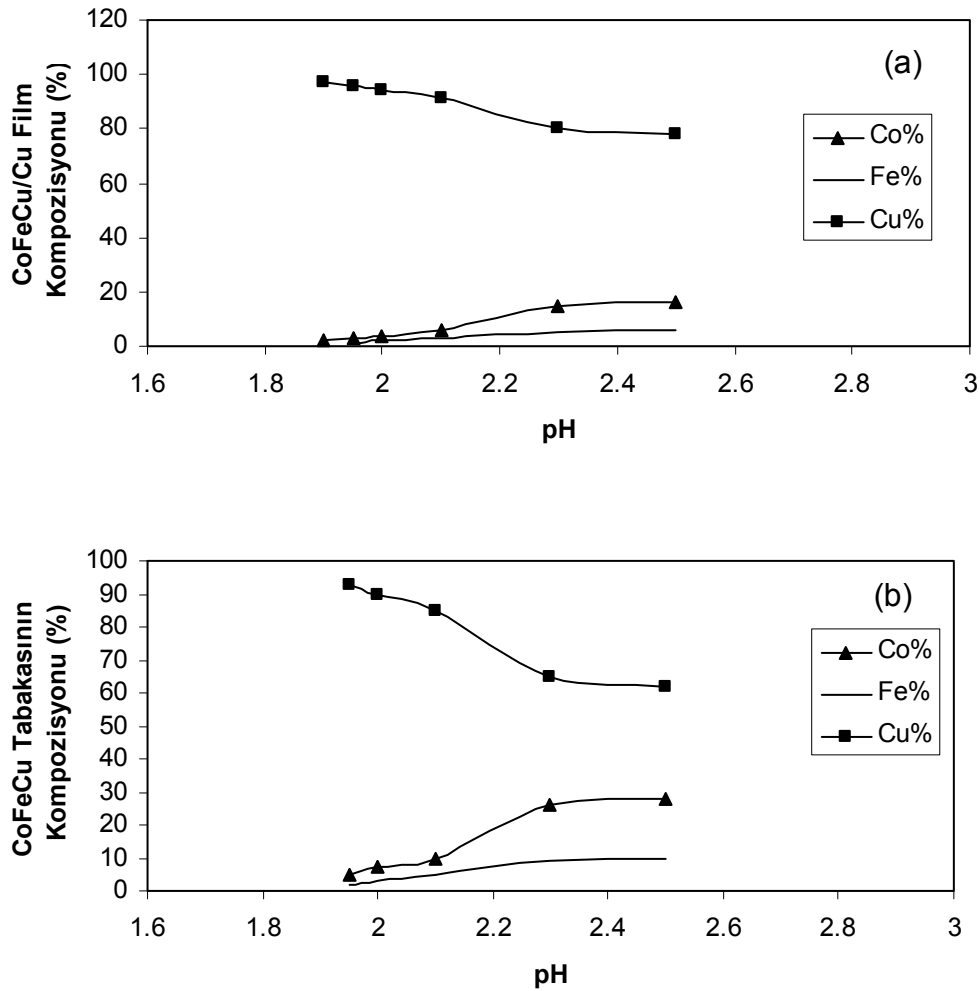


Şekil 4.24: 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği

Tablo 4.9: 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları

pH	CoFeCu/Cu Film Kompozisyonu			CoFeCu Tabakasının Kompozisyonu		
	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %
2.50	8	2	90	16	4	80
2.30	3	-	97	6	-	94
2.10	10	3	87	20	6	74
2.00	11	4	85	22	8	70
1.95	4	-	96	8	-	92
1.90	2	-	98	4	-	96

286[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] filmlerin üretildiği çözelti içerisindeki L(+) askorbik asit miktarının değişimine bağlı olarak üretilen filmlerin elementel analizleri incelendi. Film içerikleri pH 2.50 da Co(at.) %16, Fe(at.) %6, Cu(at.) %78, pH 2.30 da Co(at.) %15, Fe(at.) %5, Cu(at.) %80, pH 2.10 da Co(at.) %6, Fe(at.) %3, Cu(at.) %91, pH 2.00 da Co(at.) %4, Fe(at.) %2, Cu(at.) %94, pH 1.95 da Co(at.) %3, Fe(at.) %1, Cu(at.) %96 ve pH 1.90 da Co(at.) %2, Fe(at.) %1, Cu(at.) %97 olarak belirlendi. Şekil 4.25 film geneli ve manyetik tabaka içindeki %Co, %Fe ve %Cu miktarlarının değişimin göstermektedir. Film içerisindeki %Co ve %Fe miktarları azalırken %Cu oranı çözelti pH değerinin azalmasıyla birlik artmaktadır. Filmlerin ve film içindeki manyetik tabakaya ait film kompozisyonları Tablo 4.10'da verilmektedir.

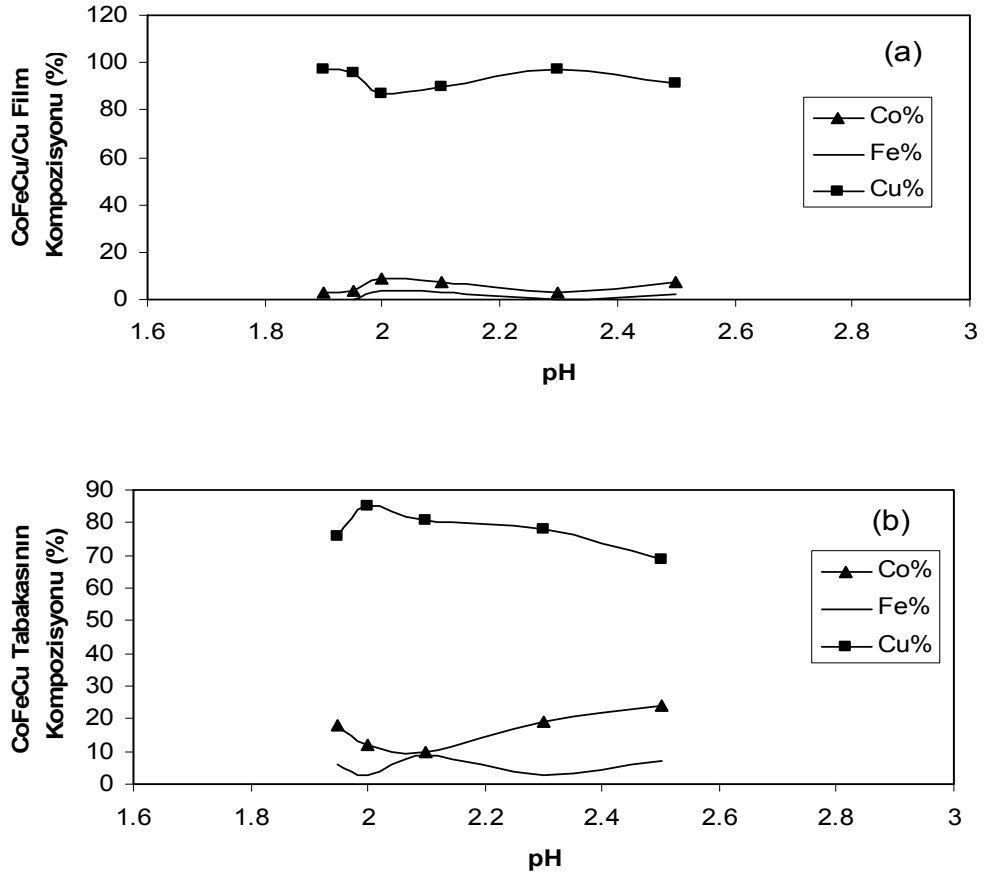


Şekil 4.25: 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği

Tablo 4.10: 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değışkenine bağı elementel analiz sonuçları

pH	CoFeCu/Cu Film Kompozisyonu			CoFeCu Tabakasının Kompozisyonu		
	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %
2.50	16	6	78	28	10	62
2.30	15	5	80	26	9	65
2.10	6	3	91	10	5	85
2.00	4	2	94	7	3	90
1.95	3	1	96	5	2	93
1.90	2	1	97	4	2	92

334 [CoFeCu(6.0 nm)/Cu(3.0 nm)] filmlerin üretildiğı çözelti içerisindeki L(+) askorbik asit miktarının değışimine bağı olarak üretilen filmlerin elementel analizleri incelendi. Film içerikleri pH 2.50 da Co(at.) %16, Fe(at.) %5, Cu(at.) %79, pH 2.30 da Co(at.) %13, Fe(at.) %2, Cu(at.) %85, pH 2.10 da Co(at.) %7, Fe(at.) %6, Cu(at.) %87, pH 2.00 da Co(at.) %8, Fe(at.) %2, Cu(at.) %90, pH 1.95 da Co(at.) %12, Fe(at.) %4, Cu(at.) %84 ve pH 1.90 da Co(at.) %14, Fe(at.) %3, Cu(at.) %83 olarak belirlendi. Şekil 4.26 film geneli ve manyetik tabaka içindeki %Co, %Fe ve %Cu miktarlarının değışimin göstermektedir. Filmlerin %Co ve %Fe miktarları pH=2.10 değerine kadar azalırken %Cu miktarında artış olmaktadır. pH değerinin 2.10 değerinden daha küçük çözelti pH larında üretilen filmlerde %Co ve %Fe değerlerinde artış gözlenirken %Cu miktarının azaldığı görülmektedir. Filmlerin ve film içindeki manyetik tabakaya ait film kompozisyonları Tablo 4.11'da verilmektedir.



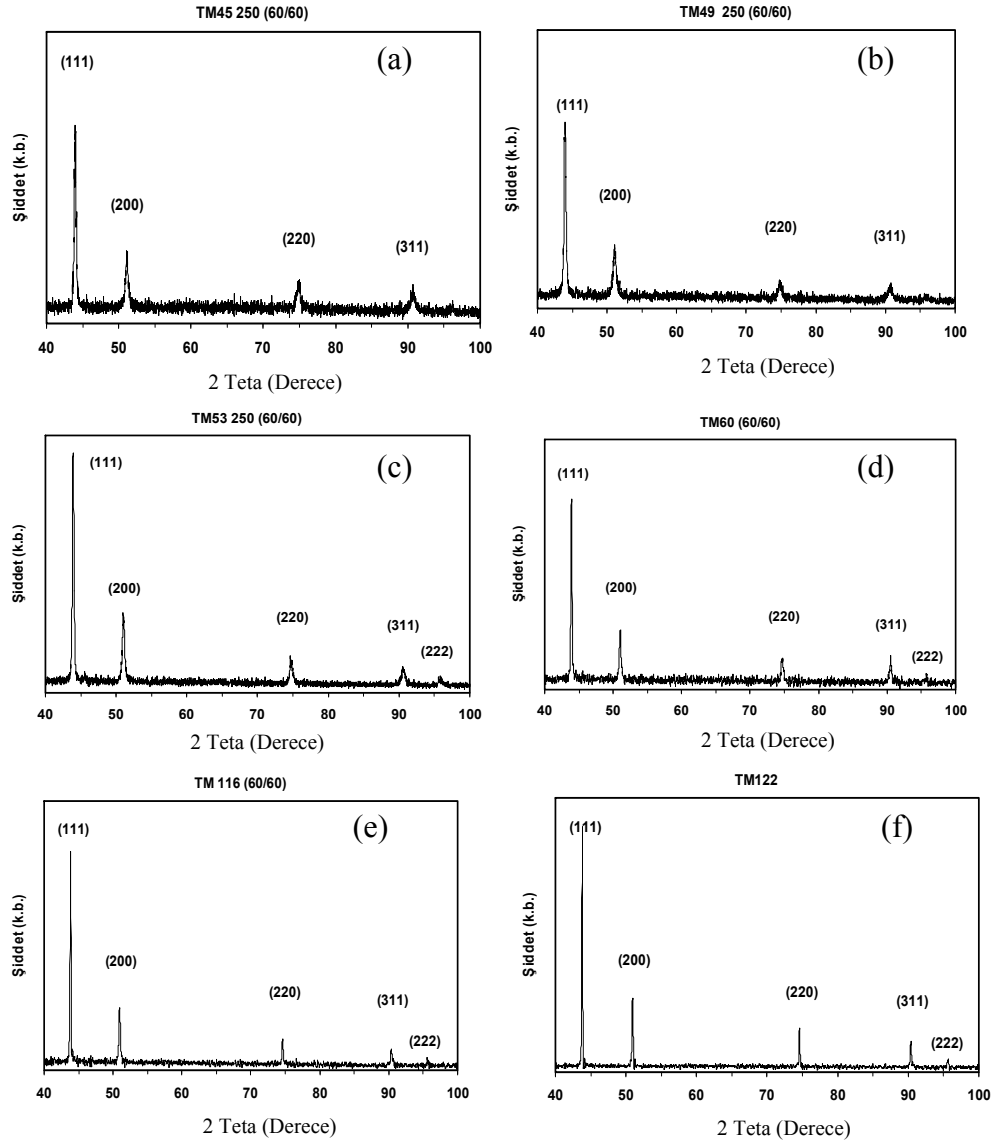
Şekil 4.26: 334[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(3.0 nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği

Tablo 4.11: 334[CoFeCu(6.0nm)/Cu(3.0nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları

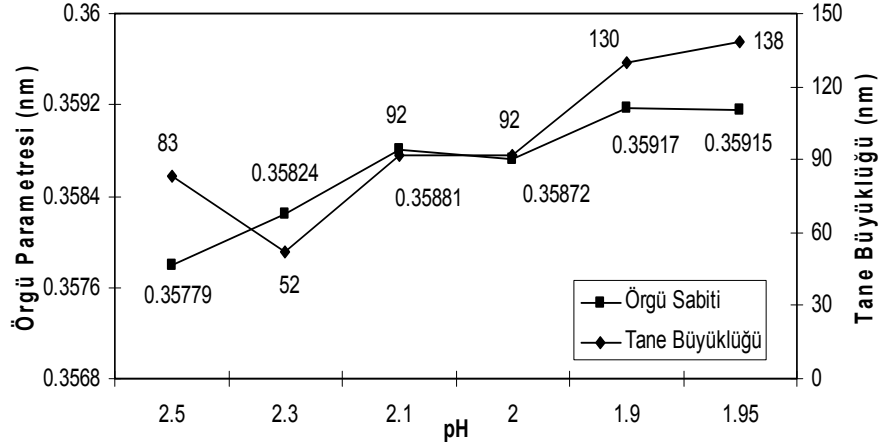
pH	CoFeCu/Cu Film Kompozisyonu			CoFeCu Tabakasının Kompozisyonu		
	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %
2.50	16	5	79	24	7	69
2.30	13	2	85	19	3	78
2.10	7	6	87	10	9	81
2.00	8	2	90	12	3	85
1.95	12	4	84	18	6	76
1.90	14	3	83	21	4	75

4.2.4 Yapısal Analiz

Şekil 4.27’de 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmleri pH=2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95, 1.90 değerine sahip 40 °C sıcaklığa sahip çözeltilerden Ti alttabaka üzerine toplam kalınlık 3µm olacak şekilde üretilen filmlerin XRD spektrumu verildi. Farklı çözelti pH değerinde üretilen filmlerin XRD spektrumlarının fcc yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Filmlerin alt tabaka etkisi film içeriğindeki Cu ve Co yüzdesinin fazla olması nedeniyle kendini gösterememektedir. Farklı çözelti pH değerlerinde üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] filmlerde fcc yapının karakteristik pikleri görülmektedir. pH=2.5 ve pH=2.3 değerindeki çözeltilerde 43°, 51°, 74° ve 90° civarında fcc yapının karakteristik pikleri olan sırasıyla (111), (200), (220) ve (311) yansımaları gözlenmekteyken 2.10, 2.00, 1.95 ve 1.90 pH değerine sahip çözeltilerden üretilen filmlerde bu piklere ek olarak 95°’de (222) yansıması da görülmektedir. XRD desenlerinden pikler için hesaplanan ortalama düzlemler arası uzaklıklar $d_{(111)}=0.206181$ nm, $d_{(200)}=0.179818$ nm, $d_{(220)}=0.127090$ nm, $d_{(311)}=0.1084361$ nm ve $d_{(222)}=0.103910$ nm dir. Her bir film için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabitleri hesaplandı. Eşitlik (3.5)’den yararlanılarak yapılan şiddet hesaplamalarına göre 2.50 ve 2.30 çözelti pH değerine sahip olan filmlerde $F_{(311)}=1.5501$ ve $F_{(200)}=1.1320$ bulunduğundan filmler sırasıyla (311) ve (200) yönelimlerine sahipken çözelti pH değeri 2.10, 2.00, 1.95 ve 1.90 olan çözeltilerde $F_{(222)}=0.8986$, $F_{(222)}=0.8914$, $F_{(222)}=1.02326$ ve $F_{(222)}=0.9181$ olarak hesaplandığından filmler (222) yönelimine sahiptir. Spektrumda görülen düzlemlerin açıl konumları ve Miller indisleri kullanılarak filmlerin örgü sabiti en küçük kareler yöntemiyle pH=2.50, 2.30, 2.10, 1.95 ve 1.90 çözelti pH’ları için sırasıyla 0.37795 nm, 0.35824 nm, 0.35881 nm, 0.35872 nm, 0.35917 nm ve 0.359154 nm olarak bulunmuştur. Örgü sabitinin pH değişkenine bağlı değişimi şekil4.28’de gösterilmektedir. Bu değerler literatür ile uyumludur [54].

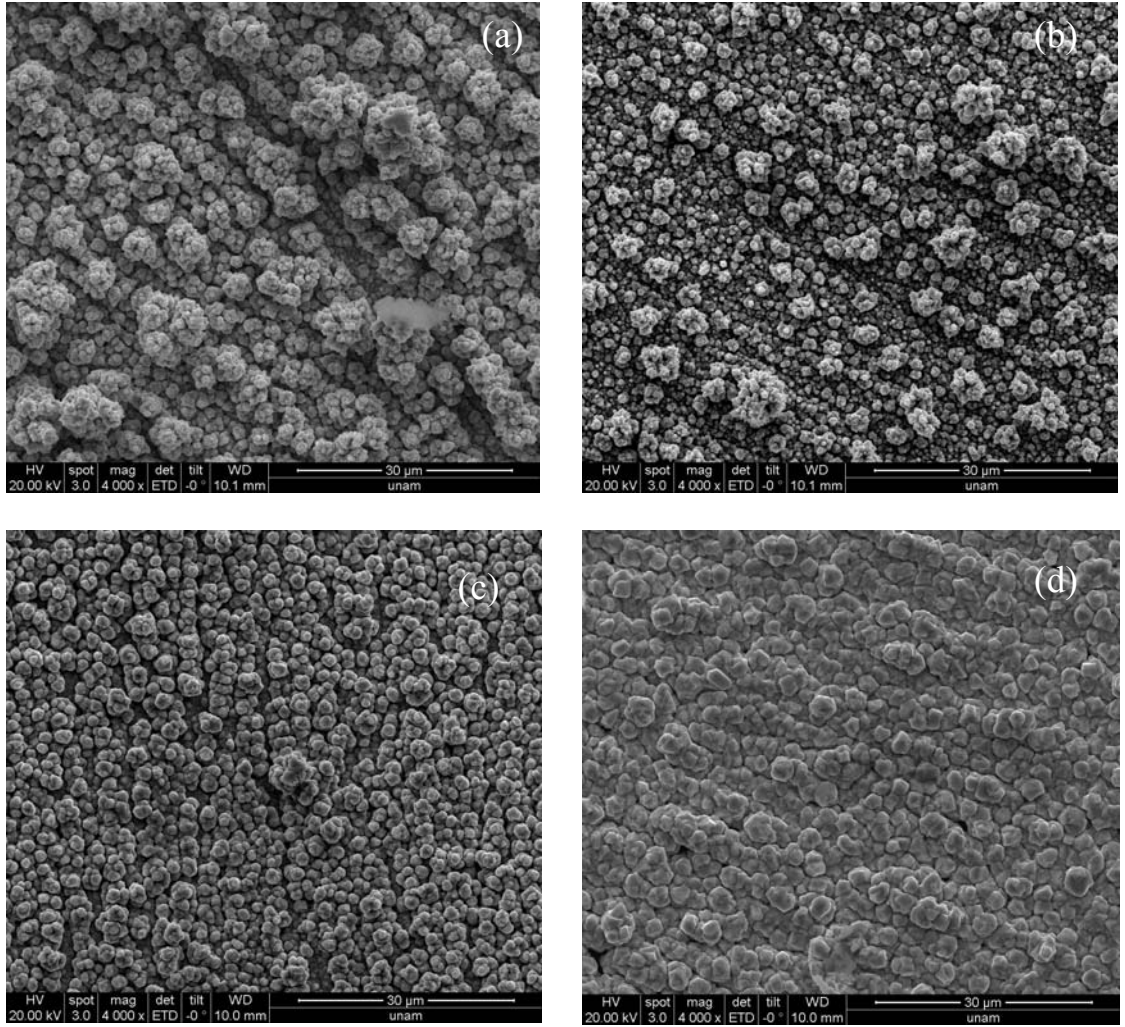


Şekil 4.27: 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre XRD spektrumları, (a) 2.50, (b) 2.30, (c) 2.10, (d) 2.00, (e) 1.95 ve (f) 1.90.



Şekil 4.28: 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi

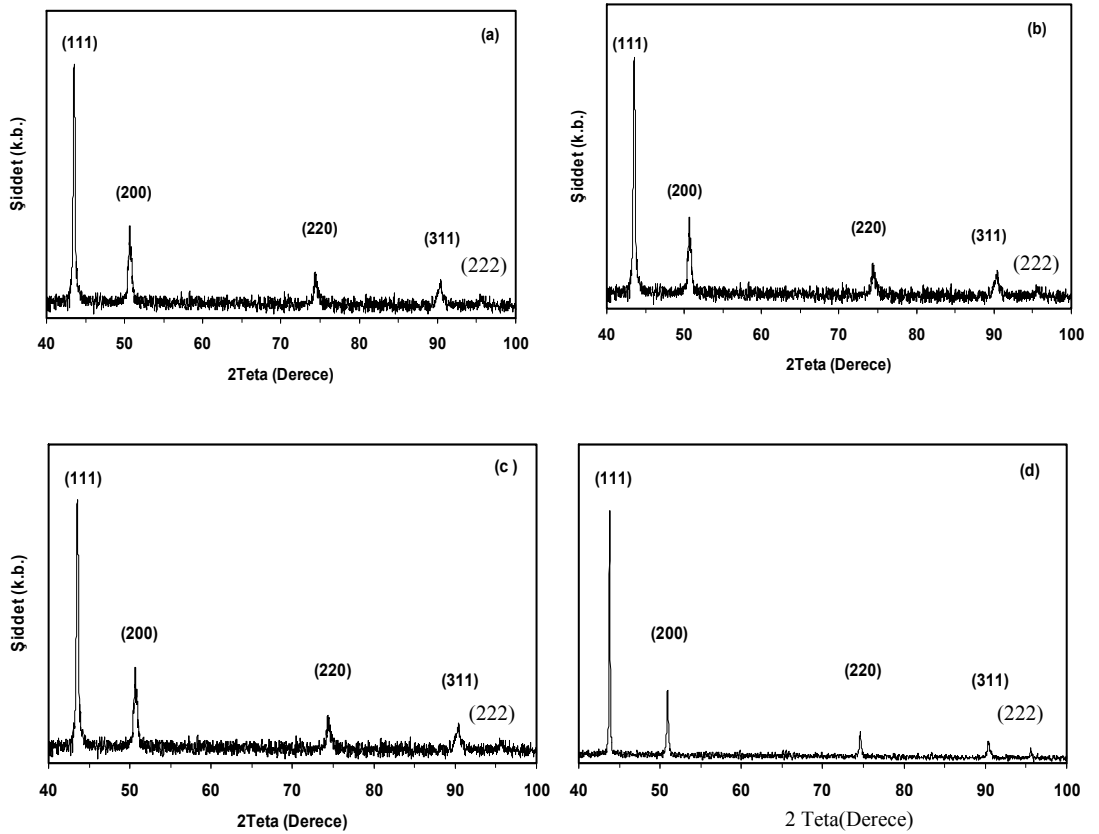
Şekil 4.29'de farklı çözelti pH değerine sahip 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığındaki filmlerin SEM resimleri gösterilmektedir. SEM görüntülerine bakıldığında film yüzeyinde bulunan tanelerin pH değerinin azalması ile birlikte azalarak film yüzeyinin daha düzenli hale geldiği görülmektedir. Yüksek pH değerlerinde yüzeyde bulunan taneler daha dağınık ve heterojen bir görünüme sebep olurken pH değerinin azalması ile birlikte film yüzeyinde beliren taneler kaybolarak film yüzeyinin daha homojen bir görünüm aldığı görülmektedir. Filmlerin ortalama tane büyüklükleri XRD verileri kullanılarak hesaplandığında azalan pH ile (pH=2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95 ve 1.90) sırasıyla 83, 52, 92, 92, 130 ve 138 nm olarak hesaplanmıştır. Tane büyüklüğünün pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.28'de gösterilmektedir. Filmlerin XRD verileri ile hesaplanan tane büyüklükleri SEM görüntüleri ile tam ters sonuç vermektedir. SEM görüntüsü ile film yüzeyindeki taneleri incelemeye imkan tanırken XRD film içerisindeki toplam tane büyüklüğü hakkında bilgi sahibi olmamızı sağlamaktadır. Bu da sonuçların farklıymış gibi görünmesine sebep olmaktadır.



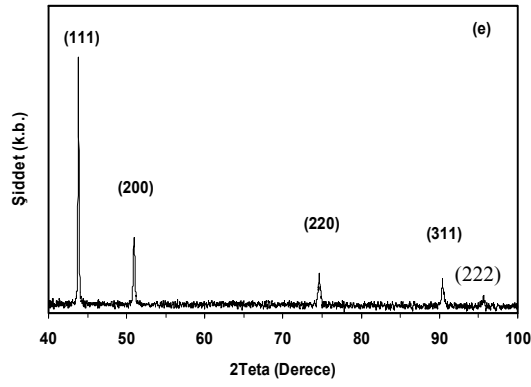
Şekil 4.29: (a) pH=2.10, (b) pH=2.00, (c) pH=1.95 ve (d) pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin yüzey morfolojileri

Şekil 4.30'de 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmleri pH=2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95 değerine sahip 40 °C sıcaklığa sahip çözeltilerden Ti alttabaka üzerine toplam kalınlık 3 µm olacak şekilde üretilen filmlerin XRD spektrumu verildi. Farklı çözelti pH değerinde üretilen filmlerin XRD spektrumlarının fcc yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Ti alttabakanın hcp yapısı film içerisinde bulunan Fe'in bcc yapısı, Cu ve Co'nun fcc yapısının baskınlığından dolayı kendini göstermemiştir. Filmler 43°, 50°, 74°, 90° ve 95 civarında fcc yapının karakteristik pikleri olan sırasıyla (111), (200), (220), (311) ve (222) yansımaları gözlenmektedir. XRD desenindeki pikler için hesaplanan düzlemler

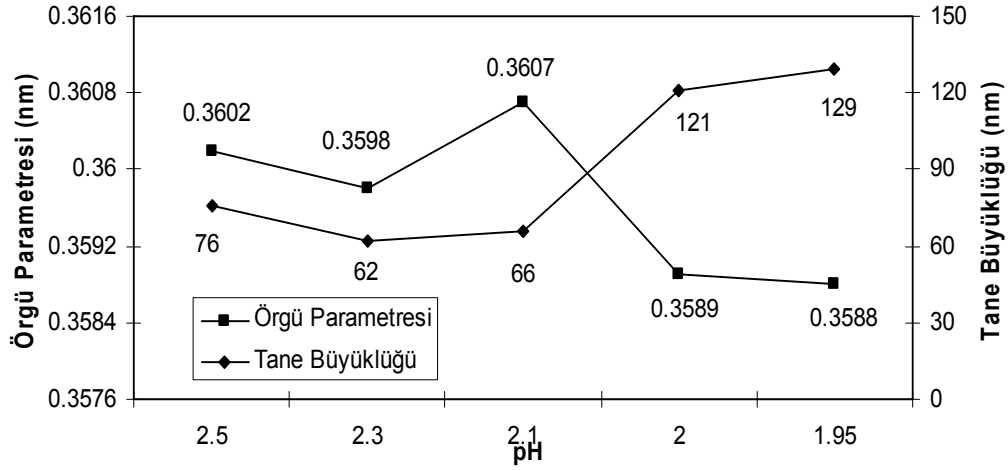
arası uzaklıklar $d_{(111)} = 0.20797$, $d_{(200)} = 0.17912$, $d_{(220)} = 0.12723$ ve $d_{(311)} = 0.10879$ dir. Her bir film için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabitleri hesaplandı. Çözelti pH değerinin 2.50, 2.30, 2.10, 2.00 ve 1.95 olduğu çözeltilerden büyütülen filmler için örgü sabiti sırasıyla 0.3602 nm, 0.3598 nm, 0.3607 nm, 0.3589 nm ve 0.3588 nm olarak bulundu. Bu değerler literatür ile uyumludur [54]. Eşitlik (3.5)'den yararlanılarak yapılan şiddet hesaplamalarına göre manyetik tabakanın depoizasyon potansiyeli pH=2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95 olan filmlerin $F_{(220)} = 1.3844$, $F_{(111)} = 1.0902$, $F_{(311)} = 1.2606$, $F_{(220)} = 1.1792$ ve $F_{(220)} = 1.2224$ olarak hesaplandığından filmler sırası ile (220), (111), (311), (220) ve (220) yönelimine sahiptirler. Örgü sabitinin pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.31'de gösterilmektedir.



