

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



**BİRİKTİRME ORANI VE DÖNER ALT TABAKA HIZININ,
PÜSKÜRTME METODUYLA ÜRETİLEN FeCrNiCd ALAŞIM
İNCE FİMLERİNİN YAPISAL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİ
ÜZERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖZGÜR ŞENTÜRK

BALIKESİR, MAYIS- 2019

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



**BİRİKTİRME ORANI VE DÖNER ALT TABAKA HIZININ,
PÜSKÜRTME METODUYLA ÜRETİLEN FeCrNiCd ALAŞIM
İNCE FİMLERİNİN YAPISAL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİ
ÜZERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖZGÜR ŞENTÜRK

Jüri Üyeleri: Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR (Tez Danışmanı)
Prof. Dr. Muhitdin AHMETOĞLU
Doç. Dr. Hilal Kuru

BALIKESİR, MAYIS - 2019

KABUL VE ONAY SAYFASI

Özgür ŞENTÜRK tarafından hazırlanan “**BİRİKTİRME ORANI VE DÖNER ALT TABAKA HIZININ, PÜSKÜRTME METODUYLA ÜRETİLEN FeCrNiCd ALAŞIM İNCE FİMLERİNİN YAPISAL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ**” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 28.05.2019 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği / ~~oy çokluğu~~ ile Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü FİZİK ANABİLİM DALI YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

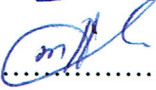
Jüri Üyeleri

İmza

Danışman
Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR



Üye
Prof. Dr. Muhitdin AHMETOĞLU



Üye
Doç. Dr. Hilal KURU



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 çalışması Balıkesir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından 2018/107 nolu proje ile desteklenmiştir.

ÖZET

BİRİKTİRME ORANI VE DÖNER ALT TABAKA HIZININ, PÜSKÜRTME METODUYLA ÜRETİLEN FeCrNiCd ALAŞIM İNCE FİLMLERİNİN YAPISAL VE MANYETİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖZGÜR ŞENTÜRK

BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK BÖLÜMÜ

(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. HAKAN KÖÇKAR)

(EŞ DANIŞMAN: DOÇ. DR. ALİ KARPUZ)

BALIKESİR, MAYIS - 2019

Bu çalışmada, , FeNiCrCd ince filmler DC magnetron püskürtme tekniği ile esnek polimer asetat alt tabaka üzerine biriktirildi. İnce filmler farklı biriktirme oranlarında (0.02, 0.04, 0.06 ve 0.08 nm/s) ve alt tabakanın farklı dönüş hızlarında (0, 15, 30 ve 45 rpm) ayrı ayrı üretildiler. Biriktirme oranının ve alt tabaka dönüş hızının ince filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri üzerinde etkileri incelendi.

Biriktirme oranının artırılması (0.02, 0.04, 0.06 ve 0.08 nm/s) ile ince filmlerin atomik içeriklerinde Fe %2.1 kadar azaldı ve Cd %4.6 kadar arttı. Ni ve Cr içerikleri de ~%2 kadar değişti. İnce filmlerin yapısal analizlerinde hcp ve bcc tespit edildi. Biriktirme oranının artışı ile bcc yapıdaki (110) ve (200) piklerinin şiddetleri azalırken hcp (101) pikinin şiddeti arttı. İnce filmlerin tanecik boyutları biriktirme oranının artması ile birlikte 40.1 nm'den 23.4 nm'e kadar azalış gösterdi. Depozisyon oranının artması ve tanecik boyutunun azalması ile daha parlak filmler elde edildi. Film düzlemine paralel yapılan manyetik ölçümlere göre, depozisyon oranının artmasıyla ince filmlerin doyum manyetizasyonları, M_s 1030 emu/cm³'den 217 emu/cm³'e kadar ve koersivite, H_c değerleri 11 Oe'den 2 Oe'e kadar azaldı.

Elementel analizlere göre alt tabaka dönüş hızlarının artırılmasıyla (0, 15, 30 ve 45 rpm) ince filmlerin atomik içeriklerinde Fe miktarı %26.8'den %22.9 değerine kadar azalırken Cd içeriği %50.0'den %57.5'ye kadar arttı. Ni ve Cr içeriklerinin de ~%2 kadar değiştikleri bulundu. İnce filmlerin kristal yapılarının bcc olduğu gözlemlendi ve dönüş hızının artışıyla (110) ve (200) piklerinin şiddetleri azaldı. Film yüzeyine paralel yapılan manyetik ölçümler ince filmlerin M_s değerlerinin alt tabaka dönüş hızının artması ile 780 emu/cm³'den 332 emu/cm³'e azaldığını ve H_c değerlerinin 6 Oe'den 10 Oe'e arttığını gösterdi. Tüm ince filmlerin manyetik kolay eksen yönelimlerinin şekil anizotropisinden dolayı film yüzeyine paralel olduğu ve ince filmlerin yumuşak manyetik malzeme özellikleri gösterdiği belirlendi.

ANAHTAR KELİMELELER: FeCrNiCd alaşımlar, manyetik ince filmler, püskürtme tekniği

ABSTRACT

INVESTIGATION OF STRUCTURAL AND MAGNETIC PROPERTIES OF FeCrNiCd ALLOY THIN FILMS

**PRODUCED BY SPUTTERING TECHNIQUE:
DEPOSITION RATE AND ROTATION SPEED OF SUBSTRATE**

MSC THESIS

ÖZGÜR ŞENTÜRK

BALIKESİR UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

DEPARTMENT OF PHYSICS

(SUPERVISOR: PROF.DR. HAKAN KOÇKAR)

(CO-SUPERVISOR: ASSOC. PROF.DR. ALI KARPUZ)

BALIKESİR, MAY 2019

In this study, the FeNiCrCd thin films were deposited on a flexible polymer acetate substrate using a DC magnetron sputtering technique. Thin films were produced at different deposition rates (0.02, 0.04, 0.06 and 0.08 nm/s) and the different rotation speeds of the substrate (0, 15, 30 and 45 rpm), respectively. The effects of deposition rate and substrate rotation speed on the structural and magnetic properties of thin films were investigated.

It was found that Fe content decreased by 2.1% and Cd content increased by 4.6% with increasing deposition rate (0.02, 0.04, 0.06 ve 0.08 nm/s). Ni and Cr contents were also changed by ~2%. A combination of hcp and bcc were observed in crystal structural analysis. The intensity of the bcc (110) and (200) peaks decreased while the intensity of hcp (101) peak increased with the increase of deposition rate. Also, the brighter films were obtained when the grain size decreased and the deposition rate increased. To the magnetic measurements parallel to the film plane, the saturation magnetization, M_s decreased from 1030 emu/cm³ to 217 emu/cm³ and coercivity, H_c decreased from 11 Oe to 2 Oe with increasing deposition rate.

According to compositional analysis, Fe atomic contents decreased from 26.8% to 22.9% while Cd atomic content increased from 50.0% to 57.5% with the increase of rotation speed (0, 15, 30 ve 45 rpm). Ni and Cr atomic contents in the thin films changed almost by ~2%. The crystal structure of all thin films was observed to be bcc and the intensity of (110) and (200) peaks decreased with the increase of rotation speed. And, the grain size of thin films increased from 25 nm to 51 nm as the substrate rotation speed increased. The surface roughness of the thin films decreased when the substrate rotation speed increased. Magnetic analysis performed parallel to the film plane displayed that the M_s values decreased from 780 emu/cm³ to 322 emu/cm³ by the substrate rotation speed increased and the H_c values increased from 6 Oe to 10 Oe. For all thin films, it is also seen that the magnetic easy axes were in the film plane due to the shape anisotropy and all thin films show the characteristics of soft magnetic material.

KEYWORDS: FeCrNiCd alloys, magnetic thin films, sputtering technique

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ	v
TABLO LİSTESİ	vii
SEMBOLE LİSTESİ	viii
ÖNSÖZ	ix
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL BİLGİLER	6
2.1 Kristal Yapı Çeşitliliği ile Kristal ve Amorf Yapılar	6
2.2 Kristal Sistemleri	7
2.2.1 Yüzey Merkezli Kübik Yapı.....	7
2.2.2 Hacim Merkezli Kübik Yapı.....	8
2.2.3 Hegzagonal Yapı.....	8
2.3 Manyetizmanın temel kavramları.....	9
2.4 Malzemelerin Manyetik Çeşitliliği.....	12
2.4.1 Diyamanyetizma	12
2.4.2 Paramanyetizma.....	14
2.4.3 Ferromanyetizma	16
2.5 Histeresis (Manyetizasyon) çevrimi	19
2.6 Histeresis Eğrilerine göre Ferromanyetik Sınıflandırma.....	21
2.7 İnce Film Üretim Teknolojileri	22
2.7.1 Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemleri	25
2.7.2 Püskürtme Sistemleri	32
3. DENEYSEL TEKNİKLER	36
3.1 DC Püskürtme Sisteminin Yapısı ve Film Üretimi	36
3.1.1 Üretim Laboratuvarı ve malzeme hazırlığı.....	40
3.1.2 Yüksek Vakum Ortamının Oluşturulması	41
3.1.3 Plazma Ortamının Oluşması	43
3.1.4 İnce Film Üretimi.....	43
3.1.5 İnce Film Muhafaza Alanı	45
3.2 İnce Film Karakterizasyon Teknikleri.....	45
3.2.1 X-ışını Difraksiyon (XRD) Tekniği.....	45
3.2.2 Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES)	48
3.2.3 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	48
3.2.4 Enerji Ayrılmalı X-ışını Spektroskopisi (EDX)	50
3.2.5 Titreşimli Numune Manyetometresi (VSM).....	50
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	53
4.1 Hedef Malzeme Elementel Analizi	53
4.2 Farklı Birikim Hızlarında Üretilen FeNiCrCd Filmler.....	54
4.2.1 Filmlerin Elementel Analizi.....	55
4.2.2 Yapısal Karakterizasyon	56
4.2.3 Filmlerin Manyetizasyon Analizi	59
4.3 Farklı Döner Alt Tabaka Hızlarında Üretilen FeNiCrCd Filmler	65
4.3.1 Filmlerin elementel analizi	66
4.3.2 Yapısal Karakterizasyon	68
4.3.3 Filmlerin Manyetizasyon Analizi	71

5. SONUÇ.....	76
6. KAYNAKLAR.....	80

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1: a) Kristal (düzenli) yapıda ve b) amorf (düzensiz) yapıda bulunan maddelerin atom dizilimleri [16].....	6
Şekil 2.2: Yüzey merkezli kübik yapıya ait üç farklı gösterim [18].....	7
Şekil 2.3: Hacim merkezli kübik yapıya ait üç farklı gösterim [18].	8
Şekil 2.4: a) Hegzagonal (altıgen) kristal yapının yandan gösterimi b) Hegzagonal (altıgen) kristal yapının üstten gösterimi [18].	9
Şekil 2.5: a) Elektronun yörüngesel manyetik momenti b) Elektronun spin manyetik momenti.....	10
Şekil 2.6: Diyamanyetik malzememin manyetik dipol momentleri; a) Manyetik alan yokluğunda, b) Manyetik alan uygulandığında c) Manyetik alanın varlığı kaldırıldığında, Diyamanyetik malzeme içerisinde manyetik dipol momentlerin dizilimleri [23].....	13
Şekil 2.7: a) Diyamanyetik alınganlık ile manyetik alan şiddetine bağlı değişim grafiği, b) Diyamanyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı değişim grafiği. 14	
Şekil 2.8: Paramanyetik malzeme içerisinde manyetik dipol momentlerin dizilimleri; a)Manyetik alan uygulanmadan önce, b) Manyetik alan uygulandığında, c) Uygulanan manyetik alan ortamdanda kaldırıldığında [23].	15
Şekil 2.9: Paramanyetik malzemelerin manyetik alınganlık değerinin; a) Manyetik alan şiddetine bağlı grafiği b) sıcaklığa bağlı değişimine bağlı grafiği. 15	
Şekil 2.10: a) Dış manyetik alan yokluğunda manyetik dipol momentler b) Dışarıdan manyetik alan uygulandığında manyetik momentler c) Dış manyetik alan etkisi kaldırıldığında manyetik dipol momentler.....	16
Şekil 2.11: Ferromanyetik malzemelerin sıcaklık artışına ve kritik sıcaklık (T_c) değerine bağlı a) Manyetizasyon grafiği, b) Manyetik alınganlık grafiği.	17
Şekil 2.12: Antiferromanyetik malzemeye ait manyetik moment dizilimi.....	18
Şekil 2.13: Ferromanyetik bir malzemenin Histeresis eğrisi.....	20
Şekil 2.14: a) Sert manyetik malzeme histeresis eğrisi b) Yumuşak manyetik malzeme histeresis eğrisi.....	22
Şekil 2.15: İnce film kaplama yöntemleri [41].....	24
Şekil 2.16: İyon demeti destekli püskürtme sistemi [44].	25
Şekil 2.17: Magnetron püskürtme yöntemi ile alt tabaka yüzeyine film biriktirme [56].	29
Şekil 2.19: Film film yüzeyi kaplama şematik görünümü a) Isıl buharlaştırma metodu b) Püskürtme metodu.	30
Şekil 2.20: Radyo frekanslı (RF) püskürtme sistemi [48].	33
Şekil 2.21: a) Manyetik alanın magnetron yüzeyinin manyetik alan çizgileri ile oluşturulmuş üst görüntü şeması, b) magnetron içerisine konumlandırılmış mıknatıs sistemi ve oluşan manyetik alanın yan görüntü şeması [60].....	35
Şekil 3.1: DC magnetron püskürtme sistemi ve bu sisteme ait temel bileşenler.	37
Şekil 3.2: DC magnetron püskürtme sisteminin film üretim alanı olan vakum hacmi şeması.	39

Şekil 3.3: DC magnetron püskürtme sistemi ile şematik olarak ince film üretimi..	44
Şekil 3.4 : a) İnce film üretiminden hemen önce hedef malzeme görüntüsü b) İnce film üretiminin ardından hedef malzeme görüntüsü.	44
Şekil 3.5 : Kristal düzlem üzerine gelen ve yansıyan X-ışınları.....	46
Şekil 3.6 : a) XRD cihazında sırasıyla elektron tabancası-numune görünümü, b) XRD cihazında sırasıyla numune- ışın detektörü görünümü, (Bruker, D8 Advance with Davinci Design for XRD ² , Birleşik Krallık).....	47
Şekil 3.7 : Elektron demeti ile örnek etkileşimi sırasında gerçekleşen elektron ve X-ışını saçılmaları.	49
Şekil 3.8 : Titreşimli Numune Manyetometresi (VSM) cihazı.....	51
Şekil 4.1 : Yüzeyine film biriktirilen asetat alt tabaka ve biriktirme oranlarının 0.02 nm/s ve 0.08 nm/s aralığındaki artışına bağlı olarak filmlerin XRD desenleri.	58
Şekil 4.2 : FeNiCrCd alaşım ince filmlerinin a) 0.02, b) 0.04, c) 0.06, d) 0.08 nm/s biriktirme oranlarında üretilen ince filmlerin ve e) asetat alt tabakanın SEM görüntüleri.	59
Şekil 4.3 : Dış manyetik alanın yüzey düzlemine paralel (//) uygulandığı VSM ölçümlerinde biriktirme oranının 0.02 nm/s'den 0.08 nm/s'ye artışına bağlı olarak ince filmlerin Histeresis grafiği.....	60
Şekil 4.4 : Dış manyetik alanın yüzey düzlemine paralel (//) uygulandığı VSM ölçümlerinde biriktirme oranının 0.02 nm/s'den 0.08 nm/s'ye artışına bağlı olarak ince filmlerin Manyetizasyon (M_s) ve Koersivite (O_e) değerleri.....	62
Şekil 4.5 : Dış manyetik alanın yüzey düzlemine dik (\perp) uygulandığı VSM ölçümlerinde biriktirme oranının 0.02 nm/s'den 0.08 nm/s'ye artışına bağlı olarak ince filmlerin Histeresis grafiği.....	63
Şekil 4.6 : Biriktirme oranının 0.6 nm/s olduğu FeNiCrCd ince filminin yüzey düzlemine paralel (//) ve yüzey düzlemine dik (\perp) manyetizasyon ölçümlerine göre kolay ve zor eksen histeresis eğrisi.	64
Şekil 4.7 : Biriktirme oranının 0.02 nm/s, 0.04 nm/s, 0.06 nm/s, 0.08 nm/s olduğu FeNiCrCd ince filmlerine ait manyetik alanın yüzey düzlemine dik uygulanması sonucunda elde edilen doyum manyetizasyonu ve koersivite Eğrileri.	65
Şekil 4.8 : Yüzeyine film biriktirilen asetat alt tabakanın ve 0 rpm, 15 rpm, 30 rpm, 45 rpm alt tabaka dönüş hızlarındaki FeNiCrCd ince filmlerinin XRD desenleri.	69
Şekil 4.9 : FeNiCrCd alaşım ince filmlere ait (a) 0 rpm, (b) 15 rpm, (c) 30 rpm ve (d) 45 rpm alt tabaka dönüş hızlarında 200 nm ölçekli SEM görüntüleri.	70
Şekil 4.10 : Alt tabaka dönüş hızlarının artışına bağlı olarak dış manyetik alanın yüzey düzlemine paralel uygulanması ile ince filmlerinin Histeresis eğrileri.	72
Şekil 4.11 : Alt tabaka dönüş hızlarının 0, 15, 30, 45 rpm şeklinde artmasına bağlı olarak ince filmlerin yüzey düzleminde paralel uygulanan dış manyetik alan altında doyum manyetizasyonu (M_s) ve koersivite (H_c) değeri değişimleri.	73
Şekil 4.12 : Alt tabaka dönüş hızının 0 rpm olduğu FeNiCrCd ince filminin yüzey düzlemine paralel (//) ve yüzey düzlemine dik (\perp) manyetizasyon ölçümlerine göre kolay ve zor eksen histeresis eğrisi.	74

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 2.1: Isıl buharlaştırma işlemi ve Püskürtme işlemi karşılaştırması.	30
Tablo 2.2: Püskürtme işleminde kullanılan metal, alaşım kaynakları ve kaynakların uygulama alanları [46].....	31
Tablo 4.1 : Farklı birikim hızlarında üretilen filmlerin üretim parametreleri.	54
Tablo 4.2 : Biriktirme oranı artışına bağlı olarak içerik analizi.	55
Tablo 4.3 : Dış manyetik alanın yüzey düzlemine dik (\perp) uygulandığı VSM ölçümlerinde biriktirme oranının 0.02 nm/s'den 0.08 nm/s'ye artışına bağlı olarak ince filmlerin manyetizasyon (M_s) ve koersivite (Oe) değerleri.	63
Tablo 4.4 : Farklı dönüş hızlarında üretilen filmlerin üretim parametreleri.	66
Tablo 4.5 : Farklı döner alt tabaka hızlarında üretilen filmlerin elementel analiz sonuçları.	66
Tablo 4.6: İnce filmlerin 0.04, 0.05, 0.06 nm/s biriktirme oranlarında elde edilen atomik içerikleri.	68
Tablo 4.7: DC magnetron püskürtme sistemi ile FeNiCrCd hedef malzemesinden üretilen ince filmlerin üretim parametreleri, yapısal ve manyetik analiz sonuçları.	75

SEMBOL LİSTESİ

Fe	: Demir
Ni	: Nikel
Cr	: Krom
Cd	: Kadmiyum
FBB	: Fiziksel Buhar Biriktirme
M	: Manyetizasyon
H	: Manyetik alan şiddeti
χ	: Alınganlık
V	: Hacim
ϕ	: Manyetik akı
μ	: Manyetik geçirgenlik
μ_0	: Boşluğun manyetik geçirgenliği
K	: Kelvin
T_C	: Curie sıcaklığı
T	: Mutlak sıcaklık
<i>m</i>	: Manyetik moment
<i>e</i>	: Elektronun yükü
<i>m_e</i>	: Elektronun kütlesi
<i>m_p</i>	: Protonun kütlesi
<i>m_n</i>	: Nötronun kütlesi
M_s	: Doyum manyetizasyonu
M_r	: Kalıcı manyetizasyon
H_c	: Koersivite
DC	: Doğru akım
RF	: Radyo frekans
kV	: Kilovolt
μm	: Mikrometre
mbar	: Milibar
mA	: Miliamper
nm	: Nanometre
Å	: Angstrom
d	: Kristal düzlemleri arasındaki uzaklık
θ	: Bragg açısı
2θ	: Difraksiyon açısı
λ	: X-ışını dalga boyu
n	: Yansıma mertebesi, değerlik elektron sayısı
t	: Tane büyüklüğü
kOe	: Kiloörsted
sccm	: dakikada standart santimetreküp (standart cubic centimeter)
rpm	: Dakikadaki Devir/Yenilenme (revolution per minute)

ÖNSÖZ

Tez çalışmalarım boyunca birlikte çalışmaktan onur ve mutluluk duyduğum, çalışmalarımı engin bilgi birikimi ve tecrübesiyle yönlendiren danışmanım Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR'a gösterdiği ilgi ve yardımları için çok teşekkür ederim.

Bu çalışma süresince üretilen filmlerin analizlerinin yapılmasında, SEM ve EDX analizleri için Konya Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji, Araştırma ve Uygulama Merkezi'ne, XRD analizleri için Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi'ne, ayrıca, yapısal analizlerin gerçekleştirilmesi ve diğer çalışmalarımı gerçekleştirirken katkılarından dolayı eş danışmanım Doç.Dr. Ali KARPUZ'a teşekkürü bir borç bilirim.

Tez Çalışmam süresince bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan, manyetik analizlerin yapılması sürecinde yardımlarını esirgemeyen ve en önemlisi yüksek motivasyonu ile bana destek olan Doç. Dr. Öznur KARAAĞAÇ'a, elde edilen analizlerin yorumlanması sürecinde bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan Doç.Dr. Hilal KURU'ya, diğer tüm çalışmalarım sırasında bilgi ve tecrübelerini esirgmeden benimle paylaşan öğretim görevlisi Mehmet UÇKUN'a ayrı ayrı teşekkür ederim.

Bu çalışmaya BAP 2018/107 no'lu proje ile destek olan Balıkesir Üniversitesi Araştırma Projeleri Birimi'ne ve Fiziksel Buhar Biriktirme Sistemi ile Titreşimli Numune Manyetometre sistemlerinin alınmasına 2005K120170'nolu proje ile destek olan Devlet Planlama Teşkilatı'na teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışmamın deneysel süreci başta olmak üzere her zaman yanımda olan ve bana desteğini esirgemeyen çalışma arkadaşım Nadir KAPLAN'a katkılarından dolayı çok teşekkür ederim. Çalışmalarım sürecinde yanımda olan ve beni motive eden sevgili arkadaşlarım Tuğba BÜRHAN ve Caner HASIRCI'ya teşekkür ederim.

Her zaman yanımda olan ve beni hayatım boyunca destekleyen, bugüne kadar her türlü fedakârlıkları için annem, babam ve kardeşime teşekkürü bir borç bilirim.

Balıkesir, 2019

Özgür ŞENTÜRK

1. GİRİŞ

Geçmişten günümüze kadarki süreç içerisinde bilimsel arařtırmalarda ve üretim teknolojilerindeki ilerleyiş dikkate alındığında son yüzyılda pozitif yönde inanılmaz bir deęişimin olduęu fark edilmektedir. Bu deęişim, bilim insanlarının yeni bakış açıları kazanmaları ile başlamıştır. Bunun sonucunda teknolojik uygulamalarda fark edilebilir bir sıçrama ortaya çıkmıştır. 1959 yılında Richard Feynman'ın Kaliforniya Teknoloji Enstitüsü'nde fizik topluluęuna yaptıęı “*There's Plenty of Room at the Bottom*” başlıklı konuşmasında nanometre boyutlarında yapılacak arařtırmaların getirebileceęi mükemmel sonuçlardan bahsetmiştir. Bu konuşmanın nanometre düzeyinde yapılacak arařtırmalar için kıvılcım olduęu söylenebilir [1]. Bu konuşmanın ardından bilim insanları için malzemelerin en küçük yapılarını geliştirebilecekleri bir arařtırma alanı ortaya çıktı.

Herhangi bir malzemenin bölünerek ya da atomik bileşenlerinin yeniden dizilmesi ile malzemeyi oluşturan üç boyuttan birinin nanometre mertebesinde (bir metrenin milyarda biri, 10^{-9} m) olması ile nanomalzeme elde edilir. Arařtırmaların sistemli ve doęru şekilde sürdürülebilmesi için ilk olarak, arařtırmalarda güvenilirlięi yüksek araç ve gereçler üzerine çalışıldı. Nanometre boyutlarında analiz ve görüntüleme işlemlerinin yapılabilmesi için 80'li yıllarda taramalı tünellemeli mikroskobu ve atomik kuvvet mikroskobu gibi önemli mikroskopların üretilmesi ile nanoteknoloji alanında çalışmaların popüler hâle getirildięi söylenebilir. 90'lı yıllarda keşfedilen karbon nanotüpler sundukları eşsiz özellikleriyle nanoteknoloji uygulamalarında dünya çapında ön plana çıkmıştır. 2000'li yıllar itibari ile birçok ülke tarafından nanoteknoloji alanında yapılan bilimsel arařtırmalara önem verilerek arařtırmaların desteklenmesiyle teknolojik gelişmeler hız kazanmıştır.

Malzemelerin nanoboyutlarda üretilmeleri ve incelenmeleri farklı yöntem teknikleriyle mümkündür. Bu teknikler iki temel gruba ayrılır. Bunlar; yukarıdan aşağıya (top-down) ve aşağıdan yukarıya (bottom-up) şeklindedir. Makro ya da mikro boyutlara sahip malzemelerin parçalanarak nanometrik boyutlarda elde edilmesi yukarıdan aşağıya ve malzemenin uygun bir ortamda atomik yapılarının birleştirilmesi ile nano yapıların elde edilmesi aşağıdan yukarıya büyütme olarak ifade edilir.

Malzemelerin incelemesinde nanoboyutlara inildiğinde yüzey/hacim oranının artması ve kuantum etkilerinin baskın hâle gelmesi sonucu malzemeye ait farklı optik, elektriksel ve manyetik özellikler ortaya çıkmaktadır. Bunun yanında malzemelerin nanometre boyutlarında üretilmeleri ile enerji tüketiminde büyük avantajlar sağlanmaktadır. Teknolojik ürünler geliştirildikçe enerji ihtiyacının artması da kaçınılmaz bir sonuçtur. Nanomalzemelerin enerji açısından verimliliği zaman içerisinde ispatlanmıştır [2].

Malzemeler üzerine yapılan araştırmalar genellikle malzemelerin var olan fiziksel ve kimyasal niteliklerini geliştirmek ayrıca bu özellikleri kullanışlı hâle getirerek teknolojiye katkı sağlanması üzerinedir. Malzemelerin birbirleri ile gösterdikleri etkileşimler sonucunda görülebilen bir etki de kutuplaşma (elektriksel, manyetik vb.) olayıdır. Nanometre boyutlarında yapılan araştırmalar kutuplaşma gibi fiziksel özelliklerin sebeplerinin açıklanmasında bilim insanlarına fırsatlar sunmuştur. Malzemelerin manyetik özellikleri, elementi oluşturan atomların yörünge ve elektron spin hareketlerinden kaynaklanmaktadır. Maddeler manyetik alınganlığa sahiptirler. Bu alınganlık malzemedeki elektronların yörünge yapısı ve elektron miktarına bağlı olarak farklı şiddetlere sahiptir. Malzemeler manyetik olarak üç temel grupta ele alınırlar. Bunlar diyamanyetik, paramanyetik ve ferromanyetik malzemelerdir. Manyetik malzemeler ve alaşımları, enerji üretimi ve veri depolama da dâhil olmak üzere farklı alanlarda birçok uygulamaları nedeniyle önemli malzemelerdir [3]. Malzemelerin oluşturdukları alaşımların manyetik özellikleri birbirleri arasında yaptıkları bağlar ve oluşturdukları geometrik dizilimlerden kısacası malzemelerin yapısal etkileşimlerinden kaynaklı olarak farklı özellikler sergileyebilirler. Ortaya çıkan yeni manyetik özellikler sıcaklık, madde miktarı, yüzey morfolojisi gibi çeşitli etkenlere de bağlılık gösterebilir.

Manyetik malzemeler, nanometre kalınlığında film tabaka olarak üretilmektedir. Film tabakaları 100 nm ve altında kalınlığa sahip olduklarında ince film olarak adlandırılır. Manyetik ince filmlerin nanometre kalınlıklarında üretilmeleriyle yeni ve özgün özellikler göstermeleri kullanım alanlarını oldukça genişletmiştir. Piyasada kullanılan sabit diskler başta olmak üzere birçok bilgi depolama teknolojisinde alaşım malzemelerden meydana getirilen manyetik ince filmler kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra elektromanyetik sistemlerin (elektrik motorları, jeneratörler, manyetik kayıt cihazları vb.) birçoğunda özellikle düşük enerji

tüketimi ve yer tasarrufu sağlanması açısından manyetik ince filmlere verilen önem gün geçtikçe artmaktadır [4-6].

Çalışmanın konusu kapsamında üretilmiş olan manyetik ince filmler demir (Fe), nikel (Ni), krom (Cr) ve kadmiyum (Cd) elementlerinin alaşımından oluşmaktadır. Bilindiği üzere Fe ve Ni elementleri yüksek mıknatıslanma değerlerine sahip olduklarından birçok manyetik alaşımın üretiminde kullanılmaktadır. Bunun yanında Fe, Ni, Cr gibi malzemelerden farklı alaşımlar oluşturularak çelik üretimi sağlanmaktadır. Belirli oranlarda FeNiCr alaşımından östenitik paslanmaz çelik elde edilmektedir [7]. Nikel, krom alaşımları mikro elektronik ve mekanik sistemlerde (MEMS) direnç malzemesi olarak kullanılmaktadır [8]. Kadmiyum elementi sülfür (S) ile birleştirildiğinde n tipi yarı iletken olarak kullanılan kadmiyum sülfür (CdS) bileşiği elde edilir. Kadmiyum sülfür filmleri, yüksek elektriksel geçirgenliği ve düşük direnci nedeniyle güneş pili uygulamalarında sıklıkla araştırılmıştır [9]. CdTe / CdS ince filmleri ile güneş pili üretiminde yüksek verim elde edildiğinden beri ince film teknolojileri ile güneş pilleri üzerine yoğun çalışmalar gerçekleştirilmiştir [10, 11]. Son yıllarda boyut etkisi ve geniş kullanım alanından dolayı nanoteknoloji uygulamalarında kadmiyum alaşımlı ince filmler sıklıkla araştırılmaktadır [12, 13]. Kadmiyum alaşımları optik ve elektriksel özellikleri ile güneş pili hücreleri, foto-detektör ve ışığa duyarlı uygulamalarda da ön plana çıkmaktadır [14, 15]. Kadmiyum tek başına diyamanyetik özellik sergilemektedir. Ayrıca, sıklıkla araştırılan Cd bileşiği olan CdS ise paramanyetik özellik göstermektedir [9]. Ferromanyetik Fe, Ni, ve Co elementlerine kıyasla; kadmiyum ve alaşımlarının özellikleri üzerine yapılan çalışmalarda, konunun manyetik özellikler olduğu çalışma sayısının az olduğu görülmüştür. Literatürde Fe, Ni, Cr malzemelerinin ve alaşımlarının manyetik özelliklerine bağlı birçok araştırma bulunmaktadır. Ancak gerçekleştirilen literatür taramalarında FeNiCrCd dörtlü alaşımı ile ilgili yapılan bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu çalışma kapsamında dörtlü FeNiCrCd alaşım ince filmleri farklı üretim parametreleriyle üretildi. Filmlerin manyetik özellikleri araştırılarak elde edilen veriler incelendi. Literatürde yer alan FeNiCr alaşımlarının manyetik özellikleri ile bu çalışmada üretilen FeNiCrCd alaşımının manyetik özellikleri tartışılarak değerlendirildi. Elde edilen sonuçların ışığında ileri teknoloji uygulamalarda kullanılmak üzere alternatif malzeme geliştirilmesi ve bilimsel araştırmalara katkı sağlanması amaçlanmıştır.

