

**T.C.
KILIS 7 ARALIK UNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**FERROSİVİ NANOPARÇACIKLARIN MAGNETİK YAKALAMA METODU
İLE DEPOLANMASI VE KARAKTERİZASYONU**

Faruk GÜDEN

DANIŞMAN: Doç. Dr. Şükrü ÇAKMAKTEPE

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI**

**NİSAN 2013
KİLİS**

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

FERROSIVI NANOPARÇACIKLARIN MAGNETİK YAKALAMA METODU İLE DEPOLANMASI VE KARAKTERİZASYONU

Faruk GÜDEN

Kilis 7 Aralık Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Şükrü ÇAKMAKTEPE

Yıl: 2013

Sayfa: 48

Bu tez çalışmasında, bir sıvı içerisinde ekstra küçük magnetik parçacıkların askıda kaldığı bir karışım olan ferrosivilerin hem hazır alınıp hem de kimyasal yolla laboratuvar ortamında sentezlenerek, bilgisayar hard diski üzerine kontrollü depolanmaları gerçekleştirilmiştir. Farklı dipol moment yoğunluklarına sahip hard diskler 1,5 cm çaplı daireler şeklinde kestirilerek depolama altlığı olarak kullanılmışlardır. Yapılan depolamalar optik mikroskop ve AFM ile izlenmiş, daha sonra spin kaplama cihazı kullanılarak depolanan ferrosiviler bir polimer (discoat 4220) üzerine aktarılmıştır. Farklı derişimlerden elde edilmiş olan depolamalar polimer üzerine aktarıldıktan sonra magnetik özellikleri VSM ile alınmıştır. Ayrıca, hazır alınan ve laboratuvar ortamında sentezlenen ferrosivü nanoparçacıkların yapısal karakterizasyonu XRD ölçümleri ile yapılmış ve optik özellikleri UV ile tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Ferrosivü nanoparçacıklar, magnetik yakalama

ABSTRACT

MSc. Thesis

DEPOSITION OF FERROFLUID NANOPARTICLES WITH MAGNETIC CAPTURING METHOD AND ITS CHARACTERIZATION

Faruk GÜDEN

Kilis 7 Aralık University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Assoc. Prof. Şükrü ÇAKMAKTEPE

Year: 2013

Pages: 48

In this thesis, ferrofluids which is a mixture of ultra-small magnetic particles in colloids is both bought and synthesized, and deposited on to commercial hard disc drives. The hard disc drive which have different dipole moment densities are cut as 1.5 cm coupons and used as deposition under layers. The images of the deposited coupons were taken by optical microscope and AFM, and then the ferrofluids were transferred to polymers (disk coat 4220) by using spin coater. The magnetic properties of the deposited polymers were investigated by VSM. The structural characterizations of the synthesized ferrofluid nanoparticle were done by XRD and the optical properties of the polymers were investigated by UV spectrophotometer.

Key words: Ferrofluid nanoparticles, magnetic capture

TEŞEKKÜR

Kilis 7 Aralık Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'ne yüksek lisans tezi olarak sunduğum bu çalışma Sayın Doç. Dr. Şükrü ÇAKMAKTEPE rehberliğinde gerçekleştirilmiştir. Çalışmam boyunca hep yanımda hissettiğim, yardımlarını ve desteğini hiçbir şekilde esirgemeyen hocam Doç. Dr. Şükrü ÇAKMAKTEPE'ye teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca Fizik bölümünde Öğretim Üyesi olan Doç. Dr. Kani ARICI, Doç. Dr. Abdurahman ÇETİN ve Doç. Dr. Murat ODUNCUOĞLU hocalarıma bana geçen emeklerinden dolayı teşekkür ederim.

Tez çalışmalarımın bir kısmını gerçekleştirebilmem için Dicle Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda çalışma imkânı sunan ve çalışmalarım boyunca yardımını esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Yusuf Selim OCAK'a; Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Kimya Bölümü Laboratuvarında bana yardımcı olan Sayın Yrd. Doç. Dr. Hacı Ökkeş DEMİR' e; Mustafa Kemal Üniversitesi'de öğretim Üyesi olan Sayın Doç. Dr. Osman ŞAHİN' e optik mikroskop kullanmada bana yardımcı olduğu için teşekkür ederim " Optik mikroskop, Mustafa Kemal Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi tarafından münferit proje (Proje No: 08f0501) kapsamında desteklenmiştir."

Eğitim öğretim hayatım boyunca hiçbir zaman maddi manevi desteklerini esirgemeyen aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma aynı zamanda TÜBİTAK tarafından "Ferrosıvı Nanoparçacıkların Magnetik Yakalama Metodu ile Depolanması ve Karakterizasyonu" isimli ve 111T675 nolu proje ile desteklenmiştir. Teşekkürlerimi sunarım.

Faruk GÜDEN

Kilis, Nisan 2013

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
RESİMLER DİZİNİ	viii
GRAFİKLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
2. TEMEL KAVRAMLAR	3
2.1. Magnetik Maddeler ve Magnetik Domenler	3
2.2. Magnetizasyon (Histeresiz) Eğrisi	6
2.3. Ferrosıvı Nanoparçacıklar	8
2.4. Ferrosıvı Nanoparçacıkların Uygulama Alanları	10
3. MATERYAL VE METOD	12
3.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD)	14
3.2. Titreşen Örnek Magnetometresi (VSM)	14
3.3. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM).....	15
3.4. UV- Spektrofotometre.....	17
3.5. İnce Film Depolama Teknikleri	18
3.5.1. Döndürme Yöntemiyle İnce Film Depolama.....	19
3.6. Ferrosıvı Sentez Yöntemi.....	20
3.7. Hard Disklerin Hazırlanması ve Temizlenmesi	21
3.8. Hard Diskler Üzerine Ferrosıvı Depolama İşlemi	22
3.9. Ferrosıvı Depolama Sürecinde Yapılan Denemeler.....	23
3.10. Depolanan Hard Disk Kupanların Optik Mikroskop Görüntüleri.....	25
3.11. Ferrosıvı Kaplı Hard Disk Üzerine Polimer Kaplama İşlemi	27
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	29
4.1. XRD Analiz Sonuçları	29
4.2. VSM Analiz Sonuçları	30
4.3. AFM Analiz Sonuçları	33
4.4. Kırılma İndisi Sonuçları.....	39

5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	43
6. KAYNAKLAR	45

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

1. Simgeler

ω	: Açısal hız
M	: Magnetik mıknatıslanma
H	: Dış magnetik alan
μ_r	: Malzemenin geçirgenlik katsayısı
M_r	: Kalıcı mıknatıslanma
B	: Magnetik alan çizgilerinin yoğunluğu
H _c	: Koersivite
λ	: Dalgaboyu
M	: Akı Yoğunluğu
sn	: Saniye
efm	: Elektromotor Kuvveti

2. Kısaltmalar

AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
VSM	: Titreşen Örnek Magnetometresi
XRD	: X-Işını Toz Kırınımı

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Birbirine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik magnetik dipol momentleri	3
Şekil 2.2. Malzeme içinde görülen magnetik domenler.....	4
Şekil 2.3. (a) Domenler ve domen duvarı (b) Domen duvarları	4
Şekil 2.4. (a) Dış alanın yokluğunda domen duvarları (b) Dış alan varlığında domen duvar hareketi	5
Şekil 2.5. Histerisiz çevrimi ve genel özellikleri	6
Şekil 3.1. Bragg saçılması.....	13
Şekil 3.2. VSM'nin şematik diyagramı.....	14
Şekil 3.3. AFM'nin şematik diyagramı.....	16
Şekil 3.4. AFM cihazının basit bir şeması	16
Şekil 3.5. Bir UV- spektrofotometresinin temel bileşenleri.....	17
Şekil 3.6. Döndürme yöntemi ile film kaplama şematik gösterimi.....	19
Şekil 3.7. Ferrosıvı nanoparçacıklar ve hard disk üzerindeki bitler.....	23
Şekil 3.8. Bitler tarafından çekilen nanoparçacıklar	23
Şekil 3.9. Nanoparçacık kaplı kupanların optik mikroskopta görünümü a) 200 büyütme b) 500 büyütme c) 1000 büyütme	26
Şekil 3.10. Polimere aktarılmış nanoparçacıkların optik mikroskobundaki görünümü a) 500 büyütme b) 1000 büyütme	28
Şekil 4.1. %1'lik Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın AFM görüntüsü.....	34
Şekil 4.2. %1'lik Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın üç boyutlu AFM görüntüsü.....	35
Şekil 4.3. %3'lük Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın AFM görüntüsü	35
Şekil 4.4. %3'lük Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın üç boyutlu AFM görüntüsü	36
Şekil 4.5. %5'lik Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın AFM görüntüsü.....	36
Şekil 4.6. %5'lik Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın üç boyutlu AFM görüntüsü.....	37
Şekil 4.7. Laboratuvar ortamında üretilen ferrosıvı ile kaplı kupanın AFM görüntüsü ...	37
Şekil 4.8. Laboratuvar ortamında üretilen ferrosıvı ile kaplı kupanın üç boyutlu AFM görüntüsü.....	38

RESİMLER DİZİNİ

Resim 2.1. (a) Magnetik alana maruz kalan ferrosıvı (b) Magnetik alana maruz kalan toz halindeki magnetik nanoparçacıklar	9
Resim 3.1. Rigaku Ultimate IV XRD cihazı.....	12
Resim 3.2. Deneyleerde kullanılan VSM (PPMS 9T) cihazı.....	15
Resim 3.3. Shimadzu 3600 UV cihazı	18
Resim 3.4. Hard disk kupan ve depolama haznesi.....	21
Resim 3.5. Kupanın hazneye yerleştirilmesi ve ferrosıvı çözeltilisinin hazneye boşaltılması	22
Resim 3.6. Hard disk kupan üzerine depolanan nanoparçacıkların çıplak gözle izlenmesi	23
Resim 3.7. Nanoparçacık kaplı hard disk kupanlara polimer kaplama ünitesi	27

GRAFİKLER DİZİNİ

Grafik 4.1. Fe ₃ O ₄ parçacıklarına ait XRD grafiği	29
Grafik 4.2. Ticari olarak satın alınan ferrosıvı depolanmış kupanın üç kez üst üste polimer kaplanıp soyulduktan sonra alınan VSM ölçümü	31
Grafik 4.3. Laboratuar ortamında sentezlenen ferrosıvı depolanmış kupanın üç kez üst üste polimer kaplanıp soyulduktan sonra alınan VSM ölçümü	32
Grafik 4.4. Ticari ferrosıvıdan hazırlanan %1, %3, %5'lik çözeltilerin kaplı olduğu polimerlerin bir kez soyulduktan sonra alınan VSM ölçümü.	33
Grafik 4.5. Ticari ferrosıvı kaplı polimerin birinci kez soyulduktan sonra ölçülen kırılma indisi grafiği.....	41
Grafik 4.6. Ticari ferrosıvı kaplı polimerin ikinci kez soyulduktan sonra ölçülen kırılma indisi grafiği.....	42

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 4.1. Çözeltiler için R_a , R_q , R_p , R_{sk} , R_z ve R_{ku} değerlerinin karşılaştırılması .39

1. GİRİŞ

Richard Feynman'ın 1959 yılında yaptığı konuşmada “*There's Plenty of Room at the Bottom (Dipte Pek Çok Oda Var)*” cümlesi ile ilk defa konu edilen nanoyapılar, günümüzde hem teknolojinin şu anda bulunduğu konum hem de gelecekteki ihtiyaçlara getireceği çözümler açısından oldukça önemli yer teşkil etmektedir. Günümüzde nanoyapılara geniş ilgi olmasının sebebi, yapıların nanoboyuta indikçe fiziksel özelliklerinde gözlenen farklılıklardır. Yapı bulk halden nano boyuta indikçe; malzeme metal ise daha güçlü ve sert olmakta, seramik ise daha kolay işlenebilir hale gelmektedir. Ayrıca normalde yalıtkan olan materyallerin, nanoboyutta ısı veya elektriği iletebildiği ve koruyucu kaplama olarak kullanılacak formlara dönüştüğü gözlenmiştir. Bunların yanı sıra, genel olarak magnetik özelliklerde de farklılıklar gözlenmiştir. Gözlenen değişimlere bağlı olarak; magnetik nanoyapılar, elektronik, optoelektronik, ferroakışkanlar, esnek disk kayıtlama, biyomedikal malzemelerde ve katalizörler v.b. alanlarda bilimsel ve teknolojik uygulama olanağı bulmuştur [1,2].

Geleceğin teknolojileri tavandan tabana geleneksel mikro fabrikasyon yöntemleri yerine tabandan tavana bir araya getirme şeklinde, alternatif üretim yöntemlerine ihtiyaç duymaktadır. Bunlar; kendi kendine depolama [3,4], yönlendirilmiş depolama [5,6], hiyerarşik depolama [7,8], lazer yardımıyla depolama [9], dökme ve yazma [10,11], elektrosprey [12], elektrospinning [13,14] ve mekanik silme olarak sayılabilir [15].

