

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

**ELEKTRODEPOZİSYONLA BÜYÜTÜLEN Ni-Co FİMLERİNİN
KARAKTERİZASYONU VE MANYETOREZİSTANS DAVRANIŞININ
İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Ali KARPUZ

Balıkesir, Haziran – 2011

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

**ELEKTRODEPOZİSYONLA BÜYÜTÜLEN Ni-Co FİMLERİNİN
KARAKTERİZASYONU VE MANYETOREZİSTANS DAVRANIŞININ
İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Ali KARPUZ

Balıkesir, Haziran – 2011

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

ELEKTRODEPOZİSYONLA BÜYÜTÜLEN Ni-Co
FİLMLERİNİN KARAKTERİZASYONU VE
MANYETOREZİSTANS DAVRANIŞININ
İNCELENMESİ

DOKTORA TEZİ

Ali KARPUZ

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR

Sınav Tarihi: 27.06.2011

Jüri Üyeleri: Prof. Dr. Mürsel ALPER (UÜ)

Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR (Danışman-BAÜ)

Doç. Dr. Ramis Mustafa ÖKSÜZOĞLU (AÜ)

Doç. Dr. Mustafa GÖKTEPE (BAÜ)

Doç. Dr. Nuri NAKİBOĞLU (BAÜ)

Enstitü Yönetim Kurulunun tarih sayılı oturumunun
nolu kararı ile Mezun olmuştur.

Balıkesir, Haziran – 2011

“Bu doktora çalışması, Balıkesir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi
2010/34 nolu Araştırma Projesi tarafından desteklenmiştir.”

ÖZET

ELEKTRODEPOZİSYONLA BÜYÜTÜLEN Ni-Co FİLMLERİNİN KARAKTERİZASYONU VE MANYETOREZİSTANS DAVRANIŞININ İNCELENMESİ

Ali KARPUZ

Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı

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

Balıkesir, 2011

Bu çalışmada, Ni-Co filmleri titanyum alttabaka üzerine elektrodepozisyon tekniği ile büyütülmüş ve yapısal, manyetik ve manyetorezistans (MR) davranışları araştırılmıştır. Çalışma, elektrodepozisyon tekniğinde oldukça önemli parametreler olan depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı, film kalınlığı ve elektrolit konsantrasyonunun dikkate alınması ile gerçekleştirilmiştir. Elektrolit içerisindeki metallerin indirgenme potansiyelleri döngüsel voltammetri tekniği ile belirlenmiştir. Filmlerin büyüme mekanizmaları film depozisyonu esnasında kaydedilen akım-zaman geçişleri ile incelenmiştir.

Enerji ayırmalı x-ışını spektroskopisi ile yapılan elementel analiz sonuçları, filmlerdeki Ni:Co oranlarının depozisyon potansiyeli, elektrolit pH 'ı ve elektrolit konsantrasyonunun değişmesinden etkilendiğini göstermiştir. Bunun yanı sıra tüm filmler için, Ni ve Co iyonlarının depozisyonunda anormal birlikte depozisyon tespit edilmiştir. Yapısal analiz x-ışını difraksiyonu tekniği ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir. Filmler genel olarak yüzey merkezli kübik (fcc) kristal yapıya sahip olmalarına rağmen, Co miktarı % 63 veya üzeri olanlar fcc ve hekzagonal sıkı paket yapının karışımı olan bir faza sahiptirler. SEM görüntüleri, filmlerin yüzey morfolojilerinin, farklı üretim parametrelerinden etkilendiğini göstermiştir. Titreşimli numune manyetometresinden elde edilen manyetik sonuçlar, doyum manyetizasyonunun, M_s Co içeriğinin artmasıyla arttığını ortaya çıkarmıştır. En yüksek M_s değeri, -1.1 V 'da üretilen ve % 87 Co içeren filmin olup, 1160 emu/cm^3 olarak bulunmuştur. Film bileşimindeki Co oranı azaldıkça M_s değeri 358 emu/cm^3 e kadar düşmüştür. Ayrıca, incelenen tüm filmler için manyetizasyonun kolay eksen yönünün film düzlemine paralel olduğu bulunmuştur.

MR ölçümleri van der Pauw tekniği ile $\pm 10 \text{ kOe}$ arasında gerçekleştirilmiştir. Anizotropik manyetorezistans (AMR) ve Düzlemsel Hall Etkisini (DHE) içeren filmlerin MR davranışı kapsamlı bir şekilde araştırılmıştır. Boyuna ve Enine manyetorezistans değerlerinin yaklaşık olarak % 3 ile % 11 arasında değiştiği ve tüm filmlerin AMR özelliğe sahip olduğu bulunmuştur. Çapraz bağlantı dizilimi ile yapılan DHE incelemesinde, DHE değişimlerinin AMR değişimlerinden daha büyük olduğu gösterilmiştir. Yine MR yöneliminin, filmlerin uygulanan manyetik alana göre paralel ve dik kollarında oluşan elektriksel direnç değerlerine bağlı olduğu gösterilmiştir. Buna göre filmlerin toplam paralel elektriksel direnç değerleri, toplam dik elektriksel direnç değerlerinden büyükse, MR yönelimi artan manyetik alan ile artar, eğer küçükse artan manyetik alan ile azalır. Bu sonuçlar, MR yöneliminin kontrol edilebilir olduğuna işaret eder.

ANAHTAR SÖZCÜKLER: Ni-Co filmler, Elektrodepozisyon, Manyetik malzemeler, Manyetorezistans, Anizotropik manyetorezistans, Düzlemsel Hall etkisi

ABSTRACT

CHARACTERIZATION of Ni-Co FILMS GROWN WITH ELECTRODEPOSITION AND INVESTIGATION of THEIR MAGNETORESISTANCE BEHAVIOUR

Ali KARPUZ

Balikesir University, Institute of Science, Department of Physics

Ph.D. Thesis / Supervisor: Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR

Balikesir-Turkey, 2011

In this study, Ni-Co films were grown with electrodeposition technique on titanium substrate and their structural, magnetic and magnetoresistance (MR) properties were investigated. The study was realized by considering deposition potential, electrolyte pH, film thickness and electrolyte concentration which were very important parameters in electrodeposition technique. The reduction potentials of the metals in the electrolyte were determined by a cyclic voltammetry technique. The growth mechanisms of the films were examined with the current-time transients recorded during film deposition.

The results of elemental analysis executed by an energy dispersive x-ray spectroscopy showed that the Ni:Co ratios in the films were influenced by the change of deposition potential, electrolyte pH and electrolyte concentration. Besides, the anomalous codeposition was detected in the deposition of Ni and Co ions for all films. The structural measurements were carried out by an x-ray diffraction technique and a scanning electron microscope (SEM). Although the films generally have the face centered cubic (fcc) crystal structure, the films contain 63 % Co content or above that have a mixture phase of fcc and hexagonal close packed structure. The SEM images showed that surface morphology of the films was affected from different deposition parameters. The magnetic results obtained from a vibrating sample magnetometer disclosed that the saturation magnetization, M_s , increased with the increase of Co content. The highest M_s of the films was found to be 1160 emu/cm^3 for the film deposited at -1.1V and contained 87 % Co. As the Co ratios of the films decreased the M_s values reduced up to 358 emu/cm^3 . Furthermore, the easy axis direction of magnetization is in the film plane for all films investigated.

MR measurements were carried out at $\pm 10 \text{ kOe}$ with a van der Pauw technique. MR behaviour of the films that consisted of anisotropic magnetoresistance (AMR) and Planar Hall Effect (PHE) was comprehensively studied. Longitudinal and transversal magnetoresistance values varied between approximately 3 % and 11 %, and all films were found to have the AMR. In the PHE investigation performed with cross contact arrangement, the change of PHE was shown to be larger than the change of AMR. And the MR orientation depended on the electrical resistance values occurred in the parallel and perpendicular branches of the films according to applied magnetic field. Thus, if the total parallel electrical resistances of the films are bigger than the total perpendicular electrical resistances, the MR orientation increases with increasing magnetic field but decreases with increasing magnetic field if the parallel ones are smaller than the perpendicular ones. The results refer to a controllable MR orientation.

KEYWORDS: Ni-Co films, Electrodeposition, Magnetic materials, Magnetoresistance, Anisotropic magnetoresistance, Planar Hall effect

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET, ANAHTAR SÖZCÜKLER	ii
ABSTRACT, KEY WORDS	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SEMBOL LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	viii
TABLO LİSTESİ	xiii
ÖNSÖZ	xv
1 GİRİŞ	1
2 KURAMSAL BİLGİLER	3
2.1 Nanoteknoloji ve Uygulamaları	3
2.2 Nanomanyetizma ve Madde İçinde Manyetizma	4
2.2.1 Nanomanyetizma	4
2.2.2 Madde İçinde Manyetizma	6
2.3 Manyetorezistans ve Anizotropik Manyetorezistans	12
2.4 Düzlemsel Hall Etkisi	14
2.4.1 Düzlemsel Hall Etkisi Yaklaşımı	17
2.4.2 Anizotropik Manyetorezistans ve Düzlemsel Hall Etkisi Ölçümü	18
3 DENEYSEL TEKNİKLER	22
3.1 Döngüsel Voltammetri Tekniği	22
3.2 Elektrodepozisyon Tekniği ve Ni-Co Filmlerinin Üretimi	24
3.3 Enerji Ayırmalı X-Işını Spektroskopisi	26
3.4 X-Işını Difraksiyonu Tekniği	26
3.5 Taramalı Elektron Mikroskobu	27
3.6 Titreşimli Numune Manyetometresi	28
3.7 Van der Pauw Tekniği ve Manyetorezistans Ölçümü	29
4 BULGULAR VE TARTIŞMA	32

4.1	Elektrolitin Hazırlanması	32
4.2	Elektrolitin Elektrokimyasal Karakterizasyonu	33
4.3	Ni-Co Filmlerinin Elektrodepozisyonu ve Üretim Parametreleri	35
4.4	Ni-Co Filmlerinin Akım-Zaman Geçişleri	36
4.5	Ni-Co Filmlerinin Elementel Analizi	38
4.6	Ni-Co Filmlerinde Anormal Birlikte Depozisyon Tayini	41
4.7	Ni-Co Filmlerinin Kristal Yapı Analizi	42
4.7.1	Farklı Depozisyon Potansiyellerinde Üretilen Filmlerin Analizi	43
4.7.2	Farklı pH Değerlerindeki Elektrolitlerden Üretilen Filmlerin Analizi	45
4.7.3	Farklı Kalınlıklara Sahip Filmlerin Analizi	47
4.7.4	Farklı Co Konsantrasyonuna Göre Üretilen Filmlerin Analizi	49
4.8	Ni-Co Filmlerinin Yüzey Morfolojisi İncelemesi	53
4.9	Ni-Co Filmlerinin Manyetik Analizi	63
4.10	Ni-Co Filmlerinin Manyetorezistans Analizi	78
4.10.1	Farklı Boyutlardaki Kare Filmlerde Anizotropik Manyetorezistans (Boyuna ve Enine Manyetorezistans) İncelemesi	78
4.10.2	Manyetik Alan ile Elektrik Akımı Arasındaki Farklı Açılarda Manyetorezistans İncelemesi	89
4.10.3	Çapraz Bağlantı Düzeni Kullanarak Manyetorezistans İncelemesi	92
4.10.3.1	Çapraz Bağlantı Düzeninde Filmlerin Aynı Yöne 45°'lik Açılarla Döndürülmesi Sonucunda Elde Edilen Manyetorezistans Davranışının İncelenmesi	94
4.10.3.2	Çapraz Bağlantı Düzeninde Numune Tutucunun 90° Döndürülmesi Sonucunda Elde Edilen Manyetorezistans Davranışının İncelenmesi	118
4.10.4	Manyetorezistans Ölçüm Sisteminin Bilgisayar ile Kontrolü İçin Quick BASIC Dilinde Optimum Programın Geliştirilmesi	123
5	SONUÇ	125
EK		128
EK A.	Manyetorezistans Ölçüm Sistemi İçin Quick BASIC Dilinde Geliştirilen Bilgisayar Programı	128
KAYNAKLAR		133

SEMBOL LİSTESİ

<u>Sembol</u>	<u>Adı</u>
B	Manyetik İndüksiyon
M	Manyetizasyon
H	Manyetik Alan Şiddeti
μ	Manyetik Geçirgenlik
χ	Manyetik Alınganlık
μ_r	Bağıl Geçirgenlik
μ_0	Serbest Uzayın Geçirgenliği
n	Birim Hacimdeki Atom Sayısı
z	Atom Başına Elektron Sayısı, Metalin Değerliğin
e	Elektron Yüğü
m_e	Elektron Kütlesi
$\langle r^2 \rangle$	Atom Yarıçaplarının Karesinin Ortalaması
C	Curie Sabiti
T	Sıcaklık
M_s	Doyum Manyetizasyonu
M_r	Kalıcı Manyetizasyonları
H_c	Koersivite
V_H	Hall Voltajı
t	Malzemenin Kalınlığı, Tane Büyüklüğü
α	Açı
θ	Açı
ϕ	Açı
I	Elektrik Akım Şiddeti, Pik Şiddeti
J	Akım Yoğunluğu
E	Elektrik Alan
\hat{m}	Birim Vektör
ρ_{\perp}	Özdirenç Değeri
$\rho_{//}$	Özdirenç Değeri
ρ_H	Hall Özdirenci
ρ_A	Anizotropik Manyetorezistans
ρ_D	Düzlemsel Hall Etkisi
V	Voltaj
β	Açı
$A_{\text{elektrolit}}^{+z}$	Elektrolit İçindeki Metal İyonu
e^-	Elektron
$A_{\text{örgü}}$	Elektrota Yerleşen Metal Atomu
R_{min}	Elektriksel Direnç Değeri
$R(H)$	Elektriksel Direnç Değeri
λ	Dalga Boyu

2θ	Difraksiyon Açısı
d	Kristal Düzlemleri Arası Uzaklık
t_{ort}	Ortalama Tane Büyüklüğü
a	Örgü Sabiti
H_s	Doyum Alanı
V_{DHE}	Düzlemsel Hall Etkisi Voltajı
$R_{//}$	Paralel Elektriksel Direnç Değeri
R_{\perp}	Dik Elektriksel Direnç Değeri
P_{toplam}	Paralel Kollardaki Elektriksel Direnç Değerleri Toplamı
D_{toplam}	Dik Kollardaki Elektriksel Direnç Değerleri Toplamı

ŞEKİL LİSTESİ

<u>Şekil Numarası</u>	<u>Adı</u>	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1	Ferromanyetik bir malzeme için tipik histeresis eğrisi	11
Şekil 2.2	Tipik bir Ni-Co film için AMR'nin uygulanan dış manyetik alana göre değişim grafiği	13
Şekil 2.3	Hall voltajı şiddetinin tayininde kullanılan fiziksel büyüklüklerin geometrisi [47]	16
Şekil 2.4	MR değişimlerinin gözlenmesinde kullanılan bağlantı dizilimleri; a) ve b) AMR değişimi, c) DHE değişimi	19
Şekil 2.5	Kare şeklinde kesilmiş film için çapraz bağlantı diziliminde kollarda oluşan direnç durumları: a) Dış manyetik alan yokken, b) Manyetik doyum durumunda [11]	20
Şekil 3.1	Döngüsel voltammetride kullanılan potansiyel sinyalinin zamanla değişim grafiği, (üçgen dalga potansiyel sinyali)	23
Şekil 4.1	Ni-Co alaşım filmlerinin üretiminde kullanılan elektrolitlerin CV eğrileri; a) 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3 \cdot \text{NH}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 0.20 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 0.2M H_3BO_3 ihtiva eden CS elektrolitinin CV eğrisi, b) 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3 \cdot \text{NH}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ve 0.20 M H_3BO_3 ihtiva eden CSKC elektrolitinin CV eğrisi, c) 0.20 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 0.20 M H_3BO_3 ihtiva eden CSKN elektrolitinin CV eğrisi	34
Şekil 4.2	Üretilen Ni-Co filmlerinin akım-zaman geçişleri; a) farklı depozisyon potansiyeli, b) farklı elektrolit pH'ı, c) farklı film kalınlığı	38
Şekil 4.3	Çözeltideki Co konsantrasyonu yüzdesine göre Ni-Co filmlerinin Co içeriğinin değişimi	42
Şekil 4.4	Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen filmlerin XRD desenleri; a) -1.1 V (% 13 at. Ni), b) -1.3 V (%	

	25 at. Ni), c) -1.5 V (% 37 at. Ni), d) -1.9 V (% 44 at. Ni)	44
Şekil 4.5	pH değerleri farklı olan elektrolitlerden üretilen filmlerin XRD desenleri, a) 4.10 (% 60 at. Ni), b) 3.14 (% 43 at. Ni), c) 2.14 (% 43-50 at. Ni)	46
Şekil 4.6	Farklı kalınlıklara sahip Ni-Co filmlerinin XRD desenleri; a) 1 μm (% 50 at. Ni), b) 2 μm (% 50 at. Ni), c) 4 μm (% 50 at. Ni)	48
Şekil 4.7	Farklı Co konsantrasyonuna göre üretilen filmlerin XRD desenleri	51
Şekil 4.8	Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen Ni-Co filmlerinin SEM görüntüleri a) -1.1 V (% 13 at. Ni), b) -1.3 V (% 25 at. Ni), c) -1.5 V (% 37 at. Ni), d) -1.9 V (% 44 at. Ni)	54
Şekil 4.9	Farklı elektrolit pH değerleri kullanılarak üretilen Ni-Co filmlerinin SEM görüntüleri a) 4.10 pH (% 60 at. Ni), b) 3.14 pH (% 43 at. Ni), c) 2.14 pH (% 43-50 at. Ni)	56
Şekil 4.10	Farklı kalınlıklarda üretilen Ni-Co filmlerinin SEM görüntüleri a) 1 μm (% 50 at. Ni), b) 2 μm (% 50 at. Ni), c) 4 μm (% 50 at. Ni)	58
Şekil 4.11	Şekil 4.10'da gösterilen SEM resimlerinin daha yüksek mertebeli büyütmelelere sahip SEM görüntüleri a) 1 μm (% 50 at. Ni), b) 2 μm (% 50 at. Ni), c) 4 μm (% 50 at. Ni) kalınlıklarında	59
Şekil 4.12	Farklı $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonları kullanılarak üretilen filmlerin SEM görüntüleri a) 0.00 M (% 0 at. Co), b) 0.05 M (% 15 at. Co), c) 0.10 M (% 28 at. Co), d) 0.15 M (% 40 at. Co), e) 0.25 M (% 58 at. Co), f) 0.30 M (% 64 at. Co), g) 0.35 M (% 80 at. Co)	63
Şekil 4.13	Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen filmlerin histeresis eğrileri	65
Şekil 4.14	Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen Ni-Co filmleri için M_s ve H_c değerlerinin filmlerin Ni içeriğine bağlı olarak değişimi	65

Şekil 4.15	Depozisyon potansiyeli – 1.1 V olan filmin düzlemine paralel ve dik yönde manyetik alan uygulayarak elde edilmiş histeresis eğrileri	66
Şekil 4.16	Farklı pH değerlerine sahip elektrolitlerden üretilen filmlerin histeresis eğrileri	68
Şekil 4.17	pH değeri 4.10 olan elektrolitten depozit edilen filmin düzlemine paralel ve dik yönde manyetik alan uygulayarak elde edilmiş histeresis eğrileri	69
Şekil 4.18	Farklı kalınlıklarda üretilen filmlerin histeresis eğrileri	70
Şekil 4.19	Kalınlığı 4 µm olan filmin düzlemine paralel ve dik yönde manyetik alan uygulayarak elde edilmiş histeresis eğrileri	71
Şekil 4.20	Farklı $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonları kullanılarak üretilen filmlerin histeresis eğrileri, (CSKC-0.00 M, CSKC1-0.05 M, CSKC2-0.10 M, CSKC3-0.15 M, CSKC4-0.25 M, CSKC5-0.30 M, CSKC6-0.35 M)	72
Şekil 4.21	Farklı $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonları kullanılarak üretilen filmler için M_s ve H_c değerlerinin filmlerin Co içeriğine bağlı olarak değişimi, 0.00 M (% 0 at. Co), 0.05 M (% 15 at. Co), 0.10 M (% 28 at. Co), 0.15 M (% 40 at. Co), 0.25 M (% 58 at. Co), 0.30 M (% 64 at. Co), 0.35 M (% 80 at. Co)	73
Şekil 4.22	Co konsantrasyonu 0.35 M olan elektrolitten üretilen filmin düzlemine paralel ve dik yönde manyetik alan uygulayarak elde edilmiş histeresis eğrileri	74
Şekil 4.23	Kare şeklinde kesilmiş filmler için, farklı açılara karşılık çizilen M_r/M_s değerlerinin grafikleri, a) Depozisyon potansiyeli -1.5 V, b) Elektrolit pH'ı 3.14, c) Kalınlık 4 µm, d) Co konsantrasyonu 0.30 M	76
Şekil 4.24	Farklı film boyutunun MR değişimi üzerindeki etkisinin incelenmesinde kullanılan bağlantıların temsili gösterimi a) $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ BMR b) $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ EMR c) $0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$ BMR d) $0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$ EMR	79

Şekil 4.25	Farklı depozisyon potansiyelleri kullanılarak üretilen, 1.0x1.0 cm ² boyutlu filmlerin AMR grafikleri	81
Şekil 4.26	Farklı elektrolit pH değerleri kullanılarak üretilen, 1.0x1.0 cm ² boyutlu filmlerin AMR grafikleri	82
Şekil 4.27	Farklı kalınlıklarda üretilen, 1.0x1.0 cm ² boyutlu filmlerin AMR grafikleri	83
Şekil 4.28	Farklı Co konsantrasyonları kullanılarak üretilen, 1.0x1.0 cm ² boyutlu filmlerin AMR grafikleri	85
Şekil 4.29	Boyutları 0.6x0.6 cm ² olan, çeşitli üretim parametrelerinde üretilen filmlerin AMR grafikleri, a) -1.5 V depozisyon potansiyeli altında, b) 4.10 pH'a sahip elektrolit kullanarak, c) 4 µm kalınlıklı	87
Şekil 4.30	Manyetik alan ile elektrik akımı arasındaki açının MR özellikleri üzerindeki etkisinin incelenmesinde kullanılan bağlantının temsili gösterimi a) 0°, b) 90°, c) 45° (0.6x0.6 cm ² boyutlarındaki filmler için)	89
Şekil 4.31	Kare şeklinde kesilmiş film için çapraz bağlantı diziliminde $R_{\perp} > R_{//}$ durumunda DHE değişiminin incelenmesi esnasında oluşan direnç durumları: a) Dış manyetik alan yokken, b) Manyetik doyum durumunda	92
Şekil 4.32	Filmlerin saat yönünün tersine 45°'lik açılarla döndürülmesi sonucunda elde edilen MR değişimlerinin incelenmesi için kullanılan durumların temsili gösterimi a) 0° b) 45° c) 90° d) Döndürme açılarının konumları	95
Şekil 4.33	Depozisyon potansiyeli -1.1 V olan filmin, 0° kabul edilen konumu ile saat yönünün tersine 90° döndürülmesi sonucu elde edilen MR grafikleri	97
Şekil 4.34	Depozisyon potansiyeli -1.9 V olan filmin, 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri a) 0°, b) 0° (tekrar), c) 45°, d) 90°, e) 135°, f) 180°, g) 225°, h) 270°, ı) 315°, j) 360°. Yandaki	

	tablolar MR ölçümü öncesi filmin kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir.	102
Şekil 4.35	pH'ı 2.14 olan elektrolitten üretilen filmin, 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri a) 0°, b) 0° (tekrar), c) 45°, d) 90°, e) 135°, f) 180°, g) 225°, h) 270°, ı) 315°, j) 360°. Yandaki tablolar MR ölçümü öncesi filmin kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir.	106
Şekil 4.36	Kalınlığı 1µm olan filmin, 0° kabul edilen konumu ile saat yönünün tersine 90° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri	107
Şekil 4.37	Kalınlığı 4 µm olan filmin, 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri a) 0°, b) 0° (tekrar), c) 45°, d) 90°, e) 135°, f) 180°, g) 225°, h) 270°, ı) 315°, j) 360°. Yandaki tablolar MR ölçümü öncesi filmin kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir.	111
Şekil 4.38	Co konsantrasyonu 0.35 M olan elektrolitten üretilen filmin, 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri a) 0°, b) 0° (tekrar), c) 45°, d) 90°, e) 135°, f) 180°, g) 225°, h) 270°, ı) 315°, j) 360°. Yandaki tablolar MR ölçümü öncesi filmin kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir.	115
Şekil 4.39	Numune tutucunun saat yönünde 90° döndürülmesi ile MR değişiminin incelenmesinde kullanılan bağlantının temsili gösterimi a) 0° b) 90°	118
Şekil 4.40	Numune tutucunun saat yönünde 90° döndürülmesi ile elde edilen MR değişiminin grafikleri a) -1.1 V uygulayarak üretilen film için, b) -1.9 V uygulayarak üretilen film için, c) pH değeri 2.14 olan elektrolitten üretilen film için, d) kalınlığı 2 µm olan film için	120

TABLO LİSTESİ

<u>Tablo Numarası</u>	<u>Adı</u>	<u>Sayfa</u>
Tablo 2.1	Bazı ferromanyetik malzemelerin doyum manyetizasyonu değerleri [33]	11
Tablo 4.1	Kullanılan elektrolitler ve bileşimleri	33
Tablo 4.2	Film serilerine göre üretim parametreleri	36
Tablo 4.3	Farklı üretim parametreleri kullanarak üretilen Ni-Co filmlerinin EDX analizi sonuçları. Tüm sonuçlar atomik yüzde (% at.) olarak verilmiştir.	40
Tablo 4.4	Farklı depozisyon potansiyelleri kullanılarak üretilen filmlerin XRD analizinden elde edilen sonuçlar. 2θ ; difraksiyon açısını, d ; düzlemler arası uzaklığı, (hkl) ; miller indislerini, t ; her düzlem için tane büyüklüğünü, t_{ort} ; her film için ortalama tane büyüklüğünü, a örgü sabitini göstermektedir.	45
Tablo 4.5	Farklı elektrolit pH'ı kullanılarak üretilen filmlerin XRD analizinden elde edilen sonuçlar. 2θ ; difraksiyon açısını, d ; düzlemler arası uzaklığı, (hkl) ; miller indislerini, t ; her düzlem için tane büyüklüğünü, t_{ort} ; her film için ortalama tane büyüklüğünü, a ; örgü sabitini göstermektedir.	47
Tablo 4.6	Farklı kalınlıklara sahip Ni-Co filmlerinin XRD analizinden elde edilen sonuçlar. 2θ ; difraksiyon açısını, d ; düzlemler arası uzaklığı, (hkl) ; miller indislerini, t ; her düzlem için tane büyüklüğünü, t_{ort} ; her film için ortalama tane büyüklüğünü, a ; örgü sabitini göstermektedir.	49
Tablo 4.7	Farklı Co konsantrasyonuna göre üretilen filmlerin XRD analizinden elde edilen sonuçlar. 2θ ; difraksiyon açısını, d ; düzlemler arası uzaklığı, (hkl) ; miller indislerini, t ; her düzlem için tane büyüklüğünü, t_{ort} ; her film için ortalama tane büyüklüğünü, a ; örgü sabitini göstermektedir.	52

Tablo 4.8	Ni-Co filmlerinin manyetik analizinin sonuçları (Manyetik alan film düzlemine paraleldir.)	77
Tablo 4.9	Farklı üretim parametrelerinde üretilen filmlerin farklı boyutlarındaki BMR ve EMR değerleri	88
Tablo 4.10	Boyutları 0.6x0.6 cm ² olan filmler için, manyetik alan ile elektrik akımı arasındaki açının 0° (BMR), 90° (EMR), 45° (DHE) olması durumunda elde edilen MR sonuçları, (+) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile arttığını, (-) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile azaldığını simgelemektedir.	91
Tablo 4.11	Filmlerin manyetik alana göre paralel ve dik kollarındaki elektriksel direnç değerleri (I= 50 mA için, filmlerin 0° ve 90° döndürülme pozisyonlarında)	116
Tablo 4.12	Filmlerin 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR değişim değerleri ve yönelimleri, (+) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile arttığını, (-) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile azaldığını simgelemektedir.	116
Tablo 4.13	Çapraz bağlantı diziliminde, 0.6x0.6 cm ² boyutlarındaki filmlerin saat yönünün tersine 45°'lik açılarla döndürülmesi ile elde edilen MR değişim değerleri, (+) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile arttığını, (-) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile azaldığını simgelemektedir.	117
Tablo 4.14	Filmlerin manyetik alana göre paralel ve dik kollarındaki elektriksel direnç değerleri (I= 50 mA için, numune tutucunun 0° ve 90° döndürülme pozisyonlarında)	121
Tablo 4.15	Numune tutucunun saat yönünde 90° döndürülmesi ile elde edilen MR değişim değerleri, (+) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile arttığını, (-) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile azaldığını simgelemektedir.	122

ÖNSÖZ

Manyetik filmlerin bilimsel açıdan önemli özelliklerinin incelendiği bu çalışmanın tez haline getirilmesi ve bilim dünyasına kazandırılması aşamasında büyük katkılarda bulunan danışmanım Sayın Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR'a teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Çalışmanın henüz taslak aşamasından bilimsel bir eser niteliği kazanana kadar geçen zaman diliminde engin birikimlerinden faydalandığım tez izleme komitesi üyesi Sayın Prof. Dr. Mürsel ALPER'e ve yine tez izleme komitesinde bulunan, yapıcı eleştirileriyle yol gösteren Sayın Doç. Dr. Mustafa GÖKTEPE'ye teşekkür ederim.

Sahip olduğu bilgi ve deneyim ile laboratuvar ortamındaki zor anlarımda çözümler üreterek, çalışmanın kesintisiz devamı açısından önemli pay sahibi olan Uzm. Mehmet UÇKUN'a ve çalışma süresince fikir alış-verişinde bulunduğum değerli çalışma arkadaşlarım Araş. Gör. Öznur KARAAĞAÇ, Arş. Gör. Dr. Mürşide ŞAFAK HACIİSMAİLOĞLU, Turgut ŞAHİN ve Yrd. Doç. Dr. Hilal KURU'ya ve yine çalışmanın son aşamalarında göstermiş olduğu hoşgörülü misafirperverlikten dolayı saygıdeğer arkadaşım Üstün KAPLAN'a teşekkür ederim.

Bazı kimyasal malzemelerin ve numunelerin ölçümlerinin alınmasına BAP 2010/34 nolu proje ile, MR sisteminin kurulmasına BAP 2001/02 ve 2005/18 nolu araştırma projeleri ile destek sağlayan Balıkesir Üniversitesi'ne, Uludağ Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü'ne elektrodepozisyon sisteminin kurulması için TBAG1771 nolu proje ile destek olan TÜBİTAK'a, Balıkesir Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü'ne VSM sisteminin alınması için 2005K120170 nolu projesi ile destek olan Devlet Planlama Teşkilatı'na teşekkür ederim. Ayrıca XRD analizi için laboratuvar imkanlarından yararlandığım BAÜ, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü Öğretim Üyesi Doç. Dr. Sayın Halil GÜLER'e ve cihaz operatörlerine, EDX sonuçlarının ve SEM görüntülerinin elde edilmesindeki katkılarından dolayı Bilkent Üniversitesi, Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi'ne ve çalışma boyunca en küçük katkıda dahi bulunan herkese teşekkür ederim.

Doktora öğrenimim süresince bana her açıdan destek olan sevgili eşime, bu uzun öğrenim yolunda ilerlerken en zor anlarımda inançlarını hiçbir zaman yitirmeyen aileme teşekkürlerimi sunarım.

Balıkesir, 2011

Ali KARPUZ

1. GİRİŞ

Sahip oldukları üstün özelliklerden dolayı bilgi-işlem ve sensör uygulamalarının temel eleman olan manyetik filmler, hızla artan öneminden ve uygulama alanlarındaki ihtiyaçlarından dolayı gün geçtikçe daha fazla ilgiyi üzerine çekmektedir. Manyetik kayıt cihazları [1], okuma yazma sensör uygulamaları [2] ve manyetik sensör uygulamaları ile hafıza depolamada kullanılan spintronik [3] aletler üzerine yapılan birçok çalışma, manyetik filmlere olan bu ilginin başlıca göstergelerindedir. Bu nedenle bilimsel çalışmalarda kolay, hızlı ve kaliteli bir şekilde üretim, araştırmalara oldukça olumlu bir katkı sağlamaktadır. Son yıllarda yapılan bilimsel çalışmalarda [4-10] bu şekilde üretim, elektrodepozisyon tekniği ile sıkça gerçekleştirilmiştir. Elektrodepozisyon ile üretim yapılırken başlıca elektrolit konsantrasyonu ve pH'ı, film kalınlığı ve depozisyon potansiyeli gibi parametreler, üretilecek olan malzemenin özelliklerini yakından etkilemektedir. Belirtilen parametreler dikkate alınarak üretilen filmlerin özellikleri, bu çalışmada olduğu gibi birçok çalışmada da detaylı olarak araştırılmış ve sonuçlar tartışılmıştır.

Manyetik filmlerin üretimi daha çok Fe, Ni, Co ile bunların alaşımları dikkate alınarak yapılmaktadır [11,12]. Özellikle Ni-Co alaşımlarının elektrodepozisyon tekniği ile üretimi oldukça geniş bir ilgi odağıdır [13-17]. Ni-Co filmlerinin tüm dünyada büyük bir araştırmacı kitlesi tarafından ele alınması çok geniş alanlardaki kullanım alanı ile açıklanabilir. Ni-Co alaşımlarının kendine özgü manyetik, sertlik ve yüksek dayanıklılık gibi özelliklerinden dolayı elektronik, elektrik, manyetik, mekanik, petrokimyasal ve tıbbi alanlarda teknolojik uygulamalara sahip olduğu [15] çalışmasında bildirilmiştir. Ayrıca [16] çalışmasında ifade edildiği gibi Ni-Co alaşımları bilgisayar sabit disklerinin kayıt kafalarında ve mikro elektriksel mekaniksel sistemlerde kullanılan önemli bir malzemedir. Bunların yanı sıra aşınmalara karşı dayanıklı ve iyi bir ısı iletkeni olduğu için mühendislik alanında da sıkça tercih edilen bir malzeme çeşididir [18].

Ni-Co filmleri dahil olmak üzere manyetik filmlerin kendilerine özgü önemli özellikleri arasında manyetorezistans (MR) özellikler de gösterilebilir. Uygulama alanlarındaki kilit rolü göz önünde bulundurulduğunda bir ferromanyetik filmin MR özellikleri üzerine yapılan araştırmalar [19-24], bu filmlerin incelendiği çalışmaların dikkate değer bir kısmını oluşturmaktadır. 1800'lü yılların ortalarında başlayan çalışmalar, 1993'te Alper ve ark. [25] tarafından NiCo/Cu süperörgülerde Devasa Manyetorezistans (Giant Magnetoresistance, GMR) gözlenmesinin ardından daha da hız kazanmıştır. Fransız bilim insanı Albert Fert ile Alman bilim insanı Peter Grünberg'in, GMR üzerine yapmış oldukları çalışmalardan dolayı 2007 Nobel Fizik Ödülü'ne layık görülmeleri, MR'ın teknolojik uygulamalardaki eşsiz önemini kanıtlamıştır.

Manyetik filmlerin ve Ni-Co alaşımlarının uygulamalardaki geniş kullanım alanları ile MR'ın bilim ve teknolojideki rolü dikkate alındığında, yapılan bu çalışmanın nedeni ve önemi ön plana çıkmaktadır. Araştırmanın manyetik filmlerin incelendiği bilimsel çalışmalara katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Bu çalışmada, farklı depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı, film kalınlığı ve elektrolit konsantrasyonu dikkate alınarak elektrodepozisyon tekniği ile Ni-Co filmleri üretilmiş, yapısal, manyetik ve manyetorezistans özellikleri ayrıntılı olarak incelenmiştir. Çalışma beş ana bölümden oluşmaktadır. Birinci bölüm "Giriş" bölümü olup, çalışmanın önemini, gerekliliğini ve tezin ana hatlarını kısaca anlatan bilgileri içermektedir. İkinci bölüm, manyetizma, anizotropik manyetorezistans ve düzlemsel Hall etkisi ile ilgili açıklayıcı bilgiler içeren "Kuramsal Bilgiler" bölümüdür. Bu çalışma kapsamında, filmlerin üretildiği çözeltideki iyonların depozisyon potansiyellerini belirleme işlemi döngüsel voltametri tekniği, filmlerin elementel analizi enerji ayırmalı x-ışını spektroskopisi tekniği, kristal yapı analizi x-ışını difraksiyonu tekniği ile gerçekleştirilmiştir. Bunların yanında, yüzey morfolojisi analizi taramalı elektron mikroskobu, manyetik karakterizasyon titreşimli numune manyetometresi, manyetorezistans ölçümleri van der Pauw tekniği kullanılarak yapılmış ve deneysel bilgiler üçüncü bölümde verilmiştir. Dördüncü bölümde, yapılan analizler sonucunda elde edilen veriler sergilenmiş ve bulgular tartışılmış, beşinci bölümde bu bulgulardan yola çıkarak çalışmanın sonucu ortaya konmuştur.

2. KURAMSAL BİLGİLER

2.1 Nanoteknoloji ve Uygulamaları

Nanoteknoloji, Norio Taniguchi tarafından 1974 yılında ortaya atılan, teknolojilerin küçültülmesine ve duyarlılıklarının artırılmasına dayanan teknolojidir [26]. Günümüzde oldukça ciddi bir öneme sahip olan nanoteknoloji, nano boyuttaki maddelerin atomik veya moleküler düzeydeki eşsiz özelliklerinden yararlanarak yapıların, devrelerin ve sistemlerin geliştirilmesini amaçlamaktadır [27]. Nanoteknolojinin bu önemi kuantum fiziğinin kanunları ile açıklanabilir. Malzemenin boyutları nanometre mertebesine indiğinde kuantum davranışlar, büyük boyutlu durumlarda gözlenen klasik davranışların yerine geçmekte ve fiziksel özellikleri kesikli bir durum göstermeye başlamaktadır [28]. Nanometre mertebesindeki malzemelerin optiksel, elektronik, manyetik, kimyasal özellikleri, momentum ve enerji davranışları artık sürekli değil, kesikli olarak nitelendirilirler [29]. Ayrıca nanoyapılarda fiziksel ve kimyasal özellikler, yapının büyüklüğüne ve atom yapısına, dışardan sisteme bağlanan yabancı bir atomun özelliklerine ve bağlandığı yere göre çok farklı davranışlar gösterir. Örneğin nanoyapılı bir malzemeye geçiş elementi bağlandığında bu yapıya manyetik özellikler kazandırabilmektedir [28]. Bununla birlikte, normalde kırılğan bir malzeme olan seramik, büyüklüğü nanometre mertebesine indirildiğinde kolaylıkla şekillendirilebilir. Ayrıca nanometre boyutlarındaki tozlarla katılanan kompozit malzemeler çok daha yüksek performans sergilemektedir [29].

Nanobilim ve nanoteknolojideki araştırmalar çok çeşitli alanlarda sürdürülmektedir. Son yıllarda nanometre boyutlarında ortaya çıkan çeşitli kuantum olaylar, ısı ve elektrik iletkenliğinin kuantumlaşması, spine bağlı elektron taşınması, faz tutarlılığı, kararlılık ve denge dışı fiziksel olaylar birçok çalışmada araştırma konusu olmuştur. Nanotellerde kuantum iletkenlik ile tel kesiti arasında gözlenen ilişkiler, nesne büyüklüklerinin de kuantumlu olabileceğini belirtir [30]. Nanoyapılı

malzemelerin üstün özellikleri bilişim, iletişim, elektronik, biyoteknoloji, tıp, tekstil, makine, inşaat, savunma sanayi, otomotiv sanayi gibi her alanda kullanılmaktadır [28,29]. Nanoteknolojinin endüstriyel alanda mikrosensörlerin, mikromakinaların, optoelektronik elemanların imalatı ve uygun şekilde bir araya getirilmesi, bilimsel araştırmalarda, yüzey karakterizasyonu ve modifikasyonu, DNA modifikasyonu gibi işlemlerin yapılması, tıbbi alanda mikro cerrahinin kullanıldığı göz ve beyin cerrahisinin başarı ile gerçekleştirilmesi gibi pek çok yararı vardır [26]. Nanoteknoloji araştırmaların gelişmesi, sürtünmesiz yüzeyler elde edilip taşıtlarda motor yağı değiştirme sorununu ortadan kaldıracak, kir tutmayan kumaşlar üretilip insanların günlük yaşamını kolaylaştırabilecektir. İnşaat sektöründeki araştırmalar sayesinde binalardaki betonarme kolonların kesitleri küçülüp elastik özellikler kazanacak, bu sayede depremler nedeniyle oluşacak zararlar ortadan kalkacaktır [28].

2.2 Nanomanyetizma ve Madde İçinde Manyetizma

2.2.1 Nanomanyetizma

Bu çalışma kapsamında nano boyutlu manyetik malzemelerin özellikleri araştırılmamasına rağmen, nanomanyetizma ile ilgili genel bilgiler vermenin faydalı olabileceği düşünülmektedir. Günümüzde mikrodalga elektroniğinde, bilgi depolama cihazlarında, manyetik sensörlerde, bilgisayar sabit disklerin okuyucu ve yazıcı kafalarında, tek elektron cihazlarında, manyetik kartlarda, tıpta ve benzeri birçok teknolojik alanda nano yapılı manyetik malzemeler yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Nanomanyetik parçacıklar manyetik açıdan tek domain özelliğine sahiptir. Bu yüzden uygun büyüklüklerde yapıldıklarında ve bir yüzeye, atomların kristalde dizildikleri gibi düzgün olarak dizildiklerinde manyetik kayıt malzemesi olarak kullanılabilirler. Bunların yanı sıra nanomanyetik parçacıkların biyoloji ve biyotıp alanlarında vücutta ilaç taşıma, protein ayrıştırma ve ısıl tedavi işlemleri gibi birçok alanda önemli uygulamaları vardır [31].

Manyetik malzemenin fiziksel ölçüleri üç boyutta küçültüldüğünde nanoparçacık denilen yapılar elde edilir ve manyetik özelliklerdeki değişim çok daha

ilginç boyutlarda gözlenir [31]. Örneğin Cr, Co atomlarıyla periyodik olarak katkılanan C_nCo ya da C_nCr ($n=3, 4$) zincirleri, sıra dışı bir elektronik özellik gösterir. Farklı spin yönüne sahip bantlar ayrılarak zincire ferromanyetik bir yapı kazandırır. Buna ek olarak, bir spin yönünün elektronik enerji bandı metal gibi davranırken, tersi spin yönünde bantlar, yalıtkan ya da yarıiletken gibi davranır. Normalde kristaller yarı iletken ya da metal olabilirken, Co ya da Cr ile periyodik olarak katkılanan atom zinciri, aynı anda hem metal hem de yarı iletken gibi davranabilir. Bu durum, akımı ileten elektronların mutlak spin kutuplanmasına sahip olduğunu gösterir. Co, Cr gibi atomlarla katkılanan ve birkaç karbon atomunu içeren manyetik moleküllerin gelecekteki uygulama alanı, çok yoğun bilgi depolanmasında görülebilecektir [30]. Nano yapıları manyetik yapılar için bir başka ilginç durum, makroskopik boyutlarda ferromanyetik olan bir malzemenin belli bir kritik değerin altına kadar küçültüldüğünde paramanyetik özellik göstermeye başlamasıdır. Bu tür yapılar atomların spinleri arasındaki etkileşimler ferromanyetik özelliğini korumasına rağmen bu parçacıklardan oluşan tozun makroskopik manyetizasyonu, paramanyetik bir malzemenin davranışına oldukça benzerdir. Bunun nedeni makroskopik maddenin parçalanarak küçük parçacık haline getirildiğinde tozlar arasındaki etkileşimin kırılması ile açıklanabilir. Parçacıkların her birisinin toplam manyetizasyonunu temsil eden bu spinlerin ortak davranışı süperparamanyetizma olarak adlandırılır [31]. Malzemenin boyutları iki yönde nanometre mertebesine indirildiğinde nanotel adı verilen yapılar elde edilir. Manyetik nanotellerin kullanım alanları arasında manyetik sensörler, alan emisyonlu elektron kaynakları, kimyasal sensörler, moleküler elektronik, Devasa Manyetorezistans (Giant Magnetoresistance, GMR) gösteren çok katmanlı nano teller, yüksek çözünürlüklü taramalı mikroskop ucu ve dikine bilgi depolama sayılabilir. Malzeme nanotel boyutlarına getirildiğinde fiziksel özellikleri büyük oranda anizotropik olur. Özellikle manyetik özellikler tel eksenini özel doğrultu kabul edecek şekilde anizotropik davranış gösterir. Manyetik maddelerin boyutları yalnızca bir yönde küçüldüğünde manyetik ince filmler elde edilir. Bunun yanı sıra hacimli malzemelere göre filmler tabakalar halinde büyütüldüğünde hacmin içindeki yapılarda da önemli değişimler gözlenebilir. Böylece film kalınlığı boyunca uyarılan manyetik spin dalgalarının boyu ve manyetik anizotropiler kontrol edilebilir. Ayrıca bu filmler farklı manyetik ve manyetik olmayan tabakalardan oluşacak şekilde çok katlı olarak büyütüldüklerinde, elektriksel

iletkenliğinin dış manyetik alan ile değişmesi gibi çok daha farklı özellikler ortaya çıkarırlar [31].

Elektronların spinlerine bağlı olan elektronik çeşidine “spintronik” denir [30]. Günümüzde sabit disklerde GMR etkisi kullanılmaktadır. Ancak sabit disklerde kullanılan boyutların 100 nanometre seviyesine yaklaşması, GMR’ın kullanımını zorlaştırmaktadır. Bu aşamada daha küçük boyutlarda manyetizma etkisi elde edilmesini amaçlayan nanomanyetizma teknolojilerinin (spintronik) önem kazanması beklenmektedir. Spintronik teknolojisi sayesinde tek atom spin seviyesinde sayısal bilgileri bu malzemelere yazmak ve okumak [32], iletişim kapasitesi artırılıp değişik elektronik ve manyetik aygıtlar yapmak mümkün olacaktır [30]. Ayrıca manyetik ve yarıiletken malzemelerin avantajlarını tek bir cihazda toplayarak az elektrik harcayan, kalıcı hafızaya sahip, çok daha hızlı yeni nesil cihazlar üretmek spintronik teknolojisinin hedeflerindedir [31].

2.2.2 Madde İçinde Manyetizma

Farklı tipteki manyetik malzemeler alınganlık veya geçirgenlikleri dikkate alınarak sınıflandırılabilir. Bu yüzden alınganlık ve geçirgenlik özelliklerini tanımlamak, maddelerin manyetik açıdan özelliklerinin anlaşılmasını kolaylaştırır. B manyetik indüksiyon, M manyetizasyon ve H manyetik alan şiddeti olmak üzere; manyetik geçirgenlik μ , B’nin H’ye ve manyetik alınganlık χ , M’nin H’ye oranı olarak tanımlanır. Geçirgenlik ve alınganlığın sabit olup olmaması \vec{B} ve \vec{M} ’nin, ortamın veya maddenin tipine bağlı olarak \vec{H} ’nin lineer fonksiyonu olup olmamasına göre değişir. Bir ortamın bağıl geçirgenliği, $\mu_r = \mu/\mu_0$ olarak tanımlanır. $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ henry/m olup serbest uzayın geçirgenliğidir [33].

Farklı tipteki manyetik maddeler alınganlıklarına göre sınıflandırılabilir. Alınganlıkları SI birim sisteminde çok küçük ve negatif olan ($\chi \approx -10^{-5}$) malzemelere diyamanyetik denir. Diyamanyetiklerin manyetik tepkileri uygulanan manyetik alana karşı koyacak şekildedir. Alınganlıkları yine çok küçük ancak pozitif (SI birim sisteminde $\chi \approx 10^{-3}-10^{-5}$) olan malzemelere paramanyetikler denir [34].

Paramanyetiklerin manyetizasyonu zayıf olmasına karşın uygulanan dış bir manyetik alan ile birlikte alanın yönüne paralel sıralanırlar. Ferromanyetikler, alınganlıkları pozitif ve 1'den çok daha büyük olan manyetik malzemelerdir. Bu tip malzemelerin alınganlıkları SI birim sisteminde 50 ile 10^4 arasında değişebilir [4]. Sabit sıcaklıkta ve nispeten düşük manyetik alan değerleri için diyamanyetik ve paramanyetiklerin manyetik alınganlıkları, M ve H orantılı olarak değiştiği için sabittir. μ_r paramanyetiklerde 1'den biraz daha büyük, diyamanyetiklerde 1'den biraz daha küçüktür. Diyamanyetikler, paramanyetikler ve ferromanyetiklerden başka ferromanyetiklerle çok yakından ilişkili olan farklı tipte manyetik maddeler de mevcuttur. Bu malzemeler antiferromanyetikler, ferrimanyetikler, helimanyetikler ve süperparamanyetikler olarak sınıflandırılır [33,35].

Bazı atomların elektron yörüngeleri tamamen dolu olduğu için net manyetik momentleri yoktur. Sürekli mevcut olan bir atomik elektronik manyetik momenti olmayan elementler paramanyetizma veya ferromanyetizma gösteremezler. Diyamanyetik olarak adlandırılan bu malzemeler dış bir manyetik alana maruz kaldıkları zaman, indüklenen manyetizasyonları Lenz Kanunu gereği uygulanan alana karşı koyar ve dolayısıyla alınganlıkları negatiftir [33,36]. Diyamanyetik alınganlık sıcaklıktan bağımsız bir büyüklüktür. Diyamanyetiklerde, alınganlık, diyamanyetizmanın klasik Langevin teorisine göre;

$$\chi = -\frac{\mu_0 Z e^2 n \langle r^2 \rangle}{6 m_e} \quad (2.1)$$

ile verilir [33,35].

n; birim hacimdeki atom sayısı,

z; atom başına elektron sayısı,

e; elektron yükü, m_e elektron kütlesi,

$\langle r^2 \rangle$; atom yarıçaplarının karesinin ortalamasıdır. (genellikle 10^{-21} m^2 , dir.)

Genellikle tek sayıda elektronu olan atomlar veya moleküller paramanyetik özellik gösterirler. Bu yapıların çiftlenmemiş elektron spinleri mevcuttur. Bu durum

net bir manyetik momente sebep olur [33,35,36]. Geçiş elementleri gibi kısmen dolu iç yörüngelere sahip atomlar ve iyonlar da bu kurala uyarlar [33,35]. Çift sayıda elektronları olan bazı elementler veya bileşikler de paramanyetik özellik gösterebilirler [33,35]. Paramanyetiklerin manyetizasyonunun kalıcı olmaması, paramanyetikleri ferromanyetiklerden ayırır. Çünkü paramanyetikler uygulanan dış bir alanda (\vec{H}) bir manyetizasyon kazansalar bile, alan kaldırıldıktan sonra bu manyetizasyonu koruyamazlar [33]. Paramanyetik maddelere örnek olarak alüminyum (Al), platin (Pt), oksijen (O), geçiş elementlerinin çeşitli tuzları, nadir toprak elementlerinin (Lantanidler) tuzları ve oksitleri verilebilir. Paramanyetizma gösteren lantanidlerde manyetik özellikler oldukça yerleşik 4f elektronları ile tayin edilir [33,35]. Eğer sıcaklık maddenin cinsine bağlı olan belli bir değerin altına kadar azaltılırsa paramanyetiklerin çoğu ferromanyetizmada olduğu gibi sıralı durumlar gösterirler.