Bu tez çalışmasının konusunu oluşturan manyetik ince filmler fiziksel buhar biriktirme yöntemlerinden doğru akım magnetron püskürtme tekniği kullanılarak üretildi. İnce film üretim teknolojilerinde doğru akım magnetron püskürtme tekniği; üretilebilecek malzeme çeşitliliğinin zengin olması, sağladığı yüksek biriktirme hızı, alt tabaka yüzeyine güçlü yapışma sağlanabilmesi, üretimin yüksek vakum ortamında gerçekleştirilmesi ve üretim aşamasında değişkenlerin kontrol edilebilir olması ile ince film üretiminde ön plana çıkan bir tekniktir. Doğru akım magnetron püskürtme tekniği ve çalışma prensibi bölüm 2 ve 3'te detaylı şekilde açıklandı.

Bu tez kapsamında FeNiCrCd içerikli alaşım bir kaynak malzemedan DC magnetron püskürtme tekniği kullanılarak alaşım ince filmler biriktirildi. Filmler farklı biriktirme hızı ve farklı alt tabaka dönüş hızlarında üretildiler. Bu çalışma kapsamında püskürtme tekniğinin iki önemli üretim parametresi olan biriktirme hızı ve alt tabaka dönüş hızı parametrelerinin üretilen ince filmler üzerinde yapısal ve manyetik etkileri araştırıldı. Bu çalışmada alt tabaka olarak polimer bir malzeme olan ticari asetat kâğıdı tercih edildi. Alt tabakanın kristal yapı analizleri film üretiminden önce yapılarak alt tabakanın amorf yapıda olduğu belirlendi. İlk olarak polimer bir alt tabaka yüzeyine 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 nm/s değerlerine sahip farklı biriktirme hızlarıyla dört ince film biriktirildi. Daha sonra ortalama biriktirme hızı hesaplandı ve 0.05 nm/s biriktirme hızında alt tabakanın dönüş hızları sırasıyla 0, 15, 30, 45 rpm olacak şekilde dört ince film daha üretildi. Filmlerin tamamı 50 nm kalınlığa sahip olacak şekilde oda sıcaklığında ve sabit basınç değerinde biriktirildi. İnce filmlerin elementel analizleri enerji ayırmalı X-ışını spektroskopisi (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDX) ile incelendi. Filmlerin yapısal özellikleri X-ışını difraksiyonu (X-ray Diffraction, XRD), yüzey morfolojisi incelemeleri taramalı elektron mikroskobu ile (Scanning Electron Microscopy, SEM) yapıldı. İnce filmlerin dış manyetik alana bağlı olarak manyetik analizleri titreşimli numune manyetometresi (Vibrating Samples Magnetometer, VSM) tekniği kullanılarak yapıldı. Üretilen ince filmlerin biriktirme oranına ve döner alt tabaka hızına bağlı yapısal ve manyetik özellikleri araştırılarak kendi içlerinde birbirleri ile karşılaştırıldı.

Bu tez beş ana bölümden oluşmuştur. İlk bölümde nanometre boyutlarında malzemeler ile nanoteknolojinin genel tanımı ve kısaca tarihsel süreci, tezin yazılma amacı ve kapsamı yer almaktadır. İkinci bölümü oluşturan kuramsal bilgiler bu tez çalışması hakkında gerekli olan temel bilgileri bulundurmaktadır. Kuramsal bilgiler

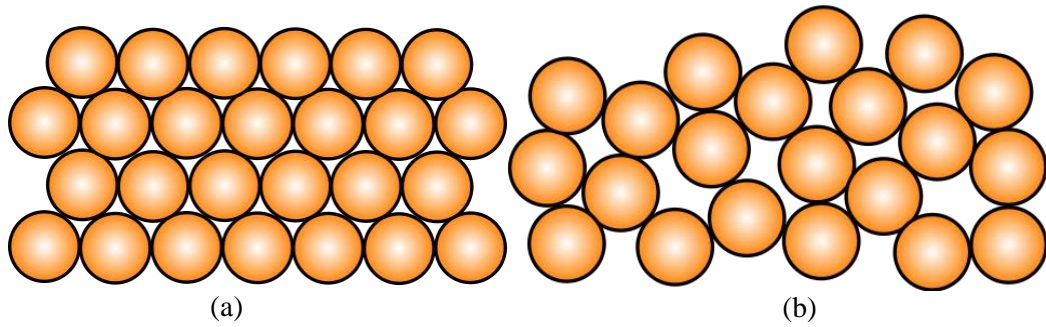
bölümünde kristal sistemler, manyetizma, manyetik malzemelerin sınıflandırılması ve ince film üretim teknikleri ele alınmıştır. Deneysel teknikler bölümünde ince filmlerin üretimlerinin gerçekleştirildiği doğru akım magnetron püskürtme tekniği ve üretim sonrasında yapılan analiz yöntemleri bulunmaktadır. Dördüncü bölümde bulgular ve tartışma bölümünde yapılan analiz verileri paylaşılmış ve üretilen filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri birbirleri ile karşılaştırılarak tartışılmıştır. Beşinci bölüm olan Sonuç bölümünde tezin araştırma amacı ve kapsamına bağlı olarak elde edilen bulgular literatürden edinilen bilgiler ışığında değerlendirilmiştir.

2. KURAMSAL BİLGİLER

2.1 Kristal Yapı Çeşitliliği ile Kristal ve Amorf Yapılar

Doğada yedi farklı ana kristal sistemi bulunmaktadır. Kristal sistemler; Kübik, Hegzagonal, Rombohedral, Tetragonal, Ortorombik, Monoklinik, Triklirik olarak sınıflandırılmaktadır. Kristal sistemlerde atomların birbirleriyle oluşturdukları geometrik dizimlere bağlı olarak toplamda on dört adet bravais kafes yapısı bulunmaktadır. Bravais kafes yapıları; temel yapı, hacim merkezli yapı, yüzey merkezli yapı, taban merkezli yapı olacak şekilde kristal yapı sistemleri içerisinde sınıflandırılmaktadır.

Doğada her malzeme, atomların belirli bir düzende ya da düzensiz bir karmaşa halinde atomik bağ kuvvetleri tarafından bir arada tutulmalarıyla oluşmaktadır. Malzeme içerisinde atom ya da moleküllerin düzensiz dizimleriyle oluşturdukları yapılar amorf olarak adlandırılmaktadır. Amorf yapıları oluşturan atomların dizimlerinde periyodik bir düzen bulunmamakla birlikte taneciklerin yayılımları da genellikle homojen değildir. Periyodik bir düzene sahip yapılar bir bütün halinde kristal yapı olarak isimlendirilmektedir. Malzemeler bölgesel olarak bir bölge amorf ve bir bölge kristal şeklinde oluşabilecekleri gibi yalnızca düzenli yapıya sahip malzemeler de bulunmaktadır. Maddeleri oluşturan taneciklerin kristal (düzenli) ve amorf (düzensiz) yapılarda dizimleri Şekil 2.1’de [16] gösterilmiştir.



Şekil 2.1: a) Kristal (düzenli) yapıda ve b) amorf (düzensiz) yapıda bulunan maddelerin atom dizimleri [16].

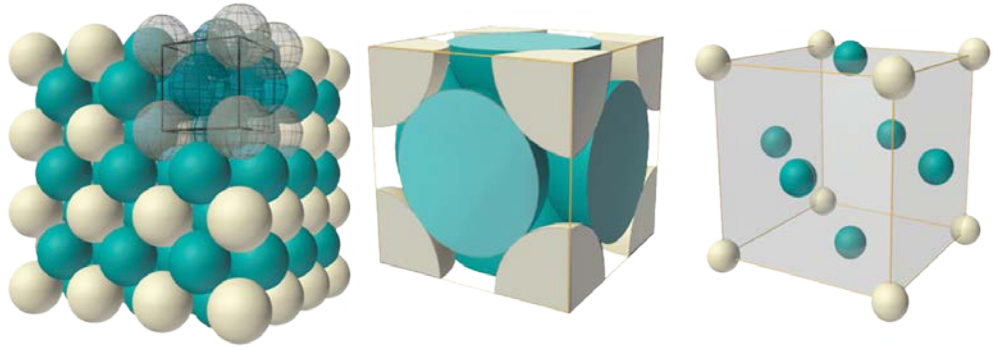
Kristal yapılar, farklı atomların birbirleriyle oluşturdukları atomik bağların özelliklerine bağlı olarak farklı geometrik dizilimlerde olabilirler. Tek kristal yapıda bulunan bir malzeme için en küçük geometrik dizilimin oluşturduğu basit hücre Bravais Hücresi (Birim Hücre) olarak tanımlanmaktadır. Birim Hücre oluşumunda atom veya atom gruplarının buldukları noktalara kafes noktaları denir [17].

2.2 Kristal Sistemleri

Tabiatta yedi farklı kristal sistemi ve bu kristal sistemlerinin temelinde farklı on dört kafes yapısı yer almaktadır [17]. Bu çalışmada gözlenen yapılar; yüzey merkezli, hacim merkezli ve hegzagonal kristal yapılarıdır.

2.2.1 Yüzey Merkezli Kübik Yapı

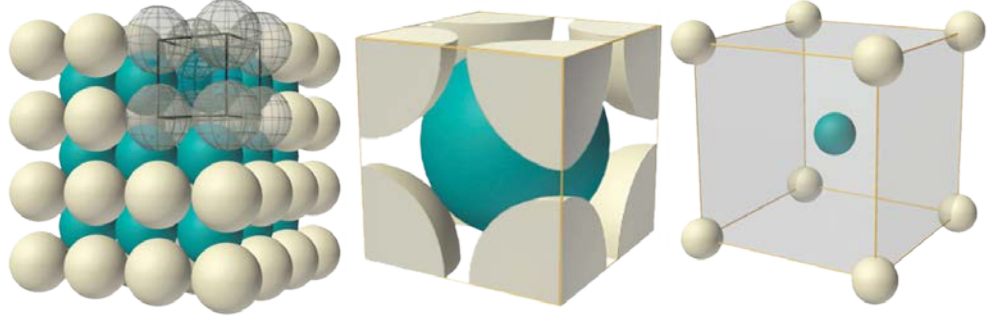
Yüzey merkezli kübik yapı (Face Centered Cubic, FCC) köşelerinde ve yüzeylerinde atom dizilimlerinin olduğu küp şeklindeki yapılardır. Yüzey merkezli kübik yapı Şekil 2.2' de sunulmuştur. Şekilde gösterildiği gibi köşelerde bulunan her atomun sekizde biri ve altı yüzeyin her birinde bulunan her atomun yarısı küp içinde kalmaktadır. Yüzey merkezli kübik yapı içerisinde toplam dört adet atom yer almaktadır. Yüzey merkezli kübik yapı içerisinde yer alan atom hacimleri baz alındığında bu kübik yapının doluluk oranı %74'tür. Bu çalışmada yer alan Nikel metali yüzey merkezli kübik yapıya sahiptir.



Şekil 2.2: Yüzey merkezli kübik yapıya ait üç farklı gösterim [18].

2.2.2 Hacim Merkezli Kübik Yapı

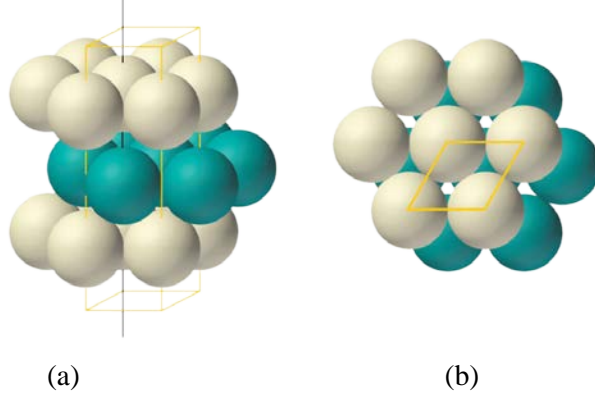
Hacim merkezli kübik yapı (Body Centered Cubic, BCC) Şekil 2.3' de görüldüğü gibi köşelerinde bulunan her atomun sekinde biri küp içerisinde kalacak şekilde sekiz atom ve küp merkezinde bir tam atom bulunmaktadır. Kübik yapı içerisinde kalan toplam iki atom bulunmaktadır. Kübik yapı içerisinde kalan atom hacmi baz alındığında yapının doluluk oranı %68'dir. Bu çalışmada yer alan demir ve krom metalleri hacim merkezli kübik yapıya sahiptirler.



Şekil 2.3: Hacim merkezli kübik yapıya ait üç farklı gösterim [18].

2.2.3 Hegzagonal Yapı

Hegzagonal yapılar (Hexagonal Close Packet, HCP) altıgen prizma şeklinde oluşmaktadır. Hegzagonal yapı, Şekil 2.4' de gösterildiği gibi köşelerde bulunan on iki atomun her birinin altında biri yapı içerisinde kalmaktadır. Üst ve alt yüzeylerde bulunan iki atomun yarı kısımları yapı içerisinde bulunmaktadır. Birim hücrenin ortasında ise üç adet atom bulunmaktadır. Toplam olarak hegzagonal yapı içerisinde altı atom bulunmaktadır dolayısıyla yer alan atomlar, yapının %74'ünü oluşturmaktadırlar. Bu çalışmada kullanılan kadmiyum metali hegzagonal yapıya sahiptir.



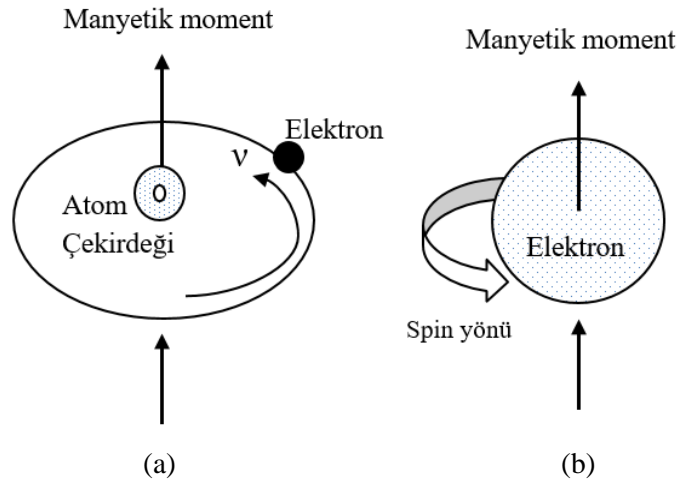
Şekil 2.4: a) Hegzagonal (altıgen) kristal yapının yandan gösterimi
b) Hegzagonal (altıgen) kristal yapının üstten gösterimi [18].

2.3 Manyetizmanın temel kavramları

Manyetik etki, elektrik yüklü parçacıkların hareketlerinden kaynaklanmaktadır. Ampere'in ortaya koyduğu bir yaklaşıma göre, kapalı bir devrede hareket halinde bulunan elektriksel parçacıklar ortamda bir değişime sebep olur. Değişimin gerçekleştiği bu ortam manyetik alan olarak isimlendirilir. Manyetik alanın şiddeti (\vec{H}) ile ifade edilir. Manyetik alana duyarlı olan maddeler dış manyetik alan (\vec{B}_0) ile etkileşimde bulunarak mıknatıslanma (\vec{M}) durumu gösterirler. Akım taşıyan bir bobinin oluşturduğu manyetik alanda ortamın tepkisi manyetik akı yoğunluğu (B)'dur. 1 m^2 lik alanda 1 Weber'lik manyetik akının oluşturduğu manyetik akı yoğunluğu 1 Tesla' dır. Manyetik malzemelerin mıknatıslanma özelliklerine göre sınıflandırılmaları malzemelerin manyetik geçirgenliklerine (μ) bağlı olarak belirlenir. Boşluğun manyetik geçirgenliği (μ_0) ile ifade edilir. Uygulanan dış manyetik alan ile manyetik alan şiddeti arasındaki ilişki denklem 2.1'de verilmiştir [19].

$$\vec{B}_0 = \mu_0 \vec{H} \quad (2.1)$$

Manyetizma yalnızca malzeme etrafında değil malzeme içerisinde de etki göstermektedir. Negatif elektriksel yüke sahip elektronlar çekirdek etrafında yörüngesel hareket yapmakta ve aynı zamanda kendi eksenlerinde yaptıkları açısall hareket sonucu spin özelliği göstermektedirler. Elektronların açısall hareketleri sonucunda atomik manyetik moment oluşmaktadır. Elektronun çekirdek etrafında yaptığı yörüngesel hareketi bir akım halkası olarak düşünüldüğünde elektrondan kaynaklı yörüngesel manyetik moment (a) ve elektronun spin özelliğinden kaynaklanan spin manyetik momentini (b) Şekil 2.5’ de gösterildiği gibi olmaktadır.



Şekil 2.5: a) Elektronun yörüngesel manyetik momentini
b) Elektronun spin manyetik momentini.

Yörüngesel hareketten dolayı elektronun sahip olduğu manyetik moment değeri denklem 2.2’de gösterilen;

$$\vec{\mu}_{\text{Yörünge}} = I \cdot \vec{A} \quad (2.2)$$

ifade kullanılarak hesaplandığında;

$$\vec{\mu}_{\text{Yörünge}} = \mathbf{I} \cdot \vec{A} = \left(-\frac{e}{2m_e}\right) \vec{L}_{\text{Yörünge}} \quad (2.3)$$

şeklinde tanımlanabilir. Burada \vec{A} elektronun dolandığı yörünge alan vektörü, m_e elektron kütlesi, $\vec{L}_{\text{Yörünge}}$ elektronun yörünge açısasal momentum vektörüdür.

Elektronun spin özelliğinden dolayı sahip olduğu manyetik moment değeri;

$$\vec{\mu}_{\text{Spin}} = \frac{e}{m_e} \vec{L}_{\text{Spin}} \quad (2.4)$$

olarak hesaplanır. Elektronun toplam manyetik momenti spin ve yörünge manyetik momentlerinin toplamıdır. Elektronun toplam manyetik moment denklem 2.5'de gösterilmiştir. Zıt yönde dolanım sergileyen iki elektronun yörünge manyetik momentleri de vektörel olarak birbirine zıttır. Elektronların yörüngelerindeki dolanım yönlerinin zıt olması manyetik moment yönlerinin birbirilerini etkisiz hale getirmelerine sebep olabilir. Doğada birçok malzemenin toplam manyetik momenti sıfırdır ya da önemsiz bir değere sahiptir. Bu durumun oluşmasının nedeni elektronların yörünge manyetik momentlerinin birbirlerini etkisiz hale getirmeleridir.

$$\vec{\mu}_T = \vec{\mu}_{\text{Yörünge}} + \vec{\mu}_{\text{Spin}} \quad (2.5)$$

Manyetik malzemelerin mıknatıslanma özelliği Manyetizasyon (\vec{M}) vektörü ile ifade edilir. Manyetizasyon; bir malzemenin sahip olduğu manyetik momentlerinin (μ) birim hacim (V) başına düşen miktarı ile ifade edilir. Manyetizasyon değeri denklem 2.6'de verildiği şekilde hesaplanmaktadır.

$$\vec{M} = \frac{\mu}{V} \quad (2.6)$$

Manyetik malzemeler dış bir manyetik alana maruz kaldıklarında dış manyetik alan ile etkileşime girerler. Bu etkileşimde dışarıdan maddeye uygulanan bir manyetik alan olduğunda madde bu etkiye karşılık bir tepki meydana getirir. Bu tepki manyetik akı yoğunluğu (\vec{B}) ile ifade edilir. Bu etkileşimde mıknatıslanma (\vec{M}), dış manyetik alan şiddeti (\vec{H}) ve manyetik akı yoğunluğu (\vec{B}) arasındaki ilişki denklem 2.7’de verilmiştir.

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{M} + \vec{H}) \quad (2.7)$$

Bu denklemde μ ortamın manyetik geçirgenliğini temsil etmektedir ve bu değer boşluk için $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ H/M}$ ‘dir. Manyetik malzemeler sınıflandırılırken manyetik alınganlık ya da manyetik geçirgenlik değerleri göz önüne alınır. Malzemenin manyetik alınganlığı;

$$\chi = \frac{\vec{M}}{\vec{H}} \quad (2.8)$$

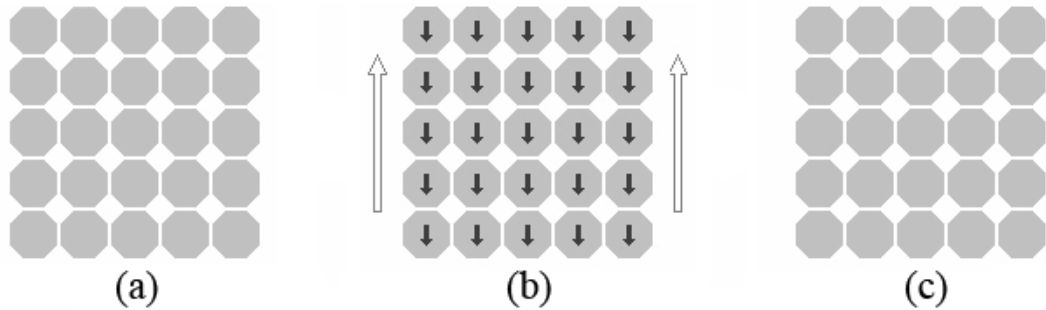
denklemiyle verilir. Manyetik alınganlık malzemenin mıknatıslanma yeteneği olarak değerlendirilebilir. Manyetik alınganlık birimi olmayan bir büyüklüktür. Manyetik alınganlık malzemenin mıknatıslanma yeteneği olarak değerlendirilebilir.

2.4 Malzemelerin Manyetik Çeşitliliği

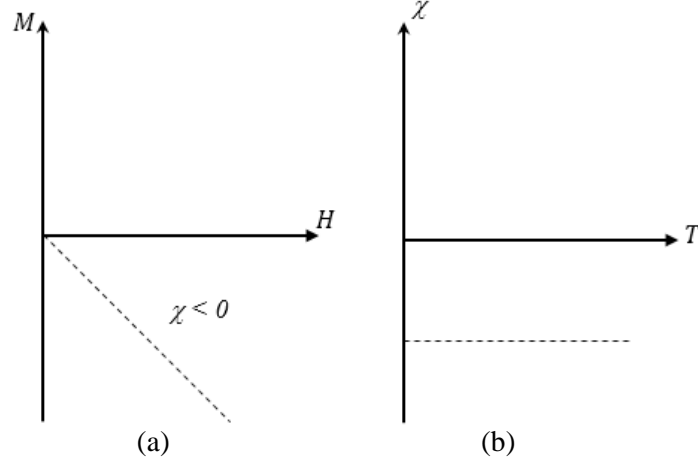
2.4.1 Diyamanyetizma

Tüm atomlar diyamanyetik alınganlığa sahiptir ve tüm malzemeler diyamanyetik özellik göstermektedirler [20]. Diyamanyetik alınganlık elektron spin manyetik momentlerinden bağımsız olduğundan dolayı yalnızca diyamanyetik özellik gösteren malzemeler çiftlenmemiş elektronlara sahip değillerdir. Bu yüzden dış

manyetik alan etkisi olmadığı sürece atomik manyetik momentleri sıfıra eşittir. Malzeme içeriğindeki elektronların spin manyetik momentlerinden kaynaklanan manyetik alınganlıkları diyamanyetik alınganlıklarından daha yüksek değerlere sahiptir. Bu sebeple son yörüngesinde çiftlenmemiş elektron bulunduran atomların diyamanyetik alınganlıkları göz ardı edilebilir. Katı malzemeler için diyamanyetik alınganlık SI birim sisteminde, $\chi \cong -10^{-5}$ gibi küçük bir değere sahiptir. Ayrıca diyamanyetik etki sıcaklıktan bağımsızdır [21]. Manyetik alana maruz bırakılan diyamanyetik malzemeler zıt yönde manyetizasyon göstermektedirler. Bu nedenle Diyamanyetik alınganlık negatif yöneline sahiptir. Diyamanyetik bir malzemenin dış manyetik alana maruz bırakılmasından hemen önce, manyetik alan etkisinde ve dış manyetik alanın etkisinin kaldırılması durumunda manyetik momentlerinde gözlenen değişimler Şekil 2.6'da sunulmuştur. Diyamanyetik alınganlığın dış manyetik alana (a) ve sıcaklığa (b) bağlı grafikleri Şekil 2.7'de gösterilmiştir. Bakır, altın gibi malzemeler diyamanyetik malzemelere örnek olmakla birlikte bu çalışmada kullanılan kadmiyum elementi de bu sınıfta bulunmaktadır [22].



Şekil 2.6: Diyamanyetik malzeme içerisinde manyetik dipol momentlerin dizilimleri [23].
a) Manyetik alan yokluğunda,
b) Manyetik alan uygulandığında
c) Manyetik alanın varlığı kaldırıldığında,

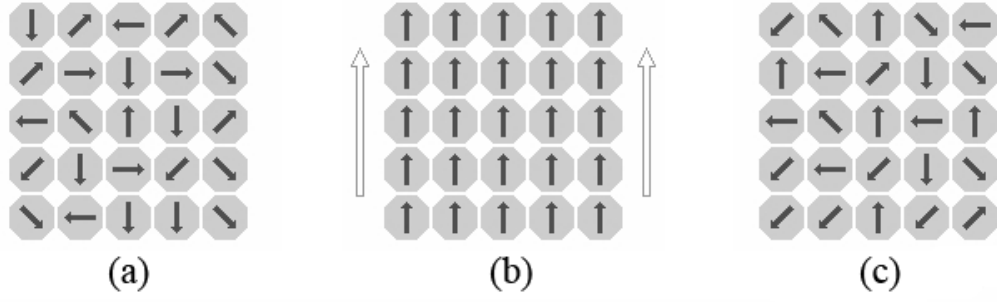


Şekil 2.7: a) Diyamanyetik alınganlık ile manyetik alan şiddetine bağlı değişim grafiği, b) Diyamanyetik alınganlığın sıcaklığa bağlı değişim grafiği.

2.4.2 Paramanyetizma

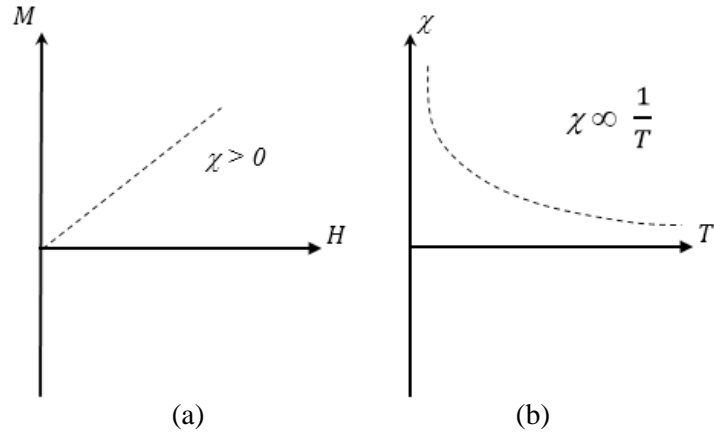
Paramanyetik malzemede her bir atomda elektron spin hareketlerinden kaynaklanan rastgele yönelimlere sahip net dipol momentler bulunur. Fakat toplam malzeme hacmi değerlendirildiğinde malzemenin net dipol momenti sıfırdır. Bu sebeple malzeme her hangi bir dış manyetik alan etkisinde olmadığında malzemenin mıknatıslanması sıfırdır [24].

Paramanyetik malzemeler için alınganlık 10^{-5} ile 10^2 değerleri aralığındadır [25]. Manyetik alan etkisinde bir paramanyetik malzeme pozitif alınganlık gösterir. Dış manyetik alan şiddetinin etkisi ile malzeme içerisinde manyetik momentler dış manyetik alan ile aynı yönde dizilim sağlayarak malzemenin tamamında net bir manyetik dipol moment oluşturur. Bu nedenle dışarıdan manyetik alan uygulandığında paramanyetik malzemeler manyetik özellik göstererek mıknatıslanırlar. Manyetik alan ortamdaki kaldırıldığı andan itibaren paramanyetik malzemenin örgü içerisindeki manyetik momentleri yeniden rasgele dizilim sergiler. Dışarıdan etki eden manyetik alan kaldırıldığında malzemenin mıknatıslık özelliği son bulur. Şekil 2.8’de paramanyetik malzemelerin dış manyetik alan etkisi olmadığında (a), dış manyetik alan etkisinde (b) ve manyetik alan kaldırıldığında (c) manyetik dipol moment dizilimleri gösterilmiştir.



Şekil 2.8: Paramanyetik malzeme içerisinde manyetik dipol momentlerin dizilimleri;
a) Manyetik alan uygulanmadan önce,
b) Manyetik alan uygulandığında,
c) Uygulanan manyetik alan ortamdandan kaldırıldığında [23].

Paramanyetik alınganlık manyetik alandan lineer ve pozitif olarak etkilenmektedir. Paramanyetizmanın doyuma ulaşması yüksek dış manyetik alan ve düşük sıcaklık ile orantılıdır [26]. Paramanyetik malzemelerde uygulanan manyetik alana bağlı manyetik alınganlığın grafiği Şekil 2.9 (a) ve paramanyetik alınganlığın sıcaklıkla olan ilişkisi Şekil 2.9 (b)'de verilmiştir.

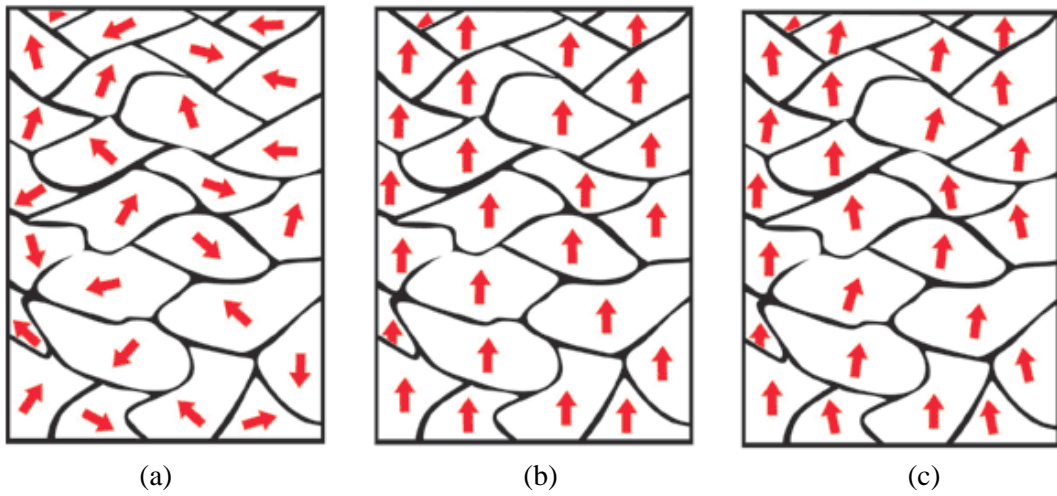


Şekil 2.9: Paramanyetik malzemelerin manyetik alınganlık değerinin;
a) Manyetik alan şiddetine bağlı grafiği
b) sıcaklığa bağlı değişimine bağlı grafiği.