Bu tür üretim metotları ile üretilen cihazlar biyomedikalden, yeni nanokompozit malzemelere kadar geniş bir alanda kullanılabilir. Bununla birlikte, kontrol edilebilir yapıların dizaynı oldukça zordur.

Fe_3O_4 nanoyapıları demirin oksitlenerek pasifleşmesi (yüzey reaktivitesinin azalması) sonucu oluşan bir yapıdır. Demir bilindiği gibi sahip olduğu yüksek doyum mıknatıslanma değeri nedeni ile pek çok teknolojik alanda kullanılan vazgeçilmez bir yapıdır.

Fakat, nanoboyutta demirin teknolojik uygulamasında karşılaşılan en önemli dezavantaj, sahip olduğu yüksek reaktivitesidir. Su veya hava ortamında bulunduğu zaman çok hızlı

bir şekilde oksitlenerek, sahip olduđu ferromanyetik karakteristiđi kaybedip antiferromanyetik yapıya dönüşmektedir. Demirin oksijenle pasifleşmesi sonucu magnetit (Fe_3O_4), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) gibi demirin oksitleri oluşmaktadır. Fe_3O_4 'ün sıcaklığa bađlı olarak 200-250 °C aralığında $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ve 350-600°C aralığında $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yapısına dönüştüđu belirlenmiştir [16].

Bu çalışmada hem ticari olarak satın alınan hem de laboratuvar ortamında sentezlenen Fe_3O_4 formundaki manyetik nanoparçacıklar ile çalışılmıştır.

Fe_3O_4 formundaki ferrosıvı nanoparçacıklar domain yapıları dedekte etmekte kullanılmışlardır, zira parçacıklar yüzeyden kaynaklanan magnetik alan gradyentini takip etmektedirler. Son zamanlarda ise rastgele alanları kullanarak, planlı nano depolamada ferrosıvı nanoparçacıklar kullanılmaya başlanmıştır. Tez çalışmasında ticari bilgisayar hard disklerini kullanarak, programlanabilir nano yapı desenlerini depolayabilecek hesaplı bir üretim sistemi önerilmiştir.

Bu tez çalışması esas olarak iki kısımdan oluşmuştur. İlk kısımda, hazır olarak satın alınan ferrosıvı nanoparçacıkları (Ferrotech-EMG 607) ticari hard diskler üzerine kontrollü olarak depolanmış, ardından hard disk üzerindeki nanoparçacıklar ince bir polimer tabakasına aktarılmıştır. Böylelikle ferrosıvı nanoparçacıkların hard diskler üzerine optimum depolama şartları elde edilmiştir. İkinci kısımda ise, laboratuvar ortamında üretilen ferrosıvı nanoparçacıklar hard disk üzerine depolanmış daha sonra polimer ince filme aktararak yapısal ve magnetik özellikleri araştırılmıştır.

2. TEMEL KAVRAMLAR

2.1. Magnetik Maddeler ve Magnetik Domenler

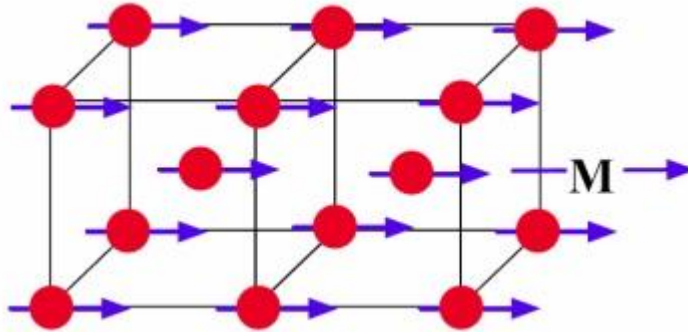
Michael Faraday (1791-1867)'ın yaptığı çalışmalar sonucunda tüm maddelerin, magnetik alana bir tepki gösterdiğini ve bu tepki neticesinde karşılıklı bir etkileşimin söz konusu olmasından dolayı maddelerin üç grupta toplanabileceğini göstermiştir. Bu maddeler diamagnetik, paramagnetik ve ferromagnetik maddelerdir.

Paramagnetik ve diamagnetik maddelerde her bir atomun magnetik momentinin yönü diğer atomların magnetik momentlerinin yönlerinden bağımsızdır. Bundan dolayı da dış magnetik alan olmadığında oluşan net magnetik moment sıfırdır.

Paramagnetik maddelere bir dış magnetik alan uyguladığında her bir magnetik moment üzerine bir tork etki eder. Böylece paramagnetik maddenin her bir atomunun sahip olduğu magnetik moment dış magnetik alanla aynı yönde yönelir ve büyüklüğü dış alanın büyüklüğü ile orantılı olur.

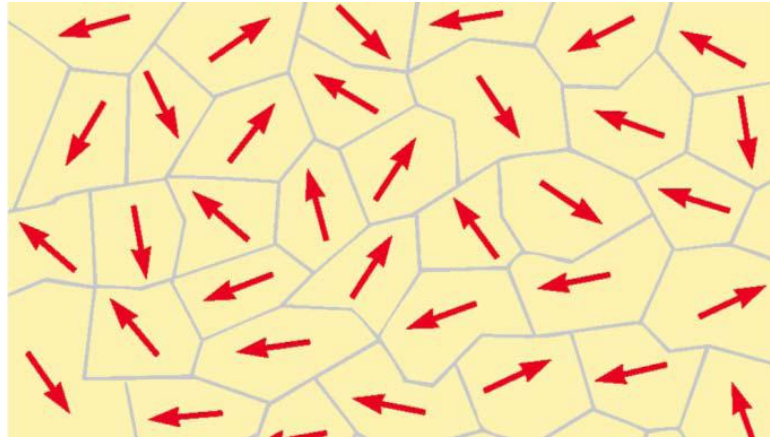
Diamagnetik maddelerde ise bir dış magnetik alan uygulandığında, dış alanın yönüne ters net bir magnetik moment oluşturur.

Ferromagnetik maddeler ise zayıf bir dış magnetik alan içinde bile Şekil 2.1. de görüldüğü gibi birbirine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik magnetik dipol momentlerine sahiptir.



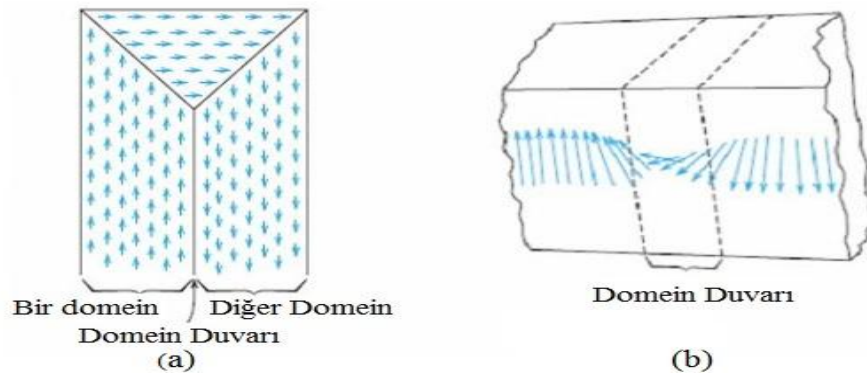
Şekil 2.1. Birbirine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik magnetik dipol momentleri [17]

Eğer momentler paralel hale getirildikten sonra, dış alan kaldırılrsa bile ferromagnetik malzeme mıknatıslanmış olarak kalacaktır. Bu sürekli yönelim, komşu olan magnetik momentler arasındaki kuvvetli etkileşimden kaynaklanmaktadır. Ferromagnetik maddeler ısı enerjisi ile ya da dış magnetik alanın oluşturduğu magnetik enerji ile mıknatıslık kazanmaktadır. Bu etkileşim sonucunda Şekil 2.2.'de görüldüğü gibi ferromagnetik maddeler içinde magnetik momentleri aynı yönde oluşan atomlardan oluşan bölgeler meydana gelir ve bu bölgelere magnetik domen olarak adlandırılır [19, 18].



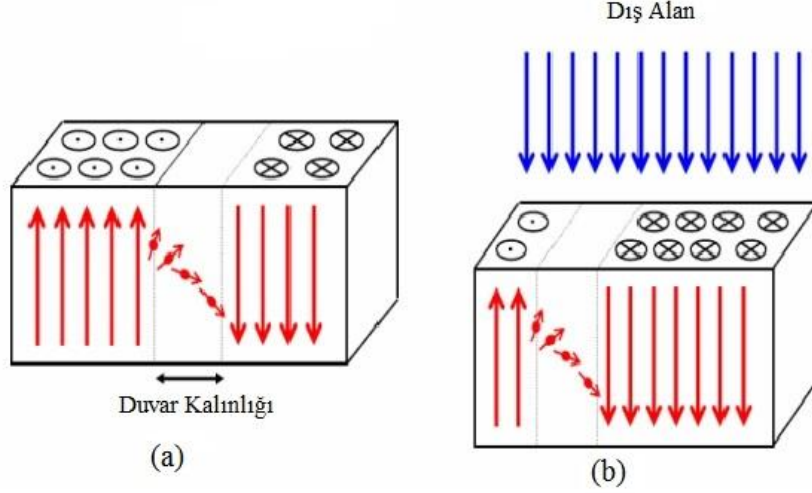
Şekil 2.2. Malzeme içinde görülen magnetik domenler [20]

Domenlerin hacimleri yaklaşık olarak 10^{-12} - 10^{-8} m³ olup, her bir domen 10^{17} - 10^{21} civarında atom içermektedir. Farklı yönelimlere sahip olan domenlerin arasındaki sınırlara domen duvarları denir. Şekil 2.3.'de domen duvarları görülmektedir.



Şekil 2.3. (a) Domenler ve domen duvarı (b) Domen duvarları [21]

Duvarlar bir dış alanla hareket ederler ve enerji yüklüdür. Bir dış alana maruz kalan bir domen duvarının davranışı gösterilmektedir.



Şekil 2.4. (a) Dış alanın yokluğunda domen duvarları (b) Dış alan varlığında domen Duvar hareketi [21]

Ferromagnetik maddelerin genel özelliklerini aşağıda maddelerle özetlenmektedir.

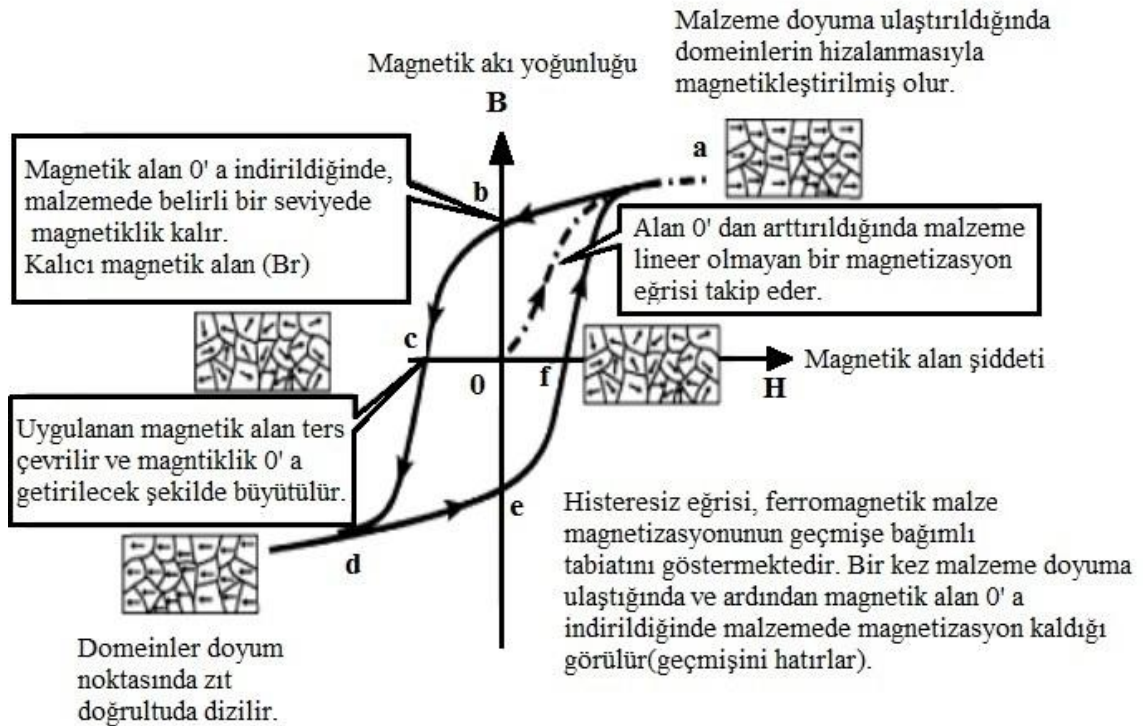
- 1- Bağlı magnetik geçirgenlikleri 1' den çok büyüktür.
- 2-Bağlı magnetik geçirgenlikleri, malzemenin cinsine, malzemeye daha önce uygulanan magnetik işlemlere ve magnetik alan şiddetinin değerine bağlı olarak değişkendir.
- 3- Paramagnetik ve diamagnetik maddelerde B magnetik akı yoğunluğu ile H alan şiddeti arasındaki doğrusal bir ilişki varken, ferromagnetik malzemelerde bu ilişki doğrusal değildir.
- 4- Magnetik histerisize sahiptir.
- 5- Ferromagnetik maddeler Curie sıcaklığı üzerinde paramagnetik malzeme durumuna geçerler [18].

