

H. TARİM, 2016

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



T.C.
ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

HIZLI ANODİZASYON TEKNİĞİ İÇİN HÜCRE TASARIMI: Fe, NiFe
NANOTELLERİN ÜRETİMİ VE MANYETİK KARAKTERİZASYONU

HATİCE TARİM

Eylül 2016

T.C.
ÖMER HALİSDEMİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

HIZLI ANODİZASYON TEKNİĞİ İÇİN HÜCRE TASARIMI: Fe, NiFe
NANOTELLERİN ÜRETİMİ VE MANYETİK KARAKTERİZASYONU

HATİCE TARİM

Yüksek Lisans Tezi

Danışmanlar

Prof. Dr. Orhan YALÇIN

Eylül 2016

Hatice TARİM tarafından **Prof. Dr. Orhan YALÇIN** ve **Doç. Dr. Giray KARTOPU** danışmanlıklarında hazırlanan “**Hızlı Anodizasyon Tekniği İçin Hücre Tasarımı: Fe, NiFe Nanotellerin Üretimi ve Manyetik Karakterizasyonu**” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Ömer Halisdemir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Fizik** Ana Bilim Dalı’nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan :  : Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN Gaziosmanpaşa Üniversitesi

Üye :  : Prof. Dr. Orhan YALÇIN Ömer Halisdemir Üniversitesi

Üye :  : Yrd. Doç. Dr. Zafer NERGİZ Ömer Halisdemir Üniversitesi

ONAY:

Bu tez, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulunca belirlenmiş olan yukarıdaki jüri üyeleri tarafından/....../20.... tarihinde uygun görülmüş ve Enstitü Yönetim Kurulu’nun/....../20.... tarih ve sayılı kararıyla kabul edilmiştir.

....../....../20...

Doç. Dr. Murat BARUT
MÜDÜR V.

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Hatice TARİM



ÖZET

HIZLI ANODİZASYON TEKNİĞİ İÇİN HÜCRE TASARIMI: Fe, NiFe NANOTELLERİN ÜRETİMİ VE MANYETİK KARAKTERİZASYONU

TARİM, Hatice

Ömer Halisdemir Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman : Prof. Dr. Orhan YALÇIN
İkinci Danışman : Doç. Dr. Giray KARTOPU

Eylül 2016, 60 sayfa

Bu tezde, hızlı anodizasyon tekniği için hücre tasarlandı ve imal edildi. Manyetik nanotellerinin oluşumu için bir şablon olarak anodik alüminyum oksit (AAO) hızlı anodizasyon tekniği ile farklı kimyasal oyma koşulları altında elektro-kimyasal oksidasyon ile imal edildi. Anodik alüminyum oksit (AAO) şablonunun bir yüzeyi üzerindeki engel tabakası gerekli kimyasal işlemler ile kaldırıldı. Düzenli altıgen yapılı AAO şablonunun bir yüzeyi buhar biriktirme (BB) methodu kullanılarak metal ile kaplandı. Yüksek yoğunluklu Fe ve Ni₈₀Fe₂₀ nanoteller nano ölçekli AAO şablon içerisinde elektrokimyasal depolama tekniği ile büyütüldü. Fe ve Ni₈₀Fe₂₀ nanotellerinin manyetik özellikleri elektron spin rezonans (ESR) ve titreşimli örnek manyetometre (TÖM) yöntemleri kullanılarak incelendi.

Anahtar Sözcükler: Hızlı anodizasyon tekniği, anodik alüminyum oksit (AAO), manyetik nanoteller, elektron spin rezonans (ESR), titreşimli örnek manyetometre (TÖM) tekniği

SUMMARY

CELL DESIGN FOR HARD ANODIZATION TECHNIQUE: FABRICATION AND MAGNETIC CHARACTERIZATION OF Fe, NiFe NANOWIRES

TARİM, Hatice

Ömer Halisdemir University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Physics

Supervisor : Prof. Dr. Orhan YALÇIN
Co-Advisor : Assoc. Prof. Dr. Giray KARTOPU

September 2016, 60 pages

In this thesis, an electrochemical cell for hard anodization technique was designed and manufactured. Anodic aluminum oxide (AAO) as a template for the formation of magnetic nanowires were fabricated by electrochemical oxidation under different chemical etching conditions with hard anodization. The barrier layer on the bottom surface of the anodic aluminium oxide (AAO) template was removed by chemical treatment. One surface of the hexagonally ordered AAO template was coated with the metal by using the thermal evaporation (TE) method. High-density Fe and Ni₈₀Fe₂₀ nanowires were grown in nanosize of AAO template via the electrodeposition method. Magnetic properties of Fe and Ni₈₀Fe₂₀ nanowires were investigated by using the electron spin resonance (ESR) and vibrating sample magnetometer (VSM) methods.

Keywords: Hard anodization techniques, anodic aluminum oxide (AAO), magnetic nanowires, electron spin resonance (ESR), vibrating sample magnetometer (VSM) methods

ÖN SÖZ

Bu yüksek lisans tezinde, hızlı anodizasyon tekniđi için hücre tasarlanıp imal edildi. İmal edilen hücre çift kullanılarak anodizasyon sonucunda düzgün yapılı anodik alüminyum oksit (AAO) şablon üretildi. Bu şablonların alüminyumla temas eden yüzeyindeki bariyer tabakası gerekli kimyasal işlemlerle temizlendi. Elde edilen bu düzgün yapılı AAO şablonların bir yüzeyi metalle kaplandı. Depolama hücresi ve gerekli kimyasal çözeltiler kullanılarak Fe ve Ni₈₀Fe₂₀ nanoteller AAO şablon içerisinde büyütüldü. Büyütülen bu nanotellerin manyetik özellikleri elektron spin rezonans (ESR) ve titreşimli örnek manyetometre (TÖM) teknikleri ile elde edilen veriler yardımıyla çalışıldı.

Tez çalışmam boyunca bilgi, tecrübe ve yardımlarını esirgemeyen, bana her türlü desteđi veren tez danışmanlarım Sayın Prof. Dr. Orhan YALÇIN ve Sayın Doç Dr. Giray KARTOPU'na en içten teşekkürlerimi sunarım.

Gebze Teknik Üniversitesi öğretim üyelerinden Doç. Dr. Numan AKDOĞAN ve Ramazan TOPKAYA'ya yardımlardan dolayı çok teşekkür ederim.

Tez çalışmamla ilgili olarak vaktini ayırıp ilgi ve desteđini esirgemeyen Dr. Songül ÖZÜM'e teşekkür ederim.

Hayatım boyunca maddi ve manevi desteđini esirgemeyen ve tez boyunca anlayışları için annem Rakiye TARİM, babam Ramazan TARİM, kardeşlerim Ömer TARİM ve Veli Erkan TARİM ' e sonsuz şükranlarımı sunarım.

Bu teze FEB2015/11-BAGEP numaralı proje ile finansal destek sağlayan Ömer Halisdemir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Birimine katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Ayrıca ismini yazamadığım ama bu tezin oluşmasında en küçükte dahi katkısı olan herkese en içten dileklerle teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET	iv
SUMMARY	v
ÖN SÖZ	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
FOTOĞRAF VB. MALZEME DİZİNİ	xii
SİMGE VE KISALTMALAR	xiii
BÖLÜM I GİRİŞ	1
BÖLÜM II KURAMSAL BİLGİ	5
2.1 Manyetizma	5
2.2 Manyetik Maddelerin Sınıflandırılması	5
2.3 Ferromanyetik Rezonans	10
2.4 Mıknatıslanma İçin Hareket Denklemi	12
2.5 Ferromanyetik Rezonans Şartının Elde Edilmesi	13
2.6 Manyetik Nanoteller İçin Enerji İfadesi	18
BÖLÜM III DENEYSEL YÖNTEM	20
3.1 Hızlı Anodizasyon Tekniği İçin Hücre Tasarımı	20
3.2 Anodik Alüminyum Oksit (AAO) Şablonların Hazırlanması	24
3.2.1 Birinci anodizasyon	27
3.2.2 İkinci anodizasyon	28
3.2.3 AAO şablonların taramalı elektron mikroskop (TEM) görüntüleri	29
3.3 Fe ve NiFe Nanotellerin AAO İçerisinde Büyütülmesi	30
3.4 Nanotellerin Taramalı Elektron Mikroskop (TEM) görüntüleri	32

3.5 Manyetik Karakterizasyon Ölçüm Teknikleri.....	32
3.5.1 Ferromanyetik rezonans ölçüm tekniği.....	33
3.5.2 TÖM ölçüm tekniği.....	35
BÖLÜM IV BULGULAR VE TARTIŞMA.....	37
4.1 Fe ve NiFe Nanotellerin TÖM Ölçümleri.....	37
4.2 Fe ve NiFe Nanotellerin FMR Ölçümleri.....	40
BÖLÜM V SONUÇ.....	44
KAYNAKLAR.....	46
ÖZ GEÇMİŞ.....	60



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Manyetik sistemlerin sınıflandırılması, manyetik alan yokluğunda/ varlığında manyetik momentlerin düzeni ve manyetik sistemlerin temsili histerezis eğrileri.....	9
Çizelge 3.1. Kullanılan çözeltiye göre gözenek yarıçapının ölçüleri.....	30



ŞEKİLLER DİZİNİ

- Şekil 2.1. Ferromanyetik bir sistemin temsili manyetik histerezis ($m-h$) eğrisi..... 7
- Şekil 2.2. Çekirdek etrafında dolanan elektronun yörünge ve spin hareketlerinin temsili gösterimi (a), momentum vektörlerine karşılık gelen manyetik momentler ve toplamalarının vektör temsilleri (b) 11
- Şekil 2.3. İnce filmlerde, örnek geometrisi, denge mıknatıslanmasının bağlı yönelimi ve dış manyetik alanın temsili gösterimi 14
- Şekil 2.4. Manyetik alan yokken ve artan manyetik alanda temsili olarak bir serbest elektronun rezonans ve enerji seviyeleri, soğurduğu güç ve gücün manyetik alana göre birinci dereceden türevi (dP/dH). ΔH_{pp} ve $1/T_2$ çizgi genişliği, H_{res} rezonans alan, ω/γ ise rezonans frekansıdır 17
- Şekil 2.5. Düzenli sıralanmış nanoteller için örnek geometrisi, denge mıknatıslanmasının bağlı yönelimi ve dış manyetik alanın temsili gösterimi 19
- Şekil 3.1. Yaygın olarak kullanılan anodizasyon işlemi için anot ve katot 'un temsili gösterimi (a), hızlı anodizasyon için imal edilen hücredeki çalışma elektrotlarının temsili gösterimi (b) 21
- Şekil 3.2. Hızlı anodizasyon süreci için çalışma hücresinin bileşenlerinin temsili çizimi23
- Şekil 3.3. 1-Alüminyumun elektrolitle karşılaşması sonucu elektrolit/alüminyum ara yüzeyinde koruyucu katmanın meydana gelmesi, 2- yüzey dalgalanmaları sebebiyle ortaya çıkan sınırlı alan dağılımları,3- sıcaklık ya da alan etkisiyle çözünmeler sonucunda gözeneklerin meydana gelmesi,4- kararlı gözenek büyümesi.....25
- Şekil 3.4. Elektrokimyasal temizleme için deneysel sistemin şematik gösterimi.....26
- Şekil 3.5. Birinci anodizasyon sürecinin temsili gösterimi 27
- Şekil 3.6. İkinci anodizasyon sürecinin temsili gösterimi 28
- Şekil 3.7. (a) İkinci anodizasyon süreci sonunda elde edilen AAO şablonun bir yüzeyi metalle kaplanmış olduğu durumun temsili gösterimi, (b) Fe, NiFe nanotellerin büyütülmesi için depolama hücresinin temsili gösterimi.....31

Şekil 3.8. a) ESR spektrometresinin blok diyagramı ve b) Bruker EMX spektrometresi.....	34
Şekil 3.9. Sinyallerin belirli açılarda alınmasını sağlayan gonyometre.....	35
Şekil 3.10. Manyetik histerezis eğrilerinin ölçümünün yapıldığı TÖM cihazı ve bileşenleri.....	36
Şekil 4.1. Demir (Fe) nanotel için manyetik alanın tele paralel ve dik pozisyonlarındaki normalize edilmiş mıknatıslanmaları.....	37
Şekil 4.2. Nikel-Demir ($Ni_{80}Fe_{20}$) nanotel için manyetik alanın tele paralel ve dik pozisyonlarındaki normalize edilmiş mıknatıslanmaları	38
Şekil 4.3. Nikel-demir ($Ni_{80}Fe_{20}$) ve demir nanoteller için koersif alanın tele paralel ve dik pozisyonlarındaki değerleri	39
Şekil 4.4. Nikel-demir ($Ni_{80}Fe_{20}$) ve demir nanoteller için M_r/M_s değerlerinin tele paralel ve dik pozisyonlarındaki değerleri	40
Şekil 4.5. Nikel-demir nano tel için oda sıcaklığında tele paralel (sıfır derece) konumdan başlayarak tele dik konuma kadar (doksan derece) farklı açılarda seçilmiş bazı ESR sinyalleri	41
Şekil 4.6. Demir nano tel için rezonans alan değerinin açı ile değişimi. Burada sıfır derece dış manyetik alanın nanotele paralel pozisyonunu göstermektedir	42
Şekil 4.7. Nikel- demir nano tel için rezonans alan değerinin açı ile değişimi. Burada sıfır derece dış manyetik alanın nanotele paralel pozisyonunu göstermektedir.....	43

FOTOĞRAF VB. MALZEMELER DİZİNİ

Fotoğraf 3.1. Hızlı anodizasyon için çalışma hücresinin farklı yönlerden çekilmiş resmi ve deneyde kullanımı	23
Fotoğraf 3.2. Fizik ana bilim dalı nanobilim ve nanoteknoloji laboratuvarında bulunan saf su elde etme cihazı (a), ultrasonik temizleyici (b), yüksek sıcaklık fırını (c) ve argon (Ar) ve azot (N ₂) gazları (d) içeren tüpler	26
Fotoğraf 3.3. Hızlı anodizasyon tekniği ile 126V'ta 60 dk surede üretilen AAO şablonun bariyer tabakasının (a) yan kesit (kavisli kısım) ve (b) (üst yüzeyine ait te görülen kavisli kısım ile birlikte) taramalı elektron mikroskobu (TSEM) görüntüleri.....	29
Fotoğraf 3.4. Hızlı anodizasyon tekniği ile üretilen AAO şablonun üst kesitten farklı ölçekteki TEM görüntüleri	29
Fotoğraf 3.5. Hızlı anodizasyon tekniği ile üretilmiş AAO şablon içerisinde büyütülen Ni ₈₀ Fe ₂₀ nanotellerin farklı ölçeklerde çekilmiş TEM görüntüleri, soldaki resim kesitten sağdaki resim ise üstten çekilmiştir	32

SİMGE VE KISALTMALAR

Simgeler	Açıklama
M	Mıknatıslanma
M _S	Doyum mıknatıslanması
M _d	Demagnetizasyon mıknatıslanması
C	Curie sabiti
μ	Manyetik moment
μ_B	Bohr magnetonu
Fe	Demir
Ni	Nikel
Pt	Platinyum
Al	Alüminyum
F	Serbest enerji
J	Exchange (değiş-tokuş) sabiti
S	Spin açısal momentumu
H _d	Demanyetizasyon alanı
ω	Açısal frekans
γ	Jiromagnetik oran
H _{eff}	Toplam efektif manyetik alan
T _c	Curie sıcaklığı
T	Tesla
Oe	Oersted
r	Nano teller arası uzaklık
d	Bir nanotelin çapı
P	Doldurma faktörü
α	Gilbert sönüm sabiti
G	Gauss
GHz	Giga hertz
h	Planck sabiti
μ	Manyetik dipol moment

\vec{L}	Yörünge açışal momentumu
\vec{H}	Dış manyetik alan
\hat{S}	Spin operatör
m_s	Spin kuantum sayısı
\vec{M}	Mıknatıslanma vektörü
μ_B	Bohr manyetonu
χ	Manyetik alınganlık

Kısaltmalar

Açıklama

ha	Hızlı Anodizasyon
AAO	Anodik Alüminyum Oksit
nm	Nanometre
MR	Manyetik Rezonans
FM	Ferromanyetik
DiM	Diyamanyetik
PM	Paramanyetik
AFM	Antiferromanyetik
FiM	Ferrimanyetik
FMR	Ferromanyetik Rezonans
EPR	Elektron Paramanyetik Rezonans
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans
ESR	Elektron Spin Rezonans
TEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	X-ışını Kırınımı
TÖM	Titreşimli Örnek Manyetometresi
OPG	Out-of-Plane Geometri
IPG	In-Plane Geometri
BB	Buhar Biriktirme
RF	Radyo Frekans

BÖLÜM I

GİRİŞ

Son yıllarda, nanoteknoloji kaynaklı gelişmeler insanlık tarihinde yeni bir devrimi oluşturacak potansiyele erişti. Metrenin milyarda birine karşılık gelen ölçeğe verilen nanometre (nm) aynı zamanda yaklaşık olarak bir su molekülü büyüklüğüdür. Atom ve molekül ölçeğinde üretilen malzemelerin, cihazların inşa edilmesi ve bu malzemelerin temel özelliklerinden yararlanılması nanoteknoloji olarak bilinmektedir. Uygulamalar açısından kuantum etkilerin en iyi gözlemlendiği malzemeler nano ölçekli yapılardır. Bu yönüyle işlevselliği fazla olan nanoteknoloji cihazları kuantum yasaların devreye girmesini sağlayarak malzemelerin yeni ve fonksiyonel optik, elektrik, plazmonik, spintronik, sensör ve manyetik özelliklerinin araştırılmasına fırsat verir. İşte bu nedenle kuantum etkilerin gözlemlendiği nano ölçekli malzemelerin yeni özelliklerinin tekstil, otomotiv sanayi, savunma sanayi, inşaat, ilaç sanayi ve tıp alanında devrim oluşturması beklenmektedir.

Nanoteknolojinin fonksiyonel oluşu pek çok farklı yapı ve malzemelerin hazırlanmasına, çok sayıda disiplinler arası bilimlere ve yeteri kadar temel bilimsel araştırmalara ortam hazırlamaktadır. Nano ölçekte hazırlanan cihazlar, maddelerin elektrik ve ısıl özellikleri açısından önem arz etmektedir. Bu nedenle 1-100 nm ölçeğinde nano teknolojik cihazlar tek, iki ve üç boyutlu olacak şekilde üretilmektedir (Aktaş vd., 2003; Aktaş vd., 2006; Garcia vd., 2015; Kartopu vd., 2014). Nano-nokta, nano-kök, nano-tüp ve nanoteller tek boyutlu ürünler iken ince filmler iki boyutlu malzemelere örnektir (Yalçın, 2012). Üç boyutta ise nano-tozlar (nanopowder) ve nanoparçacıklar (nanoparticles) iyi birer örnek teşkil etmektedir (Ma vd., 2016). Nanotelleri üretmek için çok farklı teknikler olup bu tür malzemelerin elde edilmesi büyük külfet gerektirmektedir (Óvári vd., 2015; Kartopu ve Yalçın, 2010; Lee vd., 2009; Suh vd., 2012). Bu nedenle ucuz, hızlı ve kontrol edilebilirliği yüksek teknikler temel araştırmacıların ilgi alanındadır. Bu teknikler arasında nanotellerin elektrokimyasal yöntemle büyütüldüğü anodik alüminyum oksit (AAO) kalıpların üretilmesi başta gelmektedir (Adeela vd., 2015; Ahmad vd., 2015; Atalay vd., 2010; Han vd., 2015; Kartopu vd., 2008; Kartopu vd., 2009; Kartopu vd.,

2010; Kartopu vd., 2014; Rani vd., 2008; Samanifar vd., 2015; Yalçın vd., 2004; Yalçın vd., 2015; Zafar vd., 2015).

Elektrokimyasal yöntemin gözenek boyutları, periyodikliği, hızlı ve kontrol edilebilir olması, gözenekler arası mesafenin ayarlanabilmesi ve dikey kesitten bakıldığında gözeneklerin nano boyutta ve hemen hemen kusursuz olarak altıgen şeklinde oluşabilmesi gibi diğer yöntemlerden üstünlükleri bulunmaktadır. AAO kalıplar optik olarak geçirgen olup, optik ve manyeto-optik özelliklerin araştırılmasına fırsat verir (Hamidi vd., 2015; Xie vd., 2016). Gözeneklerde biriktirilen maddelerin görünür ışık bölgesindeki spektroskopik karakterizasyonu için idealdir. AAO kalıpları elektrokimyasal yöntemle iki adımla elde edilmektedir (Yalçın vd., 2004; Kartopu vd., 2008; Kartopu vd., 2009, Kartopu vd., 2010). Bu iki adımla yapılan anodizasyon işlemleri ile elde edilen kalıp/şablon son derece uzun sürmekte ve çok emek gerektirmektedir. Bu durum temel araştırmacılar için zaman, emek ve iş kaybı olarak büyük bir sorun oluşturmaktadır. Bu nedenle AAO şablonu üretilirken kaybedilen zamanın kazanılması hızlı ve güvenilir bir yol ile gerçekleştirilebilir.