2.4.3 Ferromanyetizma

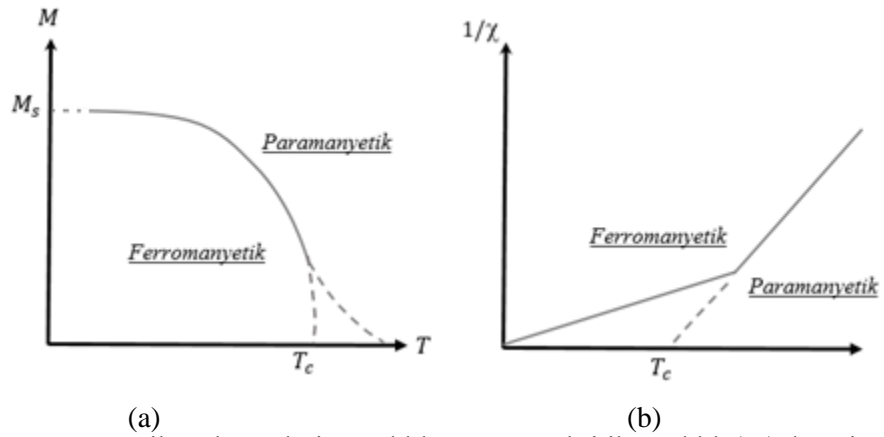
Ferromanyetik malzemelerin atomları, yörünge manyetik momentlerinin yanı sıra elektron spin özelliğinden kaynaklı net spin manyetik momentlerine de sahiptirler. Her atom toplam da net manyetik momente sahiptir. Ferromanyetik malzemelerin alınganlıkları pozitif yönde ve $\chi = 50 - 10^5$ aralığında bir değer alırlar [27]. Ferromanyetik malzemeler domain bölgelerinden oluşmaktadır. Domain bölgesi içerisinde bulunan atomların manyetik dipol momentleri birbirlerinin yönelimlerini etkiler. Buna göre her bir moment bir diğer komşusu ile yakın doğrultuda paralel yönelime sahiptir. Ferromanyetik malzemelerde atomik manyetik momentler farklı yönelimlere sahip olsalar da tüm momentler etkileşim halindedirler. Her dipol moment komşu dipol ile güçlü etkileşim halinde olduğundan malzeme kendiliğinden manyetizasyona sahip olmaktadır [28, 29].

Ferromanyetik malzeme bir dış manyetik alan etkisinde kaldığında malzeme içerisindeki tüm manyetik momentler manyetik alana paralel şekilde dizilirler. Malzeme, doyum manyetizasyonuna ulaştığı durumda tek bir domain bölgesinden oluşmaktadır. Şekil 2.10'da ferromanyetik bir malzemenin dış manyetik alan etkisinde olmadığı (a), dış manyetik alan etkisiyle doyuma ulaştığı (b) ve dış manyetik alanın ortamdaki kaldırıldığı (c) zamana ait domain bölgelerinde var olan manyetik dipol momentleri verilmiştir. Şekil 2.10 (b)'de görüldüğü gibi doyum noktası malzemenin tamamının mıknatıslanmış olduğu noktadır.



Şekil 2.10: a) Dış manyetik alan yokluğunda manyetik dipol momentler
b) Dışarıdan manyetik alan uygulandığında manyetik momentler
c) Dış manyetik alan etkisi kaldırıldığında manyetik dipol momentler.

Ferromanyetik malzemelerde manyetizasyon, uygulanan dış manyetik alan şiddeti ve sıcaklığa bağlı olarak değişir. Şekil 2.11 (a)'da ferromanyetik malzemenin manyetizasyon eğrisi sıcaklığa bağlı olarak verilmiştir. Ferromanyetik malzemelerde manyetik alınganlığın sıcaklık ile değişimi Curie-Weiss kuramı ile açıklanmaktadır. Bu kurama göre ferromanyetik malzemelerde sıcaklık arttıkça mıknatıslanma azalır ve belli bir değerde mıknatıslanma sıfır olur. Bu sıcaklık değeri Curie Sıcaklığı (T_c) olarak adlandırılmıştır [30]. Bu sıcaklığın üzerinde manyetizma tekrar artış gösterir fakat bu değerden sonra ferromanyetik malzeme paramanyetik özellik göstermektedir [31]. Curie Sıcaklığı ve ferromanyetik alınganlık arasındaki bağlantı Şekil 2.11 (b)'de gösterilmiştir.



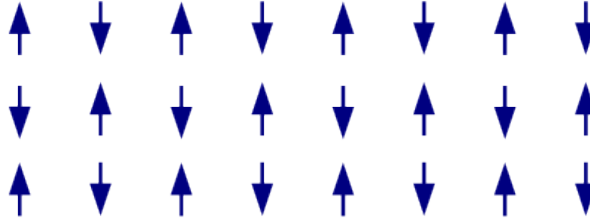
Şekil 2.11: Ferromanyetik malzemelerin sıcaklık artışına ve kritik sıcaklık (T_c) değerine bağlı a) Manyetizasyon grafiği, b) Manyetik alınganlık grafiği.

Ferromanyetik malzemelere Demir (Fe), Nikel (Ni), Cobalt (Co) ve bunların alaşımları örnek verilebilir. Ferromanyetik malzemeler manyetik özelliklerine bağlı olarak antiferromanyetik ve ferrimanyetik şeklinde gruplandırılırlar.

2.4.3.1 Antiferromanyetizma ve Ferrimanyetizma

Antiferromanyetik malzemeler yapısal olarak iki farklı manyetik örgü sisteminin karışımı olarak düşünülebilir. Ferromanyetik malzemelerde manyetik momentler paralel dizim, eş yön ve eş büyüklüklere sahipken antiferromanyetik

malzemelerde manyetik momentler Şekil 2.12’de gösterildiği gibi paralel dizim, eş büyüklük fakat zıt yönelimlere sahiptirler [32].



Şekil 2.12: Antiferromanyetik malzemeye ait manyetik moment dizilimi.

Antiferromanyetik malzemelerin manyetik moment dizilimlerine bakıldığında her bir atom için var olan manyetik momentler eş büyüklükte ve zıt yönde eşlenerek toplam manyetik momenti sıfırlamaktadır. Bu özelliğinden dolayı bu malzemelere antiferromanyetik denir [33].

Manyetik alan uygulandığında antiferromanyetik malzeme içerisindeki atomik manyetik momentlerin dizilimleri manyetik alana paralel fakat zıt yönlü olmaktadır. Ferromanyetik malzemeler gibi yüksek pozitif alınganlığa sahiptirler. Antiferromanyetik malzemeler Neel Sıcaklığı sınırlayıcı bir noktadır. Bu malzemeler Neel Sıcaklığının altında antiferromanyetik özellik gösterirken Neel Sıcaklığı üzerinde paramanyetik özellik gösterir [30,32]. İyonik bileşiklerin çoğu (oksitler, sülfatlar vb.) ve bazı elementler (Cr, Mn vb.) [28]. antiferromanyetik özellik göstermektedirler. Bu çalışmada kullanılan Krom elementi de antiferromanyetik özelliğe sahiptir.

Ferrimanyetik maddeler, antiferromanyetik malzemelere benzer şekilde atomik manyetik moment dizilimine sahiptirler. Manyetik moment dizilimleri zıt yönlü fakat farklı büyüklüklerde bulunur. Manyetik momentlerin farklı büyüklüklere sahip olmaları net manyetik momentin oluşumuna sebep olmaktadır. Ferrimanyetik malzemeler, net manyetik momentlere sahip olduklarından dolayı ferromanyetik malzemelerde olduğu gibi kendiliğinden mıknatıslanma gösterirler [25,26,34,35].

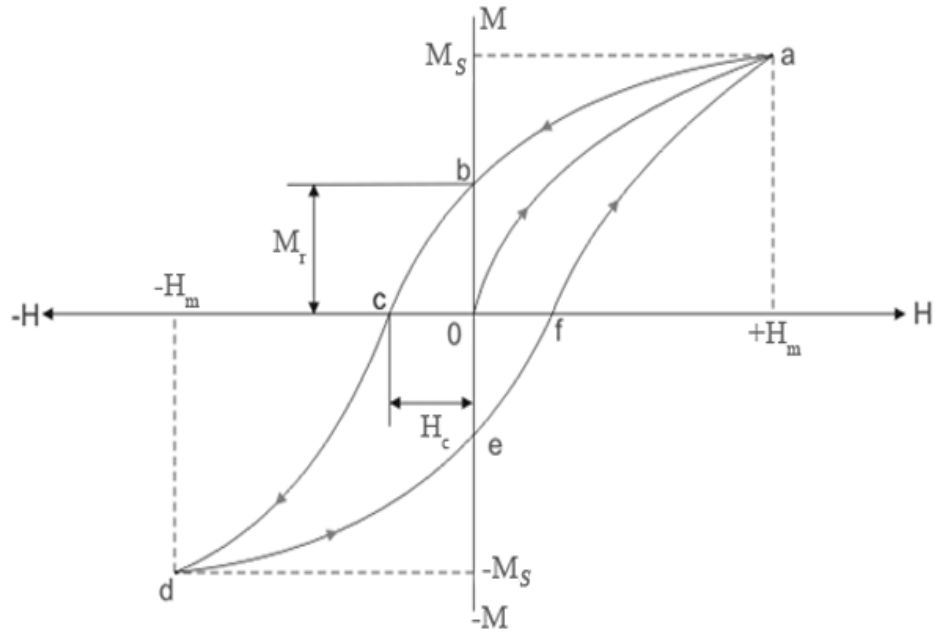
2.5 Histeresis (Manyetizasyon) çevrimi

Ferromanyetik malzemelerde, paramanyetik ve diyamanyetik malzemelerde olduğu gibi manyetik alan şiddetine bağlı manyetizasyon değişimi lineer şekilde gerçekleşmemektedir. Ferromanyetik malzemelerin manyetik özellikleri histeresis eğrisi oluşturularak açıklanmaktadır. Histeresis eğrisinde dış manyetik alana (\vec{H}) bağlı malzemenin manyetizasyon (\vec{M}) değişimi ifade edilmektedir. Histeresis eğrisi malzeme içerisinde, dış manyetik alana paralel yönelmiş manyetik momentlerin bir göstergesi olarak düşünülebilir. Ferromanyetik malzemeler manyetik moment dizilimlerine bağlı olarak incelendiklerinde tüm malzemenin moment bölgelerinden oluştuğu görülmüştür [32, 28]. Her bölge farklı yönelimlere sahip manyetik momentlerden oluşur ve her bir bölgeye domain adı verilir. Bölgeler birbirlerinden domain duvarları ile ayrılırlar. Histeresis eğrisinin oluşumunun temel nedeni domain duvar hareketleri olmakla birlikte dolaylı olarak malzemedeki farklı atom grupları, boşluklar, malzeme de gözlenen çatlaklar gibi kusurlar histeresis eğrisini etkilemektedir.

Ferromanyetik malzemeler birçok farklı sektörde geniş bir kullanım alanına sahiptir. Ferromanyetik malzemelere sahip alaşımların gösterdikleri yeni manyetik özelliklerin yanı sıra bu malzemenin hangi alanlarda kullanıma uygun bir olduğu hakkında bilgi edinmemizde histeresis eğrisinin önemli bir etkisi vardır. Histeresis eğrisinin oluşturulabilmesi ve doğru yorumlanabilmesi ferromanyetik malzemenin tanımlanabilmesinde önemli rol oynar. Örneğin transformator çekirdekleri için gerekli olan yüksek geçirgenlik ve düşük histeresis kaybı, elektrik enerjisinin dönüşümünü daha verimli hale getirmektedir [19]. Histeresis eğrisi örneği Şekil 2.13' de gösterilmiştir.

Ferromanyetik bir malzemenin ilk durumdaki manyetizasyon özelliği sıfır kabul edildiğinde (Şekil 2.13 – 0) ve düzgün bir manyetik alana konulduğunda Şekil 2.10 (b)'de görüldüğü gibi malzeme içerisindeki manyetik momentlerin yönelimleri dış manyetik alana paralel bir dizilim oluşturur. Bu aşamada malzemenin domain duvarları ortadan kalkarak malzeme tek domainli bir yapı halini alır (Şekil 2.13, 0→a). Tek domainden oluşan bu yapı mıknatıslanmanın maksimum halidir ve Histeresis eğrisinde “Doyum manyetizasyonu (M_s)” olarak ifade edilir. Dış manyetik alan aşamalı şekilde azaltıldığında malzeme içerisindeki manyetik momentlerde bu durum

etkisinde eski yönelimlerine geri dönmeye başlarlar. Dış manyetik alan sıfıra ulaştırıldığında malzeme içerisinde bulunan manyetik momentlerin bir kısmı yönelimlerini tamamlayacak yeterli enerjiyi bulamazlar. Bu yönelimi tamamlayamamış manyetik momentler, malzeme içerisinde bir kutuplaşma meydana getirerek kalıcı manyetizasyon özelliği kazandırmaktadır (a→b). Histeresis eğrisinde bu durum “kalıcı manyetizasyon (M_r)” olarak ifade edilir [36]. Dış manyetik alanın uygulanma yönü tersine çevrilerek şiddeti aşamalı şekilde artırıldığında ferromanyetik malzemeye ait manyetik momentlerinin yönelimleri yine dış manyetik alana paralel doğrultuda olacak şekilde zorlanır. Bu durumda ilk aşamada malzemenin manyetizasyonu M_r 'den sıfır manyetizasyon (H_c) olduğu noktaya getirilir (b→c). Bu durumda doyum noktasında olan bir ferromanyetik malzemenin manyetik özelliği sıfıra indirilmiş bulunmaktadır. Uygulanan bu ters manyetik alanın büyüklüğü koersivite (H_c) olarak ifade edilir (33, 37-39).



Şekil 2.13: ferromanyetik bir malzemenin Histeresis eğrisi.

2.6 Histeresis Eğrilerine göre Ferromanyetik Sınıflandırma

Histeresis eğrilerinin çevrelediği alan, o malzemenin manyetik güç kayıplarını vermektedir. Histeresis alanın geniş olması güç kaybının fazla olduğu anlamına gelmektedir [21]. Manyetik malzemeler Histeresis eğrisindeki manyetizasyonun sıfır olduğu koersivite (H_c) değerlerine göre sınıflandırılmaktadırlar. Bu malzemeler;

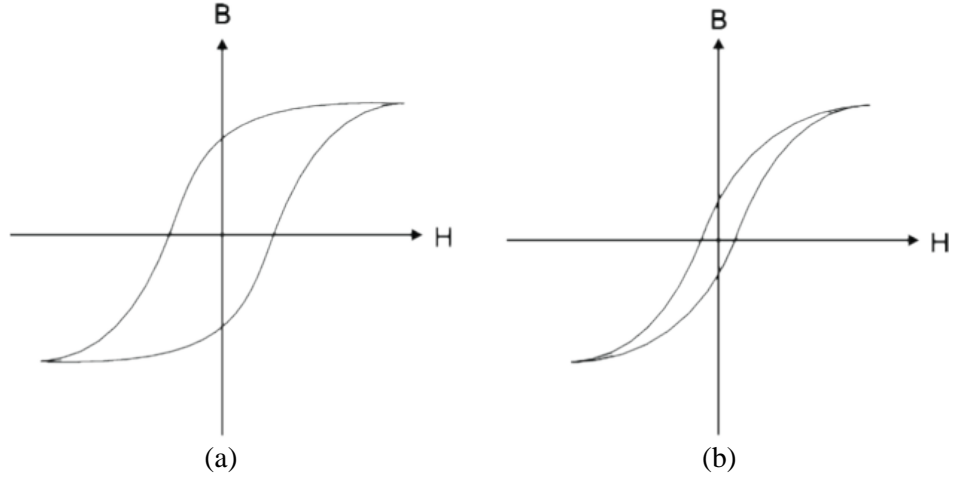
- Sert Manyetik Malzemeler ($H_c > 10$ kA/m)
- Yumuşak Manyetik Malzemeler ($H_c < 1$ kA/m)

şeklinde sınıflandırılır [40].

Sert Manyetik malzemeler sıfırlayıcı manyetik alan değeri 10 kA/m değerinin üstünde olan kalıcı manyetizasyonu yüksek malzemelerdir. Bu malzemelerin Histeresis alanı geniştir. Histeresis alanının geniş olması enerji kaybının fazla olduğunu ifade etmektedir. Sert manyetik malzemeler manyetik kayıt ortamları, hoparlör, TV gibi günümüzde sık kullanılan malzemelerin yapısında kullanılmaktadır. İdeal bir sert manyetik malzemenin ideal histeresis eğrisi Şekil 2.14 (a)'da gösterilmiştir.

Sıfırlayıcı manyetik alan değerleri 1 kA/m (12.5 Oe) değerinin altında olan malzemeler yumuşak manyetik malzeme olarak adlandırılırlar. Bu malzemelerde düşük sıfırlayıcı manyetik alan değeri, yüksek doyum manyetizasyon değeri, yüksek geçirgenlik değerleri beklenir.

İdeal bir yumuşak manyetik malzeme Şekil 2.14 (b)' de gösterildiği gibi küçük bir Histeresis alanına sahiptir. Bu yüzden manyetik kayıpları azdır. Bu malzemeler düşük manyetik kayıp ve yüksek manyetizasyon noktalarına sahip olduklarından transformatör çekirdeklerinde, elektrik motorları ve elektromıknatıs gibi birçok endüstriyel alanlarda çeşitli kullanımları bulunmaktadır [40].



Şekil 2.14: a) Sert manyetik malzeme histeresis eğrisi
b) Yumuşak manyetik malzeme histeresis eğrisi.

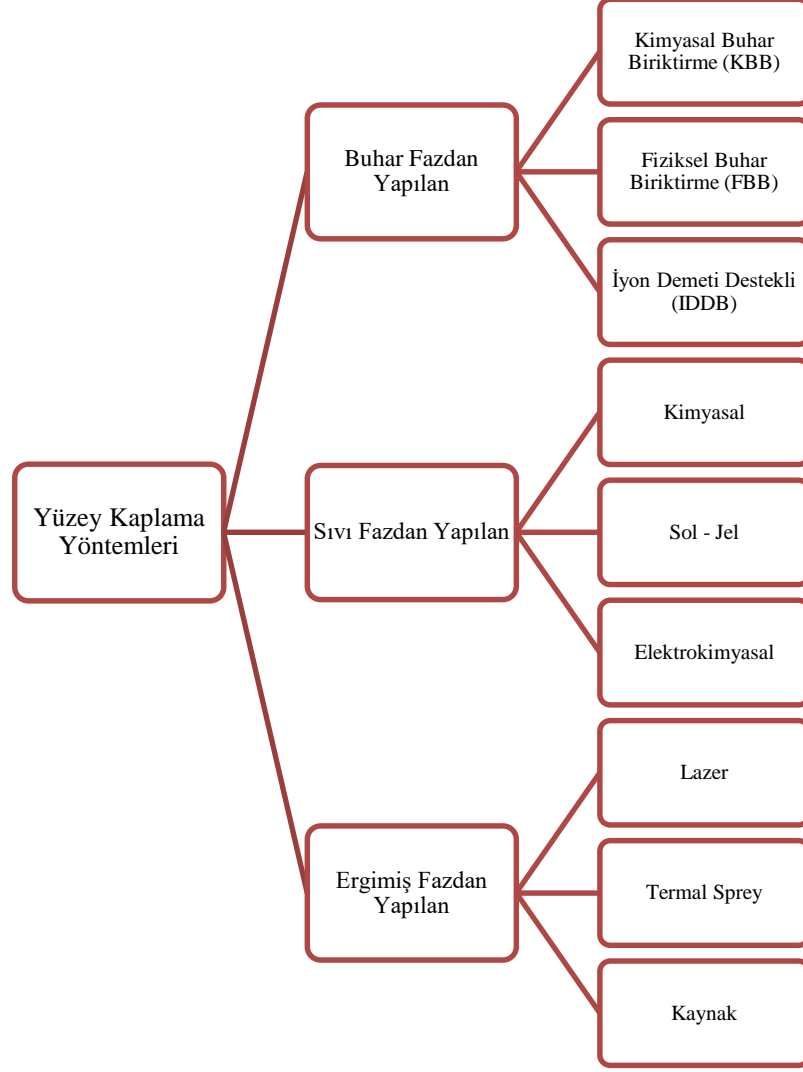
2.7 İnce Film Üretim Teknolojileri

İleri teknoloji uygulamalarında kullanılan malzemelerde farklı özelliklerin bir arada bulunmalarına ya da özelliklerin belirli koşullarda sınırlandırılmalarına ihtiyaç duyulmaktadır. Bu farklı gereksinimlerin giderilebilmesi için farklı malzemelerin özelliklerine tek bir yapı içerisinde ihtiyaç duyulmaktadır. Bu sebeple malzemeler farklı yöntem ve içeriklerle üretilerek yeni özellikleri keşfedilmekte ve farklı kullanım alanları araştırılmaktadır. Malzemeler farklı hallerde (katı, sıvı vb.) farklı fiziksel yapılarda ve farklı kimyasal özelliklerde üretilebilirler. Kullanım alanı çeşitliliği, kullanım kolaylığı ve malzemelerin temel özelliklerine göre tercih edilen malzeme üretim şekillerinden biri kaplama teknolojisidir. Kaplanacak malzemenin kalınlığı 5 μm ile 500 nm aralığında ise film; 500 nm ile 10 nm aralığında ise ince film; 10 nm'den daha ince üretilmiş ise ultra ince film olarak sınıflandırılır [4]. Ortaya çıkan yeni ürünler ülke ekonomisine katkı sağlamakla birlikte canlıların yaşam kalitesini arttırmakta ve temiz bir çevre sağlamaktadır.

Malzemelerin çevre ile etkileşimleri malzemelerin yüzeyleri ile gerçekleşmektedir. Bundan dolayı malzeme yüzeylerinde etkin olan özellikler ileri teknoloji uygulamalarında ön planda tutulmaktadır. Malzemelerin yüzeyleri tarafından belirlenen bazı özellikleri şöyle sıralanabilmektedir [41, 42];

- Sürtünme ve aşınma özellikleri
- Korozyon davranışları
- Yüzeyle ilgili mekanik özellikleri
- Dış görünüm
- Optik özellikleri
- Fotoelektrik özellikleri
- Elektriksel özellikler (yarı iletkenler, süper iletkenler)
- Yapışma özellikleri
- Yüzeyle manyetik özellikleri (manyetik diskler vb.)

Yüzeyle özelliklerinin istenilen ölçüde elde edilebilmesi için farklı kaplama yöntemleri kullanılmaktadır. Bu yöntemler kullanılacak malzemelerin fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre değişiklik gösterir. Bu kaplama yöntemleri malzemelerin fiziksel hâl durumlarına göre gaz, çözelti, sıvı veya yarı sıvı hallerden yapılan kaplamalar Şekil 2.15’de gösterildiği gibi sınıflandırılmaktadır.



Şekil 2.15: İnce film kaplama yöntemleri [41].

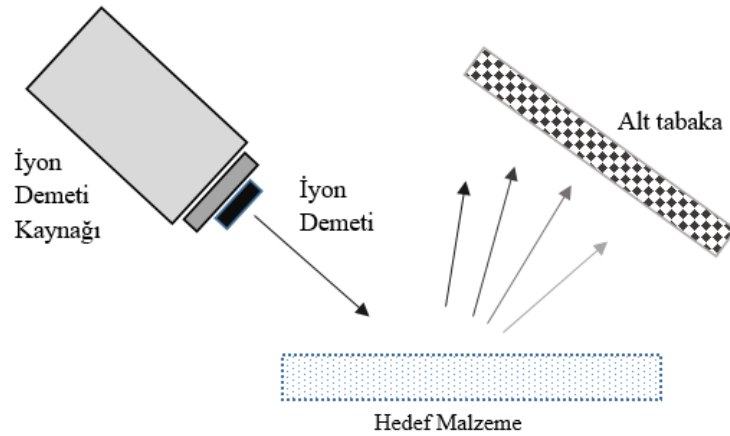
Bilimsel çalışmalarda ve ince film araştırmalarında buhar fazdan yapılan yüzeY kaplama yöntemleri sıklıkla tercih edilir. Buhar fazdan gerçekleştirilen yüzeY kaplama yöntemleri üç grupta toplanmıştır.

- Kimyasal Buhar Biriktirme (Chemical Vapor Deposition, CVD)
- Fiziksel Buhar Biriktirme (Physical Vapor Deposition, PVD)
- İyon Demeti Destekli Biriktirme (Ion Beam Assisted Deposition, IBAD)

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi (KBB) ile ilk uygulamalar 1880'li yıllarda akkor lambaların geliştirilmesinde gerçekleşmiştir. Zaman içerisinde kullanımı çok popüler bir hale gelerek 1960'lı yıllarda KBB yöntemi yarıiletken uygulamaları için

plazma desteđi ile geliştirilmiştir. Yöntemin plazma destekli şekilde geliştirilmesi, düşük basınç değerlerinde ve düşük sıcaklıklarda da uygulanmasına olanak sunmuştur. Plazma destekli kimyasal buhar biriktirme yöntemi (PDKBB) vakum odası içerisinde istenilen basınç ve sıcaklık değerlerinde buhar fazına getirilmiş malzemenin vakum odasında bulunan diğer parçacıklar ile reaksiyonu sonucunda alt tabaka üzerine biriktirilmesi şeklinde gerçekleştirilir [43]. Daha düşük biriktirme sıcaklığı hassas yüzeyli malzemelerin kaplanmasında veya biriktirme sırasında yarı kararlı fazların oluşturduğu durumlarda avantaj olabilir [43].

İyon demeti destekli püskürtme tekniđi, plazma ortamında bulunan hedef malzeme yüzeyine kontrol edilebilir bir iyon bombardımanı yapılması ile hedef malzemenin koparılarak püskürtülmesi prensibine dayanmaktadır. İyon demeti destekli püskürtme sistemi Şekil 2.16'da gösterilmiştir [44] .



Şekil 2.16: İyon demeti destekli püskürtme sistemi [44].

2.7.1 Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemleri

İnce film üretim teknikleri arasında sıklıkla tercih edilen fiziksel buhar biriktirme yöntemleri atom ve molekül boyutlarında işlem yapılmasını mümkün kılar. Fiziksel buhar biriktirme (FBB) işlemleri katı bir hedef malzemenin vakum ortamında buharlaştırılması hedef malzemedeki kopan atom ve molekül gruplarının alt tabaka üzerine dizilmesi ile gerçekleşmektedir. Plazma destekli fiziksel buhar biriktirme yöntemi (PDFBB), FBB tekniđinin plazma desteđi ile geliştirilmesi ile ortaya çıkmış ve bu durum daha yüksek enerjili iyon yoğunluğu elde etmek, alt tabaka yüzeyine

yüksek tutunma etkisini arttırmak gibi avantajlar sağlanmıştır. Yüksek enerjili iyon yoğunluğu ince film teknolojilerinde; film morfolojisinin kontrolü, farklı geometrik yapılarda düzgün malzeme biriktirme olanağı ve film biriktirme oranının dakikada nanometre ile mikrometre aralığında değiştirilebilmesi gibi önemli parametrelerin kontrolünde önemli bir etkidir [45]. Bu avantajları ile birlikte PDFBB yöntemi için yüksek verim olanakları ve yeni kullanım alanları ortaya çıkmıştır.

FBB işlemlerinin yüksek vakum altında gerçekleştirilmesinin temel nedeni parçacık hareketlerine dayanmaktadır. Yüksek ve ultra yüksek vakumlarda işlem yapılması durumunda buhar haline getirilmiş hedef malzemeye ait taneciklerin ortalama serbest yolları artmaktadır. Bu sebeple ortamda bulunan parçacıkların hareketleri maksimuma çıkarılarak birbirleri ile etkileşmeleri en aza indirilmiş şekilde alt tabaka yüzeyine malzeme birikimi yapılabilmektedir. Ortamda yer alan diğer parçacıklarla etkileşimin minimum olması yapılacak çalışmanın kirliliğinin minimum olmasını ve parçacık hareketlerinin maksimuma ulaştırılması alt tabaka yüzeyine güçlü bir tutunma etkisi sağlamaktadır [46].

FBB tekniği kullanılarak elde edilen kaplamalar kontrollü bir vakum ortamında yapıldığından yüksek saflık ve yüksek kaliteye sahip malzeme üretimi gerçekleştirilebilmektedir. FBB tekniğinin geliştirilebilir mekanik yapıları birçok farklı malzeme üzerinde farklı değişkenlerde çalışılmasına olanak sağlamaktadır. Bu avantajlarından dolayı endüstriyel uygulamalar başta olmak üzere iletken - yarıiletken teknolojisi, mikroelektronik, tıp gibi birçok önemli sektörde kullanım alanı bulunmaktadır [45]. FBB tekniği cihazlarının uygulama alanlarından bazıları aşağıda sıralanmaktadır [47].

- ✓ Yüksek mukavemetli kaplamalar
- ✓ Yeni süper iletken malzemelerin kaplanması
- ✓ Yarı iletken malzemeler, devre elemanları ve güneş pilleri
- ✓ Yeni geliştirilen optik ve elektronik malzemelerin kaplanması
- ✓ Düşük maliyetli, korozyon direnci yüksek kaplamalar

FBB tekniği ile üretilmiş malzemeler; takılar, oyuncaklar, saatler, aynalar, projektör yansıtıcıları ve kamera lensleri gibi diğer optik materyaller de olmak üzere gündelik hayatta oldukça geniş bir kullanım alanına sahiptirler [47].

FBB tekniğinin uygulanmasında üç temel adım bulunmaktadır. Bunlar hedef malzemenin buhar faza geçirilmesi, hedef malzemeden kopan parçacıkların kaplanacak yüzeye taşınması sırasında izleyecekleri yol ve parçacıkların kaplama yüzeyi üzerine biriktirilmesidir. FBB tekniğini oluşturan bu adımlar gerçekleştirilirken üretim hedefleri doğrultusunda farklı metotlar geliştirilmiştir. FBB tekniği aşağıdaki yöntemler kullanılarak yapılmaktadır.

- ✓ Buharlaştırma
- ✓ Püskürtme
- ✓ Ark buhar biriktirme
- ✓ İyon kaplama

2.7.1.1 Buharlaştırma

Buharlaştırma, malzemenin termal bir ısı kaynağı kullanılarak buhar haline getirilip kaynak yüzeyinden koparılması prensibine dayanır [48, 44]. Düşük basınç değerlerine sahip vakum odasında gerçekleştirilen işlemler hedef malzeme yüzeyinden koparılan parçacıkların doğrusal bir yol izleyerek alt tabaka üzerine biriktirilmesini sağlar. Bu aşamada hedef malzemelerin buharlaşma ısıları belirleyici bir faktördür. Termal enerji ile buhar faza geçirilen parçacıklar 0.2 ve 0.6 eV enerji aralığını sahiptirler [49]. Bu sebeple koparılan parçacıkların alt tabaka yüzeyine yapışma kuvvetleri püskürtme metoduna oranla daha düşüktür.

Buharlaştırma işlemi en geleneksel ve basit yöntemlerden biridir. Fakat buharlaştırma işlemi vakum altında yapıldığında bazı farklılıklar ön plana çıkmaktadır. Vakum altında yapılan buharlaştırma işlemlerinin en önemli iki çeşidi filaman ve elektron demeti kullanılarak yapılan buharlaştırmadır.