2.2. Magnetizasyon (Histeresiz) Eğrisi

Bir malzemede, domenlerin yapıları ve davranışları, ferromagnetik maddenin mıknatıslanma eğrisi belirler. Bu eğriye Şekil 2.5. de görüldüğü gibi " *histeresiz eğrisi* " (histeresiz çevrimi) denir.

Histeresiz eğrisi mıknatıslığını tamamen kaybetmiş bir malzemeye değişken bir dış magnetik alana maruz bırakıldığında, bu dış alan ile akı yoğunluğu ölçülerek histeresiz eğrisi elde edilebilir. Histeresiz eğrisinin dikey eksen M , malzemedeaki akı yoğunluğu, H ise uygulanan magnetik alan şiddetini ifade etmektedir.

Eksenlerin kesim noktası 0 , mıknatıslanmanın olmadığı ve hiçbir kuvvetin uygulanmadığı anı temsil eder. Magnetik alan şiddetini arttırdığında, akı yoğunluğu önce hızlı, sonra maksimum ya da doyma noktasına ulaşmaya kadar yavaşlayarak artar. Magnetik alan şiddetinin daha fazla artırılması akı yoğunluğunda bir artış meydana getirmez.



Şekil 2.5. Histeresiz çevrimi ve genel özellikleri [22]

Histeresiz eğrisinin temel özellikleri aşağıda maddelerle özetlenmektedir.

1-Magnetik alan şiddeti ters yönde 0 ' a düşürüldüğünde H, r noktasında malzemede bir miktar mıknatıslanma mevcut kalır. Buna malzemenin artık mıknatıslığı (**remanans**) adı verilir.

2-Mıknatıslanma akımı ters çevrilerek yavaşça 0 ' a düşürüldüğünde, malzemedeki akı yoğunluğu azalır. Artık mıknatıslık (c) noktasında 0 olur. Yatay eksendeki mesafe, giderme kuvveti (**koersitif**) olarak adlandırılır.

3-Giderme kuvveti, mıknatıslanma sonrasında malzemelerdeki magnetik akı yoğunluğu 0 ' a indirmek için gerekli olan magnetik alan şiddeti değeridir. Bu noktadan magnetik alan şiddeti daha da artırılırsa malzeme tekrar doyuma ulaşır (d).

4-Magnetik alan şiddeti tekrar yavaş yavaş 0 ' a düşürüldüğünde, akı yoğunluğu bir miktar azalır (e).

5-(e) noktasında da malzemede bir miktar artık mıknatıslanma görülür.

6-Magnetik alan ilk yönde arttırılmaya devam edilirse artık akı yoğunluğu azalır ve (f) noktasında 0 olur.

7-(f) noktasından magnetik alan arttırılmaya devam edilirse başlangıç doyma noktasına (a) ulaşır [17].

Elde edilen histerisiz eğrileri malzeme hakkında şu bilgileri vermektedir;

1- Çok ince magnetik filmlerde, histerisiz eğrisi kareye benzer bir görünüm alır. M_r/M_s değeri, histerisiz eğrisinin kareselliği olarak adlandırılır. Eğri kareselleştikçe, oran 1' e yaklaşır.

2-Elde edilen histerisiz eğrisinin alanı küçükse yüksek magnetik geçirgenlik ve düşük zorlayıcı kuvvete sahiptir. Bu tür malzemeler yumuşak mıknatıslardır. Bu tür malzemeler primer ve sekonder arasındaki akım değişen tranformatör çekirdeklerinde kullanışlı bir özelliktir. Bunun dışında bilgisayarlardaki gibi, yüksek anahtarlanma hızlı devrelerde de kullanışlıdır.

3-Büyük alanlı bir histerisiz eğrisi sert bir magnetik malzem göstergesidir. Bu tür malzemelere sert mıknatıs denir. Bu tür mıknatıslar, magnetik kilit, haparlör ve küçük motorlar için kullanılır.

Sonuç olarak; histerisiz eğrisinin daralması malzemenin kolay mıknatıslanabileceğini ve düşük artık mıknatısa sahip olacağını, genişlemesi ise malzemenin zor mıknatıslana bileceğini ve daha kuvvetli bir artık mıknatıslığa sahip olacağını göstermektedir [18, 23, 17].

2.3. Ferrosıvı Nanoparçacıklar

Mevcut hard disk sürücüler, magnetik ortamda 10 nm yarıçaptan küçük tane sınırları ile ve 35 nm den küçük bit uzunlukları ile pek çok bilgiyi depolayabilmektedirler. Magnetik yazıcı ve okuyucu kafalar hard disk ortamından 10 nm hidrodinamik hava boşluğu mesafede 30-40 m/s hızla hareket etmektedirler. Magnetik kayıt teknolojisi şimdilerde 1 terabit/inc² alan yoğunluğuna sahip, bit uzunluğu 11 nm ve hava boşluğunun 6,5nm olduğu cihazları hayata geçirme noktasında çalışma içindedirler [24,25].

Konvansiyonel boyuna magnetik kayıta, yazıcı kafa, tıpkı elektromıknatısın kutuplarının güçlü bir magnetik alan yaymaları gibi akım uygulanarak elektriklenir. Zıt yönelimli tanelerin bulunduğu bölgeler ortama başıboş magnetik alan yayımlarlar. Ortamdaki bölge tarafından yayımlanan ve tane büyüklüğü mertebesinde olan magnetik alan başıboş olarak yayımlanır. Matematiksel olarak ortama dik magnetik alan aşağıdaki gibidir;

$$H_y = \frac{M_r}{2\pi} \ln \left(\frac{\left((a+y-\frac{\sigma}{2})^2 + x^2 \right)}{\left((a+y+\frac{\sigma}{2})^2 + x^2 \right)} \right) \quad (2.3.1)$$

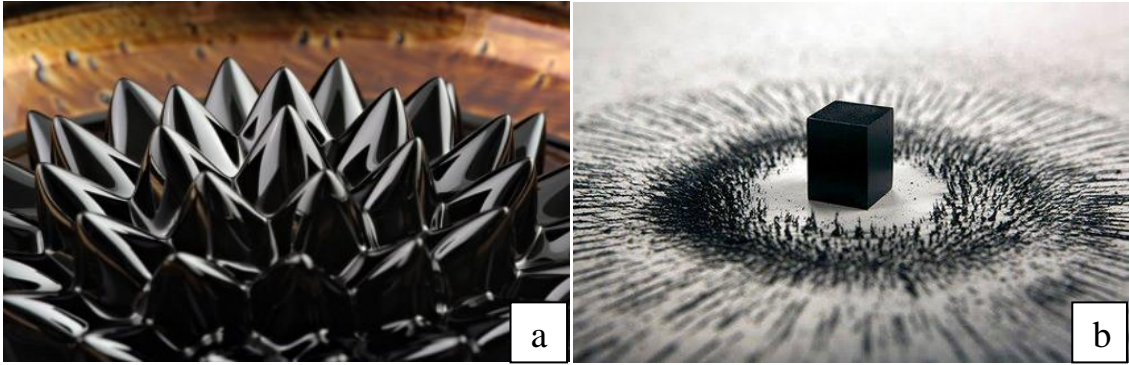
Burada M_r kalıcı mıknatıslanma, a geçiş parametresi, y ortama uzaklıktır. Bu alan 500 Oe gibi büyüklüğe sahip olabilip, süperparamagnetik Fe_3O_4 malzemesi gibi magnetik malzemelerde magnetik moment indüklenmesi için yeterlidir. Düzgün bir magnetik alanda, nanoparçacığa ait magnetik moment alanla hizaya gelecek şekilde kısmen

dönmeye teşebbüs eder. Bununla birlikte, ortamdaki başıboş alan tarafından oluşturulan alan uzaysal olarak düzgün değildir. Düzgün olmayan bu alan, böylece parçacık üzerine bir kuvvet uygular,

$$\vec{F} = (\vec{m} \cdot \vec{\nabla}) \vec{H} \quad (2.3.2)$$

Bu kuvvet parçacığı en güçlü magnetik alan bölgesine çekmeye çalışacaktır.

Ferrosıvı, magnetik alan ortamında güçlü bir şekilde kutuplanabilen bir sıvı olup, içerisinde ekstra küçük magnetik parçacıkların askıda kaldığı bir karışımdır. Parçacıklar birbirine yapışarak topak yapı oluşturmaması için bir yüzey aktif madde (surfactant) ile kaplanırlar.



Resim 2.1. (a) Magnetik alana maruz kalan ferrosıvı[26] (b) Magnetik alana maruz kalan toz halindeki ferromagnetik nanoparçacıklar[27]

Ferrosıvı surfaktantlar nanoparçacıklarda yüzey gerilimi oluşturma için kullanılırlar; oleik asit, tetrametilamonyum hidroksit, sitrik asit ve soya lesitin bunlardan bazılarına örnek olarak verilebilir.

Bu yapılar, nanoparçacıklar üzerine kaplanarak onların bir araya gelip Brown hareketini engelleyecek şekilde ağırlaşmalarının önüne geçerler, böylece nanoparçacıklar sıvı içerisinde çökelmeye uğramaz ve askıda kalabilirler.

Ferrosıvılar, nano mertebede ferromagnetik ve ferrimagnetik parçacıkların bir organik çözücü ya da su içerisinde askıda kalmasıyla elde edilir. İsim olarak tersi bir görüntü ortaya çıksa da ferrosıvılar ferromagnetizm yapısı sergilemezler çünkü dış bir magnetik alan yokken mıknatıslığa sahip değildirler. Aslında ferrosıvılar paramagnetik bir yapıya

sahip olup magnetik alınganlıklarının büyüklüğü dolayısı ile superparamagnetik olarak da isimlendirilirler. Kalıcı mıknatıslığa sahip akışkanları elde etmek oldukça zordur.

Ferrosıvılar; magnetit(Fe_3O_4), hematit($\alpha-Fe_2O_3$) veya demir içeren bileşiklerden oluşmuş nano büyüklükteki parçacıklardır (yarıçapı 10 nm veya daha azdır) [16].

Bu büyüklük, ferrosıvıların taşıyıcı bir sıvı içerisinde dağılmalarını sağlamak üzere termal çalkalamaya maruz bırakmak için yeterli bir büyüklüktür. Ferrosıvılar, sulu süspansiyonlar olup, içerisinde maddenin birkaç halini birlikte bulundururlar. Maddenin bu iki hali katı ve sıvıdır. Magnetik alan uygulaması ile faz değiştirebilme yetenekleri sayesinde mühür ve lubrikant (yağlayıcı madde) yapımında kullanılmakta ve geleceğin nanoelektromekanikte yeni uygulamaların bir aktörü olabilecektir.

2.4. Ferrosıvı Nanoparçacıkların Uygulama Alanları

Magnetik sıvıların çoğu uygulaması aşağıdaki özelliklerini temel alarak geliştirilmiştir.

- 1) Magnetik alan nerde büyükse oraya gidip yerleşirler.
- 2) Uygun frekanslardaki enerjiyi absorbe ederek ısınırlar.
- 3) Fiziksel özellikleri uygulanan magnetik alanla değişebilir.

Bu gibi özelliklerin çoğu teknolojik, biyolojik ve medikal hedefler için magnetik sıvıları kullanışlı kıldığı gibi, malzeme bilimi ve mühendislik araştırmalarına da yardımcı olmaktadır. Uygulama alanlarına örnek olarak aşağıdakiler sayılabilir.

Ferrosıvılar hard disklerde dönen sürücü milleri etrafında sıvı mühürler oluşturmada kullanılırlar. Döner mil mıknatıslarla çevrelenmiştir. Çok küçük miktardaki bir ferrosıvı, mil ile mıknatıs arasına yerleştirilir. Magnetik parçacıklar sıvı bir bariyer oluşturarak döküntülerin hard disk içerisine girmesini engellerler [28].

Ferrosıvılar ayrıca yüksek frekanslı mikrofon sürücülerinde istenilmeyen rezonansları engellemede kullanılmaktadır [29, 30].

Ferrosıvıların kırılma özelliklerinden dolayı pek çok optik uygulamaları vardır. Bu uygulamalara örnek olarak; polarizör ve analizör arasına yerleştirilmiş bir ferro sıvının helyum-neon lazer yardımıyla özgül viskozitesinin ölçülmesi sayılabilir [31, 32, 33].

- Kanser tedavisinde uygulama

Diğer yandan bazı durumlarda magnetik nanoparçacıklar gerekli ilaçlarla birlikte uygun bir polimer ile kaplanıp nano kapsül yapılarak vücuda zerkedilebilir. Kapsülün magnetik özelliği ile dışarıdan magnetik kuvvet uygulanarak kapsüllenmiş ilacın vücudun gerekli yerine taşınması sağlanır ve sağlam bölgelerin gereksiz ilaç almalarının önüne geçilebilir. Bu durumda hasta bölgeye gerekli olan çok yüksek doz uygulama imkânı da doğar [34, 35].

