

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



**TİTANYUM ALT TABAKA ÜZERİNE
ELEKTRODEPOZİSYONLA BÜYÜTÜLEN NiFe/Cu
SÜPERÖRGÜLERİN YAPISAL, MANYETİK VE
MANYETOREZİSTANS ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
MANYETİK TABAKA (NiFe) KALINLIĞININ ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

NURAY ÇOLAK AYTEKİN

BALIKESİR, HAZİRAN, 2018

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



TİTANYUM ALT TABAKA ÜZERİNE
ELEKTRODEPOZİSYONLA BÜYÜTÜLEN NiFe/Cu
SÜPERÖRGÜLERİN YAPISAL, MANYETİK VE
MANYETOREZİSTANS ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
MANYETİK TABAKA (NiFe) KALINLIĞININ ETKİSİNİN
İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

NURAY ÇOLAK AYTEKİN

Jüri Üyeleri : Doç. Dr. Hilal KURU (Tez Danışmanı)

Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR (Eş Danışmanı)

Prof. Dr. Muhitdin AHMETOĞLU

Doç. Dr. Öznur KARAAĞAÇ

BALIKESİR, HAZİRAN, 2018

KABUL VE ONAY SAYFASI

NURAY ÇOLAK AYTEKİN tarafından hazırlanan "TİTANYUM ALTTABAKA ÜZERİNE ELEKTRODEPOZİSYONLA BÜYÜTÜLEN NiFe/Cu SÜPERÖRGÜLERİN YAPISAL, MANYETİK VE MANYETOREZİSTANS ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE MANYETİK TABAKA (NiFe) KALINLIĞININ ETKİSİNİN İNCELENMESİ" adlı tez çalışmasının savunma sınavı 27.06.2018 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Danışman
Doç. Dr. Hilal KURU

Üye
Prof. Dr. Muhitdin AHMETOĞLU

Üye
Doç. Dr. Öznur KARAAĞAÇ


.....

.....

.....

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

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Necati ÖZDEMİR

.....

**Bu tez alıřması Balıkesir niversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri
tarafından 2015/192 nolu proje ile desteklenmiřtir.**

ÖZET

**TİTANYUM ALTTABAKA ÜZERİNE ELEKTRODEPOZİSYONLA
BÜYÜTÜLEN NiFe/Cu SÜPERÖRGÜLERİN YAPISAL, MANYETİK VE
MANYETOREZİSTANS ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE MANYETİK TABAKA
(NiFe) KALINLIĞININ ETKİSİNİN İNCELENMESİ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
NURAY ÇOLAK AYTEKİN
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

**(TEZ DANIŞMANI: DOÇ. DR. HİLAL KURU)
(EŞ DANIŞMAN: PROF. DR. HAKAN KÖÇKAR)
BALIKESİR, HAZİRAN, 2018**

NiFe/Cu süperörgüler nikel, demir ve bakır iyonlarını içeren bir çözeltiden potansiyel kontrollü olarak elektrodepozisyon tekniği ile polikristal titanyum alttabaka üzerine büyütülmüştür. NiFe/Cu süperörgülerin yapısal, manyetik ve manyetorezistans özellikleri ferromanyetik NiFe kalınlığına göre incelendi. Süperörgülerin NiFe tabaka kalınlığı 1.5 nm' den 10 nm' ye kadar arttırılırken Cu tabaka kalınlığı 1nm' de sabit tutuldu. Dönüşümlü Voltametri metodu ile çözelti elektrokimyasal olarak karakterize edildi. Ferromanyetik NiFe tabakalar ve manyetik olmayan Cu tabakalar doymuş kalomel elektroda göre sırasıyla -1.8 V ve -0.3 V' ta depozit edildi. Süperörgülerin elementel analizi Enerji Ayırmalı X- Işını Spektrometresi ile yapılmıştır. Yapısal analiz için X- Işını Difraksiyonu ve Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılmıştır. Örneklerin manyetik özellikleri Titreşimli Numune Manyetometresi ile incelenmiştir. Manyetorezistans (MR) ölçümleri Van der Pauw Metodu ile yapılmıştır.

NiFe tabaka kalınlığı arttıkça numunelerin Ni içeriği artmakta, Cu içeriği azalmakta, Fe içeriği ise çok hafif azalmaktadır. XRD desenlerinde yüzey merkezli kübik (fcc) yapının (111), (200), (220) ve (311) yansımaları elde edildiği için tüm süperörgüler sadece fcc kristal yapıda oluşmuştur. Süperörgülerin (111) kristal yönelimine sahip olduğu bulunmuştur. NiFe tabaka kalınlığı arttıkça numunenin Ni içeriği de arttığı için numunelerin örgü sabiti azalarak bulk Ni' in örgü sabitine yaklaşmaktadır. SEM görüntülerine göre NiFe tabaka kalınlığının artışıyla tanecikli yapı artmakta ve daha homojen yüzeyler oluşmaktadır. Numunelerin manyetik özellikleri ferromanyetik tabaka kalınlığından önemli ölçüde etkilenmiştir. Doym manyetizasyonu (M_s) NiFe tabaka kalınlığının artmasıyla 12.9 emu/cm³' ten 291.3 emu/cm³' e yükselmiştir. Süperörgülerin Ni içeriğindeki artış M_s ' de artışa neden olmuştur. 23.4 Oe ile 63.2 Oe arasında değişen kuarsivite değerleri yumuşak ve sert manyetik özellikler arasındadır. NiFe tabaka kalınlığı 3.5 nm' nin altında olan süperörgüler Devasa Manyetorezistans (GMR) etki gösterirken, NiFe tabaka kalınlığı 3.5 nm' nin üzerinde olduğunda Anizotropik Manyetorezistans (AMR) etki oluşmaya başladı. NiFe tabaka kalınlığının 4 nm' nin üzerinde olduğu numunelerde GMR tamamen AMR etkiye dönüşmüştür. NiFe/Cu süperörgülerde % 2' ye kadar GMR değerleri elde edilmiştir. Ferromanyetik tabaka kalınlığı süperörgülerin manyetorezistans özelliğini önemli ölçüde etkilemiştir. Büyük ferromanyetik tabaka kalınlıklarında spine bağımlı saçılmadan ziyade bulk saçılmanın artması nedeniyle süperörgülerin GMR özelliği AMR özelliğe geçiş yapmıştır.

ANAHTAR KELİMELELER: NiFe/Cu süperörgüler, elektrodepozisyon, manyetik özellikler, devasa manyetik direnç, GMR.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF MAGNETIC LAYER (NiFe) THICKNESS ON STRUCTURAL, MAGNETIC AND MAGNETORESISTANCE PROPERTIES OF NiFe/Cu SUPERLATTICES ELECTRODEPOSITED ON TITANIUM SUBSTRATE

MSC THESIS

NURAY COLAK AYTEKIN

BALIKESIR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

PHYSICS

(SUPERVISOR: ASSOC. PROF. DR. HİLAL KURU)

(CO-SUPERVISOR: PROF. DR. HAKAN KÖCKAR)

BALIKESİR, JUNE 2018

NiFe/Cu superlattices were grown on polycrystalline titanium (Ti) substrates from solution containing nickel, iron and copper ions by potentiostatically controlled electrodeposition technique. The structural, magnetic and magnetoresistance properties of the NiFe/Cu superlattices were examined depending on the ferromagnetic NiFe layer thickness. The NiFe layer thickness of the superlattices was increased from 1.5 nm to 10 nm while the Cu layer thickness was held constant at 1 nm. The solution was electrochemically characterized by cyclic voltammetry method. Ferromagnetic NiFe layers and nonmagnetic Cu layers were deposited at -1.8 V and -0.3 V vs. saturated calomel electrode, respectively. The elemental analysis of the superlattices was made by energy dispersive x-ray spectrometer. The X-ray diffraction and scanning electron microscope was used for structural analysis. The magnetic properties of the samples were examined by vibrating sample magnetometer. Magnetoresistance (MR) measurements were made by the van der Pauw method.

As the NiFe layer thickness increases, the Ni content of the samples increases, the Cu content decreases and Fe content decreases slightly. Since the (111), (200), (220) and (311) reflections of the face centred cubic (fcc) structure were obtained in XRD patterns, all superlattices are only formed in the fcc crystal structure. The crystal orientation of the superlattices was obtained (111). Since the Ni content of the sample increase, as the NiFe layer thickness is increase, the lattice constant of the sample decreased and approached to that of the bulk Ni. According to the SEM images, the granular structure increases with the increase of NiFe layer thickness and more homogeneous surfaces are formed. The magnetic properties of the samples are significantly affected by the ferromagnetic layer thickness. Saturation magnetisation, M_s increases from 12.9 to 291.3 emu/cm³ with increasing NiFe layer thickness. The increase in the Ni content of the multilayers causes an increase in the M_s . The coercivities ranging from 23.4 to 63.2 Oe are between the soft and hard magnetic properties. The superlattices with NiFe layer thickness less than 3.5 nm was exhibited GMR, while the AMR effect was begin to occur when the NiFe layer thickness was above 3.5 nm. The samples with NiFe layer thickness is greater than 4 nm, GMR is fully converted to AMR. GMR values of up to 2 % were obtained in NiFe/Cu superlattices. The thickness of the ferromagnetic layer significantly influences the magnetoresistance property of the superlattices. For the large ferromagnetic layer thickness due to the increase of bulk scattering rather than spin dependent scattering the GMR property of the superlattices has switched to AMR.

KEYWORDS: NiFe/Cu superlattices, electrodeposition, magnetic properties, giant magnetoresistance, GMR.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	v
TABLO LİSTESİ.....	vii
SEMBOL LİSTESİ.....	viii
ÖNSÖZ.....	x
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL BİLGİLER.....	4
2.1 Ferromanyetik Nanoyapılar.....	4
2.2 Ferromanyetik Nanoyapıların Üretimi İçin Kullanılan Teknikler.....	5
2.3 Elektrodepozisyonun Temel Özellikleri.....	7
2.4 Elektrodepozisyon Metodları.....	11
2.4.1 Doğru akım Elektrodepozisyonu.....	11
2.4.2 Puls Akım Elektrodepozisyonu.....	12
2.4.3 Ters Puls Akım Elektrodepozisyonu.....	13
2.5 Süperörgülerin Elektrodepozisyonu.....	14
2.6 Ferrromanyetizma ve Diyamanyetizma.....	15
2.7 Manyetorezistans.....	19
2.7.1 Anizotropik Manyetorezistans.....	20
2.7.2 Devasa Manyetorezistans.....	21
3. DENEYSEL TEKNİKLER.....	26
3.1 Dönüşümlü Voltammetri Tekniği.....	26
3.2 Süperörgülerin Büyütülmesi.....	27
3.3 Alttabakaların Hazırlanması.....	27
3.4 Süperörgülerin Elektrodepozisyonu.....	28
3.5 Süperörgülerin Alttabakadan Kaldırılması.....	30
3.6 Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Enerji Ayırmalı X Işını Spektroskopisi (EDX).....	30
3.7 X-Işını Difraksiyonu (XRD).....	33
3.8 Titreşimli Numune Manyetometresi (VSM).....	35
3.9 Manyetorezistans (MR) Ölçüm Sistemi.....	37
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	41
4.1 NiFe/Cu Süperörgülerin Elektrodepozisyon İle Büyütülmesi.....	41
4.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon.....	43

4.3	Elementel Analiz.....	44
4.4	Kristal Yapı Analizi	46
4.5	Yüzey Morfolojik Analizi.....	52
4.6	Süperörgülerin Manyetik Analizi	56
4.7	Manyetorezistans Ölçümler	62
5.	SONUÇ VE ÖNERİLER.....	68
6.	KAYNAKLAR.....	71

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1: (a) Ferromanyetik süperörgü (b) Spin valf yapısı.	5
Şekil 2.2: Elektrokimyasal hücre (a) İki elektrotlu sistem (b) Üç elektrotlu sistem.	9
Şekil 2.3: Elektrodepozisyon için kullanılan çeşitli modlarda akımlar (a) DC, (b) PC ve (c) PRC [35].	12
Şekil 2.4: Ferromanyetik malzemelerde spinlerin düzeni.	16
Şekil 2.5: Histerisis eğrisi.	17
Şekil 2.6: Sert ve yumuşak ferromanyetik maddenin histerisis eğrisi [57].	18
Şekil 2.7: NiFe alaşım filmde anizotropik manyetorezistans.	21
Şekil 2.8: Süperörgüdeki direnç değişimi ve süperörgüde manyetik alanın uygulandığı ve uygulanmadığı durumlar için tabakaların yönelimi.	22
Şekil 2.9: Çok katmanlı yapılarda birbirine göre paralel ve antiparalel yönelmiş iki ferromanyetik tabakadan spin yukarı ve spin aşağı elektronlarının saçılmaları ve bu saçılmaların devre üzerinde şematik gösterimi. (a) Ferromanyetik tabakaların manyetizasyonu paralel (b) Ferromanyetik tabakaların manyetizasyonu antiparalel.	24
Şekil 3.1: Dönüşümlü voltamogram elde etmek için kullanılan potansiyelin zamanla değişimi. [84].	26
Şekil 3.2: Elektrodepozisyon işlemi için kullanılan sistemin şematik gösterimi.	28
Şekil 3.3: Süperörgüleri büyütmek için kullanılan (a) Potantiostat / Galvanostat (b) Elektrokimyasal hücre.	39
Şekil 3.4: Taramalı elektron mikroskobu (SEM) şeması [84].	32
Şekil 3.5: Bir kristal düzleminde X- ışını kırınımı.	34
Şekil 3.6: X- ışını difraktometresinin şematik gösterimi [64].	34
Şekil 3.7: VSM Sistemi.	37
Şekil 3.8: (a) Örnek Tutucu ve Numunenin Yerleştirildiği Kısım (b) Elektromagnetler ve Titreşim Ünitesi.	37
Şekil 3.9: Manyetorezistans ölçüm sisteminin şematik gösterimi.	38
Şekil 3.10: Van der Pauw Tekniği (a) BMR (b) EMR ölçümleri sırasında akım ve potansiyel için kontakt noktaları.	39
Şekil 4.1: Çözeltinin dönüşümlü voltammogramı.	44
Şekil 4.2: NiFe Tabaka Kalınlığına Bağlı olarak film bileşiminin % değişimi. ..	46
Şekil 4.3: Farklı NiFe tabaka kalınlıklarında üretilen NiFe/Cu	

süperörgülerin XRD spektrumları.	48
Şekil 4.4: N[NiFe(t_{NiFe})/Cu(1nm)] süperörgülerde NiFe tabaka kalınlığına bağlı olarak örgü sabiti değişimi.	50
Şekil 4.5: Farklı NiFe tabakakalınlıklarında büyütülen N [NiFe (t_{NiFe})/Cu (1nm)] süperörgülerin SEM görüntüleri.	53
Şekil 4.6: NiFe tabaka kalınlığı değiştirilerek üretilen N [NiFe (t_{NiFe})/Cu (1nm)] süperörgülerden manyetik alanın film yüzeyine paralel uygulanması ile elde edilen histeresis eğrileri.	59
Şekil 4.7: N [NiFe (t_{NiFe})/Cu (1nm)] süperörgülerden manyetik . alanın film yüzeyine dik uygulanması ile elde edilen histeresis eğrileri.	60
Şekil 4.8: Manyetik alan film yüzeyine paralel uygulandığında elde edilen doyum manyetizasyonu ve kuarsivite değişimi.	61
Şekil 4.9: 750[NiFe(4 nm)/Cu(1 nm)] süperörgü için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulanması ile bulunan histeresis eğrisi.	61
Şekil 4.10: NiFe tabaka kalınlığı (a) 1.5 nm (b) 2 nm (c) 3 nm (d) 3.5 nm (e) 4 nm (f) 5 nm (g) 6 nm (h) 7 nm (ı)8 nm (i) 10 nm olan N [NiFe (t_{NiFe})/Cu (1nm)] süperörgülerin MR eğrileri.	63

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 4.1: Süperörgülerin büyütülmesi için kullanılan çözelti.	42
Tablo 4.2: Ferromanyetik NiFe/Cu süperörgülerin üretim parametreleri.	42
Tablo 4.3: NiFe tabaka kalınlığına bağlı film içeriklerinin % değişim.	45
Tablo 4.4: NiFe/Cu süperörgülerin XRD analizi verileri.	51
Tablo 4.5: NiFe/Cu süperörgülerin manyetik alan yüzeye paralel ve dik uygulandığı ölçümlerden elde edilen manyetik analiz sonuçları.	58
Tablo 4.6: Farklı NiFe tabaka kalınlıklarında büyütülen $N[\text{NiFe}(t_{\text{NiFe}})/\text{Cu}(1\text{nm})]$ süperörgülerin MR değerleri.	67

SEMBOL LİSTESİ

Co	: Kobalt
Ni	: Nikel
Fe	: Demir
Cu	: Bakır
Gd	: Gadolinyum
Dy	: Disprozyum
Hg	: Civa
Hg₂Cl₂	: Civa(I)Klorür
KCl	: Potasyum Klorür
M	: Manyetizasyon
M_r	: Kalıcı Manyetizasyon
M_s	: Doyum Manyetizasyonu
H_c	: Koersivite
H_s	: Doyum Alanı
H	: Manyetik Alan Şiddeti
χ	: Manyetik Alınganlık
V	: Hacim
φ	: Manyetik Akı
μ	: Manyetik Geçirgenlik
μ₀	: Boşluğun Manyetik Geçirgenliği
E⁰	: Standart Elektrot Potansiyeli
F	: Faraday Sabiti
R	: İdeal Gaz Sabiti
f_a	: Metal İyonun Aktiflik Katsayısı
C	: Molar Konsantrasyon
Q	: Yük Miktarı
N	: Mol Sayısı
m	: Kütle
M_a	: Bağlı Atomik Kütle
A	: Yüzey Alanı
ρ	: Yoğunluk
K	: Kelvin
T_c	: Curie Sıcaklığı
T	: Mutlak Sıcaklık
DC	: Doğru Akım
PC	: Puls Akım
PRC	: Ters Puls Akım
MR	: Manyetik Rezonans
kV	: Kilovolt
μm	: Mikrometre
mA	: Miliamper
nm	: Nanometre

A°	: Angstrom
d	: Kristal Düzlemler Arası Uzaklık
θ	: Bragg açısı
2θ	: Difraksiyon açısı
λ	: X- ışını dalga boyu
n	: Yansıma Mertebesi, Değerlik Elektron Sayısı
t	: Tane büyüklüğü
t_{ort}	: Ortalama Tane Büyüklüğü
emk	: Elektromotor kuvvet
kOe	: Kiloörsted

ÖNSÖZ

Yüksek lisans öğrenimimin her aşamasında hoşgörüsünü eksik etmeyen bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan ve çalışmamın ortaya çıkmasında büyük emeği olan danışman hocam Sayın Doç. Dr. Hilal Kuru' ya ve çalışmalarım sırasında elinden gelen tüm olanakları sağlayan desteğini her zaman hissettiğim eş danışmanım Sayın Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Araştırma Laboratuvarlarında çalışma imkânı veren Sayın Hocam Prof. Dr. Mürsel Alper' e ve elektrodpozisyon sistemiyle yaptığım çalışmalarda bana yakından ve uzaktan yardımcı olan Sayın Doç. Dr. Mürşide Hacıismailoğlu' na teşekkür ederim. Filmlerin büyütülmesindeki katkısından dolayı çalışma arkadaşım Bestami Ülker' e teşekkür ederim.

Tez kapsamında incelenmiş olan filmlerin XRD, EDX analizleri ve SEM görüntüleri için Bilkent Üniversitesi, Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM)' a teşekkür ederim.

Yapılan bu çalışmaya 2015/192 numaralı araştırma projesi ile destek olan Balıkesir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi' ne teşekkür ederim.

Yapmış olduğum çalışmalar boyunca desteklerinden dolayı laboratuvar ve iş arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Hayatımdaki tüm zorluklarda yanımda olan maddi, manevi desteklerini benden hiçbir zaman esirgemeyen sevgili aileme ve beni hayatımın her anında gülümsetmeyi başaran eşime sonsuz teşekkür ederim.

Bu süre içerisinde emeği geçen herkese teşekkürü bir borç bilirim.

Balıkesir, 2018

Nuray ÇOLAK AYTEKİN

1. GİRİŞ

Nanoteknoloji, 1974 yılında N. Taniguchi tarafından nanoyapıların tasarlanmasını, üretilmesini ve uygulamasını kapsayan teknoloji dalı olarak ortaya çıkmıştır [1]. Nano bir ölçek, nanoteknoloji ise en az bir boyutunun büyüklüğü 10^9 den 100 nanometreye kadar olan ölçekte geliştirilen teknolojiler anlamına gelmektedir [2]. R. Feynman'ın 1959 yılında bir ansiklopedinin tüm ciltlerinin toplu iğne başı kadar küçük bir alana yazdırılabileceğini ve bu kadar küçük alana sığdırılan bilgilerin okunabileceğini ileri sürmesiyle nanoteknolojik uygulamalar hız kazanmıştır [3]. Nanoteknolojinin günümüzde önemli bir yerinin olmasının nedeni, nano boyuttaki malzemelerin bulk yapıdaki özelliklerinden oldukça farklı olan, atomik veya moleküler düzeydeki özelliklerinden yararlanarak teknolojik cihazların ve sistemlerin geliştirilmesini sağlayabilmesidir. Bir nanoyapılı malzeme türü olan ferromanyetik süperörgüler; Fe, Ni, Co ya da bu metallerin alaşımlarının oluşturduğu ferromanyetik tabakaların ve Cu, Ag, Mn gibi manyetik olmayan tabakaların nanometre kalınlıklarında üst üste periyodik olarak biriktirilmesi ile oluşur. Çok tabakalı olan ferromanyetik süperörgülerin tek tabaka filmlerden ya da bulk metallere farklı olarak manyetik alan altında ölçülen direnç değişimleri çok büyüktür. Malzemeye uygulanan manyetik alan altında oluşan bu büyük elektriksel direnç değişimi Giant Manyetorezistans (GMR) olarak isimlendirilir. GMR ilk olarak moleküler demet epitaksi (MBE) ile üretilen Fe/Cr süperörgülerde ve aynı zamanda püskürtme ile üretilen Fe/Cr/Fe çok katmanlı yapılarda gözlenmiştir [4, 5].

Ferromanyetik süperörgüler vakum gerektiren MBE ve püskürtme tekniğinin yanı sıra vakum gerektirmeyen elektrokimyasal bir biriktirme yöntemi olan elektrodepozisyon tekniği ile de üretilebilmektedir. Elektrodepozisyon, maliyet ve üretim hızı açısından vakum biriktirme tekniklerine göre daha pratik ve avantajlıdır [6, 7]. Elektrodepozisyonun diğer bir avantajı ise farklı geometrilerde ve şekillerde istenilen malzemelerin üretilebilmesidir. Elektrodepozisyon tekniği ile üretilen ferromanyetik süperörgülerin özellikleri ve kalitesi kimyasal parametreler yanında, toplam film kalınlığı, ferromanyetik tabaka kalınlığı, manyetik olmayan tabaka

kalınlığı, alttabaka çeşidi gibi fiziksel parametrelerin uygun seçimleri ile artırılabilir. Elektrodepozisyon ile üretilen NiCo/Cu süperörgülerde GMR özelliği görülmesiyle birlikte ferromanyetik süperörgülerin elektrodepozisyonla üretimi artmıştır [8].

Elektrodepozisyon tekniği ile üretilen Ni, Fe, Co veya bu metallerin alaşımlarından oluşan manyetik ince filmler ve süperörgüler elektronik, iletişim ve optik endüstrisinde, manyetik bilgi depolama cihazlarında ve manyetik direnç sensörlerinde yaygın olarak kullanılmaktadırlar [9]. 1991 yılında IBM hard disk sürücülerindeki sensörlerde AMR etkiye sahip NiFe ince filmler kullanılmaya başladı. GMR'ın keşfedilmesinden kısa bir süre sonra GMR özelliği gösteren filmlerin endüstriyel üretimleri yapılarak 1997'den itibaren hard disk sürücülerindeki sensörlerde kullanılmaya başlandı. Bunların yanında GMR özellikli malzemeler araçlardaki mekaniksel hareketleri kontrol etmek için robotlarda ve sensörlerde yaygın olarak kullanılabilir. Endüstriyel uygulamalarda yüksek depolama kapasitelerini daha az enerji ile sağlayan malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Bu nedenle düşük manyetik alanlarda yüksek GMR değerlerini veren malzemeler tercih edilmektedir. NiFe/Cu süperörgüler, düşük koersivite ve düşük doyum alanına sahip olmaları nedeniyle teknolojik uygulamalar için oldukça uygundur [10, 11].

Bu çalışmada NiFe/Cu süperörgüler titanyum (Ti) alttabaka üzerine, değişen NiFe tabaka kalınlıklarında elektrodepozisyon tekniği ile büyütülmüştür. Üretilen süperörgülerin elektrokimyasal, yapısal, manyetik manyetorezistans karakterizasyonları ferromanyetik NiFe tabaka kalınlığına göre incelenmiştir.

Çalışmanın birinci bölümünü oluşturan girişte, bu çalışmanın amacı ve kapsamını belirten bazı bilgiler verilerek tezin bölümleri tanıtılmıştır. İkinci bölümde çalışmanın altyapısını oluşturan nanoyapılı malzemeler ve bunların üretim teknikleri, elektrodepozisyon, manyetik özellikler ve manyetorezistans ile ilgili kuramsal bilgiler verilmiştir. Üçüncü bölüm olan deneysel teknikler kısmında süperörgülerin üretim süreci, çözeltinin elektrokimyasal karakterizasyonu için kullanılan dönüşümlü voltametri (CV) tekniği, numunelerin yüzey morfolojilerini incelemeye ve elementel analizleri için kullanılan taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji ayırmalı X-ışınları spektroskopisi (EDX), yapısal analizlerde kullanılan X-ışınları difraksiyonu (XRD), manyetik ölçümlerde kullanılan titreşimli numune manyetometresi (VSM) ve

manyetorezistans ölçüm sisteminden bahsedilmiştir. Bulgular ve tartışma bölümünde, üretilen NiFe/Cu süperörgülerin analizleri sonucunda elde edilen verilerin tablo ve grafikler yardımı ile yorumlarına yer verilmiştir. Sonuç bölümünde ise yapılan çalışma sonucu elde edilen bulgular kısaca özetlenmiştir.

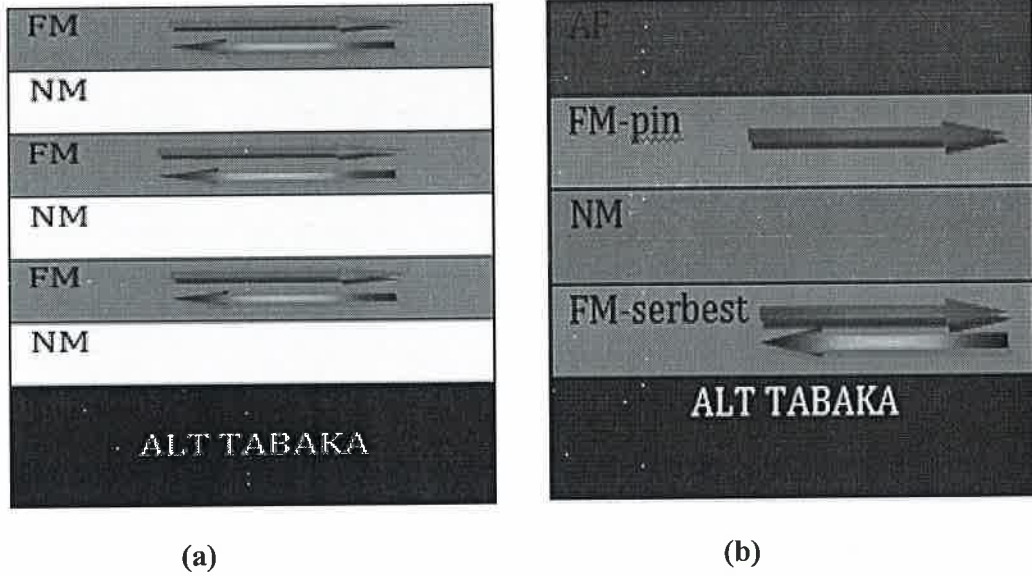
2. KURAMSAL BİLGİLER

Bu bölüm ferromanyetik nanoyapılar ve bu yapıların üretimi, elektrodepozisyonun temel kavramları ve manyetizma ile ilgili genel bilgileri içermektedir.

2.1 Ferromanyetik Nanoyapılar

Demir (Fe), nikel (Ni), kobalt (Co) gibi ferromanyetik metalleri veya bunlardan oluşan alaşımları içeren ve en az bir boyutu nanometre (nm) mertebesinde olan malzemeler ferromanyetik nanoyapılı malzemeler olarak adlandırılır [12]. Ferromanyetik nanoyapıların tek boyutu, iki boyutu veya üç boyutu nanometre mertebesinde olabilir. İnce filmler, çok katmanlı yapılar, süperörgüler ve spin valf gibi yapılar büyütülürken iki boyutu makroskobik ölçekte ve kalınlıkları nanometre ölçeğinde olacak şekilde büyütüldüğünde, bir boyutu nanometre mertebesinde olan nanoyapılar elde edilir. Ferromanyetik süperörgüler Şekil 2.1 (a)' da görüldüğü gibi Ni, Fe, Co ya da bunların alaşımlarından oluşan ferromanyetik bir tabaka ile Cr, Cu, Mn gibi ferromanyetik olmayan bir tabakanın periyodik olarak art arda büyütülmesi ile oluşur. Spin valf yapılarında ise Şekil 2.1 (b)' deki gibi yumuşak bir ferromanyetik tabaka (FM-pin) antiferromanyetik tabakaya komşu olarak sabitlenir ve bu FM-pin tabakadan ferromanyetik olmayan tabaka ile ayrılan ikinci bir ferromanyetik tabaka (FM-serbest) serbest olarak etkileşim içinde bulunacak şekilde sandviç yapı oluşturulur [3]. Süperörgüler ve spin valfler değişen manyetik alan altında büyük direnç değişimi olan devasa manyetorezistans (giant magnetoresistance-GMR) özellik göstermeleri nedeniyle endüstride sensör ve okuma başlıkları gibi uygulamalarda kullanılmaktadırlar. Spin valflerde, direnç değişimi için uygulanması gereken manyetik alanın küçük olması bu yapıları teknolojik uygulamalar için kullanışlı kılmaktadır. Bunların yanında, gözenek genişliği nanometre mertebesinde olan üç boyutlu polimer yapının içine nanometre kalınlığında metallerin depozit edilmesi ile iki boyutu nanometre mertebesinde olan nanoyapılı nanoteller elde edilir. Bu yapılarda teller birbirine temas etmemektedir. Süperörgüler gibi periyodik tabakalardan oluşan nanoteller de sensör uygulamalarında

kullanılabilirler [3, 13]. Nanokontaklar ve taneli alaşımlar üç boyutu nanometre mertebesinde olan malzemeler grubunda yer alırlar. İki ferromanyetik tel ile birkaç ferromanyetik atomun birbirine değmesi ile nanokontaklar elde edilir [14, 15]. Manyetik olmayan bir madde (Cu, Ag) içine depozit edilmiş ferromanyetik madde (Co, Ni, Fe) ise taneli alaşım filmleri oluşturur. Taneli alaşım filmlerler de GMR özellik gösterebilmektedir [16, 17].