Filamanla buharlaştırma işleminde filaman üzerinden akım geçirilerek yüksek sıcaklıklara ulaştırılan bir pota kullanılır. Kaplama malzemesi bu pota içerisinde yüksek sıcaklıkta ergitilir ve buharlaştırılır. Pota malzemesi olarak genellikle molibden (Mo) veya tungsten (W) kullanılmaktadır. Bu yöntem genellikle alüminyum (Al), gümüş (Ag), kurşun (Pb) gibi düşük buharlaşma enerjisine sahip malzemelerde kullanılmaktadır.

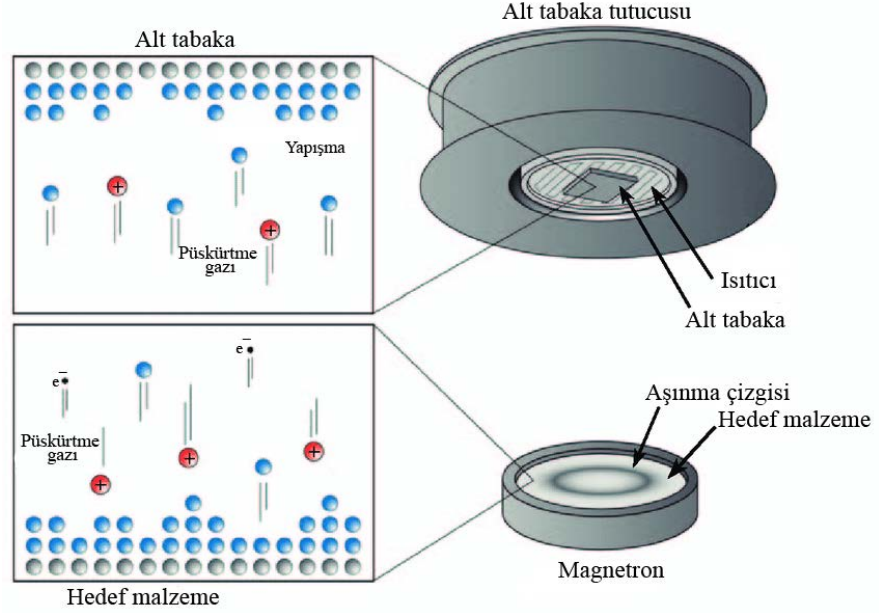
Elektron demeti ile buharlaştırma işlemi elektrik alan altında tungsten (W) bir filamandan elde edilen elektron demetinin bir anot uç yardımıyla hızlandırılarak hedef malzeme üzerine gönderilmesiyle gerçekleştirilir. Hızlandırılmış elektron demeti hedef malzeme yüzeyi ile etkileşerek malzemenin yüzey atomlarının koparılmasına sebep olmaktadır. Buhar faza geçen serbest parçacıklar alt tabaka yüzeyinde biriktirilir.

2.7.1.2 Püskürtme

Püskürtme tekniğinin çalışma prensibi fiziksel olarak momentum aktarımına dayanmaktadır. Püskürtme işlemi katı bir hedef malzeme yüzeyinin plazma ortamında bulunan yüksek enerjili iyonlar tarafından bombardıman edilmesi sonucunda meydana gelmektedir. Hedef malzemenin yüzeyi ile ortamda bulunan püskürtme gazının enerjik iyonları arasında gerçekleşen elastik çarpışmalar sonucunda parçacıklar arası momentum transferi gerçekleşir. İyon bombardımanı yüksek enerjiye sahip parçacıklar tarafından yapıldığından hedef malzeme yüzeyinde bulunan atomik yapıların kimyasal bağları büyük oranda göz ardı edilebilir, böylece hedef malzeme yüzeyinden koparılan atomlar buhar fazına geçerek alt tabaka yüzeyine birikirler [50-52] Tipik bir doğru akım magnetron püskürtme mekanizması Şekil 2.17'de gösterilmiştir.

Transfer edilen enerjinin miktarı hedef yüzeyin yapısal değişimini belirlemektedir. Çarpışan iyonun enerjisi 10 eV değerinin altında olduğunda iyon yüzey tarafından adsorbe edilerek ısıya dönüşebilir. Yaklaşık 10 keV üzerinde gerçekleşen çarpışmalarda, iyon hedef yüzeyi üzerine nüfuz ederek atomik katmanlar boyunca çarpışma enerjisini alt tabakalara aktarmaktadır [8]. Bu durum Şekil 3.4'de gösterildiği üzere hedef materyalin yapısını değiştirebilmektedir. Enerjik iyonun çarpışması sonucu aktarılan enerjinin bir kısmı ısıya dönüşürken geriye kalanı fiziksel olarak yüzey atom gruplarına etki eder. Transfer edilen enerji ile yüzey enerji bariyerini aşan atom toplulukları hedef malzeme yüzeyinden dışarı fırlatılmaktadır [53]. Hedef malzeme yüzeyi ile etkileşen iyon gruplarının hedef yüzeyinden kopardığı atomların miktarı iyonların elektrikselsel yükü, iyonların büyüklüğü, iyon yükü ve hedef yüzey atomlarının yapısına bağlı olarak değişebilir [54,55]. Buhar faza getirilmiş yüksek kinetik enerjiye sahip atom toplulukları belirlenen bir tabaka üzerine

biriktirilmektedir. İyon bombardımanı sonucu hedef malzemeden atom gruplarının kopması, ayrılan atomik yapıların alt tabaka üzerinde birikmesi ve bir DC magnetron püskürtme sisteminin mekanizması Şekil 2.17’de sunulmaktadır.



Şekil 2.17: Magnetron püskürtme yöntemi ile alt tabaka yüzeyine film biriktirme [56].

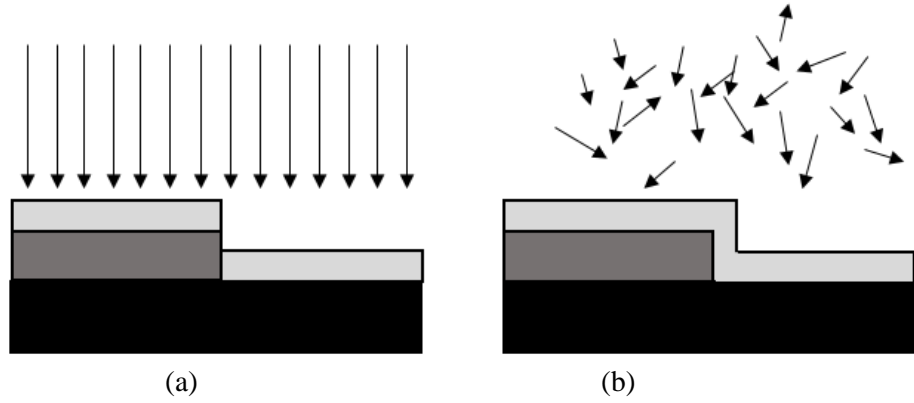
Gaz fazında bulunan parçacıkların etkileşimlerinin minimum seviyede olması, kirliliğin en aza indirilerek saf ve homojen birikim yapılması, hedef malzeme yüzey enerji bariyerinin aşımının kolaylaştırılması için püskürtme işlemi yüksek vakum altında gerçekleştirilir.

Püskürtme metodu ile ısı buharlaştırma metodu arasında belirli farklar bulunmaktadır. Bu farklar hem üretim sürecini hem de alt tabaka yüzeyinde biriktirilen kaplama özelliklerini etkilemektedir. İki metot arasında ki farklar aşağıda tablo 2.1’de listelenmektedir.

Tablo 2.1: Isıl buharlaştırma işlemi ve Püskürtme işlemi karşılaştırması.

<u>Buharlaştırma</u>	<u>Püskürtme</u>
Düşük enerjili atomlar (~0.1 ev)	Yüksek enerjili atom ya da iyonlar (1-10 ev) Yoğun film yapısı Daha küçük tane boyutu Daha güçlü yapışma (adezyon)
Yüksek vakum	Düşük vakum
Nokta kaynak	Filmle paralel Plaka kaynak
Bileşen farklı oranda buharlaşır	Tüm bileşen benzer oranda püskürtülür

İnce film teknolojilerinde ısı buharlaştırma ve püskürtme işlemleri en sık kullanılan film üretim teknikleridir. Isıl buharlaştırma metodu kullanılarak üretilen ince film yüzeyi Şekil 2.19 (a)'da gösterildiği gibidir. Buharlaştırma işleminde alt tabaka yüzeyine biriken parçacıklar lineer bir yol izlemektedirler. Püskürtme metodunda ise alt tabaka yüzeyine biriken parçacıklar her yönde saçılmalar gerçekleştirerek kaplanan yüzey Şekil 2.19 (b)'de verildiği gibi olmaktadır.



Şekil 2.18:Film film yüzeyi kaplama şematik görünümü
a) Isıl buharlaştırma metodu
b) Püskürtme metodu.

Püskürtme sisteminin özelliklerine bağlı olarak kullanılacak malzeme çeşitliliği oldukça fazladır. Bu malzemeler ticari olarak kolaylıkla elde edilebilecek saf metaller, yarı iletken malzemeler, alaşım ve bileşikler olabilir. Tablo 2.2’de püskürtme işleminde kullanılacak metal ve alaşımlar uygulama alanları ile birlikte verilmiştir. Kullanılacak kaynak çeşitliliğinin bol oluşu püskürtme sistemlerinin uygulama alanlarını genişletmektedir. Genellikle yarı iletken malzemelerin kaplanmasında, polimerlerin üzerine yansıtıcı kaplama yapılmasında, depolama ortamı için manyetik filmler yapılmasında, cam ve elastiki malzemelerin üzerine şeffaf ve elektriksel olarak iletken film kaplanmasında, cihazların üzerine aşınma dirençli kaplama yapılmasında ve dekoratif kaplamalarda kullanılmaktadır [46,57,58].

Tablo 2.2: Püskürtme işleminde kullanılan metal, alaşım kaynakları ve kaynakların uygulama alanları [46].

Malzeme	Uygulama
Metaller; Alüminyum Krom Germanyum Altın Demir, nikel Paladyum, platin Gümüş Tantal Tungsten	Entegre devrelerin metalizasyonu, ön yüz aynalar Yapışma tabakaları, rezistör filmleri İnfrared filtreler Bağlantılar, yansıtıcı filmler Ferromanyetik filmler Bağlantılar Yansıtıcı filmler, bağlantılar İnce-film kapasitörler Bağlantılar
Alaşımlar Al-Cu, Al-Si, Al-Cu-Si Co-Fe, Co-Ni, Fe-Tb, Fe-Ni, Co-Ni-Cr Ni-Cr Ti-W Gd-Co	Entegre devrelerin metalizasyonu Ferromanyetik filmler Rezistörler Entegre devrelerde difüzyon bariyerleri Manyetik balon hafızalı cihazlar

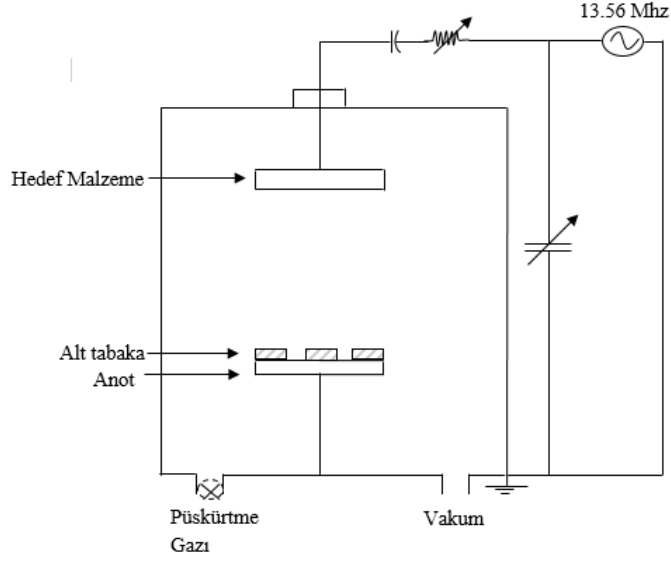
2.7.2 Püskürtme Sistemleri

Püskürtme işlemlerinde kaynak malzemenin özelliklerine ve uygulama alanına bağlı olarak çeşitli sistemler bulunmaktadır. Bunlar [58];

- DC Püskürtme Sistemi
- RF Püskürtme Sistemi
- Reaktif Püskürtme Sistemi
- Magnetron Püskürtme Sistemi
 - DC Magnetron Püskürtme Sistemi
 - RF Magnetron Püskürtme Sistemi

İyon bombardımanı sonucunda serbest hale gelen atom kümeleri alt tabaka üzerine biriktirilmektedir. Bu işlem plazma destekli doğru akım püskürtme tekniği ile gerçekleştirildiğinde hedef malzeme üzerine anot, alt tabakaya ise katot potansiyel uygulanmaktadır. Vakum altında gerçekleştirilen bu işlemlerde minimum voltaj uygulandığında ortamda bulunan gaz tanecikleri iyonize olarak plazmayı oluşturur. Plazma ortamı nötr elektrik yüküne sahiptir fakat elektriksel iletkenliği sağlamaktadır. Vakum altında bombardıman edilerek serbest kalan parçacıklar elektrik alan ile hızlandırılarak alt tabaka yüzeyine daha güçlü yapışmaları sağlanmaktadır [46].

Plazma ortamı hedef malzeme yüzeyinin üzerinde oluşmaktadır. Plazma iyonları hedef yüzeye vurduklarında yüzey atomların elektrik yükleri nötralize edilmektedir. Kullanılan hedef malzeme iletken yapıya sahip değilse nötrleşme işlemi hedef yüzeyde pozitif bir yük oluşturur. Hedef malzeme yüzey atomlarının pozitif olarak yüklenmeleri bombardıman iyonlarının itilmesine ve çarpışma gücünün azalmasına sebep olur. Püskürtme performansını azaltan bu etki bir süre sonra püskürtme işlemi durduracak düzeye erişebilir. Yüzey yükünü ortadan kaldırabilmek için plazma ortamından elektron çekilmelidir. Bu işlem kutupsallığın periyodik olarak ters çevrilmesi ile mümkündür. Kutupsallığın periyodik olarak çevrilmesi işlemi püskürtme düzeneğine radyo frekansında voltaj uygulanarak yapılmaktadır. Bu tür püskürtme sistemleri “RF Püskürtme” olarak adlandırılmaktadır [48]. RF püskürtme sistemi Şekil 2.20’de gösterilmiştir.



Şekil 2.19: Radyo frekanslı (RF) püskürtme sistemi [48].

DC ve RF Püskürtme sistemlerinde hedef yüzeyin iyon bombardımanı fiziksel bir etkileşimdir. Bombardıman için kullanılan gaz inert olduğundan hedef yüzey atomları ile kimyasal bir reaksiyona girmemektedir. Bazı uygulamalarda inert gaz ile birlikte reaktif bir gaz kullanılarak yüzeyden koparılan parçacıkların alt tabaka üzerine diziliminden hemen önce reaktif gaz ile kimyasal bileşik oluşturulması sağlanmaktadır. Bu püskürtme sistemleri “Reaktif Püskürtme” olarak bilinir [58,55].

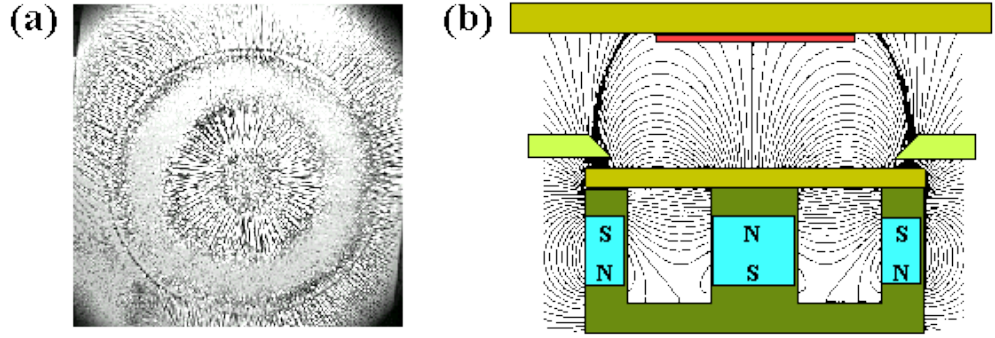
İletken hedefleri püskürtmek için genellikle bir DC güç kaynağı kullanılır. Yalıtkan veya yarı iletken hedefler için, güç kaynağı ile püskürtme tabancası arasında otomatik veya manuel empedans eşleme ağına sahip bir RF güç kaynağı kullanılır. Hedef püskürtme performansını arttırmak amacıyla manyetik alandan yararlanılan yeni bir tasarım geliştirilmiştir. Bu gelişmeler ışığında DC ve RF manyetik püskürtme sistemleri ince film kaplama ve buhar biriktirme teknolojilerinde ön plana çıkmıştır.

2.7.2.1 DC Magnetron püskürtme sistemi

Temel bir DC püskürtme işleminde bir katot hedef üzerine kızdırma deşarj plazması oluşturulur. Plazma içerisinde üretilen enerjik iyonlar tarafından hedef yüzey bombardıman edilir. Bombardıman sonucu yüzeyden püskürtülen parçacıkların anot alt tabaka yüzeyinde birikimi gerçekleşir.

DC püskürtme sistemlerinde püskürtme işleminin gerçekleştirildiği noktada yeterli kontrol olanağı sağlanamamaktadır. Yeterli oranda kontrol edilemeyen parametreler sistemin tam performans ile çalışmasını engellemektedirler. Bunlardan en önemli etken ikincil elektronlardır. İyon bombardımanı sonucunda ortaya çıkan ikincil elektronlar plazma ortamının sürdürülebilir olmasında önemli bir rol oynamaktadırlar. Hedef yüzey üzerinden saçılan ikincil elektronlar plazma bölgesinde yoğunluk gösteriyor olsalar da ince film birikimi yapılan alt tabaka yüzeyine de nüfuz etmektedirler. Elektronların bu hareketi alt tabakanın olumsuz şekilde yapısal bozulmasına ve istenmeyen ısı artışlarına sebep olmaktadır. İkincil elektronların tam kapasite ile plazma bölgesinde toplanamaması iyonize plazma verimliliğinin düşük olmasına sebep olmaktadır. Buna bağlı olarak alt tabaka üzerine atomik yoğunlaşma oranında da düşüşler gerçekleşmektedir.

DC magnetron püskürtme tekniğinde hedef yüzeyine paralel bir manyetik alan oluşturulmaktadır. Manyetik alanın etkisiyle ikincil elektronların plazma bölgesinde toplanarak elektron hareketlerinin sınırlandırılabilmesi mümkündür. Magnetron püskürtme sisteminde uygulanan manyetik alanın kaynağı olan mıknatıslar, bir kutbu hedef malzemenin merkezinde ve ikinci kutbu ise hedefin dış kenarı etrafında konumlandırılmıştır. Kaynak mıknatıslar hedef malzemenin yerleştirildiği magnetron içerisinde bulunmaktadır [59]. DC magnetron püskürtme sistemi Şekil 2.17’de gösterilmiştir. Mıknatısların hedef malzeme üzerinde oluşturduğu manyetik alanın üst görüntüsü Şekil 2.21 (a)’da verilmiştir. Magnetron içerisinde mıknatıs konumları ve bunların oluşturduğu manyetik alan Şekil 2.21 (b)’de gösterilmektedir.



Şekil 2.20: a) Manyetik alanın magnetron yüzeyinin manyetik alan çizgileri ile oluşturulmuş üst görüntü şeması, b) magnetron içerisine konumlandırılmış mıknatıs sistemi ve oluşan manyetik alanın yan görüntü şeması [60].

Manyetik alanın uygulanması ile ikincil elektronların plazma bölgesinde yoğunlaştırılması ve elektron-atom çarpışmalarının artırılması sağlanmıştır. Plazma bölgesinde elektron yoğunluğunun güçlendirilmesi yüksek iyonize plazma ortamı, güçlü iyon- hedef yüzeyi etkileşimlerine sebep olur. Buna bağlı olarak yüksek püskürtme oranı, yüksek püskürtme hızı, yüksek birikim oranı sağlanarak serbest elektronların alt tabakaya verdiği zarar en aza indirilir.

3. DENEYSEL TEKNİKLER

Bu bölümde, ince filmlerin üretimlerinin yapıldığı doğru akımla magnetron püskürtme (DC magnetron sputtering) sisteminin mekanizması, ince filmlerin üretim aşamaları ve üretim parametreleri, filmlerin manyetik ve yapısal özelliklerini belirlemek amacıyla kullanılan analiz teknikleri hakkında bilgi verilecektir.

Bu çalışmada, filmlerin üretimi için kaynak olarak tercih edilen hedef malzemenin elementel analizi “endüktif eşleşmiş plazma - atomik emisyon spektroskopisi (ICP-AES)”, filmlerin elementel analizi için “Enerji Ayırmalı X-ışını Spektroskopisi (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy, EDX)” teknikleri kullanıldı. Bu teknikler ve ince filmlerin kristal yapı analizi için kullanılan “X-Işınları Kırınımı (X-Ray Diffraction, XRD)” tekniği hakkında ayrıntılı bilgiler bu bölümde yer almaktadır. Ayrıca, yüzey morfolojik görüntülerinin elde edilmesinde “Taramalı Elektron Mikroskopu (Scanning Electron Microscope, SEM)”, bununla birlikte manyetik özelliklerin belirlenmesinde kullanılan “Titreşimli Numune Manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometer, VSM)” teknikleri ile ilgili ayrıntılar da verilmiştir.

3.1 DC Püskürtme Sisteminin Yapısı ve Film Üretimi

Bu çalışma kapsamında ince filmlerin üretimleri Balıkesir Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Nanomanyetik Malzeme Üretim Laboratuvarı’nda bulunan; fiziksel buharlaştırma deposizyon sistemi (MANTIS, QPrep-500, Birleşik Krallık) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Fiziksel buharlaştırma deposizyon sistemi üç farklı üretim mekanizmasını kullanabilmemize olanak sağlamaktadır. Bunlar; DC magnetronlu püskürtme sistemi, RF magnetronlu püskürtme sistemi ve Buharlaştırma sistemidir. Bu çalışmada DC magnetronlu püskürtme sistemi kullanılmıştır.

Püskürtme sistemini oluşturan temel bileşenleri Şekil 3.1’de gösterildiği gibi aşağıda açıklanmıştır.



Şekil 3.1: DC magnetron püskürtme sistemi ve bu sisteme ait temel bileşenler.

- 1) Vakum hacmi: Yüksek dayanım gücüne sahip vakum hacmi farklı yöntemler ile ince film üretimine olanak sağlamaktadır. Vakum hacminin içeriği Şekil 3.2’de ayrıntılı olarak sunulmuştur.
- 2) Basınç sensörü: Vakum basıncı bu sensör tarafından ölçülerek kontrol paneli üzerinde gösterilmektedir.
- 3) Alt tabaka tutucu ve döner alt tabaka sistemi bağlantıları: Vakum hacmi içerisinde üzerine film kaplanacak olan alt tabaka sistemine ait bağlantılar fotoğraf üzerinde gösterilmiştir. Alt tabaka sisteminin parçası olan alt tabaka tutucusu kendi etrafında dönme, ısınma ve negatif potansiyel ile yüklenme özelliklerine sahiptir.
- 4) Gözetleme penceresi: Üretim sırasında vakum ortamında oluşan plazma ortamını gözlemlene olanağı sunar.
- 5) RF frekans ünitesi: RF püskürtme sistemi aktif olduğunda kullanılabilen frekans ünitesidir.
- 6) Döner alt tabaka kontrol ünitesi: Alt tabaka sisteminin dönüş hızı RPM olarak ölçülerek Döner alt tabaka kontrol ünitesi tarafından araştırmacıya aktarılır ve istenilen RPM değerinde çalışılması için kontrol olanağı sunar.

- 7) Mantis güvenlik paneli: Tüm sistemlerin birbirleri ile olan bağlantıları ve çalışma sınırları mantis güvenlik sistemi tarafından kontrol edilerek panel üzerinde görselleştirilmektedir.
- 8) Fiziksel buhar biriktirme kontrol paneli: Vakum değeri, uygulanan gaz seviyesi, uygulanan elektrik alan gibi birçok konuda bilgilendirme ve üretim aşamasını kontrollü şekilde yönlendirme olanağı sunar.
- 9) Argon gazı tüpü: çalıştığımız maddelerle kimyasal etkileşime geçilmemesi ve plazma ortamını oluşturabilmek için inert gaz olan argon gazı vakum haznesi içerisinde kullanılmıştır.

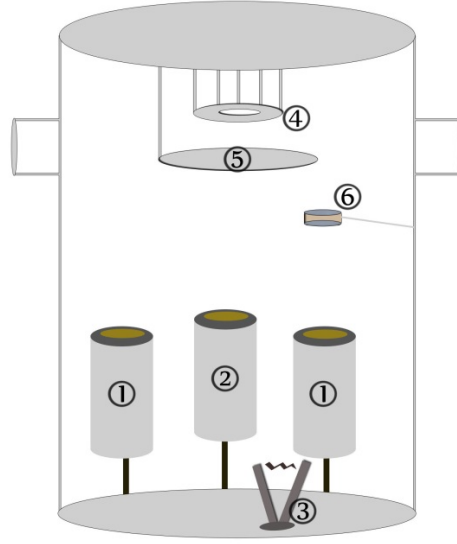
Püskürtme sisteminde basınç seviyesi iki aşamalı olarak gerçekleştirilir. Bu aşamalar rotary pompa ve turbo moleküler pompa tarafından gerçekleştirilmektedir.

Rotary pompa: Vakum hacmi içerisindeki basıncı 2.88×10^{-3} mBar seviyesine kadar indirebilmektedir. İlk aşamada kullanılır; ikinci aşamada turbo moleküler pompa ile birlikte çalıştırılmaya devam edilmektedir.

Turbo moleküler pompa: 5×10^{-3} mBar basınç seviyesinden sonra vakum hacmindeki basınç miktarını rotary pompa ile birlikte çalışarak 2.22×10^{-6} mBar seviyesine kadar indirebilen rotary pompadan daha yüksek performansa sahip turbo fanlı pompadır.

Püskürtme sistemi çalışması esnasında birçok cihaz aktif olarak kullanılmaktadır. Performansın uzun ömürlü olması ve kayıpların önlenmesi amacıyla ince film üretimi aşamasında püskürtme sistemi aktif bir su soğutma sistemine bağlı tutulmaktadır.

İnce film üretiminin gerçekleştirildiği vakum haznesi Şekil 3.2'de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.2: DC magnetron püskürtme sisteminin film üretim alanı olan vakum hacmi şeması.

Fiziksel buharlaştırma ve püskürtme sisteminin vakum hacmi içerisinde;

- 1) DC magnetronlar ve hedef malzeme tutucuları: Bu magnetronların üzerinde bulunan tutucuya üretimde kullanılacak olan hedef malzeme yerleştirilmektedir. Bu çalışmada DC magnetronlara hedef malzeme olarak demir, nikel, krom, kadmiyum (FeNiCrCd) alaşımı 50.8 mm çapına sahip 0.6 mm kalınlığında silindirik malzeme kullanılmıştır.
- 2) RF magnetron ve hedef malzeme tutucusu: Radyo frekansı kullanılarak yapılan çalışmalarda RF magnetron kullanılır. Yarıiletken ya da yalıtkan malzeme üretimine olanak sağlar.
- 3) Buharlaştırma teknesi: Termal Buharlaştırma tekniğinde buharlaştırma teknesi kullanılarak yüksek vakumda FBB çalışması yapılabilmektedir.
- 4) Alt tabaka tutucusu, alt tabaka dönüş ve ısıtım sistemleri: Üzerine film biriktireceğimiz alt tabakanın tutucu sistemi şekilde görüldüğü gibi magnetronların karşısına yerleştirilmiştir. Döner alt tabaka tutucusu 3.2 rpm ve 48.6 rpm hızları arasında dönüş işlemi gerçekleştirebilmektedir.
- 5) Alt tabaka ile Hedef malzeme arası engel (Shutter): Alt tabaka sistemi ile hedef malzeme arasında konumlanan engel aracılığıyla üretimin başlangıcı ve sonlandırılması kontrol edilebilir. Plazma ortamı ve gerekli tüm parametreler hazır olduğunda engel hareket ettirilerek üretim başlatılabilmekte ve istenildiğinde sonlandırılabilir.

- 6) Kalınlık sensörü: İnce film üretimi sırasında hedef malzemeden koparılarak alt tabaka üzerine biriken atom topluluk ya da katmanları kalınlık sensörü tarafından algılanarak alt tabaka üzerine birikim kalınlığı hesaplanmaktadır. Büyütülen film kalınlığı kontrol paneli üzerinde gösterilmektedir.

3.1.1 Üretim Laboratuvarı ve malzeme hazırlığı

Üretim laboratuvarı kapsamında kullanılan her malzemenin laboratuvar dışı herhangi bir maddeyle etkileşimi, gerçekleştirilen çalışmalar üzerinde olumsuz etkiler bırakabilmektedir. Üretim laboratuvarının, kullanılan malzemelerin ve vakum hacminin yabancı maddelerden arındırılmış olması yapılacak çalışmaların güvenilirliğini desteklemektedir. Bu sebeple laboratuvar ortamının temizliği haftalık olarak gerçekleştirilmektedir. Genel laboratuvar kullanımında dahi laboratuvar kuralları çerçevesine dikkat edilerek çalışılmış ve eldiven, bone, maske, galoş kullanımlarına özen gösterilmiştir.

Üretim laboratuvarı temizliğinin haricinde farklı her çalışma öncesinde sistemin detaylı püskürtme cihazı temizliği yapılmaktadır. Bir önceki çalışmadan kaynaklanan her hangi bir kirlilik olmamasına özen gösterilmiştir. Vakum odasının iç bölgesine önceki çalışmadan dolayı yapışıp kalmış bir üretim materyali bir sonraki deneysel çalışmayı etkileyebilmektedir. Bu nedenle vakum odasının temizliği titizlikle yapılmakta ve kalıntı saklayabilecek bir çizik oluşmaması için temizlik sırasında metal alet kullanılmamaktadır.

Bu çalışmada hedef olarak demir, nikel, krom, kadmiyum (FeNiCrCd) içerikli 0,6mm kalınlığında 50,8 mm çapında metal malzeme kullanılmıştır. Bu ebatlar mangetron üzerinde bulunan hedef tutucuya göre ayarlanmıştır. Argon iyonlarının hedef metale çarparak metal üzerinden elektron, atom ve atom grupları sökeceğinden hedef metalin yüzeyi oldukça önemlidir. Yüzeyin oksitlenmiş olması üreteceğimiz film üzerinde saflığı bozarak olumsuz etkilere sebep olabilir. Hedef malzeme öncelikle yüzeyinde oluşmuş oksit tabakasından ve yüzey pürüzlüğünden arındırılmıştır. Bu işlem silikon karbit aşındırıcı yapıdan oluşan su zımparası ile mekanik olarak yapılmıştır. Daha sonra ultrasonik banyo kullanılarak hedef malzeme yüzeyi

temizlenmiştir. Bu aşamadan sonra hedef malzeme mikro fiber bez yardımıyla kurularak DC magnetron üzerine sabitlenmiştir.

Bu çalışmada FeNiCrCd ince filmleri, her film numunesi 50 nm kalınlığa sahip olacak şekilde asetat kâğıdından elde edilen alt tabaka üzerine büyütülmüştür. Üretimde kullanılmadan önce tercih edilen asetat kâğıtlarından örnekler alınarak içerik ve kristal yapı analizleri yapıldı. Analiz sonuçlarına göre örneklerin manyetik yapılarını etkileyecek herhangi bir bileşen bulunmadığı ortaya çıkarıldı. Alt tabaka seçerken asetat kâğıdının kristal yapı analizlerine göre amorf yapıya sahip olması ve asetat üzerinde yüzey deformasyonu olmamasına dikkat edilmiştir.