- Isıl tedavi

Magnetik nanoparçacıklar uygun şartlarda vücuda zerkedilerek magnetik kuvvetlerle vücudun hasta bölgesinde yoğunlaştırılabilirler. Böylece uygulanan elektromagnetik alanlar magnetik nanoparçacıklar tarafından daha fazla soğularak ısınır ve yalnızca hasta hücreler ısıtılıp öldürülmüş olurlar [36].

- MRI ile hücre izleme

Magnetik rezonans görüntüleme (MRI) insan vücudunun yüksek kaliteli olarak anatomik görüntüsünü çıkarabildiği için öncelikle teşhis amaçlı kullanılan bir tekniktir. Magnetik nanoparçacıklar uygun tekniklerle hasta hücrelere tutundurulularak onların anlık durumları veya hareketleri hakkında güçlü MRI sinyalleri dolayısıyla değerli bilgi verirler [37].

- Hücre içi manipülasyon

Hücre içindeki magnetik nanoparçacıkların dışarıdan uygulanabilen magnetik kuvvetle yönlendirilebilmeleri bunların sadece tutturuldukları hücredeki biyoaktif moleküllerin yerel olarak fonksiyonlarının hücrenin diğer bölgelerinden bağımsız olarak araştırılabilmelerine yardım ederler [38].

3. MATERYAL VE METOD

3.1. X-Işını Difraksiyonu (XRD)

Yapı analizinde kullanılan en etkin metot X-ışını toz kırınımı yöntemi olarak karşımıza çıkmaktadır. Tabiatta bulunan metaller genellikle bir kristal yapıya sahip oldukları için, düzlemlerde simetrik ve periyodik olarak dizilmiş elementlerden oluşmuştur. Kristalografik düzlemler takımını dikkate aldığımızda, bu takım üzerine gelen ve yansıyan ışınlarının (X-ışınlarını), kırınım açılarını ölçerek (Laue metodu, dönel kristal metodu, toz metodu ile) yapısını bilmediğimiz sistemin, birim hücre hacmi, molekül şekli, birim hücre şeklini bulabiliriz. Her yapının verdiği X-ışını kırınımı bir birinden farklıdır [16].

XRD ile

- 1) Yapı içindeki atomlar,
- 2) Kristal sistemi ve birim hücre parametreleri hakkında bilgi verir,
- 3) Veri kalitesi yüksek olması kaydı ile molekülün 3 boyutlu yapısını aydınlatılabilir.

Resim 3.1.'de deneylerde kullanılan Rigaku Ultimate IV XRD cihazı görülmektedir.

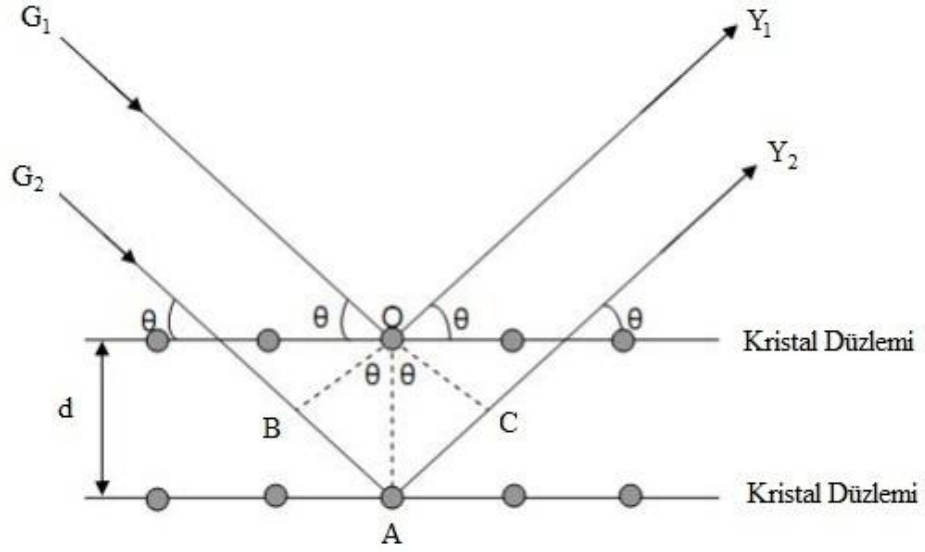


Resim 3.1. Rigaku Ultimate IV XRD cihazı

Kırınımına uğrayan X-ışınları Bragg şartı altında gerçekleşir ve Bragg şartı;

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3.1.1)$$

verilir.



Şekil 3.1. Bragg saçılması[39]

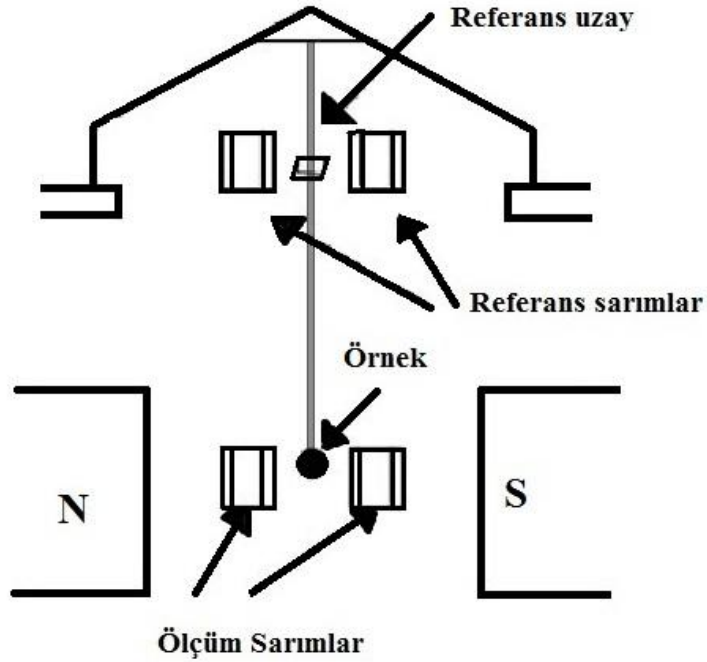
Şekil 3.1.'de görüldüğü gibi d düzlemler arasındaki mesafe, θ gelen ışınlarla düzlem arasındaki açı, λ X-ışınının dalgaboyu ve n yansımanın kaçınıcı düzlemler arasında olduğunu belirten yansıma mertebesidir. Düzleme gelen G_1 ve G_2 ışınları örgü noktasındaki atomlardan Y_1 ve Y_2 ışınları olarak saçılırlar, gelen ve yansıyan ışınların arasındaki açı 2θ olup bu kırınım açısı olarak bilinir. Malzemenin kristal yapısı hakkında bilgi sahibi olmak için, numuneye dalgaboyu bilinen ışın gönderilir ve yapıcı girişimin olduğu noktalardaki θ değerinin ölçülmesiyle Bragg kanunu kullanılarak kristal düzlemleri arasındaki d mesafesi bulunmuş olur. Yapıcı girişimin olduğu açılar X-ışını kırınımı deseninde pikler olarak görülür. Piklerin yüksekliği ve genişliği denklem 3.1.2 Scherrer bağıntısında kullanılarak yansımanın olduğu örgü noktasındaki tanecik boyutu hesaplanır.

$$t = \frac{0.9\lambda}{B\cos\theta} \quad (3.1.2)$$

Burada, t tane büyüklüğü, λ kaynaktan gönderilen X-ışınının dalga boyu, B incelenen düzleme ait pikin FWHM (yarı yükseklikteki pik genişliği) değeri, θ incelenen yansımanın gerçekleştiği açıdır.

3.2. Titreşen Örnek Magnetometresi (VSM)

VSM ile mıknatıslanma ölçme metodu, Foner tarafından geliştirilmiştir ve çalışma prensibi, titreştirilen örnek yanındaki sarımlarda meydana gelen akı değişimlerinin ölçülmesine dayanır [40]. Örnek, uzun bir çubuğun bir ucundayken, çubuğun diğer ucunda ise titreştirici vardır. Salınarak örnekten gelen magnetik alan, sarımlarda değişen emf meydana getirir. Çubuğun üst ucunda da sarımlar mevcuttur ki bu sarımlar çubuğun üst ucundaki referans uzayının titreşiminden meydana gelen emf değerini kayıt eder ve örnekten gelen ile referanstan gelen emf arasındaki potansiyel fark örneğin magnetik momenti ile ilişkili bir değerdir.



Şekil 3.2. VSM'nin şematik diyagramı [40].



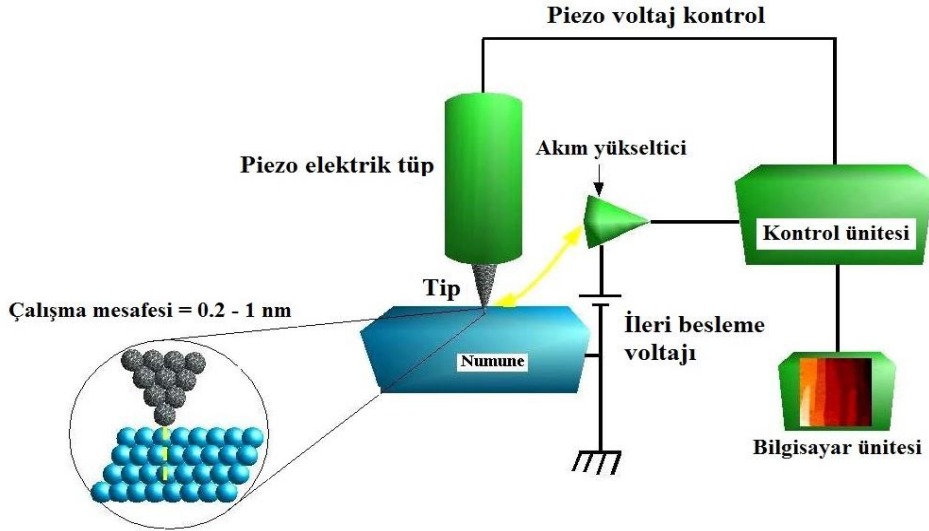
Resim 3.2. Deneylerde kullanılan VSM (PPMS 9T) cihazı

3.3. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

Atomik kuvvet mikroskobu malzeme yüzeyindeki atomların bu yüzey üzerinde hareket ettirilen nano boyutta bir iğne üzerine uyguladıkları kuvveti algılayarak yüzeyin bir görüntüsünü elde eden sistemdir. AFM cihazı sayesinde yüzeylerin pürüzlülüğünü belirlemekle birlikte, sıvı ya da katı yüzeylerin nano mertebesinde iki veya üç boyutta yüzey topografyasını ve moleküller arası kuvvetleri angstrom mertebesinde 100 mikrona kadar ölçmek mümkündür. Ayrıca AFM cihazı ile malzemelerin yüzeyinin magnetik haritası çıkartılabilir.

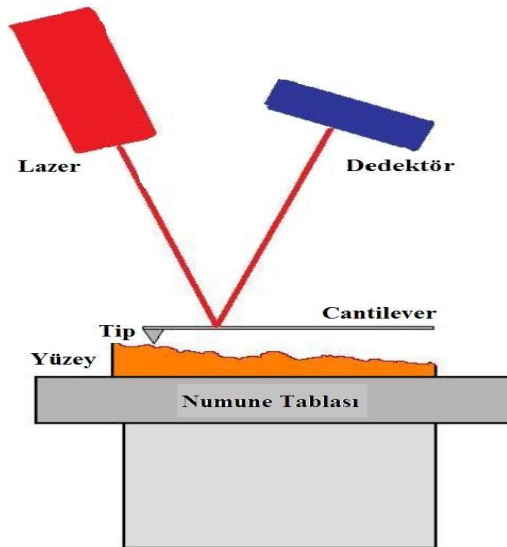
AFM cihazının çalışma prensibi, çok hassas bir iğnenin (tip) yüzeyi taramasıyla atomlar arası kuvvetler nano newton hassasiyetiyle ölçülmesine dayanır. Ölçülen yüzeyin özelliklerini büyük bir doğrulukla tespit edebilmek için, ucun uzaysal pozisyonunu ayarlamaya yarayan piezoelektrik güç vericileri kullanılır. Bu hareketten faydalanılarak bilgisayar ortamına aktarılan veriler, yazılım aracılığıyla derlenerek ya numunenin görüntüsü elde edilir ya da iğne ve numune arası etkileşimler ölçülür (Piezoelektriklik,

bir kristalin üzerine uygulanan voltaj ile hareket etme özelliğidir). Şekil 3.3’de AFM cihazının çalışma prensibinin şematik bir gösterimi mevcuttur [41].