Şekil 2.1: (a) Ferromanyetik süperörgü (b) Spin Valf yapı.

2.2 Ferromanyetik Nanoyapıların Üretimi İçin Kullanılan Teknikler

Ferromanyetik nano yapılı malzeme üretimi genellikle fiziksel yöntemler olan püskürtme, buharlaştırma, moleküler demet epitaksi (MBE) gibi vakum teknikleri ve elektrokimyasal bir yöntem olan elektrodpozisyon tekniği kullanılarak yapılmaktadır.

Püskürtme (Sputtering) yöntemi, bir hedef malzemenin yüzey atomlarının iyonize olmuş gaz atomları (nötr gaz) tarafından bombardıman edilerek kopartılıp fırlatılması ve bu fırlatılan atomların istenen alttabaka üzerine biriktirilmesi yöntemidir. Sistemde genellikle argon gazı kullanılır fakat oksijen, azot gibi reaktif gazlar da kullanılabilir. Püskürtme işlemi bombardıman edilen iyonların hedef atomlarla etkileşerek momentum transferi yapması sonucu oluşur. DC püskürtme

işleminde püskürtülen atom ve moleküller bir ince film oluşturmak için alt tabaka üzerine biriktirilir [18, 19].

Fiziksel buharlaştırma tekniğinde, ince bir film halinde kaplama yapılmak istenilen malzeme öncelikle buharlaşması için gereken yüksek sıcaklığa kadar ısıtılır. Daha sonra ısıtılarak buharlaştırılan malzemenin daha soğuk sıcaklık bölgesindeki alttabaka üzerine taşınarak yoğunlaştırılması işlemi ile gerçekleşir. Buharlaştırma yöntemine göre malzeme çeşitli şekillerde ısıtılarak buhar fazı oluşturulabilir. Buharlaştırma işleminde buhar fazındaki malzemenin kaplanacak yüzey üzerine taşınırken ortamdaki diğer parçacıklarla çarpışmaması için yüksek vakum ortamına ihtiyaç duyulur [20]. Bu teknik, günümüzde mikro-elektronik, tıp, dekoratif amaçlı, oksidasyon ve korozyona karşı direnç gerektiren uygulamalar gibi pek çok farklı alanda kullanılmaktadır [21-23].

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) tekniğinde ise kaplama yapılmak istenen malzeme kimyasal reaksiyonlar yoluyla ince film olarak biriktirilir. CVD' de kaynak olarak kaplama yapılmak istenen elementlerin bulunduğu taşıyıcı gazlar kullanılır ve bu gaz kaplanmak istenen yüzeye doğru gönderilir. Genel olarak gaz tüplerinde bulunan sıkıştırılmış gazlar kullanılmakla birlikte bazı durumlarda ise sıvı haldeki kimyasalların buharları ile taşıyıcı gazların sıkıştırılmasından oluşan buhar olan gazlar kullanılır. Bu teknikle üretim koşullarına bağlı olarak 1 ile 100 nm arasındaki kalınlıklara sahip ince filmler üretilebilir.

Moleküler Demet Epitaksi (MBE), yüksek kalitede malzemelerin ve mükemmel yakın kristallerin üretilmesini sağlayan bir tekniktir. MBE, çok yüksek vakum (UHV) tabanlı bir tekniktir. 1970' lerde MBE sayesinde yüksek saflıktaki yarıiletkenlerin üretilebileceğinin öğrenilmesinden beri bu teknik metallerin, yalıtkanların, yarıiletkenlerin ve süper iletkenlerin araştırma ve endüstriyel düzeyde epitaksiyel üretiminde yaygın olarak kullanılan bir teknik haline gelmiştir. Bu tekniğin temelinde ısıtılan katı yüzeyinden elde edilen atom ve atom kümeleri vardır. Isıtılan katı yüzeyinden elde edilen atom ve atom kümeleri UHV ortamına gönderilir. UHV ortamı içindeki artık ve yabancı gazlardan temizlenmiş ortamdır. Bu sayede UHV ortamına gönderilen atom ve atom grupları artık ve yabancı gazlarla etkileşmeden kolay bir biçimde alttaş üzerindeki sıcak yüzeye ulaşırlar. Buraya ulaşan atom ve atom kümeleri yayılır ve sonuçta büyüyen filmle birleşirler. MBE ve

diğer büyütme tekniklerinin seçimi istenen yapıya ve ihtiyaçlara göre belirlenir. Örneğin MBE daha düşük büyütme hızından dolayı seri üretimlerde pek tercih edilmez. MBE, ara yüzey hızlılığı, ara yüzeyin kontrolü ve etkili katkılama gibi bazı özel gereksinimlere ihtiyaç duyulduğunda tercih edilir. Bunun yanında, vakum ortamındaki kontrol ve kaynak materyallerin kalitesindeki kontrol UHV tabanlı olmayan sistemlerle karşılaştırıldığında daha iyidir. Bu sayede MBE tekniğiyle çok daha kaliteli materyal saflığına ulaşılması ve keskin ara yüzeyler elde edilmesi mümkündür. Ancak bu teknikte üretim maliyeti yüksek, üretim süresi uzun ve üretim şartları diğer tekniklere göre daha karmaşıktır [24]. Püskürtme ve buharlaştırma tekniği MBE' ye göre biraz daha ucuz, hızlı ve uygulama açısından kolaydır. Püskürtme tekniğinde de MBE kadar olmasa da oldukça düzgün yapılar büyütülebilmektedir.

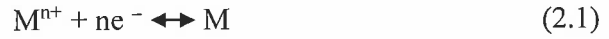
Elektrokimyasal bir yöntem olan elektrodpozisyon tekniği ise yukarıda açıklanan fiziksel film büyütme yöntemlerine kıyasla uygulanması daha kolay, maliyeti daha düşük ve oda sıcaklığında çalışılabilen, vakum gerektirmeyen bir tekniktir. Ayrıca farklı geometrilere malzemelerin üretilebilmesine imkan sağlaması, kimyasal ve fiziksel parametrelerin değiştirilerek istenen özelliklerde malzemeler elde edilebilmesi bu tekniği diğerlerine göre avantajlı hale getirmektedir.

2.3 Elektrodpozisyonun Temel Özellikleri

Elektronik bir iletken (metal, grafit veya yarıiletken) ile iyonik bir iletken (çözelti) arasında oluşan reaksiyonları, kimyasal ve elektriksel enerjilerin birbirine dönüşümünü ve bu dönüşümler sonucunda ortaya çıkan tepkimeleri inceleyen bilim dalı elektrokimyadır. Elektrokimyasal bir yöntem olan elektrodpozisyon ile film üretimi de bu tepkimeler ile gerçekleşir. Yükseltgenme ve indirgenme reaksiyonları olarak tanımlanan bu tür tepkimeler elektrokimyasal hücre denilen kapta gerçekleşir. Elektrokimyasal hücreler galvanik ve elektrolitik hücre olmak üzere iki çeşittir. Galvanik hücrelerde, kimyasal reaksiyonlar kendiliğinden meydana gelir ve bir elektrik akımı üretir. Elektrolitik hücrede ise kimyasal reaksiyonların oluşması için bir enerji kaynağına ihtiyaç vardır. Elektrokimyasal hücrede yükseltgenme anotta, indirgenme ise katotta meydana gelir. Bir elektrokimyasal hücrede elektronun

elektrottan çözeltilerdeki tükür akışı katot akımı olarak adlandırılırken, çözeltilerde elektrotta karşı akışı anot akımı olarak tanımlanır. Elektrodpozisyonun gerçekleştiği hücre olan elektrolitik hücrede katot potansiyeli anoda göre negatiftir [25, 26].

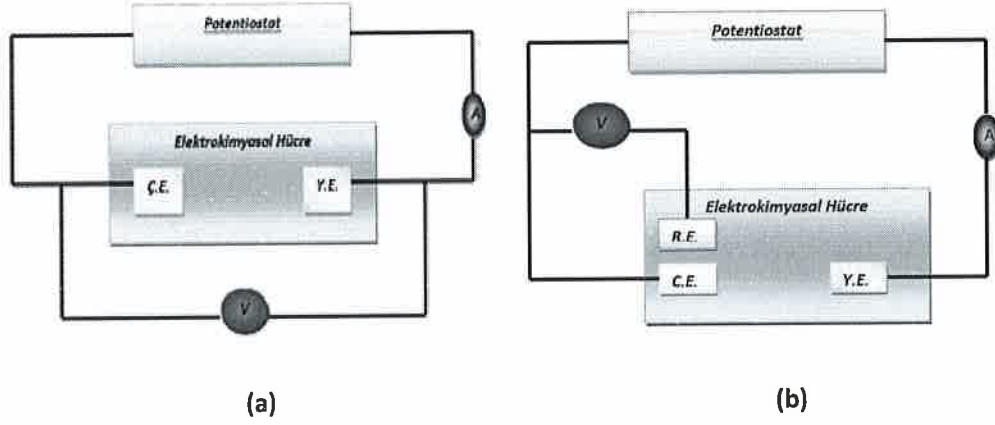
Elektrokimyasal hücre, elektrik akımını ileten bir çözeltiler (elektrolit), elektrotlar ve bu elektrotları birbirine bağlayan dış bir devreden oluşur. İyonlaşması yüksek çözeltileri içeren elektrolitler; kuvvetli elektrolitler, az iyonlaşmaya uğrayanlar ise zayıf elektrolitler olarak adlandırılır. Bir metalin elektrodpozisyonu metalin iyonlarını içeren elektrokimyasal hücrenin katodunda metallerin indirgenmesi işlemidir [27]. Çözeltilerdeki metal iyonları katottan elektron alır ve metale indirgenirler. Katotta gerçekleşen tepkime;



şeklinde. Burada M^{n+} metal iyonları n sayıda elektron alarak M metal atomuna indirgenir.

Metallerin elektrodpozisyonu için yalnızca anot ve katottan oluşan Şekil 2.2.(a)'daki gibi iki elektrotlu bir hücre kullanılabilir gibi Şekil 2.2.(b)'deki gibi üç elektrotlu hücre daha çok tercih edilir. Üç elektrotlu hücrede anot (yardımcı elektrot, Y.E.) ve katot (çalışma elektrotu, Ç.E.) yanında referans elektrot (R.E.) mevcuttur. Referans elektrot, çözeltiler direncini azaltmak amacıyla çalışma elektrotu yakınına yerleştirilir. Referans elektrottan çok küçük bir akım geçtiği için diğer elektrotlardan geçen akım değişse bile bu elektrot deney süresince değişmeyen sabit bir potansiyel sebeptir. Böylece akım çalışma elektrotu ile yardımcı elektrot arasından geçmiş olur. Elektrokimyasal hücreye elektrik enerjisini sağlayan potentiostat ise çalışma ve yardımcı elektrotlar arasındaki potansiyeli değiştirerek, çalışma ve referans elektrotlar arasındaki potansiyeli kontrol etmek için kullanılır [28]. Uluslararası kabul edilen referans elektrot, birim etkinliği 1 molar, standart elektrot potansiyeli sıfır olarak kabul edilen Standart Hidrojen Elektrotu (SHE) ya da Normal Hidrojen Elektrotu (NHE)'dir [29, 30]. İdeal bir referans elektrot, tam olarak bilinen ve çözeltiler bileşiminden etkilenmeyen bir potansiyel sahiptir. Ayrıca hazırlanması kolay, belli akım aralığında tersinir ve küçük akımlar geçerken sabit potansiyel sahip olmalıdır. SHE' de elektrot yüzeyinin hazırlanmasında ve tepkimeye giren maddelerin aktivitelerinin kontrolünde karşılaşılan zorluklar bu

elektrotun yeteri kadar pratik olmadığını gösterir. Bu nedenle deneylerde hazırlanışı ve kullanımı daha kolay olan doymuş kalomel elektrot (saturated calomel electrode, SCE) ve gümüş/gümüş klorür elektrot SHE' nin yerine tercih edilir. Doymuş kalomel elektrot (Hg₂Cl₂) ve Hg' dan oluşturulmuş bir karışım ile metalik Hg ve KCl çözeltisinden yapılır.



Şekil 2.2: Elektrokimyasal hücre (a) İki elektrotlu sistem (b) Üç elektrotlu sistem.

Her metalin çözeltideki iyon konsantrasyonuna bağlı olarak bir indirgenme potansiyeli vardır. Elektrotta oluşan indirgenme işleminde, konsantrasyon 1 molar olduğu zaman referans elektrota göre ölçülen elektrot potansiyeli standart elektrot potansiyeli (SEP)' dir. Metalin denge elektrot potansiyeli, çözeltideki iyonların derişimine göre değişebilir. Elektrot potansiyeli ile çözelti derişimi arasındaki bu ilişki Nernst denklemiyle verilir [31]:

$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \log C f_a \quad (2.2)$$

denklemde E^0 standart elektrot potansiyeli, T sıcaklık, n değerlik elektron sayısı, F Faraday sabiti (96485 coulomb/mol), R ideal gaz sabiti (8,314 J/K mol), f_a metal iyonun aktiflik katsayısı, C ise metal iyonlarının molar konsantrasyonudur.

Elektrodepozisyon işleminde net bir akım oluşması için elektrotun denge değerinden farklı bir potansiyel uygulamak gerekir. Eğer denge potansiyelinden daha negatif bir potansiyel uygulanırsa hücrede katodik akım oluşur ve elektrodepozisyon

olayı gerçekleştirir. Denge potansiyelinden daha pozitif bir elektrot potansiyeli uygulanırsa anodik akım oluşur [26, 29, 32].

Bir metalin SEP' i diğer metalin SEP' ine göre daha pozitif ise bu metal diğerine göre daha soydur. Örneğin bakırın SCE' ye göre SEP' i 0.0987 V iken nikelin -0.04715 V olduğu için bakır, nikel'e göre daha soy olur. Birden çok metalden oluşan çözeltilerde çok soy olan metal daha az soy olan metale göre daha çok indirgenir. Bu sebeple çözeltideki daha çok soy olan bir metalin konsantrasyonu diğer metallerin konsantrasyonuna göre daha az olsa dahi depozit edilen film içindeki miktarı daha yüksek olabilmektedir. Bunun yanında Fe, Ni, Co gibi demir grubu metallerini içeren çözeltilerden yapılan elektrodepozisyonda daha soy olan metalin daha fazla indirgenmesi beklenirken, elektrodepozit edilen filmlerde daha az soy olan metalin miktarının daha fazla olduğu görülebilmektedir [33]. Bu olaya anormal birlikte depozisyon denir. Bu durum Dahms ve Croll tarafından, çözelti ile elektrot arayüzündeki bölgesel pH artışı sebebiyle daha az soy metalin hidroksitinin elektrot yüzeyine tutunup daha soy metalin depozisyonunu engellemesi şeklinde açıklanmaktadır [34].

Elektrodepozisyon işleminde katotta depozit edilen madde miktarı Faraday yasasından yararlanılarak bulunabilir [3]. Elektrotlardan ayrılan madde miktarı devreden geçen akım miktarı ile doğru orantılıdır. Bu oran;

$$q = NnF \quad (2.3)$$

şeklinde verilir. Burada; q devreden geçen yük miktarı, N depozit edilen maddenin mol sayısı, n metalin değerliği, F Faraday sabitidir.

Bağıl atomik kütle (M_a) ve kütle (m) cinsinden depozit edilen metalin mol sayısı yazılarak film kalınlığı bulunabilir. Buna göre kalınlık (t) ifadesi:

$$t = \frac{qM_a}{A\rho Fn} \quad (2.4)$$

bağıntısı ile verilebilir. Burada; A depozit edilen yüzey alanı, ρ depozit edilen metalin yoğunluğudur.

Elektrodepozisyon işleminde büyütülen filmin kalitesini etkileyen bazı parametreler vardır. Bunlar depozit edilen metallerin çözelti içerisindeki konsantrasyonları, çözelti pH' ı, çözelti içerisindeki katkı maddelerinin varlığı, akım yoğunluğu, depozisyon potansiyelleri, çözelti sıcaklığı, akımın puls ya da sürekli olması gibi durumlardır [18, 33].

Elektrodepozisyon sırasında metal depozit edildikçe çözelti içerisindeki hidrojen iyonlarının konsantrasyonu artar ve çözelti pH' ı düşer. Özellikle düşük pH ve yüksek potansiyelde meydana gelen hidrojen çıkışı, metal iyonları ile birlikte depozisyon işlemine katılacağı için filmin yapısını ve akım verimliliğini değiştirir [18, 33]. Depozit edilen birim yüzey alanından geçen akım olarak tanımlanan akım yoğunluğu ise depozitin yüzey morfolojisini ve kristal yapısını etkiler. Düşük akım yoğunluklarında daha pürüzsüz ve düzgün filmler üretilir. Ni-Fe elektrodepozisyon işleminde genellikle pH değeri 2 ve 3 arasında olan çözeltiler tercih edilmektedir. Literatürdeki araştırma sonuçları pH değerinin düşüşüyle akım verimliliğinde ve kaplamadaki Fe içeriğinde düşüş olduğunu göstermektedir. Böylece pH değişimi kaplamanın kimyasal kompozisyonunu değiştirmektedir [35]. Ayrıca çözeltinin pH' ını ayarlamak ve filmin daha parlak olmasını sağlamak için kullanılan bir takım katkı maddeleri genellikle elektrodepozit edilen metallerin yapısını ve içeriğini değiştirir. Film kalitesi ve parlaklığı için önemli olan diğer bir faktör de katot potansiyelidir. Katot potansiyeli, metalik parlaklıkta bir film elde edinceye kadar değiştirilmelidir.

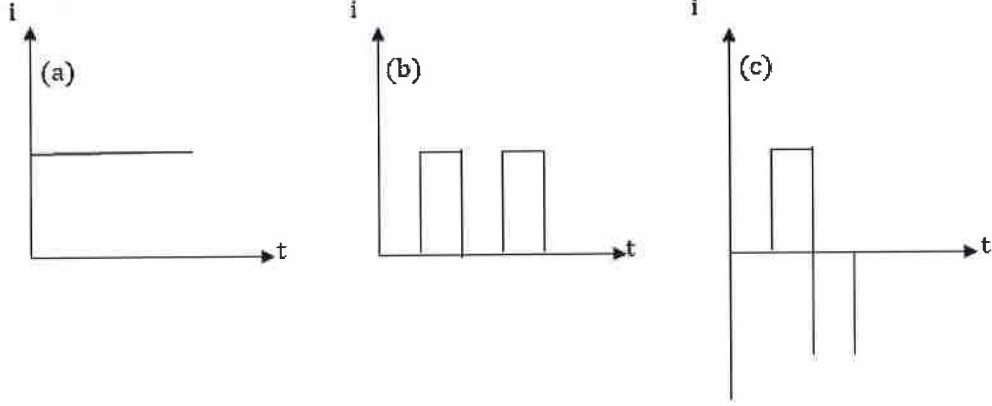
2.4 Elektrodepozisyon Metodları

Doğru akım, puls akım, ters puls akım olmak üzere üç çeşit elektrodepozisyon metodu vardır. Bu metodların açıklaması aşağıdaki bölümlerde yapılmıştır.

2.4.1 Doğru akım Elektrodepozisyonu

Elektrodepozisyon işleminde kullanılan doğru akım (Direct current-DC), puls akım (pulse current-PC) ve ters puls akımı (pulse reverse current- PRC) modları Şekil 2.3 ile temsil etmektedir. DC elektrodepozisyon işleminde elektrik akımı

sürekli (kesintisiz) olarak sisteme uygulanır. Bu yöntem metallerin ve alaşımların elektrodepozisyonunda kullanılan geleneksel, eski bir yöntemdir. DC' nin PC ve PRC' e göre daha basit, daha ekonomik oluşu ve yeterli teknolojik bilgiye sahip oluşu gibi bazı avantajları vardır.



Şekil 2.3: Elektrodepozisyon için kullanılan çeşitli modlarda akımlar (a) DC, (b) PC ve (c) PRC [35].

2.4.2 Puls Akım Elektrodepozisyonu

PC (puls akım) elektrodepozisyonunda Şekil 2.3 (b)' de gösterildiği gibi akım periyodik olarak sıfıra ulaşır. Bu metotta katot yüzeyinde negatif yüklenmiş tabaka oluşur. Belirli bir kalınlığa erişene kadar bu tabakanın kalınlığı artar ve sabit kalır. Akım sıfır olduğunda bu tabaka iyonların difüzyonunu engeller. PC elektrodepozisyonunda, bu tabakanın akımın sıfırlandığı süre boyunca boşaltılması, iyonların katot yüzeyine doğru difüzyonuna izin verir [36]. Her tür elektrodepozisyon işleminde etkili olan sıcaklık, kompozisyon ve pH gibi elektrokaplama değişkenlerine ek olarak PC elektrodepozisyonunda pik akım yoğunluğu, puls açık zaman (on-time), puls kapalı zaman (off-time), puls frekansı ve akım döngüsü gibi değişkenlerde diğer etkili parametrelerdir.

Genel olarak puls akım elektrodepozisyonunun doğru akım depozisyonuna kıyasla sağladığı avantajları şu şekilde özetleyebiliriz:

1. Daha yoğun bir yapıya sahip olabilme: PC elektrodepozisyonunda kapalı-zaman tane büyümesini engeller ve katot yüzeyi üzerinde çekirdeklenme

olasılığını arttırır. Bir puls tamamen tamamlandığında, bir sonraki puls hemen başlayacaktır [37]. Bu durum çekirdeklenme hızında bir artışa ve büyüme hızında bir düşüğe yol açmaktadır. Bu da büyümede daha yoğun bir yapı oluşmasına neden olmaktadır [38].

2. Kimyasal kompozisyonu ve mikro yapıyı kontrol edebilme: akım döngüsü ve frekans gibi puls parametrelerinin değişimi elektrolit içindeki çeşitli türlerin absorpsiyonu (yüzeye tutunma) ve desorpsiyonunu (geri çözünme) kontrol etmeyi mümkün kılar [39, 40]. Bu nedenle kaplamaların mikroyapı, kimyasal kompozisyonu gibi özellikleri PC elektrodepozisyonda kontrol edilebilir [41].
3. Katot yüzeyinde oksijen ve hidrojen gazlarının indirgenmesinin sebep olduğu gözenek ve çatlakların oluşumunun azalması: Kaplamadaki deliklerin azalması iki faktöre bağlanabilir; Birincisi PC elektrodepozisyon işlemi sırasında, katodik yüzey üzerinde oksijen ve hidrojen gibi salınan gazlar, katotun yüzeyini terk etmek için yeterli zamana sahiptir ve bu nedenle de kaplamadaki boşluk ve delik oluşma olasılığı düşüktür. İkincisi DC elektrokaplama ile karşılaştırıldığında puls akım-açık zaman boyunca sulu elektrolizden çıkan gazların hacmi çok daha düşüktür [37]. PC elektrodepozisyonunda puls akım-açık zaman boyunca mikrometre ve nanometre boyutlarında kabarcıklar oluşur ve bunların büyük bir kabarcık oluşturmak için birleşmesi mümkün olmaz. Ancak, DC elektrodepozisyon işleminde bu kabarcıkların birleşip delik ya da boşluk oluşturma olasılığı yüksek olur.

2.4.3 Ters Puls Akım Elektrodepozisyonu

Ters puls akım elektrodepozisyon işleminde iyonların indirgenmesi için gerekli olan akım polarizasyonun değişimi ile sifira ulaşır ve böylece katot yüzeyinde oksidasyon reaksiyonu oluşur. Bu durum NiFe depozisyonu için kullanıldığında, anodik potansiyelde Ni çözünme hızı düşüktür ve böylece katottan Fe' in geri çözünme oranı Ni' in geri çözünme hızından daha yüksek olur [42, 43]. Bu nedenle, puls elektrodepozisyon işlemi Fe' in anormal depozisyonunu azaltmak için kullanılabilen bir yöntemdir. Katoda katodik akım uygulandığında, hidrojen gazı

salınır. Yüksek miktarda salınan bu hidrojenin yüzeyden ayrılmaya yetecek kadar zamanı yoktur. Kaplama yüzeyi üzerindeki hidrojen gazının oluşumu ve oksidasyonu, pH değerinin artmasını engeller ve bu da anormal depozisyonun azalmasına neden olur [44]. PRC' nin başka bir etkisi depozit içerisindeki iç stresi düşürmesidir [45].

2.5 Süperörgülerin Elektrodpozisyonu

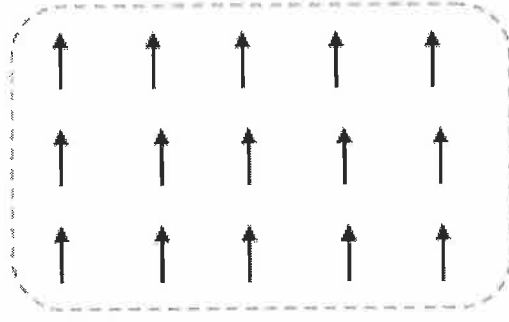
Süperörgülerin elektrodpozisyon ile üretiminde tekli ya da ikili çözelti tekniği kullanılabilir. Tekli çözelti tekniğinde depozit edilecek metallerin hepsini içeren tek bir çözelti kullanılır. Ferromanyetik tabakalar ve manyetik olmayan tabakaların depozisyonu için uygun potansiyeller sırasıyla uygulanarak ardışık olarak ferromanyetik ve manyetik olmayan tabakalar büyütülür. Tekli çözelti tekniğinde metallerin indirgenme potansiyellerinin farklı olmasından yararlanarak depozisyon yapılır. Örnek olarak Ni/Cu süperörgü büyütülürken Ni tabakaları için Ni' in indirgenme potansiyelinden (-0.47 V SCE' ye göre) daha negatif, Cu tabakaları için de Cu' in indirgenme potansiyelinden (0.09 V SCE' ye göre) daha negatif potansiyel uygulanmalıdır. Cu' in indirgenme potansiyeli Ni' den daha pozitif olduğu için Cu tabakaların büyütülmesi için Cu' in indirgenme potansiyelinden daha negatif Ni' den daha pozitif bir potansiyel uygulanır ve böylece saf Cu tabakası elde edilir. Ancak Ni depozit olurken uygulanan potansiyel değeri Cu' in indirgenme potansiyelinde negatif olduğu için Ni tabakalar depozit olurken Cu da bir miktar depozit olur. Böylece saf Ni değil de NiCu alaşım tabakalar oluşur. Ancak çözelti içerisinde Cu içeriği az konularak Ni tabakadaki Cu miktarı azaltılır. İkili çözelti tekniğinde ferromanyetik tabakaların büyütülmesi için bir çözelti, manyetik olmayan tabakaların büyütülmesi için ayrı bir çözelti hazırlanır. Kullanılan alttabaka sırayla bu iki çözeltiye daldırılır. Her çözelti için uygun potansiyel uygulanarak depozisyon yapılır. Bu teknikle saf ferromanyetik ve saf manyetik olmayan tabakalar elde edilebilir. Ancak alttabaka çözeltiler arasında değiştirildiği esnada hava ile temas eder ve kirlenmeye maruz kalabilir. Bu nedenle bu teknik kullanışlı olmadığı için fazla tercih edilmez. İkili çözelti tekniği ilk kez 1921' de Ni/Cu yapıları üretmek için Blum tarafından kullanılmıştır [46]. Daha sonra 1963' te Brenner tarafından Cu/Bi

katmanlı yapılar tek çözeltili tekniği ile üretilmiştir [33]. Tekli çözeltili tekniği sonraki yıllarda yaygın olarak kullanılmıştır [33, 46, 47].

2.6 Ferrromanyetizma ve Diyamanyetizma

Atomların manyetik özelliklerini manyetik momentleri belirler. Elektronun net manyetik momentini çekirdek etrafında yaptığı yörüngesel hareket ile kendi etrafında yaptığı hareketin birleşimidir. Bu manyetik momentlerin aralarındaki karşılıklı etkileşim kuvvetleri ve dış manyetik alanla etkileşimleri maddelerin manyetik özelliklerini belirler [48]. Bir malzemenin manyetizasyonu ya da mıknatıslanması (M) birim hacim başına düşen manyetik moment değeridir. Manyetik özelliklerine göre maddeler ferromanyetik, paramanyetik ve diyamanyetik olarak üç temel sınıfa ayrılır. Ferromanyetik ve paramanyetik maddeler sürekli manyetik dipol momente sahip atomlardan oluşurken diyamanyetik maddelerin atomları sürekli manyetik momente sahip değildir. Bu çalışmada ferromanyetik özellikteki nikel ve demir ile diyamanyetik özellikteki bakır kullanıldığı için ferromanyetizma ile diyamanyetizmanın temel özellikleri aşağıda açıklanmıştır.

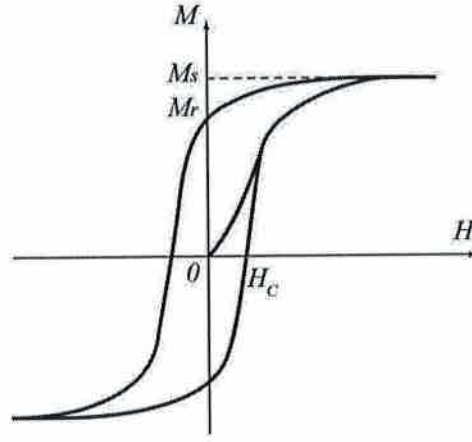
Ferromanyetik maddeler dış manyetik alanın yokluğunda bile kendiliğinden bir manyetizasyona sahip olan maddelerdir. Ferromanyetik malzemelerde çiftlenmemiş elektronlar bulunduğu için net manyetik momentleri vardır [49, 50]. Dışarıdan bir manyetik alan uygulandığında ferromanyetik malzemelerin spinleri uygulanan alana paralel yöne doğru yönelirler. Uygulanan alan kaldırılrsa dahi bu spinler yönelimlerini korurlar. Şekil 2.4' te ferromanyetik malzemelerdeki spinlerin dizilimi verilmiştir [51, 52].



Şekil 2.4: Ferromanyetik malzemelerde spinlerin düzeni.

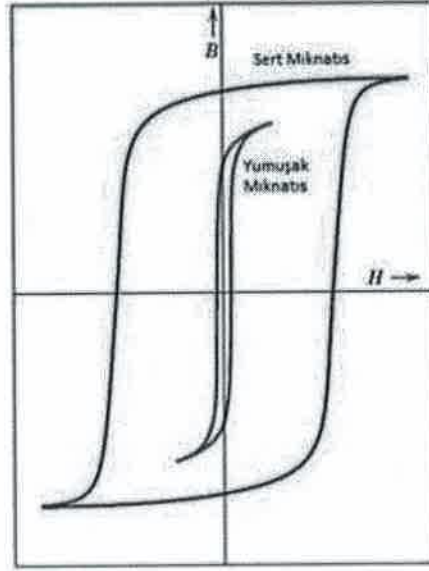
Ferromanyetik malzemeler belli bir sıcaklığın altında ferromanyetik özellik gösterir. Bu sıcaklığa Curie sıcaklığı (T_c) denir. Curie sıcaklığının üstünde manyetik momentlerin düzenleri bozulur ve net manyetizasyon sıfır olur. Yani paramanyetik faza geçerler [53]. Uygulanan alana karşı malzemenin gösterdiği tepki manyetik alınganlık olarak tanımlanır. Ferromanyetik malzemelerin manyetik alınganlıkları (χ) yaklaşık olarak $\chi \sim 50-10000$ civarındadır. Fe, Ni, Co, Gd ve Dy kendilerine ait Curie sıcaklıklarının altında ferromanyetik özellik gösterirler [54, 55].