Düşük manyetik alanlara maruz kalmış paramanyetiklerde manyetizasyon \vec{M} , \vec{H} manyetik alanı ile orantılı, yani alınganlık hemen hemen sabittir ve 10^{-3} ile 10^{-5} arasında değişir. Birçok durumda spinler çiftlenmemiş veya zayıf çiftlenmiştir. Bu nedenle spinleri bağımsız olarak düşünmek iyi bir yaklaşımdır. Birçok paramanyetikte, alınganlık sıcaklıkla ters orantılıdır ve Curie kanunu ile açıklanır. Curie kanunu; $\chi = C/T$ olarak verilir. Burada T sıcaklık (K-Kelvin) ve C Curie sabiti olarak bilinen bir sabittir. Bazı paramanyetiklerde ise alınganlık sıcaklıktan bağımsızdır. Dolayısıyla paramanyetizma ile ilgili iki teori geliştirilmiştir. Biri Curie kanununa yol açan lokalize moment modeli, diğeri sıcaklıktan bağımsızlığa ve oldukça zayıf alınganlığa yol açan Pauli'nin iletim bandı elektron modelidir [33].

Paramanyetik maddelerin, manyetik özelliklerine dayalı çok az uygulaması olmakla birlikte en önemli kullanım alanları manyetizmanın bilimsel incelenmesidir. Paramanyetikler uygulama açısından çok daha önemli olan ferromanyetizmanın temelini anlamada büyük pay sahibidir. Ferromanyetizmanın temellini oluşturan kuvvetli etkileşmelerin yokluğunda, net atomik manyetik momentleri olan maddelerin elektronik özellikleri, paramanyetik malzemelerin incelenmesiyle daha kolay anlaşılabilir. Elektron spin rezonansında manyetik alanların ölçülmesi amacıyla

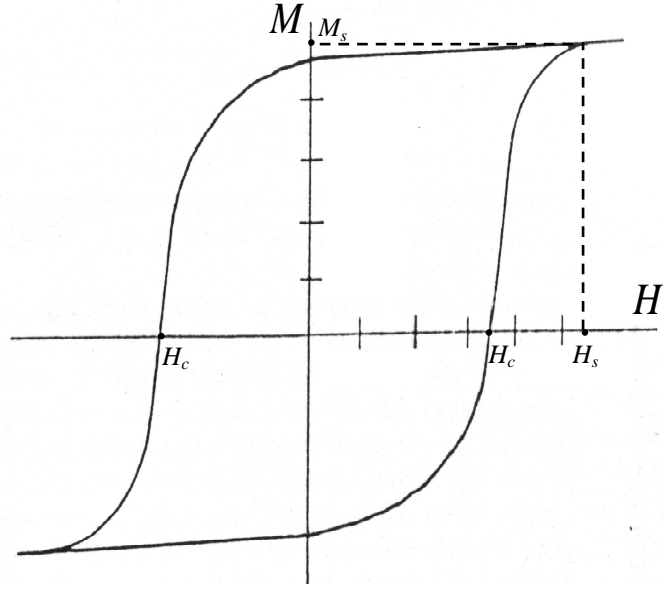
paramanyetik malzemelerin geniş bir kullanım alanı vardır. Diğer bir uygulama, çok düşük sıcaklıkların elde edilmesidir [33].

Manyetik maddelerin en önemli sınıfı olan ferromanyetikler hem uygulama hem de teorik açıdan oldukça önemlidirler [37]. Bu maddelerin uygulamaları çok geniş alanlara yayılmıştır. Mühendislik açısından ferromanyetikler, yüksek manyetik geçirgenliğe sahip olmalarından dolayı kullanılırlar. Bu yüksek geçirgenlik, düşük manyetik alanlarda bile yüksek manyetik indüksiyonların elde edilebilmesini mümkün kılar. Ferromanyetikler kalıcı manyetizasyona sahip olmalarından dolayı bir manyetik alan kaynağı gibi davranabilirler [37]. Ayrıca manyetik alan içindeki bir manyetik dipol üzerine etkiyen moment nedeniyle de elektrik motorlarının en temel parçalarıdır. Periyodik cetveldeki demir (Fe), nikel (Ni), kobalt (Co) ve lantanidler grubundan bazı elementler ferromanyetik maddelere örnek olarak verilebilir [4,36].

Ferromanyetikler, çok büyük μ_r ve χ değerlerine sahiptirler [33,36]. Ferromanyetiklerin en önemli özelliği yüksek manyetik geçirgenlikleridir. Bir ferromanyetiğin manyetik alanın fonksiyonu olan geçirgenliği sabit değildir. Bu yüzden bir ferromanyetik malzemenin özelliklerini karakterize etmek için, şiddeti düzenli değişen bir manyetik alan uygulayarak, manyetik indüksiyonu, manyetik alanın bir fonksiyonu olarak ölçmek gerekir. Bir ferromanyetik malzemenin manyetik özelliklerini göstermenin yolu, farklı şiddetlerdeki alanlar için manyetik indüksiyonun veya manyetizasyonun grafiğini yani, histeresis eğrisini elde etmektir. Çizilecek bu iki grafik, $B = \mu_0 (H + M)$ olduğu için aynı bilgileri içerir. Uygulamalar için ferromanyetik maddelerin uygunluğu da prensip olarak histeresis eğrilerden elde edilen özellikler ile tayin edilir. Tipik bir histeresis eğrisi Şekil 2.1'de verilmiştir. Bir ferromanyetik malzeme için histeresis eğrisinin nasıl elde edildiği [37] çalışmasında ayrıntılı olarak açıklanmıştır.

Bir ferromanyetik malzemenin özelliklerini tanımlamak ve malzemeyi analiz etmek için histeresis eğrisinden yararlanılabilir. Ferromanyetiklerin bir manyetik alana maruz bırakılması, B'nin alan yönünde artmasına sebep olur ve manyetizasyon M_s ile göstereceğimiz gibi bir değerde doyuma ulaşır. Doyum manyetizasyonu

denilen bu deęer, madde iindeki bütn manyetik dipollerin manyetik alan yönnde sıralandıęı durumu temsil eder [38]. M_s deęerleri, sadece atomik manyetik momentlerin büyüklüęüne ve birim hacimdeki atom sayısına baęlıdır. Bazı ferromanyetik malzemeler iin ölçlen M_s deęerleri Tablo 2.1’de verilmiřtir. Remanens, ferromanyetik bir madde M_s deęerine ulařıncaya kadar mıknatıslandıktan sonra, alan kaldırıldıęı zaman geriye kalan indksiyonun ya da manyetizasyonun deęerini tanımlamak iin kullanılır. Remanent indksiyon veya manyetizasyon, malzemeyi keyfi bir deęere kadar mıknatısladıktan sonra alan kaldırıldıęı zaman kalan indksiyonu veya manyetizasyonu tanımlamak iin kullanılır. Manyetik indksiyon, ters bir manyetik alan řiddeti uygulayarak sıfıra dřrlebilir. Bu alan řiddetine Koersivite, H_c denir. H_c , ısı iřlemi veya deformasyon gibi dıř etkenlere baęlılık gösterir. Koersive alan (koersive kuvvet) manyetizasyonu keyfi bir deęerden sıfıra dřrmek iin gerekli manyetik alan iken, koersivite manyetizasyonu doyum durumundan sıfıra indirgemek iin gerekli alandır [33]. Bir ferromanyetik malzemenin M_s deęerine ulařıldıęı anda uygulanan dıř manyetik alan deęeri olan doyum alanı ise řekil 2.1’deki histeresis eęrisinde H_s ile gösterilmiřtir. Btn ferromanyetikler, yeterince yüksek sıcaklıklara kadar ısıtıldıkları zaman paramanyetik olurlar. Ferromanyetikten paramanyetik davranıřa geiř sıcaklıęına Curie Sıcaklıęı denir. Bu sıcaklıęa ulařıldıęında maddenin geirgenlięi aniden dřer ve H_c deęeri ile kalıcı manyetizasyonu sıfır olur [33,36].



Şekil 2.1: Ferromanyetik bir malzeme için tipik histeresis eğrisi

Tablo 2.1: Bazı ferromanyetik malzemelerin doyum manyetizasyonu değerleri [33]

Madde	M_s (10^6 A/m)
Demir	1.71
Kobalt	1.42
Nikel	0.48
Permalloy (%78 Ni, %22 Fe)	0.86
Süpermalloy (%80 Ni, %15 Fe, %5 M_0)	0.63
Metglas 2605 ($Fe_{80}B_{20}$)	1.27

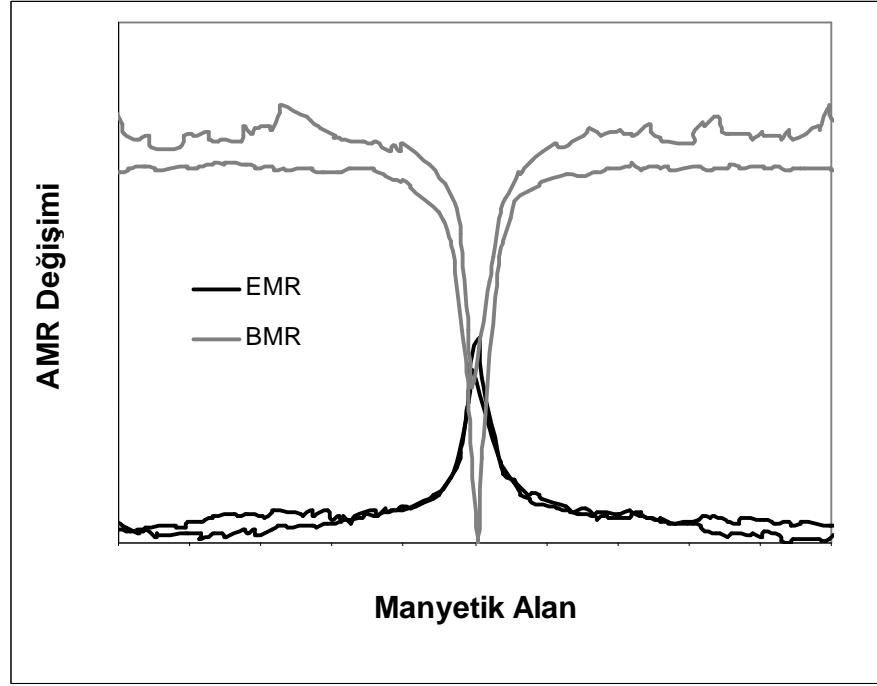
H_c , maddeyi farklı termal ve mekanik işlemlere tabi tutarak değiştirilebilirken, M_s değerleri bu şekildeki işlemlerle değiştirilemez. Ferromanyetik maddeler H_c değerlerine göre, sert ve yumuşak ferromanyetik malzemeler olmak üzere ikiye ayrılabilir. Sert manyetik maddelerin koersiviteleri 10 kA/m'nin üzerindeyken, yumuşak manyetik maddelerin koersiviteleri 1 kA/m'nin altındadır. Sert ve Yumuşak ferromanyetik malzemeler teknolojik açıdan çok yaygın bir şekilde

kullanılmaktadır. Örneğin, yumuşak ferromanyetik maddeler; elektromıknatıslarda, elektrik motorlarında, transformatörlerde ve rölelerde kullanılan en temel malzemedir [33,36,38].

2.3 Manyetorezistans ve Anizotropik Manyetorezistans

Manyetorezistans (MR), ilk defa 1856 yılında William Thomson tarafından keşfedilen bir etki olmakla birlikte [38], dış bir manyetik alandan dolayı filmin elektriksel direncinde meydana gelen değişme olarak tanımlanır [34]. Uygulanan dış manyetik alanın şiddeti değiştirildiği zaman elektriksel direnç şiddetinde de değişme meydana gelir. Bu değişmeler artan manyetik alan ile artan, azalan veya daha değişik özelliklere sahip elektriksel direnç değişimi olarak gözlenir [39,40]. Değişimlerin özellikleri malzemenin cinsine [22,40] ve ölçüm tekniğindeki bağlantı konfigürasyonuna [11] göre farklılık gösterebilir. Ayrıca, manyetik filmlerdeki MR değişim oranının, film kalınlığı, grain boyutu ve film yüzey koşullarına bağlı olduğu da bilinmektedir [12].

Ferromanyetik malzemelerde ilk olarak, MR değerlerinin akımın manyetik alana paralel olduğu durumlarda artan manyetik alan ile arttığı (pozitif-Boyuna MR, BMR) ve dik olduğu durumlarda da azaldığı (negatif-Enine MR, EMR) gözlemlenmiştir. Bu yüzden “Anizotropik Manyetorezistans (AMR)” olarak adlandırılmıştır [22]. AMR'nin fiziksel kökeni spin-yörünge çiftlenmesi aracılığıyla elektronik saçılmaların manyetizasyon yönelimi üzerindeki bağımlılığına atfedilmiştir[12,41]. AMR etki dünyanın manyetik alanını ölçen sensörlerde, iletkenin çevresinde oluşan manyetik alandan yararlanarak elektriksel akımın ölçülmesinde, trafik radarları ile tespitlerde konum ve açı belirleme amacıyla kullanılır [36]. Manyetik filmlerde gözlenen AMR'nin uygulanan dış manyetik alana göre değişim grafiği, Şekil 2.2'de rasgele seçilmiş tipik bir Ni-Co filmi için örnek olması açısından verilmiştir.



Şekil 2.2: Tipik bir Ni-Co film için AMR'nin uygulanan dış manyetik alana göre değişim grafiği

Belirtilen AMR etki dışında Normal Manyetorezistans (NMR), GMR, Colossal Manyetorezistans (CMR), Olağanüstü Manyetorezistans (Extraordinary Magnetoresistance, EMR) ve Tünelleme Manyetorezistans (TMR) gibi MR çeşitleri de mevcuttur. Ferromanyetik olmayan metallerde MR, akımın manyetik alana hem dik hem de paralel olduğu durumların her ikisi için, artan dış manyetik alan ile çok az bir artış gösterir. Bu artma miktarı manyetik alanın karesi ile orantılı olup NMR olarak adlandırılır. NMR uygulanan manyetik alan sebebiyle elektron yörüngelerindeki Lorentz Kuvvetinden dolayı ortaya çıkar ve genelde metallerde 1 Tesla civarında % 1 'den daha küçük bir değerdedir [38].

Çeşitli manyetik malzemeler üzerine yapılan çalışmalar manyetik kayıt [1], okuma-yazma sensör uygulamalarında [2], hareket-hız detektörleri gibi manyetik sensörlerde [3,42], bilgi depolamada ve bazı manyetik sensör uygulamalarında kullanılan spintronik aygıtlarda kullanılmak üzere yeni MR tiplerinin keşfedilmesini sağlamıştır. Tanecikli [43] ve ferromanyetik çok katmanlı [25] yapılarda MR, manyetik alanın film düzleminden geçen akıma ne şekilde uygulandığına bağlı

olmadan artan manyetik alan ile azalır. Bu azalma oranı AMR de gözlenen değişime göre çok büyüktür ve bu nedenle GMR olarak adlandırılır. GMR 'ı, AMR 'den ayırt eden tek özellik yalnızca büyüklükleri değil, GMR'ın hem paralel hem de dik alan yönlerinde negatif olmasıdır. GMR'ın 1988 'de Albert Fert ve Peter Grünberg tarafından keşfi ile hard disk okuma başlıkları, manyetik alan sensörleri ve manyetik hafıza çipleri gibi temeli GMR'a dayanan aygıtların gelişimi hızlanmış ve ticari ortama sunulmuştur [38]. Mangan temelli perovskite oksitlerde elektriksel direncin dış bir manyetik alanın varlığında aşırı derecede değiştiği gözlenmiş ve bu MR çeşidi CMR olarak adlandırılmıştır [23,24]. CMR etkisi, düşük sıcaklıklarda ve oldukça yüksek manyetik alanlarda gözlenmiş, antiferromanyetik-ferromanyetik geçişlerin sebep olduğu yalıtkan-metal geçişleri ile ilişkilendirilmiştir. Bir yarıiletken ile onun içerisine yerleştirilmiş bir metalden oluşan sistemlerde gözlenen EMR [44,45], CMR etkinin tersine oda sıcaklıklarında ve düşük manyetik alanlarda gözlenmiştir. Tüm bu MR çeşitlerinin yanı sıra yalıtkan veya yarıiletken bir maddenin ayırdığı ferromanyetik tabakalardan oluşan süperörgülerde gözlenen TMR bir başka MR çeşididir [36].

2.4 Düzlemsel Hall Etkisi

1995 yılında Prados ve arkadaşları [19] Co/Ni çok tabakalı yapılar üzerine yapmış oldukları araştırmalarda, örnekler üzerinde çapraz akım-voltaj bağlantı dizilimi kullanarak “Olağanüstü Anizotropik Manyetorezistans” olarak niteledikleri yüksek MR oranları elde etmiştir. Elde ettikleri yüksek MR değişim oranını, çalışmalarında kullanmış oldukları çapraz akım-voltaj bağlantı diziliminden kaynaklanan “Wheatstone Köprüsü” etkisine dayandırmışlardır. Kısa süre içerisinde yapılan bu çalışma bilim dünyasında ilgi görmüş ve çok sayıdaki araştırmacının dikkatini üzerine çekmiştir [21,46]. Daha sonra yapılan çalışmalar [11,46], elde edilen ve normal şartlarda manyetik alaşım filmlerinde görülen AMR oranından defalarca kat büyük olan bu değişimin nedenini, uygulamada da çok büyük öneme sahip olan “Düzlemsel Hall Etkisi (DHE)” olarak göstermişlerdir.

İçerisinden elektrik yükü geçirilen metalik malzemelerin bir dış manyetik alana maruz bırakılmasıyla meydana gelen “Hall etkisi” malzemelerin karakterize

edilmesi açısından oldukça güçlü bir etki ve önemli bir olaydır [47-49]. Bir Hall etkisi ölçümünde üç tane Hall voltajı (V_H) bileşeni vardır. İçerisinden akım geçirilen manyetize olmuş üç boyutlu bir malzemede Hall voltajı Denklem 2.2'deki gibi yazılabilir [21,47]. Bununla birlikte Şekil 2.3, V_H şiddetinin tayininde kullanılan fiziksel büyüklüklerin geometrisini göstermektedir [47].

$$V_H = (R_H I/t) B \cos(\alpha) + (\mu_o R_s I/t) M \cos(\theta) + (k I/t) M^2 \sin^2(\theta) \sin(2\phi) \quad (2.2)$$

Bu eşitlikte

t: Malzemenin kalınlığı

α : Uygulanan manyetik alan ile z-ekseni arasındaki açı

θ : Manyetizasyon ile z-ekseni arasındaki açı

ϕ : Manyetizasyonun film düzlemindeki bileşeni ile elektrik akımı arasındaki açı

I: Elektrik akım şiddeti

M: Malzemenin manyetizasyonu

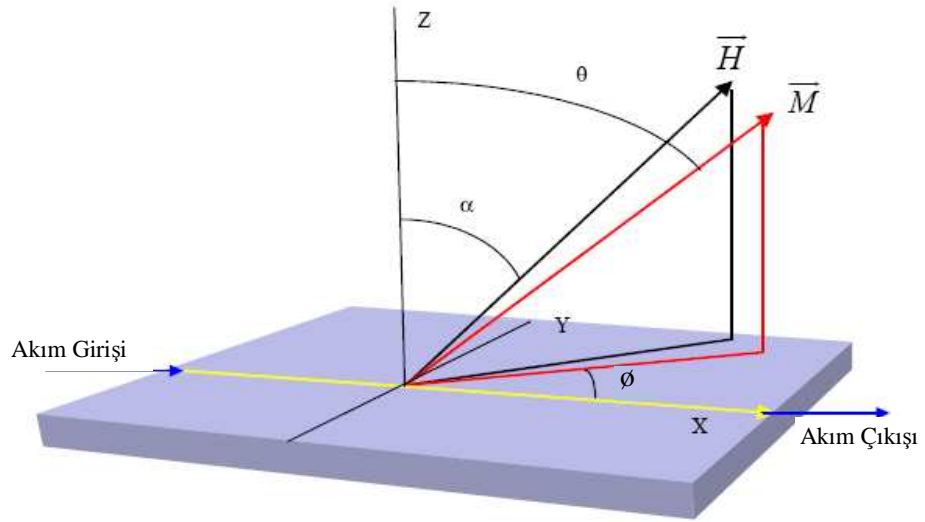
B: Manyetik alan şiddeti

R_H , μ_o , R_s , k: Hall voltajının hesaplanmasında kullanılan malzeme cinsine bağlı sabitler

Denklem 2.2, malzemenin kalınlığı ile ters orantılı olan üç terimden oluşmaktadır. Bu durum ince filmlerin manyetizasyonunun tespitinde Hall etkisinin çok kullanışlı ve hassas bir yöntem olduğunu göstermektedir. Birinci terim “Olağan Hall Etkisi (OHE)” olarak bilinen bir etkiden kaynaklanan voltaj olup iletim elektronlarına etki eden Lorentz kuvvetinden ileri gelir. Hall voltajının bu unsuru B manyetik alanının z-bileşenine bağlıdır ve akım yoğunluğu ile B manyetik alanının z-bileşenine dik yönde bir elektrik alan meydana getirir. İkinci terim ise “Olağanüstü Hall Etkisi” veya “Anormal Hall Etkisi” olarak bilinen bir etkiden kaynaklanan “Olağanüstü Hall voltajı”dır. Bu bileşen malzeme içerisindeki iletim elektronlarının manyetik momentlerden etkilenerek asimetric olarak saçılmasından kaynaklanır. Olağanüstü Hall voltajının şiddeti, manyetizasyonun malzeme yüzeyine dik olan z-bileşeninin şiddeti ile doğru orantılıdır. Akım yoğunluğu ile M manyetizasyonunun z-bileşenine dik yönde bir elektrik alan üretir. Üçüncü terim ise elektrik akımının

yönüne dik ve paralel yönde bir elektrik alan meydana getiren ve manyetizasyonun malzeme düzlemindeki bileşeninin karesi ile orantılı olan DHE voltajıdır.

DHE ilk olarak 1954 yılında Goldberg ve Davis tarafından rapor edilmiş, daha sonra 1968 yılında Ky [50] manyetik filmler ve bunların alaşımları üzerine yapmış olduğu çalışmalarda, DHE'nin büyüklüğünün manyetizasyonun karesine bağımlı olduğunu bulmuştur. Yapılan bu araştırmaları takip eden birçok çalışma [51-56] ardından DHE'yi daha iyi anlamak için gerçekleştirilmiş deneysel ve teorik çalışmalar günümüzde de hız kesmemiş, teknoloji alanında da birçok yenilikle sonuçlanmıştır [49]. Ayrıca yapılan bazı çalışmalar [56,57] DHE ile AMR'nin aynı fiziksel kökene sahip olduklarını da göstermiştir. Bu yüzden DHE, AMR olarak ta yaygın bir şekilde bilinir. Ancak bir malzeme üzerinde gözlenmek istenen DHE ile AMR sinyali arasındaki en belirgin farklar arasında, DHE sinyallerinin AMR sinyallerininkine kıyasla daha düşük gürültüye sahip olması ve malzemenin lokal manyetik moment dizilimine daha duyarlı olması gösterilebilir [57].



Şekil 2.3: Hall voltajı şiddetinin tayininde kullanılan fiziksel büyüklüklerin geometrisi [47]

2.4.1 Düzlemsel Hall Etkisi Yaklaşımı

DHE yaygın olarak öz direnci, manyetizasyon ile elektrik akımı arasındaki açığa bağlı olan ferromanyetik malzemelerde gözlenebilir ve klasik bir yaklaşımla Ohm kanunu ile sayısal olarak ifade edilebilir. Isıl dengede bulunan manyetik açıdan doyuma ulaşmış bir ferromanyetik malzeme için akım yoğunluğu, J , düzlemsel manyetik alan, H , ve elektrik alan, E uygulayarak elde edilen MR niceliği, Ohm Kanununa dayanarak;

$$\rho_{ij}(H) = \frac{E_i}{J_j} \quad (2.3)$$

olarak ifade edilebilir. Bu ifade genellikle aşağıdaki şekildeki gibi vektörel formda da sıkça yazılır ve bilinir.

$$\vec{E} = \rho_{\perp} \vec{J} + (\rho_{\parallel} - \rho_{\perp}) (\vec{J} \cdot \hat{m}) \hat{m} + \rho_H \hat{m} \times \vec{J} \quad (2.4)$$

Bu eşitlikte

\hat{m} : Manyetizasyonun yönündeki birim vektör

\vec{J} : Malzemeye homojen olarak dağıldığı kabul edilen akım yoğunluğu

ρ_{\perp} : Manyetizasyona dik olan bir akım için öz direnç değeri

ρ_{\parallel} : Manyetizasyona paralel olan bir akım için öz direnç değeri

ρ_H : Hall öz direnci

olarak tanımlanır [11,12,58].

Bu eşitlikten yola çıkarak AMR (ρ_A) ve DHE (ρ_D),

$$\rho_A(\vec{M}, \vec{J}, \beta) = \rho_{\perp} \left(1 + \frac{\Delta\rho}{\rho_{\perp}} \cos^2\beta \right) \quad (2.5)$$

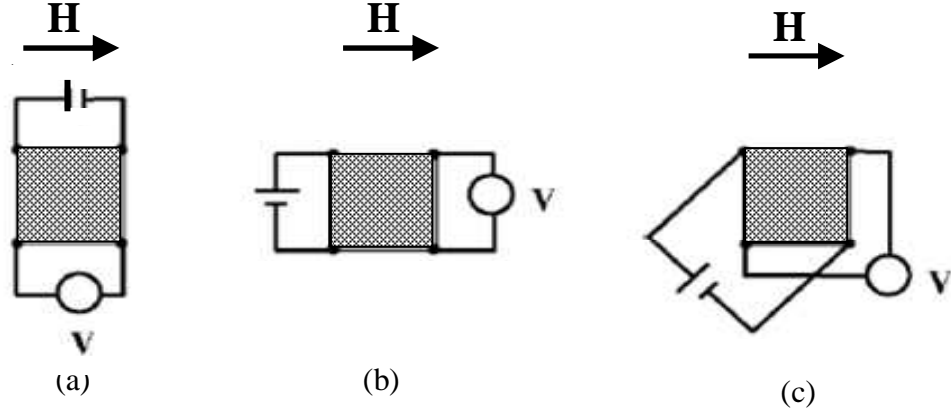
$$\rho_D(\vec{M}, \vec{J}, \beta) = \Delta\rho \cos\beta \sin\beta \quad (2.6)$$

olarak verilebilir [46,59]. ρ_A ve ρ_D ifadelerinde geçen $\Delta\rho$, $\Delta\rho = \rho_{//} - \rho_{\perp}$ olarak, β açısı ise \vec{J} ile \vec{M} arasındaki açı olarak tanımlanabilir.

2.4.2 Anizotropik Manyetorezistans ve Düzlemsel Hall Etkisi Ölçümü

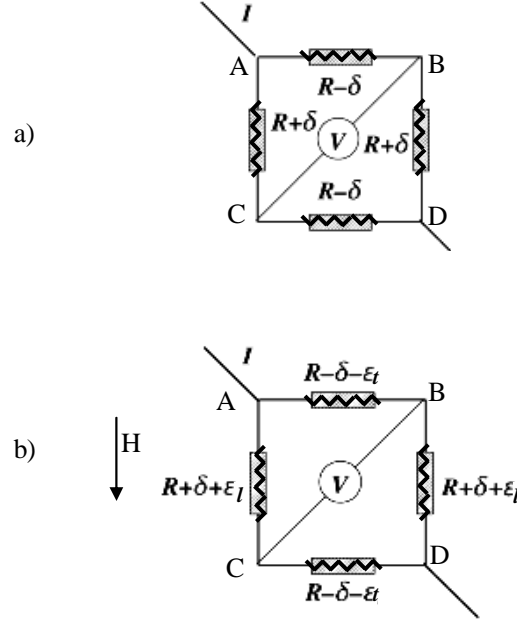
AMR ve DHE ölçümleri genellikle, bu çalışmada gerçekleştirildiği gibi ferromanyetik filmlerin yüzeyinde bir manyetik alan şiddeti uygulayarak, malzemenin dört ayrı noktasına temas eden iğneler yardımıyla elektrik akımın gönderilmesi ve oluşan voltaj değişiminin kaydedilmesi ile gerçekleştirilir. MR ölçüm tekniğinin ayrıntıları “Deneysel Teknikler” bölümünde anlatılacağı için bu bölümde ayrıntılara girmeden AMR ve DHE ölçümü için bağlantı şekilleri belirtilecek ve bu bağlantı şekillerinin gerekliliği Denklem 2.2’deki fiziksel parametrelerin durumu dikkate alınarak gösterilecektir. Şekil 2.4, ferromanyetik bir filmin AMR ve DHE değişiminin gözlenmesi ve oranının hesaplanması için kullanılan elektriksel bağlantı durumlarını göstermektedir. Şekil 2.4 a) ve Şekil 2.4 b) sırasıyla AMR’nin geleneksel, elektrik akım yönünün manyetik alan yönüne paralel ve elektrik akım yönünün manyetik alan yönüne dik olan bağlantı dizilimlerini gösterir. Bu ölçümler sonucunda artan manyetik alan şiddetine göre artan (BMR), ve artan manyetik alan şiddetine göre azalan manyetorezistans (EMR) olarak, tamamıyla zıt özellikler gösteren iki ayrı MR çeşidi karakterize edilir [11,22,38]. Pozitif ve negatif MR olarak da bilinen BMR ve EMR’nin aynı özellikte değişen manyetik alan şiddetine karşı gösterdikleri bu zıt karakterler, bu MR çeşidinin “Anizotropik Manyetorezistans” olarak adlandırılmasının en önemli nedenidir [19]. Şekil 2.4 c) ise DHE’nin meydana getirdiği MR değişiminin gözlenmesi için kullanılan çapraz bağlantı dizilimini gösterir [19,20,42]. Ölçüm sırasında film düzleminde bir manyetik alan gönderilerek α ve θ açıları 90° yapılır, dolayısıyla Denklem 2.2’deki birinci ve ikinci terim sıfır olur, geriye üçüncü terim yani DHE’den kaynaklanan bir voltaj değeri kalır. Üçüncü terimdeki θ açısı 45° olacak biçimde Şekil 2.4 c)’deki gibi düzenlenirse, ifade açığa bağlı maksimum değeri alır. Böylece ölçümü gerçekleştirmek için manyetik alan tarandığında elde edilecek MR değişimi en yüksek değerde olur. Burada dikkate değer bir diğer olay, AMR ölçümlerinde de film düzleminde bir manyetik alan göndererek α ve θ açılarının 90° yapılmasıdır. Dolayısıyla Denklem 2.2’de yine sadece DHE’den kaynaklanan bir voltaj değeri

kalır. Bu durum AMR ve DHE'nin aynı fiziksel kökene sahip olduklarına ispat olarak gösterilebilir.



Şekil 2.4: MR değişimlerinin gözlenmesinde kullanılan bağlantı dizilimleri; a) ve b) AMR değişimi, c) DHE değişimi

Stavroyiannis [11], 2003 yılında kare şeklindeki $Ni_{81}Fe_{19}$ ve Co filmleri üzerine yapmış olduğu çalışmasında, DHE değişimini gözlemlemek için kullanılan çapraz bağlantı diziliminin Wheatstone köprüsü etkisini göz önüne alarak, DHE'nin matematiksel olarak büyüklüğünü tanımlayan bir ifade ileri sürmüştür. Stavroyiannis, bu ifadeyi elde ederken “Temel Devre Yasaları”nı kullanmış, Prados ve arkadaşlarının [19] 1995 yılında yapmış olduğu çalışmayı da bazı önemli noktalarda referans göstermiştir. Şekil 2.5, [11] çalışmasında belirtilen ifade ileri sürülürken, kare şeklinde kesilmiş film için kabul edilen direnç durumlarını, dış manyetik alan yokken, Şekil 2.5 a), ve manyetik doyum durumunda, Şekil 2.5 b), göstermiştir. Dış manyetik alan yokken $R+\delta$ olan AC ve BD kollarındaki direnç değerleri, AB ve CD kollarındaki direnç değerlerinden, $R-\delta$, daha büyük kabul edilmiştir. Manyetik alan varlığında oluşacak direnç değişiminin gözlenmesi için malzeme dış manyetik alana maruz bırakıldığında, manyetik alana paralel olan kollarındaki direnç değeri artarken, dik olan kollarındaki direnç değeri azalır [12,54]. Bu artış ve azalış değeri sırasıyla ε_l ve ε_t olarak kabul edilirse, Şekil 2.5 b)'de, manyetik alan varlığında kollarında oluşan son direnç durumları, manyetik alana paralel olan kollar için $R+\delta+\varepsilon_l$, manyetik alana dik olan kollar için $R-\delta-\varepsilon_t$ olarak gösterilebilir.



Şekil 2.5: Kare şeklinde kesilmiş film için çapraz bağlantı diziliminde kollarda oluşan direnç durumları: a) Dış manyetik alan yokken, b) Manyetik doyum durumunda [11]

Manyetik alanın sıfır olduğu durum olan Şekil 2.5 a) da temel devre kanunları kullanılarak voltmetreden okunan değer ($V_B - V_C = V_o$) hesaplanmak istenirse;

$$V_B - V_C = V_o = I\delta \quad (2.7)$$

bulunur [11].

V_B : B noktasının elektriksel potansiyel değeri

V_C : C noktasının elektriksel potansiyel değeri

I: Akım şiddeti değeri

Dış manyetik alan varlığında, Şekil 2.5 b), temel devre kanunları kullanılarak voltmetreden okunan değer ($V_B - V_C = V_{doyum}$) hesaplanmak istenirse;

$$V_B - V_C = V_{\text{doyum}} = I\delta + \frac{I}{2}(\epsilon_l + \epsilon_t) \quad (2.8)$$

olarak bulunur [11].

Denklem 2.7 ve Denklem 2.8 incelendiğinde, kare şeklinde kesilmiş bir film için [11] çalışmasında kabul edilen şartlarda, dış manyetik alan varlığında elde edilen V_{doyum} ifadesinin, manyetik alanın sıfır olduğu durumda elde edilen V_o ifadesinden büyük olduğu görülür. Bu durumda özellikleri BMR' ye benzeyen, pozitif MR olarak nitelendirilen, manyetik alan şiddetinin artmasıyla birlikte değeri artan bir MR özelliği elde edilir.

3. DENEYSEL TEKNİKLER

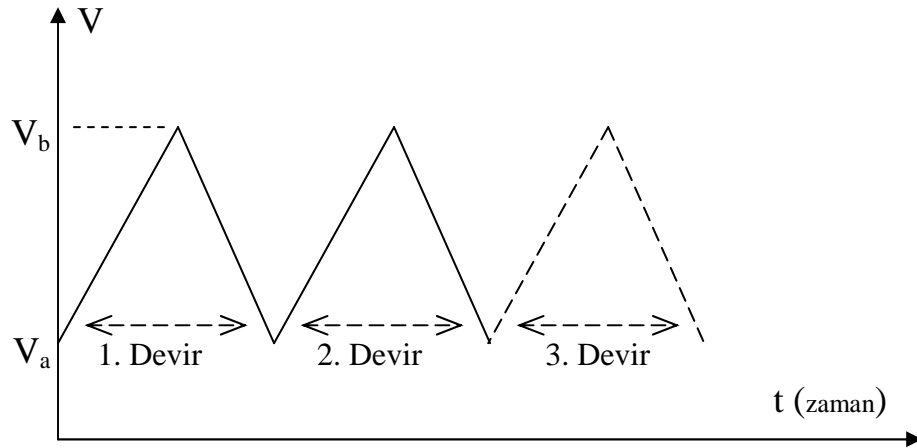
Bu bölümde, kullanılan teknikler hakkında genel bilgiler verilecek ve karakterizasyon esnasında gerçekleştirilen teknik işlemler ve ayrıntılar açıklanacaktır. Bu çalışmada, karakterizasyon için kullanılan deneysel teknikler [4,36-38,60] gibi birçok bilimsel çalışmada yaygın olarak kullanılmış ve çalışma prensipleriyle ilgili ayrıntılı bilgiler verilmiştir. Bu yüzden gerek duyulduğu takdirde verilen ilgili referansların incelenmesi, daha geniş bilgilere ulaşılmasını mümkün kılacaktır.

3.1 Döngüsel Voltammetri Tekniği

Voltammetri, elektrot potansiyelinin değişmesi ile elektrolitik hücreden geçen akımın ölçülmesine dayanan elektroanalitik yöntemlerin genel adıdır. Voltammetrinin kullanıldığı deneyler yapılırken genellikle üçlü elektrot sistemi kullanılır. Potansiyeli değişen elektroda çalışma elektrodu denir. Voltammetride cıva, platin (Pt), altın, grafit gibi çok farklı türde çalışma elektrodu kullanılabilir [61]. Kullanılan ikinci elektrot çeşidi referans elektrottur ve potansiyeli deney süresince sabit kalır. Referans elektrot olarak genellikle Ag/AgCl veya doymuş kalomel elektrot (DKE) kullanılır. Elektrot sistemindeki üçüncü elektrot ise karşıt veya yardımcı elektrottur [62]. Voltammetri, elektrokimyasal reaksiyonlarda meydana gelen yükseltgenme-indirgenme olaylarının araştırılması ve elektrot yüzeylerinde gerçekleşen elektron aktarım mekanizmalarının incelenmesi gibi birçok uygulamada kullanılır [63].

Voltammetride elektrokimyasal hücreye farklı tiplerde değişen [37] potansiyel sinyalleri uygulayarak analiz için gereken akım-potansiyel eğrileri elde edilir. Uygulanan uyarma sinyaline bağlı olarak doğrusal taramalı voltammetri, diferansiyel puls voltammetrisi, kare dalga voltammetrisi ve döngüsel voltammetri (Cyclic Voltammetry, CV) tekniği olmak üzere dört farklı voltammetri çeşidi vardır. Voltammetri çeşitleri arasında yaygın olarak, bu çalışmada da olduğu gibi CV tekniği kullanılır. CV tekniğinde üçgen dalga potansiyel sinyali (bakınız Şekil 3.1)

uygulanarak akım-potansiyel eğrileri elde edilir [37,64]. CV tekniğinde (V_a) gibi bir başlangıç potansiyelinden başlanarak belirli bir hızda başka bir potansiyel (V_b) değerine kadar tarama yapılır (Şekil 3.1). V_b potansiyeline ulaşıldığında ters yönde taramaya geçilerek aynı tarama hızıyla V_a potansiyeline geri dönülür. Böylelikle bir devir tamamlanmış olur. Devir sayısı araştırma amacına göre istenildiği kadar tekrarlanabilir. CV tekniğinde tarama hızı çok küçük değerlerden çok büyük değerlere kadar değiştirilebilir. Yapılan tarama sonucunda çalışma elektrotunda meydana gelen akımın, uygulanan potansiyele karşı grafiği (voltammogram eğrileri) elde edilir. [4,64]. Voltammogram eğrileri kullanılarak depozisyon ve geri çözünme potansiyelleri, limit akım bölgeleri belirlenebilir.



Şekil 3.1: Döngüsel voltammetride kullanılan potansiyel sinyalinin zamanla değişim grafiği, (üçgen dalga potansiyel sinyali)

Bu çalışmada Ni-Co filmlerini üretmek için hazırlanan elektrolitin elektrokimyasal karakterizasyonunda CV tekniği kullanılmıştır. Karakterizasyon, elektrodepozisyon ile film üretme aşamasından hemen önce, üç elektrotlu bir sistem kullanarak gerçekleştirilmiştir. Sistemde çalışma elektrodu olarak titanyum (Ti) elektrot, yardımcı elektrot olarak Pt levha elektrot ve referans elektrot olarak DKE kullanılmıştır. Çalışma elektrodu hazırlanırken filmlerin depozisyonunda da kullanılacak olan Ti elektrot'un yüzeyi yapışkan bir bant yardımıyla kapatılmış ve bu bandın yüzeyinden elektrot yüzeyini açıkta bırakacak şekilde çapı 0.5 mm civarında

olan bir delik açılmıştır. Karakterizasyonda kullanılan CV eğrileri TÜBİTAK tarafından desteklenen TBAG-1771 projesi kapsamında, Uludağ Üniversitesi, Fen – Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Araştırma Laboratuvarı'nda kurulan bir sistem ile elde edilmiştir. Sistem Pascal dilinde programlanan bir yazılım ile kontrol edilmektedir. Döngüsel voltammogramlar elde edilirken hızı 20 mV/s olan katodik yönlü bir potansiyel taraması kullanılmıştır.

3.2 Elektrodepozisyon Tekniği ve Ni-Co Filmlerinin Üretimi

Bir elektrolit içerisindeki iyonların, bu elektrolit içine daldırılmış elektrottan aldıkları elektron ile indirgenmesi olayına elektrodepozisyon denir. Elektrolitteki metal iyonu elektrota depozit olup metal atomuna dönüşürken elektrokimyasal hücrede meydana gelen kimyasal tepkime;



şeklinde meydana gelen tersinir bir tepkimedir. Burada $A_{\text{elektrolit}}^{+z}$ elektrolit içindeki metal iyonunu, $A_{\text{örgü}}$ elektrota yerleşen metal atomunu, e^{-} elektronu, z ise metalin değerliğini simgeler. Elektrodepozisyon elektrokimyasal hücre barındıran bir yöntemdir. Elektrokimyasal hücre, iki veya daha fazla elektrotun bir elektrolitle temas halinde olduğu ve elektronun elektrotlar arasında geçişine yardımcı olacak dış bağlantıların bulunduğu hücredir [39]. Elektrokimyasal hücrede elektrotlar çalışma şartlarına göre anot, katot veya referans elektrot olarak kullanılabilirler. Anot, üzerinde yükseltgenmenin meydana geldiği ve potentiostat'ın pozitif ucuna bağlı olan elektrot, katot üzerinde indirgenmenin meydana geldiği ve potentiostat'ın negatif ucuna bağlı olan elektrottur. Referans elektrot ise potansiyeli uygulanmak istenen büyüklükte sabitlemek amacı ile kullanılır ve mümkün olduğu kadar katoda yakın yerleştirilir. Potentiostat ise çalışma elektrodu ve yardımcı elektrot arasındaki potansiyelin değişimi ile çalışma ve referans elektrotları arasındaki potansiyeli kontrol etmek için kullanılır. Elektrodepozisyon, potansiyel kontrollü (potentiostatik) ve akım kontrollü (galvanostatik) olmak üzere iki ayrı durumda gerçekleştirilebilir. Potentiostatik depozisyonda uygulanan potansiyel sabit tutulurken akımın potansiyele

göre deęişmesi saęlanır. Galvanostatik depozisyonda ise sabit bir akım uygulanırken potansiyel uygulanan akıma göre deęişir. Elektrodepozisyon teknięi kullanarak yapılacak film üretiminde, bu alıřmada da gsterildięi gibi depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı gibi filmin zelliklerini etkileyebilecek bazı parametreler mevcuttur. Bu parametreler [36,37] alıřmalarında ayrıntılı olarak ele alınmıřtır. Elektrodepozisyon, metal ile zelti ara yzeyinde meydana gelir. Elektrodepozisyon sırasında bu ara yzeyde meydana gelen olayları aıklamak iin birka model ileri srlmřtr. Bu modeller arasında deneysel verilere en yakın olanı, metal zelti ara yzeyinin u tabakaya ayrıldıęı Grahame ul tabaka modelidir [36].

Yapılan alıřmada kullanılan elektrodepozisyon sistemi, bir potentiostat/galvanostat (EGG model 362) ile birlikte, katot olarak kullanılan Ti alttabaka, anot olarak kullanılan Pt tabaka (2.5 cm x 2.5 cm), referans elektrot olarak kullanılan DKE ve zeltiden oluřan bir elektrokimyasal hcreden oluřmaktadır. Ayrıca elektrodepozisyon sisteminde dijital-analog evirici ve analog-dijital evirici kullanılarak bilgisayar ile potentiostat/galvanostat arasındaki sinyal dnřm gerekleřtirilip, depozisyonun bilgisayar yardımıyla kontrol saęlanmıřtır. Sistem, TBTAK tarafından desteklenen TBAG-1771 projesi kapsamında, Uludaę niversitesi, Fen – Edebiyat Fakltesi Fizik Blm Katıhal Arařtırma Laboratuvarı'nda kurulmuř olup rnek bir fotoęrafı [37] alıřmasında verilmiřtir.

Ni-Co filmlerinin üretiminden nce Ti alttabaka ilk olarak zımpara kaęıdı ile mekaniksel olarak temizlenmiř, ardından saf su ile durulanmıřtır. Depozit edilecek filmin boyutları alttabaka zerine yapıřtırılan bir bant yardımıyla kontrol edilmiř ve depozisyon alanı 2.88 cm^2 (1.2cm x 2.4cm) olarak belirlenmiřtir. İstenilen řartlarda üretim gerekleřtirilirken ilk olarak elektrodepozisyon sistemindeki baęlantılar yapılmıř ve pH metre (Mettler Toledo MP 120) ile elektrolitin pH'ı ve sıcaklıęı llmřtr. Daha sonra depozisyonun gerekleřtirileceęi deneysel řartlar, bir bilgisayar programı aracılıęıyla sisteme girilmiřtir. Bylelikle uygun bir depozisyonun bařlaması iin gereken tm deneysel řartlar saęlanmıřtır. Tm retimler oda sıcaklıęında ve sulu zelteleri karıřtırılmadan gerekleřtirilmiřtir. Tm depozisyonlarda uygulanan potansiyeller DKE' ye gre, film kalınlıkları ise [37] alıřmasında verilen Faraday yasası ile ayarlanmıřtır. retimden sonra saklama

koşullarında oluşabilecek olan safsızlık ve oksidasyondan en az derecede etkilenmek için filmler desikatörde muhafaza edilmiştir.

3.3 Enerji Ayırmalı X-Işını Spektroskopisi

Enerji ayırmalı x-ışını spektroskopisi (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDX), elektron mikroskopunda görüntüsü incelenen numunenin elementel analizinin gerçekleştirilmesini sağlayan bir tekniktir. EDX analizinde, incelenecek madde üzerine gönderilen elektron demeti, numunenin atomları ve elektronları ile etkileştiği zaman numune üzerinden x-ışını fotonlarının yayılmasına neden olur. Yayınlanan bu fotonlar enerji ayırmalı bir spektrometre yardımıyla sahip oldukları enerjilere göre tespit edilir. EDX spektroskopisi, oluşan x-ışınlarının enerjilerine göre ayırt edilip ölçülmesi prensibine dayanır. Numune içindeki atomların konsantrasyonu, bu ışınların şiddetleri ile orantılı olduğu için kimyasal bileşim hakkında bilgi verir [60]. Elementel analizi yapılacak olan kısım, ekrandaki görüntünün tamamı, bir bölgesi veya görüntü üzerinde seçilen herhangi bir nokta olabilir. EDX spektroskopisinde gönderilen elektronların numune yüzeyinden daha iç bölgelerde de x-ışınları oluşturması, numunenin yüzey özellikleri yanı sıra birçok özelliğinin anlaşılmasına da imkan tanır [4,37].

Çalışmada üretilen filmlerin elementel analizi, Bilkent Üniversitesi bünyesinde faaliyet gösteren Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi'ndeki elektron mikroskopuna bağlı bulunan EDX aygıtı (GENESIS APEX 4 – EDAX, AMETEK) ile gerçekleştirilmiştir. EDX analizleri, yüzey morfolojisi görüntülerinin elde edilmesi esnasında görüntünün tamamı taranarak yapılmıştır. Elementel analiz gerçekleştirilirken filmler iletken ve yapışkan bir bant yardımıyla örnek tutucunun üzerine yapıştırılmış ve sonuçlar elde edilmiştir.

3.4 X-Işını Difraksiyonu Tekniği

X-ışını difraksiyonu (X-Ray Diffraction, XRD) tekniği ile analiz, periyodik örgü dizilimine sahip bir malzemeyi x-ışınına maruz bırakarak kristal yapısının belirlenmesi ile gerçekleştirilir. Periyodik bir örgüden kırınıma uğrayan bir x –

ışınının durumu, dalga teorisi kullanılarak açıklanabilen Bragg yasasıyla ifade edilebilir [37]. Kristal örgü noktalarından saçılmaya uğratılan x-ışınının, yapıcı bir girişimi oluşturması için Bragg yasasını sağlaması gerekir. X- ışınları, vakum altındaki bir tüp içerisinde anot ve katot arasındaki potansiyel farktan dolayı katottan hızlandırılan elektronların hedefe çarptırılması ile üretilir. Yüksek hızlı elektronlar hedef metale çarptığında, yapmış oldukları ivmeli hareket sonucu x-ışını fotonu üretir. X-ışınları tüpünde elektronların çarpacağı hedef metal olarak, genellikle iyi bir ısı iletkeni olan ve bu yüzden hızlıca soğuyabilen bakır kullanılır. XRD analizi sonucu elde edilen piklerin şiddetlerini, yarı yükseklikteki genişliklerini ve konumlarını belirten verilerden, kristalin ortalama tane büyüklüğü, tercihli yönelimi ve örgü sabiti gibi fiziksel özellikleri bulunabilir. Birçok uygulama ve araştırmada sıkça kullanılan XRD tekniği ve tekniğin dayandığı fiziksel ilkeler ile ilgili daha kapsamlı bilgi [37] çalışmasında mevcuttur.

Çalışmada üretilen Ni-Co filmlerinin kristal yapı karakterizasyonu, Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Araştırma ve Uygulama Merkezi Laboratuvarı'ndaki x-ışını difraktometresi (PANalytical x-ray diffractometer) ile Cu-K α ($\lambda = 0.15406$ nm) radyasyonu kullanarak, 2 θ 'nın 40° ile 100° arasında değiştirilmesiyle gerçekleştirilmiştir.

3.5 Taramalı Elektron Mikroskobu

Günümüz teknolojisine ışık tutan birçok çalışma alanında malzemelerin morfolojik analizi büyük bir öneme sahiptir. Bu amaçla kullanılan deneysel teknikler arasında yüksek çözünürlüğe sahip taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope, SEM) ilk sıralarda yer alır [65]. Elektron demetinin, incelenecek malzemenin yüzeyinden yansıtılarak görüntüsünün elde edildiği mikroskoplar, SEM olarak adlandırılır. SEM aracılığıyla ilk görüntü 1935 yılında Max Knoll tarafından elde edilmiştir [66]. Günümüzde çeşitli alanlarda üretilen ileri teknoloji malzemelerinin on binlerce kat büyütülmüş yüzey görüntüsü bu mikroskoplar ile oluşturulmaktadır [67].

SEM’de elektronlar, tungsten veya lantan hekza borit katottan ortaya çıkar ve yüksek voltaj altında hızlandırılarak numune üzerine taranmak üzere gönderilir. Bu elektronların enerjileri 200-300 eV dan 100 keV a kadar değişen değerler olabilir. SEM’ de görüntü elde edebilmek için, elektron demetinin incelenen numunenin yüzeyi ile yaptığı elastik, elastik olmayan vb. çarpışmaların incelenmesi gerekir. Görüntünün oluşması, bu çarpışmalar sonucunda ortaya çıkan etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra dijital ortama aktarılması prensibine dayanır [68]. Analizi yapılmak istenen numunenin elektriksel olarak iletken olması görüntü sinyali elde edebilmenin en önemli gereksinimidir. Ancak elektriksel iletkenlik özelliğine sahip olmayan numuneler de üzerileri iletkenliği yüksek maddelerle (genellikle altın) kaplanarak SEM analizi yapılabilir duruma getirilebilirler.