Şekil 3.3. AFM'nin şematik diyagramı [44]

AFM sisteminin iğne sensörünün çalışma şekli ise Şekil 3.4’de gösterilmiştir. Burada nano boyutta iğne cantiliver denen cetvel şeklinde çok küçük (mikron boyutunda) bir çubuğun ucuna bağlıdır. İğne numuneye 0,2-1 nm kadar yaklaşarak yüzey üzerindeki atomların üzerine uyguladıkları kuvvetle aşağı ya da yukarı doğru hareket eder

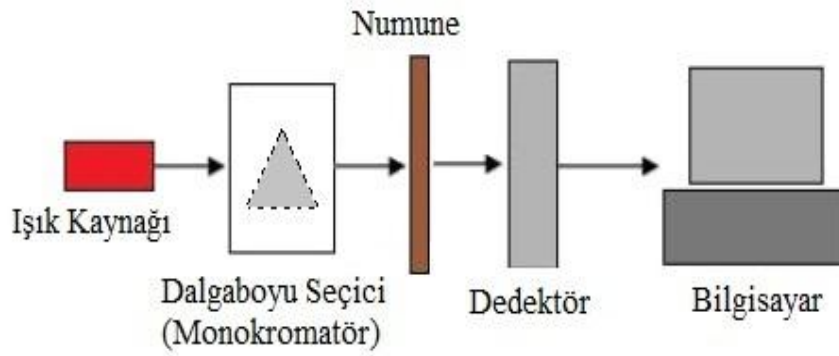


Şekil 3.4. AFM cihazının basit bir şeması[43]

Böylece bağlı olduğu cantiliver de aşağı ya da yukarı esner. Bu esneme cantiliver üzerine düşürülen bir lazer ışığının dedektör yardımıyla algılanması sonucu incelenen yüzeyin haritası çıkartılmış olur [41].

3.4. UV- Spektrofotometre

Bir UV (mor ötesi ve görünür bölge) spektrofotometresi ışık kaynağı, bir monokromatör (dalga boyu seçicisi) ve dedektörden oluşur. Dedektörde elektrik sinyaline dönüşen optik sinyal bir kaydedici ya da galvanometre ile ölçülür. Şekil 3.5.'de spektrofotometrenin bileşenleri gösterilmiştir [42].



Şekil 3.5. Bir UV- spektrofotometresinin temel bileşenleri

Bu cihazlarda ışık kaynağı olarak tungsten fitilli lambalar, ksenon ark lambaları, döteryum ve hidrojen lambaları kullanılır. Soğurulmanın ölçülmesi sırasında, ışık kaynağından gelen polikromatik ışıktan tek bir dalga boyunda ışık seçilerek örneğe gönderilir. Polikromatik ışıktan monokromatik ışık elde edilmesini sağlayan düzenek monokromatör (dalga boyu seçicileri) adını alır. Monokromatör olarak genellikle prizma kullanılır. Daha sonra tek dalga boyuna ayrıştırılmış olan ışık numune üzerine düşer. Burada eğer fotonun enerjisi, enerji bant aralığından daha büyük ise fotonlar soğurulur, enerji bant aralığından daha küçük ise fotonlar soğurulmadan direk geçer. Maddeden geçen ışığın ne kadar soğurulduğunu anlamak için geçen demet şiddetini ölçmek üzere düzeneğe dedektör yerleştirilmiştir. Mor ötesi ve görünür bölgede

kullanılan üç türlü detektör vardır. Bunlar, fotovoltajik dedektörler, fototüpler ve foto çoğaltıcı tüplerdir [42].

UV ölçümleri 220-2600 nm dalga boyu arasında gerçekleştirilmiştir. Bu tez çalışmasında UV ölçümleri Dicle Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan Shimadzu UV-3600 marka UV cihazı ile alındı. Resim 3.3. kullanılan UV-spektrofotometrenin fotoğrafı gösterilmiştir.



Resim 3.3. Shimadzu 3600 UV cihazı

3.5. İnce Film Depolama Teknikleri

İnce film depolama yöntemleri temelde kimyasal ve fiziksel yöntemler olmak üzere ikiye ayrılabilir.

Fiziksel depolama yöntemlerinin vakum içinde buharlaştırma, reaktif buharlaştırma ve atom sökme (sputtering) gibi türleri vardır.

Kimyasal depolama yöntemleri ise sol-jel yöntemi, anodizasyon, (koruyucu oksit film) [43] kimyasal buhar birikimi, elektro kaplama, kimyasal banyo birikimi gibi türleri vardır.

Polimer ince filmlerinin hazırlanmasında en çok daldırma ve döndürme yöntemleri kullanılmaktadır [44]. Bu yöntemlerden döndürme yöntemi aşağıda izah edilmiştir.

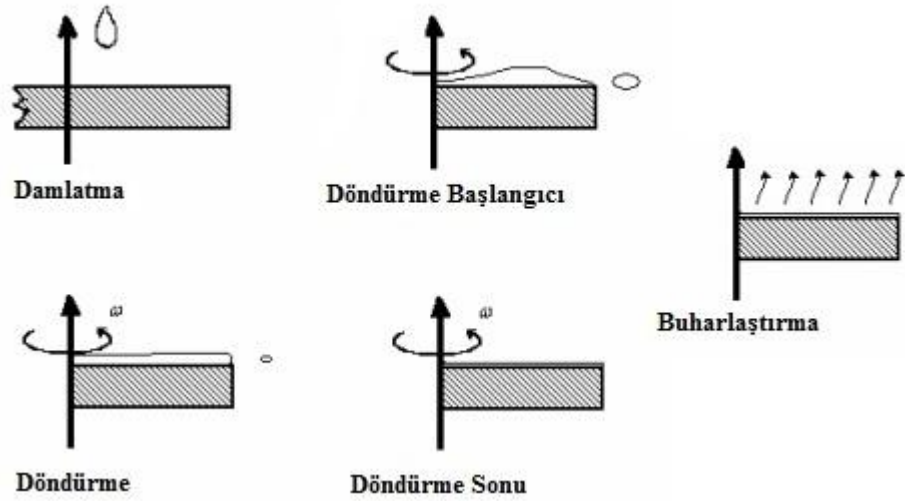
3.5.1. Döndürme Yöntemiyle İnce Film Depolama

Bu yöntem sert yüzeyler veya hafif pürüzlü taşıyıcılar üzerinde ince filmler oluşturmak için kullanılan yöntemdir. Bu yöntemde taşıyıcılar, çok yüksek dönme hızında, örneğin 1500-4000 devir/ dakika hızla döndürülürler.

Döndürme yöntemi ile film kaplama işlemi 5 aşamaya ayrılabilir [45]. Bu beş aşama birbirini takip eden süreçlerdir.

1. Birikim (Damlatma)
2. Döndürme Başlangıcı
3. Döndürme
4. Döndürme sonu (Durdurma)
5. Buharlaştırma

Şekil 3.6.'da döndürme yöntemi ile film kaplama şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.6. Döndürme yöntemi ile film kaplama şematik gösterimi [46]

Birikim aşamasında filmi kaplayabilecek çözeltiden daha fazlası duran veya yavaşça dönen taşıyıcı üzerine damlatılır. Daha sonra taşıyıcı yüksek bir devirle (2000-2500 devir/dakika) döndürülür. Sıvının fazlası film üzerinde merkezci kuvveti yenerek dışarı doğru ilerler ve taşıyıcıyı damlalar halinde terk eder. Üçüncü ve dördüncü aşamada

taşıyıcının üzerindeki ıslak film, taşıyıcı üzerine homojen olarak dağılır. Film incelidikçe kalan sıvının akışkanlığı azalır. Beşinci aşamada, film buharlaşmadan dolayı daha da incelik. Bu aşamada gaz haline dönüşmeyen çözeltinin koyulaşması, durdurma sürecinin sonuna kadar devam eder. Film kalınlığı durdurma sürecinden sonra değişimi devralan buharlaşma sürecinin oluşturduğu incelmeyi sonucudur. Buharlaşmayan bileşenlerden ne kadar kalırsa kalsın, film oldukça incelmiş ve yapışkanlık akışı durduğu zaman ince film oluşturulmuş olur. Film kalınlığının düzgün olmasını sağlayan iki kuvvet vardır. Bunlar merkezci kuvvet ve buna ters yönde sürtünme kuvvetidir [30]. Döndürme sonunda oluşan film kalınlığı şu ifade ile verilir:

$$h(t) = \frac{h_{(0)}}{\sqrt{1 + \frac{4\rho \omega^2 h_0^2 t}{3\eta}}} \quad (3.5.1.1)$$

Buradaki $h(t)$; ρ yoğunluğundaki, viskozitesi η olan ve ω açısal hızıyla döndürülen filmin t süre sonraki kalınlığıdır [46].

3.6. Ferrosıvı Sentez Yöntemi

Ferrosıvılar hem ticari olarak satın alınmış hem de laboratuvar ortamında sentezlenmiştir. Laboratuvar ortamında ferrosıvı sentezinde aşağıdaki prosedür takip edilmiştir.

Fe_3O_4 nanoparçacığının sentezlenmesi Sheparavoych [47] in çalışması baz alınarak yapılmıştır. Tipik bir tepkimedede 0.43 g $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ (2.16 mmol) ve 1.17 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (4.32 mmol) 20 mL distile su içinde karıştırmış ve Argon atmosferinde $80^\circ C$ de ısıtılmıştır. Karışım hızlı bir şekilde karıştırılırken bir şırınga ile 5 mL NH_4OH ilave edilmiş ve ısıtma işlemi 30 dakika devam etmiştir. Karışım daha sonra oda sıcaklığında soğumaya bırakılmış ve tüm su dikkatli bir şekilde dekante edilerek süzölmüş ve 20 mL taze deiyonize su ilave edilmiştir. Çözeltiyi alkali yapmak üzere tekrar 1 mL NH_4OH eklenmiştir. Ardından, 2 mL deiyonize su içerisinde 1 g sitrik asit ilave edilmiş ve sıcaklık $60^\circ C$ ayarlanarak karıştırma işlemi 2 saat kadar daha sürdürölmüş ve nanoparçacıklar elde edilmiştir. Taze damıtılmış su ilave edildikten sonra 5Krpm de 30

dakika boyunca ultra-santrifüj cihazında saflaştırma işlemine tabi tutulmuştur. Ortaya çıkan nanoparçacıklar negatif yüklü olup sıvı içinde askıda kalabilen parçacıklardır.

3.7. Hard Disklerin Hazırlanması ve Temizlenmesi

1.5 cm çaplı hard disk kupa (Seagate, Medalist 4310, Model ST34310A, 4.311 Mbytes) ticari hard diskten kestirilerek hazırlanmıştır.



Resim 3.4. Hard disk kupa ve depolama haznesi

Hard disk altlıklara ferrosıvı depolayabilmek için üzerlerinde bulunan lubrikant tabakanın temizlenmesi gerekmektedir. Bu amaçla kupa, önce aseton daha sonra etanol içerisinde 5'er dakika süreyle tutularak ultrasonik banyoda temizlenmiştir.

Resim 3.4.' de resmedilen depolama ünitesi çelik malzemedendir. Kupa boyutlarına uygun olacak şekilde yaptırılmıştır.

3.8. Hard Diskler Üzerine Ferrosıvı Depolama İşlemi

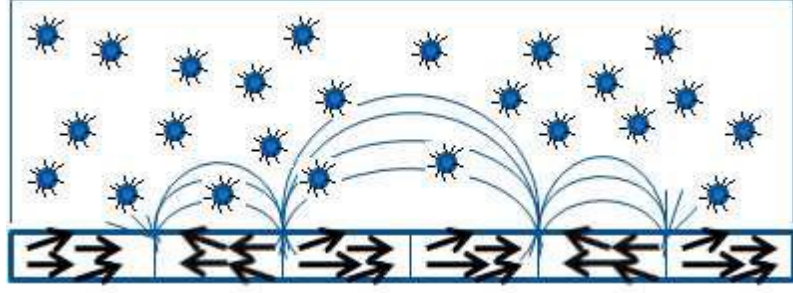
Hazır olarak satın alınan ferrosıvılar, FerroTec firmasından temin edilmiş olup magnetik nanoparçacıkların sıvı içerisindeki hacimce oranı %2'dir. Depolama sırasında ferrosıvı tekrar seyreltilerek %1, %3 ve %5'lik derişimler hazırlanmıştır.

Örneğin; % 5'lik çözelti, 100 μ L ferrosıvı ve 19.90 mL deionize (DI) su ile karıştırılarak hazırlanmıştır. Bunun sonucunda son çözelti % 0.5'lik bir magnetik nanoparçacık oranına sahip olmuştur. %3'lük çözelti için: 60 μ L ferrosıvı ve 19.94 mL deionize su ve %1' lik çözelti için: 20 μ L ferrosıvı ve 19.98 mL deionize su kullanılarak çözeltiler hazırlanmış olup bunun sonucunda son çözeltiler %0.1 %0.3 %0.5'lik magnetik nanoparçacık oranlarına sahip olmuştur. Depolama öncesi hard disk kupanlar önce aseton sonra isopropanol ile temizlenmiştir.

