

NiFeCu/Cu ve NiCu Filmlerinin Elektrodepozisyon Tekniđi ile Üretimi, Yapısal ve
Magnetik Özelliklerinin İncelenmesi

Umut Saraç

DOKTORA TEZİ

Fizik Anabilim Dalı

Haziran 2011

Production of NiFeCu/Cu and NiCu Films by Electrodeposition Technique,
Investigation of Structural and Magnetic Properties

Umut Saraç

DOCTORAL DISSERTATION

Department of Physics

June 2011

NiFeCu/Cu ve NiCu Filmlerinin Elektrodepozisyon Tekniđi ile Üretimi, Yapısal ve
Magnetik Özelliklerinin İncelenmesi

Umut Saraç

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Lisansüstü Yönetmeliđi Uyarınca
Fizik Anabilim Dalı
Katıhal Fiziđi Bilim Dalında
DOKTORA TEZİ
Olarak Hazırlanmıştır

Danışman: Prof. Dr. M. Celalettin Baykul

Haziran 2011

ONAY

Fizik Anabilim Dalı Doktora öğrencisi Umut SARAÇ'ın DOKTORA tezi olarak hazırladığı "NiFeCu/Cu ve NiCu Filmlerinin Elektrodpozisyon Tekniği ile Üretimi, Yapısal ve Magnetik Özelliklerinin İncelenmesi" başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

Danışman : Prof. Dr. M. Celalettin BAYKUL

İkinci Danışman : -

Doktora Tez Savunma Jürisi:

Üye : Prof. Dr. M. Celalettin BAYKUL

Üye : Prof. Dr. Ali GENCER

Üye : Prof. Dr. Mustafa ANIK

Üye : Doç. Dr. R. Mustafa ÖKSÜZOĞLU

Üye : Yrd. Doç. Dr. Erol TAŞAL

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun tarih ve
sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Nimetullah BURNAK

Enstitü Müdürü

ÖZET

Bu çalışmada, elektrodepozisyon tekniği ile polikristal titanyum tabaka üzerine farklı bakır tabaka kalınlıklarında üretilmiş olan NiFeCu/Cu çoklu tabakalarının ve ITO kaplı cam tabaka üzerine farklı depozisyon sürelerinde üretilmiş olan NiCu filmlerinin yapısal özellikleri ve yüzey morfolojisi araştırılmıştır. XRD (X-ışını kırınımı) ile filmlerin yapısal özellikleri araştırılmış ve ortalama tanecik boyutları belirlenmiştir. Filmlerin kompozisyon analizleri EDX (Enerji Ayırmalı X-ışını Spektroskopisi) ile yapılmıştır. Filmlerin magnetik özellikleri VSM (Titreşimli Numune Magnetometresi) ile ve yüzey morfolojik yapısı AFM (Atomik Kuvvet Mikroskobu) ile incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar, NiFeCu/Cu filmlerinde magnetik olmayan bakır tabaka kalınlığının artması ile film içerisindeki bakır oranının arttığını ve bu durumun filmlerin yapısal ve magnetik özelliklerini etkilediğini ortaya çıkarmıştır. NiFeCu/Cu filmlerinin tabakalı bir yapı yerine tanecikli alaşım yapıda oluştuğu ortaya konulmuştur. Magnetizasyon ölçümleri tüm NiFeCu/Cu filmlerinin magnetik açıdan yumuşak magnetik özellik gösterdiğini ortaya çıkarmıştır. NiCu filmlerinde depozisyon süresinin artması ile film içerisindeki nikel oranının arttığı ve 600 s depozisyon süresinde yaklaşık olarak doyuma ulaştığı tespit edilmiştir. Yanısıra, depozisyon süresinin artması ile filmlerin yüzey pürüzlülüğünün ve ortalama tanecik boyutunun da arttığı bulunmuştur. NiCu filmlerinin magnetik karakterizasyonu, depozisyon süresinin artması ile doyum magnetizasyonunun ve zorlanım alanının arttığını göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Elektrodepozisyon tekniği, Magnetik ince filmler, VSM, EDX, AFM, XRD, Depozisyon süresi.

SUMMARY

In this study, the magnetic and the structural properties, and surface morphology of the NiFeCu/Cu films electrodeposited on polycrystalline titanium substrate at different Cu layer thickness and NiCu films electrodeposited on ITO glass substrate at different deposition time were studied. The structural properties were investigated and the average grain sizes of the films were determined by XRD (X-ray diffraction). The composition analysis was made by EDX (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy). VSM (Vibrating Sample Magnetometer) and AFM (Atomic Force Microscopy) were used for investigation of the magnetic properties and surface morphological structure of the films, respectively. The results revealed that the copper content within the film increases with increasing of non-magnetic copper layer thickness and this situation affects structural and magnetic properties of the films. It was found that NiFeCu/Cu films have granular alloy structure instead of layered multilayer structure. Magnetization measurement have revealed that all NiFeCu/Cu films have very soft magnetic feature from a magnetic point of view. It was found that the nickel content within the film increases with increasing of deposition time and then approximately reaches a saturation value at deposition time of 600 s in NiCu films. Furthermore, it was also found that the surface roughness and the average grain size of the films increase with increasing of deposition time. Magnetic characterization of NiCu films indicated that saturation magnetization and coercivity increase with the increase of deposition time.

Keywords: Electrodeposition technique, Magnetic thin films, VSM, EDX, AFM, XRD, Deposition time.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmamda filmlerin üretilmesi ve karakterizasyonu çalışmalarında bana danışmanlık ederek beni yönlendiren ve her türlü olanağı sağlayan danışmanım Osmangazi Üniversitesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Prof. Dr. M. Celalettin BAYKUL'a teşekkürü bir borç bilirim. NiFeCu/Cu filmlerini üreten ve bana özelliklerinin incelenmesi imkanını sağlayan Uludağ Üniversitesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Prof. Dr. Mürsel ALPER'e, filmlerin magnetik özelliklerinin incelenmesinde VSM cihazının kullanılması olanağını sağlayan Balıkesir Üniversitesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Prof. Dr. Hakan KOÇKAR'a çok teşekkür ederim. Şu ana kadar, maddi ve manevi her türlü desteklerini esirgemeyen sevgili babam Kemal SARAÇ'a, sevgili annem Zülfinaz SARAÇ'a, sevgili ablam Yeliz SARAÇ'a, sevgili kardeşim Kemal Sercan SARAÇ'a, sevgili kayınpederim Hasan ÇELİK'e, sevgili kayınvalidem Zeynep ÇELİK'e, sevgili eşim Esmâ ÇELİK SARAÇ'a ve son olarak sevgili oğlum Kemal Göktuğ SARAÇ'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Magnetik dipollerin farklı yönelimleri: a) Paramagnetik b) Ferromagnetik c) Antiferromagnetik d) Ferrimagnetik (Karakuşçu, 2006).....	8
2.2 a) Paramagnetik, b) ferromagnetik ve c) antiferromagnetik maddelerde magnetik duygunluğun sıcaklıkla değişimi (Kittel, 1996).....	9
3.1 FM/MO/FM üçlü tabakalı yapıda spine bağlı saçılma durumları (Bakonyi and Péter, 2010).....	14
3.2 FM/MO/FM üçlü tabakalı yapının direnç katkıları (Bakonyi and Péter, 2010).....	15
4.1 Elektrodepozisyon Sistemi.....	18
5.1 Profilometre ile NiFeCu/Cu filminin kalınlık ölçümü.....	25
5.2 I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin XRD deseni.....	26
5.3 a) 0.7 b) 1.1 ve c) 1.5 nm bakır tabaka kalınlıklı filmlerin EDX spektrumu.....	29
5.4 I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin AFM görüntüleri a) 1.5 nm b) 1.1 nm c) 0.7 nm Cu tabaka kalınlığı için.....	32
5.5 I. Grup 1.1 nm Cu tabaka kalınlığına sahip NiFeCu/Cu filminin taşıyıcı tarafındaki yüzey görüntüsü.....	33
5.6 I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin farklı bakır tabaka kalınlığı için magnetik histeresis eğrileri a) 0.7 b) 1.1 c) 1.5 nm.....	36
5.7 I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin düşük magnetik alanlarda farklı bakır tabaka kalınlığı için magnetik histeresis eğrileri a) 0.7 b) 1.1 c) 1.5 nm.....	37
5.8 I. Grup NiFeCu/Cu filmleri için Cu konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak a) zorlayıcı alan b) kalıcılık oranı c) doyum alanı.....	38
5.9 II. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin XRD deseni.....	39
5.10 II. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin a) 0.7 b) 1.1 c) 1.5 bakır tabaka kalınlığı için magnetik histeresis eğrileri.....	41
5.11 II. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin düşük magnetik alanlarda farklı bakır tabaka kalınlığı için magnetik histeresis eğrileri a) 0.7 b) 1.1 c) 1.5 nm.....	42
5.12 II. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin AFM görüntüleri a) 1.5 nm b) 1.1 nm c) 0.7 nm Cu tabaka kalınlığı için.....	45
5.13 II. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin AFM görüntüleri a) 1.5 nm b) 1.1 nm c) 0.7 nm Cu tabaka kalınlığı için.....	47
5.14 1.1 nm bakır tabaka kalınlığına sahip II. Grup NiFeCu/Cu filminin a) yüzey topografik görüntüsü b) faz görüntüsü.....	49
5.15 II. Grup 1.5 nm bakır tabaka kalınlığına sahip NiFeCu/Cu filminin 500 X 500 nm'lik tarama alanı için a) yüzey topografik görüntüsü b) faz görüntüsü.....	50

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
6.1 NiCu filminin CV eğrisi Oklar tarama yönünü göstermektedir.	52
6.2 Farklı depozisyon sürelerinde üretilen NiCu filmleri NiCu filmleri için akım-zaman geçişleri.....	53
6.3 Depozisyon süresine göre NiCu filmlerinin EDX spektrumu a) t = 4 b) t = 50 c) t = 300 d) t = 600s.....	55
6.4 NiCu filmleri için film içerisindeki Ni oranının depozisyon süresine bağımlılığı. Noktaları birleştiren çizgiler şeklin daha güzel görünmesi ve anlaşılması için çizilmiştir.....	57
6.5 Farklı depozisyon süreleri için NiCu filminin XRD deseni a) 4s b) 10s c) 200s d) 600 s.....	59
6.6 Farklı depozisyon sürelerinde üretilen NiCu filmlerinin üç boyutlu AFM yüzey görüntüleri a) 4 s b) 10 s c) 300 s d) 600 s.....	62
6.7 NiCu filmlerinde depozisyon süresinin bir fonksiyonu olarak tanecik boyutu dağılımı a) 4 b) 10 c) 300 d) 600 s.....	64
6.8 NiCu filmlerinde a) pürüzlülüğün b) tanecik boyutunun depozisyon süresi ile değişimi. Noktaları birleştiren çizgiler şeklin daha güzel görünmesi için çizilmiştir.....	65
6.9 NiCu filmlerinin farklı depozisyon süreleri için histeresis eğrileri a) 600 s b) 200 s c) 4 s.....	66

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Magnetik maddelerin sınıflandırılması (Judy and Myung, 2002).....	8
5.1 NiFeCu/Cu filmlerinin üretimi için kullanılan çözeltinin özellikleri.....	22
5.2 NiFeCu/Cu filmleri için tabaka kalınlığı ve toplam film kalınlığı.....	23
5.3 XRD ve EDX analizlerinden elde edilen veriler.....	29
5.4 I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin VSM ölçüm sonuçları.....	34
5.5 II. grup NiFeCu/Cu filmlerinin VSM ölçüm sonuçları.....	40
6.1 NiCu filmlerinin üretimi için kullanılan çözeltinin özellikleri.....	51
6.2 NiCu filmlerinin EDX analiz sonuçları.....	56
6.3 XRD analiz sonuçları.....	60
6.4 AFM analiz sonuçları.....	65

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler</u>	<u>Açıklama</u>
A	Alan
B	X-ışını kırınım pikinin yarı yükseklikteki pik genişliğini
d	Tabaka kalınlığı
d_{hkl}	Düzlemler (hkl) arasındaki uzaklık
D	Ortalama tanecik büyüklüğünü
F	Faraday sabiti
H_c	Zorlanım değeri
H_s	Doyum alanı
H	Magnetik Alan
I	Akım
J	Akım yoğunluğu
M_A	Depozitin molekül kütlesi
M_s	Doyum magnetizasyonu
M_r	Kalıcı magnetizasyon
M^{FM}	Toplam magnetizasyona ferromagnetik katkı
M_{FM}^R	Ferromagnetik fazın kalıcı magnetizasyonu
M_{FM}^S	Ferromagnetik fazın doyum magnetizasyonu
n	Metalin değerliği
n	Tam sayı
R_{min}	Minimum direnç
R_H	Maksimum direnç
t	Depozisyon süresi
T_c	Curie sıcaklığı
T_N	Neel sıcaklığı
ρ	Depozit yoğunluğu
λ	X-ışını dalga boyunu
μ_0	Serbest uzayın geçirgenlik katsayısı
χ	Birim hacimdeki magnetik duyunluk

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ (devam)

θ	Kırınım açısı
ΔR	Direnç deęişim miktarı

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklama</u>
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
AMR	Anizotropik magnetik direnç
BMR	Boyuna magnetik direnç
CV	Dönüşümlü Voltammetri
EDX	Enerji Ayırmalı X-ışını Spektroskopisi
EMR	Enine magnetik direnç
FC	Alan-soğutma
FCC	Yüzey merkezli kübik
FM	Ferromagnetik
GIXRD	Alçak geliş açılı X-ışını kırınımı
GMR	Büyük magnetik direnç
MBE	Moleküler Demet Epitaksi
MEMS	Mikro mekaniksel sistemler
MFM	Magnetik kuvvet mikroskobu
MR	Magnetik direnç
NM	Magnetik olmayan
SCE	Doymuş kalomel elektrot
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SPM	Süperparamagnetic
SPM	Taramalı prob mikroskobu
TEM	Geçiş Elektron Mikroskobu
XRD	X-ışını kırınımı
XRR	X-ışını yansımaları
VSM	Titreşimli Numune Magnetometresi
WAXS	Geniş-açılı X-ışını kırınımı
ZFC	Sıfır-alan soğutma

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET.....	V
SUMMARY.....	VI
TEŞEKKÜR.....	VII
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VIII
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	X
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	XI
1. GİRİŞ VE ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	1
1.1 Giriş.....	1
1.2 Önceki Çalışmalar.....	3
2. MAGNETİK MADDELER VE ÖZELLİKLERİ.....	8
2.1 Diamagnetik ve Paramagnetik Maddeler.....	9
2.2 Ferromagnetik Maddeler.....	10
2.3 Antiferromagnetik ve Ferrimagnetik Maddeler.....	11
3. MAGNETİK DİRENÇ.....	13
3.1 Büyük Magnetik Direnç.....	13
3.2 Normal ve Anizotropik Magnetik Direnç.....	16
4. DENEYSEL TEKNİKLER.....	17
4.1 Elektrodepozisyon Tekniği.....	17
4.2 Taramalı Elektron Mikroskobu.....	18
4.3 Atomik Kuvvet Mikroskobu.....	19
4.4 Titreşimli Numune Magnetometresi.....	19
4.5 X-ışını Kırınımı.....	21
5. NiFeCu/Cu FİMLERİNİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU.....	22
5.1 NiFeCu/Cu Filmlerinin Üretimi.....	22

İÇİNDEKİLER (Devam)

	<u>Sayfa</u>
5.2 I. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Yapısal Karakterizasyonu ve Tartışma.....	26
5.3 I. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Yüzey Karakterizasyonu ve Tartışma.....	30
5.4 I. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Magnetik Karakterizasyonu ve Tartışma.....	34
5.5 II. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Yapısal Karakterizasyonu ve Tartışma.....	39
5.6 II. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Magnetik Karakterizasyonu ve Tartışma.....	40
5.7 II. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Yüzey Karakterizasyonu ve Tartışma.....	43
6. NiCu FİMLERİNİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU.....	51
6.1 NiCu Filmlerinin Üretimi.....	51
6.2 NiCu Filmlerinin Kimyasal Karakterizasyonu ve Tartışma.....	52
6.3 NiCu Filmlerinin Yapısal Karakterizasyonu ve Tartışma.....	54
6.4 NiCu Filmlerinin Yüzey Karakterizasyonu ve Tartışma.....	61
6.5 NiCu Filmlerinin Magnetik Karakterizasyonu ve Tartışma.....	66
7. SONUÇ VE TARTIŞMA.....	68
8. KAYNAKLAR DİZİNİ.....	71
9. ÖZGEÇMİŞ.....	82

1. GİRİŞ VE ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

1.1 Giriş

Magnetik çoklu tabakalar ve tanecikli alaşım filmleri, magnetik direnç sensörleri, okuma-yazma kafaları ve magnetik kayıt cihazları gibi teknolojideki potansiyel uygulamalarından dolayı uzun zamandan beri incelenmektedir (Nam, et al., 2001; Feng, et al., 2006; Belhi, et al., 2002). Birkaç nanometreden birkaç mikrometreye kadar değişen kalınlıklara sahip magnetik ince filmler elektronik endüstrisinde geniş uygulama alanı bulmuştur (Das, 2010). NiFe gibi yumuşak magnetik ince filmler, magnetik depolama aygıtları, step motorları, transformatörler, mikro magnetik sensörler ve aygıtlarda kullanım gibi potansiyel uygulamalarından dolayı büyük bir aktüel ilgiye sahiptir (Das, 2010; Mubarak, et al., 2005).

Magnetik özelliklerinden dolayı, magnetik-magnetik olmayan veya magnetik-magnetik elementlerden oluşan metalik alaşım filmler ve özellikle Ni'e dayalı alaşım filmleri büyük ilgi çekmektedir (Bazavan, et al., 2008). Örneğin, NiFe/Cu sistemi düşük zorlayıcı alanına sahip olduğundan diğer bir ifade ile ihmal edilebilir bir histeris etkisinden dolayı teknolojik ve bilimsel olarak önemli derecede dikkat çekmektedir (Xu, et al., 2000; Hecker, et al., 2002, Nam, et al., 2001). NiCu alaşım filmleri termoelektrik ve aşınma direnci özelliklerinin gerekli olduğu endüstriyel uygulamalarda büyük kullanım potansiyeline sahiptir (Das, 2010) ve genellikle dekoratif amaçlar ve korozyon direnci için kullanılırlar (Ghosh, et al., 2006).

Nano yapılı materyaller çoğunlukla yüksek vakum gerektiren püskürtme (sputtering), fiziksel buhar deposizyonu ve moleküler demet epitaksi (MBE) gibi fiziksel metotlar ile üretilmektedir (Alper, et al., 2004; Garcia-Torres, et. al., 2009a). Bununla beraber, diğer tekniklerle karşılaştırıldığında daha ucuz olması, düzensiz geometrilere sahip alt tabanlara kolayca uygulanabilirliği ve hızlı bir üretim yapılabilmesi gibi avantajlarından dolayı elektrodpozisyon tekniği magnetik ince filmlerin üretiminde oldukça geniş bir uygulama alanı bulmuştur (Eckertova, 1971; Arnoldussen, 1986; Gangasingh, et al., 1991; Ross, 1994; Schwarzacher and Lashmore, 1996; Schwarzacher, et al., 1997; Iyer, 2005, Singh, et al., 2005, 2009, Garcia-Torres, et

al., 2009b; Bakonyi and Péter, 2010). Elektrodepozisyon tekniđi ile nanometre kalınlıklı ve teknolojik uygulamalarda kullanılabilen ince filmler başarılı bir şekilde üretilebilmektedir (Müler, et al., 2003; Hierold, 2004; Arana, et al., 2005). Üstelik, elektrodepozisyon tekniđi geniş yüzey ve alanlar üzerine kolay bir depoziyon sağlar (Ohgai, et al., 2003) ve üretim herhangi bir vakum sistemine ihtiyaç duyulmadan oda sıcaklığı ve basıncında gerçekleştirilir (Schwarzacher, et al., 1997). Elektrodepozisyon tekniđi, magnetik filmlerde mikroskobik seviyede şekil ve yapı büyümesinin kolay kontrolü için de uygun bir alternatif tekniktir (Das, 2010). Elektrodepozisyon tekniđinin fiziksel depoziyon süreçlerinden yaklaşık 10 kat daha ucuz bir teknik olduđu rapor edilmiştir (Dini, 1993). Fakat, aynı kompozisyonda elektrodepozisyon tekniđi ile üretilmiş olan filmlerin GMR (Giant Magnetoresistance, Büyük Magnetik Direnç) etkisi püskürtme tekniđi ile üretilmiş olan filmlerden daha düşüktür (Alper, et al. 2004).

Elektrodepozisyon tekniđi ile büyütülen magnetik çoklu tabakalarda GMR etkisi ilk defa gözlemlenmiştir (Alper, et al., 1993). Bu gözlemden sonra çoklu tabakaların elektrodepozisyon tekniđi ile üretimi hız kazanmış ve o zamandan beri elektrodepozisyon tekniđi ile üretilmiş olan magnetik çoklu tabakalar ve tanecikli alaşım filmleri ayrıntılı olarak incelenmektedir.

Elektrolit pH'ı, elektrolit konsantrasyonu, depoziyon potansiyeli, depoziyon akımı, eklenen maddeler (borik asit ve sakarin gibi), kullanılan alt tabakalar, depoziyon sıcaklığı ve kontrol metotları (galvanostatik ve potantostatik) gibi parametreler elektrodepozisyon tekniđi ile üretilen filmlerin özelliklerini önemli derecede etkilemektedir (Alper, et al., 2004).

Bu tez çalışmasında, Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Mürsel ALPER tarafından farklı Cu tabaka kalınlıklarında üretilen NiFeCu/Cu filmlerinin ve Osmangazi Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Nano Teknoloji Araştırma Laboratuvarında farklı depoziyon sürelerinde üretilen NiCu filmlerinin üretimi ve XRD, AFM, EDX ve VSM teknikleri ile karakterizasyonu yer almaktadır.

Bu tez çalışmasının temel amacı, NiFeCu/Cu filmlerinin yapısal, magnetik özelliklerini ve yüzey morfolojik yapısını AFM, VSM, XRD ve EDX karakterizasyon teknikleri ile araştırmak ve bununla birlikte NiCu alaşım filmlerini farklı depozisyon sürelerinde elektrodepozisyon tekniği ile üretmek ve depozisyon süresinin bir fonksiyonu olarak yapısal, magnetik özelliklerindeki ve yüzey morfolojisindeki değişimleri incelemektir.

1.2 Önceki Çalışmalar

Bu bölümde magnetik ince filmler ile ilgili daha önce yapılmış olan çalışmalara örnekler verilmiştir.

Elektrodepozisyon tekniği ile büyütülen magnetik çoklu tabakalarda GMR etkisi ilk defa gözlemlenmiştir (Alper, et al., 1993). Tabaka kalınlığı 1nm'nin altında olan magnetik süperörgülerin elektrodepozisyon tekniği ile epitaksiyel olarak büyütülmesi bu çalışmada gerçekleştirilmiştir. CuNiCo/Cu alaşım süperörgüleri tek bir elektrolitten elektrodepozisyon tekniği ile potantostatik koşullar altında üretilmiştir. İyi bir epitaksi ve 15 Å kadar kısa periyotlu süperörgülerin büyütülmesi başarılmıştır. Bu çalışma, kısa periyotlu metal/metal süperörgülerin, MBE (Molecular Beam Epitaxy, Moleküler Demet Epitaksi) ve sputtering (püskürtme) gibi yüksek vakum sistemlerine oranla daha ucuz ve daha hızlı bir şekilde elektrodepozisyon tekniği ile de büyütülebileceğinin mümkün olabileceğini göstermiştir (Alper, et al., 1993).

NiFeCu/Cu çoklu tabakaları tek bir elektrolitten elektrodepozisyon tekniği ile üretilmiştir. İki tabaka kalınlığı 30 Å olarak başarılmış ve bu X-ışını kırınımı ile doğrulanmıştır. Oda sıcaklığında magneto direnç ölçümleri, filmlerde GMR ve anizotropik magnetik direncin (AMR, Anisotropic Magnetoresistance) varlığını göstermiştir (Attenborough, et al., 1995).

NiFeCu/Cu çoklu tabakaları potantostatik koşullar altında $FeSO_4$, $NiSO_4$, $Cu SO_4$, H_3BO_3 ve $C_6H_8O_6$ içeren bir çözeltilerden üretilmiştir. GIXRD (Grazing Incidence X-ray Diffraction, Alçak geliş açılı X-ışını kırınımı) desenleri, filmlerin yapısını, (200) yansıması önemli şiddette olmasına rağmen, (111) büyümesine sahip bir FCC (Yüzey

merkezli kübik) yapı olarak göstermiştir. Elde edilen örgü parametreleri saf Cu ile saf Fe₂₀Ni₈₀ alaşımı arasındadır (Chassaing, et al., 1996).

Elektrodepozisyon tekniği ile büyütülen magnetik çoklu tabakaların GMR etkisinin çözelti pH faktörü ile değişimi ilk defa gözlenmiştir (Alper, et al., 1997). Elektrolit pH'ın, elektrodepozisyon tekniği ile üretilmiş CoCu/Cu çoklu tabakalarında GMR'ın büyüklüğü üzerinde önemli bir etkisi olduğu bulunmuştur (Weichnacht, et al., 2003).

CoCu alaşım filmleri potantiostatik koşullar altında polikristal Titanyum alt tabaka üzerine elektrodepozisyon tekniği ile üretilmiştir. XRD analizleri depositlerin büyümesinin çözelti içindeki dolayısı ile film içindeki bakır yüzdesine ve elektrolit pH değerine bağlı olduğunu ortaya çıkarmıştır. Tüm filmlerin magneto direnç ölçümleri oda sıcaklığında gerçekleştirilmiş ve tüm filmlerin anizotropik davranış gösterdiği ve anizotropik davranışın elektrolit pH ve bunun sonucu olarak film içindeki bakır yüzdesinden etkilendiği ortaya konulmuştur (Safak, et al., 2006).

Magnetik direnç etkisi gösteren FeNiCu tanecikli ince filmlerinin yapısal ve magnetik direnç özellikleri incelenmiştir. Filmler püskürtme tekniği ile 0.001 mbar Ar püskürtme basıncında üretilmiştir. X-ışını kırınımı desenlerinden yalnızca Cu (111) piklerini gözlenmiş, Fe ve Ni pikleri gözlenmemiştir ve bu durum elektron kırınımı desenlerinden elde edilen sonuçlarla da desteklenmiştir. Maksimum magnetik direnç % 60 Cu içeriğinde gözlenmiş ve magnetik direncin Cu içindeki Ni artışından etkilenmediği bulunmuştur. Filmlerin yüzey morfolojisi AFM ile araştırılmış ve film yüzeylerinin pürüzsüz olduğu gözlenmiştir (Tiwari and Kumar, 2006, 2007).

NiCu alaşım filmleri, potantiostatik koşullar altında düşük pH (2.0) ve yüksek pH (3.3) değerlerinde elektrodepozisyon tekniği ile üretilmiştir. Filmlerin yapısal analizleri, XRD ve SEM (Scanning Electron Microscopy, Taramalı Elektron Mikroskobu) ile gerçekleştirilmiştir. XRD verileri, kristal büyüme derecesinin yüksek ve düşük pH değerlerinde üretilen filmler için farklı olduğunu ortaya koymuştur. Düşük pH değerinde kristal düzlemleri rastgele yönlendirilmişken, yüksek pH değerinde ise filmler yüzey merkezli kübik yapısının güçlü bir (100) büyümesini göstermiştir. SEM

çalışmaları filmlerin yüzey morfolojisinin elektrolit pH değerine güçlü bir şekilde bağlı olduğunu ortaya çıkarmıştır. VSM ile incelenen magnetik karakteristiklerin ve magneto taşıma özelliklerinin elektrolit pH değerinden etkilendiği gözlemlenmiştir. Magnetik ve magneto taşıma özelliklerinde gözlenen farklılıklar, elektrolit pH değerinin meydana getirdiği yapısal değişimlere atfedilmiştir (Alper, et al., 2008).

NiCu alaşım filmleri, potantostatik koşullar altında farklı depozisyon potansiyellerinde üretilmiştir ve filmlerin yapısal ve morfolojik yapısı XRD, SEM ve EDX ile araştırılmıştır. -1000 mV ve -1100 mV depozisyon potansiyellerinde üretilen filmlerin EDX analiz sonuçları karşılaştırılmış ve -1100 mV'ta üretilen filmlerin daha fazla oranda Ni içerdiği ve daha negatif potansiyelin $\text{Cu}_{81}\text{Ni}_{19}$ kristal fazının oluşmasına neden olduğu ortaya konulmuştur. Bununla beraber, daha negatif potansiyelerde üretilen NiCu alaşım filmlerinin daha büyük taneciklere sahip olduğu bulunmuştur (Bazavan, et al., 2008).

Elektrodepozisyon tekniği ile üretilmiş Ni/Cu filminin yapısı ve ara yüzey pürüzlülüğü XRD, XRR (X-ray Reflectivity, X-ışını yansımaları), nötron yansımaları ve AFM kullanılarak detaylı bir şekilde incelenmiştir. Sonuç olarak vacum-depozisyon ile elektrodepozisyonun farklı mekanizmalarından dolayı, elektrodepozisyon tekniği ile üretilen filmlerin yüzey morfolojisinin püskürtme tekniği ile üretilen filmlerinkinden ayırt edilebilecek şekilde farklı olduğu ortaya konulmuştur. Elektrodepozisyon tekniği ile üretilen filmin püskürtme tekniği ile üretilen filmlerden daha yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğu bulunmuştur. Bu durum, elektrodepozisyon tekniğinin büyüme mekanizmasının farklı morfolojiye sahip olmasına ve elektrodepozisyon tekniğinin filmin aşırı derece tanecikli büyümesine neden olmasına atfedilmiştir (Singh, et al., 2009).

Nanometre boyutundan mikrometre boyutuna kadar değişen kalınlıklarda CoAg elektrodepozitlerinin kompozisyon gelişimi, yüzey morfolojisi, magnetik özellikleri ve kristal yapısı analiz edilmiştir. CoAg depozitleri farklı alt tabakalar üzerine (Si/Ti/Ni, Si/Cr/Cu ve cam/ITO) depozit edilmiş ve tüm durumlarda aynı davranış gözlemlenmiştir. Öncelikle Ag tabakasının depozit olduğu, daha sonra Ag ile birlikte Co'nun dereceli olarak depozit olduğu bulunmuş ve belirli bir depozisyon süresinden sonra sabit bir

kompozisyon elde edilmiştir. Magnetik ölçümler sonucunda, depozisyon süresinin artması ile filmlerin öncelikle diamagnetik, sonra süperparamagnetik ve daha sonra ferromagnetik davranış gösterdiği bulunmuştur (Garcia-Torres, et al., 2009a).

Elektrodepozisyon tekniği ile galvanostatik koşullar altında üç farklı elektrolitten üretilmiş olan Ni/Cu çoklu tabakalarının yapısal ve magnetik karakterizasyonu yapılmıştır. Nötron yansıması ve AFM ile elde edilen ara yüzey/yüzey pürüzlülüğü birbirine çok yakın olarak bulunmuştur. En yüksek MR değeri herhangi bir eklenen madde olmayan saf elektrolitten elde edilmiştir. Saf elektrolit içine eklenen maddelerin MR değerini düşürdüğü daha önceki çalışmalarda da gösterilmiştir (Lenczowski, et al., 1995; Cziraki, et al., 2001). SPM bölgelerinin daha fazla olduğu filmlerde MR değeri de daha düşük olarak bulunmuştur. Galvanostatik deęiřtokuř reaksiyonundan dolayı magnetik tabaka içerisinde magnetik olmayan Cu aracılıęı ile ayrılmıř SPM rejimindeki izole olmuř magnetik taneciklerin varlıęının MR deęerinde azalmaya sebep olduęu gözlenmiřtir. (Ghosh, et al., 2010a). Magnetizasyon ölçümleri yüksek kobalt içeren filmlerde bile SPM ve ferromagnetik taneciklerin birlikte bulunduęunu göstermiřtir. Sakarin eklenmesinin, darbeli akımda üretilen filmlere göre doęru akımda üretilen filmlerde GMR üzerinde dikkate deęer bir etkiye sahip olduęu bulunmuřtur. Çözeltiyeye sakarin eklenmesinin, filmlerin zorlayıcı alanı deęerlerini azaltan bir etkiye sahip olduęu fakat tavlanmıř filmlerde ise tam tersinin gerçekteřtięi bulunmuřtur. Darbeli akımın çok yüksek kobalt içeren CoCu alařımlarında bile Co taneciklerinin ayrılmasında daha iyi bir araç olduęu dolaylı olarak gözlenmiřtir. Elektrolite filmlerin parlaklıęını arttırıcı sakarin eklenmesinden dolayı yapısal heterojenlięin arttıęı tespit edilmiřtir. Yüksek sıcaklıklarda tavlamanın, SPM bölgelerinin ferromagnetik kobalt bölgelerine dönüşmesine neden olduęu bulunmuřtur (Ghosh, et al., 2010b).