Şekil 4.30: 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre XRD spektrumları, (a) 2.50, (b) 2.30, (c) 2.10, (d) 2.00 ve (e) 1.95



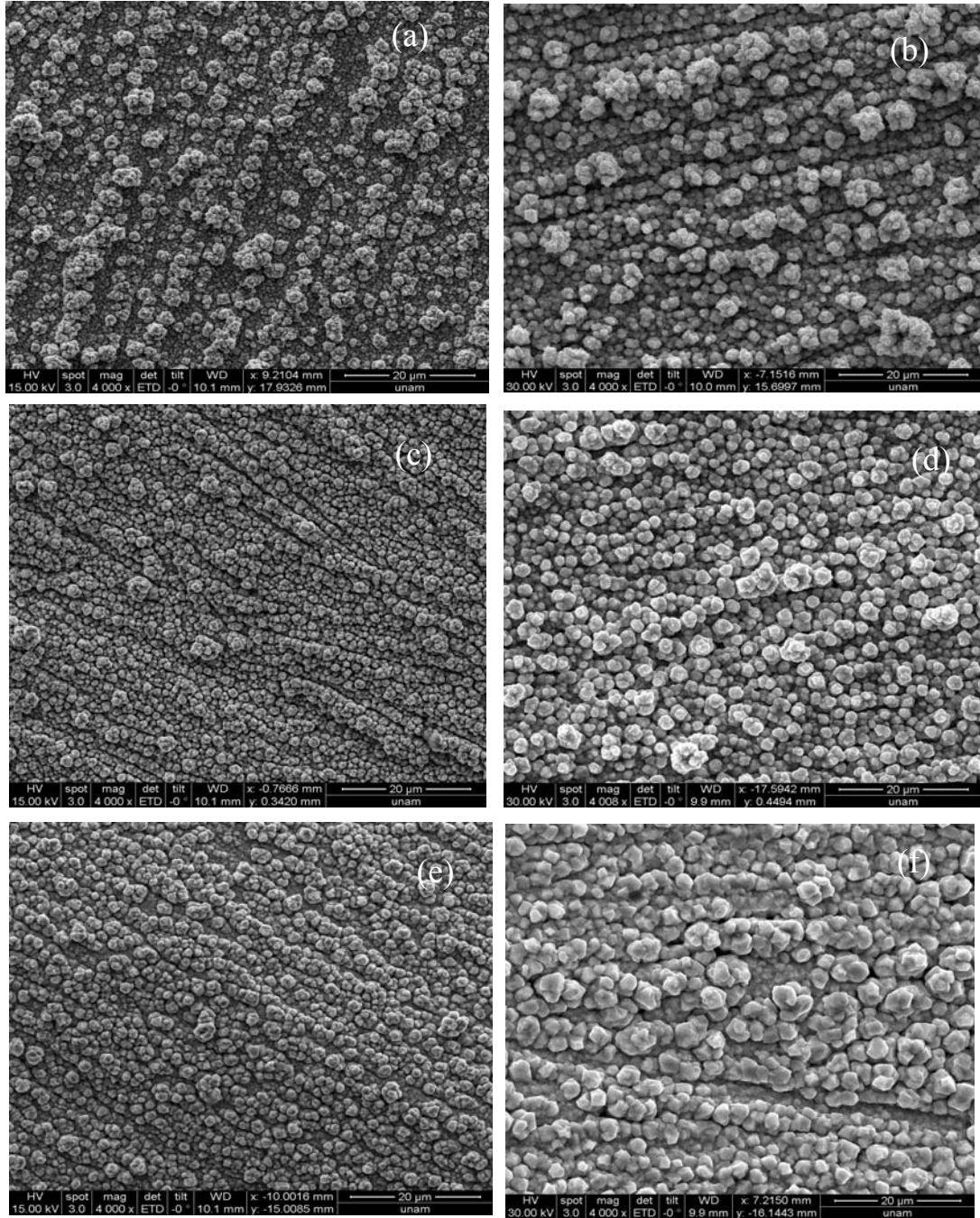
Şekil 4.30 (devam): 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre XRD spektrumları, (a) 2.50, (b) 2.30, (c) 2.10, (d) 2.00 ve (e) 1.95



Şekil 4.31: 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi

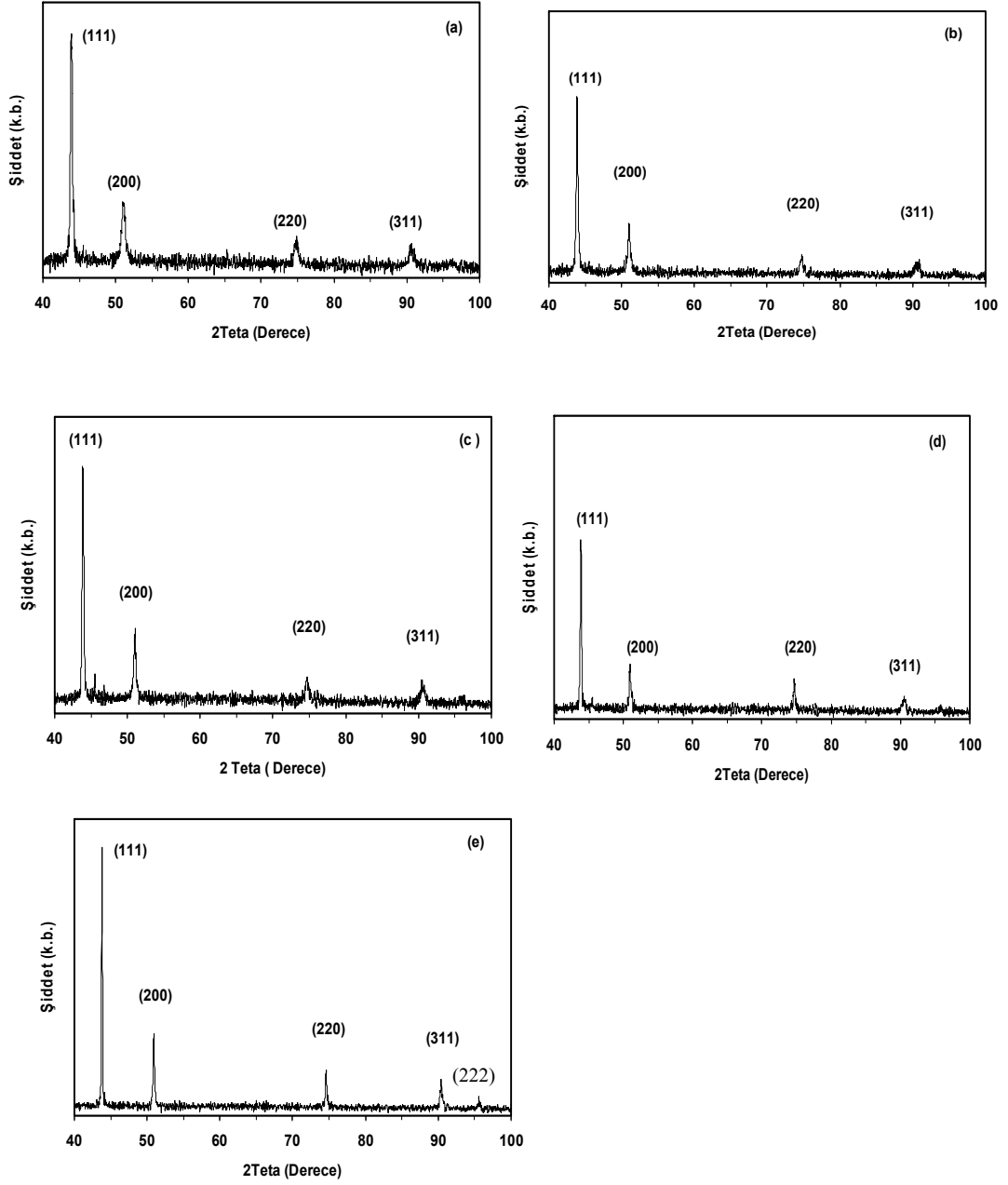
Şekil 4.32 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip farklı (pH=2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95 ve 1.90) çözelti pH değerindeki filmlerin SEM görüntüleri görülmektedir. Resimlerde büyütme oranı olarak 4000X'lik büyütme seçilmiştir. pH=2.50 olan filmlerin pürüzlüğü az olan alt katman üzerinde yüzeyden yukarı çıkan büyük tanelenmeler görülmektedir. Bu tanelerin pH değerinin 2.30 değerine düşmesiyle birlikte arttığı görülmektedir. Ancak pH değerini 2.10 ve 2.00 ve 1.95 değerlerine sahip çözeltilerden üretilen filmler de tanelerin daha yüzey içine karıştığı görülmektedir. pH değeri 1.90 değerine indiğinde ise film yüzeyindeki tanelerin boyutlarında büyüme olduğu görülmektedir. SEM görüntülerinden de görülmektedir ki yüzeydeki tanelerin dağılımı sürekli bir azalma ya da artış göstermemektedir. Burada gözlenen düzensizlik XRD

desenlerinden hesaplanan tane büyüklükleri ile de anlaşılabilir. Filmlerin ortalama tane büyüklükleri azalan pH ile (pH=2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95 sırası ile) sırasıyla 76, 62, 66, 121 ve 129 nm olarak hesaplanmıştır. Tane büyüklüğünün pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.31’de gösterilmektedir.

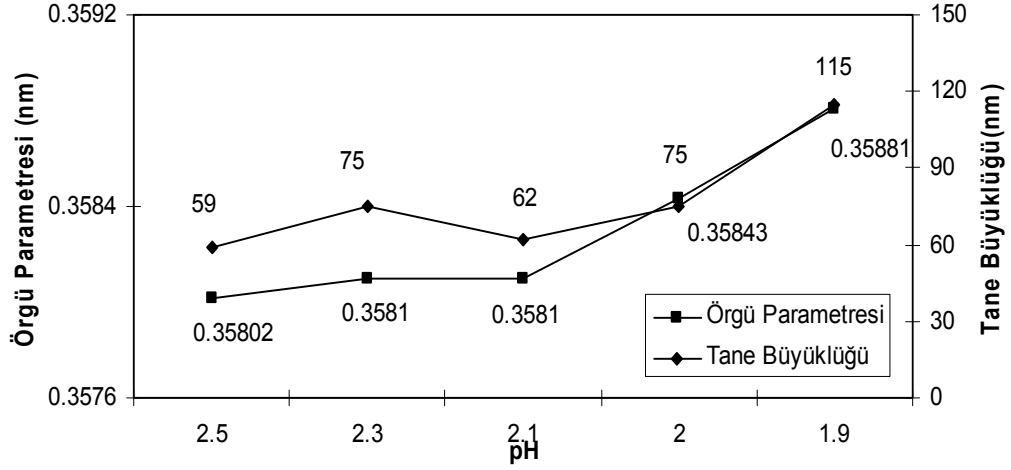


Şekil 4.32: (a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10, (d) pH=2.00, (e) pH=1.95 ve (f) pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin yüzey morfolojileri

Şekil 4.33’de 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] kalınlığına sahip filmleri pH=2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95 değerine sahip 40 °C sıcaklığa sahip çözeltilerden Ti alttabaka üzerine toplam kalınlık 3 µm olacak şekilde üretilen filmlerin XRD spektrumu verildi. Farklı çözelti pH değerinde üretilen filmlerin XRD spektrumlarının fcc yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Ti alttabakanın hcp yapısı film içerisinde bulunan Fe’in bcc yapısı, Cu ve Co’ın fcc yapısının baskınlığından dolayı kendini göstermemiştir. Farklı çözelti pH değerlerinde üretilen 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] filmlerde fcc yapının karakteristik pikleri görülmektedir. pH=1.95 değerine sahip çözeltiden üretilen filmde 43°, 51°, 74° ve 90° civarında fcc yapının karakteristik pikleri olan sırasıyla (111), (200), (220) ve (311) yansımalarının yanı sıra 95°’de (222) yansıması da görülmekteyken diğer tüm pH değerlerinde (222) piki gözlenmemektedir. XRD desenindeki pikler için hesaplanan düzlemler arası uzaklıklar $d_{(111)}= 0.2056$, $d_{(200)}=0.1785$, $d_{(220)}=0.1269$, $d_{(311)}= 0.1084$ ve $d_{(222)}= 0.1037$ dir. Her bir film için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabitleri hesaplandı. Çözelti pH değerinin 2.50, 2.30, 2.10, 2.00, ve 1.95 olduğu çözeltilerden büyütülen filmler için örgü sabiti sırasıyla 0.3580 nm, 0.3581 nm, 0.3581, 0.3584 nm ve 0.3588 nm olarak bulundu. Bu değerler literatür ile uyumludur [54]. Tüm filmler incelendiğinde XRD spektrumlarında çok katmanlı yapıların uydu pikleri dedekte edilememiştir. Bu Cu’ın depozisyonu sırasında Co’ın geri çözünerek geri çözünme sırasında çok katmanlı yapının bir miktar bozulmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir [67]. Eşitlik (3.5)’den yararlanılarak yapılan şiddet hesaplamalarına göre manyetik tabakanın depozisyon potansiyeli pH=2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95 olan filmlerin $F_{(311)} = 1.2982$, $F_{(311)}=1.6746$, $F_{(200)} = 1.1675$, $F_{(220)} = 1.2050$ ve $F_{(220)} = 1.2606$ olarak hesaplandığından filmler sırası ile (311), (311), (200), (220), ve (220) yönelimine sahiptirler. Örgü sabitinin pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.34’de gösterilmektedir.

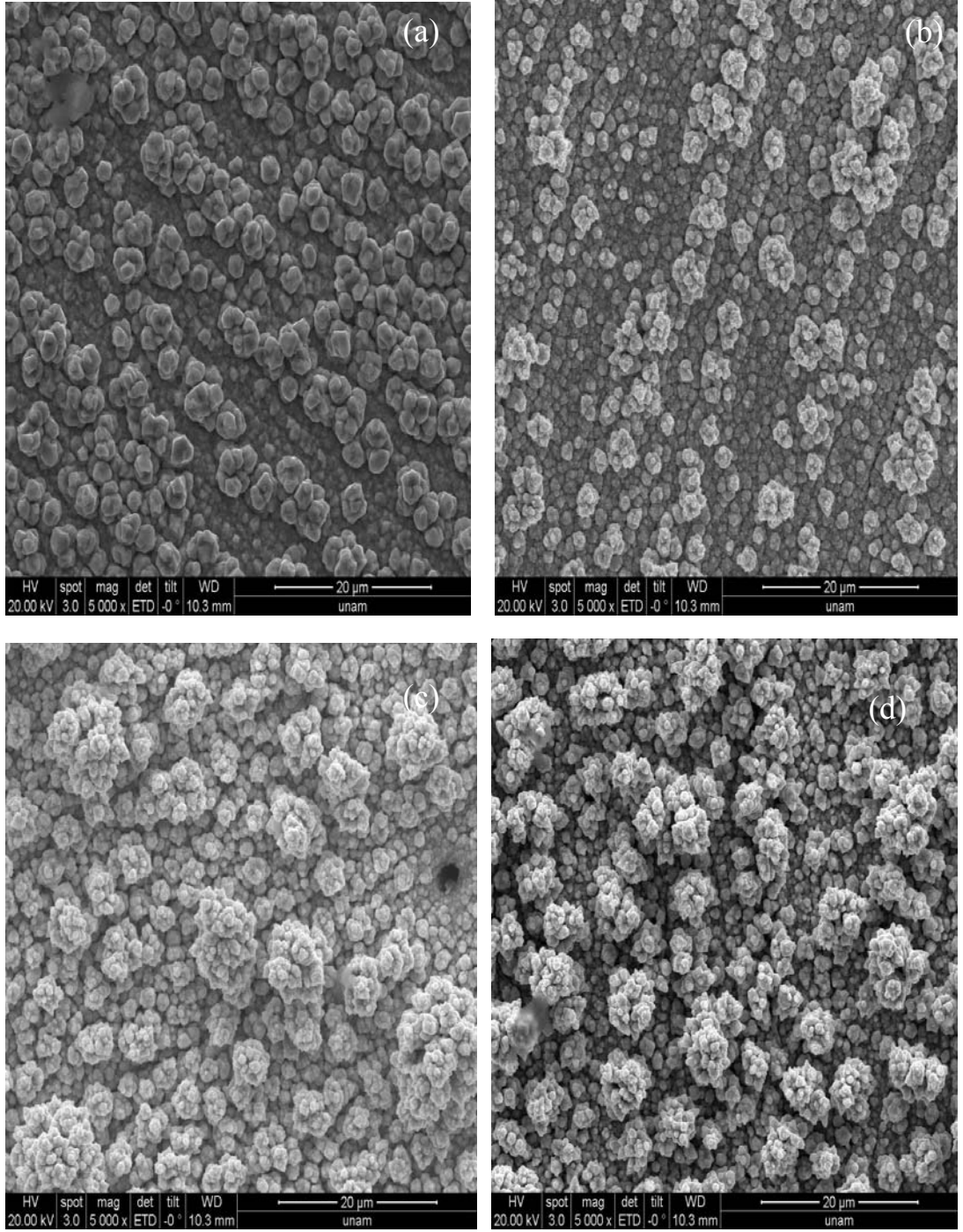


Şekil 4.33: 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre XRD spektrumları, (a) 2.50, (b) 2.30, (c) 2.10, (d) 2.00 ve (e) 1.95



Şekil 4.34: 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu 3.0 nm] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi

Şekil 4.35 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip pH'ı 2.30, 2.10, 1.95 ve 1.90 olan çözeltiler kullanılarak üretilen filmlerin SEM resimlerini göstermektedir. Şekiller incelendiğinde görülmektedirki pH değeri yüksek olan çözeltilerde film yüzeyinde küresel yapısını koruyan taneler gözlenmekle birlikte film yüzeyi heterojen bir görünüme sahiptir. Çözelti pH değerini azalmasıyla birlikte film yüzeyinin daha pürüzlü ve kaba bir yüzey haline geldiği gözlenmektedir. pH değerinin azalmasıyla birlikte film tabanında olan tanelerin tabandan yükselmeye başladığı mevcut tanelerin büyüdüğü görülmektedir Burada gözlenen düzensizlik XRD desenlerinden hesaplanan tane büyüklükleri ile filmlerin üretildiği çözeltinin pH değerinin azalması ile birlikte yüzeyde bulunan küresel taneler kaybolarak yerini karnabahar görünümlü daha büyük tanelere bırakmaktadır. Bu da azalan pH değeri ile film yüzeyindeki tanelerin büyüyerek film yüzeyinin homojenlikten uzaklaştığını göstermektedir. Filmlerin XRD ile hesaplanan ortalama tane büyüklükleri pH=2.50, 2.30, 2.10, 2.00 ve 1.95 değerlerinde sırasıyla 59, 75, 62, 75 ve 115 nm'dir. Tane büyüklüğü pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.34'de gösterilmektedir.

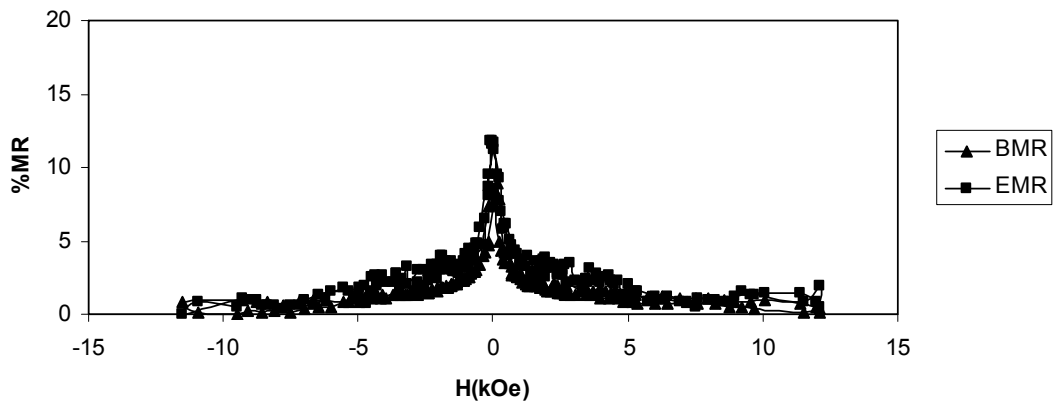
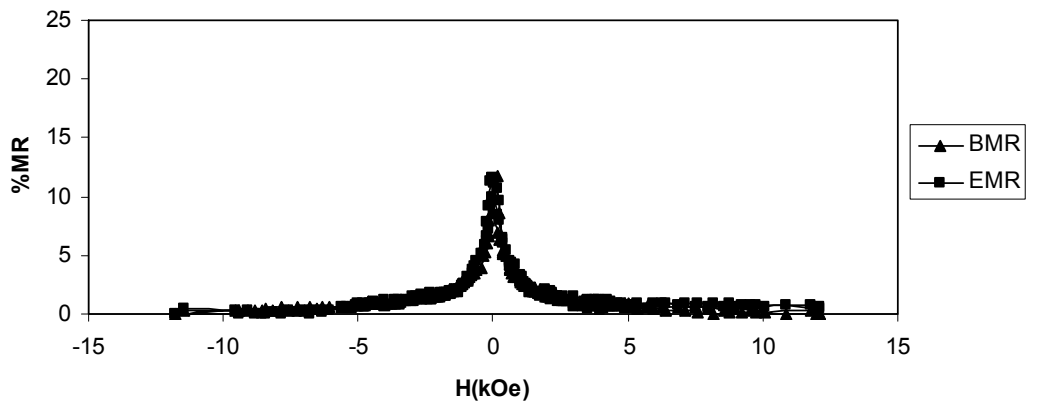
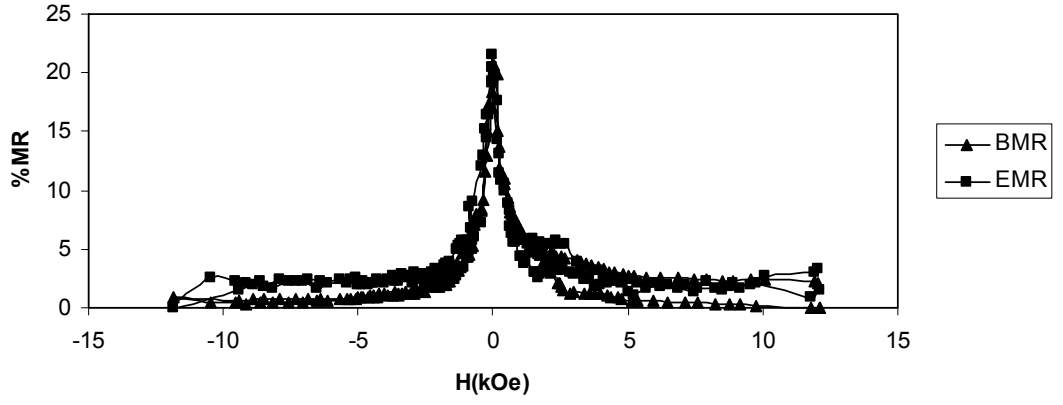


Şekil 4.35: (a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10 ve (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin yüzey morfolojileri.

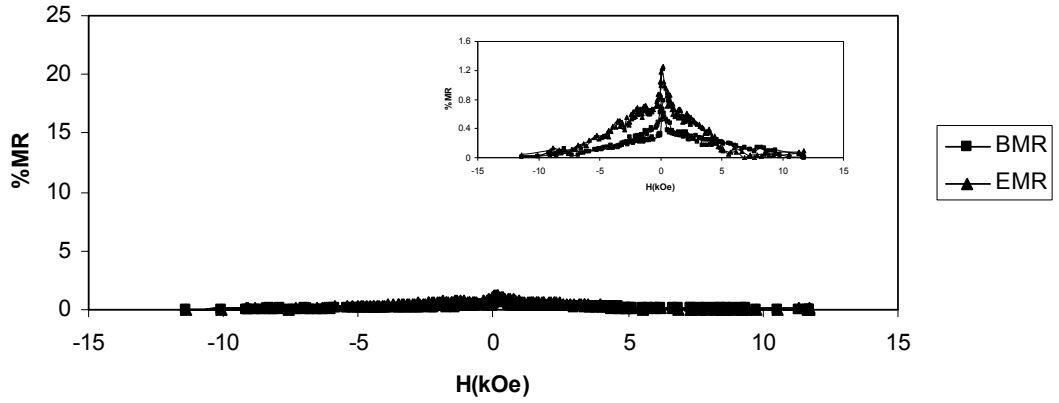
4.2.5 Mangnetoresistans Karakterizasyonu (MR)

L(+) askorbik asit konsantrasyonu farklı çözeltilerden büyütülen CoFeCu/Cu filmler için pH değerini 2.50, 2.30, 2.10 ve 1.95 olan çözeltiler kullanılmıştır. Filmler bu çözelti pH değerlerinde 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)], 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] ve 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarında nominal film kalınlığı 3 µm olacak şekilde 40 °C’de ki çözeltilerden üretilmiştir. Filmlerin Manyetoresistans (MR) eğrileri incelendiğinde çözelti pH değerini azalmasıyla birlikte film kalitesindeki düşüşle birlikte MR değerleride azalmaktadır.

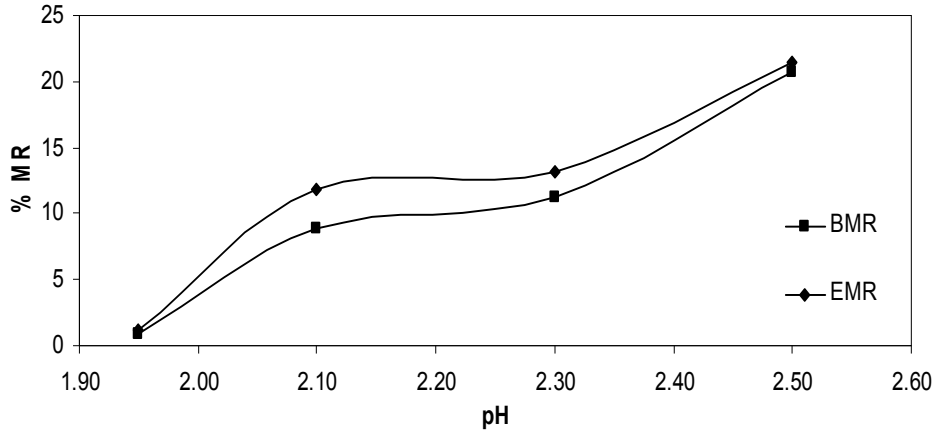
Şekil 4.36 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] çok katmanlı filmlerin MR grafikleri verilmiştir. MR grafikleri incelendiğinde pH= 2.50, 2.30, 2.10 ve 1.95 değerlerine sahip iken boyuna manyetoresistans (%BMR) değişimleri sırasıyla 20, 11, 8 ve 1 iken enine manyetoresistans (%EMR) değerlerinin 21, 13, 11 ve 1 olduğu bulunmaktadır. Şekil 4.37 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığındaki filmlerin pH değişkenine bağlı %BMR ve %EMR değişimini göstermektedir. Şekillerden de görüldüğü gibi pH değerini azalmasıyla birlikte %BMR ve %EMR değerlerindeki azaldığı görülmektedir. Bu azalma filmlerin içerdiği ferromanyetik tabakadaki azalma ile de doğrulanmaktadır. Ferromanyetik malzemelerde elektriksel direncinin manyetik alanın değişimine bağlı incelemelerinde manyetik alandaki azalma ile elektriksel direncinde artma görülmektedir. Bu değer yüksek alanlarda neredeyse sabit iken küçük alanlarda pik yapmaktadır. Bu yapılan pik değeri ne kadar küçük alanda gerçekleşirse film hassasiyeti o derece daha yüksek olduğu söylenmektedir. Filmlerin hassasiyetleri incelendiğinde pH= 2.50, 2.30, 2.10 ve 1.95 filmlerin 4.4, 5.6, 7.5 ve 7.6 kOe manyetik alan değerlerinde doyuma ulaştıkları görülmektedir. Bu da göstermektedir ki azalan pH hassasiyetin azalmasına sebep olmaktadır.



Şekil 4.36: (a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10, (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin %MR değişimleri



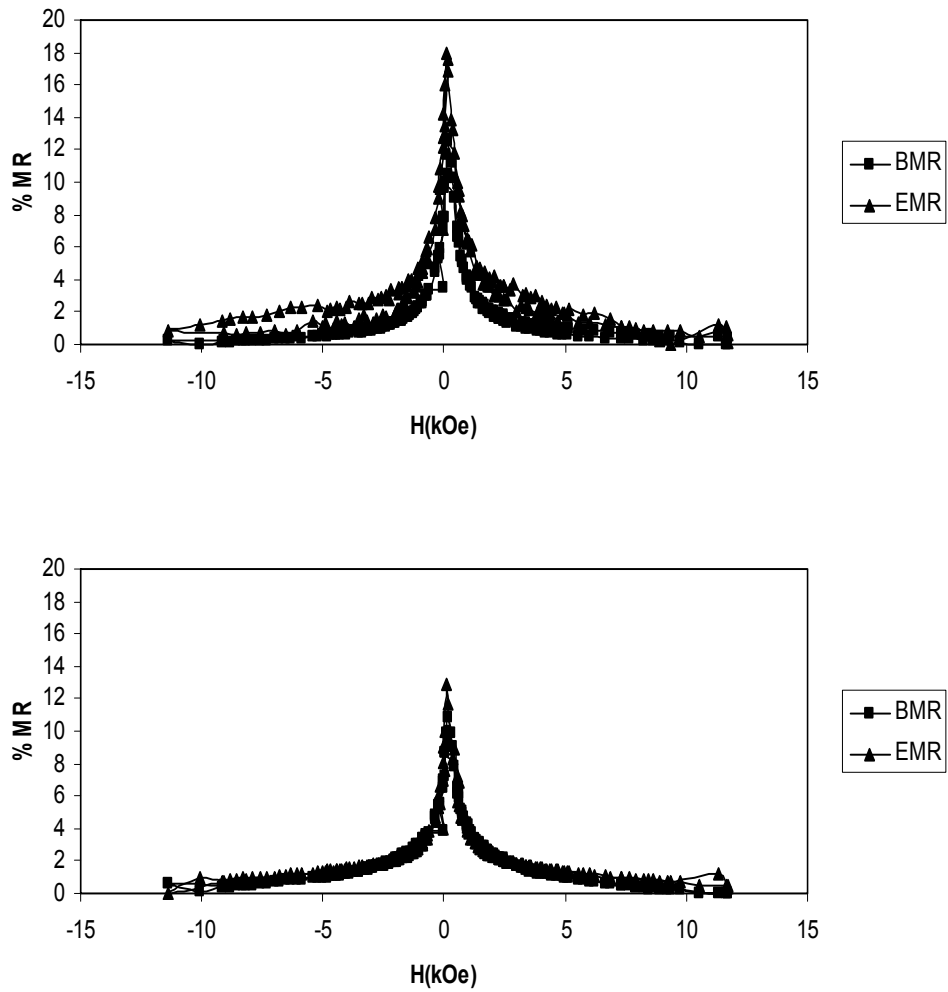
Şekil 4.36 (devam): (a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10, (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin %MR değişimleri



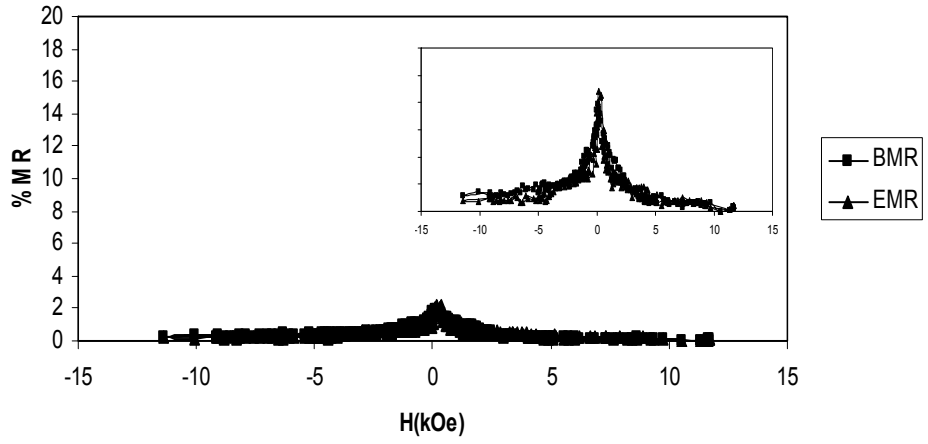
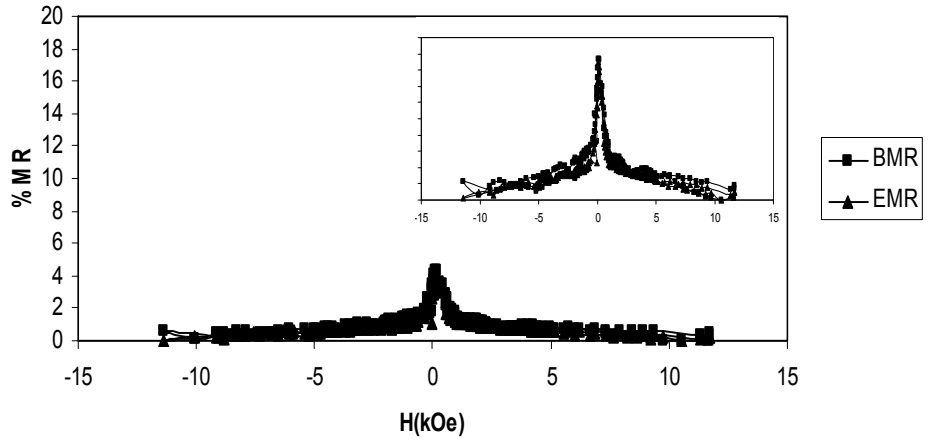
Şekil 4.37: 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre %BMR ve %EMR değişimi

Şekil 4.38 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] çok katmanlı filmlerin MR grafikleri verilmiştir. MR grafikleri incelendiğinde pH= 2.50, 2.30, 2.10 ve 1.95 değerlerine sahip iken boyuna manyetoresistans (%BMR) değişimleri sırasıyla 12, 10, 4 ve 2 iken enine mayetoresistans (%EMR) değerlerinin 17, 12, 4 ve 2 olduğu bulunmaktadır. Şekil 4.39 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığındaki filmlerin pH değişkenine bağlı %BMR ve %EMR değişimini göstermektedir. Şekillerden de görüldüğü gibi pH değerini azalmasıyla birlikte %BMR ve %EMR değerlerindeki azaldığı görülmektedir. Bu azalma film içeriğindeki ferromanyetik

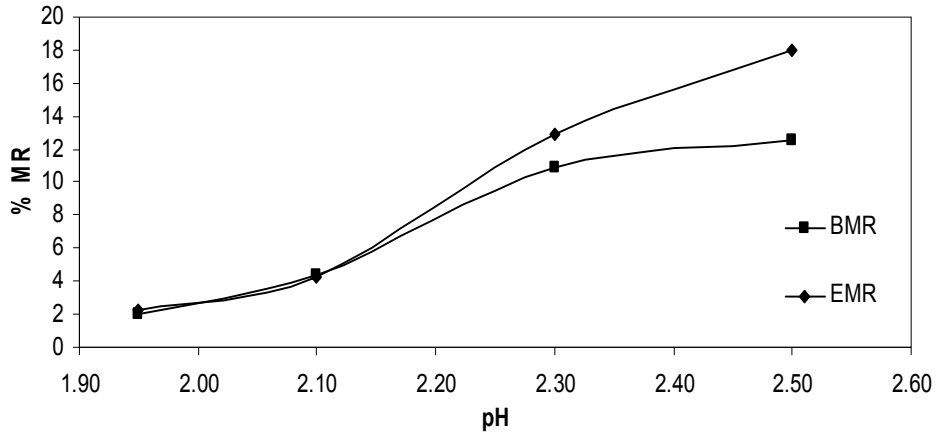
madde miktarının azalma ile açıklanmaktadır. Ferromanyetik malzemelerde hassasiyet elektriksel direncin düşük manyetik alanlardaki değişimi olarak tarif edilmektedir. Filmlerin hassasiyetleri incelendiğinde pH= 2.50, 2.30, 2.10 ve 1.95 filmlerin 5.0, 6.8, 8.6 ve 6.0 kOe manyetik alan değerlerinde doyuma ulaştıkları görülmektedir. Bu da göstermektedir ki azalan pH hasasasiyetin kısmi bir azalmasına yaparak 1.95 pH değerindeki filmde artmaktadır.