Bu çalışma kapsamında üretilen filmlerin yüzey morfolojisi incelemesi Bilkent Üniversitesi bünyesinde faaliyet gösteren Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi’ndeki SEM (FEITM, NOVA NANOSEM 430) ile gerçekleştirilmiştir. Analiz için kullanılacak numuneler, elektriksel iletkenliği olan yapışkan bir bant yardımıyla numune tutucu üzerine yerleştirilmiştir. Daha sonra vakumlu bir ortama alınan filmlerin büyüme yönlerinden görüntüleri elde edilmiştir. Filmler elektriksel iletkenliğe sahip olduklarından dolayı yüzeyleri herhangi bir iletken ile kaplanmamıştır.

3.6 Titreşimli Numune Manyetometresi

Titreşimli numune manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometer, VSM) malzemelerin manyetik özelliklerinin, histeresis eğrileri yardımıyla incelenmesini sağlayan ve “Faraday İndüksiyon Yasası” prensibine dayanan bir tekniktir [38]. Malzemeler dış bir manyetik alan içerisinde titreştirildiğinde, değişen manyetik akıdan dolayı detektör bobinlerde manyetizasyonları ile orantılı bir voltaj indüklemesine sebep olurlar [38]. Bu voltaj sinyalleri VSM sisteminde bulunan sinyal dönüştürücüleri ve yükselteçleri yardımıyla bilgisayar ortamına gönderilir. Elde edilen manyetizasyon değerlerinin numunenin gerçek manyetizasyon değerlerine dönüştürülmesi için verilerin, manyetik moment değeri bilinen, örneğin

nikel (Ni), standart ile kalibre edilmesi gerekmektedir [36]. Kalibrasyon için kullanılan Ni standardın bilinen manyetik moment değerinin, ölçüm sonucu ortaya çıkan manyetik moment değerine oranı kalibrasyon sabiti olarak hesaplanır [38]. Kalibrasyon işlemi bittikten sonra numune, iki elektromagnet arasına titreşmek üzere yerleştirilir. Numune titreşirken elektromagnetler tarafından üretilen manyetik alanın şiddeti de değiştirilerek histeresis eğrisinin elde edilmesi sağlanır. Bu çalışmada kullanılan VSM sisteminde uygulanan dış manyetik alan şiddeti ± 22.5 kOe değerine kadar çıkabilir ve sistemin sahip olduğu bilgisayar programı sayesinde numunenin özelliklerine göre istenildiği gibi değiştirilebilir. Bu şekilde yüksek manyetik alan şiddetlerinin elektrik enerjisi yardımıyla üretilmesi, elektromagnetlerin soğutulma işlemini de beraberinde getirmektedir. Bunun için, gerekli mekanizmalar kullanılarak sıcaklığı düşürülen ve devir daimi sağlanan su kullanılmıştır.

VSM sisteminin çalışma prensibi hakkında daha ayrıntılı bilgi, şematik diyagramı ve bu çalışma kapsamında kullanılan VSM sisteminin çekilmiş bir fotoğrafı [36,38] çalışmalarında verilmiştir. Bu çalışmada kapsamında gerçekleştirilen manyetik ölçümler, Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde bulunan ve 2005K120170 numaralı DPT projesi ile alınan VSM sistemi (ADE technologies DMS-EV9 Model) ile yapılmıştır. Ölçümler oda sıcaklığında manyetik alan şiddetini ± 10 kOe arasında değiştirerek gerçekleştirilmiştir.

3.7 Van der Pauw Tekniği ve Manyetorezistans Ölçümü

Malzemelerin şiddeti değişen bir manyetik alanda sahip oldukları elektriksel direnç değerlerinin incelenmesi için kullanılan tekniklerden birisi van der Pauw (VDP) tekniğidir. Bu ölçüm tekniği van der Pauw tarafından 1958 yılında, malzemelerin öz direncini ve Hall katsayısını ölçmek için geliştirilmiştir. Sistemin şematik gösterimi ve daha ayrıntılı kuramsal bilgiler [34,36,38] çalışmalarında verilmiştir. Burada manyetorezistans (MR) ölçümünün nasıl gerçekleştiği hakkında daha temel bilgiler verilip sistemin bileşenleri üzerinde durulacaktır.

VDP tekniđi ile MR ölçümü, elektriksel iletkenlikleri yüksek olan dört iđneli bir numune tutucuya yerleřtirilmiř numunelerin üzerinden voltaj okunması prensibine dayanır. Ölçüm esnasında numuneye temas eden dört iđnenin ikisinden sabit řiddetli bir elektrik akımı geçirilirken, diđer ikisinden ise oluřan voltaj okunur. MR ölçümüne, içerisine numune yerleřtirilmiř numune tutucunun elektromagnetler arasına yerleřtirilmesi ile bařlanır. Elektromagnetler tarafından üretilen manyetik alanın řiddeti deđiřtirilerek, her manyetik alan řiddetinde oluřan voltaj deđerı kaydedilir. Numunenin üzerinden geçirilen akım řiddeti sabit olduđu için elde edilen voltaj deđerleri, elektriksel direnç deđerleri ile dođru orantılıdır. Bu yüzden ölçülen voltaj deđerlerindeki deđiřim, filmin MR deđerindeki deđiřim olarak kullanılabilir. Uygulanan manyetik alan řiddetinin belirlenen iki deđer arasında taranması ile filmlerin MR deđerlerinde meydana gelen deđiřim % olarak,

$$MR (\%) = \{ [R(H) - R_{\min}] / R_{\min} \} \times 100 \quad (3.2)$$

ifadesi ile hesaplanır. Bu eřitlikte R(H) uygulanan herhangi bir manyetik alandaki elektriksel direnç deđerı, R_{\min} ise ölçüm esnasında elde edilen en küçük direnç deđeridir.

MR ölçüm sisteminin temel bileřenleri arasında, manyetik alan üreten elektromagnetler, manyetik alan üretilmesinde enerji sađlayan elektromagnet güç kaynađı, üretilen manyetik alanın řiddetini ölçen gaussmetre, numunenin yerleřtirildiđi dört iđneli numune tutucu sayılabilir. Ayrıca numune tutucudaki iđnelere bađlanan ve oluřan voltaj deđerini bilgisayara aktaran nanovoltmetre ile numune üzerinden sabit akım řiddeti geçirilmesini sađlayan programlanabilir akım kaynađı da sistemin önemli bileřenleri arasındadır. MR ölçüm sisteminin dođru bir şekilde ölçüm alabilmesi için bu bileřenlerin birbirleriyle uyumlu bir şekilde çalıřması gerekir. Filmlerin MR grafikleri elde edilirken kullanılan bađlantıların temsili gösterimi daha önceki bölümde verilen řekil 2.4 ile aynıdır. řekil 2.4 a) uygulanan manyetik alan ile film üzerinden geçirilen elektrik akımının yönünün birbirine paralel olduđu dolayısıyla boyuna manyetorezistans deđiřimlerinin elde edildiđi, řekil 2.4 b) uygulanan manyetik alan ile film üzerinden geçirilen elektrik akımının yönünün birbirine dik olduđu ve böylelikle enine manyetorezistans

değişimlerinin elde edildiği bağlantı durumlarını göstermektedir. Bu çalışma kapsamında incelenen düzlemsel Hall etkisi ise Şekil 2.4 c)'de ifade edilen bağlantı durumu kullanılarak ölçülmüştür. Numunelerin MR ölçümleri, Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde bulunan ve Balıkesir Üniversitesi'nin 2001/02 ve 2005/18 numaralı projelerinin desteği ile kurulan, Lakeshore EV-CS magnet, Lakeshore model 662 güç kaynağı, Keithley 2182 nanovoltmetre ve Keithley 220 programlanabilir akım kaynağından oluşan MR ölçüm sistemi ile yapılmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde Ni-Co filmlerinin üretim aşaması ve karakterizasyonu ile ilgili ayrıntılı bilgiler verilmiştir. Üretim aşaması ile ilgili ayrıntılar sunulurken ilk olarak, üretimde kullanılan elektrolitin hazırlanması ve elektrokimyasal karakterizasyonu ile ilgili bilgiler açıklanmıştır. Filmlerin karakterizasyonu ile ilgili bulgularda ise elementel analiz ve anormal birlikte depozisyon tayini önce verilmiş daha sonra filmlerin kristal yapısının ve yüzey morfolojisinin incelendiği yapısal analiz kısmına geçilmiştir. Manyetik analiz kısmında filmlerin manyetik özellikleri ile ilgili elde edilen bulgular tartışılmıştır. Son kısımda ise anizotropik manyetorezistans (AMR) ve düzlemsel Hall etkisini (DHE) kapsayan manyetorezistans (MR) özellikleri, van der Pauw (VDP) tekniğinde farklı bağlantı düzenleri dikkate alınarak ayrıntılı olarak incelenmiştir.

4.1 Elektrolitin Hazırlanması

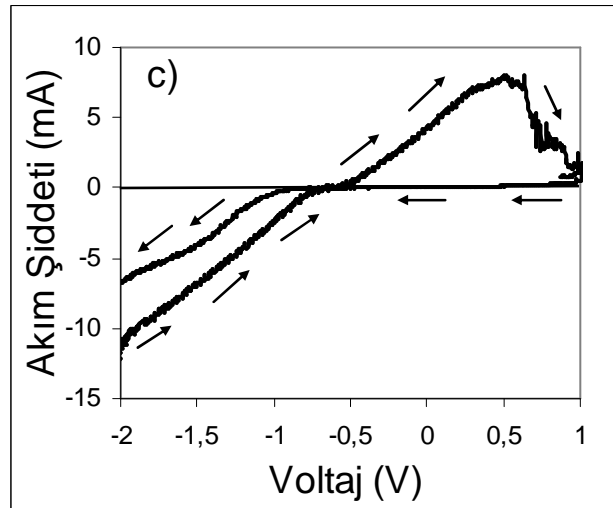
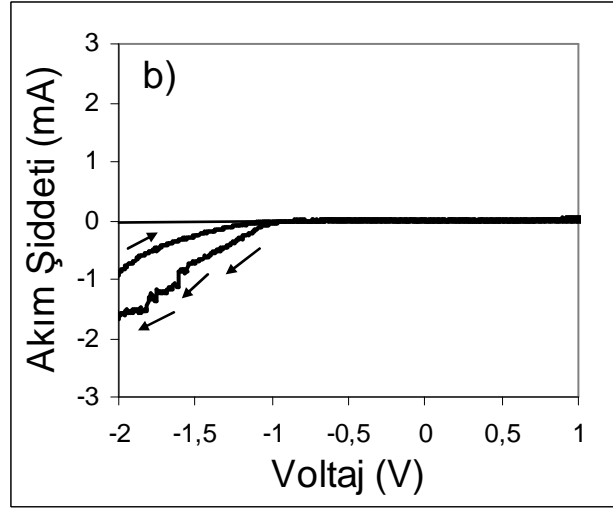
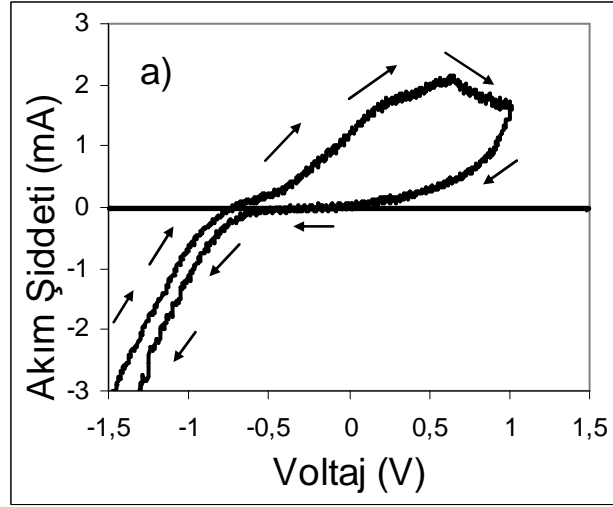
Bu çalışma kapsamında incelenen farklı depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı ve film kalınlığına sahip filmlerin üretiminde 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3 \cdot \text{NH}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Fluka), 0.20 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Riedel-de Haën) ve 0.20 M H_3BO_3 (Merck) ihtiva eden, Tablo 4.1'de CS sembolü ile gösterilen, elektrolit kullanılmıştır. Farklı elektrolit konsantrasyonuna göre incelenen filmler ise, 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3 \cdot \text{NH}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ve 0.20 M H_3BO_3 sabit kalmak üzere kobalt konsantrasyonunun 0.00 M ile 0.35 M arasında değiştirilmesi ile oluşturulan sulu çözeltilerden (CSKC-CSKC6) üretilmiştir. Elektrokimyasal karakterizasyon ilk olarak CS elektroliti için gerçekleştirilmiş, 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3 \cdot \text{NH}_2)_2$ ile 0.20 M H_3BO_3 içeren CSKC ve 0.20 M CoSO_4 ile 0.20 M H_3BO_3 ihtiva eden CSKN elektrolitinin analizi ile pekiştirilmiştir. Bu çalışma kapsamında kullanılan elektrolitler ve bileşimleri Tablo 4.1'de listelenmiştir.

Tablo 4.1: Kullanılan elektrolitler ve bileşimleri

Elektrolit Adı	Ni(SO ₃ .NH ₂) ₂ .4H ₂ O Konsantrasyonu (M)	CoSO ₄ .7H ₂ O Konsantrasyonu (M)	H ₃ BO ₃ Konsantrasyonu (M)
CS	0.40	0.20	0.20
CSKC	0.40	0.00	0.20
CSKC1		0.05	
CSKC2		0.10	
CSKC3		0.15	
CSKC4		0.25	
CSKC5		0.30	
CSKC6	0.35		
CSKN	0.00	0.20	0.20

4.2 Elektrolitin Elektrokimyasal Karakterizasyonu

Bu çalışmada kullanılan elektrolitlerin karakterizasyonu Döngüsel Voltametri (Cyclic Voltammetry, CV) ile yapılmış ve elde edilen CV eğrileri Şekil 4.1'de gösterilmiştir. Şekil 4.1 a) CS elektrolitinin CV eğrisini göstermektedir. Şekilden de anlaşıldığı gibi taranan depozisyon potansiyeli -0.8 V civarına geldiğinde elektrotlar arasında ve çözelti içerisinde aniden bir iyon akımı oluşmaktadır. Bu durum potansiyel farkı etkisindeki iyonların hareket ederek elektrot yüzeyinde birikmeye başladığını gösterir. Bu değerden sonra katodik yöndeki potansiyelin artmasıyla elektrotlar arasındaki oluşan akım değerinde de bir artma ve bu bölgelerde de bir iyon depozisyonu söz konusudur. Şekil 4.1 b), CSKC elektrolitinin CV eğrisini temsil etmektedir. Şekilden de anlaşılacağı gibi yaklaşık -1.0 V civarında elektrotlar arasında bir iyon akımı oluşmakta ve bu akım, Ni iyonlarının elektrot yüzeyine birikmesine neden olmaktadır. Böylelikle belirtilen şartlarda elektrolitteki Ni iyonlarının depozisyona başlama potansiyeli yaklaşık -1.0 V olarak kaydedilebilir. Çözeltideki Co iyonlarının depozisyona başlama potansiyellerinin belirlenmesi için incelenen CSKN elektrolitinin CV eğrisi Şekil 4.1 c)'de verilmektedir. Bu CV eğrisinden Co iyonlarını titanyum elektrot yüzeyine biriktirmek için gereken asgari potansiyel fark değerinin -0.8 V civarında olması gerektiği görülür. Şekil 4.1 a) ve Şekil 4.1 c)'de, voltajın anodik yöndeki taramasının pozitif akım şiddeti kısmında oluşan pikler, Şekil 4.1 b)'de herhangi bir benzer pik oluşmadığı için, Co atomlarının geri çözünme pikine karşılık gelir.



Şekil 4.1: Ni-Co alaşım filmlerinin üretiminde kullanılan elektrolitlerin CV eğrileri; a) 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3 \cdot \text{NH}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 0.20 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 0.2M H_3BO_3 ihtiva eden CS elektrolitinin CV eğrisi, b) 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3 \cdot \text{NH}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ve 0.20 M H_3BO_3 ihtiva eden CSKC elektrolitinin CV eğrisi, c) 0.20 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 0.20 M H_3BO_3 ihtiva eden CSKN elektrolitinin CV eğrisi

CV metodunun yanı sıra, elektrodepozisyon tekniğinde üretim için -0.5 V' tan -1.0 V değerine kadar farklı depozisyon potansiyelleri denenerek, bu depozisyon potansiyeli aralığında herhangi bir film yapısının oluşmadığı görülmüş ve CV eğrilerinden elde edilen sonuçlar doğrulanmıştır. Yapılan deneysel gözlemlerden ve elde edilen CV eğrilerinden yola çıkarak, belirtilen şartlarda Ni ve Co iyonlarının birlikte depozisyonunun uygun yapıda film oluşturması için -1.0 V' tan daha büyük değerlerde depozisyon potansiyellerine ihtiyaç olduğu tespit edilmiştir.

4.3 Ni-Co Filmlerinin Elektrodepozisyonu ve Üretim Parametreleri

Bu çalışmada Ni-Co filmleri, farklı depozisyon potansiyeli, farklı elektrolit pH'ı, farklı film kalınlığı ve farklı Co konsantrasyonu olmak üzere dört ayrı seri şeklinde üretilmiştir. Tüm seriler için yapılan deneme üretimlerinde, genellikle yüksek depozisyon potansiyeli değerlerinde daha parlak filmlerin ve [14] çalışmasında da olduğu gibi pH = 3 gibi düşük elektrolit pH' ı değerlerinde daha düzgün film yapılarının oluştuğu gözlenmiştir. Filmlerin üretimine geçildiğinde ise, ilk olarak yüksek depozisyon potansiyelinde 4.10 ± 0.05 , 3.14 ± 0.05 ve 2.14 ± 0.05 elektrolit pH'ı değerlerinde filmler üretilmiştir. Bu serideki filmlerin dış görünümünden ve yapısından (parlaklık ve esneklik gibi) yola çıkarak en uygun pH değeri civarında elektrokimyasal karakterizasyonun da izin verdiği aralıklar göz önünde bulundurularak -1.1 V, -1.3 V, -1.5 V ve -1.9 V depozisyon potansiyellerinde filmler üretilmiştir. Kalınlığın film özellikleri üzerindeki etkisinin incelenmesi için 1, 2 ve 4 μm kalınlıklarında filmler üretilmiştir. Farklı elektrolit konsantrasyonu etkisinin inceleneceği filmlerin üretiminde, diğer parametreler sabit kalmak üzere Co konsantrasyonu değiştirilmiştir. Çalışmada incelenen Ni-Co filmlerinin üretim parametreleri ayrıntılı olarak Tablo 4.2'de verilmiştir.

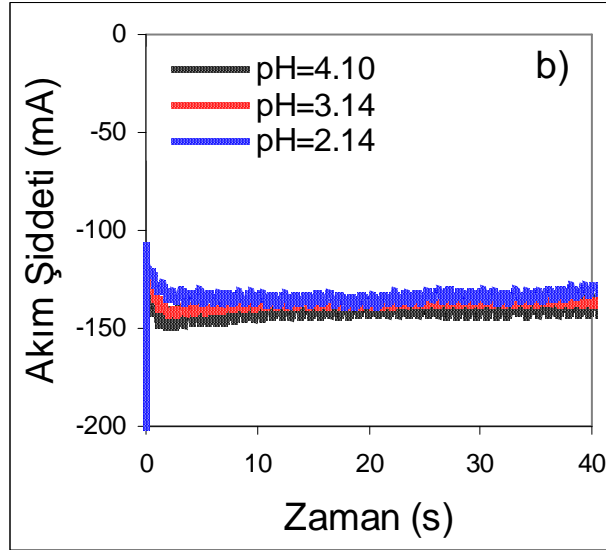
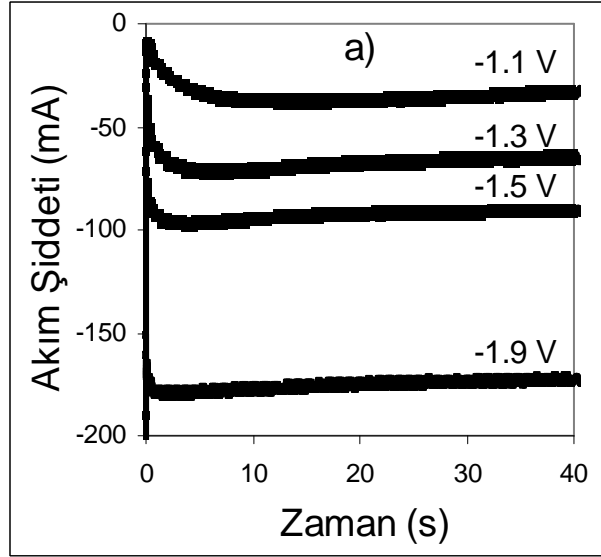
Tablo 4.2: Film serilerine göre üretim parametreleri

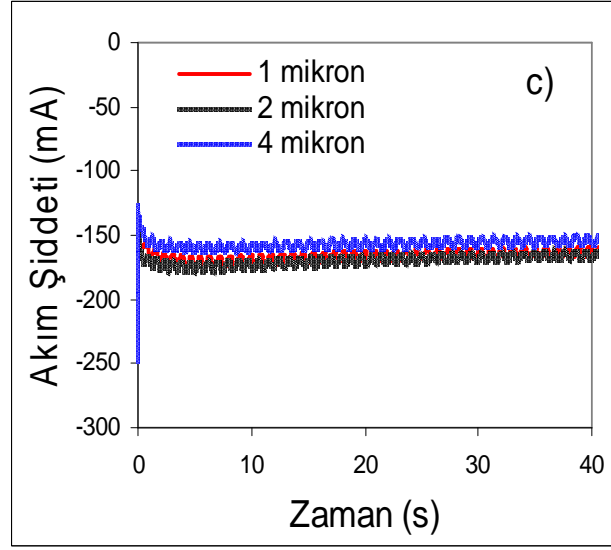
Film Serisi	Depozisyon Potansiyeli (V)	Elektrolit pH'ı (± 0.05)	Film Kalınlığı (μm)	Elektrolit
Depozisyon Potansiyeli	-1.1 -1.3 -1.5 -1.9	2.80 ± 0.20	3	CS
Elektrolit pH'ı	-1.9	4.10 3.14 2.14	3	CS
Film Kalınlığı	-1.9	2.25 ± 0.03	1 2 4	CS
Farklı Co Konsantrasyonu	-1.9	2.80 ± 0.20	3	CSKC CSKC1 CSKC2 CSKC3 CSKC4 CSKC5 CSKC 6

4.4 Ni-Co Filmlerinin Akım-Zaman Geçişleri

Ni-Co filmlerinin büyüme mekanizmaları Şekil 4.2'de verilen, üretim esnasında elektrolit içerisinde oluşan akımın zamana göre değişimini gösteren, akım-zaman geçişleri incelenerek gözlenmiştir. Şekil 4.2 a) farklı depozisyon potansiyelleri uygulanarak üretilen filmlerin akım-zaman geçişlerini göstermektedir. Şekilden görüldüğü gibi, uygulanan depozisyon potansiyeli arttıkça akım şiddeti değerinde de bir artış meydana gelmiştir. Elektrolitin elektriksel direncinin sabit olduğu düşünülürse, bu durum beklenen bir durumdur. Şekil 4.2 b) farklı pH değerlerinde üretilen filmlerin depozisyonu sırasında akım şiddetinin önemli ölçüde değişmediğini gösterir. Şekil 4.2 c) farklı kalınlıklarda üretilen filmlerin akım-zaman geçişlerini göstermektedir. Farklı kalınlıklardaki filmler üretilirken, kullanılan sistem gereği deney şartlarında sadece depozisyon zamanı değiştiği için akım şiddeti değerlerinde, bu grafikte olduğu gibi pek fazla bir değişiklik beklememek normaldir.

Çalışma kapsamında karakterize edilen tüm filmlerin akım-zaman geçişleri incelendiğinde, üretim esnasında elektrolit içerisinde oluşan akımın şiddeti zamana göre hemen hemen sabit kalmıştır. Bu durum metal iyonlarının katot yüzeyine düzenli, muntazam bir şekilde biriktiğini ve tüm filmlerin aynı tip büyüme mekanizmalarına sahip olduğunu gösterir.





Şekil 4.2: Üretilen Ni-Co filmlerinin akım-zaman geçişleri; a) farklı depozisyon potansiyeli, b) farklı elektrolit pH'ı, c) farklı film kalınlığı

4.5 Ni-Co Filmlerinin Elementel Analizi

Farklı üretim parametrelerine göre üretilen filmlerin elementel analizi, yüzey morfolojisi görüntülerinin elde edilmesi esnasında enerji ayırmalı x-ışını spektroskopisi (Energy Dispersive X-Ray, EDX) tekniği kullanılarak yapılmıştır. EDX ölçümleri, filminden alınan bir parçanın iletken bir bant yardımı ile numune tutucu üzerine yerleştirilmesi ile gerçekleştirilmiş ve sonuçlar Tablo 4.3'te listelenmiştir.

Farklı depozisyon potansiyeline göre üretilen filmlerin elementel analizi incelendiğinde -1.1 V, -1.3 V, -1.5 V ve -1.9 V'ta üretilen filmlerin sırasıyla atomik olarak % 13, % 25, % 37 ve % 44 Ni içerdiği ve filmlerin geri kalanlarının Co atomlarından oluştuğu bulunmuştur. Filmlerin Ni ve Co içeriği Ni:Co oranı şeklinde yazılacak olursa, Ni:Co oranları sırasıyla 0.15, 0.33, 0.59 ve 0.79 olarak bulunur. Sonuçlardan da görüldüğü gibi üretim için kullanılan depozisyon potansiyelini arttırmak, filmlerin Ni içeriğinde artışa neden olmaktadır. Film içeriğindeki Ni atomlarının bu artışı, nikelin kobalta göre daha soy metal olması nedeniyle artan potansiyelden daha fazla etkilenmesi ve indirgenen nikel iyonlarının sayısında bir artışa neden olmasıyla ilişkilendirilebilir.

Farklı elektrolit pH'ı kullanılarak üretilen filmlerin elementel analizi incelendiğinde yüksek pH (4.10) değerlerinde üretilen filmlerin atomik olarak % 60 Ni içerdiği ve elektrolit pH'ı 3.14'e düştüğü zaman Ni içeriğinin % 43 olduğu görülmüştür. Elektrolit pH'ı bu çalışmada incelenen en düşük değere (2.14) düştüğü zaman bile filmlerdeki Ni içeriğinin önemli ölçüde değişmediği ve atomik olarak % 43 – 50 ile arasında bir değerde kaldığı görülmüştür.

Kalınlıkları 1, 2 ve 4 µm olan filmlerin EDX analizinden elde edilen sonuçlar incelendiğinde filmlerdeki Ni ve Co oranlarının farklı kalınlıklardan etkilenmediği ve tüm filmler için atomik olarak sayısal değerlerinin % 50 Ni ve % 50 Co civarında olduğu bulunmuştur. Bu durum, filmleri oluşturan Ni ve Co atomlarının depozisyon oranlarının film kalınlığına bağlı olmadığını gösterir. Film kalınlığının değişmesiyle, üretilen filmlerin kimyasal bileşiminin önemli ölçüde değişmediği daha önceki [38,39] çalışmalarında da ifade edilmiştir.

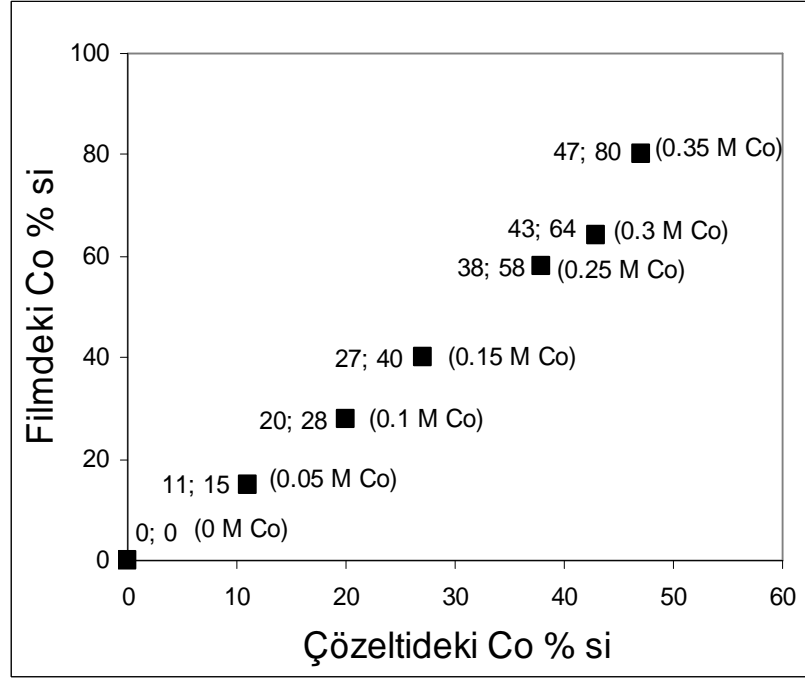
Farklı Co konsantrasyonları içeren elektrolitlerden üretilen filmlerin elementel analizi incelendiğinde genel olarak çözeltilerdeki Co konsantrasyonu artırıldığı zaman film bileşimindeki Co içeriğinin de buna paralel olarak arttığı görülmüştür. Bu sonuç [18,69] çalışmalarında olduğu gibi birçok çalışmada da belirtilmiştir. Elektrolit içerisindeki Co konsantrasyonuna göre filmlerin Co içeriğinin değişimi Tablo 4.3'te verilmiştir. Tablodan da görüldüğü gibi filmlerin atomik olarak Co içeriği % 0 ile % 80 arasında değişmiştir.

Tablo 4.3: Farklı üretim parametreleri kullanarak üretilen Ni-Co filmlerinin EDX analizi sonuçları. Tüm sonuçlar atomik yüzde (% at.) olarak verilmiştir.

Filmlerin Üretim Özellikleri		Film Bileşimi (% at.)	
		Ni	Co
Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	13	87
	-1.3	25	75
	-1.5	37	63
	-1.9	44	56
Elektrolit pH'ı	4.10	60	40
	3.14	43	57
	2.14	43-50	57-50
Kalınlık (µm)	1	50	50
	2	50	50
	4	50	50
Co Konsantrasyonu (M)	0	100	0
	0.05	85	15
	0.10	72	28
	0.15	60	40
	0.25	42	58
	0.30	36	64
	0.35	20	80

4.6 Ni-Co Filmlerinde Anormal Birlikte Depozisyon Tayini

Filmlerin elementel analizleri ile birlikte üretildikleri elektrolitlerin konsantrasyonları dikkate alındığında, tüm filmlerin biriktirilmesi esnasında anormal birlikte depozisyon oluştuğu gözlenir. Farklı depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı ve film kalınlığına göre üretilen filmler, 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3 \cdot \text{NH}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ve 0.20 M $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ihtiva eden CS elektrolitinden üretildikleri ve böylelikle Co iyon konsantrasyonu yüzdesi % 33 olduğu için bu serileri meydana getiren tüm filmlerde anormal birlikte depozisyon meydana gelmiştir. Anormal birlikte depozisyonun tanımı ve ortaya çıkış nedenleri [14,70,71] çalışmalarında ayrıntılı olarak açıklanmıştır. Farklı Co konsantrasyonları içeren elektrolitlerden (bakınız Tablo 4.1) üretilen filmlerde anormal birlikte depozisyon tespiti, tüm elektrolit konsantrasyonu değerleri için Co konsantrasyonu yüzdesinin hesaplanması ve bu yüzdelerin film bileşimindeki Co yüzdeleri ile karşılaştırılması ile yapılabilir. Şekil 4.3, farklı Co konsantrasyonuna göre üretilen filmler için, çözeltideki Co konsantrasyonuna göre film bileşimindeki Co içeriğinin değişimini göstermektedir. Ni iyonlarının Co iyonlarına göre daha soy metal olduğu bilinmektedir [14,39]. Buna rağmen, bu çalışmada incelenen tüm filmlerde film içerisindeki Co atomlarının yüzdeleri, çözelti içerisindeki Co iyon konsantrasyonu yüzdelерinden büyük olduğu için, tüm üretimlerde anormal birlikte depozisyon davranışı meydana gelmiştir. Elektrodepozisyon tekniği ile üretilen Ni-Co alaşımlarında anormal birlikte depozisyon, [14,18,70] çalışmalarında da tespit edilmiştir.



Şekil 4.3: Çözeltideki Co konsantrasyonu yüzdesine göre Ni-Co filmlerinin Co içeriğinin değişimi

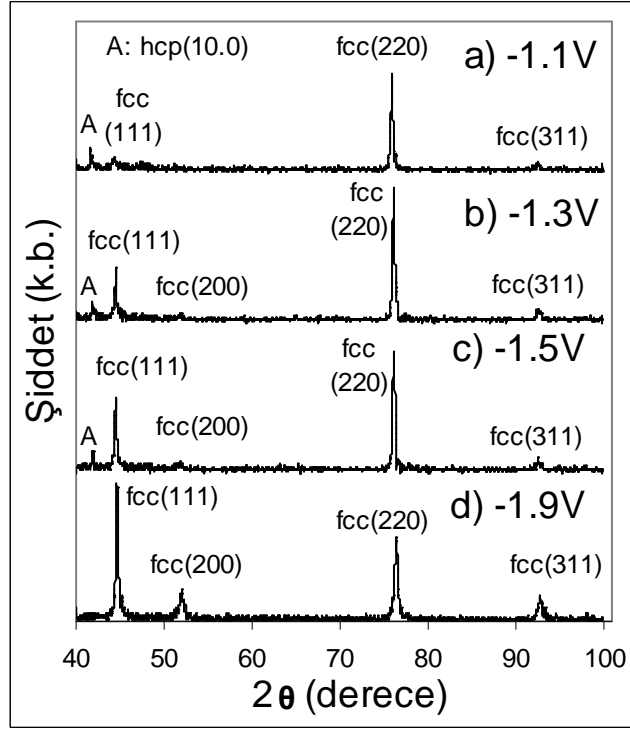
4.7 Ni-Co Filmlerinin Kristal Yapı Analizi

Ni-Co filmlerinin yapısal analizinin ilk bölümü olan kristal yapı incelemesi x-ışını difraksiyonu (X-Ray Diffraction, XRD) tekniği kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Titanyum alttabaka üzerine büyütülen Ni-Co alaşımların XRD ölçümleri filmlerin büyüme tarafı üzerinden, Ni ve Co'ın temel Bragg piklerinin gözlenme durumu dikkate alınarak, 40° - 100° arasında, 0.15406 nm dalgaboylu Cu-K_{α} ışınması kullanılarak yapılmıştır. Elde edilen x-ışını kırınım desenlerinden filmlerin kristal yapıları tespit edilmiştir. Ayrıca tüm filmler için, XRD desenlerinden elde edilen veriler yardımıyla düzlemler arası uzaklık, d , piklerin açıl konumlarından ve yarı yükseklikteki genişliklerinden yararlanarak film içindeki yönelimlere ait tane büyüklüğü, t ve her bir filme ait ortalama tane büyüklüğü, t_{ort} Scherrer bağıntısı [38,72] ile hesaplanmıştır. Numunelerin örgü sabitleri, a , XRD desenlerinde oluşan piklerin açıl konumları ve miller indisleri kullanılarak en küçük kareler yöntemiyle [72] bulunmuştur. Buna göre üretilen tüm Ni-Co filmleri için bulunan a değerlerinin, JCPDS 004-0850 ve 15-0806 XRD verileri ile uyumlu olduğu tespit edilmiştir. Her

bir film için tercihli yönelim ise [38,73,74] çalışmalarında verilen bağıntı kullanılarak, XRD desenlerinde oluşan piklerin bağıl şiddetleri ile belirlenmiştir.

4.7.1 Farklı Depozisyon Potansiyellerinde Üretilen Filmlerin Analizi

Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen filmlerin XRD desenleri Şekil 4.4'te gösterilmiştir. Tüm filmlerde yüzey merkezli kübik (fcc) yapının yaklaşık 44° , 76° ve 92° deki (111), (220) ve (311) pikleri mevcut iken bunların yanında -1.1 V, -1.3 V ve -1.5 V' ta üretilen filmlerde yaklaşık 41° de hegzagonal sıkı paket (hcp) yapının ayırt edici piki olan ve Şekil 4.4'te A harfi ile işaretlenen (10.0) piki oluşmuştur. Bu durum (10.0) pikini içeren filmlerin fcc+hcp karışık fazında kristalleştiğini gösterir. Ancak -1.9 V' ta üretilen filmin XRD deseni incelendiğinde daha düşük potansiyellerde belirgin olan hcp yapının (10.0) pikinin oluşmadığı, bununla beraber depozisyon potansiyeli arttıkça fcc yapının ayırt edici piki olan yaklaşık 51° civarındaki (200) pikinin şiddetinin arttığı gözlenmektedir. Bu sonuçlara göre -1.9 V uygulanarak üretilen Ni-Co filminin, hcp+fcc karışık fazdaki -1.1 V, -1.3 V ve -1.5 V' ta üretilen filmlere benzemeksizin sadece fcc yapıya sahip olduğunu ifade etmek mümkündür. -1.1 V' ta üretilen filmin XRD deseninin, hcp'nin ayırt edici piki olan (10.0) pikinin en şiddetlisine sahip olması ve fcc yapının ayırt edici piki olan (200) pikine sahip olmaması elde edilen sonuçları destekleyen bir diğer bulgudur. Bu çalışmada tespit edilen film bileşimine bağlı kristal yapıdaki benzer değişimler daha önceki [18,75] çalışmalarında da tespit edilmiştir.



Şekil 4.4: Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen filmlerin XRD desenleri; a) -1.1 V (% 13 at. Ni), b) -1.3 V (% 25 at. Ni), c) -1.5 V (% 37 at. Ni), d) -1.9 V (% 44 at. Ni)

Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen filmlerden kristal yapıları fcc+hcp olanlar için fcc ve hcp fazlarının film içindeki yüzdeleri hesaplanmıştır. Bunun için fcc ve hcp yapıya ait olan piklerin integre şiddetleri kendi aralarında toplanıp, bu toplamaların oranları ($\Sigma I_{fcc}/\Sigma I_{hcp}$) dikkate alınmıştır. Elde edilen sonuçlara göre tüm filmler için fcc yüzdelerinin % 90 civarında olduğu bulunmuştur. Sonuç olarak depozisyon potansiyelinin -1.9 V olarak uygulanması, daha düşük potansiyellerde hcp+fcc gibi karışık faz olan kristal yapıyı fcc yapıya dönüştürmüştür. Farklı depozisyon potansiyelleri kullanılarak üretilen filmlerin XRD verilerinden hesaplanan d, t, t_{ort} ve a değerleri Tablo 4.4'te bir arada verilmiştir. Buna göre her bir film için hesaplanan t_{ort} değerlerinin, yaklaşık 26 nm ile yaklaşık 39 nm arasında değiştiği bulunmuştur. Ayrıca -1.1 V, -1.3 V, -1.5 V ve -1.9 V depozisyon potansiyeli kullanılarak üretilen filmlerin tercihli yöneliminin ise fcc yapının (220) yönelimi olduğu anlaşılmıştır.

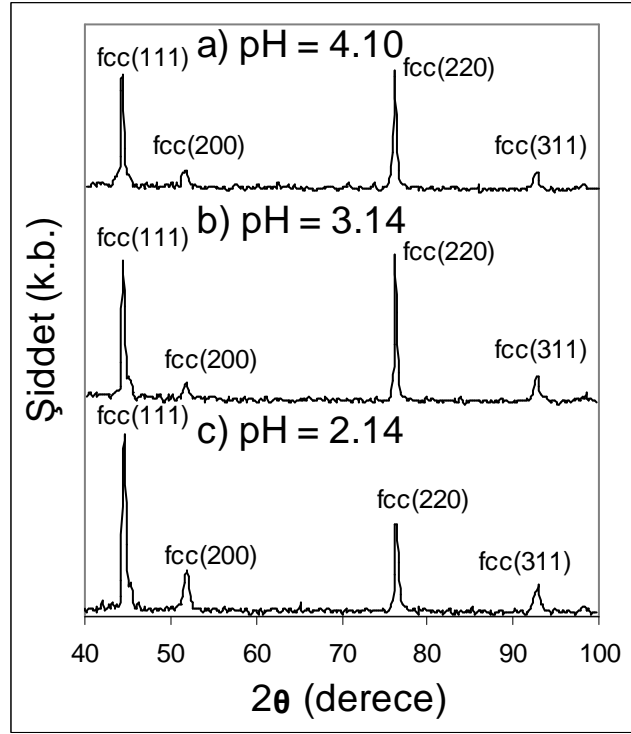
Tablo 4.4: Farklı depozisyon potansiyelleri kullanılarak üretilen filmlerin XRD analizinden elde edilen sonuçlar. 2θ ; difraksiyon açısını, d ; düzlemler arası uzaklığı, (hkl) ; miller indislerini, t ; her düzlem için tane büyüklüğünü, t_{ort} ; her film için ortalama tane büyüklüğünü, a ; örgü sabitini göstermektedir.

Pik	-1.1 V					-1.3 V					
	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)	
1	41.7	(10.0)	0.21646 ± 0.00010	18.0	30	41.9	(10.0)	0.21532 ± 0.00010	7.6	15	
2	44.3	(111)	0.20412 ± 0.00009	8.7	15	44.5	(111)	0.20323 ± 0.00009	38.9	51	
3	76.0	(220)	0.12515 ± 0.00003	100.0	42	51.0	(200)	-	-	-	
4	92.6	(311)	0.10656 ± 0.00002	5.9	15	76.1	(220)	0.12490 ± 0.00003	100.0	38	
5						92.6	(311)	0.10653 ± 0.00002	7.3	20	
a: 0.35306 ± 0.00008 nm					t_{ort} :37	a: 0.35381 ± 0.00008 nm					t_{ort} :39
Pik	-1.5 V					-1.9 V					
	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)	
1	41.9	(10.0)	0.21562 ± 0.00010	14.6	15	44.7	(111)	0.20278 ± 0.00009	100.0	28	
2	44.5	(111)	0.20337 ± 0.00009	74.2	36	52.0	(200)	0.17570 ± 0.00006	19.0	15	
3	51.7	(200)	0.17674 ± 0.00006	4.4	-	76.4	(220)	0.12450 ± 0.00003	58.5	30	
4	76.3	(220)	0.12474 ± 0.00003	100.0	35	92.8	(311)	0.10640 ± 0.00002	14.1	12	
5	92.7	(311)	0.10641 ± 0.00002	6.2	15						
a: 0.35269 ± 0.00008 nm					t_{ort} :33	a: 0.35343 ± 0.00001 nm					t_{ort} :26

4.7.2 Farklı pH Değerlerindeki Elektrolitlerden Üretilen Filmlerin Analizi

Elektrolit pH değerleri 4.10 ± 0.05 , 3.14 ± 0.05 ve 2.14 ± 0.05 olan çözeltilerden üretilen filmlerin XRD desenleri Şekil 4.5'te verilmiştir. Desenler ayrıntılı olarak incelendiğinde aralarında çok büyük farklılıkların olmadığı gözlenir. Kırımın desenlerinden de anlaşıldığı gibi filmlerin tamamı fcc yapıdadır. Tüm filmlerin XRD desenlerinde fcc yapının yaklaşık 44° , 51° , 76° ve 92° 'de gözlenen (111), (200), (220) ve (311) pikleri oluşmuştur. Bu durumda Ni-Co filmlerinin üretiminde kullanılan elektrolitin pH'ı 4.10 değerinden kademeli olarak 2.14 değerine düşürüldüğünde filmlerin fcc olan kristal yapıları varlığını sürdürmektedir. Farklı

elektrolit pH'ı kullanılarak üretilen filmlerin XRD desenlerinden elde edilen veriler yardımıyla d , t , t_{ort} , ve a değerleri, Tablo 4.5'te sergilenmiştir. Tabloda da belirtildiği gibi t_{ort} , 15 nm civarında bulunmuştur. Yapılan hesaplamalar sonucunda bu filmlerin tercihli yöneliminin ise fcc yapının (220) yönelimi olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 4.5: pH değerleri farklı olan elektrolitlerden üretilen filmlerin XRD desenleri, a) 4.10 (% 60 at. Ni), b) 3.14 (% 43 at. Ni), c) 2.14 (% 43-50 at. Ni)

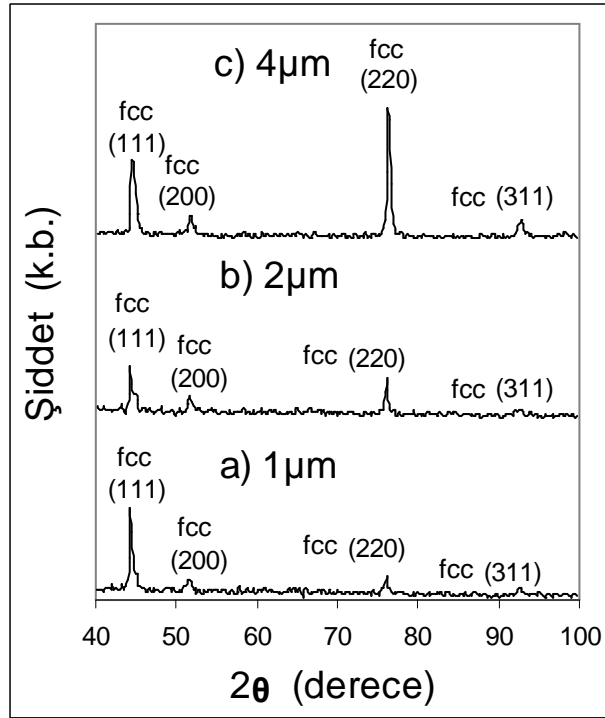
Tablo 4.5: Farklı elektrolit pH'ı kullanılarak üretilen filmlerin XRD analizinden elde edilen sonuçlar. 2θ ; difraksiyon açısını, d ; düzlemler arası uzaklığı, (hkl); miller indislerini, t ; her düzlem için tane büyüklüğünü, t_{ort} ; her film için ortalama tane büyüklüğünü, a ; örgü sabitini göstermektedir.

Pik	pH = 4.10					pH = 3.14					
	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)	
1	44.4	(111)	0.20402 ± 0.00087	93.6	15	44.5	(111)	0.20338 ± 0.00087	93.7	15	
2	51.7	(200)	0.17688 ± 0.00064	10.3	15	51.8	(200)	0.17643 ± 0.00063	10.8	15	
3	76.2	(220)	0.12489 ± 0.00028	100.0	17	76.3	(220)	0.12477 ± 0.00028	100.0	17	
4	92.7	(311)	0.10643 ± 0.00018	14.6	16	92.8	(311)	0.10640 ± 0.00018	16.9	16	
a: 0.35269 ± 0.00078 nm					t_{ort} :16	a: 0.35493 ± 0.00079 nm					t_{ort} :16
Pik	pH = 2.14										
	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)						
1	44.6	(111)	0.20313 ± 0.00086	100.0	15						
2	51.9	(200)	0.17616 ± 0.00063	23.2	15						
3	76.4	(220)	0.12463 ± 0.00028	54.1	17						
4	92.8	(311)	0.10639 ± 0.00018	13.3	12						
a: 0.35306 ± 0.00150 nm					t_{ort} :15						

4.7.3 Farklı Kalınlıklara Sahip Filmlerin Analizi

Şekil 4.6, 1 μ m, 2 μ m ve 4 μ m kalınlıklarına sahip olan filmlerin XRD desenlerini göstermektedir. Bu XRD desenlerinde fcc yapının yaklaşık 44°, 51°, 76° ve 92°'deki (111), (200), (220) ve (311) piklerinin varlığı gözlenmektedir. Farklı kalınlıklardaki Ni-Co filmlerin XRD desenlerinden elde edilen veriler yardımıyla d , t , t_{ort} , ve a değerleri Tablo 4.6'da bir arada verilmiştir. Farklı kalınlıklardaki filmlerin t_{ort} değerlerinin 15 nm olduğu bulunmuştur. Son zamanlarda rapor edilmiş olan [14] çalışmasında incelenen Ni-Co filmlerinin t_{ort} değerlerinin, tüm elektrolit konsantrasyonu değerleri için, 10 nm civarında olduğu belirtilmiştir. Bu çalışma ile [14] çalışması arasındaki ortalama tane büyüklüğü farklılıkları, filmlerin depozisyonu esnasında kullanılan farklı alt tabakalar veya kimyasallardan kaynaklanıyor olabilir.

Filmlerin tercihli yönelimi belirlenirken 1 μ m kalınlığındaki filmin fcc yapının (111) yönelimine, 2 μ m ve 4 μ m kalınlığındaki filmlerin ise fcc yapının (220) yönelimine sahip oldukları bulunmuştur. Film kalınlığı 1 μ m' den 4 μ m' ye arttırıldığı zaman tercihli yönelim de (111)' den (220)' a geçiş yapmaktadır. 1 μ m, 2 μ m ve 4 μ m kalınlıklı filmler için sırasıyla, (111) yönelimlerinin yönelim katsayıları 1.44, 0.52 ve 0.28, (220) yönelimlerinininkiler ise 1.07, 2.04 ve 2.38 olduğu hesaplanmıştır. Hesaplamaların sonucunda film kalınlığı arttıkça (111) yöneliminin katsayısının azaldığı ve (220) yöneliminin katsayısının arttığı görülmektedir. Bu durum tercihli yönelimin (111) den (220)'a geçiş yaptığını belirtmektedir.



Şekil 4.6: Farklı kalınlıklara sahip Ni-Co filmlerinin XRD desenleri; a) 1 μ m (% 50 at. Ni), b) 2 μ m (% 50 at. Ni), c) 4 μ m (% 50 at. Ni)

Tablo 4.6: Farklı kalınlıklara sahip Ni-Co filmlerinin XRD analizinden elde edilen sonuçlar. 2θ ; difraksiyon açısını, d ; düzlemler arası uzaklığı, (hkl); miller indislerini, t ; her düzlem için tane büyüklüğünü, t_{ort} ; her film için ortalama tane büyüklüğünü, a ; örgü sabitini göstermektedir.

