

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

**ELEKTRODEPOZİSYON TEKNİĞİ İLE BÜYÜTÜLEN CoFeCu  
FİLMERİN YAPISAL, MANYETİK VE MANYETODİRENÇ  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Ercüment ÖZERGİN**

**Balıkesir, Ağustos– 2008**

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

ELEKTRODEPOZİSYON TEKNİĞİ İLE BÜYÜTÜLEN CoFeCu  
FİLMERİN YAPISAL, MANYETİK ve MANYETODİRENÇ  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ercüment ÖZERGİN

Tez Danışmanı: : Doç. Dr. Hakan KÖÇKAR

Prof. Dr. Mürsel ALPER (2.Danışman-UÜ)

Sınav Tarihi: 19.08.2008

Jüri Üyeleri: Doç. Dr. Hakan KÖÇKAR (Danışman-BAÜ)

Doç. Dr. Mustafa GÖKTEPE (BAÜ)

Yrd. Doç. Dr. Süleyman TARI (İYTE)

Balıkesir, Ağustos-2008

“Bu çalışma Balıkesir Üniversitesi Rektörlüğü Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından BAP 2008/05 Kodlu Proje ile desteklenmiştir. Teşekkür ederiz.”

## ÖZET

# ELEKTRODEPOZİSYON TEKNİĞİ İLE BÜYÜTÜLEN CoFeCu FİLMLERİN YAPISAL, MANYETİK VE MANYETODİRENÇ ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Ercüment ÖZERGİN  
Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,  
Fizik Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi / Tez Danışmanı: Doç. Dr. Hakan KÖÇKAR  
(İkinci Danışman: Prof. Dr. Mürsel ALPER)

Balıkesir, 2008

Bu çalışmada CoFeCu alaşım filmler, Ti (hcp) alttabaka üzerine elektrodepozisyon yöntemi ile büyütüldüler. Filmlerin özellikleri depozisyon potansiyeline, çözelti pH'ına, film kalınlığına ve çözelti konsantrasyonuna bağlı olarak incelenmiştir. Çözelti elektrokimyasal karakterizasyonu döngüsel voltammetri (DV) tekniğiyle yapılmıştır. Filmlerin büyüme süreçlerini incelemek için akım zaman geçişleri kaydedilmiştir.

Filmlerin yapısal özellikleri X-ışınları Difraksiyonu (XRD) ile analiz edilmiştir. pH ve depozisyon potansiyeline göre büyütülen CoFeCu filmler yüzey merkezli kübik (fcc) yapı göstermektedir. FeSO<sub>4</sub> içermeyen çözülden büyütülen filmler hekzagonal sıkı paket (hcp) ve yüzey merkezli kübik (fcc)'den oluşan karışık yapı gösterirken, 0.04 M FeSO<sub>4</sub> içeren çözülden büyütülen CoFeCu filmi cisim merkezli kübik (bcc) yapı göstermektedir. Filmlerin yüzey morfolojileri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Filmler homojen yapıya sahiptir ve depozisyon parametrelerine göre farklılık göstermektedirler.

Filmlerin manyetik özelliklerinin araştırılması için Titreşimli Örnek Magnetometresi (VSM) kullanılmıştır. VSM ölçümleri, manyetik özelliklerin depozisyon türüne göre duyarlılık gösterdiğini ve kolay mıknatıslanma ekseninin film düzlemine paralel olduğunu göstermektedir.

Manyetodirenç ölçümleri Van der Pauw (VDP) metodu kullanılarak oda sıcaklığında  $\pm 10$  kOe manyetik alan değerleri arasında yapılmıştır. Hazırlanan tüm filmlerin Anizotropik Manyetodirenç (AMR) davranış gösterdiği tespit edilmiştir.

**ANAHTAR SÖZCÜKLER:** Elektrodepozisyon / CoFeCu film / Anizotropik Manyetodirenç (AMR)

## ABSTRACT

### INVESTIGATION of STRUCTURAL, MAGNETIC and MAGNETORESISTANCE PROPERTIES of CoFeCu FILMS PRODUCED by ELECTRODEPOSITION TECHNIQUE

Ercüment ÖZERGİN

Balikesir University, Institute of Science, Department of Physics

M. Sc Thesis / Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Hakan KÖÇKAR  
( Second Supervisor: Prof. Dr. Mürsel Alper )

Balikesir, 2008

In this study, single CoFeCu alloy films were grown on polycrystalline Ti (hcp) substrates from an electrolyte containing their ions by the electrodeposition technique. The properties of the films were studied in terms of the deposition potential, the electrolyte pH, the film thickness and the electrolyte concentration. The electrochemical characterization of the electrolytes, was studied by using cyclic voltammetry (CV) method. In order to investigate the growth processes of the films, the current-time transients were recorded.

Structural analysis of films was made using X ray diffraction. While the CoFeCu films grown at pH and deposition potentials parameters show crystal structure of face centered cubic (fcc). It was observed that the CoCu films show a mixed hexagonal closed packed (hcp) and face centred cubic (fcc) phase. On the other hand, the crystal structure at 0.04 M FeSO<sub>4</sub> concentration is body centred cubic phase (bcc). The surface morphology of the films was investigated using Scanning Electron Microscope (SEM). All CoFeCu films have homogeneous structure. The morphology films is affected by the deposition parameters.

The Vibrating Sample Magnetometer (VSM) was used to study the magnetic properties. The VSM measurements showed that the magnetic properties are sensitive to the type of the deposition and the easy axis is in the film plane.

Magnetoresistance measurements were carried out using the Van der Pauw (VDP) method at room temperature and in magnetic fields up to  $\pm 10$  kOe. It was observed that both films exhibited Anisotropic Magnetoresistance (AMR).

**KEY WORDS:** Electrodeposition / CoFeCu film / Anisotropic Magnetoresistance (AMR)

## İÇİNDEKİLER

	<b><u>Sayfa</u></b>
ÖZET, ANAHTAR SÖZCÜKLER	ii
ABSTRACT, KEYWORDS	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SEMBOL LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	viii
ÇİZELGE LİSTESİ	xiii
ÖNSÖZ	xiv
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL BİLGİ	3
2.1 Elektrokimyanın Temelleri ve Elektrodepozisyon Tekniği	3
2.2 Elektrodepozisyonu Etkileyen Faktörler	9
2.3 Dönüşümlü Voltammetri (DV)	10
2.4 Kristal Yapı ve Alaşım Sistemleri	10
2.5 Manyetizmanın Temel Kavramları	13
2.6 Manyetik Direnç ve Anizotropik Manyetik Direnç (AMR)	18
3. DENEYSEL TEKNİKLER	20
3.1 Dönüşümlü Voltammetri (DV) Tekniği	20
3.2 Elektrodepozisyon Tekniği İle CoFeCu Alaşım Filmlerinin Büyütülmesi	21
3.2.1 Alttabakanın Hazırlanması	21
3.2.2 CoFeCu Alaşım Filmlerinin Elektrodepozisyonu	22
3.2.3 Filmlerin Alttabakadan Kaldırılması	23

3.3	İndüktif Eşleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES)	24
3.4	X-ışınları Difraksiyonu (XRD)	25
3.5	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	27
3.6	Titreşimli Örnek Magnetometresi (VSM)	29
3.7	Manyetorezistans (MR) Ölçümler	31
4.	BULGULAR ve TARTIŞMA	33
4.1	Çözeltilerin Hazırlanması, Kimyasal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu	33
4.1.1	Çözeltilerin Hazırlanması	33
4.1.2	Çözeltilerin Kimyasal Karakterizasyonu	34
4.1.3	Çözeltilerin Elektrokimyasal Karakterizasyonu	35
4.2	CoFeCu Alaşım Filmlerinin Büyütülmesi	37
4.3	CoFeCu Alaşım Filmlerinin Kompozisyon Analizi	41
4.4	CoFeCu Alaşım Filmlerinin Yapısal Analizi	42
4.5	CoFeCu Alaşım Filmlerinin Yüzey Morfolojisi	51
4.6	CoFeCu Alaşım Filmlerinin Manyetik Analizi	55
4.7	CoFeCu Alaşım Filmlerinin Manyetik Direnç (MR) Ölçümleri	63
5.	SONUÇ	70
6.	KAYNAKÇA	72

## SEMBOL LİSTESİ

<u>Simge</u>	<u>Adı</u>
$M^{n+}$	Metal iyonu
$M$	Metal atomu
$e^-$	Elektron
$E$	Denge elektrot potansiyeli
$E^\circ$	Standart elektrot potansiyeli
$T$	Mutlak sıcaklık
$n$	Değerlik elektron sayısı
$F$	Faraday sabiti
$C$	Metal iyonlarının molar konsantrasyonu
$R$	İdeal gaz sabiti
$F_a$	Metal iyonunun aktiflik katsayısı
$\eta$	Aşırı potansiyel
$\eta_{ya}$	Yük aktarımı aşırı gerilim
$\eta_{kt}$	Kimyasal tepkime aşırı gerilim
$\eta_{ka}$	Kütle aktarımı aşırı gerilim
$R_s$	Çözelti direnci
$E_{denge}$	Denge potansiyeli
$E_{uyg.}$	Hücre potansiyeli
$q$	Elektronun yükü
$N$	Mol sayısı
$m$	kütle
$M_a$	Bağlı atomik kütle
$t$	Tane büyüklüğü
$A$	Alan
$\rho$	Yoğunluk
$H^+$	Hidrojen iyonu konsantrasyonu
$c$	Metal iyonu konsantrasyonu



$v$	Hız
$E$	Elektrik alan
$J$	Akım yoğunluğu
$\sigma$	İletkenlik
$\rho$	Özdirenç
$H$	Manyetik alan
$M$	Manyetizasyon
$B$	Manyetik indüksiyon
$H_c$	Koarsivite
$M_r$	Kalıcı manyetizasyon
$M_s$	Doyum manyetizasyonu
$n$	Yansıma mertebesi, değerlik elektron sayısı
$\theta$	Bragg açısı
$2\theta$	Difraksiyon açısı
$d$	Kristal düzlemleri arasındaki uzaklık
$I$	Şiddet
$\lambda$	X-ışını dalga boyu
$R_1$ ve $R_2$	Van der Pauw direnci
$MR(\%)$	Manyetorezistansdaki yüzde değişim

## ŞEKİL LİSTESİ

<u>Şekil Numarası</u>	<u>Adı</u>	<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1:	Elektrokimyasal Hücre	
	a: İki Elektrotlu Sistem b: Üç Elektrotlu Sistem	8
Şekil 2.2:	a) Diamanyetik maddelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre değişimi b) Paramanyetik maddelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre değişimi	16
Şekil 2.3:	Histerisis eğrisi	17
Şekil 3.1:	Döngüsel voltammetri (DV) için kullanılan deney düzeneği.	21
Şekil 3.2:	Kristal düzlemlerine gelen ve yansıyan ışınlar	26
Şekil 3.3:	X-ışını difraktometresinin şematik gösterimi	26
Şekil 3.4:	Taramalı elektron mikroskopunun (SEM) çalışma şeması	28
Şekil 3.5:	VSM' in şematik gösterimi	30
Şekil 3.6:	Manyetorezistans ölçümleri için kullanılan deneysel sistem	32
Şekil 4.1:	C çözeltisinin (Borik asit çözeltisi) voltammogramı	35
Şekil 4.2:	CoFeCu (A) çözeltisinin voltammogramı	36
Şekil 4.3:	pH değeri 2.7 olan A çözeltisinden, 4µm kalınlıkta ve farklı depozisyon potansiyellerinde (-1.2, -1.4, -1.6, -1.8) büyütülen CoFeCu filmlerinin akım zaman eğrileri	38
Şekil 4.4:	Farklı pH (3.4, 2.7, 2.4) değerlerindeki A çözeltisinden, -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve 4µm kalınlıkta büyütülen CoFeCu filmlerinin akım zaman eğrileri	39

Şekil 4.5:	pH değeri 2.7 olan A çözeltisinden, -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve farklı kalınlıklarda (3µm ve 5µm) büyütülen CoFeCu filmlerinin akım zaman eğrileri	39
Şekil 4.6:	pH değerleri 3.4 olan A, B, C ve X çözeltilerinden, -1.6 V depozisyon potansiyelinde ve 4µm kalınlıkta büyütülen CoFeCu alaşım filmlerinin akım zaman eğrileri	40
Şekil 4.7:	pH' ı 3.4 olan A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni.	43
Şekil 4.8:	pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni.	43
Şekil 4.9:	pH' ı 2.4 olan A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni	44
Şekil 4.10:	pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni	45
Şekil 4.11:	pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni	46
Şekil 4.12:	pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.4 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni	46
Şekil 4.13:	pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni	46

Şekil 4.14:	pH değeri 3.4 olan B <sub>1</sub> çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni	48
Şekil 4.15:	pH değeri 3.4 olan A çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni	49
Şekil 4.16:	pH değeri 3.4 olan B2 çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni	49
Şekil 4.17:	pH değeri 3.4 olan B <sub>3</sub> çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni	49
Şekil 4.18:	DKE' ye göre (a) -1.8 V ve (b) -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen CoFeCu filmlerinin SEM fotoğrafları	52
Şekil 4.19:	pH değerleri (a) pH=3.4 ve (b) pH=2.4 olan çözeltilerden büyütülen CoFeCu filmlerinin SEM fotoğrafları	53
Şekil 4.20:	(a) 0 M FeSO <sub>4</sub> ve (b) 0.02 M FeSO <sub>4</sub> konsantrasyonuna sahip çözeltilerden büyütülen filmlerin SEM fotoğrafları	54
Şekil 4.21:	A çözeltisinden (pH=2.7) farklı depozisyon potansiyellerinde (-1.2 V ve -1.8 V) büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri (paralel ölçümlerden elde edilen veriler kullanılmıştır.)	55
Şekil 4.22:	A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve farklı pH değerlerinde (3.4, 2.7 ve 2.4) büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri (paralel ölçümlerden elde edilen veriler kullanılmıştır.)	56
Şekil 4.23:	A çözeltisinden pH=2.7 değerinde, -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve 3µm, 4µm ve 5µm film kalınlığında büyütülen CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri (paralel ölçümlerden elde edilen veriler kullanılmıştır.)	57

Şekil 4.24:	pH değerleri 3.4 olan B <sub>1</sub> , A ve B <sub>2</sub> çözeltilerinden, -1.6 V depozisyon potansiyelinde, 4µm kalınlıkta ve 0M FeSO <sub>4</sub> , 0.01M FeSO <sub>4</sub> ve 0.02M FeSO <sub>4</sub> çözelti konsantrasyonlarında büyütülen CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri	58
Şekil 4.25:	A çözeltisinden pH=2.4 değerinde ve -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4µm kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri	60
Şekil 4.26:	A çözeltisinden pH=2.7 değerinde ve -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4µm kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri	60
Şekil 4.27:	A çözeltisinden pH=2.7 değerinde ve -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4µm kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri	61
Şekil 4.28:	B <sub>1</sub> çözeltisinden pH=3.4 değerinde ve -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4µm kalınlıklı film için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri	61
Şekil 4.29:	A çözeltisinden pH=3.4 değerinde ve -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4µm kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri	62
Şekil 4.30:	B <sub>2</sub> çözeltisinden pH=3.4 değerinde ve -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4µm kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri	62
Şekil 4.31:	a) pH' ı 3.4 b) pH' ı 2.7 c) pH' ı 2.4 olan A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filmlerinin MR eğrileri	64

- Şekil 4.32: pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden a) -1.8 V b) -1.6 V  
(c) -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm  
kalınlıklı CoFeCu filmlerinin MR eğrileri 66
- Şekil 4.33: pH değeri 2.7 olan A çözeltisinden, -1.8 V depozisyon  
potansiyelinde ve a) 3 µm b) 4 µm b) 5 µm film  
kalınlıklarında büyütülen CoFeCu filmlerinin MR eğrileri 67
- Şekil 4.34: pH değerleri 3.4 olan B<sub>1</sub>, A ve B<sub>2</sub> çözeltilerinden, -1.6 V  
depozisyon potansiyelinde ve 4µm kalınlıkta a) 0 M FeSO<sub>4</sub>  
b) 0.01 M FeSO<sub>4</sub> c) 0.02 M FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonlarında  
büyütülen CoFeCu filmlerinin MR eğrileri 69

## ÇİZELGE LİSTESİ

<b>Çizelge Numarası</b>	<b>Adı</b>	<b>Sayfa No</b>
Tablo 2.1:	25 <sup>0</sup> C’de sulu çözelti içindeki bazı metaller için Volt (V) olarak NHE ve SCE’ a göre standart elektrot potansiyeller	5
Tablo 4.1:	CoFeCu alaşım filmlerinin depozisyonunda ve çözeltilerin elektrokimyasal karakterizasyonunda kullanılan çözelti içerikleri	34
Tablo 4.2:	A Çözeltisinin ICP-AES Sonucu	34
Tablo 4.3:	CoFeCu alaşım filmlerinin depozisyon şartları	37
Tablo 4.4:	CoFeCu filmlerinin EDX analizi sonuçları	41
Tablo 4.5:	A, B <sub>1</sub> , B <sub>2</sub> ve B <sub>3</sub> çözeltilerinden farklı depozisyon parametrelerine göre büyütülen CoFeCu filmlerinin X-ışınları kırınım analizi verileri.	50
Tablo 4.6:	CoFeCu filmlerinin manyetik ölçüm sonuçları (Paralel ölçüm sonuçları listelenmiştir).	58
Tablo 4.7:	A, B <sub>1</sub> ve B <sub>2</sub> çözeltilerinde büyütülen CoFeCu filmlerinin paralel ve dik ölçümlerinden elde edilen sonuçlar.	59
Tablo 4.8:	CoFeCu filmlerinin % MR değerleri	69

## ÖNSÖZ

Yüksek lisans öğrenimim boyunca her aşamada bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan ve yardımlarını esirgemeyen yüksek lisans tez danışman hocalarım Doç. Dr. Hakan KÖÇKAR ve Prof. Dr. Mürsel ALPER' e teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Filmlerin özelliklerinin incelenmesi aşamasında, ICP-AES analizleri ve manyetodirenç ölçümleri için Balıkesir Üniversitesi Temel Bilimler Uygulama ve Araştırma Merkezi' ne, XRD ve VSM ölçümleri için Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi' ne, SEM ve EDX analizleri için Anadolu Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme Mühendisliği Bölümü' ne ve Osmangazi Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Doç. Dr. M. Celalettin BAYKUL' a teşekkür ederim.

Tüm çalışmam boyunca manevi desteklerinden dolayı grup arkadaşlarım, Araş Gör. Hilal KURU, Araş. Gör. Elif GÜNGÖR, Araş. Gör. Öznur KARAAĞAÇ, Araş. Gör. Mürşide ŞAFAK, Ali KARPUZ, Turgut ŞAHİN ve Özen DEMİRBAŞ' a teşekkür ederim.

Ayrıca ihtiyaç duyduğum her an yanımda olan ve maddi, manevi desteklerini benden esirgemeyen aileme ve Zuhal BÜYÜKYÖRÜK' e çok teşekkür ederim.

**Balıkesir,2008**

**Ercüment ÖZERGİN**



## 1. GİRİŞ

Ferromanyetik ince filmler bilimsel ve teknolojik açıdan yoğun ilgi çekmektedir. Özellikle bilgi depolama endüstrisinde, okuma yazma başlıklarında ve magnetoresistive sensörlerde yaygın şekillerde kullanılmaktadır.

Günümüzde ince film üretimi için birçok teknik vardır. Yaygın olarak kullanılan tekniklerden bazıları; Püskürtme (Sputtering), Moleküler Demet Epitaksi (MBE), Buharlaştırma ve Elektrodepozisyon tekniğidir. Moleküler Demet Epitaksi (MBE) ve Püskürtme (Sputtering) sistemleri vakumlu ve yüksek maliyetli üretim sistemleridir. Elektrodepozisyon yöntemi ise diğer yöntemlere göre daha ucuz ve basit olması, yüksek depozisyon hızlarına sahip olması, oda sıcaklığında ve basıncında kullanılabilmesi, vakum sistemi gerektirmemesi gibi avantajlara sahiptir.

Elektrodepozisyon tekniği ile hazırlanan alaşım filmlerinin; alttabaka seçimi, depozisyon potansiyeli, pH, konsantrasyon, çözelti sıcaklığı, depozit edilen filmin kalınlığı gibi parametrelerin değişmesi ile yapısal, manyetik ve manyetorezistans özellikleri değişiklik göstermektedir. Filmlerin özelliklerinin değişmesi ise teknolojik uygulamalardaki verimlerini değiştirmektedir [1, 2, 3, 4, 5, 6]. Anizotropik Manyetodirenç (AMR) ilk kez William Thomson tarafından 1857 yılında keşfedilmiştir [3, 4]. CoFeCu alaşım ve katmanlı yapılar manyetik kayıt başlıklarında ve endüstriyel sanayide kullanılmaktadır [5].

Bu çalışma, elektrodepozisyon tekniği ile CoFeCu alaşım filmlerinin titanyum (Ti) alttabaka üzerine büyütülmesi, kimyasal, yapısal ve manyetik özelliklerinin incelenmesini kapsamaktadır. Tezin kapsamında Giriş, Kuramsal Bilgi, Deneysel Teknikler, Bulgular ve Tartışma, Sonuç olmak üzere beş bölüm bulunmaktadır. Giriş bölümünde, yapılan çalışmaların yanında tezin bölümleri tanıtılmaktadır. Bölüm 2 de , elektrodepozisyon ve elektrodepozisyonu etkileyen

faktörler, döngüsel voltammetri, kristal yapı ve alaşım sistemleri, manyetizmanın temel kavramları ve manyetik direnç kavramları hakkında kuramsal bilgiler verilmiştir. Deneysel Teknikler bölümünde numunelerin üretildiği çözeltinin elektrokimyasal karakterizasyonu için gereken döngüsel voltametri (DV) tekniği, numune hazırlama ve filmlerin büyütülmesi işlemlerinin yanında filmlerin kompozisyon analizi için kullanılan İndüktif Eşleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES), yapısal analizlerinde kullanılan X-Işınları Difraksiyonu (XRD), yüzey morfolojisi için kullanılan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve buna bağlı Enerji Ayırmalı X-ışınları Spektrometresi (EDX), manyetik analiz için kullanılan Titreşimli Örnek Magnetometresi (VSM) ve manyetikdirenç özelliklerini ölçerken kullanılan Van Der Pauw tekniği (VDP) kısaca tanıtılmaktadır. Üretilen CoFeCu filmlerinin incelenen özelliklerinden elde edilen veriler ve yorumlar Bulgular ve Tartışma bölümünde yer almaktadır. Son bölümde ise yapılan çalışmalar ve elde edilen sonuçlar özetlenmektedir.

## 2. KURAMSAL BİLGİ

Bu bölümde elektrodepozisyon tekniği, alaşım sistemleri, kristal yapılar, manyetizma ve manyetik direnç kavramları hakkında çalışma sırasında ihtiyaç duyulan bilgiler anlatılmaktadır.

### 2.1 Elektrokimyanın Temelleri ve Elektrodepozisyon Tekniği

Elektrokimya, kimyasal enerji ile elektrik enerjisi arasındaki bağıntıları, bu iki enerjinin karşılıklı dönüşmelerini ve bunlarla ilgili olayları inceleyen bilim dalıdır. İçinde elektron aktarılması reaksiyonu olan ve elektriksel bir iş yapabilen düzeneğe elektrokimyasal hücre denir. Elektrolit, depozit edilecek maddelerin iyonlarını içeren sulu çözeltilerdir. Elektrotlar anot ve katot olarak adlandırılır. Anot yükseltgenmenin, katot ise indirgenmenin meydana geldiği elektrottur. Anot ve katot arasında dıştan bir bağlantı yapıldığında elektrokimyasal hücre tamamlanır. Elektrokimyasal hücreler galvanik ve elektrolitik hücre olmak üzere ikiye ayrılır. Galvanik hücre, bir dış etki olmaksızın çözelti içindeki reaksiyonların gerçekleşmesi ile elektrik üreten hücredir. Galvanik ve elektrolitik hücrelerde, katot indirgenmenin olduğu elektrottur. Galvanik hücrede katot potansiyeli anot potansiyelinden büyük iken elektrolitik hücrede katot potansiyeli anot potansiyelinden küçüktür [7, 8].

Bir metalin iyonlarını içeren çözeltilerde, metal ve çözelti arasında metal iyonlarının sürekli değiş tokuşu söz konusudur. Bir kısım metal iyonu kristale eklenirken kristaldeki bazı atomlar çözeltilere geçer. Bir süre sonra metalle, çözeltilerdeki iyonlar arasında bir denge kurulur.



Burada  $M^{n+}$  metal iyonunu, M metal atomunu,  $e^-$  elektronu ve n atom başına aktarılan elektronların sayısını ifade etmektedir. Bir elektrolitik hücreye dışardan potansiyel uygulanırsa (2.1) tepkimesi tek yönlü olarak bozular. Eğer reaksiyon sağdan sola gerçekleşirse yükseltgenme, soldan sağa gerçekleşirse indirgenme adını alır. Bir metalin elektrodepozisyon ile katot üzerinde biriktirilmesi ile indirgenme reaksiyonu gerçekleşir [9].



Bir elektrokimyasal hücrenin potansiyeli, katot potansiyeli anot potansiyeli arasındaki farktır. Konsantrasyon 1 molar olduğu zaman, elektrotta oluşan indirgenme işlemi referans elektrotta göre ölçülür ve bu elektrot potansiyeline standart elektron potansiyeli denir. Uluslararası kabul edilen referans elektrot, standart potansiyeli sıfır kabul edilen Standart Hidrojen Elektrotu (SHE) yada Normal Hidrojen Elektrotu (NHE) olarak tanımlanır [10].

İdeal bir referans elektrot, bilinen bir çözelti bileşiminden etkilenmeyen bir potansiyele sahip olmalı ve kolay hazırlanır olmalıdır. SHE' de elektrot yüzeyinin hazırlanması ve tepkimeye giren maddelerin aktivitelerinin kontrolü zor olduğundan, bu elektrot yeteri kadar pratik değildir. Bu nedenle pratik olarak deneylerde hazırlanması daha kolay olan, daha sağlam ve kullanımı daha kolay olan referans elektrotlar tercih edilir. Bu amaç için yaygın olarak kullanılan elektrotlar doymuş kalomel elektrotlar (Saturated Calomel Electrode, SCE) ve gümüş/gümüş klorür elektrotlardır. Doymuş kalomel elektrot (SCE) , kalomel ( $Hg_2Cl_2$ ) ve Hg' den oluşturulmuş bir karışım ile metalik Hg ve KCl çözeltisinden yapılır. SCE' nin potansiyeli  $25^0C$ ' de NHE' na göre 0.242V' tur. Gümüş/Gümüş klorür elektrot SCE' ye benzer bir yapıdadır. Gümüş elektrot hem gümüş klorür hem de potasyum klorür yönünden doymuş bir çözeltiye daldırılır. Bu elektrotun potansiyeli  $25^0C$ ' de 0.199V' tur. Çizelge 2.1' de bazı metaller için NHE ve SCE' a göre standart elektrot potansiyelleri verilmiştir [7, 9].

**Tablo 2.1:** 25<sup>0</sup>C’de sulu çözelti içindeki bazı metaller için Volt (V) olarak NHE ve SCE’ a göre standart elektrot potansiyelleri (SEP) [11].

Reaksiyon	NHE’ a göre SEP (V)	SCE’ a göre SEP (V)
$Ag^+ + e = Ag$	0.7996	0.5581
$Cu^{2+} + 2e = Cu$	0.3402	0.0987
$Ni^{2+} + 2e = Ni$	-0.23	-0.4715
$Co^{2+} + 2e = Co$	-0.28	-0.5215
$Fe^{2+} + 2e = Fe$	-0.409	-0.6505
$Zn^{2+} + 2e = Zn$	-0.7628	-1.004
$Au^+ + e = Au$	1.68	1.4385
$Pt^+ + e = Pt$	1.2	0.9585
$2H^+ + 2e = H_2$	0.0000	-0.2415
$Hg_2Cl_2 + 2e = 2Hg + 2Cl^-$ (SCE)	0.2415	0.0000

Standart elektrot potansiyeli daha pozitif olan metallere soy metal denir. Soy metaller kendilerinden daha az soy olan metallere daha fazla birikirler. Bu yüzden soy metallerin çözelti içindeki miktarları azda olsa film içindeki miktarları daha fazla olabilmektedir. Fakat demir grubu metallerin üçünden birini (Ni, Co, Fe) veya daha fazlasını içeren çözeltilerde genellikle anormal birlikte depozisyon gözlenir. Anormal birlikte depozisyon daha az soy olan metalin depozisyonunun tercih edilmesidir. Bu olay Fe-Ni, Co-Ni, Ni-Zn, Fe-Co ve Co-Zn gibi çeşitli alaşım depozisyon sistemlerinde görülebilir. Anormal birlikte depozisyonun bazı alaşımlarda gözlenme derecesi  $CoNi > NiFe > CoFe$  olacak şekildedir. Örneğin; Fe-Ni elektrodepozisyonunda Ni, Fe’ den daha soydur ve depozisyonda tercih edilmesi beklenir fakat tam tersi gerçekleşir ve depozitteki Ni’ in Fe’ e göre konsantrasyon oranı çözeltilerdekenden daha düşük olur. Anormal birlikte depozisyonu açıklamak için Dahms ve Croll tarafından 1965’te geliştirilen bir modelde, elektrot yüzeyi yakınında pH deki bölgesel yükselme depozisyon sırasındaki hidrojen çıkışına bağlı olarak

meydana gelir ve daha az soy metalin hidroksiti elektrotun çevresinde absorblanır. Bu da daha soy metalin depozisyonunun engellenmesi ama daha az soy olan metalinkine izin verilmesi şeklinde açıklanır [12, 13].