Şekil4.38: (a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10 ve (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin %MR değişimleri

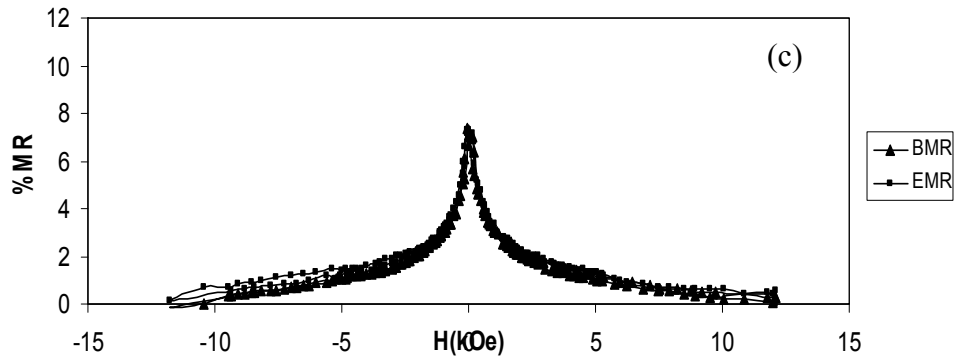
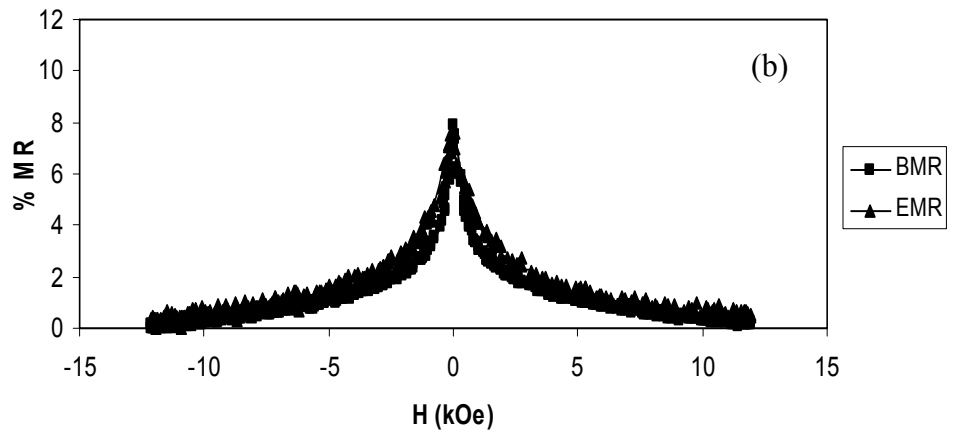
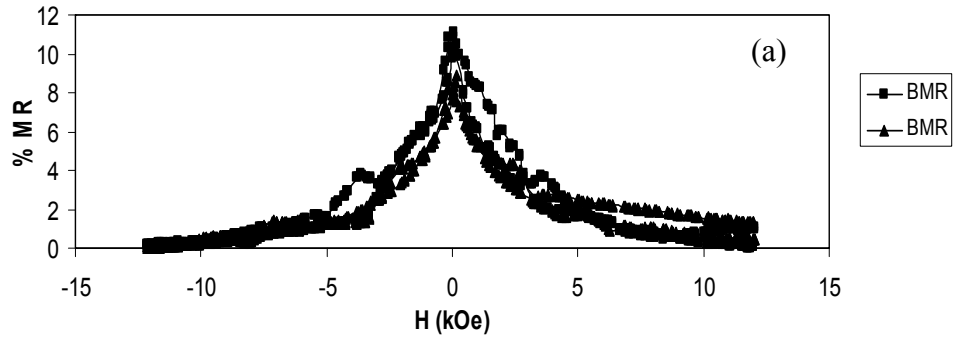


Şekil 4.38 (devam): (a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10 ve (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen $286[\text{CoFeCu} (6.0 \text{ nm})/\text{Cu} (4.5 \text{ nm})]$ tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin %MR değişimleri

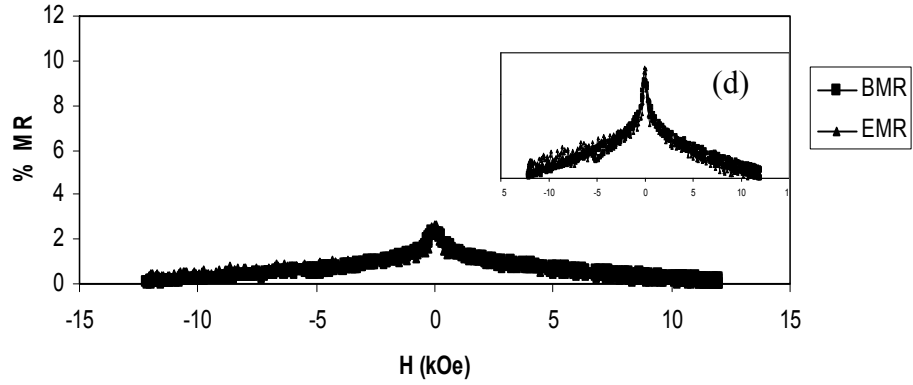


Şekil 4.39: 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre %BMR ve %EMR değişimi

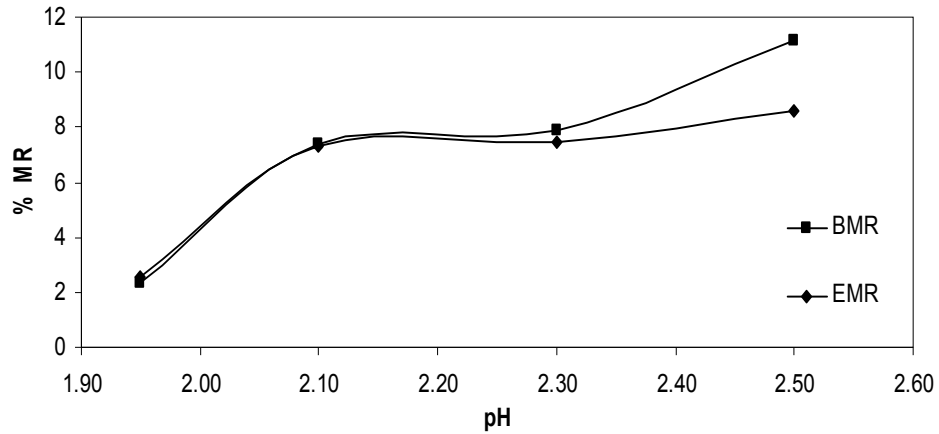
Şekil 4.40 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] çok katmanlı filmlerin MR grafikleri verilmiştir. MR grafikleri incelendiğinde pH= 2.50, 2.30, 2.10 ve 1.95 değerlerine sahip iken boyuna manyetoresistans (%BMR) değişimleri sırasıyla 11, 7, 7 ve 2 iken enine mayetoresistans (%EMR) değerlerinin 8, 7, 7 ve 2 olduğu bulunmaktadır. Şekil 4.41 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] kalınlığındaki filmlerin pH değişkenine bağlı %BMR ve %EMR değişimini göstermektedir. Şekillerden de görüldüğü gibi pH değerini azalmasıyla birlikte %BMR ve %EMR değerlerindeki azaldığı görülmektedir. Bu azalma film içeriğindeki ferromanyetik madde miktarının azalma ile açıklanmaktadır. Ferromanyetik malzemelerde hassasiyet elektriksel direncin düşük manyetik alanlardaki değişimi olarak tarif edilmektedir. Filmlerin hassasiyetleri incelendiğinde pH= 2.50, 2.30, 2.10 ve 1.95 filmlerin 8.0, 9.6, 10.0 ve 10.8 kOe manyetik alan değerlerinde doyuma ulaştıkları görülmektedir. Bu da göstermektedir ki azalan pH hasasasiyetin azalmasına sebep olmaktadır. Bu durum film içeriğindeki ferromanyetik madde miktarının azalmasına adfedilebilmektedir.



Şekil4.40: (a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10 ve (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen $^{334}\text{[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)]}$ tabaka kalınlığına sahip filmlerin %MR değişimleri.



Şekil 4.40 (devam): (a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10, (d) pH=1.95 olan çözeltilerden üretilen $^{334}\text{[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)]}$ tabaka kalınlığına sahip filmlerin %MR değişimleri



Şekil 4.41: $^{334}\text{[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)]}$ kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre %BMR ve %EMR değişimi

Tüm filmlerin pH değerinin azalmasıyla birlikte %Co ve %Fe miktarlarında kısmi bir azalma gözlenirken %Cu miktarında artış gözlenmektedir. Film içerisindeki Cu miktarının artışı çok katmanlı içerisindeki Ferromanyetik etkileşimin azalmasına sebep olup %MR değerlerinin düşmesine sebep olmuş olduğu düşünülmektedir. Cu miktarındaki artış film içerisindeki tabakaların birbirine girerek çok katmanlı yapının alaşım yapıya dönüştüğünü NiFeCu/Cu çok katmanlı

filmlerde gözlenmektedir [76]. CoFeCu/Cu filmlerde pH değeri 1.95 olan filmin kimyasal bileşimi incelendiğinde ferromanyetik ~%4 iken nanmanyetik madde miktarı ~%96 olarak dedekte edilmemiştir. Çok katmanlı filmlerin MR grafikleri incelendiğinde pH değerinin azalmasıyla birlikte GMR'ın daha yüksek alanlarda doyuma ulaşmaya başlamış olduğu görülmektedir. Bu durum filmlerin içindeki ferromanyetik madde miktarının azalmasıyla birlikte Co tabakası içindeki SPM bölgelerinin azalmasına ve sürekli bir tabakanın oluşmasına atfedilebilir. Böylece elektronlar, SPM bölgelerden ziyade ferromanyetik davranış gösteren bölgelerden spine bağlı saçılma yaparak çok katmanlı yapıların hassasiyetini artırır [77].

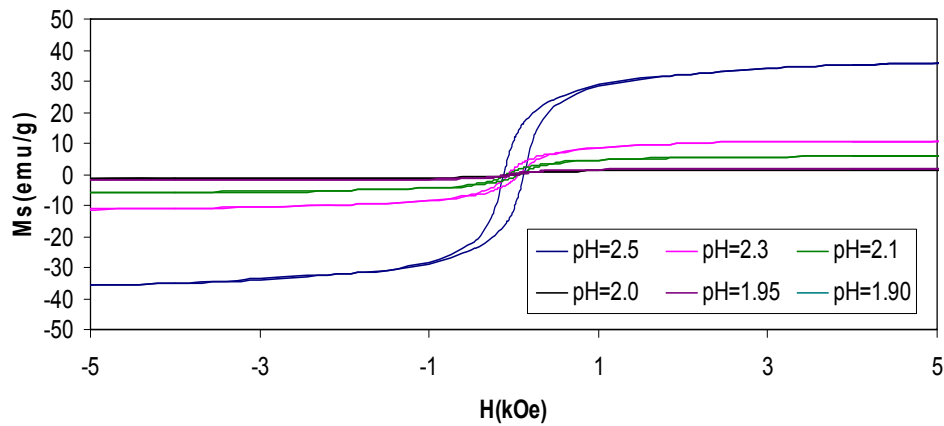
4.2.6 Manyetik Analiz.

Çok katmanlı filmlerin manyetik ölçümleri VSM ile oda sıcaklığında, ± 10 kOe'lik manyetik alan film yüzeyine paralel ve dik uygulanarak yapıldı. VSM ölçümleri numuneler 6 mm çapında dairesel olarak kesilerek alındı. Elde edilen histeresis eğrilerinden manyetik moment değerleri filmin kütlesine bölünerek doyum manyetizasyonu (M_s) hesaplandı. L(+) askorbik asit konsantrasyonu farklı çözeltilerden büyütülen CoFeCu/Cu filmler için pH değerini 2.50, 2.30, 2.10, 2.00 ve 1.95 olan çözeltiler kullanılmıştır. Filmler 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)], 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] ve 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarında nominal film kalınlığı 3 μm olacak şekilde 40 °C'de ki çözeltilerden üretilmiştir.

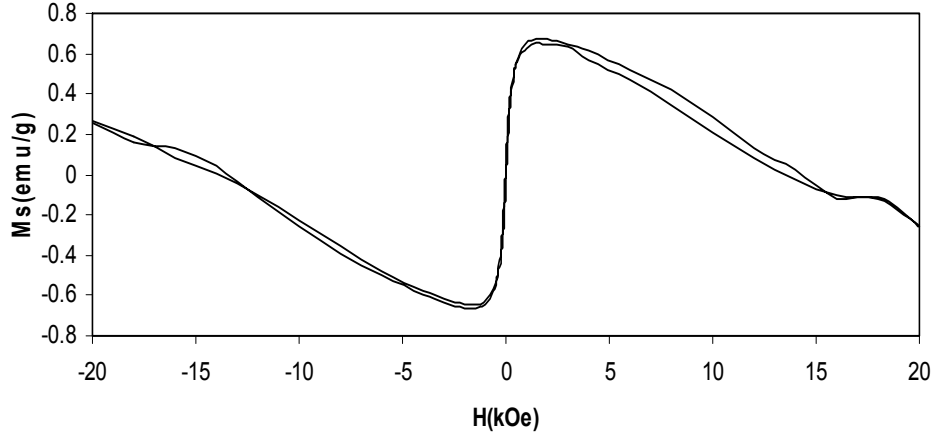
Şekil 4.42 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip pH= 2.50, 2.30, 2.10, 1.95 ve 1.90 değerlerindeki filmlerin film düzlemine paralel manyetik alan uygulanarak elde edilen histerisi eğrilerini göstermektedir. Çözelti pH'ına göre incelenen filmlerde pH düşüşü ile doyum manyetizasyonu (M_s) azalmaktadır. Filmlerin elementel analizinde çözelti pH'ının düşüşü ile filmlerin ferromanyetik madde içeriğinde kısmi bir azalma görülmektedir. Filmler için doyum manyetizasyonları, pH değeri 2.50, 2.30, 2.10 ve 1.95 iken sırasıyla 37, 11, 6 ve 1.5 emu/g olarak bulunmuştur. Şekil 4.43 pH 1.95 olan film için histerisi eğrisini göstermektedir. Manyetizasyondaki bu azalma film içindeki ferromanyetik madde miktarının azalmasına atfedilebilir [55]. Şekil 4.43'den de açıkça görülmektedir ki film içerisindeki %Cu miktarının çok fazla olması yapının diamanyetik bileşenlerinin

baskın hale gelerek manyetizasyonun çok küçük değerlere sahip olmasına neden olmaktadır. Filmlerin kuarsivite değerleri pH değeri 2.50, 2.30, 2.10, 1.95 iken sırasıyla 120, 64, 74 ve 17 Oe olarak belirlenmiştir. Kuarsivite değeri 12.5 Oe'in (1 kA/m) altında olan maddeler yumuşak manyetik maddeler, kuarsivite değeri 125 Oe'in (10 kA/m) üzerinde olan maddeler sert manyetik maddelerdir [55]. Filmlerin kuarsiviteleri 125 Oe değerinin altında olduğu için malzemeler yumuşak manyetik malzeme sınıfına girmektedir. Filmler için M_r/M_s (S) oranları da filmlerin kuarsivite değerlerine benzer biçimde filmin doyum alanına ulaşmasının bir göstergesidir. Doyum alanına kolay ulaşan filmler yumuşak manyetik malzeme olarak sınıflandırılabilir. S değeri 0 ne kadar yakın ise film o denli yumuşak bir malzeme olacaktır. Filmlerin S değerleri pH değeri 2.50, 2.30, 2.10 ve 1.95 iken sırasıyla 0.29, 0.14, 0.14 ve 0.05 olarak hesaplanmıştır. Sonuçlara göre en yumuşak manyetik malzeme pH=1.95 değerinde üretilen filmidir.

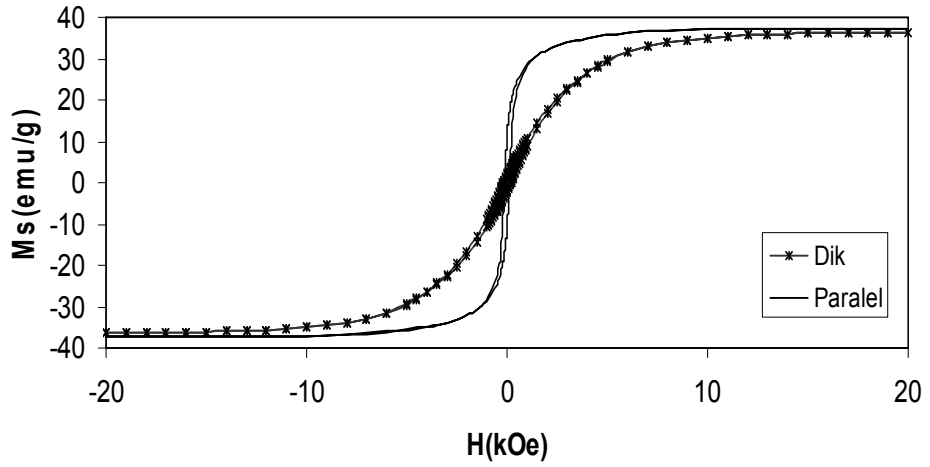
Şekil 4.44 pH=2.50 olan çözülden 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarında üretilen film için manyetik alanın sayfa süzlemine dik ve paralel olduğu durumdaki histerisis eğrilerini göstermektedir. Film yüzeyine paralel alınan histerisis eğrilerinde dik alınan eğrilere göre, kalıcı manyetizasyon (M_r) büyük iken M_s ise küçüktür. Grafik incelendiğinde filmde kolay eksen manyetizasyonu film yüzeyine paraleldir.



Şekil 4.42: (a) pH=2.50, (b) pH=2.30, (c) pH=2.10, (d) pH=2.00, (e) pH=1.95 ve (f) pH=1.90 olan çözümlerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri (Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır)



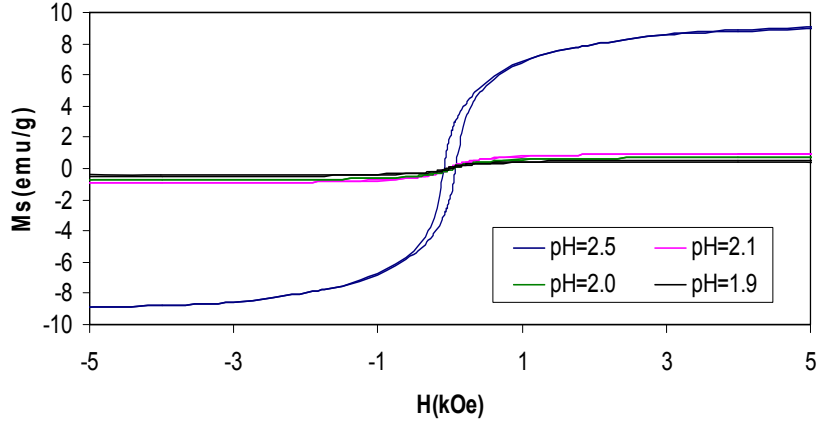
Şekil 4.43: pH=1.90 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır)



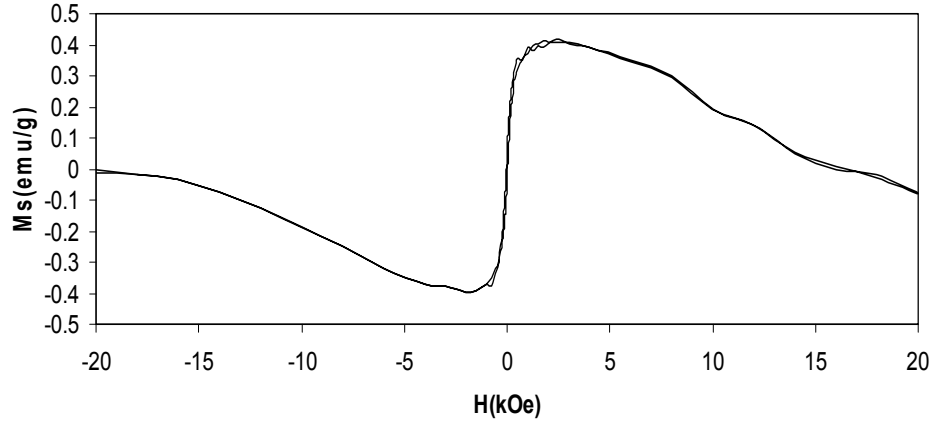
Şekil 4.44: pH:2.50 değerine sahip çözeltilerden 250 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri

Şekil 4.45 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip pH= 2.50, 2.10, 2.00 ve 1.90 değerlerindeki filmlerin film düzlemine paralel manyetik alan uygulanarak elde edilen histerisi eğrilerini göstermektedir. Çözeltideki pH düşüşü ile doyum manyetizasyonu (M_s) azalmaktadır. Filmlerin elementel analizinde çözelti pH 'ının düşüşü ile filmlerin ferromanyetik madde içeriğinde kısmi bir azalma görülmektedir. Filmler için doyum manyetizasyonları, pH değeri 2.50, 2.10, 2.00 ve 1.90 iken sırasıyla 9, 0.9, 0.7 ve 0.5 emu/g olarak bulunmuştur. Manyetizasyondaki bu azalma film içindeki ferromanyetik madde miktarının azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir [55]. Şekil 4.46 pH 1.90 olan film için histerisi eğrisini göstermektedir. Şekilden de açıkça görülmektedir ki film içerisindeki %Cu miktarının çok fazla olması yapının diamanyetik bileşenlerinin baskın hale gelerek manyetizasyonun çok küçük değerlere sahip olmasına neden olmaktadır. Filmlerin kuarsivite değerleri pH değeri 2.50, 2.10, 2.00 ve 1.90 iken sırasıyla 80, 28, 39 ve 29 Oe olarak belirlenmiştir. Filmlerin kuarsiviteleri 125 Oe değerinin altında olduğu için malzemeler yumuşak manyetik malzeme olarak sınıflandırılabilirler. Filmlerin S değerleri pH değeri 2.50, 2.10, 2.00 ve 1.90 iken sırasıyla 0.21, 0.05, 0.09 ve 0.07 olarak hesaplanmıştır. Sonuçlara göre en yumuşak manyetik malzeme pH=2.10 değerinde üretilen filmidir.

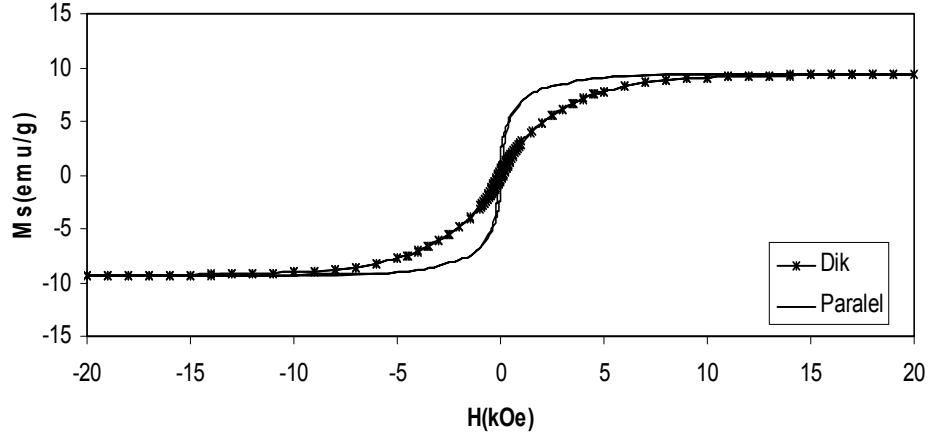
Şekil 4.47 pH=2.50 olan çözeltiden 268[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarında üretilen film için manyetik alanın sayfa süzlemine dik ve paralel olduğu durumdaki histerisis eğrilerini göstermektedir. Grafik incelendiğinde filmde kolay eksen manyetizasyonu film yüzeyine paraleldir.



Şekil 4.45: $\text{pH}=2.50$, $\text{pH}=2.10$, $\text{pH}=2.00$, ve $\text{pH}=1.90$ olan çözeltilerden üretilen $286[\text{CoFeCu} (6.0 \text{ nm})/\text{Cu} (4.5 \text{ nm})]$ tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri (Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır)



Şekil 4.46: $\text{pH}=1.90$ olan çözeltilerden üretilen $286[\text{CoFeCu} (6.0 \text{ nm})/\text{Cu} (4.5 \text{ nm})]$ tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri (Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır)

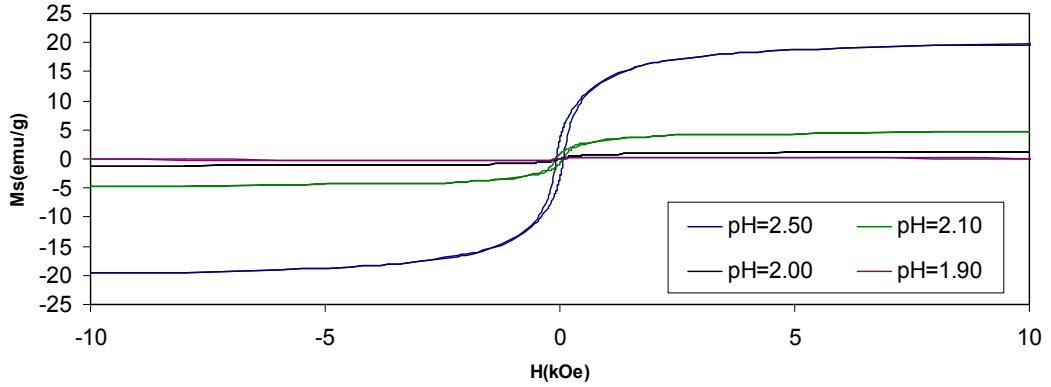


Şekil 4.47: pH:2.50 değerine sahip çözültiden 286 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (4.5 m)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri

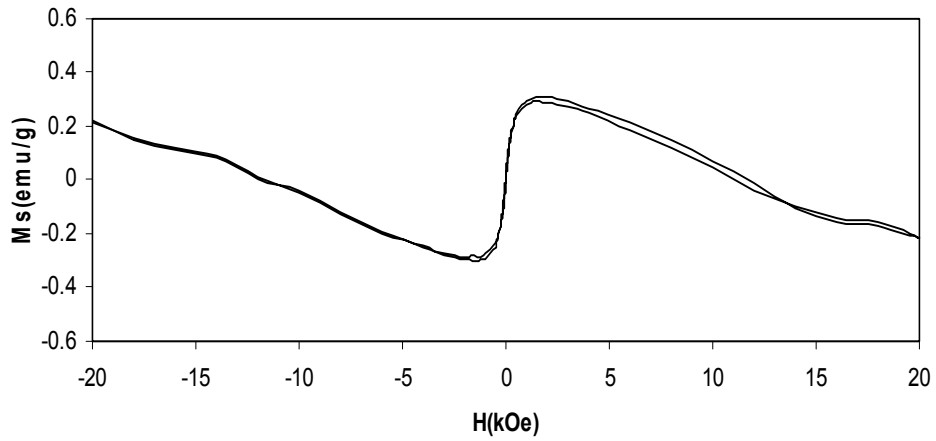
Şekil 4.48 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip pH= 2.50, 2.10, 2.00 ve 1.90 değerlerindeki filmlerin film düzlemine paralel manyetik alan uygulanarak elde edilen histerisis eğrilerini göstermektedir. Çözültideki pH düşüşü ile doyum manyetizasyonu (M_s) azalmaktadır. Filmlerin elementel analizinde çözelti pH'ının düşüşü ile filmlerin ferromanyetik madde içeriğinde kısmi bir azalma görülmektedir. Filmler için doyum manyetizasyonları, pH değeri 2.50, 2.10, 2.00 ve 1.90 iken sırasıyla 19, 4.6, 1.1 ve 0.3 emu/g olarak bulunmuştur. Manyetizasyondaki bu azalma film içindeki ferromanyetik madde miktarının azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir [55]. Şekil 4.49 pH 1.90 olan film için histerisi eğrisini göstermektedir. Şekildende açıkça görülmektedir ki film içerisindeki %Cu miktarının çok fazla olması yapının diamanyetik bileşenlerinin baskın hale gelerek manyetizasyonun çok küçük değerlere sahip olmasına neden olmaktadır. Filmlerin kuarsivite değerleri pH değeri 2.50, 2.10, 2.00 ve 1.90 iken sırasıyla 76, 71, 9 ve 15 Oe olarak belirlenmiştir. Filmlerin kuarsiviteleri 125 Oe değerinin altında olduğu için malzemeler yumuşak manyetik malzeme olarak sınıflandırılabilirler. Filmlerin S değerleri pH değeri 2.50, 2.10, 2.00 ve 1.90 iken sırasıyla 0.17, 0.19, 0.02 ve 0.05 olarak hesaplanmıştır. Sonuçlara göre en yumuşak manyetik malzeme pH=2.00 değerinde üretilen filmidir.

Şekil 4.50 pH=2.50 olan çözülden 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarında üretilen film için manyetik alanın sayfa süzlemine dik ve paralel olduğu durumdaki histerisis eğrilerini göstermektedir. Grafik incelendiğinde filmde kolay eksen manyetizasyonu film yüzeyine paraleldir.