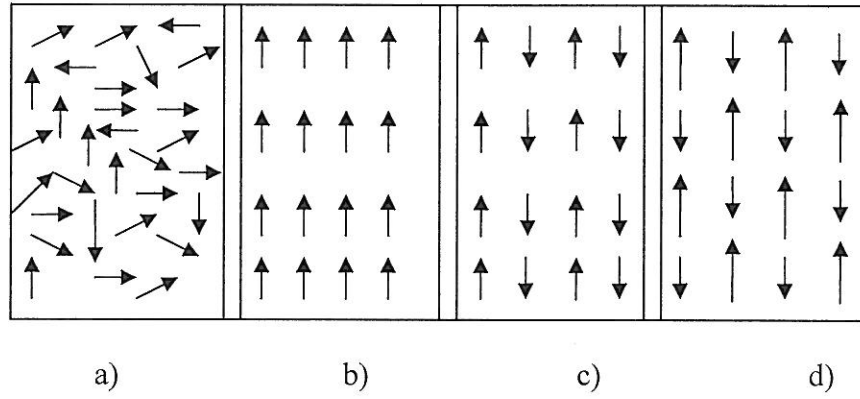
Elektrodepozisyon teknięi ile üretilen magnetik çoklu tabaka ve alařım filmlerinin magnetik ve yapısal özellikleri hakkında yapılan çalışmaları ile ilgili çok geniş kapsamlı ve ayrıntılı bir çalışma yapılmıřtır. Bu çalışmada, elektrodepozisyon teknięi ile üretilmiř olan magnetik ince filmlerin pH, tabaka kalınlıkları, depozisyon potansiyeli, eklenenler, kullanılan elektrolit türü, kullanılan depozisyon modu gibi parametrelerden

nasıl etkilendiğini ortaya koyan çalışmaların bir özeti sunulmuştur ve bu alandaki gelişmeler ve problemler üzerine tartışma yapılmıştır (Bakonyi and Péter, 2010).

Elektrodepozisyon tekniği ile üretilmiş olan CoCu/Cu çoklu tabakalarında mikroyapının oluşumu üzerinde magnetik tabakaların deposizyonu sırasında uygulanan akım yoğunluğunun etkisi araştırılmıştır. Magnetik tabakaları yüksek akım yoğunluğunda (84 mA/cm^2) deposit edilen filmlerin periyodik çoklu tabakalı yapıda, orta akım yoğunluğunda (20.7 mA/cm^2) deposit edilen filmlerin columnar (sütunlu) bir yapıda, düşük akım yoğunluğunda (9.6 mA/cm^2) deposit edilen filmlerin ise tanecikli bir alaşım yapıda oluştuğu ortaya konulmuştur (Rafaja, et al., 2011).

2. MAGNETİK MADDELER VE ÖZELLİKLERİ

Maddeler magnetik özelliklerine göre diamagnetik, paramagnetik, ferromagnetik, antiferromagnetik ve ferrimagnetik gibi sınıflara ayrılmaktadır. Magnetik maddelerin magnetik dipollerinin yönelimleri Şekil 2. 1’de verilmiştir.

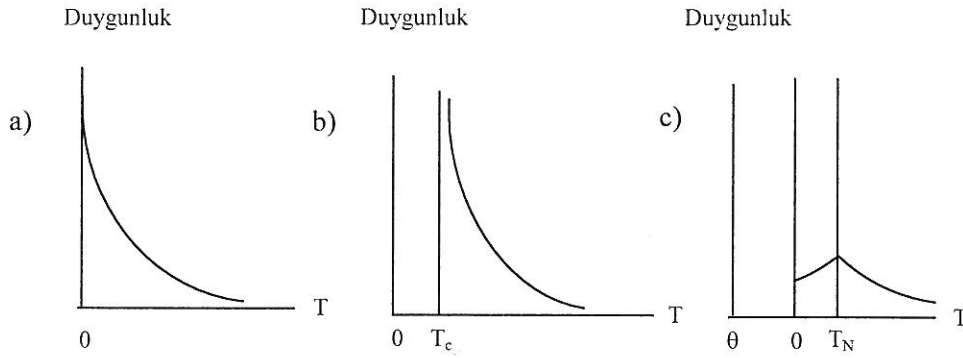


Şekil 2. 1. Magnetik dipollerin farklı yönelimleri: a) Paramagnetik b) Ferromagnetik c) Antiferromagnetik d) Ferrimagnetik (Karakuşcu, 2006).

Duygunluğu negatif olan maddeler diamagnetik, pozitif fakat küçük olan maddeler ise paramagnetik maddeler olarak adlandırılırlar (Kittel, 1996). Magnetik maddelerin duygunluğuna ve bağlı geçirgenliklerine göre sınıflandırılması Çizelge 2. 1’de verilmiştir. Ferromagnetik, antiferromagnetik ve paramagnetik maddelerin duygunluklarının sıcaklıkla değişimi de Şekil 2. 2’de gösterilmiştir.

Çizelge 2. 1. Magnetik maddelerin sınıflandırılması (Judy and Myung, 2002).

Kategori	χ/μ_0	Örnekler
Ferromagnetik	10^7-10^2	Ni, Fe, Co, NiFe, NdFeB
Ferrimagnetik	10^4-10^1	Fe_3O_4 , Ferrites
Antiferromagnetik	Küçük	MnO, NiO, $FeCO_3$
Paramagnetik	$10^{-3}-10^{-6}$	Al, Cr, Mn, Pt, Ta, Ti, W
Diamagnetik	-10^{-6} ile -10^{-3}	Ag, Au, C, H, Cu, Si, Zn
Süper iletken	-1	$YbBa_2Cu_3O_x$



Şekil 2. 2. a) Paramagnetik, b) ferromagnetik ve c) antiferromagnetik maddelerde magnetik duygunluğun sıcaklıkla değişimi (Kittel, 1996).

2.1 Diamagnetik ve Paramagnetik Maddeler

Diamagnetizma, tüm maddelerin temel özelliğidir ve çok zayıf bir etkidir (Eken, 2008). Diamagnetizma, bir cisim uygulanan bir magnetik alan içerisinde iken, elektriksel yüklerin cismin içini magnetik alandan kısmen yalıtma eğilimi ile ilişkilidir (Durlu, 1992). Bir diamagnetik maddede çiftlenmemiş elektronlar yoktur. Diamagnetik maddelerin net magnetik momentleri sıfırdır. Uygulanan bir dış magnetik alanda alana ters yönde olacak şekilde bir magnetik moment kazanırlar ve uygulanan dış magnetik alan kaldırıldığında magnetizasyonlarını kaybederler. Diamagnetik maddelerin magnetik duygunluğu çok küçüktür ve diamagnetik maddeler sıcaklıktan bağımsız bir magnetik duygunluğa sahiptirler (Eken, 2008).

Paramagnetik maddeler, uygulanan bir dış magnetik alanda, alan yönünde net bir magnetik moment kazanırlar ve uygulanan dış magnetik alan kaldırıldığında net magnetizasyonları sıfır olur. Paramagnetik maddelerin magnetik duygunlukları pozitif fakat küçüktür (Eken, 2008; Karakuşcu, 2006). Paramagnetik davranış, Curie sıcaklığının üstündeki ferromagnetik maddelerde ve T_N Neel sıcaklığının üstündeki antiferromagnetik maddelerde de gözlenebilir. Paramagnetik maddeler Curie yasasına göre magnetizasyon sergilerler. Curie yasası, paramagnetik maddelerin magnetizasyonunun uygulanan magnetik alanın artırılması ile artacağını, sıcaklığın artırılması ile azalacağını göstermektedir. Curie yasası, atomik dipollerin çoğu paralel dizildiği zamanki doyum magnetizasyonunu tahmin etmede başarısız olduğu için

yetersizdir. Çünkü, tüm atomik dipoller paralel olduktan sonra, uygulanan dış magnetik alanın artması ile toplam magnetizasyon artmaz. Paramagnetik maddeler histeresiz göstermezler (Karakuşçu, 2006). Paramagnetik maddelerin magnetik duyunluklarının sıcaklığa bağımlılığı Şekil 2.2 a'da gösterilmiştir.

2.2 Ferromagnetik Maddeler

Duygunluğu pozitif ve büyük olan maddeler ferromagnetik maddelerdir. Ferromagnetik maddeler çiftlenmemiş elektronlara sahiptir (Das, 2010). Ferromagnetik maddeler, magnetik alan uygulanmadığı durumda bile kalıcı bir magnetik momente sahiptir (Sundaresan and Rao, 2009; Fabrizio, et al., 2009). Ferromagnetik maddeler yüksek bir magnetik geçirgenliğe ve duyunluğa sahiptir. Isısal çalkantı yüksek sıcaklıklarda spin düzenini yok eder. Kalıcı magnetizasyonun kaybolduğu yani düzenli ferromagnetik fazdan düzensiz bir paramagnetik faza geçişin olduğu sıcaklık Curie sıcaklığı olarak adlandırılır (Kittel, 1996). Bir ferromagnetik maddenin duyunluğu Curie sıcaklığının üzerinde Curie-Weiss yasası ile verilir (Kittel, 1996). Ferromagnetik maddelerde magnetik duyunluğun sıcaklığa bağımlılığı Şekil 2.2 b'de gösterilmiştir.

Magnetik maddeler içerisinde ferromagnetik maddeler, magnetik mikro sensörlerde, mikro çalıştırıcılarda ve mikro sistemlerde en çok kullanılanıdır. MEMS (Mikro Mekaniksel Sistemler) teknolojisinde yaygın olarak en çok kullanılan NiFe alaşımları gibi yumuşak magnetik maddelerdir, örneğin permalloy tipik olarak %81 Ni ve %19 Fe içerir (Judy and Myung, 2002). Yüksek-alan çalıştırıcılarını ve hassas magnetometreleri meydana getirmek için yumuşak magnetik maddeler kullanılmasına rağmen, yüksek kalıcı magnetizasyona sahip sert (permanent) magnetik maddeler iki yönlü (itme-çekme) mikro çalıştırıcılarda uygun olarak kullanılmaktadır (Cho, et al., 2000). Bununla beraber, birkaç sert magnetik madde dışında MEMS uygulamalarında çoğunlukla sert magnetik maddeler kullanılmaz (Chin, 2000).

Ferromagnetik maddeler magnetik domain yapısına sahiptirler (Das, 2010). Aynı yöne yönelmiş magnetik momentlerin oluşturduğu küçük bölgeler domain olarak adlandırılır. İki domain, domain duvarı (Bloch duvarı) ile birbirinden ayrılır. Ferromagnetik maddeler kalıcı bir magnetizasyona sahip olmalarına rağmen, uygulanan

bir dış magnetik alan olmadığı durumda ferromagnetik maddelerin makroskobik numuneleri çoğunlukla ihmal edilebilir bir toplam dipol momente sahiptirler. Bu durum, ferromagnetik maddelerin domain olarak bilinen çok sayıda küçük bölgelerden oluşma eğiliminden dolayı meydana gelir (Hook and Hall, 1991). Domainler yaklaşık 10^{-12} ile 10^{-8} m³ arasında hacime sahiptir ve her bir domain 10^{17} ile 10^{21} arasında atom içerir (Akdoğan, 2004). Magnetik alanın olmadığı durumda domainler rastgele yönelirler ve toplam magnetizasyon bu durumda sıfır olur. Bir magnetik alan uygulandığında ise bütün domainler alan yönünde yönelir ve ferromagnetik madde net bir magnetizasyona sahip olur. Uygulanan magnetik alan kaldırıldığında bile ferromagnetik madde kalıcı bir magnetizasyona sahiptir.

Bir numunenin magnetik domain yapısı magnetik kuvvet mikroskobu (MFM, Magnetic Force Microscopy) kullanılarak belirlenir. MFM numune ile iğne arasındaki magnetik etkileşimlerin ölçülmesi ile manyetizmanın uzaysal dağılım haritasını çıkaran bir taramalı prob mikroskobudur (Scanning Probe Microscopy, SPM). MFM ölçümlerinde magnetik ve Vander walls olmak üzere iki tip kuvvet vardır. MFM'de sinyal, sırası ile Vander walls ve magnetik kuvvetler ile oluşturulan yüzey topografisi ve yüzey magnetik özellikleri bilgisini içerir (Das 2010). Magnetik dipolar etkileşimlerini içeren çeşitli magnetik etkileşimler MFM ile ölçülebilir. MFM ile domainlerin magnetik yapısı, bir domain duvarı içinde Bloch çizgilerinin yerleşimi ve magnetizasyon dalgalarının magnetik yapısı üç boyutta incelenebilmektedir (Valdre, 1998). MFM ölçümlerinde lift mod oldukça zayıf fakat uzun aralıkta magnetik etkileşimlerin topografik etki minimize edilirken görüntülenmesine izin verir. Lift mod kullanılırken MFM görüntüsünde topografik özellikler özellikle yoktur. Tapping mod ile topografik veri elde edilir (Das, 2010).

2.3 Antiferromagnetik ve Ferrimagnetik Maddeler

Antiferromagnetik maddelerde tüm momentler birbirleri ile antiparaleldir ve tamamı ile ferromagnetik düzenin tersidir. Tüm magnetik momentler antiparalel olduğu için net magnetizasyonları sıfırdır (Eken, 2008). Antiferromagnetik yapıda spinler, bir geçiş sıcaklığı altında antiparalel bir şekilde dizilirler ve net magnetik momentleri sıfır olur. Neel sıcaklığı denilen bu sıcaklıkta antiferromagnetik duyunluk küçük bir pik

gösterir. Antiferromagnetik maddelerde magnetik duyunluğun sıcaklığa bağımlılığı Şekil 2.2 c'de gösterilmiştir.

Ferrimagnetik maddelerde antiferromagnetik maddeler gibi tüm momentler birbirleri ile antiparaleldir. Fakat zıt yönlü magnetik momentlerin büyüklüğü birbirinden farklıdır. Bundan dolayı, magnetik alan olmadığı durumda bile ferromagnetik maddeler gibi kalıcı bir magnetizasyona sahip olurlar (Eken, 2008). Ferrimagnetik bir madde için magnetik momentlerin dizilimi Şekil 2.1 d'de gösterilmiştir.

3. MAGNETİK DİRENÇ

Bir numuneye bir dış magnetik alan uygulandığında numunenin elektriksel direncinde meydana gelen değişime magneto direnç (MR) denir. MR aşağıdaki gibi tanımlanır:

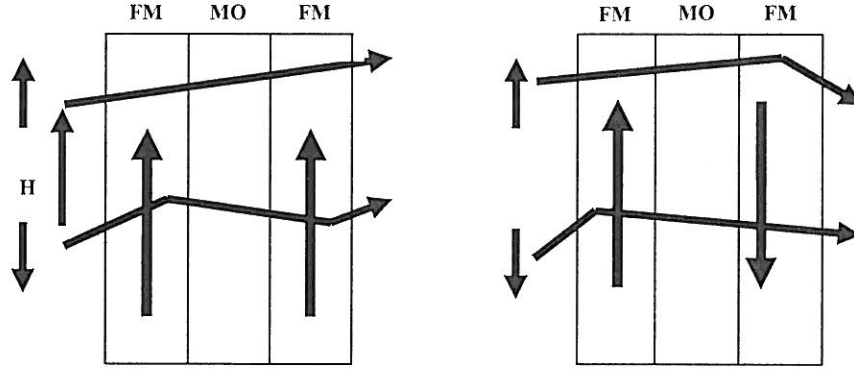
$$MR(\%) = \frac{R_H - R_{min}}{R_{min}} \times 100 = \frac{\Delta R}{R_{min}} \quad (3.1)$$

burada R_H magnetik alan yok iken ölçülen maksimum direnç, R_{min} magnetik alan uygulandığında ölçülen minimum direnç ve ΔR direnç değişim miktarıdır (Alper, et al., 2004). MR çoğunlukla yüzde değeri ile ifade edilir. Magnetik direnç, magnetik alanı artması ile artıyorsa pozitif magneto direnç, azalıyorsa negatif magneto direnç olarak adlandırılır. Numunenin cinsine göre magnetik direncin işareti ve büyüklüğü değişiklik gösterir. Herhangi bir metal için ölçülen MR, magnetik alanın şiddetine ve yönüne ve metalden geçen akıma bağlıdır. Magnetik alanın akıma dik uygulanması ile enine magnetik direnç (EMR, transverse MR), magnetik alanın akıma paralel uygulanması ile boyuna magnetik direnç (BMR, longitudinal MR) ölçülür (Kuru, 2009).

3.1 Büyük Magnetik Direnç

GMR, Fe/Cr çoklu tabakasına bir magnetik alan uygulanması ile çoklu tabakanın elektriksel direncinde önemli bir azalma meydana gelmesi sonucu keşfedilmiştir (Baibich, et al., 1988). GMR etkisi aynı zamanda Fe/Cr/Fe üçlü tabakalarında da keşfedilmiştir (Binasch, et al., 1989). GMR etkisinin iki faktörden kaynaklandığı ortaya konulmuştur. Bunlar; kusurlu-serbest bir sistemin elektronik band yapısının spine bağımlılığı (Miyazaki, 1993) ve spine bağlı saçılma potansiyelidir (Barnas and Bruynseraede, 1996). Tanecikli filmlerde GMR ve taşıma özellikleri de tabakalı yapılar için geliştirilmiş modeller ile açıklanmaya çalışılmıştır (Zhang and Levy, 1993; Ferrari et. al, 1999). Tanecikli filmlerde GMR çoğunlukla matrix ile tanecikler arasındaki ara yüzeylerden spine bağlı saçılmadan ve daha az ölçüde tanecikler içindeki spine bağlı saçılmadan kaynaklanır (Zhang and Levy, 1993, Levy, 1995a). GMR sıralanmamış ferromagnetik tanecikleri içeren magnetik olarak homojen olmayan bir ortama sahip

alaşımında oluşur. Tanecikli sistemlerde gözlenen GMR izotropiktir. Yani enine ve boyuna magnetik direnç eğrileri çakışiktır (Pratt, et al., 1991; Lee, et al., 1992). Bununla beraber çoklu tabakalarda ise demagnetize faktöründen dolayı enine ve boyuna magnetik dirençleri farklıdır (Xiao, et al., 1992a).

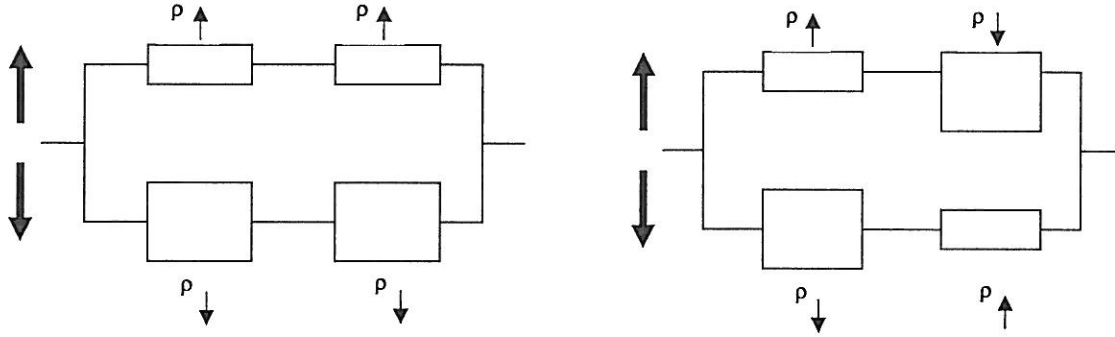


Şekil 3.1. FM/MO/FM üçlü tabakalı yapıda spine bağlı saçılma durumları (Bakonyi and Péter, 2010).

FM/MO/FM gibi üçlü bir tabakada, uygulanan dış magnetik alan spine bağlı saçılmada farklılık meydana getirir (Şekil 3.1). Paralel düzen (yüksek magnetik alan), antiparalel düzen (sıfır magnetik alan) Şekil 3.1'de gösterilmiştir. Dış magnetik alan her tabakadaki bütün magnetizasyonları paralel hale getirmiştir. Magnetik alanın olmadığı durumda her bir ferromagnetik tabakanın magnetizasyonu diğerine göre antiparalel yönelimlidir. Paralel magnetizasyon kısmında, spini anti-paralel olan azınlık taşıyıcıları yani elektronlar için saçılma güçlüdür ve paralel spinli çoğunluk elektronları için zayıftır. Elektronların bütün spin yönelimleri için saçılması magnetik tabakaların anti-paralel yönelimi sonucudur. Bu da magnetik tabakanın paralel yöneliminde saçılma olaylarının anti-paralele göre daha az olmasını, dolayısıyla daha düşük dirence sahip olması sonucunu ortaya çıkarır.

Magnetik çoklu tabaka sistemlerinde elektrik iletkenliği için, spine bağlı saçılmayı ve Mott çift akım modelini kullanarak yeni bir model önerilmiştir (Levy and Zhang, 1995b). Bu modele göre paralel durumda (Şekil 3.2 a) spin-aşağı elektronları bütün ara yüzeylerden saçılırken spin-yukarı elektronları saçılmaz. Bu paralel durumlar için

düşük toplam direnç sonucunu verir. Şekil 3.2 b'den görüldüğü gibi spin-yukarı ve spin-aşağı elektronları anti-paralel durumda diğer bütün ara yüzeylerden saçılırlar ve bu durum daha yüksek bir toplam direnç ile sonuçlanır (Saraç, 2005).



Şekil 3. 2. FM/MO/FM üçlü tabakalı yapının direnç katkıları (Bakonyi and Péter, 2010).

GMR ilk defa çoklu tabaka olmayan CuCo heterojen tanecikli filmlerinde gözlemlenmiştir (Xiao, et al., 1992a; Berkowitz, et al., 1992). Süregelen zamanda GMR diğer bir çok heterojen tanecikli filmlerde de gözlemlendi. Bu tür filmlere örnek olarak, CoAg (Tsoukatos, et al., 1992; Xiao, et al., 1992b), AgFe (Tsoukatos, et al., 1992; Makhlof et al., 1993) CuNiCo, CuNiFe (Takeda, et al., 1994), CrFe (Takanashi, et al., 1996), FeCu, FeAu (Wang ve Xiao, 1994a) ve FeNiAg (Badia, et al., 1997) filmleri verilebilir. Oda sıcaklığında en yüksek GMR CoAg ve CoCu tanecikli ince film sistemlerinde gözlemlenmiştir (Berkowitz, et al., 1993; Wang and Xiao, 1994b; Azizi, et al., 1995; Öksüzoglu, et al., 2000). Yüksek değerde GMR elde etmek için gerekli olan iki önemli faktör vardır. Bunlar ferromagnetik ve nonmagnetik metaller arasındaki band uyumu ve örgü uyumudur. Ara yüzeylerdeki karışım da GMR için uygun değildir ve ara yüzeylerdeki karışım güçlü spine bağlı saçılma potansiyelleri oluşturma beklentisine terstir. Bunun nedenlerinden birisi, GMR'yi negatif olarak etkileyen ara yüzey karışım bölgelerinde magnetik momentlerde bir azalma olması olasılığıdır. Yanısıra, ara yüzeylerdeki karışım, ferromagnetik tabaka ile zayıf olarak çiftlenmiş sıralanmamış spinler ile sonuçlanabilir yada bu tabakalar magnetik olarak ölü tabakalardır (Tsymbal and Pettifor, 2001).

3.2 Normal ve Anizotropik Magnetik Direnç

Hem EMR hem de BMR'nin uygulanan magnetik alanın arttırılmasıyla çok az bir artış gösterdiği bakır, altın, gümüş ve çinko gibi ferromagnetik olmayan metallerde gözlenen küçük ve pozitif magnetik dirence normal magnetik direnç denir (Kuru, 2009). Normal magnetik direnç, uygulanan magnetik alandan dolayı elektronların yörüngeleri üzerinde Lorentz kuvvetinin etkisinden kaynaklanır. Lorentz kuvveti iletim elektronlarının yörüngesini değiştirir ve bu nedenle elektronların saçılma potansiyeli artar. Lorentz kuvvetinden kaynaklanan magnetik direnç etkisi GMR'nin aksine, doyum alanında doyuma gelmez ve genellikle metallerde (1 Tesla mertebesindeki alanlarda % 1 den daha azdır) küçüktür (Tsymbal and Pettifor, 2001).

AMR (Anisotropic Magnetoresistance, Anizotropik Magnetik Direnç) spin orbit etkileşmesinden kaynaklanır ve elektrik akımı ve magnetizasyonun bağıl yönelimlerine bağlı olarak direnç oluşur. AMR etkisinin oluşması için gerekli olan magnetik alan aralığı magnetik momentin yönünü değiştirmek için gerekli olan alan ile belirlenir. Fe, Ni ve Co gibi ferromagnetik metallerde ve onların alaşımlarında (permalloy gibi) gözlenen magnetik direnç AMR olarak adlandırılır. Permalloy'da AMR için doyum alanı 10 Oe'ten daha düşüktür (Chien, 1995). Örnek olarak, şuan sensör uygulamalarında kullanılan permalloy ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) filmleri direnç değişimi birkaç Gauss'luk magnetik alan aralığında meydana gelen % 1-2 AMR etkisi gösterirler. AMR etkisi pozitif BMR ve negatif EMR ile karakterize edilir (McGuire and Potter, 1975).

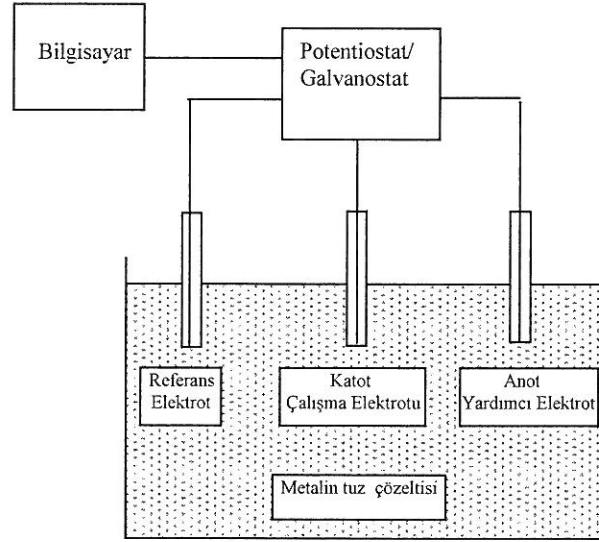
4. DENEYSEL TEKNİKLER

4.1 Elektrodepozisyon Tekniđi

Elektrodepozisyon tekniđinin bařlıca dezavantajlarından biri safsızlıklardır ve bu bulunması istenilen diđer özellikleri řiddetli bir řekilde etkilemektedir. Bu tekniđin avantajlarından birisi ise deposisyonun hızlı olmasıdır (Eckertova, 1971). Ayrıca bu teknik UHV sistemlerine oranla çok daha ucuz bir sistemdir. Elektrodepozisyon sistemi ile düzenli kalınlıklı bir film üretmek yada filmin parlak görünüşünü arttırmak için çözeltiye düşük konsantrasyonlarda bazı kimyasal maddeler eklenebilir.

Elektrodepozisyon genellikle bir elektrolit çözelti ve iki yada üç elektrot içeren bir hücrede meydana gelir (Nabiyouni and Schwarzacher, 2005). Üç elektrotlu hücre ise yardımcı elektrot, çalışma elektrodu ve referans elektrottan oluşur. Çalışma elektrotu katot, yardımcı elektrot ise anotdur. Üzerine deposisyon yapılacak alttabaka çalışma elektroduna yani katota bağlanır. Yardımcı elektrot olarak platin elektrot, referans elektrot olarak ise doymuş kalomel elektrot (SCE) kullanılır. Depozisyon bilgisayar kontrolü ile gerçekleştirilir. Şekil 4.1'de çoklu tabaka ve alařım film üretmek için kullanılan elektrodepozisyon sisteminin basit bir şekli gösterilmiştir.

Magnetik çoklu tabakalar C ve D iyonlarını içeren bir çözeltiden elektro kimyasal olarak üretilirler. Eğer C metali, D metalinden daha soy ise D metali daha negatif potansiyel değerlerinde depozit edilir. Depozisyon potansiyeli her iki metalin indirgenmesi için yeterli derecede negatif olmalıdır. D deposit edilirken, C'de D ile beraber depozit olur. Sonuç olarak, bir saf C tabakası ile bir D-C alařım tabakası oluşur ve sonunda D-C/C çoklu tabakaları elde edilir. Eğer elektrolit içerisinde C metal iyonlarının konsantrasyonu D metal iyonlarının konsantrasyonundan çok daha az ise D-C alařımı daha az C içerir (Schwarzacher, 1997).



Şekil 4. 1. Elektrodepozisyon Sistemi

Magnetik çoklu tabakalardaki metal elementlerinin uygun indirgenme potansiyel aralığının belirlenmesi için CV (Cyclic Voltammetry, Dönüşümlü Voltametri) tekniği kullanılır. Bu potansiyel aralığı içerisinde, depositlerin metalik görünüşlü (parlak, aynaya benzer) olarak oluştuğu depozisyon potansiyelleri gerçek depoziyon potansiyeli olarak seçilir (Alper, et al, 2004). Dönüşümlü voltametri tekniği ile çözeltilerin voltammogramını elde etmek için doymuş kalemel elektrota göre (SCE'ye göre) +1.0 V ve -1.8 V arasında değişen çalışma elektrotuna potansiyel uygulanır. Elde edilen voltammogramlar incelenerek elektrolit içindeki metallerin indirgenme (depozisyon) potansiyelleri ile geri çözünme potansiyelleri elde edilir. Çoklu tabakaların büyüme süreci ise çoklu tabakaların ilk birkaç tabakasının büyümesi sırasında kaydedilen akım-zaman geçişleri ile izlenir (Alper, et al, 2004).

4.2 Taramalı Elektron Mikroskobu

Elektron mikroskobu numunenin yüzey özelliklerini belirlemek için kullanılır. Büyük bir alan derinliğine sahiptir, yani yüksek çözünürlüklü görüntüler oluşturulur. Görüntünün kalitesi, netliği ve detay zenginliği çözünürlüğe bağlıdır (Kapakin, 2006). Taramalı elektron mikroskobunun çalışma prensibi bir raster yardımı ile saptırılarak odaklanmış elektron demetinin yüzeyi periyodik olarak taramasına dayanır (Leaver and

Chapman, 1971). Yüzey mikro yapısını görüntüleyerek tanecik boyutu ve farklı kristallagrafik fazları dedekte etme kabiliyetine sahiptir. EDX spektrometresine sahiptir. EDX analizi Be-U arasındaki elementler için nitel (kalitatif) elemanter analiz özelliğine sahiptir. SEM incelemeleri için numunenin yüzeyi elektrik iletkenliği özelliğine sahip olmak zorundadır. Bu nedenle iletken olmayan katılar elektriksel iletken tabaka ile (vakumla altın kaplanması) kaplanmaktadır (Balıkçı, 2007).

4.3 Atomik Kuvvet Mikroskobu

AFM, sıvı ya da katı örneklerin yüzey topografisini nanometre boyutunda görüntüleyebilen ve moleküller arası kuvvetleri ölçebilen bir sistemdir. Mikroskop olarak en önemli avantajı, özel bir hazırlama işlemi uygulamadan örneklerin doğrudan ve hemen hemen her ortamda görüntülenebilmesidir (Binning, et al., 1986).