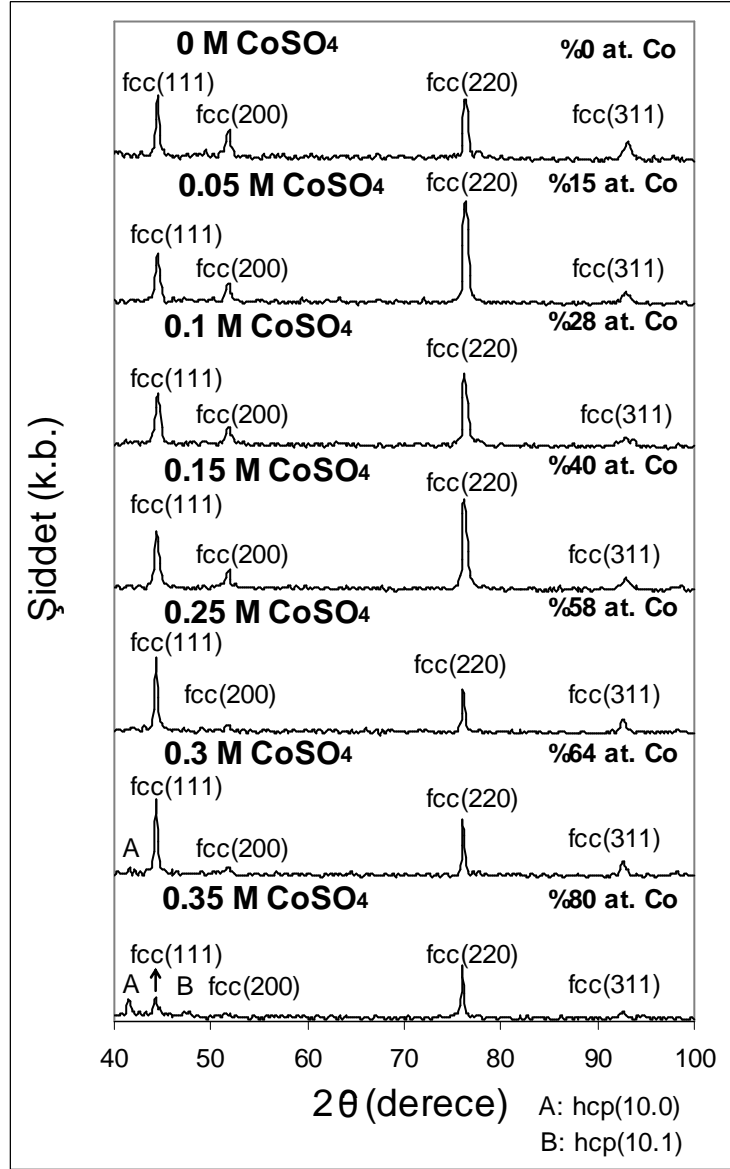
Pik	1 μm					2 μm					
	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)	
1	44.4	(111)	0.20422 \pm 0.00087	100.0	15	44.3	(111)	0.20434 \pm 0.00088	100.0	15	
2	51.5	(200)	0.17735 \pm 0.00064	14.4	11	51.7	(200)	0.17685 \pm 0.00064	35.4	11	
3	76.0	(220)	0.12515 \pm 0.00028	15.7	14	76.1	(220)	0.12496 \pm 0.00028	82.7	21	
4	92.0	(311)	-	-	-	92.0	(311)	-	-	-	
a: 0.35418 \pm 0.00152 nm					t_{ort} :14	a: 0.35343 \pm 0.00151 nm					t_{ort} :16
Pik	4 μm										
	2 θ (der.)	(hkl)	d(nm)	%şid.	t(nm)						
1	44.6	(111)	0.20306 \pm 0.00086	57.1	15						
2	52.0	(200)	0.17570 \pm 0.00063	6.5	-						
3	76.4	(220)	0.12469 \pm 0.00028	100.0	17						
4	92.7	(311)	0.10644 \pm 0.00018	13.3	16						
a: 0.35380 \pm 0.00078 nm					t_{ort} :16						

4.7.4 Farklı Co Konsantrasyonuna Göre Üretilen Filmlerin Analizi

Elektrolit içerisindeki 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3\cdot\text{NH}_2)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ve 0.20 M H_3BO_3 sabit kalmak üzere, $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonunun 0.00M-0.35M arasında değiştirilmesiyle üretilen filmlerin XRD desenleri Şekil 4.7’de gösterilmiştir. Şekilden de açıkça görüldüğü gibi $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonu 0.25 M değerine (CSKC4 elektroliti), bunun sonucunda ise filmdeki Co atomlarının içeriği % 58’ e kadar artırıldığında hcp yapıya ait herhangi bir pik oluşmamıştır. Kobaltın bu konsantrasyon aralığında üretilen filmler, 2θ ’nın beklenen değerlerinde fcc yapının (111), (200), (220) ve (311) piklerine sahiptir. Elektrolitteki $\text{CoSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonu 0.30 M olarak ayarlandığında (CSKC5 elektroliti) ve film atomik olarak % 64 oranında Co içerdiğinde ise hcp yapının ayırt edici piki olan ve Co atomlarından kaynaklanan (10.0) düzlemine ait pik $2\theta = \sim 41^\circ$ ’de belirmiştir. Co

atomlarından kaynaklanan (10.0) düzlemine ait pikin fcc yapıya ait diğer pikler ile birlikte ortaya çıkması, CSKC5 elektroliti kullanarak üretilen filmin fcc ağırlıklı hcp+fcc karışık fazına sahip olduğunu açıklar. $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonu 0.35 M seviyesine çıkartıldığında (CSKC6 elektroliti) filmlerdeki Co atomlarının içeriğinin de % 80'e yükselmesinden dolayı $2\theta = \sim 41^\circ$ deki (10.0) düzlemine ait pikin şiddetinde bir artış meydana gelmiş ve bu pik ile beraber hcp yapının bir diğer ayırt edici piki olan (10.1) düzlemine ait pik ortaya çıkmıştır. Bunun sonucunda (10.1) düzlemine ait pikin (10.0) düzlemine ait pik gibi, hcp yapıdaki Co atomlarının düzlemlerinden yansımalar sonucu olduğu anlaşılmıştır. Yapılan inceleme sonucunda, $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonu 0.00 M'dan 0.35 M seviyesine arttırıldığı zaman, hcp piklerinin şiddeti ve sayısındaki artış ile birlikte fcc yapı piklerinin şiddetinde gözle görülür bir azalma meydana geldiği bulunmuştur. Ayrıca, $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonunun 0.00 M'dan 0.35 M'a kadar arttırılması ile film bileşimindeki Co atomlarının oranının % 0 dan % 80 seviyesine arttığı ve bunun sonucunda, filmlerin kristal yapısının fcc yapıdan fcc ağırlıklı hcp+fcc karışık fazına dönüştüğü tespit edilmiştir. Bu dönüşümün hcp yapıya ait piklerin gittikçe belirginleşmesi ile gerçekleştiği de XRD desenlerinin incelenmesi ile ortaya çıkan bir diğer sonuçtur. Ni-Co filmlerinde Co içeriği arttığı zaman XRD desenlerindeki hcp yapıya ait piklerin belirginleşmesi [69] çalışmasında da belirtilmiştir.

Farklı Co konsantrasyonu etkisinin incelenmesi için üretilen filmlerden karışık fazlı olanlar için fcc ve hcp yapıya ait piklerin integre şiddetlerinin kendi aralarında toplamının oranı ($\Sigma I_{\text{fcc}}/\Sigma I_{\text{hcp}}$) dikkate alınarak, fcc ve hcp fazlarının film içindeki yüzdeleri hesaplanmıştır. Buna göre CSKC5 elektrolitinden üretilen film için % 93 değerinde fcc fazı bulunurken, bu değer CSKC6 elektrolitinden üretilen film için % 82 olarak hesaplanmıştır. Sonuçlar elektrolitteki Co konsantrasyonunun artmasıyla beraber filmlerdeki fcc fazın yüzdesinin düştüğünü göstermektedir. XRD analizi sonucunda bulunan d , t , t_{ort} ve a değerleri Tablo 4.7'de sunulmuştur. Bunun yanı sıra, yapılan hesaplamalar sonucunda farklı Co konsantrasyonu içeren elektrolitlerden üretilen filmlerin tercihli yöneliminin fcc yapının (220) yönelimi olduğu bulunmuştur. Dolayısıyla filmlerdeki Co atomlarının miktarının % 0'dan % 80'e kadar değiştirilmesi ile tercihli yönelimin değişmeyeceği sonucu çıkarılabilir.



Şekil 4.7: Farklı Co konsantrasyonuna göre üretilen filmlerin XRD desenleri

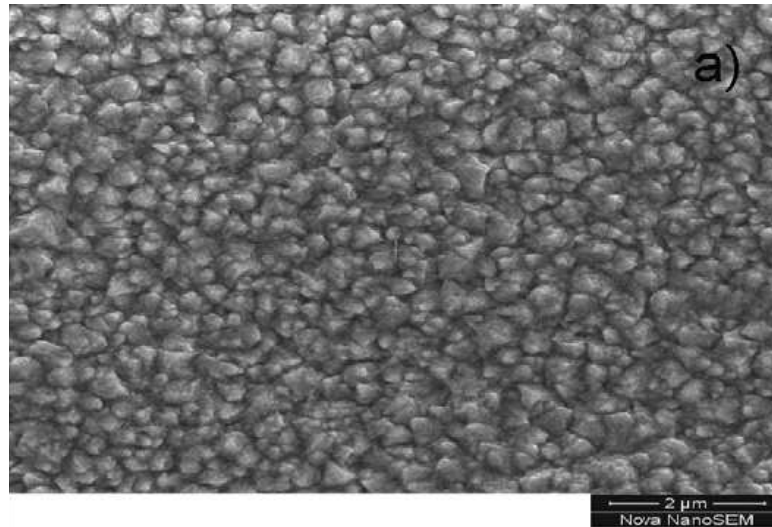
Tablo 4.7: Farklı Co konsantrasyonuna göre üretilen filmlerin XRD analizinden elde edilen sonuçlar. 2θ ; difraksiyon açısını, d ; düzlemler arası uzaklığı, (hkl); miller indislerini, t ; her düzlem için tane büyüklüğünü, t_{ort} ; her film için ortalama tane büyüklüğünü, a ; örgü sabitini göstermektedir.

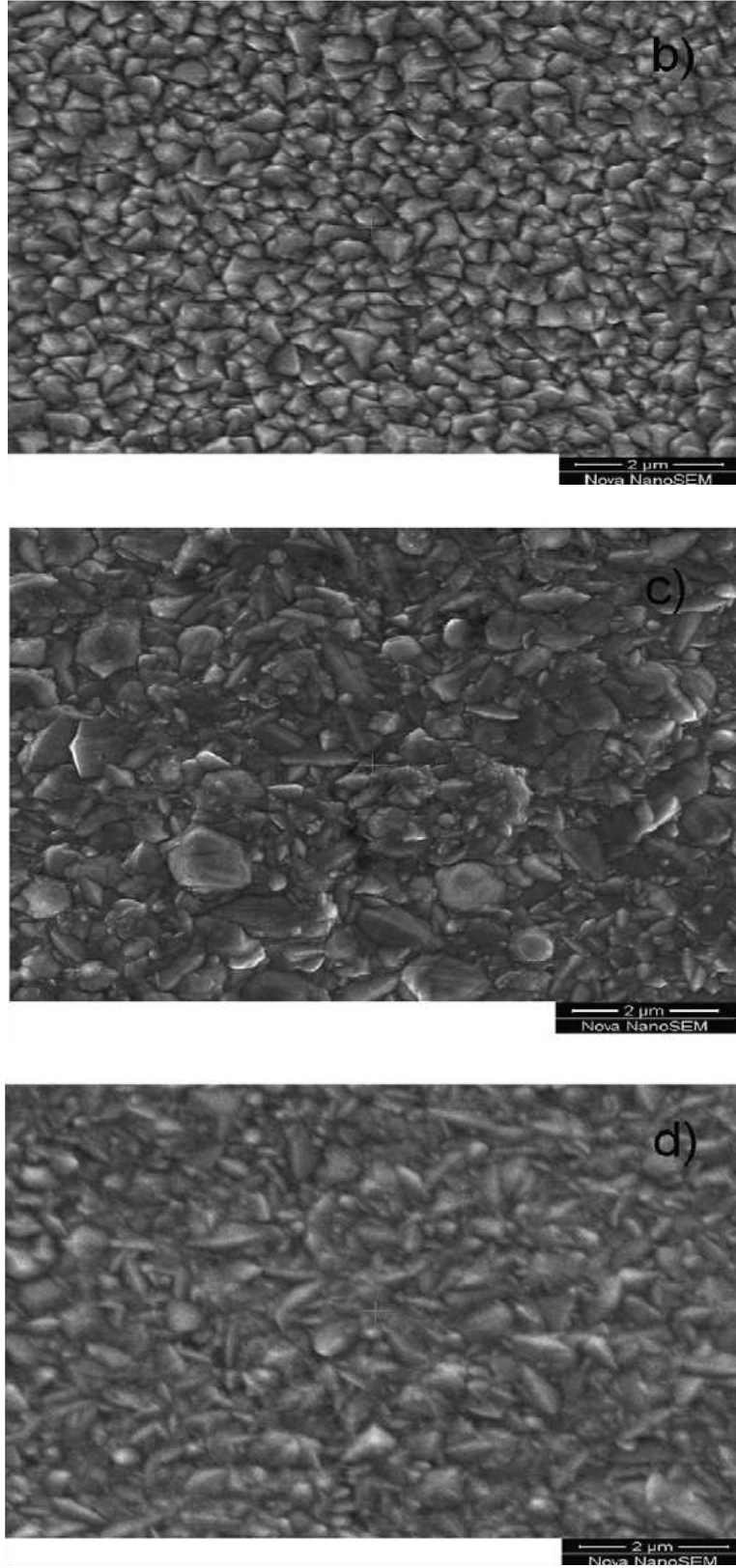
Pik	0 M					0.05 M				
	2θ (der.)	(hkl)	d (nm)	%şid.	t (nm)	2θ (der.)	(hkl)	d (nm)	%şid.	t (nm)
1	44.4	(111)	0.20388±0.00087	99.9	15	44.5	(111)	0.20348±0.00087	47.1	11
2	51.9	(200)	0.17629±0.00063	46.1	15	51.8	(200)	0.17657±0.00063	19.3	15
3	76.4	(220)	0.12461±0.00028	100.0	17	76.4	(220)	0.12462±0.00028	100.0	17
4	93.0	(311)	0.10627±0.00018	29.3	15	92.9	(311)	0.10626±0.00018	11.4	12
	a: 0.35196±0.00079 nm				t_{ort} :16	a: 0.35232±0.00079 nm				t_{ort} :15
Pik	0.10 M					0.15 M				
	2θ (der.)	(hkl)	d (nm)	%şid.	t (nm)	2θ (der.)	(hkl)	d (nm)	%şid.	t (nm)
1	44.5	(111)	0.20360±0.00087	73.3	11	44.4	(111)	0.20394±0.00087	57.7	15
2	51.8	(200)	0.17655±0.00063	25.0	15	51.8	(200)	0.17650±0.00063	19.9	15
3	76.4	(220)	0.12468±0.00028	100.0	17	76.3	(220)	0.12480±0.00028	100.0	13
4	92.8	(311)	0.10643±0.00018	9.6	10	92.9	(311)	0.10630±0.00018	13.1	12
	a: 0.35306±0.00080 nm				t_{ort} :14	a: 0.35232±0.00079 nm				t_{ort} :14
Pik	0.25 M					0.30 M				
	2θ (der.)	(hkl)	d (nm)	%şid.	t (nm)	2θ (der.)	(hkl)	d (nm)	%şid.	t (nm)
1	44.3	(111)	0.20423±0.00087	100.0	15	41.0	(10.0)	-	-	-
2	51.8	(200)	0.17649±0.00063	9.6	15	44.3	(111)	0.20429±0.00087	100.0	15
3	76.1	(220)	0.12504±0.00028	62.4	17	51.0	(200)	-	-	-
4	92.6	(311)	0.10666±0.00018	19.4	19	76.1	(220)	0.12500±0.00028	75.0	17
5						92.7	(311)	0.10655±0.00018	18.5	20
	a: 0.35381±0.00151 nm				t_{ort} :16	a: 0.35306±0.00151 nm				t_{ort} :16
Pik	0.35 M									
	2θ (der.)	(hkl)	d (nm)	%şid.	t (nm)					
1	41.7	(10.0)	0.21671±0.00099	26.4	14					
2	44.4	(111)	0.20420±0.00087	32.5	22					
3	47.6	(10.1)	0.19117±0.00076	5.1	15					
4	51.0	(200)	-	-	-					
5	76.1	(220)	0.12514±0.00028	100.0	17					
6	92.6	(311)	0.10659±0.00018	9.5	24					
	a: 0.35381 ± 0.00079 nm				t_{ort} :18					

4.8 Ni-Co Filmlerinin Yüzey Morfolojisi İncelemesi

Ni-Co filmlerinin yapısal analizinin ikinci aşaması olan yüzey morfolojisi araştırması, taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope, SEM) görüntülerinin elde edilmesi ile gerçekleştirilmiştir. İnceleme yapılırken filmlerin büyüme yüzeyi tarafından SEM görüntülerinin alınması sağlanmış ve farklı üretim parametreleri için yüzey morfolojilerinde meydana gelen değişiklikler gözlenmiştir.

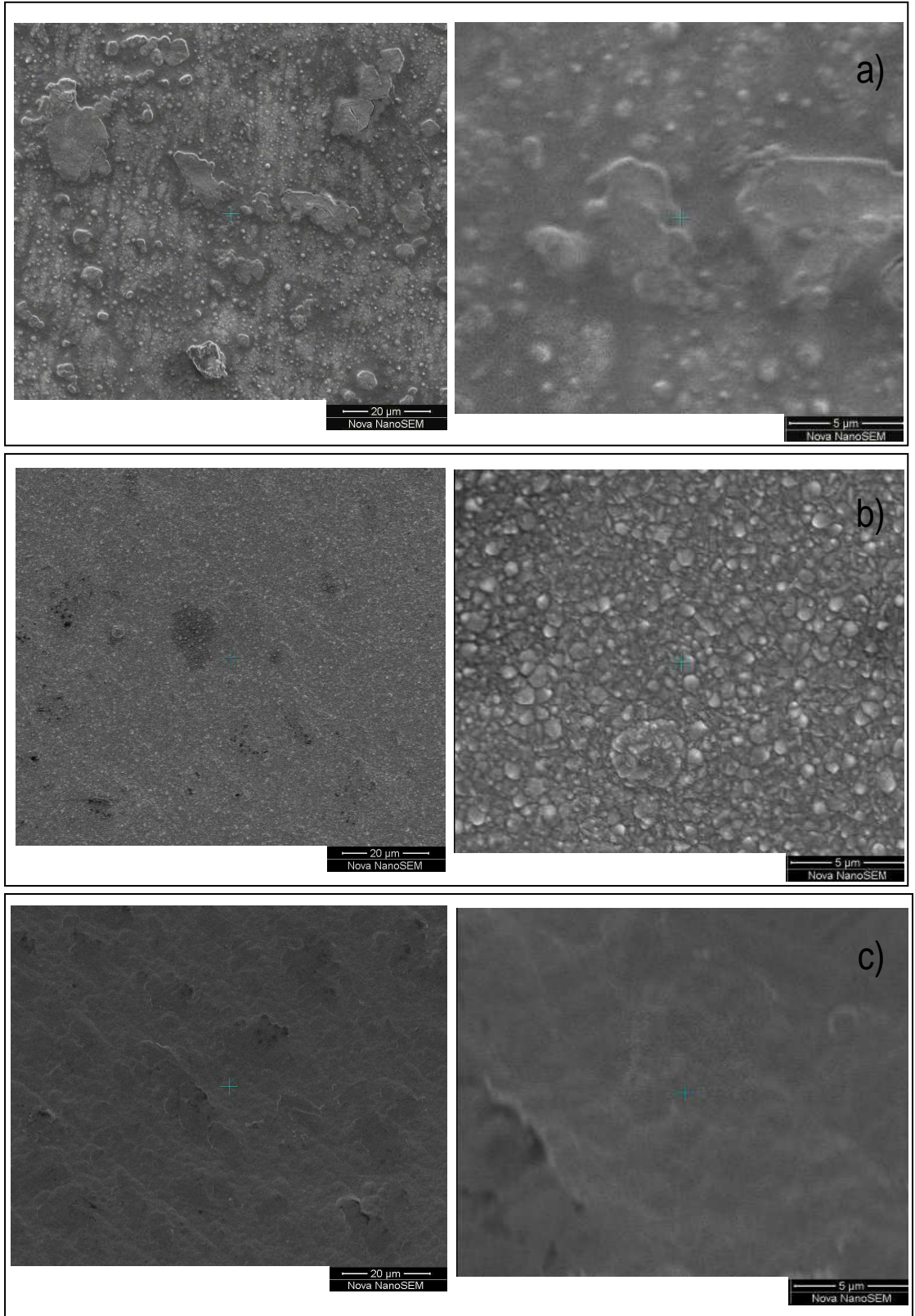
Farklı depozisyon potansiyellerinde büyütülen filmlerin SEM görüntüleri Şekil 4.8’de verilmektedir. Şekilden açıkça görüldüğü gibi depozisyon potansiyeli arttırıldığı zaman film yüzeyinin homojenliği azalmıştır. Birçok sayıda yaklaşık eşit boyutlu tanecikler ile kaplı homojen yüzeyler, -1.1 V (% 13 at. Ni) ve -1.3 V (% 25 at. Ni) ile büyütülen filmlerin Şekil 4.8 a) ve Şekil 4.8 b)’de verilen SEM görüntülerinde gözlenmiştir. Bununla birlikte, -1.5 V (% 37 at. Ni) ve -1.9 V (% 44 at. Ni) kullanılarak üretilen filmlerin yüzeyi, Şekil 4.8 c) ve Şekil 4.8 d)’den de görüldüğü gibi düşük potansiyellerde üretilen filmlere göre daha heterojen bir yapıya sahiptir. Filmlerdeki atomik Ni içeriği % 37 ve % 44’e arttığı zaman, yüzey morfolojisinin dikkate değer biçimde değiştiği ve film yüzeyinin çakıl taşı döşenmiş gibi bir görünüme sahip olduğu görülmektedir.





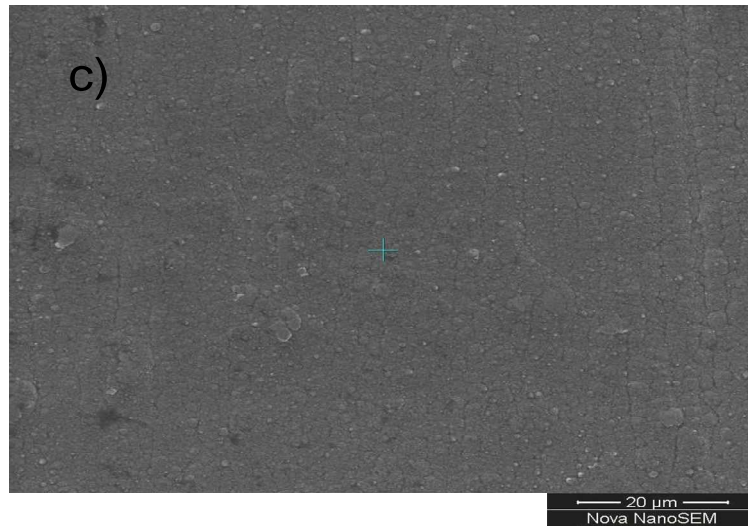
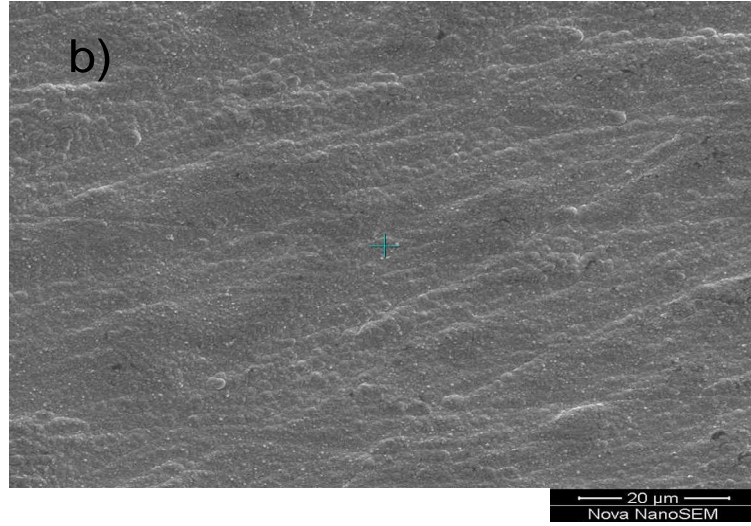
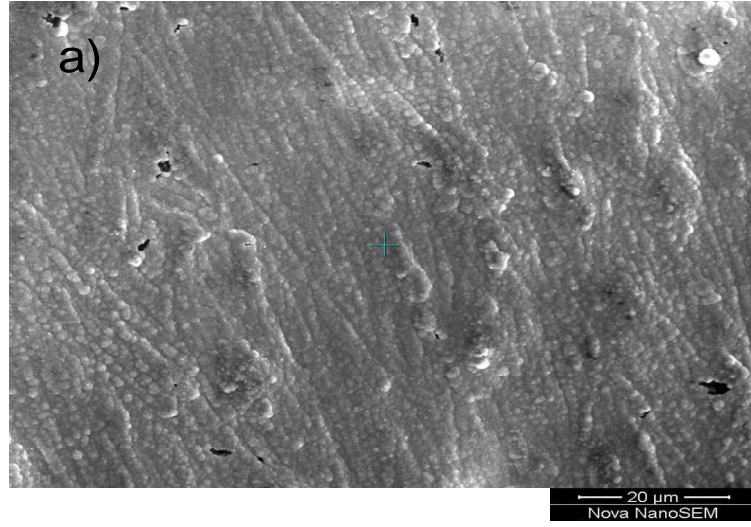
Şekil 4.8: Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen Ni-Co filmlerinin SEM görüntüleri a) -1.1 V (% 13 at. Ni), b) -1.3 V (% 25 at. Ni), c) -1.5 V (% 37 at. Ni), d) -1.9 V (% 44 at. Ni)

Farklı elektrolit pH'larında üretilen filmlerin yüksek ve düşük mertebeli büyütmelelere sahip SEM görüntüleri Şekil 4.9'da gösterilmiştir. Şekil 4.9 a), yüksek pH değerlerinde (4.10) üretilen filmin yüzeyinin oldukça pürüzlü, engebeli ve girintili çıkıntılı bir görünüme sahip olduğunu göstermektedir. Şekil 4.9 b) incelendiğinde, elektrolit pH değeri 3.14'e düştüğü zaman film yüzeyinin yüksek pH değerindeki engebeli görünümünün yok olduğu, yaklaşık eşit büyüklüklü küçük çakıl taşı tanecikleriyle kaplı gibi görünen daha homojen bir yüzey görünümünün elde edildiği görülmektedir. Elektrolit pH değeri 2.14 seviyesine düştüğü zaman tamamen homojen, pürüzsüz ve düz olan ayna gibi parlak film yüzeylerin meydana geldiği tespit edilmiştir (bakınız Şekil 4.9 c)). Yapılan çalışmada, elektrolit pH değerinin Ni-Co filmlerinin yüzey görünümü üzerindeki etkisi özetlenecek olursa, elektrolit pH değerinin düşmesinden kaynaklanan güçlü asidik çözeltilerden, daha pürüzsüz ve parlak yüzeylere sahip filmlerin elde edildiği bulunmuştur.

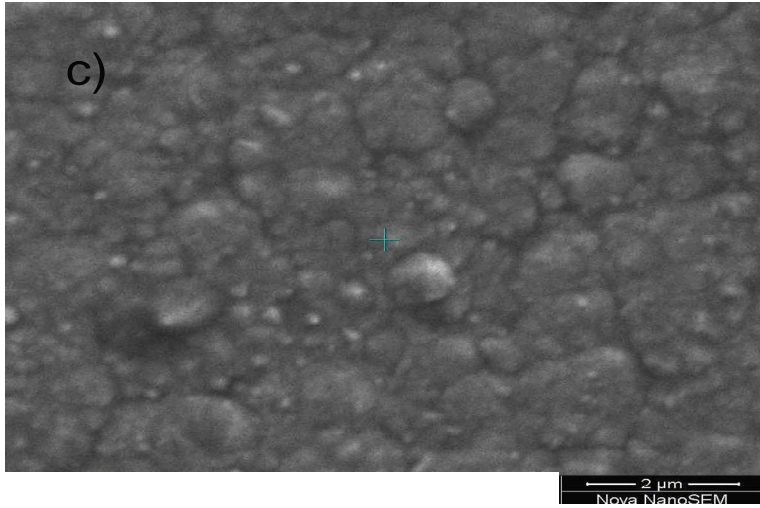
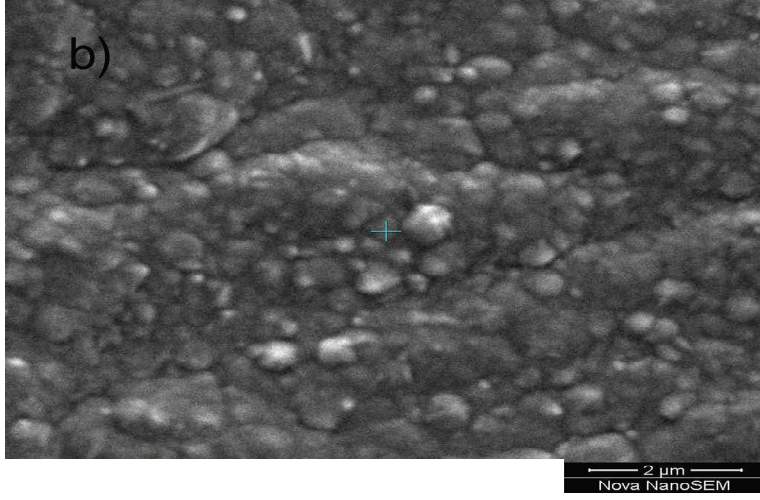
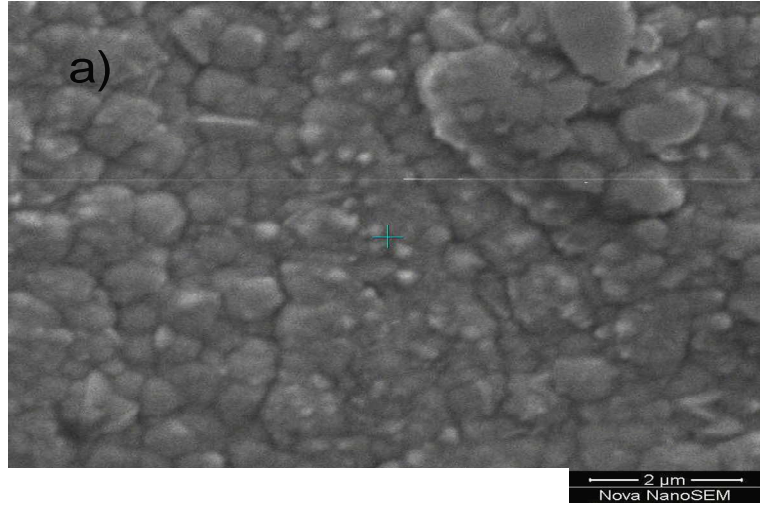


Şekil 4.9: Farklı elektrolit pH değerleri kullanılarak üretilen Ni-Co filmlerinin SEM görüntüleri a) 4.10 pH (% 60 at. Ni), b) 3.14 pH (% 43 at. Ni), c) 2.14 pH (% 43-50 at. Ni)

Film kalınlığının yüzey morfolojileri üzerindeki etkisinin araştırılması için aynı şartlarda büyütülen ancak farklı kalınlıklarda olan filmlerin SEM görüntüleri karşılaştırıldı. Şekil 4.10, farklı kalınlıklara sahip filmlerin SEM görüntülerini göstermektedir. Şekilden açıkça görüldüğü gibi film kalınlığı arttırıldığı zaman film yüzeyi daha pürüzsüz bir görünüme kavuşmakta ve katot yüzeyinden kaynaklanan yüzey engebeleri ve pürüzlülüğü azalmaktadır. Şekil 4.10 a)'da rahatlıkla gözlenebilen film üzerindeki mikroskobik delikler ve çizgilerin, film kalınlığının çok ince olmasından dolayı, filmin alttabaka yüzeyinden etkilenmesinden kaynaklandığı öngörülmektedir. Film yüzeylerinin görünümünü daha ayrıntılı olarak incelemek için Şekil 4.10'da gösterilen 1 µm, 2 µm ve 4 µm kalınlıklarına sahip filmlerin SEM görüntüleri on katı kadar büyütülmüş ve Şekil 4.11'de gösterilmiştir. Film yüzeylerinin, daha yakından çekilmiş bu görüntüleri incelendiğinde, tüm filmlerin hemen hemen aynı yüzey morfolojisine, yumrulu ve karnabahar yüzeyine benzer bir yapıya sahip olduğu bulunmuştur. Bu durum film kalınlığının değişmesi ile yüzey morfolojisinin değişmediği anlamına gelir. Film yüzey morfolojisinin değişmemesi, farklı kalınlıklarda filmler üretilirken depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı, filmlerin biriktirildiği alttabaka ve elektrolit konsantrasyonu gibi parametrelerin değişmemesinden kaynaklanabilir.

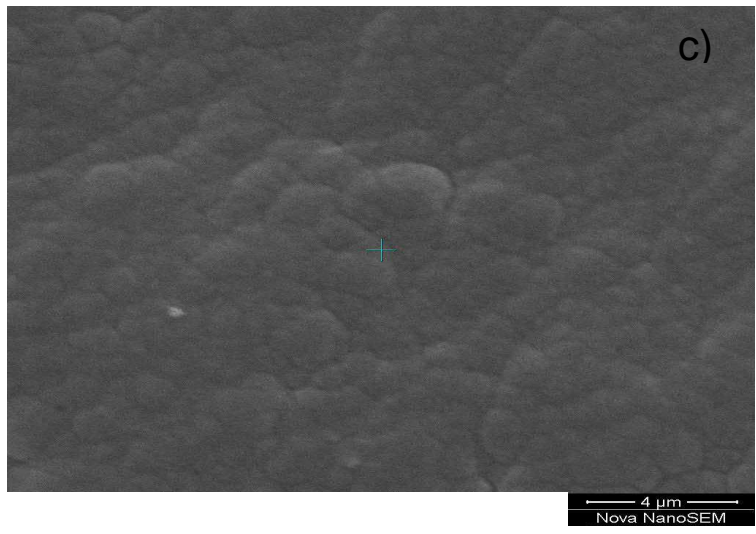
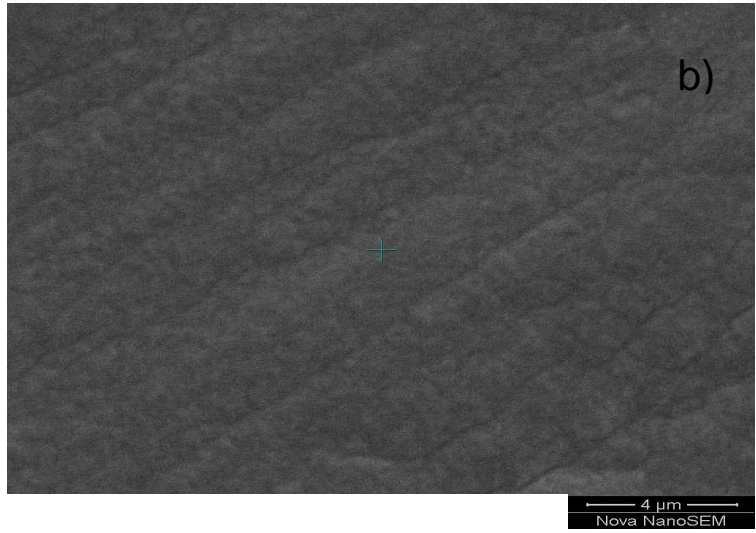
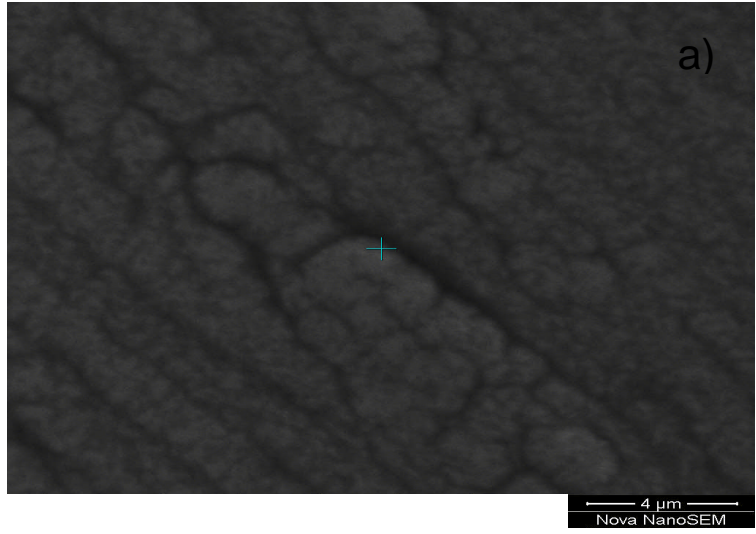


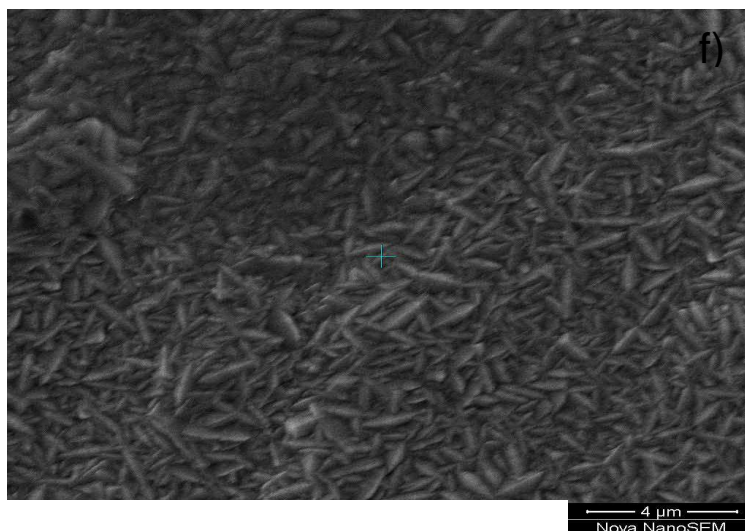
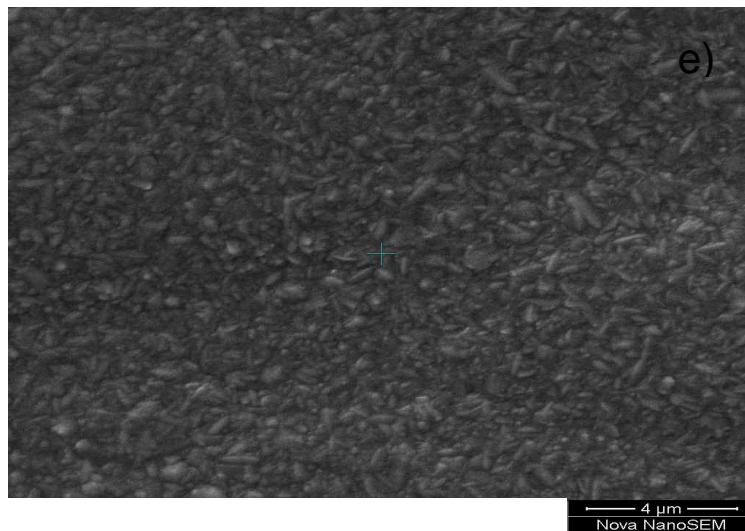
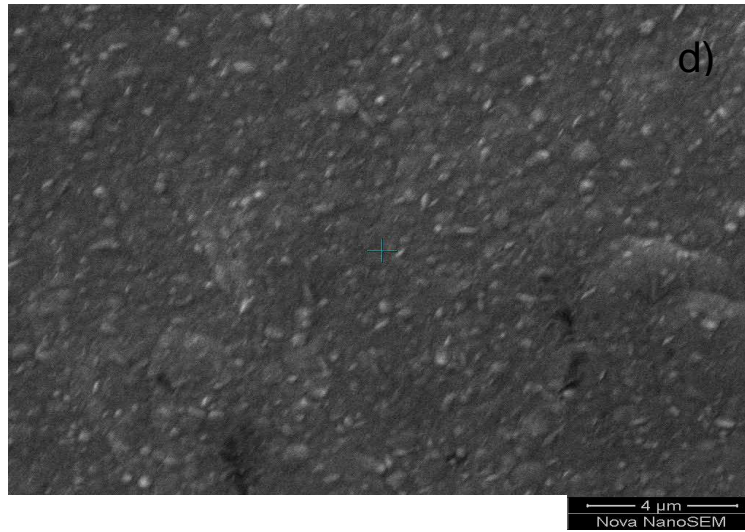
Şekil 4.10: Farklı kalınlıklarda üretilen Ni-Co filmlerinin SEM görüntüleri a) 1 µm (% 50 at. Ni), b) 2 µm (% 50 at. Ni), c) 4 µm (% 50 at. Ni)

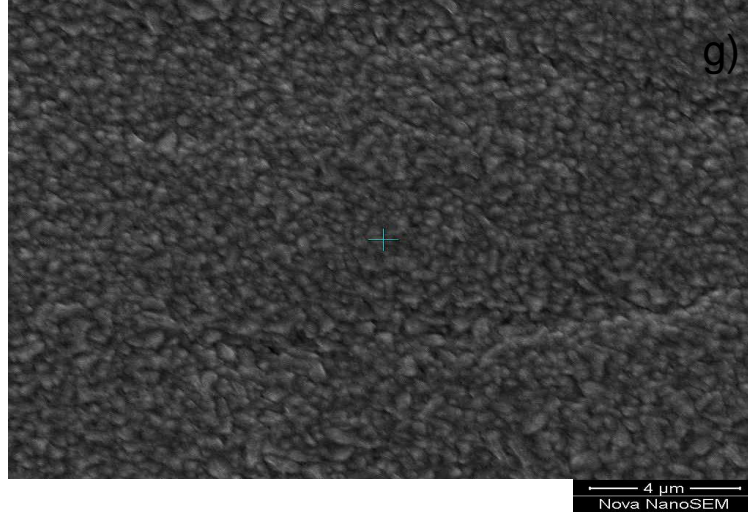


Şekil 4.11: Şekil 4.10'da gösterilen SEM resimlerinin daha yüksek mertebeli büyütmeyle sahip SEM görüntüleri a) 1 μm (% 50 at. Ni), b) 2 μm (% 50 at. Ni), c) 4 μm (% 50 at. Ni) kalınlıklarında

Elektrolit konsantrasyonunun filmlerin yüzey morfolojileri üzerine olan etkisi, farklı $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonları kullanılarak üretilen filmlerin SEM resimlerinin (Şekil 4.12) incelenmesi ile araştırıldı. Şekil 4.12 a)'da verilen SEM resmi incelendiği zaman üretilen saf nikel filminin oldukça pürüzsüz ve düz bir yüzeye sahip olduğu görülür. Elektrolit içerisindeki $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonuna paralel olarak film bileşimindeki Co miktarının artması, belli bir dereceye kadar film yüzeyinin görünümünü çok fazla etkilememiştir (bakınız Şekil 4.12 a) - Şekil 4.12 c)). Elektrodepozisyonla üretilen pürüzsüz ve düzgün yüzey morfolojilerine sahip saf nikel filmleri [69] çalışmasında da gözlenmiştir. Elektrolit bileşimindeki $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonu 0.15 M (CSKC3 elektroliti), dolayısıyla film bileşimindeki Co atomlarının içeriği de % 40 seviyesine arttırıldığı zaman, film yüzeyindeki pürüzsüz ve düz olan görünüm Şekil 4.12 d)'den de anlaşılacağı gibi yerini yavaş yavaş pürüzlü hale gelmeye başlayan bir görünüme bırakmıştır. Elektrolitteki $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonu kademeli olarak 0.25 M (CSKC4 elektroliti) ve 0.30 M (CSKC5 elektroliti) seviyesine (film bileşimindeki Co atomlarının içeriği ise sırasıyla % 58 ve % 64'e) arttırılmaya devam edildiğinde film yüzeyindeki yapı da daha fazla pürüzlenererek iğnemsî çakıl taşı döşenmiş bir yüzeyi andırmaya başlamıştır. Bu çakıl taşına benzeyen iğnemsî taneciklerin boyutlarının, Şekil 4.12 e) ve Şekil 4.12 f)'den de görüleceği gibi, artan $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonu ve filmlerin Co atom içerikleri ile beraber arttığını ifade etmek mümkündür. Elektrolitteki $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonu 0.35 M (CSKC6 elektroliti) ve film bileşimindeki Co atomlarının içeriği % 80 olduğunda çakıl taşı döşeli bir yapıyı andıran görünüm yerini, homojen dağılmış yaklaşık eşit boyutlu taneciklerden oluşan ve zımpara kağıdının pürüzlü yüzeyine benzeyen bir görünüme bıraktığı anlaşılmıştır (bakınız Şekil 4.12 g)). Farklı $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonları kullanılarak üretilen filmlerin SEM görüntüleri ile farklı depozisyon potansiyeli kullanılarak üretilen filmlerin SEM görüntüleri incelendiği zaman, birbirine yakın kimyasal bileşim oranlarına sahip olan filmlerin benzer yüzey morfolojisine sahip oldukları görülmüştür.







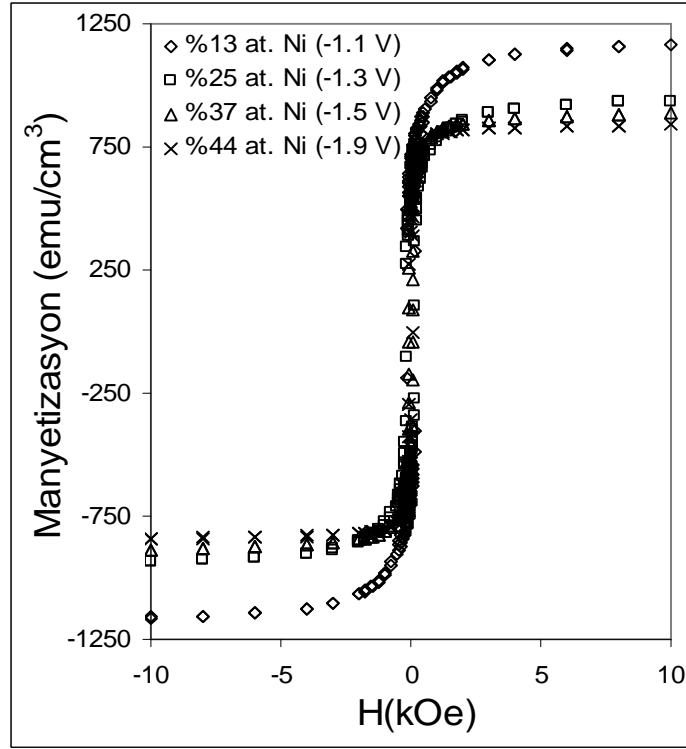
Şekil 4.12: Farklı $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonları kullanılarak üretilen filmlerin SEM görüntüleri a) 0.00 M (% 0 at. Co), b) 0.05 M (% 15 at. Co), c) 0.10 M (% 28 at. Co), d) 0.15 M (% 40 at. Co), e) 0.25 M (% 58 at. Co), f) 0.30 M (% 64 at. Co), g) 0.35 M (% 80 at. Co)

4.9 Ni-Co Filmlerinin Manyetik Analizi

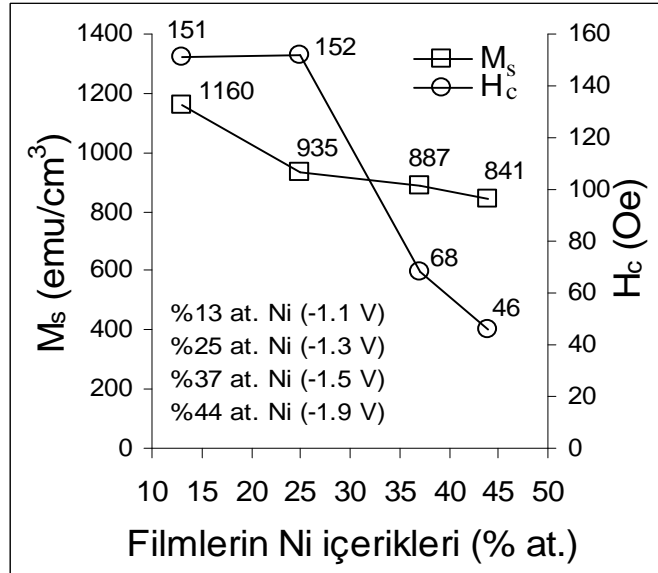
Ni-Co filmlerin manyetik özelliklerinin incelenmesi, farklı depozisyon potansiyelleri, farklı elektrolit pH değerleri, farklı film kalınlığı ve farklı Co konsantrasyon değerleri dikkate alınarak üretilmiş film serilerinin manyetik özelliklerinin incelenmesi ile yapıldı. Ölçümler titreşimli numune manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometer, VSM) yardımıyla, dairesel ve kare şekilde kesilmiş filmler üzerinde, manyetik alanı film düzlemine paralel ve dik yönde uygulayarak gerçekleştirildi. Analiz sonucunda, doyum manyetizasyonu, M_s ve koersivite, H_c , gibi manyetik özellikler yanı sıra manyetik bakımdan kolay eksen yönünün film düzlemine göre durumu tespit edildi. Filmlerin M_s değerleri, histeresis eğrilerinin doyum noktasındaki manyetik moment değerinin, ölçüm alınan numunenin hacmine bölünerek, birim hacimdeki manyetik moment değerinin hesaplanmasıyla elde edildi. Manyetik bakımdan kolay eksen yönüne ise manyetik alanın film düzlemine paralel ve dik yönde uygulanmasıyla elde edilmiş histeresis eğrilerinin karşılaştırılması ile karar verildi. Yapılan analiz sonucunda bahsedilen

manyetik özelliklerin yanında, paralel konum için filmlerin kalıcı manyetizasyonları M_r , remanens oranları, M_r/M_s ve M_s değerine ulaşıldığı anda uygulanan dış manyetik alan değerleri olan doyum alanı, H_s değerleri Tablo 4.8’de sergilenmiştir.

Farklı depozisyon potansiyelleri uygulanarak üretilmiş filmlerin histeresis eğrileri Şekil 4.13’te gösterilmiştir. Ayrıca, filmlerin M_s ve H_c değerlerindeki değişim de filmlerin Ni içeriklerinin bir fonksiyonu olarak Şekil 4.14’te çizilmiştir. Şekillerden görüldüğü üzere en yüksek M_s değeri en düşük depozisyon potansiyelinde (-1.1 V) üretilen ve en az Ni atomları içeren (% 13) filmde 1160 emu/cm^3 olarak tespit edilmiştir. Depozisyon potansiyelini -1.9 V değerine arttırdığımız zaman, filmlerdeki atomik Ni içeriği % 44 değerine ulaştığı için M_s değerinin kademeli olarak 841 emu/cm^3 değerine düştüğü görülür. Bunun nedeni, yapılan elementel analiz sonuçlarında da (Tablo 4.3) belirtildiği gibi, depozisyon potansiyelinin artması ile filmlerdeki Ni içeriğinin de düzenli bir şekilde artması ve Co içeriğinin azalmasıdır. Manyetik malzemelerin sahip oldukları M_s değerleri başlıca, onları oluşturan elementlerin özellikleri tarafından belirlenir ve her malzemenin kendine özgü bir özelliğidir. Ayrıca M_s değeri hacimli (bulk) Co atomları için 1420 emu/cm^3 , hacimli Ni atomları için ise 480 emu/cm^3 olarak tespit edildiği [33] çalışmasında belirtilmiştir. Bu çalışma kapsamında, Ni-Co alaşımları için bulunan M_s değerlerinin belirtilen bu değerler arasında olması (bakınız Tablo 4.8), film içerikleri ile (bakınız Tablo 4.3) M_s değerlerinin uyumlu olduğunu göstermektedir. Filmlerin H_c değerlerinin, depozisyon potansiyelinin -1.1 V’tan -1.9 V değerine, dolayısıyla filmlerdeki atomik Ni yüzdesinin % 13 ten % 44 değerine çıkartılması ile 152 Oe ($\pm 1 \text{ Oe}$) ve 46 Oe ($\pm 1 \text{ Oe}$) arasında değiştiği görülür. H_c değerlerinden açıkça anlaşılıyor ki yüksek potansiyelde depozit edilen Ni-Co filmler, artan Ni içeriğiyle beraber H_c ’nin azalması ile filmlerin yumuşak manyetik özellikleri arttığı için daha kolay manyetize edilebilirler. Burada, farklı depozisyon potansiyeli dikkate alınarak incelenen filmlerin manyetik analiz sonuçları [69] çalışmasında bulunan M_s ve H_c ’nin film içeriğine olan bağımlılığı ile uyum içerisinde.