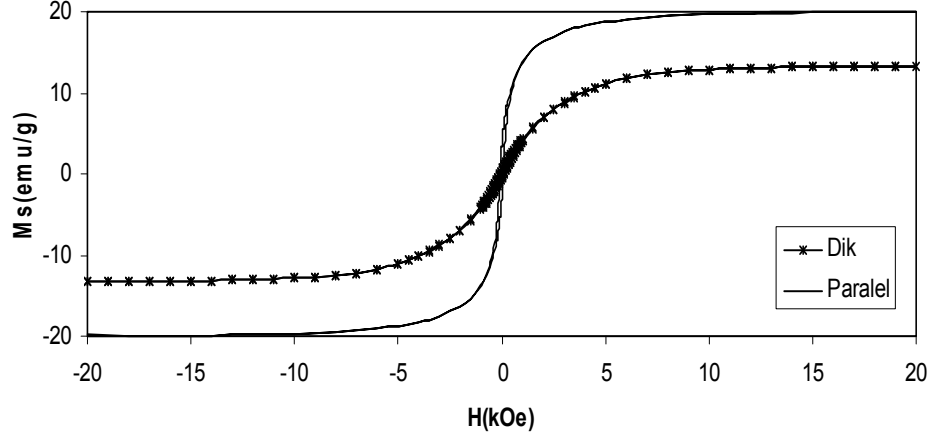
Tüm filmlerin üretim şartları, elementel analizleri, yapısal analizleri, manyetik direnç ölçümleri ve manyetik analizleri Tablo 4.12 da özetlenmiştir



Şekil 4.48: pH=2.50, pH=2.10, pH=2.00 ve pH=1.90 olan çözümlerden üretilen 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin histerisis eğrileri (Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)



Şekil 4.49: pH=1.90 olan çözümlerden üretilen 334[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)



Şekil 4.50: pH:2.50 değerine sahip çözültiden 334 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.

Tablo 4.12: L(+) askorbik asit etkisi altındaki incelenen numunelerin elementel, yapısal manyetotransport ve manyetik sonuçları.

Film Üretim Parametreleri				Sonuçlar												
Numune	pH (±0.02)	Tabaka Kalınlığı CoFeCu(nm)/Cu(nm)	Üretim Potansiyeli (V)		EDX			XRD	%MR		VSM					
			CoFeCu	Cu	Co (%at.)	Fe (%at.)	Cu (%at.)	Tane Büyüklüğü (nm)	%BMR	%EMR	M _s (emu/g)	H _c (Oe)				
TM45	2.50	6.0/6.0	-1.6	-0.3	8	2	90	83	20	21	37	120				
TM49	2.30				3	-	97	52	11	13	11	64				
TM53	2.10				10	3	87	92	8	11	6	74				
TM60	2.00				11	4	85	92	-	-	-	-				
TM116	1.95				4	-	96	130	1	1	1.5	17				
TM122	1.90				2	-	98	138	-	-	-	-				
TM100	2.50	6.0/4.5			-1.6	-0.3	16	6	78	76	12	17	9	80-		
TM102	2.30						15	5	80	62	10	12	-	-		
TM113	2.10						6	3	91	66	4	4	0.9	28		
TM115	2.00						4	2	94	121	-	-	0.7	39		
TM117	1.95						3	1	96	129	2	2	-	-		
TM124	1.90						2	1	97	-	-	-	0.5	29		
TM46	2.50	6.0/3.0					-1.6	-0.3	16	5	79	59	11	8	19	76
TM50	2.30								13	2	85	75	7	7	11	92
TM54	2.10								7	6	87	62	7	7	4.6	71
TM61	2.00								8	2	90	75	-	-	1.1	9
TM118	1.95								12	4	84	115	2	2	-	-
TM123	1.90								14	3	83	-	-	-	0.3	15

4.3 CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmlere NaOH etkisi

4.3.1 CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmlerin Büyütülmesi ve Hazırlanması

Bu bölümde CoFeCu/Cu filmlere NaOH etkisi incelenmektedir. Bu nedenle 0.01 M, 0.02 M ve 0.04 M, NaOH eklenerek çözeltiler oluşturuldu. Çözelti sıcaklıkları tüm çalışma boyunca 40 °C'de sabit tutulurken artan baz miktarıyla çözeltilerin pH değerleri 5.50 ile 2.8 arasında olduğu pH metre ile belirlendi. Baz eklenen çözeltilerden 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)] ve 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlıklarında toplam kalınlığı 3 µm olan filmler üretildi. Filmlerin üretimi için seçilecek potansiyel değerleri Bölüm 4.1 elde edilen sonuçlar göz önüne alınarak -1.6 V ve -0.3 V olarak belirlenmiştir.

NaOH'ın CoFeCu/Cu filmlerin büyüme mekanizmalarını, film kompozisyonlarını, yapısal, manyetorezistans ve manyetik özelliklerini nasıl etkilediğini görmek amacı ile üretilen filmler Tablo 4.13'de verilmiştir.

Tablo 4.13: Değişen NaOH miktarına göre üretilen filmler

Sodyum Hidroksit: 0.01 M

ÖRNEK ADI	(CoFeCu/Cu)	pH
TM126	60/60	3.70
TM128		3.30
TM130		3.00
TM133		2.80

Sodyum Hidroksit: 0.01 M

ÖRNEK ADI	(CoFe/Cu)	pH
TM135	60/45	3.70
TM137		3.30
TM139		3.00
TM142		2.80

Tablo 4.13 (devam): Değişen NaOH miktarına göre üretilen filmler

Sodyum Hidroksit: 0.02 M

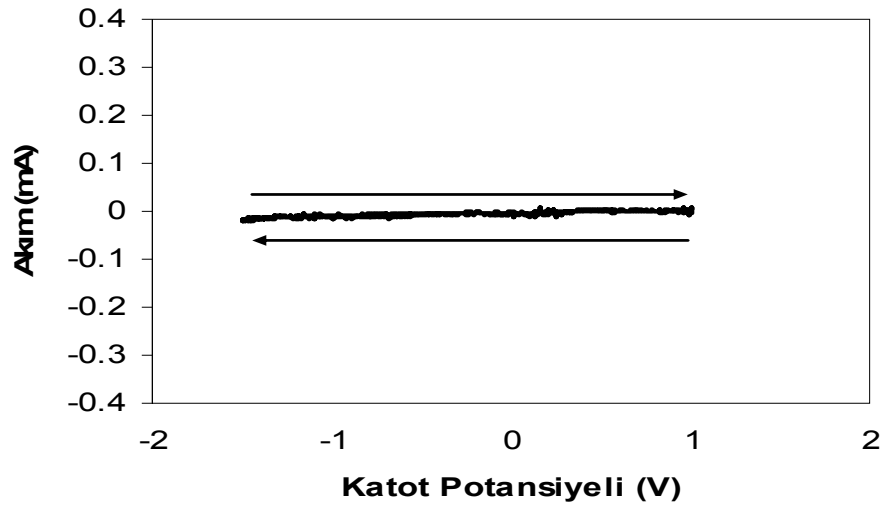
ÖRNEK ADI	(CoFeCu/Cu)	pH
TM145	60/45	4.50
TM147		3.70
TM153		3.00
TM156		2.80

Sodyum Hidroksit: 0.04 M

ÖRNEK ADI	(CoFeCu/Cu)	pH
TM157	60/45	5.50
TM160		4.00
TM166		3.70
TM170		3.00
TM171		2.80

4.2.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon

CoFeCu/Cu filmlerin elektrokimyasal karakterizasyon için dönüşümlü voltammetri yöntemi kullanıldı. Bölüm 4.1.1 Co, Fe, Cu iyonlarını içeren çözeltilerin ayrı ayrı ve birlikte elektrokimyasal incelemesi yapılmıştır. Bu bölümde bunlara değinilmeyecektir. Çünkü sonuçlar benzerdir. Şekil 4.51’de görüldüğü gibi NaOH çözeltisi değişen potansiyel taramasına rağmen anodik ya da katodik yönde herhangi bir pik oluşturmamaktadır. Potansiyel taraması boyunca çözelti içerisinde akım gözlenmemektedir. Bu durumda NaOH depozisyona katılmadığının bir göstergesidir.

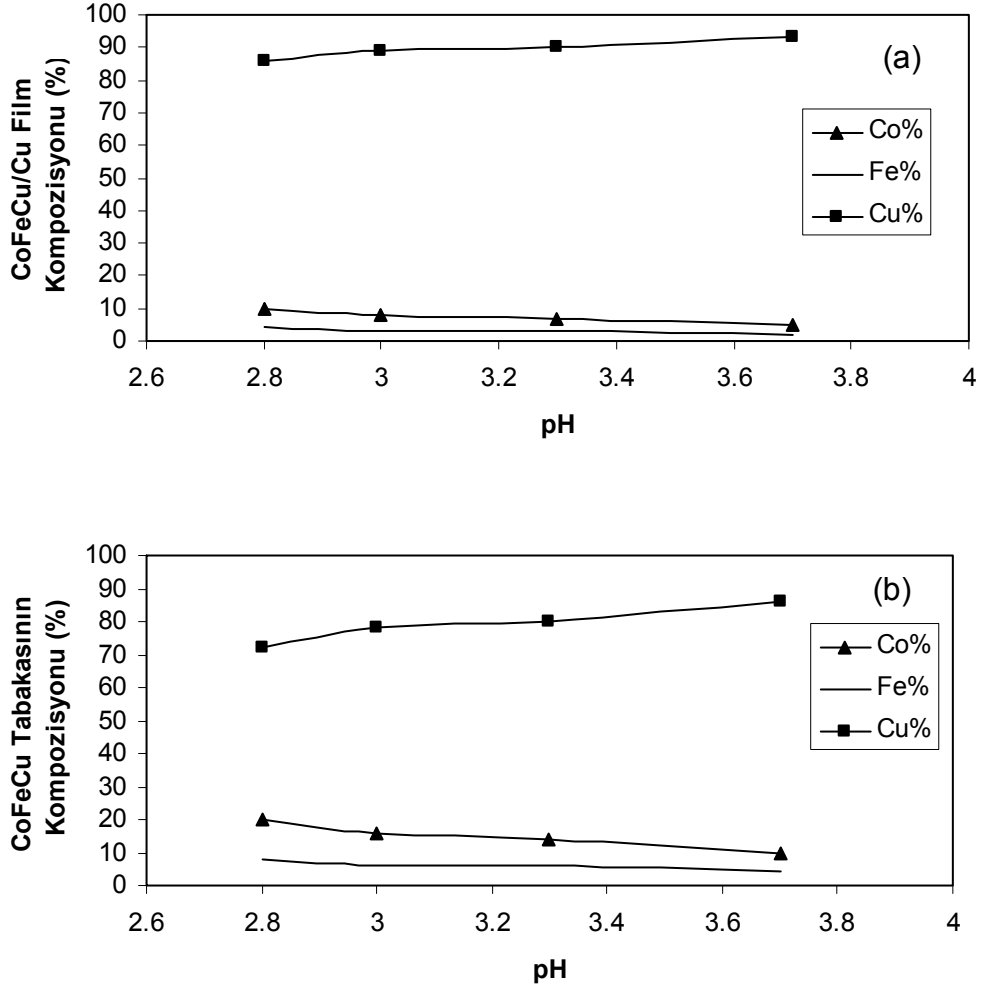


Şekil 4.51: pH= 3.20 değerine sahip ve 40 °C sıcaklığındaki 0.01M NaOH çözeltisinin DV eğrisi

4.3.3 Elementel Analiz

Bu çalışmada 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)] ve 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlıklarında toplam kalınlığı 3 µm olan filmler NaOH içeren çözeltilerden üretilmiştir.

0.01 M NaOH içeren çözeltilerden 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin değişen çözelti pH değerine göre elementel analizleri incelendi. Film içerikleri pH 3.70 da Co(at.) %5, Fe(at.) 2, Cu(at.) %93, pH 3.30 da Co(at.) %7, Fe(at.) %3 Cu(at.) %90, pH 3.00 da Co(at.) %8, Fe(at.) %3, Cu(at.) %89 ve pH 2.80 da Co(at.) %10, Fe(at.) %4, Cu(at.) %86, olarak belirlendi. %Co, %Fe ve %Cu miktarlarının toplam film içerisindeki değerleriyle manyetik tabaka içerisindeki % değişimleri Şekil 4.52’de görülmektedir. Sonuçlardan da görüleceği gibi filmlerin elementel analizlerinin pH değişkeniyle ciddi bir değişim göstermediği görülmektedir. Ancak pH değerinin azalması ile film içerisindeki %Co miktarı artarken %Cu miktarında azalma gözlenmektedir. Bu değişimin yanısıra film içerisindeki %Fe miktarı sabit kalmaktadır. Bu sonuçlar ferromanyetik tabaka içerisindeki madde miktarlarındaki değişimi desteklemektedir. Filmlerin ve film içindeki manyetik tabakaya ait film kompozisyonları Tablo 4.14’de verilmektedir.

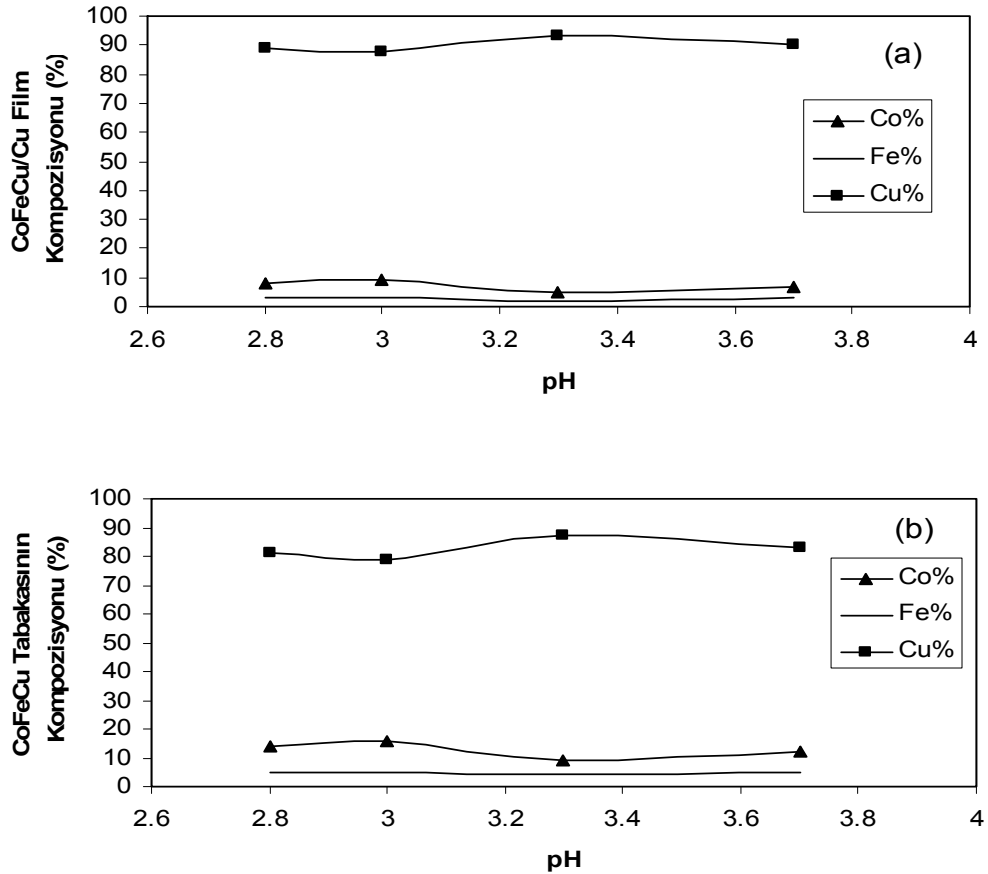


Şekil 4.52: 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği(0.01 M NaOH)

Tablo4.14:0.01 M NaOH içeren çözültiden üretilen 250[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları.

pH	CoFeCu/Cu Film Kompozisyonu			CoFeCu Tabakasının Kompozisyonu		
	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %
3.70	5	2	93	10	4	86
3.30	7	3	90	14	6	80
3.00	8	3	89	16	6	78
2.80	10	4	86	20	8	72

0.01 M NaOH içeren çözültüden 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin değişen çözelti pH değerine göre elementel analizleri incelendi. Film içerikleri pH 3.70 da Co(at.) %7, Fe(at.) 3, Cu(at.) %90, pH 3.30 da Co(at.) %5, Fe(at.) %2 Cu(at.) %93, pH 3.00 da Co(at.) %9, Fe(at.) %3, Cu(at.) %88 ve pH 2.80 da Co(at.) %8, Fe(at.) %3, Cu(at.) %89, olarak belirlendi. %Co, %Fe ve %Cu miktarlarının toplam film içerisindeki değerleriyle manyetik tabaka içerisindeki % değişimleri Şekil 4.53’de görülmektedir. Sonuçlardan da görüleceği gibi filmlerin elementel analizlerinin pH değişkeniyle ciddi bir değişim olmamaktadır. Filmlerin ve film içindeki manyetik tabakaya ait film kompozisyonları Tablo 4.15’da verilmektedir. Azalan pH değeri film genelindeki madde miktarları üzerine çok büyük bir etkide bulunmamla birlikte ferromanyetik tabaka içerisindeki %Co ve %Fe kimsi artışına sebep olmaktadır.

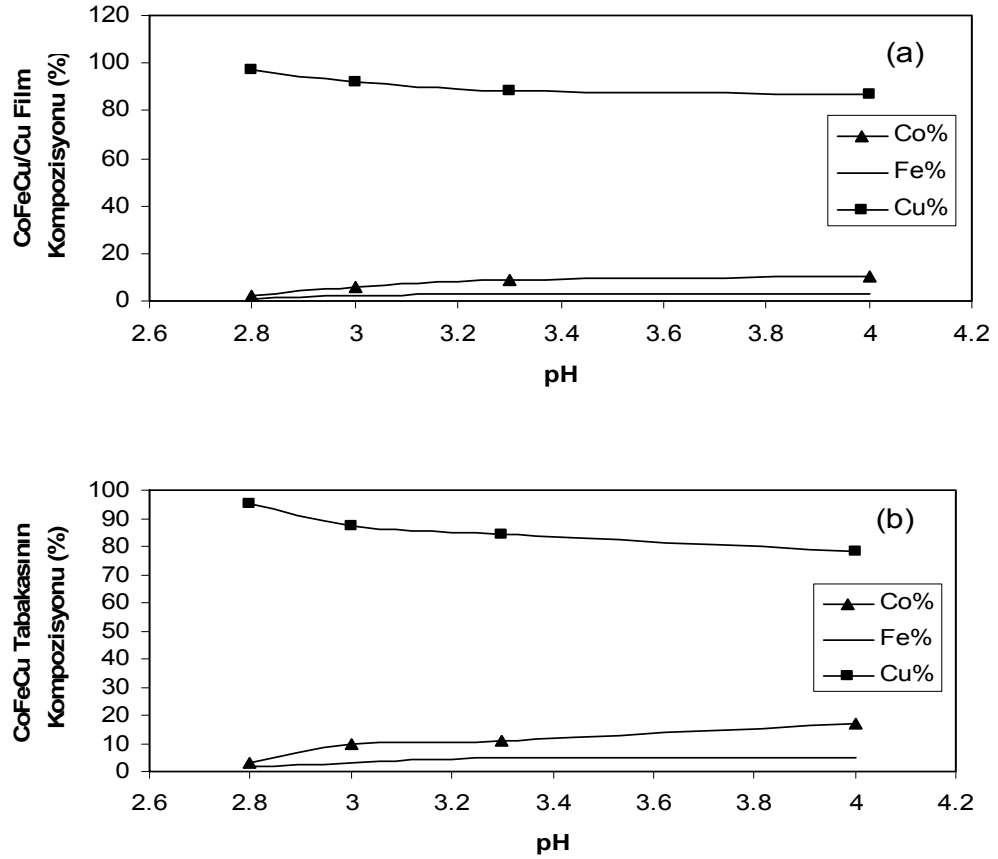


Şekil 4.53: 268[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği(0.01M NaOH)

Tablo 4.15: 0.01 M NaOH içeren çözeltilerden 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları

pH	CoFeCu/Cu Film Kompozisyonu			CoFeCu Tabakasının Kompozisyonu		
	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %
3.70	7	3	90	12	5	83
3.30	5	2	93	9	4	87
3.00	9	3	88	16	5	79
2.80	8	3	89	14	5	81

0.02 M NaOH içeren çözeltilerden 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin değişen çözelti pH değerine göre elementel analizleri incelendi. Film içerikleri pH 4.50’da Co(at.) %10, Fe(at.) 3, Cu(at.) %87, pH 3.70 da Co(at.) %9, Fe(at.) %3 Cu(at.) %88, pH 3.00 da Co(at.) %6, Fe(at.) %2 Cu(at.) %92 ve pH 2.80 da Co(at.) %2, Fe(at.) %1, Cu(at.) %97, olarak belirlendi. %Co, %Fe ve %Cu miktarlarının toplam film içerisindeki değerleriyle manyetik tabaka içerisindeki % değişimleri Şekil 4.54’de görülmektedir. Sonuçlardan da görüleceği gibi filmlerin elementel analizlerinin pH değişkeniyle ciddi bir değişim göstermediği görülmektedir. Azalan çözelti pH değerine bağlı olarak film içerisindeki %Co değeri %10 değerinden %2 değerine düşerken %Cu miktarı %87’lik değerden %97’ye kadar çıkmaktadır. Buna karşın %Fe miktarıysa neredeyse sabit kalmaktadır. Filmlerin ve film içindeki manyetik tabakaya ait film kompozisyonları Tablo 4.16’da verilmektedir.



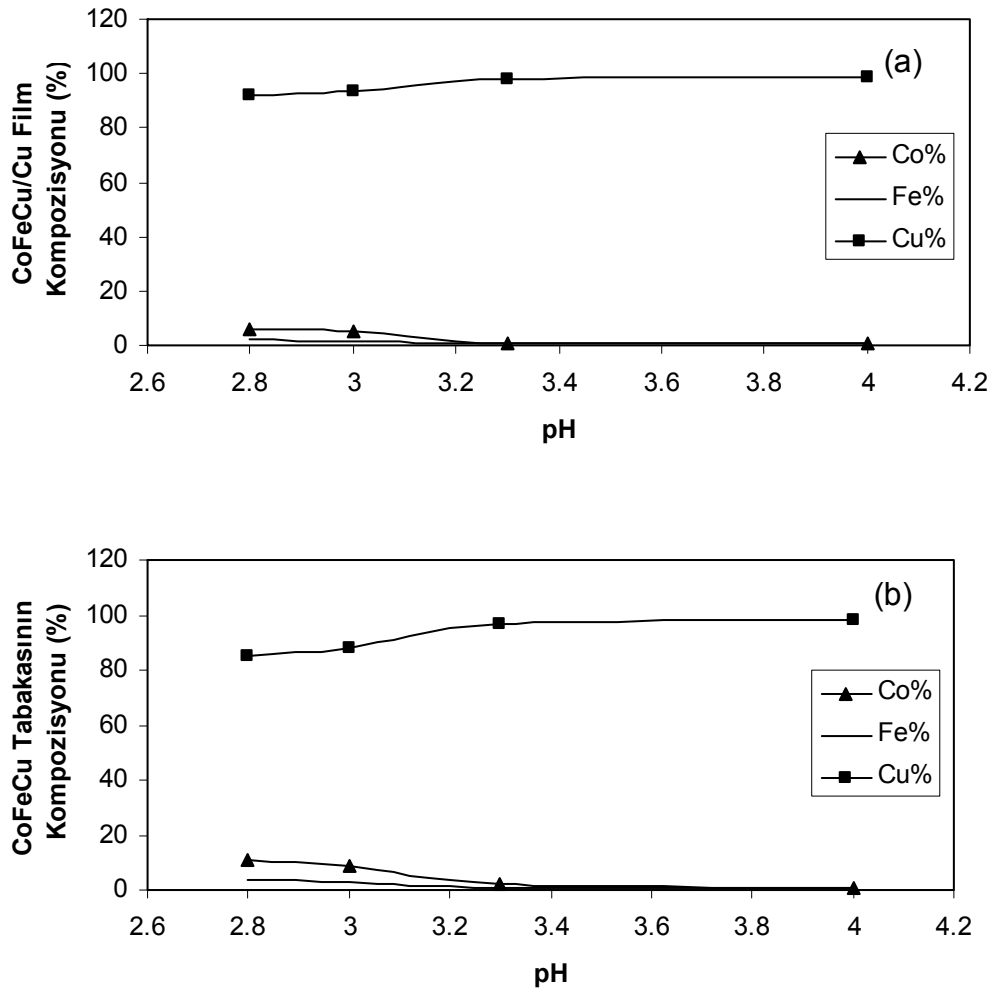
Şekil 4.54: 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği (0.02 M NaOH)

Tablo 4.16: 0.02 M NaOH içeren çözeltilerden 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları.

pH	CoFeCu/Cu Film Kompozisyonu			CoFeCu Tabakasının Kompozisyonu		
	Co at.%	Fe at. %	Cu at.%	Co at.%	Fe at.%	Cu at. %
4.50	10	3	87	17	5	78
3.70	9	3	88	11	5	84
3.00	6	2	92	10	3	87
2.80	2	1	97	3	2	95

0.04 M NaOH içeren çözeltilerden 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin değişen çözelti pH değerine göre elementel analizleri incelendi. Film içerikleri pH 5.50'da Co(at.) %0.9, Fe(at.) 0.4, Cu(at.) %98.7, pH 4.00 da Co(at.) %1.1, Fe(at.) %0.9 Cu(at.) %98, pH 3.70 da Co(at.) %5, Fe(at) %1.5

Cu(at.) %93.5 ve pH 2.80 da Co(at.) %6, Fe(at.) %2, Cu(at.) %92, olarak belirlendi. Şekil 4.55’de pH değişimine göre kimyasal sonuçların değişimi görülmektedir. Sonuçlardan da görüleceği gibi filmlerin elementel analizlerinin pH değişkeniyle ciddi bir değişim göstermediği görülmektedir. Azalan çözelti pH değerine bağlı olarak film içerisindeki %Co ve %Fe değeri artarken %Cu miktarı azalmaktadır. Filmlerin ve film içindeki manyetik tabakaya ait film kompozisyonları Tablo 4.17’de verilmektedir.



Şekil 4.55: 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına pH değişkenine göre üretilen filmlerin, (a) Film kompozisyonu , (b) CoFeCu manyetik tabaka içeriği(0.04 M NaOH)

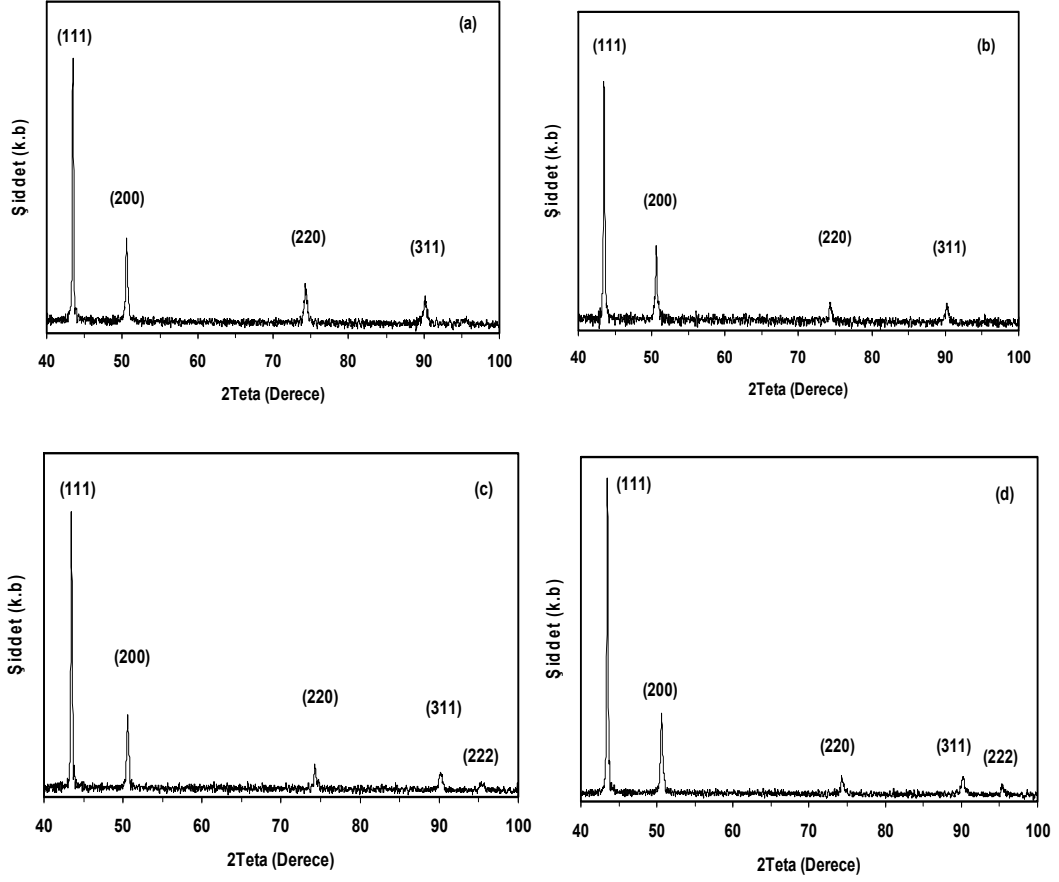
Tablo 4.17: 0.04 M NaOH içeren çözültiden 286[CoFeCu(6.0 nm)/Cu(4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin ve bu filmlerin manyetik tabakalarının pH değişkenine bağlı elementel analiz sonuçları

pH	CoFeCu/Cu Film Kompozisyonu			CoFeCu Tabakasının Kompozisyonu		
	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %	Co at. %	Fe at. %	Cu at. %
5.50	0.9	0.4	98.7	1	0.7	98.3
4.00	1.1	0.9	98	2	1	97
3.70	5	1.5	93.5	9	3	88
2.80	6	2	92	11	4	85

4.3.4 Yapısal Analiz

Şekil 4.56'de 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmleri pH=3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 değerine sahip 40 °C sıcaklığa sahip çözültülerden Ti alttabaka üzerine toplam kalınlık 3 µm olacak şekilde üretilen filmlerin XRD spektrumu verildi. Farklı çözültü pH değerinde üretilen filmlerin XRD spektrumlarının fcc yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Farklı çözültü pH değerlerinde üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] filmlerde fcc yapının karakteristik pikleri görülmektedir. pH=3.70 ve pH=3.30 değerindeki çözültülerde 43°, 51°, 74° ve 90° civarında fcc yapının karakteristik pikleri olan sırasıyla (111), (200), (220) ve (311) yansımaları gözlenmekteyken 3.00 ve 2.80 pH değerine sahip çözültülerden üretilen filmlerde bu piklere ek olarak 95° de (222) yansıması da görülmektedir. XRD desenlerinden pikler için hesaplanan ortalama düzlemler arası uzaklıklar $d_{(111)}= 0.20806$ nm, $d_{(200)}=0.18024$ nm, $d_{(220)}=0.12759$ nm, $d_{(311)}= 0.10879$ nm ve $d_{(222)}= 0.10418$ nm dir. Her bir film için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabitleri hesaplandı. Eşitlik (3.5)'den yararlanılarak yapılan şiddet hesaplamalarına göre 3.70 ve 3.30 çözültü pH değerine sahip olan filmlerde $F_{(220)} = 1.3023$ ve $F_{(111)} = 1.0940$ olduğundan filmler sırasıyla (220) ve (111) yönelimlerine sahipken çözültü pH değeri 3.00 ve 2.80 olan çözültülerde $F_{(111)} = 0.8545$ ve $F_{(222)} = 1.6515$ olarak hesaplandığından filmler sırasıyla (111) ve (222) yönelimine sahiptir. Spektrumda görülen düzlemlerin açılmal konumları ve Miller indisleri kullanılarak filmlerin örgü sabiti en küçük kareler yöntemiyle pH=3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 çözültü pH'ları için sırasıyla 0.36076 nm, 0.36056 nm, 0.36071 nm ve 0.36068 nm olarak

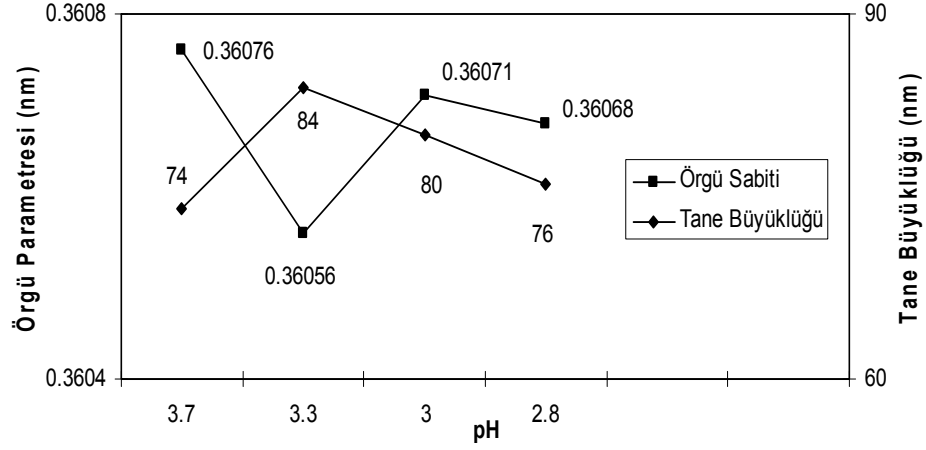
bulunmuştur. Örgü sabitinin pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.57'de gösterilmektedir. Bu değerler literatür ile uyumludur [54].