Ferromanyetik malzemelerde uygulanan manyetik alana karşı elde edilen histerisis eğrilerinden Şekil 2.5' te görüldüğü gibi doyum manyetizasyonu (M_s), kalıcı manyetizasyon (M_r), koersivite (H_c), geçirgenlik, doyum alanı (H_s) ve histerisis kaybı gibi manyetik özellikleri belirlenebilir. Numune üzerine uygulanan manyetik alan arttırıldıkça belirli bir değerden sonra manyetizasyon değeri değişmemeye başlar ve sabit kalır. Bu manyetizasyonda, numunede bulunan tüm manyetik momentler manyetik alan yönünde dizilirler. Bu değer doyum manyetizasyonudur. Manyetik alan sıfır olduğunda, malzemede bulunan manyetizasyon değerine kalıcı manyetizasyon denir. Doyuma ulaşan manyetizasyonu sıfıra indirmek için uygulanan ters manyetik alana koersivite denir. Koersivite malzemenin bulunduğu koşullardan (sıcaklık uygulanması, deformasyon) etkilenir [49, 56].



Şekil 2.5: Histeresis Eğrisi [55].

Histeresis ilmeğın şekli ve büyüklüğü ferromanyetik maddenin özelliklerine ve uygulanan maksimum alanın şiddetine bağlıdır. Şekil 2.6' da görülen kırmızı renkteki geniş ilmekler “sert” ferromanyetik maddelerin histeresis ilmekleridir. Sert ferromanyetik maddelerin kalıcı mıknatıslanmaları büyüktür. Bu mıknatıslanmayı dış alanla ortadan kaldırmak kolay değildir. Bu durum, demir gibi “yumuşak” ferromanyetik maddelerdeki davranışla zıtlık oluşturur. Yumuşak ferromanyetik maddenin histeresis eğrisi Şekil 2.6' da mavi renkte görülen dar ilmeğdir. Bu ilmeklerin küçük bir kalıcı mıknatıslanması vardır. Böyle maddeler kolaylıkla mıknatıslanır ve mıknatıslıkları kolaylıkla kaldırılabilir. İdeal bir yumuşak ferromanyet olsaydı hiç histeresis göstermeyecek ve böylece hiç kalıcı mıknatıslanması olmayacaktı. Mıknatıslanma eğrisi içinde kalan alan, maddeyi histeresis döngüsünden geçirmek için gereken işi temsil eder [48].



Şekil 2.6: Sert ve Yumuşak ferromanyetik maddenin histerisis eğrisi [57].

Lenz Yasasına göre diyamanyetik bir madde manyetik alan altında ise diyamanyetik maddelerin içindeki elektronlar ivmelenir. Ortaya çıkan elektrik akımı uygulanan manyetik alana zıt yönde bir dipol momenti oluşturarak uygulanan manyetik alanın etkisini azaltır. Bu olaya diyamanyetizma denir [58, 59]. Diyamanyetizma bütün maddelerin temel özelliğidir fakat paramanyetizma ve ferromanyetizmaya göre daha zayıftır [48]. Bu nedenle paramanyetik ve ferromanyetiklerde bu diamanyetik etki bastırılır. Diyamanyetik bir maddeye dış manyetik alan uygulandığı zaman uygulanan bu alana zıt yönde zayıf bir manyetik moment oluşur. Bu diyamanyetik maddeler dış manyetik alanca zayıf bir şekilde itilirler [60]. Bu sistemde elektronlar, çekirdeğin merkezci çekici kuvvetine ek olarak $qv \times B$ ile ifade edilen bir kuvvetin altında dönme hareketi gerçekleştirirler. Bu kuvvetin etkisiyle manyetik dipol momenti uygulanan alana dik elektronun yörüngesel hızı artarken, uygulanan alanla aynı yönde olan elektronun hızı azalır. Bu nedenle iki elektronun manyetik momentleri birbirini yok edemez. Bu iki manyetik moment arasındaki farktan dolayı uygulanan alana zıt yönde net bir manyetik moment oluşur. Diyamanyetizma, süperiletkenler ve bütün elektronları çiftlenmiş atom (bakır, bizmut, altın, gümüş, çinko, tuz vb.) veya bileşiklerde görülür [58, 61].

2.7 Manyetorezistans

Manyetorezistans (MR), bir maddenin bir manyetik alan etkisiyle elektrik direncinde gözlenen değişim olarak tanımlanır [62]. MR, manyetik alan altındaki elektron saçılmasının manyetik alan olmadığıda oluşan saçılmadan farklı olmasının bir sonucudur [63]. MR, ilk kez 1856' da William Thomson' nın demir ile gerçekleştirdiği deneylerde akım manyetik alana paralel doğrultuda iken direncin arttığını, akımın manyetik alana dik olduğu durumda direncin azaldığını gözlemlemesiyle ortaya çıkmıştır [56, 64]. Bir malzemeye uygulanan dış manyetik alanın şiddeti değiştiğinde, elektriksel direnç şiddeti artan manyetik alan ile artan, azalan veya daha farklı özelliklerde değişebilir. Malzemenin cinsine ve ölçüm tekniğindeki bağlantı düzenine göre bu direnç değişimlerinin büyüklük ve işareti farklılık gösterir [65]. Manyetik filmlerdeki MR değişim oranı; tane boyutu, film kalınlığı ve film yüzey koşullarına bağlıdır [1, 66].

Manyetik alanın uygulanma şekline bağlı olarak iki çeşit manyetorezistans vardır. Bunlar enine ve boyuna manyetorezistansdır. Boyuna manyetorezistans (BMR), akım ve manyetik alan doğrultuları paralel olduğu zaman elde edilir. Enine manyetorezistans (EMR) ise akım ve manyetik alan doğrultuları birbirine dik olduğu zaman elde edilir [67].

Farklı türlerdeki malzemeler normal manyetorezistans (NMR), anizotropik manyetorezistans (AMR), devasa manyetorezistans (GMR) ve manyetik tünel etki (TMR) gibi farklı türde manyetorezistans özelliğe sahip olabilirler [56].

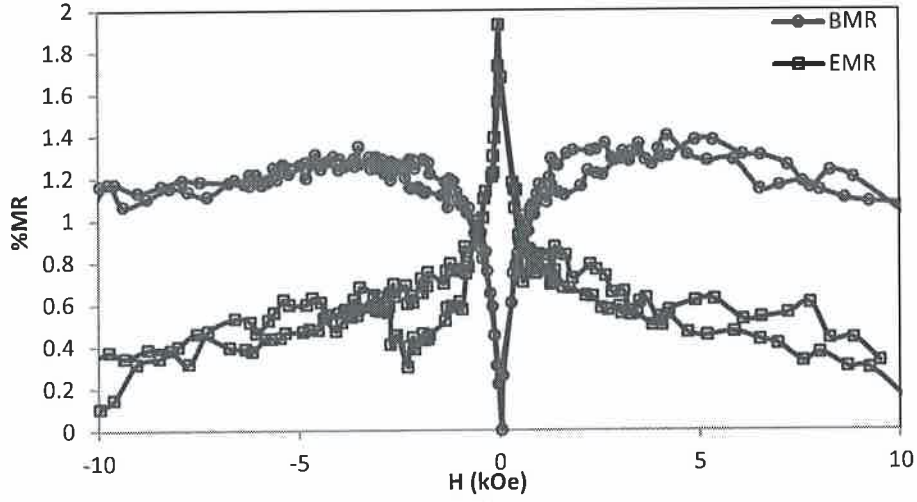
Ag, Cu gibi manyetik olmayan metaller NMR etki gösterirler. NMR' de manyetik alanın akıma göre yönüne bakılmaksızın manyetik alan arttıkça dirençte artar. Ancak dirençteki değişim 10 T gibi çok büyük alanlarda oluşabilir. Ferromanyetik metaller (Fe, Co, Ni) ya da bunların alaşımlarından büyütülen ince filmler AMR etki gösterirken ferromanyetik çok katmanlı yapılar ve süperörgüler GMR etki gösterir [3, 68].

Son yıllarda manyetorezistans etkisi oldukça cazip hale gelmektedir. Özellikle manyetorezistiv sensör teknolojisi, manyetik kayıt başlıkları, manyetik veri

saklama filmlerinin yapılması gibi kullanım alanlarının artması nedeniyle bu alandaki arařtırmalarda hız kazanmıřtır [63].

2.7.1 Anizotropik Manyetorezistans

Ferromanyetik malzemelerde ve alařımlarda, MR deęerlerinin akımın manyetik alana paralel olduęu durumlarda artan manyetik alan ile arttıęı (pozitif BMR), dik olduęu durumlarda ise azaldıęı (negatif EMR) gözlemlenmiřtir. Bu durum Anizotropik Manyetorezistans (AMR) olarak adlandırılmıřtır [69]. AMR, 1945 yılından daha önce çalıřılmıř olmasına raęmen yorumlamada bazı sıkıntılarla karřılařılmıřtır. 1971 yılında Hunt, manyetik kayıt uygulamalarında manyetik alanı ortaya çıkarabilmek için kullanılan ince filmlerde AMR olarak bilinen manyetorezistans olayını göstermiřtir [70, 71]. AMR, yerin manyetik alanını ölçen sensörlerde, manyetik kayıta, bir iletkenin çevresindeki elektriksel akımının manyetik alandan yararlanarak ölçülmesinde kullanılmaktadır [3]. AMR' nin fiziksel kökeni spin-yörünge çiftlenmesi aracılıęıyla elektronik saçılmaların manyetizasyon yönelimi üzerindeki baęımlılıęına atfedilmiřtir [66, 72]. Genel olarak, iletim elektronlarının spin-yörünge etkileřmelerinden kaynaklanan anizotropik saçılmaları sonucunda, paralel durumdaki MR her zaman dik durumdaki MR' dan büyük olur. Ferromanyetik metallerde gözlenen AMR deęeri genellikle küçüktür. Saf bulk demirdeki AMR etki % 0.5' ten küçük iken, bu etki Co ve Ni için sırasıyla % 2.0 ve % 2.5' tur. Üç boyutlu elementlerde, demir küçük AMR göstermesine raęmen Fe ya da Co' ın Ni ile olan alařımları MR' ı önemli derecede arttırmaktadır. Örneęin permalloy olan $Ni_{80}Fe_{20}$ ikili alařımda AMR % 5.2 civarında bulunurken $Ni_{80}Fe_{20}$ alařımda % 6.0 civarında bulunmuřtur [56, 73, 74]. Bu çalıřmada deneme amaçlı üretilen NiFe alařım bir filmin manyetik alanın akıma paralel veya dik uygulandıęı durumdaki anizotropik manyetik direnci örnek olarak Őekil 2.7' de verilmektedir.



Şekil 2.7: NiFe alaşım filmde anizotropik manyetorezistans.

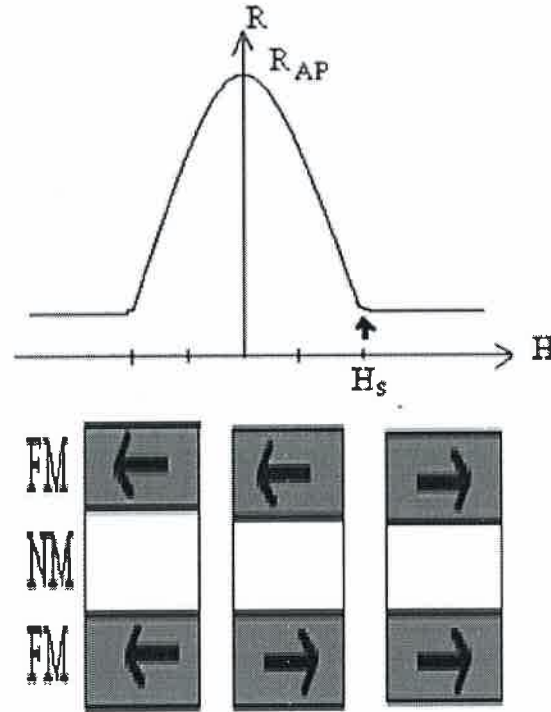
2.7.2 Devasa Manyetorezistans

Çok katmanlı nanoyapılarda ve süperörgülerde EMR ve BMR manyetik alan arttıkça azalan özelliğindedir. Bu azalma düşük manyetik alanlarda ve beklenenden çok daha fazla olduğu için bu direnç değişimine “devasa manyetorezistans” (Giant Magnetoresistance-GMR) denir. Çok katmanlı yapılarda GMR davranışı özellikle optimum tabaka kalınlıklarında elde edilir [75]. GMR’ın, anizotropik manyetorezistanstan (AMR) farkı tüm alan yönlerinde negatif olması, aynı zamanda bu değişimin çok büyük olmasıdır [76]. Normal manyetorezistanstan (NMR) farkı ise uygulanan manyetik alanın büyüklüğüdür. NMR’da direnç değişimi 500 kOe değerinde bile % 1-2 oranında gözlenirken GMR’da 1 kOe değerinin altında yüksek direnç değişimi gözlenir.

GMR, 1988 yılında Albert Fert ve arkadaşları [4] tarafından MBE tekniği ile büyütülen Fe/Cr ferromanyetik çok tabakalı yapılarda ve bundan bağımsız olarak 1989 yılında Peter Grünberg ve arkadaşları [5] tarafından büyütülen Fe/Cr/Fe katmanlı yapılarda keşfedilmiştir. A. Fert ve arkadaşları tarafından yapılan Fe/Cr çok katmanlı yapılarda, Cr aratabakasının belirli kalınlıkları için, komşu Fe tabakalarının manyetizasyonu aratabaka değiş tokuş etkileşmesi ile antiparalel yönelirler [76]. Bu çalışmada GMR etki oda sıcaklığında 2T’lık manyetik alanda % 13 iken 4,2 K’de GMR % 48 bulunmuştur [27]. Bu buluş sayesinde nanoteknoloji alanında büyük

gelişmeler yaşandı. Bilgisayarların sabit disklerine kayıtlı bilgilerin okunması tekniğinde GMR büyük gelişim sağladığı için 2007 yılında A. Fert ve P. Grünberg Nobel Fizik Ödülüne layık görüldü. Daha sonra elektrodepozisyon tekniği ile 1993 yılında Alper ve arkadaşları tarafından büyütülen CoNiCu/Cu süperörgülerde de ilk kez GMR etki gözlemlendi [8].

Ferromanyetik katmanlı yapıda sıfır manyetik alanda, birbirini izleyen ferromanyetik tabakalardaki manyetizasyonlar antiparalel bir yönelimde iken bir manyetik alan uygulanırsa yönelim paralel hale gelir. Söz konusu süperörgütün, uygulanan manyetik alana göre direnç değişim değeri ve manyetik davranışı Şekil 2.8’ de gösterilmiştir. Komşu ferromanyetik tabakaların manyetik momentleri antiparalel durumdan paralel duruma geçtiği zaman direnç Şekil 2.8’ de görüldüğü gibi maksimumdan minimuma geçer. GMR’ ın büyüklüğü bu iki durum arasındaki direncinin bağıl değişimine bağlıdır [4, 68].



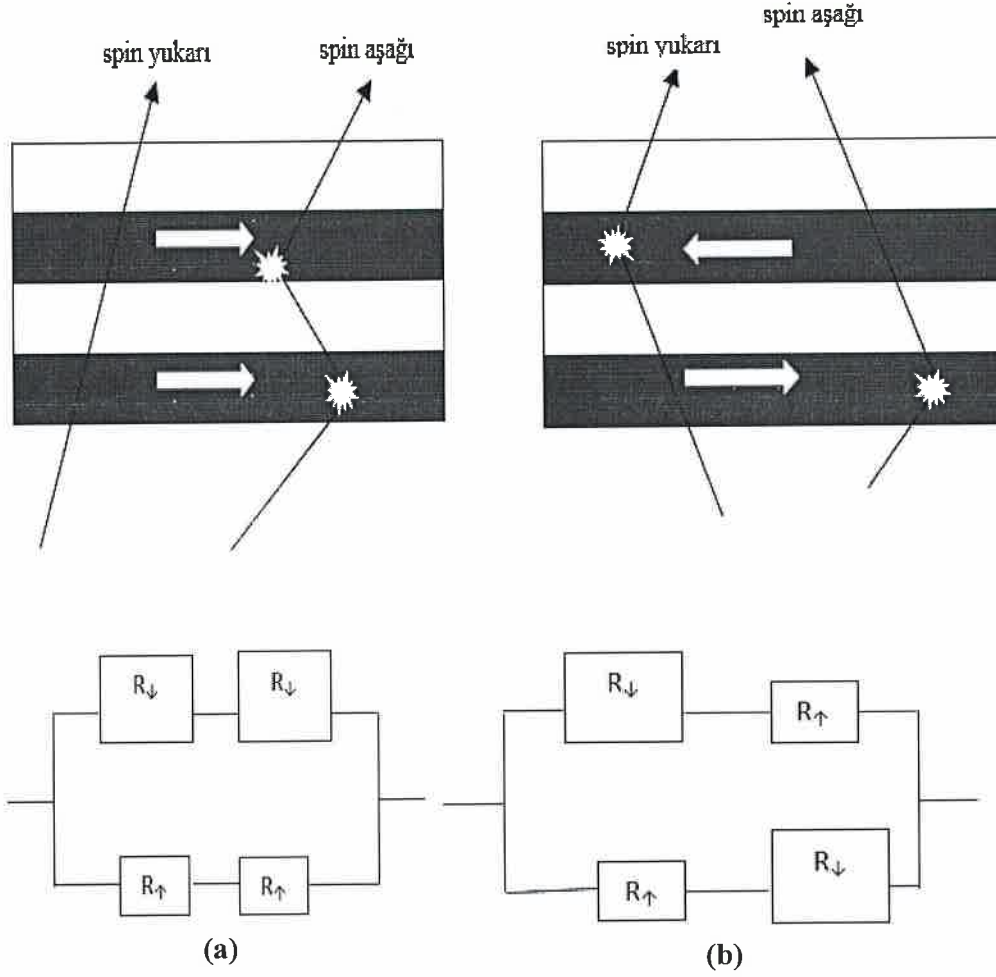
Şekil 2.8: Süperörgüdeki direnç değişimi ve süperörgüde manyetik alanın uygulandığı ve uygulanmadığı durumlar için tabakaların yönelimi [68].

Fe, Ni, Co ve onların alaşımlarından oluşan ferromanyetik çok katmanlı nanoyapılarda GMR olayı elektron saçılması ile açıklanabilir. Eğer saçılma güçlü ise elektronların ortalama serbest yolu küçük, direnç büyük olacaktır, eğer saçılma zayıf ise ortalama serbest yol büyük yani direnç küçük olacaktır. GMR olayı iletkenlik elektronlarının bir spin yönü için diğer spin yönüne göre daha çok etkin saçılmasına dayanır. Bu saçılan elektronlar, spin yukarı ve spin aşağı elektronlardır. Manyetizasyona paralel yönelimde olan elektronlar spin yukarı elektronlar, manyetizasyona antiparalel yönelen elektronlar ise spin aşağı elektronlar olarak adlandırılır. GMR, katmanlı yapılarda birbirini izleyen ferromanyetik tabakalardaki manyetizasyonların yönelimlerindeki değişiklikler ile ilgilidir. Şekil 2.9 (a)' da görülen katmanlı yapıda birbirini izleyen ferromanyetik tabakalar paralel olduğunda, spin aşağı elektronlar ferromanyetik tabakalara zıt spine sahip oldukları için geçerken güçlü bir şekilde saçılır. Böylece ortalama serbest yolları küçük ve dirençleri büyük olacaktır. Spin yukarı elektronlar ise, ferromanyetik tabakalara paralel olduklarından geçerken zayıf bir şekilde saçılır ve dirençleri küçük olur. Şekil 2.9' daki devrenin şematik gösteriminde büyük dirençler kuvvetli saçılmayı, küçük dirençler ise zayıf saçılmayı göstermektedir. Böyle bir durumda, devrenin toplam direnci hesaplandığında katmanlı yapının toplam direnci [3, 78, 79] R_P ,

$$R_P = N \frac{R_{\uparrow}R_{\downarrow}}{R_{\uparrow}+R_{\downarrow}} \quad (2.5)$$

olur. Burada, N tekrarlamaya sayısıdır. Birbirini izleyen ferromanyetik tabakaların manyetizasyonunun Şekil 2.9 (b)' deki gibi antiparalel olduğu durumda ise, spin yukarı ve spin aşağı yönelimli elektronlar, birbirini takip eden ferromanyetik tabakalarda sırasıyla hem güçlü hem de zayıf bir şekilde saçılırlar. Spin yukarı elektron, ilk ferromanyetik tabakadan geçerken zayıf, ikinci ferromanyetik tabakadan geçerken kuvvetli bir saçılmaya uğrar. Böylece ilk saçılmada direnç küçük, ikinci saçılmada büyük olacaktır. Spin aşağı elektron ise, ilk ferromanyetik tabakadan geçerken kuvvetli, ikinci ferromanyetik tabakadan geçerken zayıf bir saçılmaya uğrar. Bu durumdaki katmanlı yapının toplam direnci R_{AP} ' dir ve Eşitlik (2.6) ile gösterilir [3, 78, 79].

$$R_{AP} = N \frac{R_{\uparrow}R_{\downarrow}}{2} \quad (2.6)$$



Şekil 2.9: Çok katmanlı yapılarda birbirine göre paralel ve antiparalel yönelmiş iki ferromanyetik tabakadan spin yukarı ve spin aşağı elektronlarının saçılmaları ve bu saçılmaların devre üzerinde şematik gösterimi. (a) Ferromanyetik tabakaların manyetizasyonu paralel (b) Ferromanyetik tabakaların manyetizasyonu antiparalel [68]

Denklem (2.5) ve Denklem (2.6)' dan da görüldüğü gibi, $R_{AP} > R_P$ olur. MR oranı ise;

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R_{AP} - R_P}{R_P} = \frac{(R_{\uparrow} - R_{\downarrow})^2}{4R_{\downarrow}R_{\uparrow}} \quad (2.7)$$

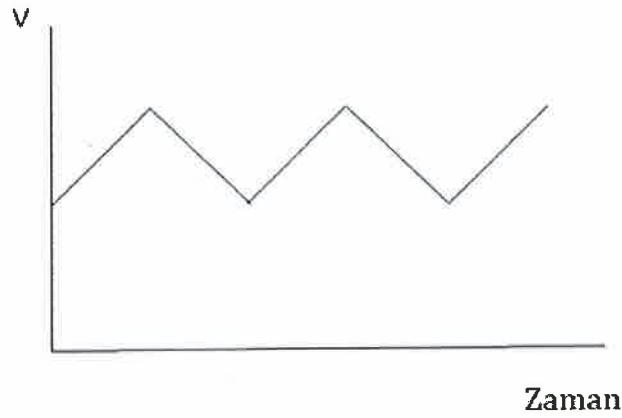
eşitliğiyle verilir [3, 78, 79].

Çok katmanlı yapılarda ve süperörgülerde ferromanyetik tabakanın kalınlığı, manyetik olmayan tabakanın kalınlığı, toplam film kalınlığı, tabakalar arasındaki keskinlik ya da pürüzlülük, tabakaların kompozisyonu ve safsızlık atomları gibi birçok değişken GMR'ı etkiler. Belirli ferromanyetik tabaka kalınlıklarında GMR maksimum olur. Bu optimum ferromanyetik tabaka kalınlığının altında ve üstünde ise GMR azalır. Ferromanyetik tabaka kalınlığı arttığında, GMR'daki azalmanın sebebi ara yüzlerdeki spine bağımlı saçılmanın azalarak ferromanyetik tabakadaki bulk saçılmasının artmasıdır. Ferromanyetik tabaka kalınlığının azaltılarak çok ince olduğu durumda GMR'ın düşmesinin sebebi ise tabaka sürekliliğinin sağlanamaması ve elektronların yeterli saçılma yapamamasıdır. Manyetik olmayan tabaka kalınlığı arttıkça GMR'daki azalma ise manyetik tabakalar arasındaki etkileşimin azalmasının ve spine bağlı arayüzey saçılmasının azalmasının bir sonucudur. Fiziksel üretim teknikleriyle büyütülmüş ferromanyetik katmanlı yapılarda manyetik olmayan tabaka kalınlığı ile GMR değişiminin osilasyon yaptığı görülmüştür [80, 81].

3. DENEYSEL TEKNİKLER

3.1 Dönüşümlü Voltammetri Tekniği

Dönüşümlü Voltammetri Tekniği (Cyclic Voltammetry- CV) çözelti içindeki metallerin indirgenme ve yükseltgenme potansiyellerinin tayininde kullanılan elektrokimyasal karakterizasyon yöntemlerinden biridir [82]. Elektrokimyasal bir hücreye denge potansiyelinden farklı bir potansiyel uygulandığı zaman hücrede gerçekleşen tepkimelerin tekrar dengeye gelmeye çalışmasıyla birlikte hücrede bir akım oluşur [9, 27]. Dönüşümlü voltammetri tekniğinde elektrokimyasal hücreye uygulanan potansiyel pozitif bir değerden başlayarak negatif bir potansiyel değerine kadar taranarak akım değerleri kaydedilir. Daha sonra bu negatif potansiyel değerinden başlangıçtaki pozitif potansiyel değerine kadar ters yönde potansiyel taraması yapılır. Bu potansiyel taraması İleri ve ters yönde bir kez ya da birçok kez tekrarlanabilir. Uygulanan potansiyel değerlerine karşı akım grafiği çizilerek dönüşümlü voltamogram elde edilir. Şekil 3.1' de dönüşümlü voltamogram elde etmek için uygulanan potansiyel biçimi verilmiştir. CV eğrilerinden elektrokimyasal hücredeki indirgenme ve yükseltgenme potansiyellerinin belirlenmesinin yanında bu işlemlerin kaç adımda gerçekleştiği, tersinir olup olmadığı, depozisyonun kararlı olup olmadığı, elektrot tepkimesindeki metallerin yüzeye tutunup tutunmadıkları hakkındaki bilgilerde edinilir [83].



Şekil 3.1: Dönüşümlü voltamogram elde etmek için kullanılan potansiyelin zamanla değişimi [84].

Bu çalışmada NiFe/Cu süperörgüleri büyütmek için hazırlanan çözeltinin elektrokimyasal karakterizasyonu Uludağ Üniversitesi Fizik Bölümü Katıhal Araştırma Laboratuvarında bulunan deney düzeneği ile yapılmıştır. CV eğrilerinin çiziminde kullanılan deney düzeneği Şekil 2.2 (b)' deki gibi üçlü elektrot sistemi ve potantistattan oluşan elektrokimyasal bir hücre ile akım ve voltaj değerlerini kaydeden bir bilgisayar oluşmaktadır. Bu düzenekte Ç.E olarak platin tel elektrot, Y.E olarak platin levha ve R.E olarak ise SCE kullanılmıştır [28, 71, 85]. Potentiostat ile potansiyel istenen hızda ileri ve geri yönde taranarak voltaja karşılık akım değerleri bulunur.

3.2 Süperörgülerin Büyütülmesi

NiFe/Cu süperörgülerin elektrodepozisyonu üç aşamada gerçekleşmiştir. Bunlar;

- Alttabakadaki kirliliğin temizlenerek alttabakanın elektrodepozisyon için hazırlanması,
- Süperörgülerin deposisyonu,
- Süperörgülerin alttabakadan çıkarılması.

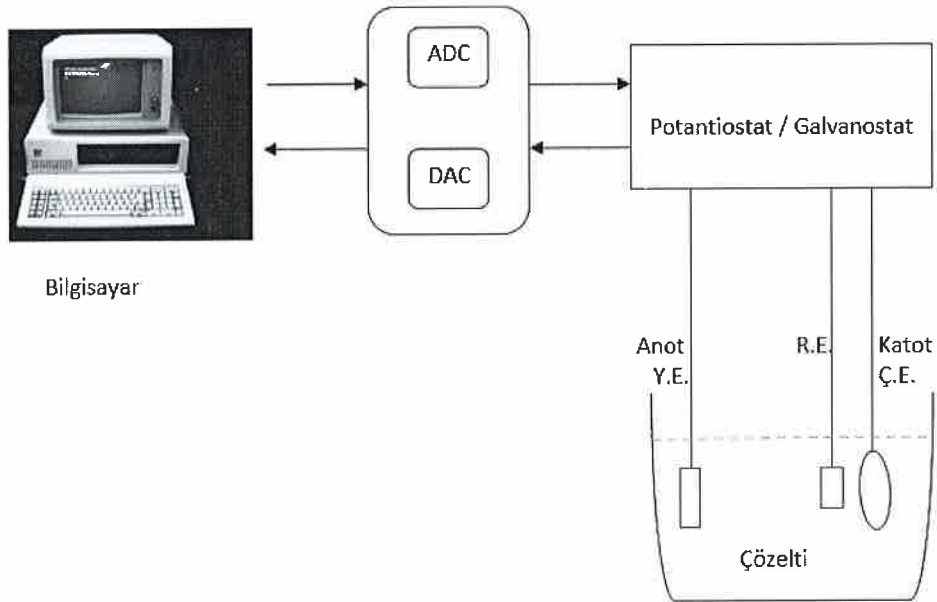
3.3 Alttabakaların Hazırlanması

Bu çalışmada süperörgülerin büyütülmesi için alttabaka olarak polikristal Ti kullanılmıştır. Diğer metallere kıyasla titanyum (Ti) alttabaka üzerine büyütülen filmlerin alttabakadan çıkarılması daha kolay bir işlemdir. Elektrodepozisyon tekniğinde süperörgülerin alttabaka üzerine homojen bir biçimde büyümesi ve kaliteli bir yapı oluşması için alttabaka seçimi ve temizliği önemlidir. Bu nedenle titanyum alttabaka ıslak ve ince zımpara kâğıdı ile pürüzsüz olana dek mekanik olarak temizlenir. Daha sonra saf su ile yıkanarak kurulama kâğıdı ile kurulanır. Temizlenen yüzey, deposisyon işlemi için 1.2 cm x 2.4 cm boyutlarındaki dikdörtgen bir bölgesi açıkta kalacak şekilde yalıtkan bir bantla bantlanır. Daha sonra %10' luk sülfürik asit ve tekrar saf su ile yıkanır. Süperörgülerin büyütüleceği alttabakadaki

kirlilik giderilip, temiz ve pürüzsüz bir yüzey elde edildikten sonra alttabaka çözelti içine yerleştirilir.