AAO şablonun hızlı ve güvenilir bir yol ile üretilme yöntemlerinden en ucuz ve en kolay olanı hızlı anodizasyon (ha) tekniğidir. Alüminyum levhaların anodizasyon işlemi 1950'li yıllara dayanmaktadır (Kartopu ve Yalçın, 2010; Keller et al., 1953). Anodizasyon işlemi altmışlı yıllarda yoğun bir şekilde kullanılmıştır (Csokán, 1961; Csokán, 1962; Csokán, 1964; Lichtenberger-Bajza, 1960). Modern anlamda bu işlem 1995 yılında Masuda (Masuda, 1995) ile başlamış olup Lee-Gösele ve grup arkadaşları tarafından hızlı anodizasyon tekniğiyle devam ettirilmiştir (Lee, vd., 2006; Lee, vd., 2008; Lee, vd., 2010). Hızlı anodizasyon süreci, düşük sıcaklık ve yüksek akımda bulunan asitler (sülfürik asit vb.) kullanılarak karakterize edilip yüksek hızda oksit kaplama avantajından dolayı çeşitli endüstri uygulamalarında yaygın bir şekilde kullanılır. Hızlı anodizasyon işlemi son yıllarda fosforik asit ve oksalik asit gibi farklı asit türleriyle de yapılmaktadır. Hızlı anodizasyon işlemi, elektrokimyasal süreç boyunca nano-gözenekli AAO zarlar (membranes) üretmek için hızlı ve ucuz bir yöntemdir (Almasi vd., 2010; Lee vd., 2008; Lee vd., 2010; Nielsch vd., 2000; Noormohammadi vd., 2012). AAO üretimi için elektrokimyasal devreye 27-80 değerinde voltaj uygulanarak şablon üretilmektedir (Santos vd., 2009). Bu yöntem yüksek akımlarda ($I > 30\text{mA}$) nano ölçekli gözeneklere sahip filmler üretmede son derece başarılı sonuçlar vermektedir (Cheng vd., 2005; Chu

vd., 2005a; Gorokh vd., 2006; Imai vd., 1999; Lu vd., 2004; Nielschvd., 2000b). Hızlı anodizasyon sürecinde anot ve katot elektrotların sıcaklıklarına müdahale edilerek anodizasyon işlemi daha da hızlandırılabilir (Ginzburg-Margau vd., 2002). AAO işlemi bir yüzey üzerinde başlayıp gözeneklere derinlik katılarak üç boyutlu bir yapı elde edilebilmektedir (Chu vd., 2005a; Diggle vd., 1969; Ho vd., 2008; Imai vd., 1999; Li vd., 2008; Lu vd., 2004; Masuda vd., 1995; Marsal vd., 2008; Vojkuvka vd., 2008). Bu metotların gelişme süreci devam etmekte olup yeniliklere açık bir çalışma olarak durmaktadır (Chu vd., 2005b; Gleiter vd., 2000; Lee vd., 2006; Lu vd., 2004; Mizeikis vd., 2004; Zang vd., 2006). Anodik alüminyum oksitler yapısal farklılıklarına göre, engel (bariyer) ve gözenekli olmak üzere iki tipte sınıflandırılır. Yüksek yoğunluklu bariyere sahip şablonlar dielektrik kapasitörlerde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Wang vd., 2005). Buna karşın gözenekli tiplerin yüksek oranda düzene sahip olması, bunlara olan ilgiyi giderek arttırmıştır (Nahar vd., 2000). AAO şablonlar çoklu kuantum kuyuları, fotonik kristaller, ışık yayan diyotlar, nem sensörleri, nano malzemelerin sentezi ve süper kapasitörler gibi değişik uygulamalarda kullanılmıştır (Dickey vd., 2002; Kukhta vd., 2002; Mozalev vd., 2004; Mozalev vd., 2005; Nahar vd., 2000; Shelimov vd., 2000; Shikanai vd., 1997; Varghese vd., 2002; Zhang vd., 2009). Hızlı anodizasyon işleminde uygulanan potansiyel iki adımlı anodizasyon işleminde uygulanan potansiyele göre daha yüksektir. Hızlı anodizasyon ile üretilen şablonların gözenek sayısı diğer tekniklerle üretilene göre farklılık gösterir. Bu farklılığa rağmen bu yöntemi çok sayıda şablon üretiminin gerçekleştirilmesi bakımından tercih edilmektedir (Nahar vd., 2000; Nielsch vd., 2000a; Keller vd., 1953). Hızlı anodizasyon ile üretilen nano gözenekli alüminyum yapıların ısısal, yalıtkanlık ve sertlik özellikleri sensör, bazı biyolojik ve kimyasal uygulamalarda kullanılmaktadır (Crouse vd., 2000; Galca vd., 2003). Nano gözenekli alüminyum şablonlar geometrileri nedeniyle metalik, polimerik, seramik türü nanotüp ve nanotel (nanowires) üretimi için geniş bir kullanım alanı sunmaktadır (Chu vd., 2005b; Jagminas vd., 2006; Liv d., 2006; Oh vd., 2008; Xu vd., 2002; Zhang vd., 2001). AAO yapıların yaygın bir şekilde kullanımı bu şablonların çok sayıda üretimini gerekli kılmaktadır. Bu nedenle seri bir şekilde AAO şablonu üretmek için bu yöntemi şuan için en iyi yoldur (Lee vd., 2010; Liv d., 2007; Li vd., 2009; Nielsen vd., 2010; Schwirn vd., 2008; Qin vd., 2008).

Son yıllarda nanoteller elektronik, optoelektronik cihazlar, biyo-sensörler, bilgisayar hard diskleri, foto-detektörler, güneş pilleri, moleküler elektronik, nano-cihazlar ve plazmonik

yapı gibi deęişik alanlara uygulanmaktadır (Holanda vd.,2014; Sun vd., 2000; Whitney vd., 1993; Sun vd., 2005; Chou vd., 1996; Ross vd., 2002; O'Barr vd., 1997; Skomski vd., 2000; Xue vd., 2006; Evans vd., 2006; Nielsch vd., 2001; Zeng vd., 2002; Masuda vd., 1995; Rotărescu vd., 2016; 045; Yalçın vd., 2015). Nikel (Ni), kobalt (Co) ve demir (Fe) başta olmak üzere manyetik nanoteller nano-tıp ve biyo-medikal gibi alanında yaygın olarak üzerinde çalışılan konular arasındadır (Adeela vd., 2015; Chang vd., 2013; Hu vd., 2015; Kalska-Szostko vd., 2013; Lin vd., 2011; Pirota vd., 2007; Pondman vd., 2015; Rożman, 2015) Faz geçişlerine baęlı alaşımli nanotellerin ve kaplanmış nanotellerin manyetik özellikleri üzerine çalışılması yeni bir alan açmıştır (Maleki vd., 2015; Prasad vd., 2014; Schelhas vd., 2015). Nanotellerde çok katmanlı ve alttaşlık etkisi üzerine çalışmaların önemli olduğunun anlaşılması ile birlikte bu konu üzerine de çalışmalar yapılmaya başlanmıştır (Buscemi vd., 2015; Duong vd., 2014; Jafari-Khamse vd., 2016; Kartopu vd., 2014; Maleak vd., 2014; Wang vd., 2015; Yalçın vd., 2015). Son yıllarda elektromanyetik dalga ve mikrodalga ile nanotellerin etkileşmesi üzerine çalışmalar yapılmaya başlanmıştır (Kraus, 2015; Sun vd., 2014). Ayrıca nanotellerin kaotik dinamikleri üzerine çalışmalar aktif bir şekilde başlamıştır (Pivano ve Dolocan, 2016).

Bu tezde hızlı anodizasyon hücresi ve depolama hücresi tez çerçevesince tasarlandı ve imal edildi. İmal edilen anodizasyon hücresi elektrokimyasal teknik kullanılarak AAO şablonlar üretildi. Manyetik nanoteller depolama hücresinde AAO şablon kullanılarak büyütüldü. Büyütülen nanotellerin manyetik özellikleri titreşimli örnek manyetometre (VSM) ve ferromanyetik rezonans (FMR) teknikleri ile oda sıcaklığında incelendi.

Bu giriş bilgilerinden sonra ikinci bölümde manyetik maddelerin sınıflandırılması, FMR teknięi ve FMR rezonans şartında kullanılan nanoteller için enerji ifadesi verilecektir. Üçüncü bölümde tezde kullanılan hücre tasarımı, anodizasyon teknięi, nanotellerin büyütülmesi, XRD, TEM, FMR ve TÖM deneysel çalışmaları üzerinde durulacaktır. Dördüncü bölümde ise tez çalışma sürecinde elde edilen veriler detaylandırılarak tartışılacaktır. Son olarak beşinci bölümde tez ile ilgili sonuç ve yorumlar verilecektir.

BÖLÜM II

KURAMSAL BİLGİ

2.1 Manyetizma

Manyetizma/mıknatıslanma bir maddenin manyetik özelliklerini inceleyen fizik dalı olarak tanımlanabilir. Manyetizmanın asıl kaynağı yüklü parçacıkların hareketidir. Burada manyetik bir maddeden kasıt, dışarıdan bir manyetik alan uygulanmadığı durumlarda bile doğal manyetik momente sahip maddedir. Bir atomda bulunan çiftlenmemiş bir elektronun manyetik açısından iki türlü hareketi vardır. Elektronun çekirdek etrafındaki dönme ve kendi eksenini etrafındaki spin hareketidir. Elektronun çekirdek etrafında dönmesinden orbital manyetik moment (μ_L), elektronun kendi eksenini etrafında dönmesinden spin manyetik moment (μ_S) oluşur. Dolayısıyla bir maddenin toplam manyetik momenti; orbital açısal moment, spin açısal moment ve spin-orbit etkileşmesinden kaynaklanır. Bir maddede bulunan bu toplam manyetik momentin dış manyetik alan altındaki davranışı maddelerin manyetik açıdan sınıflandırılmasını sağlar. Bu sınıflandırma aşağıda detaylıca verilmiştir.

2.2 Manyetik Maddelerin Sınıflandırılması

Maddeler uygulanan dış manyetik alana verdikleri tepkiye göre diyamanyetik (DiM), paramanyetik (PM), ferromanyetik (FM), antiferromanyetik (AFM) ve ferrimanyetik (FiM) olarak gruplara ayrılır.

Diyamanyetik maddeler (DiM)

Çekirdek etrafında zıt yönlerde dolanan iki elektron çekirdeğin çekici elektrostatik kuvveti etkisinde hareket ederler. Bu elektronların manyetik momentleri eşit ve zıt yönlü olduklarından birbirlerini yok eder, bu nedenle manyetik moment sıfır olur. Fakat dış manyetik alan içinde, elektronların merkezci kuvvetleri eşit olmadığından, manyetik momenti alana paralel elektronun yörüngesel sürati azalırken, manyetik momenti alana antiparalel olan elektronun yörüngesel sürati artar. Böylece elektronların manyetik momentleri birbirini yok edemez ve sistem uygulanan manyetik alana zıt yönde kalıcı

manyetik momente sahip olur. Bu durum diyamanyetik sistemlerin mıknatıs tarafından zayıfça itilmesine sebep olur. Böylece diyamanyetik sistemlerin en doğru bir şekilde kuantum mekaniği ile incelenebileceği sonucuna varılır. Diyamanyetik malzemeler negatif duygunluğa sahip olup; bakır, kurşun, gümüş vb örnek verilebilir. Diyamanyetik sistemlerin spin dağılımları (manyetik alan yokluğunda ve varlığında) ve histerezis eğrisinin temsili gösterimleri Çizelge 2.1 de görülebilir.

Paramanyetik maddeler (PM)

Çiftlenmemiş elektrona sahip her bir atom sıfırdan farklı manyetik dipol momente sahip olup, bu momentler gelişigüzel yönelirler. Dış manyetik alan içine konulduğunda, atomun sahip olduğu manyetik dipol momentler kısmen dış manyetik alana paralel yönelir. Bu tür sistemlere paramanyetik maddeler denir. Paramanyetik maddeler, dış manyetik alan kaldırıldığında kalıcı mıknatıslanma göstermezler. Paramanyetik maddeler pozitif ve küçük bir manyetik duygunluğa sahiptir. Pierre Curie (1859-1906) ve daha sonrasında pek çok araştırmacı deneysel olarak bazı koşullar altında paramanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının mutlak sıcaklık ile ters, manyetik alanla ise doğru orantılı olduğunu bulmuşlardır. Bu durum aşağıda olduğu gibi ifade edilebilir.

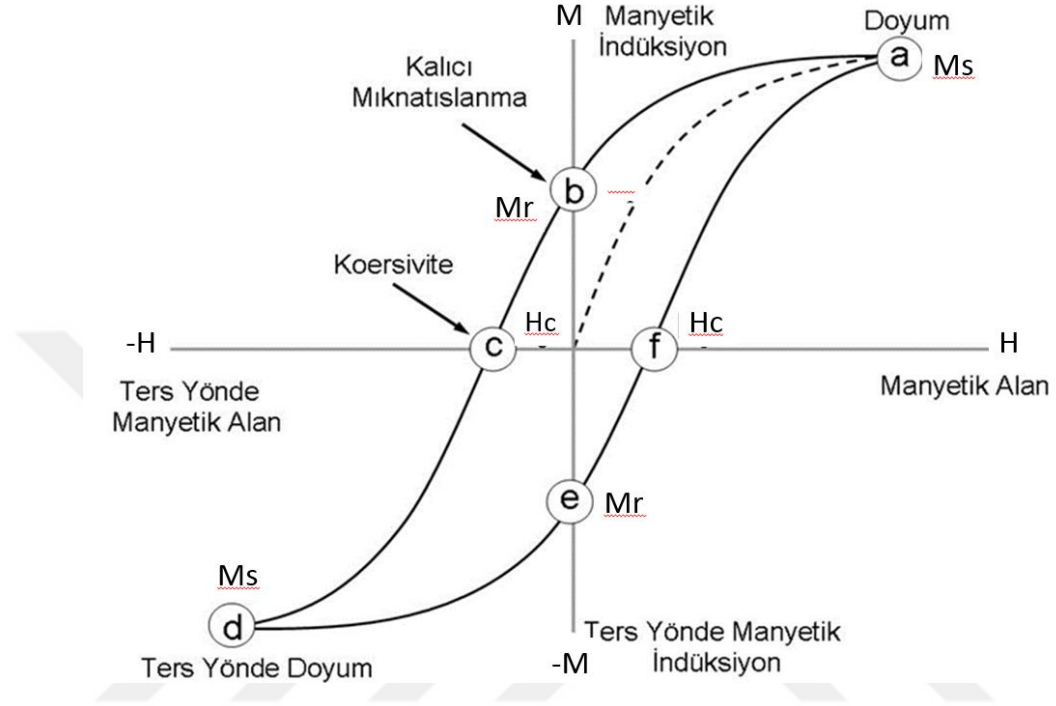
$$M = C \frac{H}{T} \quad (2.1)$$

Buna Curie yasası, C 'ye ise Curie sabiti ve H ise dış manyetik alandır. Paramanyetik sistemlerin spin dağılımları (manyetik alan yokluğunda ve varlığında) ve histerezis eğrisinin temsili gösterimleri tablo 1 de görülebilir.

Ferromanyetik maddeler (FM)

Dış manyetik alan yokken belli bir manyetik momente sahip olan, çok zayıf bir dış manyetik alan altında bile birbirlerine paralel olarak yönelmeye çalışan manyetik dipollere sahip sistemlere ferromanyetik maddeler denir. Yani bu atomik dipol momentler bir kere paralel hale getirildikten sonra, dış manyetik alan ortamdaki kaldırılırsa bile kalıcı mıknatıslanma eğilimi gösterirler. Ferromanyetik maddelere demir, nikel, kobalt örnek olarak verilebilir. Manyetik sistemlerin teknolojik uygulamaları açısından en yaygını

ferromanyetik maddelerdir. Bu nedenle böyle bir sistem için dış alan altındaki mıknatıslanmanın davranışı (M-H) şekilde verilmiştir. Histerezis eğrileri malzemenin ne tür manyetik davranış sergilediğini anlamamıza yarar. Böyle bir sistemin histerezis eğrisinin manyetik açıdan kritik özellikleri aşağıda belirtilmiştir.



Şekil 2.1. Ferromanyetik bir sistemin temsili manyetik histerezis (M-H) eğrisi

Yukarıda görüldüğü üzere dış manyetik alana ilk defa maruz kalan ferromanyetik madde orijinden itibaren noktalı çizgiyi takip ederek a noktasına ulaşır. Ters yönde uygulanan bir manyetik alanla sırasıyla b, c ve d noktalarından geçer. Bundan sonra manyetik alanın yönü ters çevrilirse sistem e, f ve a noktalarına ulaşır. Sırasıyla a ve d noktalarındaki M_s ler doyum mıknatıslanma ve ters yönde doyum mıknatıslanmaya karşılık gelir. Buradaki şekilde M_r kalıcı mıknatıslanma ve H_c ise koersivite (koersif alan) denir. Kalıcı mıknatıslanma ile doyum mıknatıslanma birbiriyle ilişkilidir. Manyetik histerezis (M-H), ferromanyetik bir maddenin mıknatıslanmasının uygulanan alanın şiddetine olduğu kadar maddenin geçmişine de bağlı olduğunu gösterir. Ayrıca, hysteresis kelimesinin ‘geride kalış’ olarak ta bir anlamı vardır. Bu nedenle ferromanyetik maddenin bir belleğe/hatırlama sahip olduğu söylenir. Bunun sebebi, dış manyetik alan ortadan kaldırıldıktan sonra da maddenin mıknatıslanmış olarak kalmasıdır (Magnetoresistive random-access memory, MRAM). Böyle bir sistem 2007 yılında Nobel Fizik ödülüyle taçlandırıldı. Bunlara ilave olarak ferromanyetik malzemelerdeki kalıcı

mıknatıslanmaların büyüklük ve küçüklüğüne göre sırasıyla sert (hard) ve yumuşak (soft) malzeme olarak iki ferromanyetik gruba da ayrılır. Histerezis eğrisinin büyüklüğü ve şekli ferromanyetik maddenin özelliklerine, uygulanan maksimum alanın şiddetine bağlıdır. Böylece sert ferromanyetik malzemelerin m-h eğrileri daha geniş, yumuşak malzemelerin m-h eğrileri daha dardır. Ferromanyetik sistemlerin spin dağılımları (manyetik alan yokluğunda ve varlığında) ve histerezis eğrisinin temsili gösterimleri Çizelge 2.1 de verildi.

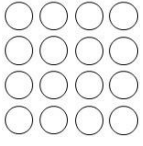
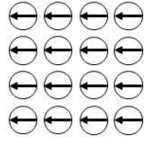
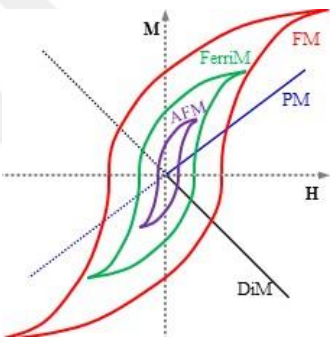
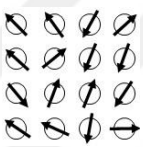
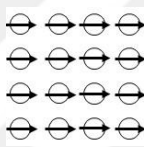
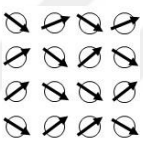
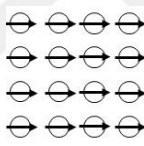
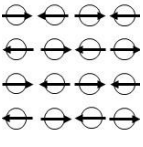
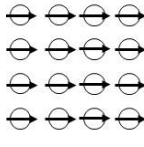
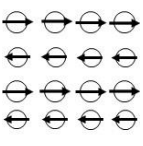
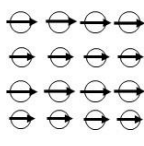
Antiferromanyetik maddeler (AFM)

Atomlar arası değiş-tokuş etkileşmesi bazı durumlarda atomların manyetik momentlerinin zıt yönelmesine neden olabilir. Böyle durumlar antiferromanyetizma olarak adlandırılır. Dış manyetik alanın olmadığı böyle durumlarda manyetik momentlerin zıt yönelimlerinden dolayı kalıcı mıknatıslanma yok denecek kadar azdır. Dış manyetik alan varlığında ise bütün momentler alana paralel hale gelmek ister. Antiferromanyetik sistemlerin spin dağılımları (manyetik alan yokluğunda ve varlığında) ve histerezis eğrisinin temsili gösterimleri Çizelge 2. 1 de verildi..

Ferrimanyetik maddeler (FiM)

Dış manyetik alan yokken iki veya daha fazla türden manyetik momentlerin zıt yönlü yönelimleri sonucu oluşan manyetik momentlerden oluşan sistemlere ferrimanyetik sistem denir. Bu manyetik momentlerin zıt yönlü ve farklı türden olması toplam mıknatıslanmayı azaltıcı bir etkiye sebep olur. Manyetik alan varlığında ise manyetik momentler dış manyetik alana paralel hale gelir. Ferrimanyetik malzemelerde ferromanyetik malzemeler gibi kalıcı mıknatıslanma vardır fakat ferromanyetik malzemelere kıyasla daha küçüktür. Ferrimanyetik sistemlerin spin dağılımları (manyetik alan yokluğunda ve varlığında) ve histerezis eğrisinin temsili gösterimleri Çizelge 2.1'de verildi.