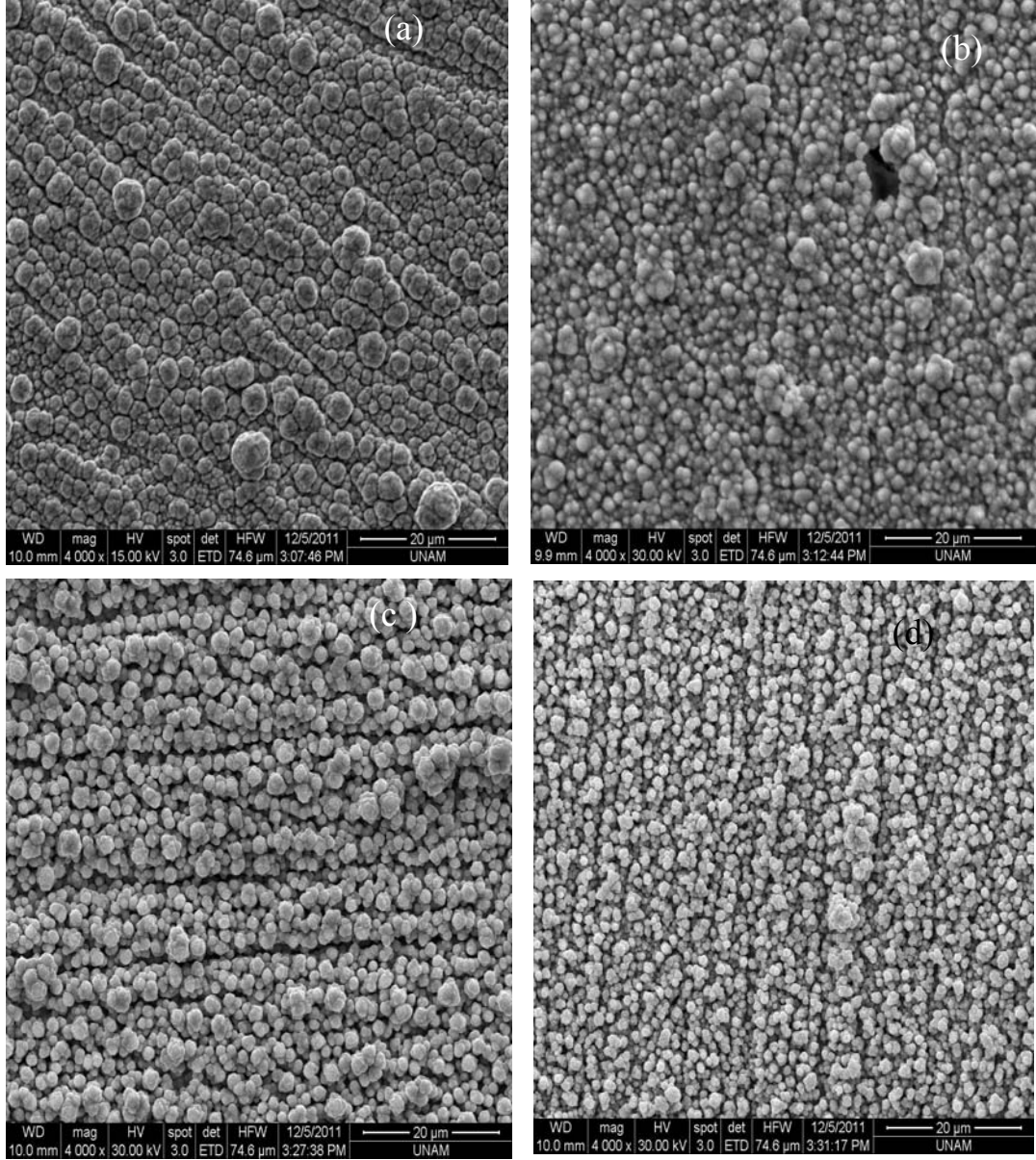
Şekil 4.56: 0.01 M NaOH çözeltisinden 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında (a) pH:3.70, (b) pH:3.30, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 çözelti pH değerlerinde üretilen CoFeCu/Cu filmlerin x-ışını kırınım desenleri

Şekil 4.58'de 0.01M NaOH bulunan çözeltiden farklı pH değerine sahip 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında üretilen filmlerin SEM resimleri gösterilmektedir. Resimler incelendiğinde pH=3.7 olan çözeltiden üretilen filmde taneler büyük ancak film yüzeyinde tabana yapışmış bir şekilde olduğu görülmektedir. pH değerinin 3.30 değerine düşmesiyle birlikte taneler küçülerek yüzeyden ayrılmaya ve küçük kümeler oluşturmaya başlamaktadır. pH 3.00 ve 2.80 olduğunda ise bu yüzeyden ayrılma ve tanelerin kümelenmesi oldukça belirginleşmektedir. SEM görüntülerinin yanı sıra XRD desenlerinden hesaplanan ortalama tane büyüklükleri çözelti pH değeri pH= 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken

sırasıyla 74, 84, 80 ve 76 nm olarak hesaplanmıştır. Tane büyüklüğünün pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.57’de gösterilmektedir.

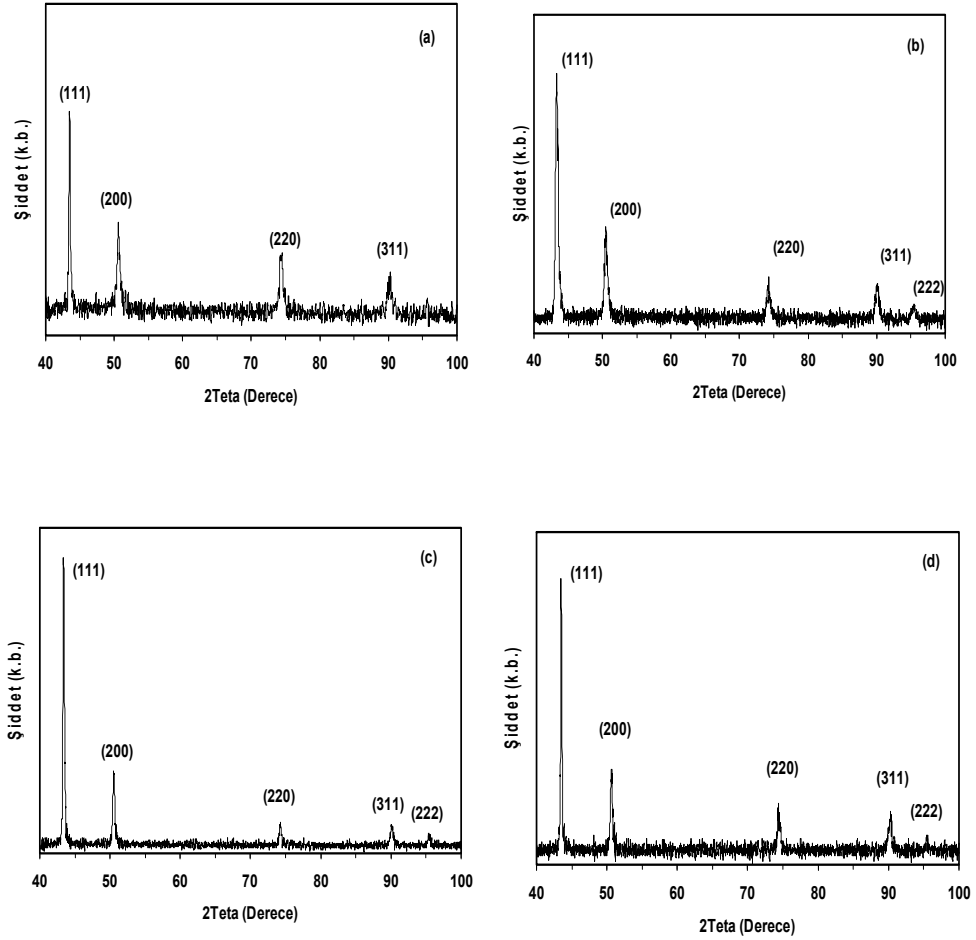


Şekil 4.57: 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi



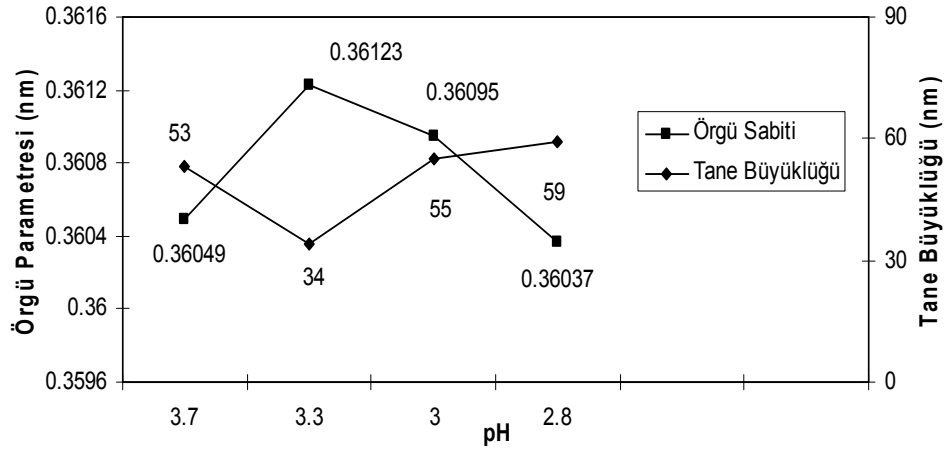
Şekil 4.58: 0.01 M NaOH çözeltisinden (a) pH:3.70, (b) pH:3.30, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin yüzey morfolojisi

Şekil 4.59'de 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmleri pH=3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 değerine sahip 40 °C sıcaklığa sahip çözeltilerden Ti alttabaka üzerine toplam kalınlık 3µm olacak şekilde üretilen filmlerin XRD spektrumu verildi. Farklı çözelti pH değerinde üretilen filmlerin XRD spektrumlarının fcc yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Farklı çözelti pH değerlerinde üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] filmlerde fcc yapının karakteristik pikleri görülmektedir. pH=3.70 değerindeki çözeltide 43°, 51°, 74° ve 90° civarında fcc yapının karakteristik pikleri olan sırasıyla (111), (200), (220) ve (311) yansımaları gözlenmekteyken pH=3.30, 3.00 ve 2.80 pH değerine sahip çözeltilerden üretilen filmlerde bu piklere ek olarak 95° de (222) yansıması da görülmektedir. XRD desenlerinden pikler için hesaplanan ortalama düzlemler arası uzaklıklar $d_{(111)}= 0.20826$ nm, $d_{(200)}=0.18029$ nm, $d_{(220)}=0.12762$ nm, $d_{(311)}= 0.10867$ nm ve $d_{(222)}= 0.10413$ nm dir. Her bir film için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabitleri hesaplandı. Yapılan şiddet hesaplamalarına göre 3.70 ve 3.30 çözelti pH değerine sahip olan filmlerde $F_{(220)} = 1.574$ ve $F_{(311)} = 0.9249$ bulunduğundan filmler sırasıyla (220) ve (311) yönelimlerine sahipken çözelti pH değeri 3.00 ve 2.80 olan çözeltilerde $F_{(222)} =0.9351$ ve $F_{(311)} =1.2220$ olarak hesaplandığından filmler sırasıyla (222) ve (311) yönelimine sahiptir. Spektrumda görülen düzlemlerin açılal konumları ve Miller indisleri kullanılarak filmlerin örgü sabiti en küçük kareler yöntemiyle pH=3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 çözelti pH'ları için sırasıyla 0.36049nm, 0.36123nm, 0.36095nm, ve 0.36037nm olarak bulunmuştur. Örgü sabitinin pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.60'de gösterilmektedir. Bu değerler literatür ile uyumludur [54].

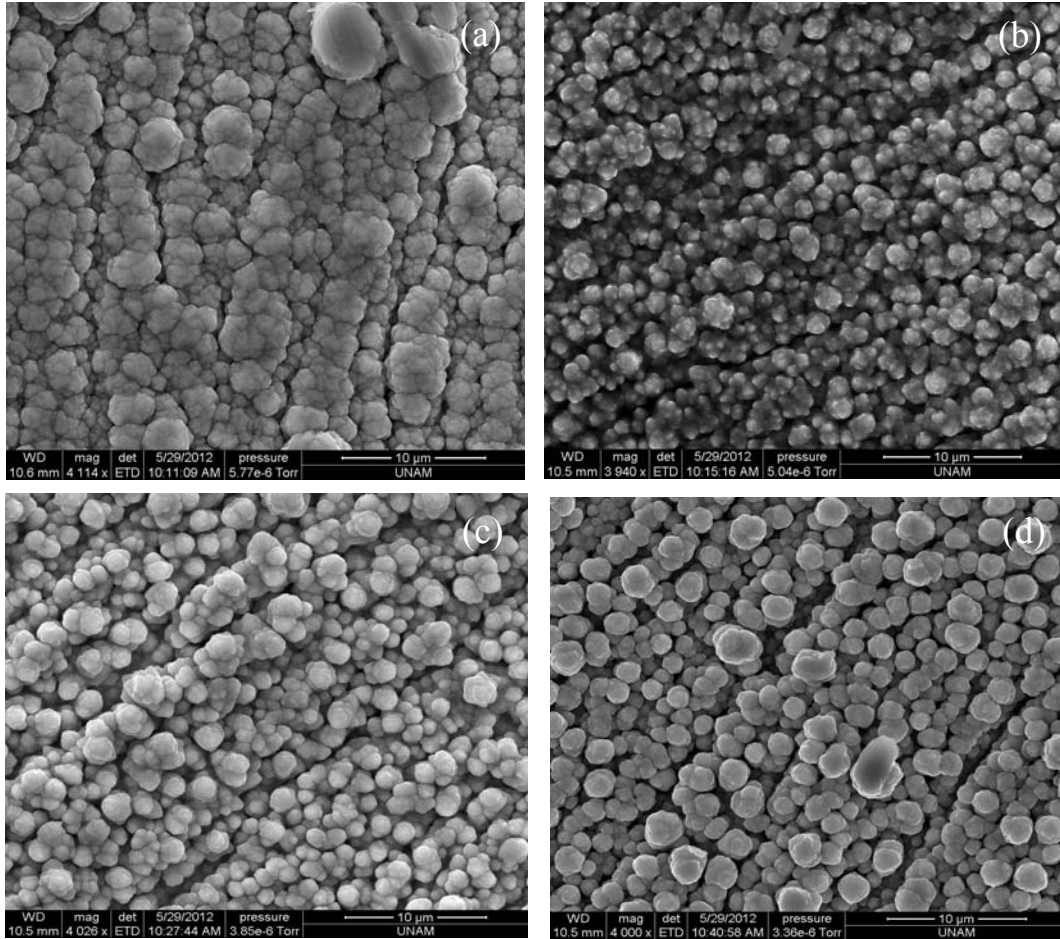


Şekil 4.59: 0.01 M NaOH çözeltisinden (a) pH:3.70, (b) pH:3.30, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin x-ışını kırınım desenleri

Şekil 4.61’de 0.01M NaOH kullanılarak oluşturulan çözeltiden farklı pH değerine sahip 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığındaki filmlerin SEM resimleri gösterilmektedir. Resimlerden de görülmektedir ki pH değeri 3.70 olan çözeltiden üretilen filmlerde taneler arası kümeleşmeler daha fazla iken pH değerinin azalmasıyla birlikte tanelerin küçülerek daha küresel hale geldiği görülmektedir. Tane boyutlarında çok ciddi bir değişim gözlenmemektedir. Bu durum XRD desenlerinden hesaplanan tane büyüklükleri ile de desteklenmektedir. Çözelti pH değeri pH= 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 olan çözeltilerden üretilen filmlerin ortalama tane büyüklükleri sırasıyla 53, 34, 55 ve 59 nm olarak hesaplanmıştır. Tane büyüklüğünün pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.60’de gösterilmektedir.

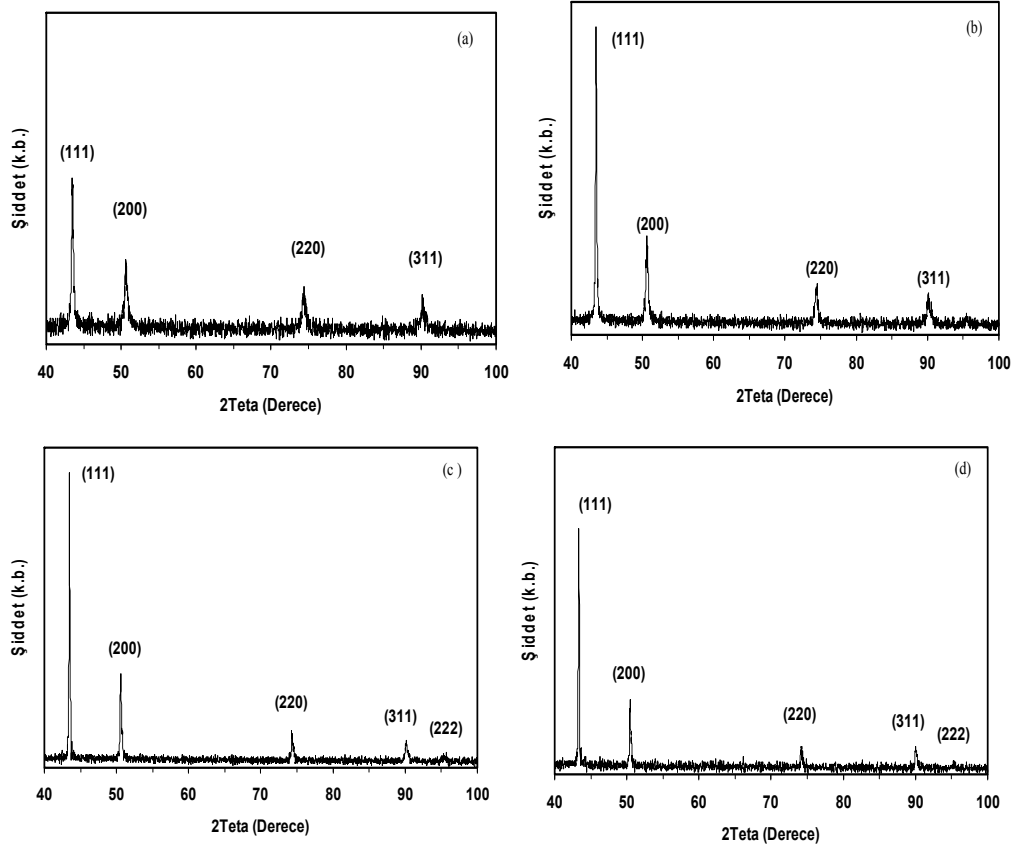


Şekil 4.60: 0.01 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi.



Şekil 4.61: 0.01 M NaOH çözeltisinden (a) pH:3.70, (b) pH:3.30, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin yüzey morfolojisi

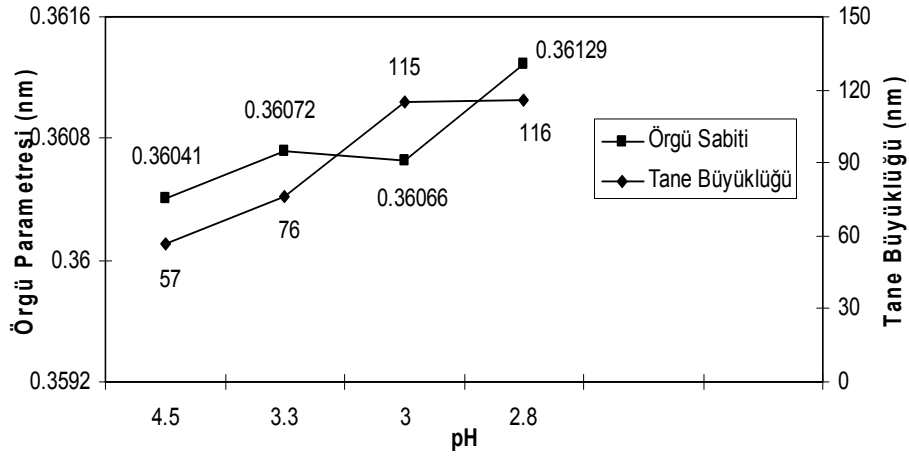
Bu bölümde çözelti içerisinde 0.02 M NaOH konularak filmlerin kristal yapısına olan etkisi araştırıldı. Şekil 4.60'de 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmler pH=4.50, 3.30, 3.00 ve 2.80 değerine sahip 40°C sıcaklığa sahip çözeltilerden Ti alttabaka üzerine toplam kalınlık 3µm olacak şekilde üretilen filmlerin XRD spektrumu verildi. Farklı çözelti pH değerinde üretilen filmlerin XRD spektrumlarının fcc yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Farklı çözelti pH değerlerinde üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] filmlerde fcc yapının karakteristik pikleri görülmektedir. pH=4.50 ve 3.30, değerindeki çözeltilerde 43°, 51°, 74° ve 90° civarında fcc yapının karakteristik pikleri olan sırasıyla (111), (200), (220) ve (311) yansımaları gözlenmekteyken 3.00 ve 2.80 pH değerine sahip çözeltilerden üretilen filmlerde bu piklere ek olarak 95° de (222) yansıması da görülmektedir. XRD desenlerinden pikler için hesaplanan ortalama düzlemler arası uzaklıklar $d_{(111)}= 0.20812$ nm, $d_{(200)}=0.18040$ nm, $d_{(220)}=0.12762$ nm, $d_{(311)}= 0.10882$ nm ve $d_{(222)}= 0.10416$ nm dir. Her bir film için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabitleri hesaplandı. Yapılan şiddet hesaplamalarına göre 4.50 ve 3.30 çözelti pH değerine sahip olan filmlerde $F_{(220)} = 1.4478$ ve $F_{(311)} = 1.7145$ bulunduğundan filmler sırasıyla (220) ve (220) yönelimlerine sahipken çözelti pH değeri 3.00 ve 2.80 olan çözeltilerde $F_{(111)} = 0.8518$ ve $F_{(222)} = 1.1093$ olarak hesaplandığından filmler sırasıyla (111) ve (222) yönelimine sahiptir. Spektrumda görülen düzlemlerin açıl konumları ve Miller indisleri kullanılarak filmlerin örgü sabiti en küçük kareler yöntemiyle pH=4.50, 3.30, 3.00 ve 2.80 çözelti pH'ları için sırasıyla 0.36041 nm, 0.36072 nm, 0.36066 nm, ve 0.36129 nm olarak bulunmuştur. Örgü sabitinin pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.62'de gösterilmektedir. Bu değerler literatür ile uyumludur [54].



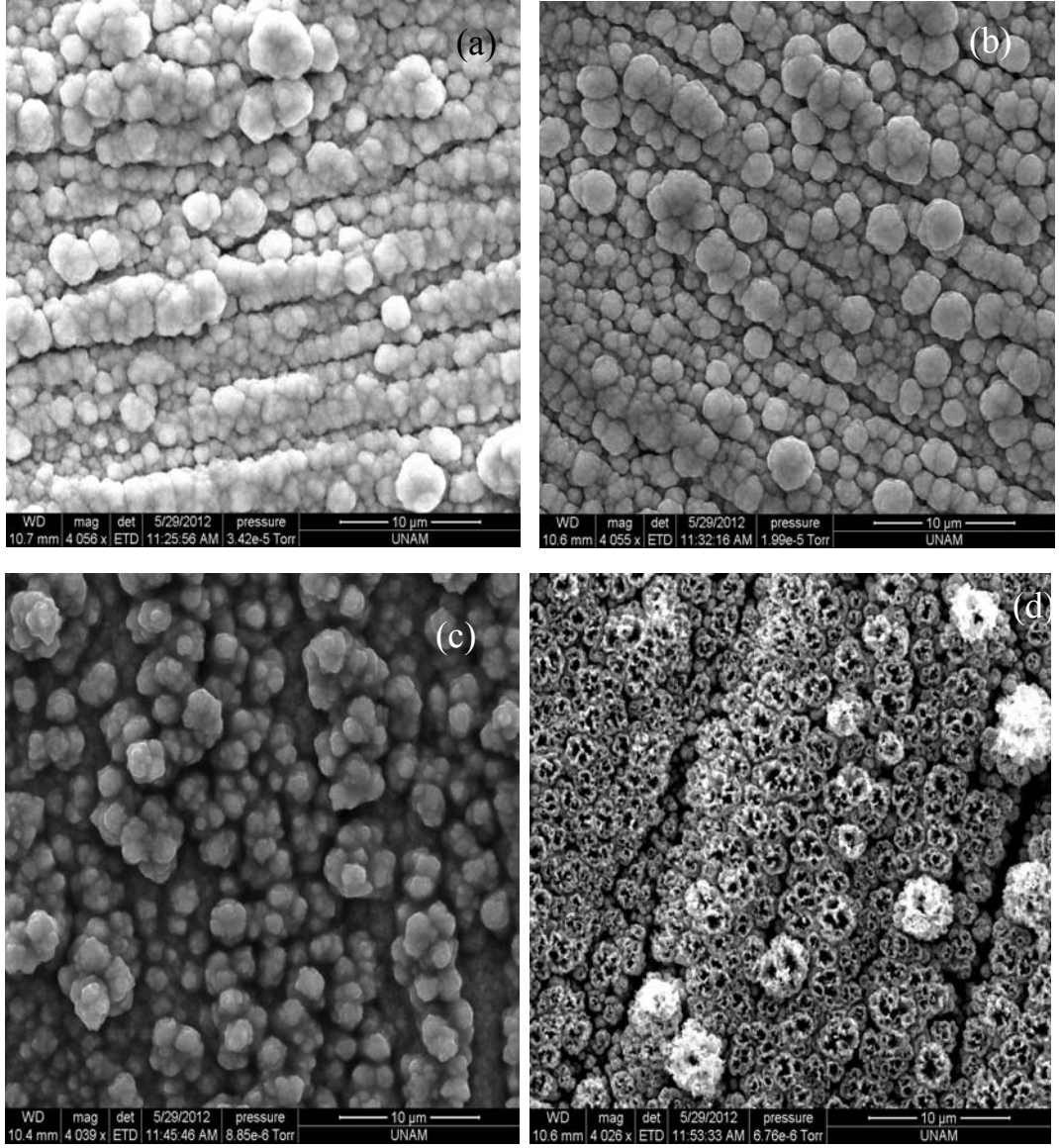
Şekil 4.62: 0.02M NaOH çözeltisinden (a) pH:4.50, (b) pH:3.70, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin x-ışını kırınım desenleri

Şekil 4.64’de 0.02M NaOH kullanılarak oluşturulan çözeltiden farklı pH değerine sahip 286[CoFeCu (6.0 nm)/Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığındaki filmlerin SEM resimleri gösterilmektedir. Çözelti pH değerini azalması film yüzeyindeki atom gruplarının yerleşimlerini etkilemektedir. Şekiller incelendiğinde pH 4.50 ve 3.30 olan çözeltiden üretilen filmlerde yüzey morfolojisi hemen hemen aynı ve küresel biçimdedir. pH değerinin 3.00 olması ile birlikte film yüzeyindeki atom grupları birleşerek küresel yapıları bozulmaya başlamıştır. pH değerini 2.80 olduğu film tüm pH değerlerinden atom grupları küresel görünümünü tamamen yitirerek içi boşluklu bir görünüm almışlardır. Bu içi boşluklu yapıların bazılarının üzerinde neredeyse küresel bir yapıya sahip yapılar oluşmuştur. Bu yapıların kimyasal bileşenlerine bakıldığında yüzey üzerindeki tanelerde çok az miktar %Co miktarında artış gözlenirken %Cu miktarı azalmaktadır. Bu yapılar çözelti içinde gerçekleşen reaksiyonlar ve bunlara bağlı olarak filmin kimyasal bileşimindeki değişime

adfedilebilir. SEM görüntülerinden elde edilen şekillenimler XRD desenlerinden elde edilen ortalama tane büyüklükleri ile karşılaştırılabilir. Çözelti pH değeri 4.50, 3.30, 3.00 ve 2.80 olan çözeltilerden üretilen filmlerin ortalama tane büyüklükleri sırasıyla 57, 76, 115 ve 116 nm olarak hesaplanmıştır. Tane büyüklüğünün pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.63’de gösterilmektedir.