3.4 Süperörgülerin Elektrodepozisyonu

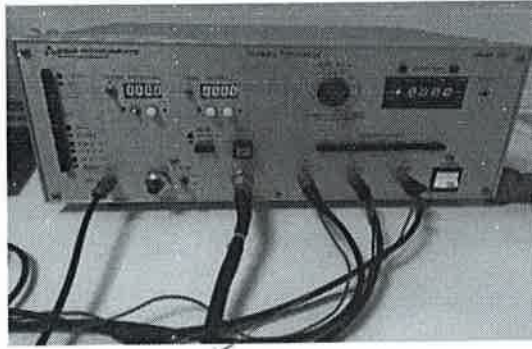
NiFe/Cu süperörgülerin elektrodepozisyonu için kullanılan sistemin şematik gösterimi Şekil 3.2' de verilen üç elektrotlu elektrokimyasal hücre (çözelti kabı), potentiostat/galvonostat (P/G) ve bilgisayardan oluşmaktadır. Dijital-analog çevirici (DAC), analog-dijital çevirici (ADC) sayesinde potentiostat ve bilgisayar arasındaki analog ve dijital bağlantılar yapılır. Bilgisayara girilen dijital veriler DAC ile potentiostat için analog verilere dönüştürülür. ADC sayesinde ise potentiostattan alınan analog veriler bilgisayara dijital veri olarak gönderilir. Süperörgülerin deposisyonu, Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesinde, M. Alper tarafından TÜBİTAK desteğiyle TBAG-1771 nolu proje kapsamında geliştirilen elektrodepozisyon sistemi kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 3.2: Elektrodepozisyon işlemi için kullanılan sistemin şematik gösterimi.

Elektrokimyasal hücre, çalışma elektrotu (Ç.E.), yardımcı elektrot (Y.E.) ve referans elektrot (R.E.) ile Ni, Fe ve Cu iyonlarını içeren çözeltiden oluşur.

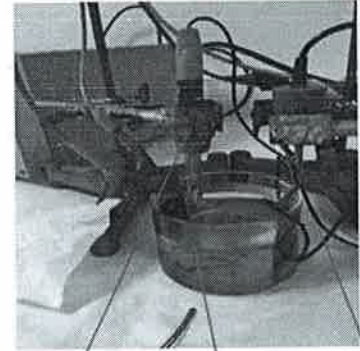
Elektrodepozisyon işleminde kullanılan potantiostat ve elektrokimyasal hücre Şekil 3.3 (a) ve (b)' de görülmektedir. Hazırlanan titanyum alttabaka çalışma elektroduna bağlanır ve metal tabakaları bu elektrot üzerine deposit olur. Deneyde Y.E. olarak çözelti ile reaksiyona girmeyen 2.5 x 2.5 cm boyutlarında kare platin levha, R.E. olarak da doymuş kalomel elektrot kullanılmıştır. Y.E.' un amacı çalışma elektrotunun gerektirdiği akımı sağlamaktır. Y.E. konumu ve biçimi Ç.E. yüzeyi üzerindeki akım dağılımını etkilediği için önemlidir. Y.E. ile Ç.E. homojen bir akım ve dağılımı elde edebilmesi için çözeltide birbirlerinden belirli bir uzaklığa konulmalıdırlar. Buna karşılık R.E. ve Ç.E. mümkün olduğunca birbirine yakın olmalıdır.



Potantiostat / Galvanostat

(EGG Model 362)

(a)



R.E.

Ç.E.

Y.E.

(b)

Şekil 3.3: Süperörgüleri büyütme için kullanılan (a) Potantiostat/Galvanostat (b) Elektrokimyasal hücre.

Depozisyon işlemine başlamadan önce çözeltinin sıcaklığı ve pH değeri ölçülür. Temizlenen alttabaka, oksitlenmemesi için vakit kaybetmeden çözeltiye daldırılır ve elektrot bağlantıları yapılır. Bilgisayar kontrollü yapılan elektrodepozisyon işleminde büyütülmek istenen süperörgülerin pH' ı, tekrarlanma sayısı, yüzey alanı, kalınlıkları ve hangi potansiyelde büyütüleceği gibi parametreler bilgisayara girilir. Bilgisayar bu bilgilerle, depozisyon için gerekli yük miktarını ($q=NnF$) hesaplar. Bilgisayar ferrromanyetik tabaka için istenen kalınlığa ulaştığında, bu depozisyon potansiyelini değiştirerek manyetik olmayan tabakanın depozisyonu için girilen potansiyel değerini uygulamaya başlar. Böylece süperörgü

için istenen toplam kalınlığa ulaşıncaya kadar bu döngü devam eder. Süperörgütün yüzey alanına, kalınlığına ve uygulanan potansiyele bağlı olarak depozisyon süresi değişmektedir. Bilgisayar tabaka kalınlıklarını % 100 akım verimliliği kabul ederek hesaplar. Depozisyon başladığında istenen kalınlıkta süperörgü büyütüldüğü zaman depozisyon süreci tamamlanır. Depozisyon sırasındaki hidrojen çıkışı nedeniyle akım verimliliği % 100' e ulaşmamaktadır. Bu yüzden süperörgütün kalınlığı istenen kalınlıktan daha düşük olabilmektedir.

3.5 Süperörgülerin Alttabakadan Kaldırılması

Büyütülen süperörgüleri karakterize edebilmek amacıyla gerekli ölçümlere hazır hale getirmek için, son olarak bu filmlerin zarar görmeden alttabakalarından çıkarılması gerekir. Ti üzerine büyütülen süperörgü depozisyon çözeltisinden çıkarıldıktan sonra saf su ile yıkanır ve kurumasına izin verilmeden jilet yardımıyla dikkatlice, hasar vermeyecek şekilde alttabakadan kaldırılır. Kaldırma işleminde önemli olan film üzerinde katlanma ya da kırılma oluşmadan çıkarılmasıdır. Alttabakadan ayrılan süperörgüler analizleri yapılmak üzere bir kurulama kâğıdı arasında oksitlenmeyecek biçimde saklanır.

3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Ayırmalı X Işını Spektroskopisi (EDX)

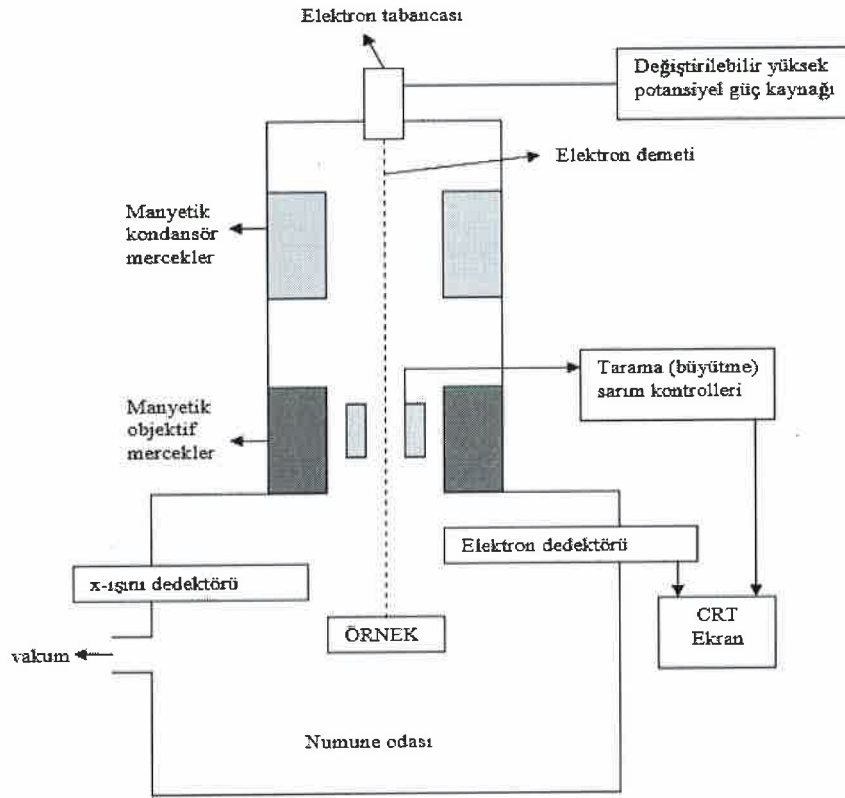
Taramalı elektron mikroskobu (SEM) yüksek ayırma gücüne sahip olduğu için katı yüzeylerin çok ince bir tabakasından yüzeylerinin incelenmesinde kullanılmaktadır. Yüksek enerjili elektronları kullanılarak örnek yüzeyinden yüksek çözünürlüklü görüntü alınmasını sağlar. 1930' larda Manfred Von Ardenne' nin bu tekniği ileri sürüşünün ardından 1960' lı yıllarda ticari olarak kullanılmaya başlanmıştır [86]. SEM' de görüntü elde etmek için katı yüzey, hassas bir şekilde odaklanan yüksek enerjili elektron demetiyle taranır. Bu taramada elektron demetiyle önce yüzeyde düz bir çizgi boyunca tarama yapılır, sonra demet başlangıç pozisyonuna döner, daha sonra ise aşağı yönde bir miktar kaydırma yapılır ve bu

işlem tüm yüzey alanı taranana kadar sürer. Tarama sırasında alınan sinyal görüntüye dönüştürülerek bilgisayar sisteminde depolanır [85, 87, 88].

Şekil 3.4' de SEM' in şemasında görüldüğü gibi numune odası, elektron odaklama sistemi, elektron dedektörü ve elektron tabancası kaynağı bulunmaktadır. Elektron tabancasından çıkan yüksek enerjili elektronlar manyetik kondansatör ve objektif mercek sistemi ile numune üzerindeki noktaya odaklanır [82]. Numune odaları 10^{-4} Pa gibi bir vakumda tutulur [89]. Numune x, y ve z yönlerinde hareket ettirilebilir ve her bir eksen etrafında döndürülebilir. Numune yüzeyine gelen elektron demeti numune ile elastik ve elastik olmayan çarpışmalar yapar. SEM' de görüntü oluşumu; elektron demetinin incelenen numunenin yüzeyi ile yaptığı elastik ve elastik olmayan çarpışmalar sonucunda ortaya çıkan sinyallerin dedektörler yardımıyla toplanarak ekrana gönderilmesi ile oluşur. Bu sinyaller; ikincil elektronlardan, geri saçılma elektronlarından, Auger elektronlarından, X-ışını floresans elektronlarından ve diğer fotonlardan ileri gelirler. İkincil elektronlar, gelen elektron demetindeki elektronların örnek yüzeyindeki atomların dış yörüngelerindeki elektronlara enerjilerini transfer etmesiyle yani malzemedeki atomlarla yapmış olduğu elastik olmayan çarpışmalar sonucu oluşurlar. İkincil elektronlar en fazla 50 eV civarında enerjiye sahiptirler. Düşük enerjili elektronlar oldukları için dedektörde kolaylıkla toplanabilmektedir. Numune yüzeyinin yaklaşık 10 nm ya da daha düşük derinliklerinden geldikleri için numunenin yüksek çözünürlüklü topografik görüntüsünün elde edilmesinde kullanılırlar. SEM' de yüzey görüntüsü ikincil elektronların foto çoğaltıcı tüp yardımıyla toplanması ve örneğin tarama sinyali konumuyla ilişkilendirilmesiyle elde edilir. Elektron demeti ile incelenen örnek yüzeyi arasındaki etkileşimde ortaya çıkan diğer bir elektron grubu ise geri saçılma elektronlarıdır. Geri saçılma elektronları yüzeye gelen elektron demeti ile yaklaşık 180° açı yapacak biçimde saçılırlar. Geri saçılma elektronları, yüzeyin derin bölgelerinden (300 nm' ye kadar) gelen daha yüksek enerjiye sahip elektronlardır. Bu enerjideki elektronlar bir fotoçoğaltıcı tüp tarafından tespit edilemeyecek kadar yüksek enerjiye sahip oldukları için, genellikle katihal dedektörleri yardımıyla tespit edilir [86]. Geri saçılma elektronlarının şiddeti numunenin atom numarası ile orantılıdır. Numunedeki atomların atom numarası büyüdükçe o kadar çok sayıda geri saçılan elektron elde edildiği için geri saçılan elektronlar numunede ki farklı elementlerin dağılımı hakkında bilgi verirler.

İncelenen numune üzerine gönderilen elektronların enerjisi, numunenin elektronlarının bağlanma enerjisinden daha büyük olduğu için numunedeki atomun iç yörüngesinden bir elektron koparılmasını sağlar. Numuneden kopan elektronun yerini ise atomun üst yörüngesinden gelen ve daha fazla enerjiye sahip olan elektron doldurur ve karakteristik bir X- ışını yayınlanır. Yüksek hızlı elektron demetinin numune ile etkileşmesi sonucunda yayınlanan bu karakteristik X-ışını fotonları SEM' e monte edilen bir enerji ayırmalı X- ışını dedektörü (EDX) ile toplanarak numunenin kimyasal bileşimi hakkında bilgi edinilmesini ve numuneyi oluşturan bileşenlerin tespit edilmesini sağlar [56, 90].

Üretilen süperörgülerin SEM görüntüleri Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM)' nde bulunan FEI marka, Quanta 200 FEG model SEM ile yapılmıştır. Elementel analizleri ise SEM cihazına monteli "EDAX AMATEK" model EDX cihazı ile yapılmıştır.



Şekil 3.4: Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Şeması [84].

3.7 X-Işını Difraksiyonu (XRD)

Kristal, üç boyutlu uzayda düzgün olarak tekrarlanan bir desen ve baz atomlarından oluşan bir yapıdır. Atom grupları ya da molekülleri katıya özgü olacak biçimde belirli bir geometrik düzende bir araya gelerek kristal yapıyı oluşturur. İlk kez M. Von Laue tarafından 1912' de kristal yapı içerisindeki atomların dizilişlerini incelemek için X ışını kullanılması ileri sürülmüştür [91]. X ışınlarının kristal yapı incelenmesinde kullanılmasının temel nedenleri:

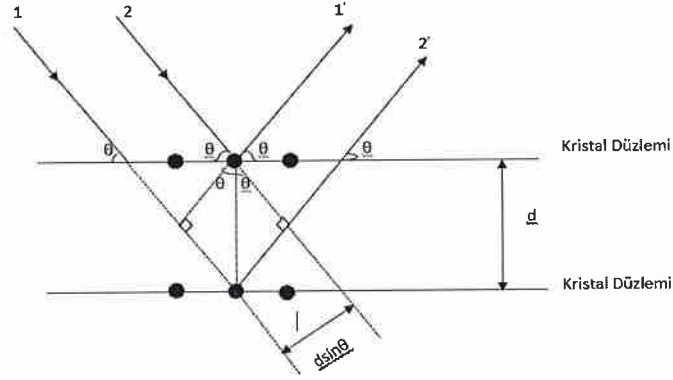
- X ışınlarının dalga boyları, kristal malzemedeki atomlar arası mesafe ölçüsü ile aynı mertebededir. ($\sim 1^{\circ}\text{A}$)
- X ışını saçılım teknikleri yıkıcı olmadığı için incelenen numunede hasara yol açmaz.

Elektrodepozisyon tekniği ile ferromanyetik süperörgülerin büyütülmesinde genelde yüzey merkezli kübik (fcc) yapıya sahip Ni, cisim merkezli kübik (bcc) yapıya sahip Fe ve altıgen sıkı paketli (hcp) yapıya sahip olan Co gibi metaller kullanılmaktadır. Bu metallerin bir araya getirildiği çözeltilerden büyütülen süperörgülerde ortaya çıkan yeni kristal yapının özellikleri filmin diğer fiziksel özelliklerini de etkileyebilmektedir. Bu nedenle büyütülen malzemelerin kristal yapısını aydınlatmak oldukça önemlidir.

Bir kristal üzerine X- ışını demeti gönderildiği zaman bu demet kristalin atomlarından bütün yönlerde saçılmaktadır. Bu saçılma sırasında yapıcı ve yıkıcı girişimler oluşur. Şekil 3.5' te kristal düzleminden saçılıp yapıcı girişim yapan X ışını kırınımı görülmektedir. Yapıcı girişim Eşitlik (3.1) ile verilen Bragg denklemini sağlayan geliş açılarında meydana gelir [92].

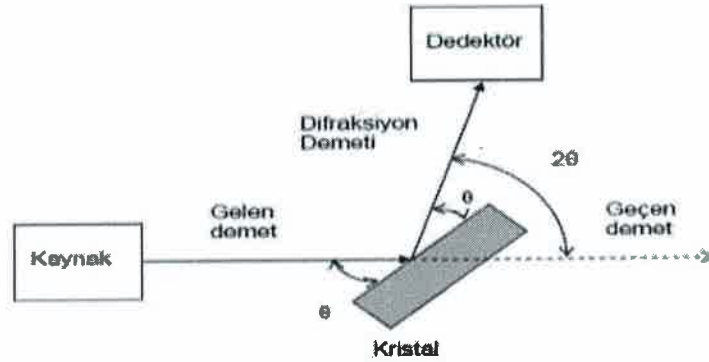
$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad n=1,2,3,\dots \quad (3.1)$$

Buradan n yansıma mertebesini, λ gelen ışınının dalgaboyunu, d düzlemler arası uzaklığı, θ düzleme gelen ve yansıyan ışınlarla düzlem arasındaki açığı göstermektedir.



Şekil 3.5: Bir kristal düzleminde X- ışını kırınımı.

Şekil 3.6' da X- ışını difraktometresi şematik olarak gösterilmektedir. Difraksiyon sırasında gelen ışın ile yansıtıcı düzlemin normali ve difraksiyon demeti her zaman aynı düzlemde bulunmaktadır. Şekilde görüldüğü gibi kaynaktan gelen X- ışını demeti kristal ile θ açısı yapar. Gelen ışının bir kısmı kristalle θ açısı yapacak şekilde kırınıma uğrar. Difraksiyon demeti ile geçen ışın arasındaki açı 2θ ' dır. Hareketli olan dedektör difraksiyon açısı olan bu 2θ açısını ölçer. XRD ölçümleri sonucunda 2θ ' nın fonksiyonu olarak yansımaların şiddetlerini veren pik desenleri elde edilir. Elde edilen kırınım deseninden, örneğe ait kristal düzlemleri indislenir ve düzlemlere ait d değerleri Bragg yasası kullanılarak bulunur. Böylece kristal yapı belirlenir.



Şekil 3.6: X- ışını difraktometresinin şematik gösterimi [3].

Kübik yapılarda örgü sabiti (a), kristaldeki düzlemler arası uzaklıktan ve miller indislerinden yararlanarak eşitlik (3.2) ile hesaplanabilir. Eğer XRD desenlerinde birden fazla pik elde edilirse, her pik için bu hesaplama yapılır ve en küçük kareler yöntemi ile örgü sabiti bulunur [3, 93].

$$a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3.2)$$

denklemi ile hesaplanmaktadır. Burada I_{hkl} ölçülen şiddet, I_{hkl}^R teorik şiddet, N ise XRD deseninde gözlenen pik sayısını temsil etmektedir. Bu hesaplamanın sonucunda $M_{hkl}=1$ ise numunede rastgele bir yönelimin gerçekleştiği, $M_{hkl}<1$ ise bastırılmış yönelime sahip olduğu, $M_{hkl}>1$ ise tercihli yönelimin olduğu belirlenir [9, 94].

Örnekteki kristal düzlemlerine ait tane büyüklükleri ise, Scherrer eşitliği ile tayin edilir:

$$t = \frac{0.9\lambda}{B\cos\theta} \quad (3.4)$$

Burada t tane büyüklüğünü, λ difraksiyonda kullanılan ışının dalgaboyunu, B incelenen düzleme ait pikin yarı yükseklikteki pik genişliği değerini, θ incelenen düzleme ait pikin ortaya çıktığı açının yarısını göstermektedir [95].

NiFe/Cu süperörgülerin XRD ölçümleri, Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM)' da bulunan PANalytical marka X'pert Pro Multi-Purpose X-Ray Diffractometer (MPD) model XRD cihazı ile yapıldı. Ölçümler sırasında Cu-K α ($\lambda= 0.15406$ nm) kullanıldı. Ölçümlerde 2θ değeri 40° ile 100° arasında 0.026° aralıklarla alınmıştır.

3.8 Titreşimli Numune Manyetometresi (VSM)

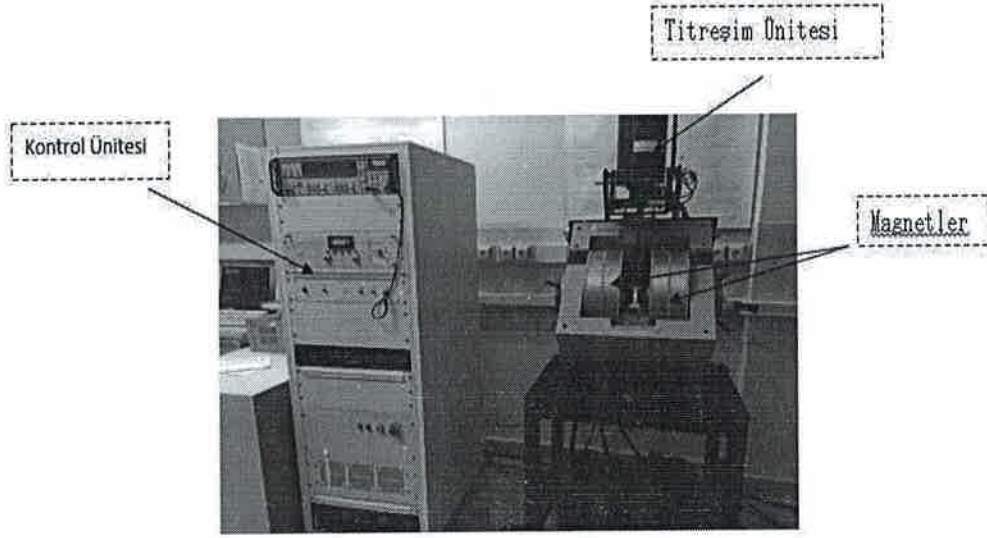
Titreşimli Numune Manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometer, VSM) 1956 yılında Foner tarafından malzemelerin manyetik özelliklerini incelenmek için

geliştirilmiştir [96]. VSM, Manyetik alan, sıcaklık ve zamana bağlı olarak numunelerin DC manyetik özelliklerini karakterize eder [97, 98, 99].

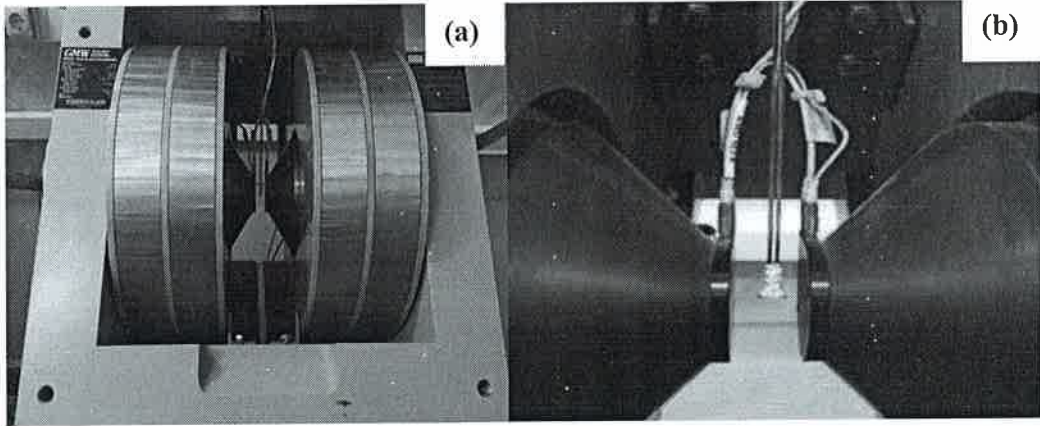
VSM, Faraday'ın elektromanyetik indüksiyon yasasını temel alarak çalışır. Buna göre numune yakınlarındaki manyetik akı değişimi bir indüksiyon elektromotor kuvveti (emk) ortaya çıkarır. Manyetik akı değişimi oluşturmanın iki yolu vardır: birincisi dc manyetik alana konulan numuneyi titreştirmek suretiyle diğeri ise numuneyi hareket ettirmeden numune üzerine zamanla değişen bir manyetik alan uygulamak suretiyle olur. VSM' deki manyetik akı değişimi manyetik alanda numuneyi titreştirerek oluşturulur ve bu manyetik akı değişimi sonucunda meydana gelen indüksiyon e.m.k.' sı ölçülür.

VSM sisteminin temel parçaları olan magnetler, titreşim ünitesi ve güç kaynağını kapsayan kontrol ünitesi Şekil 3.7' de görülmektedir. Bu sistemde incelenecek olan numune Şekil 3.8 (a)' da görülen elektromagnetler tarafından oluşturulan manyetik alan içerisine, Şekil 3.8 (b)' deki gibi bir numune tutucu yardımıyla yerleştirilir. Numunenin yatay ekseninde titreşmesinin sebep olduğu akı değişimi sinyal voltajı oluşturur. Bu sinyaller algılayıcı bobinler ile bilgisayara gönderilir. Böylece uygulanan manyetik alana (H) bağlı olarak manyetik moment (m) değerleri elde edilir. VSM' de ölçümü yapılan numunenin manyetizasyon değerinin belirlenebilmesi için, manyetik moment değeri bilinen nikel (Ni) standart ile kalibrasyon yapılır. Doyum manyetizasyonu bilinen Ni standartın indüklediği voltaj ölçülerek manyetik moment değeri bulunur ve böylece kalibrasyon sabiti elde edilir. Bu kalibrasyon sabiti okunan voltaj değerlerini manyetik moment değerlerine dönüştürmeyi sağlar. Kalibrasyondan sonra VSM, tüm ölçümler için aynı hesaplamayı yaparak ölçülen numune için gerçek manyetik moment değerlerinin, uygulanan manyetik alana karşı değişimini verir [54, 100, 101].

Bu çalışmada numunelerin VSM ölçümleri Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Nanomanyetik Malzeme Ölçüm Laboratuvarında bulunan "ADE EV9 model VSM" cihazı ile yapılmıştır. Manyetik ölçümü yapılacak numuneler 3 mm yarıçaplı daire şeklinde delgeç yardımıyla kesilmiştir. Numuneler manyetik alana dik ve paralel olacak şekilde yerleştirilerek ve ± 20 kOe' e kadar çıkabilen manyetik alan uygulanarak sırasıyla paralel ve dik histeresis eğrileri elde edilmiştir.



Şekil 3.7: Manyetik ölçümlerin alındığı VSM Sistemi.

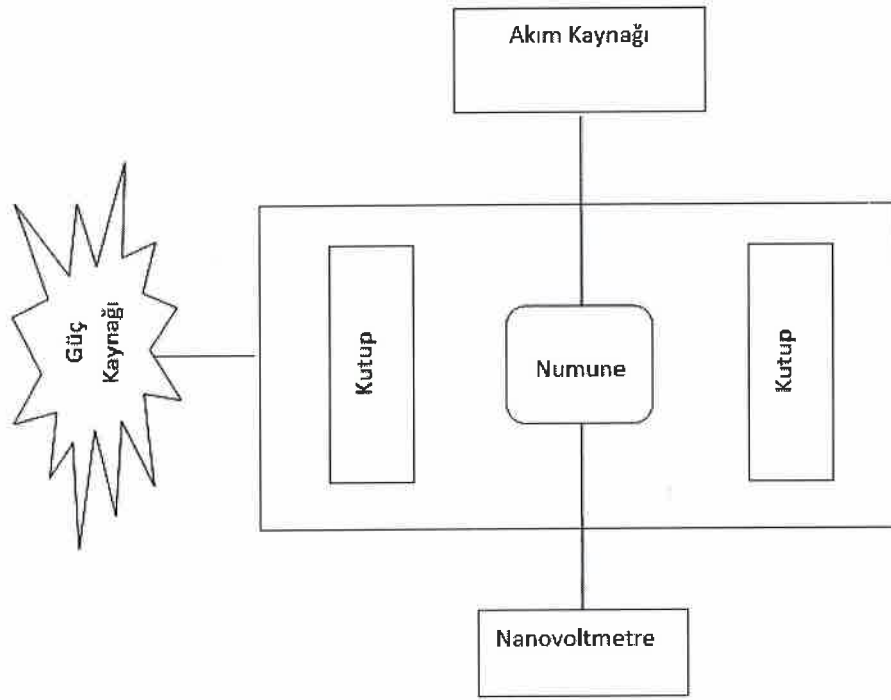


Şekil 3.8: (a) Örnek Tutucu ve Numunenin Yerleştirildiği Kısım.
(b): Elektromagnetler ve Titreşim Ünitesi.

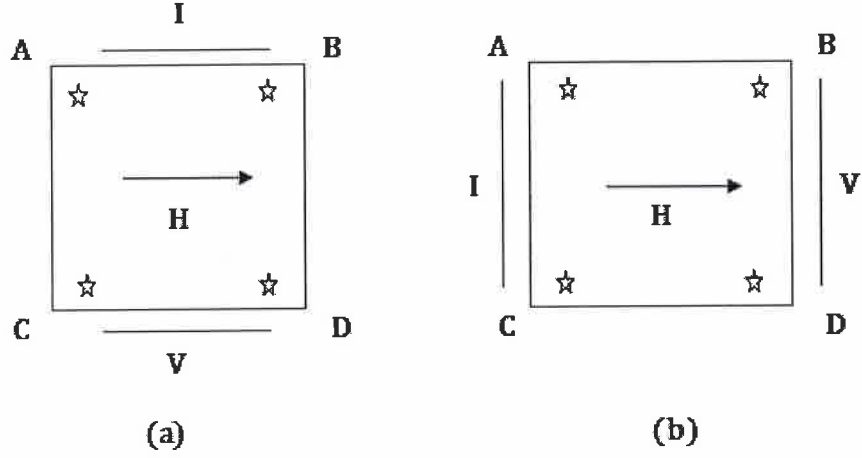
3.9 Manyetorezistans (MR) Ölçüm Sistemi

Süperörgülerin manyetorezistans ölçümleri Van der Pauw (VDP) metodu kullanılarak yapılabilir. Bu teknik, 1958 yılında malzemelerin öz direncini ve Hall katsayısını ölçmek için Van der Pauw tarafından geliştirilmiştir [3]. İncelenecek olan numuneler kare şeklinde olan ve prob denilen numune tutucunun boyutlarına uygun boyutlarda olacak biçimde prob üzerine yerleştirilir. Kare şeklindeki numune

tutucunun köşelerindeki dört noktada bulunan iğne şeklindeki uçlar numuneye değerlendirilerek numune ile ohmik bağlantı sağlanır. Bu dört uçtan ikisine akım kaynağı diğer ikisine ise nanovoltmetre bağlanır. Prob, manyetik alanı oluşturan elektromıknatısların ortasına yerleştirilir. Ölçüm esnasında, numune üzerinden geçen akım sabit tutulur ve numune üzerinden geçen akıma karşılık probun uçlarındaki potansiyel farkı, manyetik alanın fonksiyonu olarak ölçülür. Akım sabit tutulduğu zaman ölçülen bu potansiyel direnç ile doğru orantılı olur. Numunenin MR değerlerini hesaplamak için bu direnç değerleri kullanılır. Şekil 3.9’ da MR sisteminin şematik gösterimi verilmiştir [9, 102].



Şekil 3.9: Manyetorezistans ölçüm sisteminin şematik gösterimi.



Şekil 3.10: Van der Pauw Tekniği. (a) BMR ve (b) EMR ölçümleri sırasında akım ve potansiyel için kontakt noktaları.

Uygulanan manyetik alan ve akım doğrultusuna bağlı olarak iki çeşit MR ölçümü yapılır. Uygulanan manyetik alan numuneden geçen elektriksel akıma paralel ise Boyuna Manyetorezistans (BMR), uygulanan manyetik alan numuneden geçen elektriksel akıma dik ise Enine Manyetorezistans (EMR) ölçülür [82].