Elektrot potansiyeli, çözültideki metal iyonlarının aktivitesinin bir fonksiyonudur ve Nernst eşitliğine göre (2.3) denklemi ile ifade edilir;

$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \log C_{f_a} \quad (2.3)$$

Burada R gaz sabiti, T mutlak sıcaklık, n reaksiyona katılan elektron sayısı, F Faraday sabiti,  $E^0$  standart elektron potansiyeli,  $f_a$  metal iyonunun aktiflik katsayısı, C ise metal iyonlarının molar konsantrasyonudur. Eğer uygulanan elektrot potansiyeli, denge potansiyelinden daha negatif ise katodik akım geçer ve elektrodepozisyon olayı gerçekleşir. Hücre voltajı ( $E_{uyg}$ );

$$E_{uyg} = E_{denge} + \eta + iR_s \quad (2.4)$$

şeklinde verilir. Burada  $\eta$ , aşırı potansiyel,  $iR_s$ , çözültideki potansiyel düşmesi (ohmik polarizasyon)' dir. Elektrokimyasal hücreler metalik iletkenlerde olduğu gibi yük akışına karşı direnç gösterirler. Burada  $R_s$  elektronlar arası çözülti direncidir. Aşırı potansiyel, elektrot potansiyelinin denge değerinden sapması ve elektrotun polarizasyon derecesi olarak tanımlanır. Aşırı potansiyel, elektrottaki elektron aktarımı tepkimelerinin yavaş olması (yük aktarımı aşırı gerilim,  $\eta_{ya}$ ), elektrota ulaşması gereken maddelerin yeterince hızlı gelmemesi (kütle aktarımı aşırı gerilim,  $\eta_{ka}$ ) ve elektrotta tepkimeye girecek maddenin bazen yavaş bir çözülti tepkimesi ile üretilmesi (kimyasal tepkime aşırı gerilim,  $\eta_{kt}$ ) nedeniyle ortaya çıkar. Denklem (2.4)' te kullanılan  $\eta$  bütün bunların toplamına eşittir [8, 14].

$$\eta = \eta_{ya} + \eta_{ka} + \eta_{kt} \quad (2.5)$$

Metal depozisyonu şekil 2.1.a' da görüldüğü gibi, sadece iki elektrotlu hücre kullanılarak yapılabilir (Anot ve katot). Anot elektrokimyasal güç kaynağının

(potentiostat) yardımcı elektrotuna (Y.E) bağlanırken, elektrodepozisyonun meydana geldiği elektrot olan katot çalışma elektrotunun (Ç.E) ucuna bağlanmıştır. Bu sistemde çalışma elektrotunda, ohmik düşmeden kaynaklanan potansiyel düşmesi görülmektedir. İki elektrotlu sistemde sadece anot ve katot arasındaki potansiyel farkı belirlenebilir ve bundan dolayı eğer anot potansiyeli NHE' na göre belirli bir değerde kalırsa, katot potansiyeli sadece NHE' na bağlı olarak kontrol edilebilir. Bu mümkün olmayabilir çünkü NHE' na göre anot potansiyeli akım geçince değişecektir. Bu sınırlamayı ortadan kaldırmak için şekil 2.1.b' deki gibi üç elektrotlu sistem tercih edilir. Üç elektrotlu sistemde çalışma elektrotu (Ç.E) olarak kullanılan katot ve yardımcı elektrot (Y.E) olarak kullanılan anodun yanı sıra çalışma elektrotuna mümkün olduğunca yakın yerleştirilen referans elektrot (R.E) mevcuttur. Referans elektrot çalışma elektroduna yakın yerleştirildiğinde iki elektrot arası çözelti direnci ( $R_s$ ) azalır, böylece uygulanan potansiyel ile elektrotlar arası potansiyel farkı birbirine yaklaşır. Yardımcı elektrot ile çalışma elektrotu arasındaki akım değişse bile çalışma elektrotu ve referans elektrot arasındaki potansiyel sabit olur [8, 15] .

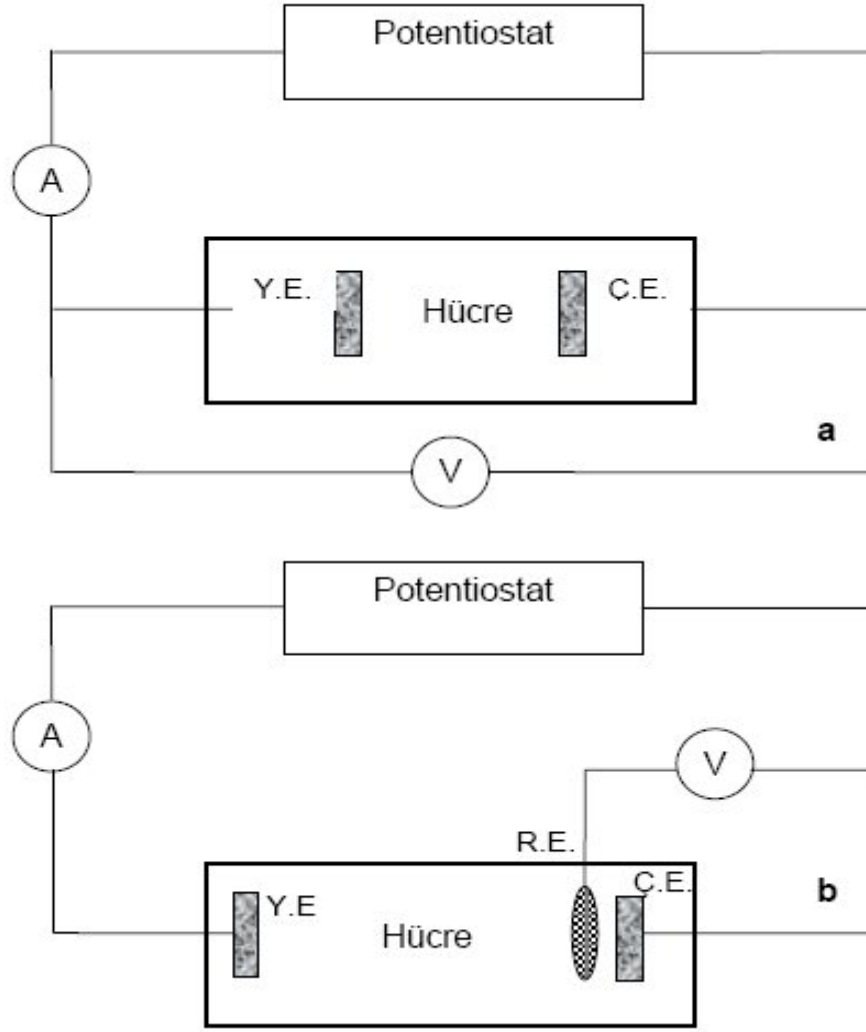
Elektrodepozisyon sırasında katotta indirgenen madde miktarı Faraday yasası kullanılarak bulunabilir. Elektrotlardan ayrılan madde miktarı devreden geçen akım ile doğru orantılıdır ve

$$q = NnF \quad (2.6)$$

eşitliği ile verilir. Burada q devreden geçen yük miktarı, N depozit edilen maddenin mol sayısı, n metalin değerliği ve F Faraday sabitidir. Depozit edilen filmin kalınlığı, elde edilen filmin hacminden ve yüzey alanından faydalanılarak hesaplanır;

$$t = \frac{qM_a}{A\rho Fn} \quad (2.7)$$

Burada, t biriken filmin kalınlığı,  $M_a$  biriktirilen filmin bağlı atomik kütlesi, A oluşan filmin yüzey alanı,  $\rho$  depozit edilen metalin yoğunluğudur [8, 9].



**Şekil 2.1:** Elektrokimyasal Hücre

**a:** İki Elektrotlu Sistem **b:** Üç Elektrotlu Sistem



## 2.2 Elektrodepozisyonu Etkileyen Faktörler

Elektrodepozit edilen filmin kalitesini etkileyen bazı parametreler vardır. Depozit edilen metallerin çözelti içerisindeki konsantrasyonları, çözelti pH' ı, çözelti içerisindeki katkı maddelerinin varlığı, akım yoğunluğu, depozisyon (katot) potansiyelleri, çözelti sıcaklığı, akımın puls yada sürekli olması gibi durumlar elektrodepozisyonu etkileyen faktörler olarak sayılabilir [1].

pH değeri depozisyonu etkileyen önemli bir faktördür. Çözeltinin pH değeri, çözeltideki hidrojen iyonlarının konsantrasyonu ile belirlenir. Film depozit edildikçe çözelti içerisindeki hidrojen iyonlarının konsantrasyonu artar yani çözelti pH' ı düşer. Özellikle düşük pH ve yüksek potansiyelde meydana gelen hidrojen çıkışı, metal iyonları ile birlikte depozisyon işlemine katılacağı için filmin yapısını ve akım verimliliğini değiştirir [1].

Genellikle çözeltinin pH' ını ayarlamak ve filmin daha parlak olmasını sağlamak için kullanılan bir takım katkı maddeleri de elektrodepozit edilen metallerin yapısını ve içeriğini değiştirir.

Akım yoğunluğu, elektrot yüzeyinin birim alanından geçen akım olarak tanımlanır. Bu nicelik filmin yüzey morfolojisini ve kristal yapısını etkiler. Kaliteli ince film üretmek için düşük akım yoğunluğu tercih edilmelidir.

Film kalitesi ve parlaklığı için önemli olan diğer bir faktör de katot potansiyelidir. Katot potansiyeli, metalik parlaklıkta bir film elde edinceye kadar değiştirilmelidir.

Sıcaklık, çözelti pH' ı, katot potansiyeli ve akım yoğunluğu gibi faktörlerin yanında daha az etkili bir parametredir. Kaliteli ince film üretimi için elektrodepozisyon işlemi oda sıcaklığında yapılmalıdır.

Elektrodepozisyon esnasında akımın puls akım olarak uygulanması depozit dağılımını etkiler, yüzeydeki pürüzleri giderir ve filmin parlak olmasını sağlar

### [14].2.3 Dönüşümlü Voltammetri

Voltammetri yöntemi küçük alana sahip bir çalışma elektrotuna uygulanan ve zamanla değiştirilen voltaja karşı akım değerinin ölçüldüğü elektrokimyasal bir yöntemdir. Potansiyel taraması ileri yönde belli bir potansiyel değerine ulaştıktan sonra, ters çevrilip tekrar aynı noktaya getirilirse bu yöntemin adı dönüşümlü voltammetri (DV) olur. Dönüşümlü Voltammetride ileri ve geri yöndeki gerilim tarama hızları aynı tutulabildiği gibi farklı tarama hızları da kullanılabilir. Ayrıca ileri ve geri yöndeki tarama bir kez yada daha fazla yapılabilir. Uygulanan potansiyelin ölçülen akım değerine karşı çizilen grafiğine voltammogram denir. Dönüşümlü voltammogramların elde edilmesi elektrokimyasal sistem hakkında birçok bilgi verir. İndirgenme ve yükseltgenme işlemlerinin kaç adımda ve hangi potansiyellerde olduğu, tersinir olup olmadığı, ürünlerin kararlı olup olmadığı, elektrot tepkimesinde rol alan maddelerin yüzeye tutunup tutunmadıkları DV eğrilerinin incelenmesiyle öğrenilebilir [7, 16].

### 2.4 Kristal Yapı ve Alaşım Sistemleri

Kristaller, düzlem yüzeylerin kristale özgü belirli açılar altında birleşmesiyle oluşur. Kristal katılar üzerinde yapılan çalışmalar kristal örgüyü oluşturan atom, molekül veya iyonların uzayda bütün örgü boyunca düzenli olarak tekrarlandığını göstermektedir. Bir kristal örgünün, kristalin bütün özelliklerini taşıyan en küçük parçasına birim hücre denir. Birim hücrede atom sayısı ve koordinasyon sayısının çeşitli şekillerde bulunması ile çeşitli türlerde kristal yapılar oluşur. Birim hücre basit bir geometrik biçime sahiptir ve uzayı düzlemlerle eşit hacimlere bölerek elde edebilir. Elde edilen birim hücrelerle doğada yedi kristal türü açıklanabilmektedir. Bunlar; Kübik (Basit, Hacim merkezli, Yüzey merkezli), Hegzagonal, Tetragonal, Ortorombik, Monoklinik, Triklirik, Romboedrik kristal kafes türleridir.

Metal kristallerinde tekrarlanan birimler artı yüklü iyonlardır. Değerlik elektronları yalnız kendi atom çekirdeklerinin değil bütün komşu çekirdeklerinin etkisi altında bulunur. Her yöne doğru hareket edebilir. Bu nedenle metal kristallerinin bir elektron denizi içinde düzenli bir şekilde yerleşmiş artı yüklü

iyonlardan oluştuğu söylenebilir. Kolaylıkla akabilen elektron denizi metale, elektriksel iletkenlik kazandırır. Artı yüklü iyonlar elektriksel yük dengesini bozmadan yer değiştirebildiklerinden metaller tel ve levha haline getirilebilirler ve yumuşaktırlar. Mekanik bir kuvvetin etkisi altında yeni metalik bağlar oluşacağından metalin özellikleri değişmez. Metallerin birçoğunda iyon-elektron denizi etkileşiminden başka artı yüklü iyonlar arasında kovalent bağlar (elektron ortaklaşması) da oluşur. Böyle metaller serttirler. Demir ve tungsten buna örnek olarak verilebilir.

Gerçek kristaller, kusursuz bir yapıya sahip değildirler. Kristallerde farklı boyutta yabancı atomlar bulunabildiği gibi, bazı köşeleri boş, bazı atomlar yerlerinden kaymış ve bazı kristal düzlemleri yarım olabilir. Tanecik sınırları da kristal yapıyı bozarlar. Metallerin plastik şekil değiştirmesi, dayanımı, sertliği büyük ölçüde kristal yapı hatalarına bağlıdır. Kristal yapı hataları noktasal, çizgisel ve yüzeysel olarak üç gruba ayrılabilir. Noktasal hataların kaynağı birkaç eksik atomdan dolayı kafes köşelerinin boş kalması yada yabancı atomun araya girmesidir. Bu hatalar, katılma sırasında oluşabildikleri gibi, atomların yer değiştirmesi (difüzyon) ile de olurlar. Çizgisel hatalar kristallerde sıkça rastlanan hatalardır. Atomların hatalı dizilişleri bir çizgi boyunca devam ederse çizgi hatası oluşur. Kenar ve vida dislokasyonu olmak üzere iki tipe ayrılır. Yüzeysel hatalara en önemli örnek tane sınırlarıdır. Katılma sırasında, kristalleşme çekirdeklerinin sayısına bağlı olarak, yapıları aynı ancak konumları farklı olan çok sayıda kristal tanecikleri (gren) oluşur. Kristal tanecikleri arasında kalan atomlar komşu taneciklere uyum sağlayamazlar ve düzensiz (amorfl) bir bölge oluştururlar. Tane sınırlarında atomların dizilmesi çok sıkı olmayıp boşluklar vardır. Tane sınırları, metallerin tane büyüklüğü hakkında fikir vermede yararlı olurlar.

İki veya bir kaç maddenin muhtelif oranlarda beraberce eritilerek meydana getirilen karışıma alaşım denir. Madenlerin çeşitli özellikleri vardır. Bazı madenler yumuşak yalnız başına kullanılamazlar. Altın ve gümüş gibi bazı madenler ise döküme elverişli deşillerdir. Bakır gibi, bazıları kolayca aşınabilirler. Bazıları dayanıklı veya dayanıksızdırlar. Bazıları yüksek ve bazıları da alçak sıcaklıkta ergirler. İşte madenlerin gösterdikleri bu çeşitli özelliklerden ötürü teknikte layıkıyla

faýdalanmak için ve daha elverişli olmalarını temin amacıyla alaşımlar yapılır. Metalik malzemeler genelde alaşım şeklinde kullanılırlar. Alaşımlama, farklı özelliklere sahip elementlerin bir araya getirilmesiyle, üstün özelliklerin optimum şekilde tek bir malzemede toplanması için uygulanan bir işlemdir. En az biri metal olmak şartıyla iki veya daha çok metal veya metalloidin bir araya getirilmesi sonucu elde edilen metalik karakterdeki yeni malzemelere alaşım denir. Alaşım sistemi, farklı element atomlarının, mümkün olan bütün oranlarda karıştırılması sonucu oluşan bütün alaşımları içerir. Eğer sistem iki element içeriyorsa ikili alaşım (Co-Fe, Ni-Fe, Co-Cu, Fe-Cu vb.), üç element içeriyorsa üçlü alaşım (CoFeCu, NiCoFe, NiCoCu vb.) olarak isimlendirilir. Bir B metali, bir A metaline alaşım yapacak şekilde ilave edildiği zaman, ilave edilen elementin miktarına ve alaşımın bulunduğu sıcaklığa bağlı olarak, bir çok yapı ve atomik düzen ortaya çıkabilir. Ancak, bu elementlerden çok azı tamamıyla bir katı çözelti yapacak şekilde davranır. Cu-Ni sistemi bu duruma genel bir örnektir.

Katı eriyikler, katı durumda birbirini içerisinde çözünen yani ortak bir kafes içeren bileşimlerin karışımıyla elde edilir. Katı eriyikler bir fazlı yapıya sahiptirler. Miktarı fazla olan bileşene çözen, ötekine çözünen denir. Kıymetli metallerde çeşitli çözünen elementlerin çözünebilirlik değerlerinin araştırılmasının bir sonucu olarak bakır (Cu), gümüş (Ag) ve altın (Au)' ın birincil katı çözelti oluşturdukları çeşitli kurullarla formüle edilmiştir. Katı eriyikler ikinci elementin atomlarının ana kafes içerisindeki yerleşim konumlarına göre;

i-Yer alan katı eriyikler,

ii-Ara yer katı eriyikleri

olacak şekilde iki farklı yapı gösterebilirler. Yer alan katı eriyiğinde, çözen ve çözünenin atom büyüklükleri birbirine yakındır ( bakır ve nikel atomu gibi). Ara yer katı eriyiğinde ise çözünenin atomları karbon, hidrojen, oksijen ve azot gibi küçük çaplı atomlardır.

Yabancı atom esas metalin atomu yerine yerleşiyor ise Yaralan Katı Çözeltisi denir. Bu türde çözünen metalin atomları çözücü metalin kristal atomlarının bazılarının yerini almıştır. Yabancı atom kafes aralarındaki boşluklara yerleşiyor ise

Ara Yer Katı Çözeltilisi meydana gelir. Bu türde atomik yarıçapı 10-8 cm' den küçük olan H, C, B ve N gibi çözünen metalin atomları, çözücü metalin atomlarının arasındaki boşluklara dağılmışlardır.

## 2.5 Manyetizmanın Temel Kavramları

Maddelerin manyetik özellikleri onların elektronlarından kaynaklanır. Serbest atomların manyetik özellikleri o atomlara ait yörünge elektronlarının düzenlenme biçimine bağlıdır. Bir elektronun net manyetik momenti; o elektronun, bağlı olduğu atomun yörüngesindeki hareketi ile spin hareketinin vektörel toplamı şeklinde ifade edilir. Elektronlar yörünge hareketi ile birlikte kendi eksenleri etrafında da dönerler [17,18, 19, 20, 21].

Maddenin manyetik durumu manyetizasyon vektörü (M) ile belirtilir. Manyetizasyon, malzemenin birim hacmindeki net manyetik momente (m) eşittir ve

$$M = \frac{m}{V} \quad (2.8)$$

ile ifade edilir.

Manyetik indüksiyon B, uygulanan alana ve (H) hem de maddenin mıknatıslanmasına (M) bağlıdır ve

$$B = \mu_0(H + M) \quad (2.9)$$

ile ifade edilir. Burada H dış manyetik alan şiddeti,  $\mu_0$  ise serbest uzayın manyetik geçirgenliğidir.

Manyetik Alınganlık ( $\chi$ ) ve manyetik geçirgenlik (permabilite) ( $\mu$ ) de maddelerin manyetik özelliklerini açıklamakta kullanılan kavramlardır. Manyetik alınganlık ( $\chi$ ) boyutsuz bir büyüklüktür ve maddenin uygulanan manyetik alana

gösterdiği tepkinin bir ölçüsüdür. Manyetik alınganlık;

$$\chi = \frac{M}{H} \quad (2.10)$$

ile ifade edilir. Manyetik geçirgenlik (permabilite) ( $\mu$ ) ise Manyetik alınganlık ( $\chi$ ) gibi manyetik maddelerin karakteristik bir özelliğidir ve

$$\mu = \frac{B}{H} \quad (2.11)$$

ile ifade edilir. Manyetik alan (H) ve manyetik indüksiyon (B) birbirine manyetik geçirgenlik (permabilite) ( $\mu$ ) ile bağlıdır.

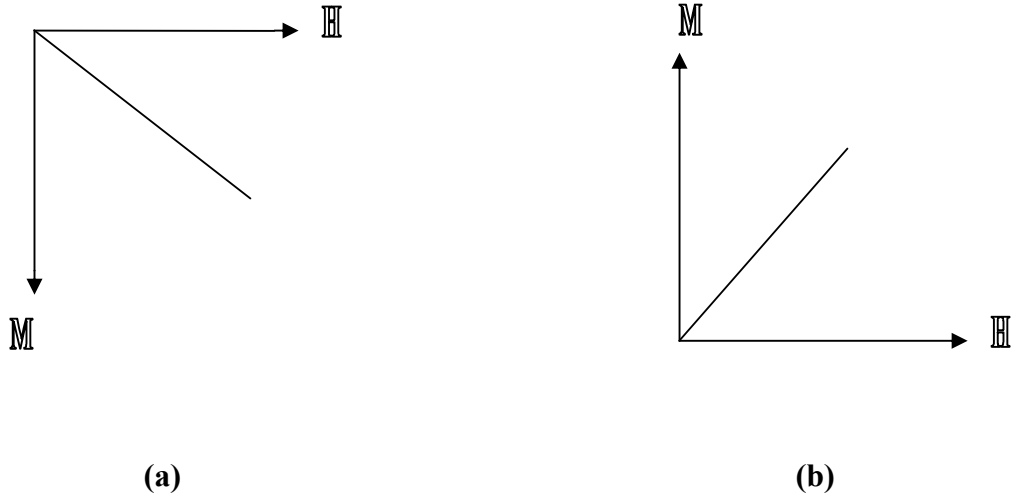
Maddeler manyetik özelliklerine göre üç gruba ayrılabilir. Genellikle manyetik alandan kaçan, dış manyetik alan tarafından itilen maddelere diyamanyetik, manyetik alana doğru çekilen maddelere de paramanyetik maddeler denir. Ayrıca demir, kobalt, nikel ve bunların alaşımları, gibi maddeler paramanyetik maddelerden en az bin kez daha fazla bir kuvvetle manyetik alana çekilirler. Bu tür maddelere de ferromanyetik maddeler denir.

Manyetik maddeler manyetik alınganlıklarına göre sınıflandırılır. Diamanyetik maddelerin manyetik alınganlıkları  $\chi \sim -10^{-5}$  civarındadır ve uygulanan alana zıt yönde bir manyetizasyona sahiptirler. Paramanyetik maddelerin manyetik alınganlıkları  $\chi \sim 10^{-3} - 10^{-5}$  civarındadır ve uygulanan manyetik alanla aynı yönde bir manyetizasyona sahiptirler. Ferromanyetik maddelerin manyetik alınganlıkları  $\chi \sim 50 - 10000$  civarındadır ve manyetizasyonları uygulanan manyetik alanla aynı yönlüdür [18].

Sadece yörüngesel hareketteki değişiklik diyamanyetik alınganlığa sebep olur. Diyamanyetizma uygulanan alana zıt olan çok zayıf bir manyetizasyona yol açar. Bu nedenle diyamanyetik alınganlık negatiftir. Bir diyamanyetik maddedeki atomların sürekli (daimi) dipol momentleri yoktur. Bir dış manyetik alan uygulandığı zaman elektronların yörüngesel hareketinde bir değişiklik olur. Şöyle

ki, dipol momentteki deęişiklik dıř alana zıt ynelir. Sonu olarak, net alan dıř alandan daha kktr. Bu davranıř Lenz kanunu ile anlařılabılır. Akıdaki deęiřim indklenen alana zıttır. Enerjiyi daęıtacak (harcayacak) bir mekanizmanın yokluęunda, dıř alan sabit bir deęere eriřtikten sonra bile elektron akımlarındaki deęiřim devam eder. Aynı zamanda diyamanyetik alınganlık ( $\chi$ ) sıcaklıktan baęımsızdır ve manyetik geirgenlięi ( $\mu$ ) manyetik alanın fonksiyonu olarak sabittir [18]. Periyodik tablodaki birok element diyamanyetiktir (Cu, Au, Ag, Bi vb.). Ancak diyamanyetik etki ok zayıf olduęundan, genellikle paramanyetik ve ferromanyetik etkiler tarafından bastırılır.

Paramanyetizmayı incelemek ferromanyetizmayı arařtırmamıza ve anlamamıza yardımcı olur. nk paramanyetizma kolektif bir olay deęildir. Bu nedenle fizikiler paramanyetik alınganlıęın sıcaklıęa baęımlılıęı gibi paramanyetizmanın temelini teřkil eden teorilerle daha ili dıřlıdır. Paramanyetik zellik gsteren maddeler daha ok tek sayıda elektronu olan atomlar ve molekllerdir. Yani iftlenmemiř bir elektron spinleri vardır. Dıř manyetik alan arttıka, alanla aynı ynde net bir manyetik moment oluřur ve alan kaldırıldıęında eski hallerine geri dnerler. Bunlara geiř elementleri gibi kısmen dolu i yrngelere sahip atomlar ve iyonlar da dahildir. ift sayıda elektronları olan bazı elementlerde paramanyetiktir. Paramanyetik maddelere rnekler; Platin (Pt), Alminyum (Al), Oksijen (O), geiř metallerin tuzları, nadir toprak elementlerinin (lantanidler) tuzları ve oksidleri kuvvetli paramanyetiklerdir. 3d, 4d ve 5d geiř metallerin hepsi paramanyetiktir. Aynı zamanda H<sub>2</sub>O da paramanyetiktir. Btn ferromanyetik metaller (Co, Ni ve Fe) Currie sıcaklıklarının stnde paramanyetik olurlar. Paramanyetik maddelerin manyetik geirgenlięi ( $\mu$ ) manyetik alanın fonksiyonu olarak sabittir [18].

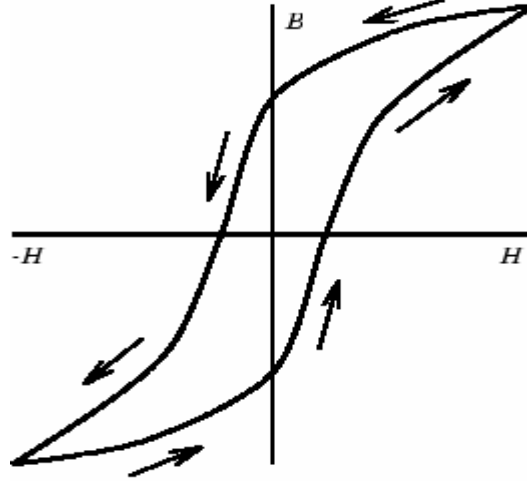


**Şekil 2.2:** a) Diamanyetik maddelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre değişimi b) Paramanyetik maddelerin manyetizasyonunun uygulanan manyetik alana göre değişimi

Magnetik maddelerin en önemli sınıfı ferromanyetiklerdir. Ferromanyetik maddeler dış indüksiyon alanının yokluğunda bile kendiliğinden magnetizasyonu olan maddelerdir. Bu maddeler hem uygulama hem de teorik açıdan önemlidirler. Bu maddelerin uygulamaları çok geniş alana yayılmıştır. Mühendislikteki uygulamalarda ferromanyetikler, yüksek manyetik geçirgenliğe sahip olmalarından dolayı kullanılırlar. Bu yüksek manyetik geçirgenlik, yüksek manyetik indüksiyonların en ılımlı manyetik alanlarda bile elde edilebilmesini mümkün kılar. Diğer bir kullanım nedeni de kalıcı manyetizasyona sahip olabilme yetenekleridir. Bundan dolayı bu maddeler bir manyetik alan kaynağı gibi davranırlar. Periyodik cetveldeki birkaç ferromanyetik element; Fe (Demir), Gd (Gadalyum), Ni (Nikel), Dy (Distoryum), Co (Kobalt) v.b. dir. Ferromanyetikler, çok büyük manyetik geçirgenliğe ( $\mu$ ) ve manyetik alınganlığa ( $\chi$ ) sahiptirler. Ferromanyetik maddelerdeki kendiliğinden manyetizasyon sıcaklıkla değişir. Manyetizasyon  $T = 0^\circ\text{K}$  de maksimum ve Curie Sıcaklığında ( $T = T_c$ ) sıfırdır. Bir ferromanyetik madde bütün hacmi içinde aynı yönde mıknatıslanmaz. Ancak domain denen, homojen manyetizasyon yönlerine sahip çok sayıda daha küçük bölgeler vardır. Bu bölgeler birbirlerine göre rasgele yönelirler. Bir ferromanyetik maddenin manyetik özelliklerini göstermenin en iyi yolu farklı dış manyetik alanlar (H) için manyetik



indüksiyonun (B) yada manyetizasyonun (M) grafiğini çizmektir. Bu grafik histerisis eğrisi olarak adlandırılır. Tipik bir histerisis eğrisi şekil 2.5' de görülmektedir.