AFM contact (temaslı) mod, non-contact (temassız) mod ve tapping mod olmak üzere üç farklı metot ile çalıştırılabilir. Tapping mod'un çözünürlüğü temaslı mod ile aynı olmasına rağmen, uygulanan kuvvetler daha düşüktür. Ayrıca titreşim genliği 20-200 nm arasında olup temassız moda göre daha büyüktür. AFM, SEM ve TEM'e (Transmission Electron Microscopy, Geçiş Elektron Mikroskobu) göre bazı avantajlara sahiptir. Bunlar; birkaç nanometre mertebesinde yatay çözünürlüğe ve 1 nanometreden daha az dikey çözünürlüğe sahip yüksek çözünürlüklü görüntü vermesi, basit değişimlerle numunenin diğer özelliklerinin de belirlenmesini sağlaması ve SEM ve TEM'de gözlenen numunenin radyasyon hasarının olmamasıdır (Jagtap and Ambre, 2006).

4. 4. Titreşimli Numune Magnetometresi

Magnetik alaşım filmlerinin ve magnetik çoklu tabakaların özellikleri VSM ile karakterize edilir. VSM düzgün bir magnetik alan içinde sabit bir frenkansta titreşen bir numunenin indüklediği voltajın ölçülmesi prensibine dayanan bir sistemdir. Numuneyi magnetize etmek için numune düzgün bir magnetik alan içerisine yerleştirilir (Das, 2010). VSM sistemi, kontrol panelleri ve güç kaynağı, numune titreştirici, elektromagnet ve elektromagnete bağlı bir soğutma sistemi ve bilgisayardan oluşan bir sistemdir (Karaağaç, 2007).

Ferromagnetik maddeler histeretik bir davranış gösterirler. Magnetik histeresiz eğrileri ferromagnetik maddenin magnetizasyonun magnetik alanla değişiminden VSM kullanılarak elde edilir. Histeresiz eğrisinden elde edilen doyum magnetizasyonu tüm spinlerin uygulanan magnetik alan ile sıralandığı durumdaki magnetizasyondur (Eken, 2008). Ni, Fe ve Co'nun oda sıcaklığında doyum magnetizasyonları sırası ile 484.1, 1714 ve 1422 emu/cm³, Curie sıcaklıkları ise 358, 770 ve 1131 °C'dir (Jang, 2007). Doyum magnetizasyonu sıcaklığa bağlıdır fakat tanecik büyüklüğüne bağlı değildir (Eken, 2008). Zorlayıcı alanı, magnetik bir maddenin magnetizasyonunu sıfıra indirmek için gerekli olan ters magnetik alandır. Kalıcı magnetizasyon ise magnetik alanın sıfır olduğu durumda magnetik maddenin sahip olduğu magnetizasyon değeridir. Maddenin kalıcı bir magnetizasyona sahip olması ferromagnetik davranışın varlığının doğrudan bir kanıtıdır (Shiratsuchi, et al., 2007; Pattanaik, et al., 2001).

VSM ile sıfır-alan soğutma (ZFC, Zero-Field Cooled) ve alan-soğutma (FC, Field-Cooled) magnetizasyon eğrileri de uygulanan 100 Oe'lik magnetik alan altında 300 K ile 10 K sıcaklık aralığında ölçülebilir. Blocking sıcaklığının deneysel olarak belirlenebilmesi için, FC ve ZFC'den sonra magnetizasyonun sıcaklığa bağımlılığı sıklıkla kullanılır (Shiratsuchi, et al., 2007). Blocking sıcaklığı, ZFC magnetizasyon eğrisinde magnetik moment değerinin maksimum olduğu yerdeki sıcaklık ile belirlenir. Süper paramagnetik taneciklerin blocking sıcaklıkları oda sıcaklığının altındadır ve bu tanecikler blocking sıcaklığının üstünde süper paramagnetik davranış sergilerler ve zorlayıcı alanları sıfır olup histeris göstermezler. Süper paramagnetik taneciklerin magnetizasyonu doyuma gelmeyen bir davranış sergiler. Ferromagnetik taneciklerin blocking sıcaklıkları oda sıcaklığının üzerindedir. Blocking sıcaklığının altında ise süper paramagnetik tanecikler bir ferromagnetik tanecik gibi davranırlar ve bir zorlayıcı değerine sahip olup histeris gösterirler. Süper paramagnetizm, tanecikler yeterince küçük olduğu zaman meydana gelir ve bu durum yararlı magnetik özelliklerin kaybolmasına neden olur (Hergt, et al., 1998).

4.5 X-ışını Kırınımı

XRD maddelerin yapısal özelliklerinin araştırılmasında kullanılan önemli bir tekniktir. Önceleri, XRD sadece kristal yapının ortaya çıkarılmasında kullanılırken, günümüzde stres ölçümleri, faz ayrımının incelenmesi, tercihli yöneliminin ve tanecik büyüklüğünün belirlenmesi gibi çeşitli diğer özelliklerin de araştırılmasında kullanılmaktadır (Cullity, 1956). XRD deseninden numuneye ait kristal düzlemleri ve düzlemler arası uzaklık Bragg koşulundan yararlanılarak bulunur. Çoklu tabakanın oluşumunu gösteren uydu pikleri de XRD desenlerinden gözlenir.

5. NiFeCu/Cu FİLMLERİNİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

5.1 NiFeCu/Cu Filmlerinin Üretimi

Bu tez çalışmasında yapısal ve magnetik özellikleri incelenen NiFeCu/Cu filmleri Uludağ Üniversitesi Fizik Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Mürsel ALPER tarafından üretilmiştir. NiFeCu/Cu filmlerinin hazırlanmasında kullanılan elektrolitte bulunan maddeler ve konsantrasyonları Çizelge 5.1'de gösterilmiştir. Film içerisine eklenen sakarin ve borik asit filmin alt tabakaya daha iyi yapışması (Sam, et. al, 2007) ve filmlerin parlaklığının artırılması için (Alper, et al., 2004) eklenmektedir.

NiFeCu/Cu filmleri üretimi için öncelikle tüm kimyasallar saf su içerisinde çözülmüştür. Elektrolit sıcaklığı 30 ± 1 C°'dir. Ti alt tabakalarının bir yüzü mekanik olarak parlatılmıştır. Depozisyon EGG 362 Model potantiostat/galvonostat kullanılarak üç elektrotlu bir hücre içerisinde gerçekleştirilmiştir. Platin elektrot karşı elektrot (anot) olarak kullanılmıştır. Polikristal Ti tabaka ise çalışma elektrodu (katot) olarak kullanılmıştır. Referans elektrot doymuş bir kalomel elektrot'tur (SCE, Saturated Calomel Electrode). Tüm çalışmalar, filmler Ti alt tabakadan çıkarıldıktan sonra yapılmıştır.

Çizelge 5.1. NiFeCu/Cu filmlerinin üretimi için kullanılan çözeltinin özellikleri.

Çözelti	Mol kütlesi (g)	Kullanılan miktar	
NiSO ₄ . 7H ₂ O	280.89	1M	280.89g/L
FeSO ₄ . 7H ₂ O	278.03	0.04 M	11.128g/L
CuSO ₄ . 5H ₂ O	249.69	0.01 M	2.5g/L
Sakarin			0.2 g/L
Borik asid	61.84	0.4 M	25g/L

NiFeCu/Cu filmleri Çizelge 5.1'de verilen bileşenleri içeren bir çözeltiden elektrodepozisyon tekniği kullanılarak farklı magnetik olmayan bakır tabaka kalınlıklarına ve sabit magnetik tabaka kalınlığına sahip olacak şekilde üretilmiştir.

Filmlerin tabaka kalınlıkları %100 akım verimliliğinde Faraday yasası kullanılarak hesaplanmıştır. Faraday yasasına göre üretilen tabaka kalınlığı aşağıdaki gibi verilir;

$$d = \frac{M_A It}{A \rho F n} \quad (5.1)$$

burada d tabaka kalınlığı, ρ depozit yoğunluğu, F Faraday sabiti, n metalin değerliği, A alan, M_A depozitin molekül kütlesi, I akım ve t depozisyon süresidir. Burada I/A oranı J akım yoğunluğudur (Kuru, 2009).

NiFeCu/Cu filmlerinin üretimi esnasında tabakaların depozisyon süresi ve % 100 akım verimliliğinde Faraday yasası'ndan yararlanılarak hesaplanan standart tabaka kalınlıkları Çizelge 5.2'de gösterilmiştir. Çizelge 5.2'de standart tabaka kalınlıkları ve toplam tabaka sayıları $N [d_{NiFeCu}/d_{Cu}]$ şeklinde gösterilmiştir. Burada N toplam çift tabaka (bilayer) sayısı d ise tabaka kalınlığıdır.

Çizelge 5.2. NiFeCu/Cu filmleri için tabaka kalınlığı ve toplam film kalınlığı.

I. Grup Filmler	Toplam Film Kalınlığı		
	d_{NiFeCu}/d_{Cu} (nm)	%100 verim	%99 verim
1500 [0.5s / 4s]	1.7/1.5	4.8 μm	4.75 μm
1500 [0.5s / 3s]	1.7/1.1	4.2 μm	4.16 μm
1500 [0.5s / 2s]	1.7/0.7	3.6 μm	3.56 μm
II. Grup Filmler			
1300 [0.8s / 4s]	2.7/1.5	5.46 μm	5.40 μm
1300 [0.8s / 3s]	2.7/1.1	4.94 μm	4.89 μm
1300 [0.8s / 2s]	2.7/0.7	4.42 μm	4.37 μm

NiFeCu/Cu filmleri galvanostatik koşullar altında üretilmiştir. Galvanostatik depozisyonda, magnetik ve magnetik olmayan her iki tabaka depozisyon sırasında sabit bir akım uygulanarak depozit edilmektedir. Magnetik NiFeCu tabaka ile magnetik olmayan Cu tabakasının üretimi esnasında uygulanan akım yoğunlukları sırası ile $J_{NiFeCu} = 10 \text{ mA/cm}^2 = 10^{-2} \text{ A/cm}^2$ ve $J_{Cu} = 1 \text{ mA/cm}^2 = 10^{-3} \text{ A/cm}^2$ şeklindedir. Faraday

yasasında (Denklem 5.1), J akım yoğunluğu yerine I/A (akım/alan) alınmıştır. F, Faraday sabiti olup değeri 96500 C = 96500 As'dir, n ise iyon yüküdür ve n burada NiFe ve Cu için 2 olarak alınmıştır. Denklem 5.1'de verilen Faraday yasasını kullanarak 1500 [0.5s/3s] filmi için tabaka kalınlıkları ve toplam film kalınlığı aşağıdaki gibi hesaplanmıştır;

$M_A(\text{Ni}) = 58.69$ g Ni'in molekül ağırlığı, $M_A(\text{Fe}) = 55.85$ g Fe'in molekül ağırlığı olmak üzere, çözelti içerisinde Ni 1M ve Fe 0.04 M kullanıldığı için ortalama molekül ağırlığı M_A :

$$M_A = (58.69 \times 100 + 55.85 \times 4) / 104 = 58.58 \text{ g olarak bulunur.}$$

$\rho_{\text{Ni}} = 8.9 \text{ g/cm}^3$ Ni'in yoğunluğu, $\rho_{\text{Fe}} = 7.87 \text{ g/cm}^3$ Fe'in yoğunluğu olmak üzere, çözelti içerisinde Ni 1M ve Fe 0.04 M kullanıldığı için ortalama yoğunluk ρ : $(8.9 \times 100 + 7.87 \times 4) / 104 = 8.86 \text{ g/cm}^3$ olarak bulunur.

Bulduğumuz bu değerleri Faraday yasasında yerine yazarsak NiFe ve Cu tabaka kalınlıkları sırası ile;

$$\begin{aligned} d_{\text{NiFe}} &= (58.58 \times 10^{-2} \times 0.5) / (8.86 \times 96500 \times 2) \\ &= 0.2929 / 1709980 = 17 \times 10^{-8} \text{ cm} = 17 \times 10^{-10} \text{ m} = 17 \text{ \AA} = 1.7 \text{ nm} \end{aligned}$$

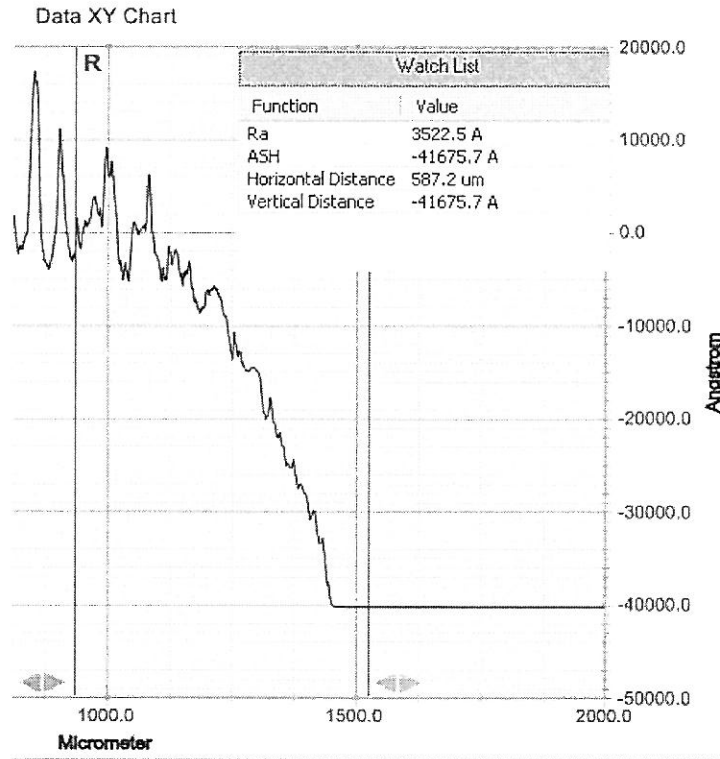
$$\begin{aligned} d_{\text{Cu}} &= (63.55 \times 10^{-3} \times 3) / (8.96 \times 96500 \times 2) \\ &= 0.19065 / 1729280 = 11 \times 10^{-8} \text{ cm} = 11 \times 10^{-10} \text{ m} = 11 \text{ \AA} = 1.1 \text{ nm} \end{aligned}$$

bulunur. Buradan 1500 [0.5s / 3s] filmi 1500 [1.7 nm/1.1 nm] şeklinde yazılabilir. Toplam film kalınlığı ise,

$$1500 \times (11 + 17) = 42000 \text{ \AA} = 42 \times 10^{-7} \text{ m} = 4.2 \times 10^{-6} \text{ m} = 4.2 \text{ \mu m} \text{ olarak bulunur.}$$

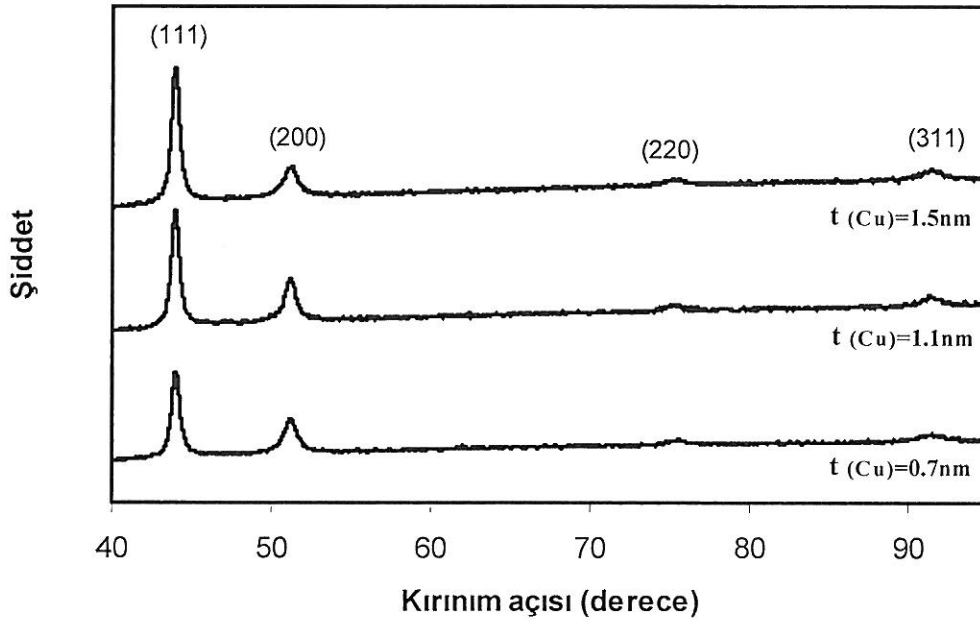
Filmlerin depozisyonu sırasında hidrojen gaz çıkışından dolayı akım verimliliği azalır. Bundan dolayı % 100 akım verimliliğinde Faraday yasası kullanılarak hesaplanan film kalınlıkları depozisyonundan sonra ölçülen film kalınlıklarından daha büyük elde edilir. Bu çalışmada, üretilen NiFeCu/Cu filmlerinin kalınlıkları Veeco Dektak 150 profilometresi ile ölçülmüştür. Şekil 5.1'de gösterildiği gibi % 100 akım verimliliğinde Faraday yasasından 4.2 μm olarak hesaplanan filmin kalınlığı

profilometre ile ortalama 4.16 μm olarak bulunmuştur. Ölçülen ve hesaplanan film kalınlıkları arasındaki fark hidrojen gaz çıkışından dolayı akım verimliliğinin azalmasından kaynaklanmaktadır. Akım verimliliği profilometre ile ölçülen film kalınlığınının, Faraday yasasından hesaplanan film kalınlığına oranının 100 ile çarpımından elde edilmiştir. Yapılan hesap sonucunda akım verimliliği % 99 olarak bulunmuştur. Diğer NiFeCu/Cu filmlerin kalınlıkları %99 akım verimliliğinde hesaplanmıştır ve Çizelge 5.2’de gösterilmiştir. Akım verimliliğinin yüksek olmasını, NiFeCu/Cu filmlerinin üretimi sırasında küçük akım yoğunluklarının kullanılmasından kaynaklandığını düşünmekteyiz. Bununla birlikte, profilometre ile yapılan ölçümlerde NiFeCu/Cu filmlerinin homojen bir film kalınlığına sahip olmadığı da görülmüştür.



Şekil 5.1. Profilometre ile kalınlık ölçümü.

5.2 I. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Yapısal Karakterizasyonu ve Tartışma



Şekil 5.2. I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin XRD deseni.

Bu tez çalışmasında I. grup NiFeCu/Cu filmlerinin yapısal karakterizasyonu, Kütahya Dumlupınar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Seramik Mühendisliği Bölümünde bulunan Rigaku Miniflex Model X-ışını difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir. Filmlerin elementel analizleri ise Osmangazi Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü'nde bulunan EDX için JSM-5600 LV SEM kullanılarak gerçekleştirilmiştir. XRD desenleri, CuK_α ışını ($\lambda=1.54059 \text{ \AA}$) kullanılarak $2\theta = 40^\circ - 95^\circ$ aralığında $\Delta 2\theta = 0.01^\circ$ adımda elde edilmiştir.

Filmlerin XRD desenleri Şekil 5. 2'de gösterilmiştir. Şekil 5. 2'den de görüldüğü gibi filmlerin (111) pikleri diğer piklerden daha şiddetlidir. Bu sonuç filmlerin tercihli yöneliminin [111] yönünde olduğunu gösterir. Yüzey merkezli kübik yapının dört karakteristik kristal düzlemlerinden {111}, {200}, {220} ve {311} yansımalar sırasıyla yaklaşık olarak $2\theta = 44^\circ$, 51° , 75° ve 91° 'de açıkça ortaya çıkmıştır. Bu durum filmlerin FCC kristal yapısına sahip olduğunu göstermiştir. Saf Cu (111) pikinin ve saf Ni (111) pikinin standart 2θ değerleri sırası ile $43,33^\circ$ ve $44,54^\circ$ 'dir. Cu (200) pikinin

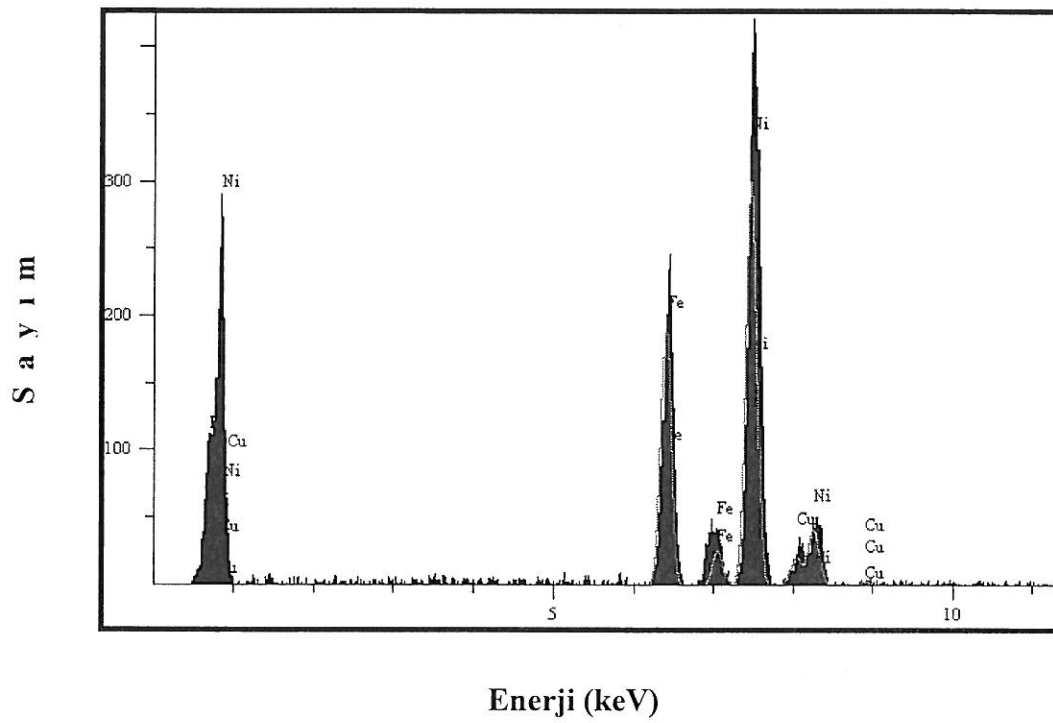
ve Ni (200) pikinin standart 2θ değerleri sırası ile $50,48^\circ$ ve $51,89^\circ$ 'dir. Cu (220) pikinin ve Ni (220) pikinin standart 2θ değerleri sırası ile $74,20^\circ$ ve $76,44^\circ$ 'dir. Cu (311) pikinin ve Ni (311) pikinin standart 2θ değerleri sırası ile $90,03^\circ$ ve $93,04^\circ$ 'dir (Rajasekaran and Mohan, 2009). XRD deseninden elde edilen 2θ değerleri, tüm yansımalar için Ni ve Cu'nun standart değerlerinin arasındadır ve ayrıca pikler tek bir pik olarak ortaya çıkmıştır. Bu piklerin pozisyonu ne Cu ne de Ni'e ait piklerdir, fakat bu piklerin arasındadır. Dolayısı ile burada bir faz ayırımının oluşmadığı ve katı bir çözeltinin oluştuğu söylenebilir. Fe, Ni ve Cu ile karışarak NiFe ve NiCu alaşımlarının oluşmasına neden olabilir. Bakır tabaka kalınlığı arttıkça filmlerin (111) ana pik pozisyonunun daha küçük açılara doğru saptığı gözlenmiştir. Bu durum film içindeki bakır yüzdesinin artmasına atfedilmiştir (Ghosh, 2010a). Bu sonuç filmlerin EDX analizleri ile de uyumludur. NiFeCu/Cu filmlerinin EDX spektrumu Şekil 5.3'de gösterilmiştir. Filmlerin EDX ve XRD analiz sonuçları Çizelge 5. 3'te özetlenmiştir. Çizelge 5. 3'ten de görüldüğü gibi bakır tabaka kalınlığı dolayısı ile bakır depozisyon süresi arttıkça film içindeki bakır yüzdesinin de arttığı tespit edilmiştir. Magnetik olmayan bakır tabaka kalınlığının artması (yada bakır tabakanın depozisyon süresinin artması) ile film içindeki demir yüzdesinin yaklaşık olarak aynı kaldığı, bakır oranının arttığı fakat nikel oranının azaldığı gözlenmiştir.

XRD desenlerinden filmlerin örgü parametreleri Bragg yasası kullanılarak hesaplanmıştır. Bragg koşulu aşağıdaki gibidir;

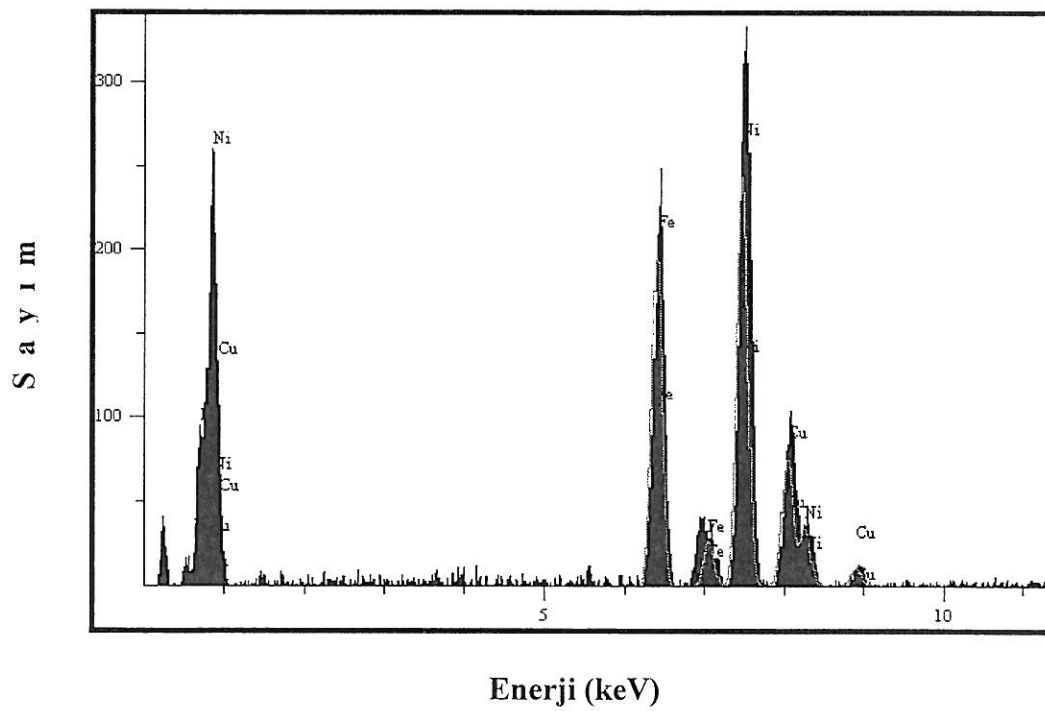
$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (5.2)$$

burada λ gelen ışının dalga boyu, d hkl düzlemleri arasındaki uzaklık, θ kırınım açısı ve n bir tam sayıdır (Leaver and Chapman, 1971). Yapılan hesaplama sonucunda (111) pikinin örgü parametresi, film içindeki bakır yüzdesinin artması ile az da olsa arttığı tespit edilmiştir. Bu beklenen bir durumdur. Çünkü, bulk (hacimli) bakırın örgü parametresi bulk Ni'in örgü parametresinden daha yüksektir. Çizelge 5.3'ten de görüldüğü gibi dikkat edilirse filmlerin örgü parametreleri saf bakır'ın örgü parametresi (3.615 \AA) ile saf nikel'in örgü parametresi (3.524 \AA) arasındadır.

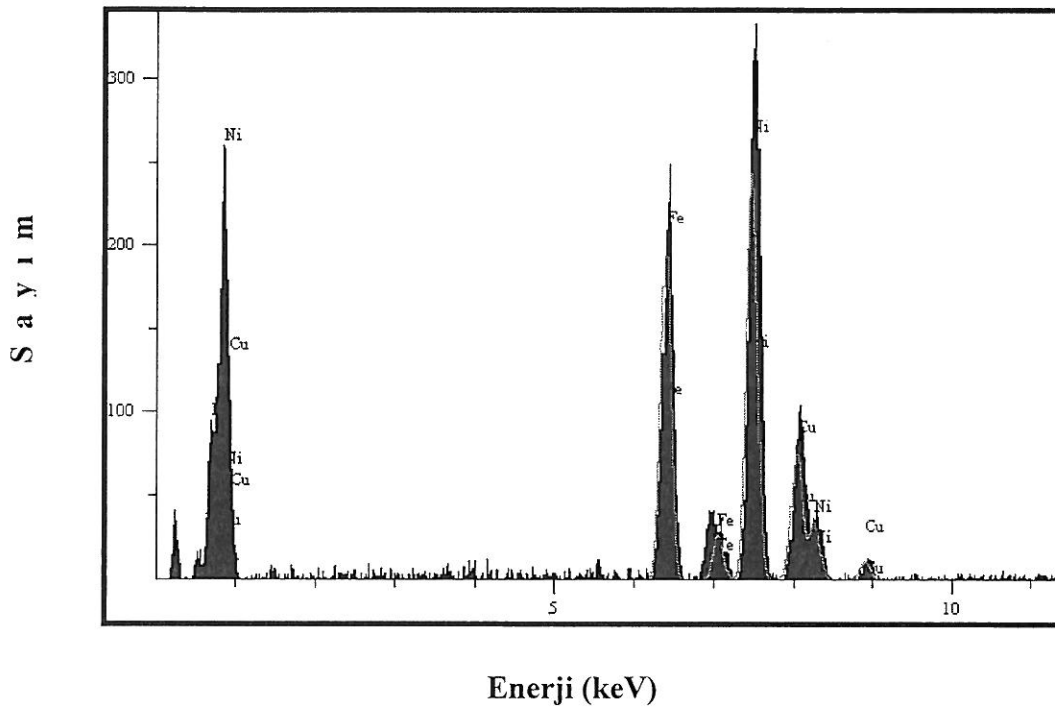
a)



b)



c)



Şekil 5. 3. a) 0.7 b) 1.1 ve c) 1.5 nm bakır tabaka kalınlıklı filmlerin EDX spektrumu.

Bununla beraber, film içindeki bakır yüzdesinin artması ile (111) pik şiddetinde artış gözlenmiştir. Bu durum, film içindeki bakır yüzdesinin artmasının (111) büyüme derecesinde bir artışa neden olduğunu göstermektedir. Ancak, filmlerin kristal yapıları ve tercihli yönelimleri film içerisindeki bakır yüzdesinden etkilenmemiştir.

Çizelge 5.3. XRD ve EDX analizlerinden elde edilen veriler.

Cu tabaka kalınlığı	EDX Sonuçları			Örgü parametresi
	% Fe	% Ni	% Cu	
0.7 nm	24.249	69.502	6.209	0.3563 nm
1.1 nm	25.531	55.506	18.963	0.3566 nm
1.5 nm	24.636	53.650	21.714	0.3567 nm

Filmlerin kalınlığı boyunca ortalama tanecik büyüklükleri Scherrer formülü kullanılarak elde edilmiştir (Wilson, 1962),

$$D = \frac{0.9\lambda}{B\cos\theta} \quad (5.3)$$

burada D ortalama tanecik büyüklüğünü, λ kullanılan X-ışını dalga boyunu, B X-ışını kırınım pikinin yarı yükseklikteki pik genişliğini ve θ kırınım açısını göstermektedir. Faraday sabiti kristalin şekline göre belirlenir ve genellikle 0.9 olarak alınır (Jensen, et al, 2006). 1.5, 1.1, ve 0.7 nm bakır tabaka kalınlıklı filmlerin (111) piki için ortalama tanecik büyüklükleri yaklaşık olarak 30 nm bulunmuştur. Dikkat edilirse bu tanecik büyüklükleri filmlerin standart tabaka kalınlıklarından daha büyüktür.

Filmlerin XRD desenleri herhangi bir çoklu tabaka/süper örgü uydu pikleri göstermemiştir. Uydu piklerinin gözlenmesi daha önceki çalışmalarda çoklu tabaka/süper örgünün oluşumuna atfedilmiştir (Gupta, et al., 2005, 2006; Ghosh, et al., 2007a, 2007b; Dulal and Charles, 2008; Sadeghi and Zolanvari, 2009). Dolayısı ile NiFeCu/Cu filmlerinin tabakalı bir yapı yerine tanecikli bir alaşım yapıya sahip olduğu söylenebilir. Bu sonuç filmlerin AFM ölçümlerinden elde edilen sonuçlar ile uyum içindedir.