Şekil 3.10 (a)'daki gibi akım numunenin A ve B uçlarından verilerek manyetik alana paralel uygulandığında BMR ölçümü yapılır. C ve D uçlarından potansiyel ölçülerek denklem (3.5) ile direnç değerleri hesaplanır.

$$R_B = \frac{V_C - V_D}{I_{AB}} \quad (3.5)$$

Şekil 3.10 (b)'deki gibi, akım numunenin A ve C uçlarına verilerek manyetik alana dik uygulandığında, B ve D uçlarından potansiyel ölçüldüğündeyse EMR ölçümü yapılır. Direnç değerleri denklem (3.6) ile hesaplanır.

$$R_E = \frac{V_B - V_D}{I_{AC}} \quad (3.6)$$

Numunenin direncindeki yüzde değişim miktarı MR (%);

$$MR(\%) = \frac{R(H) - R_{\min}}{R_{\min}} \times 100 \quad (3.7)$$

eşitliğine göre hesaplanır. Bu eşitlikte $R(H)$ uygulanan herhangi bir manyetik alandaki direnç değeri, R_{\min} ölçülen en küçük direnç değeridir.

Süperörgülerin MR ölçümleri, Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Nanomanyetik Malzeme Ölçüm Laboratuvarında bulunan ve VDP metoduyla çalışan MR sistemiyle yapılmıştır. MR sistemi Şekil 3.11' de görüldüğü gibi Lakeshore EV-CS magnet, Lakeshore model 662 güç kaynağı, Keithley 2182 nanovoltmetre ve Keithley 220 programlanabilir akım kaynağından oluşmaktadır. Örnekler 1 cmx 1 cm boyutlarında kare şeklinde kesilerek Şekil 3.12' de görülen örnek tutucuya yerleştirildikten sonra ölçülmüştür. Ölçümlerde ± 12 kOe arasındaki manyetik alanlar uygulanmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde, polikristal Ti alttabaka üzerine elektrodepozisyon tekniği ile NiFe/Cu süperörgülerin büyütülmesi ve bunların elektrokimyasal, elementel, yapısal, manyetik ve manyetorezistans karakterizasyonları yer almaktadır. Bu çalışmada NiFe/Cu süperörgülerin incelenmesinin birçok nedeni vardır. Bunlardan biri, Ni ve Fe için SEP' nin ($Ni = -0.471$ V, $Fe = -0.650$ V SCE' ye göre) birbirine yakın olması, Cu için SEP' nin ise ($Cu = +0.098$ V SCE' ye göre) Ni ve Fe' den oldukça farklı olmasıdır [25]. Metallerin SEP' i birbirinden oldukça farklı olduğunda, bu metallerin elektrodepozisyonu tek bir çözelti kullanmak suretiyle yapılabilir. Tek çözelti tekniğinde ferromanyetik tabakalarda Ni ve Fe ile birlikte çok az oranda Cu' da birikecektir. Ancak bu oran Ni ve Fe' e göre çok düşük olduğu için ferromanyetik tabakalar NiFe tabakası olarak adlandırılabilir. Bu nedenle, ferromanyetik NiFe tabakalar ve manyetik olmayan Cu tabakalar için depozisyon potansiyeli değiştirilerek NiFe/Cu süperörgüler tek bir çözeltiden kolaylıkla elektrodepozit edilebilir. Bunun yanında, Ni ve Cu fcc kristal yapıdadır ve örgü sabitleri ($a_{Ni} = 0.3524$ nm ve $a_{Cu} = 0.3615$ nm) [93] birbirine çok yakın değerdedir. Fe ise bcc yapıya sahiptir. Çözelti içindeki Fe miktarı oldukça az olduğundan, Ni ve Cu arasındaki örgü uyumu ve bant uyumu NiFe/Cu süperörgülerin depozisyonunu ve fiziksel özelliklerini arttırmaktadır. Ayrıca süperörgülerde GMR hassasiyetini arttırmak için yumuşak bir ferromanyetik madde olan Fe kullanılır. Böylece düşük manyetik alanlarda daha yüksek GMR değerleri elde edilebilir. Bu araştırmanın temel amacı, Ti alttabaka üzerine büyütülen NiFe/Cu süperörgülerin özelliklerinin NiFe tabaka kalınlığına göre incelenmesidir.

4.1 NiFe/Cu Süperörgülerin Elektrodepozisyon İle Büyütülmesi

NiFe/Cu süperörgüleri elektrodepozisyon tekniğiyle büyütmek için, konsantrasyonu Tablo 4.1' de verilen çözeltiden 300 ml hazırlandı. Nikel sülfat ($NiSO_4 \cdot 6H_2O$), demir sülfat ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), bakır sülfat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), sülfamik asit (NH_2SO_3H) ve borik asit (H_3BO_3) içeren çözeltinin ~ 25 °C sıcaklıktaki pH' ı ~ 2.6

olarak ölçüldü. Çalışma elektrodu olarak 2.88 cm² lik alana sahip Ti alttabaka, yardımcı elektrot olarak platin levha ve referans elektrot olarak da doymuş kalomel elektrottan oluşan üç elektrotlu elektrokimyasal hücre kullanılarak süperörgüler büyütüldü. Ferromanyetik olmayan Cu tabaka kalınlığı 1 nm' de sabit tutulup, NiFe tabaka kalınlığı $t_{NiFe} = 1.5, 2, 3, 3.5, 4, 5, 6, 7, 8, 10$ nm olacak şekilde değiştirilerek N[NiFe (t_{NiFe} nm)/Cu (1nm)] süperörgüleri elde edildi. Süperörgülerin toplam kalınlığı 3 µm olacak şekilde N tabaka tekrarlaması sayısı ayarlandı. NiFe/Cu süperörgülerin üretim parametreleri Tablo 4.2' de özetlenmiştir. Süperörgülerin büyütme başlamadan önce çözelti elektrokimyasal olarak karakterize edildi ve tabakaları depozit etmek için kullanılan potansiyel değerleri bu şekilde belirlendi. NiFe tabakaların elektrodepozisyonu için SCE' ye göre -1.8 V, ferromanyetik olmayan Cu tabakalar için SCE' ye göre -0.3 V depozisyon potansiyeli uygulandı.

Tablo 4.1: Süperörgülerin büyütülmesi için kullanılan çözelti

Nikel Sülfat (M) (NiSO ₄ .6H ₂ O)	Demir Sülfat (M) (FeSO ₄ .7H ₂ O)	Bakır Sülfat (M) (CuSO ₄ .5H ₂ O)	Sülfamik Asit(M) (NH ₂ SO ₃ H)	Borik Asit (M) (H ₃ BO ₃)
0.27	0.002	0.02	0.01	0.22

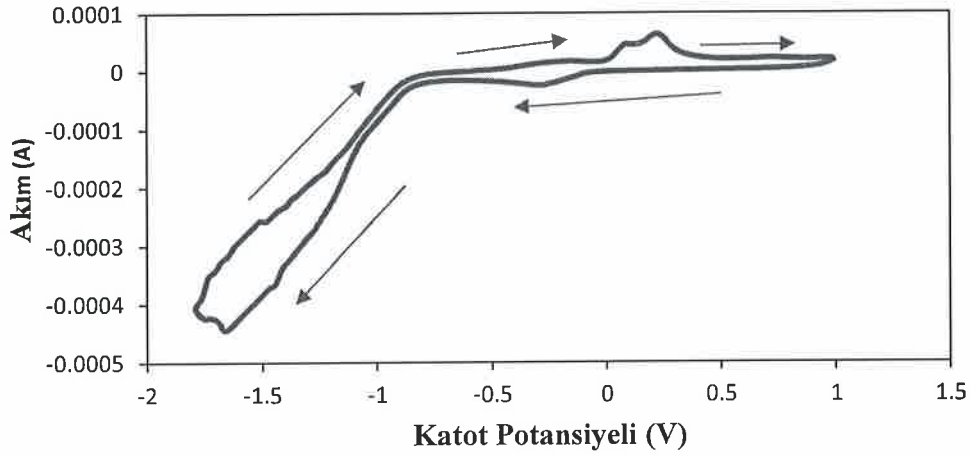
Tablo 4.2: Ferromanyetik NiFe/Cu süperörgülerin üretim parametreleri

Film Adı	pH	Toplam Kalınlık (µm)	Depozisyon Potansiyeli (V)		Tabaka Kalınlığı N[t _{NiFe} (nm)/t _{Cu} (nm)]
			NiFe	Cu	
SNCA2	2.6	3	-1.8	-0.3	1200(1.5/1)
BNF19					1000(2/1)
BNF20					750(3/1)
SNCA1					667(3.5/1)
BNF22					600(4/1)
BNF23					500(5/1)
BNF24					429(6/1)
BNF25					375(7/1)
BNF26					334(8/1)
BNF27					273(10/1)

4.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon

NiFe/Cu süperörgüleri büyütme için hazırlanan çözelti dönüşümlü voltammetri tekniği (CV) ile karakterize edilmiştir. Çözeltiden elde edilen voltammogramdan yararlanarak çözelti içindeki metallerin depozisyon potansiyel aralıkları belirlendi. Potansiyel taraması için SCE' ye göre +1.0 V' luk pozitif potansiyelden SCE' ye göre -1.8 V' luk negatif potansiyele doğru beş tam devir yapılarak dönüşümlü voltammogramlar elde edildi. Tarama işlemi 0.5 mm çaplı platin tel elektrot üzerinde 50 mV/s hız ile yapıldı.

Şekil 4.1' de hazırlanan çözeltiye ait bir tam devir taramasında elde edilen CV eğrisi verilmiştir. Eğri üzerinde görülen oklar tarama yönünü belirtmektedir. CV eğrisinde +1 V ile -0.15 V arasında bir indirgenme reaksiyonu olmadığı için akım sıfırdır. -0.25 V civarında gözlenen küçük pik ise Cu' ın indirgenmesini belirtir. -0.8 V' tan sonra akımın hızla artması Ni, Fe ve Cu depozisyonunu belirtmektedir. Bu potansiyel aralığında metallerin indirgenmesine ilave olarak hidrojen gazı çıkışı da potansiyeli arttırır. Akım -1.8 V' a kadar hemen hemen aynı şekilde artışını sürdürür. -1.8 V' tan sonra katodik tarama biter ve negatif potansiyelden pozitif potansiyele doğru anodik tarama başlar. Anodik yöndeki taramada görüldüğü gibi potansiyel -0.7 V oluncaya kadar akım azalır ve -0.4' ten sonra akım hafifçe artmaya başlar. +0.3 V yakınlarında görülen anodik pik ise depozit olan metal iyonlarının geri çözünmesinden dolayı oluşur. Anodik taramada +0.03 V civarında görülen küçük pik ve +0.3 V civarındaki ikinci pik Fe ve Cu' ın geri çözünme olayının iki aşamada gerçekleşmesinden kaynaklanabilir. Daha önce yapılan çalışmalar incelendiğinde Ni' in bu potansiyel aralıklarında tersinir olmayan voltamogramlar verdiği ve +1.2 V gibi bir potansiyelde geri çözündüğü dikkate alındığında anodik pikin Cu veya Fe çözünmesine ait olduğu düşünülmektedir [85, 103, 104, 105]. Çözeltinin elektrokimyasal analizi sonucunda elde edilen bilgiler sonucunda Ni, Fe ve Cu' ın depozisyonu için en uygun potansiyel değerlerini belirlemek için farklı potansiyellerde numuneler üretilerek, bu numunelerin yüzey parlaklığı ve pürüzsüzlüğü incelendi. Sonuç olarak Ni ve Fe depozisyonu için -1.8 V, Cu depozisyonu için -0.3 V seçildi.



Şekil 4.1: Çözeltinin dönüşümlü voltammogramı

4.3 Elementel Analiz

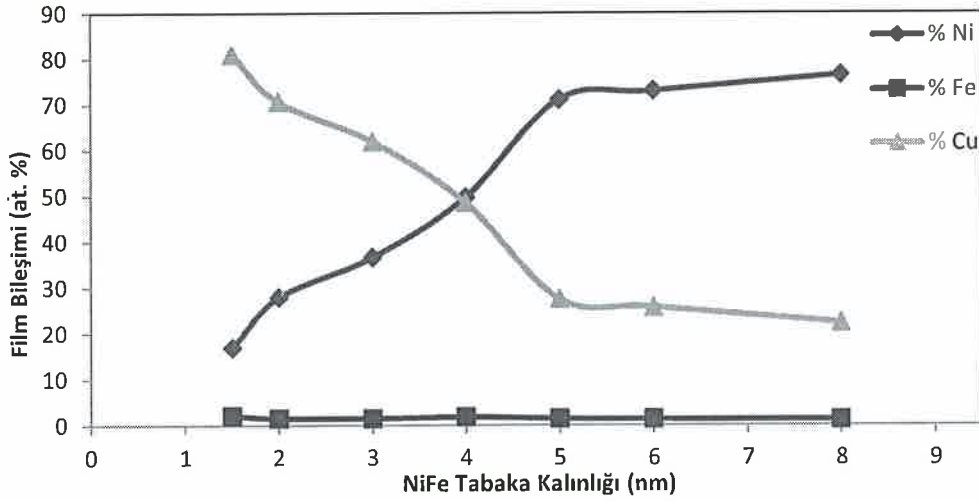
Sabit Cu tabaka kalınlığında, NiFe tabaka kalınlığı değiştirilerek büyütülen NiFe/Cu süperörgülerden seçilen bazı filmlerin EDX ile elementel analizi yapılmıştır. NiFe/Cu süperörgülerin elementel analizi filmler alt tabakalarından soyulduktan sonra alınmıştır. NiFe tabaka kalınlıkları 1.5, 2, 3, 4, 5, 6 ve 8 nm olan süperörgülerin elementel analiz sonuçları Tablo 4.3' de verilmiştir. NiFe tabaka kalınlığı 1.5 nm' den 8 nm' ye çıktığında süperörgü içeriğindeki Ni oranı % 16.95' ten % 76.45' e yükselirken, Fe oranı % 2.08' den , % 1.20' ye kısmen azaldığı, Cu oranının ise % 80.97' den % 22.35' e düştüğü görülmektedir. Şekil 4.2' de görüldüğü üzere NiFe tabaka kalınlığı arttıkça süperörgüdeki Ni içeriği artarken, Fe içeriği az da olsa azalırken Cu içeriği kademeli olarak azalmaktadır. Ti alttabaka üzerine büyüttüğümüz NiFe/Cu süperörgülerde ferromanyetik tabaka kalınlığına bağlı olarak film içeriğinde gözlenen değerler Cu alt tabaka üzerine büyütülen NiFe/Cu [106] süperörgüler ile kıyaslandığında filmlerdeki % Fe içeriğinin daha az olduğu görüldü.

Birden fazla metal iyonu içeren çözeltilerde daha soy olan metalin iyonlarının daha az soy olan metalin iyonlarına göre tercihli olarak daha fazla depozit edilmesi beklenir. Ancak Fe ve Ni gibi demir grubu metallerini içeren çözeltilerde anormal birlikte depozisyon olarak adlandırılan, daha az soy olan metalin iyonlarının tercihli olarak depozit edildiği durumlarda gözlenebilir. Burada Ni' in standart elektrot

potansiyeli -0.47 V Fe' in standart elektrot potansiyeli ise -0.65 V olduğu için nikel demirden daha soy metal olur ve normal olarak filmlerde daha fazla depozit edilmesi beklenmektedir. Ancak bunun tam tersi olarak Tablo 4.3' te görüldüğü gibi büyütülen NiFe/Cu süperörgülerdeki Fe/Ni oranının ($0.016 < \text{Fe/Ni} < 0.123$), çözeltideki Fe/Ni oranından (0.0074) çok daha büyük olduğu hesaplanmıştır. Filmlerdeki Fe/Ni oranının, çözeltideki Fe/Ni oranından büyük olması anormal birlikte depozisyon olayının gerçekleştiğini gösterir. Anormal birlikte depozisyon şu şekilde açıklanabilir: depozisyon sırasındaki hidrojen çıkışı nedeniyle elektrot yüzeyi yakınındaki bölgede pH yükselir ve böylece elektrot civarında daha az soy olan metalin hidrokstiti absorblanır bu da daha soy olan metalin elektrodepozisyonunu engellerken daha az soy olan metalin elektrodepozisyonuna izin verir [34].

Tablo 4.3: NiFe tabaka kalınlığına bağlı film içeriklerinin % değişimi

Film Adı	Kalınlık N[NiFe(nm)/Cu(nm)]	Film içeriği (atomik kütle)			Filmdeki Fe/Ni	Çözeltideki Fe/Ni
		%Ni	%Fe	%Cu		
SNCA2	1200(1.5/1)	16.95	2.08	80.97	0.123	0.0074
BNF19	1000(2/1)	27.91	1.51	70.58	0.054	
BNF 20	750(3/1)	36.61	1.48	61.90	0.040	
BNF22	600(4/1)	49.72	1.77	48.51	0.036	
BNF23	500(5/1)	71.07	1.41	27.52	0.019	
BNF24	429(6/1)	72.97	1.31	25.72	0.018	
BNF 26	334(8/1)	76.45	1.20	22.35	0.016	



Şekil 4.2: NiFe Tabaka Kalınlığına Bağlı olarak film bileşiminin % değişimi

4.4 Kristal Yapı Analizi

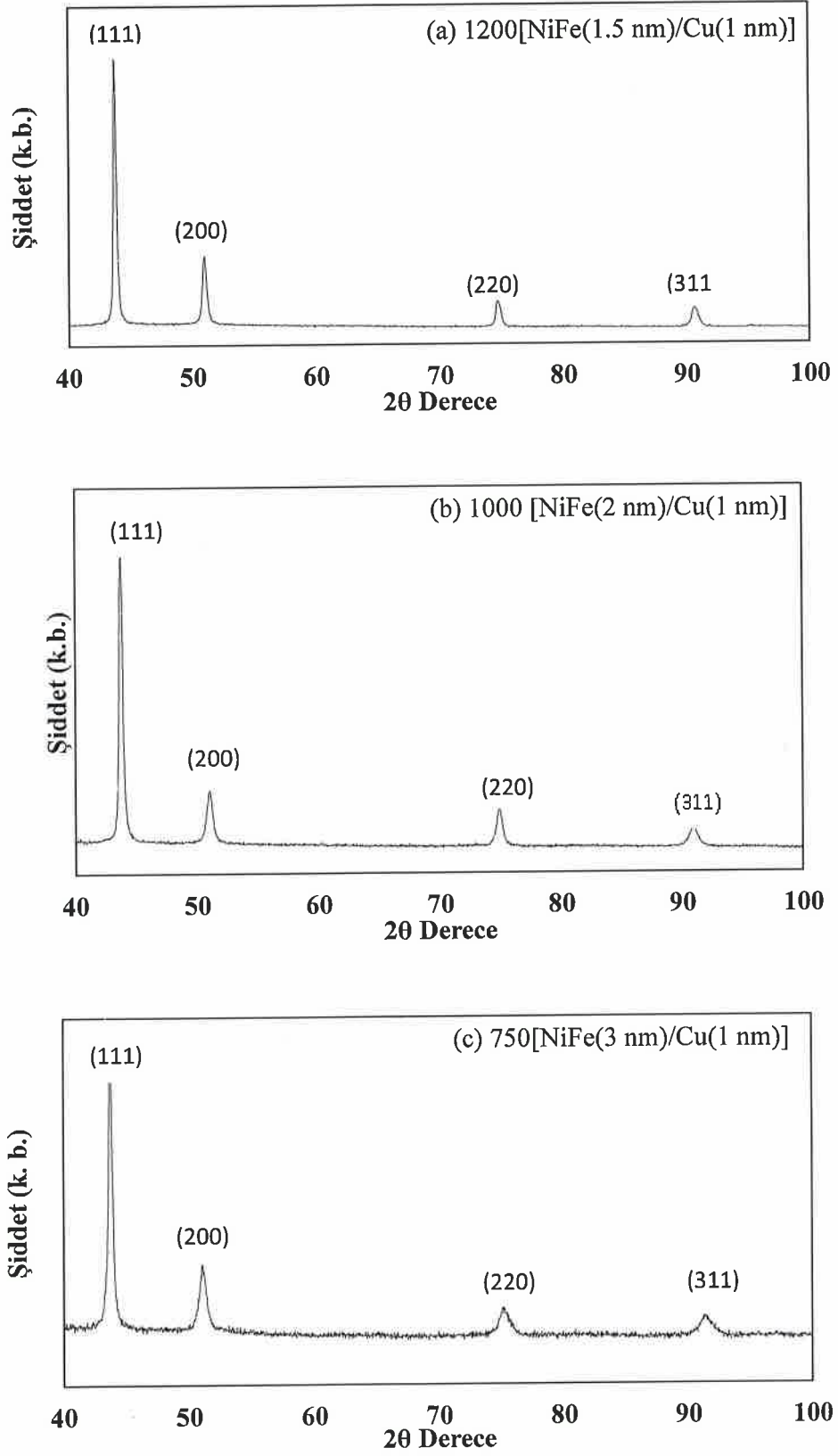
NiFe/Cu süperörgülerin kristal yapı analizleri XRD tekniği ile yapıldı. XRD ölçümleri süperörgüler Ti alttabakadan kaldırıldıktan sonra alındı. Bu nedenle spektrumlarda görülen pikler sadece filmlere ait piklerdir. Şekil 4.3' te Ti alttabaka üzerine farklı NiFe tabaka kalınlıklarında (t_{NiFe}) üretilen N[NiFe(t_{NiFe} =1.5, 2, 3, 4, 5, 6, 8 nm)/Cu(1 nm)] süperörgülerin XRD spektrumları görülmektedir. XRD spektrumlarından hesaplanan örgü sabitleri a , düzlemler arası uzaklıklar (d), kristal yönelim katsayıları (M_{hkl}), ve tane büyüklükleri (t) Tablo 4.4' de verilmektedir. İncelenen NiFe/Cu süperörgülerden elde edilen XRD spektrumlarında 44° civarında (111), 51° civarında (200), 75° civarında (220) ve 92° civarında (311) pikleri ortaya çıkmaktadır. Bu pikler fcc yapıya ait karakteristik pikler olduğu için süperörgüler fcc yapıya sahiptir. Fe bcc yapıya sahip olmasına rağmen, süperörgülerin hiçbirinde bcc yapıya ait pik gözlenmemiştir. Bu durum elementel analiz sonuçlarına göre açıklanabilir, çünkü süperörgülerdeki % Ni ve % Cu içeriği % Fe içeriğine oranla çok daha yüksektir ve Ni ile Cu' ın ikisi de fcc yapıdadır. V. Torabinejad ve arkadaşları tarafından elektrodepozit edilen NiFe alaşımlarda % Fe içeriği $<58\%$ olduğunda fcc, $58\% < \text{Fe içeriği} < 65\%$ olduğunda fcc ve bcc, % Fe içeriği $>65\%$ olduğunda bcc faz gözlenmiştir [35]. Bu nedenle büyütülen NiFe/Cu

süperörgülerde % 2' den daha az % Fe içeriği bulunduğu için filmler fcc yapıda oluşmuştur.

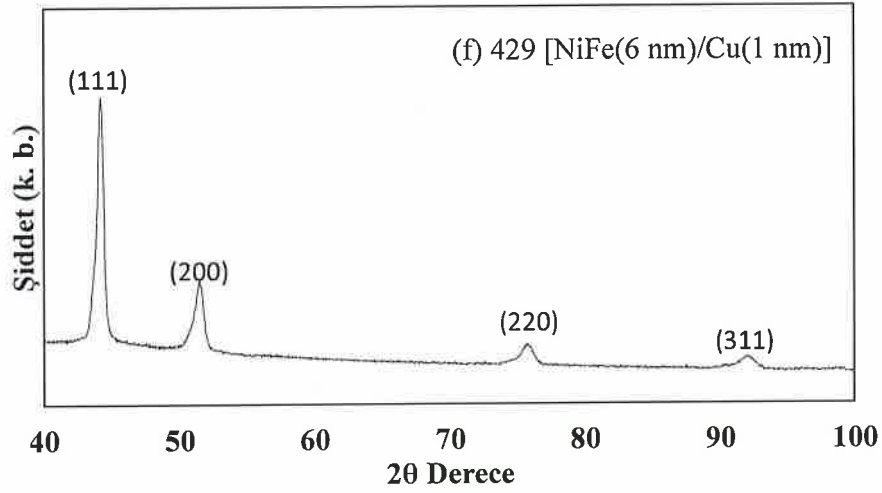
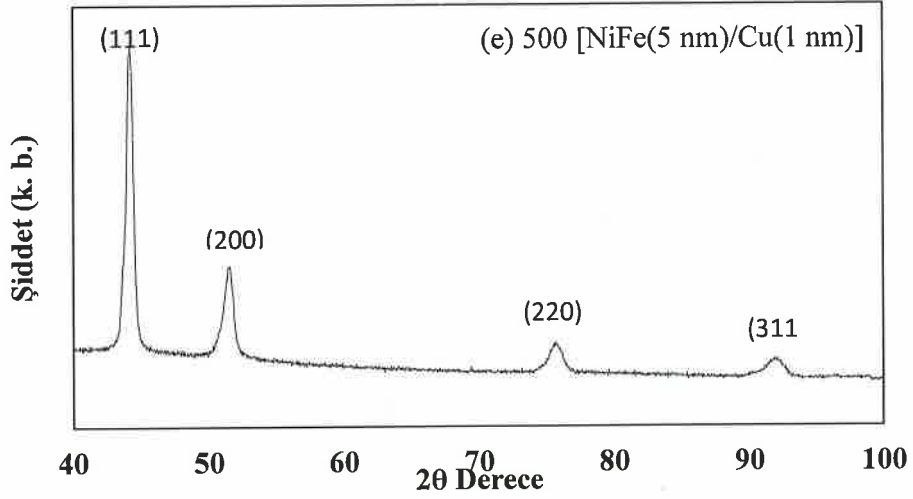
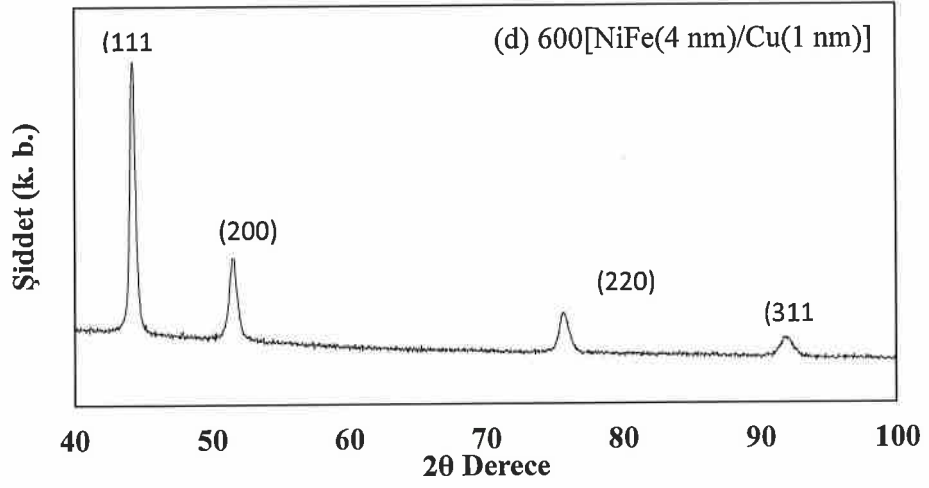
Şekil 4.3 (a)' da XRD spektrumu verilen 1.5 nm NiFe kalınlığına sahip süperörgü için piklerin açısız konumları kullanarak (111), (200), (220) ve (311) yansımaları için Eşitlik 3.1' den yararlanarak düzlemler arası uzaklıklar (d_{hkl}) sırasıyla $d_{111}=0.20702$ nm, $d_{200}=0.17954$ nm, $d_{220}=0.12706$ nm ve $d_{311}=0.10843$ nm olarak hesaplanmıştır. Diğer numuneler içinde aynı şekilde hesaplanan d_{hkl} değerleri Tablo 4.3' te verilmiştir. XRD spektrumlarındaki piklerin açısız konumlardan ve Miller indislerinden yararlanarak en küçük kareler yöntemi ile her bir numunenin örgü sabiti hesaplandı. Buna göre $t_{NiFe}=1.5, 2, 3, 4, 5, 6, 8$ nm kalınlıklarında üretilen numuneler için örgü sabitleri sırasıyla 0.36012 nm, 0.35795 nm, 0.35651 nm, 0.35606 nm, 0.35512 nm, 0.35440 nm, 0.35382 nm olarak bulundu. Süperörgülerin örgü sabiti değerlerinin, literatürde verilen Ni ($a_{Ni}=0.35239$ nm) ve Cu' ın örgü sabiti ($a_{Cu}=0.36148$ nm) [93] değerleri arasında olduğu görülmektedir. Şekil 4.4 örgü sabitinin NiFe tabaka kalınlığına göre değişimini göstermektedir. Şekil 4.4' te NiFe tabaka kalınlığı arttıkça numunelerin örgü sabiti azaldığı görülmüştür. Tablo 4.3' te verilen EDX sonuçlarına göre NiFe tabaka kalınlığı arttıkça süperörgü içindeki Ni miktarı artmaktaydı. Bu sebeple NiFe tabaka kalınlığı arttıkça EDX sonuçlarıyla uyumlu olarak örgü sabiti azalarak Ni' in örgü sabitine yaklaşmaktadır. Süperörgülerin toplam kalınlığının 3µm gibi çok kalın olması süperörgünün periyodikliğini bozmuş, bu nedenle süperörgülere ait uydu pikler spektrumlarda gözlenememiştir [107].

Süperörgülerin kristal yönelim katsayıları (M_{hkl}) Eşitlik 3.3' ten [94] hesaplanmıştır. NiFe tabaka kalınlığı 1.5 nm olan süperörgü için $M_{111}=1.7129$, $M_{200}=0.9861$, $M_{220}=0.7374$, $M_{311}=0.5635$ olarak bulunmuştur. $M_{111}>1$ olduğu için örneğin tercihli yöneliminin (111) olduğu söylenebilir. Bütün süperörgüler için M_{hkl} hesaplanarak Tablo 4.4' te verilmiştir ve NiFe/Cu süperörgülerin fcc yapının (111) tercihli yönelimine sahip olduğu belirlenmiştir.

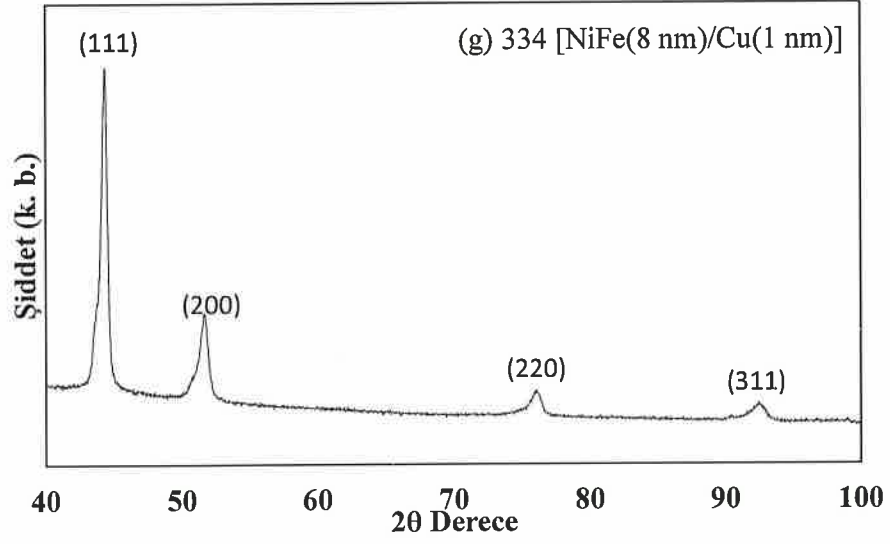
Eşitlik 3.4 ile verilen Scherrer bağıntısı [95] kullanılarak, spektrumlardaki piklerin açısız konumlarından ve piklerin yarı yükseklikteki genişliklerinden yararlanılarak hesaplanan tane büyüklükleri Tablo 4.4' te verildi. Süperörgülerin ortalama tane büyüklükleri $27.3498 < t_{ort} < 37.2248$ nm değerleri arasında bulundu.