Şekil 2.3: Histerisis eğrisi

Histerisis eğrisi incelenerek maddenin doyum manyetizasyonu, kalıcı manyetizasyonu, koarsivitesi, manyetik geçirgenliği ve manyetik güç kaybı hakkında bilgi edinilir. Manyetik alan artırıldıkça, manyetizasyon  $M_s$  ile gösterilen bir değerde doyuma ulaşır. Madde içindeki bütün manyetik momentlerin alan yönünde sıralanması durumuna doyum manyetizasyonu denir ve

$$M_s = nm \quad (2.12)$$

bağıntısı ile verilir. Burada n maddenin birim hacimdeki atom sayısı, m atomik manyetik momentlerin büyüklüğü olarak tanımlanır. Bir ferromanyetik madde mıknatıslandıktan sonra manyetik alan sıfıra indirildiğinde kalan manyetizasyon,  $M_r$  ile gösterilen kalıcı manyetizasyondur. Bir ferromanyetik maddenin manyetizasyonunu sıfıra indirmek için uygulanan ters manyetik alan şiddetine koarsivite ( $H_c$ ) denir. Ferromanyetik maddenin geçirgenliği manyetik alanın fonksiyonu olarak sabit değildir.

Histerisis eğrisinden elde edilen diğer bir önemli özellik ise Diferansiyel Geçirgenlik ( $\mu'$ ) kavramıdır ve

$$\mu' = \frac{dB}{dH} \quad (2.13)$$

ifadesi ile verilir [18].

## 2.6. Manyetik Direnç (MR) ve Anizotropik Manyetik Direnç (AMR)

Bir çok metalin elektriksel direnci, dış bir manyetik alana yerleştirildiği zaman değişir. Bu değişme, manyetik direnç (magnetoresistance) (MR) olarak tanımlanır. Direnç, artan manyetik alanla birlikte ya artabilir (pozitif MR) ya da azabilir (negatif MR). Herhangi bir metal için ölçülen MR sadece uygulanan manyetik alanın şiddetine bağlı değil, aynı zamanda metalden geçen akıma göre manyetik alanın yönüne de bağlıdır. Manyetik alan akıma dik olduğu zaman enine manyetik direnç (EMR), paralel olduğu zaman boyuna manyetik direnç (BMR) ölçülür. Bakır (Cu) ve gümüş (Ag) gibi ferromanyetik olmayan metallerde hem enine hem de boyuna olan MR, uygulanan manyetik alanın artmasıyla çok az bir artış gösterir. Ferromanyetik metallerde (Fe, Co, Ni vb.) ve bunların alaşımlarında elektriksel direnç, manyetik alan akıma paralel olduğunda, manyetik alan arttıkça artar, manyetik alan akıma dik olduğunda, manyetik alan arttıkça direnç azalır. Her iki durumda da belli bir manyetik alan değerinin üzerinde dirençteki artma veya azalma doyuma ulaşır [8]. Manyetik amddeler manyetik alana kondukları zaman farklı yapısal özelliklerinden dolayı farklı özellikler gösterirler. Bu farklı özelliklere göre manyetik direnç; Tunneling Manyetik Direnç (TMR), Collasal Manyetik Direnç (CMR), Anizotropik Manyetik Direnç (AMR), Giant Manyetik Direnç (GMR) ve Ordinary Manyetik Direnç (OMR) gibi farklılıklar gösterir.

Anizotropik manyetik direnç kavramı kolay anlaşılır ve modern aygıtlara hızlı ve doğru bir şekilde uygulanabilir. Anizotropik manyetik direnç 1945' li yıllardan daha önceki yıllarda çalışılmış konular arasında olmasına rağmen yorumlamada bazı sorunlarla karşılaşmıştır. 1971 yılında Hunt, örnek olarak, manyetik kayıt

uygulamalarında manyetik alanı ortaya çıkarmak için kullanılabilen ince filmlerde, anizotropik manyetik direnç olarak bilinen manyetik direnç olayını göstermiştir [22]. Ferromanyetik metaller (Fe, Co, Ni vb.) ve bunların alaşımlarında (CoNi, NiFe, CoFe, NiCoFe vb.) önemli direnç deęişimleri daha küçük manyetik alan gerektirmektedir. Bu materyallerde  $H = 0$ ' dan uzaklaşırken boyuna manyetik direnç (BMR) pozitif ve enine manyetik direnç (EMR) negatiftir. Bu nedenle manyetik alan elektrik akımına paralel olduğunda manyetik alan artışıyla manyetik direnç artar fakat manyetik alan akıma dik olduğunda manyetik alan artışıyla manyetik direnç azalır. Bu etki anizotropik manyetik direnç (AMR) olarak adlandırılır [8].

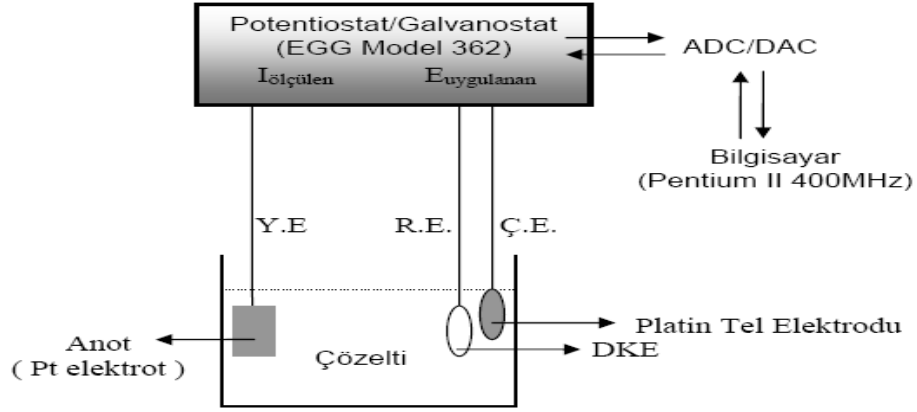
### 3. DENEYSEL TEKNİKLER

Bu bölümde, elektrodepozisyon tekniği ile ferromanyetik ince film üretimi ve üretimi filmlerin kimyasal, yapısal, yüzey ve manyetik analizlerinde kullanılan teknikler açıklanmaktadır. İlk olarak deposisyon potansiyelinin belirlendiği döngüsel voltammetri (DV) düzeneği anlatılmaktadır. Daha sonra çözeltilerin kimyasal analizinde kullanılan İndüktif Eşleşmiş Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES) açıklanmaktadır. Ardından alttabakanın hazırlanması, filmlerin büyütülmesi ve özelliklerinin incelenmesinde kullanılan teknikler anlatılmaktadır. Filmlerin yapısal özellikleri, X-ışınları Difraktometresi (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmiştir. Filmlerin kompozisyon analizinde, SEM ile tümleşik Enerji Ayırmalı X-ışınları spektrometresi (EDX) kullanılmıştır. Manyetik özelliklerinin araştırılmasında ise Titreşimli Örnek Magnetometrisi (VSM) kullanılmıştır. Son aşama olarak filmlerin manyetik direnç analizlerinin yapıldığı manyetodirenç sistemi anlatılmaktadır.

#### 3.1 Dönüşümlü Voltammetri (DV) Tekniği

CoFeCu alaşım filmlerin elektrodepozisyonu için hazırlanan çözeltinin elektrokimyasal karakterizasyonu DV tekniği ile yapılmıştır. Bu elektrokimyasal karakterizasyon için Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katıhal Araştırma Laboratuvarında bulunan deney düzeneği Şekil 3.1' de verilmektedir. Bu düzenekte üçlü elektrot sistemi (Çalışma Elektrotu; Ç.E., Yardımcı Elektrot; Y.E., Referans Elektrot; R.E) kullanılmaktadır. Sistem üçlü elektrot sistemine sahip bir hücre, akım ve voltaj değerlerini kaydeden bir bilgisayar ve taramalı potantiostat/galvonostat (P/G)' dan oluşmaktadır. Ç.E olarak platin tel, Y.E olarak platin levha ve R.E olarak ise SCE kullanılmıştır. Deney , pascal programlama dilinde hazırlanmış bir program ile kontrol edilmektedir [8]. Taramalı

P/G potansiyeli istenen hızda ileri ve geri yönde tarayarak akım ve voltaj değerleri bilgisayar tarafından kaydedilir.



**Şekil 3.1:** Döngüsel voltammetri (DV) için kullanılan deney düzeneği. (Sistem, Ç.E olarak Ti alttabaka kullanılarak elektrodepozisyon düzeneği olarak kullanılmaktadır.) [23].

### 3.2 Elektrodepozisyon Tekniği ile CoFeCu Alaşım Filmlerinin Büyütülmesi

CoFeCu alaşım filmler polikristal Titanyum (Ti) alttabaka üzerine büyütülmüştür. Filmlerin elektrodepozisyonu; alttabakanın hazırlanması, filmlerin depozisyonu ve filmlerin alttabakadan kaldırılması işlemlerini içerir. Bu bölümde ilk olarak alttabakanın hazırlanması ele alınmaktadır.

#### 3.2.1 Alttabakanın Hazırlanması

Elektrodepozisyon tekniğinde filmin büyümesi alttabakanın seçimine ve hazırlanmasına önemli ölçüde bağlıdır. Alttabaka, depozit edilecek filmin düzgün oluşmasını sağlamak için temiz ve pürüzsüz bir yüzeye sahip olmalıdır. Bu nedenle alttabakaya mekanik temizleme (zımpara) yapılır. Zımparalama işlemi sırasıyla 240 ve 400' lük zımpara kağıtları kullanılarak yapılmıştır. Daha sonra normal ve saf su ile yıkanarak kurulama kağıdı yada peçete ile iyice kurulur. Parlatılan yüzey,

depozisyon işlemi yapılacak olan bölge ( $2.88 \text{ cm}^2$ ) açıkta kalacak şekilde bantlanır ve sırasıyla saf su, %10' luk  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisi ve tekrar saf su ile yıkanarak depozisyon işlemi için hazırlanmış olur. Alttabaka, depozisyon işlemi için çözelti içerisine gerekli bağlantıları yapılarak yerleştirilir.

### 3.2.2 CoFeCu Alaşım Filmlerinin Elektrodpozisyonu

Bu çalışmada filmler, Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Katihal Araştırma Laboratuvarı'nda, TÜBİTAK tarafından desteklenen TBAG-1771 proje kapsamında geliştirilen sistem kullanılarak üretilmiştir. Sistem üç elektrotlu potansiyostat/galvanostat (P/G), bilgisayar, digital-analog çevirici (DAC), analog-digital çevirici (ADC) ve elektrokimyasal hücre (çözelti kabı)'den oluşmaktadır. Depozisyon, bilgisayar kontrollü yapılabildiği gibi bilgisayar kontrolsüzde yapılabilmektedir. Sistem potansiyel kontrollü kullanıldığında P/G, Ç.E' nun potansiyelini R.E' a göre sabit bir değerde tutar. Hazırlanan alttabaka çalışma elektrotuna bağlanır ve depozisyon bu elektrot yüzeyinde meydana gelir. Deneyde Y.E olarak  $2.5 \text{ cm} * 2.5 \text{ cm}$  yüzey alanına sahip bir platin levha kullanılmıştır. Platin çözelti ile reaksiyona girmeyen bir metal olduğundan dolayı özellikle tercih edilmiştir. Y.E' un amacı Ç.E' nun gerektirdiği akımı sağlamaktır. Y.E' un konumu ve biçimi Ç.E' nun yüzeyi üzerindeki akım dağılımını belirlediği için önemlidir. Sistemde kullanılan Ç.E' un yüzey alanı Y.E' nun yüzey alanından daha küçüktür. Homojen bir akım ve potansiyel dağılımı isteniyorsa, Y.E' un Ç.E' ndan mümkün olduğu kadar uzağa yerleştirilmesi gerekir. Aynı zamanda R.E, Ç.E' na mümkün olduğu kadar yakın yerleştirilmelidir. Deneyde referans elektrot olarak SCE kullanılmıştır. Bu deneyde kullanılan elektrokimyasal hücrede Ç.E ile R.E arasındaki mesafe yaklaşık  $2.5 \text{ cm}$ , hücrenin toplam uzunluğu ise  $7.5 \text{ cm}$  dir. Ç.E ile R.E arasındaki mesafe, bu iki elektrot arasında  $I R_s$  kadar bir potansiyel düşmesine sebep olur. Meydana gelen bu potansiyel düşmesi, Y.E ve Ç.E arasındaki potansiyel farkından çok daha küçüktür.[24, 25]

DAC ve ADC, bilgisayar kullanılarak gerçekleştirilecek depozisyonunda bilgisayar ile P/G arasındaki iletişimi sağlar. DAC, bilgisayardan gelen sinyali bir analog sinyale (voltaja) çevirir ve bu değer R.E' a göre Ç.E' nun potansiyeli olarak

P/G' a gönderilir. ADC, P/G' dan gelen analog sinyalleri dijital sinyallere çevirerek bilgisayara gönderir. Bilgisayar hücrenin anodu ile katodu arasında geçen yük miktarını elde etmek üzere akımı toplar. Bu yük miktarından yola çıkarak bulunan filmin kalınlığı istenilen değere ulaştığında bilgisayar potansiyel uygulamasını durdurur. Tabaka kalınlığı için gereken yük miktarı (anot ve katot arasında geçen bütün yük), Faraday kanununa göre hesaplanır (Denklem 2.5). Bu hesaplamada akım verimliliği %100 olarak kabul edilir. Bu şekilde hesaplanan tabaka kalınlığına o metalin nominal (varsayılan) kalınlığı denir. Pratikte akım verimliliği hidrojen gazı çıkışı sebebiyle %100' den daha küçük olabileceğinden, filmin kalınlığı nominal kalınlığın akım verimliliği ile çarpımından bulunabilir. [24, 25]

Depozisyon işlemine başlamadan önce çözeltinin sıcaklığı ve pH' ı ölçülür. Bilgisayar kullanılarak gerçekleştirilecek deneylerde tabaka kalınlığı, depozisyon potansiyeli gibi ilgili parametreler bilgisayara girilir. Hazırlanan alttabaka, parlatma işlemi tamamlanır tamamlanmaz oksitlenmeyi önlemek için hemen çözelti içerisine yerleştirilerek gerekli elektrot bağlantıları hızlı bir şekilde yapılır ve depozisyon başlatılır. Depozisyon süresi tabaka kalınlığına ve uygulanan katot potansiyeline göre farklılık gösterir. Depozisyon işlemi tamamlandıktan sonra numune çözelti içerisinden çıkartılarak saf su ile yıkanır.

### **3.2.3 Filmlerin Alttabakadan Kaldırılması**

Titanyum (Ti) alttabaka üzerinden ince film kaldırma işlemi oldukça basittir. Ti üzerine büyütülen numune depozisyon çözeltisinden çıkarıldıktan sonra saf su ile yıkanır ve kurumasına izin verilmeden jilet yardımıyla alttabakadan kazınır. Alttabakadan ayrılan filmler bir kurulama kağıdı arasında saklanabilir.

### 3.3 İndüktif Eşleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES)

İndüktif Eşleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektroskopisi, (ICP-AES) uyarılmış elektronların kararlı hale dönerken belli dalgaboyunda enerji yayınlanması ilkesine dayanan bir yayınlama spektrofotometrisi tekniğidir. Bu işlemin ana özelliği her elementin kendi kimyasal karakterine uygun özel bir dalga boyunda enerji yayınlamasıdır. Yayınlanan enerjinin şiddeti, incelenen örnekte, aranan elementin bulunma miktarı ile orantılıdır. Böylece örnek tarafından hangi dalgaboylarının hangi şiddette yayımlandığına bakılarak incelenen örneğin elementsel bileşimi belirlenebilir [26]. İndüktif eşleşmiş plazma kaynağı iç içe geçmiş üç kuvars borudan (torch) yapılmıştır. Bunların arasından dakikada 10-17 mL argon gazı geçer. En geniş borunun çapı 2.5 cm dir. Bu borunun üst kısmında suyla soğutulan radyo indüksiyon bobini bulunur. Akan argonun iyonlaşması bir Tesla bobininden kıvılcım ile başlatılır. Oluşan iyon ve elektronlar indüksiyon bobini tarafından oluşturulan manyetik alan salınımları ile etkileşir. Bu etkileşim sonucunda iyonlar ve elektronlar aynı yöne doğru akmaya başlar. Ortamın bu akmaya karşı gösterdiği direnç ile ortamın sıcaklığı 10000 K' e kadar yükselir. En içteki kuvarz borudan geçen argon gazı akışıyla plazma içerisinde numune taşınır. Numune cihaz 3 şekilde ilave edilebilir.

**i) Aerosol halinde:** Ultrasonik bir sisleştirci vasıtasıyla oluşan çok küçük damlacıklar argon gazı yardımıyla plazmaya taşınır.

**ii) Buhar halinde:** Plazmaya sıvı ve katı numuneleri vermek için elektrotermal buharlaştırıcılar kullanılır.

**iii) İnce toz halinde:** Nebulizer yerine lazer kullanılır.

Numune atomları taşıyıcı argon gazı sayesinde 4000-8000 K sıcaklığındaki bölgeye ulaşır. Burada 2 ms kalırlar. Bu sıcaklıkta atomlaşma olur. Sıcaklığın bu kadar yüksek olması sonucunda diğer yöntemlerde karşılaşılan kimyasal girişim sorunu ile daha az karşılaşırken iyonlaşma girişimi yok denecek kadar az olur. Örneğin atom ve iyonları uyarılır ve yaptıkları emisyon, dalgaboyu ayırıcılara gönderilir. Elde edilen emisyon spektrumları kaydedilir ve elementlerin karakteristik dalgaboyları ile karşılaştırılıp örneğin içerdiği elementler belirlenir. Bu yöntemin en



büyük avantajı aynı anda bir çok elementin ana emisyonunun ve bunun yanında 4-5 farklı dalgaboyundaki emisyonlarının ölçülebilmesidir. Plazma sıcaklığı her bölgede aynıdır ve bu nedenle self absorpsiyon ve self dönüşüm etkileriyle karşılaşmaz [27].

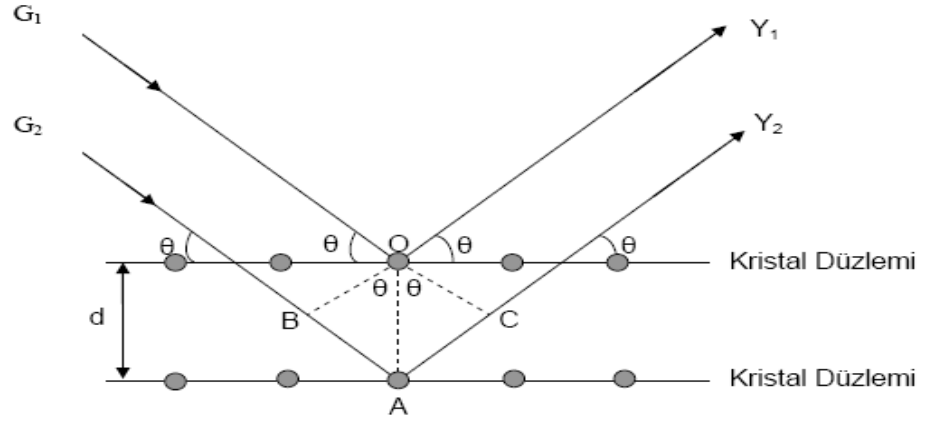
Bu çalışmada, ICP ölçümü Winlab 32 software kontrollü ve FIAS-AS90 otosampler bağlantılı simultane ve aksiyal görünümlü Perkin Emler Optima 3100 XL ICP-AES ile yapılmıştır.

### 3.4 X Işınları Difraksiyonu (XRD)

X-ışını difraksiyon tekniği ile örneğe zarar vermeden , maddenin kristal yapısı, atomlar yada düzlemler arası mesafeler, tek kristal veya tane yönelimi belirlenebilir. Bir çok maddenin periyodik yapıda olması, kristaldeki atomlar arası uzaklığın X-ışını dalgaboyu mertebesinde olması gibi etkenler kristal yapıyı aydınlatmada bu tekniği kullanışlı kılmıştır. Kristalin yapısına ve kristalle etkileşen ışının dalgaboyuna bağlı olarak değişik kırınım desenleri meydana gelir. Kristale gönderilen ışının dalgaboyu, kristalin örgü sabitine eşit yada daha küçükse gelen ışın kırınımına uğrar [28]. Belli yönlerdeki ışıklardan bazıları birbirini yok ederken (yıkıcı girişim), bazı ışıklar birbirini kuvvetlendirerek yapıcı girişim (difraksiyon) oluştururlar. Difraksiyon yalnızca Bragg denklemini sağlayan geliş açılarında meydana gelir. Bragg yasası, örneğe bilinen dalgaboyunda ışın göndererek  $\theta$  açısının ölçülmesiyle kristal düzlemleri arasındaki d uzaklığının bulunmasında kullanılır.

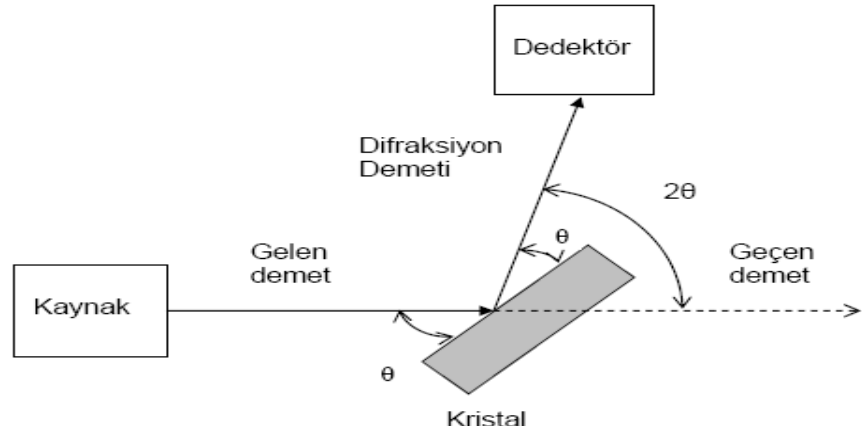
$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (3.1)$$

Denklemden d düzlemler arası mesafe,  $\theta$  gönderilen ışının düzlemle yaptığı gelme açısı,  $\lambda$  gelen gönderilen ışının dalgaboyu ve n yansıma mertebesidir.  $n = 0$  değerini alırsa herhangi bir yansıma gözlenmez.



**Şekil 3.2:** Kristal düzlemlerine gelen ve yansıyan ışınlar [29].

Şekil 3.2' te görüldüğü gibi kristal yapı üzerine gelen  $G_1$  ve  $G_2$  ışınları düzlemle  $\theta$  açısı yapacak şekilde gelmiştir. Bu ışınlar kristal yapıdaki atomlarla difraksiyona uğrayarak  $Y_1$  ve  $Y_2$  ışınları gibi saçılırlar. Gelen ve yansıyan ışınlar arasındaki açı  $2\theta$ ' dir. Bu değere difraksiyon açısı denir ve deneylerde  $\theta$  yerine  $2\theta$  ölçülür. Farklı  $\theta$  açılarında bu ölçümler yapılarak örnek için x-ışını kırınım deseni elde edilir [30].



**Şekil 3.3:** X-ışını difraktometresinin şematik gösterimi [24].

Örnekteki kristal düzlemlerine ait tane büyüklükleri, Scherrer formülü ile tayin edilir ve

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

ile verilir. Denklemden t tane büyüklüğü,  $\lambda$  difraksiyonda kullanılan ışının dalgaboyu, B incelenen düzleme ait pikin FWHM (yarı yükseklikteki pik genişliği) değeri,  $\theta$  incelenen düzleme ait pikin ortaya çıktığı açının yarısıdır [30].

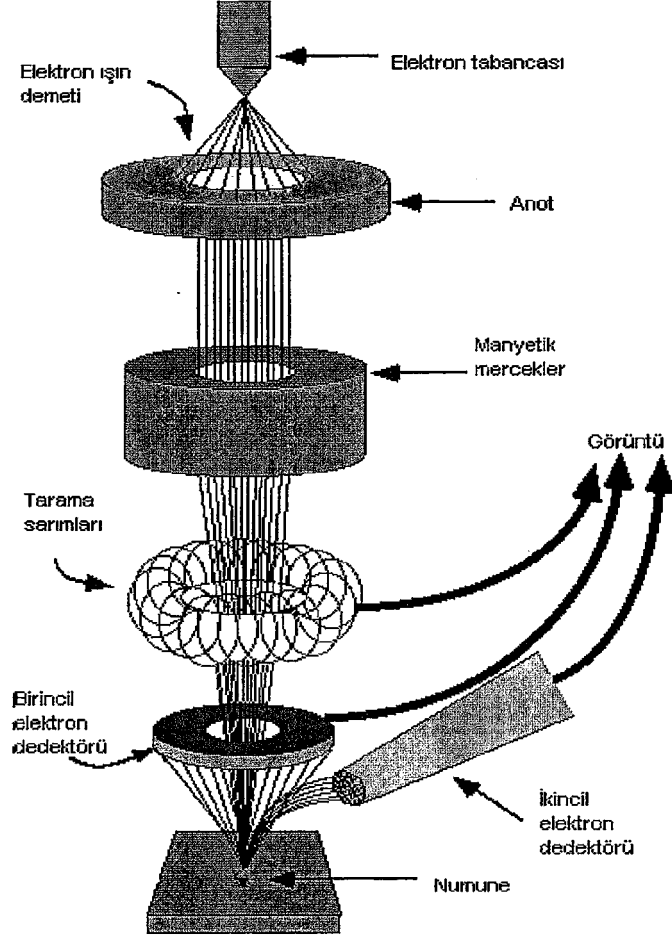
Filmlerin XRD ölçümleri, Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi'nde bulunan Philips Analytical marka XRD cihazıyla yapılmıştır.

### 3.5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Yüksek ayırma gücüne sahip bir teknik olan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), katı yüzeyinin çok ince bir tabakasının incelenmesi için geliştirilmiştir. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), katı yüzeyler hakkında topolojik ve morfolojik bilgi sağlar. SEM' de görüntü elde etmek için katı numunenin yüzeyi yüksek enerjili elektron demetiyle (Raster düzeninde) taranır. Bu taramada elektron demetiyle, (1) yüzey boyunca düz bir doğru üzerinde (x yönünde) tarama yapılır, (2) demet başlangıç pozisyonuna döner, (3) aşağı yönde (y yönünde) belirlenmiş bir miktar kaydırılır ve bu işlem tüm yüzey alanı taranana kadar tekrarlanır. Tarama sırasında (z yönünde) bir sinyal alınır ve görüntüye dönüştürüleceği bir bilgisayar sisteminde toplanır [29].

SEM' de Elektron tabancası kaynağı, elektron odaklama sistemi, numune odası ve elektron dedektörü bulunmaktadır. Elektron tabancasından çıkan yüksek enerjili elektronlar manyetik kondansör ve objektif mercek sistemi ile numune üzerindeki 5-20 nm' lik son nokta boyutuna indirgenir. Numune odalarında, normal basınçtan  $10^{-4}$  torr veya daha düşük bir basınçta hızla ulaşabilmek için yüksek kapasiteli vakum pompaları kullanılır. Numune tutucular x, y ve z yönlerinde hareket ettirilebilir ve her bir eksen etrafında döndürülebilir. Metal olmayan yalıtkan

numunelerin yüzeyleri en fazla 20 nm mertebesinde iletkenliği sağlayan altın veya karbon ile kaplanır. Yüksek çözünürlüğe sahip numune görüntüsü sağlamak için incelenecek numuneler metalde olsa yüzeylerine altın kaplama işlemi uygulanır [25].



**Şekil 3.4:** Taramalı elektron mikroskobunun (SEM) çalışma şeması [31].

EDX analizi boyunca örnek, SEM içinde elektron demetiyle bombardıman edilir. Bu elektronlar, örneğin elektronları ile çarpışır ve onları yerinden ayırır. Boşalan yeri, üst yörüngelerden daha fazla enerjili bir elektron doldurur. Elektronun enerji fazlalığı karakteristik bir x-ışını yayımlayarak dışarı verilir. EDX analizi sonucunda bir EDX spektrumu elde edilir. Bu spektrum, her enerji düzeyinde yayımlanmış x-ışınlarının frekansının eğrisidir. Spektrumdaki pikler, yayımlanan x-ışınlarına uygun şiddetleri gösterir. Bu piklerden her biri bir atoma özgüdür ve bu

nedenle bir elemente uyar. Pikin şiddeti, o elementin örnekteki yoğunluğunu gösterir [29].

Filmlerin SEM analizleri ve EDX ölçümleri, Anadolu Üniversitesi Mühendislik - Mimarlık Fakültesi Malzeme Mühendisliği Bölümü' nde bulunan Zeiss Supra 50 Vp model Taramalı Elektron Mikroskobu kullanılarak yapılmıştır.