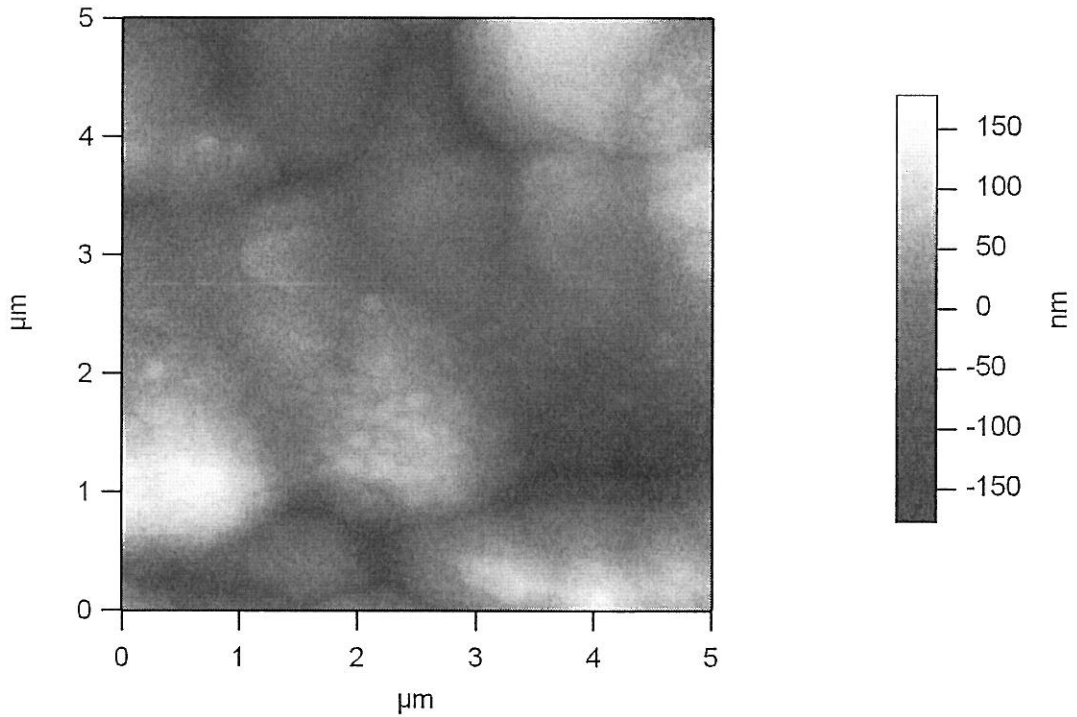
5.3 I. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Yüzey Karakterizasyonu ve Tartışma

Bu tez çalışmasında filmlerin yüzey karakterizasyonu, pürüzlülüğü ve tanecik büyüklükleri Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi'nde (UNAM) bulunan Asylum Research MFP-3D Model AFM kullanılarak tapping moda gerçekleştirilmiştir.

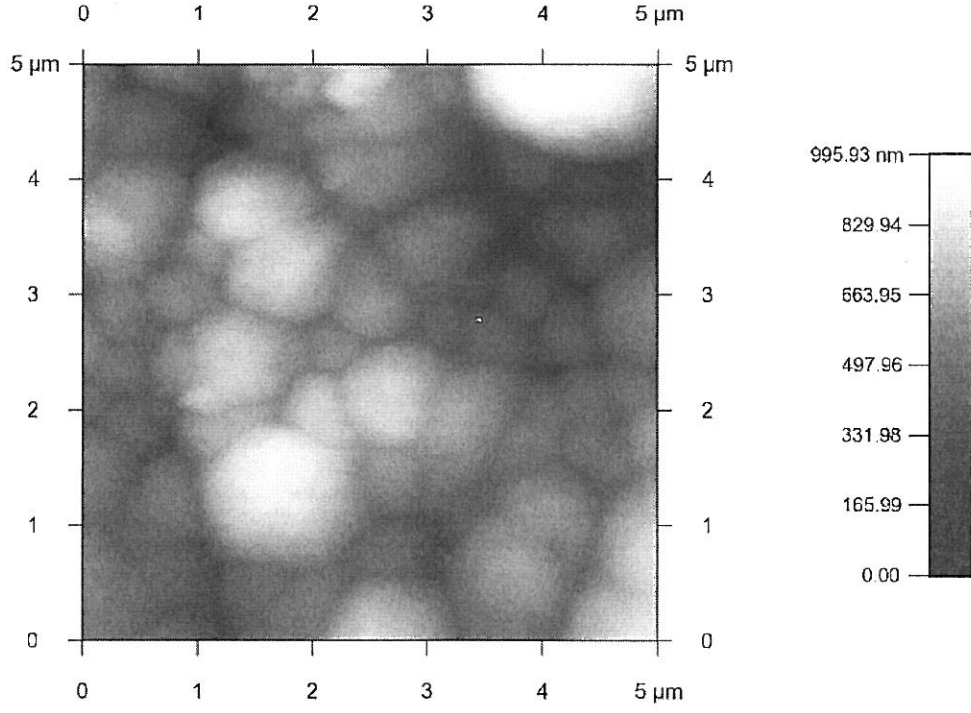
NiFeCu/Cu filmlerinin tapping moda elde edilen iki boyutlu AFM yüzey görüntüleri Şekil 5.4'te gösterilmiştir. Bir örnek olarak, NiFeCu(1.7nm)/Cu(0.7 nm) filminin AFM görüntüsü incelendiğinde film yüzeyinin değişik büyüklüklere sahip yumru şeklinde büyük taneciklerden oluştuğu gözlenmiştir. Bununla beraber film yüzeyindeki büyük tanecikler üzerinde daha küçük olan tanecikler de gözlenmiştir. Büyük taneciklerin büyüklüğü 1.8 μm civarında iken, büyük tanecikler üzerindeki daha küçük olan taneciklerin büyüklüğü ise 100 nm civarındadır. Filmlerin RMS (root-mean square) yüzey pürüzlülüklerinin, filmlerin standart tabaka kalınlıklarından önemli

derecede büyük olduğu tespit edilmiştir. Filmlerin yüzey pürüzlülükleri 0.7 nm bakır tabaka kalınlıklı film için 137 nm, 1.1 nm için 198 nm ve 1.5 nm için 55 nm olarak bulunmuştur. Sonuç olarak, NiFeCu/Cu filmlerinin tabakalı bir yapı yerine tanecikli alaşım yapıda olduğu söylenebilir. Bu sonuç XRD'den elde edilen sonuçlar ile uyum içindedir. Şekil 5.4'ten de görüldüğü gibi filmler tanecikli bir büyümeye sahiptir. Filmlerin yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip olması tanecikli büyümeden dolayı olabilir (Singh 2009, Ghosh 2010a).

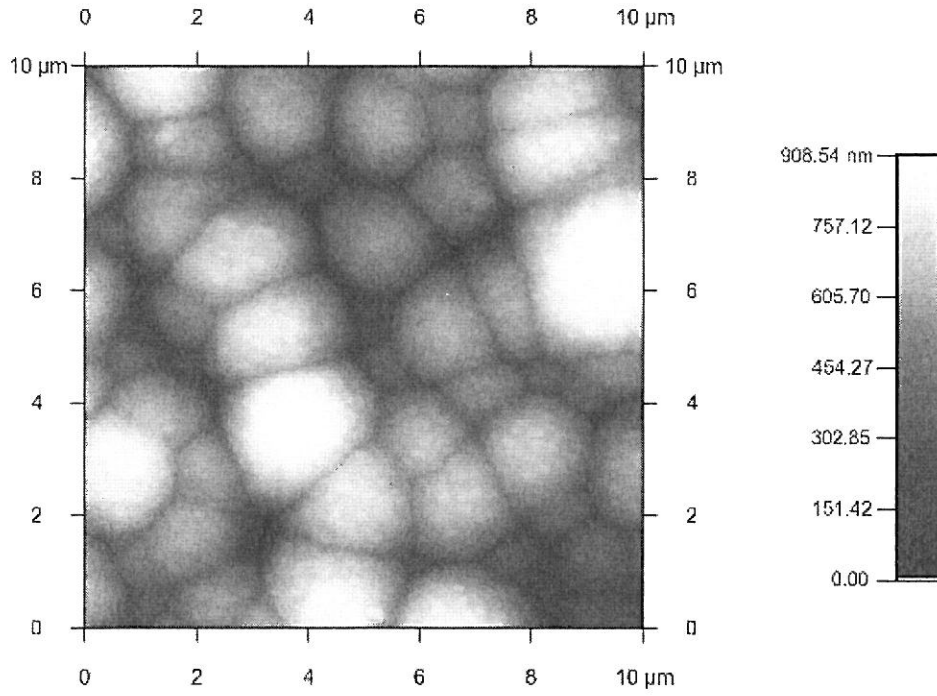
a)



b)

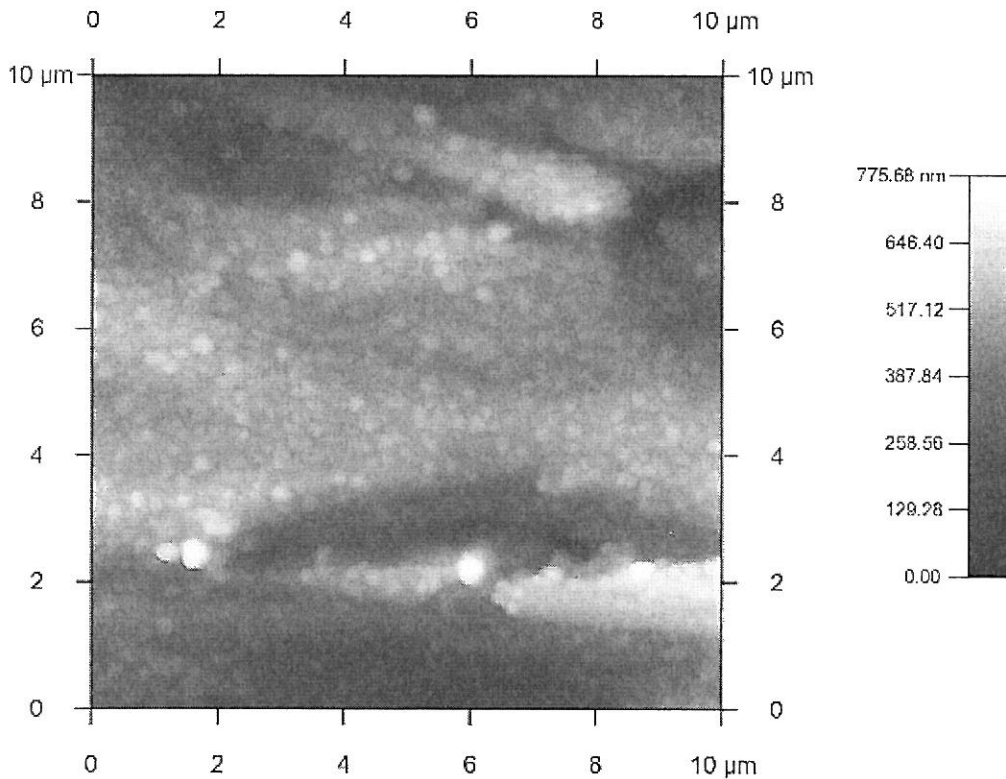


c)



Şekil 5. 4. I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin AFM görüntüleri a) 1.5 nm b) 1.1 nm c) 0.7 nm Cu tabaka kalınlığı için.

Şekil 5.4 b, 1.1 nm bakır tabaka kalınlığına sahip NiFeCu/Cu filminin elektrolit tarafındaki yüzeyini gösterirken Şekil 5.5 alt tabaka tarafındaki yüzey görüntüsüdür. Alt tabaka tarafındaki yüzeyde tanecik boyutları yaklaşık olarak 100-500 nm arasında iken, elektrolit tarafındaki yüzeyde tanecik boyutları yaklaşık olarak 250-1500 nm arasındadır. Bu durum, çekirdeklenmenin oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca elektrolit tarafındaki ortalama yüzey pürüzlülüğü (198 nm) alt tabaka tarafındaki ortalama yüzey pürüzlülüğünden (56 nm) daha büyüktür. Bu sonuç, AFM sonuçlarından gözlenen çekirdeklenme ve tanecikli büyümenin filmlerin yüzey pürüzlülüğünün artmasına neden olduğunu göstermektedir. Tanecikli büyüme, elektrodepozisyon tekniğinin büyüme mekanizmasına ve çekirdeklenmeye atfedilmiştir (Singh, et al., 2009).



Şekil 5.5. I. Grup 1.1 nm Cu tabaka kalınlığına sahip NiFeCu/Cu filminin alt tabaka tarafındaki yüzey görüntüsü.

5.4 I. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Magnetik Karakterizasyonu ve Tartışma

Bu tez çalışmasında filmlerin magnetik özellikleri Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde bulunan ADE EV9 Model VSM ile araştırılmıştır. Filmlerin magnetik davranışının araştırılması için, VSM ile oda sıcaklığında film yüzeyine paralel 10 kOe'e kadar değişen bir magnetik alan uygulanarak magnetik histeresiz eğrileri elde edilmiştir. Filmlerin magnetik histeresiz eğrileri Şekil 5.6'da gösterilmiştir. Şekil 5.6'daki histeresiz eğrilerinden de görüldüğü gibi, küçük magnetik alanlarda magnetizasyonda çok hızlı bir sıçrama, devamında ise çok yavaş bir şekilde doyuma yaklaşma söz konusudur. Filmlerin kalıcı magnetizasyonları ve zorlayıcı alanları sıfırdan farklı değerdedir. Sıfırdan farklı kalıcı magnetizasyon ve zorlayıcı alan ferromagnetik davranışın doğrudan kanıtıdır (Shiratsuchi, et al., 2007; Pattanaik, et al., 2001). Filmler çok küçük zorlayıcı alanına sahip olduğu için histeresiz davranışı gözlenememektedir. Bu yüzden, histeresiz davranışını görebilmek için Şekil 5.7'de gösterildiği gibi histeresiz eğrileri daha küçük alanda çizilmiştir. Zorlanım alanı yumuşak ve sert maddeleri ayırt etmek için kullanılan bir parametredir. Zorlanım alanı 4π Oe'nin altında olan maddeler yumuşak magnetik madde olarak adlandırılır (Jiles, 2003). Şekil 5.7'den de görüldüğü gibi filmlerin histeresiz eğrileri magnetik açıdan bakıldığında filmlerin yumuşak magnetik özellik sergilediğini göstermiştir. Düşük histeresiz eğrileri aynı zamanda filmlerin büyük ferromagnetik taneciklere sahip olduğunu da göstermektedir. VSM ölçüm sonuçları Çizelge 5. 4'te özetlenmiştir.

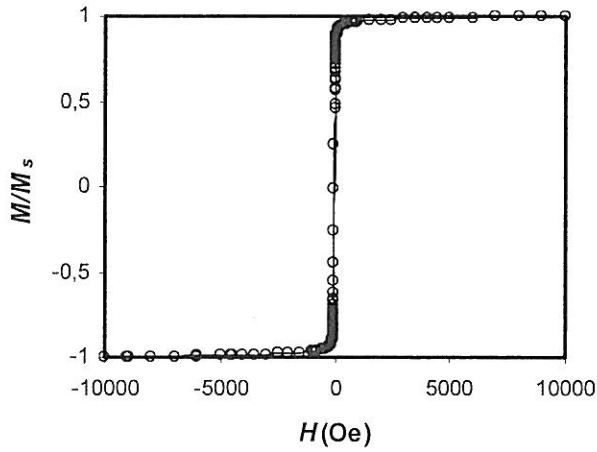
Çizelge 5.4. I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin VSM ölçüm sonuçları.

$t_{\text{NiFeCu}}/t_{\text{Cu}}$ (nm)	M_r (Emu/cm ³)	M_r/M_s	H_c (Oe)	H_s (Oe)
1.7/0.7	279	0.41	3.66	400
1.7/1.1	215	0.25	2.61	463
1.7/1.5	97	0.15	2.07	729

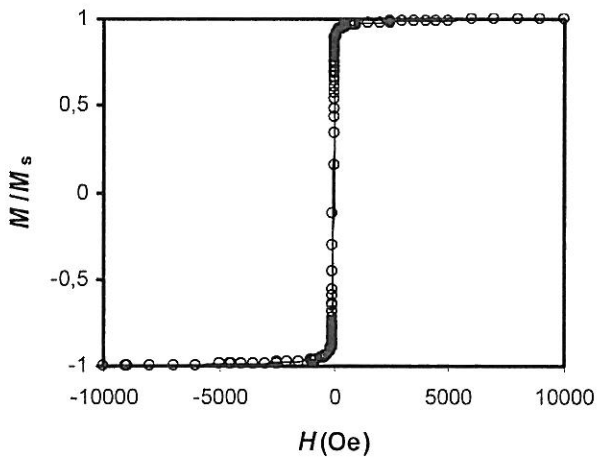
Filmlerin sahip olduğu zorlayıcı alanı, doyum alanı ve kalıcı magnetizasyonunun doyum magnetizasyonuna oranı film içindeki bakır yüzdesinin bir fonksiyonu olarak

Şekil 5.8'de gösterilmiştir. Filmlerin zorlayıcı alanının ve kalıcı magnetizasyonunun doyum magnetizasyonuna oranının film içindeki bakır yüzdesinin artması ile azaldığı tespit edilmiştir. Zorlayıcı alanın ve kalıcı magnetizasyonunun doyum magnetizasyonuna oranının artması, ferromagnetik katkının artmasına atfedilmiştir (Ghosh, et al., 2006). Bu durum film içerisinde bakır yüzdesinin artması ile ferromagnetik madde miktarının azalması sonucu ferromagnetik katkının azaldığını göstermektedir. Bu sonuç film içerisindeki bakır oranının artması ile filmleri magnetize etmenin de zorlaştığını göstermektedir. Şekil 5.8 c'den de görüldüğü gibi film içindeki bakır yüzdesinin artması ile doyum alanının da arttığı tespit edilmiştir. Bu durum ferromagnetik katkının artması ile doyum alanı H_s 'nin azaldığını göstermektedir. Bununla beraber, zorlanım alanının bakır yüzdesinin artması ile azalması heterojenliğin arttığını da göstermektedir (Ghosh, et al., 2010b).

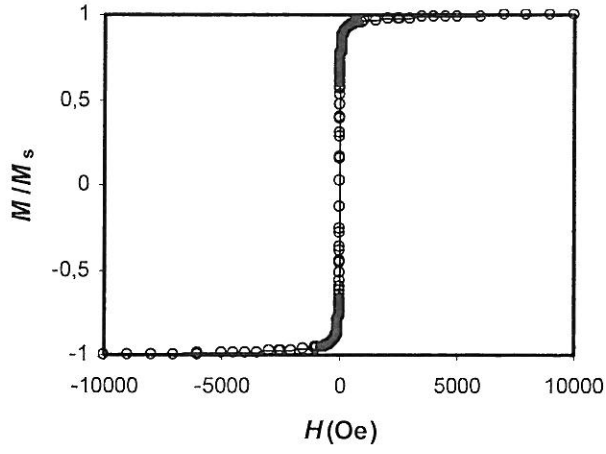
a)



b)

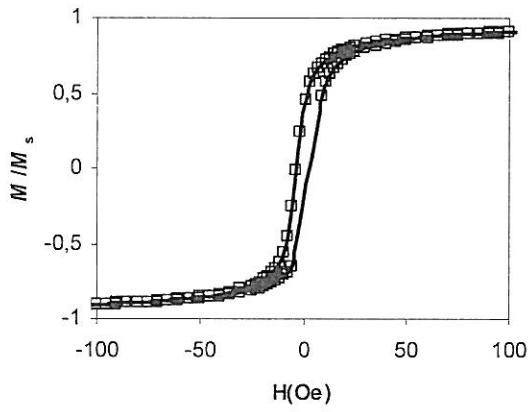


c)

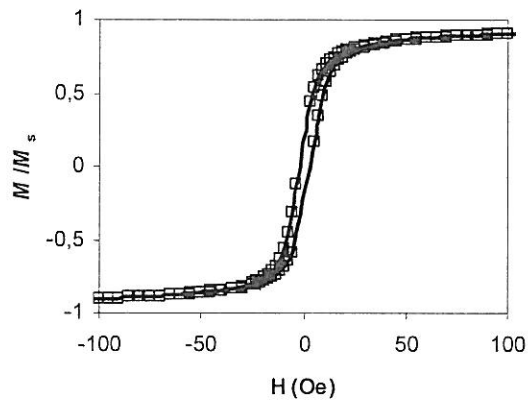


Şekil 5.6. I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin farklı bakır tabaka kalınlığı için magnetik histeresis eğrileri a) 0.7 b) 1.1 c) 1.5 nm.

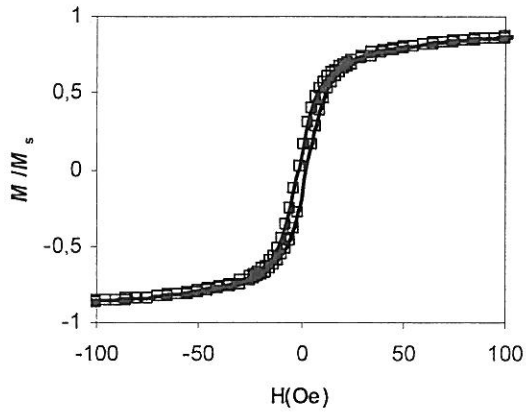
a)



b)

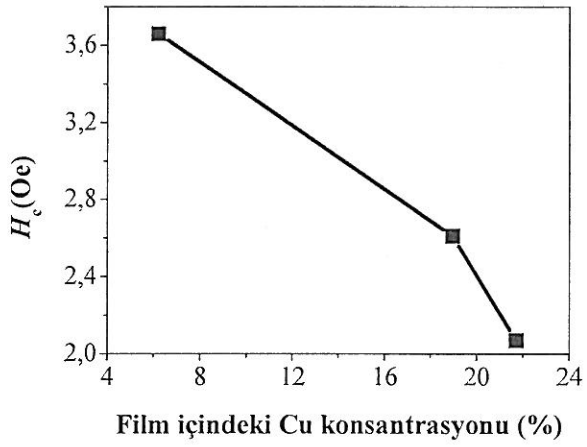


c)

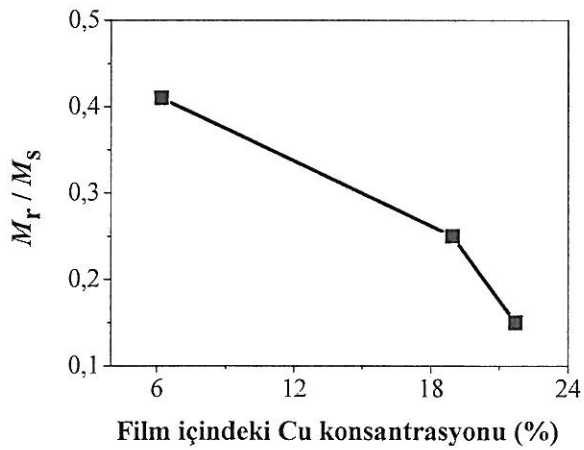


Şekil 5. 7. I. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin düşük magnetik alanlarda farklı bakır tabaka kalınlığı için magnetik histeresis eğrileri a) 0.7 b) 1.1 c) 1.5 nm.

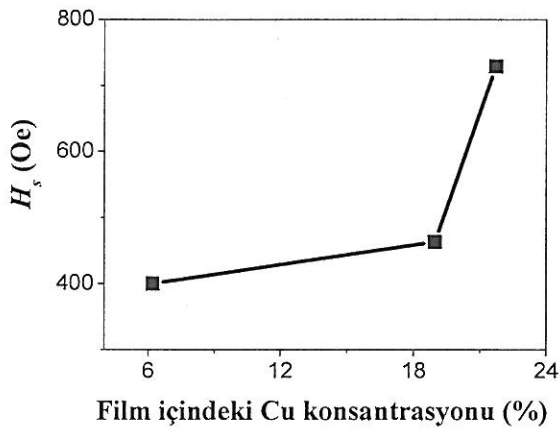
a)



b)



c)



Şekil 5. 8. I. Grup NiFeCu/Cu filmleri için Cu konsantrasyonunun bir fonksiyonu olarak a) zorlayıcı alan b) kalıcılık oranı c) doyum alanı. Noktaları birleştiren çizgiler şeklin daha güzel görünmesi ve anlaşılması için çizilmiştir.

Denklem 5.4 kullanılarak, toplam magnetizasyona ferromagnetik fazın katkısı hesaplanmıştır. Ferromagnetik katkının toplam magnetizasyona olan katkısı aşağıdaki denklem ile verilir (Stearns and Cheng, 1994; Anton and Ruiz 2003, Rout, et al., 2010).

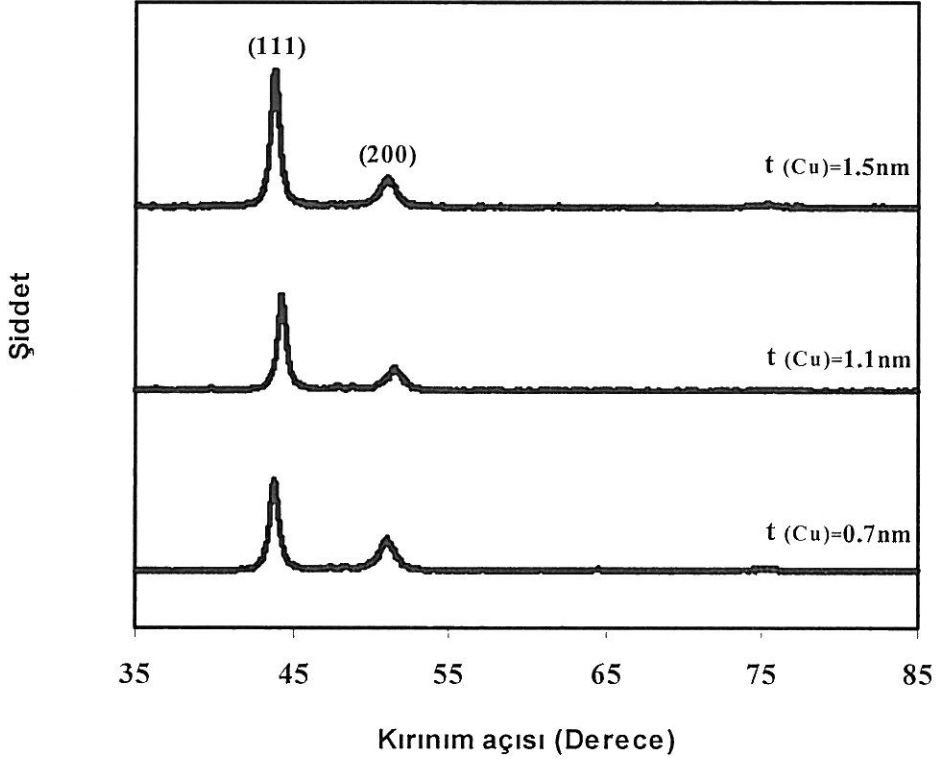
$$M^{FM} = \frac{2M_{FM}^S}{\pi} \arctan \left[\frac{H + H_c}{H_c} \tan \left(\frac{\pi M_R^{FM}}{2M_{FM}^S} \right) \right] \quad (5.4)$$

Bu denklemde, M_{FM}^R ferromagnetik fazın kalıcı magnetizasyonu, M_{FM}^S ferromagnetik fazın doyum magnetizasyonu ve H_c zorlayıcı alanıdır. Denklem 5.4'de ferromagnetik fazın M_{FM}^S değeri olarak her bir film için histeresiz eğrisinin kapandığı alandaki magnetizasyon değeri alınmıştır. Bu durumda, ferromagnetik fazın magnetizasyonunun 10 kOe'teki doyum magnetizasyonuna oranı, sırası ile 0.7, 1.1 ve 1.5 nm bakır tabaka kalınlıkları için 87%, % 81 ve % 74 olarak bulunmuştur. Bu sonuç, toplam magnetizasyona ferromagnetik katkının film içindeki bakır yüzdesinin artması ile azaldığını göstermektedir. Sonuç olarak, deneysel olarak elde edilen sonuçlar ile teorik olarak elde edilen sonuçlar iyi bir uyum içerisindedir.

I. Grup NiFeCu/Cu filmleri ile ilgili yapılan bu çalışmalardan derlenerek hazırlanan "Surface Morphology, Structural and Magnetic Properties of

Electrodeposited NiFeCu/Cu Films'' başlıklı makale SCI kapsamına giren Journal of Superconductivity and Novel Magnetism dergisinde yayına kabul edilmiştir.

5.5 II. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Yapısal Karakterizasyonu ve Tartışma



Şekil 5.9. II. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin XRD deseni.

Bu tez çalışmasında II. grup NiFeCu/Cu filmlerinin yapısal karakterizasyonu, Anadolu Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümünde bulunan Rigaku Rint 2200 Model X-ışını difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir. XRD desenleri, $\text{CuK}\alpha$ ışını ($\lambda = 1.54059 \text{ \AA}$) kullanılarak $2\theta = 35^\circ - 85^\circ$ aralığında $\Delta 2\theta = 0.02^\circ$ adımda elde edilmiştir.

II. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin XRD deseni şekil 5.9'da gösterilmiştir. Filmlerin hepsi yüzey merkezli kübik yapıya sahiptir. (111) piki diğer piklerden daha şiddetli olduğu için filmlerin tercihli yönelimi [111] yönündedir.

Filmlerin örgü parametresi Bragg yasası kullanılarak hesaplanmıştır. Üç filmde de örgü parametreleri saf bakırın örgü parametresi (3.615 Å) ile saf nikelin örgü parametresi (3.524 Å) arasındadır ve ayrıca pikler tek bir pik olarak ortaya çıkmıştır. Bu durum bize faz ayrımının oluşmadığını ve katı bir çözeltinin oluştuğunu göstermektedir.

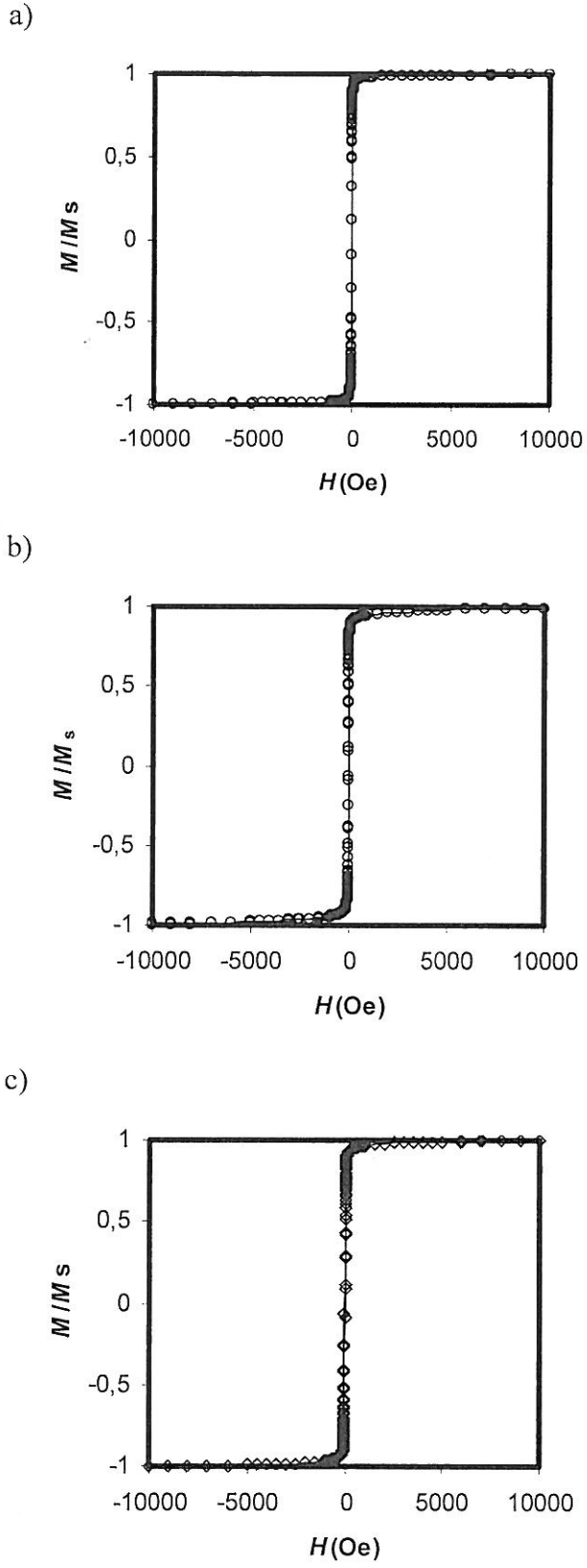
Filmlerin XRD desenlerinden uydu pikleri gözlenememiştir. Uydu piklerinin gözlenmesi daha önceki çalışmalarda çoklu tabakanın oluşumuna atfedilmiştir (Gupta, et al., 2005, 2006; Ghosh, et al., 2007a, 2007b; Dulal and Charles, 2008; Sadeghi and Zolanvari, 2009). Dolayısı ile NiFeCu/Cu filmlerinin tabakalı bir yapı yerine tanecikli bir alaşım yapıya sahip olduğu söylenebilir. Bu sonuç filmlerin AFM ölçümlerinden elde edilen sonuçlar ile uyum içindedir.