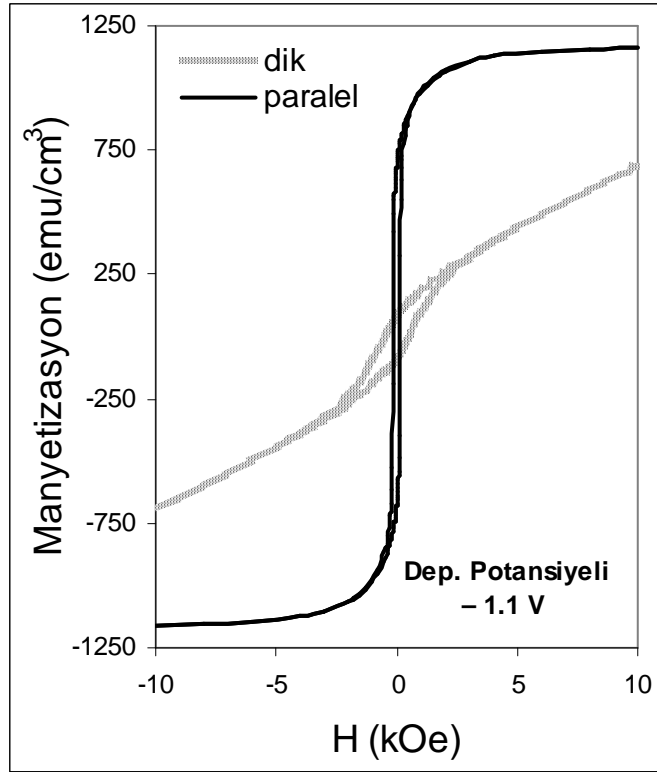


Şekil 4.13: Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen filmlerin histeresis eğrileri



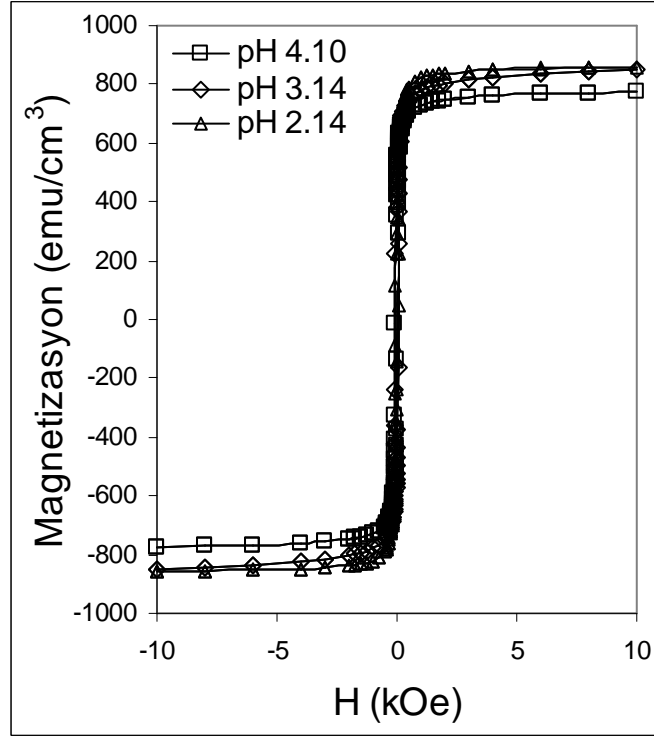
Şekil 4.14: Farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen Ni-Co filmleri için M_s ve H_c değerlerinin filmlerin Ni içeriğine bağlı olarak değişimi

Şekil 4.13'te gösterilen ve film düzlemine paralel olarak uygulanan manyetik alan ile elde edilen histeresis eğrilerinin yanı sıra, tüm filmler için film düzlemine dik yönde uygulanan manyetik alan yardımıyla elde edilen histeresis eğrileri de incelenmiştir. Bunun sonucunda farklı depozisyon potansiyellerinde büyütülen Ni-Co filmlerinin manyetik bakımdan kolay eksen yönü tespit edilmiştir. İncelenen tüm dik ve paralel histeresis eğrileri aynı özellikte olduğu için Şekil 4.15'te, bu histeresis eğrilerine örnek olarak sadece -1.1 V' ta üretilen film için elde edilen eğriler verilmiştir. Böylece M_r ve H_c gibi özelliklerin daha iyi karşılaştırılmasına imkan sağlanacaktır. Şekilden de açıkça görüldüğü gibi film düzlemine paralel yönde manyetik alan uygulanarak elde edilmiş histeresis eğrisi, dik yönde manyetik alan uygulanarak elde edilmişe kıyasla daha yüksek M_r değerine ve daha düşük H_c değerine sahiptir. Bu yüzden manyetizasyonun kolay eksen yönünün film düzlemine paralel olduğu anlaşılır. Daha önce yapılan [38] çalışmasında da incelenen filmler için aynı nedenlerden dolayı manyetizasyonun kolay eksen yönünün film düzlemine paralel olduğu bulunmuştur.



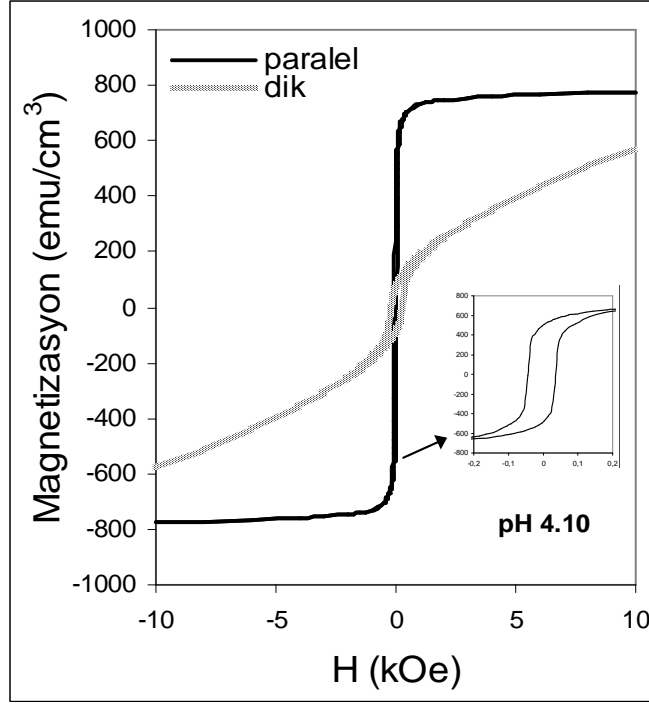
Şekil 4.15: Depozisyon potansiyeli -1.1 V olan filmin düzlemine paralel ve dik yönde manyetik alan uygulayarak elde edilmiş histeresis eğrileri

Farklı pH değerlerine sahip elektrolitlerden üretilen filmlerin VSM ile gerçekleştirilen ölçümlerinden elde edilen histeresis eğrileri Şekil 4.16'da gösterilmiştir. pH değeri 4.10 olan elektrolitten üretilen filmin M_s değeri 775 emu/cm^3 olarak bulunmuştur. Elektrolit pH'ı 3.14 değerine azaltıldığında filmin sahip olduğu atomik içerikten dolayı M_s , 855 emu/cm^3 civarına ulaşmış ve 2.14 pH için yine filmdeki Ni ve Co atomlarının miktarlarından dolayı (bakınız Tablo 4.3) hemen hemen aynı değerde sabit kalmıştır. Bu yüzden düşük pH değerlerinde üretilen filmlerin daha yüksek M_s değerine sahip olduğu anlaşılabilir. Bunun nedeni farklı potansiyellerde üretilen filmler incelenirken açıklanan hacimli Co ile hacimli Ni atomlarının sahip olduğu M_s değerleridir. EDX analizinden de görüldüğü gibi elektrolit pH değerinin düşmesi filmlerin Co miktarlarının artmasına, bu da M_s değerlerinde bir artışa neden olmuştur. Filmlerin M_s değerlerindeki değişime benzer bir değişim filmlerin H_c değerlerinde gözlenmiştir. H_c değeri 4.10 pH değerine sahip elektrolitten üretilen film için $\sim 40 \text{ Oe}$ olarak bulunurken, 3.14 ve 2.14 pH değerlerine sahip elektrolitten üretilen filmler için $\sim 47 \text{ Oe}$ olarak bulunmuştur. Bu sonuç, düşük elektrolit pH değerlerine sahip elektrolitlerden üretilen filmlerin, yüksek pH değerlerinde üretilenlere kıyasla daha zor manyetize olacağı, dolayısıyla manyetik bakımdan daha sert malzemeler olduğu anlamına gelmektedir. Filmlerin bileşimine uygun olarak M_s değerlerinin bu eğilimleri [69] çalışmasında rapor edilen sonuçlarla benzerlikler göstermektedir.



Şekil 4.16: Farklı pH değerlerine sahip elektrolitlerden üretilen filmlerin histeresis eğrileri

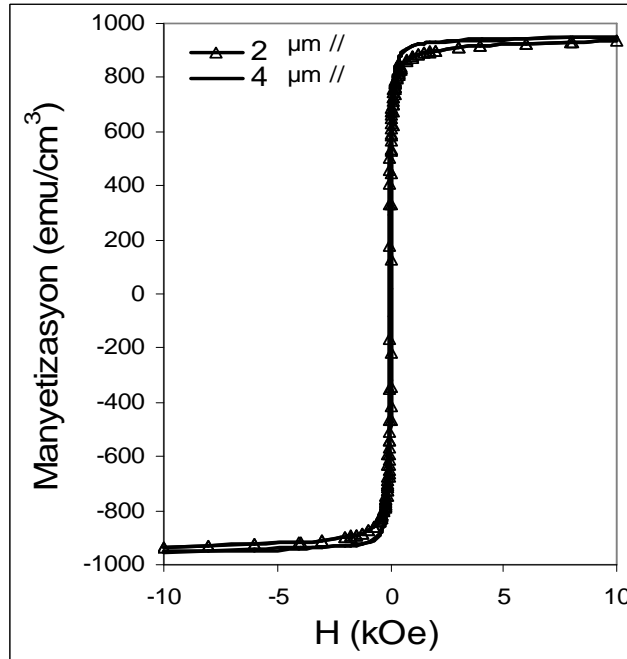
Filmlerin manyetik bakımdan kolay eksen yönlerini tespit etmek için farklı depozisyon potansiyellerinde üretilen filmlerde uygulanan analizler gerçekleştirilmiştir. Örnek olarak seçilen, 4.10 pH değeri kullanılarak üretilen filmin hem dik hem de paralel histeresis eğrileri Şekil 4.17’de verilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi film düzlemine paralel yönde manyetik alan göndererek elde edilmiş histeresis eğrisi daha yüksek M_r değerine ve daha düşük H_c değerine sahip olduğu için, manyetizasyonun kolay eksen yönünün film düzlemine paralel olduğu bulunur.



Şekil 4.17: pH değeri 4.10 olan elektrolitten depozit edilen filmin düzlemine paralel ve dik yönde manyetik alan uygulayarak elde edilmiş histeresis eğrileri

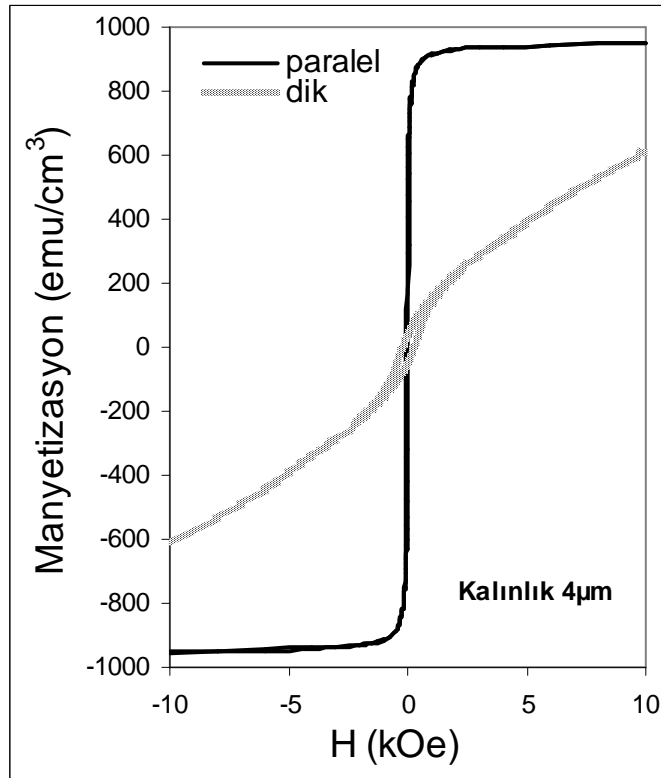
Farklı kalınlıklara sahip filmlerin histeresis eğrileri Şekil 4.18’de gösterilmiştir. Farklı depozisyon potansiyeli ve elektrolit pH değerleri dikkate alınarak üretilmiş filmlerin manyetik analizi gerçekleştirilirken, M_s değerlerinin filmlerin kendilerine özgü bir özelliği olduğu ve başlıca filmlerin atomik içeriklerinden etkilendiği vurgulanmıştır. Kalınlık etkisi dikkate alınarak üretilmiş olan filmlerin M_s değerleri incelendiğinde film bileşimine olan bağımlılığın devam ettiği görülür. EDX analizine göre 2 μm ve 4 μm kalınlıklı filmler yaklaşık % 50 oranında Ni ve Co atomları içerdiği için M_s değerleri de yaklaşık aynı değerde ve 940 emu/cm^3 olarak hesaplanmıştır. Kalınlığının farklılaşmasına bağlı olarak film içeriğinde önemli bir değişme olmamasından dolayı M_s değerlerinin de hemen hemen aynı olması [75] çalışmasında da rapor edilmiştir. Kalınlıkları 1 μm , 2 μm ve 4 μm filmlerin H_c değerleri sırasıyla 52 Oe, 44 Oe ve 37 Oe olarak bulunmuştur. Choi ve arkadaşları [76] daha önce yapmış oldukları çalışmalarında elektrodepozisyon ile üretilmiş filmlerin H_c değerlerinin, filmlerin yapısal analizlerinden belirlenen tercihli yönelim geçişleri ile yakından ilişkili olduğunu belirtmişlerdir. Filmlerin kristal yapı analizi bölümünde daha önce belirtildiği gibi film kalınlığı 1 μm ’ den 4 μm ’ ye arttırıldığı

zaman sahip olunan tercihli yönelim de (111)' den (220)' a geçiş yapmaktadır. 1 μm , 2 μm ve 4 μm kalınlıklı filmler için sırasıyla, (111) yönelimlerinin yönelim katsayıları 1.44, 0.52 ve 0.28, (220) yönelimlerinininkiler ise 1.07, 2.04 ve 2.38 olduğu Bölüm 4.7.3'te belirtilmişti. Filmlerin yönelim katsayıları da dikkate alındığı zaman H_c 'nin, artan kalınlık ile beraber (111) yöneliminin yönelim katsayılarının azalması ve (220) yöneliminin katsayılarının artması ile beraber kademeli olarak azaldığı görülür. Bu yüzden, film kalınlığının değişmesi, Ni-Co filmlerinin yapısal tercihli yönelimini ve dolayısıyla H_c değerlerini etkilediği söylenebilir. H_c değerlerinin filmlerin tercihli yönelimlerine bağlı olduğu [16] çalışmasında belirtilmiştir. Kalınlığın 1 μm ' den 4 μm ' ye artmasıyla beraber H_c değerlerinin 52 Oe değerinden 37 Oe değerine azalması, artan kalınlıkla beraber filmin yumuşak manyetik özelliklerinin arttığına işaret eder. Ayrıca Bölüm 2.2.2'de verilen yumuşak ve sert manyetik malzemelerin H_c değerlerine göre sınıflandırılması dikkate alındığında (12.6 Oe' ten daha düşük H_c değerleri yumuşak, 126 Oe' ten daha yüksek H_c değerleri sert manyetik malzemeler [33]), incelenen Ni-Co filmlerinin yumuşak manyetik malzemeler sınıfına daha yakın olduğu bulunur. Bu tespit, H_c değeri ile yumuşak manyetik malzemeler ilişkisi açısından [76] çalışmasında tespit edilen sonuç ile uyum içindedir.



Şekil 4.18: Farklı kalınlıklarda üretilen filmlerin histeresis eğrileri

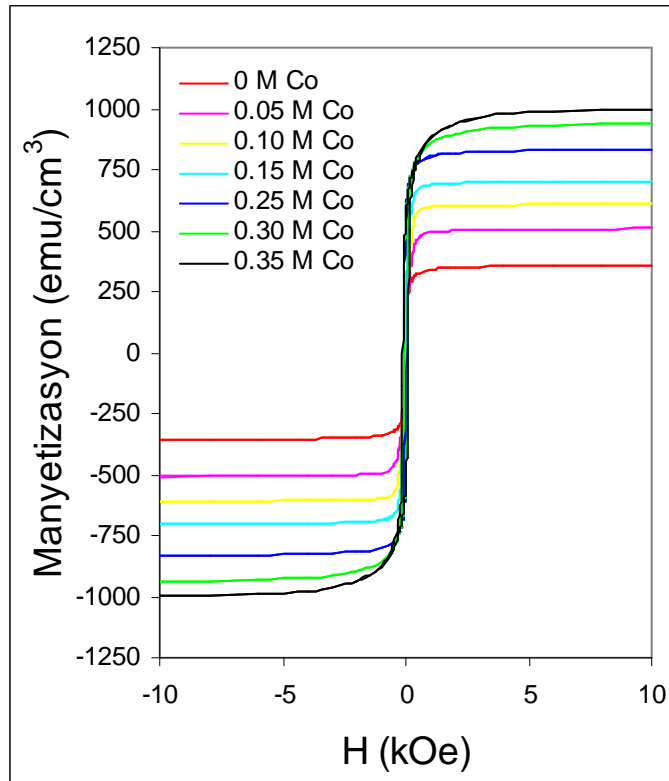
Farklı kalınlıklı filmlerin manyetik bakımdan kolay eksen yönünün tespiti için, daha önceki film serileri için yapılan analizler yapılmıştır. Buna göre, manyetizasyonun kolay eksen yönünün film düzleminde (film düzlemine paralel) olduğu tespit edilmiştir. Kolay eksen yönünün karar verilmesi için 4 µm kalınlıklı filmde elde edilen histeresis eğrileri kullanılmış ve Şekil 4.19’da gösterilmiştir.



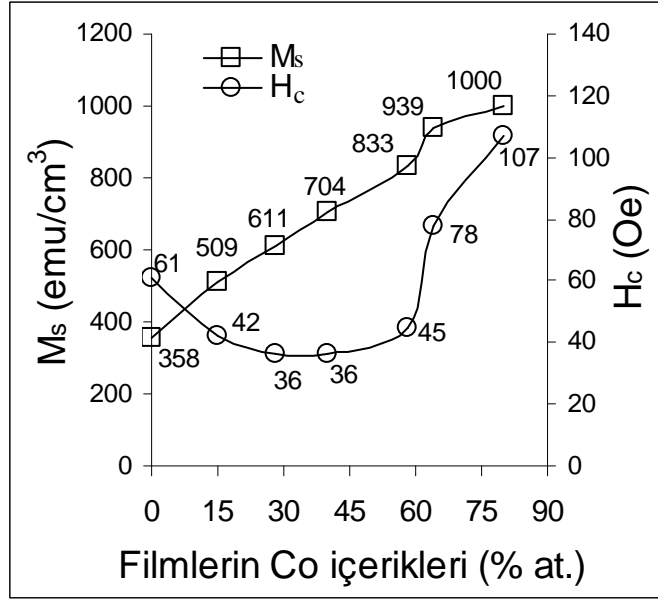
Şekil 4.19: Kalınlığı 4 µm olan filmin düzlemine paralel ve dik yönde manyetik alan uygulayarak elde edilmiş histeresis eğrileri

Elektrolitteki 0.40 M $\text{Ni}(\text{SO}_3 \cdot \text{NH}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ve 0.20 M H_3BO_3 sabit kalmak üzere, $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonunun 0.00 M - 0.35 M arasında 0.05 M aralıklarıyla değiştirilmesiyle (bakınız Tablo 4.1) üretilen filmlerin histeresis eğrileri Şekil 4.20’de verilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi elektrolitin içerdiği Co konsantrasyonunun artmasına paralel olarak artan atomik Co içeriği, M_s değerlerinde de bir artışa sebebiyet vermiştir [69]. Atomik olarak % 80 Co içeren filmin M_s

değerinin 1000 emu/cm^3 değerine kadar çıktığı gözlenmiştir. Co içermeyen elektrolitten üretilen saf Ni filminin M_s değerinin ise 358 emu/cm^3 olduğu bulunmuştur. Bu değer M_s değeri 480 emu/cm^3 [33] olan hacimli Ni yapısı için bilinen değer altındadır. Bunun nedeni çalışmada üretilen malzemelerin yapısının, hacimli yapıdan çok film yapısına daha yakın olması olabilir. Serideki tüm filmler için, M_s ve H_c değerlerinin filmlerin Co içeriğine bağlı olarak değişimi Şekil 4.21’de verilmiştir. H_c değerleri incelendiğinde, film içeriğindeki atomik Co miktarının % 0 dan % 80’e artmasıyla beraber H_c değerlerinin 61 Oe değerinden 36 Oe değerine azaldığı ve bu değerde minimum yaparak 107 Oe değerine kadar tekrar artış gösterdiği görülmektedir. Film bileşimindeki Co yüzdesine bağlı olarak, H_c ’nin belirli bir değerden başlayarak azalması ve minimum bir değere inip tekrar artış göstermesi, Ni-Co alaşımlarının incelendiği [69] çalışmasında sunulan sonuçlar ile paralellik göstermektedir.

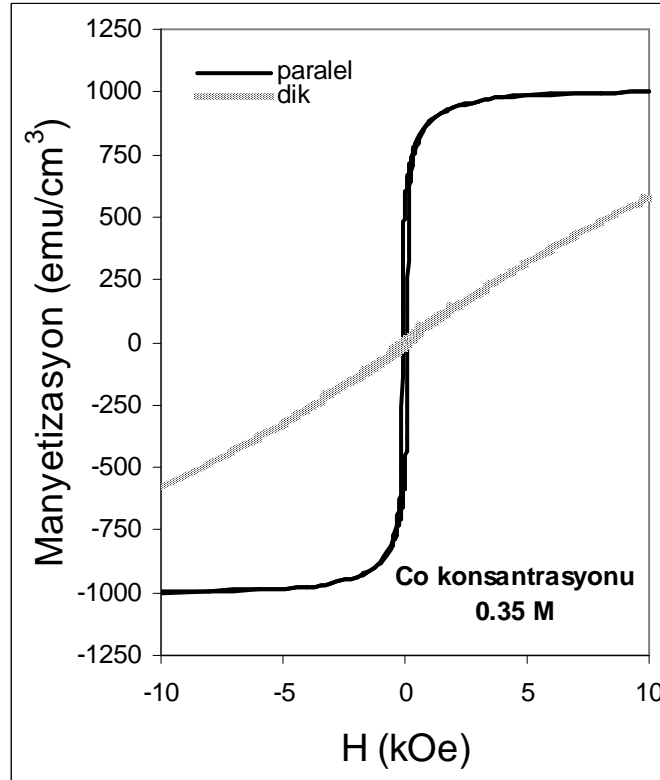


Şekil 4.20: Farklı $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonları kullanılarak üretilen filmlerin histeresis eğrileri, (CSKC-0.00 M, CSKC1-0.05 M, CSKC2-0.10 M, CSKC3-0.15 M, CSKC4-0.25 M, CSKC5-0.30 M, CSKC6-0.35 M)



Şekil 4.21: Farklı $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ konsantrasyonları kullanılarak üretilen filmler için M_s ve H_c değerlerinin filmlerin Co içeriğine bağlı olarak değişimi, 0.00 M (% 0 at. Co), 0.05 M (% 15 at. Co), 0.10 M (% 28 at. Co), 0.15 M (% 40 at. Co), 0.25 M (% 58 at. Co), 0.30 M (% 64 at. Co), 0.35 M (% 80 at. Co)

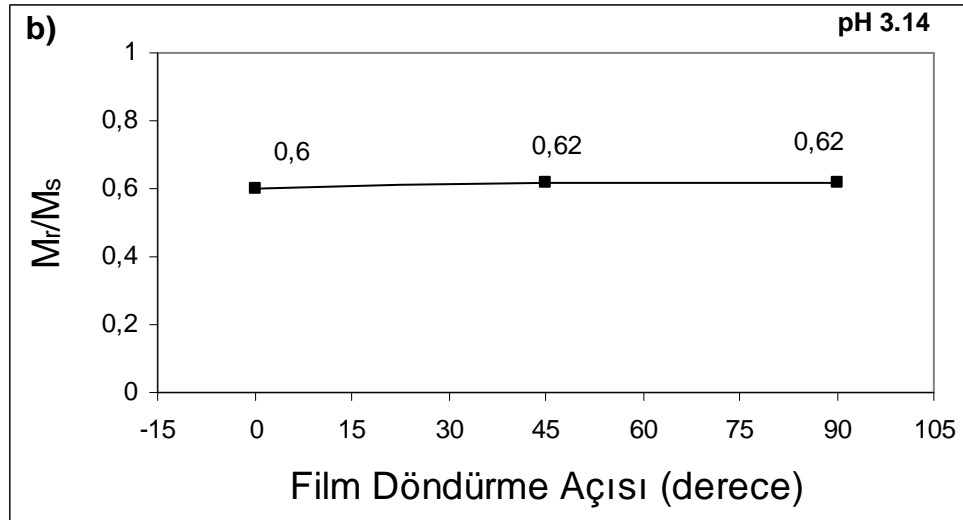
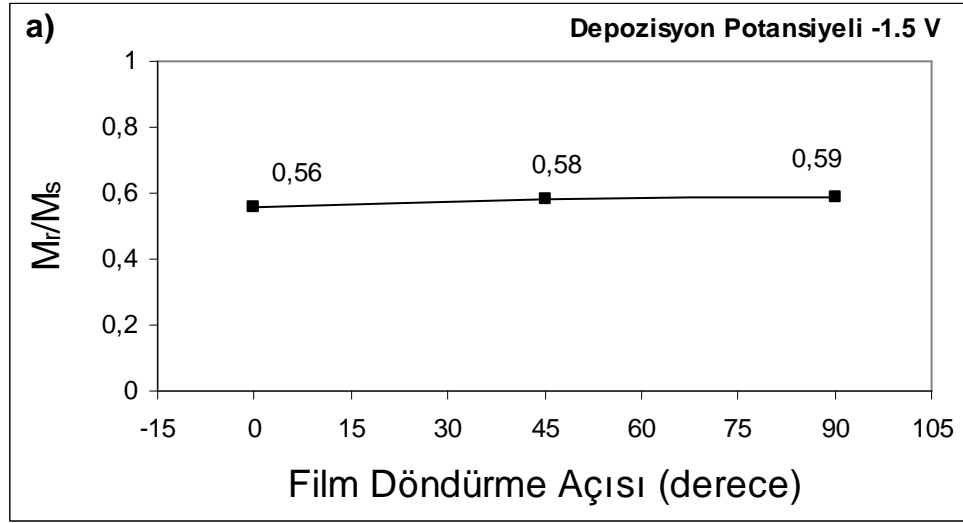
Farklı konsantrasyonlarda Co içeren elektrolitlerden üretilen filmlerin manyetik bakımdan kolay eksen yönünün tespiti için, CSKC6 elektrolitinden üretilen filmin Şekil 4.22’de gösterilen histeresis eğrilerinden yararlanılmıştır. Yapılan inceleme sonucunda daha önceki ilgili kısımlarda açıklanan nedenlerden dolayı manyetizasyonun kolay eksen yönünün film düzlemine paralel olduğu tespit edilmiştir.

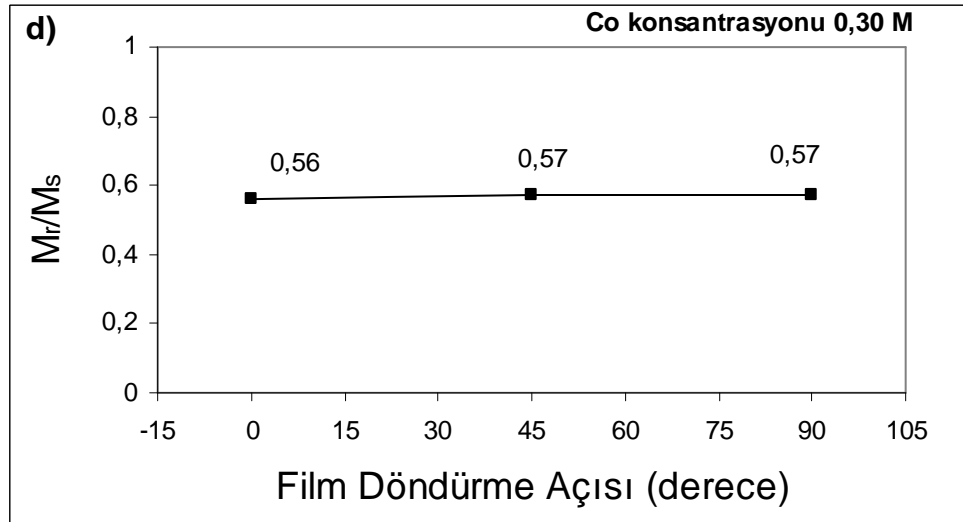
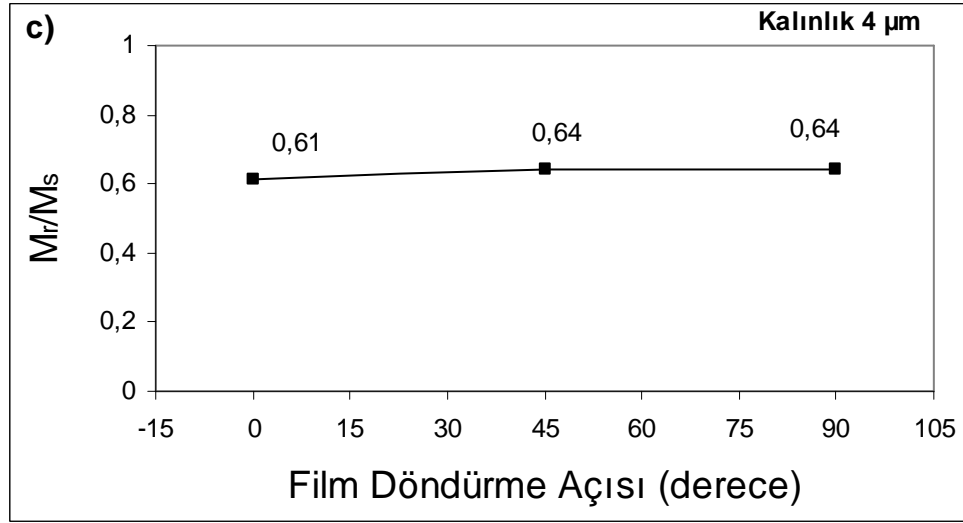


Şekil 4.22: Co konsantrasyonu 0.35 M olan elektrolitten üretilen filmin düzlemine paralel ve dik yönde manyetik alan uygulayarak elde edilmiş histeresis eğrileri

Manyetik olarak filmlerin izotropik veya anizotropik davranışı tespiti, kare şeklinde kesilmiş filmlerde, manyetik alanın film düzlemine paralel olduğu pozisyonda, filmleri 0° , 45° ve 90° döndürüp M_r/M_s değerleri dikkate alınarak belirlendi. Şekil 4.23, farklı üretim parametrelerinde üretilmiş filmler için, M_r/M_s değerlerinin farklı açılara karşılık çizilen grafiklerini, her seriden sadece bir film

olacak şekilde göstermiştir. Tüm filmlerin grafiklerinden aynı sonuçlara varılması, her seriden sadece bir filmin örnek olarak verilmesinin nedenidir. Şekilden de açıkça görüldüğü gibi kare biçiminde kesilmiş filmlerde, film döndürme açlarına bağlı olarak M_r/M_s değerleri hemen hemen sabit kalmıştır. Bu durum filmlerin kare şeklinde kesilmelerine rağmen şekil anizotropisinden etkilenmediğini ve manyetik açıdan izotropik olduğunu gösterir.





Şekil 4.23: Kare şeklinde kesilmiş filmler için, farklı açılara karşılık çizilen M_r/M_s değerlerinin grafikleri, a) Depozisyon potansiyeli -1.5 V, b) Elektrolit pH'ı 3.14, c) Kalınlık 4 μm , d) Co konsantrasyonu 0.30 M

Yapılan manyetik analiz sonucunda, film bileşimindeki Ni ve Co miktarlarının yapısal özellikleri etkilediği gibi manyetik özellikleri de önemli ölçüde etkilediği bulunmuştur. Elektrodpozisyon tekniğiyle üretilen malzemelerin birçok önemli özelliklerinin başlıca, filmi oluşturan yapıların cinsine ve film içerisindeki oranlarına bağlı olduğu [14,69,77,78] gibi birçok çalışmada vurgulanmıştır. Bununla birlikte, filmlerin yapısal analizi sonucunda hesaplanan yönelim katsayılarının ve bu

katsayılar yardımıyla tespit edilen tercihli yönelimlerinin, H_c değerleri üzerinde bir etkisinin olduğu belirtilmiştir.

Tablo 4.8: Ni-Co filmlerinin manyetik analizinin sonuçları (Manyetik alan film düzlemine paraleldir.)

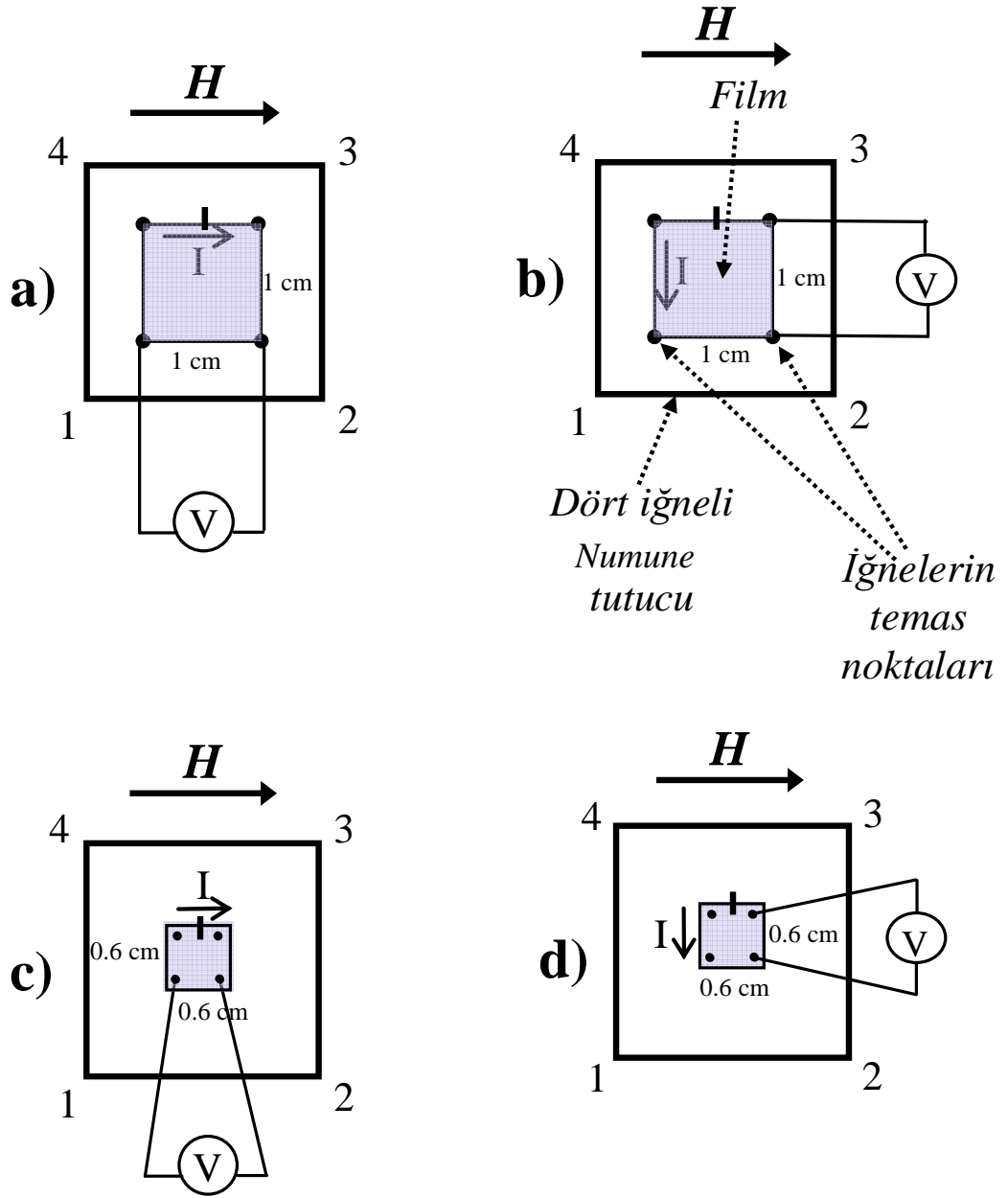
Filmlerin Üretim Özellikleri		Manyetik Özellikler				
		M_s (emu/cm ³)	H_c (Oe)	M_r (emu/cm ³)	M_r/M_s (paralel)	H_s (Oe)
Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	1160	151	680	0.59	2961
	-1.3	935	152	512	0.55	3206
	-1.5	887	68	546	0.62	1928
	-1.9	841	46	526	0.63	932
Elektrolit pH'ı	4.10	775	40	491	0.63	1189
	3.14	855	47	515	0.60	2564
	2.14	855	47	387	0.45	882
Kalınlık (μm)	1	-	52	-	-	1907
	2	940	44	505	0.54	1457
	4	940	37	521	0.55	715
Co Konsantrasyonu (M)	0	358	61	215	0.60	1022
	0.05	509	42	137	0.27	728
	0.10	611	36	141	0.23	540
	0.15	704	36	204	0.29	534
	0.25	833	45	550	0.66	714
	0.30	939	78	545	0.58	1789
	0.35	1000	107	550	0.55	2519

4.10 Ni-Co Filmlerinin Manyetorezistans Analizi

Yapılan çalışmada Ni-Co filmlerinin MR analizi gerçekleştirilirken ayrıntılı bir karakterizasyon işleminin ortaya koyulması amaçlanmıştır. AMR ve DHE analizinin gerçekleştirilmesi için dört farklı durumun MR özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Birincisi, filmlerin boyutlarının AMR değerleri üzerindeki etkisinin incelenmesidir. Bu sebeple, kare şeklinde ancak iki farklı boyuta sahip Ni-Co filmlerinin AMR ölçümleri gerçekleştirilmiş ve sonuçları kaydedilmiştir. Daha sonra MR değişiminin ve büyüklüğünün manyetik alan ile uygulanan elektrik akımı arasındaki açığa bağımlılığı incelenmiştir. DHE ölçümlerinin karakterize edildiği üçüncü durum ise filmin kollarındaki elektriksel direnç değerleri ile film konumunun MR özellikleri üzerindeki etkisinin incelenmesi olmuştur. Son olarak dördüncü durumda, numune tutucu üzerinde film sabit olarak tutulmuş ve filmi tutan numune tutucunun konumu değiştirilerek, üçüncü durumda elde edilen sonuçlar doğrulanmıştır. Yapılacak tüm MR ölçümleri için, yukarıda anlatılan sıraya uygun olarak Şekil 4.24, Şekil 4.30, Şekil 4.32, Şekil 4.39'da belirtilen bağlantı durumları kullanılmıştır.

4.10.1 Farklı Boyutlardaki Kare Filmlerde Anizotropik Manyetorezistans (Boyuna ve Enine Manyetorezistans) İncelemesi

Kare şeklindeki filmlerin farklı boyutlarındaki boyuna manyetorezistans (BMR) ve enine manyetorezistans (EMR) değerleri, Şekil 4.24'te temsili olarak çizilen bağlantı durumlarının uygulanması ile incelenmiştir. Tüm parametreler için Şekil 4.24 a) ve Şekil 4.24 b)'de gösterildiği gibi daha büyük (1.0 cm^2) yüzey alanına sahip filmlerin paralel ve dik ölçümleri gerçekleştirilerek BMR ve EMR değerleri kaydedilmiştir. Daha sonra yüzey alanı küçük olan filmlerin ($0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$) Şekil 4.24 c) ve Şekil 4.24 d)'de belirtilen bağlantı koşulları sağlanmıştır.

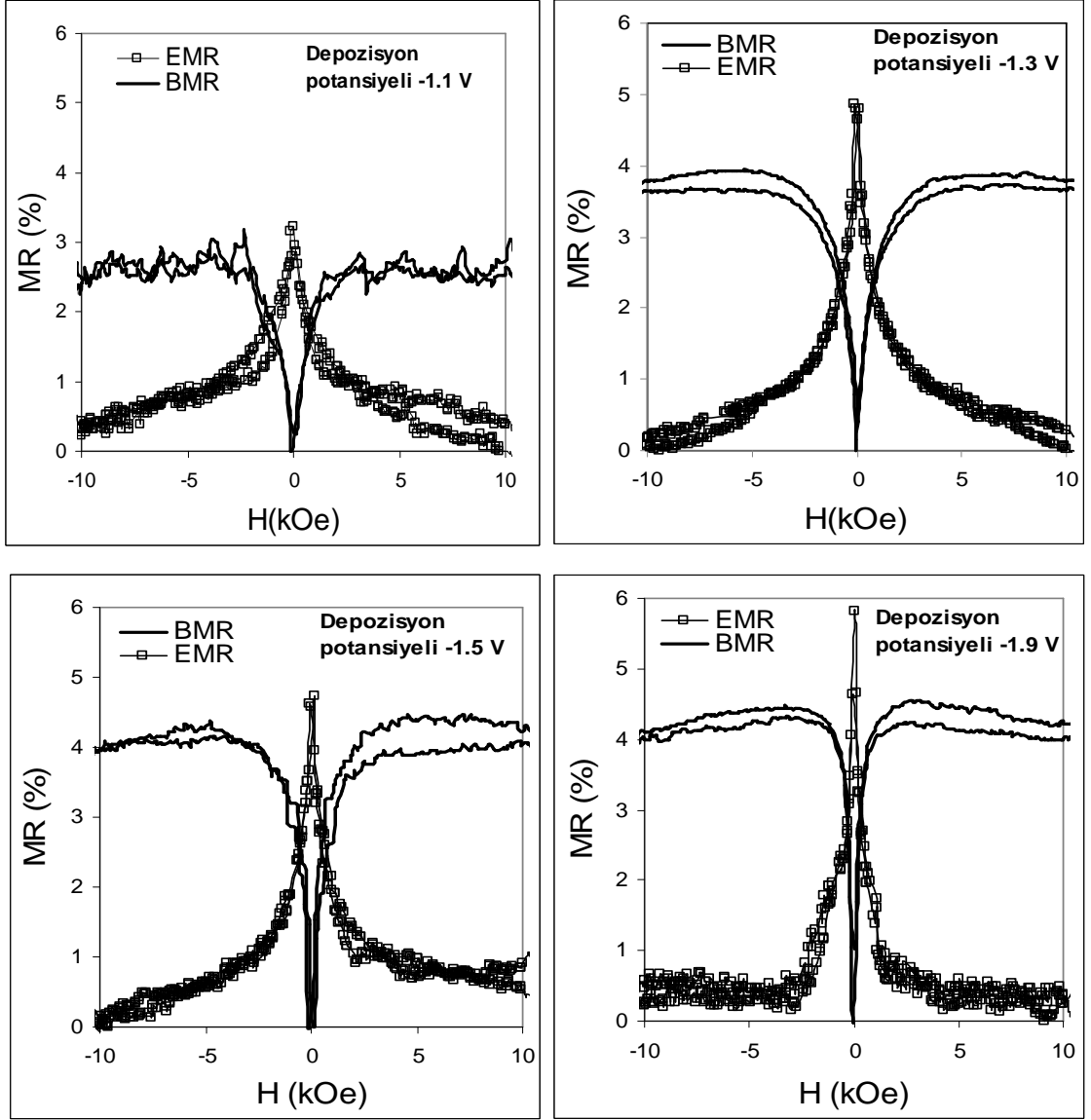


Şekil 4.24: Farklı film boyutunun MR değişimi üzerindeki etkisinin incelenmesinde kullanılan bağlantıların temsili gösterimi a) $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ BMR b) $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ EMR c) $0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$ BMR d) $0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$ EMR

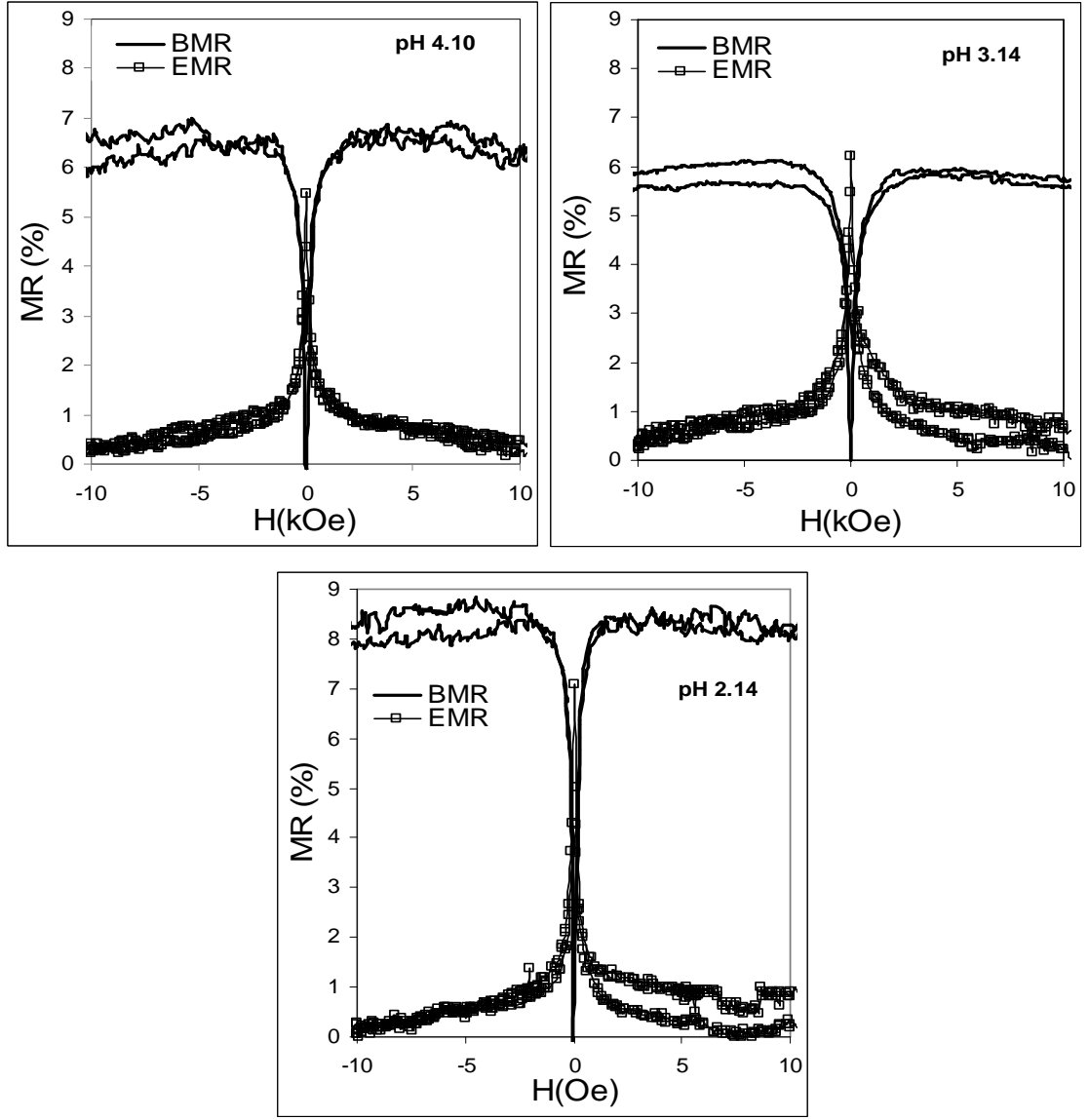
Elde edilen sonuçlar çerçevesinde boyutunun ne olduğu dikkate alınmaksızın, tüm filmlerin AMR özelliğine sahip olduğu bulunmuştur. Bu yargıya varılmasındaki sebep, Şekil 4.24 a) veya Şekil 4.24 c)'deki gibi manyetik alana paralel yönde elektrik

akımı uygulandığında artan manyetik alan şiddeti ile artan, Şekil 4.24 b) veya Şekil 4.24 d)'deki gibi manyetik alana dik yönde elektrik akımı uygulandığında, artan manyetik alan şiddeti ile azalan MR değerlerinin meydana gelmesidir.

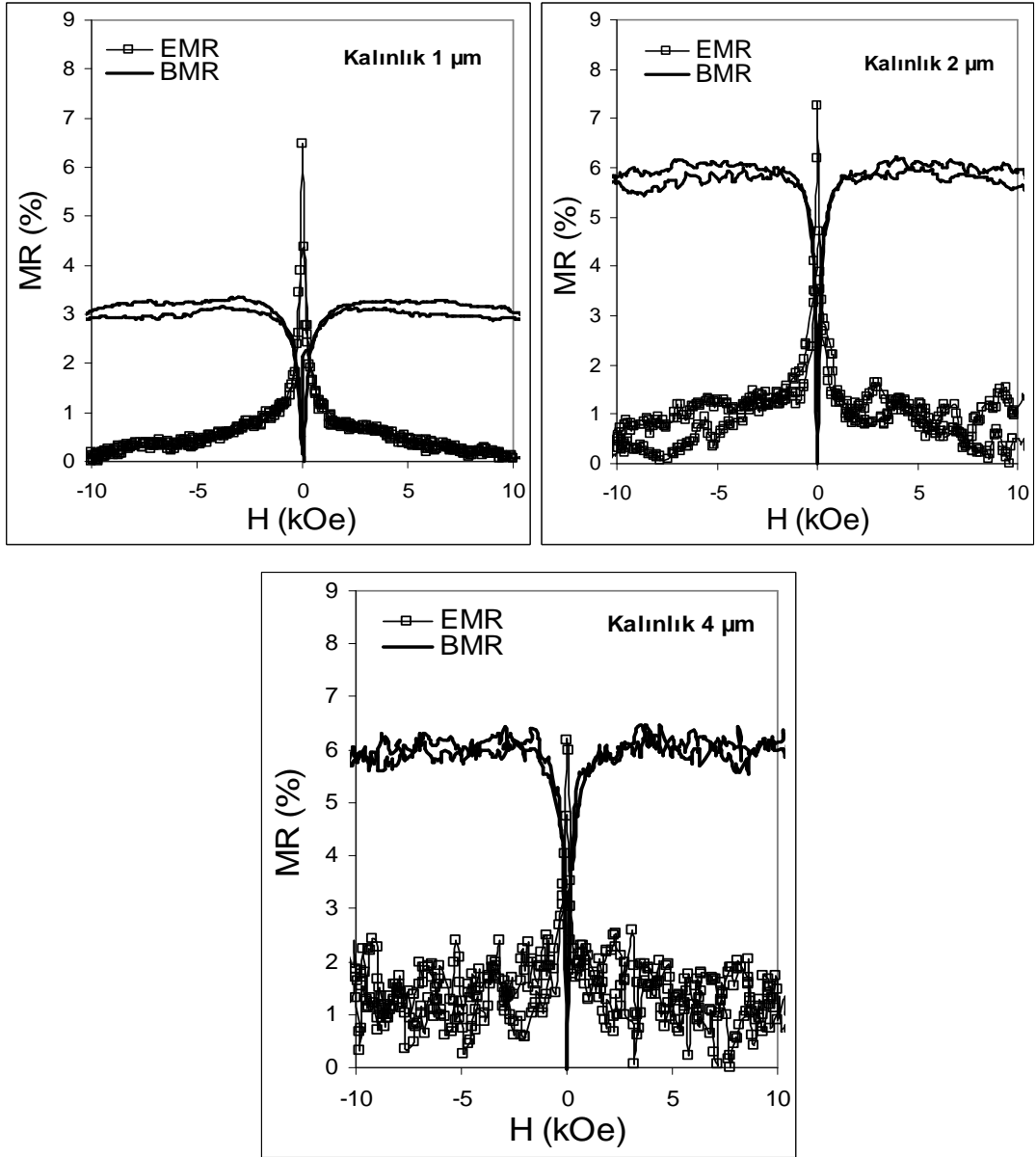
Yüzey alanı $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ olan filmlerin grafikleri, Şekil 4.25, Şekil 4.26, Şekil 4.27 ve Şekil 4.28'de sunulmuş ve gözlenen AMR değişimleri görsel olarak ifade edilmiştir. Farklı depozisyon potansiyelleri kullanarak üretilen $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ yüzey alanına sahip filmlerin Şekil 4.25'te gösterilen AMR grafikleri incelendiğinde, depozisyon potansiyelinin artmasıyla beraber BMR ve EMR değişimlerinde bir artışın olduğu görülmektedir. Buna göre filmlerin BMR ve EMR değişimleri sırasıyla yaklaşık % 2.5'ten % 4.3'e ve % 3.4'ten % 5.8'e kadar artmıştır. Bu durum, farklı üretim parametrelerinde üretilen filmlerin farklı boyutlarındaki BMR ve EMR değerlerini listeleyen Tablo 4.9'da daha açık bir şekilde görülmektedir. Farklı elektrolit pH değerlerinde üretilen filmlerin AMR grafikleri incelendiği zaman (Şekil 4.26), filmlerin üretildiği elektrolitin pH değeri düştükçe BMR ve EMR değişimlerinde bir artışın olduğu görülmektedir. Tablo 4.9 incelendiğinde bu artışın BMR için yaklaşık % 6.0'dan % 8.0'a EMR için yaklaşık % 5.0'dan % 7.0'a kadar olduğu görülür. Şekil 4.27, $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ yüzey alanına sahip filmlerin kalınlık etkisi dikkate alınarak incelenen AMR grafiklerini göstermektedir. Elde edilen AMR grafiklerine göre $1 \mu\text{m}$, $2 \mu\text{m}$ ve $4 \mu\text{m}$ kalınlığa sahip filmlerin BMR değişimlerinin sırasıyla yaklaşık % 3.0, % 6.0 ve % 6.0, EMR değişimlerinin ise sırasıyla % 6.6, % 6.6 ve % 5.2 olduğu anlaşılmıştır (bakınız Tablo 4.9). Şekil 4.28, farklı Co konsantrasyonları kullanılarak üretilen, $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ boyutlu filmlerin AMR grafiklerini göstermektedir. Grafikler incelendiği zaman elektrolitteki Co konsantrasyonunun artmasıyla AMR değişimlerinin, 0.10 M (CSKC2 elektroliti) ve 0.15 M (CSKC3 elektroliti) CoSO_4 kullanarak üretilmiş filmlerde en yüksek değere ulaştığı, daha sonra tekrar azaldığı görülür.