### 3.6 Titreşimli Örnek Magnetometresi (VSM)

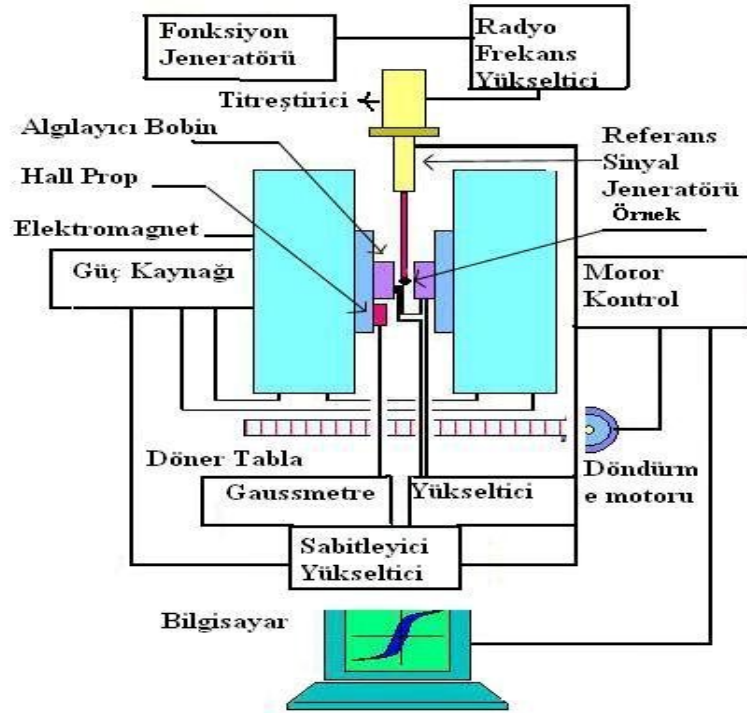
VSM, düzgün bir manyetik alanda titreşen bir örneğin içinde bulunduğu bir alettir. Titreşimli Örnek Magnetometresi (VSM) ile incelenen malzemenin manyetik karakterini ortaya koyan manyetizasyon eğrisi (histerisis) elde edilir. VSM sistemi, güç kaynağı, kontrol panelleri gibi elektronik kısımlar ile örnek titreştirici, elektromagnet gibi ölçüm kısımlarından ve bunlara bağlanmış bir bilgisayardan oluşur. VSM' in çalışma prensibi elektromanyetik indüksiyon olayına dayanır. Örnek dc manyetik alanı içerisinde titreşim yaptığında meydana gelen örneğin titreşim manyetik alanı ile Faraday indüksiyon yasasına göre algılayıcı (pick-up) bobininde değişken bir voltaj indüklenir. Faraday indüksiyon yasası  $\text{emk}'$  nın büyüklüğünün bobin içerisindeki manyetik akının zamanla değişim hızı ile orantılı olduğunu ifade eder.

$$E = -\frac{d\Phi}{dt} \quad (3.3)$$

Burada  $E = \text{emk}'$  yı ve  $\Phi$  örnekle bobini birleştiren manyetik akıyı belirtmektedir. İndüklenmiş  $\text{emk}$  ölçülebilir ve bu, örneğin manyetizasyonu ile orantılıdır.

VSM ile manyetizasyonun direkt ölçümü yapılır. Algılayıcı bobinler arasındaki boşlukta örnek varken ve örnek yokken ölçülen manyetik indüksiyon arasındaki fark hesaplanır [18]. Bu ölçüm sonunda elde edilen veriler uygulanan manyetik alana göre manyetizasyonun nasıl değiştiğini vermekle sınırlıdır. Örneğin gerçek manyetizasyon değerinin ortaya konması için sistem, manyetik moment

değeri bilinen nikel (Ni) standart ile kalibre edilir. Kalibrasyondan sonra VSM, tüm ölçümler için aynı hesaplamayı yaparak, ölçülen örnek için gerçek manyetik moment değerlerinin, uygulanan manyetik alana karşı değerini verir. Kalibrasyon tamamlandıktan sonra örnek, pyrex örnek tutucunun ucuna yerleştirilip örnek tutucu titreştiriciye takılır. İki tür örnek tutucu ile örnekler yatay (manyetik alan film yüzeyine paralel) ve düşey (manyetik alan film yüzeyine dik) olarak yerleştirilip ölçüm yapılabilir. Örnek tutucunun istenen açılarla döndürülmesiyle farklı yönlerde uygulanan manyetik alan altında ölçüm yapmakta mümkündür. İstenen değerler arasında istenen aralıklarla uygulanan manyetik alana karşı ölçülen manyetik moment değerleriyle örneğin histerisis eğrisi elde edilir.



Şekil 3.5: VSM' in şematik gösterimi [32].

Bu çalışmada, ölçümler için kullanılan elektromagnet  $\pm 2.25$  T manyetik alan aralığında çalışabilmektedir. Numune titreştiricinin titreşim frekansı 75 Hz' dir. Filmlerin manyetik ölçümleri, Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi' nde bulunan ADE EV9 Model VSM ile yapılmıştır.

### 3.7 Manyetorezistans Ölçümler

İnce filmlerin manyetikdirenç ölçümleri, Van Der Pauw (VDP) tekniği kullanılarak yapılmıştır. Manyetikdirenç ölçümlerinde film bir örnek tutturucu üzerine yerleştirilir ve örnek üzerinden geçen akıma karşılık film üzerindeki voltaj değerlerinden faydalanılarak manyetikdirenç değerleri hesaplanmaktadır.

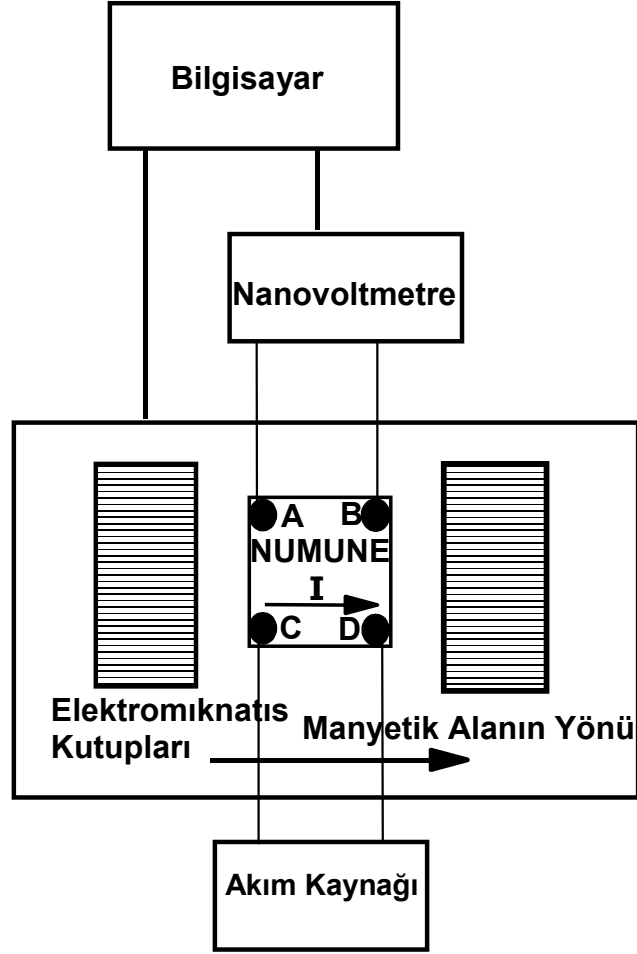
MR ölçümleri için kullanılan deneysel sistem, şekil 3.6' da verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi sistem, bir elektromıknatis, bilgisayar, numune tutturucu, nanovoltmetre ve bir doğru akım kaynağından oluşmaktadır. Numuneler numune tutturucuya yerleştirilerek akım ve voltaj kontaktları kare biçiminde kesilmiş filmin dört köşesi üzerinden yapılır. Birbirine komşu iki köşeden akım uygulanırken, bunların karşısında bulunan diğer iki köşe arasından potansiyel farkı ölçülür. Elektromıknatis belli bir manyetik alan sağlamaktadır. Bilgisayar kontrolü altında manyetik alan değiştirilirken nanovoltmetrenin çıkış sinyalleri kaydedilir. Şekil 3.6' da görüldüğü gibi akım C ve D noktaları arasında uygulanırken, potansiyel farkı A ve B noktaları arasında ölçülürse filmin Van Der Pauw direnci,

$$R_1 = \frac{V_A - V_B}{I_{CD}} \quad (3.4)$$

eşitliği ile verilir. Bu bağlantılar ile filmin boyuna manyetorezistansı (BMR) ölçülür. Aynı sonuç akımın A ve B noktalarına uygulanarak, potansiyelin C ve D noktaları arasından ölçülmesiyle de bulunabilir. Eğer akım B ve D noktaları arasına uygulanır, A ve C noktaları arasındaki potansiyel farkı ölçülürse filmin direnci,

$$R_2 = \frac{V_A - V_C}{I_{BD}} \quad (3.5)$$

eşitliği ile verilir. Bu durumda ise filmin enine manyetikdirenci (EMR) ölçülmüş olur.



**Şekil 3.6:** Manyetikdirenç ölçümleri için kullanılan deneysel sistem [24].

CoFeCu filmlerin MR ölçümleri, Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi' nde bulunan MR sistemi ile  $\pm 10$  kOe arasında uygulanan manyetik alanlarda ölçülmüştür. Filmin direncindeki yüzde değişim miktarı MR (%),

$$MR(\%) = \frac{R(H) - R_{\min}}{R_{\min}} * 100 \quad (3.6)$$

formülü ile hesaplanmıştır. Burada r (H) uygulanan herhangi bir manyetik alandaki direnç,  $R_{\min}$  ise direncin en küçük olduğu değerdir.



## 4. BULGULAR ve TARTIŞMA

Bu bölümde yapılan deneyler sonucunda elde edilen bulgular tartışılmaktadır. İlk olarak kullanılan çözeltilerin hazırlanması ve kimyasal ve elektrokimyasal olarak incelenmesi ile üretim için uygun potansiyelin belirlenmesinde kullanılan DV eğrileri elde edilerek uygun potansiyel aralıkları belirlenmiştir. Farklı depozisyon potansiyeli, film kalınlığı, çözelti pH' ı ve farklı Fe konsantrasyonlarında CoFeCu filmleri büyütülüp, filmlerin büyüme mekanizmalarını incelemek için film depozisyonu sırasında bilgisayar ortamına kaydedilen akım zaman geçişleri incelenmiştir. Daha sonra büyütülen CoFeCu filmlerinin kimyasal, yapısal ve manyetik analizleri ele alınmaktadır.

### 4.1 Çözeltilerin Hazırlanması, Kimyasal ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu

Bu bölümde, elektrodepozisyon işleminde kullanılacak olan çözeltilerin hazırlanması, ICP-AES tekniği ile kimyasal ve DV tekniği ile elektrokimyasal karakterizasyonları anlatılmaktadır.

#### 4.1.1 Çözeltilerin Hazırlanması

CoFeCu filmlerinin depozisyonu için hazırlanan çözeltilerin bileşimleri ve depozisyon şartları Tablo 4.1' de verilmiştir. CoFeCu filmleri A çözeltisi kullanılarak farklı parametrelere göre büyütülmüşlerdir. CoFeCu filmlerinin büyütüldüğü A çözeltisi, belirlenen oranlarda kobalt sülfat ( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), demir sülfat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), bakır sülfat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) ve borik asit içermektedir. B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> ve B<sub>3</sub> çözeltileri ise demir sülfat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) oranları değiştirilerek demir oranının etkisini görmek amacıyla hazırlanmıştır. Borik asidin etkisini görmek için C çözeltisi hazırlanmıştır.

**Tablo 4.1:** CoFeCu alařım filmlerinin depozisyonunda ve çözeltilerin elektrokimyasal karakterizasyonunda kullanılan çözeltiler içerikleri

<b>ÇÖZELTİ</b>	<b>Kobalt Sülfat (M) CoSO<sub>4</sub>7H<sub>2</sub>O</b>	<b>Demir Sülfat (M) FeSO<sub>4</sub>7H<sub>2</sub>O</b>	<b>Bakır Sülfat (M) CuSO<sub>4</sub>5H<sub>2</sub>O</b>	<b>Borik Asit (M) H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub></b>
<b>A</b>	0.2	0.01	0.002	0.3
<b>B<sub>1</sub></b>	0.2	-	0.002	0.3
<b>B<sub>2</sub></b>	0.2	0.02	0.002	0.3
<b>B<sub>3</sub></b>	0.2	0.04	0.002	0.3
<b>C</b>	-	-	-	0.3

#### 4.1.2 Çözeltilerin Kimyasal Karakterizasyonu

Çözeltilerin kimyasal bileřimi İndüktif Eşleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektrometrisi (ICP-AES) ile tayin edilmiştir. CoFeCu alařım filmlerini büyötmek için labaratuvar kořullarında hazırlanan A çözeltilisi %97 kobalt, %.4.5 demir ve %1 bakır içermektedir. ICP-AES sonuçlarına bakıldığında ise demir miktarı dışındaki deęerlerin beklenen deęerler ile uyumlu olduęu görölmektedir. ICP-AES sonucunda demir miktarının, beklenen deęerinden az olması, ICP-AES ölçümü için bekleyen A çözeltilisi içerisindeki demirin çökmesinden dolayı olduęu düşünölmektedir. Co ve Cu oranlarındaki küçük deęişikliklerin ise kullanılan kimyasal maddelerdeki safsızlıklardan kaynaklandığı düşünölmektedir.

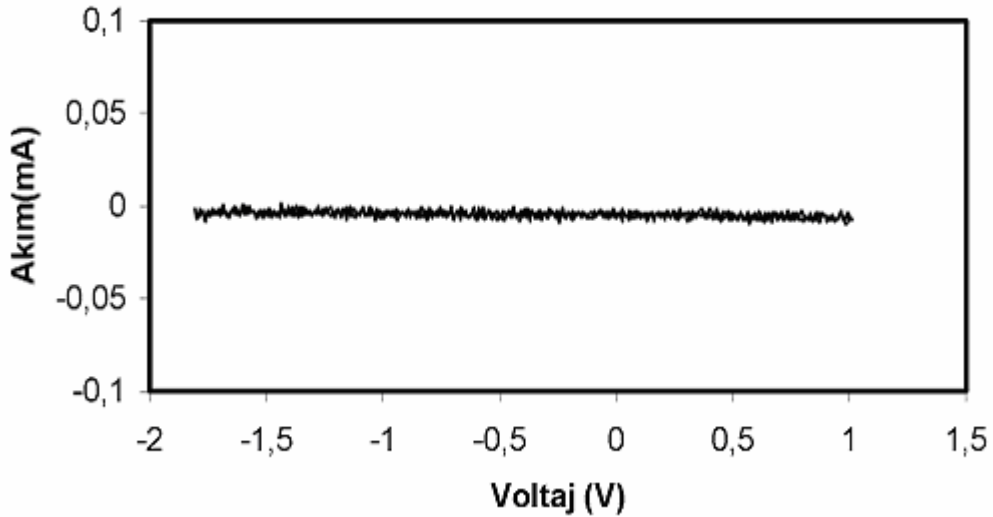
**Tablo 4.2:** A Çözeltilisinin ICP-AES Sonucu

<b>A çözeltilisi</b>	<b>%Co</b>	<b>%Fe</b>	<b>%Cu</b>
<b>Hazırlanan</b>	94.5	4.5	1.0
<b>ICP-AES ölçümü</b>	97.0	2.2	0.8

### 4.1.3 Çözeltilerin Elektrokimyasal Karakterizasyonu

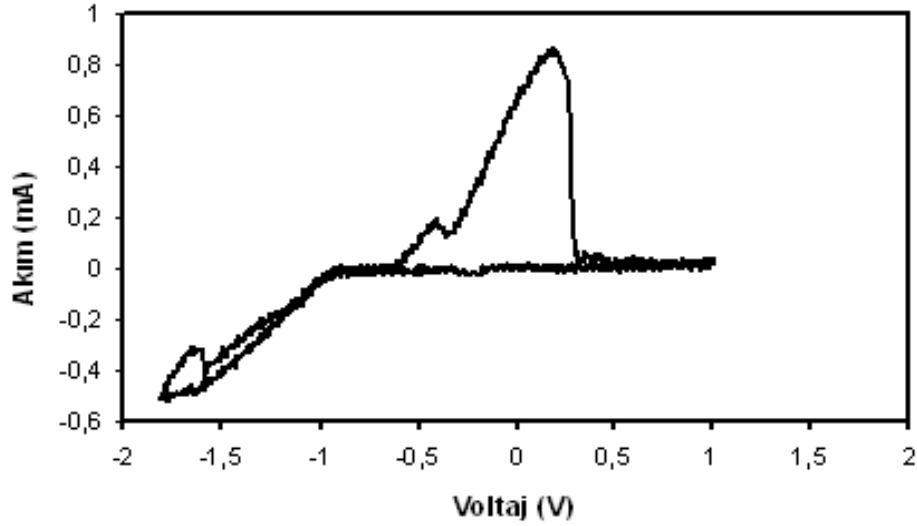
Çözeltilerin elektrokimyasal karakterizasyonu döngüsel voltammetri tekniği (DV) kullanılarak yapılmıştır. DV yöntemi ile CoFeCu filmlerinin titanyum (Ti) alttabaka üzerine depozit olmaya başladığı potansiyel değeri belirlenmiştir. Çözeltilerin dönüşümlü voltammogramları elde edilirken potansiyel taraması, pozitif potansiyelden (DKE' ye göre +1.0 V) negatif potansiyele (DKE' ye göre -1.8 V) doğru 20 mV/s' lik hız ile platin tel elektrot ile gerçekleştirilmiştir. Çözeltilerin DV eğrilerinden faydalanarak, CoFeCu filmleri için alttabaka üzerine depozisyonun başladığı potansiyeli ve alttabakadan geri çözünmeye başladıkları potansiyeller belirlenmiştir.

Borik asidin depozisyona olan etkisini görmek için, Şekil 4.1' de C çözeltisinden alınan DV grafiği incelenmektedir. Grafiği incelediğimizde potansiyel taraması altında çözelti içerisinde akım geçmediği görülmektedir. Bu beklenen bir sonuçtur ve depozisyon işleminde borik asidin depozit edilmediği anlamına gelmektedir.



Şekil 4.1: C çözeltisinin (Borik asit çözeltisi) voltammogramı

A çözeltisinden elde edilen voltammogram Şekil 4.2' de görülmektedir. Grafiğe göre akım değeri (DKE' ye göre) +1.0 V ile -0.2 V arasında hemen hemen sıfır değerini göstermektedir. Yani bu potansiyeller arasında CoFeCu filmi elektrot yüzeyinde oluşmaz. -0.2 V değerinden -0.8 V değerine kadar düşük bir akım geçişi gözlenmektedir. Bu Cu' ın depozit edilmeye başladığını gösterir. -0.8 V değerinden -1.8 V değerine kadar akım artmaya başlar. Bu artış Co, Fe ve Cu depozisyonundan dolayıdır. Bu potansiyel aralığı CoFeCu filmlerini büyütmek için uygundur. Tarama anodik tarafa çevrildiğinde -0.8 V değerine kadar akımda azalma görülür. Anodik bölgede görülen piklenmeler Co, Fe ve Cu' a ait iç içe geçmiş geri çözünme pikleridir.



**Şekil 4.2:** CoFeCu (A) çözeltisinin voltammogramı

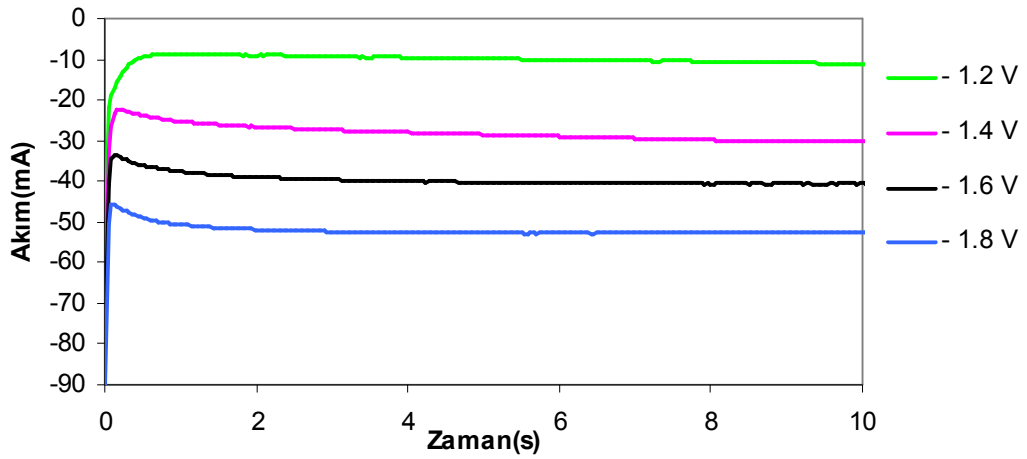
## 4.2 CoFeCu Alaşım Filmlerinin Büyütülmesi

Bu çalışmada filmler voltammogramlardan elde edilen bilgilere göre ilk olarak depozisyon potansiyeli değişkenine göre incelenmiştir. Farklı depozisyon potansiyeli kullanılarak büyütülen filmler, sabit çözelti pH'ına (2.7) ve 4µm film kalınlığına sahiptirler. Depozisyon işleminin gerçekleşmesi için çözelti içerisindeki elektrotlar arasına uygulanan potansiyeller; -1.8 V, -1.6 V, -1.4 V ve -1.2 V' tur. İkinci serideki filmler farklı pH değerlerinde hazırlanmıştır. pH değişkenine göre büyütülen filmler, pH değerleri 3.4, 2.7, 2.4 ve doymuş kalomel elektrota (SCE) göre -1.8 V' luk bir katot potansiyeli uygulanarak 4µm kalınlıkta büyütülmüştür. Film büyütüldükçe Bölüm 2.2' de anlatıldığı gibi çözeltinin pH' ı azalma eğilimi göstermektedir. Çözeltiye, pH' ı değiştirmek için herhangi bir ilave yapılmamıştır. Bu işlemlerden sonra film kalınlığı değiştirilerek CoFeCu filmleri büyütülmüştür. Son olarak B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> ve B<sub>3</sub> çözeltileri kullanılarak Fe konsantrasyonuna bağlı pH=3.4, -1.6 V ve 4µm kalınlıkta CoFeCu filmleri büyütülmüştür. Böylece Fe' in CoFeCu filmlerinin kalitesi üzerine etkisi de incelenmiştir. Bu işlemlerin yapılmasının amacı, farklı üretim koşullarında CoFeCu filmlerinin özelliklerinin nasıl değiştiğini görmektir. Bütün filmler 3 µm ile 5 µm kalınlık aralığında büyütülmüştür. CoFeCu filmlerinin üretim koşulları Tablo 4.3' te listelenmiştir.

**Tablo 4.3:** CoFeCu filmlerinin depozisyon şartları

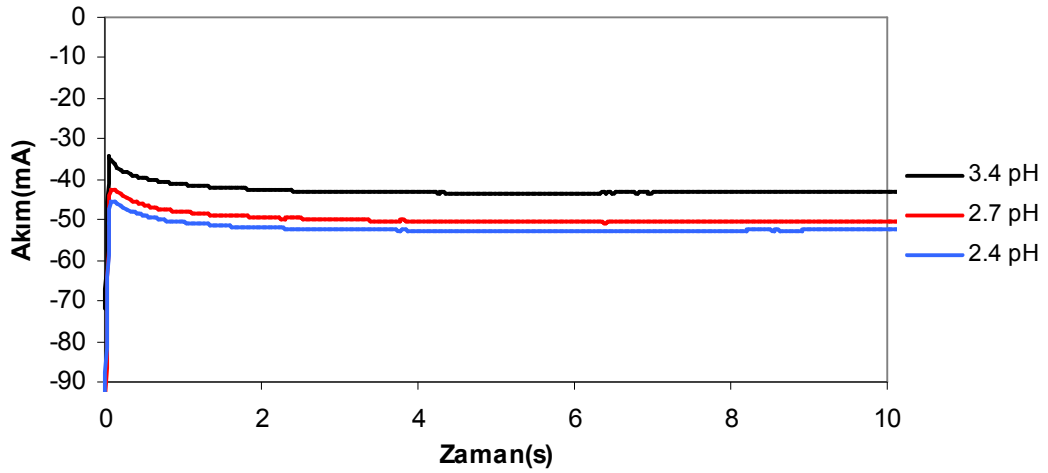
Numune adı	Kalınlık (µm)	pH	Depozisyon Potansiyeli (V)	Fe Konsantrasyonu (M)
Erc160	4	2.7	-1.2	0.01
Erc144			-1.4	
Erc145			-1.6	
Erc149			-1.8	
Erc157	4	2.4	-1.8	0.01
Erc149		2.7		
Erc141		3.4		
Erc151	3	2.7	-1.8	0.01
Erc149	4			
Erc150	5			
Erc162	4	3.4	-1.6	-
Erc158				0.01
Erc164				0.02
Erc166				0.04

Elde edilen CoFeCu filmlerinin büyüme süreçlerini ortaya koymak için depozisyon sırasında kaydedilen akım zaman eğrileri incelenmiştir. Akım zaman eğrileri incelenirken ilk 10 s' deki değişim ele alınmıştır. Şekil 4.3' te, pH değeri 2.7 olan A çözeltisinden, farklı depozisyon potansiyellerinde büyütülen 4 $\mu$  kalınlıktaki CoFeCu filmlerinin akım zaman eğrileri verilmiştir. Akımın depozisyonun ilk saniyesi içinde sabitlendiği ve depozisyon işlemi bitene kadar sabit değerini koruduğu görülmektedir. Bu durum filmlerin karalı akım altında büyütüldüğünün göstergesidir. Ayrıca depozisyon potansiyeli arttıkça sabit akım değeri de artmaktadır.



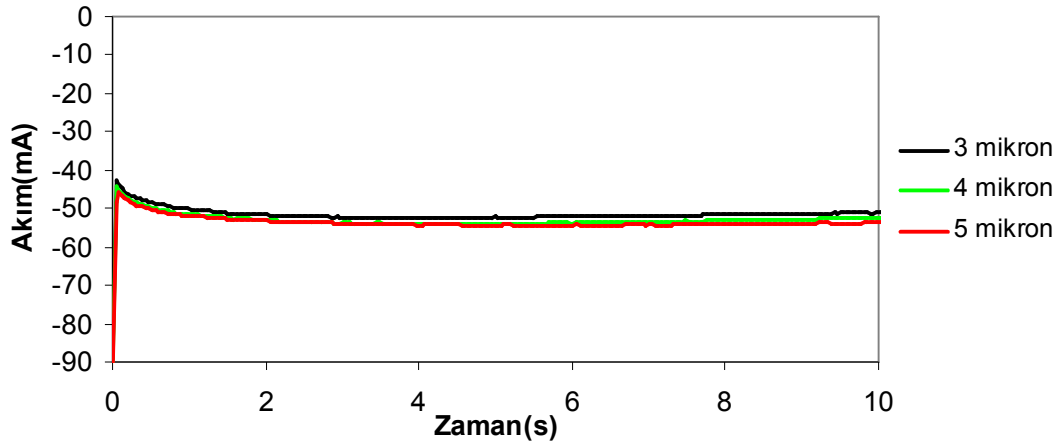
**Şekil 4.3:** pH değeri 2.7 olan A çözeltisinden, 4 $\mu$ m kalınlıkta ve farklı depozisyon potansiyellerinde (-1.2, -1.4, -1.6, -1.8) büyütülen CoFeCu filmlerinin akım zaman eğrileri

-1.8 V depozisyon potansiyelinde, farklı pH değerlerine sahip A çözeltisinden büyütülen 4 $\mu$  kalınlıktaki CoFeCu filmlerinin akım zaman eğrileri Şekil 4.4' te, görülmektedir. Çözelti pH' ının azalmasıyla sabit akım değerinin arttığı görülmektedir. Akım değerindeki çok büyük olmayan bu artışın, çözelti pH' ı düşüktüçe, çözelti içerisindeki artan hidrojen iyonlarından kaynaklandığı düşünülmektedir.



**Şekil 4.4:** Farklı pH (3.4, 2.7, 2.4) değerlerindeki A çözeltisinden, -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve 4µm kalınlıkta büyütülen CoFeCu filmlerinin akım zaman eğrileri

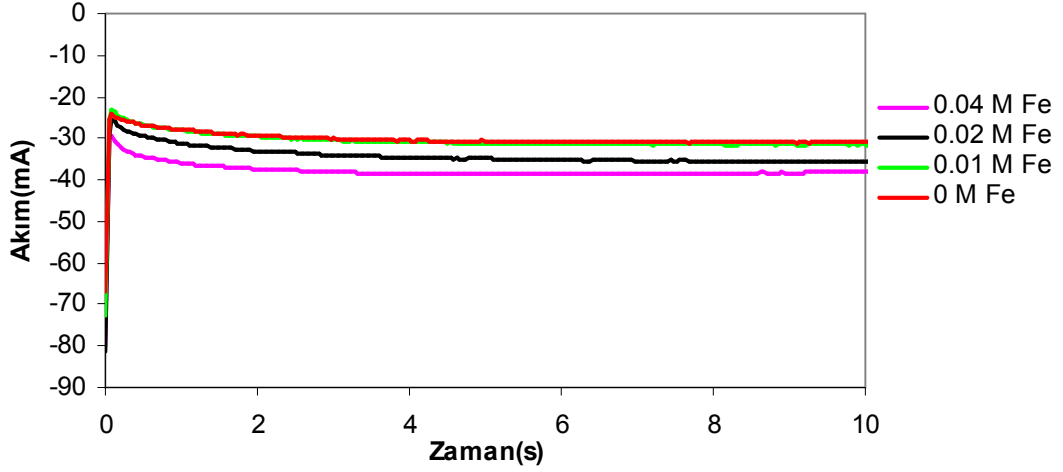
pH değeri 2.7 olan X çözeltisinden, -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve 3µm ile 5µm kalınlık aralıklarında büyütülen CoFeCu filmlerinin akım zaman eğrileri Şekil 4.5' te verilmektedir. Film kalınlığı arttıkça sabit akım değerinde herhangi bir değişiklik gözlenmemektedir.