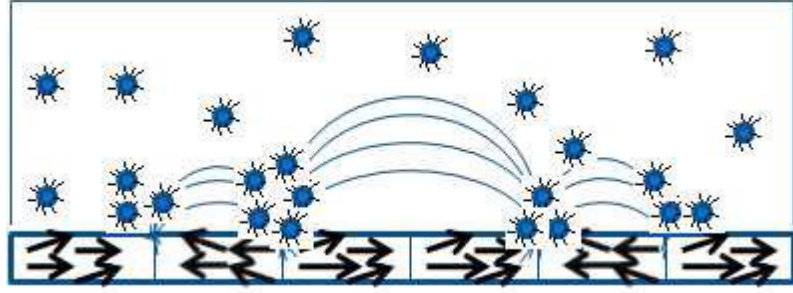
Kupan hazne içersine yerleştirilir ferrosıvı çözeltisi hazneye boşaltılır (Resim 3.5) ve 5 dakika kadar depolamanın gerçekleşebilmesi için beklenir. Daha sonra ferrosıvı hazne içerisinden boşaltılır. Depolama olayının gerçekleşmesi Şekil 3.7. ve Şekil 3.8.' de resmedilmiştir. Kupanın üzerine partiküllerin bir tabaka halinde depolandıklarını Resim 3.6.'da görüldüğü gibi çıplak gözle bile görmek mümkündür.



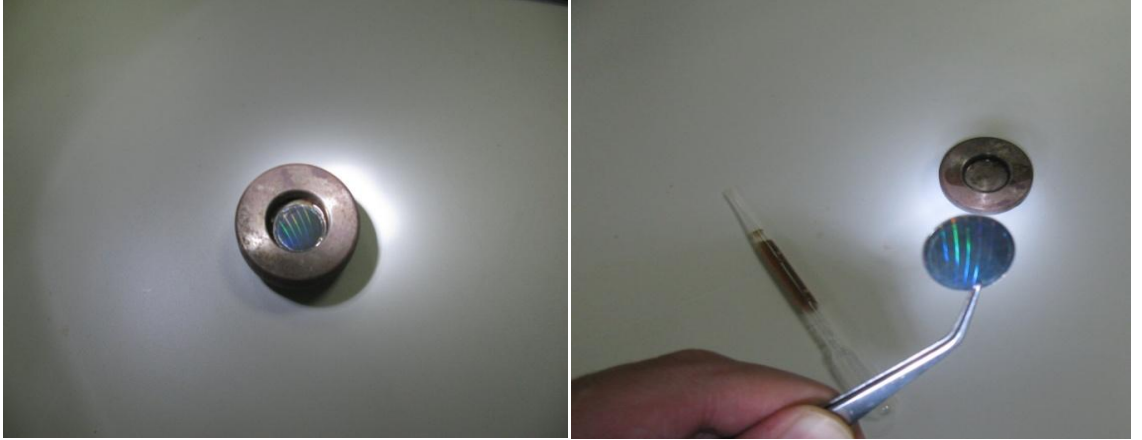
Resim 3.5. Kupanın hazneye yerleştirilmesi ve ferrosıvı çözeltisinin hazneye boşaltılması



Şekil 3.7. Ferrosıvı nanoparçacıklar ve hard disk üzerindeki bitler



Şekil 3.8. Bitler tarafından çekilen nanoparçacıklar



Resim 3.6. Hard disk kupan üzerine depolanan nanoparçacıkların çıplak gözle izlenmesi

3.9 Ferrosıvı Depolama Sürecinde Yapılan Denemeler

Hard diskler kupanlar üzerine daha iyi depolama elde edebilmek için farklı depolama şartları denenmiştir. Bu sayede optimum depolama şartlarına ulaşılmıştır. Bunlar şöyle sıralanabilir;

Deneme 1: Ferrosıvı çözeltisi çapı 1.5 cm olan kupanın üzerini tamamen kaplayacak şekilde damlatılır (~5mL). Sonra plastik pipetle 1 mL fosfat tampon çözeltisi (pH~7.0) damlatılır, 5 dakika beklenir sonra plastik bir pipet yardımıyla sıvıyı yavaşça çekilir. Bu sırada Ferrosıvı nanoparçacıkların kupanların magnetik alan çizgileri boyunca depolandığı gözle görülebilir. Sonra yüzeyi biraz daha temizlemek için birkaç damla saf su damlatılır hafif bir çalkalamadan sonra kupanın yüzeyi temizlenip oda sıcaklığında kurumaya bırakılır.

Deneme 2: Kupanın üzerine ferrosıvı çözeltisi damlatılır ve plastik pipetle bir damla tampon çözeltisi damlatılır, 5 dakika beklenir ve sonra bir plastik pipet yardımıyla kupan üzerindeki sıvı yavaşça çekilir. Bu sırada ferrosıvı nanoparçacıkların kupanın magnetik alan çizgileri boyunca depolandığı gözle görülebilir. Sonra kupan yüzeyini temizlemek için saf su dolu bir behere kupan birkaç kez daldırılıp çıkarılır, kupan yüzeyindeki nanoparçacıklar yüzeyden ayrılmaması için bu işlem çok yavaş yapılır. Sonra oda sıcaklığında kurumaya bırakılır.

Deneme 3: Bu kez tampon çözeltisi yerine saf su kullanılır. Kupan üzerine ferrosıvı damlatılır ve plastik pipet ile üç damla kadar saf su damlatılır, 5 dakika kadar beklenir ve kupan yüzeyinin nanoparçacıklarla depolandığını görülebilir. Ve sonra oda sıcaklığında kurumaya bırakılır.

Deneme 4: Kupan üzerine ferrosıvı çözeltisi damlatılır. Sonra üzerine pipetle 3 damla içme suyu damlatılır, 5 dakika kadar beklenir sonra bir pipet yardımıyla kupan üzerindeki ferrosıvı yavaşça çekilir. Sonra kupan üzerine birkaç damla daha içme suyu damlatılır bir dakika daha beklenir sonra bir pamuklu çubuğu kupanın kenarına değdirmek suretiyle kupan üzerindeki kalan sıvıyı da yavaşça çekilir ve oda sıcaklığında kurumaya bırakılır.

Deneme 5: Yine kupan üzerine ferrosıvı çözeltisi damlatılır sonra üzerine üç damla musluk suyu damlatılır ve 5 dakika kadar bekledikten sonra bir pipet yardımıyla önce ferrosıvı yavaşça çekilir. Sonra birkaç damla daha musluk suyu damlatılır ve pamuklu çubuk yardımıyla kupun kenarından yavaş bir şekilde yüzeyindeki su alındıktan sonra oda sıcaklığında kurumaya bırakılır.

Deneme 6: Kupan üzerine ferrosıvı çözeltilisi damlatılır sonra üzerine üç damla saf su damlatılır ve 5 dakika kadar bekledikten sonra bir pipet yardımıyla önce ferrosıvı sıvısı yavaşça çekilir. Sıvı çekildikten sonra kupan Spin coater cihazına yerleştirilir ve 2600 rpm de 30 saniye kadar döndürülerek kurutma işlemi gerçekleştirilir.

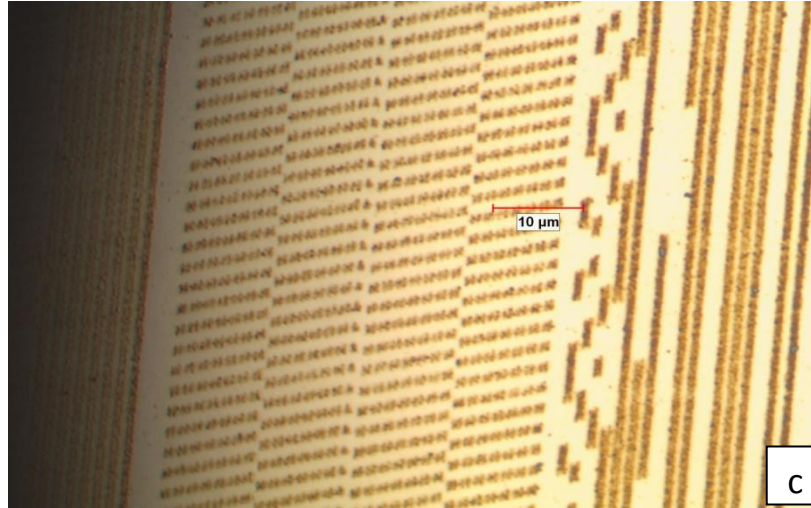
Yapılan denemelerden oda sıcaklığında kurumaya bırakılan hard disk kupanların yüzeylerinde lekelerin oluştuğunu ve görüntü kirliliğine neden olduğu belirlenmiştir. Ancak "Deneme 6" da ki işlem kontrollü bir şekilde hard disk kupan üzerinde temiz bir görüntü elde edilmesini sağlamıştır.

3.10. Depolanan Hard Disk Kupanların Optik Mikroskop Görüntüleri

Depolanan nanoparçacıklarla ilgili daha nitel görüntüler elde etmek için optik mikroskop kullanılmıştır.

Bunun için Mustafa Kemal Üniversitesi Fizik Bölümünde bulunan Nikon ECLIPSE MA100 marka optik mikroskobundan faydalanılmıştır. Ferro sıvı depolama sürecinde yapılan denemelerden en iyi depolamanın "Deneme 6" da ki olduğu belirlendikten sonra optik mikroskop görüntüleri alınmıştır.

Spin coater cihazı ile kurutulan kupanlara ait optik mikroskop görüntüleri Şekil 3.9a, 3.9b, 3.9c ' de verilmiştir. Optik mikroskop görüntülerinden hard disk üzerindeki bitler üzerine parçacıkların düzenli olarak bağlandıkları görülmektedir.



Şekil 3.9. Nanoparçacık kaplı kupanların optik mikroskopta görünümü a) 200 büyütme b) 500 büyütme c) 1000 büyütme

3.11. Ferrosıvı Kaplı Hard Disk Üzerine Polimer Kaplama İşlemi

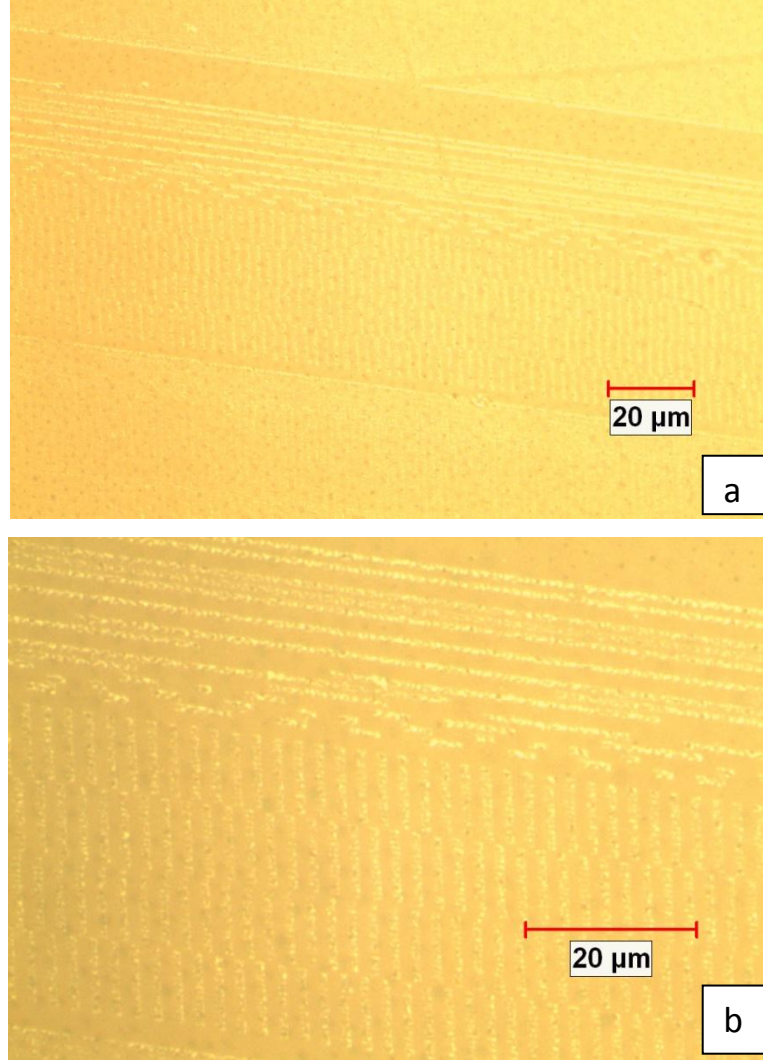
Hard disk kupa üzerine depolanan parçacıklar polimer ince film tabakaları üzerine aktarılmıştır. Bunun için nanoparçacık kaplı hard disk kupa Spin coater cihazına yerleştirilmiş ve Disk Coat 4220 (General Chemical Co. Bringhtan, MI) polimer hard disk kupa üzerine uygulanmıştır.



Resim 3.7. Nanoparçacık kaplı hard disk kupalara polimer kaplama ünitesi

2600 rpm de 30 sn boyunca spin coater cihazı ile polimer kaplamasını gerçekleştirilmiş sonra oda sıcaklığında 20 dakika süreyle kurumaya bırakılmıştır. Son işlem olarak da polimer tabakası özel olarak kestirilen halka şeklindeki bir bant üzerine aktarılmıştır.