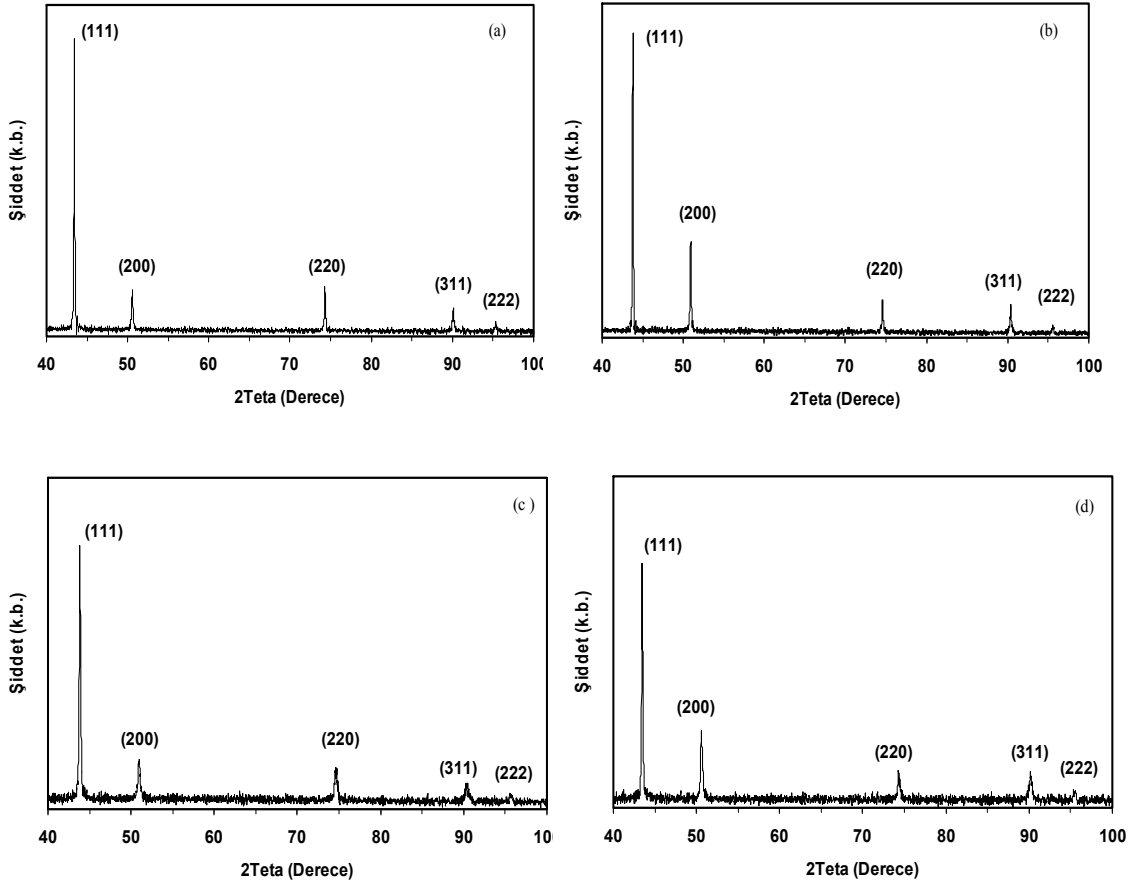


Şekil 4.63: 0.02M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH’na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi



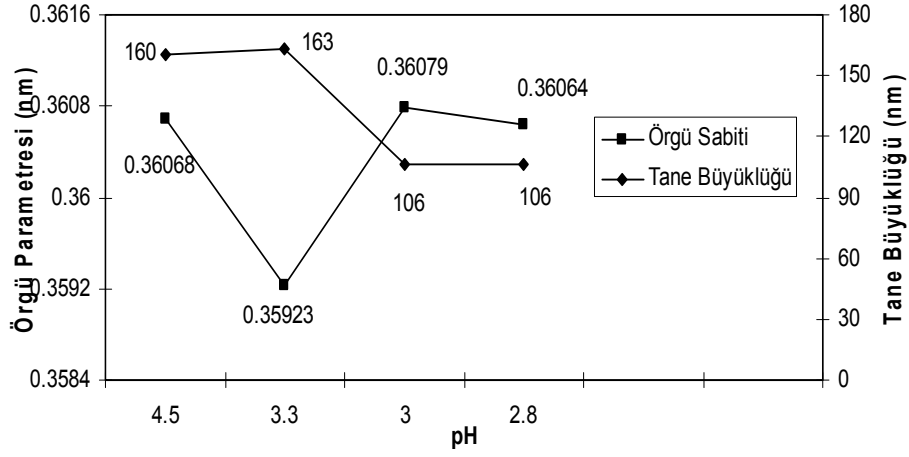
Şekil 4.64: 0.02 M NaOH çözeltisinden (a) pH:4.50, (b) pH:3.70, (c) pH:3.00 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFeCu/Cu filmlerin yüzey morfolojisi

Bu bölümde çözelti içerisinde 0.04 M NaOH konularak filmlerin kristal yapısına olan etkisi araştırıldı. Şekil 4.65’de 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmler pH=5.50, 4.00, 3.50 ve 2.80 değerine sahip 40 °C sıcaklığa sahip çözeltilerden Ti alttabaka üzerine toplam kalınlık 3 µm olacak şekilde üretilen filmlerin XRD spektrumu verildi. Farklı çözelti pH değerinde üretilen filmlerin XRD spektrumlarının fcc yapıya sahip olduğu gözlenmektedir. Farklı çözelti pH değerlerinde üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] filmlerde fcc yapının karakteristik pikleri görülmektedir. pH=5.50, 4.00, 3.50 ve 2.80 değerindeki çözeltilerde 43°, 50°, 74°, 90° ve 95° civarında fcc yapının karakteristik pikleri olan sırasıyla (111), (200), (220), (311) ve (222) yansımaları görülmektedir. XRD desenlerinden pikler için hesaplanan ortalama düzlemler arası uzaklıklar $d_{(111)}=0.20727$ nm, $d_{(200)}=0.17970$ nm, $d_{(220)}=0.12731$ nm, $d_{(311)}=0.10844$ nm ve $d_{(222)}=0.10406$ nm dir. Her bir film için en küçük kareler yöntemiyle örgü sabitleri hesaplandı. Yapılan şiddet hesaplamalarına göre 5.50 ve 4.00 çözelti pH değerine sahip olan filmlerde $F_{(220)} = 0.9871$ ve $F_{(222)} = 0.9060$ olduğundan filmler sırasıyla (220) ve (222) yönelimlerine sahipken çözelti pH değeri 3.50 ve 2.80 olan çözeltilerde $F_{(200)} = 0.9432$ ve $F_{(222)} = 1.2062$ olarak hesaplandığından filmler sırasıyla (200) ve (222) yönelimine sahiptir. Spektrumda görülen düzlemlerin açıl konumları ve Miller indisleri kullanılarak filmlerin örgü sabiti en küçük kareler yöntemiyle pH=5.50, 4.00, 3.50 ve 2.80 çözelti pH’ları için sırasıyla 0.36068 nm, 0.35923 nm, 0.36079 nm, ve 0.36064 nm olarak bulunmuştur. Örgü sabitinin pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.66’de gösterilmektedir. Bu değerler literatür ile uyumludur [54].

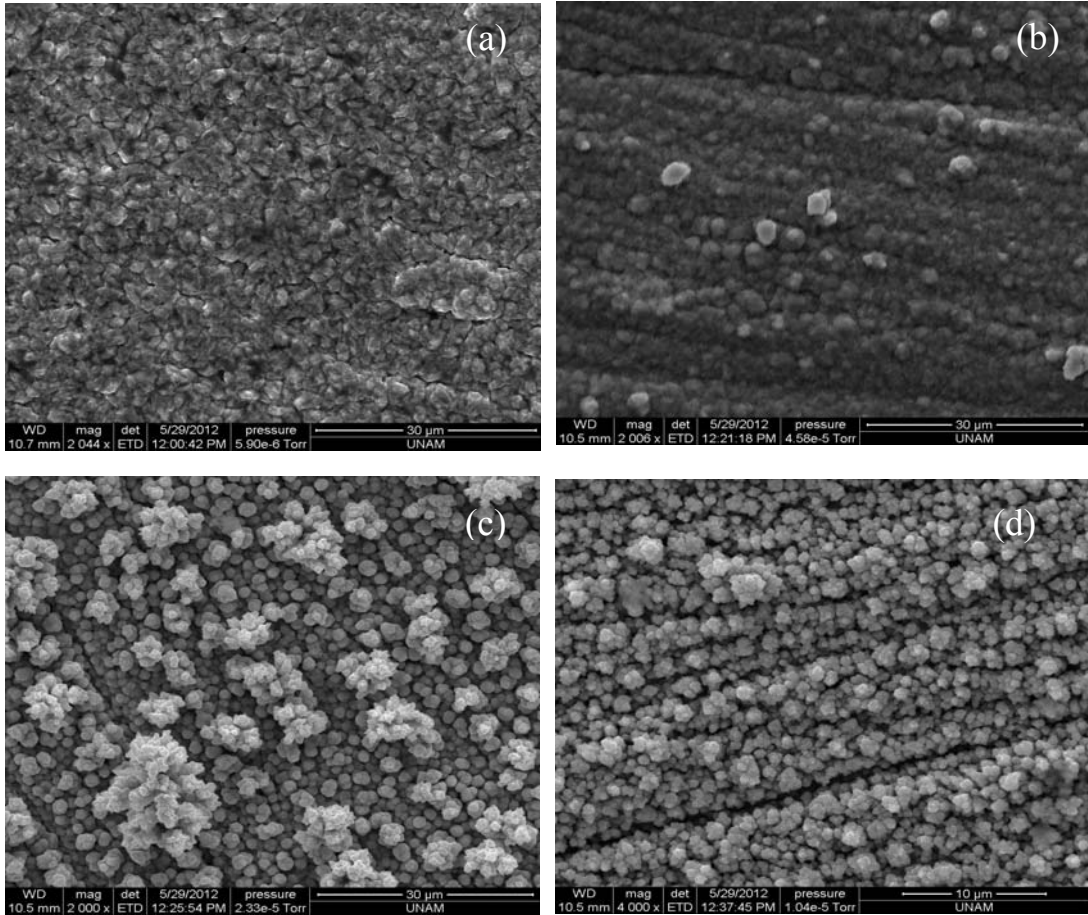


Şekil 4.65: 0.04 M NaOH çözeltisinden (a) pH:5.50, (b) pH:4.00, (c) pH:3.50 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFe/Cu filmlerin x-ışını kırınım desenleri

Şekil 4.67’de farklı çözelti pH değerine sahip 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığındaki filmlerin SEM resimleri gösterilmektedir. pH=5.50 ve 4.00 olan çözeltilerden üretilen filmlerin yüzey pürüzlülüğü oldukça az homojen bir görünüme sahipler. Ancak pH=4.00 değerinde yüzeydeki atom gruplarında küreselleşmeler görülmektedir. pH değerinin 3.50 olması ile birlikte film yüzeyinin homojen dağılımı bozularak yüzeyden yükselen bölgesel atom grupları dikkatı çekmektedir. pH değerinin 2.80 olması ile birlikte yüzey daha düzenli bir görünüme kavuşmaktadır. SEM görüntüleriyle yüzey pürüzlülüğü incelenen filmlerde XRD desenleri yardımıyla tane büyüklükleri hesaplanmıştır. Çözelti pH değeri pH= 5.50, 4.00, 3.50 ve 2.80 olan çözeltilerden üretilen filmlerin ortalama tane büyüklükleri sırasıyla 160, 163, 106 ve 106 nm olarak hesaplanmıştır. Tane büyüklüğü pH değişkenine bağlı değişimi Şekil 4.66’de gösterilmektedir.



Şekil 4.66: 0.04 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı çözelti pH'na göre örgü parametresi ve tane büyüklüğü değişimi.



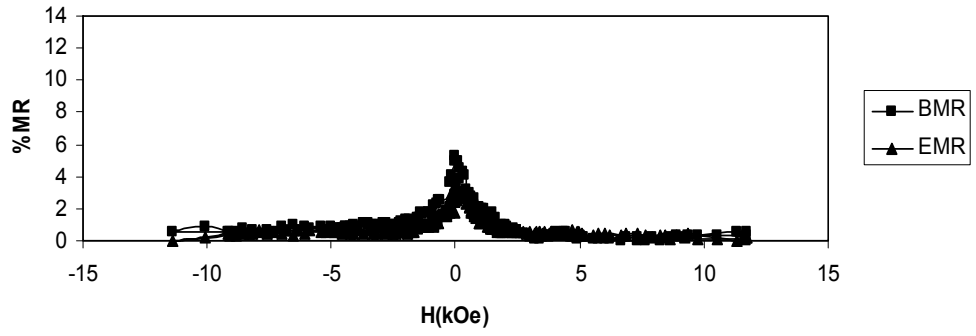
Şekil 4.67: 0.04 M NaOH çözeltisinden (a) pH:5.50, (b) pH:4.00, (c) pH:3.50 ve (d) pH:2.80 değerlerinde 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen CoFe/Cu filmlerin yüzey morfolojisi

4.3.5 Manyetorezistans Karakterizasyonu

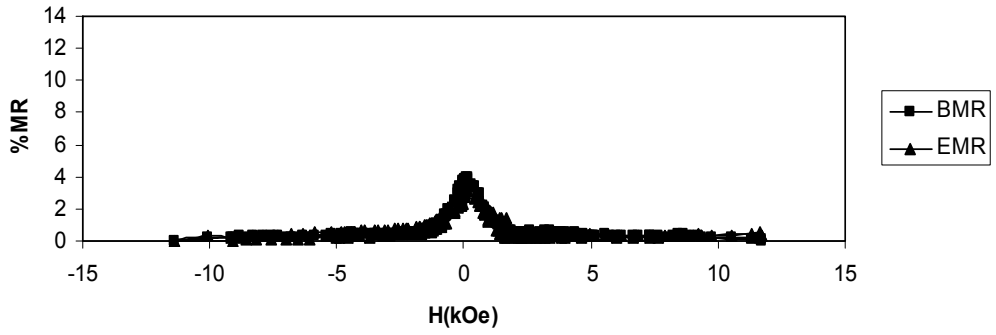
NaOH konsantrasyonu farklı çözeltilerden büyütülen CoFeCu/Cu filmler manyetoresistans incelemeleri bu bölüm altında yapılmaktadır. Filmler 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] ve 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarında nominal film kalınlığı 3µm olacak şekilde 40°C'de ki 0.01, 0.02, 0.04M NaOH kullanılarak hazırlanan çözeltilerden üretilmiştir.

Şekil 4.66 0.01M NaOH kullanılarak hazırlanan çözeltiden 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığına sahip çok katmanlı filmlerin MR grafikleri verilmiştir. MR grafikleri incelendiğinde pH= 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 değerlerine sahip iken boyuna manyetoresistans (%BMR) değişimleri sırasıyla 5, 4, 3 ve 12 iken enine mayetoresistans (%EMR) değerlerinin 3, 4, 4 ve 6 olduğu bulunmaktadır. Şekillerden de görüldüğü gibi pH değerini azalmasıyla birlikte %BMR ve %EMR değerlerindeki artışı görülmektedir. Filmlerin %BMR ve %EMR değerlerinin pH değişkenine göre değişimleri şekil 4.69'de verilmiştir. Bu artma filmlerin içerdiği ferromanyetik madde miktarının artması ile de doğrulanmaktadır. Ferromanyetik malzemelerde elektrikseldirencinin manyetik alanın değişimine bağlı incelemelerinde manyetik alandaki azalma ile elektrikseldirencinde artma görülmektedir. Bu değer yüksek alanlarda neredeyse sabit iken küçük alanlarda pik yapmaktadır. Bu yapılan pik değeri ne kadar küçük alanda gerçekleşirse film hassasiyeti o derece daha yüksek olduğu söylenmektedir. Filmlerin hassasiyetleri incelendiğinde pH= 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 filmlerin 3.0, 1.4, 1.8 ve 1.0 kOe manyetik alan değerlerinde doyuma ulaştıkları görülmektedir. Bu da göstermektedir ki azalan pH hasasasiyetin artmasına sebep olmaktadır.

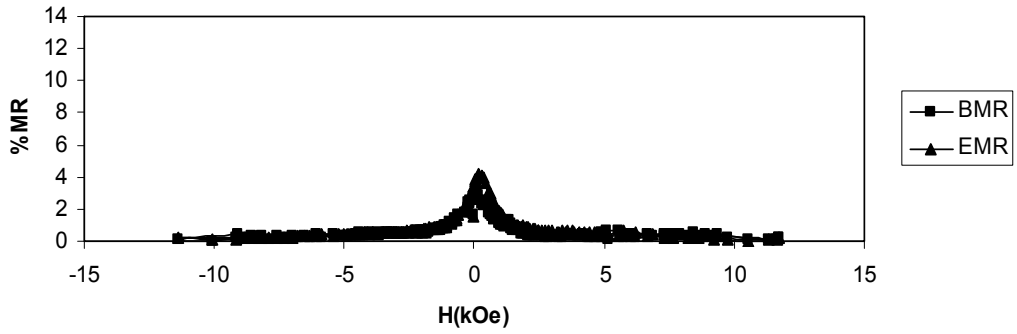
60/60 pH=3.70



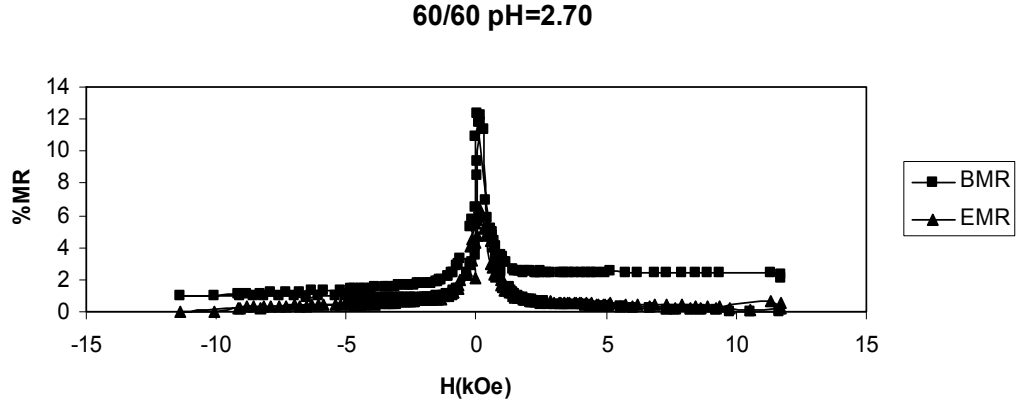
60/60 pH:3.30



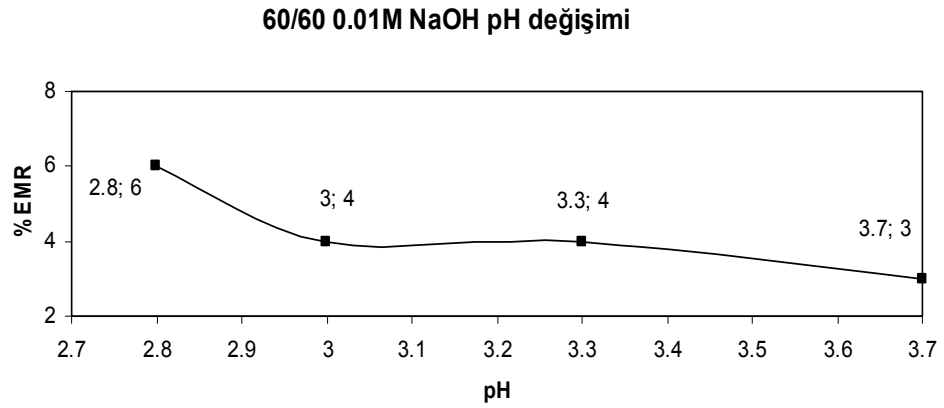
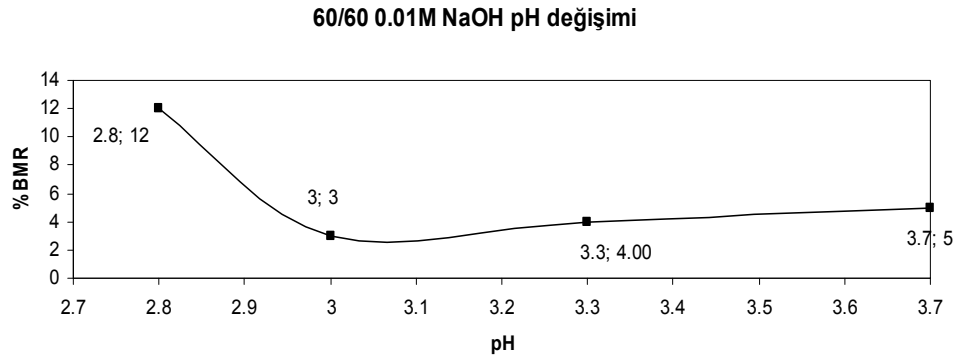
60/60 pH:3.00



Şekil 4.68: 0.01 M NaOH çözeltisinden 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri.

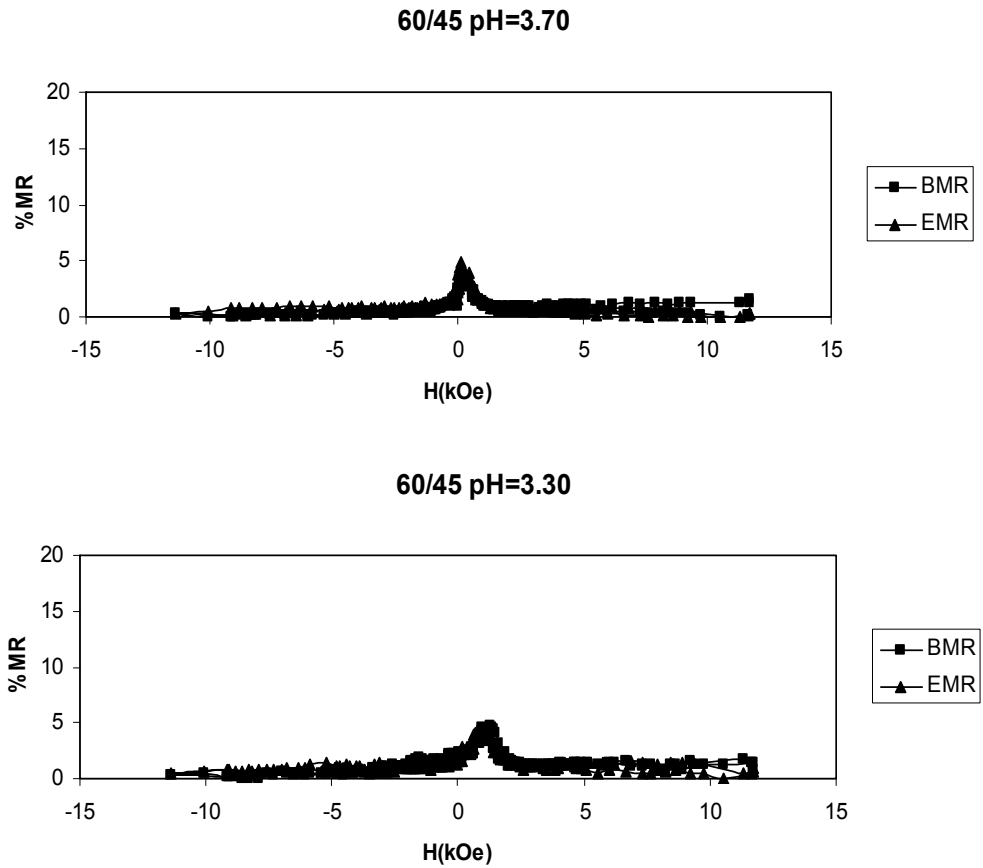


Şekil 4.68 (Devam): 0.01 M NaOH çözeltisinden 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri.

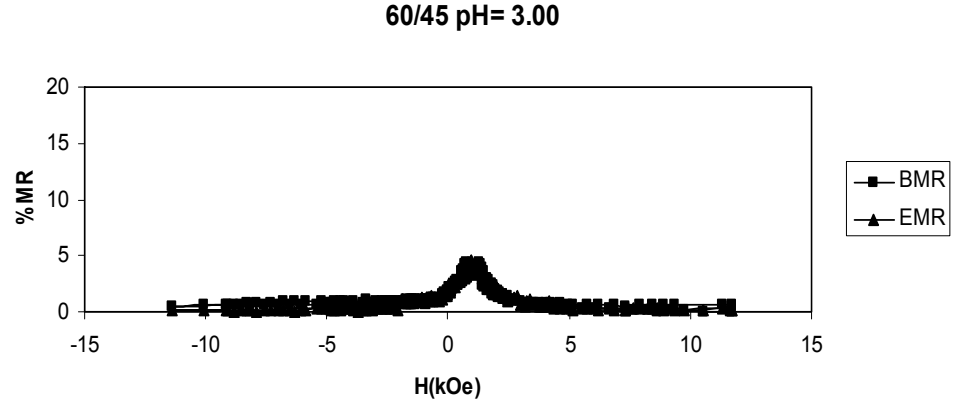


Şekil 4.69: 0.01 M NaOH içeren çözeltide 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %BMR ve %EMR değişimi

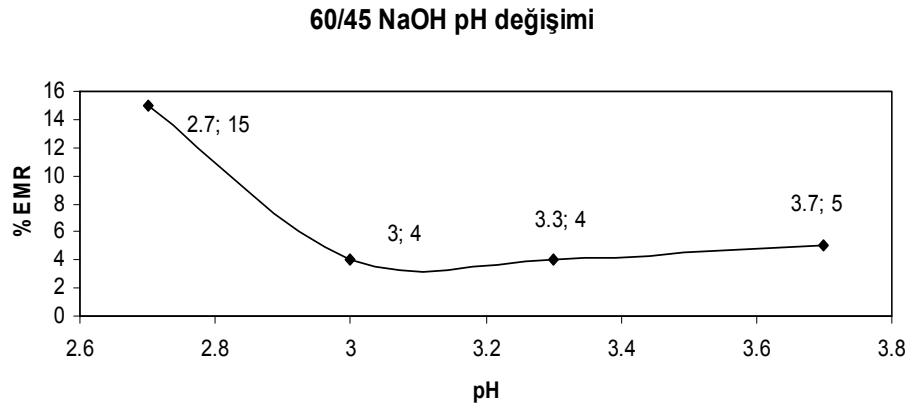
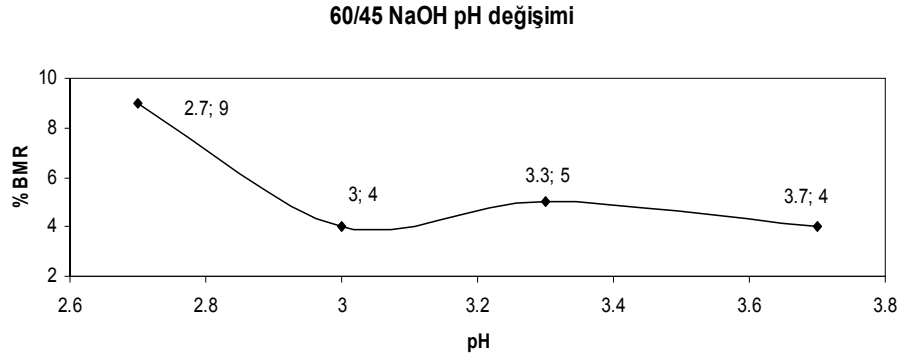
Şekil 4.70 0.01M NaOH kullanılarak hazırlanan çözeltiden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip çok katmanlı filmlerin MR grafikleri verilmiştir. MR grafikleri incelendiğinde pH= 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 değerlerine sahip iken boyuna manyetoresistans (%BMR) değişimleri sırasıyla 4, 5, 4 ve 9 iken enine mayetoresistans (%EMR) değerlerinin 5, 4, 4 ve 15 olduğu bulunmaktadır. Şekil 4.71 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığındaki filmlerin pH değişkenine bağlı %BMR ve %EMR değişimini göstermektedir. Şekillerden de görüldüğü gibi pH değerini azalmasıyla birlikte %BMR ve %EMR değerlerindeki artışı görülmektedir. Filmlerin hassasiyetleri incelendiğinde pH= 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 filmlerin 1.7, 2.5, 4.3 ve 2.2 kOe manyetik alan değerlerinde doyuma ulaştıkları görülmektedir.



Şekil 4.70: 0.01 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri.



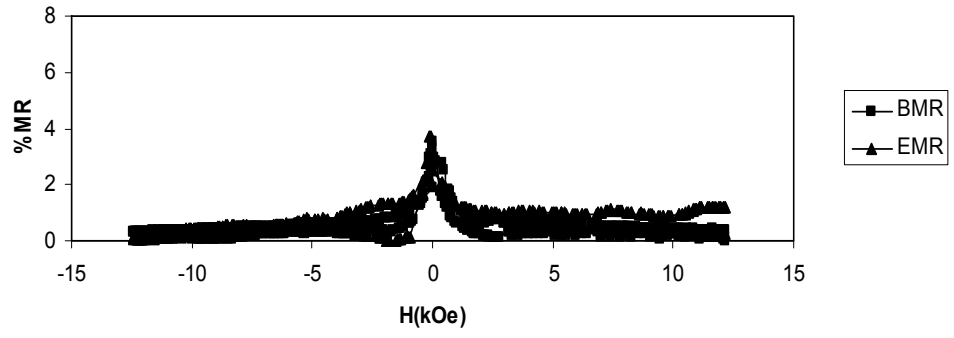
Şekil 4.70: (Devam): 0.01 M NaOH çözeltisinden $^{286}\text{CoFeCu}$ (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm) kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri.



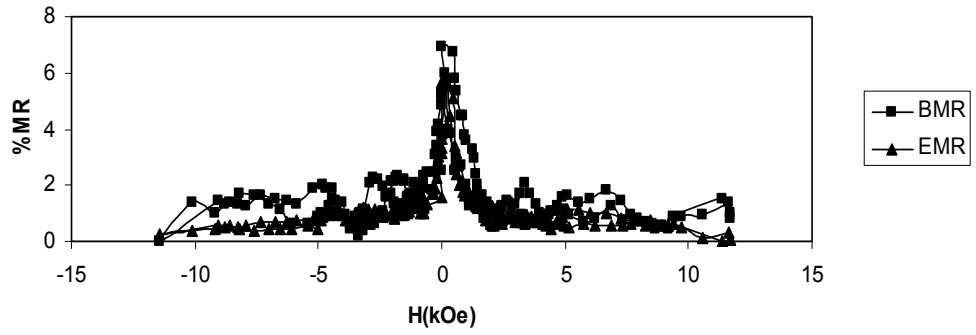
řekil 4.71: 0.01 M NaOH ieren ozeltiden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalnlięına sahip filmlerin farklı pH deęerlerinde retilen filmlerin %LMR ve %TMR deęiřimi

řekil 4.72 0.02M NaOH kullanılarak hazırlanan ozeltiden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalnlięına sahip ok katmanlı filmlerin MR grafikleri verilmiřtir. MR grafikleri incelendięinde pH= 4.50, 3.30, 3.00 ve 2.80 deęelerine sahip iken boyuna manyetoresistans (%BMR) deęiřimleri sırasıyla 3, 7, 2 ve 2 iken enine mayetoresistans (%EMR) deęerlerinin 4, 6, 2 ve 2 olduęu bulunmaktadır. řekil 4.73 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalnlięındaki filmlerin pH deęiřkenine baęlı %BMR ve %EMR deęiřimini gstermektedir. řekillerden de grldęu gibi pH deęerini azalmasıyla birlikte %BMR ve %EMR deęerlerindeki kısmen azaldıęı grlmektedir. Filmlerin hassasiyetleri incelendięinde pH= 4.50, 3.30, 3.00 ve 2.80 filmlerin 1.6, 1.7, 7.9 ve 10.4 kOe manyetik alan deęerlerinde doyuma ulařtıkları grlmektedir. Bu da gstermektedirki azalan pH deęeri ile film hassasiyeti azalmaktadır.