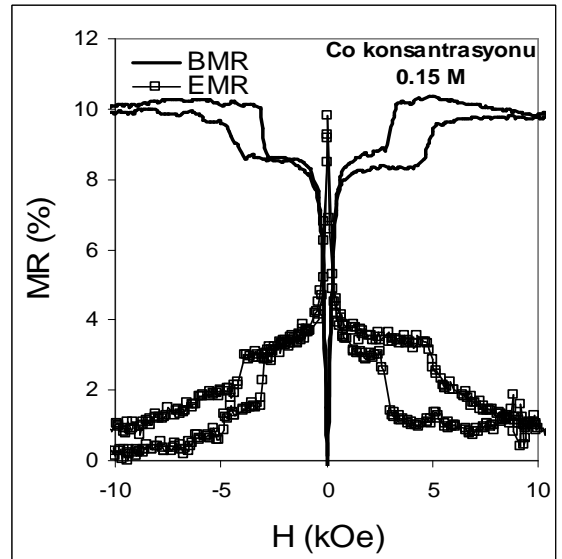
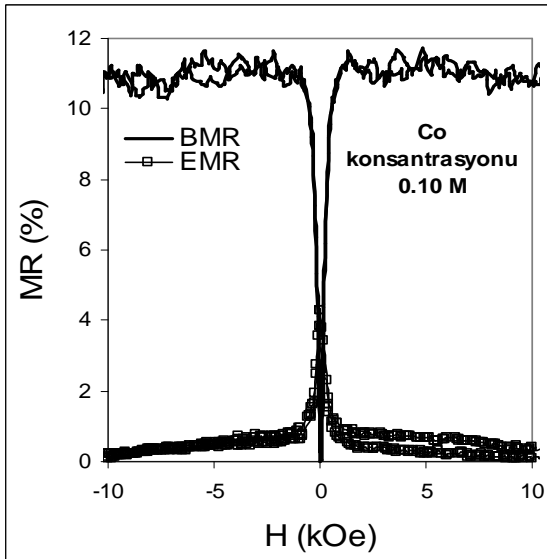
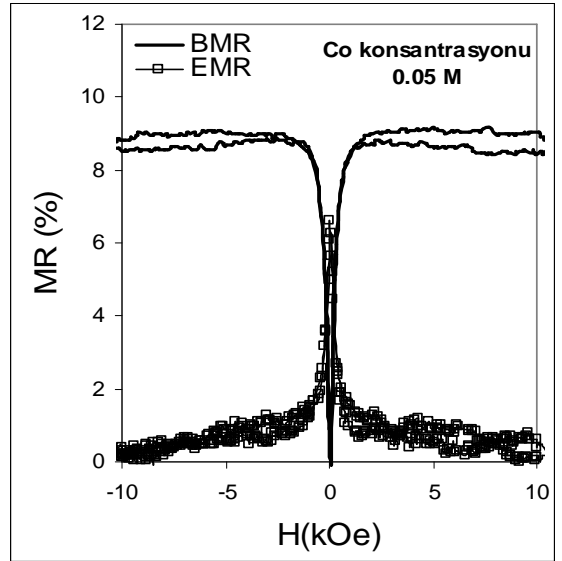
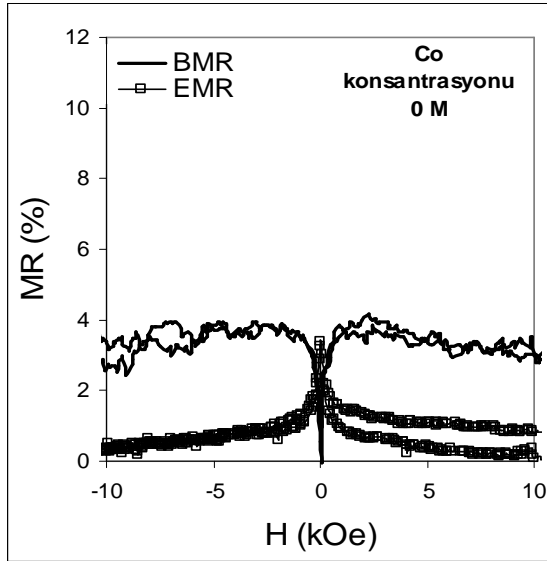
Şekil 4.25: Farklı depozisyon potansiyelleri kullanılarak üretilen, $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ boyutlu filmlerin AMR grafikleri

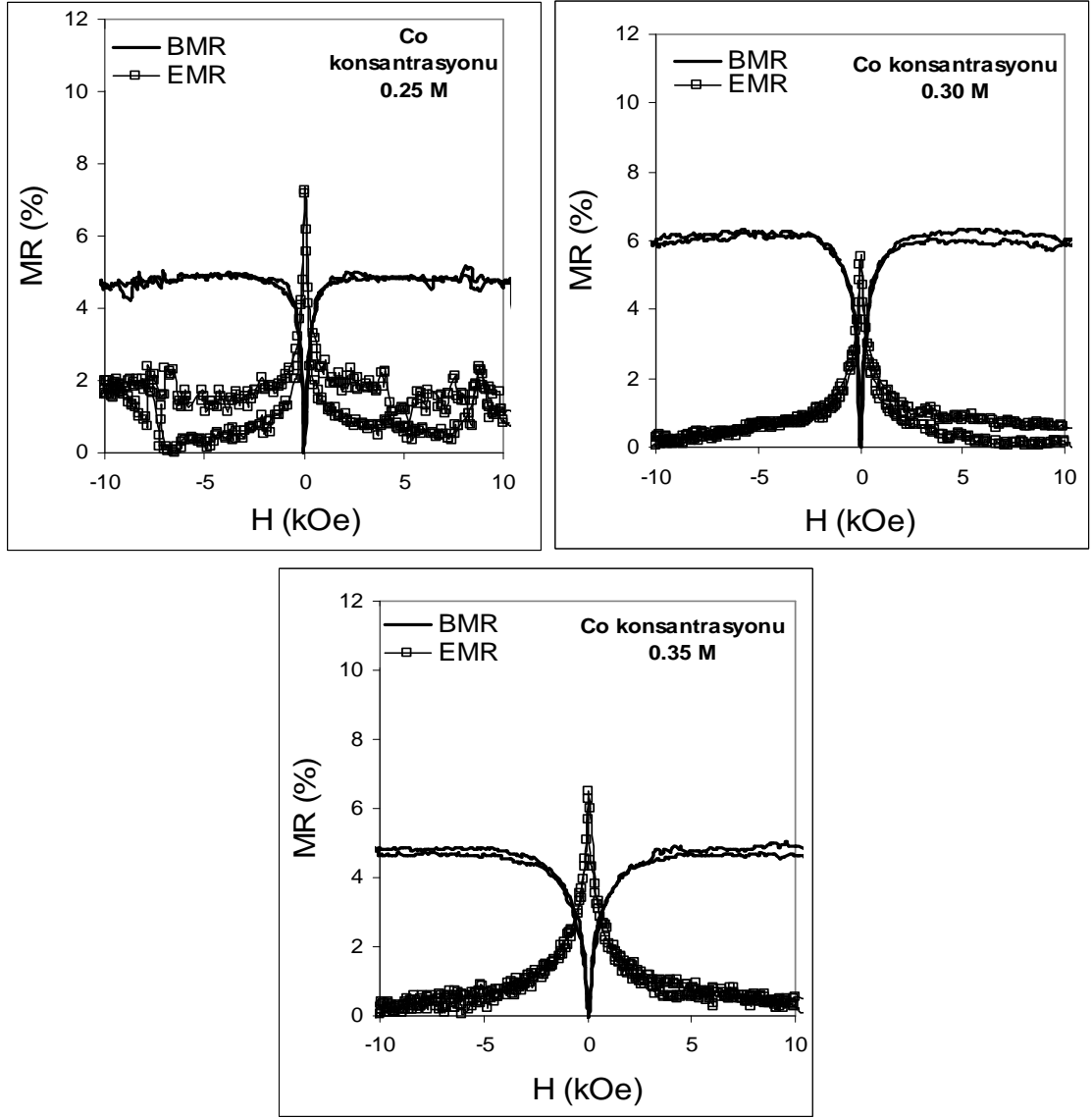


Şekil 4.26: Farklı elektrolit pH değerleri kullanılarak üretilen, $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ boyutlu filmlerin AMR grafikleri



Şekil 4.27: Farklı kalınlıklarda üretilen, $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ boyutlu filmlerin AMR grafikleri

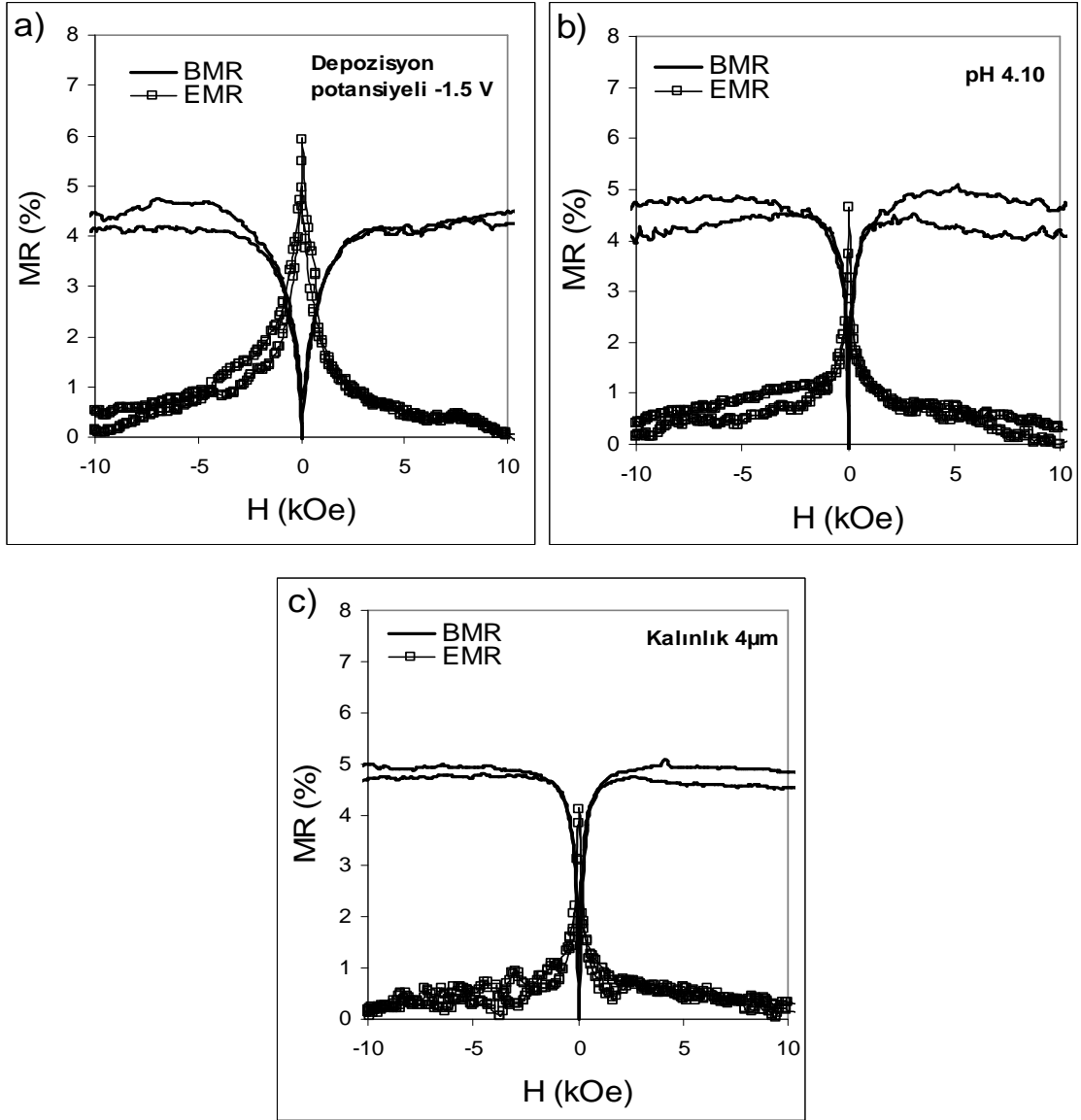




Şekil 4.28: Farklı Co konsantrasyonları kullanılarak üretilen, $1.0 \times 1.0 \text{ cm}^2$ boyutlu filmlerin AMR grafikleri

Şekil 4.29, farklı üretim parametreleri dikkate alınarak üretilmiş serilerinden örnek olarak seçilen, $0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$ boyutlarındaki birer filmin AMR değişim grafiklerini göstermektedir. Bununla birlikte, Tablo 4.9’da verilen değerler incelendiğinde dikkate değer en önemli sonuç, filmin boyutları küçüldüğü zaman BMR ve EMR değerlerinin, büyük boyutlu filmlerin değerleri ile aynı mertebede kalmasıdır. Buna göre, BMR ve EMR analizinde genel olarak her iki yüzey alanı için

elde edilen deęerler de kullanılabilir. Bu deęerler tipik bir alařım film iin daha nce [4,12,39] alıřmalarında rapor edilen deęerler ile sayısal merteye bakımından uyum iindedir. Bununla birlikte, film boyutları kcldę zaman, depozisyon potansiyelinin artmasıyla veya elektrolit pH'ının dřmesiyle dzenli bir řekilde artan BMR ve EMR deęerleri bu dzenini yitirmiřlerdir. Bunun nedeni, film boyutları kcldę iin filmin manyetik alana paralel veya dik kollarındaki elektriksel direncin deęiřmesi veya % MR deęerlerini daha hassas bir řekilde algılayabilecek sistemin gereksinimi olabilir. Yzey alanı 1.0 cm² olan filmlerin AMR deęerleri dikkate alındıęında, alıřma kapsamında retilen tm filmler iin elde edilen BMR veya EMR deęerlerinin yaklařık % 3 ile % 11 arasında deęiřtięi bulunur. Dięerlerine gre daha kk AMR deęiřim deęerlerine sahip olan filmler, farklı depozisyon potansiyeli serisindeki dřk potansiyelde retilen filmler iken, dięerlerine gre daha byk AMR deęiřim deęerlerine sahip filmlerin farklı Co konsantrasyonu serisinde yer aldıęı gzlenmiřtir. Farklı depozisyon potansiyeli dikkate alınarak retilmiř filmlerin AMR deęiřim deęerleri ile H_c deęerleri incelendięinde, uygulanan depozisyon potansiyeli artırıldıęı zaman H_c deęerlerinin genel olarak azaldıęı BMR ve EMR deęerlerinin ise arttıęı gzlenmiřtir. Bunun yanı sıra, farklı Co konsantrasyonu serisinin BMR deęerleri incelendięinde bu deęerlerin, filmlerin H_c deęerleri ile iliřkili olduęu grlr. Bu iliřki, H_c deęerlerinin nce azalıp belli bir deęerden sonra tekrar artıř gstermesi, BMR deęerlerinin ise nce belli bir deęere kadar artıřı ve bu deęerden sonra azalıřı olarak ifade edilebilir.



Şekil 4.29: Boyutları $0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$ olan, çeşitli üretim parametrelerinde üretilen filmlerin AMR grafikleri, a) -1.5 V depozisyon potansiyeli altında, b) 4.10 pH'a sahip elektrolit kullanarak, c) 4 μm kalınlıklı

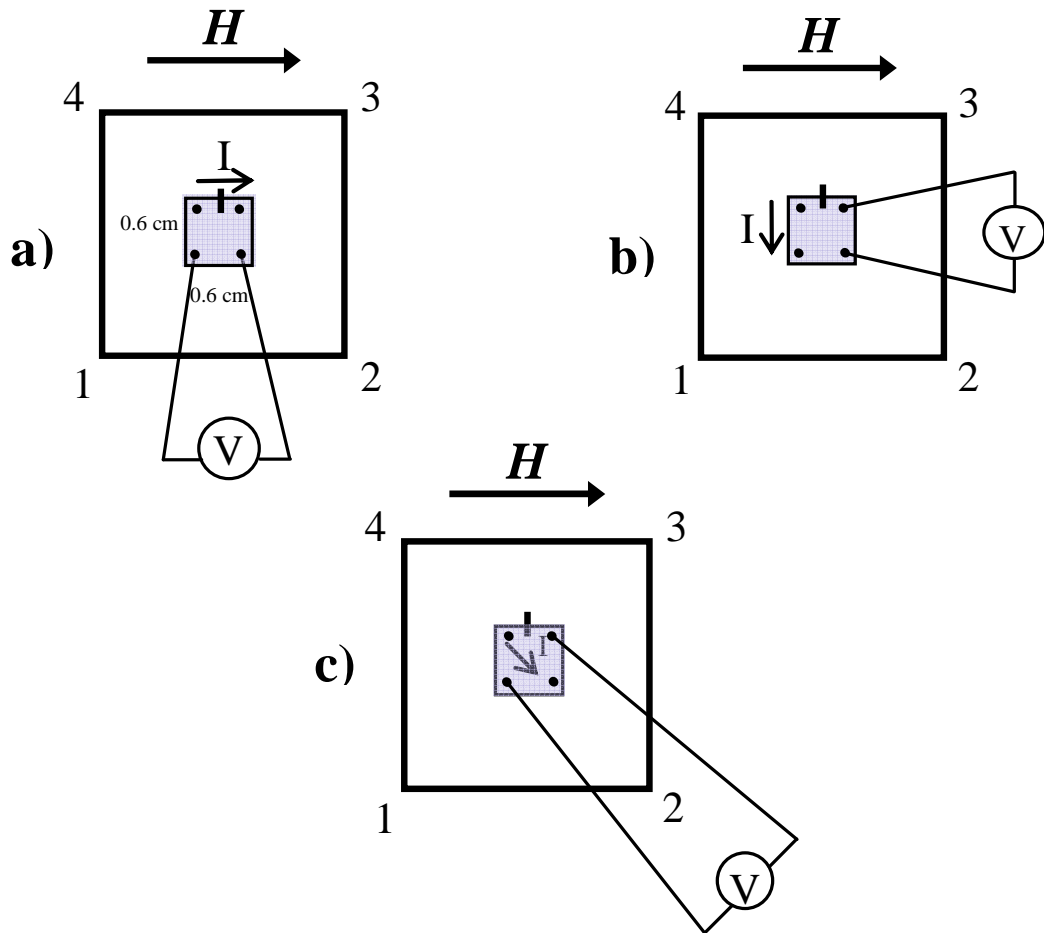
VDP metodu ile ölçülen AMR değerlerindeki % değişimler, BMR ve EMR için gerçek % değişimlere tam anlamıyla eşit olamayacağı bazı çalışmalarda [19,79] belirtilen bir durumdur. Bu yüzden VDP metodu kullanarak elde edilen AMR oranlarının, diğer teknikler kullanılarak edinilmiş AMR oranları ile karşılaştırıldığında bu durumun farkında olmak gerekir.

Tablo 4.9: Farklı üretim parametrelerinde üretilen filmlerin farklı boyutlarındaki BMR ve EMR değerleri

Filmlerin Üretim Özellikleri		MR DEĞİŞİMİ (%)			
		1.0x1.0 cm ²		0.6x0.6 cm ²	
		BMR	EMR	BMR	EMR
Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	2.5	3.4	3.5	3.5
	-1.3	3.7	5.1	4.2	4.2
	-1.5	4.0	5.2	4.2	5.5
	-1.9	4.3	5.8	6.8	4.0
Elektrolit pH'ı	4.10	6.0	5.0	4.5	4.5
	3.14	6.0	6.0	4.5	4.5
	2.14	8.0	7.0	4.3	4.0
Kalınlık (µm)	1	3.0	6.6	3.2	2.7
	2	6.0	6.6	5.0	11.0
	4	6.0	5.2	4.8	4.0
Co Konsantrasyonu (M)	0	3.5	3.0	-	-
	0.05	8.5	6.0	-	-
	0.10	11.0	4.0	-	-
	0.15	10.0	8.0	-	-
	0.25	5.0	6.0	-	-
	0.30	6.0	5.1	-	-
	0.35	4.8	6.1	-	-

4.10.2 Manyetik Alan ile Elektrik Akımı Arasındaki Farklı Açılarda Manyetorezistans İncelemesi

Manyetik alan ile elektrik akımı arasındaki açının filmlerin MR değerleri üzerindeki etkisinin incelenmesi için, 0° ye karşılık gelen Şekil 4.30 a)'da temsil edilen bağlantı düzeneği ve 90° ye karşılık gelen Şekil 4.30 b)'de temsil edilen bağlantı düzeneğinin yanı sıra, Şekil 4.30 c)'de temsil edilen ve 45° 'ye karşılık gelen bağlantı durumları kullanılmıştır. Burada verilen Şekil 4.30 a) ve Şekil 4.30 b)'deki bağlantı dizilimleri ve AMR değişim değerleri, önceki kısımda tanımlanan sırasıyla Şekil 4.24 c) ve Şekil 4.24 d) ile aynıdır. Burada Şekil 4.30 c) ile karşılaştırmalı sonuçları için tekrar verilmişlerdir.



Şekil 4.30: Manyetik alan ile elektrik akımı arasındaki açının MR özellikleri üzerindeki etkisinin incelenmesinde kullanılan bağlantının temsili gösterimi a) 0° , b) 90° , c) 45° ($0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$ boyutlarındaki filmler için)

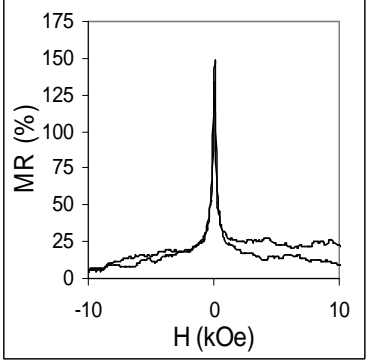
Şekil 4.30 c), $0.6 \times 0.6 \text{ cm}^2$ boyutlarındaki filmler için manyetik alan ile elektrik akımı arasındaki açının 45° olduğu durumu temsil eden bağlantı düzenini göstermektedir. Ölçümler alındığı sırada bazı filmlerde geleneksel BMR davranışı gibi artan manyetik alan ile artan MR değeri gözlenirken, aynı bağlantı düzeninde bazı filmler için artan manyetik alan ile azalan MR değeri tespit edilmiştir. Tablo 4.10, 0° (BMR), 90° (EMR) ve 45° (DHE) için elde edilen sonuçları bir arada göstermektedir. Tabloda verilen , (+) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile arttığını, (-) işareti ise MR değerinin artan manyetik alan ile azaldığını simgelemektedir. Bu yüzden Tablo 4.10'da, Şekil 4.30 a) ile ölçülen tüm BMR değerlerinin yanına (+) ve Şekil 4.30 b) ile ölçülen tüm EMR değerlerinin yanına ise (-) işareti konulmuştur. Daha sonraki bölümlerde “MR yönelimi” olarak ifade edilecek olan (+) ve (-) durumlarının nedenleri Bölüm 4.10.3'te açıklanacaktır. Dikkate değer bir diğer önemli sonuç, tablodan da açıkça görüldüğü gibi MR değişim değerinin, 0° ve 90° 'de ölçülen değerlerden farklı olarak, açının 45° olması durumunda oldukça yüksek seviyelere çıkmasıdır. Bu önemli değişimin sebebini anlamamız için daha önce Hall voltajı için verilen Denklem 2.2'deki DHE voltajı ifadesini içeren terimi tekrar yazmakta büyük fayda vardır.

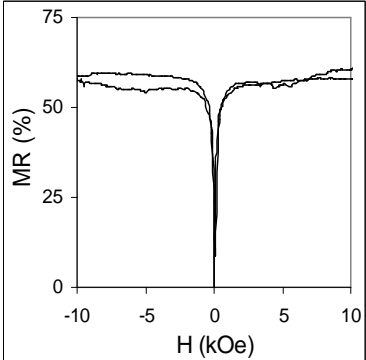
$$V_{\text{DHE}} = (kI/t)M^2\sin^2(\theta)\sin(2\phi) \quad (4.1)$$

olarak verilmişti. Denklemden de anlaşılacağı gibi, DHE voltajı $\sin(2\phi)$ çarpanını içerdiği için, I ve M'nin film düzlemindeki bileşeni arasındaki ϕ açısı 45° ve θ açısı ise 90° olduğu zaman (bakınız Şekil 2.3), V_{DHE} 'nin maksimum değere sahip olması beklenir [21,51,59]. Şekil 4.30 c)'de belirtilen düzenekte, uygulanan manyetik alan, film düzlemine paralel olduğu için θ açısının 90° , çapraz ölçümden dolayı ise ϕ açısının 45° yapıldığı göz önüne alınırsa elde edilen BMR ve EMR'ye kıyasla büyük değerlerin, θ ve ϕ açılarının bu özel durumlarına atfedilmesi mümkün olabilir.

Tablo 4.10: Boyutları 0.6x0.6 cm² olan filmler için, manyetik alan ile elektrik akımı arasındaki açının 0° (BMR), 90° (EMR), 45° (DHE) olması durumunda elde edilen MR sonuçları, (+) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile arttığını, (-) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile azaldığını simgelemektedir.

Filmlerin Üretim Özellikleri		MR DEĞİŞİMİ (%)		
		Manyetik Alan İle Elektrik Akımı Arasındaki Aç		
		0°	90°	45°
Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	3.5 (+)	3.5 (-)	60 (+)
	-1.3	4.2 (+)	4.2 (-)	500 (+)
	-1.5	4.2 (+)	5.5 (-)	25 (+)
	-1.9	6.8 (+)	4.0 (-)	130 (-)
Elektrolit pH ₁	4.10	4.5 (+)	4.5 (-)	400 (+)
	3.14	4.5 (+)	4.5 (-)	-
	2.14	4.3 (+)	4.0 (-)	20 (-)
Kalınlık (µm)	1	3.2 (+)	2.7 (-)	200 (-)
	2	5.0 (+)	11.0 (-)	55 (+)
	4	4.8 (+)	4.0 (-)	30 (+)



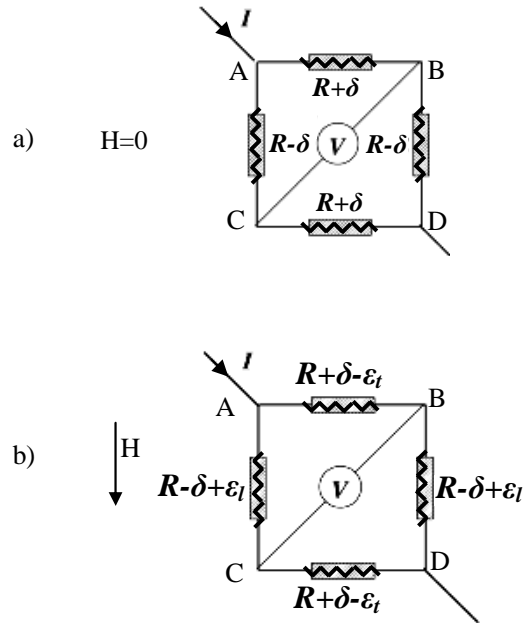


Genel olarak, uygulanacak olan dış manyetik alan yönüne göre paralel olan kollardaki dirençlerin ilk durumdaki ($H = 0$ iken) değerleri $R_{//}$, dik olan kollardaki dirençlerin ilk durumdaki değerleri R_{\perp} olarak gösterilsin. Bölüm 2.4.2’de açıklanan Stavroyiannis’ in [11] yapmış olduğu çalışmada bulunan matematiksel ifadeler, manyetik filmlerde gözlenen DHE değişiminin büyüklüğünün tanımlanması için iyi bir yaklaşımdır ve Wheatstone köprüsü özelliği, $R_{//} > R_{\perp}$ durumu için dikkate alınmıştır. Ayrıca yapılan araştırmalara göre $R_{//} > R_{\perp}$ durumunda pozitif MR, $R_{\perp} > R_{//}$ durumunda negatif MR elde edileceği bazı çalışmalarda [11,19] belirtilse bile, $R_{\perp} > R_{//}$ durumu için, [11] çalışmasındaki gibi herhangi bir matematiksel ifade

çıkarılmamış, bulgular tartışılmamış ve bu konuda yeterli referans ile tatmin edici düzeyde deneysel sonuç verilmemiştir.

4.10.3 Çapraz Bağlantı Düzeni Kullanarak Manyetorezistans İncelemesi

Bu çalışma kapsamında, çapraz bağlantı düzeni için ilk olarak, [11] çalışmasında incelenmiş olan şartlardan farklı olarak, $R_{\perp} > R_{//}$ durumu için DHE değişiminin incelenmesi ve matematiksel bir ifadenin elde edilmesi amaçlanmıştır. İfadenin geliştirilmesi için kullanılan şartlar Şekil 4.31’de gösterilmiştir. Bu şartlar altında, filmin konumu ve akımın yönü değiştirilmeden dış manyetik alan yokken ve manyetik doyum durumunda temel devre kanunları uygulanmıştır.



Şekil 4.31: Kare şeklinde kesilmiş film için çapraz bağlantı diziliminde $R_{\perp} > R_{//}$ durumunda DHE değişiminin incelenmesi esnasında oluşan direnç durumları: a) Dış manyetik alan yokken, b) Manyetik doyum durumunda

Manyetik alanın sıfır olduğu durumda Şekil 4.31 a)’daki voltmetrede okunan değer, Denklem 2.7’de yapıldığı gibi temel devre kanunları kullanarak hesaplanmak istenirse;

$$V_B - V_C = V_o = - I\delta \quad (4.2)$$

bulunur.

Bu ifade Denklem 2.7’de bulunan değerin negatif işaretlisidir. Ancak hangi bağlantı düzeni kullanılırsa kullanılsın, VDP tekniğiyle MR değişimi gözleminin uygun sonuçlar vermesi için okunan voltaj değeri pozitif olması gerekir. Bu nedenle okunan voltaj değeri Denklem 2.7’de bulunduğu gibi

$$V_C - V_B = V_o = I\delta \quad (4.3)$$

olarak dikkate alınabilir.

Dış manyetik alan varlığında, manyetik alan yönüne paralel olan kolların direnç değerinde bir artış ve dik olan kolların direnç değerinde bir azalma gözleneceği için Şekil 4.31 b)’deki direnç durumları oluşur ve temel devre kanunları kullanılarak yapılan işlemler sonucunda

$$V_C - V_B = V_{\text{doyum}} = I\delta - \frac{I}{2} (\epsilon_l + \epsilon_t) \quad (4.4)$$

bulunur.

Denklem 4.3 ve Denklem 4.4 ifadeleri incelendiğinde, kare şeklinde kesilmiş bir film için $R_{\perp} > R_{//}$ durumunda, dış manyetik varlığında elde edilen V_{doyum} ifadesinin, manyetik alanın sıfır olduğu durumda elde edilen V_o ifadesinden daha küçük olduğu görülür. Böylelikle bu şartlarda gerçekleştirilen MR ölçümlerinde manyetik alanın artmasıyla azalan bir elektriksel direnç özelliğinin gözlenmesi beklenir.

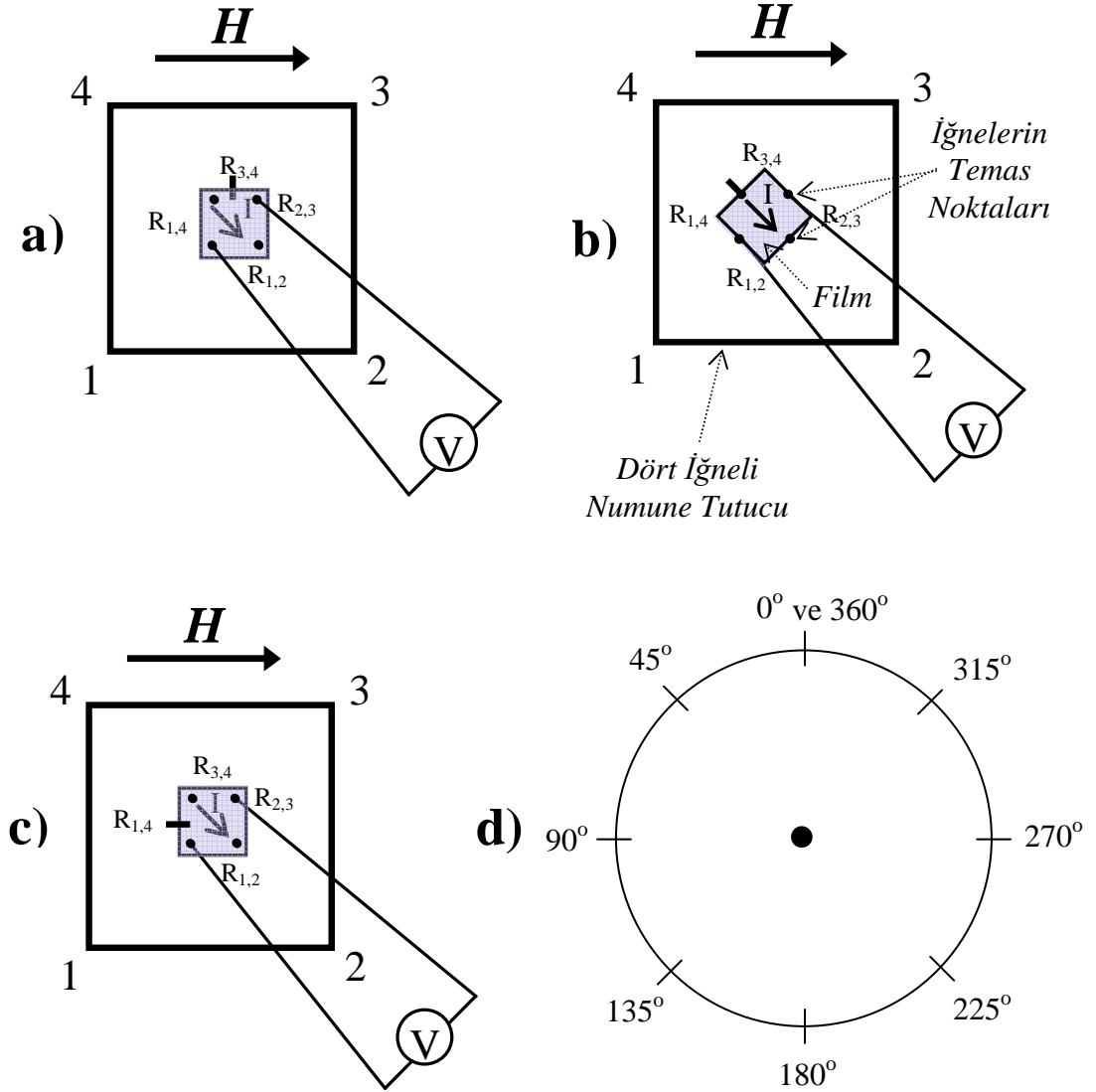
Filmin uygulanan dış manyetik alanın yönüne paralel ve dik kollarındaki elektriksel direnç değerlerine göre MR davranışının incelenmesi için, filmlerin aynı yöne 45° lik açılarla döndürülmesi ve film hareket ettirilmeden numune tutucunun 90° döndürülmesi durumları dikkate alınmıştır. Tüm parametreler sabit kalırken filmlerin

aynı yöne 45° lik açılarla döndürülmesi işlemi, her seriden seçilen bir film için 0° den 360° ye olacak şekilde tamamlanmış, böylelikle filmin alabileceği tüm konumlar olabildiğince incelenmeye çalışılmıştır.

4.10.3.1 Çapraz Bağlantı Düzeninde Filmlerin Aynı Yöne 45°lik Açılarla Döndürülmesi Sonucunda Elde Edilen Manyetorezistans Davranışının İncelenmesi

Bu bölümde, çapraz bağlantı dizilimi kullanarak filmin kollarındaki elektriksel direnç değerleri ile film konumunun MR yönelimi üzerindeki etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır. Farklı depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı, film kalınlığı ve elektrolit konsantrasyonu dikkate alınarak üretilmiş her film serisinden örnek olarak seçilen bir film, 45°lik açılarla saat yönünün tersine 360° döndürülmüştür. Bu konumlarda -1.9 V depozisyon potansiyeli, 2.14 elektrolit pH'ı, 4 µm film kalınlığı ve 0.35 M Co konsantrasyonu (CSKC6 elektroliti) kullanılarak üretilmiş filmlerin MR değişim grafikleri elde edilmiştir. Ayrıca daha ayrıntılı bir araştırmanın gerçekleştirilmesi amacıyla, üretilen diğer filmlerin 0°, 45°, 90° konumlarında elde edilen sonuçlar tablo halinde verilmiştir. Ölçümler gerçekleştirilirken dikkate alınan deneysel durumlar Şekil 4.32'de gösterilmiştir. Şekil 4.32 a), Şekil 4.32 b), Şekil 4.32 c) durumları, çapraz bağlantı dizilimlerinde kare şeklindeki filmlerin saat yönünün tersine 45°lik açılarla döndürülmesini temsil etmektedir. Bu film konumlarının uygulanması ile filmin farklı yerleştirilmesinden kaynaklanan değişimler gözlenmiştir. Bununla birlikte, uygulanacak olan manyetik alana paralel kollardaki direnç değerleri (P) ile dik kollardaki direnç değerlerinin (D) durumuna bağlı olarak, MR yöneliminin nasıl olacağı araştırılmıştır. Bu çalışma kapsamında kaydedilen, filmlerin kollarında meydana gelen tüm elektriksel direnç değerleri, herhangi bir dış manyetik alanın olmadığı şartlarda ölçülen değerlerdir. Paralel ve dik durumlar uygulanacak olan dış manyetik alana göre olan durumlardır. Ölçümlerin tamamı gerçekleştirilirken, uygulanan elektrik akımının yönü, film tutucunun konumu gibi diğer parametreler sabit tutulmuş, her ölçümde sadece filmin 45°lik açı ile dönmesi sağlanmıştır. MR analizlerinin yapılmasında kullanılan sistemin çapraz bağlantı diziliminde, ölçümlerdeki doğruluğunu ve tekrarlanabilirliğini tespit etmek amacıyla, 0° konumunda alınan ölçümün ardından

film konumu dahil hiçbir parametre değiştirilmeden ölçüm tekrarlanmış ve elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır.



Şekil 4.32: Filmlerin saat yönünün tersine 45°'lik açılarla döndürülmesi sonucunda elde edilen MR değişimlerinin incelenmesi için kullanılan durumların temsili gösterimi a) 0° b) 45° c) 90° d) Döndürme açılarının konumları

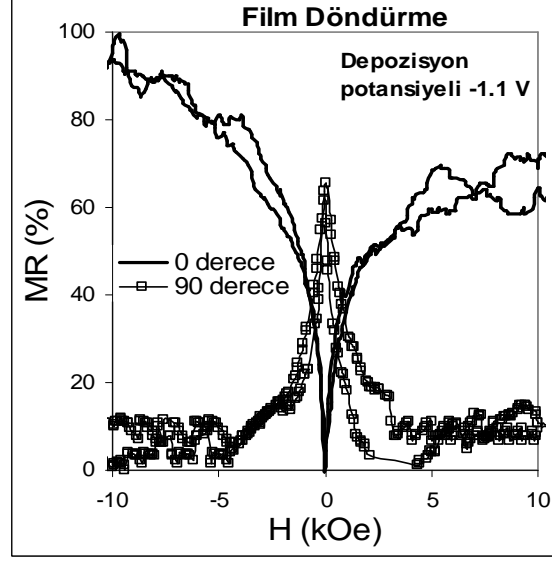
Şekil 4.33, -1.1 V depozisyon potansiyeli uygulayarak üretilen filmin 0° ve 90° konumlarında sahip olduğu MR değişimlerini ve MR yönelimlerini göstermektedir. Şekilden de açıkça görüldüğü gibi MR, 0° kabul edilen konumda manyetik alan şiddetinin artmasıyla beraber artan, (+), bir özellik sergilemiştir. Bu

davranış karakter olarak geleneksel BMR davranışına benzerdir. Film saat yönünün tersine 90° döndürüldüğünde geleneksel EMR davranışına benzeyen, (-) bir MR yönelimi ortaya çıkmıştır. Tablo 4.11, Şekil 4.32 a) ve Şekil 4.32 c) de temsil edilen ölçümler gerçekleştirilirken ölçülen, filmlerin uygulanacak olan manyetik alana paralel ve dik kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir. Bu değerler -1.1 V depozisyon potansiyelinde üretilen film için incelendiği zaman, 0° konumunda manyetik alana paralel olan kollardaki $R_{1,2}$ ve $R_{3,4}$ elektriksel direnç değerlerinin toplamının ($P_{toplam} = R_{1,2} + R_{3,4}$), dik kollardakilerin, $R_{1,4}$ ve $R_{2,3}$, toplamından ($D_{toplam} = R_{1,4} + R_{2,3}$) daha büyük olduğu görülür. Bu durum, Şekil 4.33'te görüldüğü gibi tipik bir BMR davranışına benzerdir. Yani artan manyetik alan şiddeti ile artan MR değerleri meydana getirmiştir. Film 90° kabul edilen konuma getirildiğinde dik kollardaki elektriksel direnç değerleri toplamı (D_{toplam}), paralel olanların toplamından (P_{toplam}) daha büyük olduğu için geleneksel EMR davranışına benzer, artan manyetik alan şiddetiyle beraber azalan MR değerlerinin gözlenmesine neden olmuştur. Bu durumda, film kollarında oluşan elektriksel direnç değerleri ile MR yönelimi arasında;

$$\frac{P_{toplam}}{D_{toplam}} > 1 \text{ ise, (+)} \quad (4.5)$$

$$\frac{P_{toplam}}{D_{toplam}} < 1 \text{ ise, (-) ile simgelenen MR yönelimleri gözlenir.} \quad (4.6)$$

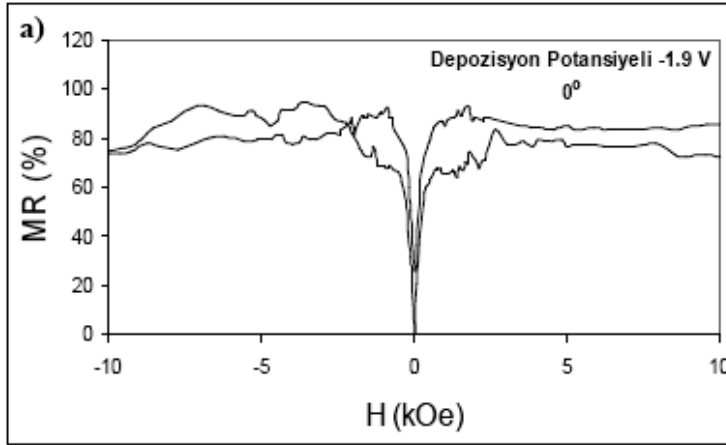
genellemesi yapılabilir.



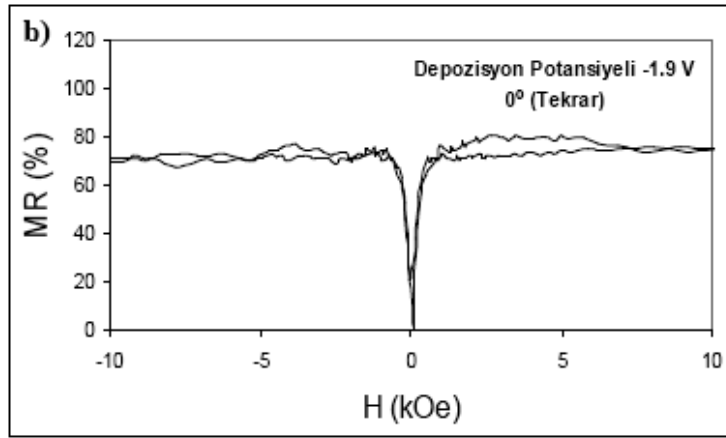
Şekil 4.33: Depozisyon potansiyeli -1.1 V olan filmin, 0° kabul edilen konumu ile saat yönünün tersine 90° döndürülmesi sonucu elde edilen MR grafikleri

Depozisyon potansiyeli -1.9 V olan filmin 45° 'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilmiş MR değişimi grafikleri Şekil 4.34'te verilmiştir. Yapılan ölçümlerde diğer çapraz ölçümlerde olduğu gibi filmin manyetik alana göre paralel ve dik kollarındaki elektriksel direnç değerleri de kaydedilmiş ve MR yönelimi ile ilişkileri incelenmiştir. Şekil 4.34 a) ve Şekil 4.34 b), hiçbir parametre değiştirilmeden 0° konumunda tekrarlanan ölçümlerden elde edilen MR grafiklerini göstermektedir. Bu grafikler incelendiğinde sonuçların, MR büyüklüğü ve yönelimi açısından aynı olduğu görülmektedir. Grafikler arasındaki küçük farklar deneysel hata sınırları içerisinde sayılabilir. Filmler 45° 'lik açılarla döndürüldüğünde elde edilen MR grafikleri incelendiği zaman MR yöneliminin, filmlerin paralel ve dik kollarında oluşan elektriksel direnç değerlerinin durumuna olan bağımlılığının (Denklem 4.5 ve Denklem 4.6) devam ettiği görülmektedir. Buna göre, yapılan ölçümlerde (+) işareti ile temsil edilen ve (-) işareti ile temsil edilen MR değişimlerinin her ikisi de Şekil 4.34'te belirtilen konumlar için tespit edilirken, (-) işareti ile temsil edilen MR değişimlerinin sayısı çoğunluktadır. Filmin 360° 'deki konumu ile 0° 'de sahip olduğu konum aynı olmasına rağmen, numune tutucudaki iğnelerin filme temas ettiği noktalar, dolayısıyla filmin kollarındaki direnç değerleri bu iki durumda birbirinden farklıdır. Yapılan ölçümler sonucunda 0° ve 360° konumlarında elde edilen MR

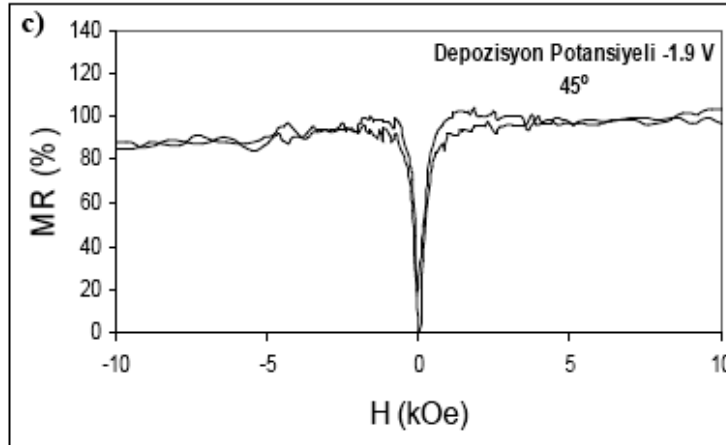
grafiklerindeki yönelim ve büyüklük farklılıkları bu nedenle meydana gelmiş olabilir. Ayrıca, -1.9 V depozisyon potansiyeli uygulanarak üretilmiş filmin çapraz bağlantı düzeninde ve farklı konumlardaki MR değişimi büyüklüklerinin % 35 ile % 160 arasında değişen değerler aldığı tespit edilmiştir.