Çalışma sırasında kullanılan alt tabaka ve kullanılan hedef metal üzerinde organik kirlilik oluşmaması için alt tabaka ve hedef malzeme hazırlığı aşamasında eldiven, bone ve maske kullanılmıştır. İstenen boyutlarda Alt tabaka ve hedef malzeme elde edildikten sonra ultrasonik banyo ile yüzey kirlerinden arındırılmıştır. Ultrasonik banyoda malzeme sıvı dolu bir tank içerisine yerleştirilir. Yüksek frekanslı ses dalgaları uygulanarak malzeme yüzey kirlerinden arındırılır. Bu çalışmada sıvı olarak izopropil alkol kullanılmıştır. Temizleme işlemlerinin ardından yeniden kirliliği önlemek ve malzeme yüzeyindeki alkol kalıntılarını gidermek için mikrofiber bez kullanılmıştır. Mikrofiber bezler kuru yüzeylerde kullanıldığında statik elektriklenme ile temizlik sağlarken ıslak yüzeylerde kullanıldığında kılcallık ile yüzeyden kendi ağırlığının dört katı kadar sıvıyı çeker [61].

Asetat, büyütme yapılacak temiz yüzeyine temas edilmeden alt tabaka tutucuya yerleştirildi. Döner alt tabaka çalışmalarında asetat yerleştirilirken tutucu içerisinde asetatin açılma konumuna dikkat edildi.

3.1.2 Yüksek Vakum Ortamının Oluşturulması

Alt tabaka ve hedef malzemenin hazırlanmasının ardından vakum hacminin kapağı açılarak alt tabaka ve hedef malzeme yerleştirildi. Alt tabaka, tutucu üzerine yerleştirilirken birikim yapılacak yüzeye dokunulmamaktadır.

Hedef malzeme, tutucuya yerleştirildikten sonra malzemenin sağa ve sola hareket etmediğinden ya da hedef malzeme ve tutucu arasında hava boşluğu

kalmadığından emin olmalıdır. Hedef malzeme ve tutucu arasında hava boşluğu kalması o noktada ark oluşumuna sebep olmaktadır. Üretim sırasında gözle göremediğimiz bu ark; plazma ortamının şiddetini düşürebilir ya da yüksek sıcaklığa neden olarak magnetrona zarar verebilmektedir. Bir mikro fiber bez yardımıyla hedef malzemenin hareket edip etmediği test edildi.

Üretimin başlatılabilmesi için DC magnetron ile alt tabaka tutucu arasında düzgün bir elektrik alanının oluşması gerekir. Alt tabaka sistemi pozitif yüklü (anot), DC magnetron sistemi negatif (katot) yüklü olacağından vakum işlemi başlatılmadan önce bu sistemler arasında kaçak oluşturabilecek bir temas olmaması gerekmektedir. Multimetre kullanılarak magnetron ile vakum odası arasında elektriksel iletim kontrol edilmiştir; benzer şekilde alt tabaka ve vakum odası kapağı arasında elektriksel iletkenlik test edilerek herhangi bir temasın olmadığı ölçülerek belirlendi.

Vakum kapağı kapatılmadan önce vakum hacmi ile vakum kapağı arasında kalan conta ve birleşim bölgelerinin temizliği kontrol edilerek vakum kapağı kapatılmıştır. Vakum kapağının tek seferde kapatılması ve birleşim noktalarının birbiri üzerine tamamen yerleşmesi vakum performansı açısından oldukça önemlidir.

Vakum alma işlemi iki aşamadan oluşmuştur;

- # Birinci aşamada rotary pompa çalıştırılarak sistem basıncı 5×10^{-3} mBar seviyesine indirilmiştir. Atmosfer basıncından 5×10^{-3} mBar seviyesine inmek yaklaşık olarak 150 dk (2sa 30dk) sürmektedir.
- # İkinci aşamada rotary pompa ile birlikte turbo moleküler pompa çalıştırılmıştır. Turbo moleküler pompa yüksek çekim performansı sayesinde su soğutma sistemi ile birlikte çalıştırılmaktadır. Rotary pompa ile Turbo moleküler pompa birlikte çalıştırıldığında ortalama 60 dakika' da vakum değeri 5.5×10^{-6} mBar düzeyine ulaşmıştır. Yapılan her üretim için yeniden vakum alınmak zorundadır, ortalama olarak üretim için gerekli olan bu basınç düzeyine 3 saat 25 dakikalık bir sürede ulaşılmıştır.

3.1.3 Plazma Ortamının Oluşması

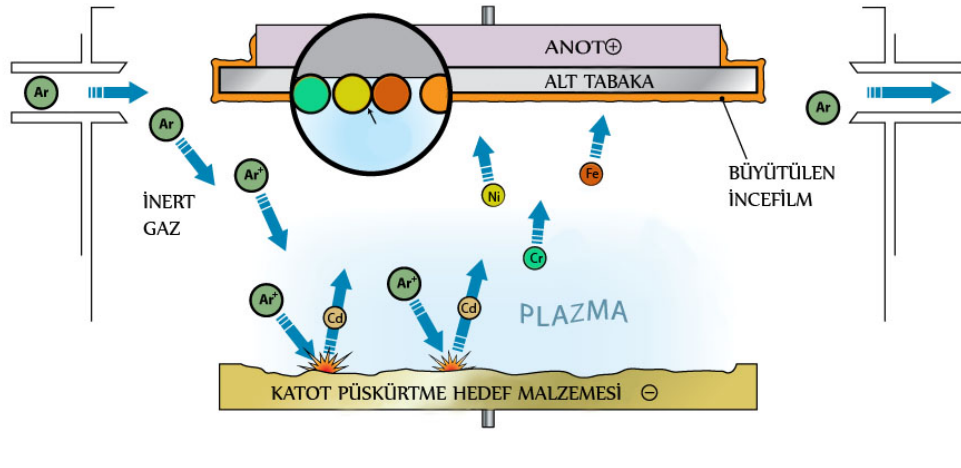
Hedef yüzeyinden atom koparma işlemi, elektrik ve manyetik kuvvetler yardımıyla ortamda bulunan iyonların yüzeye çarpıştırılması sonucu momentum aktarımı ilkesine dayanmaktadır. İyonların hedef malzeme yüzeyine yoğunlaşması ve sürekli iyonize hareket durumları için plazma ortamının oluşması gerekmektedir.

Vakum ortamı argon gazı ile doldurulmuştur. Vakum hacmi içerisine sabit hızda argon gazı verildiğinden vakum değeri yaklaşık 6×10^{-3} mBar seviyelerine yükselmiştir. Plazma ortamının oluşabilmesi için ortama DC gerilim uygulanarak hedef malzeme ile alt tabaka arasında elektrik alan oluşumu sağlanmıştır. Vakum hacminde bulunan argon gazı tanecikleri yüksek vakum ortamı ve ortamda bulunan elektrik alan sebebiyle elektron kaybederek argon iyonlarına dönüşmektedir.

Elektrik alan ve hedef malzeme üzerinde oluşturulan manyetik alan etkisiyle plazma ortamının içerisinde elektron, argon iyonları ve yüzeyden sökülen atom grupları yer almaktadır. Plazma ortamı Şekil 3.3’de gösterilmiştir.

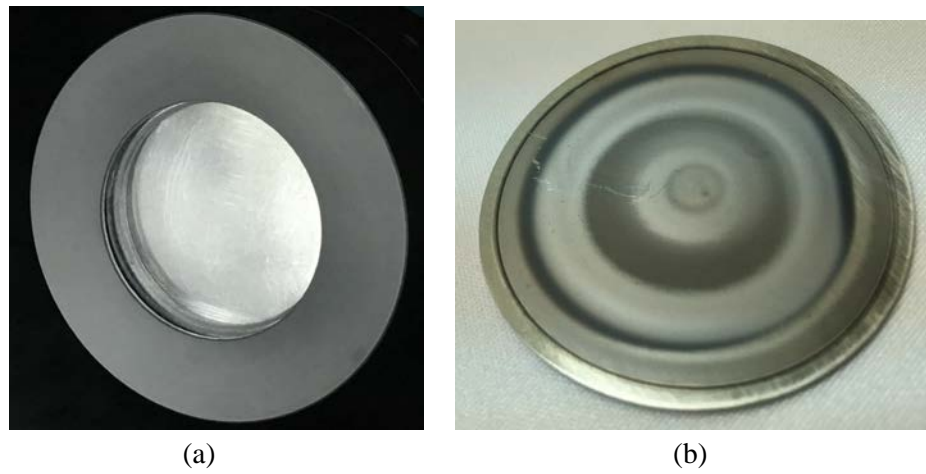
3.1.4 İnce Film Üretimi

Plazma ortamında yer alan pozitif iyon tanecikleri ve serbest elektronlar, bir birine dik olan elektrik ve manyetik alanların etkisiyle hedef malzeme yüzeyine hızlandırılmaktadırlar. Hızlandırılan argon iyonu atomları hedef malzeme yüzeyine çarparak momentum aktarımı gerçekleştirmektedir. Plazma ortamı ve hedef malzeme yüzeyine momentum aktarımı ile alt tabaka üzerinde ince film birikimi Şekil 3.3’de gösterilmiştir.



Şekil 3.3: DC magnetron püskürtme sistemi ile şematik olarak ince film üretimi.

Hedef yüzeyi Fe,Ni,Cr,Cd elementlerinin farklı miktar ve geometrik dizilimlerinden meydana gelmektedir. Hedef yüzeyinden koparılan atom grupları alt tabaka üzerine biriktirilerek film üretimi gerçekleşmektedir. Elektrik ve manyetik alan sebebiyle argon iyonları hedef malzeme üzerinde belirli bir bölgeye daha yoğun şekilde çarparak daha fazla atom sökmektedir. Bu bölge sökülme hattı (Each line) olarak isimlendirilmektedir. FeNiCrCd alaşım hedef malzemesi ince film üretiminden önce ve sonra olarak Şekil 3.4'de gösterilmiştir. Şekilde sökülme hattı gözlemlenebilmektedir.



Şekil 3.4 : a) İnce film üretiminden hemen önce hedef malzeme görüntüsü
b) İnce film üretiminin ardından hedef malzeme görüntüsü.

Bu çalışmada aynı hedef malzeme ile iki farklı parametre üzerine ince filmler üretilmiştir. İlk üretimlerde alt tabaka sabit tutularak (hızsız) farklı birikim hızlarında gerçekleştirilmiş ve biriktirme hızının film içerisinde manyetik ve yapısal etkileri incelenmiştir. İkinci parametrenin üretimlerinde filmlerin biriktirme hızları eşit (0.5 nm/s) tutularak, alt tabakanın farklı dönüş hızları ile üretim yapılarak film üzerindeki manyetik ve yapısal etkileri incelenmiştir. Bu değişiklikler dışında kalan tüm etkenler üretilen tüm filmler için sabit değerlerde tutulmuştur.

3.1.5 İnce Film Muhafaza Alanı

İnce film üretimi sonrasında vakum odası basıncı açık hava basıncı ile eşitlenerek üretilen film yüzeyine temas edilmeden tutucusundan alınmaktadır. Her film tabakası ayrı olarak paketlenerek toplu şekilde muhafaza edilmektedir. Film numuneleri bir miktar silika jel ile aynı ortamda muhafaza edilerek yüzey oksitlenmeleri engellenmektedir. İnce filmlerin değişebilen atmosfer ortamı ile etkileşimini minimize edebilmek için saklama alanı olarak özel vakum yağı ile kapatılan desikatörler kullanılmıştır.

3.2 İnce Film Karakterizasyon Teknikleri

3.2.1 X-ışını Difraksiyon (XRD) Tekniği

Amorf olmayan katı malzemeler içerisinde bulunan atom gruplarının dizilimi o katı malzemeye özgü şekilde kendini tekrar eden yüzeylerden oluşmaktadır. Kendini tekrar eden bu yüzeyler katının kristal yapısını oluşturmaktadır.

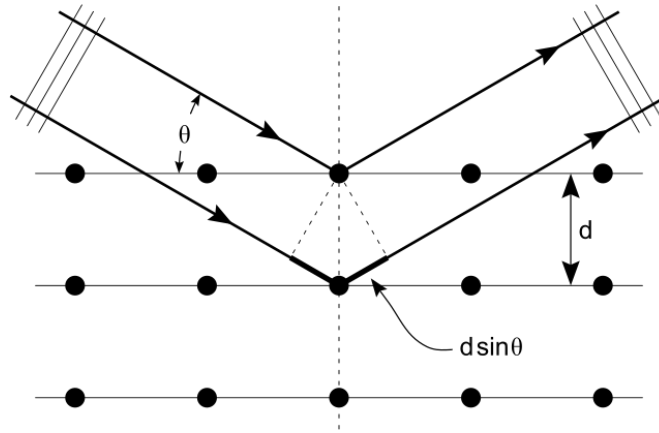
X-ışını Kırınım (X-Ray Diffraction, XRD) yöntemi, her bir kristalin fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak X-ışınları karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır [62].

X-ışını kırınım tekniği ile incelenen numuneye zarar verilmeden örgü noktalarındaki atomların cinsleri bulunabilir ve düzlemler arası mesafeler tespit edilebilir.

Kristal yapı üzerine düşürülen X-ışını demeti kristali oluşturan atomlara etki ederek kırınıma uğrar. Kırınım esnasında X-ışını demetinin tüm yönlerde saçılmasıyla oluşan faz değişimleri sonucunda yapıcı ve yıkıcı girişimler meydana gelmektedir. Yapıcı girişimi oluşturan X-ışınları aynı fazda olup denklem 3.1’de verilmiş olan bragg koşulunu sağlayan X-ışınları yapıcı girişim oluşturmaktadır. Denklem 3.1’de n yansıma mertebesi, λ gelen ışının dalga boyu, d_{hkl} düzlemler arası mesafe, θ gönderilen ışının düzlemlerle yaptığı yansıma açısıdır [63].

$$2d_{(hkl)}\sin\theta=n\lambda \quad (n= 1,2,3\dots) \quad (3.1)$$

Numune üzerine dalga boyu bilinen bir X-ışını gönderildiğinde yapıcı girişimin meydana geldiği noktada θ değerinin ölçülmesi ile düzlemler arası mesafe hesaplanabilir. Tipik bir kristal üzerine düşürülen X-ışını demetinin bragg yasasına uyarak yansıması Şekil 3.5’de gösterilmiştir.



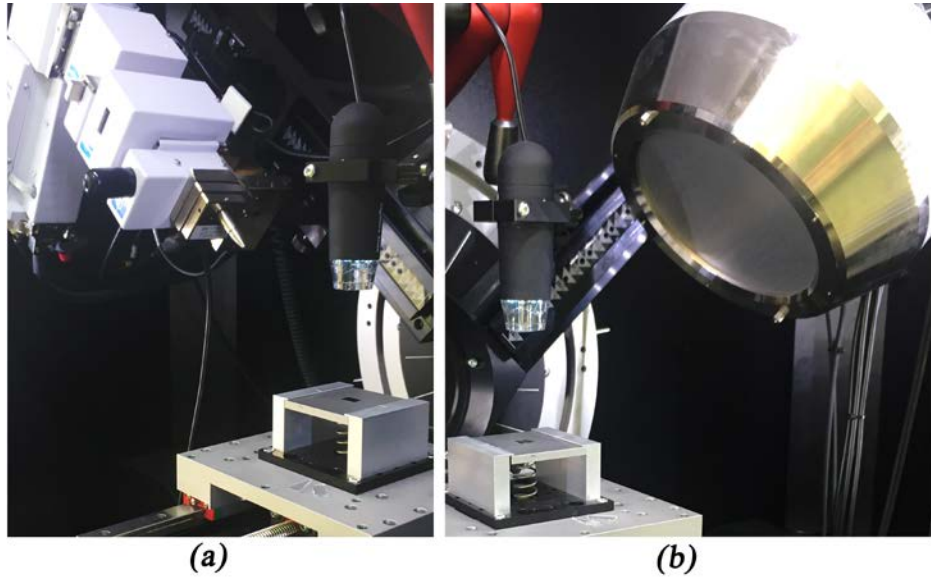
Şekil 3.5 : Kristal düzlem üzerine gelen ve yansıyan X-ışınları.

X-ışını demetinin örnek ile etkileşimi sonucunda yapıcı girişimler oluşur ve ölçümler sonucunda elde edilen X-ışını kırınımı deseninde örnek içerisindeki örgü noktalarında bulunan atomlara özgü pikler gözlenir. Numunelerin kristal düzlemine ait tane büyüklükleri Scherrer Formülü ile hesaplanır. Scherrer bağıntısı;

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

Şeklinde ifade edilir. Kristal düzlemine ait tane büyüklüğü t , kırınım deseninde elde edilen pikin yarı yüksekliğindeki pik genişliği β (FWHM) değeri, yansıma açısı θ ile ifade edilmektedir [64].

Bu çalışmada ince film tabakalarının XRD analizleri Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi, Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan (Bruker, D8 Advance with Davinci Design for XRD², Birleşik Krallık) XRD cihazı kullanılarak gerçekleştirildi. XRD cihazının bileşenlerinden elektron tabancası ve numuneye ait görsel Şekil 3.6(a)'da, detektör ve numuneye ait görsel Şekil 3.6 (b)'de gösterilmektedir.



Şekil 3.6 : a) XRD cihazında sırasıyla elektron tabancası-numune görünümü, b) XRD cihazında sırasıyla numune- ışın detektörü görünümü, (Bruker, D8 Advance with Davinci Design for XRD², Birleşik Krallık).

3.2.2 Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES)

Atomlar, bilindiği üzere farklı enerji düzeylerinde elektronlara sahiptir. Dışarıdan çeşitli enerjiler (ısı, ışık vb.) ile bir atomun uyarılması durumunda atomun değerlik elektronlarından en az biri bu enerjiyi alarak daha yüksek bir enerji seviyesine atlar. Elektron, atomun kararlı yapısından dolayı temel hal enerji seviyesine dönerken bu iki atomik orbital arasındaki enerji farkına karşılık gelen bir dalga boyunda radyasyon salınımı yapar. Atomik emisyon spektroskopisinin çalışma yapısı, atomu uyararak atoma ait değerlik elektronun temel enerji düzeyine dönerken yaptığı foton yayılımının tespit edilmesi prensibine dayanmaktadır. Yayınlanan fotonun dalga boyu AES tarafından kaydedilir. Her element farklı dalga boylarında salınım yapar ve diğerlerinden farklı bir emisyon seviyelerine sahiptir. Atomik emisyon spektroskopisi tarafından yapılan analizler sonucunda, ölçümü yapılan numune içerisinde var olan element çeşitliliği ve bu çeşitliliği yüzde olarak miktarı tespit edilir. [65,66]

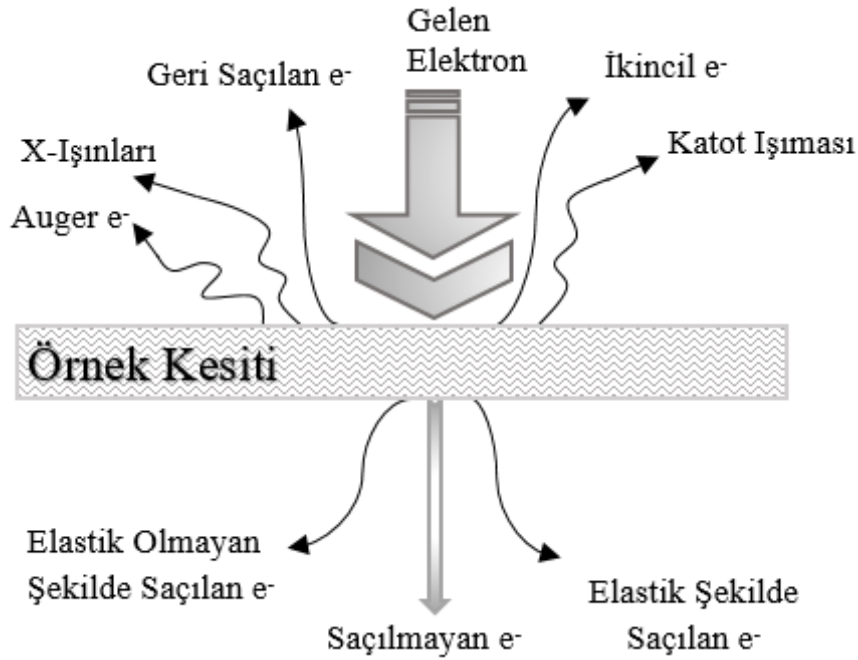
Bu çalışmada kullanılan hedef malzemeden numune alınarak malzemenin elementel içeriği Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Araştırma Merkezi (BÜTAM) tarafından atomik emisyon spektroskopisi (ICP-AES) cihazı (Perkin-Elmer, OPTIMA 7300 DV, ABD) ile analiz edildi.

3.2.3 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope, SEM), malzeme yüzeyinden mikrometre ve nanometre boyutlarında görüntü elde etme olanağı sunmaktadır. Işık mikroskoplarından farklı olarak bu sistemde malzeme yüzeyi yüksek enerjili elektronlar tarafından taranarak incelenir. Tarama işleminde kullanılan elektronların kısa dalga boylu olmaları ışık mikroskoplarına oranla yüksek çözünürlükte görüntü elde edilmesine olanak sağlar.

Numune üzerine yoğunlaştırılacak elektronların elde edilmesinde kullanılan farklı kaynaklar mevcuttur. Bu çalışmada kullanılan taramalı elektron mikroskobunda elektron kaynağı olarak Lanthanum hexaboride (LaB_6) kullanılmaktadır. Elektron tabancasından elde edilen elektronlar anot plakası aracılığıyla numune üzerine hızlandırılır. Hızlandırılan elektron demetinin yönlendirilmesi, demet çapının

sınırlandırılması ve örnek üzerine odaklandırılması için uygun mercekler ve tarama bobinleri kullanılır [67]. Elektron demetinin örnek yüzeyi ile çarpışması sonucunda madde içinde saçılan ve saçılmayan elektronlar, auger elektronları, geri saçılan elektronlar, ikincil elektronlar, X-ışınları gözlenir. Görüntünün oluşması, çarpışmalar sonucunda ortaya çıkan etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra dijital ortama aktarılması ile gerçekleşir [40]. Demet - numune etkileşimi sonucunda seri saçılan elektronlar ile ikincil elektronlar görüntü oluşumunu, X-ışınları ile Auger elektronları ise, ince bir yüzey tabakasının kimyasal analizini sağlamaktadır [67]. SEM' de hızlandırılmış elektronların örnek yüzeyindeki atom grupları ile çarpışmaları incelenerek görüntü elde edilir. İncelenmek istenen örnek yüzeyi ile yüksek enerjili elektronların etkileşimi Şekil 3.7'de gösterilmiştir.



Şekil 3.7 : Elektron demeti ile örnek etkileşimi sırasında gerçekleşen elektron ve X-ışını saçılmaları.

3.2.4 Enerji Ayırmalı X-Işını Spektroskopisi (EDX)

EDX, taramalı elektron mikroskopunun sistemine tümleşik şekilde çalışabilen elektron ve örnek yüzeyi etkileşmesi sırasında saçılan X-ışınlarını belirleyerek örneğe ait atomik içerik hakkında bilgi edinilmesini sağlayan bir detektör sistemidir. Elektron demeti bir katı içerisine gönderildiğinde bu katı içindeki elektronlar ile saçılmalara uğrayabilirler. Eğer katı içerisine verilen elektronlar, elektronların orbitallere bağlanma enerjilerinden daha büyükse atom içerisinden bir elektronu söker. Sonuç olarak burada boşalan elektron yörüngesine bir üst yörüngeden başka bir elektronun bu boşalan yere geçmesiyle karakteristik bir X-ışını yayınlanır. Yayınlanan X-ışınları EDX detektörü tarafından tespit edilir. Yayınlanan ışının dalga boyu ve şiddeti numunenin kimyasal bileşimi hakkında bilgi verir [25,68].

Bu çalışmada Konya, Selçuk Üniversitesi, İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (İLTEK)'nde kullanılan SEM (Zeiss, EVO LS 10, Almanya) cihazı ile ince filmlerin yüzey görüntüleri elde edilerek SEM cihazı üzerine entegre şekilde kullanılabilen EDX detektörü (Bruker, eV123, Birleşik Krallık) ile filmlerin atomik içerikleri belirlendi.

3.2.5 Titreşimli Numune Manyetometresi (VSM)

Fornier tarafından 1956 yılında keşfedilen Titreşimli Numune Manyetometresi malzemenin manyetik özelliklerinin ölçümünde kullanılır.

VSM' in temel çalışma prensibi Faraday yasasına dayanmaktadır. Faraday indüksiyon kanununa göre kapalı bir devrede ki manyetik akı değişimi, kapalı devre içerisinde bir e.m.k indüklenmesine sebep olur. Bu yasaya göre, bobin üzerindeki manyetik akının zamana bağlı değişimi durumunda indüklenen e.m.k değeri;

$$\varepsilon = -N \frac{d\varphi}{dt} \quad (3.3)$$

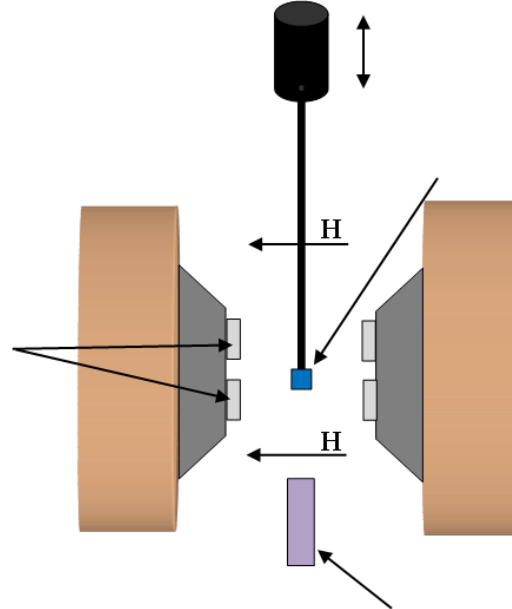
Eşitliği ile verilmektedir. Bu eşitlik üzerinde ε indüklenen e.m.k, N manyetik akının geçtiği bobinin sarım sayısı, t zaman ve φ manyetik akıyı ifade etmektedir [19].

Manyetik akı ifadesi;

$$\varphi = \vec{B} \cdot \vec{A} \quad (3.4)$$

Eşitliği ile verilir. Eşitlikte \vec{B} manyetik indüksiyon, \vec{A} manyetik indüksiyonun etki ettiği kapalı devre alanıdır.

Eşitlikler üzerinde gösterildiği gibi bir indüksiyon e.m.k' sının oluşabilmesi için manyetik akının zamanla değişimi gerekmektedir. Manyetik akının zamana bağlı değişimi, malzeme üzerine değişken manyetik alan uygulanması ile ya da düzgün manyetik alan altında malzemenin titreştirilmesi ile gerçekleştirilebilir. VSM cihazının çalışması düzgün manyetik alan içerisinde konan manyetik malzemenin manyetik alana dik ya da paralel eksenlerde titreştirilmesine dayanmaktadır. Malzeme üzerinde manyetik akı değişimi sonucunda indüksiyon e.m.k' sı ölçülmektedir. İndüklenen e.m.k değeri titreşen numunenin manyetizasyonu ile orantılıdır [32]. Bu ölçüm sonucunda malzemeye ait bir manyetizasyon grafiği elde edilir. VSM cihazının şematik gösterimi Şekil 3.8'de verilmiştir.



Şekil 3.8 : Titreşimli Numune Manyetometresi (VSM) şeması.

VSM sistemi, karşılıklı olarak yerleştirilen iki elektromıknatıs, numune tutucu mekaniksel titreştirici, ortamdaki manyetik alanı algılayan gauss metre probu, indüklenen e.m.k'nın ölçümünü sağlayan toplama bobinleri ve elde edilen verileri bilgisayara aktaran yükselteç ile gauss metreden oluşmaktadır [19].

VSM sistemi numune ölçümü yapılmadan önce kalibrasyon gerektirir. Kalibrasyon işlemini iki aşamada yapılmaktadır.

- Numune tutucuya yerleştirilen örnek, iki elektromıknatısın arasında sağlıklı ölçüm alabilmek için en uygun konumda olacak şekilde ayarlanır. Bu işlemde numunenin konumu bilgisayar üzerinden kontrol edilerek gerçekleştirilir.
- Kalibrasyon işlemi, manyetizasyon değeri bilinen nikel (Ni) ile yapılır. Nikelin bilinen manyetizasyon değerinin cihaz tarafından ölçülen manyetizasyon değerine oranı kalibrasyon sabiti kabul edilir. Kalibrasyon işleminden sonra numune ölçümü Nikel standardına uygun konumlandırılarak gerçekleştirilir.

VSM sistemi ile yapılan numune ölçümünde uygulanan manyetik alana bağlı olarak numunenin mıknatıslanma değeri elde edilir. Elde edilen mıknatıslanma değeri VSM ölçümüne kullandığımız numune hacmine bölünerek birim hacimde ki mıknatıslanma değeri elde edilir. Ortaya çıkan bu yeni mıknatıslanma verisi ile VSM cihazında uygulanan manyetik alan verisini kullanarak Histeresis grafiği çizilir.

Bu çalışmada İnce film manyetizasyon ölçümleri için Balıkesir Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Nanomanyetik Malzeme Ölçüm laboratuvarında bulunan (ADE Technologies, DMS-EV9, ABD) VSM cihazı kullanıldı.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışma kapsamında manyetik ince filmler, atomik içeriği bilinen Fe, Ni, Cr ve Cd elementlerinden oluşan bir alaşım hedef malzemeden doğru akım magnetron püskürtme sistemi ile iki farklı parametre üzerine toplamda 8 adet farklı ince filmler üretildi. İnce filmlerin yapısal ve manyetik analizlerinden elde edilen bulgular paylaşılacak ve elde edilen bu bulgular tartışılacaktır.

FeNiCrCd alaşım hedef malzemeden 0.02, 0.04, 0.06 ve 0.08 nm/s biriktirme oranlarına sahip dört adet ince film üretildi. İnce filmler, üretim öncesi yapılan kristal yapı analizlerine göre amorf yapıda olduğu belirlenen esnek polimer bir asetat kâğıdı yüzeyine biriktirildi. Biriktirme oranının artışına bağlı olarak ince filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri incelendi. Üretim parametrelerinden film kalınlığı her film için 50 nm olarak sabitlendi ve alt tabakanın hareketleri engellenerek film konumu tüm eksenlerde sabitlendi. Tüm film üretimleri için hedef malzeme ile alt tabaka mesafesi her bir üretim için eş mesafede ve her deney süresince sabit tutuldu. Deneysel süreç yaklaşık oda sıcaklığında ve yaklaşık 5.3×10^{-3} mBar basıncında vakum içerisinde gerçekleştirildi. Filmlerin üretim parametreleri Tablo 4.1’de verilmiştir.

Alt tabaka dönüş hızlarının ince filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri üzerine etkisi incelendi. Bu film üretiminde biriktirme oranı olarak 0.02, 0.04, 0.06 ve 0.08 nm/s değerlerinin aritmetik ortalaması alındı ve tüm filmler için biriktirme oranı 0.05 nm/s’de sabit olacak şekilde üretimler gerçekleştirildi. Film birikiminin sağlandığı alt tabaka tutucusu merkezinden yüzey normali eksenine etrafında 0,15,30 ve 45 rpm hızlarında döndürüldü. Filmlerin üretim parametreleri Tablo 4.4’de verilmiştir.