5.6 II. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Magnetik Özellikleri ve Tartışma

Filmlerin magnetik histeresiz eğrileri Şekil 5.10 ve 5.11’de gösterilmiştir. Filmlerin zorlayıcı alanları 0.7, 1.1 ve 1.5 nm bakır tabaka kalınlıkları için sırası ile 0.96, 1.12 ve 1.09 olarak bulunmuştur. Filmlerin zorlayıcı alanları çok küçük olup filmlerin yumuşak magnetik özellik sergilediğini göstermektedir. Diğer yandan, filmlerin kalıcı magnetizasyonunun doyum magnetizasyonuna oranı tüm filmler için 0.1 olarak bulunmuştur. Filmlerin histeresiz eğrisine sahip olması büyük ferromagnetik taneciklere sahip olduğunu göstermektedir. II. grup NiFeCu/Cu filmlerinin VSM ölçüm sonuçları Çizelge 5.5’te özetlenmiştir.

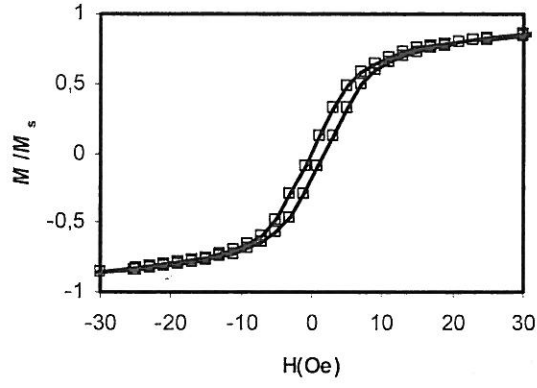
Çizelge 5.5. II. grup NiFeCu/Cu filmlerinin VSM ölçüm sonuçları.

$t_{\text{NiFeCu}}/t_{\text{Cu}}$ (nm)	M_r (Emu/cm ³)	M_r/M_s	H_c (Oe)
2.7/0.7	97	0.1	0.96
2.7/1.1	75	0.1	1.12
2.7/1.5	86	0.1	1.09

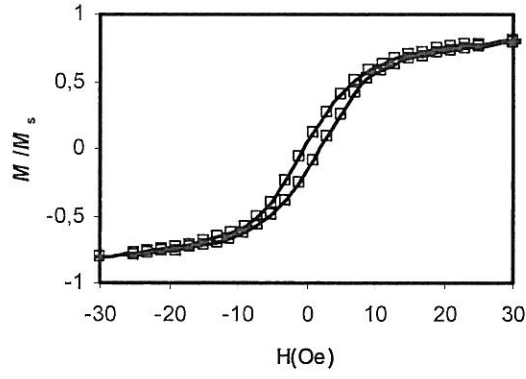


Şekil 5.10. II. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin a) 0.7 b) 1.1 c) 1.5 bakır tabaka kalınlığı için magnetik histeresis eğrileri.

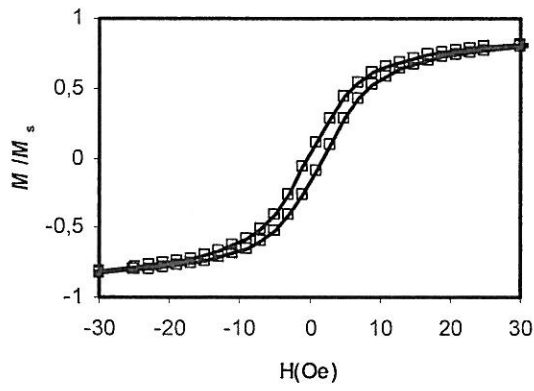
a)



b)



c)



Şekil 5. 11. II.Grup NiFeCu/Cu filmlerinin düşük magnetik alanlarda farklı bakır tabaka kalınlığı için magnetik histeresis eğrileri a) 0.7 b) 1.1 c) 1.5 nm.

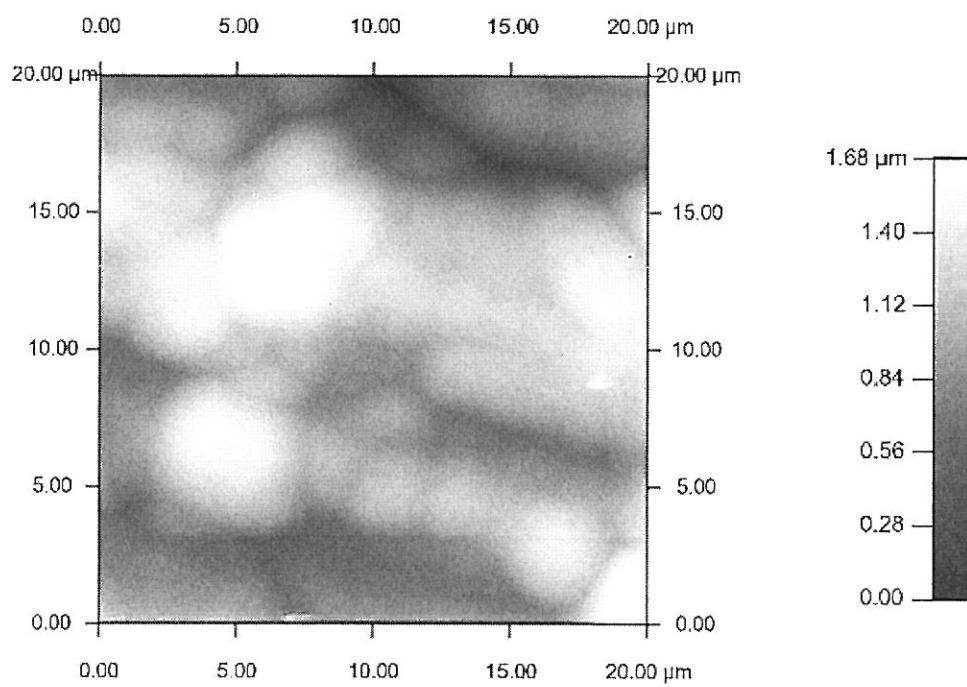
5.7 II. Grup NiFeCu/Cu Filmlerinin Yüzey Karakterizasyonu ve Tartışma

NiFeCu/Cu filmlerin AFM görüntüleri Şekil 5.12 ve 5.13'te gösterilmiştir. Filmlerin yüzeyinde birçok yumru şeklinde büyük tanecikler gözlenmiştir. Yanı sıra, bu büyük tanecikler üzerinde daha küçük boyutlarda çok sayıda küçük tanecik tespit edilmiştir. Örnek olarak 1.5 nm bakır kalınlığına sahip NiFeCu/Cu filmi için, daha küçük olan bu taneciklerin boyutlarının AFM yüzey görüntüsünden yaklaşık 40 ile 250 nm arasında olduğu bulunmuştur.

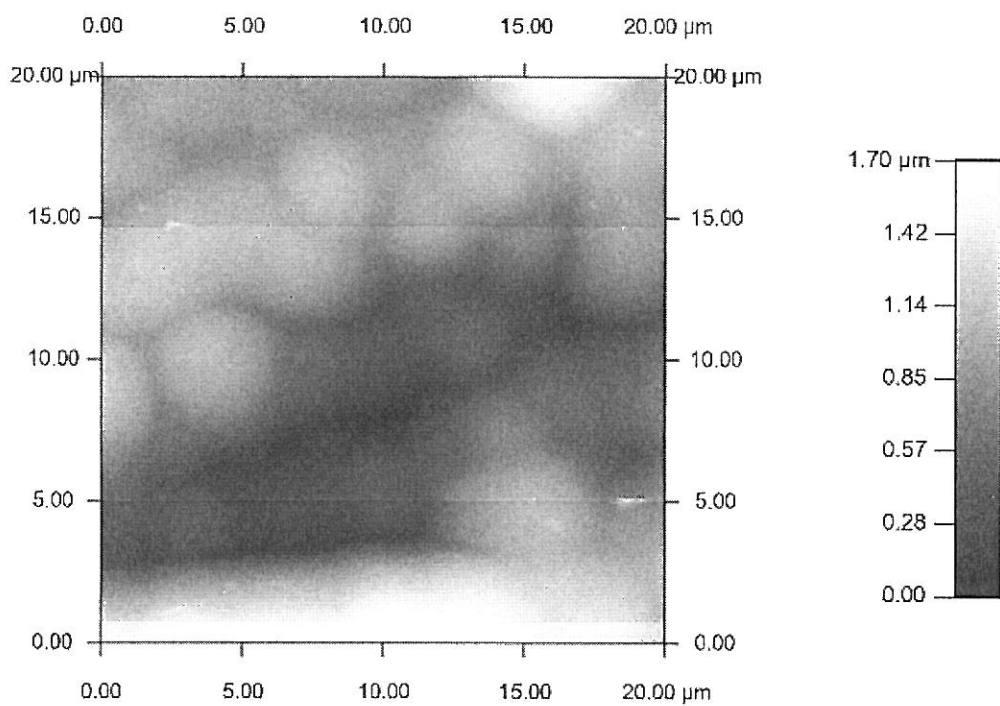
Film kalınlığı boyunca ortalama tanecik büyüklükleri Scherrer formülünden hesaplanmıştır. Filmlerin (111) piki için ortalama tanecik büyüklükleri 0.7, 1.1 ve 1.5 nm bakır tabaka kalınlığına sahip filmlerin (111) piki için sırası ile yaklaşık olarak 28, 32 ve 30 nm, (200) piki için sırası ile yaklaşık olarak 22, 24 ve 23 nm bulunmuştur. Bütün filmlerde elde edilen tanecik boyutları filmlerin standart tabaka kalınlıklarından daha büyüktür. Film kalınlığı boyunca filmlerin standart tabaka kalınlıklarından daha büyük taneciklerin var olması film içinde pürüzlü yada eşit kalınlıkta olmayan tabakaların varlığına atfedilmiştir (Ghosh, et al., 2010a). Bununla beraber, XRD'den elde edilen ortalama tanecik boyutları AFM görüntülerinden elde edilen tanecik boyutları ile karşılaştırıldığında çok daha küçük olarak bulunmuştur. AFM yüzey görüntüsünden elde edilen tanecik boyutları yanal olup yüzey düzleminde fakat XRD ile elde edilen tanecik boyutları film kalınlığı boyuncadır yani dikey doğrultudaki tanecik boyutlarıdır (Tripathi and Srivastava, 2008, Ghosh, et al., 2010a).

Filmlerin RMS yüzey pürüzlülüğü I. grup filmlerde de gözlemlediğimiz gibi filmlerin standart tabaka kalınlıklarından daha büyüktür. Buradan, filmlerin çoklu tabaka yapı yerine tanecikli alaşım yapıda olduğu sonucuna varılmıştır. Bu sonuçlar, XRD'den elde edilen sonuçlar ile uyum içindedir. Tabakalı bir yapının yerine tanecikli bir yapının oluşması magnetik tabakanın deposiyonu sırasında kullanılan akım yoğunluğunun çok düşük değerinde (10 mA/cm^2) olmasından kaynaklanabilir. Çünkü, magnetik tabakalar düşük akım yoğunluğunda deposit edildiğinde çoklu tabaka yapısının kaybolduğu ve tanecikli bir yapının oluştuğu TEM ve WAXS (Wide-angle X-ray scattering, geniş-açılı X-ışını kırınımı) ölçümleri ile gösterilmiştir. Magnetik tabakası yüksek akım yoğunluğunda (84 mA/cm^2) deposit edilen numune tabakalı

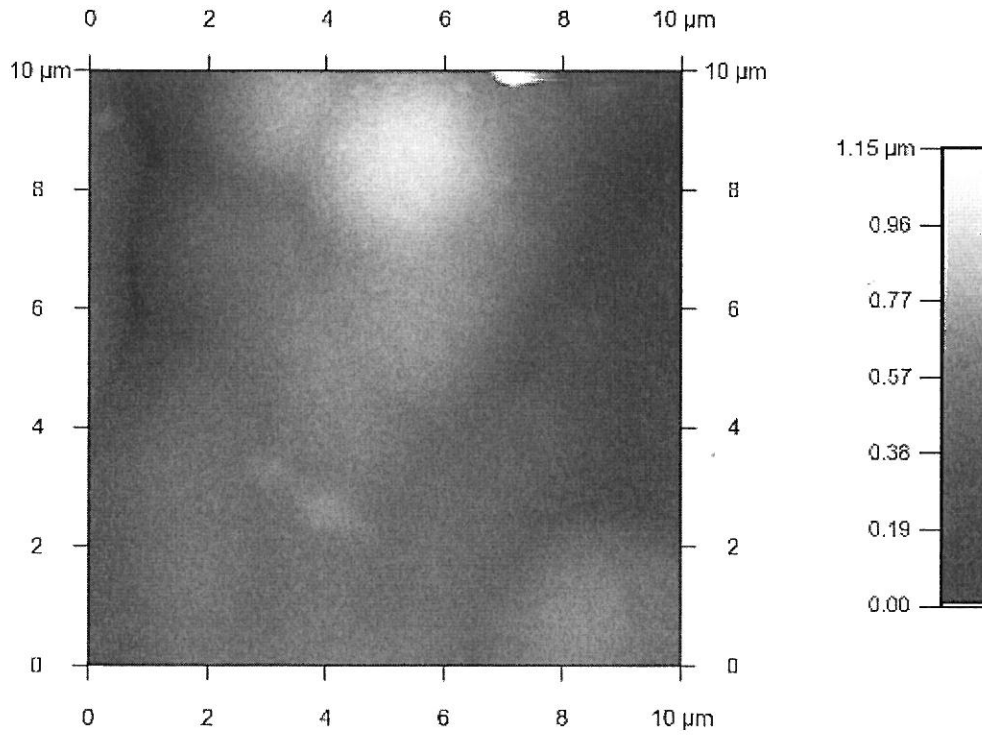
a)



b)



c)

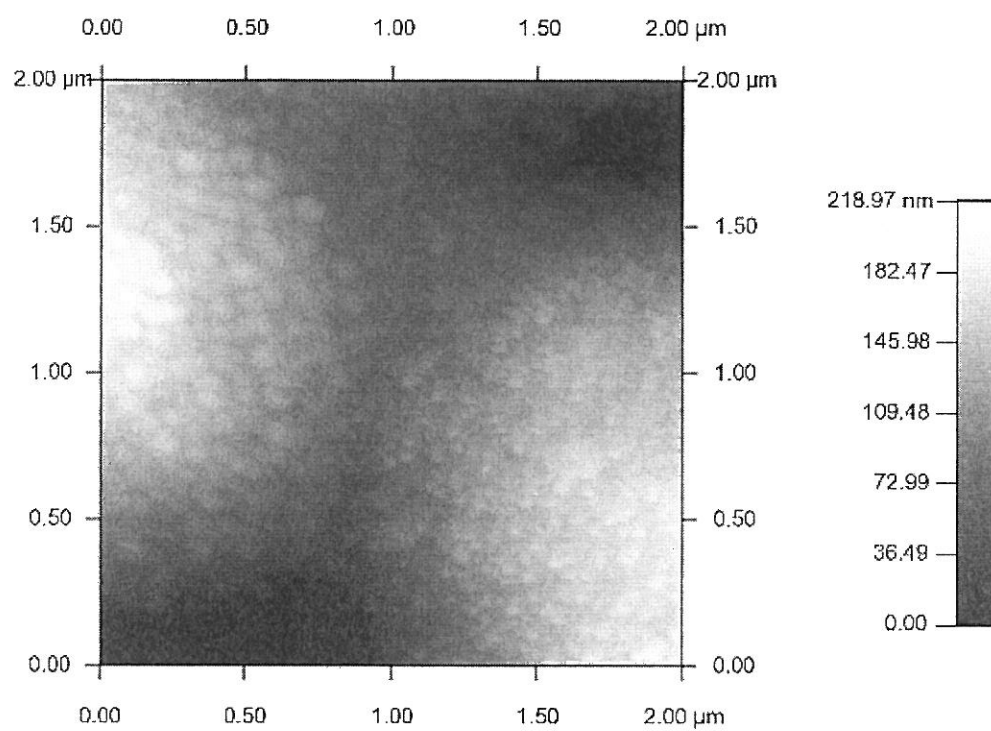


Şekil 5.12. II. Grup NiFeCu/Cu filmlerinin AFM görüntüleri a) 1.5 nm b)1.1 nm c) 0.7 nm Cu tabaka kalınlığı için.

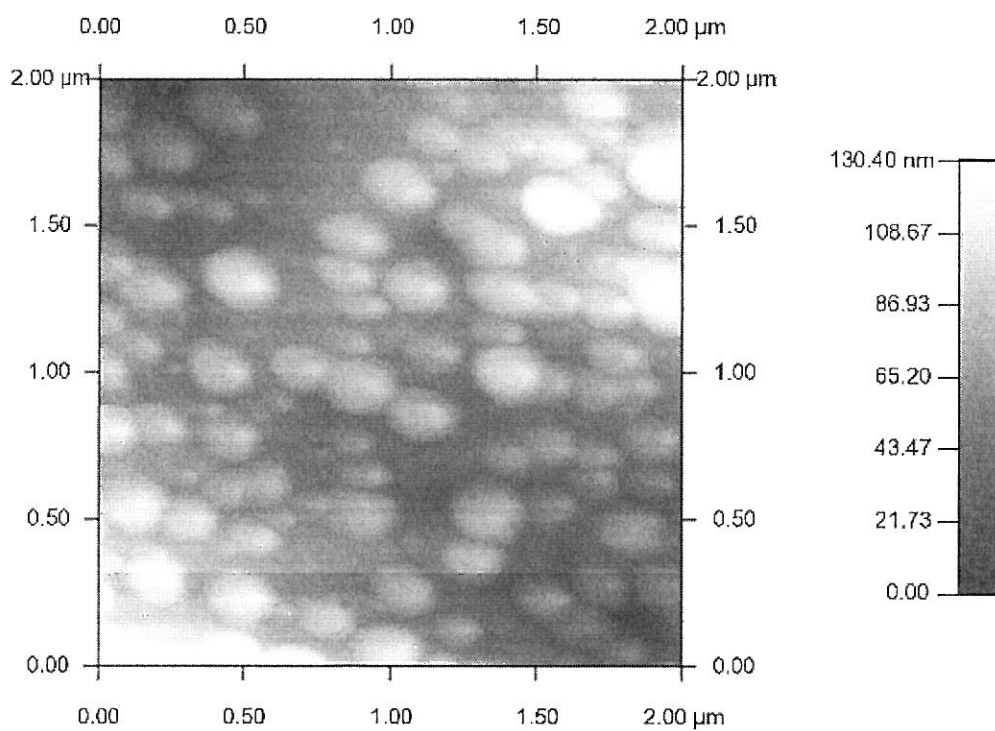
yapıda iken, orta akım yoğunluğunda (20.7 mA/cm^2) deposit edilen numune columnar (sütunlu) bir yapıda, düşük akım yoğunluğunda (9.6 mA/cm^2) deposit edilen numune tanecikli bir alaşım yapıdadır (Rafaja, et al., 2011).

Elektrodepozisyon sistemi ile üretilmiş olan çoklu tabakalarda magnetik davranışın değiş tokuş reaksiyonundan (exchange reaction) yüksek derecede etkilendiği gösterilmiştir (Liu, et al., 2004). Elektrodepozisyon tekniği ile üretilmiş magnetik çoklu tabakalarda değiş tokuş reaksiyonu, daha soy magnetik olmayan tabakanın galvanostatik deposisyonu sırasında kaçınılmaz bir şekilde meydana gelir (Garcia-Torres, et al., 2009b). Geri çözünme olayı ise daha soy magnetik olmayan tabakanın potantiostatik deposisyonu sırasında meydana gelir (Bakonyi and Péter, 2010).

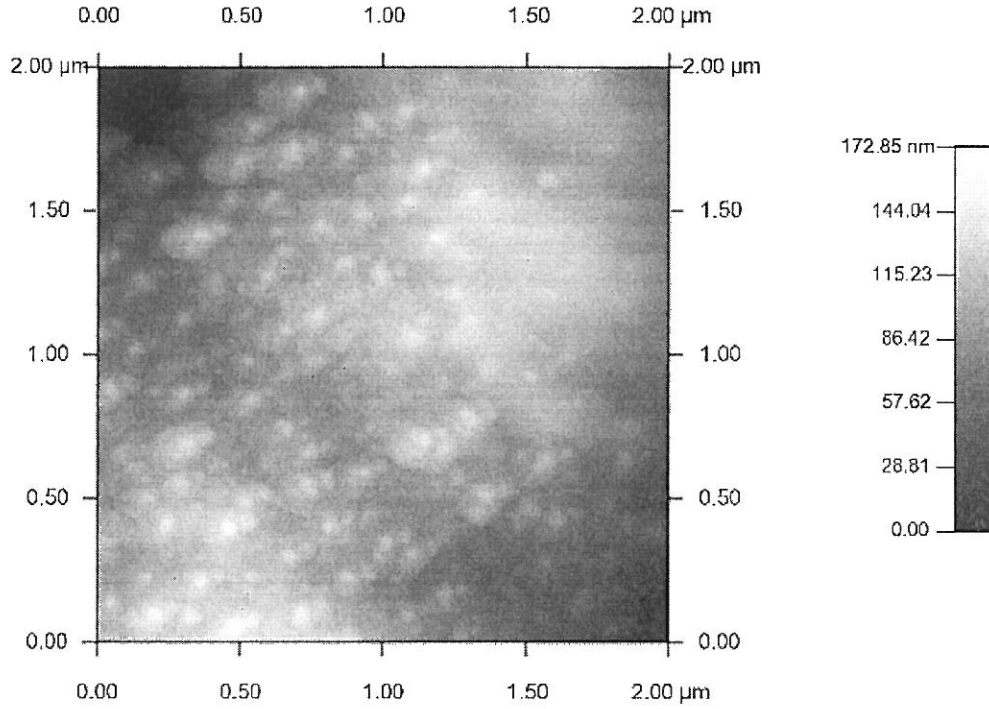
a)



b)



c)



Şekil 5.13. II. Grup NiFeCu/Cu fimlerinin AFM görüntüleri a) 1.5 nm b) 1.1 nm c) 0.7 nm Cu tabaka kalınlığı için.

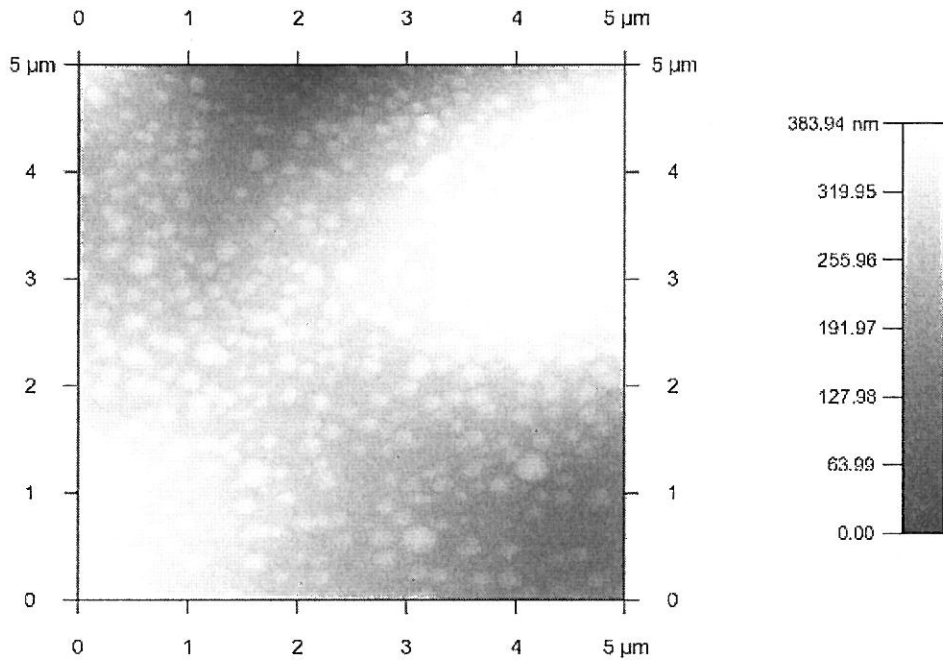
Elektrodepozisyon tekniği ile üretilmiş filmlerde metal deęiş tokuşunun öneminin araştırılmasında son zamanlarda bazı gelişmeler mevcuttur (Liu, et al., 2004). Daha az soy ferromagnetik (Ni, Fe ve Co) tabaka ve daha soy metalik Cu tabakası depozit edildiğinde, elektro kimyasal potansiyelleri arasındaki önemli derecedeki farktan dolayı, Cu depozisyon pulsu sırasında Co'un geri çözünmesi meydana gelir (Roy, et al., 1994; Roy and Landolt, 1995; Roy, 1998; Alper, et al., 1997; Meuleman, et al., 2002). Burada Cu depozisyonundaki bir artış Co veya Ni kaybını telafi eder. Metal deęiş tokuşunun sonuçları arasında, Faraday yasasından türetilen standart kalınlıklardan, magnetik tabakanın gerçek kalınlığının daha düşük, magnetik olmayan Cu tabakasının gerçek kalınlığının daha yüksek olacağı yer almaktadır. Bu deęişimler, Co-Cu/Cu çoklu tabaka depozitlerinin doğrudan kimyasal analizleri ile açıkça gösterilmiştir (Weihnacht, et al., 2003) ve benzer deęişimler NiCu/Cu çoklu tabakalarında da bulunmuştur (Meuleman, et al., 2002). Diğer olay ise magnetik ve magnetik olmayan tabakalar arasında arayüzey arakarışımına neden olmasıdır. Magnetik olmayan tabakanın galvanostatik depozisyonu

sırasında meydana gelen deęiş tokuř reaksiyonundan dolayı magnetik tabakadaki kayıp tabaka dalgalanması ve tabakaların arakarışımı ile sonuçlanır (Bakonyi and Péter, 2010).

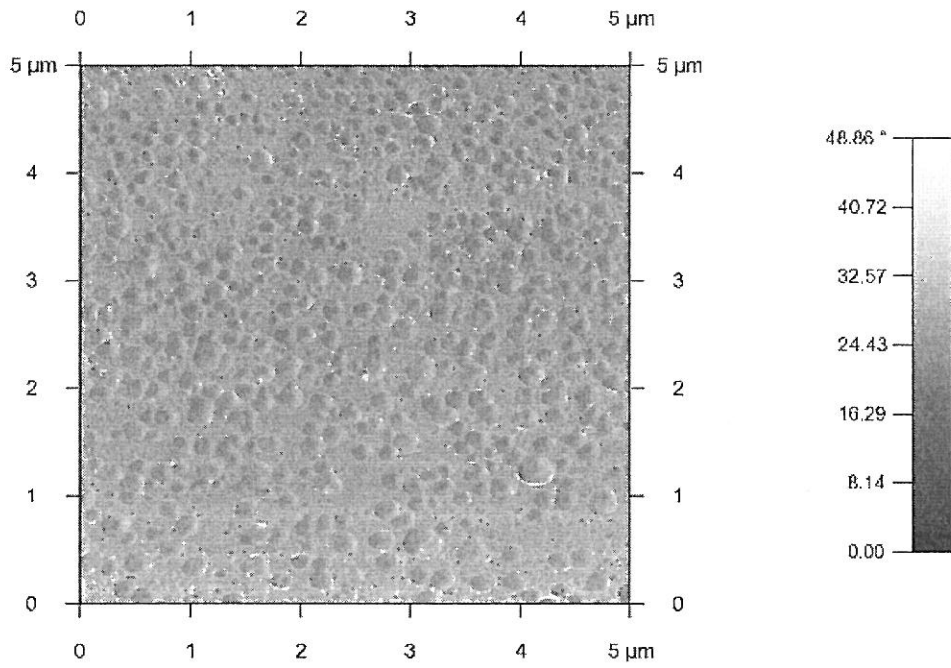
AFM ile yüzey görüntülemenin yanı sıra, tapping modda AFM ile filmlerin yüzeyinin faz görüntüleri de elde edilmiştir. Tapping mod AFM numunenin yüzey görüntüsünün yanı sıra faz görüntüsünün de elde edilmesini sağlar. Faz kontrast numunenin farklı bölgeleri ile tip arasındaki farklı etkileşimlerden dolayı heterojen olan yüzeyler üzerinde farklı bileşenleri ayırt etmek için kullanılır (Jiang, et al., 2002; Bhushan and Qi, 2003). Yüzey görüntüleri çoğunlukla sabit genlikte tapping mod AFM ile elde edilir. Daha fazla bilgi için tapping modda AFM faz görüntüleme yapılması daha uygundur (Pang, et al., 2002). Faz-kontrast görüntüleme pürüzlü yüzeyler hakkında topografik görüntüleme ile kolayca belirlenemeyen daha detaylı bilgi elde edilmesini sağlar (Pang, et al., 2000). Tapping modda AFM faz görüntüleme tapping modda AFM yükseklik modundan daha iyi çözünürlük ve kontrast verir. Yükseklik modunda grain sınırları daha az ayırt edilebilir. Yükseklik modunda, faz görüntüleme modu ile karşılaştırıldığında her bir taneciğin yükseklikleri arasındaki farklılıklar daha az detay içeren görüntülerin elde edilmesine neden olur. Faz görüntüleme modunun kullanılması ile tanecik sınırları daha iyi gözlenebilir ve bu da tanecik boyutunun daha doğru ölçülmesini sağlar. Yükseklik modu ise yüzey pürüzlülüğünün ölçülmesinde daha kullanışlıdır (Pang, et al., 2000).