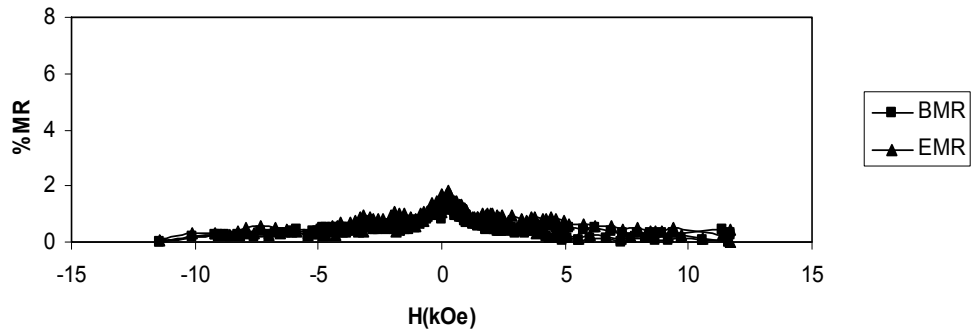
TM145 pH:4.50



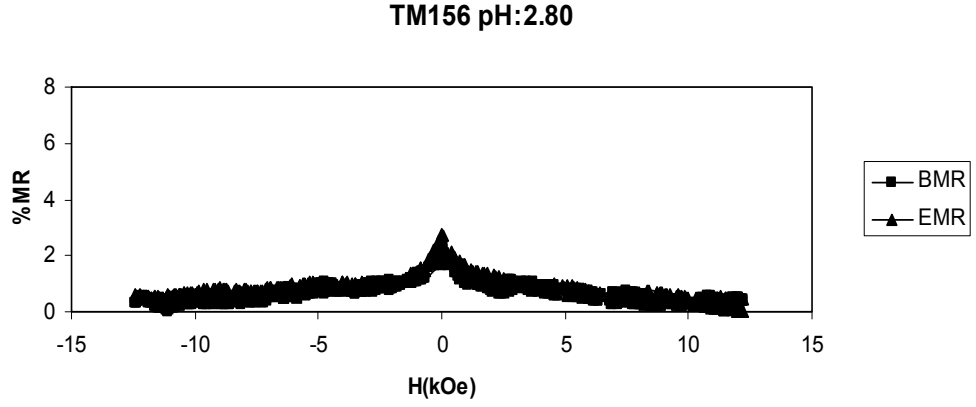
TM147 pH:3.70



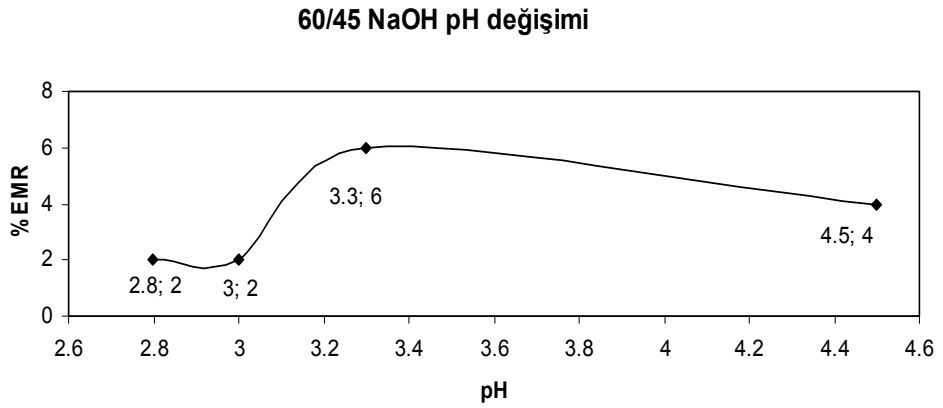
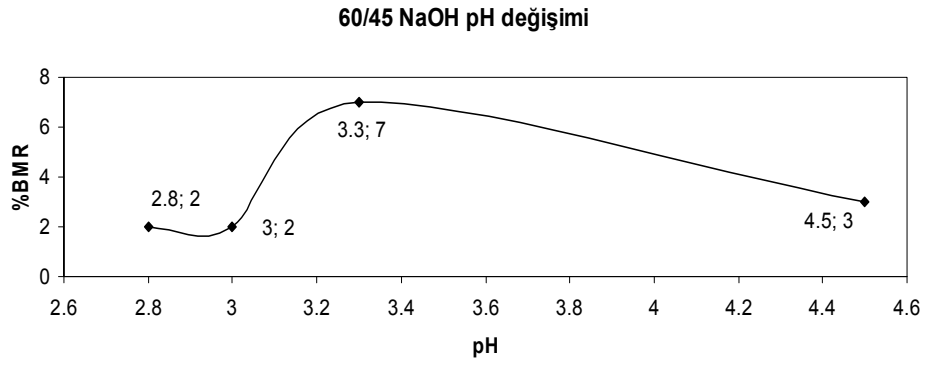
TM150 pH:3.00



Şekil 4.72: 0.02 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri

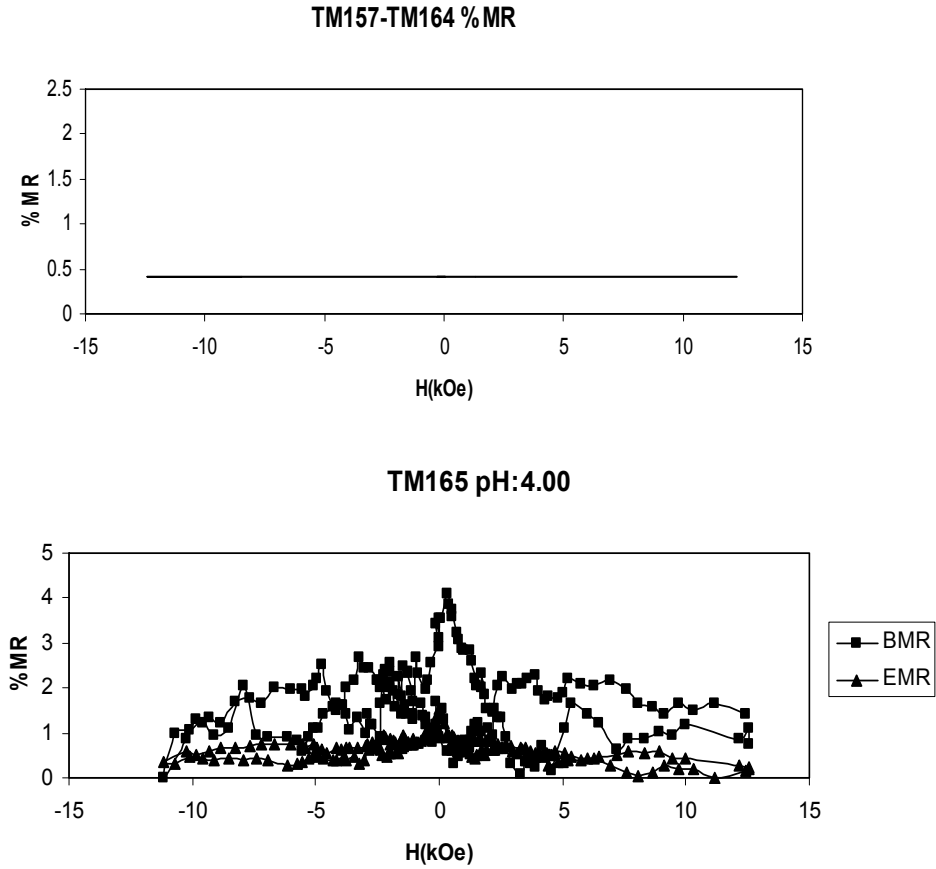


Şekil 4.72 (devam): 0.02 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri.

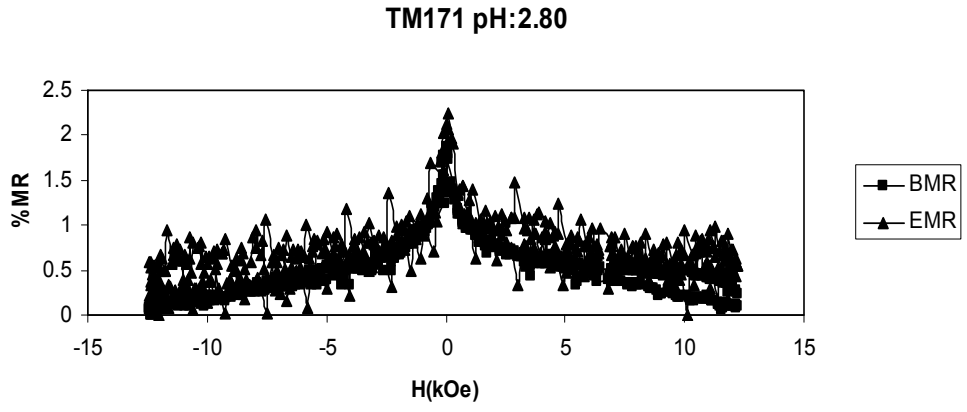
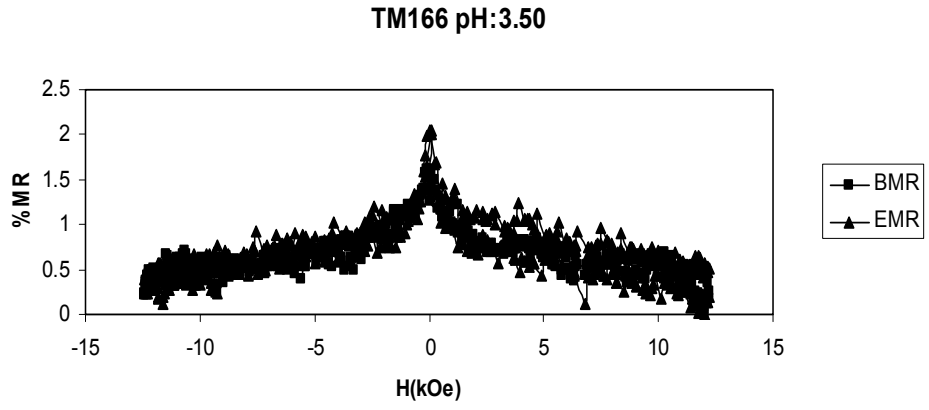


Şekil 4.73: 0.02 M NaOH içeren çözeltiden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %BMR ve %EMR değişimi

Şekil 4.74 0.04M NaOH kullanılarak hazırlanan çözeltiden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip çok katmanlı filmlerin MR grafikleri verilmiştir. Filmlerin MR değişimi pH= 5.50, 4.00, 3.5 ve 2.80 değerlerine sahip değerlerine sahip çözeltiler kullanılarak elde edilen filmler ile araştırıldı. Yapılan çalışma sonucunda pH=5.50 ve 4.00 arası üretilen filmlerin MR özelliği göstermediği saptanmaktadır. Bu filmlerin içeriği incelendiğinde yoğun miktarda nanmanyetik malzeme içerdikleri görülmektedir. İçerilerinde bulunan ferromanyetik malzemenin manyetik özellikleri nanmanyetik miktardan dolayı kendini göstermemektedir. pH değerinin 3.50 ve bu değer altındaki çözeltilerden üretilen filmlerde GMR özellik kısmen gözlenmekle birlikte pH değerinin azalmasıyla daha belirgin hale geldiği görülmektedir. Filmlerin kimyasal analizleri incelendiğinde ferromanyetik bileşenlerinin kısmi bir biçimde arttığı görülmektedir. pH= , 3.5 ve 2.80 iken boyuna manyetoresistans (%BMR) değişimleri sırasıyla 1.6 ve 1.8 iken enine manyetoresistans (%EMR) değerlerinin 2 ve 2.2 olduğu bulunmaktadır.



Şekil 4.74: 0.04 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri



Şekil 4.74 (Devam): 0.04 M NaOH çözeltisinden 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] kalınlığına sahip filmlerin farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin %MR değişim grafikleri

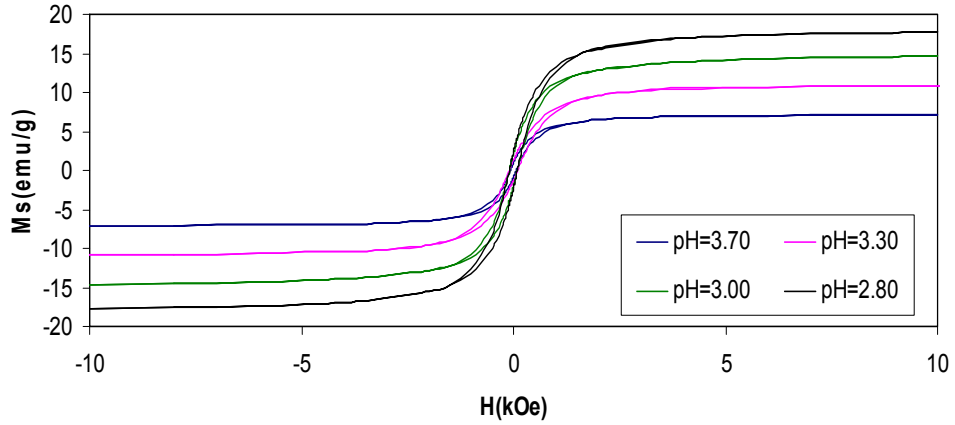
4.3.6 Manyetik Analiz.

Çok katmanlı filmlerin manyetik ölçümleri VSM ile oda sıcaklığında, ± 10 kOe 'lik manyetik alan film yüzeyine paralel ve dik uygulanarak yapıldı. VSM ölçümleri numuneler 6mm çapında dairesel olarak kesilerek alındı. Elde edilen histeresis eğrilerinden manyetik moment değerleri filmin kütlesine bölünerek doyum manyetizasyonu (M_s) hesaplandı. NaOH konsantrasyonu farklı çözeltilerden büyütülen CoFeCu/Cu filmler için pH değerini 5.50 ile 2.80 arasında değişen çözeltiler kullanılmıştır

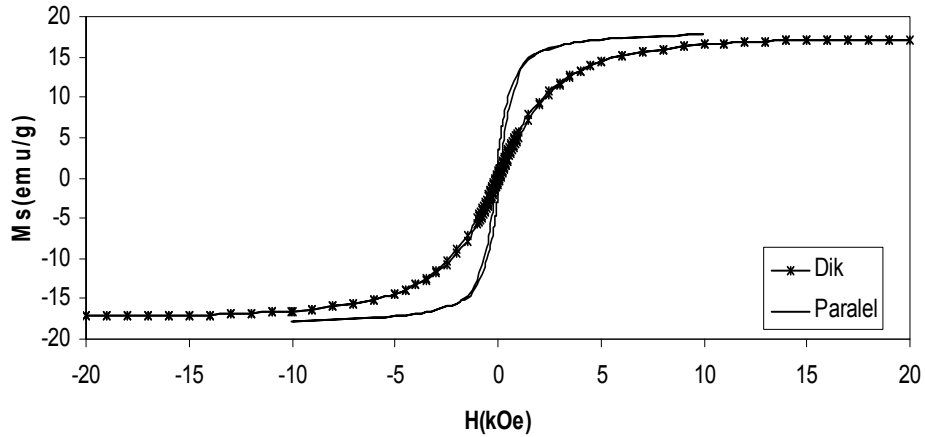
Şekil4.75 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabakalığına sahip pH= 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 değerlerindeki filmlerin film düzlemine paralel manyetik alan uygulanarak elde edilen histerisi eğrilerini göstermektedir. pH değişimine göre incelenen filmlerde pH düşüşü ile doyum manyetizasyonu (M_s) artmaktadır. Filmlerin elementel analizinde çözelti pH 'ının düşüşü ile filmlerin ferromanyetik madde içeriğinde artma olduğu görülmektedir. Filmler için doyum manyetizasyonları, pH değeri 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken sırasıyla 7, 10, 14 ve 17 emu/g olarak bulunmuştur. Manyetizasyondaki bu artış film içindeki %Co ve %Fe madde miktarının artmasına adfedilebilir [55]. Filmlerin kuarsivite değerleri pH değeri 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken sırasıyla 70, 95, 93 ve 93 Oe olarak belirlenmiştir. Kuarsivite değeri 12.5 Oe 'in (1 kA/m) altında olan maddeler yumuşak manyetik maddeler, kuarsivite değeri 125 Oe' in (10 kA/m) üzerinde olan maddeler sert manyetik maddelerdir [55]. Filmlerin kuarsiviteleri 125 Oe değerinin altında olduğu için malzemeler yumuşak manyetik malzeme sınıfına girmektedir. Filmler için M_r/M_s (S) oranları da filmlerin kuarsivite değerlerine benzer biçimde filmin doyum alanına ulaşmasının bir göstergesidir. Doyum alanına kolay ulaşan filmler yumuşak manyetik malzeme olarak sınıflandırılabilir. Filmlerin S değerleri pH değeri 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken sırasıyla 0.13, 0.11, 0.14 ve 0.13 olarak hesaplanmıştır. Sonuçlara göre en yumuşak manyetik malzeme pH=3.30 değerinde üretilen filmidir.

Şekil4.76 0.01M NaOH içeren çözeltiden (pH=2.80) 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarında üretilen film için manyetik alanın sayfa süzlemine dik ve paralel olduğu durumdaki histerisis eğrilerini göstermektedir. Film

yüzeyine paralel alınan histerisis eğrilerinde dik alınan eğrilere göre, kalıcı manyetizasyon (M_r) büyük iken M_s ise küçüktür. Grafik incelendiğinde filmde kolay eksen manyetizasyonu film yüzeyine paraleldir.



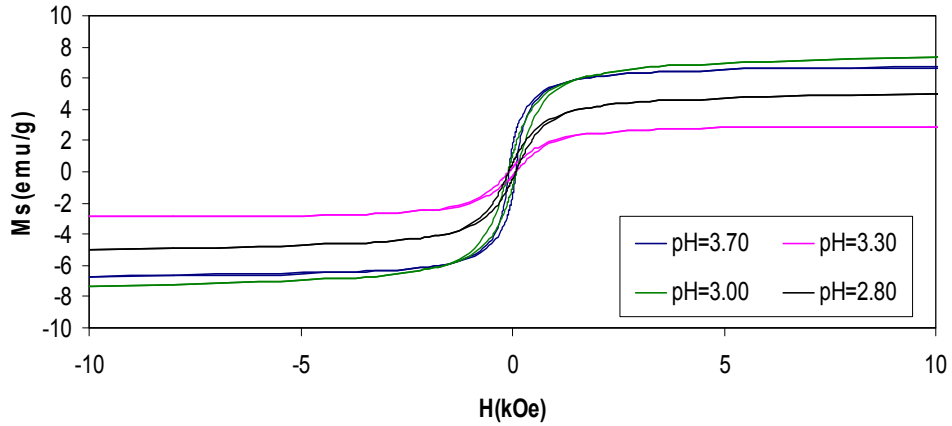
Şekil 4.75: pH=3.70, pH=3.30, pH=3.00 ve pH=2.80 olan çözeltilerden üretilen 250[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)(0.01M NaOH)



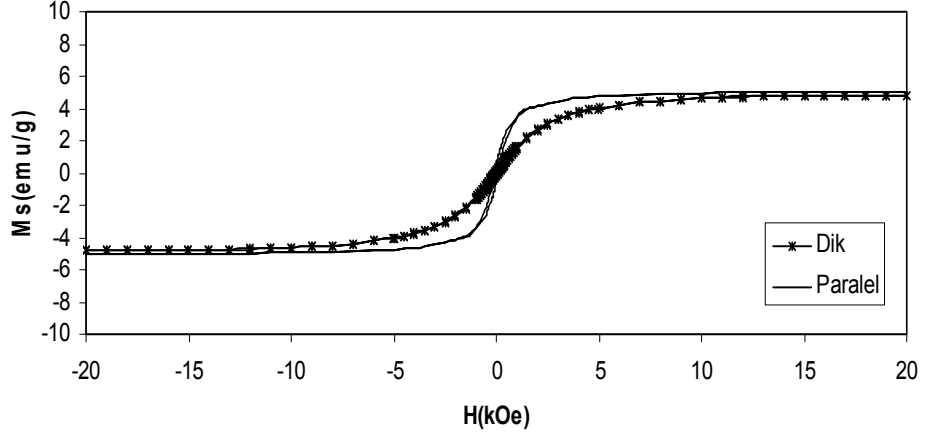
Şekil 4.76: pH:2.80 değerine sahip çözeltilerden 250 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (6.0 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.(0.01M NaOH)

286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerin doyum manyetizasyonları, pH değeri 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken sırasıyla 7, 3, 8 ve 5 emu/g olarak bulunmuştur ve filmlere ait histerisis eğrileri şekil4.77'de görülmektedir. Bu düzgün olmayan değişim filmlerin elementel analizinde de gözlenmektedir. Ms değerleri film içerisindeki %Co ve % Fe miktarlarının değişiminden etkilendiği düşünülmektedir. Filmlerin kuarsivite değerleri pH değeri 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken sırasıyla 82, 82, 97 ve 81 Oe olarak belirlenmiştir. Filmlerin kuarsiviteleri 125 Oe değerinin altında olduğu için malzemeler yumuşak manyetik malzeme sınıfına girmektedir. [55]. Filmlerin S değerleri pH değeri 3.70, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken sırasıyla 0.23, 0.09, 0.13 ve 0.10 olarak hesaplanmıştır. Sonuçlara göre en yumuşak manyetik malzeme pH=3.30 değerinde üretilen filmidir.

Şekil4.78 0.01M NaOH içeren çözeltiden (pH=3.70) 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarında üretilen film için manyetik alanın sayfa süzlemine dik ve paralel olduğu durumdaki histerisis eğrilerini göstermektedir.



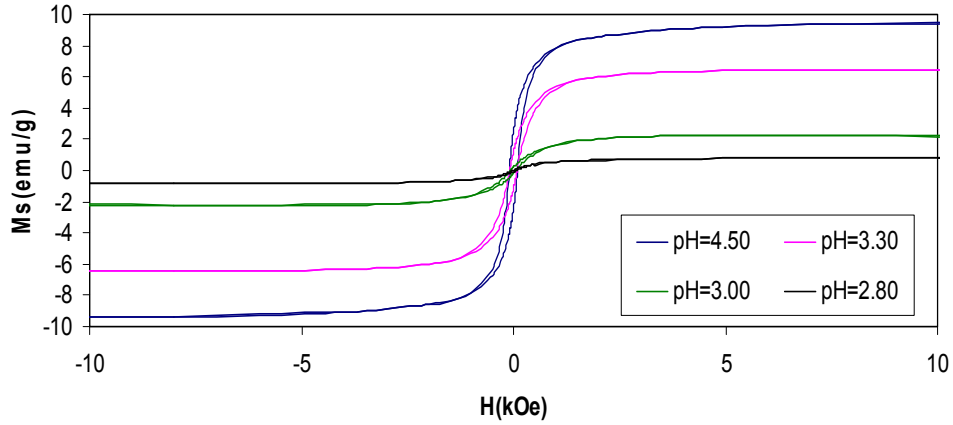
Şekil 4.77: pH=3.70, pH=3.30, pH=3.00 ve pH=2.80 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)(0.01M NaOH)



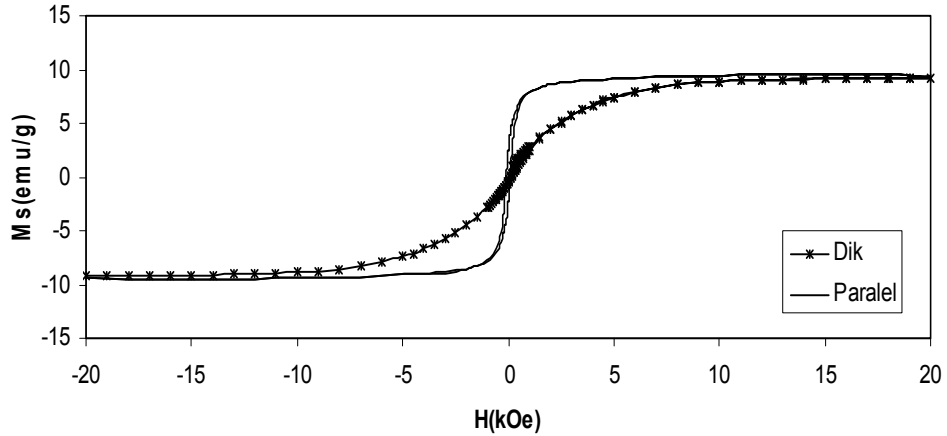
Şekil 4.78: pH:3.70 değerine sahip çözülden 286 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri(0.01M NaOH)

0.02M NaOH içeren çözelti kullanılarak pH değişimine göre incelenen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerde pH düşüşü ile doyum manyetizasyonu (M_s) azaldığı görülmektedir. Bu azalma filmlerin elementel analizleriyle de doğrulanmaktadır. pH değerinin azalması film içerisindeki ferromanyetik bileşenlerin (%Co ve %Fe) azalmasına sebep olmakta bu durumun da M_s değerlerinin azalmasına sebep olduğu düşünülmektedir. Filmler için doyum manyetizasyonları, pH değeri 4.50, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken sırasıyla 10, 7, 2 ve 0.8 emu/g olarak bulunmuştur ve bu filmlere ait histerisis eğrileri Şekil 4.79'de verilmektedir. Filmlerin kuarsivite değerleri pH değeri 4.50, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken sırasıyla 93, 86, 60 ve 31 Oe olarak belirlenmiştir. Filmlerin kuarsiviteleri 125 Oe değerinin altında olduğu için malzemeler yumuşak manyetik malzeme sınıfına girmektedir. [55]. Filmlerin S değerleri pH değeri 4.50, 3.30, 3.00 ve 2.80 iken sırasıyla 0.26, 0.18, 0.08 ve 0.05 olarak hesaplanmıştır. Sonuçlara göre en yumuşak manyetik malzeme pH=2.80 değerinde üretilen filmidir.

Şekil 4.80 0.02M NaOH içeren çözülden (pH=4.50) 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarında üretilen film için manyetik alanın sayfa süzlemine dik ve paralel olduğu durumdaki histerisis eğrilerini göstermektedir.



Şekil 4.79 pH=4.50, pH=3.30, pH=3.00 ve pH=2.80 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri(Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.)(0.02M NaOH)



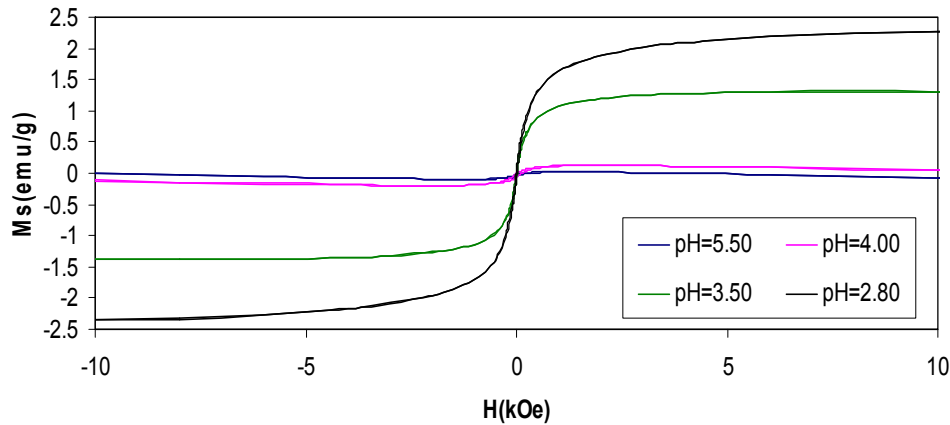
Şekil 4.80: pH:4.50 değerine sahip çözeltiden 286 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (4.50nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.(0.02M NaOH)

0.04M NaOH içeren çözelti kullanılarak, pH değişimine göre incelenen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerde pH düşüşü ile doyum manyetizasyonu (M_s) arttığı görülmektedir. Bu azalma filmlerin elementel analizleriyle de doğrulanmaktadır. pH değerinin azalması film içerisindeki ferromanyetik bileşenlerin (%Co ve %Fe) artmasının M_s değerlerinin artmasına

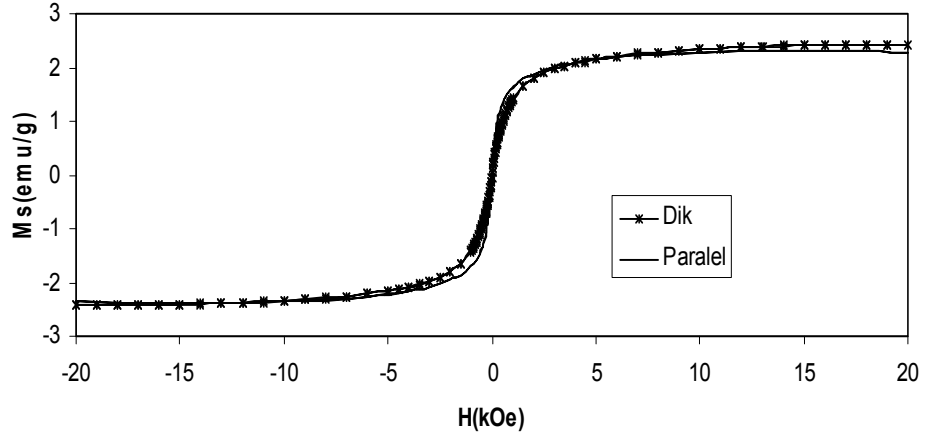
sebebi olduğu düşünülmektedir. pH=5.50 ve 4.00 olan çözeltilerden üretilen filmler içerisindeki %Cu miktarının çok fazla oluşu filmlerin histerisis eğrilerinin diamanyetik katkısını arttırmakta ve küçük manyetik momente sahip olmasını sağlamaktadır. Filmler için doyum manyetizasyonları, pH değeri 5.50, 4.00, 3.50 ve 2.80 iken sırasıyla 0.1, 0.12, 1.3 ve 2.3 emu/g olarak bulunmuştur ve filmlerin histerisis eğrileri şekil 4.81’de verilmektedir. Filmlerin kuarsivite değerleri pH değeri 5.50, 4.00, 3.50 ve 2.80 iken sırasıyla 70, 54, 16 ve 12 Oe olarak belirlenmiştir. Filmlerin kuarsivite değerleri 125 Oe değerinin altında olduğu için malzemeler yumuşak manyetik malzeme sınıfına girmektedir. [55]. Filmlerin S değerleri pH değeri 5.50, 4.00, 3.50 ve 2.80 iken sırasıyla 0.44, 0.18, 0.06 ve 0.03 olarak hesaplanmıştır. Sonuçlara göre en yumuşak manyetik malzeme pH=2.80 değerinde üretilen filmidir.

Şekil 4.82 0.04M NaOH içeren çözeltilerden (pH=2.80) 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarında üretilen film için manyetik alanın sayfa süzlemine dik ve paralel olduğu durumdaki histerisis eğrilerini göstermektedir.

Tüm filmlerin üretim şartları, elementel analizleri, yapısal analizleri, manyetik direnç ölçümleri ve manyetik analizleri Tablo 4.18 da özetlenmiştir



Şekil 4.81: pH=5.50, pH=4.00, pH=3.50 ve pH=2.80 olan çözeltilerden üretilen 286[CoFeCu (6.0 nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin histerisis eğrileri (Manyetik alan film düzlemine paralel uygulanmıştır.) (0.04M NaOH)



Şekil 4.82: pH:2.80 değerine sahip çözülden 286 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (4.5 nm)] tabaka kalınlığında üretilen film için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulandığı durumda elde edilen histerisis eğrileri.(0.04M NaOH)

Tablo 4.18: NaOH etkisi altında incelenen numunelerin elementel, yapısal manyetotransport ve manyetik sonuçları

Film Üretim Parametreleri				Sonuçlar								
Numune	pH (± 0.02)	Tabaka Kalınlığı CoFeCu(nm)/Cu(nm)	Üretim Potansiyeli (V)		EDX			XRD	%MR		VSM	
			CoFeCu	Cu	Co (%at.)	Fe (%at.)	Cu (%at.)	Tane Büyüklüğü (nm)	%BMR	%EMR	M _S (emu/g)	H _C (Oe)
TM126	3.70	6.0/6.0	-1.6	-0.3	5	2	93	74	5	3	7	70
TM128	3.30				7	3	90	84	4	4	10	95
TM130	3.00				8	3	89	80	3	4	14	93
TM133	2.80				10	4	86	76	12	6	17	93
TM135	3.70	6.0/4.5			7	3	90	53	4	5	7	82
TM137	3.30				5	2	93	34	5	4	3	82
TM139	3.00				9	3	88	55	4	4	8	97
TM142	2.80				8	3	89	59	9	15	5	81
TM145	4.50	6.0/4.5			10	3	87	57	3	4	10	93
TM147	3.70				9	3	88	76	7	6	7	86
TM153	3.00				6	2	92	115	2	2	2	60
TM156	2.80				2	1	97	116	2	2	0.8	31
TM157	5.50	6.0/4.5			0.9	0.4	98.7	160	-	-	0.1	70
TM160	4.00				1.1	0.9	98	163	-	-	0.12	54
TM166	3.50				5	1.5	93.5	106	1.6	2	1.3	16
TM171	2.80				6	2	92	106	1.8	2.2	2.3	12

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Manyetik malzemeler sahip oldukları özellikler itibariyle teknolojik uygulamalarda büyük önem taşımaktadırlar. Manyetik okuma yazma sensörleri, kayıt uygulamaları ve mikro elektriksel mekaniksel sistemler bu teknolojik uygulamalarının bazılarıdır. Manyetik filmlerin üretimi birden fazla teknik ile gerçekleştirilebilirken, elektrodepozisyon tekniği bu teknikler arasında hızlı, kolay ve düşük maliyetli bir üretim sağlamaktadır. Bu nedenle, bu çalışmada GMR özellik gösteren CoFeCu/Cu filmler, farklı depozisyon şartları altında elektrodepozisyon yöntemiyle büyütülmüş ve bu yapıların özellikleri incelenmiştir. Filmler için üretim şartları belirlendikten sonra CoFeCu/Cu filmlerin büyüme mekanizmalarının L(+) askorbik asit ve NaOH gibi katkı maddelerinden nasıl etkilendiği ve bu katkı maddelerinin filmlerin kimyasal, yapısal ve magnetotransport özellikleriyle manyetik özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır.