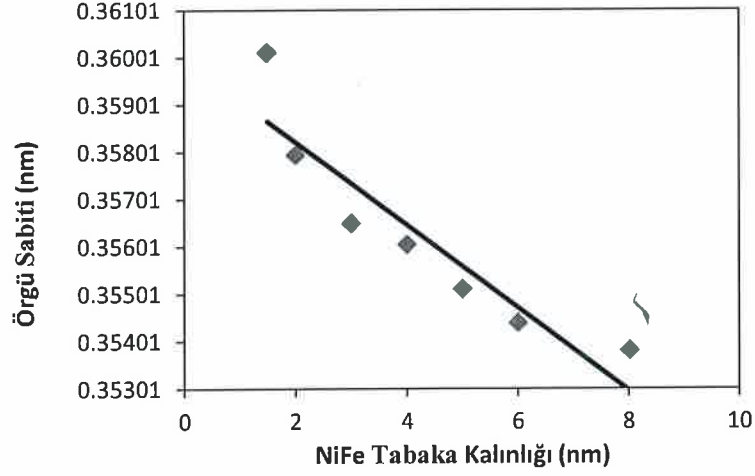
Şekil 4.3: Farklı NiFe tabaka kalınlıklarında üretilen NiFe/Cu süperörgülerin XRD spektrumları.



Şekil 4.3 (devam): Farklı NiFe tabaka kalınlıklarında üretilen NiFe/Cu süperörgülerin XRD spektrumları.



Şekil 4.3 (devam): Farklı NiFe tabaka kalınlıklarında üretilen NiFe/ Cu süperörgülerin XRD spektrumları.



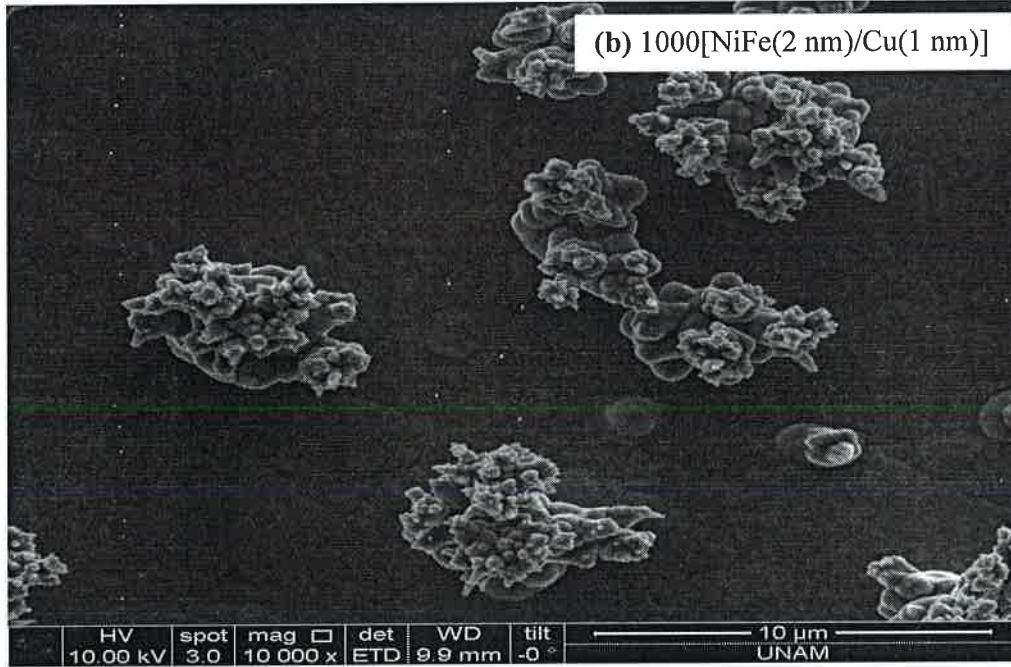
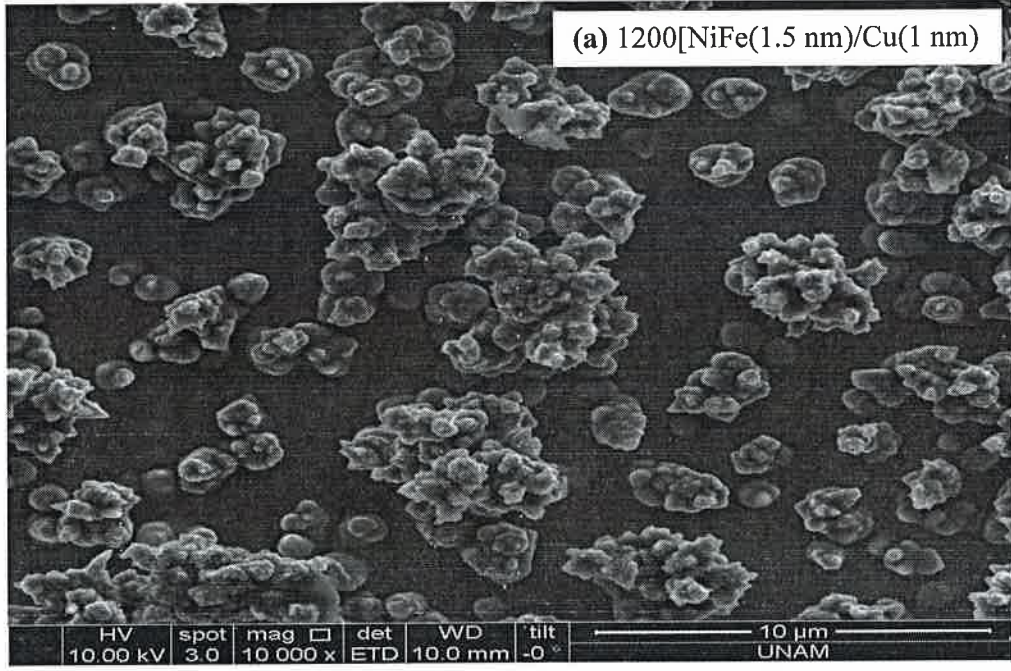
Şekil 4.4: $N[\text{NiFe}(t_{\text{NiFe}})/\text{Cu}(1\text{nm})]$ süperörgülerde NiFe tabaka kalınlığına bağlı olarak örgü sabiti değişimi

Tablo 4.4: NiFe/Cu süperörgülerin XRD analizi verileri

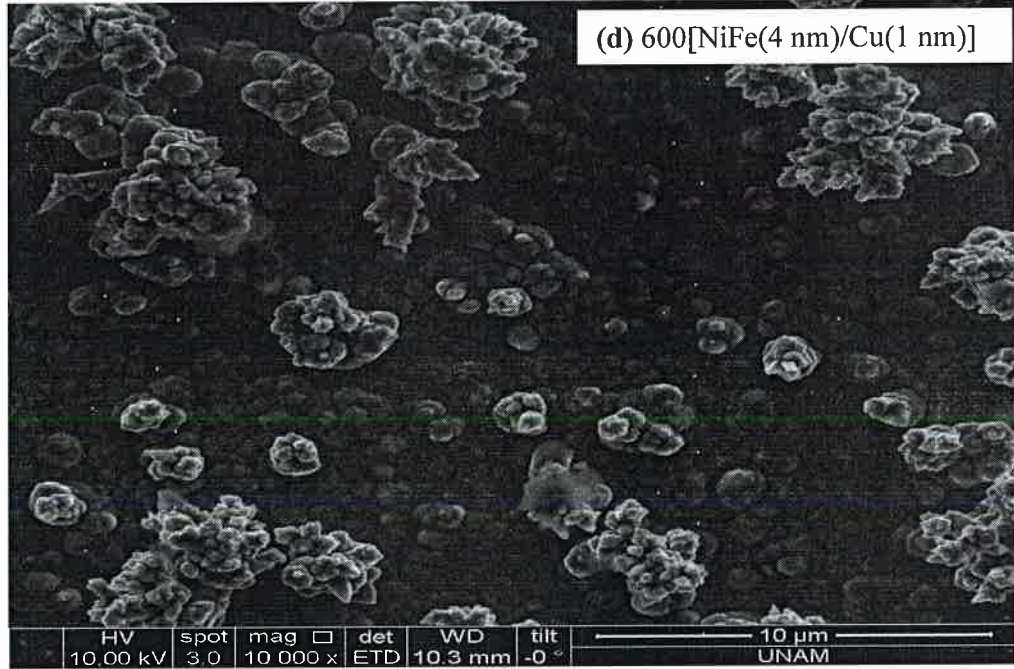
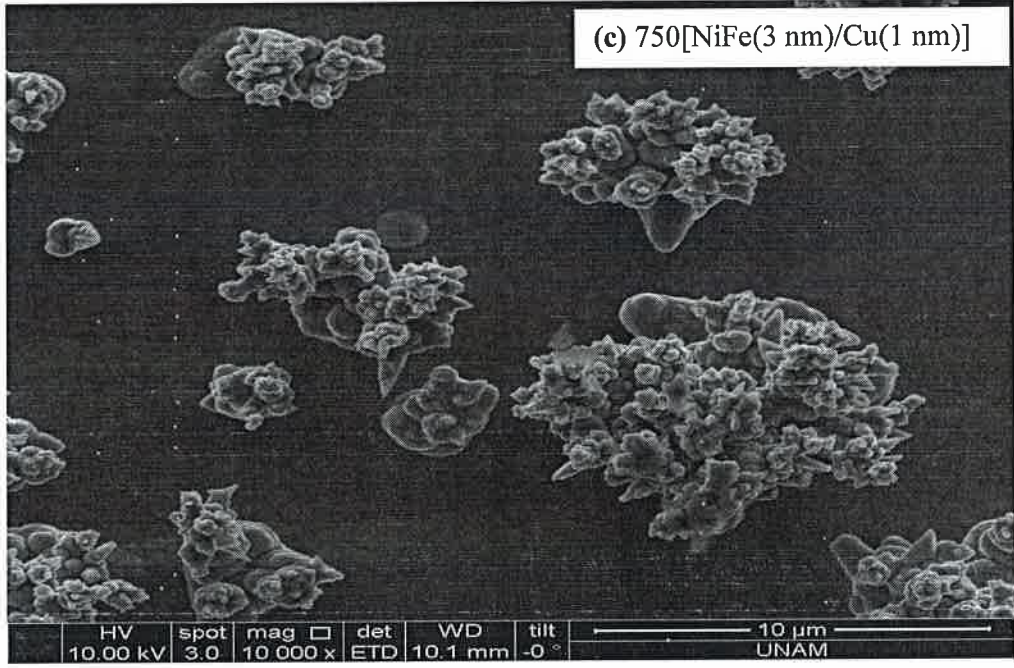
Film Adı	SNCA2	BNF19	BNF20	BNF22	BNF23	BNF24	BNF26	
NiFe tabaka kalınlığı (nm)	1.5	2	3	4	5	6	8	
Örgü Sabiti (nm)	0.36012	0.35795	0.35651	0.35606	0.35512	0.35440	0.35382	
Yönelim	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	
t _{ort} (nm)	35.0298	34.6710	34.2156	35.4085	37.2248	27.3498	33.2186	
fcc (111)	2 θ	43.72	43.73	43.77	44.19	44.23	44.13	44.36
	d (nm)	0.20702	0.20699	0.20679	0.20494	0.20458	0.20520	0.20417
	M	1.7129	1.7246	1.6993	1.4997	1.7677	1.7286	1.8672
	t (nm)	33.5660	33.5667	33.6509	22.4082	17.2308	21.0077	22.4214
fcc (200)	2 θ	50.85	51.05	55.86	51.46	51.54	51.45	51.66
	d (nm)	0.17954	0.17888	0.17896	0.17742	0.17715	0.17742	0.17692
	M	0.9861	0.7084	0.9593	1.0327	1.3064	1.1837	1.0936
	t (nm)	28.7408	28.7650	29.3777	70.8793	70.9044	35.4382	49.4295
fcc (220)	2 θ	74.63	74.93	75.08	75.73	75.74	75.87	76.00
	d (nm)	0.12706	0.12672	0.12651	0.12560	0.12548	0.12528	0.12521
	M	0.7374	1.0635	0.7687	0.9870	0.8334	0.6485	0.5620
	t (nm)	45.8773	28.0295	39.2874	19.7259	20.2212	12.4554	17.9668
fcc (311)	2 θ	90.53	91.10	91.46	91.79	97.62	92.16	92.50
	d (nm)	0.10843	0.10817	0.10765	0.10736	0.102358	0.10693	0.10671
	M	0.5635	0.5036	0.5726	0.4807	0.0928	0.4391	0.4768
	t (nm)	36.2900	60.7876	37.1.875	31.9642	96.9382	23.0130	56.2966

4.5 Yüzey Morfolojik Analizi

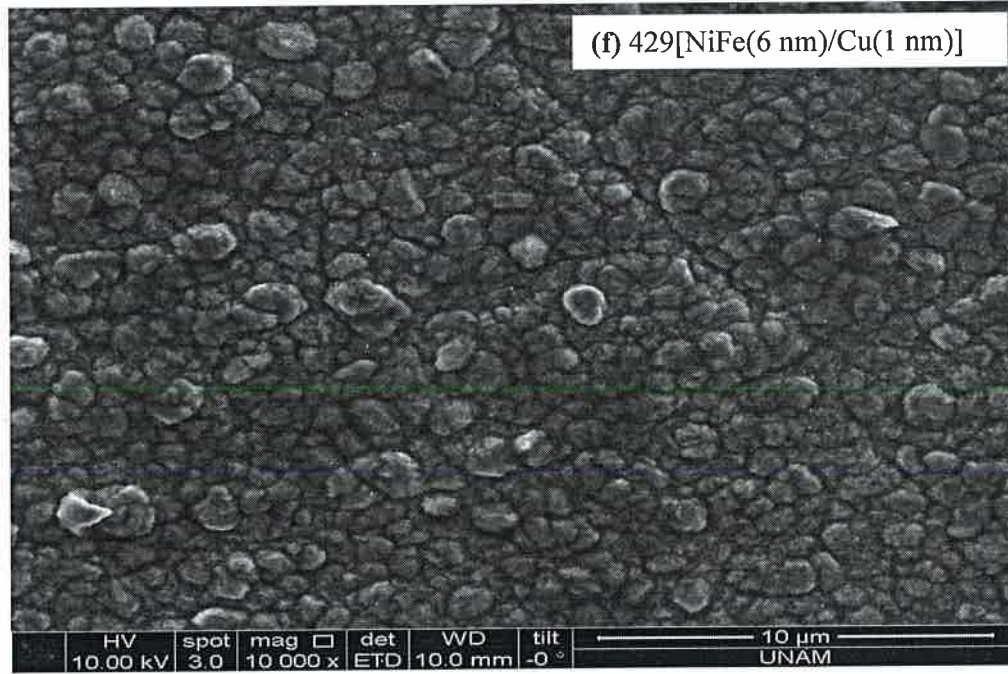
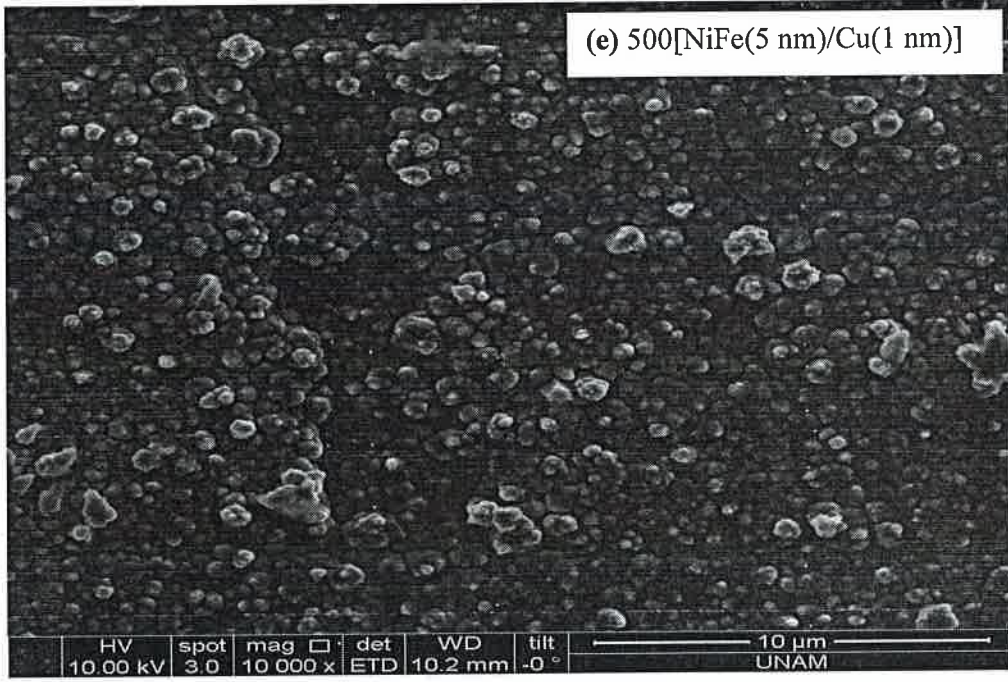
Ti alttabaka üzerine büyütülen N[NiFe (t_{NiFe})/Cu (1nm)] süperörgülerin yüzey morfolojisini incelemek amacıyla, filmlerin büyüme yüzeyi üzerinden 10.000X büyütme oranında SEM görüntüleri alındı. Şekil 4.5' te t_{NiFe} = 1.5, 2, 3, 4, 5, 6, 8 nm olan NiFe/Cu süperörgülerin SEM ile elde edilen yüzey görüntüleri verilmiştir. Film yüzeyinde görülen çizgi ve çatlakların alttabakanın çizik yapısından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Şekil 4.5 (a)' da NiFe tabaka kalınlığı 1.5 nm olan filmde karnabahar görünümünde açık renkli bölgeler yoğun olarak ve büyük boyutlarda görülmektedir. Şekil 4.5 (a)' daki SEM görüntüsündeki açık renkli ve karnabahar görünümlü bölgelerin birinden alınan EDX analizinde % 10.8 Ni, % 86.6 Cu, % 2.6 Fe içeriği olduğu, koyu renkli bir bölgeden EDX alındığında ise % 19.6 Ni, % 78.5 Cu, % 1.9 Fe içeriği olduğu görüldü. Bu durum açık renkli karnabahar görünümlü bölgelerde Cu içeriğinin fazla iken koyu renkli ve tanecikli görünümlü bölgelerde ise Ni içeriğinin daha fazla olduğunu belirtmektedir. Diğer bütün numunelerin karnabahar görünümlü ve tanecikli bölgelerinden alınan EDX sonuçlarında da aynı şekilde benzer içerik eğilimleri görüldü. NiFe tabaka kalınlığı 1.5 nm' den 8 nm' ye kadar arttığında, karnabahara benzeyen yüzeylerin giderek azaldığı ve yüzeyin tanecikli bir yapı aldığı görülmektedir. Daha önce yapılan çalışmalarda Ni' in tanecikli yapıda büyümeye sebep olduğu belirtilmektedir [9, 85, 104]. Bu nedenle büyütülen süperörgü içindeki Ni oranı artıp Cu oranı azaldıkça tanelerin daha belirgin hale gelerek yüzeyin tanecikli yapısının arttığı görüldü. Ayrıca, NiFe tabaka kalınlığının artmasıyla birlikte daha homojen ve pürüzsüz yüzeyler oluştu. Sonuç olarak NiFe tabaka kalınlığı arttıkça filmlerin yüzey morfolojisi film içeriğine bağlı olarak değişti.



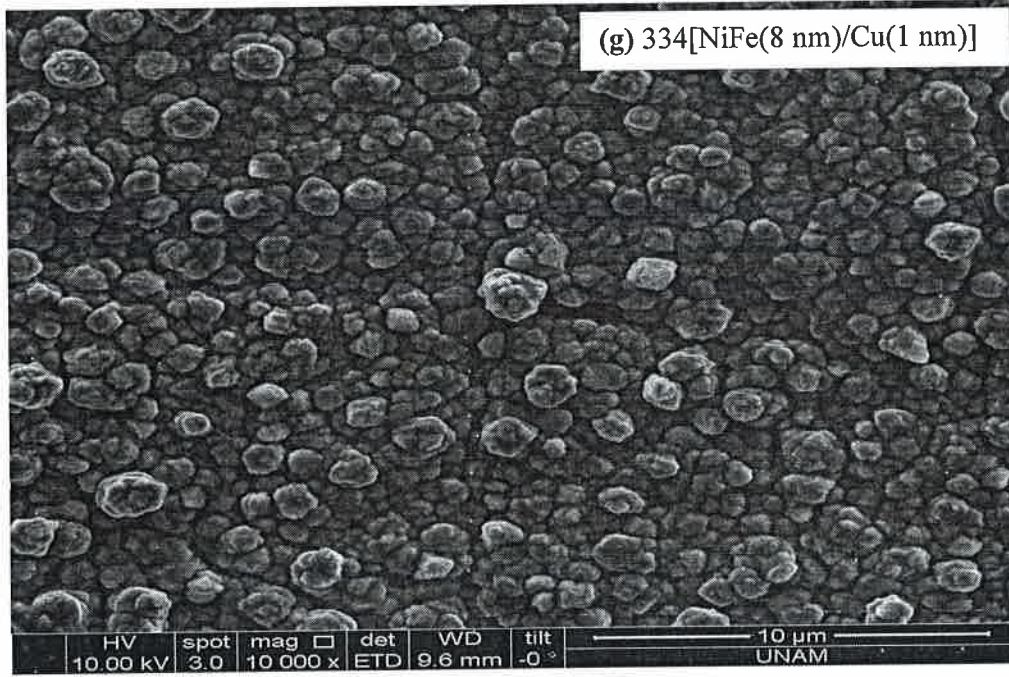
Şekil 4.5: Farklı NiFe tabakakalınlıklarında büyütülen N [NiFe (t_{NiFe})/Cu (1nm)] süperörgülerin SEM görüntüleri.



Şekil 4.5 (devam): Farklı NiFe tabakakalınlıklarında büyütülen $N[\text{NiFe}(t_{\text{NiFe}})/\text{Cu}(1\text{nm})]$ süperörgülerin SEM görüntüleri.



Şekil 4.5 (devam): Farklı NiFe tabakakalınlıklarında büyütülen $N[\text{NiFe}(t_{\text{NiFe}})/\text{Cu}(1\text{nm})]$ süperörgülerin SEM görüntüleri.



Şekil 4.5 (devam): Farklı NiFe tabakakalınlıklarında büyütülen $N[\text{NiFe}(t_{\text{NiFe}})/\text{Cu}(1\text{nm})]$ süperörgülerin SEM görüntüleri.

4.6 Süperörgülerin Manyetik Analizi

Toplam kalınlığı ve Cu tabaka kalınlığı sabit iken NiFe tabaka kalınlığı değiştirilerek üretilen NiFe/Cu süperörgülerin manyetik ölçümleri manyetik alan film yüzeyine hem paralel hem de dik uygulanarak yapıldı. Şekil 4.6 ve Şekil 4.7' de sırasıyla manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulanmasıyla ölçülen histeresis eğrileri görülmektedir. Nikel ve demir ferromanyetik, bakır diamanyetik olduğu için histeresis eğrilerinden ölçülen manyetizasyon değerleri hesaplanırken, ölçülen manyetik moment değerleri süperörgütün ferromanyetik tabakasının hacmine bölünerek hesaplandı. Tablo 4.5' de NiFe/Cu süperörgülerin hem paralel hem de dik ölçümlerden hesaplanan M_s , M_r , H_c , M_r/M_s değerleri özetlenmiştir. NiFe tabaka kalınlığı 1.5 nm olan süperörgü için paralel ölçümlerden bulunan M_s değeri 12.9 emu/cm^3 iken NiFe tabaka kalınlığı arttıkça M_s değerleri değeri aşamalı olarak artarak NiFe tabaka kalınlığının 8 nm' ye çıkmasıyla 291.3 emu/cm^3 değerine çıkmıştır. Paralel histeresis eğrilerinden elde edilen doyum manyetizasyonu ve kuarsivite değişimi Şekil 4.8' de görülmektedir. NiFe kalınlığı arttıkça elementel analizleri sonuçları ile uyumlu olarak süperörgüdeki ferromanyetik madde miktarı

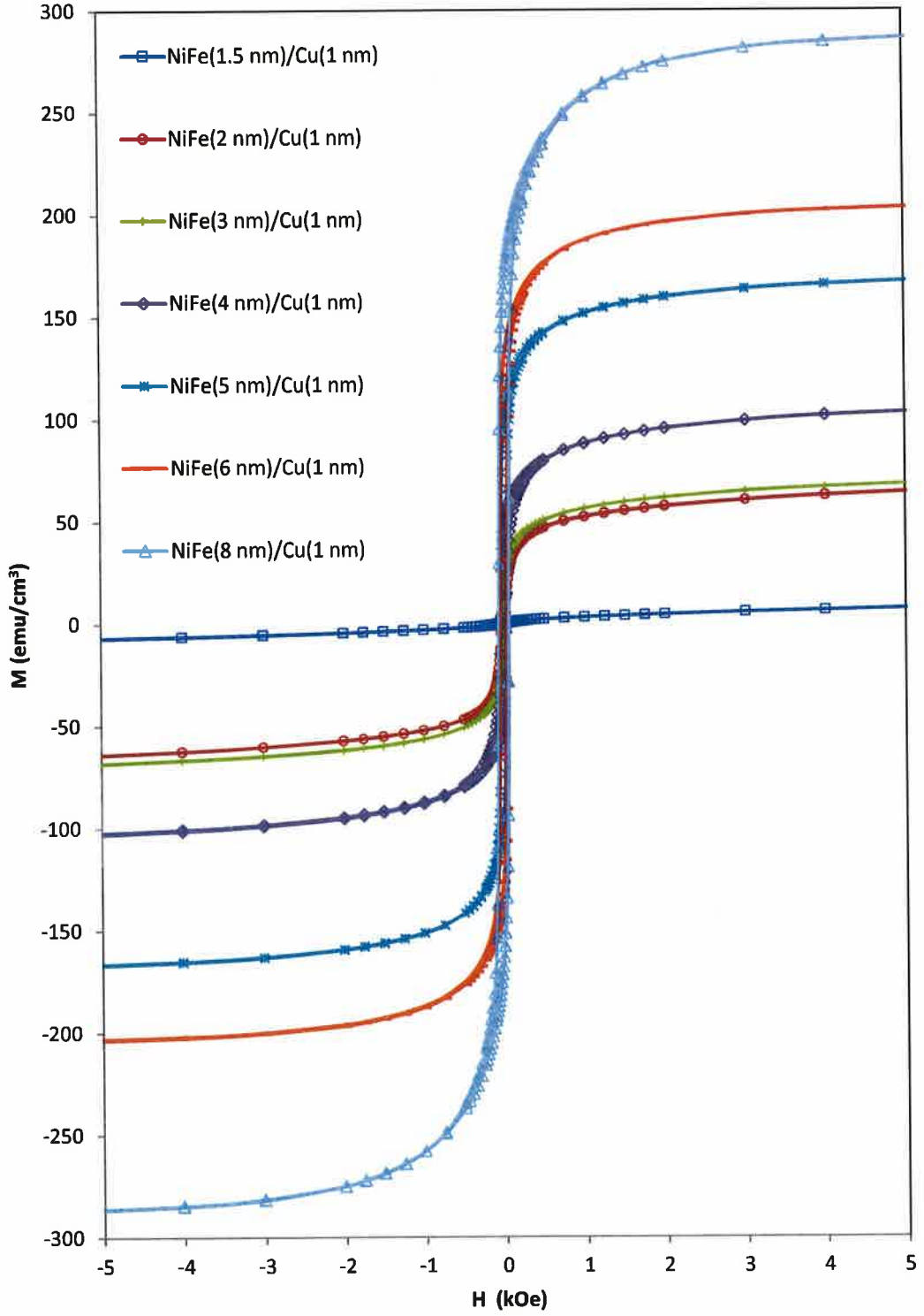
beklendiği gibi artarak manyetizasyon değerini arttırmıştır. Fe ve Ni ferromanyetik, Cu diamanyetik bir madde olduğu için NiFe kalınlığının artışıyla süperörgüdeki ferromanyetik içerik artar ve böylece bir dış manyetik alanda birim hacimdeki manyetik moment sayısı artmış olur. Elde edilen M_s değerleri bulk Ni ve Fe' in sırasıyla doyum manyetizasyon değerleri olan 480 ve 1707 emu/cm³ ten daha düşüktür [49]. Bu durumun, büyütülen süperörgülerde tane boyutları nanometre mertebesinde olduğu için sonlu boyut etkisinden kaynaklandığı düşünülmektedir [3].

Ferromanyetik tabaka kalınlığı 2 nm' den 8 nm' ye çıktığında, manyetik alanın yüzeye paralel olduğu histeresis eğrilerinden elde edilen H_c değeri de Şekil 4.8' de görüldüğü gibi 25.1 Oe' ten 63.2 Oe' e çıkmaktadır. NiFe kalınlığının 1.5 nm olduğu süperörgüde H_c değerinde biraz daha büyük oluşunun filmdeki fazla Cu içeriğinden kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Ferromanyetik tabaka kalınlığının artmasıyla film içeriğindeki Ni artışı ve Fe azalışı H_c değerlerindeki etkilemektedir. Malzemelerde kuarsivite değerinin 12.5 Oe' in altında olması maddenin yumuşak, kuarsivite değerinin 125 Oe' in üzerinde olması ise sert manyetik madde olduğunu gösterir [49]. Ölçülen H_c değerleri 25.1 < H_c < 63.2 arasında olduğu için süperörgüler sert ile yumuşak madde sınırları arasında özellik göstermektedir.