**Şekil 4.5:** pH değeri 2.7 olan A çözeltisinden, -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve farklı kalınlıklarda (3µm ve 5µm) büyütülen CoFeCu filmlerinin akım zaman eğrileri

pH değeri 3.4 olan A, B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> ve B<sub>3</sub> çözeltilerinden, -1.6 V depozisyon potansiyelinde ve 4µ kalınlıkta büyütülen filmlerin akım zaman eğrileri Şekil 4.6' ta

verilmektedir. Çözeltideki demir (Fe) konsantrasyonu ile birlikte sabit akım değerinde de bir artış gözlenmektedir. Bu artışın nedeni, çözelti içerisinde artan iyon sayısı olarak düşünülebilir.



**Şekil 4.6:** pH değerleri 3.4 olan A, B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> ve B<sub>3</sub> çözeltilerinden, -1.6 V depozisyon potansiyelinde ve 4µm kalınlıkta büyütülen CoFeCu alaşım filmlerinin akım zaman eğrileri

Büyütülen CoFeCu filmlerinin akım zaman grafikleri, akımın sabitlenmesi ile filmlerin kararlı akım altında büyütüldüğünü göstermektedir. Depozisyon potansiyeli, çözelti pH' ı ve çözeltideki Fe konsantrasyonu arttıkça, sabit akım değerinin arttığı gözlenmektedir. Film kalınlığının değiştirilmesi ise sabit akım değerinde önemli bir değişime sebep olmamaktadır.



### 4.3 CoFeCu Alaşım Filmlerinin Kompozisyon Analizi

CoFeCu filmlerin kimyasal bileşimi Enerji Ayrırmalı X-ışınları Spektrometrisi ile yapılmıştır. CoFeCu filmlerin Tablo 4.4' teki analiz sonuçlarına bakıldığında, depozisyon potansiyelinin artması ile filmdeki Co miktarı artmakta, Cu miktarı önemli ölçüde azalmakta ve Fe miktarı da azalmaktadır. Düşük potansiyel değerinde büyütülen filmde Cu miktarının artması Cu' nun daha soy bir metal olması ve daha pozitif potansiyelde depozit olmaya başlamasından kaynaklanmaktadır (29). Filmdeki Co, Fe ve Cu miktarlarının çözelti pH' ından önemli ölçüde etkilenmediği görülmektedir. Farklı pH değerlerinde büyütülen filmler yaklaşık %92 civarında Co içermektedir. Çözeltideki Fe konsantrasyonu arttıkça filmdeki Fe miktarı da artmaktadır.

Tablo 4.4: CoFeCu filmlerinin EDX analizi sonuçları

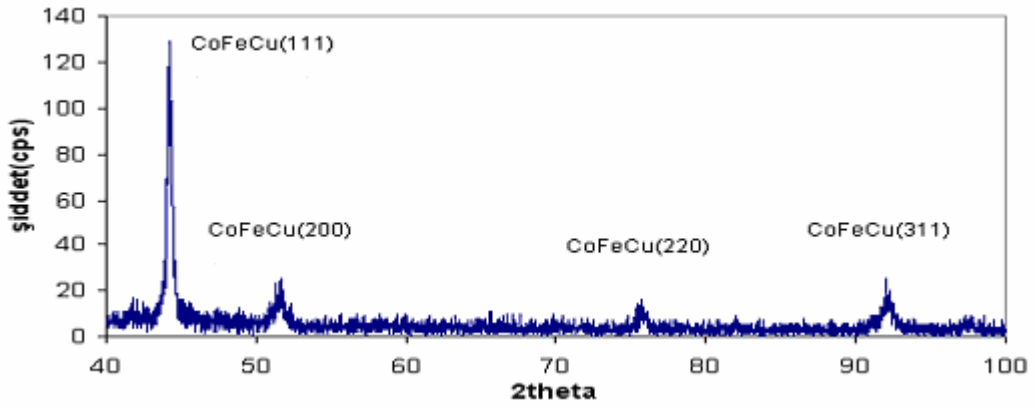
Numune Adı	pH	Depozisyon Potansiyeli (V)	Çözeltideki Fe (M)	Film Bileşimi		
				%Co	%Fe	%Cu
<b>Erc160</b>	2.7	- 1.2	0.01	86.33	8.93	4.74
<b>Erc149</b>		- 1.8		93.48	5.13	1.39
<b>Erc141</b>	3.4	-1.8	0.01	91.42	6.83	1.76
<b>Erc157</b>	2.4			92.38	5.95	1.67
<b>Erc162</b>	3.4	-1.6	0	97.52	-	2.25
<b>Erc164</b>			0.02	83.66	13.82	2.52

#### 4.4 CoFeCu Alaşım Filmlerinin Yapısal Analizi

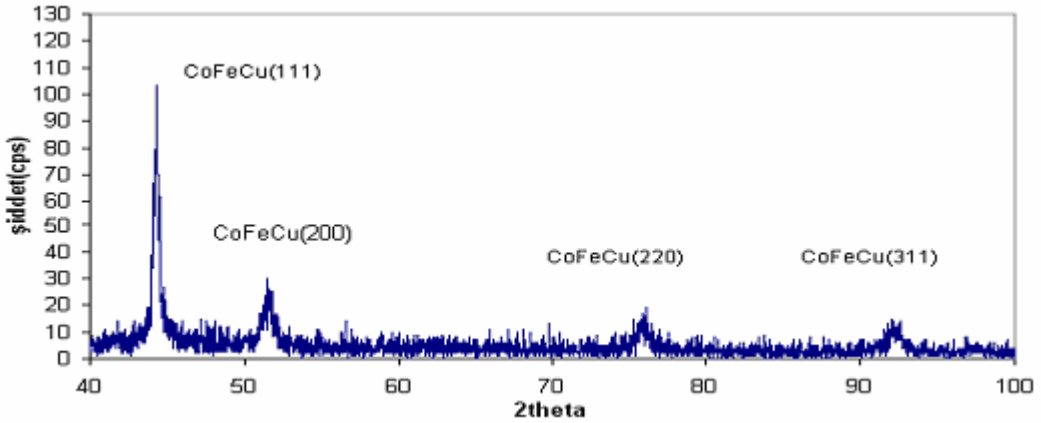
Ti alttabaka üzerine farklı parametreler altında büyütülen CoFeCu filmlerinin yapısal analizi için X-ışınları difraksiyonu (XRD) tekniği kullanılmıştır. Filmler için elde edilen X-ışını kırınım desenleri kullanılarak, filmlerin kristal yapıları, atomlar arası uzaklıkları ve örgü sabiti gibi özellikleri belirlenmiştir. Ölçümler, CuK $\alpha$  ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ) ışını kullanılarak  $40^\circ$ - $100^\circ$  arasında yapılmıştır. Co, Fe ve Cu için beklenen piklerin  $40^\circ$ - $100^\circ$  arasında olmasından dolayı bu açı aralığı tercih edilmiştir. Hesaplanan değerler Tablo 4.5' te verilmiştir.

A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve farklı pH değerlerinde büyütülen 4  $\mu\text{m}$  kalınlıklı CoFeCu filmlerinin x-ışını kırınım desenleri Şekil 4.7, Şekil 4.8 ve Şekil 4.9' da görülmektedir. pH=3.4' ta büyütülen filmin Şekil 4.7' de XRD deseni incelendiğinde, fcc yapıya ait pikler belirmektedir. fcc yapının en şiddetli üç piki, sırasıyla  $44.16^\circ$ ,  $51.67^\circ$  ve  $92^\circ$  açısız konumlarında bulunan (111), (200) ve (311) pikleridir. Verilen düzlemlere ait düzlemler arası uzaklıklar  $d_{111} = 0.205066 \text{ nm}$ ,  $d_{200} = 0.176998 \text{ nm}$  ve  $d_{311} = 0.107 \text{ nm}$ ' dir. Bu üç düzlemin örgü sabiti, açısız konumları ve miller indisleri yardımıyla en küçük kareler yöntemi kullanılarak  $a = (0.3560 \pm 0.0088) \text{ nm}$  olarak bulunmuştur. Film içindeki (111), (200) ve (311) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 24 nm, 37 nm ve 79 nm' dir. pH=2.7' ta büyütülen filmin Şekil 4.8' deki XRD deseni incelendiğinde, fcc yapıya ait pikler belirmektedir. fcc yapının en şiddetli üç piki, sırasıyla  $44.28^\circ$ ,  $51.61^\circ$  ve  $75.84^\circ$  açısız konumlarında bulunan (111), (200) ve (220) pikleridir. Verilen düzlemlere ait düzlemler arası uzaklıklar  $d_{111} = 0.204528 \text{ nm}$ ,  $d_{200} = 0.176945 \text{ nm}$  ve  $d_{220} = 0.125335 \text{ nm}$ ' dir. Bu üç düzlemin örgü sabiti, açısız konumları ve miller indisleri yardımıyla en küçük kareler yöntemi kullanılarak  $a = (0.3555 \pm 0.0078) \text{ nm}$  olarak bulunmuştur. Film içindeki (111), (200) ve (220) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 109 nm, 30 nm ve 21 nm' dir. pH=2.4' te büyütülen filmin Şekil 4.9' daki XRD deseni incelendiğinde ise yüksek pH' ta olduğu gibi fcc yapıya ait pikler göze çarpmaktadır. En şiddetli üç pik sırasıyla  $44.37^\circ$ ,  $51.7^\circ$  ve  $75.95^\circ$  açısız konumlarında ortaya çıkan (111), (200) ve (220) pikleridir. Düzlemler arası uzaklıklar  $d_{111} = 0.204166 \text{ nm}$ ,  $d_{200} = 0.176792 \text{ nm}$ ,  $d_{220} = 0.125303 \text{ nm}$  ve örgü sabiti  $a = (0.3554 \pm 0.0108) \text{ nm}$ ' dir. Film içindeki (111), (200) ve (220)

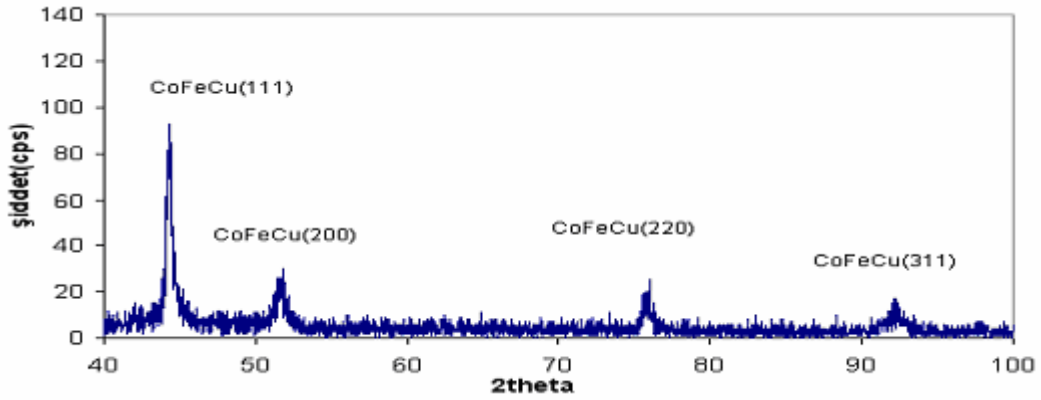
yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 36 nm, 22 nm ve 18 nm' dir. Çözelti pH' ı değişkenine göre yapısal analizi yapılan filmlerin kristal yapısında önemli bir değişiklik gözlenmemekle beraber, pH=3.4, pH=2.7 ve pH=2.4' te büyütülen filmlerin kristal yapılarının fcc yapıda olduğu görülmektedir. İncelenen x-ışınları kırınım desenlerinin literatürdeki değerler ile uyumlu olduğu görülmüştür [33, 34].



**Şekil 4.7:** pH' ı 3.4 olan A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni.



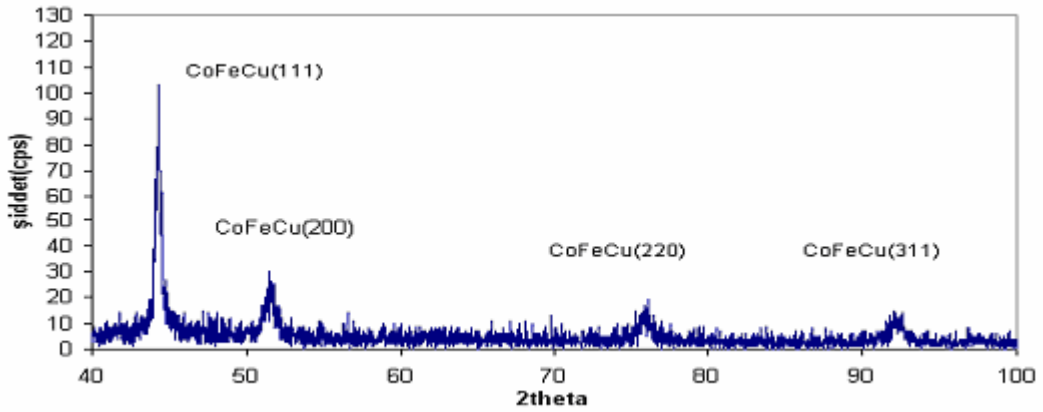
**Şekil 4.8:** pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni.



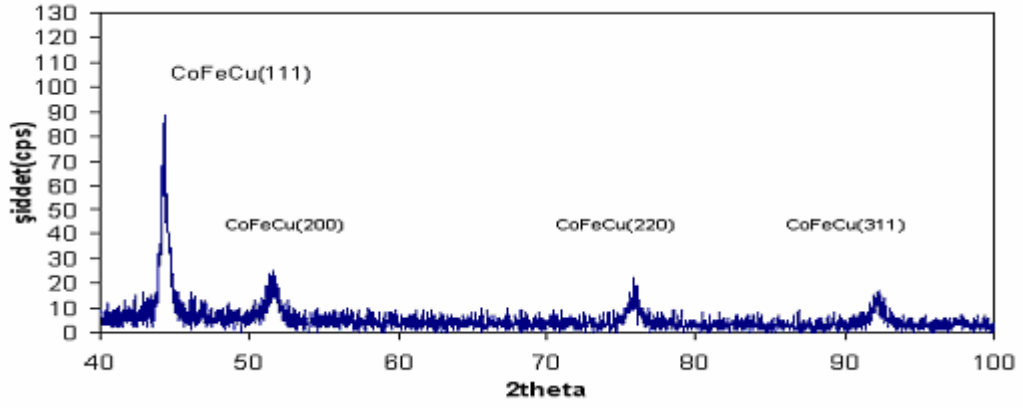
**Şekil 4.9:** pH' ı 2.4 olan A çözeltilisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 μm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni

A çözeltilisinden (pH=2.7) farklı depozisyon potansiyeli değerlerinde büyütülen 4 μm kalınlıklı CoFeCu filmlerinin x-ışını kırınım desenleri Şekil 4.10, Şekil 4.11, Şekil 4.12 ve Şekil 4.13' te görülmektedir. -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen filmin Şekil 4.10' daki XRD deseni incelendiğinde fcc yapıya ait pikler gözlenmektedir. fcc yapının en şiddetli üç piki, sırasıyla  $44.28^{\circ}$ ,  $51.61^{\circ}$  ve  $75.84^{\circ}$  açısıl konumlarında bulunan (111), (200) ve (220) pikleridir. Verilen düzlemlere ait düzlemler arası uzaklıklar  $d_{111} = 0.204528$  nm,  $d_{200} = 0.176945$  nm ve  $d_{220} = 0.125335$  nm' dir. Bu üç düzlemin açısıl konumları ve miller indisleri yardımıyla numunenin örgü sabiti, en küçük kareler yöntemi kullanılarak  $a = (0.3555 \pm 0.0078)$  nm olarak bulunmuştur. Film içindeki (111), (200) ve (220) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 109 nm, 30 nm ve 21 nm' dir. -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen filmin Şekil 4.11' deki XRD deseni incelendiğinde fcc yapıya ait pikler gözlenmektedir. fcc yapının en şiddetli üç piki, sırasıyla  $44.35^{\circ}$ ,  $51.72^{\circ}$  ve  $92.05^{\circ}$  açısıl konumlarında bulunan (111), (200) ve (311) pikleridir. Verilen düzlemlere ait düzlemler arası uzaklıklar  $d_{111} = 0.204231$  nm,  $d_{200} = 0.176736$  nm ve  $d_{311} = 0.107124$  nm' dir. Bu üç düzlemin açısıl konumları ve miller indisleri yardımıyla numunenin örgü sabiti, en küçük kareler yöntemi kullanılarak  $a = (0.357 \pm 0.0193)$  nm olarak bulunmuştur. Film içindeki (111), (200) ve (311) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 73 nm, 28 nm ve 29 nm' dir. -1.4 V depozisyon potansiyelinde büyütülen filmin Şekil 4.12' deki XRD deseni incelendiğinde fcc yapıya ait pikler gözlenmektedir. fcc yapının en şiddetli üç piki, sırasıyla  $44.25^{\circ}$ ,  $51.54^{\circ}$  ve  $76.91^{\circ}$  açısıl konumlarında bulunan (111), (200) ve (220)

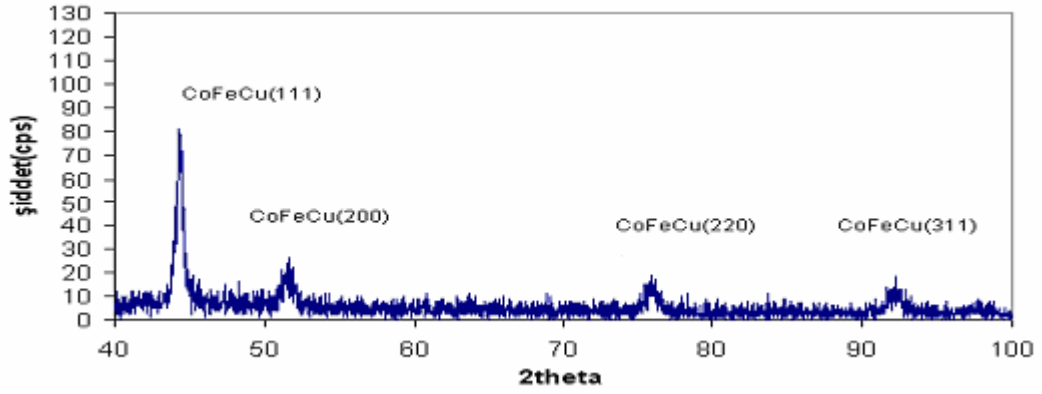
pikleridir. Verilen düzlemlere ait düzlemler arası uzaklıklar  $d_{111} = 0.204496$  nm,  $d_{200} = 0.177148$  nm ve  $d_{220} = 0.125241$  nm' dir. Bu üç düzlemin açısall konumları ve miller indisleri yardımıyla numunenin örgü sabiti, en küçük kareler yöntemi kullanılarak  $a = (0.3435 \pm 0.0563)$  nm olarak bulunmuştur. Film içindeki (111), (200) ve (220) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 45 nm, 18 nm ve 18 nm' dir. -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen filmin Şekil 4.13' deki XRD deseni incelendiğinde fcc yapıya ait pikler belirlemektedir. fcc yapının en şiddetli üç piki sırasıyla  $44.37^\circ$ ,  $75.86^\circ$  ve  $92.39^\circ$  açısall konumlarında ortaya çıkan (111), (220) ve (311) pikleridir. Düzlemler arası uzaklıklar  $d_{111} = 0.203997$  nm,  $d_{220} = 0.1253$  nm,  $d_{311} = 0.106733$  nm ve örgü sabiti  $a = (0.355 \pm 0.007)$  nm' dir. Film içindeki (111), (220) ve (311) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 25 nm, 26 nm ve 40 nm' dir. Farklı depozisyon potansiyellerine göre yapısal analizi yapılan filmlerin kristal yapısında herhangi bir değişiklik gözlenmemekle beraber, -1.8 V, -1.6 V, -1.4 V ve -1.2 V depozisyon potansiyellerinde büyütülen filmlerin kristal yapısının fcc yapıda olduğu görülmektedir. İncelenen x-ışınları kırınım desenlerinin literatürdeki değerler ile uyumlu olduğu görülmüştür [33, 34].



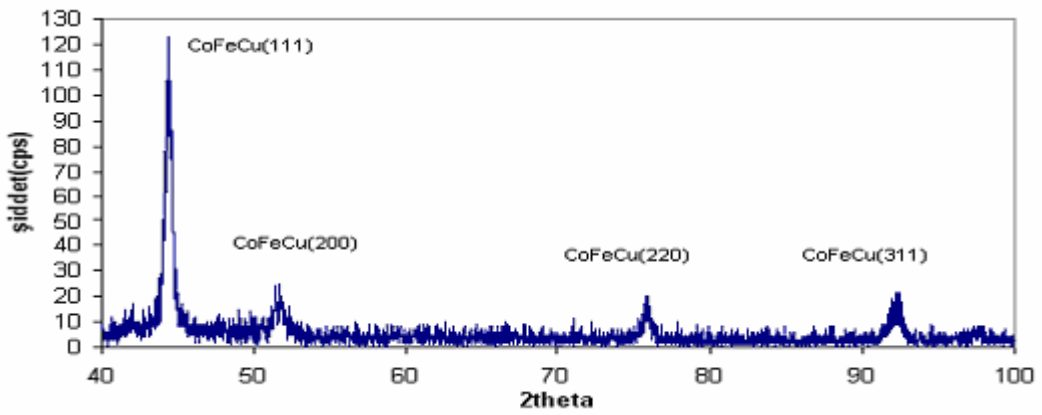
**Şekil 4.10:** pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni



**Şekil 4.11:** pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 μm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni



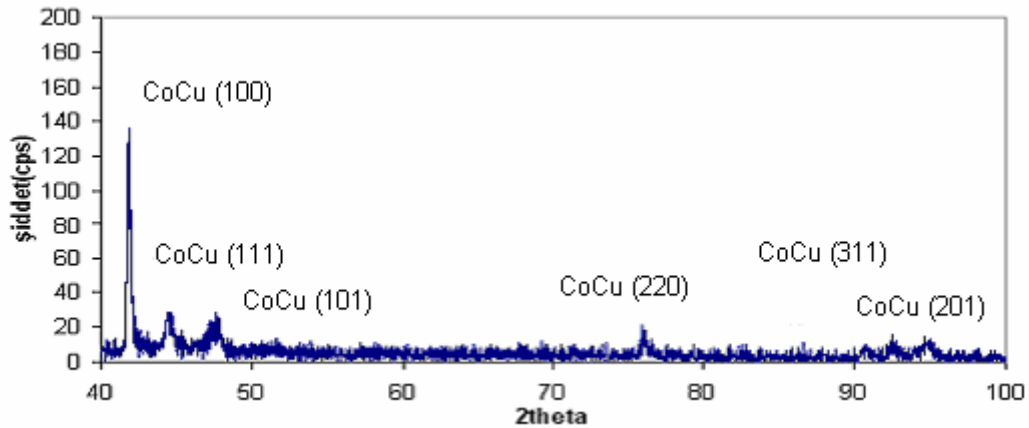
**Şekil 4.12:** pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.4 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 μm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni



**Şekil 4.13:** pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 μm kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni

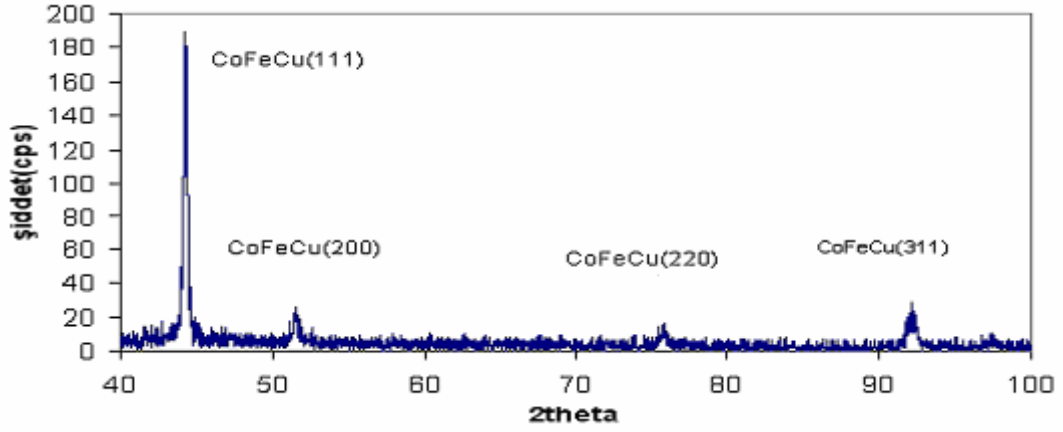
0 M, 0.01 M, 0.02 M ve 0.04 M FeSO<sub>4</sub> içeren, pH değerleri 3.4 olan B<sub>1</sub>, A, B<sub>2</sub> ve B<sub>3</sub> çözeltilerinden, -1.6 V depozisyon potansiyelinde ve 4µm kalınlıkta büyütülen filmlerin x-ışını kırınım desenleri Şekil 4.14, Şekil 4.15, Şekil 4.16 ve Şekil 4.17' de verilmektedir. Şekil 4.14' teki FeSO<sub>4</sub> içermeyen B<sub>1</sub> çözeltisinden büyütülen filmin XRD deseni incelendiğinde hem hcp hem de fcc yapının birlikte olduğu görülmektedir. hcp yapıya ait (100), (101) ve (201) düzlemlerinden kaynaklanan pikler sırasıyla 41.8<sup>0</sup>, 47.77<sup>0</sup> ve 94.86<sup>0</sup>, de, fcc yapıya ait (111), (200), (220) ve (311) düzlemlerinden kaynaklanan pikler ise sırasıyla 44.42<sup>0</sup>, 51.54<sup>0</sup>, 75.98<sup>0</sup> ve 92.51<sup>0</sup>, de ortaya çıkmaktadır. hcp ve fcc yapıya ait piklerin integre şiddetleri oranlandığında, filmin ağırlıklı olarak hcp yapıda olduğu görülmektedir. hcp yapıya ait düzlemler arası uzaklıklar  $d_{100} = 0.216082$  nm,  $d_{101} = 0.190374$  nm,  $d_{201} = 0.104596$  nm ve örgü sabiti  $a = (0.2493 \pm 0.0065)$  nm,  $c = (0.4017 \pm 0.0092)$  nm' dir. hcp yapıya ait (100), (101) ve (201) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 108 nm, 18 nm ve 15 nm' dir. Şekil 4.15' deki, 0.01 M demir sülfat içeren A çözeltisinden büyütülen filmin XRD deseni incelendiğinde fcc yapıya ait pikler görülmektedir. fcc yapının en şiddetli üç piki, sırasıyla 44.25<sup>0</sup>, 92.1<sup>0</sup> ve 51.48<sup>0</sup> açısız konumlarında bulunan (111), (311) ve (200) pikleridir. Verilen düzlemlere ait düzlemler arası uzaklıklar  $d_{111} = 0.204662$  nm,  $d_{311} = 0.10708$  nm ve  $d_{200} = 0.177486$  nm' dir. Bu üç düzlemin açısız konumları ve miller indisleri yardımıyla numunenin örgü sabiti, en küçük kareler yöntemi kullanılarak  $a = (0.3554 \pm 0.0046)$  nm olarak bulunmuştur. Film içindeki (111), (311) ve (200) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 87 nm, 24 nm ve 37 nm' dir. Şekil 4.16' daki, 0.02 M demir sülfat içeren B<sub>2</sub> çözeltisinden büyütülen filmin XRD deseni incelendiğinde fcc yapıya ait pikler görülmektedir. fcc yapının en şiddetli üç piki, sırasıyla 44.39<sup>0</sup>, 51.65<sup>0</sup> ve 92.15<sup>0</sup> açısız konumlarında bulunan (111), (200) ve (311) pikleridir. Verilen düzlemlere ait düzlemler arası uzaklıklar  $d_{111} = 0.204069$  nm,  $d_{200} = 0.176955$  nm ve  $d_{311} = 0.107031$  nm' dir. Bu üç düzlemin açısız konumları ve miller indisleri yardımıyla numunenin örgü sabiti, en küçük kareler yöntemi kullanılarak  $a = (0.3564 \pm 0.0155)$  nm olarak bulunmuştur. Film içindeki (111), (311) ve (200) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 44 nm, 37 nm ve 15 nm' dir. Şekil 4.17' deki, 0.04 M demir sülfat içeren B<sub>3</sub> çözeltisinden büyütülen filmin XRD deseni incelendiğinde bcc yapıya ait pikler görülmektedir. Çözeltideki Fe miktarının fazla olmasından kaynaklanan bcc yapıya ait pikler 45.36<sup>0</sup> ve 83.47<sup>0</sup> açısız konumlarında bulunan (110) ve (211) pikleridir.