1.1 nm bakır tabaka kalınlıklı filmin iki boyutlu AFM topografik ve faz görüntüsü Şekil 5.14'te gösterilmiştir. Dikkat edilirse AFM yüzey görüntüsünden gözlemleyemediğimiz 40 nm'nin altında büyüklüğe sahip tanecikler faz görüntüsünden açıkça görülebilmektedir. 1.5 nm bakır tabaka kalınlığına sahip NiFeCu/Cu filminin AFM topografik ve faz görüntüsü Şekil 5.15'te gösterilmiştir. Şekil 5.15 a'daki AFM topografik yüzey görüntüsü ile karşılaştırıldığında Şekil 5.15 b'deki faz görüntüsünden tanecikler arasındaki tanecik sınırları daha açık bir şekilde görülebilmektedir.

a)

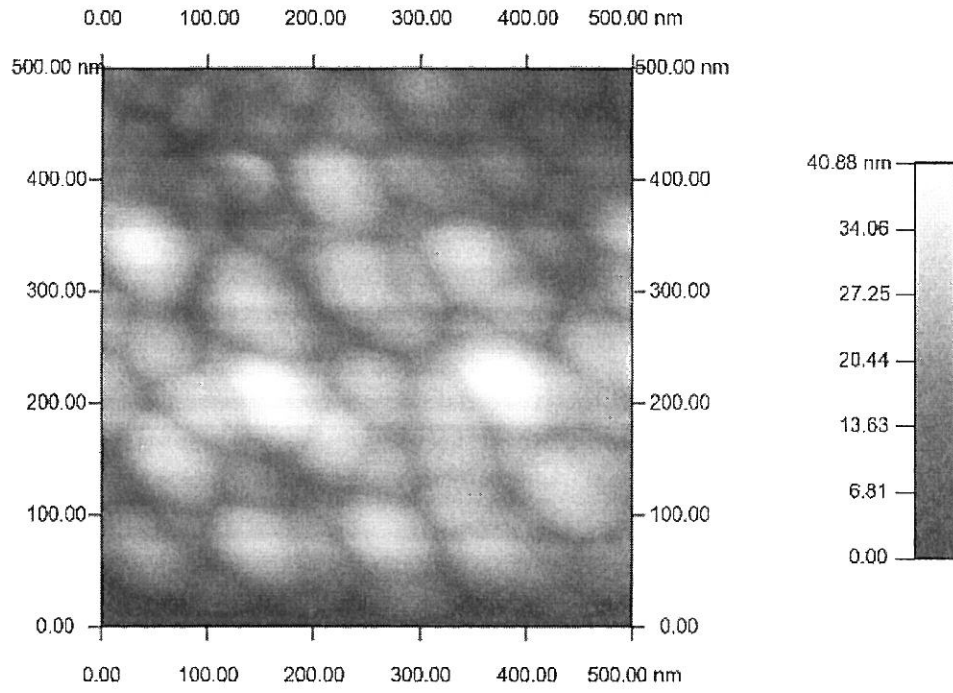


b)

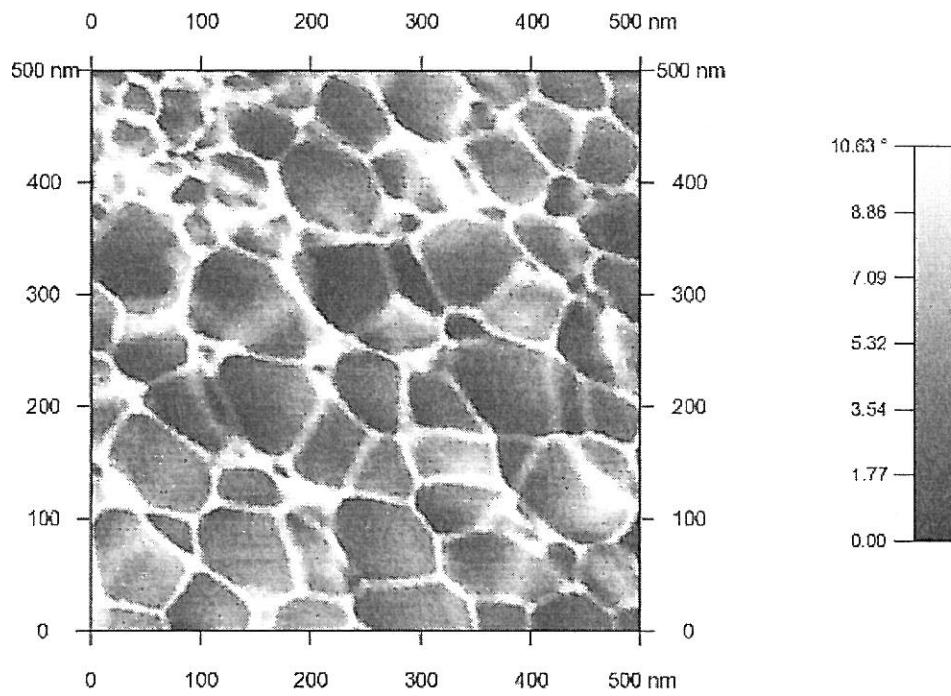


Şekil 5.14. 1.1 nm bakır tabaka kalınlığına sahip II. Grup NiFeCu/Cu filminin a) yüzey topografik görüntüsü b) faz görüntüsü.

a)



b)



5.15. II. Grup 1.5 nm bakır tabaka kalınlığına sahip NiFeCu/Cu filminin 500 X 500 nm'lik tarama alanı için a) topografik görüntüsü b) faz görüntüsü.

6. NiCu FİLMLERİNİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

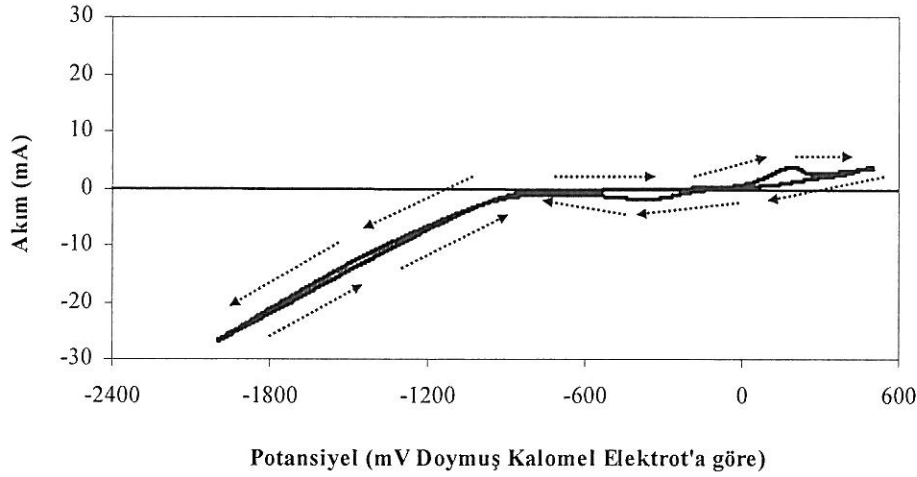
6.1 NiCu Filmlerinin Üretimi

NiCu alaşım filmleri, ITO ile kaplı cam (Indium Tin Oxide, İndiyum Kalay Oksit) alt tabakası üzerine (0.8 cm^2 alana sahip) tek bir elektrolitten sabit potansiyel modunda (potantiostatik kontrol altında), $t = 2, 4, 10, 50, 200, 300$ ve 600 s gibi farklı depozisyon sürelerinde üretildi. Depozisyondan önce ITO kaplı cam alt tabakaları önce aseton sonra etil alkol ve son olarak ultrasonik temizleyicide saf su ile temizlendi. Tüm kimyasallar saf su içerisinde çözüldü. Depozisyon VersaSTAT 3 potantiostat/galvonostat (Princeton Applied Research) kullanılarak üç elektrotlu bir hücre içerisinde gerçekleştirildi. Platin tel elektrot, karşı elektrot (anot) olarak kullanılmıştır. ITO kaplı cam tabaka ise çalışma elektrodu (katot) olarak kullanılmıştır. Referans elektrot doymuş kalomel elektrot'tur (SCE, Saturated Calomel Electrode). Filmlerin üretiminde doymuş kalomel elektroda göre $-0,9$ volt potansiyel uygulanmıştır. Çözeltinin sıcaklığı $25 \pm 1 \text{ C}^\circ$ ve pH'ı 3.5 ± 0.1 'dir. Filmler çözelti karıştırılmadan üretilmiştir. NiCu filmlerinin üretimi için kullanılan çözeltide bulunan maddeler ve konsantrasyonları Çizelge 6.1'de gösterilmiştir.

Çizelge 6.1. NiCu filmlerinin üretimi için kullanılan çözeltinin özellikleri.

Çözelti	Mol kütlesi (g)	Kullanılan miktar
NiSO ₄ . 6H ₂ O	262.89	0.54 M
CuSO ₄ . 5H ₂ O	249.69	0.01 M
Borik asid	61.84	0.3 M

6.2 NiCu Filmlerinin Kimyasal Karakterizasyonu ve Tartışma



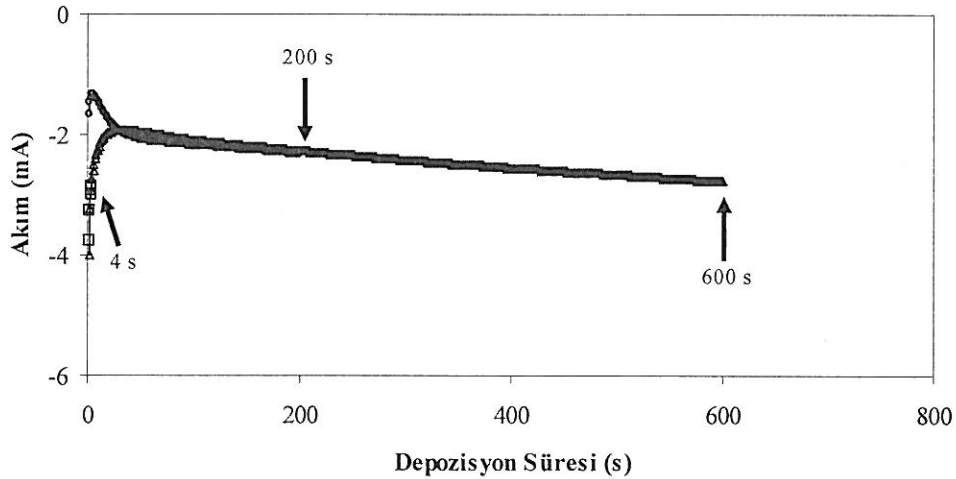
Şekil 6.1. NiCu filminin CV eğrisi. Oklar tarama yönünü göstermektedir.

Araştırmanın birinci adımı olarak, NiCu filmlerinin depozisyonu için uygun katot potansiyellerinin belirlenmesi amacı ile elektrolit CV tekniği (cyclic voltammetry, dönüşümlü voltammetri tekniği) ile analiz edildi. Tarama katot yönünde + 500 mV'tan -2000 mV'a kadar 50 mV/s tarama hızı ile gerçekleştirildi. Şekil 6.1'de NiCu filmlerinin depozisyonu için kullanılan elektrolitin CV eğrisi verilmiştir. Şekil 6.1'den de görüldüğü gibi, katodik tarama boyunca yaklaşık olarak -200 mV ile -800 mV arasında elektrotlar arasında küçük bir akımın oluştuğu gözlenmektedir. Bu akım elektrolit içerisindeki Cu^{+2} iyonlarının indirgenmesine karşılık gelmektedir. -800 mV'tan sonra artan potansiyel ile birlikte katot akımının da artmaya başladığı gözlenmiştir. Bu Ni^{+2} iyonlarının indirgenmesinden kaynaklanmaktadır. Anodik yönde taramada ise akım potansiyelin azalması ile azalmaktadır. + 200 mV civarında bir pik gözlenmektedir. Bu pik muhtemelen Cu'nun geri çözünme pikidir. Çünkü literatüre göre Ni'in geri çözünme piki vermediği bilinmektedir. Bu sonuçlar literatürdeki çalışmalarla çok iyi bir uyum içerisindedir (Alper, et. al, 2004, Rajasekaran and Mohan, 2009). Yüksek negatif depozisyon potansiyelleri film üzerinde çatlakların oluşmasına neden olan önemli bir hidrojen gaz çıkışına neden olmaktadır (Gómez, et al., 2001). Bu durum göz önünde bulundurularak yapılan kimyasal karakterizasyon sonucunda ve üretilen filmlerin parlaklık ve görünüşlerine göre NiCu filmlerinin depozisyonu için en uygun potansiyel aralığının -900 ile -1100 mV arasında olduğuna karar verilmiştir.

Elektrodepozisyon sisteminin önemli bir dezavantajı kullanılan alt tabakanın iletken olmasının gerekliliğidir. ITO kaplanmış cam alt tabaka alayım filmlerinin elektrodepozisyonuna izin veren yeterli bir iletkenliğe sahiptir ve ayrıca magnetik ölçümlerin film ITO'dan ayrılmadan alınabilmesine de izin vermektedir (Gómez, et al., 2001).

NiCu filmlerinin depozisyonu sırasında depozisyonun kararlılığının incelenmesi için akım-zaman geçişleri kaydedildi. -900 mV'luk depozisyon potansiyelinde 4, 200 ve 600 s depozisyon sürelerinde üretilen filmlerin akım-zaman geçişleri Şekil 6.2'de gösterilmiştir. Şekil 6.2'den de görüldüğü gibi depozisyonun başlaması ile birlikte akım çok küçük bir zaman dilimi içerisinde yüksek bir değerden küçük bir değere hızla ulaşmakta ve sonra çok az bir artış göstermekle birlikte akım yaklaşık olarak kararlı bir şekilde devam etmektedir. Bu filmlerin kararlı bir şekilde büyüdüğünü göstermektedir. Akım-zaman geçişlerindeki artış depozisyon süresinin artması ile pürüzlülüğün artmasına atfedilmiştir (Garcia-Torres, et al., 2009a). Şekil 6.2'den de görüldüğü gibi farklı depozisyon sürelerinde filmler üretilirken hepsinde de aynı sabit potansiyel kullanıldığı için akım zaman geçişleri birbiri ile yaklaşık olarak çakışmaktadır.

Bu çalışmada, depozisyon süresinin NiCu magnetik ince filmlerinin yapısal ve magnetik özelliklerine etkisini incelemek için NiCu filmleri 2, 4, 10, 50, 200, 300 ve 600 s gibi farklı depozisyon sürelerinde üretildi.

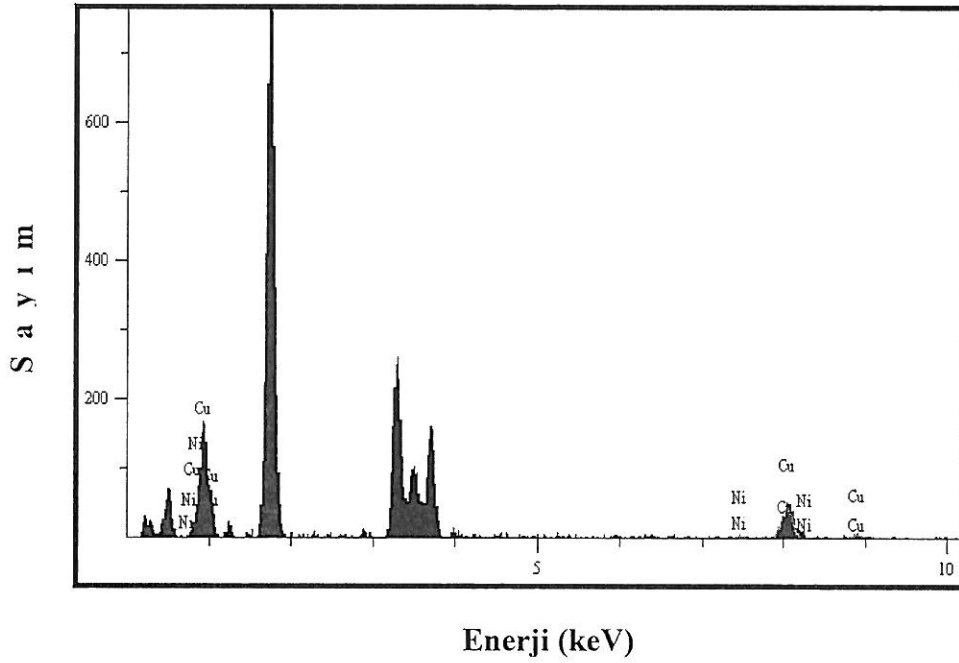


Şekil 6.2. Farklı depozisyon sürelerinde üretilen NiCu filmleri için akım-zaman geçişleri.

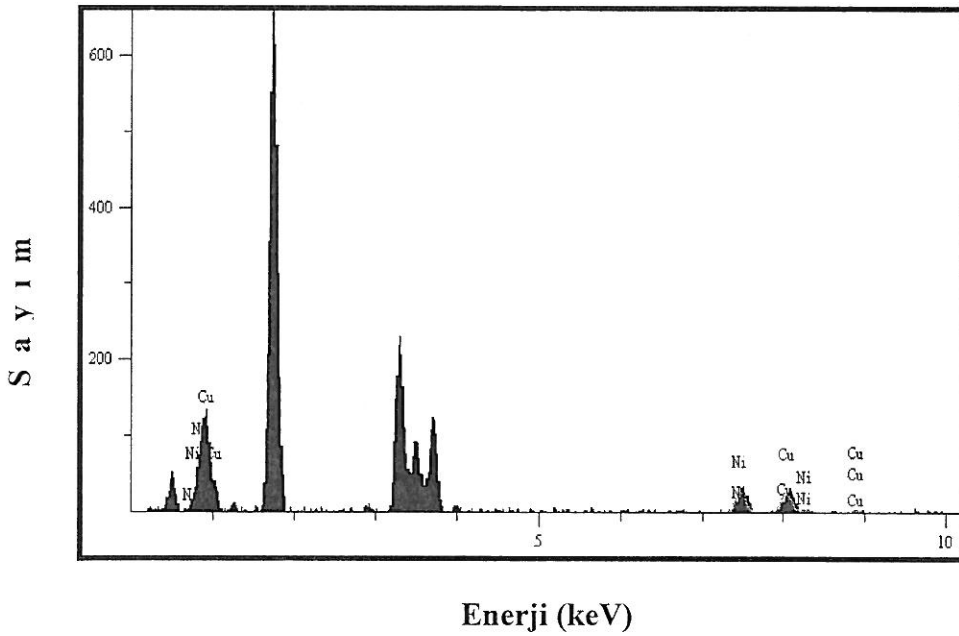
6.3 NiCu Filmlerinin Yapısal Karakterizasyonu ve Tartışma

Filmlerin SEM-EDX analizleri film kompozisyonunun depozisyon süresi ile değiştiğini göstermektedir. Şekil 6.3, farklı depozisyon sürelerinde (4, 50, 300 ve 600 s gibi) üretilen filmlerin EDX spektrumunu göstermektedir.

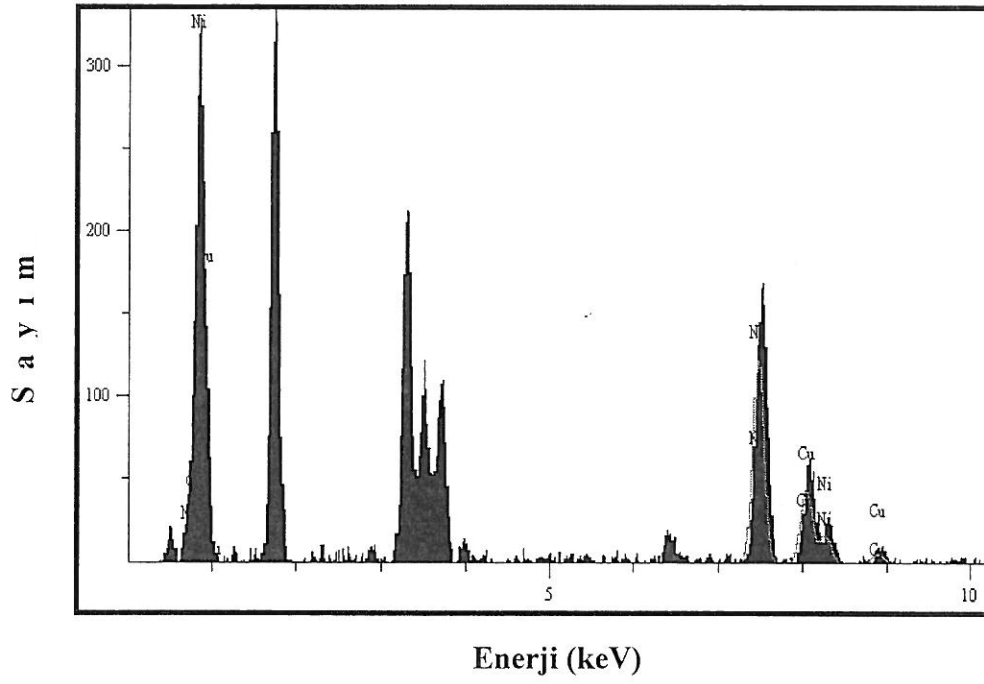
a)



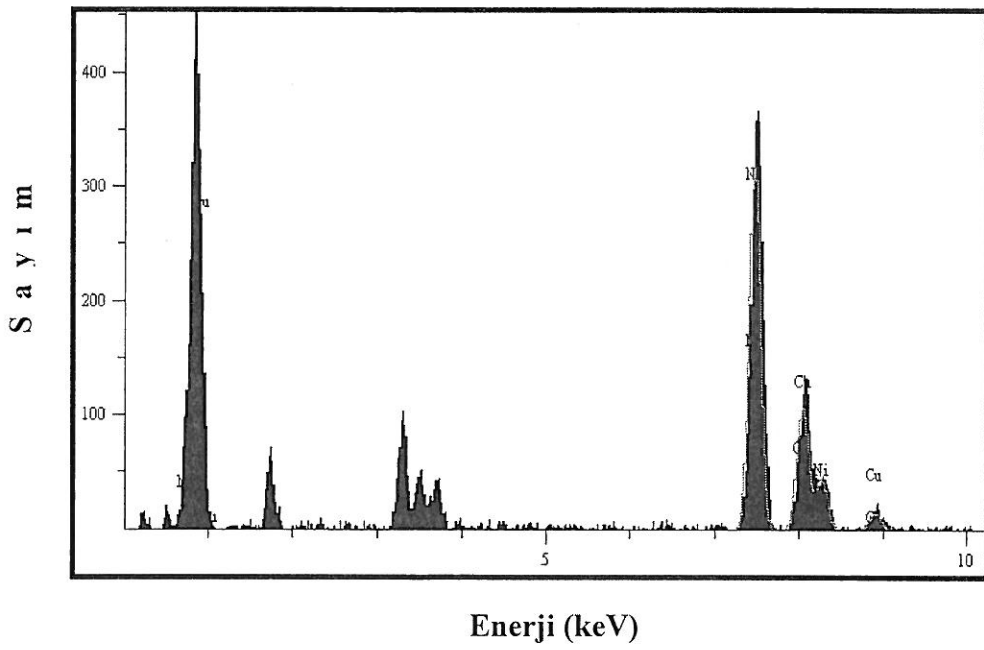
b)



c)



d)



Şekil 6.3. Depozisyon süresine göre NiCu filmlerinin EDX spektrumu a) $t = 4$ b) $t = 50$ c) $t = 300$ d) $t = 600$ s.

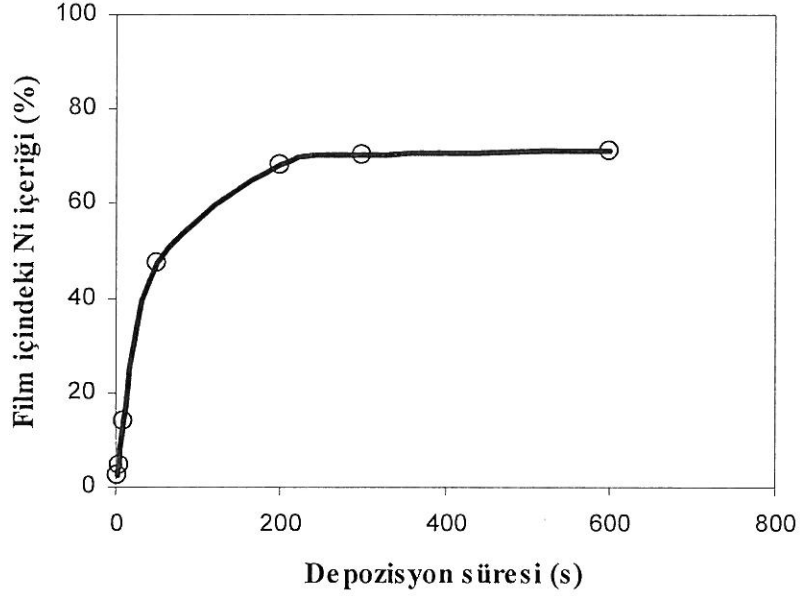
SEM-EDX analiz sonuçları Çizelge 6.2’de özetlenmiştir. Şekil 6.4’de ise film içerisindeki Ni oranı depozisyon süresinin bir fonksiyonu olarak gösterilmiştir. Depozisyon süresinin artması ile film içindeki Ni oranının arttığı tespit edilmiştir.

Düşük depozisyon sürelerinde ($t = 2$ ve 4 s gibi) film içerisindeki Cu’ın Ni’e oranı yüksek depozisyon sürelerindeki ($t = 300$ ve 600 s gibi) çok daha fazladır. Bu durum film depozisyonu başladığında öncelikle Cu’ın depozit olduğunu göstermektedir. Depozisyon süresinin artması ile film içerisindeki Ni oranının arttığı ve 200 s’lik bir depozisyon süresinden sonra bu artışın azalarak 600 s’de yaklaşık olarak bir doyum değerine ulaştığı gözlenmiştir. Benzer sonuçlar elektrodpozisyon tekniği ile üretilmiş CoAg filmlerinde de bulunmuştur (Garcia-Torres, et al., 2009a).

En yüksek Ni yüzdesine sahip filmde bile (%71,199 Ni, % 28,801 Cu) Ni’in Cu’a oranı elektrolit içerisindeki Ni’in Cu’a oranından daha düşüktür. Bu sonuç tercihi olarak Cu’ın indirgenmediğini göstermektedir. Çünkü bakır nikel’den daha soy bir metaldir (Kockar, et. al., 2010).

Çizelge 6.2. NiCu filmlerinin EDX analiz sonuçları.

Depozisyon Süresi (s)	Ni yüzdesi (%)	Cu yüzdesi (%)
2	2, 502	97, 498
4	4, 780	95, 220
10	14, 023	85, 977
50	47, 546	52, 454
200	68, 346	31, 654
300	70, 189	29, 811
600	71, 199	28, 801



Şekil 6.4. NiCu filmleri için film içerisindeki Ni oranının depozisyon süresine bağımlılığı. Noktaları birleştiren çizgiler şeklin daha güzel görünmesi ve anlaşılması için çizilmiştir.

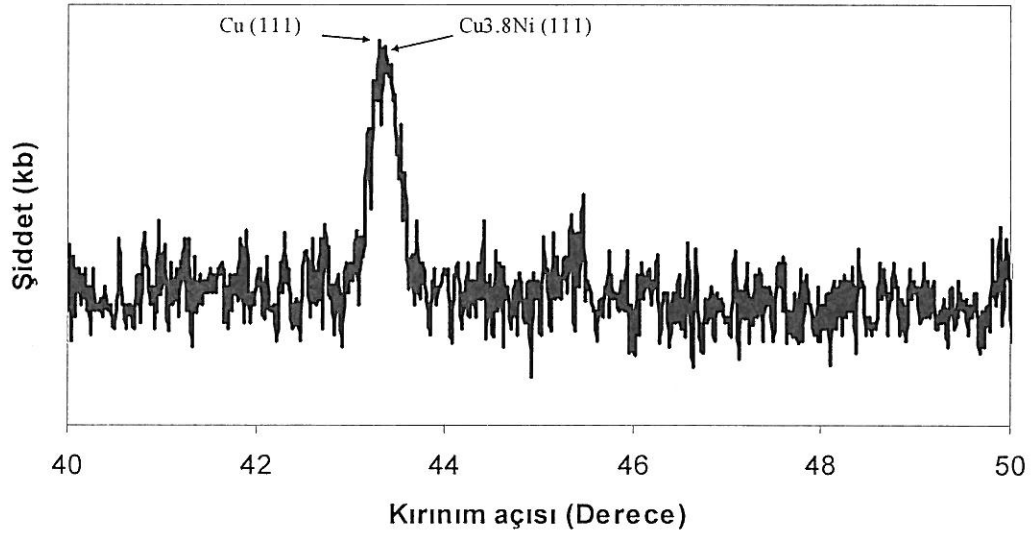
Bu tez çalışmasında NiCu filmlerinin yapısal karakterizasyonu, Anadolu Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Bruker X-ışını difraktometresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kırınım desenleri, CuK_α ışını ($\lambda=1.54059 \text{ \AA}$) kullanılarak $2\theta = 40^\circ - 55^\circ$ aralığında $\Delta 2\theta = 0.05^\circ$ adımda elde edilmiştir.

$t = 4, 10, 200$ ve 600 s'lik depozisyon sürelerinde üretilen NiCu filmlerinin XRD kırınım desenleri Şekil 6.5'de gösterilmiştir. Şekil 6.5'den de görüldüğü gibi, NiCu filmleri yüzey merkezli kübik yapıya sahiptir.

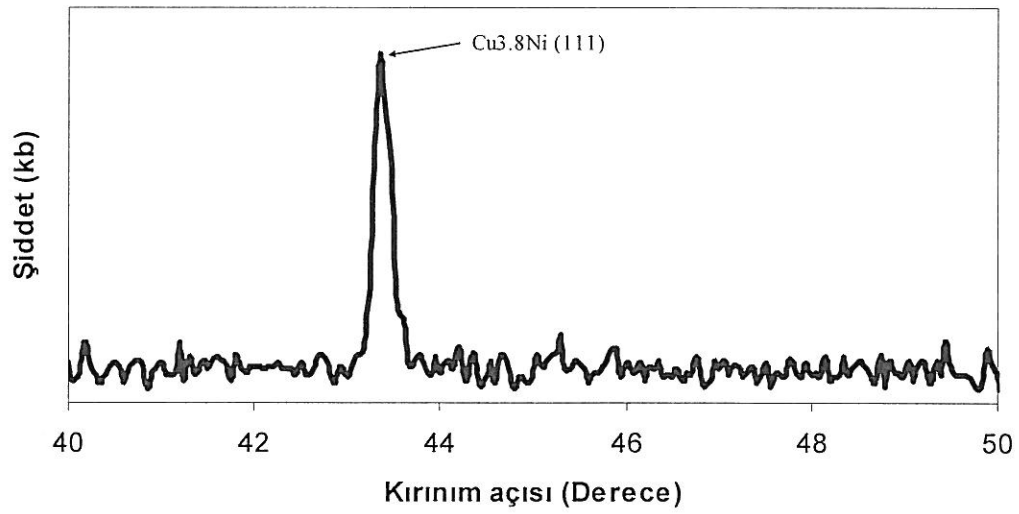
XRD desenlerinden filmlerin örgü parametreleri Bragg yasası (Denklem 5.2) kullanılarak hesaplanmıştır. XRD analiz sonuçları Çizelge 6.3'de özetlenmiştir. Şekil 6.5'ten de görüldüğü gibi $t = 4$ s depozisyon süresinde üretilen filmin kırınım deseninde iki pik gözlenmiştir. Bu pikler saf Cu ve $\text{Cu}_{3,8}\text{Ni}$ fazlarına ait (111) pikleridir. $t = 10$ s depozisyon süresinde üretilen filmin kırınım deseninde yalnızca $\text{Cu}_{3,8}\text{Ni}$ fazına ait (111) piki gözlenmiştir. $t = 200$ s ve $t = 600$ s depozisyon sürelerinde üretilen filmlerin

kırınım desenlerinde ise yalnızca saf Ni (111) piki gözlenmiştir. XRD desenlerinden Bragg yasası kullanılarak hesaplanan örgü parametreleri ile literatürde verilen örgü parametreleri çok iyi bir uyum içerisinde.