Filmlerin üretimi için kullanılacak çözeltiler dönüşümlü voltammetri (CV-Cyclic Voltammetry) yöntemi kullanılarak incelendi ve çözelti içerisindeki bileşenler için en uygun depozisyon potansiyeli belirlenmiş oldu. Filmlerin büyüme süreçleri, depozisyon esnasında kaydedilen akım-zaman eğrileri yardımıyla incelenmektedir. Filmlerin elementel analizi Enerji Ayırmalı X-ışınları Spektrometrisi (EDX) ile yapılmıştır. Filmlerin yapısal karakterizasyonunda, kristal yapı analizi için X-ışını difraksiyonu (XRD), yüzey morfolojileri için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Magnetorezistans ölçümleri ± 12 kOe arasında değişen manyetik alanlarda Van der Pauw metodu kullanılarak, oda sıcaklığında alınmıştır. Manyetik ölçümler titreşimli numune magnetometresi (VSM) ile yapılmıştır.

Depozisyon potansiyeli, nonmanyetik tabaka kalınlığı gibi depozisyon parametrelerine göre incelenen filmlerde Ti alt tabaka kullanılmıştır. CoFeCu/Cu filmleri büyütme için hazırlanan çözeltinin CV eğrileri filmlerin manyetik ve nonmanyetik tabakaya depozisyon potansiyeli belirlenmesinde kullanılmıştır.

Filmler CV eğrilerinden faydalanılarak -1.6,-1.8,-2.0,-2.3, -2.5 ve -2.8V manyetik tabaka depozisyon potansiyeli ve -0.1, -0.2, -0.3 ve -0.4V nonmanyetik tabaka depozisyon potansiyeline göre üretilmiştir. Burada yapılan incelemelere göre manyetik tabaka -1.6V nonmanyetik tabaka depozisyon potansiyeli -0.3V olarak belirlenmiştir. Filmlerin büyüme mekanizmaları akım zaman grafikleri ile incelenmiştir. Filmlerin akım-zaman geçiş eğrileri, depozisyon süreçlerinin kararlı bir akıma sahip olduğunu ve büyümenin katmanlı yapıda gerçekleştiğini göstermektedir. Bu grafikler incelendiğinde depozisyon potansiyelinin artışı çözelti içerisinde geçen akım miktarında artmasını sağladığı göstermektedir. Nonmanyetik tabaka kalınlığındaki artış Cu tabakasının depozisyon süresindeki artmaya sebep olmaktadır. Bu durum filmlerin sabit akımla istenen özelliklerde düzgün şekilde büyüdüğüne işaret eder. Filmlerin elementel analizleri incelendiğinde Cu tabaka kalınlığının 6.0nm, 3.0nm ve 1.5nm olduğu filmler için çok ciddi bir değişim göstermediği söylenirken artan Cu tabaka kalınlığına bağlı olarak ufak bir artış göze çarpmaktadır. Manyetik tabaka depozisyon potansiyeli değiştirilerek üretilen filmlerde depozisyon potansiyelindeki artış ile film içerisindeki manyetik bileşenler artarken nonmanyetik bileşenler azalmaktadır. Filmlerde XRD spektrumlarında fcc yapının karakteristik pikleri olan (111), (200), (220), (311) ve (222) pikleri görülmektedir. XRD spektrumundan hesaplanan düzlemler arası uzaklıklar ve örgü sabiti değerleri literatürle uyumludur. XRD spektrumlarında bcc yapıda olan Fe 'e ait yansımaların dedekte edilememesi literatürde gözlemlendiği gibi filmdeki düşük Fe oranından kaynaklanabilir. Bununla birlikte CoFeCu/Cu filmler için bulunan örgü sabitlerini Cu 'in örgü sabitine yakın olmasının nedeni, elementel analiz sonuçları ile uyumlu olacak şekilde filmlerdeki Cu miktarının daha fazla olması olabilir. SEM analizi tabaka kalınlığı değişimine göre incelenen filmlerde kimyasal bileşimin çok fazla değişmemesine bağlı olarak neredeyse benzer yapıya sahipken manyetik tabaka depozisyon potansiyeline göre üretilen filmlerde artan depozisyon potansiyeli ile film yüzeyindeki taneler daha iri ve düzensizleşmektedir. Bu durum filmlerin içerisindeki Co miktarındaki artıştan kaynaklandığı düşünülmektedir. MR ölçümleri sonucunda farklı parametrelere göre hazırlanan tüm filmlerde GMR özelliğe sahip olduğu gözlemlendi. Tabaka kalınlığı değişkeninde GMR değerleri ortalama %9 civarında iken artan depozisyon potansiyeli ile filmlerin GMR değerleri azalmakta ancak filmlerin GMR hassasiyetleri artmaktadır. Manyetik ölçüm sonuçlarına göre bütün filmlerin doyum manyetizasyonu Co ve Fe

'in doyum manyetizasyon ile uyumludur. Çözelti pH 'ı düştüğünde doyum manyetizasyonu artmaktadır. Filmlerim nonmanyetik tabaka kalınlığındaki artış film içerisindeki manyetik madde miktarını azaltır nu da Ms değerlerinin azalmasına sebep olur. Filmlerin H_c değerleri nonmanyetik tabaka kalınlığının artışına bağlı olarak bir miktar azalmaktadır. VSM ölçümlerinde manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulanması ile elde edilen histeresis eğrilerine göre filmlerin kolay eksen manyetizasyonu film yüzeyine paraleldir.

CoFeCu/Cu filmler polikristal Ti alttabaka üzerine, Co, Fe ve Cu iyonlarını içeren L(+) askorbik asit'li çözülden pH değeri 2.50, 2.30, 2.10, 2.00, 1.95 ve 1.90 olan bir çözümler kullanılarak depozit edildi. Çözeltinin CV eğrisinden yararlanarak CoFeCu ve Cu tabakaların depozisyon potansiyelleri sırasıyla -1.6 V ve -0.3 V olarak tayin edildi. Filmler için 250 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (6.0 nm)], 286 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (4.5 nm)] ve 334 [CoFeCu (6.0nm)/ Cu (3.0 nm)] tabaka kalınlığı kullanılarak yukarıda belirtilen çözelti pH değerlerinde büyüme mekanizmaları incelendi. Filmlerin elementel analizlerine göre Cu tabaka kalınlığının 6.0nm olan filmlerde pH değerinin azalmasıyla birlikte manyetik madde miktarı 2.00 pH değerinde maksimum değerine ulaşırken %Cu miktarının azaldığı görülmektedir. Kalınlık 4.5nm olduğunda ise pH değerinin azalmasıyla birlikte %Co ve %Fe azalma olurken %Cu miktarının %97 değerine ulaştığı görülmektedir. 3.0nm Cu tabaka kalınlığına sahip filmlerde ise çözelti pH değeri 2.50 den 2.00 değerine kadar %Co ve %Fe miktarlarında azalma %Cu miktarında artış gözlenirken pH değerinin 2.00'ın altına inmesi durumunda %Co ve %Fe miktarları artarken %Cu miktarında azalma olduğu görülmektedir. Filmlerde XRD spektrumlarında fcc yapının karakteristik pikleri olan (111), (200), (220), (311) ve (222) pikleri görülmektedir. XRD spektrumundan hesaplanan düzlemler arası uzaklıklar ve örgü sabiti değerleri literatürle uyumludur. Bununla birlikte CoFeCu/Cu filmler için bulunan örgü sabitlerini Cu 'in örgü sabitine yakın olmasının nedeni, elementel analiz sonuçları ile uyumlu olacak şekilde filmlerdeki Cu miktarının daha fazla olması olabilir. pH değişkenine göre incelenen filmlerin SEM analizi farklı tabaka kalınlıklarına göre incelenmiştir. 250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] tabaka kalınlığında üretilen filmlerin SEM görüntülerine bakıldığında pH:2.10 olan çözülden üretilen filmlerde taneler büyük ve yüzeyden yukarı yükselmektedirler. pH değerinin azalmasıyla birlikte taneler küçülerek film yüzeyine yerleştikleri görülmektedir. Film yüzeyi pH

değerinin azalması ile birlikte daha homojen ve düzgün bir yüzey haline gelmektedir. 286[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] tabaka kalınlığında üretilen filmlerin SEM görüntüleri incelendiğinde görülmektedirki pH:2.50 değerinde film yüzeyinde atom ve atom grupları karnıbahar şeklinde kümeleşerek yüzeyin pürüzlü ve heterojen bir görünüme sahip olmasını sağlamaktadır. pH değerinin azalmasıyla birlikte film yüzeyinde bulunan büyük atom kümeleşmeleri dağılarak daha fazla yüzey içerisinde birlikte bulunan düzgün homojen bir görünüm oluşmaktadır. Tabaka kalınlığı 334[CoFeCu(6.0nm)/Cu(3.0nm)] olan filmlerde ise yüksek pH değerinde taneler yüzey içinde ve film yüzeyi homojen bir görünüme sahipken pH değerinin azalması ile birlikte film yüzeyinde bulunan taneler büyürken görünüm daha heterojen bir hal almaktadır. Farklı tabaka kalınlıklarında SEM görüntülerinin farklılıklar göstermesi çözelti içinde film oluşumu sırasında gerçekleşen kimyasal tepkimelerden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. 250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] tabaka kalınlığına sahip filmlerde GMR değeri pH:2.50 de %20 civarında iken pH değerinin 1.95 değerine düşmesiyle birlikte %1 civarına düşmektedir. Tabaka kalınlığının 286[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] ve 334[CoFeCu(6.0nm)/Cu(3.0nm)] olduğu filmlerde de GMR değerlerinde değişimler olmakla birlikte çözelti pH deperinin azalması ile birlikte GMR büyüklüklerinin azaldığı görülmektedir. Bu azalmanın sebebi film içerisindeki ferromanyetik madde miktarının azalmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Tabaka kalınlıklarının 250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] ve 334[CoFeCu(6.0nm)/Cu(3.0nm)] olduğu filmlerde film konsantrasyonunda dalgalanma göstermesine rağmen %MR değerlerinin azalması film içerisindeki atom gruplarının yerleşimine bağlı olarak tabaka kabalığı ya da arayüzey pürüzlülüğünden kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Manyetik ölçüm sonuçlarına göre bütün filmlerin doyum manyetizasyonu Co ve Fe 'in doyum manyetizasyon ile uyumludur. Çözelti pH'ının azalması ile birlikte tüm film kalınlıkları için doyum manyetizasyonu değerleri azalmaktadır. Bu durum filmlerin %Cu içeriğinin artmasına adfedileceği gibi manyetik madde miktarının fazla olduğu filmlerde doyum manyetizasyonunun küçük değerler alması film içerisinde yerleşen atom gruplarının manyetik malzemelerin özelliklerini perdelemesinin bir sonucu olduğu düşünülmektedir. VSM ölçümlerinde manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulanması ile elde edilen histeresis eğrilerine göre filmlerin kolay eksen manyetizasyonu film yüzeyine paraleldir.

CoFeCu/Cu filmler polikristal Ti alttabaka üzerine, farklı NaOH konsantrasyonuna sahip pH 5.50 ile 2.80 arasında değişen çözeltilerden üretilmiştir. Filmler için 250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] ve 286[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] tabaka kalınlıkları kullanılarak NaOH'in CoFeCu/Cu filmlerin büyüme mekanizmaları üzerine etkisi incelendi. Filmlerin elementel analizleri incelendiğinde 0.01M NaOH içeren çözeltiden 6.0nm ve 4.5nm Cu tabaka kalınlığında üretilen filmlerde azalan pH ile film içerisinde bulunan %Co ve %Fe miktarlarının toplamı artarken %Cu miktarında azalma gözlenmektedir. NaOH konsantrasyonu 0.02M olduğu çözeltiden üretilen filmlerde ise tam ters durum gözlenerek %Co ve %Fe miktarları azalırken %Cu miktarının artmakta olduğu görülmektedir. NaOH konsantrasyonu 0.04M değerine yükseltildiğinde ise çok büyük bir değişim olmamakla birlikte film içerisindeki %Co ve %Fe miktarlarının arttığı görülürken %Cu miktarı azalmaktadır. Filmlerde XRD spektrumlarında fcc yapının karakteristik pikleri olan (111), (200), (220), (311) ve (222) pikleri görülmektedir. XRD spektrumundan hesaplanan düzlemler arası uzaklıklar ve örgü sabiti değerleri literatürle uyumludur. Bununla birlikte CoFeCu/Cu filmler için bulunan örgü sabitlerini Cu 'in örgü sabitine yakın olmasının nedeni, elementel analiz sonuçları ile uyumlu olacak şekilde filmlerdeki Cu miktarının daha fazla olması olabilir. 0.01M NaOH konsantrasyonuna sahip çözeltiden 250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] tabaka kalınlığında üretilen filmlerin tane büyüklükleri değişen pH değeriyle çok büyük bir değişiklik göstermemektedir. XRD'nin vermiş olduğu bu sonuç SEM görüntüleri ile desteklenmektedir. NaOH konsantrasyonu sabit kalmak şartı ile film kalınlığı 286[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] yapılan filmlerde tane büyüklüğünün pH:3.30 değerinde bir miktar küçülmesine rağmen genelde aynı büyüklüğe sahip tanelerde oluşan SEM görüntüleri görülmektedir. Bu sonuçlar XRD deninden hesaplanan tane büyüklükleri ile doğrulanmaktadır. NaOH konsantrasyonu 0.02M çıkarıldığında film yüzeyinde oluşan tanelerin 4.50 ile 3.00 pH değerleri arasındaki küçüldüğü gözlenirken pH değerinin 2.80 olması durumunda yapı karakter değiştirerek içi boşluklu küreler halini almışlardır. Çözelti içerisindeki NaOH miktarı 0.04M'a yükseltildiğinde film yüzeyinin yüksek pH değerlerinde düzenli homojen ve küçük taneli bir görünüme sahip olduğu gözlenirken pH değerinin azalması ile yüzeydeki taneler büyümeye başlamaktadır. Bu sonuç XRD deseninden elde edilen sonuçlar ile uyum içinde değildir. Bu durum XRD deseninden hesaplanan tane büyüklüğünün sadece film yüzeyi değil aynı zamanda film içerisindeki tanelerin ortalama

büyüklüğü hakkında bilgi sahibi olamamızı sağlamasına bağlanabilir. MR ölçümleri sonucunda farklı parametrelere göre hazırlanan tüm filmlerde GMR özelliğe sahip olduğu gözlemlendi. 0.01M NaOH konsantrasyonuna sahip çözümden 250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] ve 286[CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] tabaka kalınlıklarına sahip filmlerin %MR değişimleri incelendiğinde yüksek pH değerlerinde neredeyse sabit bir değer gösterirken pH değerinin 2.80 olması halinde bir artış göstermektedir. NaOH konsantrasyonu 0.02M yapıldığında değişen pH değeriyle birlikte filmlerin %MR değerleri yaklaşık %2 ile % 7 arasında değişmektedir. Çözelti içerisindeki NaOH miktarı 0.04M değerine çıkarıldığında yüksek pH değerlerinde filmler içerisinde neredeyse yok denecek kadar az manyetik madde miktarı bulunması nedeniyle filmler %MR değişimi göstermezken çözelti pH değerinin 3.50 değerine inmesi ile film içindeki manyetik madde miktarındaki artışa paralel olarak filmler küçük bir %MR değişimi göstermektedir. Manyetik ölçüm sonuçlarına göre 0.01M NaOH içeren çözümden üretilen 250[CoFeCu(6.0nm)/Cu(6.0nm)] tabaka kalınlığındaki filmlerde artan %Co ve % Fe miktarlarına paralel bir şekilde doyum manyetizasyon değerlerini artırmakta olduğu görülmektedir. Tabaka kalınlığının 286 [CoFeCu(6.0nm)/Cu(4.5nm)] yapılması durumunda kimyasal analiz sonuçlarına paralel olarak doyum manyetizasyonlarındaki değişim görülebilmektedir. 0.02M NaOH içeren çözümden üretilen filmlerde azalan pH değeri ile film içerisindeki %Cu miktarındaki artışa bağlı olarak filmlerin doyum manyetizasyonları azalmaktadır. Çözelti içerisindeki NaOH miktarı 0.04M değerine çıkarıldığında film içerisindeki manyetik malzeme miktarındaki artışa paralel olarak doyum manyetizasyonu değerlerinde arttığı görülmektedir. VSM ölçümlerinde manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulanması ile elde edilen histeresis eğrileri incelendiğinde 0.01 ve 0.02M NaOH değerine sahip filmlerde kolay eksenin film yüzeyine paralel olduğu görülürken 0.04M NaOH içeren çözümden üretilen filmlerde histeresis eğrileri neredeyse aynı noktalarda doyuma ulaşmaktadır.

6. KAYNAKÇA

- [1] Garcia, N., M. Munoz, Y.W. Zhao., “Magnetoresistance in excess of 200% in Ballistic Ni Nanocontacts at Room Temperature and 100 Oe.” *Phys. Rev. Lett.*, 82: 2923-2926 (1999).
- [2] Fert, A., L. Piraux. “Magnetic Nanowires”*J. Magn. Magn. Mater.*, 200:338-358 (1999).
- [3] Tang, X.T., G.C. Wang, M. Shima. *J. Appl. Phys.*, “Perpendicular giant magnetoresistance of electrodeposited Co/Cu multilayered nanowires in porous alumina templates” 99 (033906):1-7 (2006).
- [4] Tourillon, G., L.Pontonnier, J.P. Levy, V. Langlais., “Perspectives of Giant Magnetoresistance” *Electrochemical And Solid-State Letters*, 3 (1): 20-23(2000).
- [5] Baibich, M.N., J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas., “Giant Magnetoresistance of (001) Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices.” *Phys. Rev. Lett.*, 61: 2472-2475(1988).
- [6] Parkin, S.S.P., Z. G. Li, D.J. Smith., “Giant magnetoresistance in antiferromagnetic Co/Cu multilayers” *Appl. Phys. Lett.*, 58:2710-2712 (1991b).
- [7] Mathon, J., “Exchange interactions and giant magnetoresistance in magnetic multilayers.” *Contemporary Physics*, 32 (3):143-156 (1991).
- [8] Hua, S.Z., D.S. Lashmore, L. Salamanca-Riba, W. Schwarzacher, L.J. Swartzenruber, R.D. Mcmicheal, L.H. Bennett, R. Hart., “Giant magnetoresistance peaks in CoNiCu/Cu multilayers grown by electrodeposition.” *J. Appl. Phys.*, 76 (10):6519-6521 (1994).
- [9] Bird K.D, M. Schlesinger. *J Electrochem Soc.*, “Giant magnetoresistance in electrodeposited Ni/Cu and Co/Cu multilayers.” 142 (4): L65-166 (1995).
- [10] Alper, M, K. Attenborough, V. Baryshev, R. Hart, D.S. Lashmore, W. Schwarzacher., “Giant magnetoresistance in electrodeposited Co–Ni–Cu/Cu superlattices.” *J. Appl. Phys.*, 75: 6543-6545 (1994).
- [11] Blum W. *Trans. Amer. Electrochem. Chem. Soc.*, “The structure and properties of alternately electrodeposited metals.” 40: 307-320 (1921).
- [12] Brenner, A., “Electrodeposition of Alloys” Vol. 1, *Academic Press*, New York. p.23-174(1963a).

- [13] Schwarzacher, W., D.S. Lashmore., “Giant magnetoresistance in electrodeposited films.” *IEEE Trans. Magn.*, 32:3133-3153 (1996).
- [14] Alper, M., K. Attenborough, R. Hart, S.J. Lane, D.S. Lashmore, C. Younes, W. Schwarzacher., “Giant magnetoresistance in electrodeposited superlattices.” *Appl. Phys. Lett.*, 63: 2144-2146 (1993).
- [15] Piraux, L., J.M. George, J.F. Despres, C. Leroy, E. Feram, R. Legras, K. Ounadjela, A. Fert., “Giant magnetoresistance in magnetic multilayered nanowires.” *Appl. Phys. Lett.*, 65:2484-2486 (1994).
- [16] Blondel, A., J. P. Meier, B. Doudin Ve J.-Ph. Ansermet., “Giant magnetoresistance of nanowires of multilayers.” *Appl. Phys. Lett.*, 65 (23):3019- 3021(1994).
- [17] Schwarzacher, W., “Electrodeposition: A Technology for the Future.” *Electrochem. Soc. Intreface*, 15(1):32-33(2006).
- [18] Barthelemy, A., A. Fert, J-P. Contour, M. Bowen, V. Cros, J.M. De Teresa, A. Hamzic, J.C. Faini, J.M. George, J. Grollier, F. Montaigne, 132 F. Pilloux, F. Petroff, C. Vouille., “Magnetoresistance and spin electronics.” *J. Magn. Magn. Mater.*, 242-245:68-76(2002).
- [19] Hong, K. J. Lee, J. Lee, Y.D. Ko, J.S. Chung, J.G. Kim., “Property changes of electroplated Cu/Co alloys and multilayers by organic additives.” *J Magn Magn Mater* 304:60–63 (2006).
- [20] Schwarzacher, W., “Kinetic roughening of electrodeposited films.” *J. Phys.: Condens. Matter* 16: R859-R880 (2004).
- [21] www.webelements.com.(2014)
- [22] Skoog, D.A., F.J. Holler, T.A. Nieman. *Principles of Instrumental Analysis*, Harcourt Brace & Company, Çeviri Ed. Kılıç E., Köseoğlu F., Yılmaz H., Bilim Yayıncılık. 591 (1998).
- [23] Kohlhaas, R., Donner, P., and Schmitz-Pranghe, N., *Z. Angew. Phys.*, 23,245 (1967).
- [24] Vincent, F., and Figlarz, M., *C. RHebd. Seances Acad. Sci.*, , 264C, 1270 (1967).
- [25] Straumanis, M. E and Yu, L. S., *Acta Crystallogr.*, 25A, 676 (1969).
- [26] Tsymbal E.Y., Pettifor D.G., “Perspectives of Giant Magnetoresistance”, *Solid State Physics*, Edited by H. Ehrenreich, F. Spaepen, Academic Press, , 56, 113-237(2001).
- [27] Schlesinger M., Pauvonic M., *Modern Electroplating* (Fourth Edition), JohnWiley & Sons, New York, (2000).

- [28] Barnas J., Fuss A., Camley R.E., Grünberg P., Zinn W. “Novel magnetoresistance effect in layered magnetic structures: Theory and experiment”, *Phy.Rev.B*, 42, 8110(1990).
- [29] Chaiken A., Lubitz B., Krebs J.J., Prinz G.A., Harford M.Z. “Spin-valve magnetoresistance of uncoupled Fe-Cu-Co sandwiches”, *Apply. Phys. Lett.*, 59,240,(1991),
- [30] Dieny B., Speriou V.S., Parkin S.P., Gurney B.A., Wilhoit D.R. Mauri D., “Giant magnetoresistance in soft ferromagnetic multilayers.”, *Phy.Rev B*, 43, 1297 (1991).
- [31] Carlierz D., Terrier C, Arm C. and Ansermet J.-Ph “Preparation and Magnetic Properties of Fe₃O₄ Nanostructures Grown by Electrodeposition”, *Electrochem. and Solid-State Letters* 8, 43,(2005).
- [32] Zhu Y.F, Di G.Q., “Magnetostriction and magnetoresistance in nanocontacts”, *J. Magn. Magn. Mat.* , 32,(2005).
- [33] Alper M., M. Sc., “ Electrodeposited Magnetic Superlattices ” H.H. Wills Physics Laboratory, University of Bristol, (1995).
- [34] Schwarzacher W., Attenborough K., Michel A., Nabiyouni G., Meier J.P., “Electrodeposited Nanostructures”, *J. Magn. Magn. Mat.* 165, 23 (1997).
- [35] Zeren, A., *Elektrokimya*, Birsen Yayınevi, İstanbul, 331 s. (1997).
- [36] Yalçın, H., Koç, T. 1991. *Elektromkimya*, Palme Yayıncılık, Ankara, 223 s.
- [37] Yıldız, A., Genç, Ö., Bektaş, S. 1997. *Enstrümental Analiz*. Hacettepe Yayınları A-64, s.96-247
- [38] Dahms H., and Croll IM, “The anomalous codeposition of iron-nickel alloys.”, *J. Electrochem. Soc.*, (1965). 112, 771
- [39] Paunovic, M., Schlesinger, M.. *Fundamentals of Electrochemical Deposition*, John Wiley & Sons Inc. New York, 373 p. (2006).
- [40] Yahalom, J., O. Zadok.. Formation “Formation of Composition-Modulated Alloys by Electrodeposition..” *J. Mater. Sci.*, 22: 499-503 (1987).
- [41] Alper M., Kockar H., Sahin T., and Karaagac O., “Properties of Co–Fe Films: Dependence of Cathode Potentials.” *IEEE Transactions On Magnetics*, Vol. 46, No. 2, (2010).
- [42] Alper, M., W. Schwarzacher, S.J. Lane., “The effect of pH changes on the giant magnetoresistance of electrodeposited superlattices. *J Electrochem Soc.*, 144:2346–2352 (1997).

- [43] Adb El-Rehim, S.S., S.M. Abd El-Wahab, S.M. Rashwan, Z.M. Anwar, "Electroplating of a Co-Cu alloy from a citrate bath containing boric acid..". *J.Chem. Technol. Biotechnol*, 75:237-244(2000).
- [44] Golodnitsky, D., Yu. Rosenberg, A.Ulus. "The role of anion additives in the electrodeposition of nickel-cobalt alloys from sulfamate electrolyte.."*Electrochim. Acta*, 47:2707-2714 (2002).
- [45] Gomez E., Llorente A., Valles E., "Obtention and characterisation of cobalt+copper electrodeposits from a citrate bath" *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 495, 19, (2000).
- [46] <http://en.wikipedia.org/wiki/magnetoresistance> (2013)
- [47] Yao C.C., Hasko D.G., Lee W.Y., Hirohata A, Xu Y.B., and Bland J.A.C., "Pseudo-Hall Effect and Anisotropic Magnetoresistance in a Micronscale Ni80Fe20 Device." *IEEE Transactions On Magnetics*. 35 (1999).
- [48] B.Morten, M.Prudenziati, and G.De Cicco, Magnetoresistive Thick Film Sensors M.Prudenziati Ed. New York Elviesier, ,229 (1994).
- [49] Gambino, R.J., Raja, M.M., Sampath, S., Greenlaw, R., "Plasma Sprayed Thick-Film Anisotropic Magnetoresistive (AMR) Sensors." *IEEE Sensors Journal*, , 14(2004)
- [50] McGuire, T.R. and I.R., "Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys.." *IEEE, Trans. Magn.*, 11, 4 (1975).
- [51] Safak M., 'Co-Cu Alasım Filmlerin Elektrodepozisyonu ve Özelliklerinin İncelenmesi', Yüksek Lisans Tezi, Uludag Üniversitesi *Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı*, Bursa, (2005)
- [52] O'Handley RC, *Modern Magnetic Materials*, John Wiley&Sons, Inc. New York (2000).
- [53] Kools J.C.S., Coehoorn R., Folkerts W., M.C. de Nooijer and Somers G.H.J, Anisotropic and Giant Magnetoresistive Elements, *Philips J. Res.* (1998), 51, 125-148.
- [54] Kittel C. *Quantum theory of solids*. 2.nd revised printing, John Wiley & Sons, New York 237-248.
- [55] Jiles D. , *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials* ,Chapman and Hall , (London-1991).
- [56] Şahin İ., " Voltammetri ve ICP-AES yöntemleriyle Şalgam Suyunda Ağır Metal Tayini ", Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı , 23 (2001)].

- [57] <http://www.stoner.leeds.ac.uk/research/gmr.htm> (2013)
- [58] Baibich M. N., Broto J. M., Fert A., Nguyen Van Dau F., Petroff F., Etienne P., Creuze G., Friederich A., Chazelas J. , “Giant Magnetoresistance of (001) Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices.”*Physics Rev. Lett.* 61, 2472, (1988).
- [59] White Robert L., “Giant magnetoresistance”*IEEE Trans. Mag.*, 28, 2482, (1992).
- [60] Barnas J., Fuss A., Camley R.E., Grünberg P., Zinn W. , “Novel magnetoresistance effect in layered magnetic structures: Theory and experiment .”*Phy.Rev.B* 42, 8110, (1990).
- [61] Parkin S.S, Bhard R., Roche K.P., “Oscillatory magnetic Exchange coupling through thin copper layers..”*Phy.Rev.Lett*, , 66, 2152, (1991).
- [62] Weihnacht, V. L. Peter, J. Toth, J. Padar, Zs. Kerner, C.M. Schnider, I.Bakonyı. “Giant magnetoresistance in Co-Cu/Cu multilayers prepared by various electrodeposition controls modes...”*J. Electrochem. Soc.*, 150:C507-C515, (2003).
- [63] Şafak, M., M. Alper, H. Köçkar. “Growth and characterisation of electrodeposited Co/Cu superlattices.”*Journal of Nanoscience and nanotechnology*, 8: 854-860, (2008).
- [64] Bakonyı, I, L. Peter. “Electrodeposited multilayer films with giant magnetoresistance (GMR): Progress and problems..” *Progress in Materials Science* 55:107–245, (2010).
- [65] Lenchzowski, S.K.J, C. Schönenberger, M.A.M. Gıjs, W.J.M. De Jonge. “Giant magnetoresistance of electrodeposited Co/Cu multilayers..” *J. Magn. Magn. Mater.*, 148:455-465, (1995).
- [66] Kelly, J.J., P. Bradley, D. Landolt. “Additive effects during pulsed deposition of Co-Cu nanostructures..” *J. Electrochem. Soc.*, 147:2975-2980. (2000).
- [67] Chassaing, E., “Effect of organic additives on the electrocrystallization and the magnetoresistance of Cu-Co multilayers...” *J Electrochem Soc* 148:C690–C694, (2001).
- [68] Peter L, A. Czırakı, L. Pogany L, Z. Kupay, I. Bakonyı, M. Uhlemann, M. Herrich, B. Arnold, T. Bauer, K. Wetzıg. “Microstructure and giant magnetoresistance of electrodeposited Co–Cu/Cu multilayers..”*J Electrochem Soc*,148:C168–76. (2001).
- [69] Purcell E.M.,*"Electricity and magnetism"*Mcgraw Hill book company, Berkeley, California, (1979).
- [70] Köçkar H., Magnetic Material Production Using a Novel Rotating Cryostat and Structural Analysis, Ph. D. Thesis, University of Wales Cardiff, Cardiff, (1998)

- [71] Adriana N. Correia, Regina C.B *Electrochemical acta.*(2006)
- [72] Jakub Adam Koza, Margitta Uhlemann “The effect of magnetic fields on the electrodeposition of CoFe alloys .”*J.electrochemical acta* (2008)
- [73] A.Sahari, A.Azizi“ Electrochemical nucleation and growth of Co and CoFe alloys on Pt/Si substrates. ”*Catalysis Today* (2006)
- [74] Shima, M., L. Salamanca-Riba, R.D. McMichael, T.P. Moffat., “Electrochemical behaviour and physical properties of Cu/Co.” *J. Electrochem. Soc.*, 149:C439-C444, (2002).
- [75] Bakonyi, I, J. Toth, L.F. Kiss, E. Toth-Kadar, L. Peter, A. Dina. “Origin of giant magnetoresistance contributions in electrodeposited Ni–Cu/Cu multilayers..” *J. Magn. Magn. Mater.*, 269:156-167. (2004).
- [76] Kuru H., ‘Elektrodepozisyonla sentezlenen NiFe alařım ve NiFeCu/Cu süperörgülerin yapısal, manyetik ve magnetoretransport karakterizasyonu’, Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi *Fen Bilimleri Enstitüsü* Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2009)
- [77] Gong, J., W.H. Butler, G. Zangari. “High magnetoresistive sensitivity in electrodeposited FeCoNi/Cu multilayers,.” *Appl. Phys. Lett.*, 87, 0120505 1-3, (2005).