Polimere aktarılmış nanoparçacıkların optik mikroskobundaki görüntüsü Şekil 3.10a ve 3.10b' de gösterilmiştir.

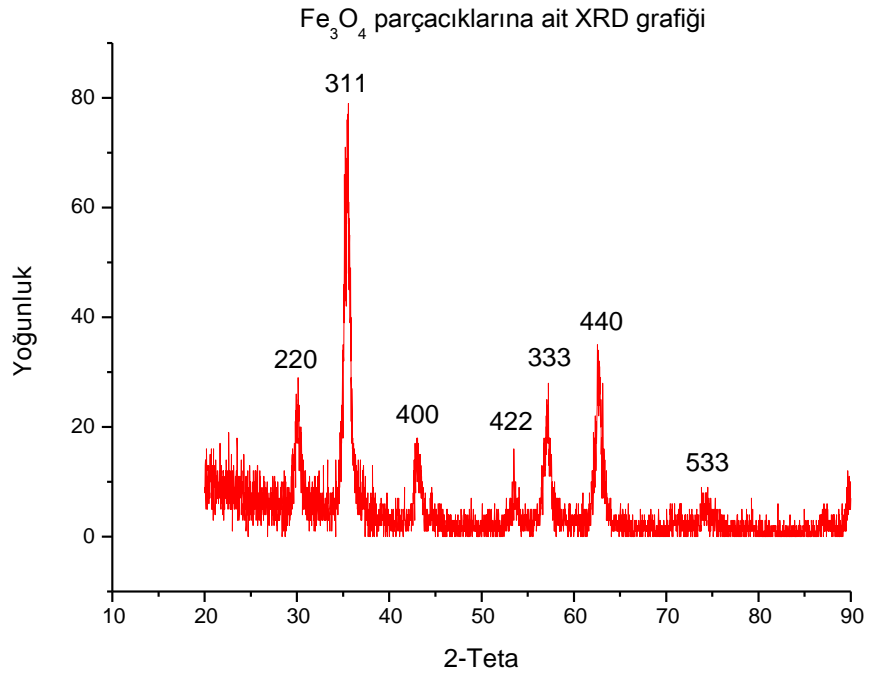


Şekil 3.10. Polimere aktarılmış nanoparçacıkların optik mikroskopundaki görünümü a) 500 büyütme b) 1000 büyütme

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. XRD Analiz Sonuçları

Łaboratuar şartlarında sentezlenen ferrosivı(sörfaktant katılmadan önce) içerisindeki sıvı buharlaştırıldıktan sonra kalan toz halindeki numuneye ait XRD ölçümleri alınmıştır. Sentez prosedürü verilen ferrosivıya ait XRD sonuçları Grafik 4.1.'de verilmektedir.



Grafik 4.1. Fe₃O₄ parçacıklarına ait XRD grafiđi

Malzemeye ait yansıma veren düzlemler (220), (311), (400), (422), (333), (440), (533) olarak indekslenmiştir ve yapının kübik bir yapı olduđu belirlenmiştir. [48] . XRD ölçümleri Kahramanmaraş Sütçü imam Üniversitesi Fizik Bölümü Laboratuvarında bulunan Rigaku marka XRD cihazı ile yapılmıştır. 2θ deđeri 0.02 aralıklarla 10°-90° arasında ölçülmüştür. Ölçümler de dalga boyu λ= 0.15418 nm olan K-alfa (CuK_α) ışınımı kullanılmıştır. XRD grafiđinde indekslenen pikler kullanılarak tane boyutu denklem 3.1.2' deki Scherrer formülü ile belirlenmiştir. Yapılan hesaplamalarda tane boyutu yaklaşık olarak (220) piki için 11.59 nm, (311) piki için 25.50 nm, (400) piki

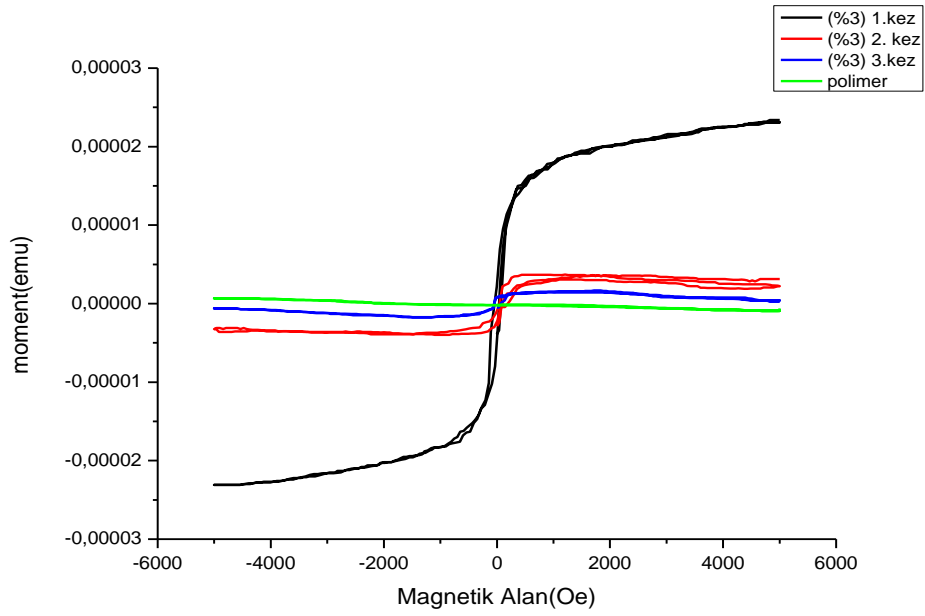
için 18.98 nm, (422) piki için 45.55 nm, (333) piki için 14.92 nm, (440) piki için 11.61 nm, (533) piki için 35.90 nm olarak ölçülmüştür.

4.2. VSM Analiz Sonuçları

Ferrosıvı kaplı polimerlerin magnetik özellikleri, Quantum Design Physical Property Measurement System (PPMS 9T) marka VSM cihazı ile belirlendi. Hem ticari olarak satın alınan hem de laboratuarda üretilen nanoparçacık kaplı polimerlere ait ölçümler gerçekleştirilmiştir.

%3'lük çözeltiler kullanılarak kaplanan kupanlardan soyulan polimerlere ait histeresiz eğrileri Grafik 4.2 ve Grafik 4.3'de gösterilmektedir. Bunlardan Grafik 4.2 ticari olarak satın alınan ferrosıvı, Grafik 4.3 ise laboratuvar ortamında üretilen ferro sıvılara ait grafiklerdir.

Burada nanoparçacık kaplı olmayan polimerde magnetizasyon gözlenmezken ard arda üç kez soyulan polimerler üzerinde alınan ölçümlerden, en fazla magnetizasyonun bir kez soyulan polimerde ortaya çıktığı gözlenmiştir. Bunu sebebi ilk kez polimere aktarma işleminde, kupan üzerinde depolanan magnetik nanoparçacıkların tamamının polimere aktarılmamış olmasındandır. Ayrıca, kalıcı magnetizasyon değerlerine göre birinci kez soymada kupan üzerinde depolanan magnetik nanoparçacıkların yaklaşık %90'nın polimer ince filme transfer edildiği belirlenmiştir.

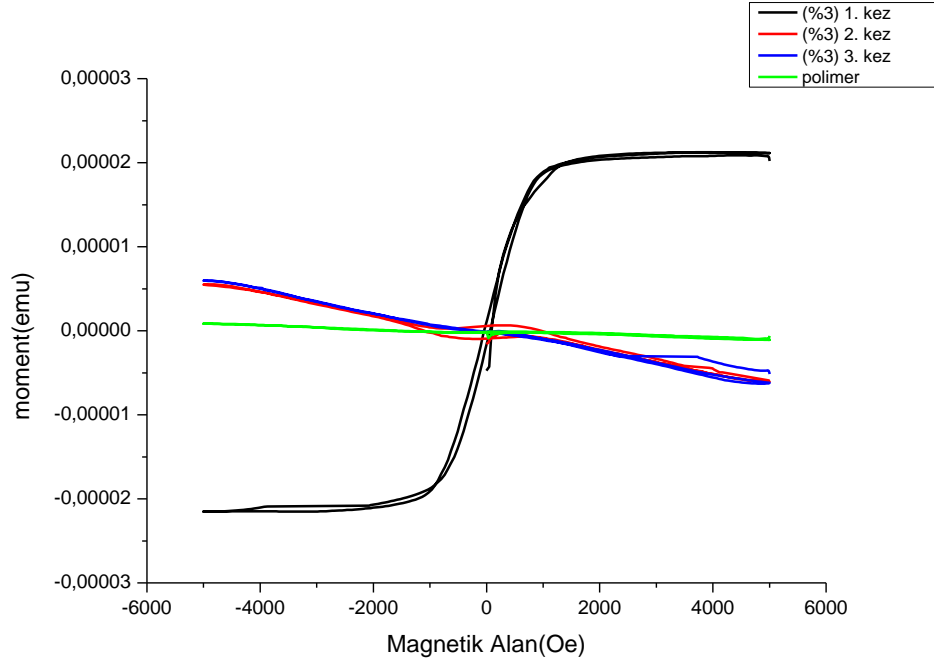


Grafik 4.2. Ticari olarak satın alınan ferrosıvı depolanmış kupanın üç kez üst üste polimer kaplanıp soyulduktan sonra alınan VSM ölçümü

İkinci kez de soyulan polimerin kupan yüzeyinde kalan tüm parçacıkları kupa yüzeyinden koparamadığı, kupanın üçüncü kez polimerle kaplanıp soyulmasına rağmen histeresiz eğrisinde kalıcı mıknatıslık değeri okunmasından anlaşılmaktadır.

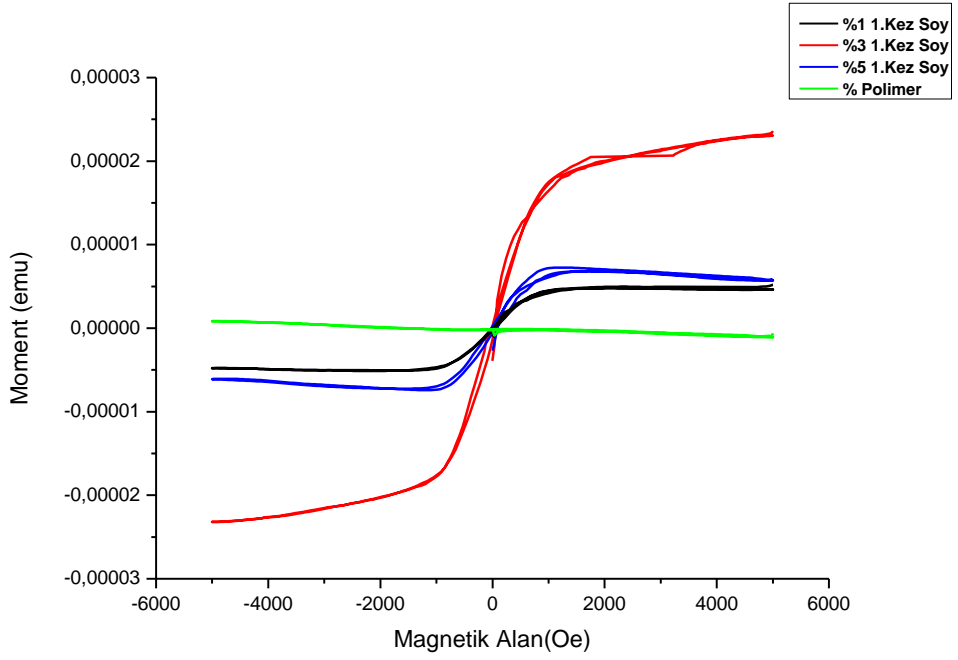
Laboratuar ortamın üretilen ferrosıvı nanoparçacık kaplı polimerlere ait VSM grafiği incelendiğinde saf polimer ince filmde magnetizasyon gözlenmezken sırasıyla bir kez, iki kez, üç kez soyulan polimerlerin kalıcı magnetizasyon değeri en fazladır. Bu ise, birinci kez soymada kupa üzerinde depolanan magnetik nanoparçacıkların %90'nı polimer ince filme transfer edilmiştir.

Grafikler incelendiğinde hem laboratuar ortamında üretilen hem de ticari olarak satın alınan magnetik parçacıklarla kaplı olan polimerlerin bir kez soyulduktan sonra ölçülen histeresiz eğrileri benzerdir. Çünkü magnetik nanoparçacıkların ilk soymada %90'nın polimer ince filme transfer edilmesinden kaynaklanmaktadır.



Grafik 4.3. Laboratuvar ortamında sentezlenen ferrosiVı depolanmış kupanın üç kez üst üste polimer kaplanıp soyulduktan sonra alınan VSM ölçümü

Grafik 4.4.' de ticari olarak alınan ferrosiVıyla hazırlanan %1, %3, %5'lik çözeltiler ile kaplanan kupanlardan soyulan polimerlerin bir kez soyulması sonucu ortaya çıkan histeresiz eğrisi incelenmektedir. %3'lük çözelti ile depolanmış kupandan soyulan polimerin kalıcı magnetizasyon değeri en yüksek sonra sırasıyla %5, %1'lik çözeltiyle kaplı polimer gelmektedir. Buda %3'lük çözeltinin daha yoğun depolandığını göstermektedir.