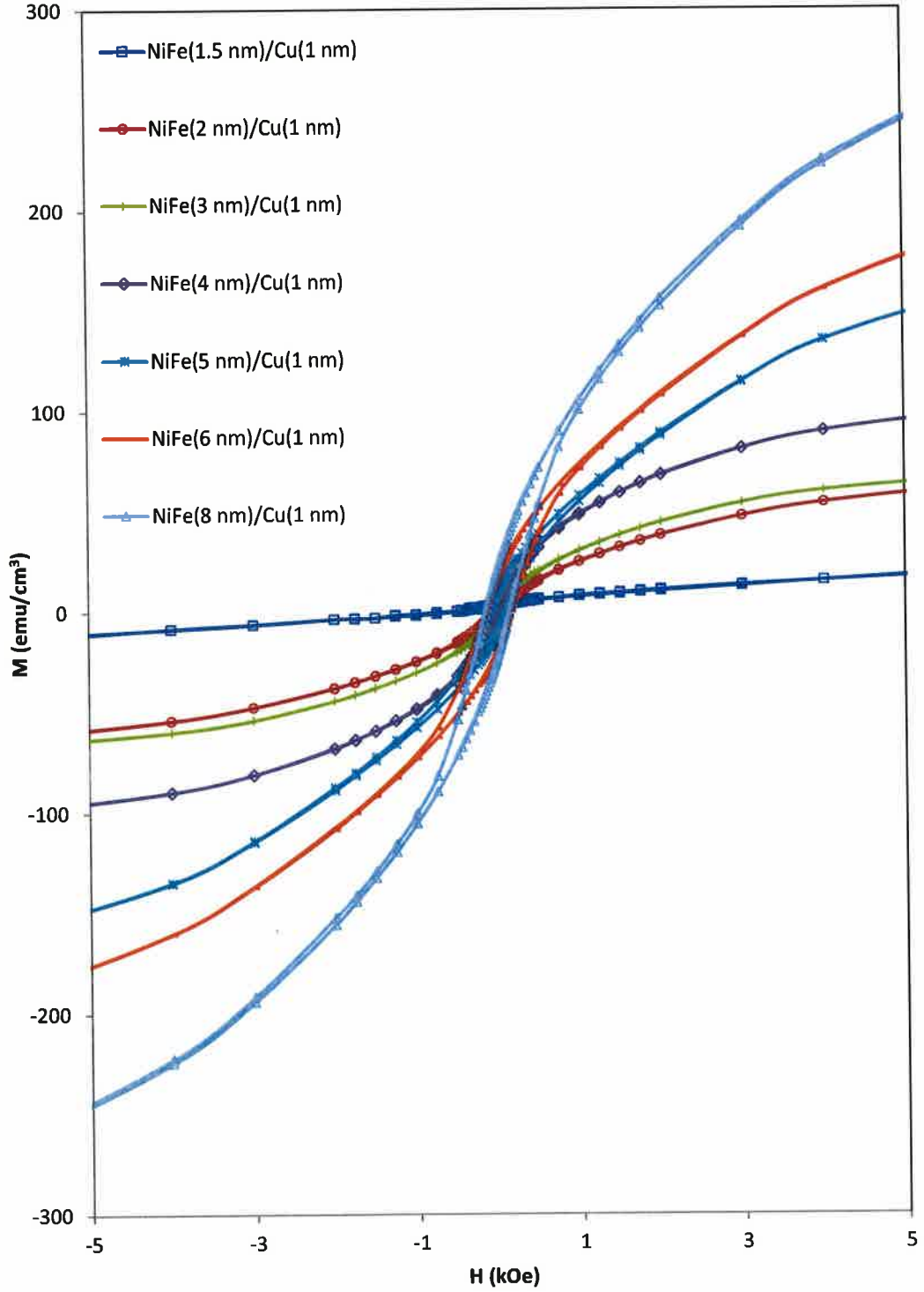
600[NiFe(4 nm)/Cu(1 nm)] süperörgüsünün Şekil 4.9' daki manyetik alan film düzlemine paralel ve dik uygulandığı durumdaki histeresis eğrilerinden görüldüğü gibi, manyetik alan film yüzeyine paralel uygulandığında numune 6 kOe civarında doyuma ulaşırken manyetik alan film yüzeyine dik uygulandığında 11 kOe civarında doyuma ulaşmıştır. Süperörgünün manyetik alan numune yüzeyine paralel uygulandığında, dik uygulandığı duruma göre daha düşük alanlarda doyuma ulaşması kolay ekseninin numune yüzeyine paralel olduğunu gösterir. Şekil 4.6' daki manyetik alanın yüzeye paralel uygulandığı ölçümlerden ve Şekil 4.7' de dik uygulandığı ölçümlerden elde edilen histeresis eğrileri karşılaştırıldığında büyütülen bütün numunelerde de kolay eksenin yüzeye paralel olduğu söylenebilir. Ayrıca manyetik alanın paralel olduğu kalıcı manyetizasyon (M_r) değerlerinin, dik olduğu duruma göre çok daha büyük bulunması kolay eksenin film düzlemine paralel olmasından kaynaklanmaktadır. Paralel ölçümlerdeki M_r/M_s oranları dik ölçümlere göre daha büyüktür.

Tablo 4.5: NiFe/Cu süperörgülerde manyetik alan yüzeye paralel ve dik uygulandığında elde edilen manyetik ölçüm sonuçları.

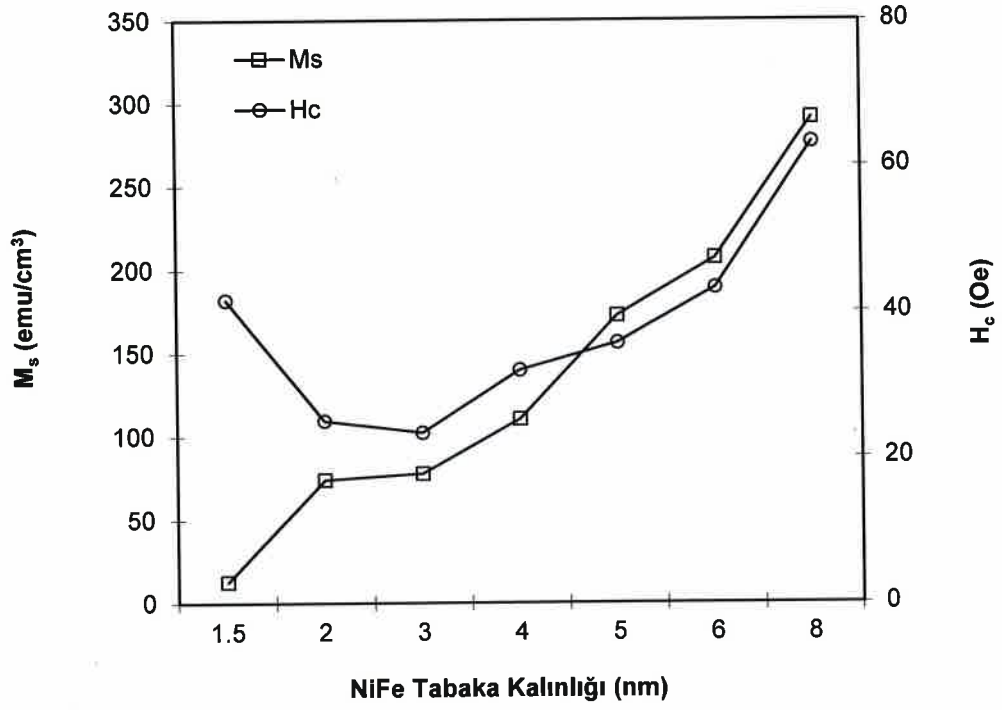
Numune Bilgileri		VSM (Paralel ölçüm)				VSM (Dik ölçüm)			
Numune Adı	NiFe Tabaka Kalınlığı	M_s (emu/cm ³)	H_c (Oe)	M_r (emu/cm ³)	M_r/M_s	M_s (emu/cm ³)	H_c (Oe)	M_r (emu/cm ³)	M_r/M_s
SNCA2	1.5	12.9	41.6	0.4	0.03	6.28	86.1	0.13	0.02
BNF19	2	74.0	25.1	21.6	0.29	75.8	60.4	3.2	0.04
BNF20	3	77.7	23.4	23.1	0.3	76.1	55.9	4.8	0.06
BNF22	4	110.4	31.9	42.0	0.38	110.0	75.0	8.1	0.07
BNF23	5	172.4	35.7	91.8	0.53	171.7	92.0	9.7	0.06
BNF24	6	206.9	43.3	121.6	0.59	205.0	156.9	17.9	0.09
BNF26	8	291.3	63.2	158.3	0.54	286.3	146.1	20.3	0.08



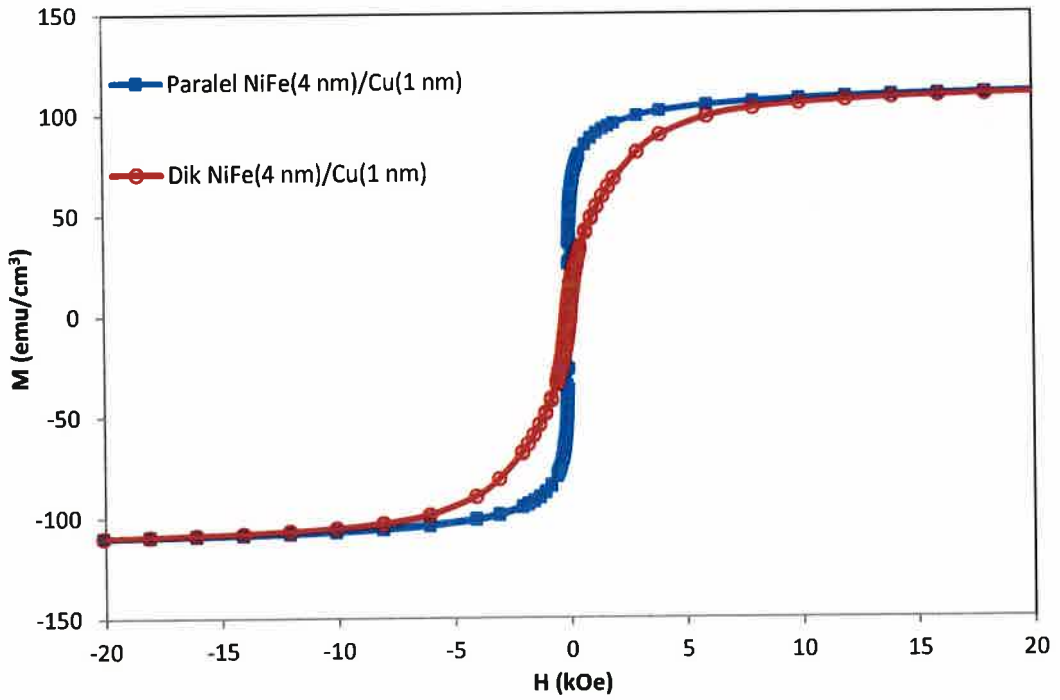
Şekil 4.6: NiFe tabaka kalınlığı değiştirilerek üretilen $N[\text{NiFe}(t_{\text{NiFe}})/\text{Cu}(1\text{nm})]$ süperörgülerden manyetik alanın film yüzeyine paralel uygulanması ile elde edilen histeresis eğrileri.



Şekil 4.7: N[NiFe (t_{NiFe})/Cu (1 nm)] süperörgülerden manyetik alanın film yüzeyine dik uygulanması ile elde edilen histeresis eğrileri.



Şekil 4.8: Manyetik alan film yüzeyine paralel uygulandığında elde edilen doyum manyetizasyonu ve kuarsivite değişimi.



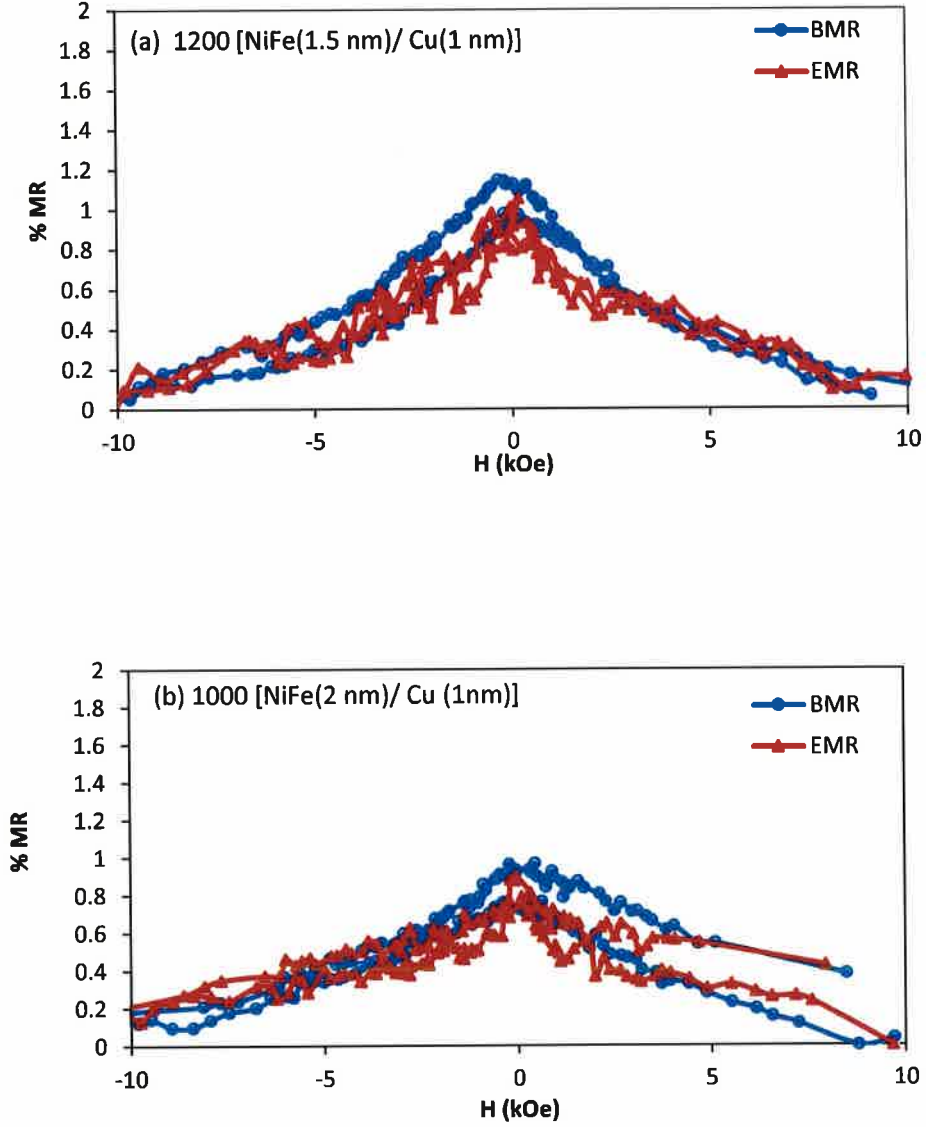
Şekil 4.9: 600[NiFe(4 nm)/Cu(1 nm)] süperörgü için manyetik alanın film yüzeyine paralel ve dik uygulanması ile bulunan histeresis eğrisi.

4.7 Manyetorezistans Ölçümler

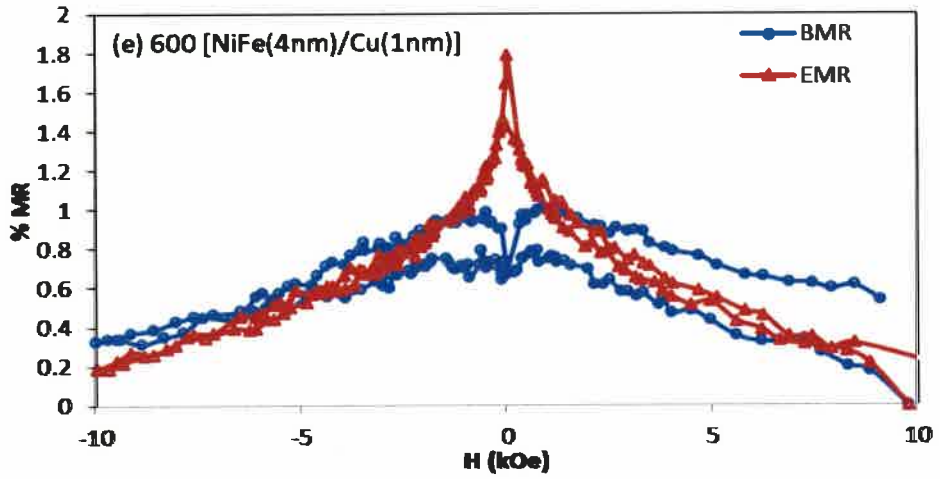
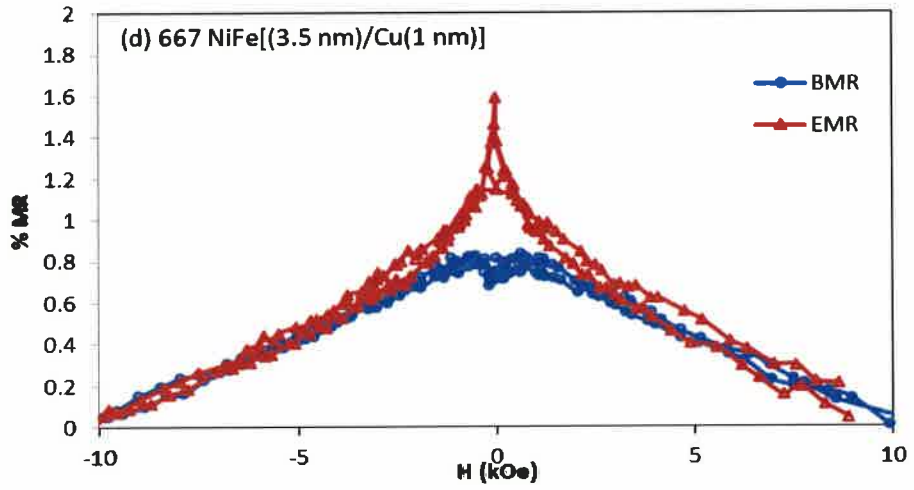
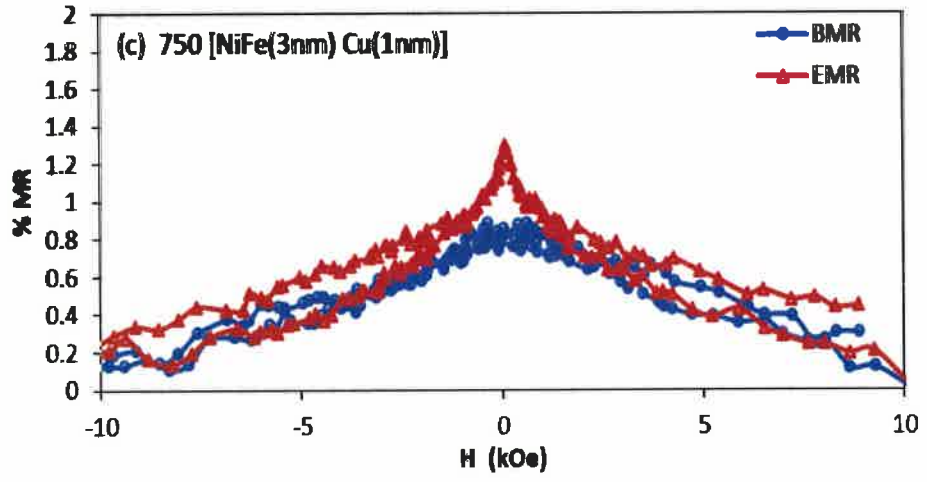
Farklı NiFe tabaka kalınlıklarında büyütülen NiFe/Cu süperörgülerin manyetorezistans (MR) ölçümleri Van der Pauw tekniği ile ± 10 kOe arasında taranan manyetik alanlarda yapıldı. Manyetorezistans ölçümleri için örnekler Ti alt tabakadan kaldırıldıktan sonra yalıtkan bir bant üzerine yapıştırılmıştır. Böylece örnek yüzeyindeki kıvrılma ve kırılmalar önlenerek ölçümler için düzgün bir yüzey sağlanmıştır. Manyetik alan, film düzleminden geçen akıma sırasıyla paralel ve dik uygulanarak BMR ve EMR ölçüldü. Bu ölçümlere bağlı olarak manyetorezistanstaki yüzde değişim (% MR) değeri Eşitlik (3.7)' den yararlanarak hesaplandı. Şekil 4.10' da Cu tabaka kalınlığı 1 nm' de sabit tutularak, NiFe tabaka kalınlığı 1.5 nm' den 10 nm' ye kadar değişen süperörgülerin MR eğrileri gösterilmiştir. Mavi ile çizilen eğriler BMR' yi, kırmızı ile çizilen eğriler EMR' yi temsil etmektedir.

Şekil 4.10 (a), (b) ve (c)' de görüldüğü gibi NiFe tabaka kalınlıklarının 1.5 nm, 2 nm, 3 nm olduğu 1200[NiFe(1.5 nm)/ Cu(1 nm)], 1000[NiFe(2 nm)/Cu(1 nm)], ve 750[NiFe(3 nm) / Cu(1 nm)] süperörgülerinde manyetik alan akıma hem paralel hem de dik uygulandığında manyetik alan arttıkça BMR ve EMR' nin azaldığı görülmektedir. Bu durum süperörgülerin dev (giant) manyetorezistans (GMR) özellik gösterdiğinin ispatıdır. GMR özelliği süperörgülerin periyodik yapısından kaynaklanmaktadır. Süperörgülerin GMR değerleri yaklaşık olarak % 1 ile % 2 arasında değişmektedir. Ancak NiFe tabaka kalınlığının artarak 3.5 nm olduğu 667[NiFe(3.5 nm)/Cu(1 nm)] numunesinde Şekil 4.10 (d)' de görüldüğü gibi GMR özelliğinin yanında, düşük manyetik alanlarda az bir oranda AMR katkısı oluşmaya başlamış ve kalınlığın 4 nm olduğu 600[NiFe(4 nm)/Cu(1 nm)] numunesinde bu AMR etki Şekil 4.10 (e)' de görüldüğü gibi giderek artmıştır. NiFe tabaka kalınlığının 5 nm olduğu 500[NiFe(5 nm)/Cu(1 nm)] numunesinde ise Şekil 4.10 (f)' de manyetik alan arttıkça EMR azalırken, BMR' nin arttığı görülmektedir. NiFe tabaka kalınlığı arttıkça GMR özelliğinin tamamen AMR' ye dönüştüğü görülmektedir. Şekil 4.10 (g), (h), (i), (i)' de, NiFe tabaka kalınlığının 5 nm' nin üzerinde süperörgülerde tamamen AMR etki görülmektedir. Sonuç olarak, NiFe tabaka kalınlığının küçük olduğu ($t_{NiFe} < 3.5$ nm) numuneler GMR özellik gösterirken NiFe tabaka kalınlığı arttırıldığında AMR özelliği baskın olmaktadır. Bunun nedeni NiFe tabaka kalınlığının artmasıyla ferromanyetik tabaka içindeki bulk saçılmaların

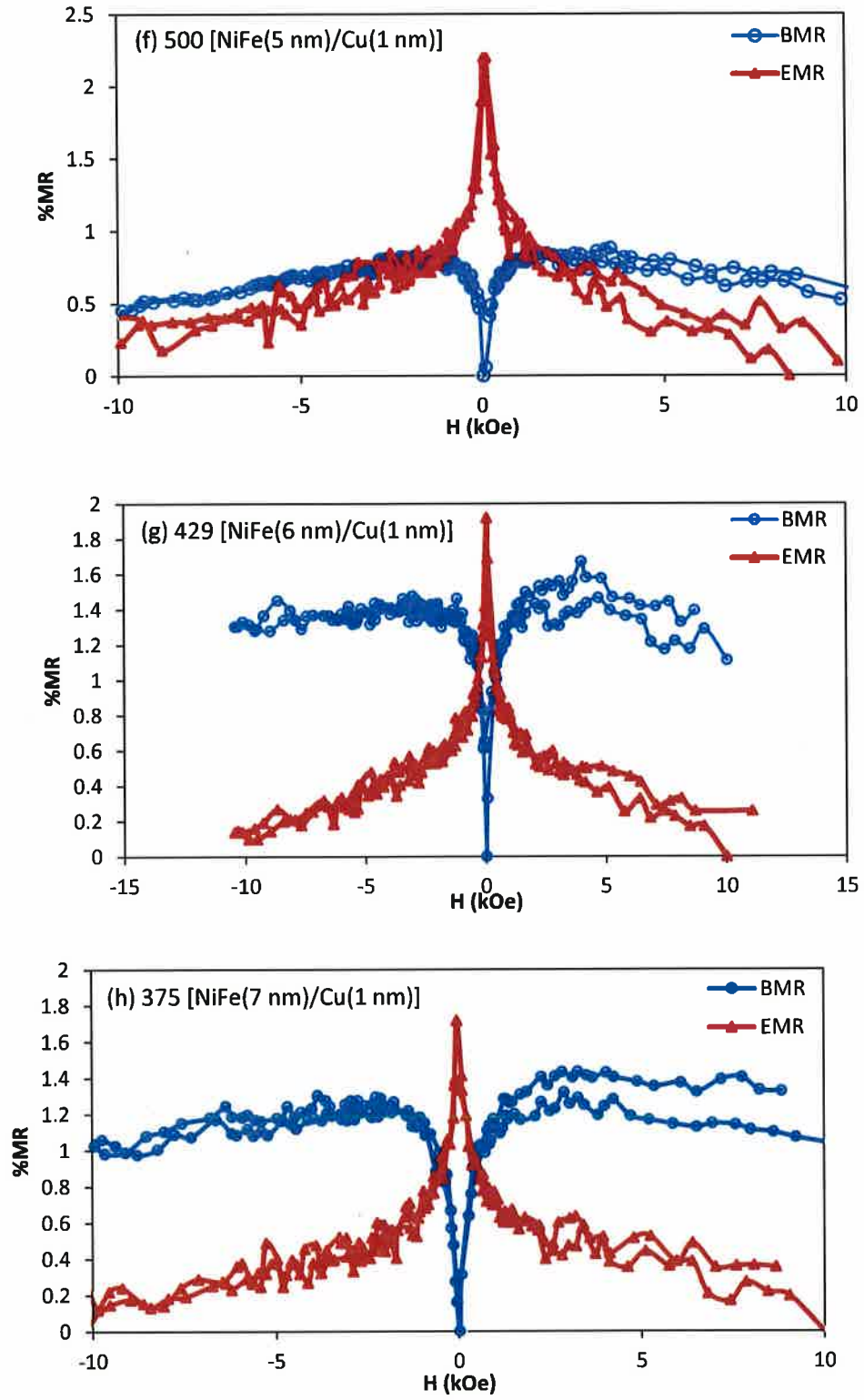
daha etkili hale gelmesi ve spine bağı saçılma etkisinin azalması olabilir [9]. Bunun yanı sıra MR grafiklerinde ± 10 kOe' te eğrilerin doyuma ulaşmadığı görülmüştür. Literatürde, doyuma ulaşmayan MR eğrilerinin ferromanyetik tabakalardaki süperparamanyetik bölgelerden kaynaklandığı belirtilmektedir [108].



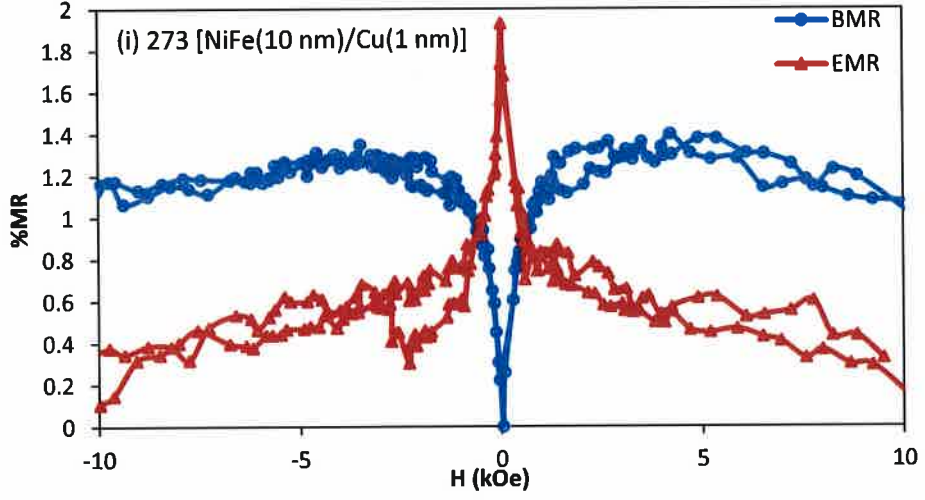
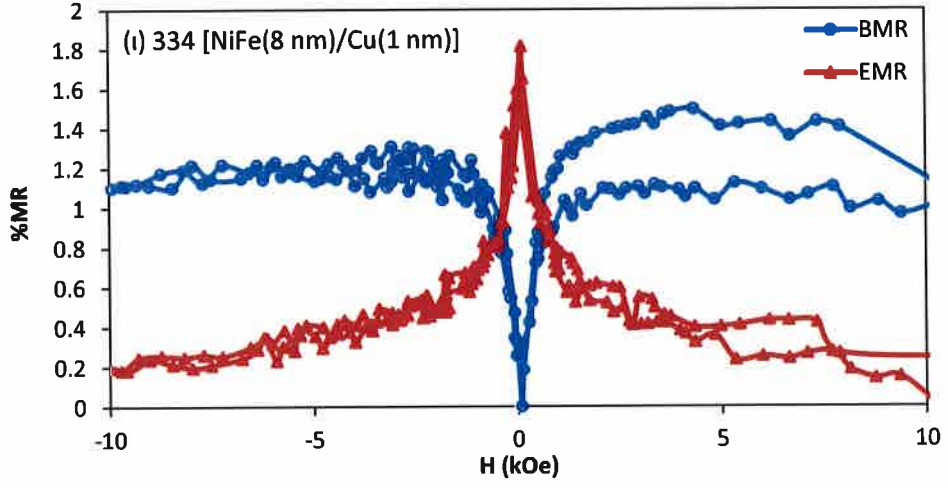
Şekil 4.10: NiFe tabaka kalınlığı (a) 1.5 nm (b) 2 (c) 3 nm nm (d) 3.5 nm (e) 4 nm (f) 5 nm (g) 6 nm (h) 7 nm (i) 8 nm (i) 10 nm olan N[NiFe (t_{NiFe})/Cu (1nm)] süperörgülerin MR eğrileri.



Şekil 4.10 (devam): NiFe tabaka kalınlığı (a) 1.5 nm (b) 2 (c) 3 nm nm (d) 3.5 nm (e) 4 nm (f) 5 nm (g) 6 nm (h) 7 nm (i) 8 nm (i) 10 nm olan $N[\text{NiFe}(t_{\text{NiFe}})/\text{Cu}(1\text{nm})]$ süperörgülerin MR eğrileri.



Şekil 4.10 (devam): NiFe tabaka kalınlığı (a) 1.5 nm (b) 2 (c) 3 nm nm (d) 3.5 nm (e) 4 nm (f) 5 nm (g) 6 nm (h) 7 nm (i) 8 nm (i) 10 nm olan N[NiFe (t_{NiFe})/Cu (1nm)] süperörgülerin MR eğrileri.



Şekil 4.10 (devam): NiFe tabaka kalınlığı (a) 1.5 nm (b) 2 (c) 3 nm nm (d) 3.5 nm (e) 4 nm (f) 5 nm (g) 6 nm (h) 7 nm (i) 8 nm (i) 10 nm olan N[NiFe (t_{NiFe})/Cu (1nm)] süperörgülerin MR eğrileri.