4.1 Hedef Malzeme Elementel Analizi

Bu çalışma kapsamında tabaka halinde bulunan tek kaynak malzemeden iki adet hedef malzeme elde edildi. Hedef malzemelerin ilkinden biriktirme oranına bağlı dört adet ince film ve ikincisinden ise alt tabaka dönüş hızına bağlı dört adet ince film üretildi. Film üretimlerinde kullanılmak üzere seçilen hedef malzeme tabakasından numune alınarak hedef malzemenin atomik içerik analizleri Balıkesir Üniversitesi,

Temel Bilimler Araştırma Merkezi (BÜTAM)'da bir ICP-AES cihazı (Perkin-Elmer, OPTIMA 7300 DV, ABD) kullanılarak yapıldı. ICP-AES analizleri sonucunda hedef malzeme içerisinde %51.17 oranında Fe, %13.42 oranında Ni, %12.67 oranında krom ve % 22.74 oranında kadmiyum tespit edildi. Üretilen ince filmlerin ve kullanılan hedef malzemenin elementel analizleri biriktirme parametresine bağlı filmler için tablo 4.2'de ve alt tabaka dönüş hızlarına bağlı filmler için tablo 4.5'de gösterildi.

4.2 Farklı Birikim Hızlarında Üretilen FeNiCrCd Filmler

Bu bölümde farklı biriktirme hızlarında üretilmiş FeNiCrCd içeriğine sahip alaşım ince filmlerin elementel, kristal yapı ve manyetik özelliklerine dayanan analizleri paylaşılacak ve elde edilen bulgular tartışılacaktır. FeNiCrCd ince filmlerinin biriktirme oranına bağlı üretim parametreleri tablo 4.1'de verilmiştir.

Üretim aşamasında vakum odasında yer alan kalınlık sensörünün verdiği ölçüm değerleri kabul edilerek tüm ince filmler 50 nm kalınlıkta üretildi. Alt tabaka yüzeyine püskürtme işleminin gücüne bağlı film biriktirme hızı sistemde uygulanan akım ile kontrol edilmektedir. Üretim aşamasının tamamı yaklaşık 5.3×10^{-3} mBar basınç altında, sabit 40 sccm inert gaz akışında ve oda sıcaklığında gerçekleştirildi. Biriktirme oranına bağlı filmlerin üretiminde filmin büyütüldüğü alt tabaka mekanizması sabit olarak konumlandırılmış ve açısız bir değişim yapılmamıştır.

Tablo 4.1 : Farklı birikim hızlarında üretilen filmlerin üretim parametreleri.

Birinci film Serisi Numune Adı	Hedef Malzeme İçeriği	Alt tabaka Dönüş Hızı (rpm)	Biriktirilen İnce Film Kalınlığı (nm)	Vakum basıncı ($\pm 0.1 \times 10^{-3}$ mBar)	Sıcaklık (± 2 K°)	Birikim Hızı (nm/s) (± 0.001)
1-1 Film	FeNiCrCd	0	50	5.3×10^{-3}	295	0.02
1-2 Film						0.04
1-3 Film						0.06
1-4 Film						0.08

4.2.1 Filmlerin Elementel Analizi

DC magnetron püskürtme tekniği kullanılarak artan biriktirme oranlarında üretilen ince filmlerin elementel analizleri SEM ile birleşik olan (Bruker, Quantax 124 eV, Birleşik Krallık) EDX cihazı ile yapıldı. Yapılan elementel analiz sonuçlarında biriktirme oranı parametrelerine bağlı olarak üretilen FeNiCrCd alaşım filmlerinin içerikleri elde edildi. Elde edilen analiz sonuçları Tablo 4.2’de verildi.

Biriktirme oranında yapılan 0.02 nm/s aralıklarda gerçekleşen artışlara bağlı olarak üretilen malzemelerin içeriğinde, kadmiyum elementinin diğer elementlere oranla daha yüksek miktarda bulunduğu tespit edildi. Biriktirme oranının 0.02 nm/s’den 0.08 nm/s’ye kademeli arttırılması sonucunda kadmiyum elementinin atomik yüzdesi % 54.17’den % 58.85’e yükseldiği bulundu. Bunun yanı sıra demir elementinin atomik içeriği belirgin şekilde azaldı. Biriktirme oranının 0.02 nm/s ile kademeli arttırılması sonucunda demir elementinin atomik içeriği % 24.64’ten % 22.49’a azaldığı bulundu. Film içeriğinde bulunan elementlerin atomik miktarları kaynak malzeme içeriği ile kıyaslandığında kaynak malzemedan oldukça farklı olduğu görülmektedir. Bu farklılığın nedeni Demir metalinin Kadmiyum elementine göre daha yüksek bağ enerjisi / erime noktasına sahip olmasına atfedilebilir [46]. Püskürtme tekniği fiziksel bir yöntem olduğundan elementlerin fiziksel nicelikleri bu teknik için oldukça önemlidir. Tablo 4.2’ de görüldüğü gibi, filmlerde Krom atomlarının atomik yüzdesi, birikim oranının artışı ile azalmıştır. Bununla birlikte, birikim hızı sistematik olarak değiştiğinde atomik nikel miktarı % 8.04 - % 9.57 arasında değişmiştir.

Tablo 4.2 : Biriktirme oranı artışına bağlı olarak içerik analizi.

Birinci film Serisi Numune Adı	Birikim Hızı (nm/s) (± 0.001)	Demir (%)	Nikel (%)	Krom (%)	Kadmiyum (%)
1-1 Film	0.02	24.64	8.23	12.96	54.17
1-2 Film	0.04	24.52	8.61	11.82	55.05
1-3 Film	0.06	23.95	9.57	10.32	56.16
1-4 Film	0.08	22.49	8.04	10.63	58.85
Hedef Malzeme	-	51.17	13.42	12.67	22.74

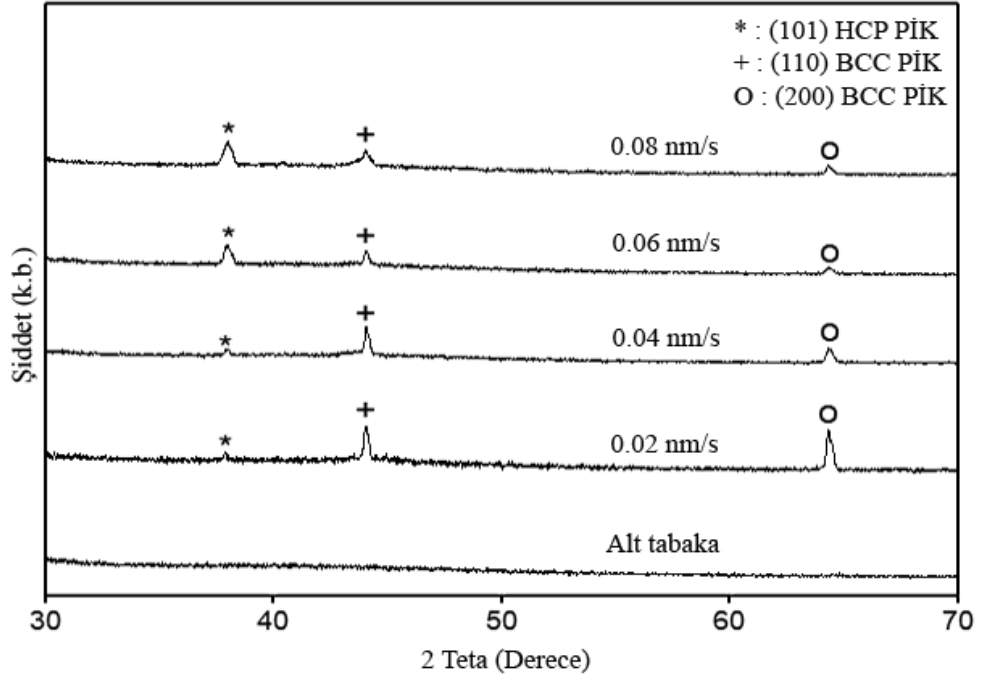
4.2.2 Yapısal Karakterizasyon

Üretilen FeNiCrCd içerikli alaşım ince filmlerin kristal yapı analizleri X-ışını kırınımı yöntemi (XRD, Bruker D8 Advance) kullanılarak incelendi. Elde edilen XRD desenleri kullanılarak FeNiCrCd alaşım ince filmlerinin kristal yapıları, düzlemler arası mesafe parametreleri hesaplandı. Filmlerin yüzey analizleri taramalı elektron mikroskobu (SEM, Zeiss Evo LS 10) ile yapıldı. Film büyütülen alt tabaka ve tüm film numunelerine ait yüzey görüntüleri elde edildi.

FeNiCrCd filmlerinin XRD analizleri 0.15406 nm dalga boyuna sahip olan $Cu-K\alpha$ ışınması kullanılarak gerçekleştirildi. Yapılan ölçümlerde filmlerin biriktirildiği alt tabaka ve farklı biriktirme oranına göre üretilen film örnekleri incelendi. Örnekler, $2\theta=20^\circ$ ve $2\theta=90^\circ$ Aralığında 0.005° adım aralığında tarandı. Bu inceleme sonucunda $2\theta=30^\circ$ ve $2\theta=70^\circ$ Aralığında film içeriklerine ait pikler elde edildi. Film alt tabakası ve 0.02 nm/s, 0.04 nm/s, 0.06 nm/s, 0.08 nm/s biriktirme oranlarında üretilen filmlerin XRD desenleri Şekil 4.1’de gösterilmiştir. Filmlerin biriktirildiği alt tabakanın amorf yapıda olduğu Şekil 4.1’de görülmektedir. Bu sebeple filmlerin kristal yapılarında alt tabakaya ait herhangi bir pik gözlenmemiştir. Filmlerin XRD desenleri incelendiğinde $2\theta=38^\circ$ civarında (101) düzleminde hegzagonal sıkı paket yapısına ait (HCP) piki, $2\theta=44^\circ$ civarında (110) düzleminde ve $2\theta=64^\circ$ civarında (200) düzleminde hacim merkezli kübik yapısına ait (BCC) iki pikin yükseldiği görülmektedir. Elde edilen tepe noktaları için sırasıyla; $2\theta=38^\circ$ için 85-1328, $2\theta=44^\circ$ için 35-1375, $2\theta=64^\circ$ için 34-0396 numaralı JCPDS kartlarından yararlanıldı. Üretim parametresi 0.02 nm/s oranında olan filmde $2\theta=44^\circ$ ve $2\theta=64^\circ$ de gözlenen BCC piklerinin biriktirme oranının artışına bağlı olarak pik şiddetlerinin kademeli olarak azaldığı tespit edildi. Aynı zamanda $2\theta=38^\circ$ de gözlenen HCP düzlemine ait pik şiddetinin kademeli olarak arttığı görülmektedir. Elde edilen XRD desenleri JCPDS kartları ile karşılaştırıldığında $2\theta=38^\circ$ ’de gözlenen pikin kadmiyum elementine ait karakteristik pik olduğu tespit edildi. XRD desenleri incelendiğinde, biriktirme oranının 0.02 nm/s’den 0.08 nm/s’ye kadar kademeli olarak arttırılması sonucunda EDX analiz sonuçları ile uyumlu olarak FeNiCrCd alaşım ince filmlerin kristal yapılarının yüzey merkezli kübik yapıdan hegzagonal sıkı paket (HCP) yapısına dönüştüğü anlaşılmaktadır.

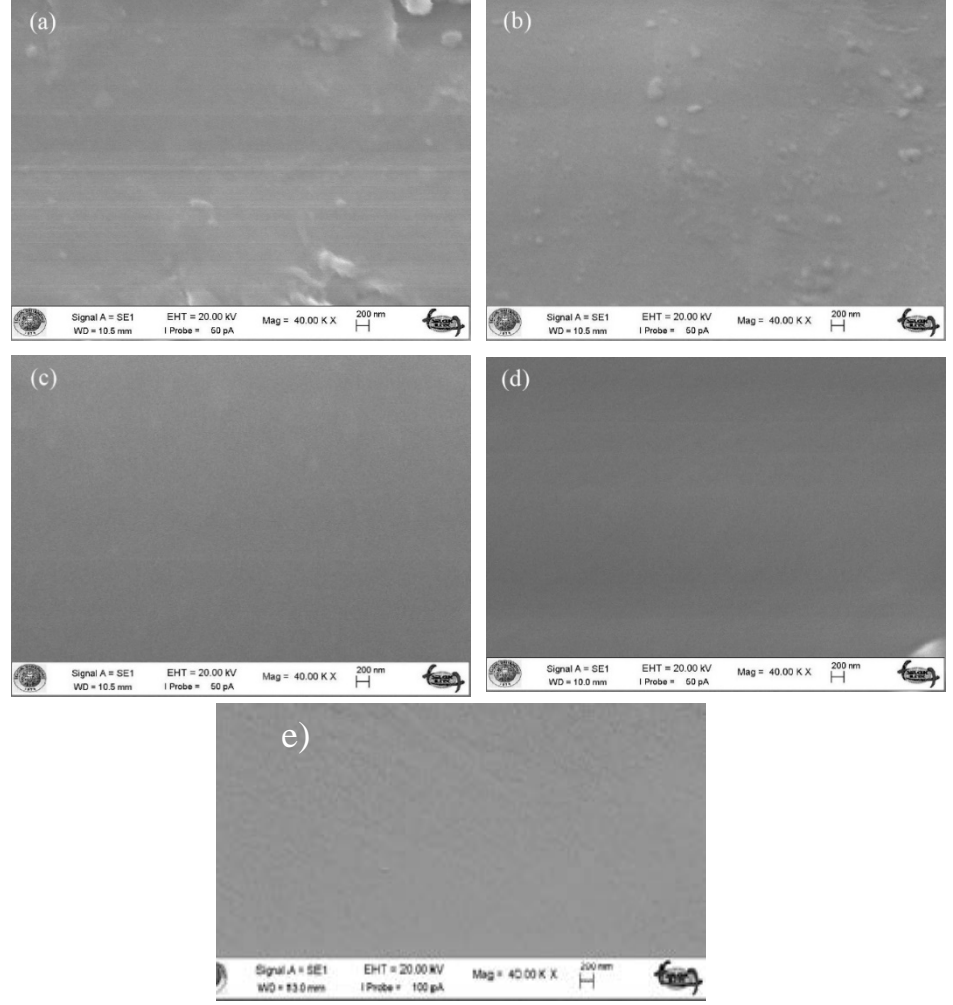
Filmlerin XRD spektrumlarından, açılmal konumlarından ve denklem 3.1'den yararlanılarak düzlemler arası uzaklık değeri en yüksek pik yoğunlukları için hesaplandı. Pik konumlarından elde edilen düzlemler arası mesafe değeri biriktirme oranının 0.02 nm/s, 0.04 nm/s, 0.06 nm/s ve 0.08 nm/s şeklinde artmasıyla $d_{(200)}=0.1448$ nm, $d_{(110)}=0.2054$ nm, $d_{(101)}=0.2055$ nm ve $d_{(101)}=0.2367$ nm olarak tespit edildi. Tane büyüklükleri hesaplanırken her film için en yüksek pikin yarı pik genişliği kullanılarak Scherrer formülünden yararlanıldı [69]. Biriktirme oranının 0.02 nm/s'den 0.08 nm/s'ye kademeli artışı ile tane büyüklükleri (t) sırasıyla 40.1 nm, 37.3 nm, 34.4 nm ve 23.4 nm şeklinde azaldığı bulundu.

Farklı biriktirme oranlarının (0.04, 0.06, 0.08, 0.10, 0.12 nm/s) FeNiCr alaşım ince filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri üzerine etkilerinin incelendiği bir çalışmada tane boyutları 8 nm'den 16'ye kadar arttığı bulunmuştur. FeCrNiCd alaşım filmlerin tane boyutları FeNiCr çalışması ile karşılaştırıldığında tane boyutları 40 nm'ye ulaşmaktadır. Bu durum filmlerin atomik bileşen yüzdelerinin yanı sıra çoğunlukla kadmiyum bileşeninin etkisinden kaynaklandığı düşünülmektedir. [70].Filmlerin örgü sabitleri (a) en küçük kareler yöntemi ile hesaplandı. Filmlerin örgü parametrelerinin değeri hcp yapısı için $a=0.3096$ nm ve $c=0.5066$ nm olarak hesaplandı. Hesaplanan örgü sabitleri (a) literatürde verilen değeri ile uyumludur ($a_{Cd} = 0.2979$ nm, $c_{Cd} = 0.5617$ nm). Bcc yapı için örgü sabiti literatürde verilen değeri arasında yaklaşık olarak $a=0.2903$ nm olarak hesaplandı ($a_{Fe} = 0.2866$ nm, $a_{Ni} = 0.3524$ nm, $a_{Cr} = 0.2885$ nm) [71].



Şekil 4.1 : Yüzeyine film biriktirilen asetat alt tabaka ve biriktirme oranlarının 0.02 nm/s ve 0.08 nm/s aralığındaki artışına bağlı olarak filmlerin XRD desenleri.

FeNiCrCd filmlerinin 0.02 nm/s ile 0.08 nm/s arasında artan biriktirme oranlarında üretilmiş örneklerinin SEM görüntüleri sırasıyla; 0.02 nm/s (a), 0.04 nm/s (b), 0.06 nm/s (c) ve 0.08 nm/s (d) olarak Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Üzerinde filmlerin biriktirildiği alt tabakaya ait yüzey görüntüsü de Şekil (e)’de gösterilmektedir. Alt tabaka görüntüsü incelendiğinde filmlerin biriktirildiği alt tabakanın pürüzsüz bir zemine sahip olduğu çıkarımı yapılabilir. Şekilde 0.02 nm/s biriktirme oranında üretilmiş filmin görüntüsü pürüzlü bir yüzeye sahipken artan biriktirme oranıyla birlikte 0.08 nm/s’de üretilen filmin yüzeyi berrak ve pürüzsüz bir görüntüye sahiptir. Yapılan görüntü analizi sonucunda artan biriktirme oranlarının yüzey morfolojisi üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu anlaşılmıştır [72].



Şekil 4.2 : FeNiCrCd alaşım ince filmlerinin a) 0.02, b) 0.04, c) 0.06, d) 0.08 nm/s biriktirme oranlarında üretilen ince filmlerin ve e) asetat alt tabakanın SEM görüntüleri.

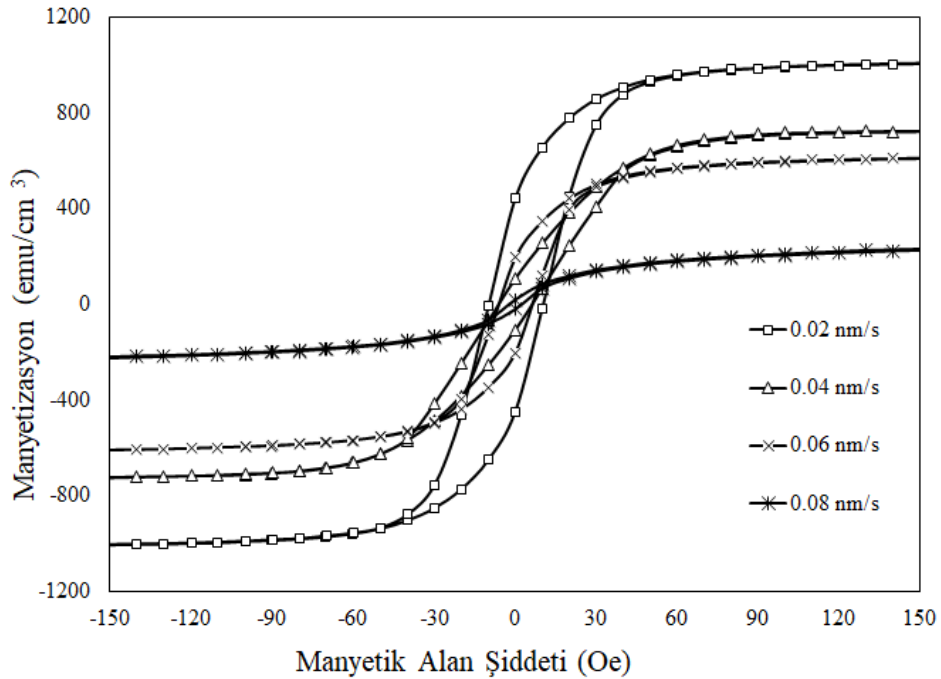
4.2.3 Filmlerin Manyetizasyon Analizi

Demir, nikel elementleri ve bu malzemelerin alaşımları ferromanyetik alınganlığa sahip güçlü mıknatıslanma etkisi gösteren maddelerdir. Bu malzemelerde mıknatıslanmanın yönü, şiddeti ve büyüklüğü malzeme üzerine dış manyetik alan uygulanarak belirlenir. Manyetik malzemeler için malzeme üzerine uygulanan dış manyetik alan ile malzemeyi oluşturan toplam atomik manyetik momentlerinin yönelimleri sağlanır ve etkileşim süreci sonrasında ortaya çıkan histeresis eğrisi, malzemenin manyetik özelliklerinin tanımlanmasında yardımcı olmaktadır. Manyetik malzeme çeşitleri ve malzemelerin atomik manyetik momentleri 2. Bölümde

açıklanmıştır. Histeresis eğrileri Bölüm 2’de ve ölçme aleti olarak kullanılan VSM sisteminin çalışma yapısı hakkında bilgiler Bölüm 2’de açıklanmıştır.

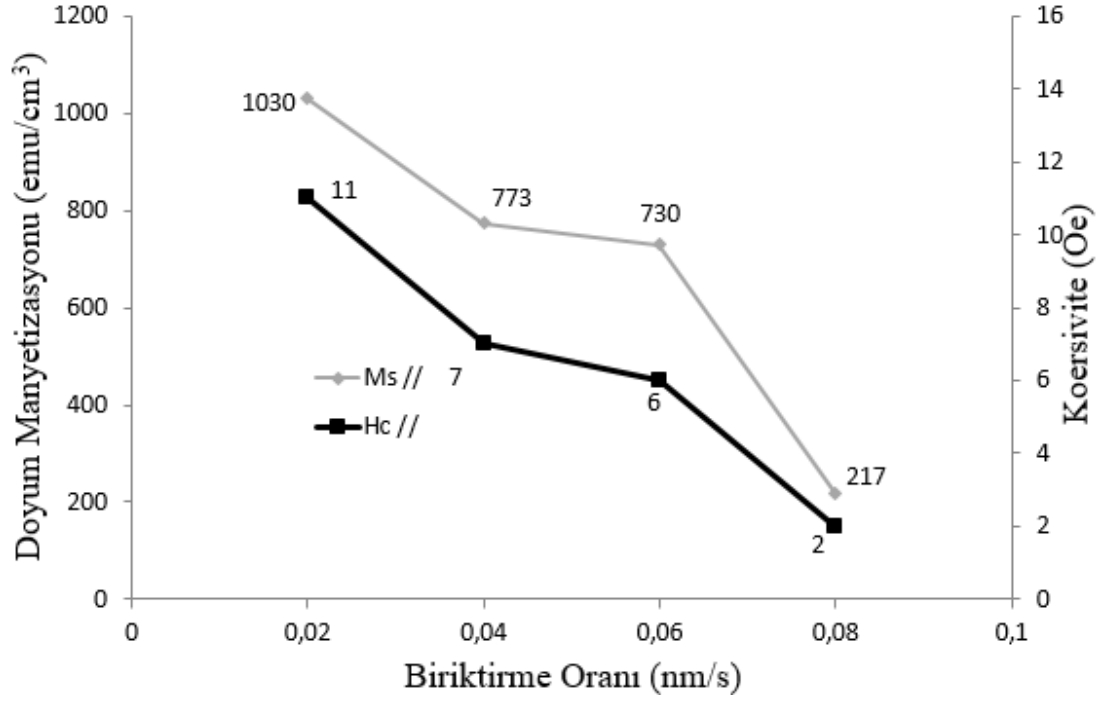
Farklı birikim hızlarında üretilen FeNiCrCd içerikli ince filmlerin dış manyetik alana bağlı mıknatıslanma özellikleri Balıkesir Üniversitesi Fizik Bölümü Nanomanyetik Malzeme Ölçüm Laboratuvarı’nda bulunan VSM cihazı ile yapıldı. Manyetizasyon analizleri yapılırken cihazın numune üzerine uyguladığı dış manyetik alan şiddeti ± 20 kOe aralığında ve ölçüm işlemleri oda sıcaklığında gerçekleştirildi. VSM ölçümlerinde kullanılacak film tabakasına ait numune boyutu 50 nm yüksekliğe ve 6 mm çapında silindirik bir geometriye sahiptir. Dış manyetik alanın film düzlemine paralel ve dik uygulanması ile her ince film için histeresis eğrisi elde edilmiştir.

Birikim hızları 0.02, 0.04, 0.06 ve 0.08 nm/s olarak değişen dört ince film numunesinin uygulanan dış manyetik alana paralel (//) konumda ölçümleri Şekil 4.3’de ve bu ölçümlere dayanan manyetizasyon ve koersivite değerleri Şekil 4.4’de verildi.



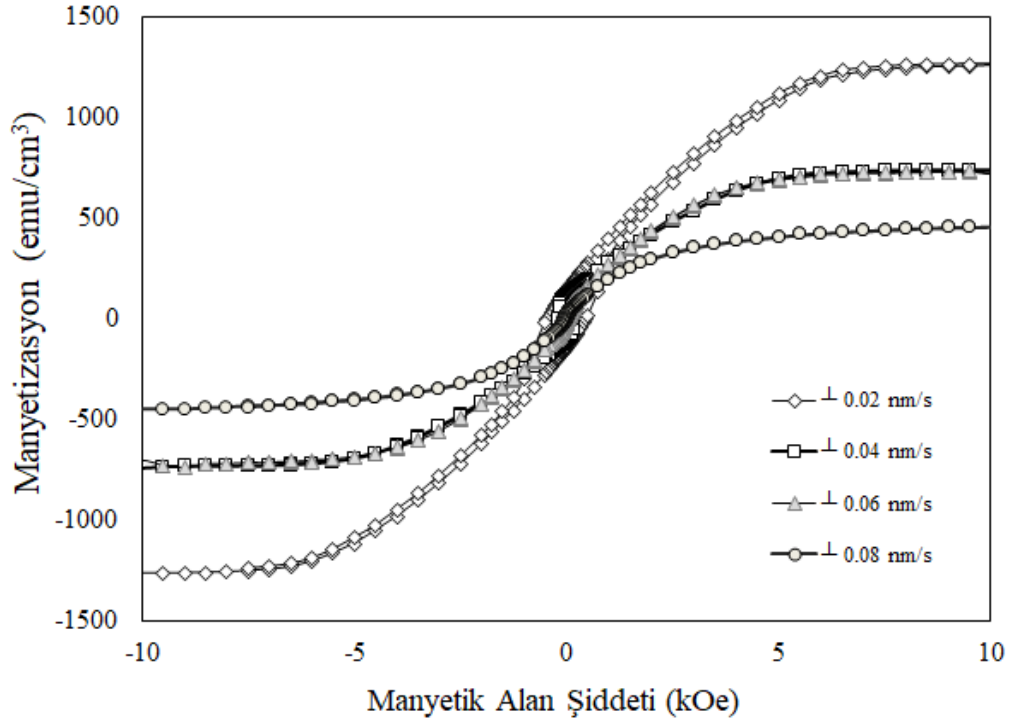
Şekil 4.3 : Dış manyetik alanın yüzey düzlemine paralel (//) uygulandığı VSM ölçümlerinde biriktirme oranının 0.02 nm/s’den 0.08 nm/s’ye artışına bağlı olarak ince filmlerin Histeresis grafiği.

Farklı biriktirme hızlarında üretilen FeNiCrCd içerikli ince filmlerde biriktirme hızının artması ile doyum manyetizasyonu ve koersivite değerlerinin farklı oranlarda azaldığı ölçülmüştür. Üretilen ince film numunelerine ait doyum manyetizasyon ve koersivite değerlerinin numuneler arasında kıyaslanması Şekil 4.4'de yapıldı. Filmlerin EDX analizleri incelendiğinde biriktirme oranının artışına bağlı olarak film içeriklerinde demir elementinin atomik yüzdesi sürekli azalış göstermektedir. Buna karşın film içeriğinde Nikel elementinin atomik yüzdesinde artış görülmektedir. Ancak 0.08 nm/s biriktirme oranında üretilen ince filmin atomik içeriği diğer üç filme oranla en düşük Demir ve Nikel yüzdesine sahiptir (bkz. Tablo 4.2). Biriktirme oranlarının 0.02, 0.04, 0.06 nm/s olduğu ince filmlerde toplam ferromanyetik (Fe, Ni) bileşen yüzdeleri % 32.87, % 33.13, % 33.52 şeklinde artış gösterirken 0.08 nm/s biriktirme oranında üretilen filmin ferromanyetik bileşen yüzdesi % 30.53'tür. Bu sebepten dolayı 0.08 nm/s'de üretilen filmin doyum manyetizasyon değeri diğer filmlere oranla belirgin şekilde azdır (bkz. Şekil 4.4). İlk üç ince filmde ferromanyetik bileşen oranının artması ile beklenen tersine doyum manyetizasyonu değerleri küçük aralıklarla azalış göstermiştir. Bu durum demir elementinin ferromanyetik alınganlığının nikel elementine oranla belirgin şekilde yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. EDX sonuçlarında görüldüğü gibi ferromanyetik içeriğin artışı nikel elementindeki değişimle gerçekleşir buna karşın demir elementinin atomik yüzdesi azalmıştır. Malzemelerin manyetizasyon değerlerinin lineer bir azalış göstermemesi manyetik özelliklerin malzeme içerisinde biriken ferromanyetik bileşen miktarındaki değişim ile açıklanabilmektedir. FeCrNi içerikli alaşım ince filmlerde biriktirme oranlarının artışına bağlı olarak manyetik özelliklerin araştırıldığı bir çalışmada elde edilen koersivite değerleri (//) 135 - 73 Oe aralığında ve doyum manyetizasyonu (//) değerleri 1283 -991 emu/cm^3 aralığındadır [70]. Farklı film kalınlıklarının, ince filmlerin manyetik özellikleri üzerine etkilerinin incelendiği bir çalışmada FeCrNi alaşım ince filmlerinin koersivite değerleri 10 - 60 Oe aralığında olduğu bulundu [73]. Bu çalışma kapsamında elde edilen FeCrNiCd alaşım filmlerinin koersivite değerleri 11-2 Oe aralığında ve manyetizasyon değerleri 1030-217 emu/cm^3 aralığında değişmiştir. Koersivite değerlerinde görülen değişimin sebebi filmleri oluşturan atomik bileşenlerin yüzde oranlarının farklı olması ve kadmiyum elementinin miktarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ayrıca filmlerin yüzey pürüzlüklerinin azalması koersivite değerlerinin azalmasında sebep olarak düşünülebilir.



Şekil 4.4 : Dış manyetik alanın yüzey düzlemine paralel (//) uygulandığı VSM ölçümlerinde biriktirme oranının 0.02 nm/s'den 0.08 nm/s'ye artışına bağlı olarak ince filmlerin Manyetizasyon (M_s) ve Koersivite (Oe) değerleri.

Dış manyetik alan şiddetine bağlı olarak film numunesinin dik (\perp) konumda ölçümleri Şekil 4.5'de ve Histeresis ölçümlerine dayanarak hesaplanan doyum/maksimum manyetizasyon ve koersivite değerleri Tablo 4.3'de sunulmuştur.