Çizelge 2.1. Manyetik sistemlerin sınıflandırılması, manyetik alana göre manyetik momentlerin düzeni ve temsili histerezis eğrileri

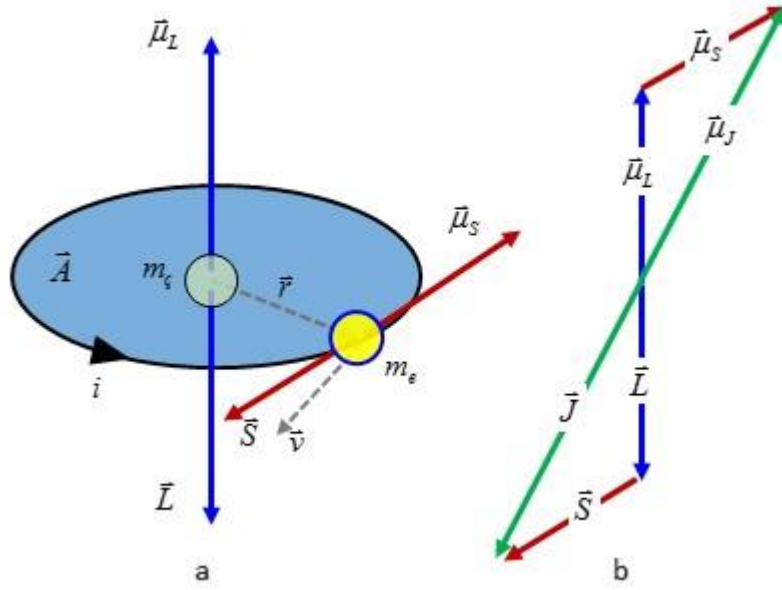
Manyetik özellik	H=0	H≠0	
<p>Diyamanyetik (DiM): Dış manyetik alan yokken zıt yönlü momentler birbirlerini yok eder ve diyamanyetik maddeler sürekli manyetik momente sahip olmadığından kalıcı mıknatıslanma yoktur. Dış manyetik alan varken alana paralel momentin sürati yavaşlarken antiparalel momentin sürati artar. Böylece manyetik momentler birbirini yok edemez, manyetik alana zıt yönde manyetik moment oluşur.</p>			
<p>Paramanyetik (PM): Sürekli manyetik momentler dış manyetik alan olmadığında gelişigüzel yönelirken manyetik alan varken alana paralel hale gelmek isterler.</p>			
<p>Ferromanyetik (FM): Dış manyetik alan yokken atomik momentler belli bir mıknatıslanmaya sebep olurken manyetik alan varlığında bütün atomik momentler alana paralel hale gelir alan kaldırılrsa bile kalıcı mıknatıslanma oluşur.</p>			
<p>Antiferromanyetik (AFM): Dış manyetik alan yokken atomik manyetik momentler zıt yönelmiş olup kalıcı mıknatıslanma yok denecek kadar azdır. Bu davranış "antiferromanyetizma" olarak adlandırılır. Dış manyetik alan varlığında ise bütün momentler alana paralel hale gelmek ister.</p>			
<p>Ferrimanyetik (FiM): Ferrimanyetik sistem, iki veya daha fazla türden manyetik momentlerin dış manyetik alan yokken zıt yönde yönelimleri sonucu oluşur. Bu momentlerin zıt yönlü olması mıknatıslanmayı azaltır. Manyetik alan varlığında ise momentler alana paralel hale gelir ve ferromanyetik malzemelere kıyasla daha küçük kalıcı mıknatıslanma oluşur.</p>			

2.3 Ferromanyetik Rezonans (FMR)

Manyetik rezonans (MR) , bir numunenin manyetik özelliklerini arařtıran bilim dalıdır. Açısal momentum ve manyetik momentlere dayanan manyetik rezonansa çekirdek, orbital ve spin manyetik momentleri ile spin-orbit etkileşmesinden oluşan etkin manyetik moment belirleyici rol oynar. Bu sebeple manyetik rezonans, nükleer manyetik rezonans (NMR) ve elektron paramanyetik rezonans (EPR/ESR) olmak üzere iki ana gruba ayrılır. EPR tekniğinde mikrodalga frekansına sahip bir elektromanyetik dalga kullanılır. NMR de ise düşük radyo frekans bölgesi kullanılır. EPR daha çok paramanyetik örnekleri, ferromanyetik rezonans (FMR) ise ferromanyetik numuneleri arařtırır. Paramanyetik numunelerde manyetik alan yokken manyetik momentler gelişigüzel yönelmişlerdir. Ferromanyetik maddeler çok sayıda manyetik moment içerdikleri için maddenin toplam manyetik momentini $M=N\mu$ ile hesaplanabilir. Burada N , maddenin içindeki manyetik moment sayısı, μ ise tek manyetik momenttir. Nano yapılı ferromanyetik sistemler çok sayıda manyetik moment içerdikleri için bunların mıknatıslanma hareket denklemi elde edilirken bir momentin hareket denkleminde yararlanılır.

Bir atomun toplam manyetik momentini çiftlenmemiş elektronlardan kaynaklanır. Böyle bir sistemde elektronun çekirdek etrafında dönmesinden kaynaklanan orbital manyetik moment ile elektronun kendi ekseninde dönmesinden kaynaklanan spin manyetik moment vardır. Dolayısıyla toplam manyetik moment spin açısal moment, orbital açısal moment ve spin-orbit etkileşmesine dayanır. Bunlara ek olarak bir atomda oluşan manyetik momentin yönü parçacığa uygulanan dış manyetik alana ve sıcaklığa bağlıdır. Yani ferromanyetik bir sistemde sıcaklık artırılır ise kritik sıcaklık (Curie sıcaklığı, T_C) üzerinde sistem paramanyetik olur. Yüksek sıcaklıkta ($T \geq T_C$), manyetik momentlerin (dış manyetik alan olmadığında) düzensizliği artacağından gelişigüzel yönelimlere sahip olacak ve dolayısıyla alan kaldırıldığında artık kalıcı bir mıknatıslanma oluşmaz.

Burada spin manyetik momentin hareket denklemi elde edilecektir. Bunun için şekilde gösterildiği gibi çekirdek etrafında r yarıçaplı çembersel bir yörüngede sabit v hızıyla hareket eden bir elektron düşünöldü.



Şekil 2.2. Çekirdek etrafında dolanan elektronun yörünge ve spin hareketlerinin temsili gösterimi (a), momentum vektörlerine karşılık gelen manyetik momentler ve toplamlarının vektör temsilleri (b)

Elektron, çemberin çevre uzunluğu kadar bir mesafeyi t zamanda aldığı için yörüngesel sürati $v = \frac{2\pi r}{t}$ olur. Dolanan bu elektronu temsil eden i akımı, elektronun yükünün bir dolanım için geçen zamana oranına eşittir. $t = \frac{2\pi}{\omega}$ ve $\omega = \frac{v}{r}$ bağıntılarını kullanılarak, $i = \frac{e}{t} = \frac{ev}{2\pi} = \frac{ev}{2\pi r}$ elde edildi. Bu etkin akım ilmeğinin oluşturduğu manyetik moment $\mu = iA$ dır. Burada $A = \pi r^2$ yörünge düzleminin çevrelemiş olduğu alan olup,

$$\mu = iA\hat{k} = \left(\frac{ev}{2\pi r}\right)\pi r^2\hat{k} = \frac{1}{2}evr\hat{k} \quad (2.2)$$

şeklinde elde edilir (Yalçın, 2013; Smit, 1955; Artman, 1957; Wigen, 1984, Layadi, 1990; Farle, 1998). Elektronun yörüngesel açısal momentumunun büyüklüğü $L = m_evr$ olduğu için yörüngesel manyetik momentini

$$\mu_L = \left(\frac{e}{2m_e}\right)L \quad (2.3)$$

olarak yazılır. Burada elektronun manyetik momentini ile yörüngesel açısal momentumunun doğru orantılı olduğu görülmektedir. Elektron negatif yüklü bir parçacık olduğu için şekilde de görüldüğü üzere μ_L ve L vektörleri zıt yönlere yönelmişlerdir. Aynı zamanda her iki vektör yörünge düzlemine diktir. Burada $-\frac{e}{2m_e} = \gamma$ ifadesi jromanyetik oran

olup açısıl/orbital momentumdan kaynaklanan manyetik moment ifadesi $\boldsymbol{\mu}_L = \gamma \mathbf{L}$ olarak yazıldı. Spin momentumdan kaynaklanan spin manyetik moment ifadesi de benzer şekilde yazılabilir ve her iki moment toplanabilir. Bu tezde ferromanyetik sistem çalışıldığı için açısıl manyetik moment ifadesinden hareketle ferromanyetik sistem için hareket denklemi elde edildi. Bunun için yukardaki ifadenin her iki tarafının zamana göre türevi alındı ve düzenleme yapılarak bir elektron (parçacık) için manyetik momentin hareket denklemi

$$\frac{d\boldsymbol{\mu}_L}{dt} = -\gamma \frac{d\mathbf{L}}{dt} \quad (2.4)$$

şeklinde elde edildi. Bu ifade bir daha düzenlenirse

$$\frac{1}{\gamma} \frac{d\boldsymbol{\mu}_L}{dt} = \frac{d\mathbf{L}}{dt} = \boldsymbol{\tau} \quad (2.5)$$

tork ifadesine eşitlenir. Bu tork ifadesi dış manyetik alan (\mathbf{H}) içerisindeki elektronun manyetik momentini ($\boldsymbol{\mu}_L$) üzerinde $\boldsymbol{\mu}_L \times \mathbf{H}$ ile tanımlanmaktadır. Bu durumda manyetik momentin hareket denklemini,

$$\frac{1}{\gamma} \frac{d\boldsymbol{\mu}}{dt} = \boldsymbol{\mu} \times \mathbf{H} \quad (2.6)$$

şeklinde yazıldı (Yalçın, 2013; Smit, 1955; Artman, 1957; Wigen, 1984, Layadi, 1990; Farle, 1998).

2.4 Mıknatıslanma İçin Hareket Denklemi

Bu şartlar altında elektron için yazılan manyetizasyon/mıknatıslanma hareket denklemi, $\mathbf{M} = N\boldsymbol{\mu}$ ve ferromanyetik bir numunenin karşılaştığı etkin alan (\mathbf{H}_{eff}) göz önünde bulundurularak ferromanyetik sistem için mıknatıslanma hareket denklemi aşağıdaki gibi

$$\frac{1}{\gamma} \frac{d\mathbf{M}}{dt} = \mathbf{M} \times \mathbf{H}_{eff} \quad (2.7)$$

yazıldı. Numunelerde, belli bir süre sonra mıknatıslanma azalır. Bunun nedeni manyetik alanla karşılaşan mıknatıslanmanın durağan hale gelmesidir. Bu nedenle yukarıda verilen hareket denklemi için sönüm terimi (R , relaxation term) sisteme eklendiğinde hareket denklemi aşağıdaki formda olur (Yalçın, 2013; Smit, 1955; Artman, 1957; Wigen, 1984, Layadi, 1990; Farle, 1998).

$$\frac{1}{\gamma} \frac{d\mathbf{M}}{dt} = \mathbf{M} \times \mathbf{H}_{eff} + \mathbf{R} \quad (2.8)$$

Ferromanyetik sistemler için yaygın olarak kullanılan üç farklı sönüm terimi vardır. Bunlar; Bloch–Bloembergen, Landau-Lifshitz ve Gilbert tipi sönüm terimleridir. Bu tez çalışmasında FMR sinyallerinin ve FMR rezonans alan değerlerinin teorik uyumunda spin-spin durulma zamanına gereksinim olduğu için Bloch–Bloembergen tipi sönüm terimi kullanıldı. Bloch–Bloembergen tipi sönüm terimi içeren mıknatıslanma hareket denklemi (Yalçın, 2013; Vonsovskii, 2013)

$$\frac{1}{\gamma} \frac{d\mathbf{M}}{dt} = \mathbf{M} \times \mathbf{H}_{eff} - \frac{\vec{M}_{\theta,\varphi}}{T_2} - \frac{\vec{M}_z - \vec{M}_0}{T_1} \quad (2.9)$$

şeklinde yazılır. Bu ifadedeki T_2 spin-spin durulma zamanını, T_1 ise spin-örgü durulma zamanını göstermektedir.

2.5 Ferromanyetik Rezonans Şartının Elde Edilmesi

Ferromanyetik sistemler için FMR çalışmalarının en uygun kavrandığı maddeler ince filmlerdir. İnce filmler için enerji ifadeleri değişkenlik gösterse de numunenin şekline, kristal yapısına ve anizotropik davranışına bağlı olarak farklı türde enerjiler etkindir. Bu şartlar altında genel olarak ince bir film için enerji ifadesi aşağıdaki gibi yazılabilir (Yalçın, 2013; Smit, 1955; Artman, 1957; Wigen, 1984, Layadi, 1990; Farle, 1998).

$$E_T = E_Z + E_a + E_d + E_{ex} + \dots \quad (2.10)$$

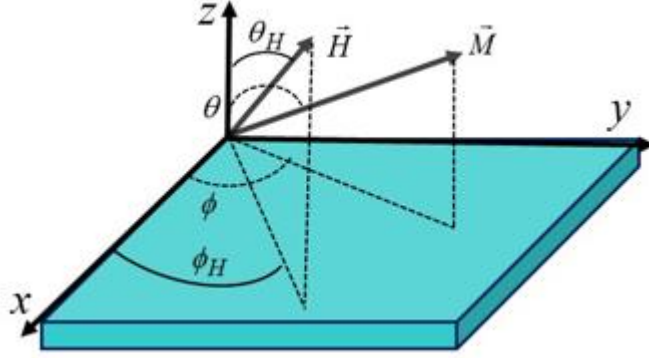
$$E_Z = -\mathbf{M} \cdot \mathbf{H}$$

$$E_a = K_{u1} \sin^2 \theta + K_{u2} \sin^4 \theta + \dots$$

$$E_d = -2\pi M^2 \sin^2 \theta$$

$$E_{ex} = -JS_i S_j$$

Burada E_z , E_a , E_d , E_{ex} sırasıyla Zeeman enerjisi, manyetokristal anizotropi enerjisi, demanyetizasyon enerjisi ve ferromanyetik deęiş-tokuş enerjisidir. Bu tür sistemler için tasvir edilen ince film küresel koordinatlarda aşığıdaki gibi gösterilebilir.



Şekil 2.3. İnce filmlerde, örnek geometrisi, denge mıknatıslanmasının bağıl yönelimi ve dış manyetik alanın temsili gösterimi

Burada mıknatıslanma ve dış manyetik alan küresel koordinatlarda gösterilmiştir. Enerji ifadesindeki açılar küresel koordinatlardaki açılardır. K_{U1} , K_{U2} birinci ve ikinci derece anizotropi sabitleridir. Demanyetizasyon alanı (H_d) malzemenin şekli ve örgü yapısına bağlıdır.

$$K_{eff} = \pi M^2 + K_U \quad (2.11)$$

ifadesi eksensel anizotropi terimidir. $H_{eff} = 2\pi M_S + (2K_U/M_S)$ ise efektif alan ifadesidir. Hareket denkleminde manyetizasyon vektörü için polar açılarının (θ) denge değerleri statik denge şartından elde edilir. Mıknatıslanma hareket denkleminde bu şartlar altında

$$\frac{1}{\gamma} \frac{d\mathbf{M}}{dt} = \frac{\mathbf{M}}{M} \times \nabla \cdot \mathbf{E} - \frac{\vec{M}_{\theta, \phi}}{\gamma T_2} - \frac{\vec{M}_{z-M_0}}{\gamma T_1} \quad (2.12)$$

şeklinde yazılır (Yalçın, 2013; Smit, 1955; Artman, 1957; Wigen, 1984, Layadi, 1990; Farle, 1998). Bu ifade de $\nabla \cdot \mathbf{E}$ enerji yoğunluğu ifadesi olup aşığıdaki gibi yazılır.

$$\nabla \cdot \mathbf{E} = -\left(\frac{\partial E}{\partial \theta}\right) \hat{e}_\theta + \frac{1}{\sin \theta} \left(\frac{\partial E}{\partial \phi}\right) \hat{e}_\phi \quad (2.13)$$

Manyetizasyon vektörü manyetik alan altında küçük bir sapma durumunda

$$\mathbf{M} = M_S \hat{e}_r + m_\theta \hat{e}_\theta + m_\phi \hat{e}_\phi \quad (2.14)$$

şeklinde yazılır ve dinamik bileşenler ise $m_\theta(z,t) = m_\theta^0 \exp(i(\omega t \pm kz))$ ve $m_\phi(z,t) = m_\phi^0 \exp(i(\omega t \pm kz))$ formunda yazılır. (Yalçın, 2013; Smit, 1955; Artman, 1957; Wigen, 1984, Layadi, 1990; Farle, 1998) m_θ ve m_ϕ ifadesinin matris formu mıknatıslanma denklemi de kullanılarak aşağıdaki gibi yazılır.

$$\begin{pmatrix} i \frac{\omega}{\gamma} + \frac{1}{\gamma T_2} + \frac{E_{\theta\phi}}{M_2 \sin \theta} & \frac{E_{\phi\phi}}{M_2 \sin^2 \theta} \\ -\frac{E_{\theta\theta}}{M_2} & i \frac{\omega}{\gamma} + \frac{1}{\gamma T_2} - \frac{E_{\theta\phi}}{M_2 \sin \theta} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} m_\theta \\ m_\phi \end{pmatrix} = 0 \quad (2.15)$$

Bu ifade düzenlenirse rezonans şartı aşağıdaki gibi elde edilir.

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \frac{1}{M^2 \sin^2 \theta} (E_{\theta\theta} E_{\phi\phi} - E_{\theta\phi}^2) + \left(\frac{1}{\gamma T_2}\right)^2 \quad (2.16)$$

Burada eşitliğin solundaki ifade Larmour frekansıdır. Numunenin uygulanan mikrodalga alanından soğurduğu enerji manyetik alınganlığın sanal kısmı ile doğru orantılıdır. Bunun için rezonans şartı olan dispersiyon bağıntısını da içerecek şekilde manyetik alınganlığın sanal kısmı (χ_2) aşağıdaki gibi hesaplanır. (Yalçın, 2013; Sparks, 1964; Vittoria, 1993; Gurevich, 1996).

$$\chi_2 = \frac{4\pi E_{\theta\theta} \left(\frac{2\omega}{\gamma^2 T_2}\right)}{\left(\left(\frac{\omega_0}{\gamma}\right)^2 - \left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2\right)^2 + \left(\frac{2\omega}{\gamma^2 T_2}\right)^2} \quad (2.17)$$

Bu ifade de dispersiyon bağıntısı açık olarak

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = [H \cos(\theta - \theta_H) + H_{eff} \cos(2\theta)] \cdot [H \cos(\theta - \theta_H) + H_{eff} \cos^2 \theta] + \left(\frac{1}{\gamma T_2}\right)^2 \quad (2.18)$$

şeklinde yazılabilir (Vonsovskii, 2013). Bu ifade de H dış manyetik alan H_{eff} ise numunenin şekline göre değişen efektif alandır. Burada θ_H manyetik alanın numuneye gönderilme açısıdır. Manyetik duygunluk ifadesi, reel (χ_1) ve sanal (χ_2) kısımlara bağlı olarak aşağıdaki gibi yazılır.

$$\chi = \chi_1 - i\chi_2 \quad (2.19)$$

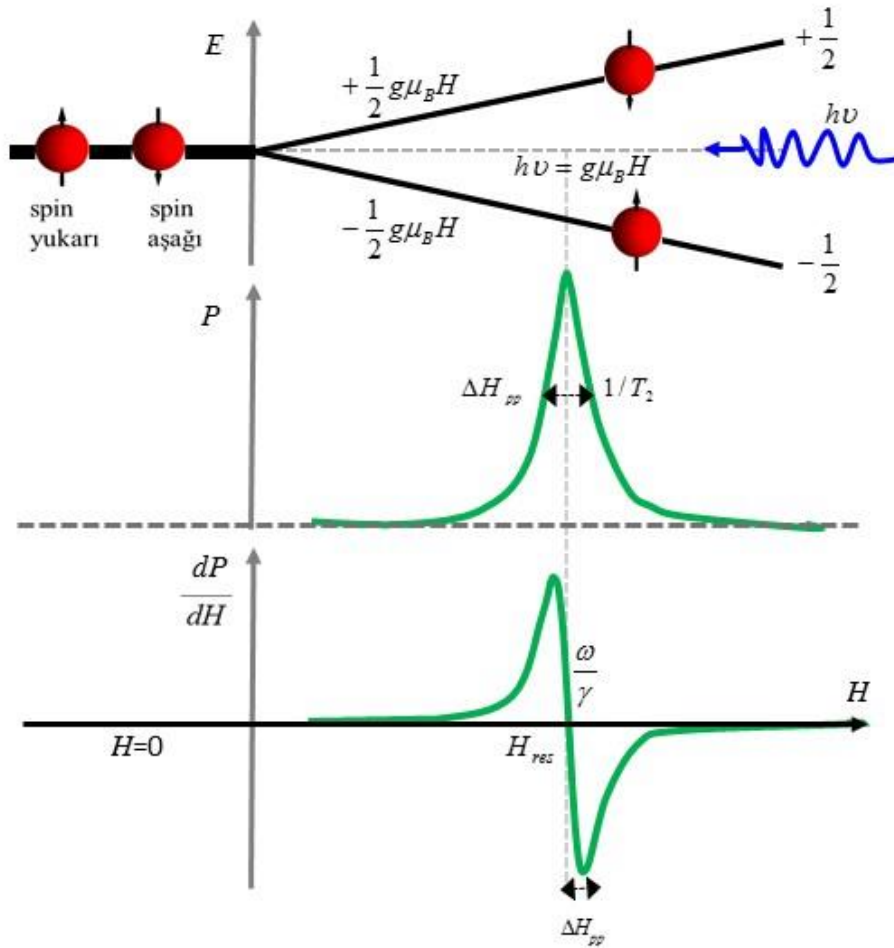
Buradaki manyetik alınganlığın her iki bileşeni de sistemdeki manyetik parametrelere, alternatif manyetik alan frekansına ve genliğine bağlıdır. Numuneler incelenirken birim hacim başına mikro dalgadan soğurduğu güç iyi bir yaklaşımla manyetik alınganlığın sanal kısmına bağlı olarak aşağıdaki gibi verilir.

$$\langle P \rangle = \frac{1}{2} \omega \chi_2 h_1^2 \quad (2.20)$$

Burada ω sisteme uygulanan mikro dalga frekansını, h_1 ise mikro dalganın alan bileşeninin genişliğini göstermektedir. Burada görüldüğü üzere numuneden soğurulan güç ifadesi manyetik alınganlığın sanal kısmıyla doğru orantılıdır. Bu nedenle deneysel olarak ESR cihazından elde edilecek sinyallerin teorik analizlerinde güç ifadesi kullanılabilir. Bunun da yolu $d\langle P \rangle/dH \propto d\chi_2/dH$ uyumunu kullanmaktır. Yukarıda elde edilen manyetik alınganlığın (2.17 ifadesi) sanal kısmı ile elde edilebilecek teorik sinyaller deneysel sinyaller üzerine en uygun forma getirilerek simülasyon yapılabilir. Bu tez çalışmasında ESR cihazından elde edilen ferromanyetik malzeme ait deneysel FMR sinyali bu şekilde teorik olarak ta elde edilip deney-teori uyumu araştırıldı. Burada şunu da ifade etmek gerekir. Bir numunede ESR cihazı kullanılarak deneysel manyetik rezonans sinyallerinin (FMR, ferromanyetik sistemler; ESR/EPR, paramanyetik numunelerin) nasıl elde edildiği kısaca belirtilmelidir. Çiftlenmemiş elektrona sahip bir atom dış manyetik alan içerisine konulduğu zaman elektron alana paralel ya da anti paralel olmak üzere iki farklı yönelimde dengelenir. Bu durumlarda $m_s = \pm 1/2$ kullanılarak, elektron için enerji farkı aşağıdaki gibi yazılabilir.

$$\Delta E = E_{+1/2} - E_{-1/2} = g_e \mu_B H = h\nu \quad (2.21)$$

Burada ν sistemine uygulanan elektromanyetik dalganın frekansını, h Planck sabiti, $h\nu$ birlikteliği ise elektromanyetik dalgaya karşılık gelen enerji, H uygulanan dış manyetik alan, μ_B Bohr manyetonu, g_e elektronun g -faktörü'nü göstermektedir. Her mikrodalga uygulandığında sistemden enerji soğrulabilir ancak en yüksek soğurma sistemin enerjisi ile mikrodalga enerjisi eşit (yani 'rezonans') olduğunda gerçekleşir. Yukarıda verilen ifadede (2.21 ifadesi) görüleceği üzere rezonans şartı sabit manyetik alan değeri için elektromanyetik dalganın frekansı değiştirilerek sağlanabileceği gibi tam tersine sabit frekansta manyetik alan değiştirilerek de elde edilebilir. Bu tez çalışmasında, frekans sabit tutulup manyetik alan değiştirildi. Böyle bir durum rezonans etkisi olarak adlandırılır; bu durumda sıfır alan ve artan manyetik alanda serbest elektronun rezonans ve enerji seviyeleri, soğurma eğrisi ve soğurma eğrisinin manyetik alana göre birinci dereceden türev eğrilerinin temsili olarak gösterimi aşağıdaki şekilde verildi.