Verilen düzlemlere ait düzlemler arası uzaklıklar  $d_{110} = 0.199913$  nm ve  $d_{211} = 0.115707$  nm' dir. Düzlemlerin açısıl konumları ve miller indisleri yardımıyla numunenin örgü sabiti, en küçük kareler yöntemi kullanılarak  $a = (0.2848 \pm 0.0109)$  nm olarak bulunmuştur. Film içindeki (110) ve (211) yönelimlerine ait tane büyüklükleri sırasıyla 27 nm ve 18 nm' dir. Çözeltideki demir sülfat konsantrasyonunun, CoFeCu filmlerinin kristal yapısını etkilediği görülmektedir. Demir sülfat içermeyen çözülden büyütülen filmin kristal yapısının karışık faza (hcp+fcc) sahip olmasına rağmen, 0.01 M ve 0.02 M demir sülfat içeren çözülden büyütülen filmlerin kristal yapılarının tamamen fcc yapıda oldukları görülmektedir. 0.04 M demir sülfat içeren film ise bcc yapı göstermektedir. Çözelti içerisindeki Fe miktarının artması, filmlerin kristal yapısını hcp+fcc karışık yapıdan bcc yapıya götürmektedir. İncelenen x-ışınları kırınım desenlerinin literatürdeki değerler ile uyumlu olduğu görülmüştür [33, 34].

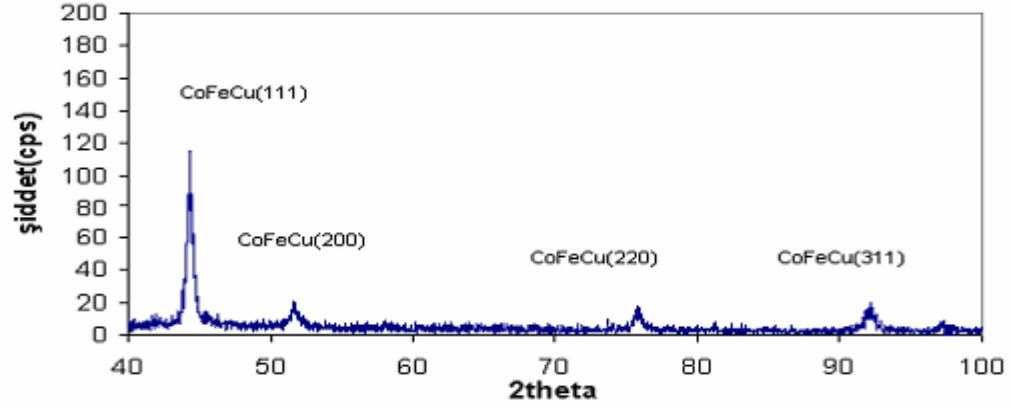


**Şekil 4.14:** pH değeri 3.4 olan B<sub>1</sub> çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoCu filminin XRD deseni

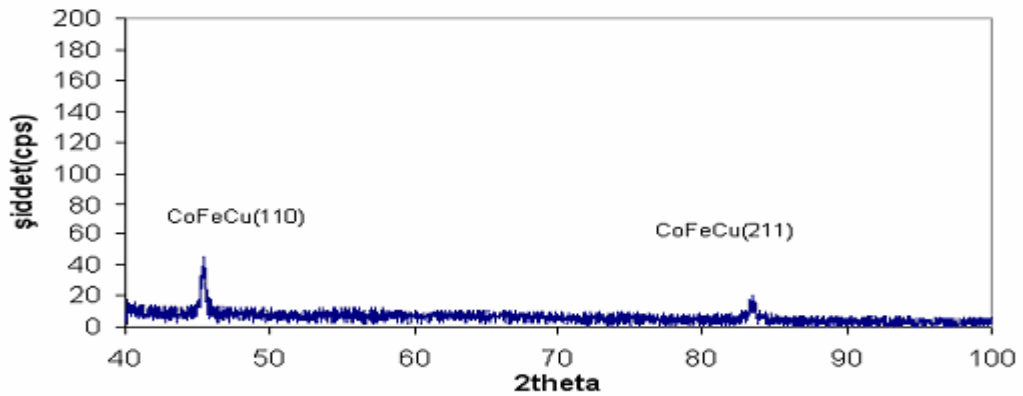




**Şekil 4.15:** pH değeri 3.4 olan A çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4  $\mu\text{m}$  kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni



**Şekil 4.16:** pH değeri 3.4 olan B2 çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4  $\mu\text{m}$  kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni



**Şekil 4.17:** pH değeri 3.4 olan B<sub>3</sub> çözeltisinden -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4  $\mu\text{m}$  kalınlıklı CoFeCu filminin XRD deseni

**Tablo 4.5:** A, B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> ve B<sub>3</sub> çözeltilerinden farklı depozisyon parametrelerine göre büyütülen CoFeCu filmlerinin X-ışınları kırınım analizi verileri.

Numune	Erc146	Erc145	Erc144	Erc160	Erc157	Erc141	Erc162	Erc158	Erc164	Erc166	
<b>Değişken Parametre</b>	<b>Depozisyon Potansiyeli</b>				<b>Çözelti pH' ı</b>		<b>Çözelti Konsantrasyonu</b>				
<b>Çözelti</b>	A						B <sub>1</sub>	A	B <sub>2</sub>	B <sub>3</sub>	
<b>Fe Konstrasyonu (M)</b>	0.01 M						0 M	0.01 M	0.02 M	0.04 M	
<b>Depozisyon Potansiyeli</b>	-1.8 V	-1.6 V	-1.4 V	-1.2 V	-1.8 V		-1.6 V				
<b>Çözelti pH' ı</b>	2.7				2.4	3.4	3.4				
<b>Kristal Yapı</b>	fcc	fcc	fcc	fcc	fcc	fcc	hcp + fcc	fcc	Fcc	bcc	
<b>Örgü Sabiti (nm)</b>	a=0.3555 ±0.0078	a=0.3570 ±0.0193	a=0.3435 ±0.0563	a=0.3550 ±0.007	a=0.3554 ±0.0108	a=0.3560 ±0.0088	a=0.2493 ±0.0065 c=0.4017 ±0.0092	a=0.3554 ±0.0046	a=0.3564 ±0.0155	a=0.2847 ±0.0109	
<b>1.pik</b>	<b>2θ</b>	44.28	44.35	44.25	44.37	44.37	44.16	41.80	44.25	44.39	45.36
	<b>d (nm)</b>	0.204528	0.204231	0.204496	0.203997	0.204166	0.205066	0.216082	0.204662	0.204069	0.199913
	<b>hkl</b>	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(100)	(111)	(111)	(110)
	<b>% şiddet</b>	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	<b>t (nm)</b>	109	73	45	25	36	24	108	87	44	27
<b>2.pik</b>	<b>2θ</b>	51.61	51.72	51.54	75.86	51.70	51.64	44.42	92.1	51.65	83.47
	<b>d (nm)</b>	0.176945	0.176736	0.177148	0.1253	0.176792	0.176998	0.203943	0.10708	0.176955	0.115707
	<b>hkl</b>	(200)	(200)	(200)	(220)	(200)	(200)	(111)	(311)	(200)	(211)
	<b>% şiddet</b>	16	14.9	25.9	13	25.3	16	14.9	9.3	16.9	40.8
	<b>t (nm)</b>	30	28	18	26	22	37	54	24	37	18
<b>3.pik</b>	<b>2θ</b>	75.84	92.05	76.91	92.39	75.95	92	47.77	51.48	92.15	-
	<b>d (nm)</b>	0.125335	0.107124	0.125241	0.106733	0.125303	0.107	0.190374	0.177486	0.107031	-
	<b>hkl</b>	(220)	(311)	(220)	(311)	(220)	(311)	(101)	(200)	(311)	-
	<b>% şiddet</b>	6.9	10.5	17.24	11.9	12	16	5.8	8	16.9	-
	<b>t (nm)</b>	21	29	18	40	18	79	18	37	15	-

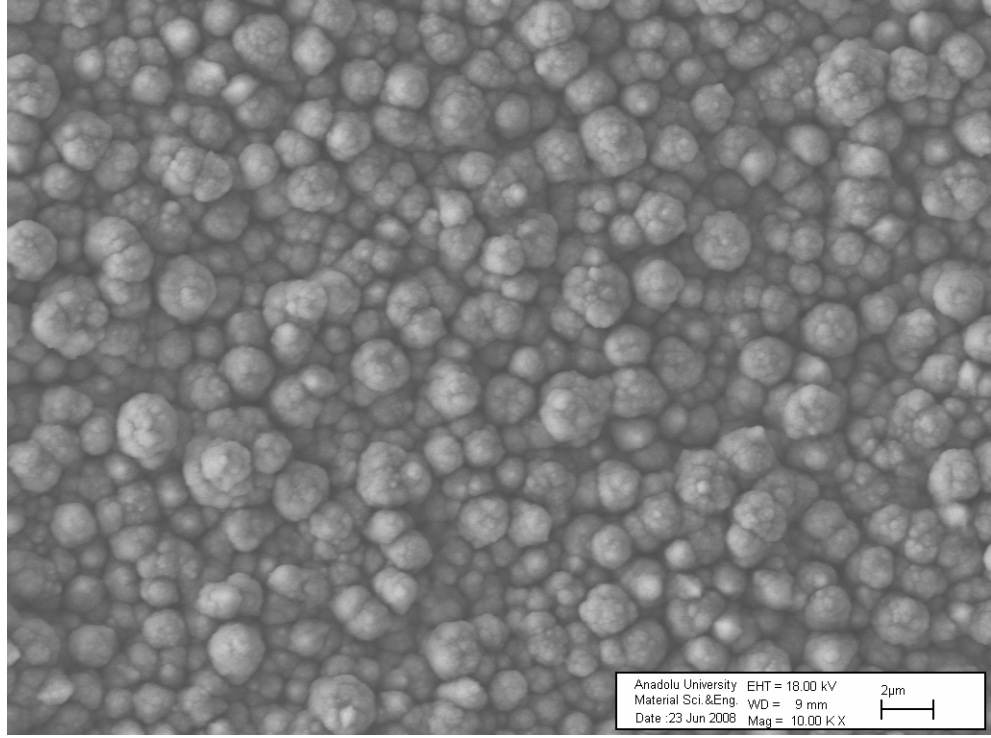
#### 4.5 CoFeCu Alaşım Filmlerinin Yüzey Morfolojisi

CoFeCu filmlerinin yüzey morfolojisi Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelendi. CoFeCu filmlerinin farklı çözelti pH' ı, farklı depozisyon potansiyeli ve çözeltideki FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonuna göre SEM görüntüleri alındı. Filmlerin SEM görüntüleri alınırken büyütme oranı 10000X olarak belirlendi.

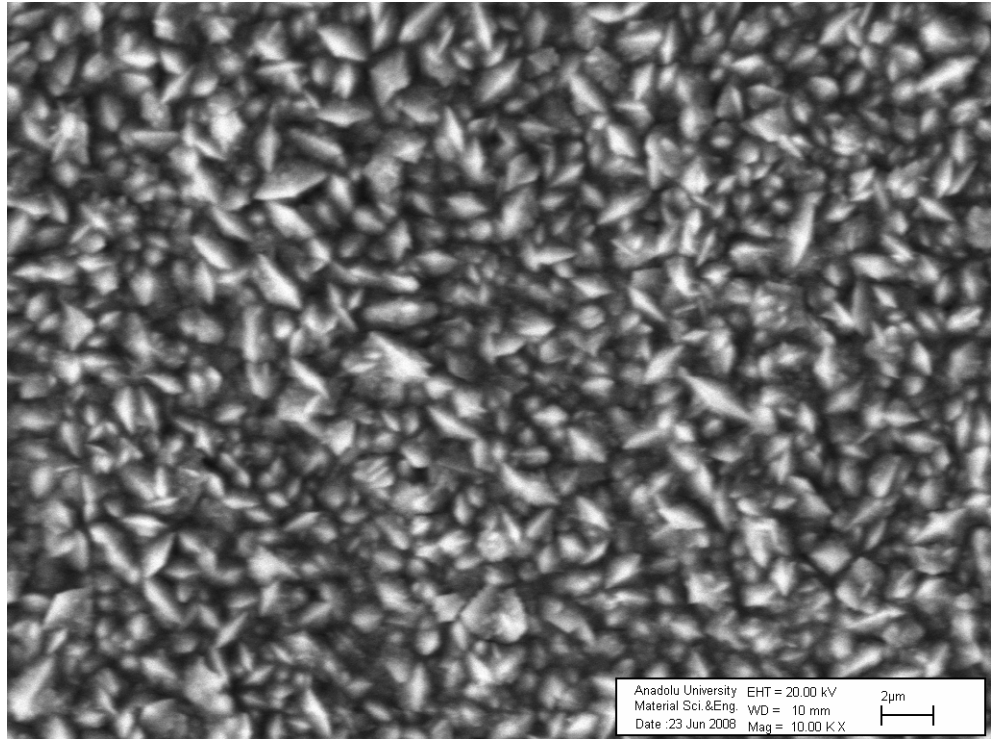
Şekil 4.18' de **(a)** -1.8 V ve **(b)** -1.2 V depozisyon potansiyellerinde büyütülen CoFeCu filmlerinin SEM fotoğrafları verilmiştir. Tablo 4.4' deki kimyasal analiz sonuçlarına göre -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen filmdeki Cu miktarı %4.74, -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen filmdeki Cu miktarı ise %1.39' dur. Cu içeriği az olan yüksek potansiyel voltajında büyütülen filmde dairesel tanecikli homojen yapı görülmektedir ve Cu miktarı dairecikler üzerinde daha fazladır. Cu miktarı arttıkça yani depozisyon potansiyeli azaldıkça yapı homojen çekirdek yapıya dönüşmektedir.

Şekil 4.19' da **(a)** pH=3.4 ve **(b)** pH=2.4 değerlerinde büyütülen CoFeCu filmlerinin SEM fotoğrafları verilmiştir. Tablo 4.4' deki kimyasal analiz sonuçlarına göre yüksek ve düşük pH değerlerinde büyütülen filmlerdeki Co, Fe ve Cu oranları hemen hemen aynıdır. Düşük ve yüksek pH değerlerinde büyütülen filmlerde dairesel tanecikli yapı göze çarpmaktadır ve pH=2.4 değerinde büyütülen filmde dairesel yapıların biraz daha büyük olduğu görülmektedir. Cu oranı dairesel yapıların üzerinde daha fazladır.

Farklı konsantrasyonlarda Fe içeren çözeltilerden büyütülen filmler yüzey morfolojisini çözeltideki Fe konsantrasyonuna bağlı olarak incelemek için kullanılmıştır. Şekil 4.20' de **(a)** 0 M Fe ve **(b)** 0.02 M FeSO<sub>4</sub> içeren çözeltilerden büyütülen filmlerinin SEM fotoğrafları verilmiştir. Tablo 4.4' deki kimyasal analiz sonuçlarına göre 0 M FeSO<sub>4</sub> ve 0.02 M FeSO<sub>4</sub> içeren çözeltilerden büyütülen filmlerde Cu miktarı çok değişmez iken filmdeki Fe miktarı önemli derecede değişmektedir. Çözeltideki FeSO<sub>4</sub> miktarı arttıkça filmdeki Fe miktarı da artmaktadır. SEM fotoğraflarına bakıldığında Fe miktarının artmasıyla film yüzeyi çekirdekli yapıdan dairesel yapıya doğru değişmektedir.



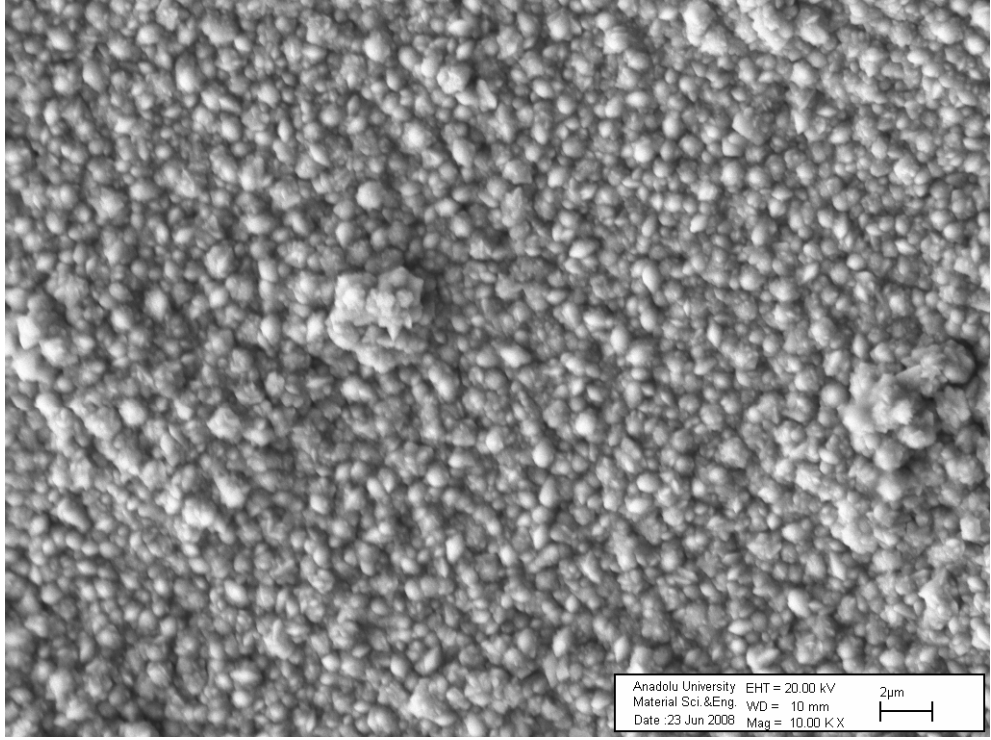
(a)



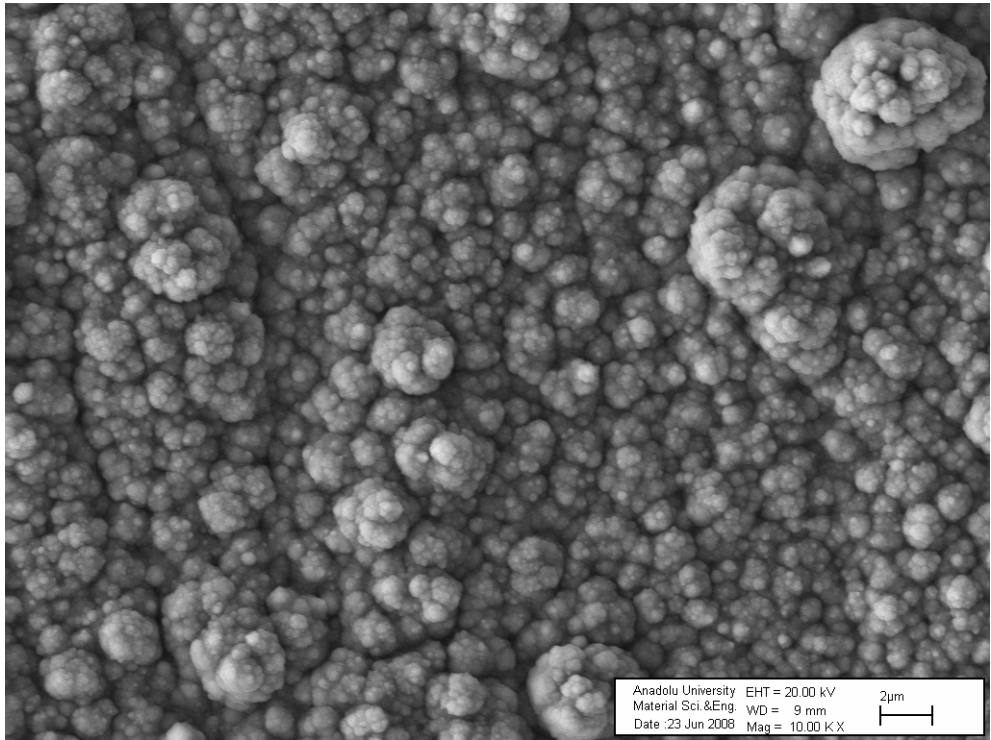
(b)

**Şekil 4.18:** DKE' ye göre (a) -1.8 V ve (b) -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen CoFeCu filmlerinin SEM fotoğrafları



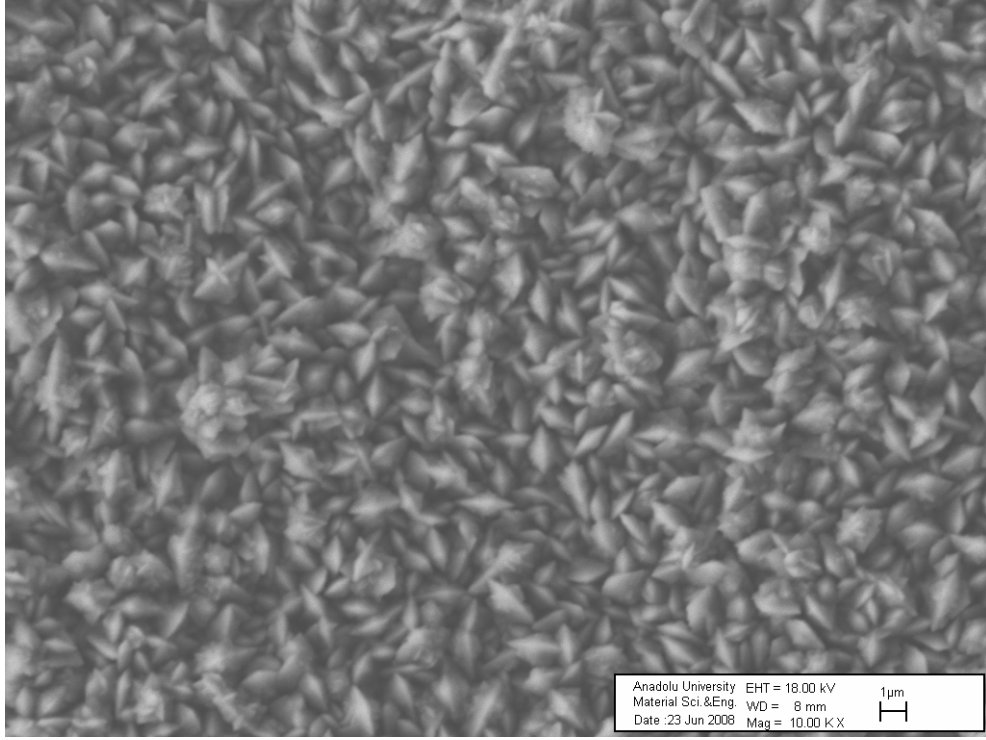


(a)

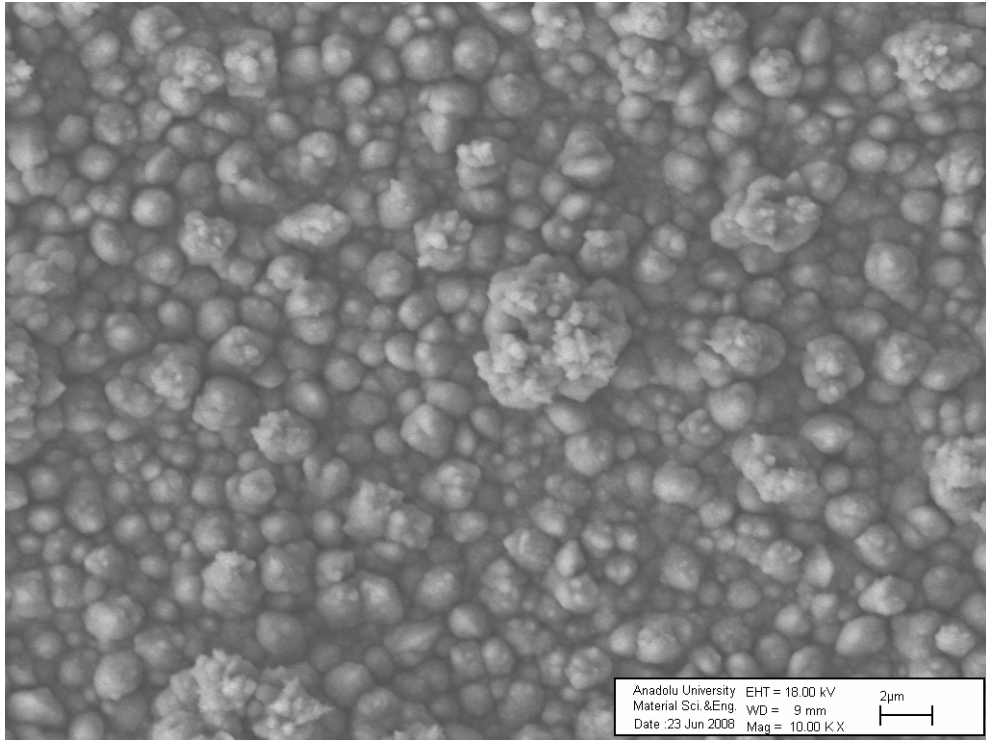


(b)

**Şekil 4.19:** pH değerleri (a) 3.4 pH ve (b) 2.4 pH olan çözeltilerden büyütülen CoFeCu filmlerinin SEM fotoğrafları



(a)



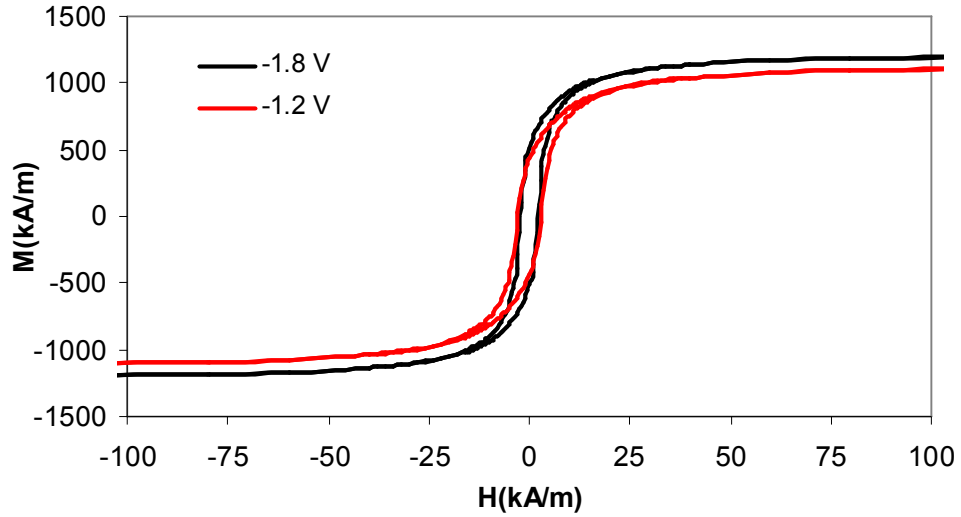
(b)

**Şekil 4.20:** (a) 0 M  $\text{FeSO}_4$  ve (b) 0.02 M  $\text{FeSO}_4$  konsantrasyonuna sahip çözeltilerden büyütülen filmlerin SEM fotoğrafları

#### 4.6 CoFeCu Alařım Filmlerinin Manyetik Analizi

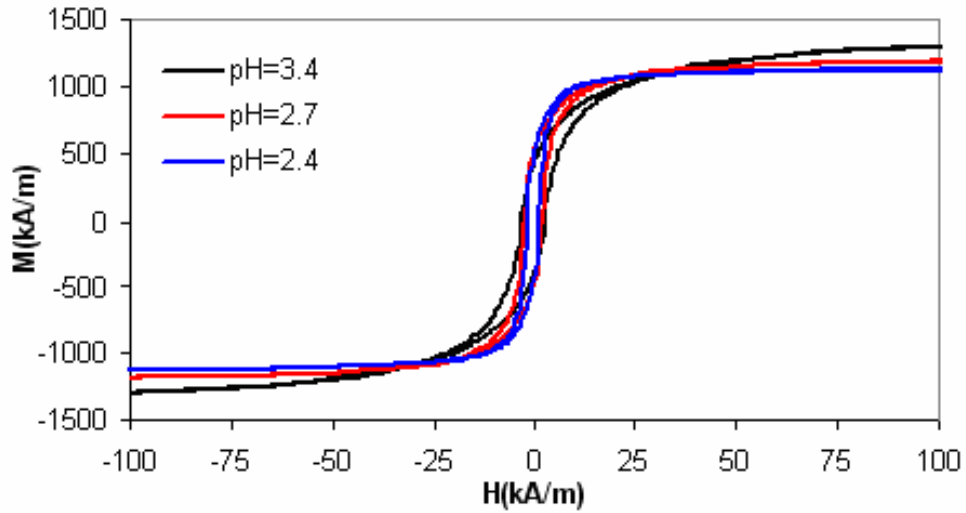
Filmlerin manyetik ölçümleri için Titreřimli Örnek Magnetometresi (VSM) kullanılmıřtır. Manyetik alan film yüzeyine oda sıcaklıęında paralel ve dik olarak uygulanmıřtır. Büyütölen filmler için histerisis eęrilerinden bulunan doyum noktasındaki manyetik moment deęeri, filmin hacmine bölünerek doyum manyetizasyonu ( $M_s$ ) ve koarsivite ( $H_c$ ) deęerleri hesaplanmıřtır.

Farklı depozisyon potansiyellerinde büyütölen filmlerin manyetik ölçüm sonuçları EDX analizleri ile beraber incelenirse, depozisyon voltajı arttıkça filmdeki manyetik madde miktarının arttıęı görölmektedir. CoFeCu filmlerinde, depozisyon potansiyeli arttıkça doyum manyetizasyonunun arttıęı ve koarsivite deęerinin düřtüęü gözlenmektedir. Depozisyon voltajı arttıkça filmdeki manyetik madde miktarı artmakta ve dolayısıyla doyum manyetizasyonu yükselmekte ve koarsivite alan 2.18 kA/m ile 2.88 kA/m arasında deęiřmektedir. A çözeltilisinden (pH=2.7) farklı depozisyon potansiyellerinde (-1.2 V ve -1.8 V) büyütölen 4  $\mu$ m kalınlıklı CoFeCu filmlerinin histerisis eęrileri Őekil 4.21' de verilmektedir.