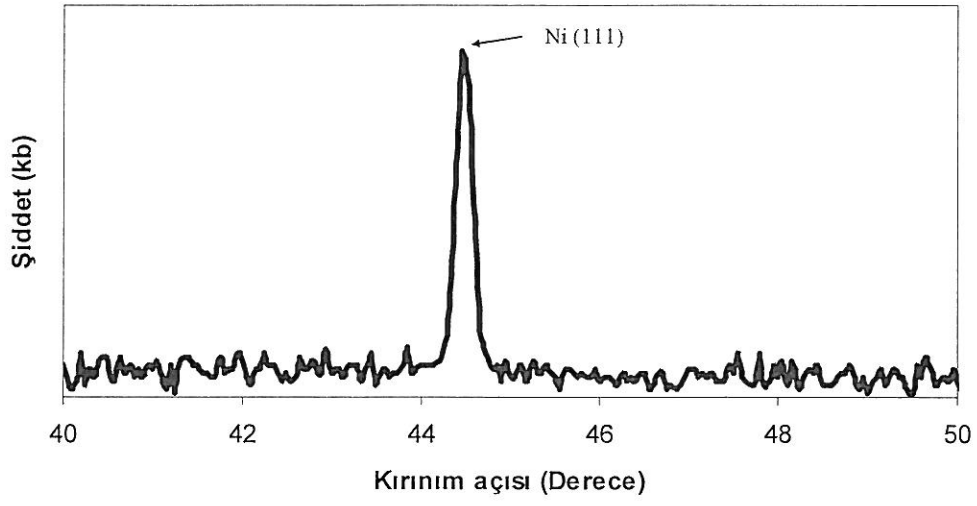
a)



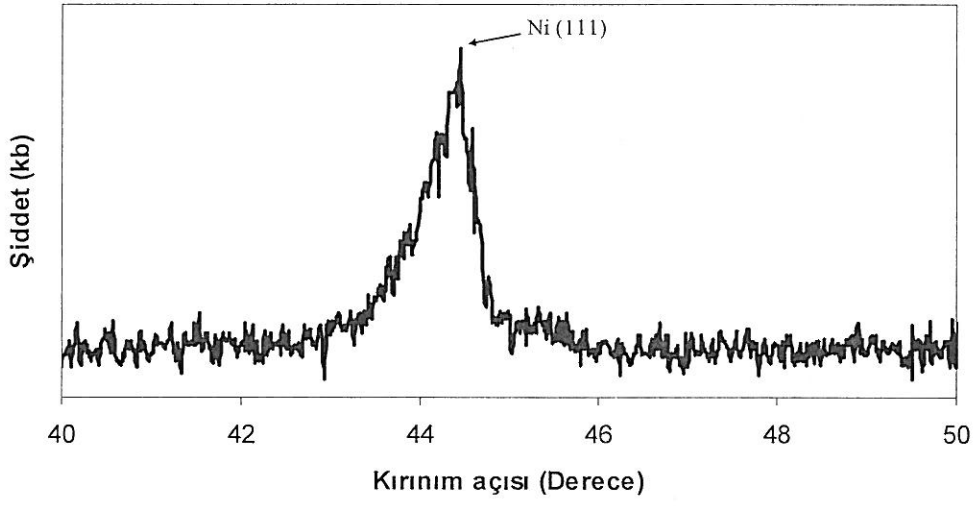
b)



c)



d)



Şekil 6.5. NiCu filmlerinin farklı depozisyon süreleri için XRD deseni a) 4 s b) 10 s c) 200 s d) 600 s.

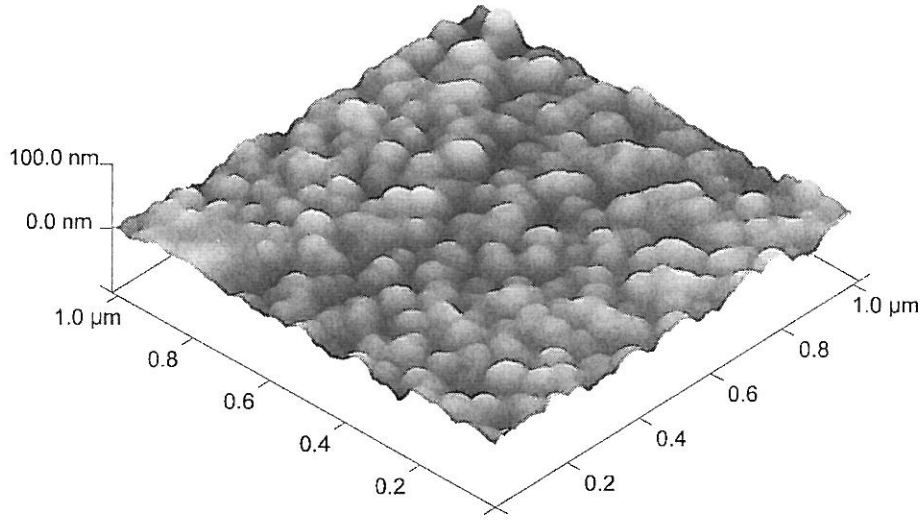
Çizelge 6.3. XRD analiz sonuçları.

Depozisyon Süresi (s)	Kompozisyon (EDX)		Örgü parametresi (nm)	Miller İndisleri
	% Ni	% Cu		
4	4.780	95.220	0.3615	Cu (111)
4			0.3610	Cu _{3,8} Ni (111)
10	14.023	85.977	0.3611	Cu _{3,8} Ni (111)
200	68.346	31.654	0.3526	Ni (111)
600	71.199	28.801	0.3525	Ni (111)
Saf Cu (Alper, et al., 2008)	-	-	0.3615	Cu (111)
Saf Ni (Alper, et al., 2008)	-	-	0.3524	Ni (111)
Cu _{3,8} Ni (Li, et al., 2002)	-	-	0.3595	Cu _{3,8} Ni (111)

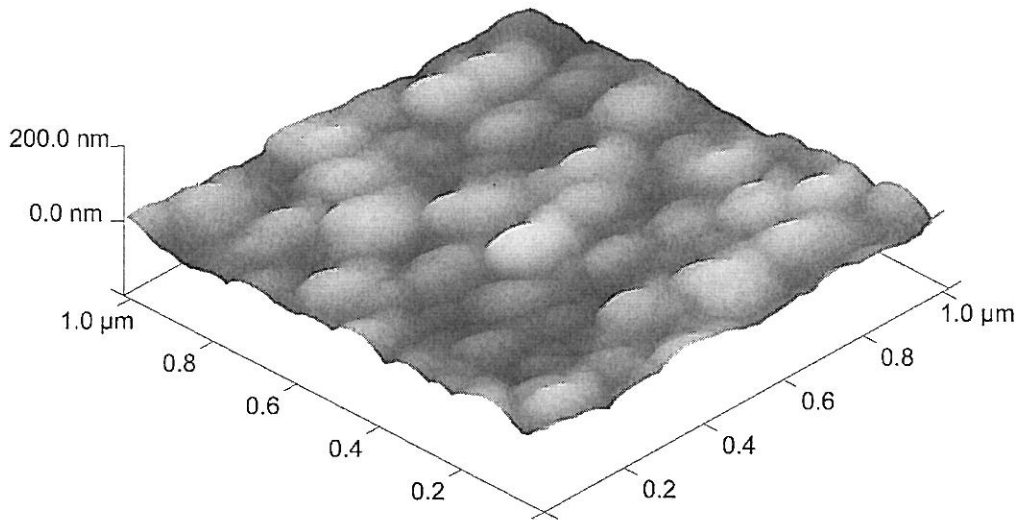
6.4 NiCu Filmlerinin Yüzey Karakterizasyonu ve Tartışma

NiCu filmlerinin yüzey karakterizasyonu Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Fizik Bölümü Nanoteknoloji Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan AFM (Veeco Multimod 5) ile gerçekleştirilmiştir. NiCu filmlerinin üç boyutlu AFM yüzey görüntüleri Şekil 6.6'da gösterilmiştir.

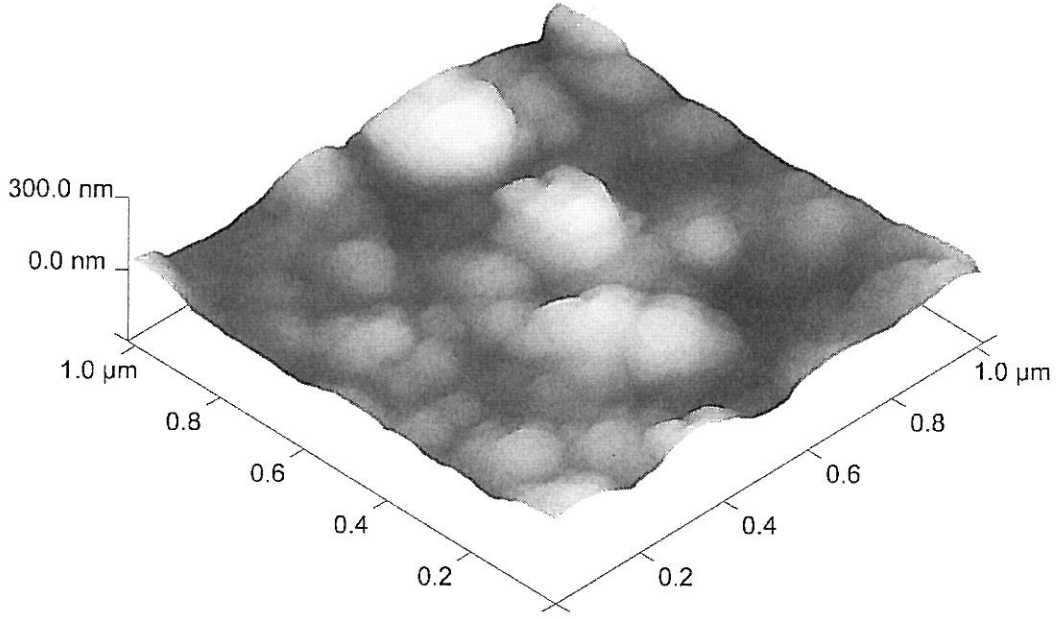
a)



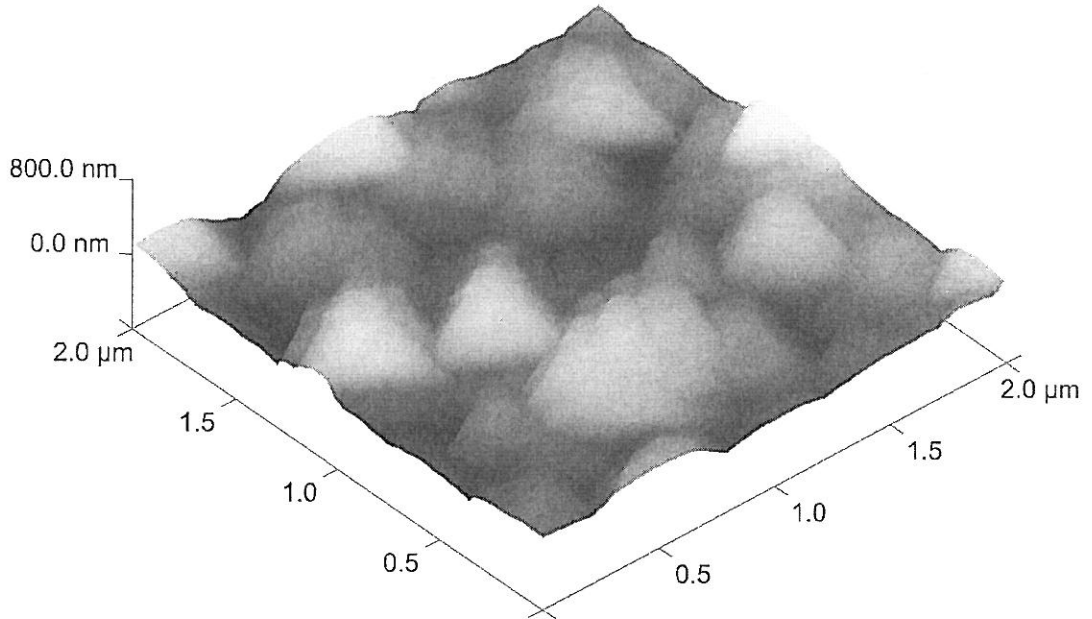
b)



c)



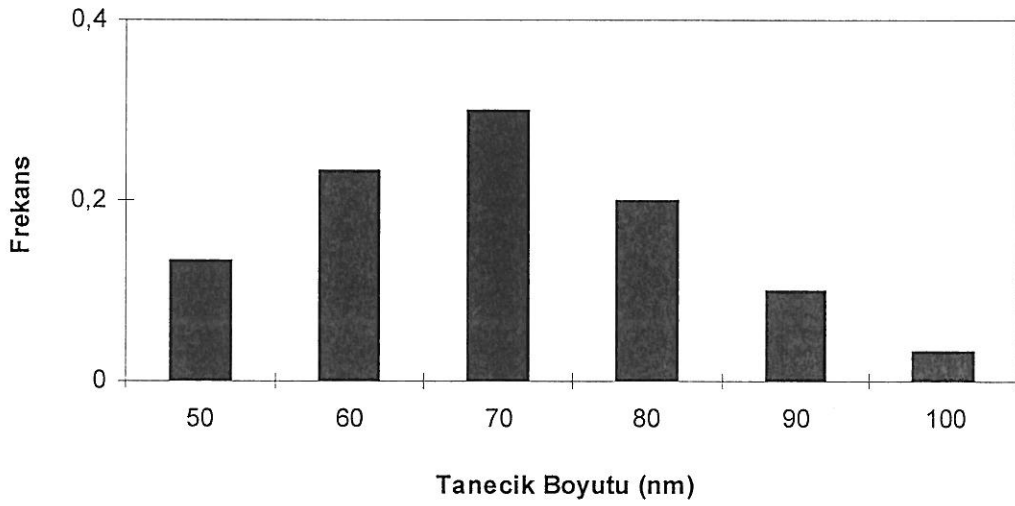
d)



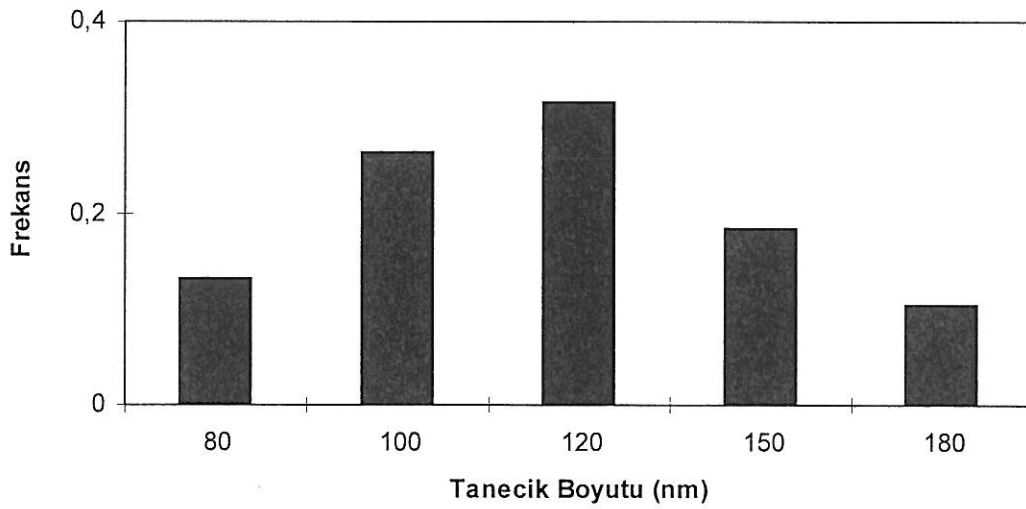
Şekil 6.6. Farklı depozisyon sürelerinde üretilen NiCu filmlerinin üç boyutlu AFM yüzey görüntüleri a) 4 s b) 10 s c) 300 s d) 600 s.

Farklı deposizyon süreleri için NiCu filmlerinde gözlenen tanecik boyut dağılımları Şekil 6.7'de gösterilmiştir. Çizelge 6.4 AFM analiz sonuçlarını göstermektedir. Şekil 6.6, 6.7 ve Çizelge 6.4'ten de görüldüğü gibi, NiCu filmlerinde deposizyon süresinin artması ile birlikte ortalama tanecik boyutunun ve RMS yüzey pürüzlülüğünün de arttığı tespit edilmiştir.

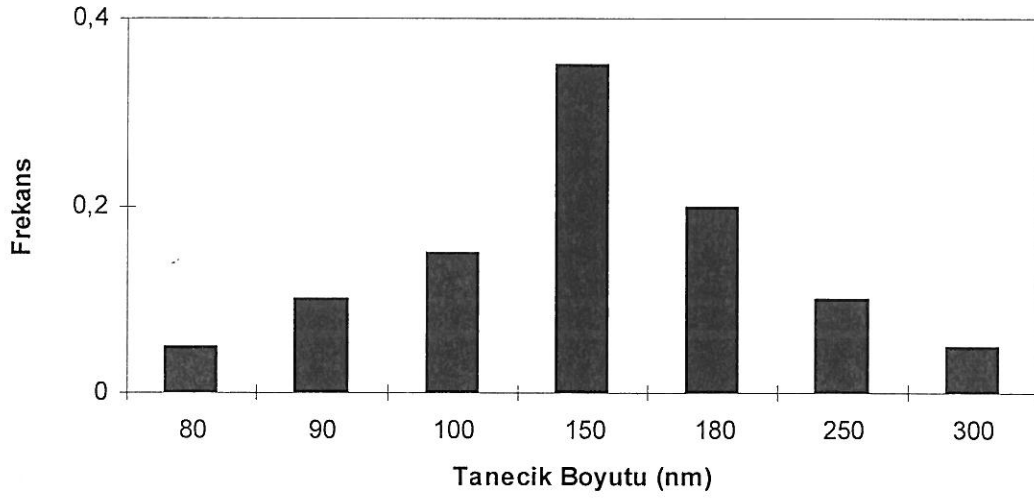
a)



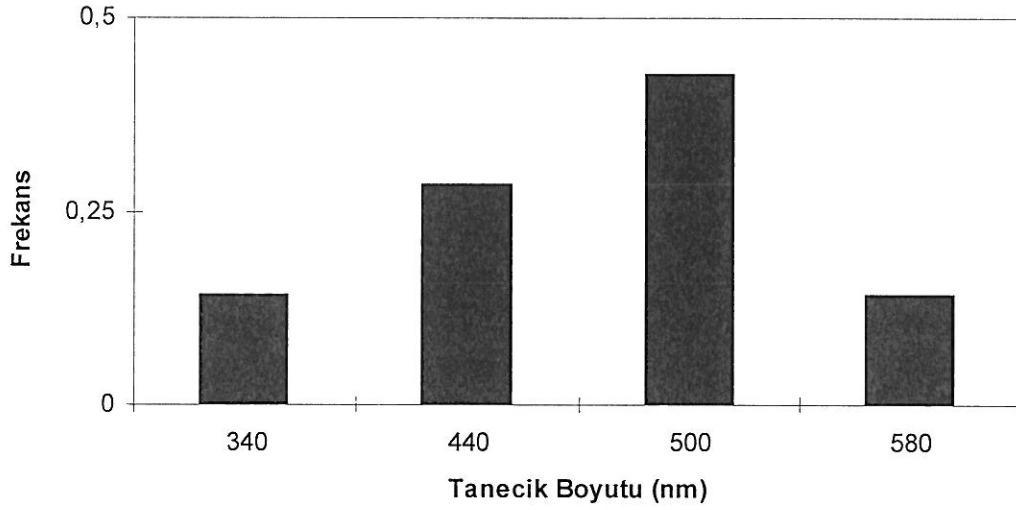
b)



c)



d)

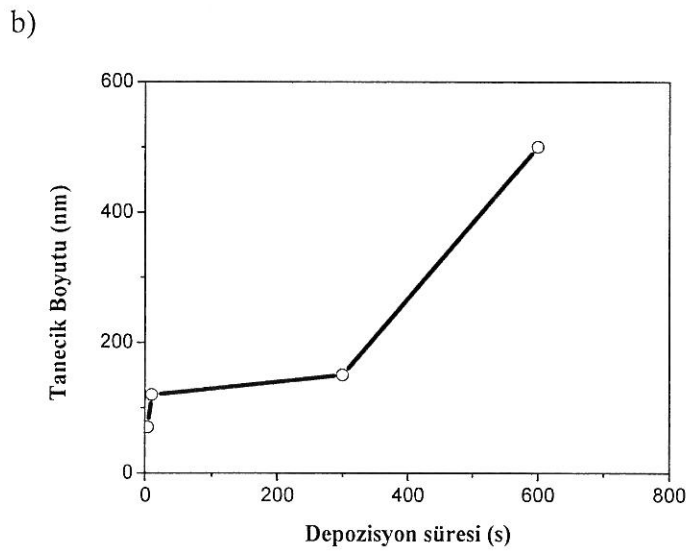
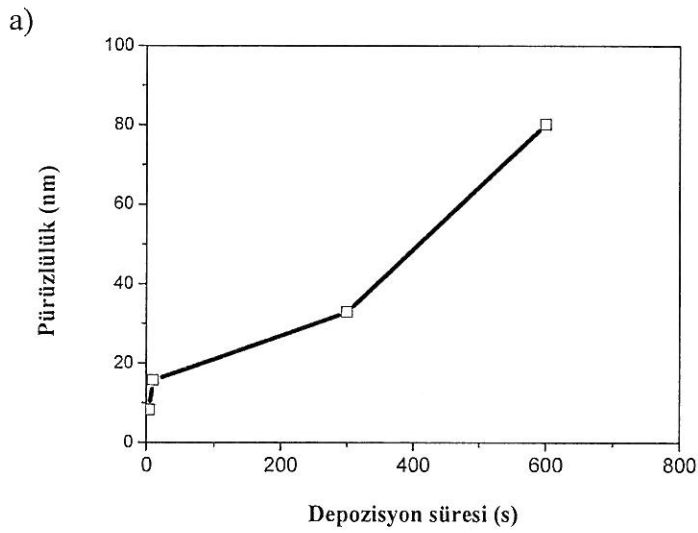


Şekil 6.7. NiCu filmlerinde depozisyon süresinin bir fonksiyonu olarak tanecik boyutu dağılımı a) 4 s b) 10 s c) 300 s d) 600 s.

Şekil 6.8’de filmlerin yüzey pürüzlülüğü ve ortalama tanecik boyutları depozisyon süresinin bir fonksiyonu olarak çizilmiştir. Her iki durumda da depozisyon süresi ile değişim aynı eğilimi göstermektedir.

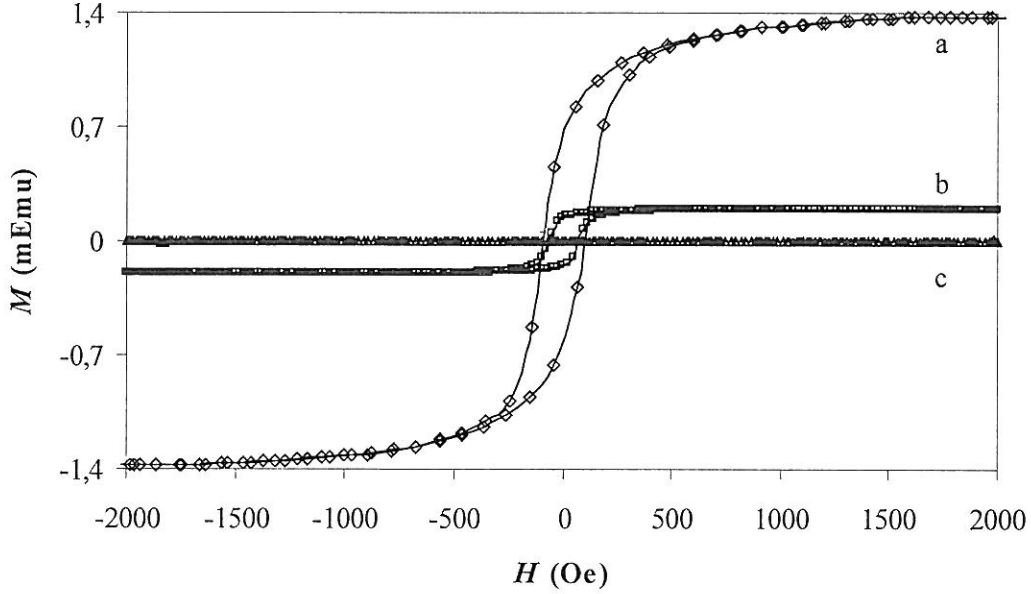
Çizelge 6.4. AFM analiz sonuçları.

Depozisyon Süresi (s)	Ortalama Tanecik Boyutu (nm)	Pürüzlülük (nm)
4	70 ± 4.60	8.23
10	120 ± 11.2	15.70
300	150 ± 19.6	32.90
600	500 ± 28.7	80.20



Şekil 6.8. NiCu filmlerinde a) pürüzlülüğün b) tanecik boyutunun depozisyon süresi ile değişimi. Noktaları birleştiren çizgiler şeklin daha güzel görünmesi için çizilmiştir.

6.5 NiCu Filmlerinin Magnetik Karakterizasyonu ve Tartışma



Şekil 6.9. NiCu filmlerinin farklı depozisyon süreleri için histeresis eğrileri a) 600 s b) 200 s c) 4 s.

Bu tez çalışmasında NiCu filmlerinin magnetik karakterizasyonu, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü'nde bulunan Quantum Design PPMS 9T magnetometresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Filmlerin magnetik davranışının araştırılması için, VSM ile oda sıcaklığında film yüzeyine paralel 2 kOe'e kadar değişen bir magnetik alan uygulanarak magnetik histeresiz eğrileri elde edilmiştir. NiCu filmlerinin farklı depozisyon süreleri için magnetik histeresis eğrileri Şekil 6.9'da gösterilmiştir. $t = 4$ s gibi düşük depozisyon süresinde zayıf bir magnetik sinyal (düşük bir magnetizasyon) gözlenmiştir. Bu durum, EDX sonuçları ile birlikte değerlendirildiğinde $t = 4$ s depozisyon süresinde film içerisindeki Ni oranının çok düşük olması ve depozit edilen yükün dolayısı ile film kalınlığının çok az olmasına atfedilebilir. Depozisyon süresinin artması ile doyum magnetizasyonunun da arttığı gözlenmiştir. Bu durum ise, depozisyon süresinin artması ile birlikte film içerisindeki Ni oranının artmasından (EDX sonuçları ile uyumlu olarak) kaynaklanmaktadır. Bununla birlikte, depozisyon süresinin artması ile zorlanım alanının da arttığı tespit edilmiştir. Sırası ile 4 s, 200 s ve 600 s depozisyon süreleri için zorlanım alanı 50, 72 ve 100 Oe olarak bulunmuştur. Bu sonuçlar NiFeCu/Cu filmleri için bulduğumuz

sonuçlarla da uyumludur. NiFeCu/Cu filmlerinde film içerisinde Cu oranının artması ile zorlanım alanı azalmaktadır. NiCu filmlerinde de film içerisindeki Cu oranının artması ile (depozisyon süresinin azalması ile) zorlanım alanı azalmaktadır. Benzer sonuçlar farklı film kompozisyonlarında hazırlanan NiCu filmlerinde de gözlenmiştir (Wen, et. al, 2010). Magnetik malzemelerin zorlanım alanı değerinin tanecik boyutu, kristal yapısı, film kalınlığı ve kompozisyon gibi bir çok parametreye bağlı olduğu bilinmektedir (Kockar, 2004; Garcia-Torres, et al., 2010). .Bu çalışmada, deposisyon süresi (dolayısı ile film kalınlığı), kompozisyon ve tanecik boyutunun zorlanım alanı değeri üzerindeki etkisi gözlenmiştir. Zorlanım alanının artması, deposisyon süresinin artması ile film içerisindeki Ni yüzdesinin ve tanecik boyutunun artmasına atfedilebilir.

NiCu filmleri ile ilgili yapılan bu çalışma, filmlerin magnetik ve yapısal özelliklerinin, film kompozisyonunun ve yüzey morfolojisinin deposisyon süresine çok duyarlı olduğunu göstermiştir.

7. SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu tez çalışmasında NiFeCu/Cu filmlerinin yapısal, magnetik özellikleri ve yüzey morfolojik yapısı AFM, VSM, XRD ve EDX karakterizasyon teknikleri ile araştırılmıştır. Bununla birlikte NiCu alaşım filmleri farklı depozisyon sürelerinde elektrodepozisyon tekniği ile üretilmiştir ve depozisyon süresinin bir fonksiyonu olarak filmlerin yapısal özelliklerindeki ve yüzey morfolojisindeki değişimler incelenmiştir.

I. ve II. grup NiFeCu/Cu filmlerinin XRD ile yapılan yapısal karakterizasyonu, filmlerin tercihli yöneliminin [111] yönünde olduğunu ve filmlerin FCC kristal yapısına sahip olduğunu ortaya çıkarmıştır. I. grup NiFeCu/Cu filmlerinde bakır tabaka kalınlığı arttıkça filmlerin (111) ana pik pozisyonunun daha küçük açılara doğru saptığı gözlenmiştir. Bu durum, filmlerin EDX analizleri sonucunda ortaya çıkan film içindeki bakır yüzdesinin artmasına atfedilmiştir. Bununla beraber, film içindeki bakır yüzdesinin artmasının, (111) büyüme derecesinde artışa neden olduğu, ancak filmlerin kristal yapıları ve tercihli yönelimlerinin bakır yüzdesinden etkilenmediği ortaya konulmuştur. I. ve II. grup NiFeCu/Cu filmlerinin her ikisi için de, XRD desenlerinden çoklu tabaka oluşumunu doğrulayan uydu pikleri gözlenememiştir. Bu gözlem, AFM sonuçları ile birlikte NiFeCu/Cu filmlerinin çoklu tabaka yerine tanecikli alaşım yapıda oluştuğunu göstermiştir. İstenilen tabakalı yapının oluşmaması magnetik tabakaların depozisyonu sırasında uygulanan küçük akım yoğunluğuna atfedilmiştir.

AFM analizlerinden NiFeCu/Cu filmlerinde tanecikli büyüme ve çekirdeklenme gözlenmiştir. Yüksek yüzey pürüzlülüğü tanecikli büyümeye atfedilmiştir. Tanecikli büyüme ise elektrodepozisyon sisteminin büyüme mekanizmasına ve çekirdeklenmeye atfedilmiştir. II. grup NiFeCu/Cu filmlerinde AFM topografik ve faz görüntüleri karşılaştırılmıştır. AFM yüzey görüntüsünden gözlemlenemeyen 40 nm'nin altında büyüklüğe sahip tanecikler faz görüntüsünden gözlenmiştir. Bununla birlikte, faz görüntüsünden tanecik sınırları daha açık bir şekilde gözlenmiştir.

Filmlerin VSM ile yapılan magnetik analizleri, NiFeCu/Cu filmlerinin magnetik olarak yumuşak magnetik malzeme olduğunu göstermiştir. I. grup NiFeCu/Cu filmlerinde zorlayıcı alanının ve kalıcı magnetizasyonunun doyum magnetizasyonuna

oranının film içindeki bakır yüzdesinin artması ile azaldığı fakat doyum alanının arttığı tespit edilmiştir. Zorlayıcı alanın ve kalıcı magnetizasyonunun doyum magnetizasyonuna oranının azalması film içerisinde ferromagnetik katkının azalmasına atfedilmiştir.

NiCu filmlerinin depozisyonu için uygun katot potansiyellerinin belirlenmesi CV tekniği ile yapılmıştır. Yapılan kimyasal karakterizasyon sonucunda, Ni depozisyonun -800 mV'ta başladığı gözlenmiştir ve üretilen filmlerin parlaklık ve görünüşlerine göre NiCu filmlerinin depozisyonu için en uygun potansiyel aralığının -900 ile -1100 mV arasında olduğuna karar verilmiştir. Yüksek negatif depozisyon potansiyelleri film üzerinde çatlakların oluşmasına neden olan önemli bir hidrojen gaz çıkışına neden olduğundan dolayı NiCu filmleri -900 mV'ta depozit edilmiştir.

NiCu filmlerinin depozisyonu sırasında depozisyonun kararlılığının incelenmesi için akım-zaman geçişleri kaydedilmiştir. Depozisyon sırasında depozisyon akımının yaklaşık olarak sabit kaldığı gözlenmiş ve bu durum filmlerin kararlı bir şekilde büyümesine atfedilmiştir.

Filmlerin EDX analizleri film kompozisyonunun depozisyon süresi ile değiştiğini göstermiştir. Film depozisyonu başladığında öncelikle Cu'nun depozit olduğu gözlenmiştir. Depozisyon süresinin artması ile film içerisindeki Ni oranının arttığı ve 200 s'lik bir depozisyon süresinden sonra bu artışın azalarak 600 s'de yaklaşık olarak bir doyum değerine ulaştığı gözlenmiştir. Tüm NiCu filmlerinde, film içindeki Ni'in Cu'a oranının elektrolit içerisindeki Ni'in Cu'a oranından daha düşük olduğu bulunmuştur. Bu durum, Cu'nun Ni'den daha soy bir metal olmasından dolayı tercihli olarak Cu'nun indirgenmesine atfedilmiştir.

NiCu filmlerinin XRD analizlerinden, filmlerin yüzey merkezli kübik yapıya sahip olduğu gözlenmiştir. $t = 4$ s depozisyon süresinde üretilen filmin kırınım deseninde saf Cu (111) ve $\text{Cu}_{3,8}\text{Ni}$ (111) fazlarına ait kırınım pikleri, $t = 10$ s depozisyon süresinde üretilen filmin kırınım deseninde yalnızca $\text{Cu}_{3,8}\text{Ni}$ (111) fazına ait kırınım piki ve $t = 200$ s ve $t = 600$ s depozisyon sürelerinde üretilen filmlerin kırınım desenlerinde ise yalnızca saf Ni (111) kırınım piki gözlenmiştir. Bununla beraber, XRD desenlerinden

Bragg yasası kullanılarak hesaplanan örgü parametreleri ile literatürde verilen örgü parametreleri çok iyi bir uyum göstermiştir.