Şekil 2.4. Manyetik alan yokken ve artan manyetik alanda temsili olarak bir serbest elektronun rezonans ve enerji seviyeleri, soğurduğu güç ve gücün manyetik alana göre birinci dereceden türevi (dP/dH). ΔH_{pp} ve $1/T_2$ çizgi genişliği, H_{res} rezonans alan, ω/γ ise rezonans frekansdır.

2.6 Manyetik Nanoteller İçin Enerji İfadesi

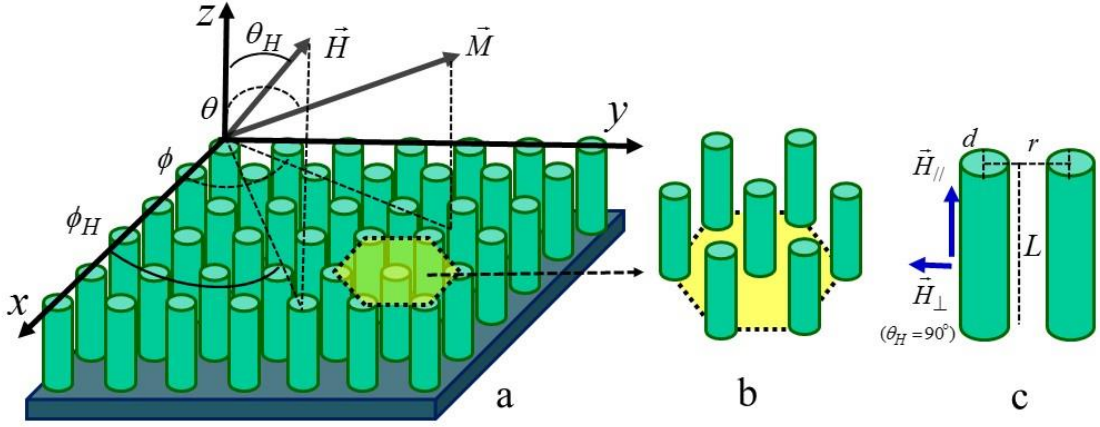
Gerek deneysel gerekse teorik ferromanyetik rezonans (FMR) çalışmaları etkin anizotropi ve etkin enerjileri içermesinden dolayı nanoteller için sık kullanılan yöntemlerden biridir. Özellikle deneysel çalışmalarda incelenen örneklere zarar vermediği için manyetik özelliklerin incelenmesinde çok sık tercih edilmektedir. FMR yöntemi Katihal Fiziği kitaplarında genişçe yer almaktadır. Deneysel sonuçların kontrol ve analizi için teorik FMR çalışmaları manyetik olarak fiziksel özelliklerin incelenmesinde güvenilir sonuçlar verir. Deneysel olarak bir malzemenin kristal yapısı, anizotropileri ve diğer özelliklerin incelenmesine üç boyutta inceleme fırsatı vermektedir. Günümüz nano boyutlu yapılarda (nano film, nano ölçekli çok katmanlar, nanoteller, nanoparçacık temelli ince filmler, vb.) FMR tekniği sıkça kullanılmaktadır. Nanoteller için FMR tekniği uygulanırken enerji ifadesi ince filmden farklılık gösterir. İnce filmler için enerji ifadesi aşağıdaki gibi yazılırken,

$$E = -\vec{M} \cdot \vec{H} + K_{eff} \sin^2 \theta + \dots \quad (2.19)$$

nanoteller için etkin anizotropi terimi aşağıdaki gibi tashih edilir.

$$K_{eff} = \pi M^2(1 - 3f) + K_U \quad (2.20)$$

Bu ifadedeki f terimi nanotellerin (birim hacimde) doldurma faktörüdür. M mıknatıslanma ve K_U anizotropi terimidir. Bu doldurma faktörü nanoteller arasındaki mesafe ve nanotelin çapına $f = (\pi/2\sqrt{3})(d/r)^2$ ifadesinde olduğu gibi bağlıdır. Bu durumun film ve nanoteller için uyarlanması aşağıdaki şekilde temsili olarak gösterilmiştir (Yalçın, 2013).



Şekil 2.5. Düzenli sıralanmış nanoteller için örnek geometrisi, denge mıknatıslanmasının bağlı yönelimi ve dış manyetik alanın temsili gösterimi

Burada elde edilen enerji ifadesi deneysel verilerden elde edilen sonuçlarla karşılaştırma imkânı verir. Spektroskopi yönteminde nanotelleri oluşturan manyetik momentlerin net mıknatıslanma değerleri esas alındı. Böylece deney sonuçlarından elde edilen soğurma eğrilerinin teorik yöntemle elde edilen sonuçla uyumluluğu kontrol edildi.

BÖLÜM III

DENEYSEL KISIM

3.1 Hızlı Anodizasyon Tekniği İçin Hücre Tasarımı

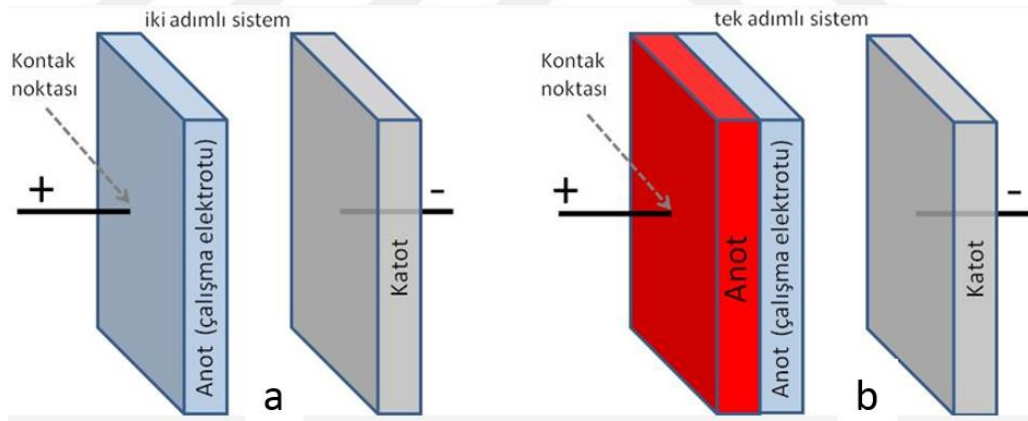
Tezin önemli bir kısmını çalışma hücrelerinin tasarım ve imalatı oluşturmaktadır. Yaygın olarak kullanılan anodizasyon işlemi için anot'un, katot'un ve hızlı anodizasyon için imal edilen hücredeki çalışma elektrotlarının temsili gösterimi Şekil 3.1'de verildi. İmal edilecek hücre, en optimum şekilde hızlı ve düzenli şablon üretimine yönelik olarak tasarlandı. Hızlı anodizasyon süreci için tasarlanan çalışma hücrelerinin bileşenlerinin temsili gösterimi Şekil 3.2'de verildi. Hızlı anodizasyon için imal edilen hücrenin farklı yönlerden çekilmiş resimleri ise Fotoğraf 3.1'de verildi. Bu tez çalışmasında imal edilen hücre ile hızlı anodizasyon süreci başarılı ve deneysel süreçler kısaltılmış olup anodizasyon sürecinde kaybedilen sürenin büyük bir kısmının önüne geçildi (Yalçın, 2004; Kartopu, 2008; Kartopu, 2009; Kartopu, 2010).

Klasik elektrokimyasal çalışma hücrelerinde üç tür elektrot vardır. Bunlar; anot, katot ve referans elektrottur. Mevcut elektrokimyasal çalışma hücrelerinin hemen hepsinde anot olarak kullanılan çalışma elektrotu anodizasyon sırasında doğrudan güç kaynağına ya da potansiyostat'a bağlanır. Bu bağlantı, çalışma elektrotu üzerinde sabit bir durum oluşturur. Mevcut elektroliz deneylerinde ve çalışma hücrelerinde var olan üç elektrotun bağlantıları iletim kablolarının doğrudan elektrotlara bağlanmasıyla çalışır. Bu tez çerçevesince imal edilen çalışma hücrelerinde anot ile çalışma elektrotu birlikte düşünüldü. Elektrolize çalışma elektrotu temas ederken, anot buradan hariç tutuldu. Tez çerçevesince imal edilen çalışma hücresi bu yönü ile mevcut çalışma hücrelerinden ayrılır.

Elektrokimyasal çalışma hücrelerinde işin en önemli kısımlarından birisi, anot olarak kullanılan çalışma elektrotun daha performanslı, daha kullanışlı ve zaman açısından son derece kazançlı olmasıdır. Yüksek teknoloji gerektirmeden temel araştırmaların daha ucuz ve kolay yolla yapılabilmesi tercih sebepleri arasındadır. Bu nedenle elektrokimyasal çalışma hücrelerinde, çalışma elektrot'unun fonksiyonel olması belli bir amaca yönelik çalışmalarda önemli bir yere sahiptir. Burada yapılabilecek bir iyileştirme bütün süreci olumlu olarak etkilemektedir. İki adımlı anodizasyon sürecin birinci

anodizasyon kısmında, çalışma elektrotu üzerinde düzgün olmayan gözenekler yaklaşık 16-20 saatlik bir sürede tamamlanmaktadır. Düzgün olmayan gözeneklerin sökülüp daha düzenli gözeneklerin oluşturulması için yapılan ikinci anodizasyon süreci ise 8-12 saatlik bir süre alır (Masuda vd., 1995; Kartopu vd., 2010). İkinci anodizasyon süreciyle elde edilen düzenli yapının depolama işlemi için hazır hale getirilmesi ise ortalama 1 saat sürer.

Şablon içerisinde büyütme işlemi (elektrokimyasal depolama) ise sadece 1-4 dakika süre alır. Dolayısıyla bu süreçte en büyük dezavantaj bu çift anodizasyon adımlarının ortalama 28-44 saat sürmesidir. Temel araştırmalar için kısa sürede çok sayıda şablon üretilerek deneyin tekrar edilebilir olması avantajlıdır. Bu tez çerçevesince imal edilen hücrede çalışma elektrotu ile iki aşamalı anodizasyon süreci bile toplamda ancak 5-6 saat bir süre almaktadır. Bu iş için anot bölgesindeki çalışmaların temsili gösterimi aşağıda şekil 3.1. a,b gösterilmiştir. Bilinen hücredeki anot olarak kullanılan çalışma elektrotu (alüminyum levha), imal edilen hücrede anot (bakır soğutma haznesi) ve çalışma elektrotu (alüminyum levha) olarak iki bölümden oluşmaktadır.



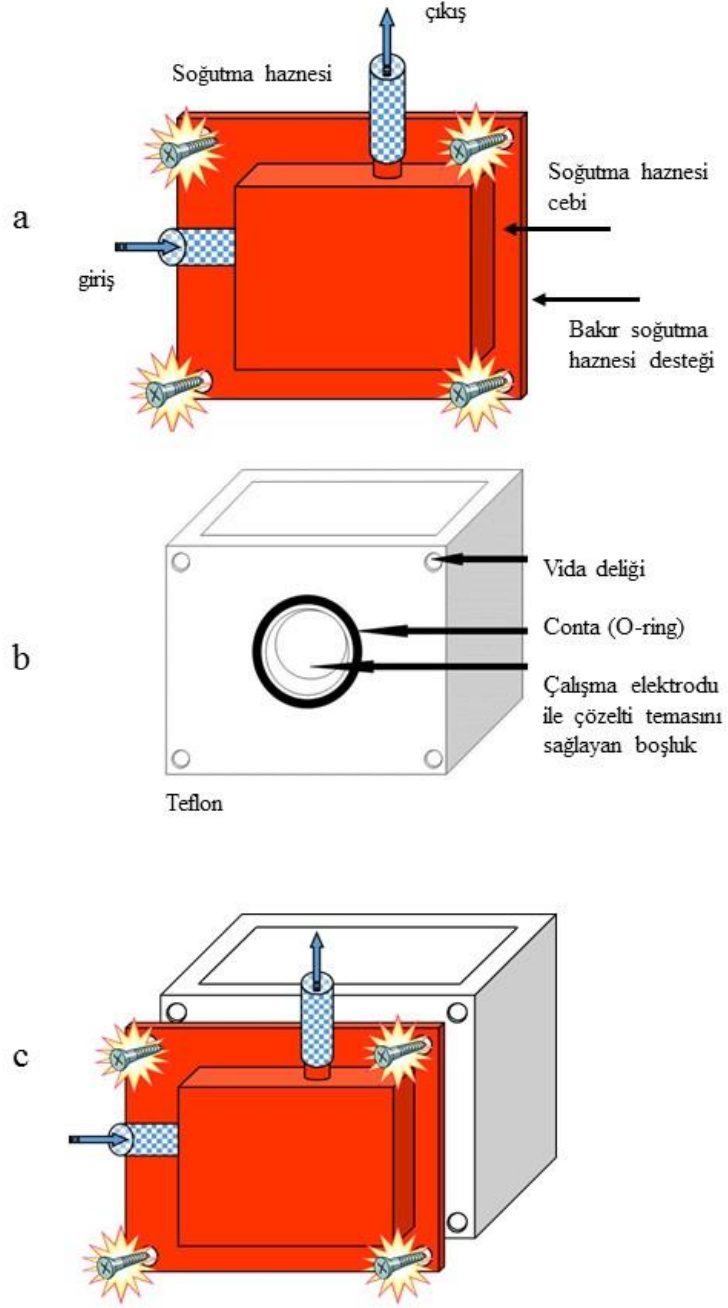
Şekil 3.1. Yaygın olarak kullanılan anodizasyon işlemi için anot ve katot 'un temsili gösterimi (a), hızlı anodizasyon için imal edilen hücredeki çalışma elektrotlarının temsili gösterimi (b)

Şekil 3.1a' da akım, çalışma elektrotuna (Al levha) bir noktadan bağlantı kurularak iletilmektedir. Bu durumda, yani normal (çift) anodizasyonda, kullanılan voltaj nispeten düşüktür ve oksidasyon hızı yavaştır. Bu nedenle bu tip yaygın olarak kullanılan çalışma hücrelerinde uygun AAO şablon hazırlamak için toplam anodizasyon süresi çok uzun tutulmak zorundadır. Şekil 3.1b'de görüldüğü üzere ise çalışma elektrotu (Al levha) arkadan soğutucu bir hazne (anot) ile doğrudan temas halinde olup, akım anot üzerinden

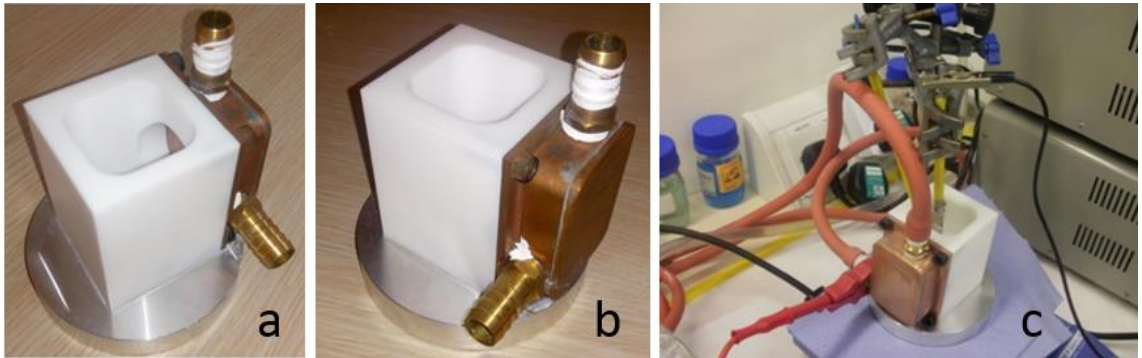
geniř bir alandan alınmaktadır. Bu durumda, yani hızlı anodizasyonda, kullanılan voltaj yüksek tutulabilmekte ve dolayısı ile oksidasyon hızı artırılmaktadır. Yüksek voltaj kullanımı yüksek akım oluşturacağından çalışma elektrotunun sıcaklığı artar ve oluşan oksit filmi içinde bulunduđu asit çözeltisi içerisinde tekrar çözülmeye başlar. Dolayısı ile, şayet ikincil bir anot, soğutma haznesi olarak Al levhaya eş olarak kullanılmazsa, yüksek voltaj kullanımı mümkün değildir.

Bu tez çalışmasında imal edilen hızlı anodizasyon için çalışma hücresinin temsili görünümü verilmiştir (Şekil 3.2).





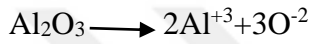
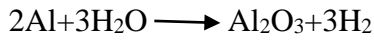
Şekil 3.2. Hızlı anodizasyon süreci için çalışma hücresinin bileşenlerinin temsili çizimi



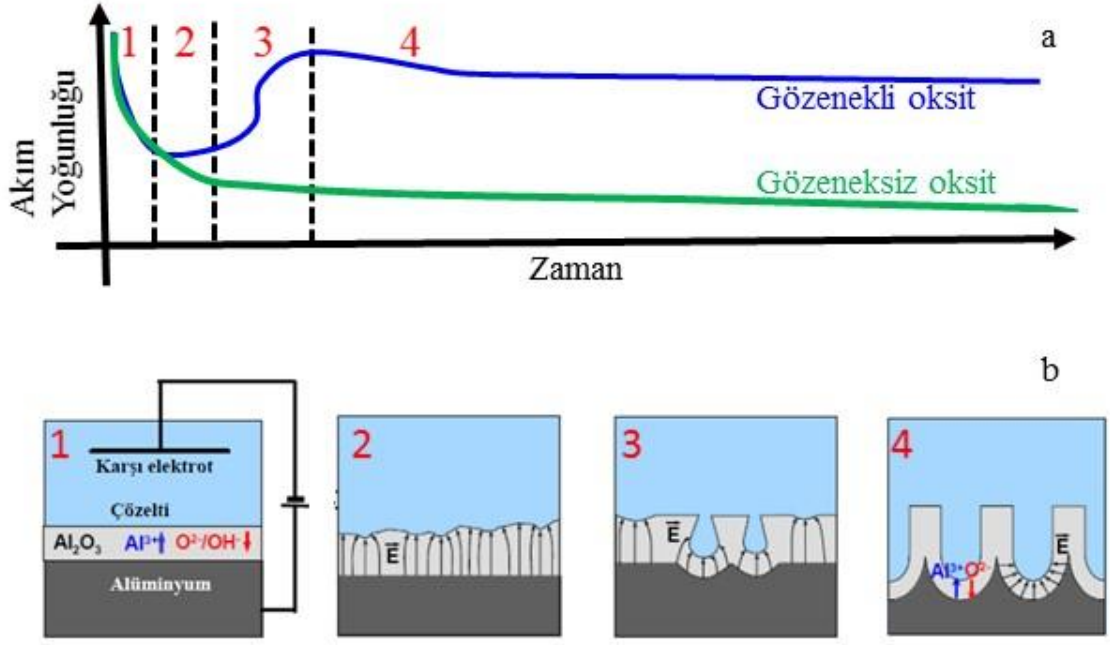
Fotoğraf 3.1. Hızlı anodizasyon için çalışma hücresinin farklı yönlerden çekilmiş resmi (a, b) ve (c) deneyde kullanımı

3.2 Anodik Alüminyum Oksit (AAO) Şablonların Hazırlanması

Anodizasyon Al, Ta, Ti, Zr ve Nb gibi metale ait levhanın yüzeyinde dayanıklı oksit bir tabaka oluşturma işlemidir. 19. yüzyılın ikinci yarısından itibaren endüstriyel alanda kullanılmaya başlanan alüminyum (Al); demir haricindeki kurşun, kalay ve bakır alaşımları gibi malzemelerin toplamından daha fazla kullanılmaktadır. Doğada rahatça bulunabilir olması, kolay şekil alması ve hafifliği gibi özellikleri Al'un tercih edilmiş nedenleri arasındadır. Alüminyum atom numarası 13, atom ağırlığı 27 olan gümüş renkte bir metaldir. Alüminyum oksidasyon süreci;



şeklinde olup iki reaksiyon vardır. Bunlardan birincisi ikincisinden hızlı gerçekleşirse ince oksit film, ikinci reaksiyon birincisinden hızlı gerçekleşirse gözenekli yapı oluşur. Alüminyum yüzeyindeki oksit tabaka oksit/elektrolit ve metal/oksit ara yüzeylerinde anyon ve kationların taşınmasıyla oluşturulur. Oksit tabakanın elektroliz yöntemiyle oluşturulma sürecinde uygulanan potansiyel, sıcaklık ve elektrolit derişimi gibi faktörler etkilidir. Oksitli bölge koruyucu (bariyer) tabaka ve gözenekli bölgeden oluşur. Bariyer tabaka borik asit, amonyum borat ve etilen glikoldeki amonyum tetraborat gibi çözünmeyen elektrolitlerin içerisinde oluşur. Gözenekli bölge ise sülfürik asit, oksalik asit ve kromik asit gibi çözünebilir elektrolitler içerisinde oluşturulabilir. Elektroliz yöntemiyle yapılan anodizasyon işleminde alüminyum anot olarak kullanılır ve oksijen salınımı meydana gelir. Bu salınım sonucunda alüminyum yüzeyi oksit tabakayla kaplanmış olur. Al levhanın yüzeyinde istenilen gözenekli yapının oluşması için gerekli olan akım yoğunluğunun zamanla değişimi Şekil 3.3'de verildi.