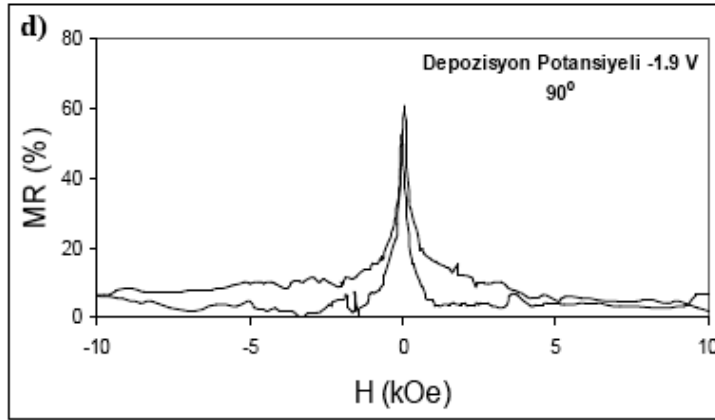
Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 0°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	45.9
	1 - 2	33.7
Toplam		79.6
D	1 - 4	44.5
	2 - 3	33.4
Toplam		77.9
Sonuç: $P_{\text{toplam}} > D_{\text{toplam}}$ (+)		



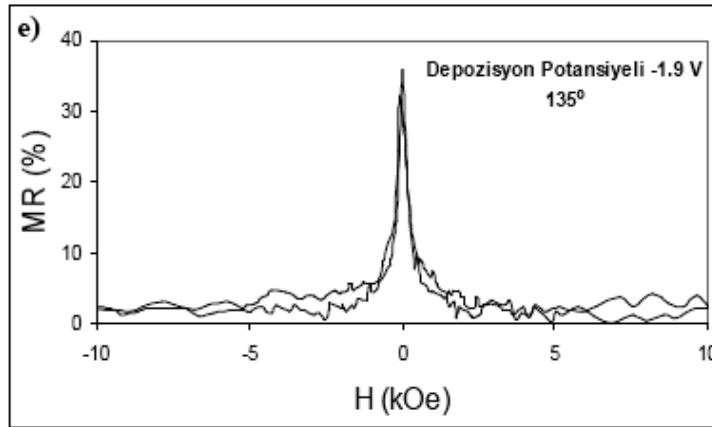
Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 0° (Tekrar)		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	42.3
	1 - 2	36.6
Toplam		78.9
D	1 - 4	41.5
	2 - 3	36.2
Toplam		77.7
Sonuç: $P_{\text{toplam}} > D_{\text{toplam}}$ (+)		



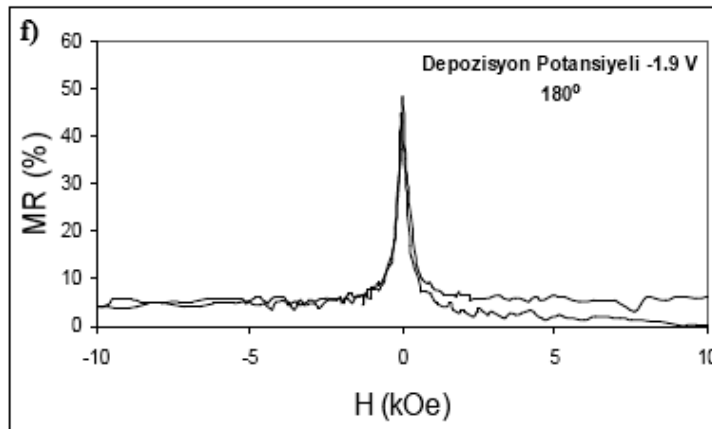
Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 45°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	42.2
	1 - 2	99.0
Toplam		141.2
D	1 - 4	46.0
	2 - 3	94.0
Toplam		140.0
Sonuç: $P_{\text{toplam}} > D_{\text{toplam}}$ (+)		



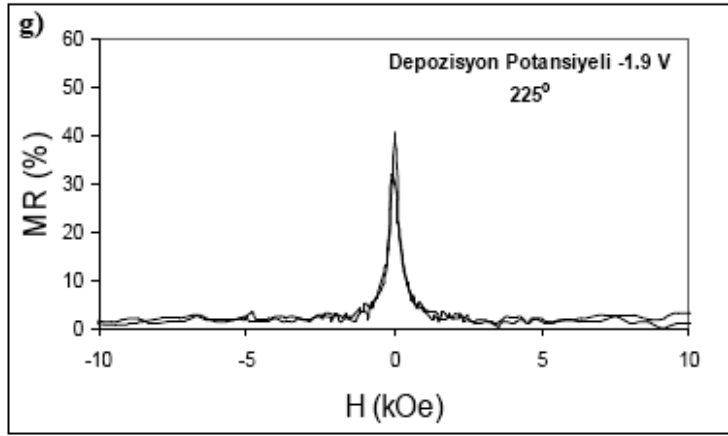
Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 90°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	173.0
	1 - 2	39.4
Toplam		212.4
D	1 - 4	192.0
	2 - 3	40.0
Toplam		232.0
Sonuç:		$D_{\text{toplam}} > P_{\text{toplam}}$ (-)



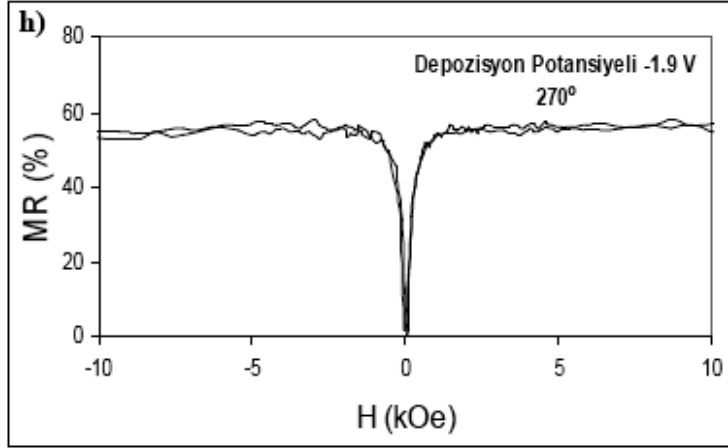
Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 135°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	65.2
	1 - 2	34.2
Toplam		99.4
D	1 - 4	67.0
	2 - 3	38.0
Toplam		105.0
Sonuç:		$D_{\text{toplam}} > P_{\text{toplam}}$ (-)



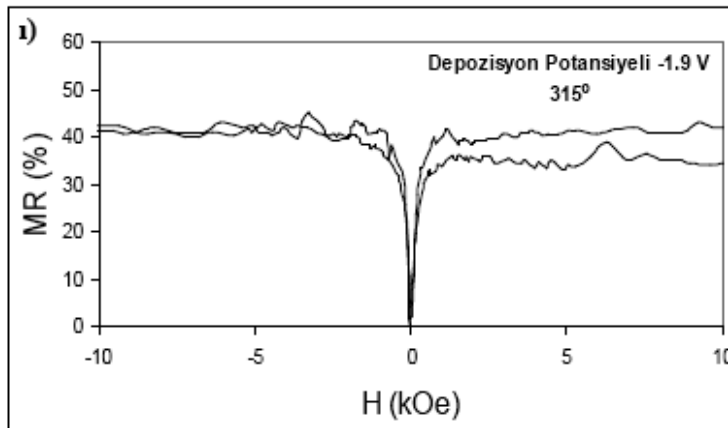
Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 180°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	46.6
	1 - 2	35.9
Toplam		82.5
D	1 - 4	49.9
	2 - 3	33.7
Toplam		83.6
Sonuç:		$D_{\text{toplam}} > P_{\text{toplam}}$ (-)



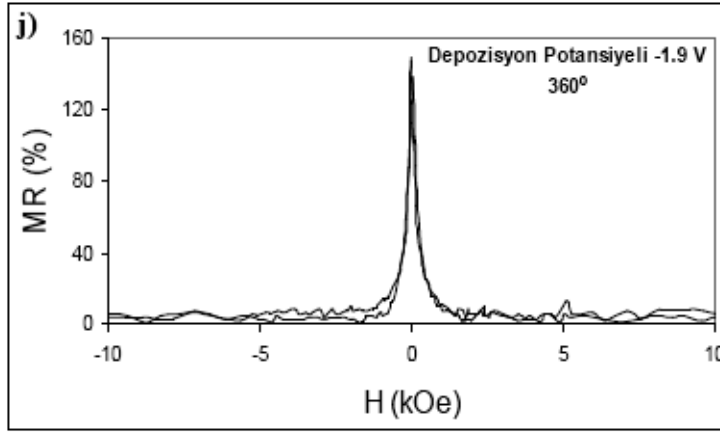
Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 225°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	53.0
	1 - 2	35.7
Toplam		88.7
D	1 - 4	53.3
	2 - 3	36.3
Toplam		89.6
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 270°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	40.0
	1 - 2	77.5
Toplam		117.5
D	1 - 4	45.0
	2 - 3	66.2
Toplam		111.2
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



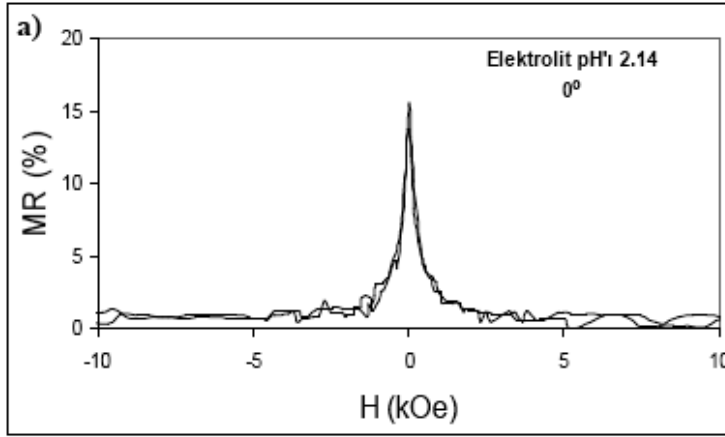
Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 315°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	46.0
	1 - 2	45.5
Toplam		91.5
D	1 - 4	41.1
	2 - 3	46.0
Toplam		87.1
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



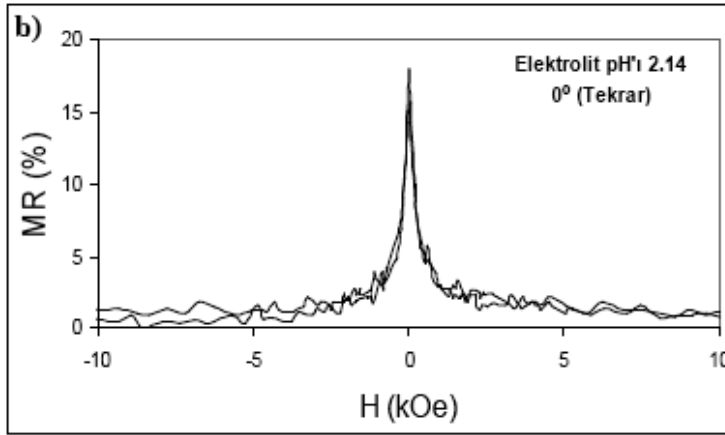
Dep. Potansiyeli -1.9 V		
Film Konumu 360°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	41.6
	1 - 2	35.6
Toplam		77.2
D	1 - 4	41.5
	2 - 3	39.3
Toplam		80.8
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)

Şekil 4.34: Depozisyon potansiyeli -1.9 V olan filmin, 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri a) 0°, b) 0° (tekrar), c) 45°, d) 90°, e) 135°, f) 180°, g) 225°, h) 270°, ı) 315°, j) 360°. Yandaki tablolar MR ölçümü öncesi filmin kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir.

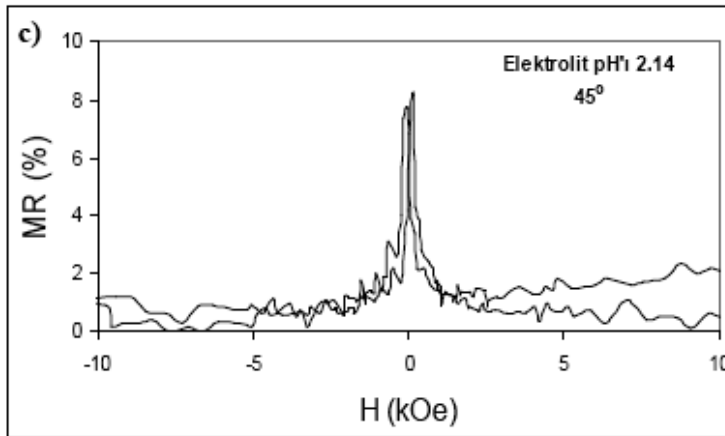
Elektrolit pH'ı 2.14 olan çözelti kullanılarak üretilmiş filmin 360° döndürülmesi ile elde edilmiş MR değişimi grafikleri Şekil 4.35'te, filmin kollarında ki elektriksel direnç değerleri ise her bir grafiğin yanındaki tabloda verilmiştir. Sonuçlara göre MR yöneliminin, Denklem 4.5 ve Denklem 4.6'daki durumlara olan bağımlılığının sürdüğü görülmektedir. Elektrolit pH değeri 2.14 olan çözülden üretilen filmin farklı konumlarındaki MR değişim grafikleri incelendiğinde, % 8 ile % 35 arasında değişen değerlerin elde edildiği tespit edilmiştir.



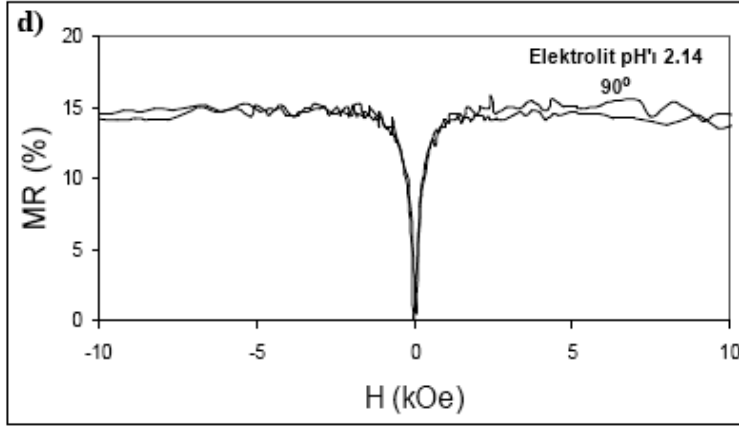
Elektrolyt pH'i 2.14		
Film Konumu 0°		
Direnç Adı		R (Ohm) (I= 50 mA)
P	3 - 4	41.3
	1 - 2	66.3
Toplam		107.6
D	1 - 4	41.7
	2 - 3	68.3
Toplam		110.0
Sonuç:		$D_{\text{toplam}} > P_{\text{toplam}}$ (-)



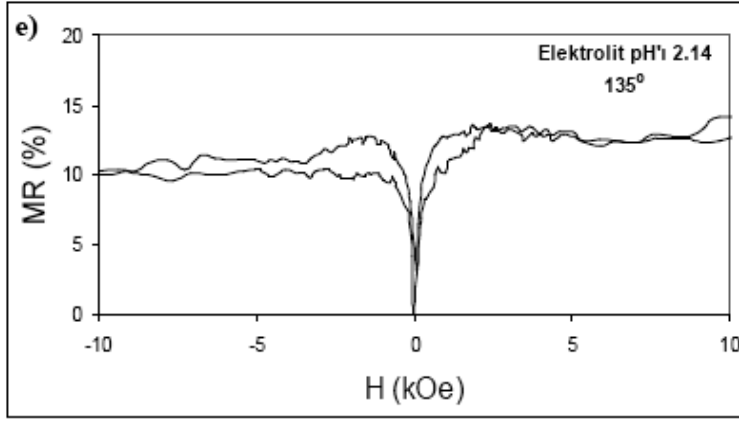
Elektrolyt pH'i 2.14		
Film Konumu 0° (Tekrar)		
Direnç Adı		R (Ohm) (I= 50 mA)
P	3 - 4	37.8
	1 - 2	64.2
Toplam		102.0
D	1 - 4	41.2
	2 - 3	62.1
Toplam		103.3
Sonuç:		$D_{\text{toplam}} > P_{\text{toplam}}$ (-)



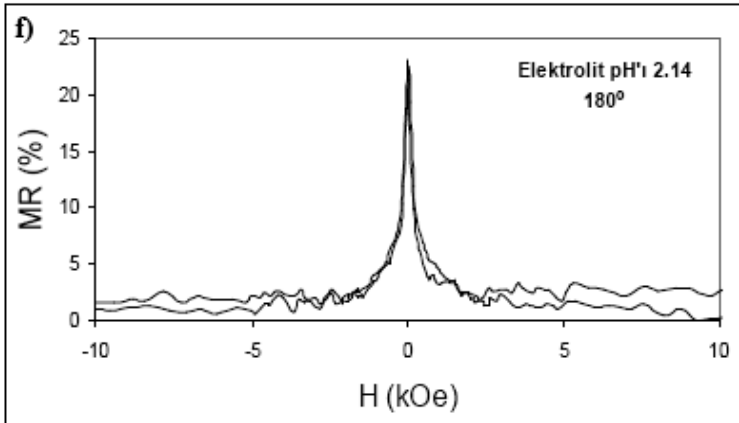
Elektrolyt pH'i 2.14		
Film Konumu 45°		
Direnç Adı		R (Ohm) (I= 50 mA)
P	3 - 4	57.2
	1 - 2	32.8
Toplam		90.0
D	1 - 4	65.7
	2 - 3	38.5
Toplam		104.2
Sonuç:		$D_{\text{toplam}} > P_{\text{toplam}}$ (-)



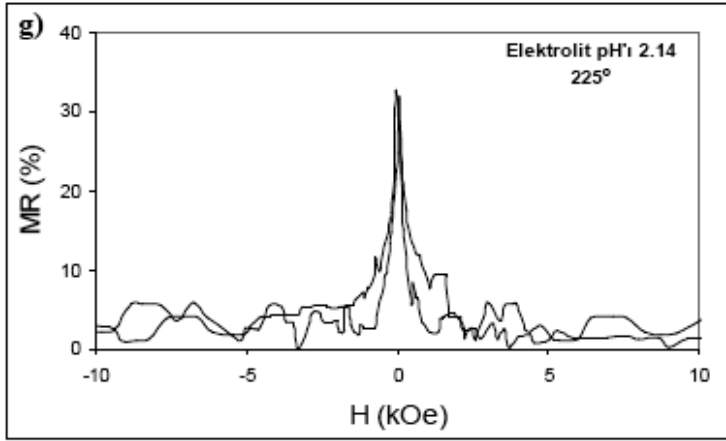
Elektrolit pH'i 2.14		
Film Konumu 90°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	45.6
	1 - 2	34.0
Toplam		79.6
D	1 - 4	44.0
	2 - 3	32.7
Toplam		76.7
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



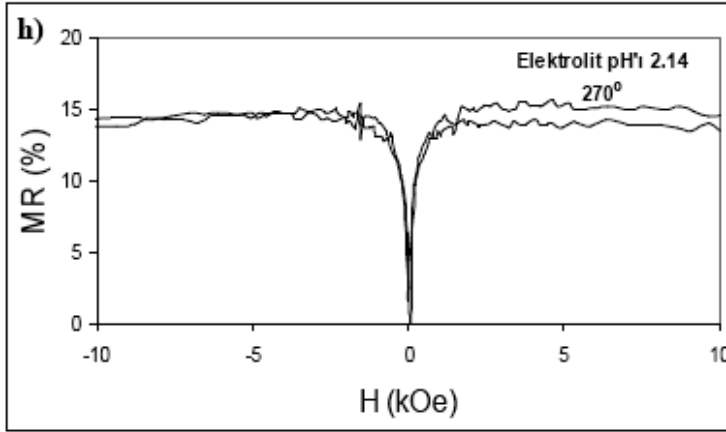
Elektrolit pH'i 2.14		
Film Konumu 135°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	57.1
	1 - 2	31.0
Toplam		88.1
D	1 - 4	55.4
	2 - 3	29.8
Toplam		85.2
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



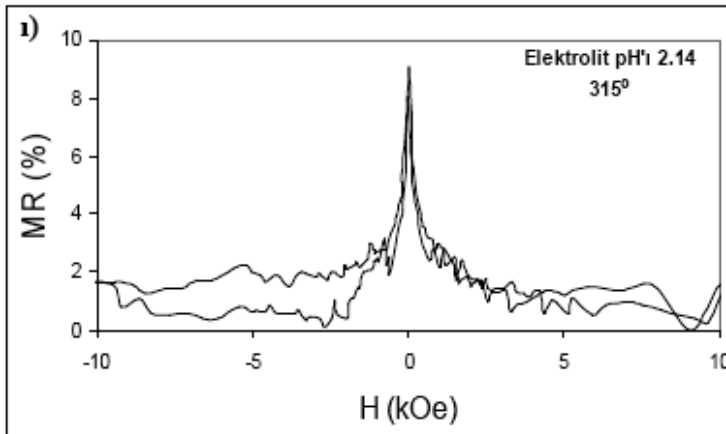
Elektrolit pH'i 2.14		
Film Konumu 180°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	46.2
	1 - 2	29.7
Toplam		75.9
D	1 - 4	47.3
	2 - 3	30.6
Toplam		77.9
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



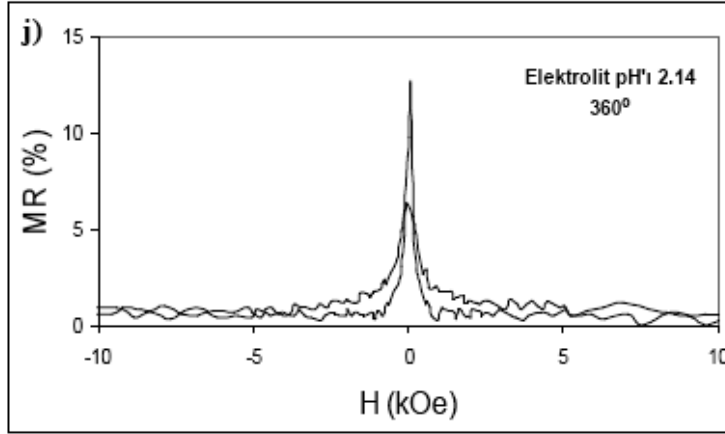
Elektrolit pH'ı 2.14		
Film Konumu 225°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	44.4
	1 - 2	30.2
Toplam		74.6
D	1 - 4	44.7
	2 - 3	30.8
Toplam		75.5
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



Elektrolit pH'ı 2.14		
Film Konumu 270°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	48.2
	1 - 2	40.2
Toplam		88.4
D	1 - 4	37.5
	2 - 3	38.6
Toplam		76.1
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



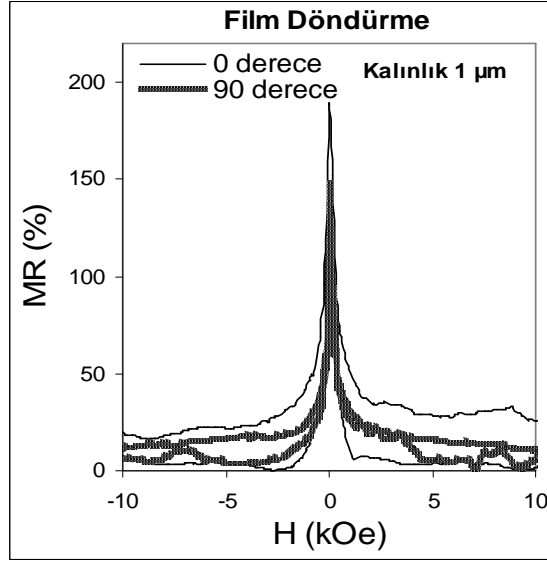
Elektrolit pH'ı 2.14		
Film Konumu 315°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	33.5
	1 - 2	57.2
Toplam		90.7
D	1 - 4	38.1
	2 - 3	64.4
Toplam		102.5
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



Elektrolit pH'ı 2.14		
Film Konumu 360°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	49.5
	1 - 2	48.2
Toplam		97.7
D	1 - 4	49.7
	2 - 3	54.3
Toplam		104.0
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)

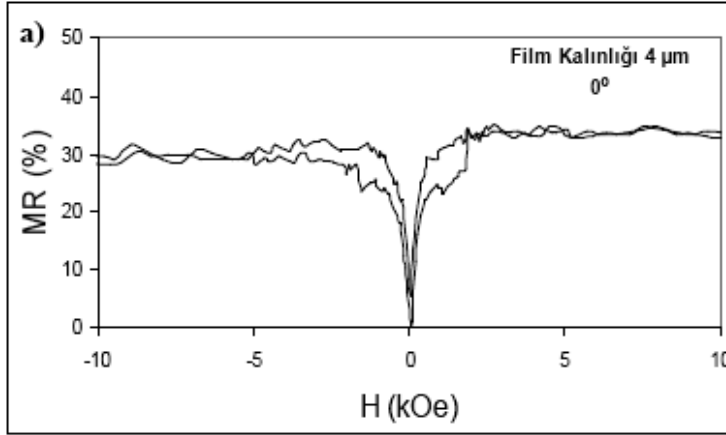
Şekil 4.35: pH'ı 2.14 olan elektrolitten üretilen filmin, 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri a) 0°, b) 0° (tekrar), c) 45°, d) 90°, e) 135°, f) 180°, g) 225°, h) 270°, i) 315°, j) 360°. Yandaki tablolar MR ölçümü öncesi filmin kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir.

Kalınlığı 1µm olan filmin, 0° konumu ile 90° konumlarında elde edilen MR grafikleri Şekil 4.36'da gösterilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi 0° ve 90°'lik konumların her ikisi için, tipik EMR davranışında ortaya çıkan, artan manyetik alan şiddeti ile azalan MR davranışı tespit edilmiştir. Bunun nedeni, daha önce verilen açıklamalardaki neden ve sonuçları doğrulayan Denklem 4.6'daki şartın her iki konum için sağlanmış olmasıdır (bakınız Tablo 4.11).

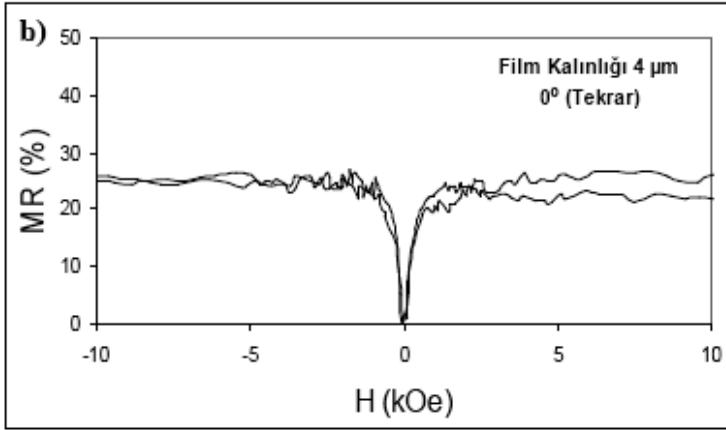


Şekil 4.36: Kalınlığı 1 μ m olan filmin, 0 $^{\circ}$ kabul edilen konumu ile saat yönünün tersine 90 $^{\circ}$ döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri

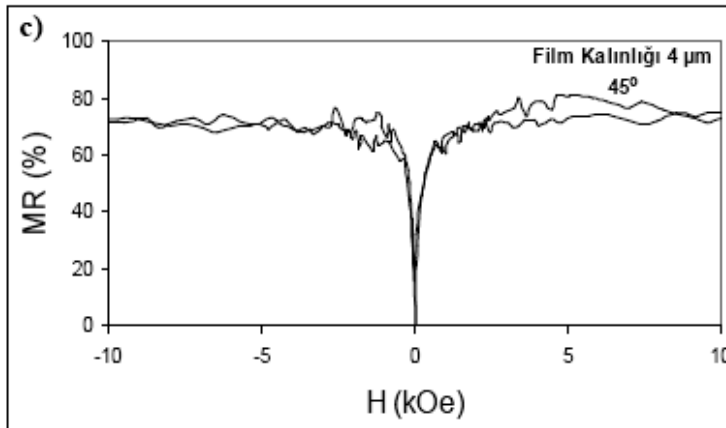
Kalınlığı 4 μ m olan filmin 45 $^{\circ}$ lik açılarla saat yönünün tersine 360 $^{\circ}$ döndürülmesi ile elde edilmiş MR değişimi grafikleri Şekil 4.37'de gösterilmiştir. -1.9 V potansiyel değeri kullanılarak depozit edilmiş filmin ve 2.14 pH değerine sahip elektrolitten üretilen filmin ölçümlerinde olduğu gibi bu film için de hiçbir parametre değiştirilmeden 0 $^{\circ}$ konumunda iki ölçüm alınmıştır. Şekil 4.37 a) ve Şekil 4.37 b), bu ölçümlerden elde edilen MR grafiklerini göstermektedir. Grafikler incelendiğinde MR değişim değerinin ve yöneliminin aynı olduğu görülmekle birlikte, değişim miktarındaki küçük fark, deneysel hata sınırları içerisinde sayılabilir. Bu yüzden tekrarlanan MR ölçümlerinin aynı sonuçları verebileceği açıkça görülebilir. Filmlerin paralel ve dik kollarında oluşan elektriksel direnç değerleri ile MR grafik yöneliminin, Denklem 4.5 ve Denklem 4.6'da belirtilen ilişkisi, bu ölçümlerde de devam etmektedir. Kalınlığı 4 μ m olan filmin farklı konumlarındaki grafikleri incelendiğinde, MR değişimlerinin % 25 ile % 600 arasında değişen değerler aldığı tespit edilmiştir.



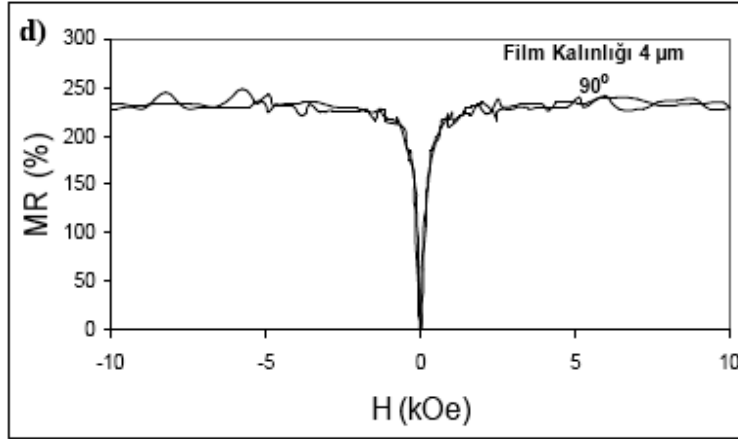
Film Kalınlığı 4 μm		
Film Konumu 0°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	37.3
	1 - 2	32.8
Toplam		70.1
D	1 - 4	36.5
	2 - 3	32.4
Toplam		68.9
Sonuç: $P_{\text{toplam}} > D_{\text{toplam}}$ (+)		



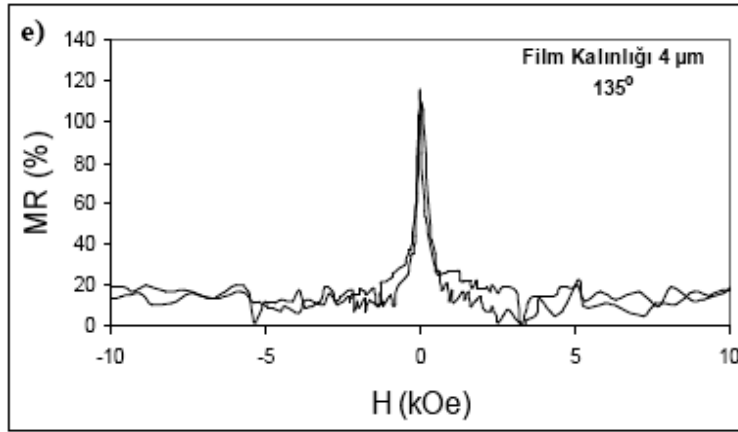
Film Kalınlığı 4 μm		
Film Konumu 0° (Tekrar)		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	41.0
	1 - 2	30.2
Toplam		71.2
D	1 - 4	40.0
	2 - 3	29.9
Toplam		69.9
Sonuç: $P_{\text{toplam}} > D_{\text{toplam}}$ (+)		



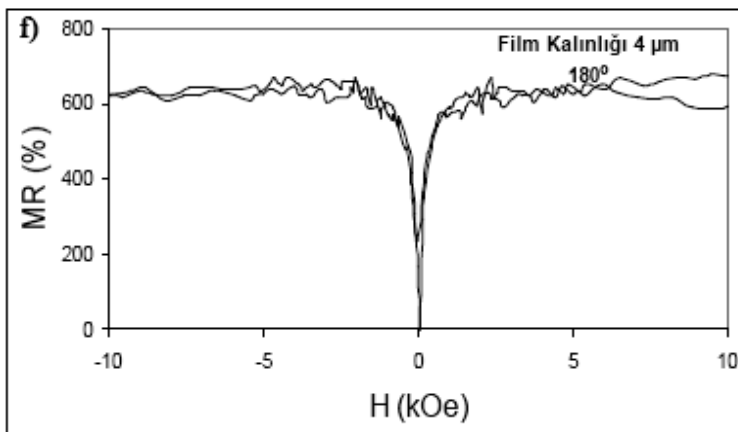
Film Kalınlığı 4 μm		
Film Konumu 45°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	38.4
	1 - 2	35.7
Toplam		74.1
D	1 - 4	38.8
	2 - 3	33.1
Toplam		71.9
Sonuç: $P_{\text{toplam}} > D_{\text{toplam}}$ (+)		



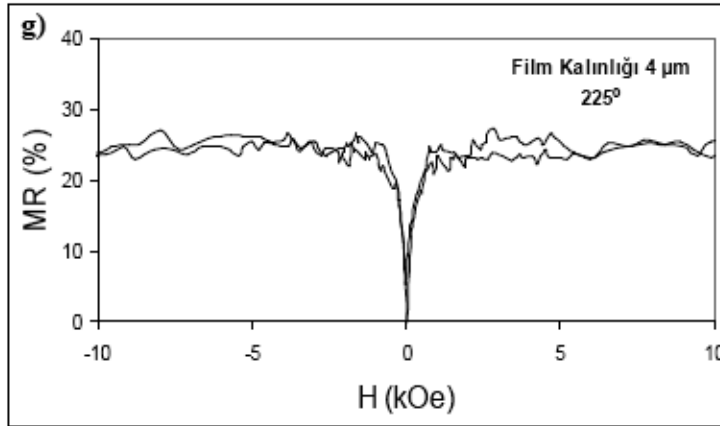
Film Kalınlığı 4 μm		
Film Konumu 90°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	43.5
	1 - 2	32.3
Toplam		75.8
D	1 - 4	42.5
	2 - 3	32.0
Toplam		74.5
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



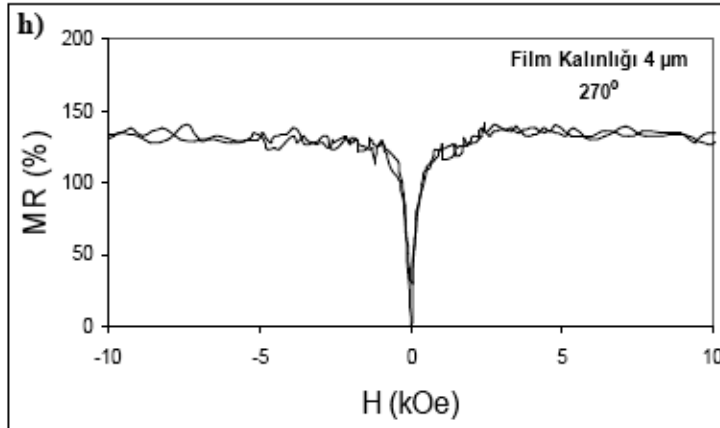
Film Kalınlığı 4 μm		
Film Konumu 135°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	33.7
	1 - 2	33.0
Toplam		66.7
D	1 - 4	33.9
	2 - 3	33.2
Toplam		67.1
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



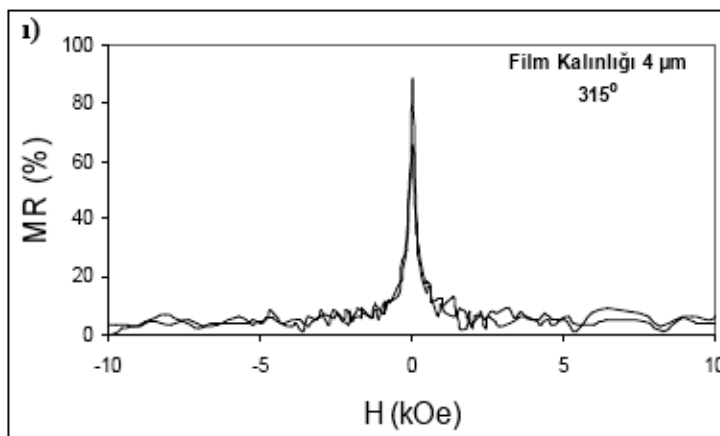
Film Kalınlığı 4 μm		
Film Konumu 180°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	34.5
	1 - 2	34.0
Toplam		68.5
D	1 - 4	32.7
	2 - 3	33.6
Toplam		66.3
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



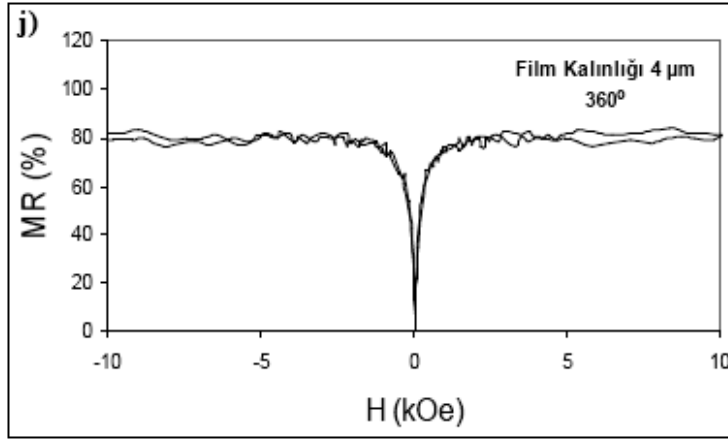
Film Kalınlığı 4 µm		
Film Konumu 225°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	39.0
	1 - 2	37.6
Toplam		76.6
D	1 - 4	38.6
	2 - 3	37.1
Toplam		75.7
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



Film Kalınlığı 4 µm		
Film Konumu 270°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	39.6
	1 - 2	37.2
Toplam		76.8
D	1 - 4	39.3
	2 - 3	37.1
Toplam		76.4
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



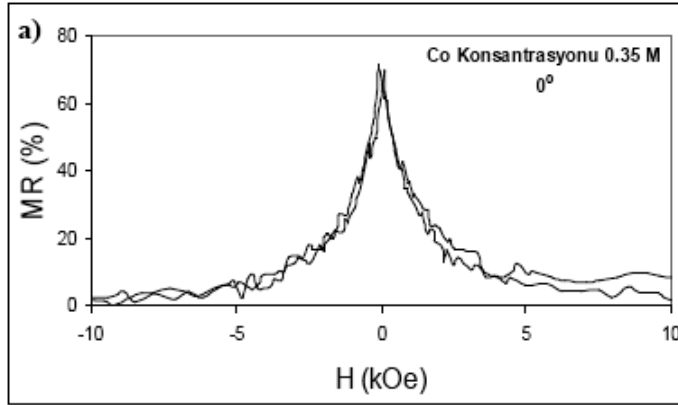
Film Kalınlığı 4 µm		
Film Konumu 315°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	36.3
	1 - 2	30.5
Toplam		66.8
D	1 - 4	36.4
	2 - 3	30.8
Toplam		67.2
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



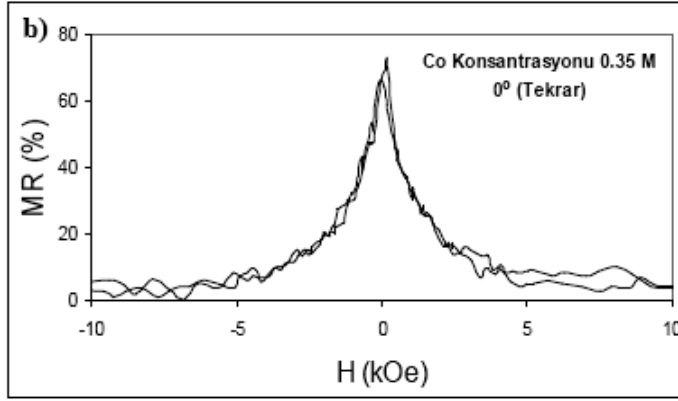
Film Kalınlığı 4 μm		
Film Konumu 360°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	38.0
	1 - 2	30.4
Toplam		68.4
D	1 - 4	37.5
	2 - 3	30.1
Toplam		67.6
Sonuç:		$P_{\text{toplam}} > D_{\text{toplam}}$ (+)

Şekil 4.37: Kalınlığı 4 μm olan filmin, 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri a) 0°, b) 0° (tekrar), c) 45°, d) 90°, e) 135°, f) 180°, g) 225°, h) 270°, ı) 315°, j) 360°. Yandaki tablolar MR ölçümü öncesi filmin kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir.

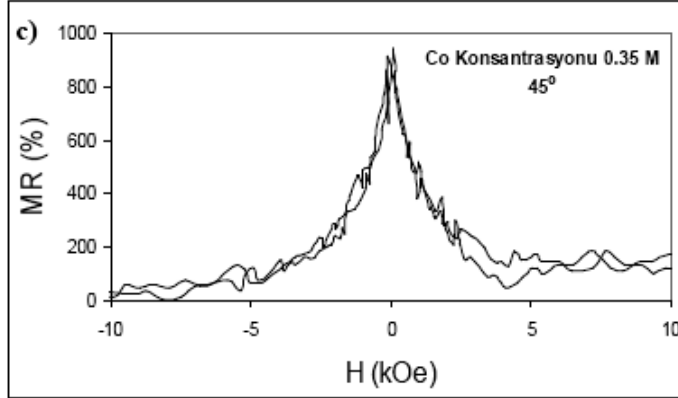
Co konsantrasyonu 0.35 M olan elektrolit (CSKC6) kullanılarak üretilen filmin 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilmiş MR değişimi grafikleri Şekil 4.38'de gösterilmiştir. Şekil 4.38 a) ve Şekil 4.38 b) deneysel parametreler değiştirilmeden 0° konumunda elde edilen MR grafiklerini göstermektedir. Buna göre tekrarlanan MR ölçümlerinin aynı sonuçları verebileceği açıkça görülmüştür. Filmlerin paralel ve dik kollarında oluşan elektriksel direnç değerlerinin durumu ile MR grafiğinin yönelimi arasındaki ilişki, daha önce belirtilen kural çerçevesinde (Denklemler 4.5 ve Denklemler 4.6) varlığını sürdürmüştür. Filmin bu ölçümlerinden edinilen MR değişim grafikleri incelendiğinde, % 40 ile % 900 arasında değişen değerlerin elde edildiği tespit edilmiştir.



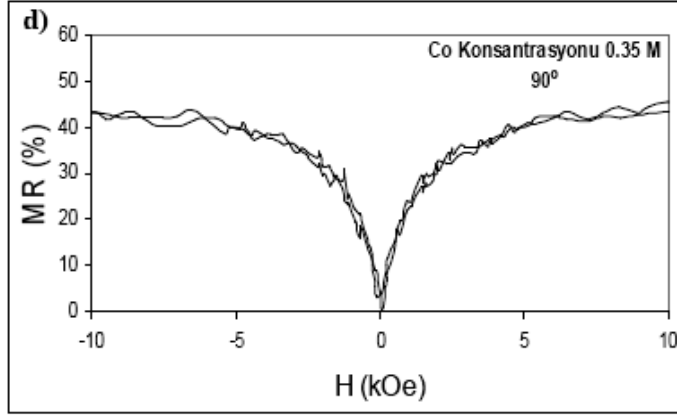
Co Konstrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 0°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	38.3
	1 - 2	35.0
Toplam		73.3
D	1 - 4	38.3
	2 - 3	35.4
Toplam		73.7
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



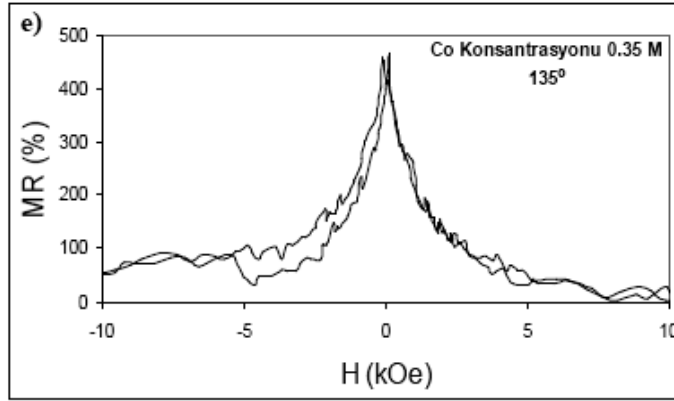
Co Konstrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 0° (Tekrar)		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	35.4
	1 - 2	37.9
Toplam		73.3
D	1 - 4	35.5
	2 - 3	38.1
Toplam		73.6
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



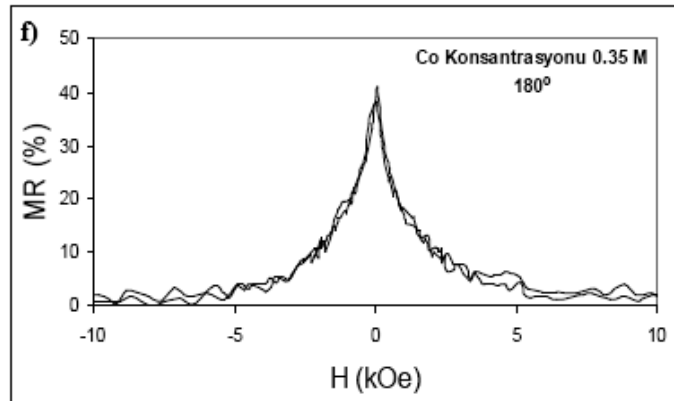
Co Konstrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 45°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	33.9
	1 - 2	35.7
Toplam		69.6
D	1 - 4	34.0
	2 - 3	36.1
Toplam		70.1
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



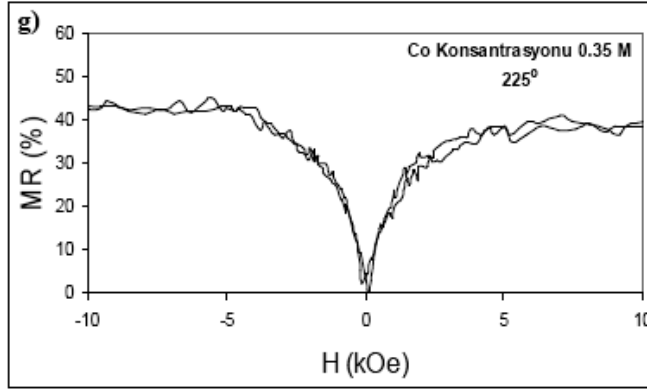
Co Konstrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 90°		
Direnç Adı		R (Ohm) (I= 50 mA)
P	3 - 4	43.3
	1 - 2	29.8
Toplam		73.1
D	1 - 4	42.7
	2 - 3	29.7
Toplam		72.4
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



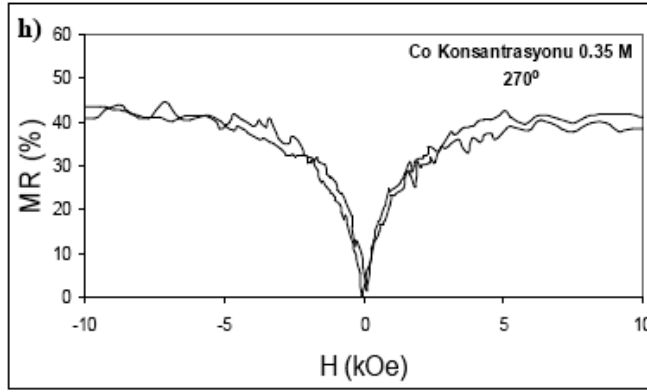
Co Konstrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 135°		
Direnç Adı		R (Ohm) (I= 50 mA)
P	3 - 4	42.6
	1 - 2	33.4
Toplam		76.0
D	1 - 4	42.8
	2 - 3	33.4
Toplam		76.2
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



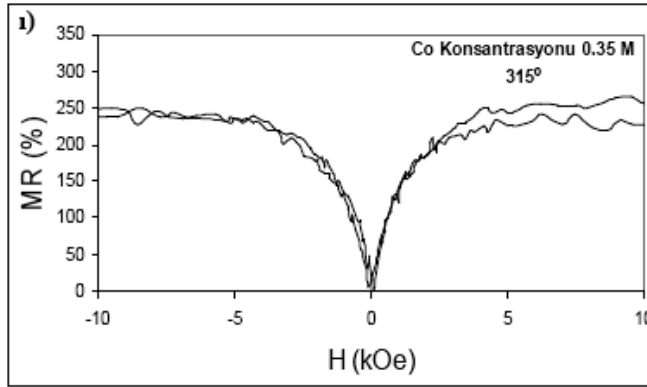
Co Konstrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 180°		
Direnç Adı		R (Ohm) (I= 50 mA)
P	3 - 4	39.5
	1 - 2	30.7
Toplam		70.2
D	1 - 4	42.4
	2 - 3	33.5
Toplam		75.9
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)



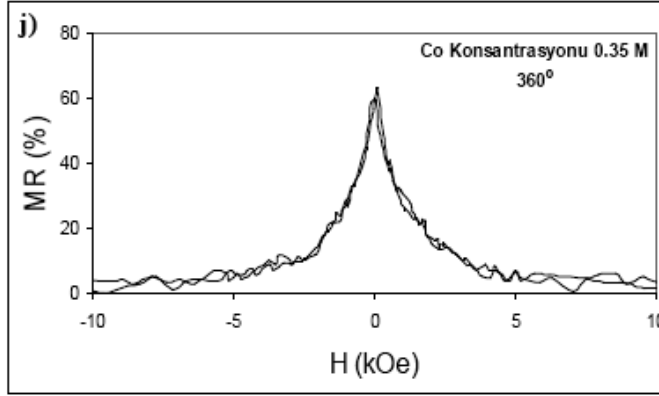
Co Konstrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 225°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	47.8
	1 - 2	29.7
Toplam		77.5
D	1 - 4	46.8
	2 - 3	29.4
Toplam		76.2
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



Co Konstrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 270°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	43.4
	1 - 2	29.5
Toplam		72.9
D	1 - 4	43.1
	2 - 3	29.3
Toplam		72.4
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



Co Konstrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 315°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	46.8
	1 - 2	31.7
Toplam		78.5
D	1 - 4	46.7
	2 - 3	31.5
Toplam		78.2
Sonuç:		$P_{toplam} > D_{toplam}$ (+)



Co Konsantrasyonu 0.35 M		
Film Konumu 360°		
Direnç Adı	R (Ohm) (I= 50 mA)	
P	3 - 4	37.0
	1 - 2	31.0
Toplam		68.0
D	1 - 4	37.6
	2 - 3	31.3
Toplam		68.9
Sonuç:		$D_{toplam} > P_{toplam}$ (-)

Şekil 4.38: Co konsantrasyonu 0.35 M olan elektrolitten üretilen filmin, 45°lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri a) 0°, b) 0° (tekrar), c) 45°, d) 90°, e) 135°, f) 180°, g) 225°, h) 270°, ı) 315°, j) 360°. Yandaki tablolar MR ölçümü öncesi filmin kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir.

Tablo 4.12, 0°'den 360°'ye 45°'lik açılarla alınan ve Tablo 4.13, 0°, 45° ve 90° açılarda ölçümleri alınan filmlerin MR değişim değerlerini bir arada göstermektedir. Filmlerin farklı konumları için çapraz bağlantılı dizilim kullanarak elde edilen sonuçlar incelendiğinde MR değişimlerinin, BMR ve EMR değerlerine göre nispeten büyük olduğu ve bu durumun filmin pozisyonuna bağlı olmadığı görülür. Dolayısı ile filmin numune tutucu üzerindeki pozisyonu ne olursa olsun, manyetik alan ile elektrik akımının arasındaki açı 45° (çapraz bağlantı düzeni) olduğu sürece yüksek MR değerlerinin elde edileceği görüşüne varılabilir.

Tablo 4.11: Filmlerin manyetik alana göre paralel ve dik kollarındaki elektriksel direnç değerleri (I= 50 mA için, filmlerin 0° ve 90° döndürülme pozisyonlarında)

Film Konumu 0°						Film Konumu 90°					
Filmlerin Üretim Özellikleri		Manyetik Alana Paralel Direnç (Ω)		Manyetik Alana Dik Direnç (Ω)		Filmlerin Üretim Özellikleri		Manyetik Alana Paralel Direnç (Ω)		Manyetik Alana Dik Direnç (Ω)	
		R _{3,4}	R _{1,2}	R _{1,4}	R _{2,3}			R _{3,4}	R _{1,2}	R _{1,4}	R _{2,3}
Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	45.4	37.6	44.6	36.8	Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	43.8	38.8	41.0	50.3
	-1.3	28.2	44.5	28.8	43.3		-1.3	33.4	39.4	39.1	33.0
	-1.5	49.3	28.0	48.3	27.2		-1.5	33.6	41.4	41.4	36.4
	-1.9	45.9	33.7	44.5	33.4		-1.9	173.0	39.4	192.0	40.0
Elektrolit pH'ı	4.10	40.8	31.8	37.6	33.2	Elektrolit pH'ı	4.10	-	-	-	-
	3.14	-	-	-	-		3.14	35.0	36.3	28.8	27.7
	2.14	41.3	66.3	41.7	68.3		2.14	45.6	34.0	44.0	32.7
Kalınlık (μm)	1	70.8	93.7	71.6	96.4	Kalınlık (μm)	1	93.4	58.1	75.5	77.1
	2	56.5	52.8	56.2	51.7		2	79.3	44.5	81.3	45.2
	4	37.3	32.8	36.5	32.4		4	43.5	32.3	42.5	32.0

Tablo 4.12: Filmlerin 45°'lik açılarla 360° döndürülmesi ile elde edilen MR değişim değerleri ve yönelimleri, (+) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile arttığını, (-) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile azaldığını simgelemektedir.