Tablo 4.6: Farklı NiFe tabaka kalınlıklarında büyütülen N[NiFe(t_{NiFe})/Cu(1nm)] süperörgülerin MR değerleri

Numune Bilgileri		MR	
Numune Adı	Tabaka kalınlığı N[NiFe(t_{NiFe})/Cu(1nm)]	% BMR	% EMR
SNCA2	1200(1.5/1)	1.15	1.05
BNF19	1000(2/1)	0.97	0.90
BNF20	750(3/1)	0.88	1.26
SNCA1	667(3.5/1)	0.84	1.59
BNF22	600(4/1)	1.07	1.79
BNF23	500(5/1)	0.88	2.19
BNF24	429(6/1)	1.67	1.92
BNF25	375(7/1)	1.50	1.71
BNF26	334(8/1)	1.49	1.81
BNF27	273(10/1)	1.39	1.93

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Süperörgüler, ferromanyetik ve manyetik olmayan tabakaların periyodik olarak bir alttabaka üzerine büyütülmesi ile oluşan çok katmanlı nanoyapılardır. Elektrodepozisyon tekniği, süperörgü üretiminde kullanılan üretim teknikleri arasında en hızlı, basit ve ekonomik olan yöntemlerdendir. Bu çalışmada NiFe/Cu süperörgüler Ni, Fe ve Cu iyonlarını içeren tek çözelti kullanılarak Ti alttabaka üzerine elektrodepozisyon tekniği ile büyütüldüler. Üretilen NiFe/Cu süperörgülerde Cu tabaka kalınlığı sabit tutulurken, NiFe tabaka kalınlığı değiştirilerek, ferromanyetik tabaka kalınlığının elementel, yapısal, manyetik ve manyetorezistans özellikleri üzerine etkileri araştırıldı.

Ni, Fe ve Cu iyonlarını içeren çözeltinin elektrokimyasal karakterizasyonu dönüşümlü voltametri (CV) tekniği ile incelendi. Elde edilen CV eğrisinden yararlanarak ve farklı potansiyellerde denenen filmlerin parlaklıklarında göz önüne alınarak ferromanyetik NiFe tabakaların depozisyonu için SCE' ye göre -1.8 V, manyetik olmayan Cu tabakaların depozisyonu için -0.3 V potansiyelleri seçildi. Bütün süperörgüler bu potansiyel değerlerinde büyütüldü.

Süperörgülerin elementel analizi enerji ayırmalı X-ışınları spektroskopisi (EDX) ile yapıldı. Elde edilen EDX sonuçlarına göre NiFe tabaka kalınlığı arttıkça süperörgüdeki Ni atomları miktarı kademeli olarak % 16.95' den % 76.45' e artarken, Cu atomları miktarının % 80.97' den % 22.37' ye azaldığı görüldü. Fe atomlarının miktarında ise % 2.08' ten % 1.2' ye az bir düşüş olmuştur. EDX analizlerinde, NiFe tabaka kalınlığı arttıkça süperörgüdeki Ni oranının da arttığı doğrulandı. EDX analizinde elde edilen film içeriklerindeki Fe/Ni oranı ile filmlerin depozisyonunda kullanılan çözeltinin bileşimindeki Fe/Ni oranı karşılaştırıldığında, süperörgülerdeki Fe/Ni oranının daha büyük olduğu görüldü. Bu da üretilen bütün filmlerde anormal birlikte depozisyonun gerçekleştiğini belirtir.

Süperörgülerin kristal yapı analizleri için X-ışınları difraksiyonu (XRD) kullanılmıştır. XRD ölçümleri filmler Ti alttabakadan kaldırıldıktan sonra alınmıştır, böylece spektrumlarında görülen pikler sadece filmlere ait piklerdir. NiFe/Cu

süperörgülerin 40°-100° aralığında alınan XRD spektrumlarında fcc yapıya ait (111), (200), (220) ve (311) yansıma pikleri sırasıyla 44°, 51°, 75° ve 92° civarında oluştu. Spektrumlardaki pik konumları ve şiddetinden yararlanarak numunelerin düzlemler arası uzaklıkları, örgü sabitleri, kristal yönelimleri ve tane boyutları hesaplandı. XRD spektrumları göz önüne alındığında süperörgülerin hepsinin fcc yapıya sahip olduğu saptanmıştır. Fe, bcc yapıya sahip olmasına rağmen süperörgülerin hiçbirinde bcc yapı gözlenmemiştir. Bunun nedeni, elementel analiz sonuçlarına göre süperörgülerdeki % Ni ve % Cu içeriğinin % Fe içeriğine oranla çok daha fazla olmasıdır. Süperörgülerin en küçük kareler yöntemiyle hesaplanan örgü sabitleri 0.36012 nm ile 0.35381 arasında bulundu. NiFe tabaka kalınlığı arttıkça EDX analizleri ile uyumlu olarak örgü sabitinin azaldığı belirlendi. Bu azalışa, Ni' in örgü sabitinin Cu' a kıyasla daha küçük olması sebep olmaktadır. Tüm süperörgülerin (111) yöneliminde olduğu bulundu. Bunun nedeni, bulk Cu ve Ni' in tercihli yönelimlerinin (111) olmasıdır. Süperörgülerin ortalama tane büyüklükleri hesaplandığında $27.3498 \text{ nm} < t_{\text{ort}} < 37.2248 \text{ nm}$ arasında değiştiği bulundu.

NiFe/Cu süperörgülerin yüzey morfolojileri taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ile incelenmiştir. NiFe tabaka kalınlığı küçük olan numunelerin yüzeyinde karnabahar şekilli bölgeler oluşurken, NiFe tabaka kalınlığı arttıkça bu bölgeler azalarak tanecikli yapı oluşmuştur. Ayrıca NiFe tabaka kalınlığı büyük olan numunelerin küçük NiFe tabaka kalınlığına sahip olan numunelere kıyasla, daha düz ve homojen yüzeye sahip oldukları tespit edildi. NiFe tabaka kalınlığının artması ile numune içindeki Ni oranının artmasının numune yüzeyi üzerine etkisi incelendiğinde; artan Ni oranının daha taneli halde bir büyümeye neden olduğu gözlemlendi.

Numunelerin manyetik ölçümleri Titreşimli Örnek Magnetometresi (VSM) ile yapılmıştır. Manyetik alanın film yüzeyine hem paralel hem de dik uygulanması sonucunda NiFe/Cu süperörgülerin paralel ve dik histeresis eğrileri elde edildi. NiFe tabaka kalınlığının 1.5 nm' den 8 nm' ye çıkmasıyla süperörgülerin doyum manyetizasyonunun 12.9 emu/cm³ ten 291.3 emu/cm³ e arttığı gözlemlendi. Bunun nedeni, ferromanyetik tabaka kalınlığının artışıyla birlikte, bu tabaka içindeki Ni miktarının da artması olabilir. Çünkü ferromanyetik tabaka içindeki Ni miktarı arttığı zaman ferromanyetik çiftlenim zayıflar ve ferromanyetik çiftlenimin zayıflaması da

manyetizasyon deęerinin artmasına neden olur. Film yzeyine paralel lmlerden alınan histeresis eęrilerinde kuarsivite deęerleri, NiFe tabaka kalınlıęının artmasıyla 25.1 Oe' ten 63.2 Oe' e çıkmıřtır. NiFe kalınlıęının artması ile sperrglerin Ni ierięinin artarken az oranda da olsa Fe ierięinin azalması kuarsivitedeki bu deęiřeme sebep olmuřtur. Paralel lmlerden elde edilen kuarsivite deęerleri sperrglerin yumuřak (12.5 Oe) ve sert ferromanyetik (125 Oe) madde sınırları arasında olduęunu belirtmektedir. Manyetik alanın numune yzeyine dik uygulandıęı histeresis eęrilerinden alınan kuarsivite deęerleri 60.4 Oe ile 156.9 Oe arasında deęiřmekte ve paralel lmlerden elde edilen deęerlere gre daha yksektir. Ayrıca manyetik alan film yzeyine paralel uygulandıęında numunelerin daha dřk alanlarda doyuma ulařırken manyetik alan film yzeyine dik uygulandıęında daha byk alanlarda doyuma ulařmaları, sperrgler iin kolay eksenin numune yzeyine paralel olduęunu gstermektedir.

NiFe/Cu sperrglerin manyetorezistans (MR) lmleri Van der Pauw teknięi ile ± 10 kOe arasında taranan manyetik alanlarda yapıldı. Manyetik alan akıma dik uygulanarak enine manyetorezistans (EMR), paralel uygulanarak ise boyuna manyetorezistans (BMR) lm alındı. NiFe tabaka kalınlıęı 1.5 ve 3 nm arasında olan sperrglerde hem EMR hem de BMR manyetik alan artıřı ile azalmaktadır. Bu durum bu numunelerde GMR zellik olduęunu gsterir. NiFe tabaka kalınlıęının 3.5 nm olduęu sperrgde kısmen AMR etki grld. NiFe tabaka kalınlıęının 4 nm' nin zerinde olduęu numunelerde GMR tamamen AMR etkiye dnřt. NiFe/Cu sperrglerin GMR deęerleri ~% 1-2 arasındadır. GMR deęeri genel olarak ferromanyetik tabaka kalınlıęının artması ile nce az bir artıř sonra da az bir azalıř gstermiřtir.

6. KAYNAKLAR

- [1] Karpuz, A., “Elektrodepozisyonla Büyütülen Ni-Co Filmlerinin Karakterizasyonu ve Manyetorezistans Davranışının İncelenmesi”, Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2011).
- [2] “Nano Teknoloji Nedir? [online]”, (19.03.2018), <http://www.nanoteknolojinedir.com/?Page=news&title=nano-nedir--&id=126>, (2007).
- [3] Hacıismailoğlu Şafak, M., “Co/Cu Süperörgülerin Elektrokimyasal Olarak Üretilmesi ve Yapısal ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi”, Doktora Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Bursa, (2010).
- [4] Baibich, M. N., Broto, J. M., Fert, A., Nguyen Van Dau, Petroff, F., Etienne, P., Creuzet, G. Friederich, A., Chazelas, J., “Giant Magnetoresistance of (001) Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices”, *Phys. Rev. Lett.*, 61, 2472-2475, (1988).
- [5] Binasch, G., Grünberg, P., Saurenbach, F. and Zinn, W., “Enhanced Magnetoresistance In Layered Magnetic Structures With Antiferromagnetic Interlayerexchange”, *Phys. Rev. B*, 39, 4828-4830, (1989).
- [6] Esmaili, S., Bahrololoom, M. E. and Kavanagh K.L., “Electrodeposition, Characterization and Morphological Investigations Of NiFe/Cu Multilayers Prepared By Pulsed Galvanostatic, Dual Bath Technique”, *Materials Characterization*, 62, 204-210, (2011).
- [7] Singh, S. and Basu, S., “Structure and morphology of the Ni films grown by different deposition methods”, *Surf Coat Technol*, 7, 201-952, (2006).

- [8] Alper, M., Attenborough, K., Hart, R., Lane, S. J., Lashmore, D. S., Younes, C. and Schwarzacher, W., "Giant Magnetoresistance In Electrodeposited Superlattices" *Appl. Phys. Lett.*, 63, 2144-2146, (1993).
- [9] Kalsen, S., "CoFeNi/Cu Süperörgülerinin Özelliklerinin Ni İçeriğine Bağlı Olarak İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa, (2010).
- [10] Attenborough, K., Taherzadeh, S., Bass, H.E., et al, "Benchmark cases for outdoor sound propagation models", *J. Acoust. Soc. Am.*, 97 (1), 173-191, 1995.
- [11] Ene C. B., Schmitz G., Kirchheim R. and Hütten A., "Stability and Thermal Reaction of GMR NiFe/Cu Thin Films" *Acta Materialia*, 53, 3383-3393, (2005).
- [12] Toparlı Ç. Ve Gürmen S., "FeNiCo Alaşım Nano Partiküllerinin Ultrasonik Sprey Piroliz Ve Hidrojen Redüksiyonu (usp-hr) Tekniği İle Üretimi [online]", (19.03.2018), <https://polen.itu.edu.tr/bitstream/11527/2744/1/13551> Çiğdem Toparlı, (15.11.2013).
- [13] Poole, C.P. and Owens F.J.. *Introduction to Nanotechnology*, New York: John Wiley&Sons, Inc., 387, (2003).
- [14] Garcia, N., Munoz, M. and Zhao Y.W., "Magnetoresistance in excess of 200% in Ballistic Ni Nanocontacts at Room Temperature and 100 Oe", *Phys. Rev. Lett.*, 82, 2923-2926, (1999).
- [15] Tataru, G., Zhao Y.W., Munoz M. and Garcia N., "Domain Wall Scattering Explains 300% Ballistic Magnetoconductance of Nanocontacts", *Phys. Rev. Lett.*, 83, 2030-2033, (1999).
- [16] Xiao, J.Q., Jiang J.S. and Chien C.L., "Giant magnetoresistance in nonmultilayer magnetic system", *Phys. Rev. Lett.*, 68 (25), 3749-3752, (1992).
- [17] Berkowitz, A. E., Mitchell, J. R., Carey, M. J., Young, A.P., Zhang, S., Spada, F. E., Parker F. T., Hutten, A. and Thomas, G., "Giant Magnetoresistance In Heterogenous Cu-Co Alloys", *Phys. Rev.Lett.* 68 (25), 3745-3748, (1992).

- [18] Eşiyok, M., “FeCl/Cu Süperörgülerin DC Püskürtme Metoduyla Hazırlanması, Manyetik ve Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi”, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2014).
- [19] Tekin, A., “İnce Film Kaplama Sistemleri [online]”, (19.03.2018), <http://www.atum.itu.edu.tr/>, (2012).
- [20] Bilgen Y., “İnce Film Teknikleri [online]” (19.03.2018), <https://yusufbilgen.wordpress.com/2015/01/16/ince-film-teknikleri/>, (2015).
- [21] Sönmezoğlu S., Koç M. Ve Akın S., “İnce Film Teknikleri [online]”, (19.03.2018), <http://dergipark.gov.tr/download/article-file/236144>, (2012).
- [22] Holmberg, K., Matthews, A., *Coatings Tribology, Properties, Techniques and Applications in Surface Engineering*, The Netherlands: Elsevier Science, (1994).
- [23] Stefan, G., “Surface Engineering of Die Surfaces: Performance Evaluation and Characterization Of Physical Vapour Deposition (Pvd) Coatings”, *LAP Lambert Academic Publishing*, 120, (2009).
- [24] Biasiol G., and Sorba L., “Molecular Beam Epitaxy: Principles and Applications [online]”, (19.03.2018), <http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.501.1040&rep=rep1&type=pdf>, (2001).
- [25] Bard, A. J. and Faulkner L. R., *Electrochemical Methods, Fundamentals and Applications*, New York: John Wiley&Sons, (1980).
- [26] Kılıç, E., ve Köseoğlu F. (Editorier), *Analitik Kimya*, Ankara: Bilim Yayıncılık, 303-327, (1996).
- [27] Tekgül, A., “Co/Cu Çok Katmanlı Nanoyapılar Üzerine Fe İçeriğinin Etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Bursa, (2010).

- [28] Alper M., "Electrodeposited Magnetic Superlattices", Ph. D. Thesis, H.H. Wills Physics Laboratory, University of Bristol, Bristol, (1995).
- [29] Tural, H., *Analitik Kimya*, Bornova: Ege Üniversitesi Fen Fakültesi Yayınları, (1992).
- [30] Atkins P. W, *Physical Chemistry (Sixth Edition)*, New York: Oxford University Press, (1980).
- [31] Paunovic, M. and Schlesinger M., *Fundamentals of Electrochemical Deposition*, New York: John Wiley & Sons Inc., 373, (2006).
- [32] Schlesinger, M., Pauvonic, M., *Modern Electroplating (Fourth Edition)*, New York: John Wiley & Sons, (1980).
- [33] Brenner A., *Electrodeposition of Alloys Principles and Prattice*, New York: Academic Pres., (1963).
- [34] Dahms, H, and Croll, I. M., "The Anomalous Codeposition of Iron-Nickel Alloys", *Journal of the Electrochemical Society*, 112, 771-775, (1965).
- [35] Torabinejad V., Aliofkhazraei M., Assareh S., Allahyarzadeh M. H. and Sabour Rouhagdam A., "Elektrodeposition of Ni-Fe Alloys, Composites, and Nano Coatings-A", *Journal of Alloys and Compounds*, 691, 841-859, (2017).
- [36] Sajjadnejad M., Mozafari A., Omidvar H. and Javanbakht M., "Preparation and Corosion Resistance of Pulse Electrodeposited Zn and Zn-SiC Nanocomposite Coatings", *Appl. Surf. Sci.*, 300, 1-7, (2014).
- [37] Sharma A., Bahattacharya S., Das, S. and Das, K., "Fabrication of Sn Nanostructures by Template Assisted Pulse Elektrodeposition [online]", (22 Mart 2017), *Surf. Eng.*, <http://dx.doi.org/10.1179/1743294415Y.0000000091>, (2015).

- [38] Sharma A., Bahattacharya S., Das S. and Das K., "A Study On On The Effect Of Pulse Electrodeposition Parameters On The Morphology of Pure Tin Coatings", *Metallurgical Mater. Trans.*, 45, 4610-4622, (2014).
- [39] Sohrabi A., Dolati A., Ghorbani M., Monfared A. and Stroeve P. "Nanomechanical Properties Of Functionally Graded Composite Coatings: Electrodeposited Nickel Dispersions Containing Silicon Micro-and Nanoparticles", *Mater. Chem. Phys.*, 121, 497-505, (2010).
- [40] Sanjabi S. and Shirani A., "The morphology and Corrosion Resistance of Electrodeposited Co-TiO₂ Nanocomposite Coatings," *Mater. Corros.*, 63, 695-702, (2011).
- [41] Spanou S. and Pavlatou E. A., "Pulse Electrodeposition of Ni/Nano -TiO₂ composites: Effect of Pulse Frequency on Deposits Properties". *J. Appl. Electrochem.*, 40, 1325-1336, (2010).
- [42] Schultz H. and Pritzker M. "Modeling the Galvanostatic Pulse and Puls reverse Plating of Nickel-Iron Alloys on a Rotating Disk Electrode", *J. Electrochem. Soc.*, 145, 2033-2042, (1998).
- [43] Giro F., Bedner K., Dhum C., Hoffmann J., Heussler S., Jian L. Kirsh U., Moser H., Saumer M., "Pulsed Electrodeposition of High Aspect-Ratio NiFe Assemblies and its Influence on Spatial Alloy Composition", *Microsyst. Technol.*, 14, 1111-1115, (2008).
- [44] Hu C-C, Bai A., "The Inhibition of Anomalous Codeposition of Iron-Group Alloys Using Cyclic Voltammetry", *J. Electrochem. Soc.* 149, 615-622, (2002).
- [45] Yeh Y.-M., Chen C.-S., Tsai M.-H. Shyng Y.-C., Lee S.-Y. and Ou K.-L. "Effect of Pulse-Reverse Current on Microstructure and Properties of Electroformed Nickel-Iron mold Insert", *Jpn. J. Appl. Phys.*, 44, 1086-1090, (2005).
- [46] Blum W. "The Structure and Properties of Alternately Electrodeposited Metals" *Trans. Amer. Electrochem. Chem. Soc.*, 40, 307-320, (1921).

- [47] Bradley, P. and Landolt D., "A Surface Coverage Model For Pulse-Plating of Binary Alloys Exhibiting a Displacement Reaction", *Electrochim Acta*, 42, 993-1003, (1997).
- [48] Serway, R. A. ve Beichner, R. J., "Fen ve Mühendislik İçin Fizik 2, (Elektrik ve Manyetizma-Işık ve Optik)", *North Carolina State Üniversitesi*, (Çeviri: Prof. Dr. Kemal Çolakoglu), Ankara: Palme Yayıncılık, (2009).
- [49] Jiles, D., *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, USA: Chapman & Hall, (1996).
- [50] Getzlaff, M., "Fundamentals of Magnetism", *Springer*, 2nd Edition, 1-51, (2008).
- [51] Önel A. C., "Manyetik Geçiş Elementiyle Katkılanmış Germanyum Yarı İletkenlerinin Büyütülmesi ve Karakterizasyonu" Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze, (2014).
- [52] AY, F., "Metal İnce Filmlerin ve İyon İmplant Edilen Oksit Alttaşların FMR Tekniği İle İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze, (2012).
- [53] Karaoğlu, B., *Üniversiteler için Fizik*, Ankara: Seçkin Yayınları, (2012).
- [54] Klabunde, K. J., *Nanoscale Materials in Chemistry*, New York: John Wiley & Sons, Inc., (2001).
- [55] Karağaç Ö., "Optimum Doyum Manyetizasyonlu Süperparamanyetik Nanoparçacıkların Sentez, Karakterizasyonu ve Enzim İmbolizasyon Uygulaması", Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2011).
- [56] Şahin T., "Elektrodepozisyon İle Üretilen CoFeCu/Cu Çok Katmanlı Filmlerin, Yapısal, Manyetik ve Manyetodirenç Özellikleri Üzerine L(+) Askorbik Asit ve

Sodyum Hidroksitin Etkisinin İncelenmesi”, Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2014).

- [57] Callister, W.D. and Rethwisch, D.G., *Materials Science and Engineering: An Introduction (8th ed)*, Kentucky, ABD: John Wiley & Sons, (2009).
- [58] Urfa, Y., “Ferromanyetik Yarı İletken CdCr₂S₄ İnce Filmlerinin Kimyasal Banyo Çökertme (CBD) Yöntemiyle Hazırlanması ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, İstanbul, (2014).
- [59] Kittel, C., *Introduction to Solid State Physics*, vol 8, Hoboken: John Wiley & Sons Inc, (2005).
- [60] “Manyetik Maddelerin Sınıflandırılması [Online]”, (22 Mart 2018), www.google.com.tr/amp/slideplayer.biz.tr/amp/2696651/, (2015).
- [61] Serway, R. A. and Beichner, R. J., *Physics For Scientists and Engineers with Modern Physics*, vol 5, yayımlandığı yer: Saunders College Publishing, (2000).
- [62] Djamal, M., and Ramli, “Development of Sensors Based on Giant Magnetoresistance Material”, *Procedia Engineering*, 32, 60-68, (2012).
- [63] Karahan İ. H., “Elektrokimyasal Depolama Yoluyla Elde Edilen Co-Cu Alaşım Filmlerinde Sıcaklığa Bağlı Boyuna Manyetorezistans ve Özdirenç”, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Eğitimi Anabilim Dalı, Erzurum, (1997).
- [64] W., Thomson, “On the Electrodynamical Qualities of Metals: Effects of Magnetization on The Electric Conductivity of Nickel and Iron”, *Proc.Rey.Soc.*, 3, 546-550 (1857).
- [65] Nabiyouni, G., Schwarzacher, W., Rolik, Z. and Bakonyi, I., “Giant magnetoresistance and magnetic properties of electrodeposited Ni-Co-Cu/Cu multilayers”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 253, 77-85, (2002).

- [66] McGuire, T. R. and Potter, R. I., "Transactions on Magnetism", *IEEE* 11, 1018, (1975).
- [67] Putley, E. H., *The Hall Effect and Related Phenomena*, London: Butterworths, (1960).
- [68] Tsymbal, E. Y. and Pettifor D. G., "Perspectives Of Giant Magnetoresistance", In: H. Ehrenreich, F. Spaepen (Editors), *Solid State Physics, Academic Press*, 113-237, (2001).
- [69] Safak, M., Alper, M. and Kockar, H., "Parameters affecting microstructure and magnetoresistance of electrodeposited Co-Cu alloy films", *J. Magn. and Magn. Mat.*, 304, 784, (2006).
- [70] NAZ, M., "Elektrodepozisyon Tekniđiyle Üretilen Ni, NiCu ALAŞIM ve Ni/Cu Süperörgü Filmlerinde Manyetik Direncin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2004).
- [71] Özergin, E., "Elektrodepozisyon Tekniđi İle Büyütölen CoFeCu Filmlerin Yapısal, Manyetik Ve Manyetodirenç Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir (2008).
- [72] Prados, C., Dimitrov, D., V. and Hadjipanayis, G. C., "Effect of Impurity Layers on the Electric Transport Properties of Ni Thin Films", *Physical Review B*, 59 (18), 11882, (1999).
- [73] Morten, B., Prudenziati, M. and De Cicco, G., *Magnetoresistive Thick Film Sensors*, New York: M. Prudenziati Ed. Elviesier, 229 (1994).
- [74] Gambino, R.J., Raja, M.M., Sampath, S. and Greenlaw, R., "Plasma Sprayed Thick-Film Anisotropic Magnetoresistive (AMR) Sensors." *IEEE Sensors Journal*, 14, (764-767), (2004).

- [75] Bakonyi, I., Toth, J., Goualou, L., Becsei, T., Toth-Kadar, E., Schwarzacher, W. and Nabiyouni, G., "Giant Magnetoresistance of Electrodeposited Ni₈₁Cu₁₉/Cu Multilayers", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 149 (4), 195-200, (2002).
- [76] Kittel, C., *Quantum Theory of Solids. 2.Nd Revised Printing*, New York: John Wiley & Sons, 237-248, (1987).
- [77] Barthelemy, A., Fert, A., Contour, J. P., Bowen, M., Cros, V., De Teresa, Hamzic, A., Faini, J. C., George, J. M., Grollier, J., Montaigne, F., Pailloux, F., Petroff, F. and Vouille, C., "Magnetoresistance and spin electronics", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 242-245, 68-76, (2002).
- [78] White, R.L., "Giant Magnetoresistance: a Primer", *IEEE Trans. Magn.*, 28 (5), 2482-2487, (1992).
- [79] Fert, A., Barthelemy, A. and Petroff, F., *Spin transport in magnetic multilayers and tunnel junctions*, In: D.L. Mills and J.A.C. Bland (Editors), *Nanomagnetism Ultrathin Films, Multilayers, and Nanostructures*, Amsterdam:Elsevier B.V., 153-225, (2006).
- [80] O'Handley, R. C., *Modern Magnetic Materials*, New York: John Wiley&Sons, Inc. (2000).
- [81] Parkin, S. S, Bhard, R. and Roche K.P., "Oscillatory Magnetic Exchange Coupling Through Thin Copper Layers" *Phy.Rev.Lett*, 66, 2152, (1991).
- [82] 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, Balıkesir, (2006).
- [83] Demirbaş, Ö., "NiCoFe Filmlerin Elektrodepozisyon Tekniği İle Üretimi ve Depozisyon Parametrelerinin Karakterizasyona Etkisi", Yüksek Lisans Tezi, , Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2008).

- [84] Skoog A., Holler F. J., Nieman T. A., (Çevirenler: Kılıç E., Köseoğlu F., Yılmaz H.), *Principles of Instrumental Analysis*, Fifth Edition, Saunders College Publishing: Florida, (1998).
- [85] Kuru H., “Elektrodepozisyonla Sentezlenen NiFe alaşım ve NiFeCu/Cu Süperörgülerin Yapısal, Manyetik ve Magnetotransport Karakterizasyonu”, Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2009).
- [86] “Taramalı Elektron mikroskobu (SEM) Nasıl Çalışır? Ne İşe Yarar? [online]”, (20.03.2018), <http://www.taek.gov.tr/malzeme-teknolojisi/595-taramali-elektron-mikroskobu-sem-nasil-calisir.html>, (14.09.2009).
- [87] Karaağaç Ö., “CoCu Alaşım Fimlerin Elektrodepozisyonu, Yapısal ve Manyetik Özellikleri Üzerine Depozisyon Parametrelerin Etkisinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2007).
- [88] Skoog A., Holler F. J., Nieman T. A., (Çeviri editörleri: Kılıç E., Köseoğlu F., Yılmaz H.), *Fundamentals of Analytical Chemistry (Seventh Edition)*, Saunders College Publishing: Florida, (1996).
- [89] İleri Teknoloji Araş. Uygulama Mrkz. Müd., “SEM-Taramalı Elektron Mikroskobu [online]”, (24 Mayıs 2018), https://www.selcuk.edu.tr/ileri_arge/birim/web/sayfa/ayrinti/5874/tr, (2014).
- [90] Çölmekçi S., “Ni/Cu Çok Katmanlı İnce Filmlerin Püskürtme Tekniğiyle Üretilmesi Ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2016).
- [91] Gündüz, E., *Modern Fiziğe Giriş*, İzmir: Yayın evi, (1989).
- [92] Kittel, C., *Katıhal Fiziğine Giriş*, İngilizce 6. Baskıdan çeviri, (Türkçesi: Karaoğlu B.), İstanbul: Güven Kitap Yayın Dağıtım Ltd. Şti., (1996).

- [93] Cullity, B. D., *Elements of X-Ray Diffraction (2. ed.)*, London: Addison-Wesley, 555, (1978).
- [94] Vincenzo A., Cavallotti P.L., “Growth modes of electrodeposited cobalt”, *Electrochimica Acta*, 49 (24), 4079-4089, (2004).
- [95] R., Jenkins, R., L., Snyder, *Introduction to X- ray Powder Diffractometry*, 89-91, John Wiley & Sons Inc., (1996).
- [96] Foner, S., “The Review of Scientific Instruments”, *The Review Of Scientific Instruments*, 30, 548-551, (1959).
- [97] Kaya Ş. Ve Kurnaz S., “Titreşimli Numune Manyetometresi (VSM), [online]”, (20.03.2018), <http://merlab.kastamonu.edu.tr/cihaz/titresimli-numune-manyetometresi-vsm/>, (2017).
- [98] Spinu, L., “Magnetometry Measurements [online]”, (20.03.2018), https://www.lakeshore.com/Documents/MagneticsMagazine_MagnetometryMeasurements.pdf, (2013).
- [99] MicroSense, “Vibrating Sample Magnetometer (VSM) [online]”, (20.03.2018), <http://www.microsense.net/products-vsm.html>, (2018).
- [100] Köçkar H., *Magnetic Material Production Using a Novel Rotating Cryostat and Structural Analysis*, Ph. D. Thesis, University of Wales Cardiff, Cardiff, (1998).
- [101] Çöktüren E., “Ferromanyetik Filmlerde Oluşan Yüzey Manyetik Anizotropisinin Numerik Çözümlemesi”, Yüksek Lisans, Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Tekirdağ, (2008).
- [102] Alper, M., “Ferromanyetik Süperörgüler [online]”, (20.03.2018), <http://maycalistaylari.comu.edu.tr/calistay2008/sunumlar/danisman/murselalper2.pdf>, (2008).

- [103] Hacıismailoğlu, M., Alper, M. "Effect of Electrolyte pH and Cu Concentration On Microstructure of Electrodeposited Ni–Cu Alloy Films", *Surface & Coatings Technology* 206, 1430–1438, (2011).
- [104] Alper, M., BAYKUL, M. C., Peter, L., Toth J. and Bakonyi, I., "Preparation and characterisation of electrodeposited Ni–Cu/Cu Multilayers" *Journal of Applied Electrochemistry*, 34, 841–848, (2004).
- [105] Bradley P., Roy, S. and Landolt D, "Pulse-Plating of Copper–Nickel Alloys From a Sulfamate Solution", *Journal of the Electrochemical Society*, 92, 4015 (1996).
- [106] Kuru, H., Koçkar, H., and Alper, M., " Giant Magnetoresistance (GMR) Behavior of Electrodeposited NiFe/Cu Multilayers: Dependence of non-Magnetic and Magnetic Layer Thicknesses", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 444, 132-139, (2017).
- [107] Peter, L., Cziráki, A., Pogany L., Kupay Z., Bakonyi, I., Uhlemann, M., Herrich, M, Arnold, B., Bauer, T. and Wetzig, K., "Microstructure and giant magnetoresistance of electrodeposited Co–Cu/Cu multilayers", *J. Electrochem Soc*, 148, 168–176, (2001).
- [108] Bakonyi, I., Peter, L., "Electrodeposited Multilayer Films With Giant Magnetoresistance (GMR): Progress and problems" *Progress in Materials Science* 55, 107-245, (2010).