Şekil 3.3. 1-Alüminyumun elektrolitle karşılaşması sonucu elektrolit/alüminyum ara yüzeyinde koruyucu katmanın meydana gelmesi, 2- yüzey dalgalanmaları sebebiyle ortaya çıkan sınırlı alan dağılımları, 3- sıcaklık ya da alan etkisiyle çözünmeler sonucunda gözeneklerin meydana gelmesi, 4- kararlı gözenek büyümesi (Kaya, 2011).

Anodizasyon öncesi işlemler

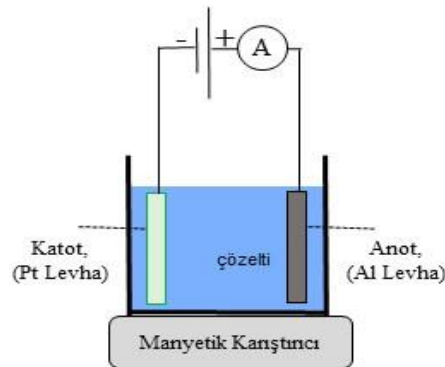
Al levhalar anodizasyon öncesi; levhaların temizlenmesi, levhaların fırında bekletilmesi ve elektrokimyasal yöntemle cilalama gibi işlemlerden geçer. Al levhaların temizlenme işlemine saf su (Fotoğraf 3.2a) ile temizlenen levhalar etanol veya aseton ile temizlenerek başlanır. Bu şekilde temizlenen Al yüzeylerin daha sonra ultrasonik banyoyla temizleme işlemi bitirilir (Fotoğraf 3.2b). Bu temizleme işlemi bölüm nanobilim ve nanoteknoloji laboratuvarında bulunan ultrasonik temizleyici ile gerçekleştirildi. Daha sonra temizlik aşamalarından geçen bu alüminyum levhalar, yaklaşık 400-500 °C sıcaklıkta Argon (Ar) veya Azot (N_2) gazlarından (Fotoğraf 3.2d) birisiyle fırın ortamında (Fotoğraf 3.2c) belli bir süre ısıtılma tabii tutuldu. Burada gazlar fırın içerisine verilmekte ve dışarıya hava dolaşımı yoluyla atılmasıyla da ortamın gaz akışı sağlanmaktadır. Bu işlemle Al levhayı oluşturan çoklu kristal domainlerin hem kristalizasyonu hem de büyüklükleri araştırılmaktadır. Böylece Al levhalarda anodizasyon aşamasında daha düzenli gözenekli yapı oluşmasına yardım edilmiş olmaktadır.



Fotoğraf 3.2. Ömer Halisdemir Üniversitesi Fizik Ana Bilim Dalı Nanobilim ve Nanoteknoloji laboratuvarında bulunan saf su elde etme cihazı (a), ultrasonik temizleyici (b), yüksek sıcaklık fırını (c) ve argon (Ar) ve azot (N₂) gazları (d) içeren tüpler

Fırınlama işleminden sonra perklorik asit çözeltisi ve etanol çözeltisi karışımı kullanılarak yapılan elektrokimyasal cilalama işlemi yapılmakta olup bu durum şematik olarak aşağıda şekil 3.4'te gösterildi. Elektrokimyasal cilalama için iki elektrotlu elektroliz devresi kullanıldı. Bu devrede alüminyum levha anot, platin levha ise katot olarak kullanıldı. Al levhalar manyetik karıştırıcı kullanılarak: % 65 perklorik asit çözeltisi (HClO₄) ve saf etanol çözeltisi (1:5 oranında) karışımından elde edilen çözelti içerisinde 5 °C sıcaklıkta sürekli karıştırıldı.

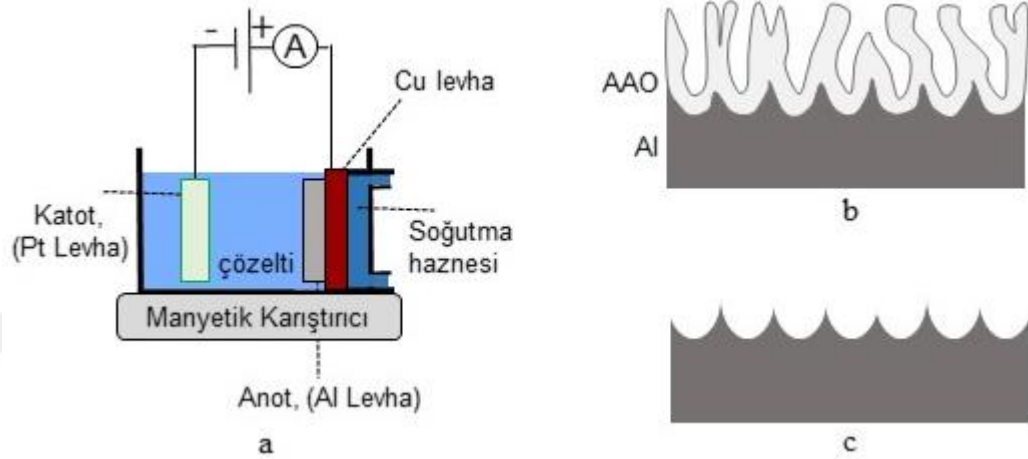
Çözeltinin hazırlanması aşamasında sıcaklığın kontrolü için, etanol damlatılarak perklorik asit çözeltisine eklendi. Süreç sırasında Al levhanın yüzeyinden koyu renkte ve ince zar şeklinde kabukların ayrıldığı gözlemlendi. Al levhanın yüzeyinin tamamı bu şekilde cilalanana kadar deneye devam edildi. Süreç sonunda daha temiz görünümlü açık ve parlak Al yüzeyleri elde edildi. Bu cilalı yüzeyin kalıcılığını sağlamak için çözeltiden çıkarılan Al levhalar etanol çözeltisi ve saf su ile yıkama aşamasından sonra kurutulmaya bırakıldı.



Şekil 3.4. Elektrokimyasal temizleme için deneysel sistemin şematik gösterimi

3.2.1 Birinci anodizasyon

Temizlenme aşamasından sonra ilk anodizasyon sürecinin temsili gösterimi şekil 3.5’de verildi. Şekil 3.5.a’da ilk anodizasyon sürecinin elektrokimyasal devresinin temsili gösteriminde platin levha katot, alüminyum levha anot olarak ayarlandı.



Şekil 3.5. Birinci anodizasyon sürecinin (a), bu anodizasyon sonunda düzensiz AAO şablonunun temsili resmi (b) ve düzensiz AAO şablonunun kaldırılması sonrasındaki düzenli Al yüzeylerinin temsili gösterimi (c)

Birinci anodizasyon aşamasında; yüksek saflıktaki alüminyum 0.3 M oksalik (oxalic) asit çözeltisi içerisinde yaklaşık 0-2°C sıcaklıkta, başlangıç olarak 40 V, daha sonra voltaj dakikada 30-50 V gibi değerlerle artırılarak 120-140 V potansiyel altında 1-2 saat anodize edildi. Birinci anodizasyon sonucunda Al levhalar üzerinde elde edilen gözenekli yapının temsili gösterimi şekil 3.5.b’de verildi.

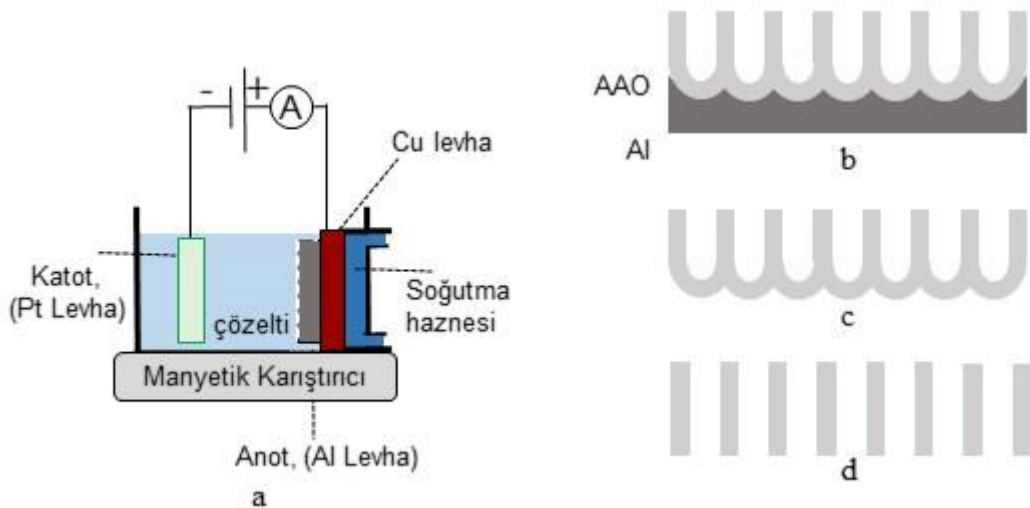
Şekil 3.5.c’de temsili olarak gösterildiği gibi AAO (anodik alüminyum oksit) tabakanın Al yüzeyinden kaldırılması için kromik asit (H_2CrO_4) çözeltisinde 12 saat bekletildi. Bu aşamadan sonra düzensiz gözenekli yapı olan AAO tabaka Al yüzeyinden çıkarılarak düzenli çukurlar elde edildi. Burada çözelti seyreltik fosforik asit çözeltisi olursa 5-15 dk aralığında 30-35 °C bekletilerek de ilk bozuk oksit tabaka kaldırıldı.

3.2.2. İkinci anodizasyon

İkinci anodizasyon işleminin deney düzeneğinin şematik gösterimi şekil 3.6.a’da verildi. Birinci anodizasyon sonucunda elde edilen AAO tabakası kaldırılan Al levha devreye bağlandı. Genel olarak deney sürecinin işleyişi birinci anodizasyon gibi olup, devreye verilen voltaj doğrudan 120-140 V’ a ayarlandı. Bu işlem 1-2 saatte gerçekleştirildi. Bu süreç sonunda Al levhanın son hali temsili olarak şekil 3.6.b’deki gibi elde edildi.

Kullanılmayan (geri kalan) Al den kurtulmak için CuCl_2+HCl çözeltisi ya da HgCl_2 çözeltisi kullanılarak AAO filmi kendi başına kalana kadar Al eriyik hale getirildi (şekil 3.6.c). Bu işlemler sonunda elde sadece AAO şablonu (bariyer filmle beraber) kaldı.

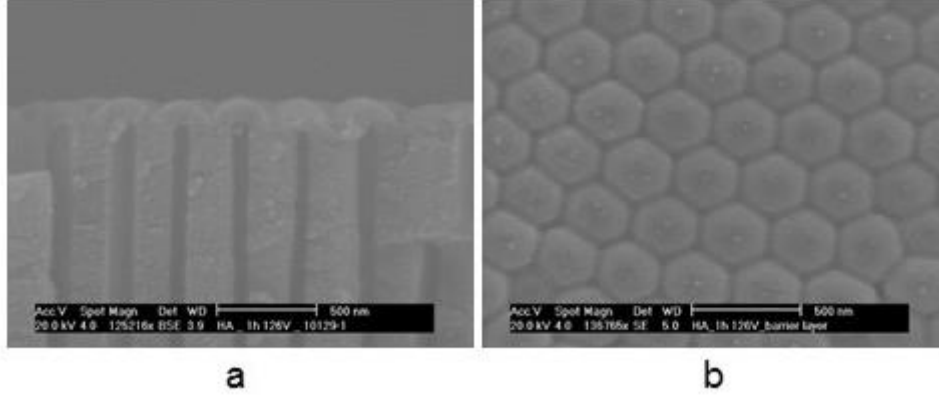
AAO öncelikli olarak asit çözeltisinden de-iyonize suya (saf su) alınarak dikkatlice yıkandı, sonra kuruması beklendi. AAO örneğin gözenekli yapısının muhafaza edilmesi için örneğin kenarları dikkatlice bantlandı. AAO şablonun altının açılması (yani bariyer filmin eritilmesi) için AAO şablonu, %5 lik H_3PO_4 çözeltisi içerisinde kayık gibi yüzüp kavisli kısmı çözeltilmeye temas edecek şekilde konularak beklendi. Bu süreç sonunda gözenekleri baştan sona açık olacak şekilde AAO şablonu Şekil 3.6d’deki gibi elde edildi. AAO şablonunun tamamı, çözelti içinde 5 dk daha bekletilirse gözenek çapı yaklaşık olarak 40 nm ye ulaşmakta ve biraz daha uzun süre bekletilirse gözenek çapı 70 nm ye kadar çıkabilir.



Şekil 3.6. İkinci anodizasyon işleminin deneysel düzeneğinin temsili gösterimi (a), ikinci anodizasyon sonrasında düzenli AAO şablonların görünümü (b), AAO şablonun Al levhadan ayrılmış hali (c) ve AAO şablonun bariyer tabakasının kurutulmuş durumu (d)

3.2.3 AAO Şablonların taramalı elektron mikroskop (TEM) görüntüleri

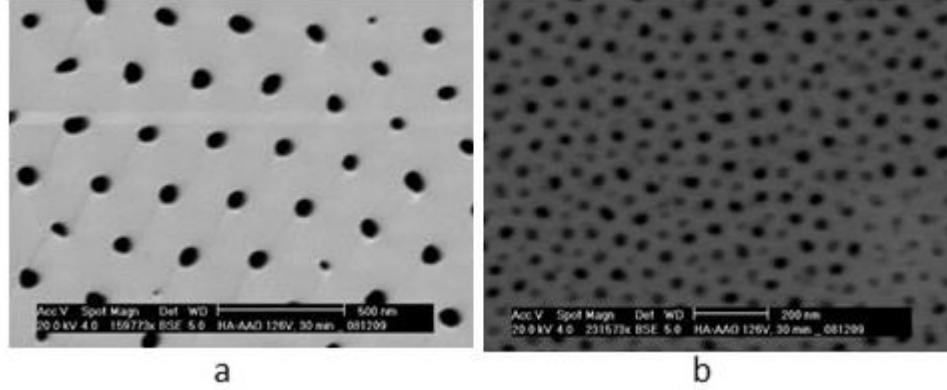
Anodizasyon süreçlerinden ve kullanılmamış Al'un eritilmesinden sonra bariyer tabakasının da gözleendiği AAO şablonu Fotoğraf 3.3'te verilmiştir. Bura görüldüğü gibi kıvrımlı kapalı kısmın altında kalan gri bölge AAO şablonun iç kısmıdır.



Fotoğraf 3.3. Hızlı anodizasyon tekniği ile 126V'ta 60 dk surede üretilen AAO şablonun bariyer tabakasının (a) yan kesit (kavisli kısım) ve (b) (üst yüzeyine ait te görülen kavisli kısım ile birlikte) taramalı elektron mikroskobu (TSEM) görüntüleri

Fotoğraf 3.4'te bariyer tabakası kaldırılmış AAO şablonun tepeden çekilen fotoğrafları iki farklı ölçekte görülmektedir. Bu iki fotoğrafa göre siyah bölge ile görülen yerler AAO şablonların iç kısmını (yani gözenekleri) göstermektedir. Bu şablon fotoğrafına göre yapının altıgen formunda olduğu açıktır. Gözenekler arası mesafe bariyer film (üst) tarafta daha geniş ve düzenli görünmektedir. Anodizasyon ilerledikçe bazı küçük

gözenekler kaybolmakta, diğerleri de birleşerek düzenle bir yapıya ulaşmaktadır. İkincil bir anodizasyon işlemi ile baştan sona bu şekilde düzenli AAO şablonları elde edilir.



Fotoğraf 3.4. Hızlı anodizasyon tekniği ile 126 V'ta 30 dk anodizasyonla üretilen bir AAO şablonun bariyer filmi açıldıktan sonra ki (a) üst ve (b) alt yüzeyden farklı ölçekteki TEM görüntüleri

Anodizasyon işlemi sürecinde AAO şablonlarında değişik asitler kullanılarak elde edilebilecek gözenek özellikleri Çizelge 3.1'de gösterilmiştir. Buna göre oluşan gözenek ölçüsü, santimetrekare başına gözenek sayısı detaylıca görülmektedir. Uygulanan voltajın ise asit çözeltine bağlı olarak değiştiği görülmektedir. Genel itibariyle voltaj arttıkça mesafe artmakta, yoğunluk azalmaktadır. Hızlı anodizasyon daha yüksek voltajların kullanılabilmesine imkân verdiği için, normalde ulaşılamayan değişik gözenek özellikleri de elde edilebilmektedir.

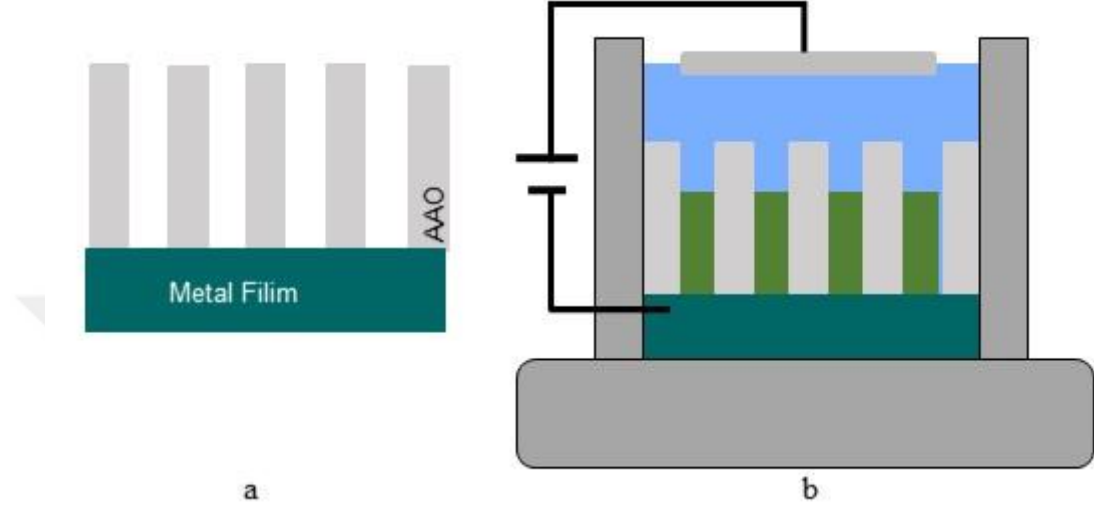
Çizelge 3.1 Kullanılan çözeltilere göre Al anodizasyonu ile elde edilen gözenek ölçüleri

Çözelti	Uygulanan volt (V)	Gözenekler arası mesafe (nm)	Gözenek yoğunluğu (cm ² başına)
Fosforik Asit (H ₃ PO ₄)	195	500	~10 ⁹
Oksalik Asit (C ₂ H ₂ O ₄)	40	105	~10 ¹⁰
Oksalik Asit (C ₂ H ₂ O ₄)	126	250	~10 ⁷
Sülfirik Asit (H ₂ SO ₄)	25	63	~10 ¹¹

3.3 Fe, FeNi Nanotellerin AAO İçerisinde Büyütülmesi

AAO şablonları nanotellerin büyütülmesine hazır hale getirmek için şablonun bir yüzeyi çözeltide iletkenliği sağlamak amacıyla termal buharlaştırma tekniği kullanılarak metal ile

kaplandı (şekil 3.7.a). Bir yüzeyi metal ile kaplı AAO şablonu çözelti içerisinde yerleştirilirken anot ve katot arasındaki iletkenliğin AAO şablonların açık kısmıyla sağlanacak şekilde konması gerekir. Bunun için bir yüzeyi metal ile kaplı AAO şablonlarının sadece şablon kısmı çözültüye temas edecek şekilde özel bir depolama hücresine yerleştirildi. Söz konusu sistem aşağıda şekil 3.7.b’de temsili olarak verildi.