**Őekil 4.21:** A çözeltilisinden (pH=2.7) farklı depozisyon potansiyellerinde (-1.2 V ve -1.8 V) büyütölen 4  $\mu$ m kalınlıklı CoFeCu filmlerinin histerisis eęrileri (paralel ölçümlerden elde edilen veriler kullanılmıřtır.)

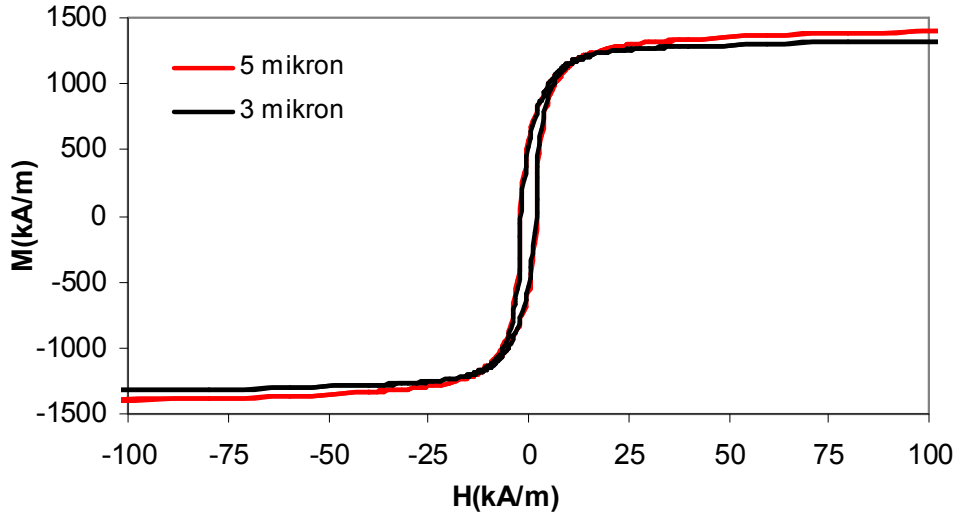
Farklı çözelti pH' larında büyütülen filmlerin manyetik ölçüm sonuçları incelendiğinde, çözelti pH' ı azaldıkça CoFeCu filmlerinin doyum manyetizasyonunda küçük bir azalma görülmektedir. Çözelti pH' ının azalmasıyla reaksiyona katılan hidrojen iyonlarının oluşturduğu safsızlıklar bu değişimi açıklayabilir. Bununla birlikte koarsivite değerinin pH' ın artmasıyla arttığı görülmektedir. Oksitlenme etkileri, koarsivitenin yüksek değerlere çıkmasının önemli bir nedenidir. Bu nedenle yüksek koarsivite değerine sahip olan filmler oksitlenmiş olabilir [35]. Farklı pH değerlerine sahip A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri Şekil 4.22' te verilmiştir.



**Şekil 4.22:** A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve farklı pH değerlerinde (3.4, 2.7 ve 2.4) büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri (paralel ölçümlerden elde edilen veriler kullanılmıştır.)

Film kalınlığına göre incelenen filmlerin doyum manyetizasyonları ve koarsivite değerleri yaklaşık olarak aynıdır ve Şekil 4.23' te görüldüğü gibi yaklaşık olarak aynı histerisis eğrilerine sahiptirler. A çözeltisinden pH=2.7 değerinde ve -1.8 V depozisyon potansiyelinde farklı kalınlıklarda büyütülen CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri Şekil 4.23' te görülmektedir.

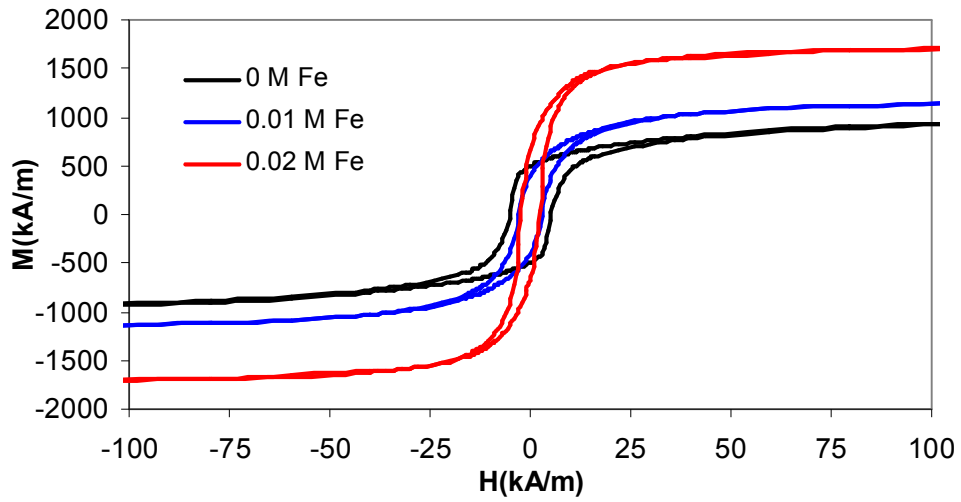




**Şekil 4.23:** A çözeltisinden pH=2.7 değerinde, -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve 3µm, 4µm ve 5µm film kalınlığında büyütülen CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri (paralel ölçümlerden elde edilen veriler kullanılmıştır.)

Farklı  $\text{FeSO}_4$  konsantrasyonlarındaki çözeltilerden büyütülen filmlerin manyetik ölçüm sonuçları ile çözeltideki  $\text{FeSO}_4$  konsantrasyonunun CoFeCu filmlerinin manyetik özelliklerine etkisi incelenmiştir. EDX sonuçlarından da görüldüğü gibi çözeltideki Fe konsantrasyonu arttıkça filmdeki Fe miktarıda artmaktadır. Tablo 4.6' te görüldüğü gibi çözeltideki  $\text{FeSO}_4$  konsantrasyonu arttıkça doyum manyetizasyonu artmakta ve koarsivite değeri azalmaktadır. Bu da daha fazla demir içeren filmlerin daha kolay manyetize olan ferromanyetik malzeme olduğunu gösterir. Farklı  $\text{FeSO}_4$  konsantrasyonlarına sahip çözeltilerden büyütülen CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri Şekil 4.24' te görülmektedir.

Farklı depozisyon parametrelerinde büyütülen CoFeCu filmlerinin VSM ile manyetik ölçümleri yapılmış ve elde edilen veriler Tablo 4.6' da özetlenmiştir.



**Şekil 4.24:** pH değerleri 3.4 olan B<sub>1</sub>, A ve B<sub>2</sub> çözeltilerinden, -1.6 V depozisyon potansiyelinde, 4µm kalınlıkta ve 0M FeSO<sub>4</sub>, 0.01M FeSO<sub>4</sub> ve 0.02M FeSO<sub>4</sub> çözelti konsantrasyonlarında büyütülen CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri

**Tablo 4.6:** CoFeCu filmlerinin manyetik ölçüm sonuçları (Paralel ölçüm sonuçları listelenmiştir).

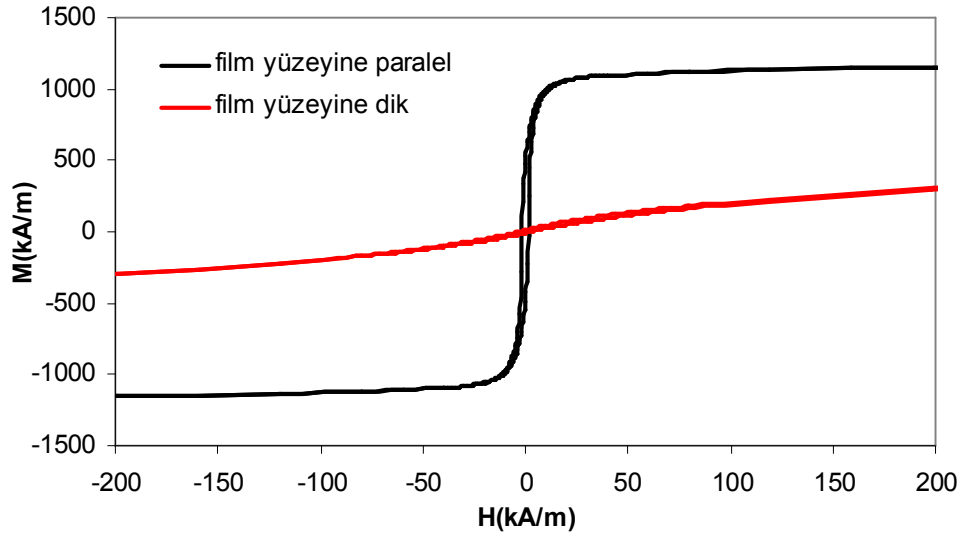
Numune Adı	Çözelti PH' ı	Depozisyon Potansiyeli (V)	Film Kalınlığı (µm)	Çözeltideki Fe Konsantrasyonu (M)	M <sub>s</sub> (kA/m)	H <sub>c</sub> (kA/m)	M <sub>r</sub> /M <sub>s</sub> paralel	
Erc157	2.4	-1.8	4	0.01	1167	1.59	0.4	
Erc149	2.7				1239	2.18	0.41	
Erc141	3.4				1370	2.83	0.31	
Erc160	2.7	-1.2	3		1173	2.88	0.36	
Erc149		-1.8			1239	2.18	0.41	
Erc151		-1.8	1395		1.76	0.38		
Erc150			5		1444	1.91	0.39	
Erc162	3.4	-1.6	4		-	1114	4.99	0.44
Erc158					0.01	1208	2.82	0.33
Erc164				0.02	1797	2.28	0.37	

CoFeCu filmlerinin paralel ve dik ölçüm sonuçlarından elde edilen veriler Tablo 4.7’ de verilmektedir. Her bir filmin paralel ve dik ölçümlerinden elde edilen  $M_r/M_s$  oranları karşılaştırıldığında bütün filmlerde kolay eksenin film yüzeyine paralel olduğu görülür. Şekil 4.25, Şekil 4.26 ve Şekil 4.27’ de bazı CoFeCu filmlerinin histerisis eğrileri örnek olarak verilmektedir.

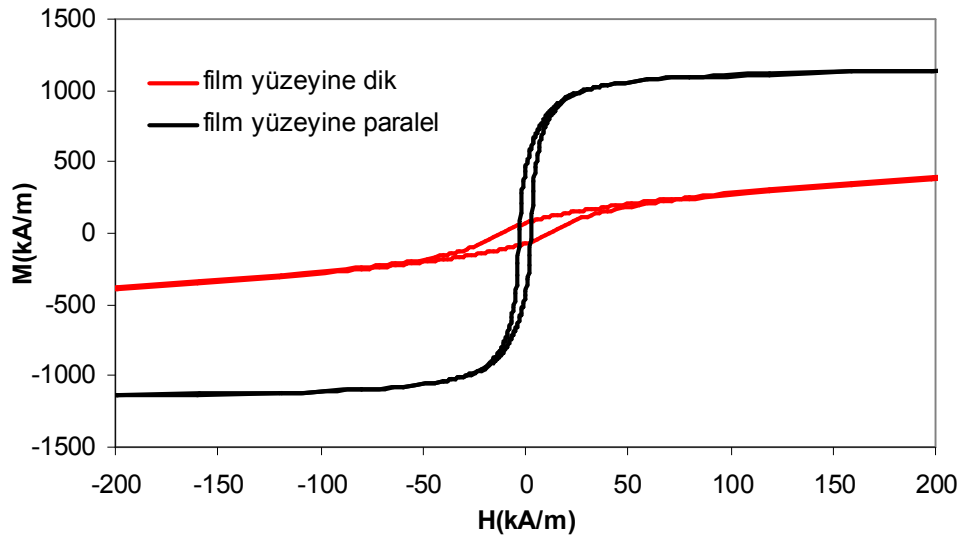
Farklı konsantrasyonlarda Fe içeren  $B_1$ , A ve  $B_2$  çözeltilerinden pH=3.4 değerinde ve -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 $\mu$ m kalınlığındaki filmler için dik ve paralel ölçümlerden elde edilen histerisis eğrileri sırasıyla Şekil 4.28, Şekil 4.29 ve Şekil 4.30’ da verilmektedir. Her bir filmin paralel ve dik ölçümlerinden elde edilen doyum manyetizasyonu değerlerinin birbirine çok yakın, koarsivite değerlerinin ise farklı olduğu görülmektedir. Histerisis eğrileri üzerinde, paralel ölçümlerde kalıcı manyetizasyonun, dik ölçümlerde ise doyum manyetizasyonuna ulaşmak için gerekli olan manyetik alanın daha büyük olduğu görülmektedir. Bu sonuçlara göre kolay eksen film yüzeyine paralel, zor eksen film yüzeyine diktir. Fe miktarının artması ile kolay eksen ile zor eksen arasındaki fark açıkça ortaya çıkmaktadır.

**Tablo 4.7:** A,  $B_1$  ve  $B_2$  çözeltilerinde büyütülen CoFeCu filmlerinin paralel ve dik ölçümlerinden elde edilen sonuçlar.

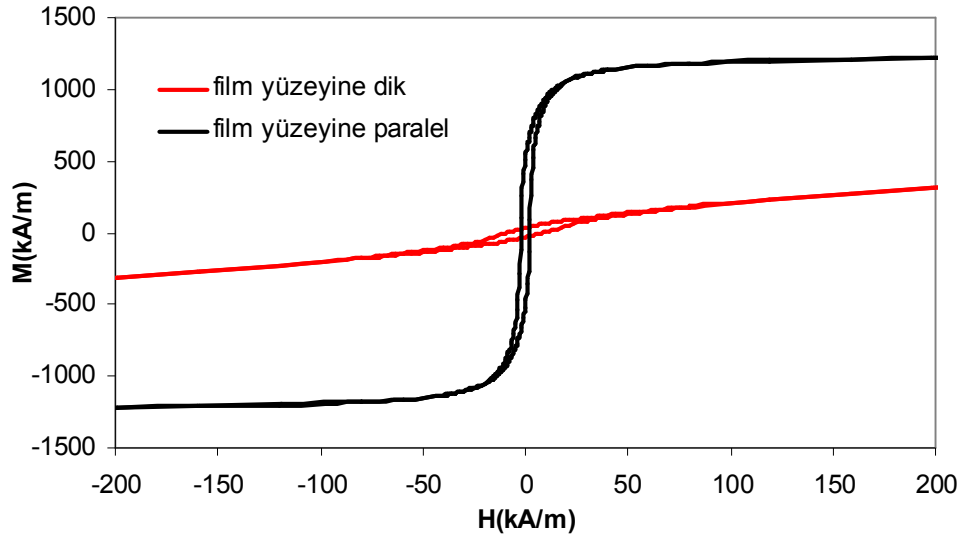
Çözelti	Numune Adı	Çözelti PH' ı	Depozisyon Potansiyeli (V)	Film Kalınlığı ( $\mu$ m)	Çözeltideki Fe Konsantrasyonu (M)	$M_r/M_s$	
						paralel	dik
A	Erc157	2.4	-1.8	4	0.01	0.4	0.01
	Erc149	2.7				0.41	0.02
	Erc141	3.4				0.31	0.01
	Erc160	2.7	-1.2			0.36	0.06
	Erc144		-1.4			0.43	0.01
	Erc151		3			0.38	0.02
	Erc149		-1.8			4	0.41
	Erc150	5				0.39	0.01
$B_1$	Erc162	3.4	-1.6	4	-	0.44	0.04
A	Erc158				0.01	0.33	0.01
$B_2$	Erc164				0.02	0.37	0.01



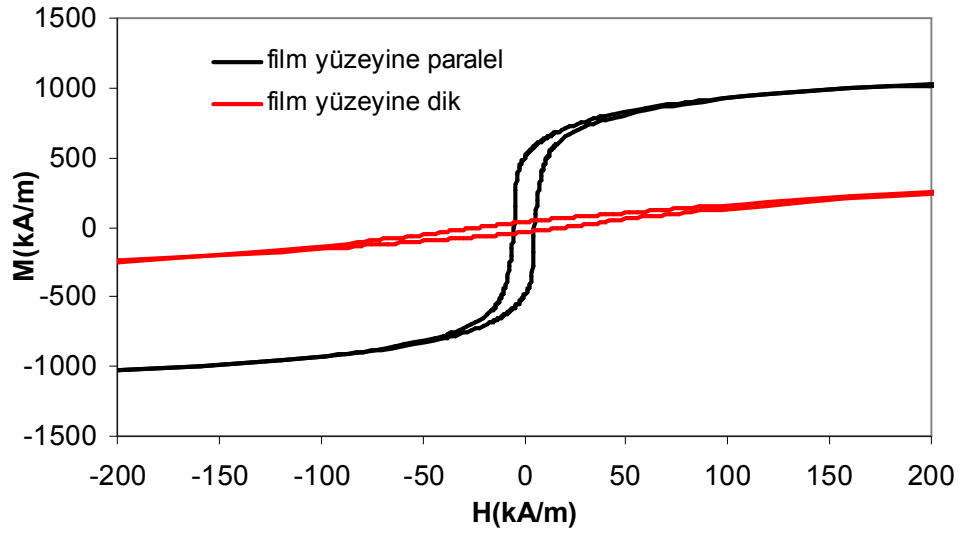
**Şekil 4.25:** A çözeltisinden pH=2.4 değerinde ve -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 $\mu$ m kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri



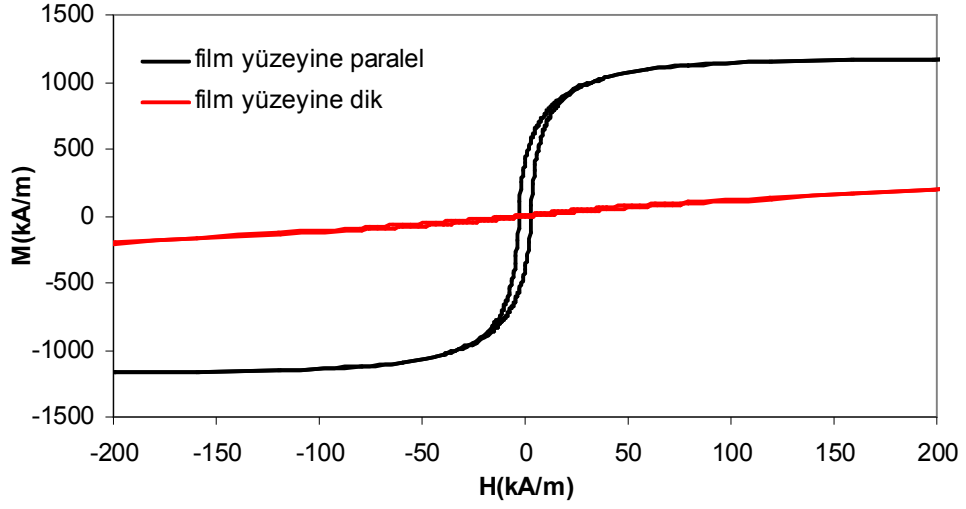
**Şekil 4.26:** A çözeltisinden pH=2.7 değerinde ve -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 $\mu$ m kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri



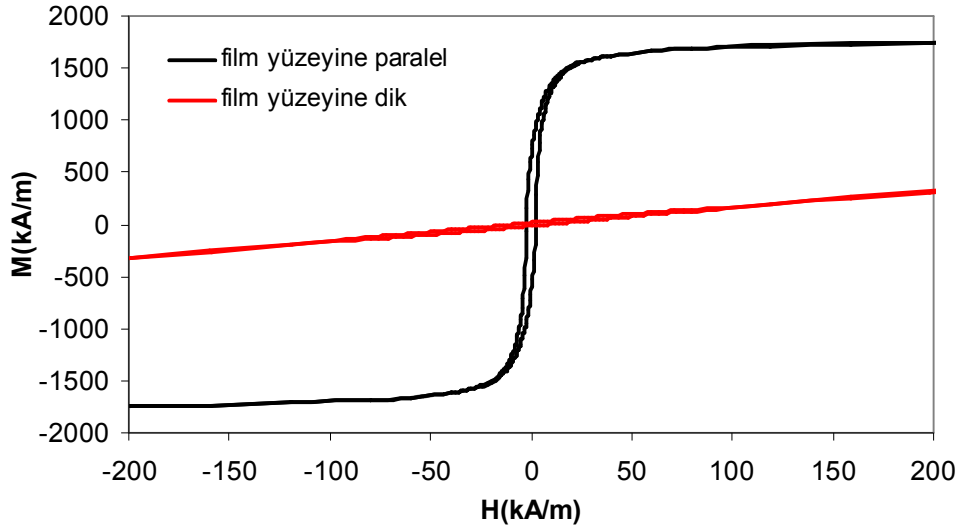
**Şekil 4.27:** A çözeltisinden pH=2.7 değerinde ve -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 $\mu$ m kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri



**Şekil 4.28:** B<sub>1</sub> çözeltisinden pH=3.4 değerinde ve -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 $\mu$ m kalınlıklı film için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri



**Şekil 4.29:** A çözeltisinden pH=3.4 değerinde ve -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4µm kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri



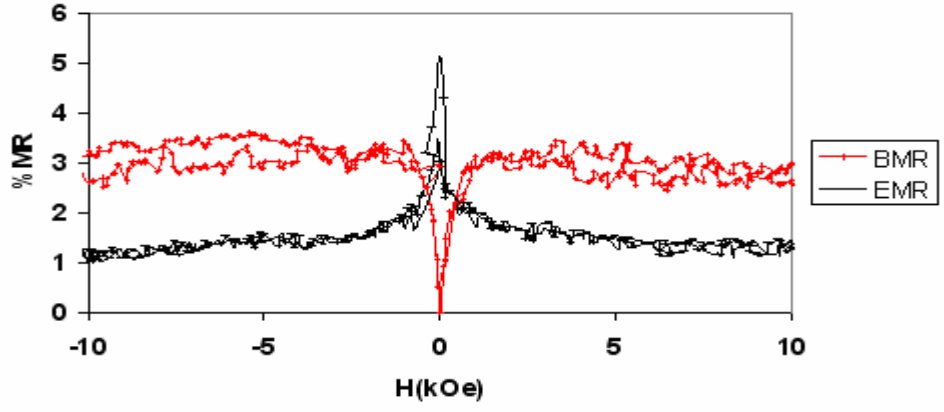
**Şekil 4.30:** B<sub>2</sub> çözeltisinden pH=3.4 değerinde ve -1.6 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4µm kalınlıklı CoFeCu filmi için manyetik alanın film yüzeyine dik ve paralel uygulandığı durumlarda elde edilen histerisis eğrileri

#### 4.7 CoFeCu Alařım Filmlerinin Manyetik Direnç (MR) Ölçümleri

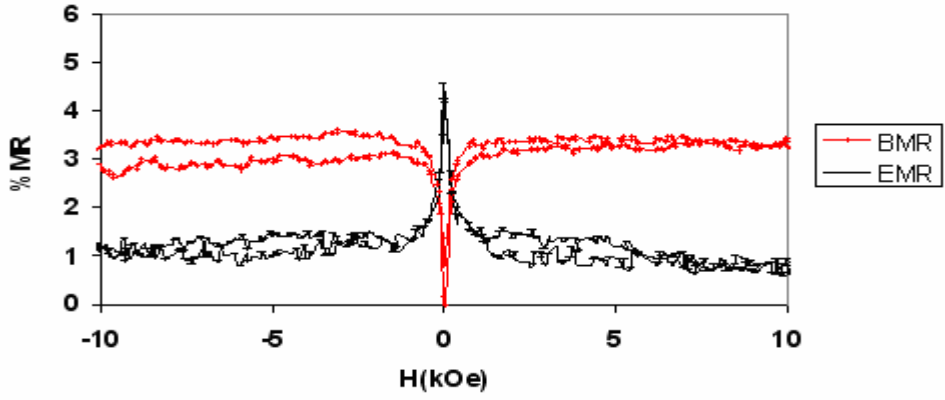
CoFeCu filmlerinin manyetik direnç (MR) özellikleri Van Der Pauw metodu kullanılarak depozisyon potansiyeli, kalınlık, pH ve çözeltideki demir sülfat konsantrasyonu deęişkenlerine göre incelenmiştir. %MR grafiklerinden görüldüęü gibi CoFeCu alařım filmlerinde Boyuna Manyetik direnç (BMR) artan manyetik alan ile birlikte artmakta, Enine Manyetik direnç (EMR) ise artan manyetik alan ile azalmaktadır. Bu, filmlerin Anizotropik Manyetik direnç (AMR) davranıř sergiledięini göstermektedir. Filmlerde gözlenen AMR 2 kOe civarında doyuma ulařmaktadır. Grafiklerde BMR ve EMR için ikiřer pik görülmeleri ferromanyetik malzemenin histerisis özellięinden kaynaklanmaktadır. FeCoCu filmlerinin baęlı olduęu parametreler ve % MR deęerleri Tablo 4.8’de gösterilmektedir.

Çözelti pH’ına Göre Büyütülen CoFeCu Filmlerinin Manyetik Direnç Analizleri:

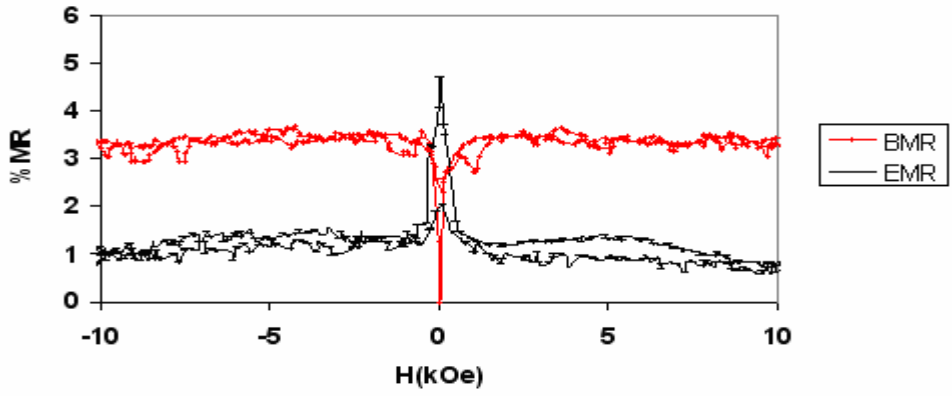
Şekil 4.31’de, A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve farklı pH deęerlerinde (3.4, 2.7 ve 2.4) büyütülen 4µm kalınlıklı CoFeCu filmlerinin MR eğrileri görülmektedir. Buna göre yüksek ve düşük çözelti pH’ında büyütülen filmlerin %MR deęerlerinde önemli bir deęişiklik görülmemektedir. Çözelti pH’ına göre büyütülen filmlerin %MR deęerlerinde deęişiklikler gözlenen çalışmalar da vardır, ancak bu çalışmalarda pH aralıkları 5.5 – 2 arasında tutulmuştur [36].



(a)



(b)



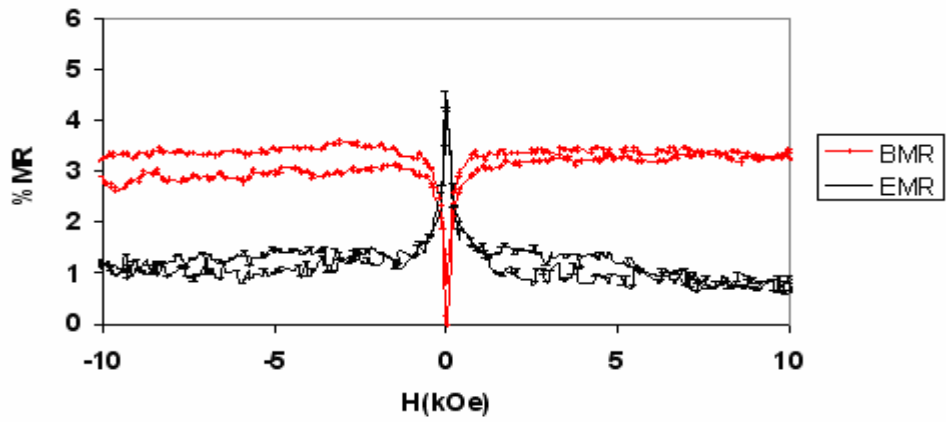
(c)

**Şekil 4.31:** a) pH' ı 3.4 b) pH' ı 2.7 c) pH' ı 2.4 olan A çözeltisinden -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4 µm kalınlıklı CoFeCu filmlerinin MR eğrileri

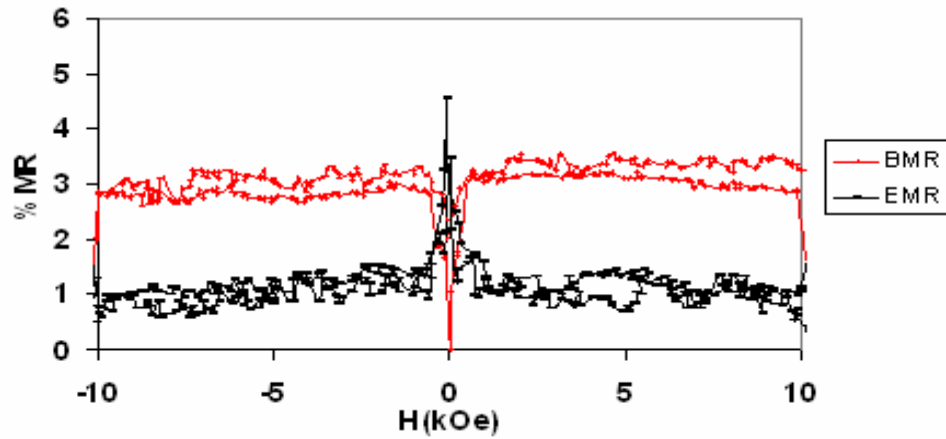


Depozisyon Potansiyeline Göre Büyütülen CoFeCu Filmlerinin Manyetik Direnç Analizleri:

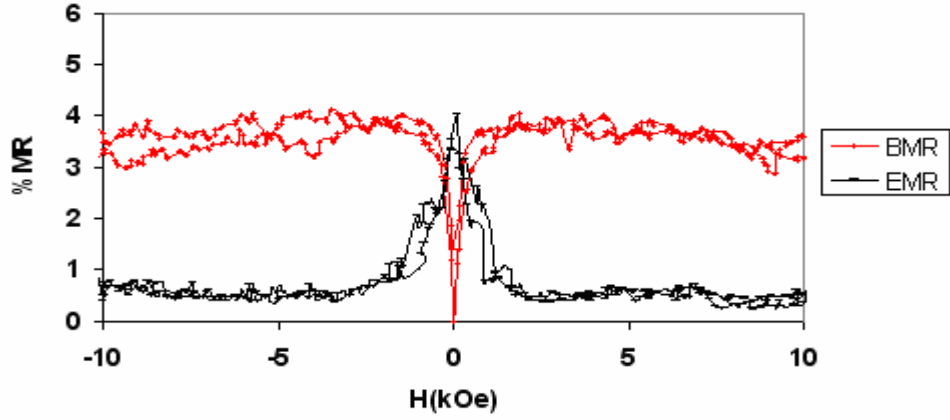
Şekil 4.32' de, A çözeltisinden 2.7 çözelti pH' ında ve farklı depozisyon potansiyeli değerlerinde büyütülen 4 $\mu$ m kalınlıklı CoFeCu alaşım filmlerinin MR eğrileri görülmektedir. Buna göre -1.2 V, -1.6 V ve -1.8 V depozisyon potansiyelinde büyütülen filmlerin %MR değerlerine bakıldığında, depozisyon potansiyelinin azalmasıyla %MR değerinin arttığı görülmektedir.