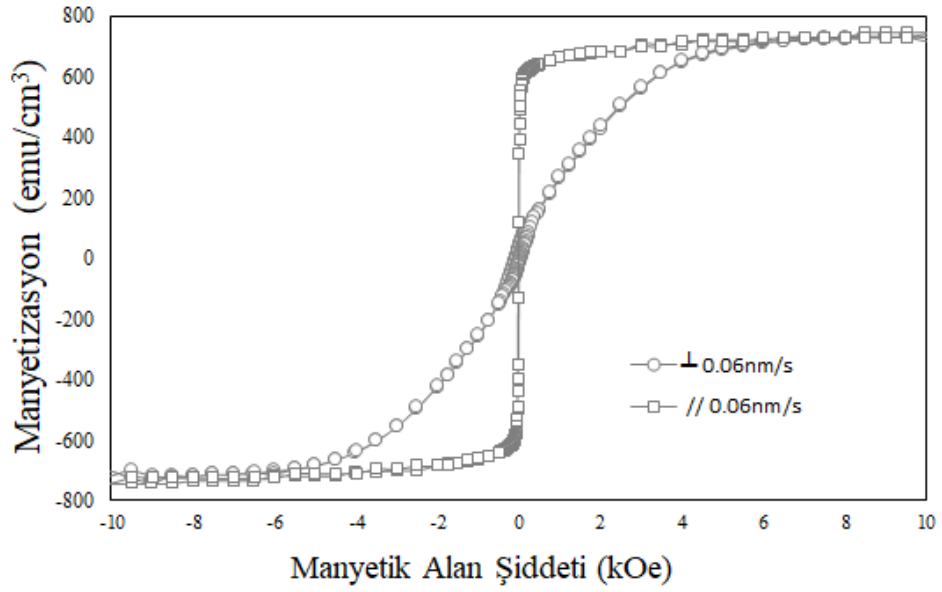
Şekil 4.5 : Dış manyetik alanın yüzey düzlemine dik (\perp) uygulandığı VSM ölçümlerinde biriktirme oranının 0.02 nm/s'den 0.08 nm/s'ye artışına bağlı olarak ince filmlerin Histeresis grafiği.

Tablo 4.3 : Dış manyetik alanın yüzey düzlemine dik (\perp) uygulandığı VSM ölçümlerinde biriktirme oranının 0.02 nm/s'den 0.08 nm/s'ye artışına bağlı olarak ince filmlerin manyetizasyon (M_s) ve koersivite (Oe) değerleri.

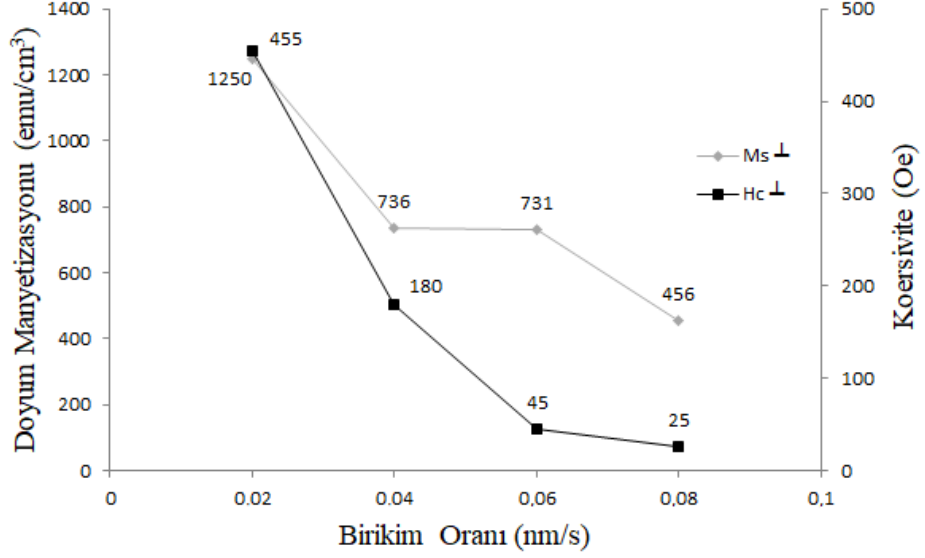
(\perp)	M_s (emu/cm ³)	H_c (Oe)
1-1 Film	1250	455.0
1-2 Film	736	179.5
1-3 Film	731	45.0
1-4 Film	457	25.0

Dış manyetik alanın film yüzeyine dik şekilde uygulanması ile elde edilen histeresis eğrilerine bakıldığında doyum manyetizasyonu ve koersivite değerleri dış manyetik alan düzlemine paralel şekilde yapılan ölçümlere oranla daha yüksek değerlere sahiptir. Bu verilere dayanarak FeNiCrCd içerikli üretilen alaşım ince filmin kolay ekseninin dış manyetik alan düzlemine paralel olduğu söylenebilir. Zor ekseninde yapılan dik manyetizasyon ölçümlerine göre biriktirme oranının artışı ile doyum

manyetizasyonunun azaldığı tespit edilmiştir. Bu azalışın koersivite değerleri içinde geçerli olduğu görülmektedir. Artan biriktirme hızına bağlı olarak üretilen ince filmlerin dik ve paralel konumlarda doyum manyetizasyonu grafiği Şekil 4.6'da ve doyum manyetizasyonu ile koersivite değerleri arasındaki kıyaslama Şekil 4.7'de gösterildi.



Şekil 4.6 : Biriktirme oranının 0.6 nm/s olduğu FeNiCrCd ince filminin yüzey düzlemine paralel (//) ve yüzey düzlemine dik (\perp) manyetizasyon ölçümlerine göre kolay ve zor eksen histeresis eğrisi.



Şekil 4.7 : Biriktirme oranının 0.02 nm/s, 0.04 nm/s, 0.06 nm/s, 0.08 nm/s olduğu FeNiCrCd ince filmlerine ait manyetik alanın yüzey düzlemine dik uygulanması sonucunda elde edilen doyum manyetizasyonu ve koersivite Eğrileri.

4.3 Farklı Döner Alt Tabaka Hızlarında Üretilen FeNiCrCd Filmler

Bu bölümde, alt tabaka tutucu mekanizmasının dönüş özelliği kullanılarak üretilmiş ince filmlerin elementel, yapısal ve manyetik özelliklerine dayanan analizleri paylaşılacak ve elde edilmiş olan bulgular tartışılacaktır. Bu çalışmada kullanılan hedef malzeme, biriktirme oranına bağlı olarak üretilen filmlerde kullanılan hedef malzemedan farklıdır. Dönüş hızı parametresine göre filmlerin üretiminde kullanılan hedef malzeme, depozisyon oranı parametresine göre üretilen filmlerde kullanılan hedef malzeme ile aynı tabakadan alınmıştır. Hedef malzemeye ait içerik analizleri FeNiCrCd alaşım tabakasından numune alınarak gerçekleştirildi. Alt tabaka dönüş hızlarına bağlı olarak üretilen filmlerin parametreleri tablo 4.4’de verilerek sabit tutulan değişkenler aşağıda açıklanmıştır. Çalışmanın bu bölümünde 0, 15, 30, 45 rpm olarak alt tabakanın dört farklı dönüş hızında üretimler gerçekleştirildi. Üretilen tüm filmlerin kalınlığı 50 nm’dir. Filmlerin biriktirme oranı 0.05 nm/s değerinde ve tüm filmler için sabittir. Üretim aşamasında ortamın basıncı yaklaşık 5.3×10^{-3} mBar, vakum odasına argon gazı akış miktarı 40 sccm değerinde sabit tutuldu ve tüm üretimler oda sıcaklığında üretildi.

Tablo 4.4 : Farklı dönüş hızlarında üretilen filmlerin üretim parametreleri.

İkinci film Serisi Numune Adı	Hedef Malzeme İçeriği	Birikim Hızı (nm/s) (± 0.003)	Biriktirilen İnce Film Kalınlığı (nm)	Vakum Basıncı ($\pm 0.1 \times 10^{-3}$ mBar)	Sıcaklık (± 2 K)	Alt tabaka Dönüş Hızı (± 0.1 rpm)
2-1 Film	FeNiCrCd	0.05	50	5.3×10^{-3}	295	0
2-2 Film						15
2-3 Film						30
2-4 Film						45

4.3.1 Filmlerin elementel analizi

Sabit biriktirme oranında, farklı alt tabaka dönüş hızlarında üretilen FeNiCrCd alaşım filmlerinin elementel analizi ve hedef malzemenin elementel analizi tablo 4.5’de sunulmaktadır. Elde edilen bulgular doğrultusunda döner alt tabaka hızının 0, 15, 30 ve 45 rpm değerine artırılması sonucunda film içeriklerinde bulunan Fe elementinin atomik içeriğinin % 26.79’dan % 22.93’e, Ni elementinin atomik içeriğinin %10.69’dan % 9.12’ye, Cr elementinin atomik içeriğinin % 12.54’dan % 10.45’e azaldığı ve Cd elementinin atomik içeriğinin % 49.96’dan % 57.48’e yükseldiği bulundu. Farklı birikme oranlarında üretilen filmler ile farklı dönme parametrelerinin çalışıldığı bu filmlerde aynı tabakanın yakın bölgelerinden alınan farklı hedef malzemeler kullanıldı.

Tablo 4.5 : Farklı döner alt tabaka hızlarında üretilen filmlerin elementel analiz sonuçları.

İkinci film Serisi Numune Adı	Dönüş Hızı (± 0.1 rpm)	Elementel analiz			
		Fe (at. %)	Ni (at. %)	Cr (at. %)	Cd (at. %)
2-1 Film	0	26.79	10.69	12.54	49.96
2-2 Film	15	24.87	9.38	11.39	54.34
2-3 Film	30	24.29	9.25	11.12	55.34
2-4 Film	45	22.93	9.12	10.45	57.48
Hedef Malzeme		51.07	13.42	12.67	22.74

Alt tabakanın dönüş hızının artışı ile film içeriklerinde belirgin değişimler tespit edildi. Film içeriklerinin hedef malzemeden farklı olmaları kaynak malzemede bulunan elementlerin bağ enerjileri/erime noktalarındaki farklılıklara atfedilebilir [46]. Püskürtme sisteminin çalışma prensibine göre bu fiziksel parametre oldukça önemli bir etkidir [73]. Her film numunesi arasında gerçekleşen içerik değişiminin diğer bir sebebi olarak film üretimi sırasında alt tabakanın dönüş hızının arttırılması ile püskürtülen parçacıkların döner alt tabaka yüzeyine tutunma kuvvetlerinde farklılıklar oluşturduğu düşünülmektedir. Kaynak malzemeden gelen içeriğin püskürtülme sürecinde döner alt tabaka yüzeyine yapışması ve yüzeyde tutunması için net bir kuvvete sahip olması gereklidir. Bu bileşke kuvvetin alt tabakanın dönüş hızındaki artıştan etkilenmesi mümkündür.

Alt tabaka dönüş hızının 0 rpm olduğu ince filmin üretimi de serinin diğer filmleri gibi 0.05 nm/s biriktirme oranında gerçekleştirildi. Dönüş hızının 0 rpm' de üretilmesinden dolayı yalnızca bu ince film örneğinin analizleri biriktirme oranlarının çalışıldığı film serisinin 0.04 nm/s ve 0.06 nm/s biriktirme oranlarında üretilen filmleri ile karşılaştırılabilir. Biriktirme oranının 0.04, 0.05, 0.06 nm/s şeklinde artışı ile elde edilen EDX analizleri sınıflandırılarak tablo 4.6'da sunuldu. Biriktirme oranının sırasıyla 0.04, 0.05, 0.06 nm/s arttığı filmlerde demirin atomik içeriği %24.52, %26.79, %23.95 olarak; nikelin atomik içeriği %8.61, %10.69, %9.57 olarak, kromun atomik içeriği %11.82, % 12.54, %10.32 olarak; kadmiyumun atomik içeriği %55.05, % 49.96, %56.16 olarak değiştiği belirlendi. Biriktirme oranının 0.04, 0.05, 0.06 nm/s şeklinde artması sonucunda beklenen aksine film içeriklerinde lineer olmayan bir değişim bulundu. Biriktirme oranının 0.04 nm/s ve 0.06 nm/s olduğu ince filmler ile 0.05 nm/s olan filmin üretimlerinde aynı kaynak malzemenin paylaşılması ile elde edilmiş iki farklı hedef malzeme kullanıldı. Elementel analizlerde ortaya çıkan bu değişim, kullanılan kaynak malzeme içeriğinin homojen bir şekilde dağılım göstermediğini ortaya koymaktadır. Karşılaştırmanın daha net şekilde yapılabilmesi için iki film serisinin tüm deneysel parametreleri ve analiz sonuçları Tablo 4.7'de verilmiştir.

Tablo 4.6: İnce filmlerin 0.04, 0.05, 0.06 nm/s biriktirme oranlarında elde edilen atomik içerikleri.

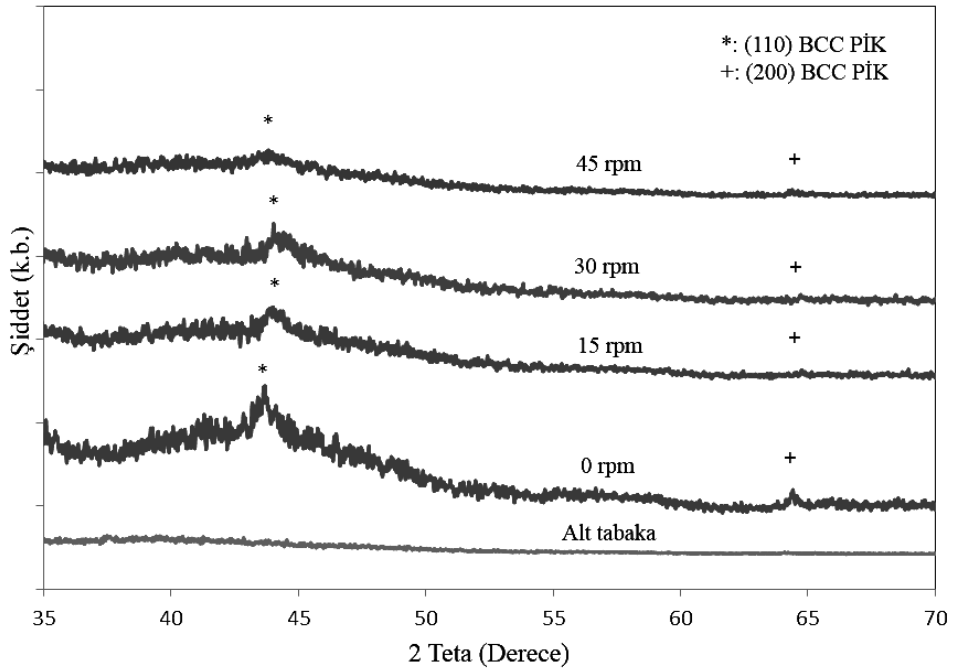
Hedef Malzeme	Dönüş hızı (± 0.1 rpm)	Biriktirme oranı (± 0.1 nm/s)	Fe (at. %)	Ni (at. %)	Cr (at. %)	Cd (at. %)
*	0	0.04	24.52	8.61	11.82	55.05
-	0	0.05	26.79	10.69	12.54	49.96
*	0	0.06	23.95	9.57	10.32	56.16

4.3.2 Yapısal Karakterizasyon

Filmlerin kristal yapı analizleri X-ışını kırınımı yöntemi ile incelendi. Filmlerin XRD analizleri Cu-K α ışınması kullanılarak gerçekleştirildi. XRD desenleri kullanılarak FeNiCrCd alaşım ince filmlerinin kristal yapıları, düzlemler arası mesafe ve tanecik boyutları hesaplanarak literatürde yer alan verilerle kıyaslandı. Filmlerin yüzey analizleri taramalı elektron mikroskobu ile incelendi.

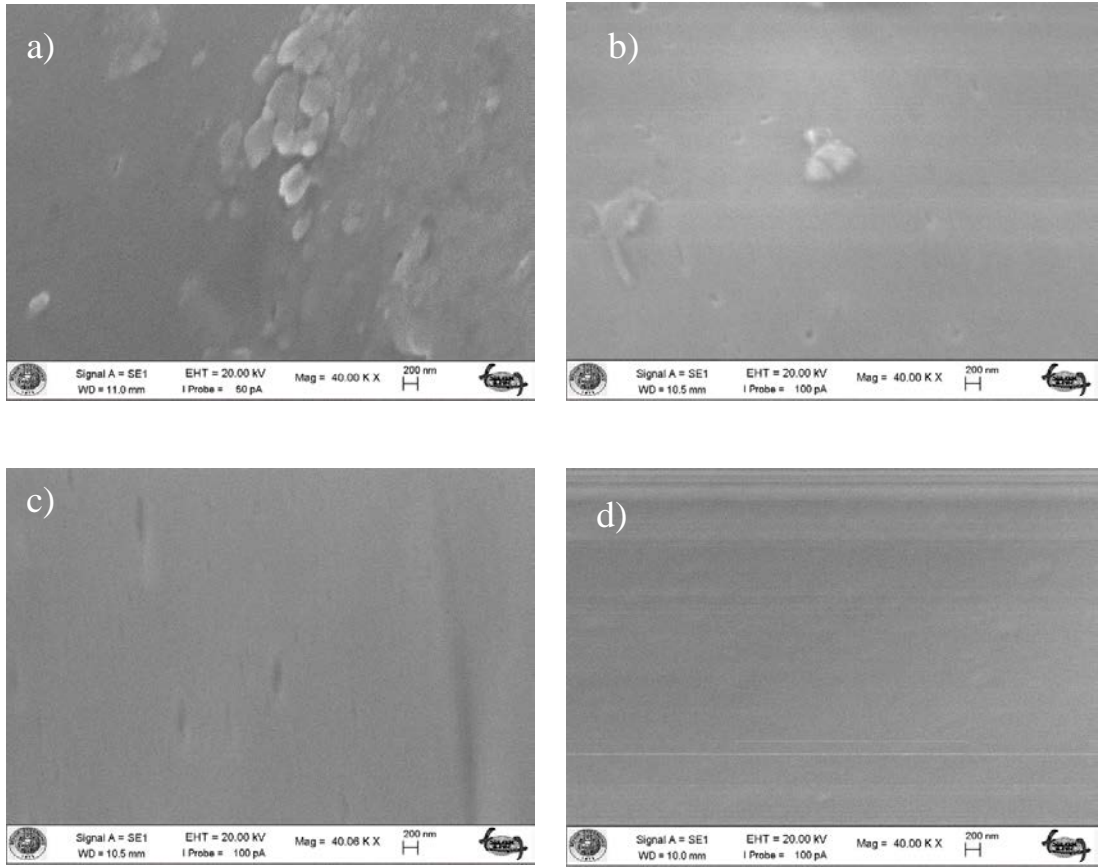
Alt tabakanın XRD incelemesi yapılarak amorf yapıda olduğu belirlendi. Alt tabakaya ait XRD deseni Şekil 4.8’de gösterilmektedir. Alt tabaka dönüş hızlarının 0, 15, 30 ve 45 rpm olduğu filmlerin XRD desenleri Şekil 4.8’de gösterilmektedir. Film örnekleri incelendiğinde $2\theta=43.80^\circ$ civarında hacim merkezli kübik yapıya (BCC) (110) ve $2\theta= 64.30^\circ$ civarında bcc yapısına (200) ait toplamda iki pikin yükseldiği Şekil 4.8’de görülmektedir. BCC (110) düzleminin $2\theta=43.80^\circ$ civarında gözlenen pik; Fe [JCPDS-PDF-006-0696], Ni [JCPDS-PDF-004-0850] ve Cr[JCPDS-PDF-01-071-4644] içeriklerinden kaynaklanmaktadır. Tüm film numunelerinin tepe noktaları JCPDS-PDF kartları ile uyumludur [75, 76]. BCC (200) yapısına ait $2\theta= 64.30^\circ$ açısında gözlenen pikin Fe ve Cr içeriğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu sonuçlar Fe ve Cr ile ilgili yapılmış diğer çalışmalar ile uyum içerisindedir [75,76]. Şekilde, filmlerin alt tabaka dönüş hızlarının 0 rpm’den 45 rpm’e kademeli olarak artırılması sonucunda (110) ve (200) düzlemlerinin pik şiddetlerinin azaldığı bulundu. Pik şiddetlerinde görülen bu azalış filmlerin içeriklerinde Fe, Ni, Cr elementlerinin atomik miktarlarındaki azalıştan kaynaklanmaktadır. Filmlerin XRD desenlerinde alt tabaka dönüş hızına bağlı olarak kadmiyum elementine ait belirgin bir pik gözlenmemiştir. Filmlerin tepe noktalarının dönüş parametrelerine bağlı olarak hafifçe

değiştii açıkça görülmektedir. Bu deęişim Vegard Yasası ile uyumludur [77]. Numunelerin tane boyutları Scherer Formülü [77] ile tepe yoğunluęu en yüksek olan bcc (110) düzlemlerinin yarı yükseklięinin maksimum (FWHM) deęerlerinde tam geniřlik kullanılarak hesaplanmıřtır. Tanecik boyutları, alt tabaka dönüş hızının 0, 15, 30, 45 rpm řeklinde artması sonucunda 25, 32, 45 ve 51 nm řeklinde artmıřtır. Numunelerin düzlemler arası mesafe deęerleri (110) ve (200) düzlemleri için Bragg Formülü [76] kullanılarak hesaplandı. Düzlemler arası mesafe deęerleri (110) için ~ 0.2067 ve (200) için ve ~ 0.1455 nm'dir. Numunelerin örgü sabitleri (a) en řiddetli pikin gözleendięi (110) düzlemi için hesaplandı [77]. Hesaplama sonucunda elde edilen deęer yaklaşık olarak 0.2923 nm olarak bulundu. Hesaplanan örgü sabiti deęeri literatürde yer alan Fe ($a_{Fe} = 0.2866$ nm), Ni ($a_{Ni} = 0.3524$ nm) ve Cr ($a_{Cr} = 0.2885$ nm) deęerleri arasındadır. Filmlerin atomik içerik deęişimleri ile XRD desenleri tutarlıdır. Elde edilen veriler deęerlendirildięinde alt tabaka dönüş hızlarının, filmlerin kristal yapıları üzerinde önemli bir etkisi olduęu bulunmuřtur.



Şekil 4.8 : Yüzeyine film biriktirilen asetat alt tabakanın ve 0 rpm, 15 rpm, 30 rpm, 45 rpm alt tabaka dönüş hızlarındaki FeNiCrCd ince filmlerinin XRD desenleri.

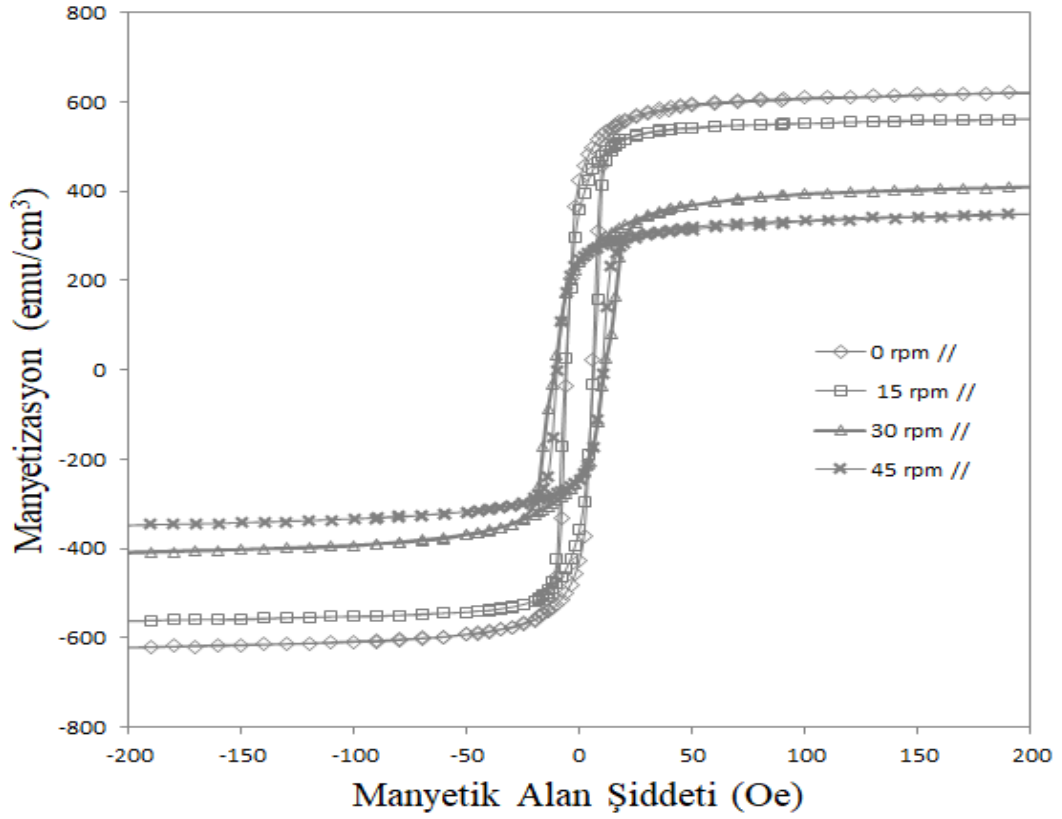
Film örneklerinin yüzey görüntüleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile elde edilerek şekil 4.9’da gösterilmiştir. Alt tabaka dönüş hızlarına göre 0 rpm (a), 15 rpm (b), 30 rpm (c), 45 rpm (d) şeklinde sıralanmıştır. SEM görüntülerinde, 0 rpm (a)’de üretilmiş filmin yüzeyinin homojen olmayan tanecikli yapılara sahip olduğu açıkça görülmektedir. Şekil 4.9 (b)’ de görüldüğü gibi dönüş hızının artışı ile tanecikli yapılar azalmakta ve homojenlik artmaktadır. Şekil 4.9 (c)’de film yüzeyinde tanecikli yapı oluşumunun kaybolduğu görülürken yüzeyde homojen olmayan dağılım gözlenmektedir. Şekil 4.9 (d) görüntüsünde yüzeyin tanecikli yapısının tamamen ortadan kalkarak yüzeyin homojen dağılım göstererek yüzeyin pürüzsüz bir görüntüye sahip olduğu görülmektedir. Alt tabakanın düşük dönüş hızlarında [0 (a) rpm, 15 (b) rpm] üretilmiş filmlere oranla yüksek dönüş hızlarında [30 (c) rpm,45 (d) rpm] üretilmiş filmlerin yüzeyleri daha pürüzsüz oldukları bulundu.



Şekil 4.9 : FeNiCrCd alaşım ince filmlere ait (a) 0 rpm, (b) 15 rpm, (c) 30 rpm ve (d) 45 rpm alt tabaka dönüş hızlarında 200 nm ölçekli SEM görüntüleri.

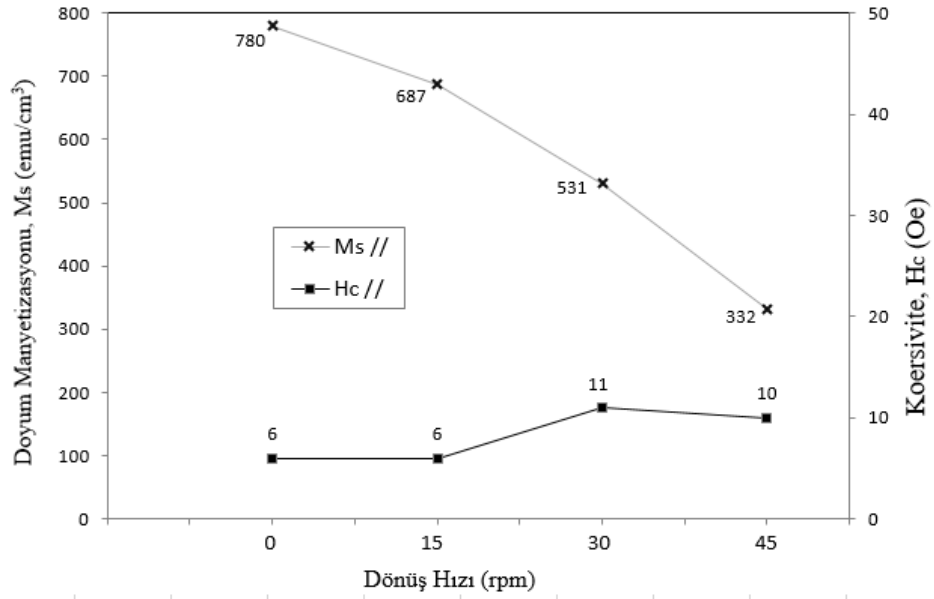
4.3.3 Filmlerin Manyetizasyon Analizi

Film örneklerinin manyetik analizleri VSM ile gerçekleştirildi. Dış manyetik alan şiddeti ± 20 kOe aralığında filmlerin yüzeylerine paralel (//) ve dik (\perp) konumlardan her film örneği için ayrı ayrı uygulanarak farklı ölçümler elde edildi. Film yüzeyine manyetik alanın dik (\perp) ve paralel (//) konumda uygulanması sonucunda elde edilen veriler film içeriğinde bulunan manyetik momentlerin yönelimleri hakkında bilgi vererek kolay eksen yönelimini belirlememizde yardımcı olmuştur. Manyetizasyon ölçümü için tercih edilen her film numunesi 6 mm çap ve 50 nm yükseklikte silindir şeklinde bir geometriye sahiptir. Tüm filmler için birim hacim başına düşen manyetizasyon değerleri ve buna karşılık gelen koersivite değerleri elde edildi. Dönüş hızlarının 0, 15, 30 ve 45 rpm olarak değiştiği film örnekleri için elde edilen manyetizasyon eğrileri Şekil 4.10'da ± 200 Oe aralığında çizilmiştir. Alt tabaka dönüş hızlarına bağlı olarak filmlerin doyum manyetizasyonu ve koersivite değerleri Şekil 4.11'de gösterilmiştir. Döner alt tabaka hızının 0, 15, 30 ve 45 rpm değerlerine arttırılması ile elde edilen doyum manyetizasyonu (M_s) değerleri 780, 687, 531 ve 332 emu/cm³ şeklinde, koersivite (H_c) değerleri ise 6, 6, 11 ve 10 Oe şeklinde değişmektedir.



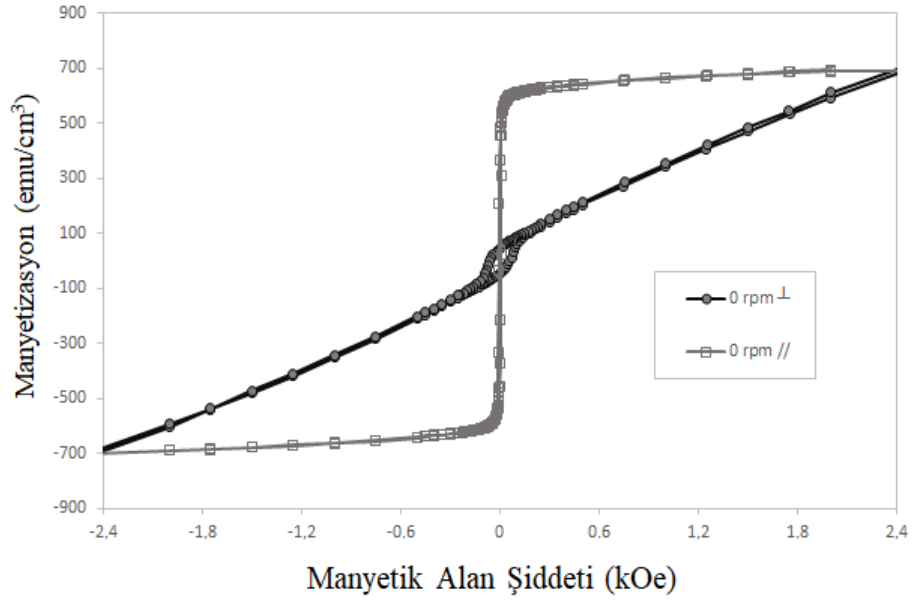
Şekil 4.10 : Alt tabaka dönüş hızlarının artışına bağlı olarak dış manyetik alanın yüzey düzlemine paralel uygulanması ile ince filmlerinin Histeresis eğrileri.