Şekil 3.7. İkinci anodizasyon süreci sonunda elde edilen AAO şablonun metalle kaplanmış yüzeyinin (a) Fe, NiFe nanotellerin büyütülmesi için depolama hücresinin temsili (b) gösterimi

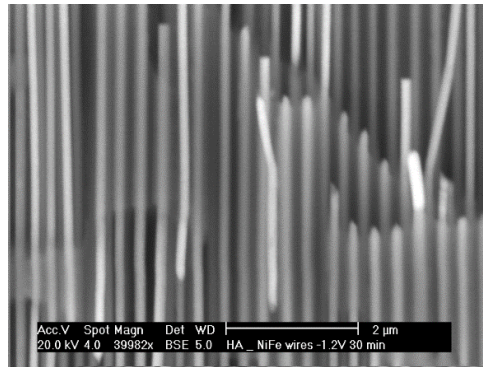
Depolama sistemi elektroliz deneyinin geliştirilmiş bir türü olup anot ve katot’un bağlantı yerlerinin değiştirilmesi ile oluşturulmuştur. Bu nedenle elektroliz deneyinin dayandığı temel üzerinde kısaca duruldu. Elektroliz deneyleri akım veya potansiyel kontrol edilerek yapılabilir. Elektrotlardan ayrılan madde miktarı devreden geçen akıma ve süreye bağlıdır. Akım miktarı ve sürenin belirlenmesiyle elde edilecek kimyasal değişimin miktarı hesaplanır. Elektrot üzerindeki kimyasal değişim sadece metal kaplama olduğunda, kaplanan metalin miktarı hesaplanır. Elektroliz deneyindeki akım, çözelti içerisinde bulunan metal, hidrojen, nitrat ve sülfat gibi iyonların indirgenmesinde harcanabilir. Ancak nikel ve bakır gibi elementlerin kaplamalarında akım etkisi %100’e yakındır. Akım miktarının elektrot alanına oranı olan akım yoğunluğu kaplamanın ya da büyütmenin gerçekleşip gerçekleşmediğini belirler. Ayrıca, akım yoğunluğu, elektrot geometrisinin şekline bağlı olarakta değişmektedir. Elektroliz deneylerinde bir film yüzeyi kaplanırken filmin tamamı ya da belli bir şablonda büyütmeğe göre kaplama miktarı değişiklik arz eder. Kaplama miktarı; düz tabakalar kaplanırken kaplama hacmi, şablon içerisinde büyütmede ise doluluk faktörü ile belirlenir (Kaya, 2011; Kartopu vd., 2008; Kartopu, vd., 2009; Kartopu vd., 2014; Yalçın vd., 2004; Yalçın vd., 2015).

Elektroliz deneyinde etkin faktörlerden biri de devreye uygulanan voltajdır. Bu voltaj AAO şablonların oluşturulması sırasında gözeneklerin çap genişliğini belirlemede kullanıldı.

Bu elektroliz bilgileri ışığında Fe ve NiFe nanotelleri depolama hücresinde büyütme için hücre ve AAO şablonu de-iyonize su ile temizlendi. Fe nanoteller için demir sülfat, NiFe nanoteller büyütme için belli miktarda nikel sülfat ve demir sülfat karışımı saf su ve manyetik karıştırıcı ile homojen karışım elde edildi. Fe, NiFe nanotellerin büyütülmesi için şekil 3.7b deki devre kuruldu. Büyütülmek istenen nanotelin boyu akım 1A civarında sabit tutulup süre kontrolü ile geçen yük miktarının kontrolü ile yapıldı. Bu işlem oda sıcaklığında ve 1.1 V sabit potansiyel altında yapıldı. Burada manyetik nanoteller, metal elektrot ile kaplı tabandan AAO'nun açık olan ucuna doğru (yani dipten tepeye) gözeneklerin içerisinde büyütüldü.

3.4 Nanotellerin Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) Görüntüleri

Bu tez çalışmasında AAO şablonun ve bu şablon içinde büyütülen nanotellerin yapısı taramalı elektron mikroskop (TEM) görüntüleri alınarak incelendi. Büyütülen nanotellerin SEM görüntülerinden; nanotellere ait boyut, şekil dağılımları ve altıgen yapıda oldukları görüldü. Buradan hareketle de teller arasındaki mesafe ve tellerin çapları bulundu. Bazı örnek AAO şablon ve nanotel görüntüleri Fotoğraf 3.5'te verildi. Bu fotoğrafta AAO şablonların içerisinde büyütülmüş $Ni_{80}Fe_{20}$ nanotellerin kesitten çekilmiş farklı ölçekteki resmi görülmektedir. Burada açık renkli bölgeler nanotelleri göstermektedir. Yapının ne derece düzgün olduğu açıkça görülmektedir.



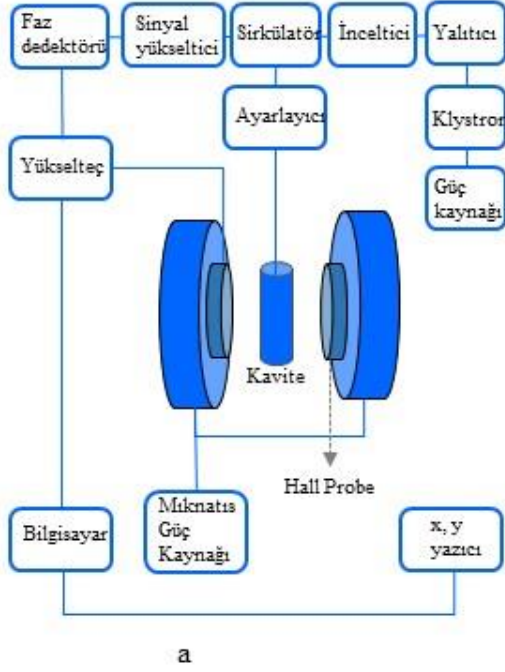
Fotoğraf 3.5. Hızlı anodizasyon tekniği ile üretilmiş AAO şablon içerisinde büyütülen $Ni_{80}Fe_{20}$ nanotellerin TEM görüntüleri

3.5 Manyetik Karakterizasyon Ölçüm Teknikleri

AAO şablon içinde büyütülen nanotellerin manyetik özellikleri FMR ve TÖM yöntemleriyle elde edilen verilerin analizi ile yapıldı. TÖM cihazına konulan nanoteller üzerinden, manyetik alan tel eksenlerine paralel ve dik olacak şekilde iki farklı yönde veri alındı. ESR cihazında kavite içine konulan nanoteller hem nanotel eksenine dik olacak şekilde hem de tel eksenine paralelden dik pozisyona kadar eşit adımlarla taranarak farklı açılarda veri elde edildi. Her iki cihazdan alınan veriler detaylıca analiz edildi. Bu durumların ölçüm yöntemlerinin özellikleri detaylı bir şekilde aşağıda sırasıyla verildi.

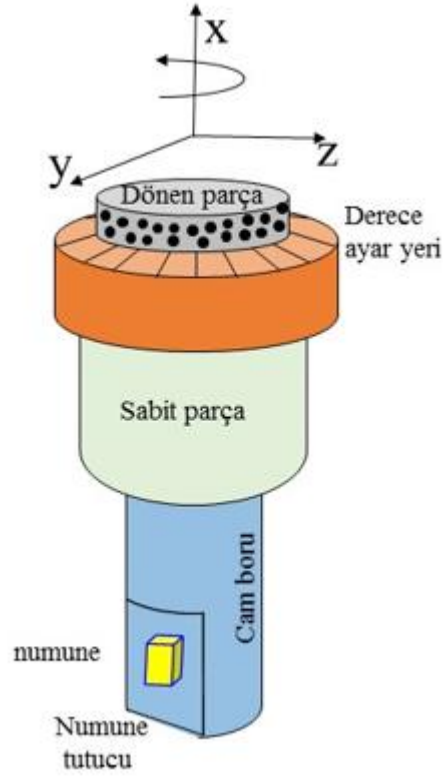
3.5.1. Ferromanyetik rezonans ölçüm tekniği

Elektron spin rezonans (ESR) spektroskopisi maddelerin manyetik özelliklerinin araştırılmasında önemli bir yere sahiptir. ESR spektrometresinin temsili gösterimi ve tez çalışmasında ölçüm yapılan Bruker EMX ESR spektrometresinin resmi sırasıyla aşağıda şekil 3.4a ve şekil 3.4b’de verildi. ESR spektrometresi genel olarak kavite-kılavuz sistemi, mıknatıs sistemi, mikro dalga kaynak sistemi, modülasyon ve dedektör sistemi gibi dört temel kısımdan oluşur. Kavite-kılavuz sistemi, malzeme üzerine mikrodalgayı taşıyan ve malzeme ile etkileşen dalgaları dedektöre ileten bir sistemdir. Mıknatıs sistemi, sabit ve güvenilir dış manyetik alan elde etmek için kullanılan çift bobinden oluşan kangal sistemidir. Mikrodalga kaynak sistemi, rezonans oluşumuna katkı sağlayan ve en önemli elemanlarından biri yüksek frekans üreticisi (klystron) olan bir sistemdir. Modülasyon ve dedektör sistemi ise ESR cihazında en önemli işlemlerden birini yapar. Bu sistem kendi arasında iki kısımdan oluşur. Dedektör kısmında, malzemenin soğurduğu mikrodalga enerjisi detektörler ile tespit edilir. Modülasyon kısmı ise mikrodalgaları doğru akıma dönüştüren kristal detektöründeki gürültü sinyalini azaltmaya yarayan bir sistemdir.



Şekil.3.8. ESR spektrometresi blok diyagramı (a) ve Bruker EMX spektrometresi (GTÜ) (b)

Bu tez çalışmasında nanotellerin ESR ölçümleri yukarıda verilen x-band (9.5-9.8 GHz) frekanslı, 20 mW mikrodalga güçlü ve 100 kHz manyetik alan modülasyona sahip Bruker EMX spektrometresi kullanılarak oda sıcaklığında ve iki farklı geometride kaydedildi. Bunlardan biri uygulanan dış manyetik alanın film düzlemine paralel, tele dik olduğu (IPG) ve diğeri ise dış manyetik alanın film düzlemine dik, tele paralel olduğu (OPG) dir. Her iki durumda da dış manyetik alanın yönelimi Şekil 3.9’da temsili olarak verilen ve sabit bir eksen etrafında dönebilen açıölçer (goniometer) ile sağlandı. Böylece kavite içine konulan her nanotelin hem IPG hem de OPG sinyalleri istenilen açıda kaydedildi.

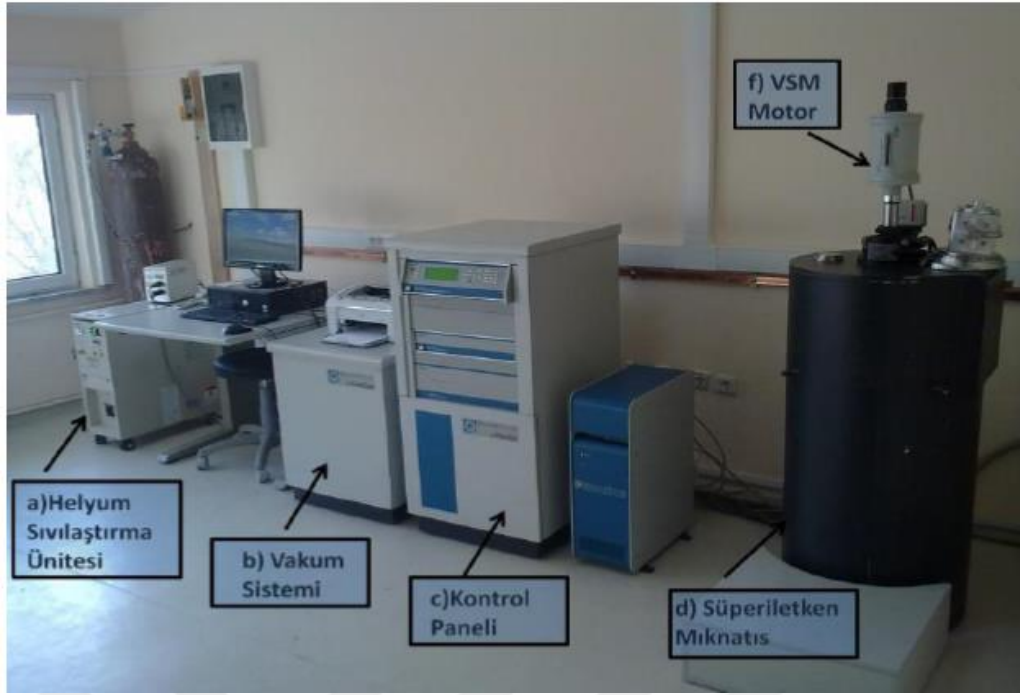


Şekil 3.9. Sinyallerin belirli açılarda alınmasını sağlayan gonyometre

FMR sinyalleri hem IPG hem de OPG de ölçümleri yapılarak malzemelerin anizotropik davranışları analiz edilir. Bu sayede numunelerin anizotropileri ve bunların sisteme katkıları tespit edilebilir.

3.5.2. TÖM ölçüm tekniği

Manyetik malzemelerin doyum alan (H_s), koersif alan (H_c), kalıcı mıknatıslanma (M_r) ve doyum mıknatıslanma (M_s) gibi özelliklerini belirlemek için titreşimli örnek manyetometresi (TÖM) kullanılır. TÖM cihazı ile malzemelerin manyetik histerezis ölçümleri yapılırken malzeme sabit bir manyetik alan içine konulur. Malzeme manyetik alandan etkilendiği için manyetik momentler belirli bir düzene girer. Bu tez çalışmasında, TÖM cihazı (PPMS 9T) ile malzemenin ölçümü yapılırken kullanılan bütün bileşenler Şekil 3.10 da gösterildi. Numune süperiletken mıknatısın bulunduğu helyum tankı içine yerleştirildi. TÖM ile manyetik histerezis eğrileri alana bağlı olarak kaydedildi. Düşük sıcaklıklarda ölçüm yapılmak istenirse sıcaklığı kontrol edecek, sıcaklık kontrol cihazı bağlanır.



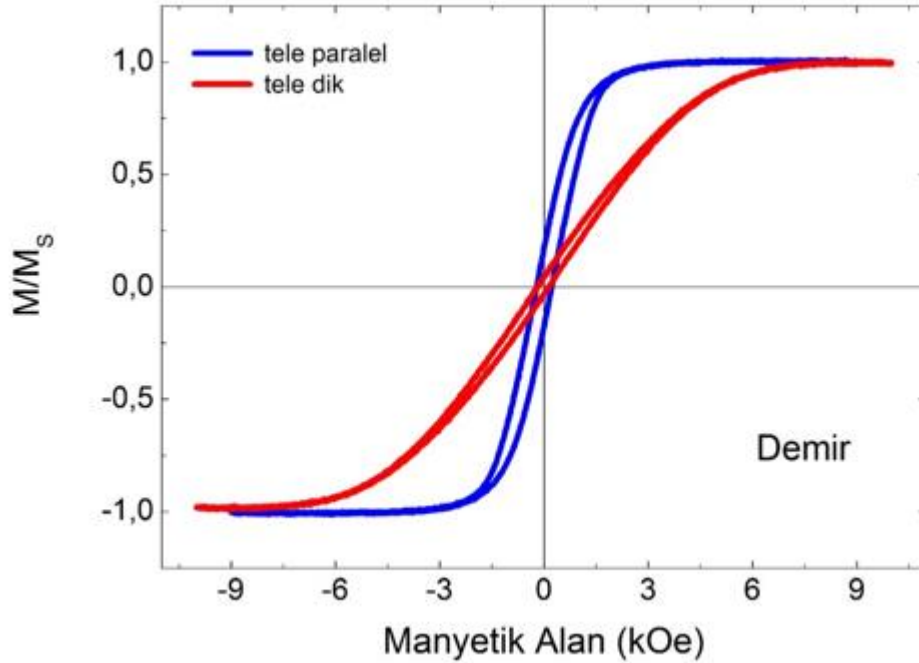
Şekil.3.10. Manyetik histerezis eğrilerinin ölçümünün yapıldığı VSM cihazı ve bileşenleri

BÖLÜM IV

BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Fe ve NiFe Nanotellerin TÖM Ölçümleri

Şekil 4.1’de manyetik alanın tel eksenine paralel ve dik konumlarındaki demir nanoteller için manyetik histerezis eğrileri oda sıcaklığında verildi. Manyetik alanın tel eksenine dik olduğu yerde manyetizasyon çok az miktarda ferromanyetik özellik göstermektedir. Manyetik alanın tele paralel olması durumunda ise histerezis eğrisinin dik konumdakine göre az fazla ferromanyetik bir özellik sergilediği gözlenmektedir. Bu şekilden doğrudan demir nanotel için kolay eksenin tele paralel olduğu gözlemlendi. Manyetik alanın tele dik olması durumunda ise eksenin zor eksen olduğu gözlemlendi.

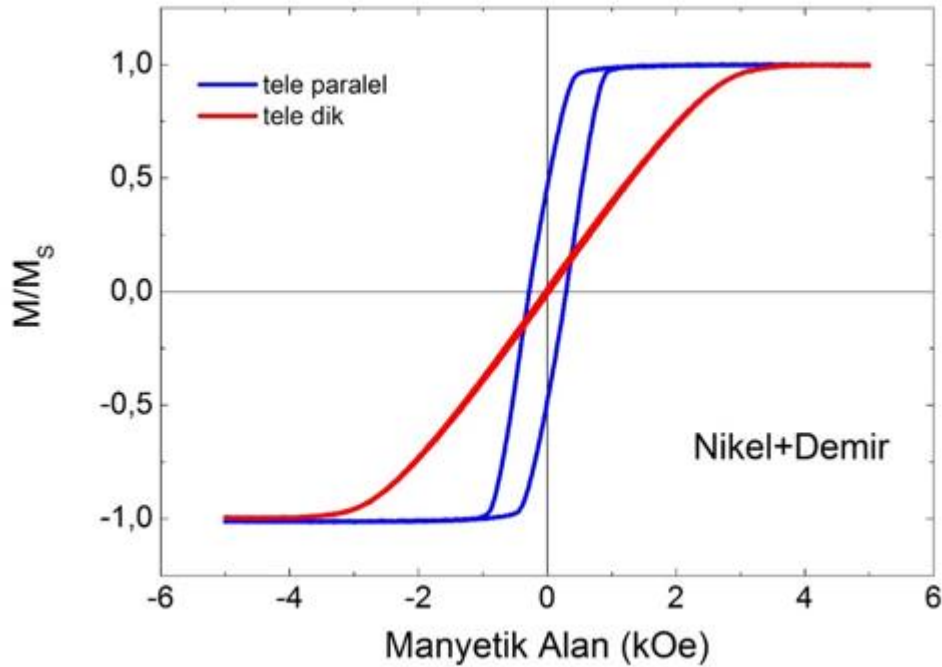


Şekil 4.1. Demir (Fe) nanotel için manyetik alanın tele paralel ve dik pozisyonlarındaki normalize edilmiş mıknatıslanmaları

Burada demir nanotel için elde edilen manyetik histerezis eğrisine göre dik ve paralel konumlar haricinde ara açılarda da eğriler bulunmaktadır. Manyetik alanın nanotele dik ve paralel uygulanması haricinde elde edilen bütün diğer histerezis eğrileri bu konumlar arasında elde edilecektir. Bu iki konum (manyetik alana dik ve paralel) için elde edilen eğriler o nanotel için yeterli bilgiyi içermektedir. Bu nedenle genel olarak manyetik

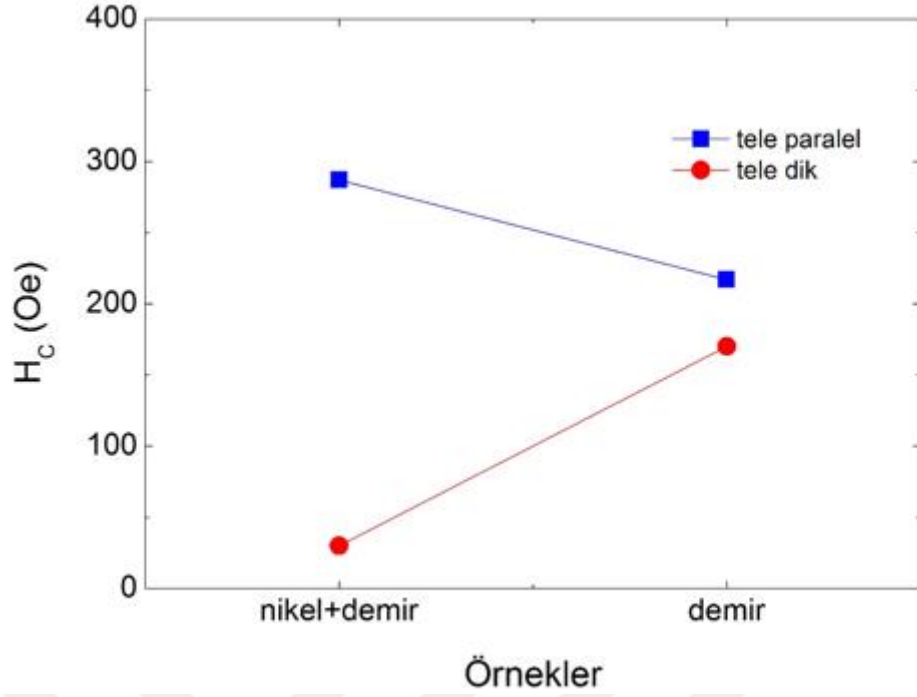
nanoteller için dik ve paralel konumlar dikkate alınarak yapılan incelemeler, bu tez çalışmasında da yapıldı. Benzer durum nikel-demir alaşımlı nanoteller içinde uygulandı.

Nikel-demir ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) nanoteller için manyetik alanın tele paralel ve dik pozisyonlarındaki normalize edilmiş mıknatıslanmaları oda sıcaklığında Şekil 4.2’de verildi. Bu manyetik histerezis eğrilerinin demir ve nikelin etkisini birlikte yansıttığı açıkça görülmektedir. Burada da manyetik alan tele paralel olması durumunda (mavi renkte) geniş histerezis gözlenmiştir. Aynı şartlar altında $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ numunesinin koersif değerinin Fe numuneninkine (Şekil 4.1) göre daha büyük olduğu gözlemlendi. Buradan da görüleceği üzere kolay eksen tele paralel olduğu tespit edildi.