Açı / Film	MR DEĞİŞİMİ (%)									
	0°	0° (Tekrar)	45°	90°	135°	180°	225°	270°	315°	360°
-1.9 V	75 (+)	75 (+)	85 (+)	60 (-)	35 (-)	50 (-)	40 (-)	55 (+)	40 (+)	150 (-)
2.14 pH	16 (-)	16 (-)	9 (-)	15 (+)	10 (+)	23 (-)	30 (-)	15 (+)	9 (-)	13 (-)
4 μm	30 (+)	30 (+)	75 (+)	240 (+)	120 (-)	600 (+)	25 (+)	140 (+)	90 (-)	80 (+)
0.35 M	70 (-)	70 (-)	950 (-)	40 (+)	400 (-)	40 (-)	40 (+)	40 (+)	250 (+)	60 (-)

Tablo 4.13: Çapraz bağlantı diziliminde, 0.6x0.6 cm² boyutlarındaki filmlerin saat yönünün tersine 45°'lik açılarla döndürülmesi ile elde edilen MR değişim değerleri, (+) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile arttığını, (-) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile azaldığını simgelemektedir.

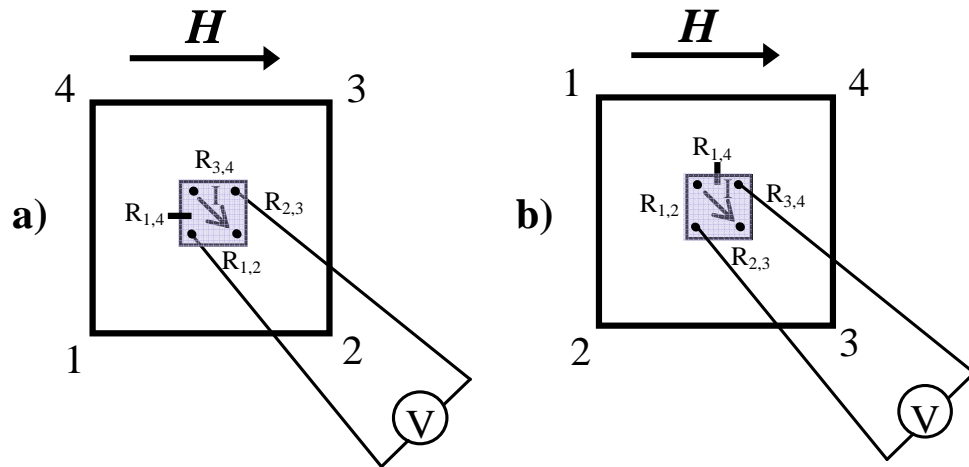
Filmlerin Üretim Özellikleri		MR DEĞİŞİMİ (%)		
		Film Döndürme		
		0°	45°	90°
Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	60 (+)	25 (+)	65 (-)
	-1.3	500 (+)	450 (-)	45 (+)
	-1.5	25 (+)	70 (+)	110 (-)
	-1.9	75 (+)	85 (+)	60 (-)
Elektrolit pH'ı	4.10	400 (+)	25 (+)	-
	3.14	-	250 (+)	35 (+)
	2.14	15 (-)	9 (-)	15 (+)
Kalınlık (µm)	1	200 (-)	20 (+)	150 (-)
	2	55 (+)	9 (+)	65 (-)
	4	30 (+)	70 (+)	230 (+)

Filmlerin döndürülüp MR ölçümlerinin yapıldığı durum ile farklı açılarda M_r/M_s değerlerinin tespit edildiği durum, hem film konumu ve pozisyonu, hem de film şekli ve boyutu açısından aynı olacak şekilde planlanmıştır. Bu nedenle filmlerin izotropik veya anizotropik davranışı VSM ve MR analizleri yönünden tartışılabilir. Çapraz bağlantı diziliminde, 0.6x0.6 cm² boyutlarındaki filmlerin saat yönünün tersine 45°'lik açılarla döndürülmesi ile elde edilen MR değişim değerleri incelendiğinde, filmlerin MR özellikleri açısından anizotropik bir özelliğe sahip olduğu görülür. Bu nedenle, manyetik ölçümlerde tespit edilen izotropik durumun,

MR ölçümlerinde tespit edilen anizotropik durum ile bağlantılı olmadığı sonucuna varılabilir.

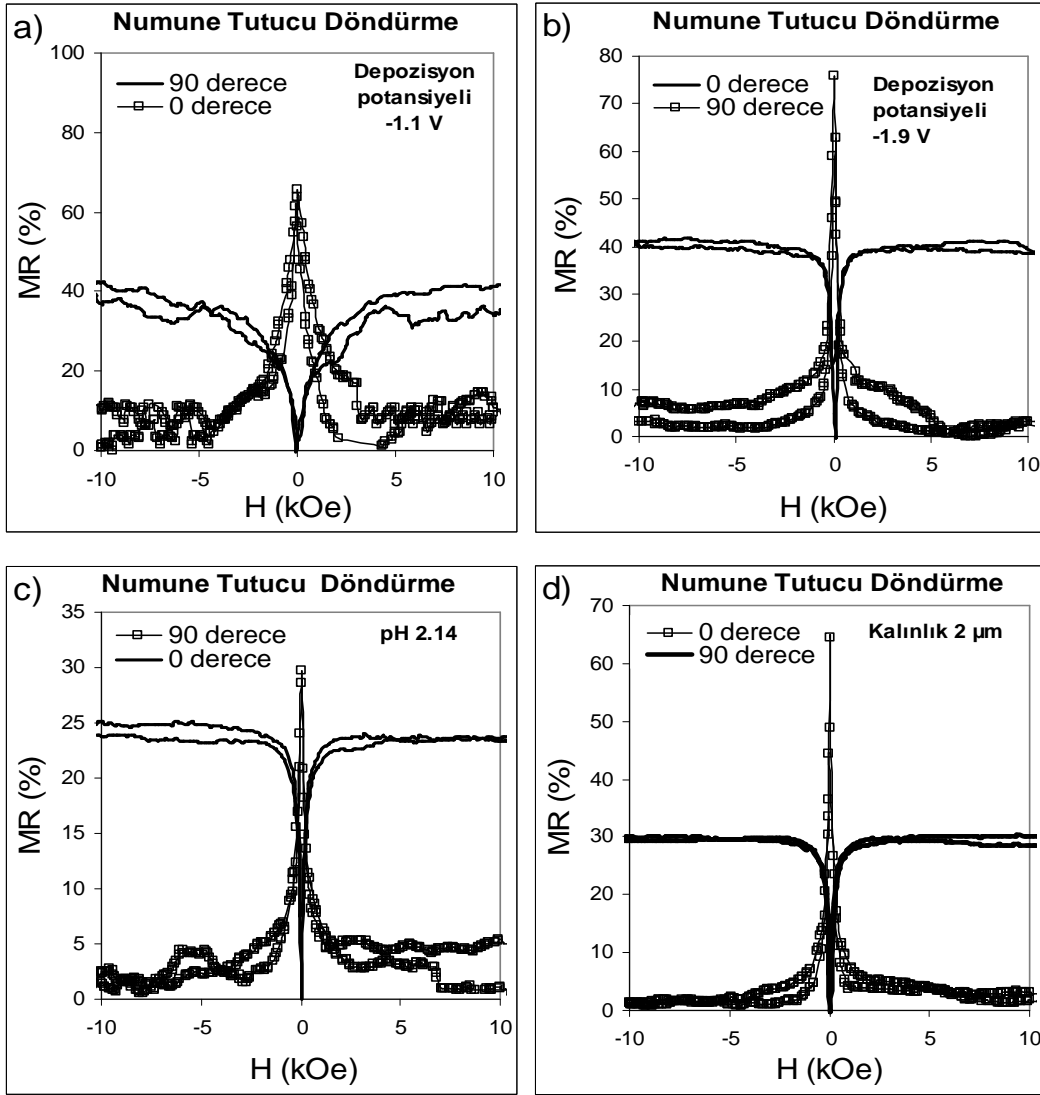
4.10.3.2 Çapraz Bağlantı Düzeninde Numune Tutucunun 90° Döndürülmesi Sonucunda Elde Edilen Manyetorezistans Davranışının İncelenmesi

Filmin manyetik alana göre paralel (P) ve dik (D) kollarındaki elektriksel direncin durumuna göre MR değişiminin nasıl etkileneceği, numune tutucunun 90° döndürülmesi dikkate alınarak daha ayrıntılı olarak araştırılmıştır. Daha önceki bölümde filmin konumu Şekil 4.32 a)'dan Şekil 4.32 c)'ye değiştirildiğinde numune tutucudaki iğnelerin filme temas noktaları ve dolayısıyla iki temas noktası arasındaki direnç değerleri de değişecektir. Bu nedenle Şekil 4.32 c) ile aynı olan Şekil 4.39 a) ile birlikte, Şekil 4.39 b) durumu da incelemeye dahil edilmiştir. Akım yönü sabit kalmak üzere, numune tutucunun saat yönünde 90° döndürülmesi ile Şekil 4.39 a) durumundan Şekil 4.39 b) durumuna geçerken, iletken iğnelerin filme temas ettiği noktalara herhangi bir müdahale olmaması, $R_{//} > R_{\perp}$ veya $R_{\perp} > R_{//}$ durumundan kesin olarak tam tersi bir duruma geçişi sağlamaktadır. Bu durumda aynı çapraz bağlantı diziliminde, (+)'dan (-)'ye veya (-)'den (+)'ya geçen MR yönelimlerinin oluştuğu gözlenmiştir. Numune tutucunun 90° döndürülmesiyle ilk durumdaki MR yöneliminin değişmesi, kollardaki direnç değerleri ile MR yönelimi arasındaki ilişkiyi doğrulamaktadır.



Şekil 4.39: Numune tutucunun saat yönünde 90° döndürülmesi ile MR değişiminin incelenmesinde kullanılan bağlantının temsili gösterimi a) 0° b) 90°

Numune tutucunun saat yönünde 90° döndürülmesi ile elde edilen MR grafikleri Şekil 4.40'ta gösterilmektedir. Numune tutucunun bu şekilde döndürülmesi ile filmin iğnelere temas eden noktaları değişmediğinden ve paralel konumdaki kollar dik, dik konumdaki kollar ise paralel konuma geçtiğinden dolayı (bakınız Şekil 4.39), 0° ve 90°'lik numune tutucu konumları için birbirlerine ters özelliklere sahip MR grafikleri elde edilmiştir. Şekil 4.40 a) ve Şekil 4.40 d)'de görüldüğü gibi numune tutucunun ilk konumunda $\frac{P_{toplam}}{D_{toplam}} < 1$ şartı sağlandığı için artan manyetik alan şiddetiyle azalan bir MR davranışı sergilenmiştir. Gözlenen bu MR davranışları 90° kabul edilen numune tutucu konumları için ise (R_{1,4} + R_{2,3}) toplamı, (R_{3,4} + R_{1,2}) toplamından büyük olduğu şartı korunduğundan, ancak R_{1,4} ve R_{2,3} dirençleri manyetik alana göre paralel konuma geçtiğinden dolayı tam tersi bir yönelim göstermiştir. Yani Şekil 4.39 b)'de gösterilen yeni durumda P_{toplam} = (R_{1,4} + R_{2,3}), D_{toplam} = (R_{1,2} + R_{3,4}) olmuştur. Bu konumlarda artan manyetik alan şiddeti ile beraber artan MR davranışı gözlenmiştir. Şekil 4.40 b) ve Şekil 4.40 c)'de MR değişim grafikleri çizilen filmler, karakterizasyon esnasında ölçülen film kollarındaki elektriksel direnç değerlerinden dolayı 0° konumunda artan manyetik alan şiddetiyle beraber artan, 90° konumunda ise azalan MR değerlerine sahip oldukları ifade edilebilir. Tablo 4.14, Şekil 4.39'da temsil edilen ölçümler gerçekleştirilirken ölçülen, filmlerin manyetik alana paralel ve dik kollarındaki elektriksel direnç değerlerini göstermektedir. Direnç değerleri kaydedilirken numune tutucunun ilk pozisyonunda ölçülen değerlerin, film yerinden oynatılmadığı için, ikinci pozisyonunda da aynı olduğu kabul edilmiştir. Bunun yanı sıra, daha önce verilen tekrarlanan ölçümlerde filmin numune tutucu üzerinde beklemesinden dolayı tüm direnç değerlerinde küçük değişimler olacağı gösterilmiştir. Buna rağmen numune tutucunun her döndürülmesi ile MR yöneliminin değişmesi, direnç değerleri değişse bile, değerlerin toplamının birbirlerine göre durumunun değişmeyeceğini gösterir.



Şekil 4.40: Numune tutucunun saat yönünde 90° döndürülmesi ile elde edilen MR değişiminin grafikleri a) -1.1 V uygulayarak üretilen film için, b) -1.9 V uygulayarak üretilen film için, c) pH değeri 2.14 olan elektrolitten üretilen film için, d) kalınlığı 2 μm olan film için

Tablo 4.15, çapraz bağlantı diziliminde numune tutucunun 90° döndürülmesi ile elde edilen MR değişimi değerlerini göstermektedir. Ölçümler çapraz bağlantı diziliminde yapıldığı için elde edilen değerlerin diğer çapraz ölçümlerde olduğu gibi BMR ve EMR değerlerine göre nispeten büyük değerler olduğunu belirtmek mümkündür. Sonuç olarak, numune tutucunun her döndürülmesi ile (+)'dan (-)'ye veya (-)'den (+)'ya geçen MR yönelimleri oluşmuştur.

Tablo 4.14: Filmlerin manyetik alana göre paralel ve dik kollarındaki elektriksel direnç değerleri (I= 50 mA için, numune tutucunun 0° ve 90° döndürülme pozisyonlarında)

Numune Tutucu Konumu 0°					
Filmlerin Üretim Özellikleri		Manyetik Alana Paralel Direnç (Ω)		Manyetik Alana Dik Direnç (Ω)	
		R _{3,4}	R _{1,2}	R _{1,4}	R _{2,3}
		Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	43.8	38.8
	-1.3	33.4	39.4	39.1	33.0
	-1.5	33.6	41.4	41.4	36.4
	-1.9	51.7	47.4	43.6	42.3
Elektrolit pH'ı	4.10	-	-	-	-
	3.14	35.0	36.3	28.8	27.7
	2.14	59.3	49.2	48.8	31.4
Kalınlık (μm)	1	93.4	58.1	75.5	77.1
	2	79.3	44.5	81.3	45.2
	4	32.7	33.8	36.3	32.5

Numune Tutucu Konumu 90°					
Filmlerin Üretim Özellikleri		Manyetik Alana Paralel Direnç (Ω)		Manyetik Alana Dik Direnç (Ω)	
		R _{1,4}	R _{2,3}	R _{1,2}	R _{3,4}
		Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	41.0	50.3
	-1.3	39.1	33.0	39.4	33.4
	-1.5	41.4	36.4	41.4	33.6
	-1.9	43.6	42.3	47.4	51.7
Elektrolit pH'ı	4.10	-	-	-	-
	3.14	28.8	27.7	36.3	35.0
	2.14	48.8	31.4	49.2	59.3
Kalınlık (μm)	1	75.5	77.1	58.1	93.4
	2	81.3	45.2	44.5	79.3
	4	36.3	32.5	33.8	32.7

Tablo 4.15: Numune tutucunun saat yönünde 90° döndürülmesi ile elde edilen MR değişim değerleri, (+) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile arttığını, (-) işareti MR değerinin artan manyetik alan ile azaldığını simgelemektedir.

Filmlerin Üretim Özellikleri		MR DEĞİŞİMİ (%)	
		Numune Tutucu Döndürme	
		0°	90°
Dep. Potansiyeli (V)	-1.1	65 (-)	40 (+)
	-1.3	45 (+)	200 (-)
	-1.5	110 (-)	50 (+)
	-1.9	40 (+)	75 (-)
Elektrolit pH'ı	4.10	-	-
	3.14	35 (+)	90 (-)
	2.14	25 (+)	25 (-)
Kalınlık (µm)	1	150 (-)	27 (+)
	2	65 (-)	30 (+)
	4	470 (-)	65 (+)

Yapılan çalışmada numunenin kollarındaki direnç değerlerinin MR yönelimi üzerine etkisi şu şekilde bir sonuca bağlanmıştır. Manyetik alana paralel kollardaki elektriksel direnç değerleri birbirinden farklı olarak $R_{//1}$ ve $R_{//2}$, dik kollardaki direnç değerleri ise $R_{\perp 1}$ ve $R_{\perp 2}$ olarak kabul edilsin. Şiddeti artan bir manyetik alan ile artan bir MR değeri elde etmek için;

$$\frac{R_{//1} + R_{//2}}{R_{\perp 1} + R_{\perp 2}} > 1, \quad (4.7)$$

azalan bir MR değeri elde etmek için;

$$\frac{R_{//1} + R_{//2}}{R_{\perp 1} + R_{\perp 2}} < 1 \quad (4.8)$$

şartlarının sağlanması gerekmektedir.

4.10.4 Manyetorezistans Ölçüm Sisteminin Bilgisayar ile Kontrolü İçin Quick BASIC Dilinde Optimum Programın Geliştirilmesi

MR ölçüm sisteminin bilgisayar ile kontrolünün sağlanması zaman açısından büyük avantaj sağlamakla birlikte, ölçüm süresince insan faktöründen kaynaklanabilecek hataların en aza indirilmesi için son derece önemlidir. MR ölçüm sisteminin bilgisayar ile kontrolü, sistemin bileşenleri olan magnet, güç kaynağı, gaussmetre ve nanovoltmetrenin bir bilgisayar programı ile kontrol edilmesini gerektirmektedir. Bu bölümde, gerçekleştirilen MR ölçümleri esnasında mevcut olan bilgisayar programının bazı eksiklikleri tespit edilerek, ölçümler için en ideal duruma getirilmesi sağlanmıştır. Bunun için “MS DOS” işletim sistemi altında çalışan “Quick BASIC” dili kullanılarak bir program geliştirilmiştir. Anlamlı ölçümlerin alınabilmesi için her bir cihaz bu geliştirilen programın kontrolüne sevk edilerek uygun ayarların yapılması sağlanmıştır. Program yazılırken gaussmetre ve nanovoltmetre gibi cihazların bilgisayar ile kontrolü, kullanma kılavuzlarında verilen arayüz programları ile gerçekleştirilmiştir.

Çalışma kapsamında geliştirilen kontrol programı, başta 12 kOe civarında olan manyetik alan şiddetini -12 kOe civarına tarayıp, daha sonra bu değeri tekrar 12 kOe’ e ayarlaması prensibine dayandırılmıştır. Manyetik alanın bu şekilde taranması MR ölçümleri için bir ilmeğin elde edilmesini sağlamaktadır. Manyetik alan şiddetinin 12 kOe değerinden tekrar 12 kOe değerine getirilmesi bilgisayar programı içerisinde tanımlanan “m” değişkeninin önce 0 sonra 1 olması ile sağlanmıştır. Tanımlanan “m” değişkeninin 0 olması, manyetik alanı 12 kOe değerinden -12 kOe değerine doğru tarayan “N = N + GD” sayacının işlemlerini sağlamaktadır. “N = N + GD” sayacı “GD” değişkeni ile sayım yapmaktadır. MR ölçüm sistemi 12 kOe değerinden ölçüme başladığında “N = N + GD” sayacıyla manyetik alan şiddeti değişmekte ve N= 255 olduğunda yaklaşık -12 kOe değerine ulaşmaktadır. N sayacı

255 ve daha büyük deęerleri gösterdięinde “m” parametresi 1 deęerini almakta ve N sayacının yerini alan “ALI” sayacı devreye girmektedir. ALI sayacı $ALI = ALI - GD$ ifadesine uygun sayım yapmaktadır. Bu şekilde -12 kOe olan manyetik alan şiddeti tekrar 12 kOe deęerine doęru ilerlemektedir. Her iki sayacın sayım ifadelerindeki “GD” deęiřkeni, ölçümde kullanılacak olan adım aralıęı olarak nitelendirilebilir. Programda kullanılan GD deęerleri incelenirse (bakınız EK A) yüksek manyetik alan şiddetlerinde büyük, düşük alan şiddetlerinde ise küçük adım aralıklarının tercih edildięi görülür. Ölçümlerde yüksek alan şiddetlerinde dikkate deęer MR deęiřiminin olmaması, deęiřimin daha çok manyetizasyon yönünün ters döndüęü bölgelere yakın yerlerde olması, GD deęerlerinin bu şekilde ayarlanmasını daha uygun kılmıştır. Ayrıca GD deęerlerinin bu şekilde atanması ölçümlerde önemli avantajlar sağlamıştır. Bunlardan birincisi elektrik enerjisinden tasarruf edilmesidir. Yüksek manyetik alan deęerlerinde sağlanan geniş adım aralıęı, bu deęerlerde harcanan zamanı, dolayısıyla magnetlerin çektięi elektrik enerjisini önemli ölçüde azaltmaktadır. İkinci avantaj ise ölçüm deęeri alma sayısını azaltarak istenmeyen gürültü veya programda oluşabilecek hataların en aza indirilmesidir. Bu da daha düzgün sonuçlara ve daha sorunsuz ölçümlere imkan verir. Bir dięer avantaj, ölçüm süresinde meydana gelen azalmadır. GD sayılarının bu çalışma kapsamında ayarlanan deęerlerde olması (bakınız EK A), GD deęerlerinin 1 olduęu duruma göre ölçüm süresinin % 60 oranında kısalmasına neden olmaktadır. Böylelikle ölçümler daha kısa sürede tamamlanmakta, MR ölçümü alırken numuneler üzerinden mümkün olduęunca az süre elektrik akımı geçirilerek daha az zarar görmesi sağlanmaktadır. Ayrıca sürenin kısalması, MR ölçümleri atmosfere açık bir ortamda gerçekleştirildięi için numunelerin daha az oksitlenmesine neden olabilir.

Uygulanacak olan manyetik alan deęerlerini inceleyecekleri malzemelerin özelliklerine göre ayarlamak isteyen arařtırmacılar, EK A’ da sunulan programdaki “GD” deęerlerini istedikleri gibi deęiřtirerek (tüm GD deęerlerini 1 yapmak gibi), ölçümlerinde ayarlamalar yapabilirler. İdeal MR ölçümlerinin gerçekleştirilmesi için geliştirilen bilgisayar programı “EK” bölümünde verilmiştir.

5. SONUÇ

Manyetik filmler sahip oldukları özelliklerden dolayı teknolojik uygulamalarda sıkça kullanılan ve vazgeçilemez elemanlar olmuşlardır. Manyetik kayıt uygulamaları, okuma yazma sensör uygulamaları ve mikro elektriksel mekaniksel sistemler bu teknolojik uygulamalarının bazılarıdır. Manyetik filmlerin üretimi birçok teknik ile gerçekleştirilebilirken, elektrodepozisyon tekniği bunlar arasında hızlı, kolay ve düşük maliyetli bir üretim sağlamaktadır. Bu nedenle, yapılan çalışmada Ni-Co filmleri elektrodepozisyon tekniğiyle üretilmiş ve farklı depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı, film kalınlığı ve elektrolit konsantrasyonu gibi parametreler dikkate alınarak özellikleri incelenmiştir.

Filmlerin depozisyonunda kullanılan elektrolitin karakterizasyonu döngüsel voltammetri tekniği ile yapılmış ve uygulanan şartlar altında Ni ile Co iyonlarının birlikte depozisyonu için gereken en uygun potansiyelin -1.0 V' tan daha büyük olduğu anlaşılmıştır. Bu yüzden Ni-Co filmlerinin depozisyonu için en düşük potansiyel -1.1 V olarak seçilmiştir. Depozisyon esnasında kaydedilen akım-zaman geçişlerinde elde edilen sabit akım şiddetinden dolayı iyonların düzenli bir şekilde biriktiği ve filmlerin aynı tip büyüme mekanizmalarına sahip oldukları anlaşılmıştır. Filmlerin elementel analizleri enerji ayırmalı x-ışını spektroskopisi (EDX) tekniği ile gerçekleştirilmiş ve film bileşiminin üretim parametrelerinden nasıl etkilendiği tespit edilmiştir. Buna göre, depozisyon potansiyelinin artmasıyla beraber film bileşimindeki Co atomlarının miktarı kademeli olarak % 87'den % 56'ya azalırken, farklı kalınlığın incelendiği filmlerde tüm kalınlıklar için % 50 civarında sabit kaldığı tespit edilmiştir. Bunların yanı sıra elektrolit pH'ının düşmesi ve Co konsantrasyonunun artması filmlerdeki Co oranlarında sırasıyla % 40'tan % 57'ye ve % 0'dan %80'e kadar bir artışa neden olmuştur. EDX analizi sonuçları ile filmlerin depozisyonunda kullanılan elektrolitlerin bileşimleri karşılaştırıldığında tüm üretimlerde anormal birlikte depozisyonun gerçekleştiği bulunmuştur.

Yapısal analiz x-ışını difraksiyonu tekniği ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile gerçekleştirilmiştir. Filmler sahip oldukları Ni:Co oranlarına göre sadece yüzey merkezli kübik (fcc) veya fcc + hekzagonal sıkı paket yapı (hcp) kristal fazlarına sahiptirler. Bileşimindeki Co atomlarının oranı % 63'ün altında olan filmlerin kristal yapısı fcc iken, % 63 ve üzeri bir oranda Co atomu ihtiva edenler fcc+hcp gibi karışık fazlı bir kristal yapıya sahiptir. Ayrıca elde edilen kırınım desenlerinden, incelenen farklı depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı ve elektrolit konsantrasyonu filmlerinin (220) tercihli yönelimine sahip olduğu bulunmuştur. Kalınlık etkisinin incelendiği filmlerde kalınlığın artmasıyla beraber tercihli yönelimin (111)'den (220) yönelimine geçiş yaptığı anlaşılmıştır. SEM görüntülerine göre filmlerin yüzey morfolojilerinin depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı ve konsantrasyonu gibi üretim parametrelerinden etkilendiği, ancak kalınlığın yüzey görünümünü etkilemediği gözlenmiştir. Buna göre pürüzlü ve engebeli olan bir yüzey uygulanan depozisyon potansiyeli, elektrolit pH'ı veya konsantrasyonuna göre daha pürüzsüz veya tamamen pürüzsüz olabilmektedir.

Filmlerin manyetik analizi titreşimli numune manyetometresi ile ± 10 kOe arasında değişen manyetik alanı film düzlemine paralel ve dik olacak şekilde uygulayarak gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar doyum manyetizasyonu, M_s ve koersivite değerlerinin filmlerin Ni:Co oranlarından önemli ölçüde etkilendiğini göstermiştir. Hacimli kobalt için M_s değeri hacimli nikelin M_s değerinden büyük olduğu için, % Co oranlarının artmasıyla beraber M_s değerlerinde de artış meydana gelmiştir. Ayrıca analiz kapsamında manyetik alanın film düzlemine paralel uygulandığı ölçümlerden elde edilen histeresis eğrilerinin, dik uygulandığı ölçümlerden elde edilen histeresis eğrilerine göre şekli incelendi. Buna göre tüm filmler için manyetizasyonun kolay eksen yönünün film düzleminde olduğu sonucuna varıldı. Manyetik karakterizasyonda kare şeklindeki filmler 0° , 45° ve 90° döndürülüp, M_r/M_s değerlerine göre izotropik veya anizotropik davranışları incelendi. Filmler döndürülmelerine ve kare şeklinde kesilmelerine rağmen M_r/M_s değerlerinde dikkate değer bir değişikliğin olmaması, filmlerin şekil anizotropisinden etkilenmediğini ve manyetik açıdan izotropik olduğunu göstermektedir.

Manyetorezistans (MR) ölçümleri ile geleneksel bağlantı dizilimi kullanarak anizotropik manyetorezistans (AMR) ve çapraz bağlantı dizilimi kullanarak düzlemsel Hall etkisi (DHE) araştırıldı. MR ölçümleri van der Pauw tekniği ile gerçekleştirildi. Sonuçlar tüm filmlerin AMR özelliğe sahip olduğunu ve DHE ölçümlerinde MR'ın (+) veya (-) yöneliminin, filmlerin kollarındaki elektriksel direnç değerlerine bağlı olduğunu gösterdi. Buna göre, uygulanacak olan manyetik alana paralel kollardaki elektriksel direnç değerleri toplamı, dik kollardaki direnç değerleri toplamından büyükse, boyuna manyetorezistans gibi, artan manyetik alan şiddeti ile artan, küçükse, enine manyetorezistans gibi azalan bir MR değeri elde edilir. Bu her iki MR yönelimi de, AMR ölçümlerinin aksine aynı bağlantı dizilimiyle gerçekleştirilebilir. Ayrıca, DHE değişimlerinin AMR değişimlerinden genel olarak daha büyük olduğu ve bu durumun filmin veya numune tutucunun konumuna göre değişmediği görülmüştür.

Manyetik filmlerin kullanıldığı endüstriyel alanlardaki artan uygulamalar, bu filmler üzerinde odaklanan bilimsel çalışmaların önemini oldukça arttırmıştır. Yapılan çalışmada Ni-Co filmlerinin farklı üretim parametrelerindeki özellikleri incelenmiş ve genel olarak yapısal, manyetik ve AMR özelliklerinin, üretim parametrelerinden etkilendiği tespit edilmiştir. DHE'nin incelendiği çapraz bağlantı düzeninde MR yöneliminin, filmin kollarındaki elektriksel direnç değerlerine bağlı olması, deney şartlarına göre kontrol edilebilir bir MR davranışına işaret eder. Yapılan çalışmanın sonuçlarının, manyetik filmleri konu alan ve teknoloji açısından oldukça önemli olan bilimsel araştırmalara katkı sağlayabileceği düşünülmektedir.

EK

EK A. Manyetorezistans Ölçüm Sistemi İçin Quick BASIC Dilinde Geliştirilen Bilgisayar Programı

İdeal MR ölçümlerinin gerçekleştirilmesi için "Quick BASIC" dili kullanılarak geliştirilen bilgisayar programı aşağıda verilmiştir.

```
OV$ = SPACE$(1500)
CLS
ALI = 255

COLOR 10
OUT &H378, 0

    BZ = TIMER
    DO
        LOCATE 11, 25: PRINT "CIKIS ICIN BIR TUS...."
        LOCATE 12, 25: PRINT "Kalan sure "; CINT(180 - (TIMER - BZ)); "saniye "
        LOOP UNTIL 180 - (TIMER - BZ) <= 0 OR INKEY$ <> ""
    CLS
LOCATE 1, 17: PRINT "Program Name: NEWNANOV.BAS (23.12.2010)"
LOCATE 11, 1: PRINT "Parantez içine örnek adı yazınız. C:(    )"
LOCATE 11, 39: LINE INPUT Dosya$
Dosya$ = "C:\" + Dosya$ + ".txt"
IF Dosya$ = "" THEN Dosya$ = "C:\MR.txt": CLS

CLS
IF Dosya$ = "" THEN Dosya$ = "c:\mrdirenc.txt"
REM ComOpen$ = "COM2:19200,N,8,1,ASC,CD0,CS0,DS0,LF,OP0,RS",TB8192,RB8192"
REM ComOpen$ = "COM2:19200,N,8,1,ASC,CD0,CS0,DS0,LF,OP0,RS"
REM OPEN ComOpen$ FOR RANDOM AS #2

OPEN Dosya$ FOR OUTPUT AS #3
OPEN "hata.txt" FOR OUTPUT AS #4

ComOpen1$ = "COM2:19200,N,8,1,ASC,CD0,CS0,DS0,LF,OP0,RS,TB8192,RB8192"
OPEN ComOpen1$ FOR RANDOM AS #2

    BZ = TIMER
    DO
        ' PRINT #2, ":INIT"
        ' PRINT #2, ":FETCH?"

INPUT #2, OV$

    LOCATE 1, 1: PRINT "Kalan sure "; CINT(10 - (TIMER - BZ)); "saniye "
    ' LOCATE 1, 55: PRINT OV$; " mV"
```

```

PRINT
PRINT
PRINT
PRINT
PRINT
PRINT
PRINT
PRINT
PRINT
PRINT "      Created by M.UÇKUN, Developed by A.KARPUZ, Date:21.12.2010 "
PRINT
PRINT "              Yours Sincerely "

LOOP UNTIL 10 - (TIMER - BZ) <= 0
CLS
BEEP

GD = 1
basla:
baz = TIMER

'ComOpen1$ = "COM2:19200,N,8,1,ASC,CD0,CS0,DS0,LF,OP0,RS,TB8192,RB8192"
'OPEN ComOpen1$ FOR RANDOM AS #2

REM *****
CLS ' Clear screen

PRINT #2, ":DISP:ENAB ON"
PRINT #2, "*RST" ' Clear registers
PRINT #2, "*CLS" ' Clear Model 2182
PRINT #2, ":INIT:CONT OFF;:ABORT" ' Init off
PRINT #2, ":SENS:FUNC 'VOLT:DC" ' DCV
PRINT #2, ":SENS:CHAN 1" ' Channel 1
PRINT #2, ":SYST:AZER:STAT OFF" ' Auto zero off
PRINT #2, ":SENS:VOLT:CHAN1:LPAS:STAT ON" ' Analog filter off
PRINT #2, ":SENS:VOLT:CHAN1:DFIL:STAT ON" ' Digital filter off
PRINT #2, ":SENS:VOLT:DC:NPLC 0.01" ' NPLC = 0.1
PRINT #2, ":SENS:VOLT:CHAN1:RANG 0.0000001" ' 10V range
'PRINT #2, ":SENS:VOLT:CHAN1:RANG 1" ' 10V range
PRINT #2, ":SENS:VOLT:DC:DIG 8" ' 8 digit
PRINT #2, ":FORM:ELEM READ" ' Reading only
PRINT #2, ":TRIG:COUN 1" ' Trig count 1
PRINT #2, ":SAMP:COUN 1" ' Sample count 1
PRINT #2, ":TRIG:DEL 0" ' No trigger delay
PRINT #2, ":TRIG:SOUR IMM" ' Immediate trigger
REM PRINT #2, ":DISP:ENAB OFF" ' No display
'PRINT #2, ":INIT?" ' Send init

REM *****
DO
DDD:
  biz = TIMER
  ComOpen$ = "COM1:4800,n,8,1,ASC,CD0,CS0,DS0"
  OPEN ComOpen$ FOR INPUT AS #1
  DO

  cik$ = INKEY$

```

```

IF cik$ = "q" OR cik$ = "Q" THEN
OUT &H378, 120: CLOSE : END
PRINT #2, ":SYST:AZER:STAT ON"
PRINT #2, "*RST"
PRINT #2, "*CLS"

END IF

IF m = 0 THEN

IF N > 0 AND N <= 30 THEN GD = 30
IF N > 30 AND N <= 75 THEN GD = 5
IF N > 75 AND N <= 99 THEN GD = 2
IF N > 99 AND N <= 145 THEN GD = 1
IF N > 145 AND N <= 169 THEN GD = 2
IF N > 169 AND N <= 214 THEN GD = 5
IF N > 214 AND N <= 255 THEN GD = 40
END IF

IF m = 1 THEN
IF ALI > 0 AND ALI <= 2 THEN GD = 2
IF ALI > 2 AND ALI <= 5 THEN GD = 3
IF ALI > 5 AND ALI <= 30 THEN GD = 25
IF ALI > 30 AND ALI <= 75 THEN GD = 5
IF ALI > 75 AND ALI <= 99 THEN GD = 2
IF ALI > 99 AND ALI <= 145 THEN GD = 1
IF ALI > 145 AND ALI <= 171 THEN GD = 2
IF ALI > 171 AND ALI <= 216 THEN GD = 5
IF ALI > 216 AND ALI <= 255 THEN GD = 40

END IF

OUT &H378, N

LINE INPUT #1, GAUSS$

SD = VAL(MID$(GAUSS$, LEN(GAUSS$) - 2, 1))
B = VAL(LEFT$(GAUSS$, LEN(GAUSS$) - 3))
IF SD = 1 OR SD = 0 THEN CARP = 1000 ELSE CARP = 1
MAGDEGER$ = STR$(B * CARP)
topx$ = ""

REM ***** virgul koy *****
FOR x = 1 TO LEN(MAGDEGER$)
ok$ = MID$(MAGDEGER$, x, 1)
IF ok$ = "." THEN ok$ = ","
topx$ = topx$ + ok$
NEXT x
MAGDEGER$ = topx$
MA$ = " "

REM *****

REM ***** Nanovoltmetreyi okur*****
FOR SAYAC = 1 TO 15
PRINT #2, ":INIT"
PRINT #2, ":FETCH?"

```

```

INPUT #2, OV$
OV# = VAL(OV$) * 1000
TOPLAM# = TOPLAM# + OV#

NEXT
TOPLAM# = TOPLAM# / 15
OV$ = STR$(TOPLAM#)
TOPLAM# = 0
REM *****VİRGÜL KOY*****
FOR XX = 1 TO LEN(OV$)
OKX$ = MID$(OV$, XX, 1)
IF OKX$ = "." THEN OKX$ = ","
TOPXX$ = TOPXX$ + OKX$
NEXT XX
REM *****

OV$ = TOPXX$
TOPXX$ = ""
OV# = 0

      IF kayitsay >= 50 AND ww = 1 THEN
      PRINT kayitsayisi; ". değerden sonra 50 kayıt yapıldı"

      CLOSE #2
      CLOSE
ComOpen1$ = "COM2:19200,N,8,1,ASC,CD0,CS0,DS0,LF,OP0,RS,TB8192,RB8192"
OPEN ComOpen1$ FOR RANDOM AS #2

      kayitsay = 0

      OPEN Dosya$ FOR APPEND AS #3
      OPEN "hata.txt" FOR APPEND AS #4

      ww = 0
      'GOTO basla
      GOTO DDD
      END IF

baz = TIMER

LOOP UNTIL baz - biz >= 2

      ww = 1

      IF m = 0 THEN
      IF N >= 255 THEN m = 1
      N = N + GD
      END IF

      IF m = 1 THEN
      IF ALI <= 0 THEN CLOSE : END
      ALI = ALI - GD
      N = ALI
      END IF

```

```

kayitsay = kayitsay + 1
kayitsayisi = kayitsayisi + 1
PRINT kayitsayisi; " "; N; " .değer ";
PRINT USING "\ \"; MAGDEGER$; "Oe ";
PRINT USING "\ \"; OV$; " mV "

PRINT #3, USING "\ \"; MAGDEGER$;
PRINT #3, USING "\ \"; OV$

CLOSE 1
IF N < 1 AND m = 1 THEN EXIT DO
LOOP

REM ***** PROGRAM SONU *****
PRINT #2, ":DISP:ENAB ON"
PRINT #2, ":SYS:AZER:STAT ON"
PRINT #2, "*RST"
PRINT #2, "*CLS"

CLOSE
OUT &H378, 128

END
hata:
PRINT ERL; "satirda "; ERR; " kodlu hata"
PRINT #4, ERL; "satirda "; ERR; " kodlu hata"

RESUME NEXT

```

KAYNAKLAR

- [1] Holz, M., Kronentwerth, O., Grundler, D., *Physica E* (2004) 21 897.
- [2] Solin, S.A., Hines, D.R., Tsai, J.S., Pashkin, Yu. A., Chung, S.J., Goel, N., Santos, M.B., *IEEE Transactions on Magnetism*, (2002) 38 no:1, 89.
- [3] Tanaka, T., Kobayashi, I., Takahashi, M., Wakiyama, T., *IEEE Transactions on Magnetism*, (1990) 26 no.4, 2418.
- [4] Özergin, E., Elektrodepozisyon Tekniđi ile Büyütölen CoFeCu Filmlerin Yapısal, Manyetik ve Manyetodirenç Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (2008).
- [5] García-Torres, J., Péter, L., Révész, Á., Pogány, L., Bakonyi, I., *Thin Solid Films*, (2009) 517, 6081.
- [6] Nabiyouni, G. R., *Metrol. Meas. Syst. Vol. XVI* (2009), No 3, 519.
- [7] Bratoeva, M., Atanasov, N., *Russian Journal of Electrochemistry*, (2000) vol 36, no. 1, 60.
- [8] Dulal, S.M.S.I., Charles, E.A., *Journal of Alloys and Compounds*, (2008) 455, 274.
- [9] Cesiulis, H., XIE, X., Podlaha-Murphy, E., ISSN 1392–1320 *Materials Science (Medžiagotyra)*, (2009) vol. 15, no. 2 115.
- [10] Kockar, H., Alper, M., Sahin, T., Karaagac, O., *JMMM*, (2010) 322, 1095.
- [11] Stavroyiannis, S., *Solid State Communications*, (2003) 125, 333.
- [12] McGuire T. R. and Potter, R. I. *IEEE Transactions on Magnetism*, (1975) 11 no. 4, 1018.
- [13] Oriňáková, R., Oriňák, A., Vering, G., Talian, I., Smith, R. M., Arlinghaus, H. F., *Thin Solid Films*, (2008) 516, 3045.
- [14] Toth, B.G., Peter, L., Revesz, A., Padar, J., Bakonyi, I., *Eur. Physical Journal B*, (2010) 75, 167.
- [15] Lupi C. and Pilone, D. *Minerals Engineering*, (2001) vol 14, no 11, 1403.

- [16] Rahman, I. Z., Khaddem-Mousavi, M. V., Gandhi, A. A., Lynch, T. F., Rahman, M. A., *Journal of Physics: Conference Series*, (2007) 61, 523.
- [17] Srivastava, M., Selvi, V. E., Grips, V.K. W., Rajam, K.S., *Surface & Coatings Technology*, (2006) 201, 3051.
- [18] Wang, L., Gao, Y., Xue, Q., Liu, H., Xu, T., *Applied Surface Science*, (2005) 242, 326.
- [19] Prados, C., Garcia, D., Lesmes, F., Freijo, J. J., Hernando, A., *Appl. Phys. Lett.* (1995) 67, 718.
- [20] Pollard, R. J., McCartney, S. E., Atkinson, R., *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, (1997) 176, 134.
- [21] Christides, C., Stavroyiannis, S. and Niarchos, D. *J. Phys.: Condens. Matter*, (1997) 9, 7281.
- [22] Safak, M., Alper, M., Kockar, H., *J. Magn. and Magn. Mat.* (2006) 304, e784.
- [23] Tian, Z.M., Yuan, S.L., Wang, Y.Q., Liu, L., Yin, S.Y., Li, P., Liu, K.L., He, J.H., Li, J.Q., *Materials Science and Engineering*, (2008) B 150, 50.
- [24] Srivastava, S.K., Kar, M., Ravi, S., *Materials Science and Engineering B*, (2008) 147, 84.
- [25] Alper, M., Attenborough, K., Hart, R., Lane, S.J., Lashmore, D.S., Younes, C., Schwarzacher, W., *Appl. Phys. Lett.*, (1993a) 63, 2144.
- [26] <http://www.turkcebilgi.com/nanoteknoloji/ansiklopedi#ansiklopedi> (30.05.2011)
- [27] Doku Mühendisliğinde Nanoteknoloji, Prof. Dr. Menemşe Gümüşderelioğlu ve Araştırma Grubu, TÜBİTAK Bilim ve Teknik Dergisi, Ekim (2007).
- [28] Türkiye’de Nanoteknoloji, TÜBİTAK Bilim ve Teknik Dergisi, Aralık (2006).
- [29] Celep, Ş., Nanoteknoloji ve Tekstilde Uygulama Alanları, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, (2007).
- [30] Türkiye’de Nanoteknoloji, TÜBİTAK Bilim ve Teknik Dergisi, Ağustos (2005).
- [31] GYTE Fizik Bölümü Tanıtım Kitapçığı (2009).
- [32] Nanobilim ve Nanoteknoloji Stratejileri, Vizyon 2023 Projesi, Nanoteknoloji Strateji Grubu, Ağustos (2004).

- [33] Jiles, D., Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, Chapman and Hall, London, (1996).
- [34] Naz, M., Elektrodepozisyon Tekniđiyle Üretilen Ni, NiCu Alařım ve Ni/Cu Süperörgü Filmlerinde Manyetik Direncin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (2004).
- [35] Kittel, C., Introduction to Solid State Physics, İngilizce 6.Basımdan Çeviri, Türkçesi Karaođlu B., Güven Kitap Yayın Dađıtım LTD. ŞTİ., (1996).
- [36] Şafak Hacıismailođlu, M., Co/Cu Süperörgülerin Elektrokimyasal Olarak Üretilmesi ve Yapısal ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Uludađ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (2010).
- [37] Karpuz, A., Fe-Cu Alařım Filmlerin Büyütülmesi, Yapısal ve Manyetik Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (2006).
- [38] Kuru, H., Elektrodepozisyonla Sentezlenen NiFe Alařım ve NiFeCu/Cu Süperörgülerin Yapısal, Manyetik ve Magnetotransport Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (2009).
- [39] Şafak, M., Co-Cu Alařım Filmlerinin Elektrodepozisyonu ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Uludađ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (2005).
- [40] Nabiyouni, G., Schwarzacher, W., Rolik, Z., Bakonyi, I., *JMMM*, (2002) 253, no.1, 77.
- [41] Prados, C., *Physical Review B*, (1999) 59 no 18 11, 882.
- [42] Hong, J., Rhie, K., *Journal of the Korean Physical Society*, (2005) 47 no.2, 354.
- [43] Xiao, J. Q., Jiang, J. S., Chien, C. L., *Phys. Rev. Lett.*, (1992) 68, 3749.
- [44] C.-Bing Rong, H.-Wei Zhang, J.-Rong Sun, B.-Gen Shen, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, (2006) 301, 407.
- [45] Poplavskyy, D., *J. Magn. and Magn. Mat.*, (2003) 267, 406.
- [46] Chang, C. R., *IEEE Transactions on Magnetics*,(2000), 36, 1214.
- [47] Lindemuth, J. R., Dodrill, B. C., Oldham, N. C., http://www.lakeshore.com/pdf_files/systems/Hall_Data_Sheets/Anomalous_Hall1.pdf (31.05.2010)
- [48] Morvic, M., Betko, J., *Sensors and Actuators A*, (2005), 120, 130.

- [49] Ejsing, L., Hansen, M. F., Menon, A. K., <http://www2.mic.dtu.dk/research/mems/publications/Papers/Ejsing%20Euro03.PDF> (31.05.2010)
- [50] Ky, V. D., *Phys. Stat. Solidi B*, (1968), 26, 565.
- [51] Schott, C., Besse, P.-A., Popovic, R. S., *Sensors and Actuators*, (2000), 85, 111.
- [52] Yau, K.L., Chang, J. T. H., *J. Phys. F: Metal Phys.*, (1971), 1, 38.
- [53] Fluitman, J. H., *J. Appl. Phys.*, (1981), 52, 2468.
- [54] Jia, Y. Q., Kong, L., Shi, R. C., Chou, S. Y., *J. Appl. Phys.*, (1997), 81, 5475.
- [55] Chui, K. M., Adeyeye, A. O., Li, M. H., *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, (2007), 310, e992.
- [56] Hung, T. Q., Oh, S., Anandakumar, S., Jeong, J. R., Kim, D. Y., Kim, C., *IEEE Transactions on Magnetics*, (2009), 45, 4518.
- [57] Huang, Y. S., Wang, C. C., Adeyeye, A. O., Tripathy, D., *J. App. Phys.*, (2006), 99, 08C508-1.
- [58] Ogrin, F. Y., Lee, S. L., Ogrin, Y. F., *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, (2000), 219, 331.
- [59] Adeyeye, A. O, Win, M. T., Tan, T. A., Chong, G. S., Ng, V., Low, T. S., *Sensors and Actuators A*, (2004), 116, 95.
- [60] Şahin, T., Elektrodepozisyon Tekniğiyle Üretilen Co ve CoFe Filmlerin, Yapısal ve Manyetodirenç Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (2006).
- [61] Yılmazgüç, B., Telmisartan'ın Elektrokimyasal Davranışlarının İncelenmesi ve Voltametrik Yöntemle Yayını, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, (2008).
- [62] Çekirdek, P., Voltametrik Metotlarla Ditiyofosfonat Anyonlarının Elektrokimyasal Davranışlarının İncelenmesi, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, (2005).
- [63] Asıladağ, M., Laktik Asitin Fizikokimyasal Özelliklerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, (2006).
- [64] Öznülüer, T., Yeni Bir Elektrokimyasal Ko-Depozisyon Yöntemi İle Au(111) Elektrodu Üzerinde PbS, PbSe ve PbTe İnce Filmlerinin Sentezi ve

- Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, (2007).
- [65] Bulun, G., 3d-Geçiş Metali Ni Katkılı $Zn_{1-x}Ni_xO$ ve 4f-Lântanit Gd Katkılı $Zn_{1-x}Gd_xO$ Bileşiklerinin Yapısal ve Manyetik Özellikleri, Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (2010).
- [66] Doç. Dr. Abdurrahman Coşkun “Nano-Dünyanın Elektronik Gözlüğü Elektron Mikroskobu” TÜBİTAK Bilim ve Teknik Dergisi Mayıs (2010).
- [67] Güneş Kibar, Nihan Güvener “Görülmeyen Dünyalara Bakış, Nanoteknolojik Görüntüleme Sistemlerinin Gelişimi” TÜBİTAK Bilim ve Teknik Dergisi Haziran (2009).
- [68] <http://www.taek.gov.tr/component/content/article/130-malzeme-teknolojisi/486-taramali-elektron-mikroskobu-sem-nasil-calisir-.html>
(16.05.11)
- [69] Kim, D., Park, D.-Y., Yoo, B.Y., Sumodjo, P.T.A., Myung, N.V., *Electrochimica Acta*, (2003) 48, 819.
- [70] Chung, C.K., Chang, W.T., *Thin Solid Films*, (2009) 517, 4800.
- [71] Topçu H., NiFe İnce Filmlerin Elektrodepozisyonu ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, (2003).
- [72] Cullity, B. D., X – Işınlarmın Difaksiyonu, Çeviren; Sümer A., İTÜ Fizik Profesörü, İstanbul Teknik Üniversite Matbaası Gümüşsuyu, (1966).
- [73] Vicenzo, A., Cavallotti, P. L., *Electrochimica Acta*, (2004), 49, 4079.
- [74] Kim, H. J., Kim, K., Lee, S. R., Jeung, W. Y., *IEEE Transactions on Magnetics*, (2008), 44, no. 11, 3535.
- [75] Gómez, E., Pané, S., Vallés, E., *Electrochimica Acta*, (2005) 51, 146.
- [76] Choi, D. H., Kim, G. H., Lee, K. H., Jeung, W. Y., *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, (2004) 272–276, e507.
- [77] Karaagac, O., Alper, M., Kockar, H., *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, (2010) 322, 1098.
- [78] Safak Hacıismailoglu, M., Alper, M., Kockar, H., *Journal of The Electrochemical Society*, (2010) 157 (10), D538.
- [79] Alper, M., Kockar, H., Safak, M. and Baykul, M. C., *Journal of Alloys and Compounds*, (2008) 453, 15.