Elde edilen verilerin sonucunda filmlerin biriktirildiği alt tabakanın dönüş hızının artışına bağlı olarak filmlerin doyum manyetizasyonlarında azalış ve koersivite değerlerinde artış olduğu bulunmuştur. Elementel içerik analizleri ile manyetizasyon analizleri birlikte değerlendirildiğinde filmlerin atomik içeriklerinde ferromanyetik elementlerin bulunma yüzdeleri ile doyum manyetizasyonlarının değişimi uyum içerisindedir. Filmlerin doyum manyetizasyonlarında gerçekleşen azalış, film içeriklerinde bulunan demir ve nikel elementlerinin atomik yüzdelerinin azalışına bağlanmaktadır. Dönüş hızının artışına bağlı olarak filmlerin tane büyüklüklerinin arttığı hesaplandı. Tane büyüklüklerinin artması koersivite değerlerinde 6 Oe'den 10 Oe'e kadar artışa sebep olduğu söylenebilir. Bilindiği üzere koersivite (H_c) değerleri 12.6 Oe değerinin altında olan manyetik malzemeler yumuşak manyetik malzeme olarak sınıflandırılmaktadır [25, 37]. FeNiCrCd alaşım ince filmlerinin koersivite değerleri incelendiğinde tüm film örnekleri için yumuşak manyetik malzeme sınıflandırılması yapılabilmektedir.



Şekil 4.11 : Alt tabaka dönüş hızlarının 0, 15, 30, 45 rpm şeklinde artmasına bağlı olarak ince filmlerin yüzey düzleminde paralel uygulanan dış manyetik alan altında doymuş manyetizasyonu (M_s) ve koersivite (H_c) değeri değişimleri.

Dış manyetik alanın filmlerin yüzeylerine dik ve paralel uygulanması sonucunda manyetizasyon eğrilerinde farklı histeresis alanları elde edildi. Film örneklerinden 0 rpm dönüş hızına sahip FeNiCrCd alaşım filminin dik ve paralel uygulanan dış manyetik alana göre manyetizasyon eğrisi Şekil 4.12’de gösterilmektedir. Diğer film örnekleri de benzer sonuçlar göstermiştir. Buna göre filmlerin yüzey düzlemine paralel gerçekleştirilen ölçümlerinde filmlerin dik ölçümlerine oranla çok daha düşük koersivite ve yüksek manyetizasyon değerleri elde edilmiştir. Bu bilgiler doğrultusunda filmlerde manyetik anizotropinin bulunduğu söylenebilir. Filmlerin kolay eksen yönünün film düzlemine paralel olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 4.12 : Alt tabaka dönüş hızının 0 rpm olduğu FeNiCrCd ince filminin yüzey düzlemine paralel (//) ve yüzey düzlemine dik (⊥) manyetizasyon ölçümlerine göre kolay ve zor eksen histeresis eğrisi.

Tablo 4.7: DC magnetron püskürtme sistemi ile FeNiCrCd hedef malzemesinden üretilen ince filmlerin üretim parametreleri, yapısal ve manyetik analiz sonuçları.

Film Serisi Numune Adı	Hedef Malzeme ve Film İçeriği	Üretim Parametreleri				Elementel Analiz				Manyetizasyon Analizi			
		Birikim Hızı (nm/s) (± 0.001)	Alttaba ka Dönüş Hızı (± 0.1 rpm)	Biriktirilen İnce Film Kalınlığı (nm)	Basınç ($\pm 0.1 \times 10^{-3}$ mBar)	Sıcaklık (± 2 K)	Demir (%)	Nikel (%)	Krom (%)	Kadmiyum (%)	Doyum Manyetizasyonu Ms (//) (emu/cm ³)	Koersivite H _c (//) (Oe)	
1-1 Film	FeNiCrCd	0.02	0	50	5.3x10 ⁻³	295	24.64	8.23	12.96	54.17	1030	11	
1-2 Film		0.04					24.52	8.61	11.82	55.05	773	7	
1-3 Film		0.06					23.95	9.57	10.32	56.16	730	6	
1-4 Film		0.08					22.49	8.04	10.63	58.85	217	2	
2-1 Film		0.05	0		5.3x10 ⁻³	295	26.79	10.69	12.54	49.96	780	6	
2-2 Film			15				24.87	9.38	11.39	54.34	687	6	
2-3 Film			30				24.29	9.25	11.12	55.34	531	11	
2-4 Film			45				22.93	9.12	10.45	57.48	332	10	
Hedef Malzeme								51.17	13.42	12.67	22.74		

5. SONUÇ

Bu çalışma kapsamında FeNiCrCd içerikli alaşım kaynak malzemesinden doğru akım (DC) magnetron püskürtme sistemi kullanılarak farklı biriktirme oranlarına (0.02, 0.04, 0.06 ve 0.08 nm/s) ve farklı alt tabaka dönüş hızlarına (0, 15, 30 ve 45 rpm) sahip manyetik ince filmler üretildi. Filmlerin biriktirileceği alt tabakanın filmin manyetik özelliklerini etki edecek bir atomik içeriğe sahip olmaması gerekmektedir. Bunun yanı sıra alt tabakanın XRD sonuçlarında filmlerin XRD sonuçlarından daha yüksek pik vermesi analizin güvenilirliği düşürecektir. Bu durumun önlenmesi için alt tabakanın EDX ve XRD analizleri yapılarak filmlerin biriktirildiği alt tabaka seçiminde amorf esnek ticari asetat kâğıdı tercih edildi. Film üretiminde tercih edilen alt tabakanın amorf yapıda olduğu ve alt tabaka içeriğinde filmlerin manyetizasyonunu etkileyebilecek bir bileşen (Fe,Ni,Co vb.) bulunmadığı doğrulandı. Film üretimleri için kullanılan hedef malzemedeki numune alınarak elementel içeriği üretimden önce ICP-AES cihazı ile belirlendi. ICP-AES sonuçlarına göre hedef malzeme içeriği %51.17 Fe, %13.42 Ni, %12.67 Cr ve %22.74 Cd elementlerinden oluşmaktadır.

Tüm filmlerin kalınlıkları 50 nm olacak şekilde üretimleri gerçekleştirildi, ayrıca oda sıcaklığı, üretim aşamasında vakum değeri ve plazma ortamına inert gaz akış hızı tüm film üretimleri için sabit değerlerde tutuldu. Biriktirme oranları 0.02, 0.04, 0.06 ve 0.08 nm/s olacak şekilde dört film tabaka tek hedef malzemedeki üretildi. Farklı biriktirme oranlarının çalışıldığı filmlerin üretimleri sırasında film biriktirilen alt tabaka sabit bir ekseninde konumlandırıldı. Farklı biriktirme oranlarında film üretimlerinin gerçekleştirilmesinin ardından biriktirme oranı 0.05 nm/s oranında alt tabaka dönüş hızlarının 0, 15, 30 ve 45 rpm değerlerinde dört adet ince film üretimi daha gerçekleştirildi. Alt tabaka dönüş hızlarına bağlı olarak üretilen filmler aynı tabakanın bir başka parçası olan yeni bir hedef malzemedeki üretildiler. Biriktirme oranının 0.02 nm/s aralıklarda artırılmasına ve alt tabaka dönüş hızlarının 15 rpm aralıklarla artmasına bağlı olarak üretilen ince filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri araştırıldı. DC magnetron püskürtme tekniği için önemli üretim parametrelerinden

olan biriktirme oranı ve dönüş hızı parametrelerinin ince filmlerin yapısal ve manyetik özelliklerinin üzerinde etkileri incelendi.

Farklı biriktirme oranlarında üretilen filmlerin elementel analizlerinde biriktirme oranının 0.02 nm/s ile 0.08 nm/s aralığında artışı ile filmlerin Fe atomik içeriğinin % 2.1 kadar azalarak değiştiği ve Cd atomik içeriğinin % 4.6 kadar artarak değiştiği bulundu. Filmlerde Ni miktarının en fazla % 1.53 ve Cr miktarının en fazla % 2,64 kadar değişim gösterdiği tespit edildi. EDX sonuçları; biriktirme oranının artmasına bağlı olarak filmlerin içeriklerinde ferromanyetik ve paramanyetik bileşen miktarı azalırken diyamanyetik bileşen miktarının artış gösterdiğini ortaya koymuştur.

Alt tabaka dönüş hızınının 0 rpm' den 45 rpm değerine yükseltilmesi ile farklı dönüş parametrelerinin çalışıldığı filmlerin atomik Fe içerikleri yaklaşık olarak %26.8'den %23 değerine kadar belirgin şekilde azalırken atomik kadmiyum içeriğinin yaklaşık olarak %50'den %57.5 oranına kadar belirgin şekilde arttığı bulundu. Filmlerin atomik Ni ve Cr miktarlarında, alt tabaka dönüş hızınının artışı ile yaklaşık %2 oranında azalma tespit edildi.

Film örneklerinin yapısal karakterizasyonları X-ışını kırınımı (XRD) yöntemi ile yapılarak taramalı elektron mikroskobu ile yüzey görüntüleri elde edildi. Biriktirme oranının artmasına bağlı filmlerde (101) HCP, (110) BCC ve (200) BCC yapılarına ait pikler gözlemlendi. Biriktirme oranının artışı ile bcc yapıya ait pik şiddetlerinin azaldığı ve hcp yapıya ait pik şiddetinin arttığı bulundu. Filmlerin yüzey görüntüleri incelendiğinde düşük biriktirme oranlarında yüzeylerin pürüzlülüğü fazla ve yüzeylerde taneli yapılara rastlandı. Ancak yüksek biriktirme oranlarına çıkıldıkça filmlerin yüzey görüntülerinde yüzey tanelerinin azaldığı gözlemlendi. Hesaplanan tane boyutları biriktirme oranının artmasına bağlı olarak 40.1 nm'den 23.4 nm büyüklüğüne kadar azalış gösterdi. Biriktirme oranında gerçekleştirilen artışa bağlı olarak yüzey pürüzsüzlüğü ve parlaklığının arttığı elde edilen SEM görüntüleri ile söylenebilir.

Alt tabaka dönüş parametrelerinin çalışıldığı filmlerin XRD analizlerinde (110) ve (200) düzlemlerinde iki adet BCC piki gözlemlendi. Dönüş hızınının 0 rpm'den 45 rpm değerine arttırılması sonucunda ise BCC kristal yapısına ait (110) ve (200) piklerinin şiddetlerinin azaldığı tespit edildi. Dönüş hızınının artışı ile tanecik boyutlarının 25 nm' den 51 nm değerine kadar arttığı hesaplandı. Hesaplanan örgü sabiti değeri literatürde yer alan değerler ile kıyaslanarak literatür ile uyumlu olduğu

belirlendi. İnce filmlerin XRD analizleri, EDX analizleri ile desteklenmektedir. Filmlerin yüzey görüntüleri taramalı elektron mikroskobu ile elde edildi. Düşük dönüş parametrelerinde üretilmiş filmlerin yüzeyleri homojen olmayan tanecikli yapılara sahipken alt tabaka dönüş hızının artışı ile film yüzeylerinden homojen dağılım gösteren pürüzsüz görüntüler elde edildi. Filmlerin yapısal analizleri açıkça gösteriyor ki alt tabaka dönüş hızı parametreleri film yapısını ve film yüzey özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir.

Bu çalışmada üretilen filmlerin manyetizasyon ölçümleri VSM cihazı ile oda sıcaklığında gerçekleştirildi. Manyetizasyon ölçümleri filmlerin yüzeylerine paralel ve filmlerin yüzeylerine dik konumlarda ± 20 kOe aralığında dış manyetik alan şiddeti uygulanarak gerçekleştirildi. Biriktirme oranının artışı ile dış manyetik alanın yüzey düzlemine paralel uygulandığı durumda filmlerin doyum manyetizasyon değerlerinin 1030 emu/cm^3 'den 217 emu/cm^3 değerine kadar azaldığı bulundu. Filmlerin atomik içeriklerini belirten EDX analizleri ile manyetizasyon analizleri uyum içerisindedir. Filmlerin koersivite değerleri biriktirme oranındaki artışla birlikte 11 Oe'den 2 Oe değerine kadar azaldığı bulundu. Koersivite değerlerinin azalışı filmlerin yüzey pürüzlükleri ve tane boyutlarının azalışı ile uyumludur.

Alt tabaka dönüş parametrelerinin artışına bağlı olarak üretilmiş filmlerin manyetizasyon analizleri biriktirme oranına bağlı olarak üretilen filmler ile aynı koşullarda gerçekleştirildi. Manyetizasyon analizleri sonucunda filmlerin alt tabaka dönüş hızlarının 0 rpm ile 45 rpm aralığında arttırılması ile dış manyetik alanın filmlerin yüzey düzlemine paralel uygulanması sonucunda elde edilen doyum manyetizasyon değerlerinin 780, 687, 531 ve 332 emu/cm^3 şeklinde azaldığı ve koersivite değerlerinin 6, 6, 11, 10 Oe olarak değiştiği bulundu. Manyetizasyon analizi sonucunda koersivite değerlerinde gözlenen artışın filmlerin tane boyutlarında gerçekleşen büyümeden kaynaklandığı söylenebilir.

Biriktirme oranı ve alt tabaka dönüş hızının artışına bağlı olarak üretilen tüm filmlerde manyetik koersivite değerlerinin tamamı 12.6 Oe değerinin altında olduğundan tüm filmler manyetik olarak yumuşak malzeme özelliği göstermektedir. Üretilen tüm filmler dış manyetik alana paralel ve dik konumlarda iken manyetizasyon ölçümleri yapılarak filmlerin kolay eksen yönelimleri araştırıldı. Tüm filmler için en düşük koersivite ve en yüksek mıknatıslanma değerleri film yüzeyine paralel

ölçümlerde elde edilmiştir. Buna göre tüm filmlerin manyetik şekil anizotropisinden kaynaklanan manyetik kolay eksen yönleri yüzey düzlemine paralel yöndedir.

Yukarıdaki sonuçlar dikkate alındığında, doğru akım magnetron püskürtme sistemi ile üretilen FeNiCrCd alaşım ince filmlerin yapısal ve manyetik özelliklerinin, biriktirme oranı ve alt tabaka dönüş hızı parametrelerine bağlı olarak önemli ölçüde değiştikleri açıkça görülmektedir. Elde edilen filmlerin çok düşük koersivite ve yüksek manyetizasyon değerlerine sahip olmaları bu filmlerin manyetik sensör ve manyetik kayıt cihazları üzerine yapılan bilimsel araştırmalara katkı sağlamakla birlikte elde edilen karakteristik özellikler neticesinde diğer ileri teknolojik uygulamalarda kullanılan çeşitli malzemelere alternatif olabilecekleri öngörülmektedir. Ayrıca bu çalışma neticesinde püskürtme sisteminde tek hedef malzemedен üretilen alaşım ince filmlerin elementel, yapısal ve manyetik özellikleri hakkında yapılacak çalışmalara katkıda bulunacağı da öngörülmektedir.

6. KAYNAKLAR

- [1] Hacismailođlu, M. Ő., "Co/Cu Süperörgülerin Elektrokimyasal Olarak Üretilmesi Ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi", Doktora Tezi, *Uludađ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Bursa, (2010).
- [2] Osaka, T., Takai,M., Hayashi,K., Ohashi,K., Saito,M. ve Yamada,K., "Asoftmagnetic CoNiFe film with high saturationmagnetic flux density and low coercivity", *Nature*, 1(392), 796-798, (1998).
- [3] Masood, H. T., Muhammad, Z., Habib, M., Wang, D. M., and Wang, D. L. "Low temperature ferromagnetic properties of CdS and CdTe thin films", *Chinese Physics B*, 26(6),(2017).
- [4] Kaplan, N. "Püskürtme yöntemiyle AISI 202 ve AISI 304 östenitik paslanmaz çelik kaynaklardan esnek alt tabakalar üzerinde büyütölen FeCrMn ve FeCrNi martensitik ince filmlerin yapısal ve manyetik karakterizasyonları", Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir ünversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir (2018).
- [5] Sankar,S. G., Gutfleisch O., Willard M. A., Brück, E., Chen, C. H. and Liu,J. P.,"Magnetic materials and devices for the 21st century: stronger, lighter, and more energy efficient.", *Journal of Advanced Materials*, 23(7),821- 842, (2011).
- [6] Çöktüren,E.,"Ferromanyetik Filmlerde Oluşan Yüzey Manyetik Anizotropisinin Numerik Çözömlenmesi", Yüksek Lisans Tezi,*Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*,Fizik Anabilim Dalı,(2008).
- [7] Bonny, G., Castin N., and Terentyev, D., "Interatomic potential for studying ageing under irradiation in stainless steels: the FeNiCr model alloy." *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 21(8), 3-15, (2013).
- [8] Danışman M. "Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemiyle Üretilen Ni-Cr Alaşımlarının Gerinim Ölçerlerde Kullanımı Ve Uygulaması", Doktora Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*,İstanbul, (2011).
- [9] Samiyammal, P., Parasuraman K., and Balu,A.R.,"(Ba+ Co) codoped CdS thin films with enhanced magnetic and photodegradation properties", *Materials Research Express*, 6(5), 1-29,(2019).
- [10] Bonnet, D., and H. Rabenhorst. "New results on the development of a thin-film p CdTe-n-CdS heterojunction solar cell." *Photovoltaic Specialists Conference*, 9 th, Silver Spring, Md. (1972).
- [11] Bosio, A., Romeo, N., Mazzamuto, S., and Canevari, V. "Polycrystalline CdTe thin films for photovoltaic applications", *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 52(4), 247-279,(2006).

- [12] Yamaguchi, T., Yamamoto, Y., Tanaka, T. and Yoshida, A., "Preparation and characterization of (Cd, Zn) S thin films by chemical bath deposition for photovoltaic devices", *Thin Solid Films*, 343 516–9, (1999).
- [13] Khan, J.I., Khan, Z.K., Usmani, M.N., Riaz, Z., and Yousaf, M., "An insight into optical properties of Pb: CdS system (A Theoretical Study).", *Materials Research Express*, 6(6), 1-25, (2019).
- [14] Badawi, A., Al-Gurashi, W. O., Al-Baradi, A. M., and Al-Hosiny, N., "Alloying cadmium cobalt sulfide quantum dots for solar cells applications", *Materials Science in Semiconductor Processing*, 95, 1-6.(2019).
- [15] Moualkia, H., S. Hariech, and M. S. Aida., "Structural and optical properties of CdS thin films grown by chemical bath deposition" *Thin Solid Films*, 518(4), 1259-1262,(2009).
- [16] Madisha, L., "Difference Between Crystalline and Amorphous [Çevrimiçi]", [Erişildi: 11 03 2019],<http://www.differencebetween.net/science/difference-between-crystalline-and-amorphous/>, (2018).
- [17] Koç, H., "Sb₂S₃ ve SbI₃ Kristallerin Enerji Band Yapısı ve Optik Özellikleri: Abinitio (Temel Prensipler) Hesaplamaları", *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı*, Adana, (2010).
- [18] Chemistry libretexts "Crystal Structures [Çevrimiçi]", [Erişildi: 25.03.2019], <https://chem.libretexts.org/@api/deki/files/61024/4390e1822a2f60946e201acbdc91c27.jpg?revision=1&size=bestfit&width=668&height=509> (2015).
- [19] F. Perinçek, "Termiyonik Vakum Ark Yöntemi ile Üretilen Fe- Co Esaslı Metalik Cam İnce Filmlerin Manyetik Özellikleri", Yüksek Lisans Tezi, *Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı*, (2012).
- [20] Atkinson D., "Physical Principles of Magnetic Materials, Short Course Notes", *Wolfson Centre for Magnetism Technology, Cardiff School of Engineering University of Wales*, Cardiff, (1996).
- [21] Serway, R. A., Beichner, R. J., *Fen ve Mühendislik İçin Fizik 2*, (Elektrik ve Manyetizma-Işık ve Optik), North Carolina State Üniversitesi, (Çeviri: Prof. Dr. Kemal Çolakoğlu), Ankara: Palme Yayıncılık, (2009).
- [22] Lide, David R., "Magnetic susceptibility of the elements and inorganic compounds", *Handbook of Chemistry and Physics*, 81 (2005).
- [23] J.Weeks, "Can ice become magnetic? [Çevrimiçi]" (17 04 2019),<http://www.madsci.org/posts/archives/2008-08/1219953614.Ph.r.html> (2008).

- [24] Karaagac Ö., “CoCu Alaşım Filmlerin Elektrodepozisyonu, Yapısal ve Manyetik Özellikleri Üzerine Depozisyon Parametrelerinin Etkisinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2007).
- [25] Çölmekçi,S.,"Ni/Cu Çok Katmanlı İnce Filmlerin Püskürtme Tekniğiyle Üretilmesi ve Karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi,*Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilimdalı (2016).
- [26] Eşiyok, M.,"FeCl/Cu Süperörgülerin DC Püskürtme Metoduyla Hazırlanması, Manyetik ve Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilimdalı,Balıkesir, (2014).
- [27] Köçkar, H.,“Magnetic Material Production Using A Novel Rotating Crystot and Their Magnetic And Structural Analysis” , Degree of Doctor of Philosophy, *University of Wales Cardiff* , Cardiff-UK, (1998).
- [28] Jiles D., *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, Chapman & Hall,London (1996).
- [29] Cullity B.D., *Introduction to Magnetic Materials*, Consulting Editor: Cohen M.,Addison-Wesley Publishing Company, Massachusetts (1972).
- [30] Kittel C., *Katıhal Fiziğine Giriş* (İngilizce 6. Basımdan çeviri), Türkçesi: Karaoğlu B., Güven Kitap Yayın Dağıtım Ltd. Sti., İstanbul (1996).
- [31] Buschow K.H.J., De Boer F.R., *Physics of Magnetism and Magnetic Materials*, Kluwer Academic Publishers, New York (2004).
- [32] Karaağaç, Ö.,"Optimum Doyum Manyetizasyonlu Süperparamanyetik Nanoparçacıkların Sentezi, Karakterizasyonu Ve Enzim İmmobilizasyon Uygulaması", Doktora Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim dalı, Balıkesir,(2011).
- [33] Griffiths, D. J., *Elektromagnetik Teori*, (Üçüncü Baskıdan Çeviri: Prof. Dr. Basri Ünal), Ankara: Gazi Kitabevi Tic. Ltd. Şti., (2005).
- [34] Emen, F.,“+3 Değerli Demir ve Nikel İyonları İçeren LiFe_{1-x} Ni_x O₂ Bileşiklerinin Manyetik Özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Adana, (2005).
- [35] Hook, J. R., Hall, H. E., *Katıhal Fiziği*, Manchester Üniversitesi Fizik Bölümü, İkinci Baskıdan Çeviri, İstanbul: Literatür Yayıncılık, Dağıtım, Pazarlama, Sanayi ve Ticaret Ltd. Şti., (1999).
- [36] Cullity, B. D. and Graham, C. D., *Introduction to Magnetic Materials*, Second Edition dü., Hoboken: Published by John Wiley & Sons Inc.,New Jersey,,(2009).

- [37] Jiles D., *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, Chapter 4, Chapman and Hall, London 1991.
- [38] Toparlı, Ç., "Fenico Alaşım Nanopartiküllerinin Ultrasonik Sprey Piroliz ve Hidrojen Redüksiyonu (USP-HR) Tekniği ile Üretimi", Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İleri Teknolojiler Anabilim Dalı, İstanbul, (2013).
- [39] Topçu H., "NiFe İnce Filmlerin Elektrodpozisyonu ve karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2003).
- [40] Karpuz, A., "Elektrodpozisyonla Büyütülen Ni-Co Filmlerinin Karakterizasyonu ve Manyetorezistans Davranışının İncelenmesi", Doktora Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2011).
- [41] Begüm, C., "D.A. Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemi ile Tungsten Karbür İnce Filmlerin Üretimi ve Karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2012).
- [42] Başkurt, E., "Silisyum Karbür İnce Filmlerin Reaktif Doğru Akım Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemi İle Üretimi ve Karakterizasyonu" Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği AnaBilimDalı, İstanbul, (2010).
- [43] Orhon, N., "Plazma Destekli Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi ile Tantal Katkılı Elmas Benzeri Karbon Film Üretimi ve Karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Malzeme Mühendisliği Programı, İstanbul, (2012).
- [44] Bunshah, R.F., *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings*, Noyes Publication, New Jersey. (1994).
- [45] Tozlu, N., "Zno Tabanlı Yarıiletkenlerde Metal Kontak Özelliklerinin Araştırılması", Y. Linsans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Adana, (2011).
- [46] Öztop, E., "Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi ile Kaplanan Polimer Malzemelerin Özellikleri", Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği, İstanbul, (2006).
- [47] Dırbalı, B., "Nikel Filmlerin Grafen Üretiminde Kullanılmak Üzere Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemi ile Üretilmesi", Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, İstanbul, (2011).

- [48] Bayraktaroğlu, D., "Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemiyle Polimer Malzemelerin SiC İle Kaplanması", Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Malzeme Bilimi Ve Mühendisliği, İstanbul, (2007).
- [49] Özer, E., "Ark Fiziksel Buhar Biriktirme/ Magnetron Sıçratma Hibrid Tekniği İle Nanokompozit Cr-N-Cu Kaplamaların Üretimi Ve Karakterizasyonu", Y. Lisans Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2004).
- [50] Diken S., "Co90Fe10 İnce Filmlerin Manyetik ve Yapısal Özelliklerine Altın Alt Tabaka Etkisi" Yüksek Lisans Tezi, *Kilis 7 Aralık Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Kilis, (2013).
- [51] Sönmezoğlu, S., Mehmed, K. O. Ç., & Seçkin, A. K. I. N., "İnce film üretim teknikleri", *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fen Bilimleri Dergisi*, 28(5), 389-404.(2012).
- [52] Baptista, A., Silva, F., Porteiro, J., Míguez, J., and Pinto, G. "Sputtering Physical Vapour Deposition (PVD) Coatings: A Critical Review on Process Improvement and Market Trend Demands", *Coatings*, 8(11), 402. (2018).
- [53] Yılmaz, T. "Saçtırma Tekniğiyle Hazırlanan Kobalt İnce Filmlerinin Manyetik Karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, *Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fen Bilimleri*, Gebze, (2008).
- [54] Ohring, M., *The Materials Science of Thin Films Academic Press*, San Diego, 454, USA, (1992).
- [55] Ağırseven, O., "Silisyum Karbonitrür İnce Filmlerin Reaktif Doğru Akım Manyetik Alanda Sıçratma Yöntemiyle Üretimi Ve Karakterizasyonu", Yüksek lisans tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2011).
- [56] Fager, Hanna, "Growth and Characterization of Amorphous Multicomponent Nitride Thin Films", PhD Thesis, *Linköping University Electronic Press*, Linköping, (2014).
- [57] Türküz, M. C., "Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi İle Yapılan Zirkonyum Nitrür İnce Film Kaplamanın Kaplama parametrelerinin İncelenmesi Ve Optimizasyonu", Doktora Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2006).
- [58] Mattox, D.M., *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*, Noyes Publication, New Jersey, (1998).
- [59] Hecimovic, Ante, and Achim von Keudell. "Spokes in high power impulse magnetron sputtering plasmas", *Journal of Physics D: Applied Physics*, 51(45), 1-16, (2018).
- [60] <http://www.study-on-line.co.uk/whoami/thesis/chap5.html> (29.01.18).

- [61] Tekstu Tekstil Sanayi Ve Ticaret Ltd.Şti., "Mikrofiber Gözlük Bezi [Çevrimiçi]", [Erişildi: 12 04 2019], <http://www.tekstu.com.tr/microfiber-gozluk-bezi.html> , (2018).
- [62] Tekin, B., "Katkılı Yarı İletken Alaşımların Yapısal Analizlerinin Karakterizasyonu", Y. Lisans Tezi, *Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2011).
- [63] Bilir, B., "Süperparamanyetik Kolbalt Ferrit Nanoparçacıkların Sentezi ve Karakterizasyonu", Yüksek Lisans Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim dalı, Balıkesir, (2014).
- [64] Cullity, B. D. and Stock, S. R., *Elements of X-ray Diffraction*, Third Edition dü., New Jersey: Pearson Prentice Hall, (2001).
- [65] <https://chemistry.tutorvista.com/inorganic-chemistry/atomic-emission-spectroscopy.html> (23.02.2019).
- [66] [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Book%3A_Analytical_Chemistry_2.0_\(Harvey\)/10_Spectroscopic_Methods/10.7%3A_Atomic_Emission_Spectroscopy](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Book%3A_Analytical_Chemistry_2.0_(Harvey)/10_Spectroscopic_Methods/10.7%3A_Atomic_Emission_Spectroscopy) (23.02.2019).
- [67] Erdin, N., "Takama Elektron Mikroskopunun Temel Prensipleri Ve Numune Hasırlama", İstanbul Üniversitesi, *Orman Fakültesi Dergisi*, 36(2), (1986).
- [68] Şahin, T., "Co ve CoFe Elektrodpozisyon Tekniği İle Büyütülmesi, Kimyasal, Yapısal ve Manyetorezistans Özelliklerinin İncelenmesi", Doktora Tezi, *Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2014).
- [69] Karaagac, O., Kockar, H., ve Alper, M. "Composition Dependence of Structural and Magnetic Properties of Electrodeposited Co-Cu Films." *IEEE Transactions on Magnetics*, 46(12), 3973-3977, (2010).
- [70] Kaplan, N., Köçkar, H., Karpuz, A., Kuru, H., ve Uçkun, M. "Ternary FeCrNi martensitic thin films sputtered on a flexible substrate from a single AISI 304 austenitic stainless steel source: Effect of deposition rate on structural and magnetic properties.", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 476, 597-603, (2019).
- [71] Robertson, J. H., *Elements of X-ray diffraction by BD Cullity*, 350-350. (1979).
- [72] Karpuz, A., Colmekci, S., Kockar, H., Kuru, H., ve Uckun, M. "Impact of Deposition Rate on the Structural and Magnetic Properties of Sputtered Ni/Cu Multilayer Thin Films." *Zeitschrift für Naturforschung A*, 73(1), 85-90. (2017).

- [73] Yu, C., and Chung, Z., "Thickness dependence of surface roughness and magnetic properties of FeNiCr thin films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 333, 1-7, (2013).
- [74] Liao Y., *Practical Electron Microscopy and Database*, - An Online Book: <http://www.globalsino.com/EM/>, Second Edition, (2007).
- [75] Baibich, M. N., Broto, J. M., Fert, A., Van Dau, F. N., Petroff, F., Etienne, P., and Chazelas, J., "Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices", *Physical review letters*, 61(21), 2472, (1988).
- [76] Murugesan, M., and Kuwano, H., "Magnetic properties of nano-crystalline Fe-Cr alloys prepared by mechanical alloying.", *IEEE transactions on magnetics*, 35, 5, 3499-3501, (1999).
- [77] Cullity B.D., *Answers to problems: Elements of X-ray diffraction*, Addison-Wesley Publishing Company, 350, (1978).