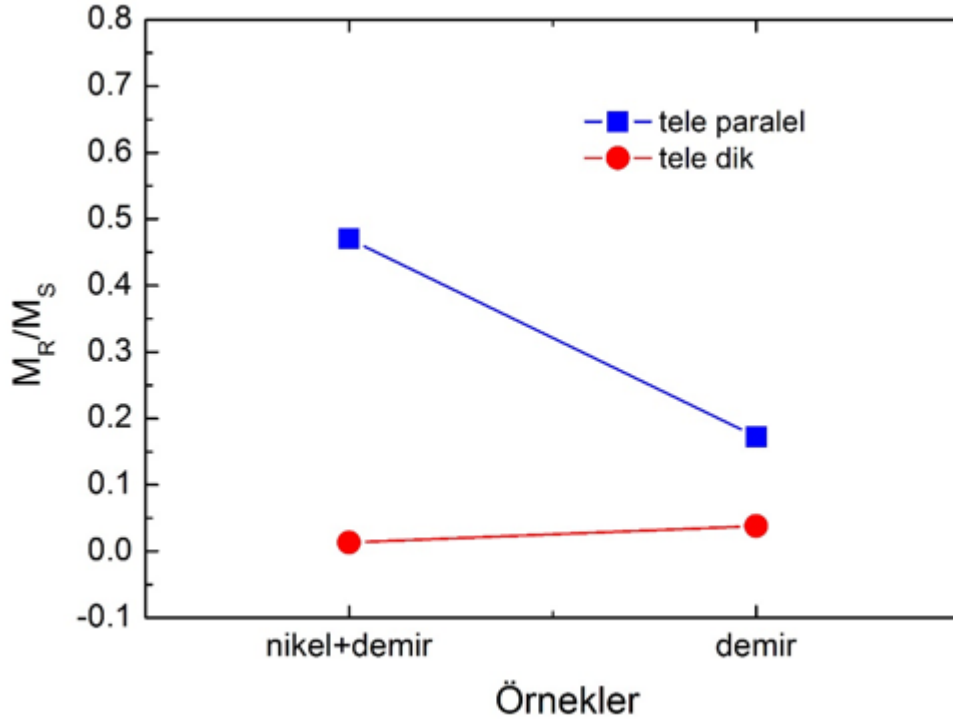
Şekil 4.2. Nikel- Demir ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) nanotel için manyetik alanın tele paralel ve dik pozisyonlarındaki normalize edilmiş mıknatıslanmaları

Şekil 4.3’te nikel-demir ve demir nanotellerin manyetik alanınının tele paralel ve dik konumlarında koersif alanların değişimi verilmiştir. Oda sıcaklıklarındaki bu değerlere göre tele dik pozisyonda büyük değer demir, küçük değer ise nikel-demir için ölçülmüştür. Tele paralel konumda ise büyük koersif alan değeri nikel-demir, küçük değer ise demir için gözlenmiştir. Bu sonuçlara göre nikel nanotellerin koersif alanının paralel konumda en yüksek değer alacağı söylenebilir.



Şekil 4.3. Nikel-demir ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) ve demir nanoteller için koersif alanın tele paralel ve dik pozisyonlarındaki değerleri

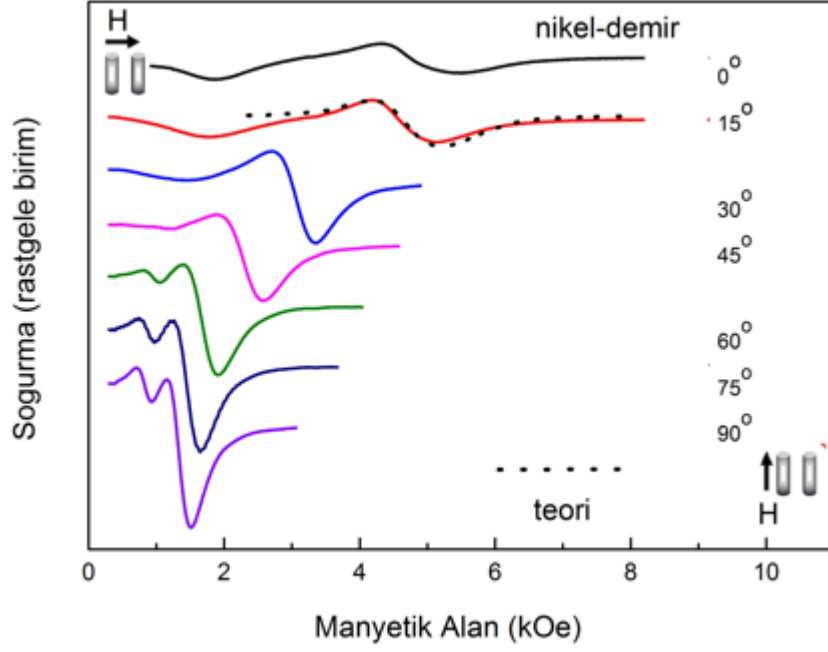
Nikel-demir ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) ve demir nanoteller için M_R/M_S değerlerinin tele paralel ve dik pozisyonlarındaki değerleri karşılaştırmalı olarak şekil 4.4'te verilmiştir. Buradan da görüldüğü üzere manyetik alanın tele dik pozisyonunda hemen hemen değişme gözlenmemiştir. Paralel konumda ise M_R/M_S değerlerinin nikel-demir'den demir'e doğru azaldığı gözlenmiştir. Buradan çıkan sonuca göre de nikel nanoteller için koersif alanının M_R/M_S değerlerinin tele paralel konumda en yüksek değer alacağı ifade edilebilir. Bunlara ek olarak $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ numunenin yüksek koersif alan ve M_R/M_S gösterdiği ifade edilebilir.



Şekil 4.4. Nikel-demir (Ni₈₀Fe₂₀) ve demir nanoteller için M_R/M_S değerlerinin tele paralel ve dik pozisyonlarındaki değerleri

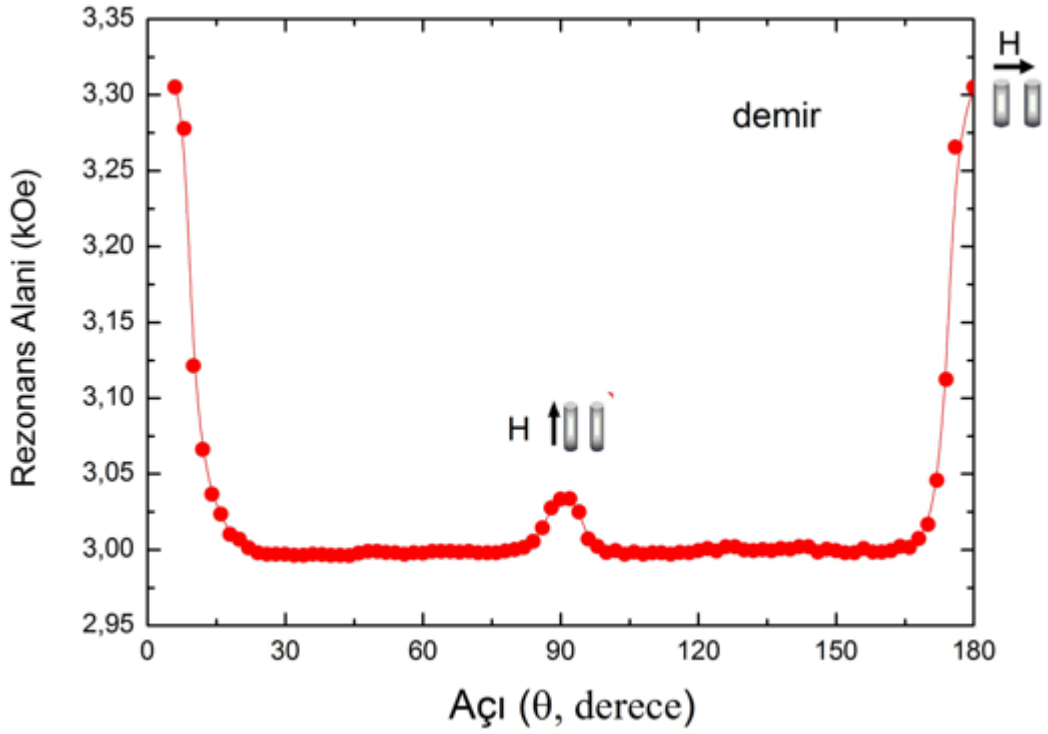
4.2 Fe ve NiFe Nanotellerin FMR Ölçümleri

Hızlı anodizasyon tekniği ile üretilen AAO şablon içerisinde büyütülen demir ve nikel-demir nanotellerin oda sıcaklığında ESR sinyalleri de kaydedildi. Her iki tür örneklerin değişimi en net ortaya koyan nikel-demir nano-tellerin doksan derecelik değişim içerisindeki seçilmiş bazı ESR sinyalleri şekil 4.5'te verildi. Buradaki sıfır derece manyetik alanın tele paralel, doksan derece ise manyetik alanın tele dik konumuna karşılık gelmektedir. Diğer açılar ise tele paralel konumdan dik konumuna doğru açılı göstermektedir. Paralel konumda ESR sinyali daha dar olup, dik konumda ise daha geniş olarak gözlemlendi. Bu ESR sonucuna göre kolay eksenin tele paralel (ESR sonucuna göre 90°), zor eksenin ise tele dik (ESR sonucuna göre 0°) olduğu anlaşılmaktadır. ESR sonuçlarından elde edilen kolay ve zor eksen durumu manyetik histerezislerden elde edilen sonuçlarla aynı konumu göstermektedir. Bu durumda her iki yöntemin uyum içinde çalıştığı görüldü. Ayrıca deney sonuçları ile teorik (denklem 2.17) hesaplamaların da uyumlu olduğu tespit edildi. Manyetik alanın tele paralel konumundaki ufak sinyalleri spin dalga modu olarak belirlendi.



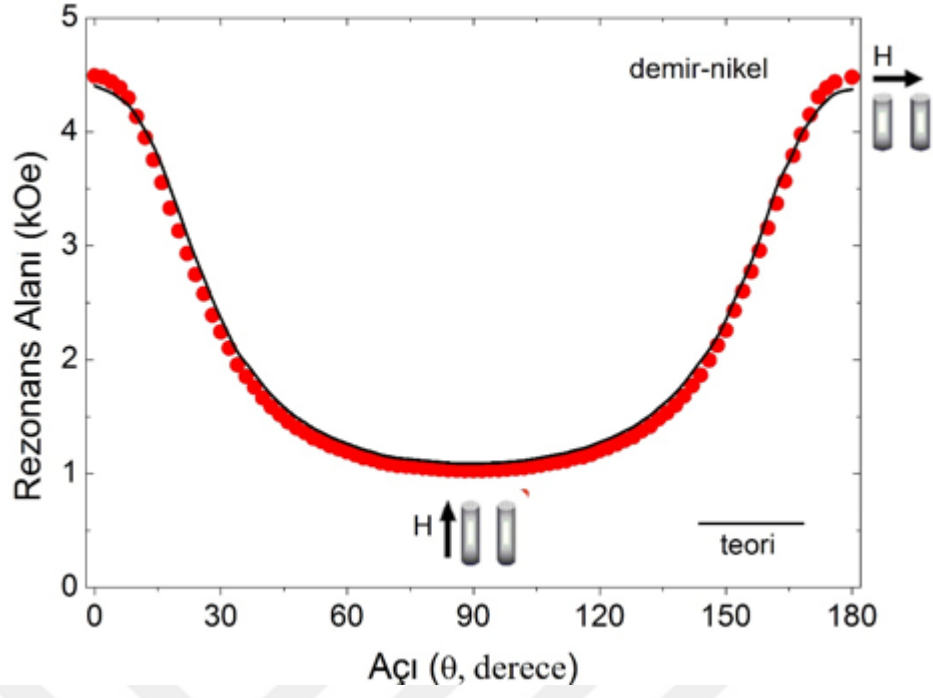
Şekil 4.5. Nikel-demir nano tel için oda sıcaklığında tele paralel (sıfır derece) konumdan başlayarak tele dik konuma kadar (doksan derece) farklı açılarda seçilmiş bazı ESR sinyalleri

Şekil 4.6’de demir nanotellerin FMR sinyallerinden okunan rezonans alan değerlerinin tele uygulanan dış manyetik alanın yönelimine (açı) göre değişimi görülmektedir. Burada rezonans alan değerleri (0°) konumdan (manyetik alanın tele dik) itibaren tele paralel (90°) konuma kadar rezonans alanlarının en yüksek değerden en düşük değere kadar değişimi gösterilmektedir. Bunun devamında tele zıt yönde dik konumdan paralel konuma kadar değişimi detaylıca gözlemlendi. Buna göre hazırlanan nanoteller için manyetik alanın tele dik konumu zor eksen, tele paralel konumu ise kolay eksen olarak belirlenmiştir. Bu sonucun yukarıda verilen manyetik histerezis sonuçlarıyla uyumlu olduğu gözlemlendi. Burada manyetik alanın tele paralel olması durumunda küçük yüksekliğin zayıf ferromnyetik olmasına atfedildi.



Şekil 4.6. Demir nano teller rezonsans alan değerinin açı ile değişimi. Burada sıfır ve 180 derece dış manyetik alanın nanotele paralel pozisyonunu göstermektedir

Nikel-demir ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) nanotellerin FMR sinyallerinden (şekil 4.5) elde edilen rezonsans alan değerlerinin dış manyetik alanın yönelimine göre değişimi şekil 4.7’de verildi. Dış manyetik alanın tele paralel (sıfır derece) konumdan tele dik (90 derece) ve daha sonra tele ters yönde paralel konuma kadar rezonsans alanının değişimi simetrik bir şekilde belirlendi. Buradaki sonuç şekil 4.6 da olduğu gibi kolay ve zor eksenlerin sırasıyla tele paralel ve tele dik olduğunu açıkça ortaya koymaktadır. Ayrıca teorik kısımda verilen rezonsans alanların uygulanan manyetik alan açısına göre değişimin teorik hesabı (denklem 2.18) ile deneysel sonucun uyumlu olduğu görüldü.



Şekil 4.7. Nikel-demir nano tel için rezonans alan değerinin açı ile değişimi. Burada sıfır ve 180 derece dış manyetik alanın nanotellere paralel pozisyonunu göstermektedir

BÖLÜM V

SONUÇ

Bu tez çalışmasında, nanotellerin büyütüldüğü şablon olan anodik alumina (AAO)'nın uzun süre alan anodizasyon kısmındaki süresinin kısaltılması için yeni bir hücre tasarımı ve imalatı yapıldı. Bu imal edilen hücre kullanılarak demir (Fe) ve nikel-demir ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) nanoteller AAO şablon içerisinde büyütülerek manyetik özellikleri TÖM ve FMR teknikleriyle incelendi. Bakır hazne ile de verimli bir soğutma sağlanıp Al levhaya normalde uygulanabilenden daha çok yüksek voltajlar uygulanıp, gözenekli oksit (AAO) film büyüme hızı oldukça artırıldı.

İki adımlı anodizasyon aşamasındaki uzun sürenin kısaltılması için AAO şablonu oluşturulacak alüminyuma bağlanan akımın bir noktadan değilde bir yüzeyden dağılımını sağlayacak şekilde bir ara bakır plaka düşünüldü. Akım taşıyan kablunun da bu bakır levhaya bağlanmasını sağlayıp alüminyum levhaya bu bakır levha üzerinden akım geçecek şekilde bir hücre hedeflendi.

İmalatı yapılan hücrede gerekli çözeltiler hazırlanarak anodizasyon işlemi literatürde mevcut olan AAO şablon hazırlamak için geçen süreye göre en az beşte bir oranında daha kısa sürede gerçekleştirildi. Bu anodizasyon sürenin kısaltılması hızlı anodizasyon olarak bilinmektedir. Elde edilen AAO şablonların depolama işlemine hazır hale gelmesi için elde edilen anodizasyon işlemleri sonunda AAO'nun üzerindeki bariyer tabakası gerekli kimyasal işlemler ile kaldırıldı. Bu süreç sonunda AAO şablonların bir yüzeyi nanotel üretim aşamasında iletkenliği sağlayacak bir metal (bakır) ile kaplandı.

Anodizasyon ve kaplama işlemi biten AAO şablonlar Fe ve $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ nanotellerin büyütülmesine hazır hale getirildi. Uygun çözeltiler hazırlanarak Fe ve $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ nanoteller büyütüldü. Bunlara ilave olarak elde edilen manyetizma sonuçları karşılaştırmalı olarak verildi.

Büyütülen nanotellerin manyetik histerezis eğrileri TÖM tekniği kullanılarak dış manyetik alanın tellere paralel ve dik olduğu konumlarında elde edildi. Nanotellerin FMR

sinyalleri ise, ESR tekniđi yardımıyla dıř manyetik alanın nanotellere paralel konumundan dik daha sonrada antiparalel konuma kadar belirli açılarda kaydedildi. Nanotellerin TÖM ve FMR sinyallerinin kaydedilmiş olması hızlı anodizasyon sürecinin imal edilen yeni hücre ile başarılıđının bir göstergesidir. Ayrıca depolama ve TÖM ve FMR ölçüm süreçlerinde başarıyla gerçekleştirildiđini ispatlamıştır.

Elde edilen TÖM ve FMR sonuçları, manyetik nanotellerin anizotropiklik açısından kolay ekseninin tele paralel, zor ekseninin ise tele dik olduđunu gösterdi. Bu sonuçlara göre nanotellerin kolay ve zor eksenlerinin ince filmlere göre 90° farkla çalışmakta olduđu sonucuna ulařıl ki bu sonuç bir boyutlu nanotel yapısından beklenen řekil anizotropisinden kaynaklanmaktadır.



KAYNAKLAR

Adeela, N., Maaz, K., Khan, U., Karim, S., Ahmad, M., Iqbal, M., Riaz, S., Han, X.F. and Maqbool, M., "Fabrication and temperature dependent magnetic properties of nickel nanowires embedded in alumina templates", *Ceramics International* 41, 12081-12086, 2015.

Ahmad, N., Iqba, J., Chen, J.Y., Hussain, A., Shi, D.W. and Han, X.F. "Ion irradiation induced effects and magnetization reversal mechanism in $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{1-x}\text{Co}_x$ nanowires and nanotubes", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 378, 546-550, 2015.

Almasi, K.M., Ramazani, A., Raoufi, M. and Karimzadeh, A., "Self-ordering of anodic nanoporous alumina fabricated by accelerated mild anodization method", *Thin Solid Films* 518, 6767-6772, 2010.

Aktaş, B., Tagirov, L. and Mikailov, F., Nanostructures Magnetic Materials and Their Applications, Mathematics Physics and Chemistry, *Kluwer Academic Publisher, Nato Science Series*, Netherlands,143, 2003.

Aktaş, B., Tagirov, L. and Mikailov, F., "Magnetic Nanostructures", *Springer Series in materials science* 94, 2006.

Artman, J. O., "Ferromagnetic resonance in metal single crystals", *Phys. Rev.* 105, 74-84, 1957.

Atalay, F.E., Kaya, H., Yagmur, V., Tari, S., Atalay, S. and Avsar, D., "The effect of back electrode on the formation of electrodeposited CoNiFe magnetic nanotubes and nanowires", *Applied Surface Science* 256, 2414-2418, 2010.

Buscemi, F., Royo, M., Bertoni, A. and Goldoni, G., “Magnetophotoluminescence in GaAs/AlAs core-multishell nanowires: A theoretical investigation”, *Physical Review B* 92, 165302(1)-165302(9), 2015.

Chang, S-J., Yang, C-Y., Ma, H-C. and Tseng, Y-C., “Complex magnetic interactions and charge transfer effects in highly ordered Ni_xFe_{1-x} nano-wires”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 332, 21-27, 2013.

Cheng, F.L., Zhang, M.L. and Wang, H., “Fabrication of Polypyrrole Nanowire and Nanotube Arrays”, *Sensors* 5, 245-249, 2005.

Chou, S.Y., Krauss, P.R. and Renstrom, P.J., “Imprint Lithography with 25-Nanometer Resolution”, *Science* 272, 85-87, 1996.

Chu, S.Z., Wada, K., Inoue, S., Isogai, M. and Yasumori, A., “Fabrication of Ideally Ordered Nanoporous Alumina Films and Integrated Alumina Nanotubule Arrays by High-Field Anodization”, *Advanced Materials* 17, 2115-2119, 2005a.

Chu, S.Z., Inoue, S., Wada, K. and Kurashima, K., “Fabrication of integrated arrays of ultrahigh density magnetic nanowires on glass by anodization and electrodeposition”, *Electrochimica Acta* 51, 820-826, 2005b.

Crouse, D., Lo, Y.H., Miller, A.E. and Crouse, M., “Self-ordered pore structure of anodized aluminum on silicon and pattern Transfer”, *Applied Physics Letters* 76, 49-51, 2000.

Csokán, P., “Beiträge zur kenntnis der anodischen oxydation von aluminium verdunnter, Kalter Schwefelsaure”, *Metalloberfläche* 15, B49-B53, 1961.

Csokán, P., and Sc, C.C., “Hard anodizing: Studies of the relation between anodizing conditions and the growth and properties of hard anodic oxide coatings”, *Electroplat. Metal Finish* 15, 75-82, 1962.

Csokán, P., “Some observations on the growth mechanism of hard anodic oxide coatings on Aluminium”, *Transactions of the Institute of Metal Finishing* 41, 51-56, 1964.

Dickey, E.C., Varghese, O.K., Ong, K.G., Gong, D., Paulose, M. and Grimes, C.A., “Room Temperature Ammonia and Humidity Sensing Using Highly Ordered Nanoporous Alumina Films”, *Sensor* 2, 91-110, 2002.

Diggle, J.W., Downie, T.C. and Goulding, C.W., “Anodic oxide films on aluminum”, *Chemical Reviews*, 69, 365-405, 1969.

Duong, T.T., Tuan, T.Q., Dung, D.V.A., Quy, N.V., Vu, D.L., Nam, M.H., Chien, N.D., Yoon, S.G. and Le, A.T., “Application of polyaniline nanowires electrodeposited on the FTO glass substrate as a counter electrode for low-cost dye-sensitized solar cells”, *Current Applied Physics* 14, 1607-1611, 2014.

Evans, P., Hendren, W.R., Atkinson, R., Wurtz, G.A., Dickson, W., Zayats, A.V. and Pollard, R.J., “Growth and properties of gold and nickel nanorods in thin film alumina”, *Nanotechnology* 17, 5746-5753, 2006.

Farle, M., “Ferromagnetic resonance of ultrathin metallic layers”, *Rep. Prog. Phys.* 61, 755-826, 1998.