(a)



(b)

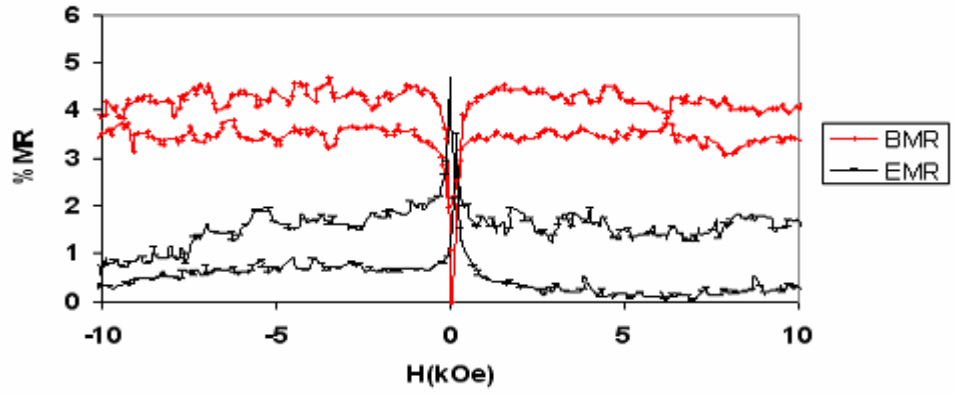


(c)

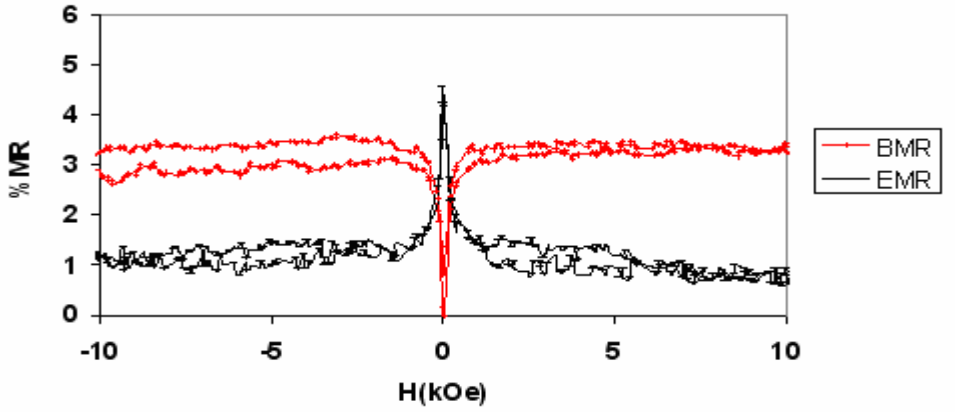
**Şekil 4.32:** pH' ı 2.7 olan A çözeltisinden **a)** -1.8 V **b)** -1.6 V **(c)** -1.2 V depozisyon potansiyelinde büyütülen 4  $\mu\text{m}$  kalınlıklı CoFeCu filmlerinin MR eğrileri

Film Kalınlığına Göre Büyütülen CoFeCu Filmlerinin Manyetik Direnç Analizleri:

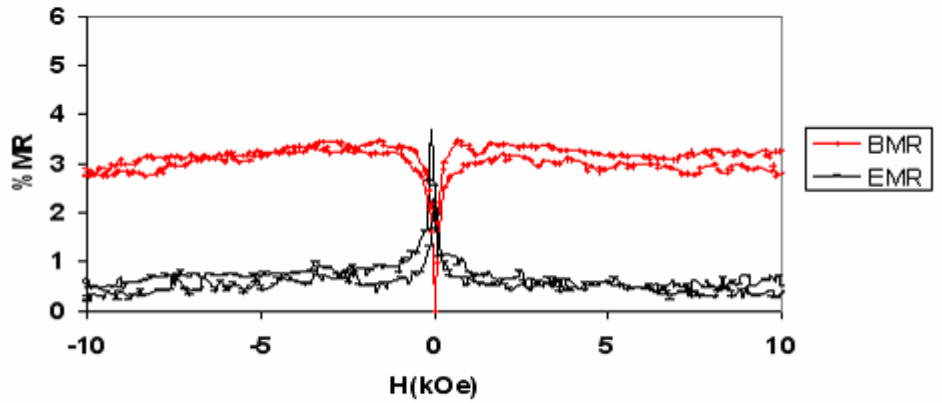
Şekil 4.33' te A çözeltisinden 2.7 çözelti pH' ında, -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve farklı kalınlıklarda (3 $\mu\text{m}$  ve 5 $\mu\text{m}$ ) büyütülen CoFeCu filmlerinin MR eğrileri görülmektedir. Buna göre 3 $\mu\text{m}$  kalınlıkta büyütülen filmin 5 $\mu\text{m}$  kalınlıkta büyütülen filminden daha büyük %MR değerine sahip olduğu görülmektedir. Film kalınlığının artması durumunda yüzey kabalığının da artmasının %MR değerinin düşmesine sebep olduğu söylenebilir.



(a)



(b)

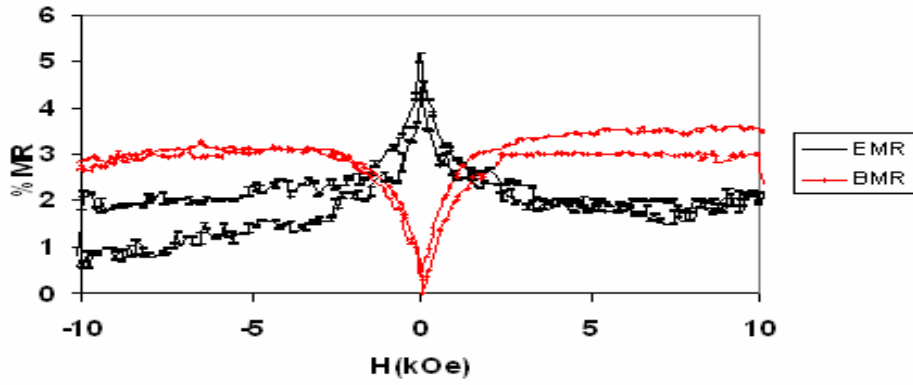


(c)

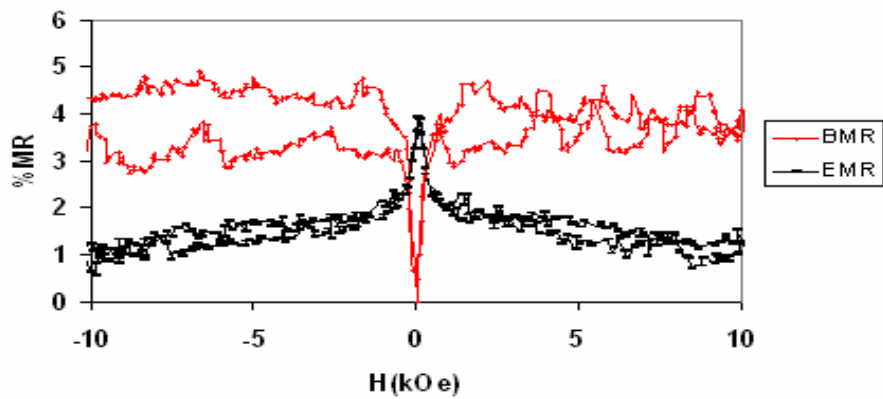
Şekil 4.33: pH değeri 2.7 olan A çözeltisinden, -1.8 V depozisyon potansiyelinde ve a) 3  $\mu\text{m}$  b) 4  $\mu\text{m}$  b) 5  $\mu\text{m}$  film kalınlıklarında büyütülen CoFeCu filmlerinin MR eğrileri

Çözeltideki Demir Sülfat Konsantrasyonuna Göre Büyütülen CoFeCu Filmlerinin Manyetik Direnç Analizleri:

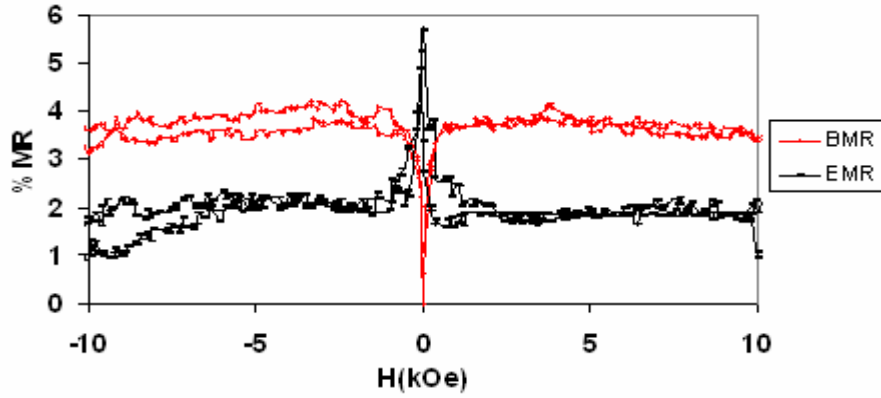
Şekil 4.34' te, pH değerleri 3.4 olan B<sub>1</sub>, A ve B<sub>2</sub> çözeltilerinden, -1.6 V depozisyon potansiyelinde ve 4µm kalınlıkta büyütülen CoFeCu filmlerinin MR eğrileri görülmektedir. Hazırlanan çözeltiler sırasıyla 0 M, 0.01 M ve 0.02 M FeSO<sub>4</sub> içermektedir. Bu koşullarda üretilen filmlerin %MR değişimine bakıldığında çözelti içindeki FeSO<sub>4</sub> miktarı azaltıldığında elde edilen MR değerlerinin de azaldığı gözlenmektedir.



(a)



(b)



(c)

**Şekil 4.34:** pH değerleri 3.4 olan B<sub>1</sub>, A ve B<sub>2</sub> çözeltilerinden, -1.6 V depozisyon potansiyelinde ve 4µm kalınlıkta **a)** 0 M FeSO<sub>4</sub> **b)** 0.01 M FeSO<sub>4</sub> **c)** 0.02 M FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonlarında büyütülen CoFeCu filmlerinin MR eğrileri

**Tablo 4.8:** CoFeCu alaşım filmlerin depozisyon şartlarına bağlı %MR değerleri

Numune Adı	Çözelti PH' ı	Depozisyon Potansiyeli (V)	Film Kalınlığı (µm)	Çözeltideki Fe Konsantrasyonu (M)	BMR	EMR	%MR	
Erc157	2.4	-1.8	4	0.01	3.2	3.4	6.6	
Erc149	2.7				3.2	3.4	6.6	
Erc141	3.4				3.1	3.5	6.6	
Erc160	2.7	-1.2			3.8	3.3	7.1	
Erc144		-1.6			3.1	3.7	6.8	
Erc149		-1.8			3.2	3.4	6.6	
Erc151	2.7	-1.8			3	4	4	8
Erc149					4	3.2	3.4	6.6
Erc150					5	3.2	3.2	6.4
Erc162	3.4	-1.6	4	-	3.2	3.1	6.3	
Erc158				0.01	4	3	7	
Erc164				0.02	3.8	3.8	7.6	

## 5. SONUÇ

Elektrodepozisyon tekniđi manyetik ince film üretmede basit ve ucuz bir yöntemdir. Bu çalışmada elektrodepozisyon yöntemiyle, kendi iyonlarını içeren çözeltilerden, Ti alttabaka üzerine, farklı depozisyon parametreleri altında büyütülen CoFeCu filmlerin yapısal ve manyetik özellikleri incelenmiştir.

İlk olarak filmlerin depozisyon potansiyellerini belirlemek için CoFeCu çözeltilerinin karakterizasyonları dönüşümlü voltametri (DV) ile incelendi. Seçilen bu potansiyel aralığında CoFeCu filmler büyütüldü. Filmlerin büyüme mekanizmaları akım zaman geçişleri kaydedilerek incelendi. Üretilen filmlerde depozisyon potansiyeli artırıldığında buna bađlı olarak akım deđerinin de arttığı gözlemlendi. Çözelti pH' ı ve film kalınlığı akımı çok fazla deđiştirmezken çözelti konsantrasyonu arttığında devreden geçen akımında arttığı görüldü. Akım zaman geçişlerinde kararlı bir akım gözlenmektedir. Bu da filmlerin düzgün depozit edildiđini göstermektedir.

Filmlerin kompozisyon analizi Enerji Ayırmalı X-ışınları Spektrometrisi (EDX) ile yapıldı. Elde edilen sonuçlara göre depozisyon potansiyeli ve çözelti pH' ı arttıkça film içerisindeki Co deđeri artarken Fe ve Cu deđerleri azalmaktadır. Ayrıca çözelti içindeki FeSO<sub>4</sub> miktarı arttıkça filmdeki Fe miktarı da artmaktadır.

Filmlerin yapısal özelliklerinin incelenmesi için X-ışınları difraksiyonu (XRD) kullanılmıştır. Hem düşük (-1.2 V) hem de yüksek (-1.8 V) depozisyon potansiyelinde büyütülen CoFeCu filmlerde fcc faz ortaya çıkmaktadır. Her iki filmde de en şiddetli pik (111) pikidir. EDX sonuçlarına bakıldığında her iki filmde de Co miktarının en fazla olduđu görülmektedir. Yüksek (3.4) ve düşük (2.4) pH' ta büyütülen CoFeCu filmlerin her ikisi de fcc yapıdadır ve depozisyon potansiyeline göre büyütülen filmlerde olduđu gibi en şiddetli pik (111) pikidir. FeSO<sub>4</sub> konsantrasyonu 0 M olan B<sub>1</sub> çözeltilisinden büyütülen filmde hcp+fcc karışık faz görülmektedir ve en şiddetli pik (100) pikidir. 0.04 M FeSO<sub>4</sub> içeren B<sub>3</sub> çözeltilisinden

büyütülen filmde ise yalnızca bcc fazdan kaynaklanan pikler ortaya çıkmaktadır. En şiddetli pik (110) pikidir. Çözeltideki  $\text{FeSO}_4$  konsantrasyonu arttıkça film hcp+fcc karışık fazdan, bcc faza dönüşmektedir. İncelenen tüm filmler için düzlemler arası uzaklıklar ve örgü sabitleri hesaplanmış ve Tablo 4.5' te verilmiştir. Bulunan değerler literatür ile uyumludur.

Filmlerin yüzey morfolojileri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak depozisyon potansiyeli, çözelti pH' ı ve çözelti konsantrasyonuna bağlı olarak incelendi. Filmlerin depozisyon potansiyeli ve film içindeki Fe miktarı arttıkça film yüzeyi dairesel tanecikli yapı göstermektedir. pH değeri azaldıkça filmleri oluşturan tane büyüklüklerinin de büyüdüğü görülmektedir.

Filmlerin manyetik ölçümleri Titreşimli Örnek Magnetometresi (VSM) ile yapıldı. Ölçümlerden elde edilen sonuçlar Tablo 4.6 ve Tablo 4.7' de verilmiştir. CoFeCu filmlerde artan depozisyon potansiyeli ile birlikte manyetizasyonun arttığı ve koersivitenin azaldığı görülmektedir. Çözelti pH' ının değişmesiyle filmlerin kimyasal bileşimi ve kristal yapısına bağlı olarak doyum manyetizasyonu ve koarsivite değerleri değişmektedir. Farklı kalınlıktaki filmler için diğer parametreler aynı olduğundan CoFeCu filmlerin kendi içinde doyum manyetizasyonları hemen hemen aynıdır. Çözeltideki  $\text{FeSO}_4$  konsantrasyonu arttıkça filmlerin doyum manyetizasyonu artmakta ve koarsivite değerleri azalmaktadır. Manyetik alan, film yüzeyine paralel ve dik uygulanarak histerisis eğrileri elde edilmiştir. Paralel ve dik ölçüm sonuçlarına göre incelenen bütün filmler için kolay eksen film yüzeyine paralel, zor eksen film yüzeyine diktir.

Filmlerin manyetik direnç (MR) ölçümleri oda sıcaklığında,  $\pm 10\text{kOe}$  arasında uygulanan manyetik alanda, Van Der Pauw tekniği ile yapıldı. Filmlerin MR özellikleri depozisyon potansiyeli, çözelti pH' ı, film kalınlığı ve çözelti konsantrasyonu değişkenlerine bağlı olarak incelendi. Elde edilen sonuçlara göre bütün filmler AMR özelliği göstermektedir. CoFeCu filmlerde, çözelti pH' ı değişimi %MR değişimini etkilemezken, kalınlık ve depozisyon potansiyeli değeri azaldıkça %MR değişiminde bir artma görülmektedir. Fe konsantrasyonu değişen filmlerde %MR film içindeki Fe oranının artması ile artmaktadır.

## 6. KAYNAKÇA

- [1] A. Brenner, Electrodeposition of Alloys Principles and Practice. Chap. (Academic Pres. New York 1963)
- [2] Cavalotti, P.L., A. Vincenzo, M. Bestetti, S. Franz. 2003. Surface Coating & Technology, 169-170, p. 76
- [3] W. Thomson, "On the Electrodynamical Qualities of Metals: Effects of Magnetization on The Electric Conductivity of Nickel and Iron"
- [4] M. Baibich, M.N., J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuze, A. Friederich, J. Chazeles. 1988. Phys. Rev. Lett., 61, p.2472  
Proc. Roy. Soc. Vol13, p546-550.1857
- [5] <http://www.research.ibm.com/journal/rd/425/robertson.htm>
- [6] Kelly, J.J., P.E. Bradley, D. Landolt. 2000 J. Electrochem. Soc., 147, p. 2975
- [7] Kılıç, E., F. Köseoğlu, H. Yılmaz. 1998. Enstrumantel Analiz Teknikleri Bilim Yayıncılık, Ankara.
- [8] Alper M., M. Sc., "Electrodeposited Magnetic Superlattices" Ph. Doktora Tezi, H.H. Wils Physics Laboratory, University of Bristol, (1995).
- [9] Modern Electroplating Mordehay Schlesinger, Milan Paunovic
- [10] Moore, W.J. 1966, Physical Chemistry, Longmans, London p. 379-394
- [11] Bard, A.J and L.R Faulkner. 1980. Electrochemical Methods , Fundamentals and Applications . John Wiley & Sons, New York.
- [12] Ganganish D. And Talbot Jan B., Dahms H., Croll I.M., Anrricacos P.C., Arana C., Myung N.V., Grande Wendy C.
- [13] Myung N.V and Nobe K., "Electrodeposited Iron Group Thin-Film Alloys Structure-Property Relationships" , J. Electrochem. Soc., 148,136 (2001).
- [14] Paunovic, M. 2000, Electrochemical Aspects In: M. Schlesinger, M. Paunovic (Editors) Modern Electroplating, John Wiley & Sons, p. 1. 56
- [15] Greef, R., R. Peat , L.M Peter, D. Pletcher, J. Robinson. 1990. Instrumental Methods and Electrochemistry. Ellis Horwood, London. P. 15-388.



- [16] Yıldız, A., Ö. Genç, S. Bektaş. 1997. Enstrümental Analiz. Hacettepe Yayınları A-64, s.96-247
- [17] Polat R., “Malzeme Bilgisi”
- [18] Jiles D., Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, Chapman and Hall, (London-1996)
- [19] Serway Raymond A, Physics for Sciens & Engineers with Modern Physics Çeviri Ed. Çolakoğlu K., Palme Yayıncılık, 852, (1996)
- [20] Atkinson D., “Physical Principles of Magnetic Materials, Short Course Notes” , Wolfson Centre for Magnetism Technology, Cardiff Scholl of Engineering University of Wales, Cardiff, (1996)
- [21] Gündüz E., Modern Fiziğe Giriş, Ege Üniversitesi Fen Fakültesi Kitaplar Serisi, 319, (1992)
- [22] DJ Mapps, “ Application in Magnetic Recording “ , School of Electronic, Communication and Electrical Engineering University of Plymouth.
- [23] Karpuz A., Fe-Cu Alaşım Filmlerin Büyütülmesi, Yapısal ve Manyetik Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2006).
- [24] Şafak M., Cocu Alaşım Filmlerinin Elektrodpozisyonu ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Bursa, (2005).
- [25] Şahin T., Elektrodpozisyon Tekniğiyle Üretilen Co ve CoFe Filmlerin Yapısal ve Manyetodirenç Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2006).
- [26] <http://www-odp.tamu.edu/publications/tnotes/tn29/technot2.htm>
- [27] <http://www.kimyaevi.org/dokgoster.asp?dosya=560100021#03.01>.
- [28] Cullity B. D., Stock S. R., Elements of X-Ray Diffraction (Third Edication), Pearson Prentice Hall, New Jersey, (2001).
- [29] Karaağaç Ö., CoCu Alaşım Fimlerin Elektrodpozisyonu, Yapısal ve Manyetik Özellikleri Üzerine Depozisyon Parametrelerin Etkisinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Balıkesir, (2007).
- [30] Skoog, D.A, Holler F.J., Nieman T.A. Principles of Instrumental Analysis, Harcourt Brace & Company, Çeviri Ed. Kılıç E., Köseoğlu F., Yılmaz H., Bilim Yayıncılık, 591(1998)

[31] Dikici G., Fe - %21 Al Alařımının Yapısal ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı, Kırıkkale, (2004).

[32] <http://cnsm.kaist.ac.kr/vsm.html>

[33] Cullity B.D., “ X – Iřınlarının Difaksiyonu ”, Çeviren; Sümer A., İTÜ Fizik Profesörü, İstanbul Teknik Üniversite Matbaası Gümüşsuyu, (1966).

[34] B. Benfedda; N.Benbrahim; A. K.adri; Y. Dahmane., Structural, Chemical and Magnetic Characterization of Electrodeposited CoFeCu Material

[35] Meydan T., Köçkar H., Williams P.I., “ Magnetic Characterization of Silicon-Iron Magnetic Material, produced by a novel rotating cryostat”, Journal of Magnetism and Magnetic Material, 254, 91-93 (2003).

[36] David P. Arnold, Florent Cros, Tiffany Glover and Mark G. Allen Georgia, GA and Keithan Hillman and David Veazie Clark Materials and Fabrication Methods for High Temperature Micro-Magnetic Machines for Micro-Turbine Power Generation, Institute of Technology Atlanta

[37] Alper M. 2003. Manyetik Süperörgülerin Elektrokimyasal olarak Sentezlenmesi TÜBİTAK raporu, No: TBAG-1771 (yayınlanmamış), Bursa. 10-53s.

[38] <http://www.aacg.bham.ac.uk/magneticmaterials/type.htm>

[39] P. C. Andricacos, N. Robertson, Future directions in Electroplated Materials for thin-Film Recording Heads, (1998).

[40] M.P. Gigandet, F.X. Perrin, J. Pagetti and G. Poupon, The influence of Cu content on the corrosion resistance of Co-Fe-Cu magnetic alloys in aqueous environments, (2000).

[41] David Flynn, Anthony Toon, Les Allen, Resham Dhariwal, and Marc P. Y. Desmulliez, Characterization of Core Materials for Microscale Magnetic Components Operating in the Megahertz Frequency Range, (2007).

[42] [http://www.fy.chalmers.se/edu/lab/labpm/em4\\_magnetic\\_hysteresis.pdf](http://www.fy.chalmers.se/edu/lab/labpm/em4_magnetic_hysteresis.pdf)

[43] Halliday D. , Resnick R. “ Fiziğin Temelleri-2 “ Çeviri Editörü Yalçın C. , Arkadaş Yayınevi (1997)

[44] C. Prieto, A. de Bernabe, N. Gay-Sanz, M. Vazquez, Seong-Cho Yu, Structural study of the mechanically alloyed FeCoCu nanocrystalline system (1999)

[45] Köçkar H., “Magnetic Material Production Using A Novel Rotating Cryostat and Their Magnetic and Structural Analysis”, University of Wales Cardiff, 1-29, (1998)

- [46] United States Patent, High Magnetic Moment Materials and Process for Fabrication of Thin Film Heads, Patent Number: 5.582.927, Date of Patent: Dec.10, 1996
- [47] Elektrik ve Manyetizma Işık ve Optik, Raymond A. Serway, Robert J. Beichner, Çeviri Editörü, Prof. Dr. Kemal Çolakoğlu Palme Yayıncılık (2002)
- [48] Barthelemy, A., A. Fert, F. Petroff. 1999. Handbook of Magnetic Materials, Vol. 12, Elsevier, Amsterdam. P. 1-99.
- [49] Fedasyuk, V.M., O.I. Kasyutich, Schwarzacher W. 1999. J. Magn. Mater., 198-199, p.246.
- [50] Berkowitz, A.E., J.R. Mitchell, M.J. Carey, A.P. Young, S. Zhang, F.E. Spada, F.T. Parker, A.Hutten, G.Thomas. 1992, Phys. Rev.Lett. 68, p. 3745
- [51] Williams J. M., Blythe H. J., Fedosyuk V. M., “An Investigation of Electrodeposited Granular CuFe Alloyed Films”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 155, (1996), 355 – 357.
- [52] E.M Kakuno, D.H Mosca, I. Mazzaro, N.Mattaso, W. H. Schreiner, and M.A. B.Gomes J.Electrochem. Soc.,Vol.144,No.9 September1997
- [53] F.Lallemand, L.Ricq, E.Deschaseaux, L.De.Vettor, P.Beçot. Surface and Coating Technology 197 (2005)
- [54] [www.istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm](http://www.istanbul.edu.tr/eng/metalurji/sem.htm).
- [55] Fabio R. Bento and Lucia H. Mascaro J. Braz. Chem.,Soc. Vol.13, No.4,502-509,2002
- [56] Adrina N. Correia, Regina C.B. de Olivereira and Pedro de Lima-Neto J. Braz. Chem.,Soc. Vol.17, No.1.90–97,2006
- [57] Liu Xiaomin, Evans p., Zangari G., “ Electrodeposited, high-momnet magnetic alloys for recording write heads”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 226-230, 2073 (2001).
- [58] Schwarzacher W., Lashmor D.S., IEEE Trans. Magn., (1996), 32, 3133
- [59] Bubendorf J. L., Beaupier E., Meny C., Panissod P., Bucher J. P., Phys. Rev. B, (1997), 56, 7120
- [60] Xiao J. Q., Jiang J. S. And Chien C. L., Phys. Rev. Lett., (1993), 63, 2144
- [61] Ji Hyun Min, Jun-Hua Wu, Ji Ung Cho, Qun Xian Liu, Ju Hun Lee, Young-Dong Ko, Ji-Seok Chung, Jae-Ho Lee, Young Keun Kim, “The pH and current density dependence of DC electrodeposited CoCu thin films”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, (2006), 304, 100

[62] Pattanaik Gyana R., Pandya Dinesh K., Kashyap Subbash C., “Effect of process parameters on GMR in electrodeposited Cu-Co nanogranular thin films”, Thin Solid Films, (2003), 433, 247

[63] Magnetic Principles for Engineering Materials Notes

[64] Onaran K., Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, Gözden Geçirilmiş 6. Baskı, İstanbul, (1997)

[65] Brankovic S. R., Yang X. M., Klemmer T. J. And Seigler M., “Pulse Electrodeposition of 2.4 T  $\text{Co}_{37}\text{Fe}_{63}$  Alloys at Nanoscale for Magnetic Recording Application”, IEEE Transactions on Magnetics, (2006), 42, No.2, 132

[66] Qunxian L., Ji Hyun M., Ji Ung C. And Young Keun K., “The pH dependence of CoCu Alloy Thin Films Fabricated on Amorphous Substrate by DC Electrodeposition”, IEEE Transactions on Magnetics, (2005), 41, No.2, 930

[67] Choi Dong H, Kim Gyeong H., Lee Kwan H., Jeung Wan Y., “Tailoring the Magnetic Properties of CoFePtP Alloys with Variations in Iron Content”, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, (2004), 272