NiCu filmlerinin AFM ile yüzey karakterizasyonu sonucunda, deposizyon süresinin artması ile birlikte ortalama tanecik boyutunun ve RMS yüzey pürüzlülüğünün de arttığı tespit edilmiştir. Filmlerin yüzey pürüzlülüğünün ve ortalama tanecik boyutunun deposizyon süresi ile değişiminin aynı eğilimi gösterdiği ortaya konulmuştur.

NiCu filmlerinin VSM ile yapılan magnetik karakterizasyonu, deposizyon süresinin artması ile filmlerin doyum magnetizasyonunun ve zorlanım alanının arttığını göstermiştir. Depozisyon süresinin artması ile doyum magnetizasyonunun ve zorlanım alanının artması film içerisindeki Ni oranının artmasına atfedilmiştir. Bununla birlikte zorlanım alanının artması tanecik boyutunun artması ile de ilişkilendirilmiştir.

Sonuç olarak bu tez çalışmasında, NiFeCu/Cu filmlerinin yapısal, magnetik ve yüzey özelliklerinin film içerisindeki Cu yüzdesinden etkilendiği ortaya konulmuştur. Film içerisindeki bakır yüzdesinin 6.209'dan 21.714'e çıkması ile filmlerin sahip olduğu zorlanım alanı değerinin 3.66'dan 2.07'e düşerek filmlerin magnetik açıdan daha yumuşak bir karakter kazandığı bulunmuştur. Bu çalışmada özellikleri incelenen oldukça küçük zorlanım alanı değerlerine sahip NiFeCu/Cu filmleri, sensör uygulamalarında kullanılan yumuşak magnetik maddeler için iyi bir potansiyel oluşturmaktadır. Bununla beraber, elektrodepozisyon tekniği ile ITO kaplı cam alt tabaka üzerine üretilen NiCu filmlerinin yapısal, magnetik ve yüzey özellikleri ile kompozisyonunun deposizyon süresine çok duyarlı olduğu ilk kez ortaya konulmuştur. Depozisyon süresinin 2 s'den 600 s'ye kadar arttırılması ile film içerisindeki Ni yüzdesinin 2.502'den 71.199'a yükseldiği ve 600 s'de yaklaşık olarak doyuma ulaştığı bulunmuştur.

8. KAYNAKLAR DİZİNİ

- Akdoğan, N., 2004, İnce filmlerde manyeto-optik ölçümler, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, 41 p.
- Alper, M., Aplin, P. S., Attenborough, K., Dingley, D. J., Hart, R., Lane, S. J., Lashmore, D. S. and Schwarzacher, W., 1993, Growth and characterization of electrodeposited Cu/Cu-Ni-Co alloy superlattices, *J. Magn. Magn. Mater.*, 126, 8-11.
- Alper, M., Schwarzacher, W. and Lane, S. J., 1997, The effect of pH changes on the giant magnetoresistance of electrodeposited superlattices, *J. Electrochem. Soc.*, 144, 2346-2352.
- Alper, M., Baykul, M. C., Péter L., Tóth, J. and Bakonyi, I., 2004, Preparation and characterization of electrodeposited Ni-Cu/Cu Multilayers, *Journal of Applied Electrochemistry*, 34, 841-848.
- Alper, M., Kockar, H., Safak, M., Baykul, M. C., 2008, Comparison of Ni-Cu alloy films electrodeposited at low and high pH levels, *Journal of Alloy and Compounds*, 453, 15-19.
- Anton, R. L. and Ruiz, M. L. F. G., 2003, The effect of the deposition parameters on the magnetic and magnetotransport properties of laser ablated Cu-Co thin films, *Sensors and Actuators A*, 106, 203-207.
- Arana, S., Arana, N., Gracia, F. J., Castaño, E., 2005, High sensitivity linear position sensor developed using Ag-Co granular giant magnetoresistances, *Sensors and Actuators A*, 123-124, 116-121.
- Arnoldussen, T. C., 1986, Thin-film recording media, *Proceedings of the IEEE*, 74, 11, 1526-1539.
- Attenborough, K., Hart, R., Lane, S. J., Alper, M., Schwarzacher, W., 1995, Magnetoresistance in Electrodeposited Ni-Fe-Cu/Cu Multilayers, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 148, 335-336.
- Azizi, A., Thomson, S. M., Ounadjela, K., Gregg, J., Vennegues, P., Dinia, A., Arabski, J., Fermon, C., 1995, Correlation between the structural and transport properties of granular CoAg systems prepared by MBE, *J. Magn. Matter.*, 148, 313-314.
- Badia, F., Batlle, X., Labarta, A., Watson, M. L., Johnston, A. B., Chapman, J. N., 1997, Magnetotransport properties of NiFe-Ag granular alloys: Origin of the thermal behavior, *J. Appl. Phys.*, 82, 677-687.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Baibich, M., Broto, J., Fert, A., Van Dau, F. N., Petroff, F., Eitene, P., Creuzet, G., Friederich, A., Chazelas, J., 1988, Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices, *Phy. Rev. Lett.*, 61, 2472-2475.
- Bakonyi I., Péter L., 2010, Electrodeposited multilayer films with giant magnetoresistance (GMR): Progress and Problems, *Progress in Material Science*, 55, 107-245.
- Balıkçı F., 2007, Gümüş Kobalt Seryum Karışık Oksit Katolizörlerin Sentezi, Karakterizasyonu ve Düşük Sıcaklıkta Seçici Karbon Monoksit Oksidasyonunun Reaksiyon Mekanizmasının İncelenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, 232 s.
- Barnas, J. and Bruynseraede, Y., 1996, Electronic transport in ultrathin magnetic multilayers, *Phys. Rev. B*, 53, 5449-5460.
- Bazavan, D., Bazavan, R., Enculecu, I., Matei, E., Ion L., Antohe, S., 2008, Structural and morphological properties of NiCu magnetic thin films, *Journal of Optoelectronics and advanced materials*, 10, 3054-3057.
- Belhi, R., Mliki, N., Jomni, S., Ayadi, M., Abdelmoula, K., Gergaud, P., Clugnet, G., Charai, A., 2002, The Correlation between mechanical stress and magnetic properties of Cobalt ultra thin films, *Thin Solid Films*, 414, 119-127.
- Berkowitz, A.E., Mitchell, J. R., Carey, M. J., Young, A. P., Zhang, S., Spada, F. E., Parker, F. T., Hutten, A., Thomas, G., 1992, Giant magnetoresistance in heterogeneous Co-Cu alloys, *Phys.Rev.Lett.*, 68, 3745-3748.
- Berkowitz, A. E., Mitchell, J. R., Carey, M. J., Young, A. P., Rao, D., Starr, A., Zhang, S., Spada, F. E., Parker, F. T., Hutten, A., Thomas, G., 1993, Giant magnetoresistance in heterogeneous Co-Cu and Co-Ag alloy films, *J. Appl. Phys.*, 73, 5320-5325.
- Bhushan, B. and Qi, J., 2003, Phase contrast imaging of nanocomposites and molecularly thick lubricant films in magnetic media, *Nanotechnology*, 14, 886-895.
- Binasch, G., Grünberg, P., Saurenbach, F. and Zinn, W., 1989, Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer Exchange, *Phy. Rev. B*, 39, 4828-4830.
- Binning, G., Quate, C. F. and Gerber, C. H., 1986, Atomic force microscope, *Physics Review Letters*, 56, 930-933.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Chassaing, E., Nallet, P., Trichet, M. F., 1996, Electrodeposition of Cu/Fe₂₀Ni₈₀ magnetic multilayers, *J. Electrochem. Soc.*, 143, 98-100.
- Chien, C. L., 1995, Magnetism and Giant Magneto-Transport Properties in Granular Solids, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, 251, 129-160.
- Chin, T. S., 2000, Permanent magnet films for applications in microelectromechanical systems, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 209, 75-79.
- Cho, H. J., Bhansali, S. and Ahn, C. H., 2000, Electroplated thick permanent magnet arrays with controlled direction of magnetization for MEMS application, *Journal of Applied Physics*, 87, 6340-6342.
- Cullity, B. D., 1956, *Elements of X-ray Diffraction*, Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 514 p.
- Cziraki, K., Padar, J., Toth, J., Bakonyi, I., Peter, L., Kupay, Z., 2001, Additive effects in multilayer electrodeposition: Properties of Co-Cu/Cu multilayers deposited with NaCl additive, *Journal of Physical Chemistry, B*, 105 (44), 10867-10873.
- Das, A., 2010, Prodding the Magnetic Properties of Electrodeposited Co/Cu and Ni/Cu films by Scanning Probes, M. S. Thesis, Deemed University, 71 p.
- Dini, J. W., 1993, An electroplater's view of PVD processing, *Plating & Surface Finishing*, 80, (1), 26-29.
- Dulal, S. M. S. I. and Charles, E. A., 2008, Electrodeposition and composition modulation of Co-Ni(Cu)/Cu multilayers, *Journal of Alloys and Compounds* 455, 274-279.
- Durlu, T. N., 1992, *Katıhal Fiziğine Giriş*, Set Ofset Ltd., 313 s.
- Eckertova, L., 1971, *Physics of Thin Films*, Plenum Press, Newyork and London, Publishers of technical Literature, Prague.
- Eken, A. E., 2008, Characterization of magnetite thin films produced by Sol-Gel processing, M. S. Thesis, Middle East Technical University, 113 p.
- Fabrizio, M., Giorgi C., Morso, A., 2009, A Thermodynamic approach to Ferromagnetism and Phase Transitions, *International Journal of Engineering Science*, 47, 821-839.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Feng, L. J., Zhao, Z., Ying, Y. J., Hua Y. G., Chao C., Qing Z. J., 2006, Electrodeposition behavior of nanocrystalline CoNiFe soft magnetic thin film, Transactions of nonferrous Metals Society of China, 16, 659-665.
- Ferrari, E. F., da Silva, F. C. S., Knobel, M., 1999, Theory of giant magnetoresistance in granular alloys, Physical Review B, 59, 8412-8415.
- Gangasingh, D., Talbot, J. B., 1991, Anomalous Electrodeposition of Nickel-Iron, J. Electrochem. Soc., 138, 12, 3605-3611.
- Garcia-Torres, J., Gómez, E., Vallés, E., 2009a, Evolution of magnetic and structural properties from Ag nanolayers to several microns Co-Ag deposits prepared by electrodeposition, Journal of Electroanalytical Chemistry, 635, 63-68.
- Garcia-Torres, J., Péter, L., Révész, Á., Pogány, L., Bakonyi, I., 2009b, Preparation and giant magnetoresistance of electrodeposited Co-Ag/Ag multilayers, Thin Solid Films, 517, 6081-6090.
- Garcia-Torres, J., Gómez, E., Vallés, E., 2010, Modification of magnetic and structural properties of Co and Co-Ag electrodeposits by sulphur incorporation, Mater. Chem. Phys., 122, 463-469.
- Ghosh, S. K., Dey, G. K., Dusane, R. O., Grover, A. K., 2006, Improved pitting corrosion behaviour of electrodeposited nanocrystalline Ni-Cu alloys in 3.0 wt. % NaCl solution, Journal of Alloys and Compounds, 426, 235-243.
- Ghosh, S. K., Grover, A. K., Chowdhury, P., Gupta, S. K., Ravikumar, G., Aswal, D. K., 2006, High magnetoresistance and low coercivity in electrodeposited Co/Cu granular multilayers, Applied Physics Letters, 89, 132507-1-132507-3.
- Ghosh, S. K., Limaye, P. K., Swain, B. P., Soni, N. L., Agrawal, R. G., Dusane, R. O., Grover, A. K., 2007a, Tribological behaviour and residual stress of electrodeposited Ni/Cu multilayer films on stainless steel substrate, Surface and Coatings Technology, 201, 8, 4609-4618.
- Ghosh, S. K., Limaye, P. K., Bhattacharya, S., Soni, N. L., Grover, A. K., 2007b, Effect of Ni sublayer thickness on sliding wear characteristics of electrodeposited Ni/Cu multilayer coatings, Surface and Coatings Technology, 201, 16-17, 7441-7448.
- Ghosh, S. K., Singh, S., Basu, S., 2010a, Structural and magnetic characterization of electrodeposited Ni/Cu multilayers, Materials Chemistry and Physics, 120, 199-205.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Ghosh, S. K., Dogra A., Srivastava, C., Gupta S. K., 2010b, Effect of annealing and additive agent on magnetoresistance properties of pulse plated Cu-Co nanogranular alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 504, 452-456.
- Gómez, E., Labarta, A., Llorente, A., Vallés, E., 2001, Electrodeposited cobalt + copper thin films on ITO substrata, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 517, 63-68.
- Gupta, D., Nayak, A. C., Kaushik, D., Pandey, R. K., 2005, Investigation of Cu and Co multilayer deposition in aqueous ambient, *J. Phys. Chem. Solids*, 66, 861-868.
- Gupta, D., Nayak, A. C., Sharma, M., Singh, R. R., Kulkarni, S. K., Pandey, R. K., 2006, Study of composition modulation in Cu/Co(Cu) multilayers electrodeposited using pulse trains, *Thin Solid Films*, 513, 187-192.
- Hecker, M., Tietjen, D., Schneider, C. M., Cramer, N., Malkinski, L., Camley, R. E., Celinski, Z., 2002, Thermal Stability and degradation mechanism of NiFe/Cu giant magnetoresistance multilayer systems, *Journal of Applied Physics*, 91, 7203-7205.
- Hergt, R., Andra, W., d'Ambly, C. G., Hilger, I., Kaiser, W. A., Richter, U. and Schmidt, H. G., 1998, Physical limits of hyperthermia using magnetite fine particles, *IEEE Transactions on Magnetics*, 34 (5), 3745-3754.
- Hierold, C., 2004, From micro-to nanosystems: mechanical sensors g onan, *J. Micromech. Microeng.*, 14, S1-S11.
- Hook, J. R. and Hall H. E., 1991, *Solid State Physics*, John & Wiley Sons., Manchester, 474 p.
- Iyer, D. S., 2005, Electrodeposited nanoscale multilayers of Invar with copper, M. S. Thesis, Bangalore University, 153 p.
- Jagtap, R. N. and Ambre, A. H., 2006, Overview literature on atomic force microscopy (AFM); Basics and its important applications for polymer characterization, *Indian Journal of Engineering & Materials Science*, 13, 368-384.
- Jang, S., 2007, Magnetism and Magnetotransport of Magnetic Nanoparticle Arrays, PhD Thesis, Newyork State University, 111 p.
- Jensen, H., Pedersen, J. H., Jorgensen, J. E., Pedersen, J. S., Joensen, K. D., Iversen, S. B., Sogaard, E. G., 2006, *Journal of Experimental Nanoscience*, 1, 355.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Jiang, P., Xie, Si-Shen, Pang, Shi-jin, Gao, Hong-jun, 2002, The combining analysis of height and phase images in tapping-mode atomic force microscopy: a new route for characterization of thiol-coated gold nanoparticle film on solid substrate, *Applied Surface Science*, 191, 240-246.
- Jiles, D. C., 2003, Recent advances and future directions in magnetic materials, *Acta Materiala*, 51, 5907-5939.
- Judy, J. W. and Myung, N., 2002, Magnetic Materials for MEMS, Proceedings of the MRS Workshop on MEMS Materials, San Francisco, CA, 23-26.
- Kapakin, K. A. T., 2006, Transmission Elektron Mikroskopu, Yüzüncü Yıl Üniversitesi Veterinerlik Fakültesi Dergisi, 18 (1), 105-110.
- Karaağaç, Ö., 2007, CoCu Alaşım filmlerinin elektrodepozisyonu, yapısal ve manyetik özellikleri üzerine depoizasyon parametrelerinin etkisinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi, 106 s.
- Karakuşçu, A., 2006, Characterization of maghemite thin films prepared by Sol-Gel processing, M. S. Thesis, Middle East Technical University, 99 p.
- Kittel, 1996, C., 1996, Introduction to Solid State Physics (Katıhal Fiziğine Giriş), Jhon Wiley & Sons, Inc., Türkçe Baskı, 434 s.
- Kockar, H., 2004, Rotation speed induced uniaxial in-plane anisotropy in thin films deposited onto a rotating substrate, *Journal of Superconductivity (Incorporating Novel Magnetism)*, 17 (4), 531-536.
- Kockar, H., Bayirli, M., Alper, M., 2010, A new example of the diffusion-limited aggregation: Ni-Cu film patterns, *Applied Surface Science*, 256, 2995-2999.
- Kuru, H., 2009, Electrodepozisyonla sentezlenen NiFe Alaşım ve NiFeCu/Cu süperörgülerinin yapısal, magnetik, magnetotransport karakterizasyonu, Doktora Tezi, Balıkesir Üniversitesi, 123 s.
- Leaver, K. D. and Chapman B. N., 1971, Thin Films, Wykeham Publications (London) Ltd. (A member of the Taylor and Francis Group), London and Winchester.
- Lee, S. F., Pratt, W. P., Loloee, R., Schroeder, P. A. and Bass, J., 1992, Field dependent interface resistance of Ag/Co multilayers, *Phys. Rev. B*, 46, 548-551.
- Lenczowski, S. K. J., Schoneberger, C., Gijs M. A. M., de Jonge, W. J. M., 1995, Giant Magnetoresistance of electrodeposited Co/Cu multilayers, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 148, 455-465.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Levy, P. M., 1995a, Current understanding and open questions on giant magneto resistance, *J. Magn. Mater.*, 485, 140-144.
- Levy, P. M. and Zhang, S., 1995b, Our current understanding of giant magnetoresistance in transition-metal multilayers, *J. Magn. Mater.*, 151, 315-323.
- Li, C. H., Lu, H. B., Xiong, W. H., Chen, X., 2002, Diamond and graphite coated with polyalloys by an immersion method, *Surface and Coatings Technology*, 150, 163-169.
- Liu, Q. X., Peter, L., Toth, J., Kiss, L. F., Cziraki, A., Bakonyi, I., 2004, The rol of nucleation in the evolution of giant magnetoresistance with layer thicnesses in electrodeposited Co-Cu/Cu multilayers, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 280, 60-74.
- Makhlouf, S. A., Sumiyama, K., Wakoh, K., Suzuki, K., Takanashi, K., Fujimori, H., 1993, Giant magnetoresistance of Fe-cluster-dispersed Ag films, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 126, 485-488.
- Marton, L., 1968, *Early history of the electron microscope*, San Francisco Press, 1-8.
- McGuire, T. R. and Potter, R. I., 1975, Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys, *IEEE Trans. Magn.* 4, 1018-1038.
- Meuleman, W. R. A., Roy, S., Peter, L., Varga, I., J., 2002, Effect of Current and Potantial Waveforms on Sublayer Thickness of Electrodeposited Copper-Nickel Multilayers, *Electrochem. Soc.* 149, C479-C486.
- Miyazaki, T., 1993, Magnetoresistance of Alloy Films and Multilayers, *IEEE Trans. J. Magn. Japan*, 8, 5, 351-360.
- Mubarak, A., Hamzah, E., Toff, M. R. M., 2005, Review of Physical Vapour Deposition (PVD) technique for hard coating, *Journal Mechanical*, 20, 42-51.
- Müller, C., Sarret, M., Andreu, T., 2003, Electrodeposition of ZnMn Alloys Using Pulse Plating, *J. Electrochem. Soc.* 150 (11), C772.
- Nabiyouni, G. and Schwarzacher, W., 2005, Growth, characterization and magnetoresistive study of electrodeposited Ni/Cu and Co-Ni/Cu multilayers, *Journal of Crystal Growth*, 275, 1252-1259.
- Nam, H. S., Yakoshima, T., Nakanishi, T., Osaka, T., Yamazaki, Y., Lee, D. N., 2001, Microstructure of Electroplated soft magnetic CoNiFe thin films, *Thin Solid Films*, 384, 288-293.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Ohgai, T., Hoffer, X., Gravier, L., Wegrowel, J. E., Ansermet, J. P., 2003, Striped Cu/Co Nanowires Grown by Electroplating into Etched Pores, *Nanotechnology*, 14, 978.
- Öksüzoglu, R. M., Elmali, A., Weirich, T. E., Fuess, H., Hahn, H., 2000, Evolution of the surface roughness (Dynamic Scaling) and microstructure of sputter-deposited Co₂₅Ag₇₅ granular films, *J. Phys. Condensed Matter*, 12, 9237-9245.
- Pandya D. K., Gupta P., Kashyap, S. C., Chaudhary, S., 2009, Electrodeposition and characterization of Cu/Co multilayers: Effect of individual Co and Cu layers on GMR magnitude and behavior, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 321, 957.
- Pang, G. K. H., Baba-Kishi, K. Z., Patel, A., 2000, Topographic and phase-contrast imaging in atomic force microscopy, *Ultramicroscopy*, 81, 35-40.
- Pang, C. H., Hing, P., See, A., 2002, Application of phase-imaging tapping-mode atomic-force microscopy to investigate the grain growth and surface morphology of TiSi₂, *J. Vac. Sci. Technol. B*, 20 (5), 1866-1869.
- Pattanaik, G. R., Pandya, D. K., Kashyap, S. C., 2001, Giantmagnetoresistance and magnetic properties of electrodeposited Cu-Co granular films, *Journal of Alloys and Compounds*, 326, 260-264.
- Peven, D. R. and Gruhn, J. D., 1985, The Development of Electron Microscopy., *Arch. Pathol Lab. Med.*, 683-691.
- Pratt, W. P., Lee, S. F., Slaughter, J. M., Loloee, R., Schroeder, P. A., and Bass, J., 1991, Perpendicular giant magnetoresistances of Ag/Co multilayers, *Phys.Rev. Lett.*, 66, 3060–3063.
- Rafaja, D., Schimpf, C., Schucknecht, T., Klemm, V., Peter, L., Bakonyi, I., 2011, Microstructure formation in electrodeposited Co-Cu/Cu multilayers with GMR effect: Influence of current density during magnetic layer deposition, *Acta Materialia*, 59, 2992 .
- Rajasekaran, N. and Mohan, S., 2009, Preparation, corrosion and structural properties of Cu-Ni multilayers from sulphate/citrate bath, *Corrosion Science*, 51, 2139-2143.
- Ross, C. A., 1994, Electrodeposited Multilayer Thin Films, *Ann. Rev. Mater. Sci.* 24, 159-188.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Rout, S., Kumar, M. S., Aswal, D. K., Gupta, S. K., 2010, Superparamagnetism and giant magnetoresistance in sputtered FeCuAg granular films, *Physica B*, 405, 345-351.
- Roy, S., Matlosz, M. and Landolt, D., 1994, Effect of Corrosion on the Composition of Pulse-Plated Cu-Ni Alloys, *J. Electrochem. Soc.*, 141, 1509-1517.
- Roy, S. and Landolt, D., 1995, Effect of Off-Time on the Composition of Pulse-Plated Cu-Ni Alloys *J. Electrochem. Soc.*, 142, 3021-3027.
- Roy, S., 1998, Electrodeposition of compositionally modulated alloys by a electrodeposition-displacement reaction method, *Surf. Coat. Technol.*, 105, 202-205.
- Sadeghi, H. and Zolanvari, A., 2009, Characterization of Annealed Ni/Cu multilayers on Si(100), *Armenian Journal of Physics*, 2, 302-306.
- Safak, M., Alper, M., Kockar, H., 2006, Parameters affecting microstructure and magnetoresistance of electrodeposited Co-Cu alloy films, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 304, 784-786.
- Sam, S., Fortas, G., Guittoum, A., Gabouze, N., Djebbar, S., 2007, Electrodeposition of NiFe films on Si (100) substrate, *Surface Science*, 601, 4270-4273.
- Saraç, U., 2005, Magnetik CoAg Granular İnce Filmlerinde Ag Matrix-Textur Etkisinin, Magnetik Direnç İle İlişkisinin, FPP, GIXD ve GEX Karakterizasyon Teknikleri İle Araştırılması, Selçuk Üniversitesi, 76 s.
- Schwarzacher, W. and Lashmore, D. S., 1996, Giant magnetoresistance in electrodeposited films, *IEEE Trans. Magn.*, 32, 3133-3153.
- Schwarzacher, W., Attenborough, K., Michel, A., Nabyouni, G., Meier, J. P., 1997, Electrodeposited Nanostructures, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 165, 23-29.
- Singh, S., Basu, S., Poswal, A. K., Gupta, M., 2005, Unpolarized and polarized neutron reflectometry for magnetic structure of nickel-copper multilayer film, *Solid State Communications*, 136, 400-403.
- Singh, S., Basu, S., Ghosh, S. K., 2009, Structure and morphology of Cu/Ni film grown by electrodeposition method: A study of neutron reflectivity and AFM, *Appl. Surf. Sci.* 255, 15, 5910-5916.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Shiratsuchi, Y., Yamamoto, M., Bader, S. D., 2007, Magnetism and surface structure of atomically controlled ultrathin metal films, *Progress in Surface Science*, 82, 121-160.
- Stearns M. B., Cheng Y., Determination of para-and ferromagnetic components of magnetization and magnetoresistance of granular Co/Ag films, *J. Appl. Phys.*, 75, 6894, (1994). 6900.
- Sundaresan, A. and Rao, C. N. R., 2009, Ferromagnetism as a universal feature or Inorganic nanoparticles, *Nano Today*, 4, 96-106.
- Takanashi, K., Park, J., Sugawara, T., Hono, K., Goto, A., Yasuoka, H., Fujimori, H., 1996, Giant magnetoresistance and microstructure in Cr-Fe and Co-Cu heterogeneous alloys, *Thin Solid Films*, 275, 106-110.
- Takeda, H., Kataoka, N., Fukamichi, K., Shimada, Y., 1994, Giant Magnetoresistance in Bulk Cu-Rich Co-Cu, Co-Ni-Cu and Fe-Ni-Cu Granular Alloys, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 33, 102-105.
- Tiwari, A., Kumar, M. S., 2006, Influence of sputtering pressure on the giant magnetoresistance and structure in Fe-Cu-Ni thin films, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 303, 165-168.
- Tiwari, A. and Kumar, M. S., 2007, Effect of addition of Ni on the structure and giant magnetoresistance in Fe-Cu films, *Physica B*, 387, 63-68.
- Tripathi, J. K. and Srivastava, P. C., 2008, Ion irradiation induced nano granular magnetic Fe₅Si₃ silicide phase formation in Fe/Si structures, *Applied Surface Science*, 255, 2767-2772.
- Tsoukatos, A., Wan, H., Hadjipanayis, G. C., 1992, Giant magnetoresistance in magnetically inhomogeneous thin films, *Applied Physics Lett.*, 61, 3059-3061.
- Tsymbal, E. Y. and Pettifor, D. G., 2001, Perspectives of Giant Magnetoresistance, *Solid State Physics* edited by Ehrenreich and Spaepen F., Academic Press, 56, 113-237.
- Valdre, G., 1998, 3D Magnetic characterization of nanocrystalline cobalt thin films by combined magnetic force and Lorentz microscopy, *Nanostructured Materials*, 10, 3, 419-425.
- Wang, J. Q. and Xiao, G., 1994a, Transition-metal granular solids: Microstructure, magnetic properties and giant magneto resistance, *Phys.Rev. B*, 49, 3982-3996.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Wang, J. Q. and Xiao, G., 1994b, Giant magnetoresistance in heterogeneous Co-Cu and Co-Ag alloy films, *J. Appl. Phys.*, 73, 5320-5325.
- Weihnacht, W., Peter, L., Toth, J., Padar, J., Kerner, Zs., Schneider, C. M., Bakonyi, I., 2003, Giant Magnetoresistance in Co-Cu/Cu Multilayers Prepared by Various Electrodeposition Control Modes, *J. Electrochem. Soc.*, 150, C507-C515.
- Wen, M., Wang, Y., Wu, Q., Jin, Y., Cheng, M., 2010, Controlled fabrication of 0 & 2D NiCu amorphous nanoalloys by the cooperation of hard-soft interfacial templates, *Journal of Colloid and Interface Science*, 342, 229-235.
- Wilson, A. J. C., 1962, On variance as a measure on line broadening in diffractometry, General theory and small particle size, *Proc. Phys. Soc.*, 80, 286-294.
- Xiao, J. Q., Jiang, J. S., Chien, C. L., 1992a, Giant magnetoresistance in nonmultilayer magnetic systems, *Phys. Rev. Lett.*, 68, 3749-3752.
- Xiao, J. Q., Jiang, J. S., Chien, C. L., 1992b, Giant magnetoresistance in the granular Co-Ag system, *Phys. Rev. B*, 46, 9266-9269.
- Xu, M., Luo G., Chai, C., Mai, Z., Lai, W., Wu, Z., Wang, D., 2000, Effect of annealing on the microstructure of Ni₈₀Fe₂₀/Cu Multilayers, *Journal of Crystal Growth*, 212, 291-298.
- Zhang, S. and Levy, P. M., 1993, Conductivity and magneto resistance in magnetic granular films, *J. Appl. Phys.*, 73, 5315-5319.

ÖZGEÇMİŞ

Adı: Umut

Soyadı: SARAÇ

Doğum Tarihi ve Yeri: 01.09.1978-KARABÜK

Medeni Hali: Evli, 1 erkek çocuklu

Memleketi: ULUS/BARTIN

Mesleği ve Meslekteki Çalışma Süresi: Fizik-Fen ve Teknoloji Öğretmeni-10 yıl

Çalıştığı Kurum: MEB Ülkü İlköğretim Okulu/ESKİŞEHİR

Yabancı Dil: İngilizce (ÜDS 70 Puan).

Öğrenim Durumu:

2005-2011	Doktora	Eskişehir Osmangazi Üniversitesi	Fizik Bölümü
2002-2005	Yüksek Lisans	Selçuk Üniversitesi Konya	Fizik Bölümü
1997-2001	Lisans	Gazi Üniversitesi Ankara	Fizik Eğitimi

YAYINLAR

Uluslar Arası Konferanslarda Yayımlanan Poster Bildiri

- Studies on Surface Morphology, Structural and Magnetic Properties of NiFe/Cu Multilayers Produced by Electrodeposition Technique, International Conference on the Formation of Semiconductor Interfaces, Weimar-Germany, 2009.
- Surface Morphology Studies and Magnetic Properties of Electrodeposited NiFe/Cu Multilayers, International Conference on Nanomaterial and Nanoscience, İstanbul, 2009.
- Studies on Surface Morphology, Structural and Magnetic Properties of Electrodeposited NiFeCu/Cu Thin Films, International Conference on Superconductivity and Magnetism (ICSM), Antalya, 2010.

- AFM and STM studies, Magnetic and Structural Properties of NiFeCu/Cu Thin Films Produced by Electrodeposition Technique, NanoTR-VI, Çeşme-İzmir, 2010.
- Investigation of correlation between matrix-textur, intrinsic residual stress and magnetoresistance effect in co-sputter deposited $\text{Co}_{25}\text{Ag}_{75}$ nano granular films, NanoTR-VI, Çeşme-İzmir, 2010.
- Characterization of microstructure and evolution of intrinsic residual stress in co-sputter deposited $\text{Ag}_{75}\text{Co}_{25}$ granular thin films, NanoTR-VI, Çeşme-İzmir, 2010.
- Surface Morphology, Structural and Magnetic Properties of Electrodeposited NiFeCu/Cu Films, International Conference on Nanoscale Magnetism (ICNM), Gebze-Kocaeli, 2010.
- The role of Electrolyte Temperature on Grain Size and Surface Morphology of NiCu Films Electrodeposited on ITO Glass Substrates, NanoTR-VII, İstanbul, 2011.
- Application of phase-imaging tapping mode AFM of Electrodeposited NiFeCu/Cu Films, NanoTR-VII, İstanbul, 2011.
- Effect of Electrolyte Concentration on Composition, Grain Size, and, Surface Morphology of NiCu Films Electrodeposited on ITO Glass Substrates, NanoTR-VII, İstanbul, 2011.

SCI-Index Kapsamında Hakemli Dergilerde Yayımlanan Makale

M.Celalettin Baykul, Umut Sarac, Mursel Alper, Surface Morphology, Structural and Magnetic Properties of Electrodeposited NiFeCu/Cu Films, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 2011 (kabul edildi).