Galca, A.C., Kooij, E.S., Wormeester, H., Salm, C., Leca, V., Rector, J.H. and Poelsema, B., “Structural and optical characterization of porous anodic aluminum oxide”, *Journal of applied physics* 94, 4296-4305, 2003.

Garcia, J., Prida, V.M., Vega, V., Rosa, W.O., Caballero- Flores, R., Iglesias, L. and Hernando, B., “2D and 3D ordered arrays of Co magnetic nanowires”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 383, 88-93, 2015.

Ginzburg-Margau, M., Fournier-Bidoz, S., Coombs, N., Ozin, G.A. and Manners, I., “Formation of Organometallic Polymer Nanorods using a Nanoporous Alumina Template and the Conversion to Magnetic Ceramic Nanorods”, *Chem. Commun.* 24, 3022-3023, 2002.

Gleiter, H., “Nanostructured Materials: Basic Concepts and Microstructure”, *Acta Mater* 48, 1-29, 2000.

Gorokh, G., Mozalev, A., Solovei, D., Khatko, V. and Llobet, E. Correig X., “Anodic formation of low-aspect-ratio porous alumina films for metal-oxide sensor application”, *Electrochimica Acta* 52, 1771-1780, 2006.

Gurevich, A.G. and Melkov, G.A., Magnetization Oscillations and Waves, *CRC*, Boca Raton, 1996.

Hamidi, S.M., Sobhani, A., Aftabi, A. and Najafi, M., “Optical and magneto-optical properties of aligned Ni nanowires embedded in polydimethylsiloxane”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 374, 139-143, 2015.

Han, G., Lu, J. and Gao, Y., “FeCo nanowires deposited in a magnetic field”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 393, 199-203, 2015.

Ho, A.Y., Gao, H., Lam, Y.C. and Rodríguez, I., “Controlled Fabrication of Multitiered Three-Dimensional Nanostructures in Porous Alumina”, *Advanced Functional Materials* 18, 2057-2063, (2008).

Holanda, J., Campos, C.L.A.V., Franca, C.A. and Padrón-Hernández, E., “Effective surface anisotropy in polycrystalline ferromagnetic nanowires”, *Journal of Alloys and Compounds* 617, 639-641, 2014.

Hu, J., Zhang, F., Wang, J. and Xiao, J.Q., “Synthesis of single-crystalline Fe nanowires using catalyst-assisted chemical vapor deposition”, *Materials Letters* 160, 529-532, 2015.

Imai, H., Takei, Y., Shimizu, K., Matsuda, M. and Hirashima, H., “Direct preparation of anatase TiO₂ nanotubes in porous alumina membranes”, *Journals of Materials Chemistry* 9, 2971-2972, 1999.

Jafari-Khamse, E., Kashi, M.A. and Ramazani, A., “First-order-reversal-curve (FORC) diagrams of alternative chain of soft/ hard magnetic CoFe/Cu multilayer nanowires”, *Current Applied Physics* 16, 486-496, 2016.

Jagminas, A., Kurtinaitienė, M., Angelucci, R. and Valinčius, G., “Modification of alumina barrier-layer through re-anodization in an oxalic acid solution with fluoride additives”, *Applications of Surface Science*, 252, 2362-2367, 2006.

Kalska B.Szostko., Wykowska U., Piekut K., and Zambrzycka E., “Stability of iron (Fe) nanowires”, *Colloids and Surfaces A: Physicochem.Eng.Aspects* 416, 66-72, 2013.

Kartopu, G., Yalçın, O., Es-Souni, M., and Başaran, A.C., “Magnetization behavior of ordered and high density Co nanowire arrays varying aspect ratio”, *Journal of Applied Physics* 103, 093915(1)-093915(2), 2008.

Kartopu, G., Yalçın, O., Kazan, S. and Aktaş, B., “Preparation and FMR analysis of Co nanowires in alumina templates”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 321, 1142-1147, 2009.

Kartopu, G. and Yalçın, O., “Fabrication and Applications of Metal Nanowire Arrays Electrodeposited in Ordered Porous Templates”, *Electrodeposited Nanowires and their Applications*, *InTech*, Croatia, 113-140, 2010.

Kartopu, G., Choy, K-L. and Yalçın, O., “Perpendicular silver nanowire arrays on an ITO/glass substrate for plasmonic applications”, *Phys. Scr.* 89, 095801(1)-095801(6), 2014.

Kaya, H., Elektrokimyasal olarak manyetik nanotellerin üretimi ve özelliklerinin incelenmesi, Doktora Tezi, *İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Malatya, s. 44-47, 50-54, 2011.

Keller, F., Hunter, M.S. and Robinson, D.L., “Structural Features of Oxide Coatings on Aluminum”, *Journal of The Electrochemical Society* 100, 411-419, 1953.

Kukhta, A.V., Gorokh, G.G., Kolesnik, E.E., Mitkovets, A.I., Taoubi, M.I., Koshin, Y. A. and Mozalev, A.M., “Nanostructured alumina as a cathode of organic light-emitting devices”, *Surface Science*, 507, 593-597, 2002.

Layadi, A. and Artman, J.O., “Ferromagnetic resonance in a coupled two-layer System”, *J. Magn. Magn. Mater.* 92, 143-154, 1990.

Lee, W., Ji, R., Gösele, U. and Nielsch, K., “Fast fabrication of long-range ordered porous alumina membranes by hard Anodization”, *Nature Materials* 5, 741-747, 2006.

Lee, W., Schwirn, K., Steinhart, M., Pippel, E., Scholz, R. and Gosele, U., “Structural engineering of nanoporous anodic aluminium oxide by pulse anodization of aluminium”, *Nature Nanotechnology* 3, 234-139, 2008.

Lee, J.K., Yi, Y., Lee, H.J., Uhm, S. and Lee, J., “Electrocatalytic activity of Ni nanowires prepared by galvanic electrodeposition for hydrogen evolution reaction”, *Catalysis Today* 146, 188-191, 2009.

Lee, W., J-Kim, C. and Gösele, U., “Spontaneous Current Oscillations during Hard Anodization of Aluminum under Potentiostatic Conditions”, *Advanced Functional Materials* 20, 21-27, 2010.

Li, Y., Zheng, M., Ma, L. and Shen, W., “Fabrication of highly ordered nanoporous alumina films by stable high-field anodization”, *Nanotechnology* 17, 5101-5105, 2006.

Li, Y.B., Zheng, M.J. and Ma, L., “High-speed growth and photoluminescence of porous anodic alumina films with controllable interpore distances over a large range”, *Applied Physics Letter* 91, 073109(1)-073109(3), 2007.

Li, Y., Ling, Y., Chen, S.S. and Wang, J.C., “Fabrication of novel porous anodic alumina membranes by two-step hard Anodization”, *Nanotechnology*, 19, 225604(1)- 225604(6), 2008.

Li, A.P., Müller, F., Birner, A., Nielsch, K. and Gösele, U., “Fabrication and Microstructuring of Hexagonally Ordered Two-Dimensional Nanopore Arrays in Anodic Alumina”, *Advanced materials* 11, 483-487, 2009.

Lichtenberger-Bajza, E., Domony, A., and Csokán, P., “Untersuchung der struktur und anderer eigenschaften von durch anodische oxydation auf aluminium erzeugten hartoxydschichten”, *Werkstoffe. Korros* 11, 701-707, 1960.

Lin, X., Ji, G., Gao, T., Chang, X., Liu, Y., Zhang, H. and Du, Y., “Ultrafine Fe-Co nanowires: Fabrication and heat treatment influence on the structure and magnetic properties”, *Solid State Communications* 151, 1708-1711, 2011.

Lu, Q., Gao, F., Komarneni, S., Mallouk, T.E. and Ordered, SBA-15 “Nanorod Arrays Inside a Porous Alumina Membrane”, *Journal of the American Chemical Society* 126, 8650-8651, 2004.

Ma, J., Zhang, W., Zheng, L., Sun, Y., Jin, R., Zhao, G. and Liu, Y., “Direct formation of (Co,Mn)₃O₄ nanowires/Ni composite foam for electrochemical detection”, *Journal of Alloys and Compounds* 663, 230-234, 2016.

Maleak, N., Potpattanapol, P., Bao, N.N., Ding, J., Wongkokuo, W., Tang, I.M. and Thongmee, S., “Fabrication and magnetic properties of electrodeposited Ni/Cu nanowires using the double bath method”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 354, 262-266, 2014.

Maleki, K., Sanjabi, S. and Alemipour, Z., “DC electrodeposition of NiGa alloy nanowires in AAO template”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 395, 289-293, 2015.

Marsal, L.F., Vojkuvka, L., Formentin, P., Pallarés, J. and Ferré-Borrull, J., “Fabrication and optical characterization of nanoporous alumina films annealed at different temperatures”, *Optical Materials*, 31, 860-864, 2008.

Masuda, H. and Fukuda, F., “Ordered metal nanohole arrays made by a two-step replication of honeycomb structures of anodic alumina”, *Science* 268, 1466-1468, 1995.

Mizeikis, V., Mikulskas, I., Tomasiunas, R., Juodkazis, S., Matsuo, S. and Misawa, H., “Optical Characteristics of Two-Dimensional Photonic Crystals in Anodic Aluminum Oxide Films”, *Japanese Journal of Applied Physics* 43, 3643-3647, 2004.

Mozalev, A., Sakairi, M. and Takahashi, H., “Structure, Morphology and Dielectric Properties of Nanocomposite Oxide Films Formed by Anodizing of Sputter-Deposited Ta-Al Bilayers”, *Journal of The Electrochemical Society* 151, 257-268, 2004.

Mozalev, A., Mozaleva, I., Sakairi, M. and Takahashi, H., “Anodic film growth on Al layers and Ta–Al metal bilayers in citric acid electrolytes”, *Electrochimica Acta* 50, 5065-5075, 2005.

Nahar, P. K., “Study of the performance degradation of thin film aluminum oxide sensor at high humidity”, *Sensors and Actuators B: Chemical* 63, 49-54, 2000.

Nielsch, K., Müller, F., Li, A.P. and Gösele, U., ‘Uniform nickel deposition into ordered alumina pores by pulsed Electrodeposition’, *Advanced Materials* 8, 582-586, 2000a.

Nielsch, K., Müller, F., Li, A.P. and Gösele, U., ‘Spontaneous Current Oscillations during Hard Anodization of Aluminum under Potentiostatic Conditions’, *Advanced Materials* 12, 582-586, 2000b.

Nielsch, K., Wehrspohn, R.B., Barthel, J., Kirschner, J. and Gösele, U., “Hexagonally ordered 100 nm period nickel nanowire arrays”, *Appl. Phys. Lett.* 79, 1360-1362, 2001.

Nielsen, P., Albrektsen, O., Hassing, S. and Morgen, P., “Controlling Interparticle Gaps in Self-Organizing Gold Nanostructures on Templates Made by a Modified Hard Anodization Technique”, *The Journal of Physical Chemistry C* 114, 3459–3465, 2010.

Noormohammadi M., Moradi M., “Structural engineering of nanoporous alumina by direct cooling the barrier layer during the aluminum hard anodization”, *Materials Chemistry and Physics* 135, 1089-1095, 2012.

O’Barr, R., Yamamoto, S.Y., Schultz, S., Xu, W. and Scherer, A., “Fabrication and characterization of nanoscale arrays of nickel columns”, *J. Appl. Phys.* 81, 4730-4732, 1997.

Oh, J. and Thompson, C.V., “Selective Barrier Perforation in Porous Alumina Anodized on Substrates”, *Advanced Materials* 20, 1368–1372, 2008.

Óvári, T.A., Lupu, N. and Chiriac, H., “Magnetic nanowires and submicron wires prepared by the quenching and drawing technique”, *Magnetic Nano- and Microwires* 199-223, 2015.

Pirola, K.R., Silva, E.L., Zanchet, D., Navas, D., Vázquez, M., Hernández-Vélez, M., and Knobel, M., “Size effect and surface tension measurements in Ni and Co nanowires”, *Physical Review B* 76, 2333410(1)- 2333410(4), 2007.

Pivano, A. and Dolocan, V.O., “Chaotic Dynamics of magnetic domain walls in nanowires”, *Physical Review B* 93, 144410(1)-144410(8), 2016.

Prasad, R.V.S., An, B.H., Shin, Y., Jeon, I. T., Suh J.Y., Kim, Y.K. and Choi I.S., “Phase dependent magnetic properties of Ni-Au alloy nanowires”, *Materials Letters* 116, 86-90, 2014.

Pondman, K.M., Bunt, N.D., Maijenburg, A.W., Wezel, R.J.A., Kishore, U., Abelmann, L., Elshof, J.E. and Haken, B., “Magnetic drug delivery with FePd nanowires”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 380, 299-306, 2015.

Qin, Y., Lee, S., Pan, A., Gösele, U. and Knez, M., “Rayleigh-Instability-Induced Metal Nanoparticle Chains Encapsulated in Nanotubes Produced by Atomic Layer Deposition”, *Nano Letters* 8, 114-118, 2008.

Rani, V.S., Yoon, S.S., Rao, B.P. and Kim, C., “Template synthesis of NiFe nanowires using diblock copolymers”, *Materials Chemistry and Physics* 112, 1133-1136, 2008.

Ross, C.A., Hwang, M., Shima, M., Smith, H.I., Farhoud, M., Savas, T.S., Schwarzacher, W., Parrochon, J., Schoffier, W., Bertrame, H.N., Humphrey, F.B. and Redjda, M., “Magnetic properties of arrays of electrodeposited nanowires”, *J. Magn. Magn. Mater.* 249, 200-207, 2002.

Rotărescu, C., Atitoaie, A., Stoleriu, L., Óvári, T.A., Lupu, N. and Chiriac, H., “Shape anisotropy in zero-magnetostrictive rapidly solidified amorphous nanowires”, *Physica B* 486, 73-76, 2016.

Rožman, K.Ž. and Vázquez, M., “Functionalization of magnetic nanowires for biomedical applications”, *Woodhead Publishing Series in electronic and Optical Materials: Number: 80*, 589-623, 2015.

Samanifar, S., Kashi, M.A., Ramazani, A. and Alikhani, M., “Reversal modes in FeCoNi nanowire arrays: Correlation between magnetostatic interactions and nanowires length”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 378, 73-83, 2015.

Santos, A., Vojkuvka, L., Pallarés, J., Ferré-Borrull, J. and Marsal, L. F., “Modified hard anodization procedure to fabricate hybrid nanoporous alumina” *IEEE Conference Publications, Spanish Conference on Electron Devices*, Spain, 436-439, 11-13 Feb. 2009.

Schelhas, L.T., Banholzer, M.J., Mirkin, C.A. and Tolbert, S.H., “Magnetic confinement and coupling in narrow-diameter Au-Ni nanowires”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 379, 239-243, 2015.

Schwirn, K., Lee, W., Hillebrand, R., Steinhart, M., Nielsch, K. and Gösele, U., “Self-Ordered Anodic Aluminum Oxide Formed by H₂SO₄ Hard Anodization”, *ACS Nano* 2, 302-310, 2008.

Shelimov, K.B., Davydov, D.N. and Moskovits, M., “Template-grown high-density nanocapacitor arrays”, *Applied Physics Letters* 77, 1722-1724, 2000.

Shikanai, M., Sakairi, M., Takahashi, H., Seo, M., Takahiro, K., Nagata, S. and Yamaguchi, S., “Formation of Al/(Ti, Nb, Ta)-Composite Oxide Films on Aluminum by Pore Filling”, *Journal of The Electrochemical Society* 144, 2756-2766, 1997.

Skomski, R., Zeng, H., Zheng, M. and Sellmyer, D.J., “Magnetic localization in transition-metal nanowires”, *Phys. Rev. B* 62, 3900-3904, 2000.

Smit, J. and Beljers, H.G., “Ferromagnetic resonance absorption in BaFe₁₂O₁₉, a high anisotropy crystal”, *Philips Res. Rep.* 10, 113, 1955.

Sparks, M., “Ferromagnetic Relaxation Theory”, *McGraw-Hill*, New York, 1964.

Suh, H., Jung, H., Hangarter, C.M., Park, H., Lee, Y., Choa, Y., Myung, N.V. and Hong, K., “Diameter and composition modulated bismuth telluride nanowires by galvanic displacement reaction of segmented NiFe nanowires”, *Electrochimica Acta* 75, 201-207, 2012.

Sun, S., Murray, C.B., Weller, D., Folks, L. and Moser, A., “Monodisperse FePt Nanoparticles and Ferromagnetic FePt Nanocrystal Superlattices”, *Science* 287, 1989–1992, 2000.

Sun, L., Hao, Y., Chien, C.L. and Searson, P.C., “Tuning the properties of magnetic nanowires”, *IBM J. Res. Dev.* 49, 79-102, 2005.

Sun, Y., Liu, X., Feng, C., Fan, J., Lv, Y., Wang, Y. and Li, C., “A facile synthesis of FeNi₃@C nanowires for electromagnetic wave absorber”, *Journal of Alloys and Compounds* 586, 688-692, 2014.

Varghese, O.K., Gong, D., Paulose, M., Ong, K.G., Grimes, C.A. and Dickey, E.C., “Highly ordered nanoporous alumina films: Effect of pore size and uniformity on sensing performance”, *Journal of Materials Research* 17, 1162-1171, 2002.

Vojkuvka, L., Marsal, L.F., Ferré-Borrull, J., Formentin, P. and Pallarés, J., “Self-ordered porous alumina membranes with large lattice constant fabricated by hard anodization”, *Superlattices and Microstructures*, 44, 577-582, 2008.

Vonsovskii, S.V. Ferromagnetic Resonance: The Phenomenon of Resonant Absorption of a High-Frequency Magnetic Field in Ferromagnetic Substances. *Elsevier*, Amsterdam, 2013.

Wang, Y.D., Zang, K.Y., Chua, S. J., Tripathy, S., Chen, P. and Fonstad, C.G., "Nanoair-bridged lateral overgrowth of GaN on ordered nanoporous GaN template", *Applied Physics Letters*, 87, 251915(1)-251915(3), 2005.

Wang, H., Huang, B., Deng, H., Li, H., Zhang, W. and Yao, S., “Effect of sub-layer thickness on magnetic and giant magnetoresistance properties of Ni-Fe/Cu/Co/Cu multilayered nanowire arrays”, *Chinese Journal of Chemical Engineering* 23, 1231-1235, 2015.

Whitney, T.M., Jiang, J.S., Searson, P.C. and Chien, C.L., “Fabrication and Magnetic Properties of Arrays of Metallic Nanowires”, *Science* 261, 1316-1319, 1993.

Wigen, P.E., “Microwave properties of magnetic garnet thin films”, *Thin Solid Films* 114, 135-186, 1984.

Vittoria, C., Microwave Properties in Magnetic Films, *World Scientific*, Singapore, 1993.

Xie, L., Yao, H., Duan, J., Chen, Y., Lyu, S., Maaz, K., Mo, D., Liu, J., Sun, Y. and Hou, M., “Investigation of optical properties of Cu/Ni multilayer nanowires embedded in etched ion-track template”, *Applied Surface Science* 388, 155–159, 2016.

Xu, T., Zangari, G. and Metzger, R.M., “Periodic holes with 10 nm diameter produced by grazing Ar/sup +/ milling of the barrier layer in hexagonally ordered nanoporous alumina”, *Nano Letters* 2, 37-42, 2002.

Xue, S.H. and Wang, Z.D., “Metal nanorod arrays and their magnetic properties”, *Mater. Sci. Eng., B* 135, 74-77, 2006.

Yalçın, O., Yıldız, F., Özdemir, M. Aktaş B., Köseoğlu Y., Bal M., and Tuominen M.T., “Ferromagnetic resonance studies of Co nanowire arrays”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 272-276, 1684-1685, 2004.

Yalçın, O. (Editör), Nanorods, *InTech*, Croatia, 2012.

Yalçın, O., (Editör), Ferromagnetic Resonance-Theory and Applications, *InTech*, Croatia, 2013.

Yalçın, O., Kartopu, G., Çetin, H., Demiray, A.S. and Kazan, S., “A comparison of the magnetic properties of Ni and Co nanowires deposited in different templates and on different substrates”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 373, 207–212, 2015.

Zafar, N., Shamaila, S., Sharif, R., Wali, H., Naseem, S., Riaz, S. and Khaleeq-ur-Rahman, M., “Effects of pH on the crystallographic structure and magnetic properties of electrodeposited cobalt nanowires”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 377, 215-219, 2015.

Zang, K.Y., Wang, Y.D., Liu, H.F. and Chua, S.J., “Structural and optical properties of InGaN/GaN multiple quantum wells grown on nano-air-bridged GaN template”, *Applied Physics Letters*, 89, 171921-171923, 2006.

Zeng, H., Skomski, R., Menon, L., Liu, Y., Bandyopadhyay, S. and Sellmyer, D. J., “Structure and magnetic properties of ferromagnetic nanowires in self-assembled arrays”, *Phys. Rev. B* 65(13), 134426(1)-134426(8), 2002.

Zhang, X.Y., Zhang, L.D., Chen, W., Meng, G.W., Zheng, M.J., Zhao, L.X. and Phillipp, F., “Electrochemical fabrication of highly ordered semiconductor and metallic nanowire arrays”, *Chemistry of Materials* 13, 2511– 2515, 2001.

Zhang, Z., Shimizu, T., Senz, S. and Gösele, U., “Ordered High-Density Si [100] Nanowire Arrays Epitaxially Grown by Bottom Imprint Method”, *Advanced Materials* 21, 2824-2828, 2009.



ÖZ GEÇMİŞ

Hatice Tarım 1988 yılında Niğde de doğdu. 2006 yılında kazandığı Atatürk Üniversitesi Kazım Karabekir Eğitim Fakültesi Fizik Öğretmenliği Bölümünü 2011 yılında tam zamanlı olarak bitirdi. 2015 yılında Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında Yüksek Lisans programına başladı. Manyetik nanotellerin üretilmesi için hücre tasarımı, bunların FMR ve VSM yöntemleriyle analiz işlemleri üzerine çalışmaktadır.