Grafik 4.4. Ticari ferrosıvıdan hazırlanan %1, %3, %5'lik çözeltilerin kaplı olduğu polimerlerin bir kez soyulduktan sonra alınan VSM ölçümü

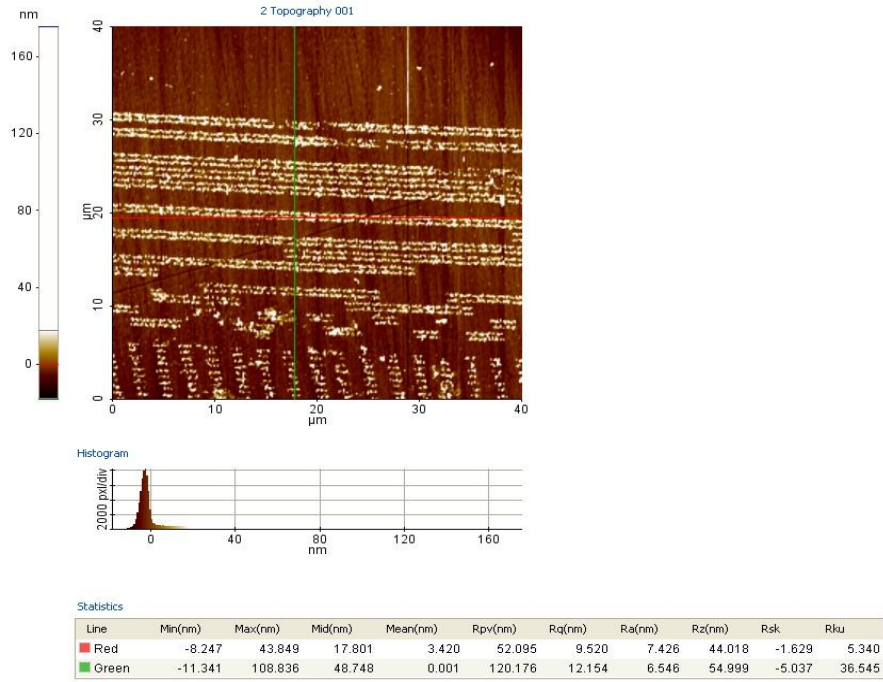
4.3. AFM Analiz Sonuçları

Atomik Kuvvet Mikroskopu (AFM) görüntüleri, yüzey topolojisi hakkında bilgileri içermektedir. Atomik Kuvvet Mikroskopu (AFM) ölçümlerini Fatih Üniversitesi Biyo Nano Teknoloji Araştırma Geliştirme Merkezinde bulunan Park Systems XE-100E model AFM cihazı ile alınmıştır.

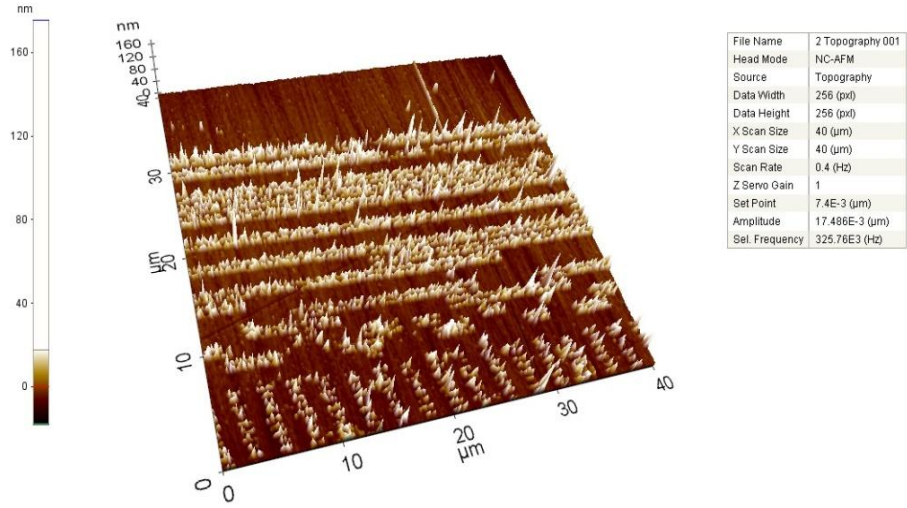
Atomik boyutlara kadar sivriltilmiş bir iğne ucu, yüzeyin yüksek çözünürlükte, üç boyutlu görüntülenmesini sağlar. Görüntüleme, iğne ucunun yüzey ile etkileşiminin incelenmesi sonucunda gerçekleştirilir. Değişik amaçlar için farklı iğne uçları kullanılır. Taramalı alan mikroskopu üç farklı teknik kullanabilmektedir. Bunlar; iğnenin yüzeye temas ettirilerek uygulandığı temas yöntemi, iğnenin yüzeye temas etmediği temassız yöntem ve iğnenin yüzeye vurarak uygulandığı vurma yöntemidir. Ölçümlerde iğnenin yüzeye temas etmediği temassız yöntem kullanılmıştır. Kullanılan iğne ucunun yay sabiti 40 N m^{-1} , iğnenin uzunluğu $30 \text{ }\mu\text{m}$, rezonans frekansı ise 325 kHz dir.

Ticari olarak satın alınan ferrosıvı nanoparçacıklardan hazırlanan farklı derişimlerdeki çözeltilerden kupan üzerine depolamalar yapılmıştır. Bu depolamaların AFM görüntüleri Şekil 4.1- Şekil 4.8’de verilmiştir.

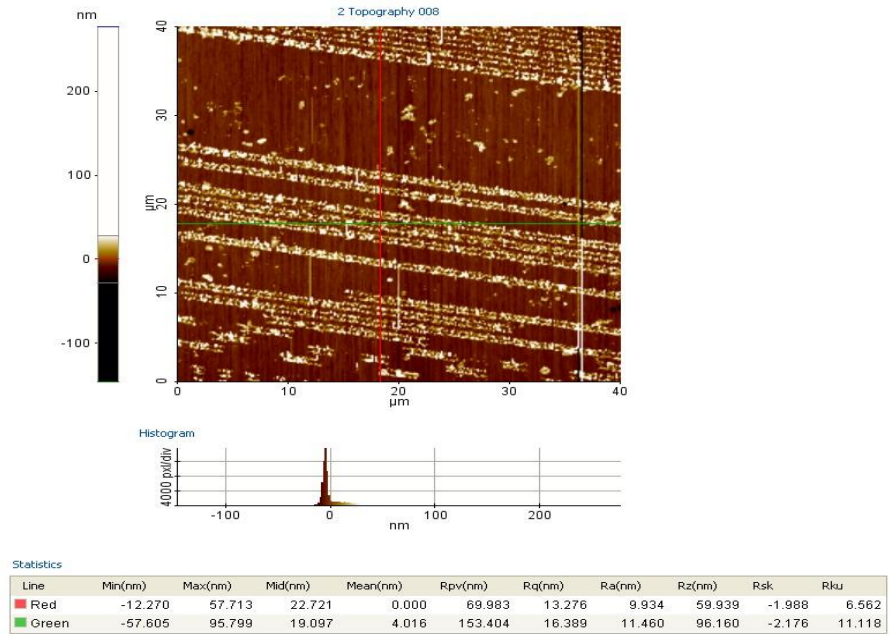
AFM görüntülerinde magnetik nanoparçacıkların kupan üzerindeki bitlere düzenli bir şekilde depolandıkları görülmektedir.



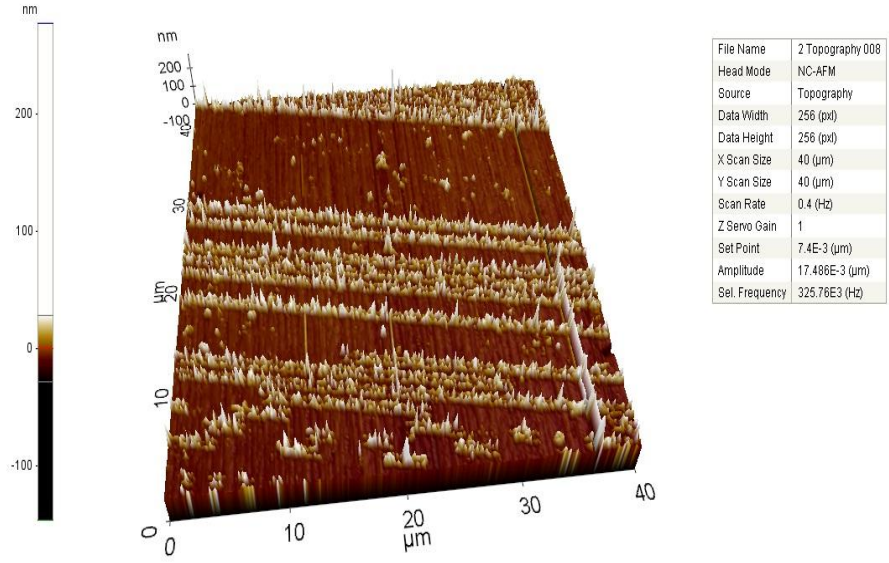
Şekil 4.1. %1’lik Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın AFM görüntüsü



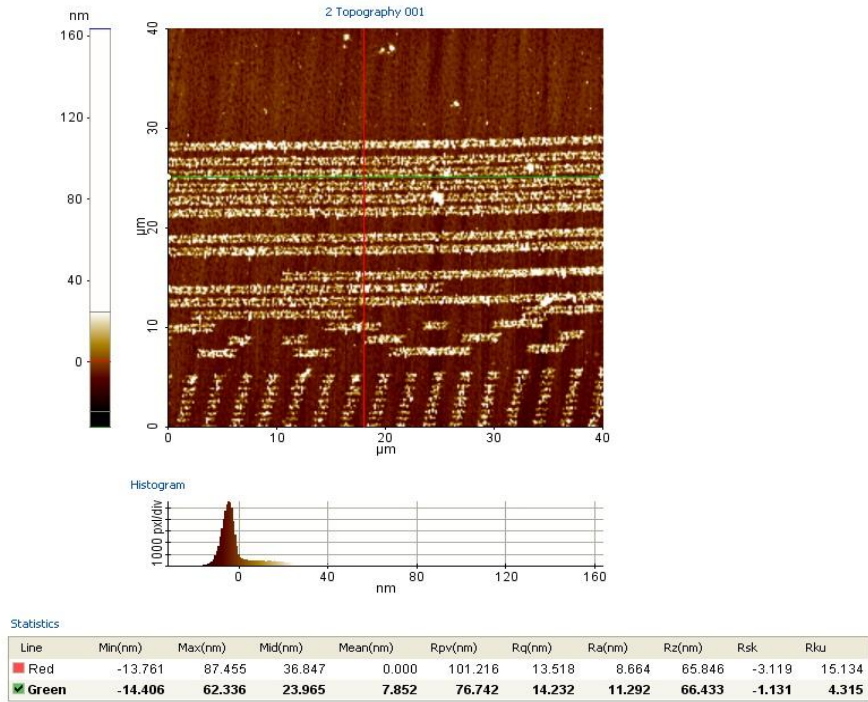
Şekil 4.2. %1'lik Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın üç boyutlu AFM görüntüsü



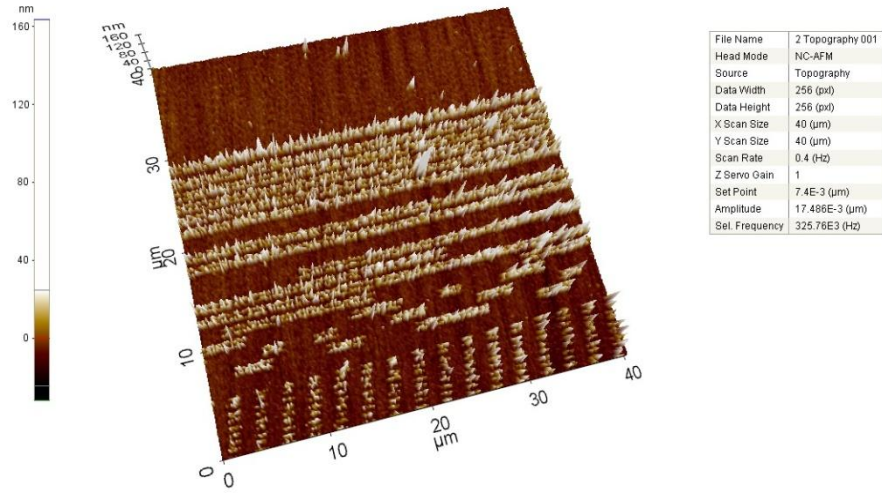
Şekil 4.3. %3'lük Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın AFM görüntüsü



Şekil 4.4. %3'lük Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın üç boyutlu AFM görüntüsü

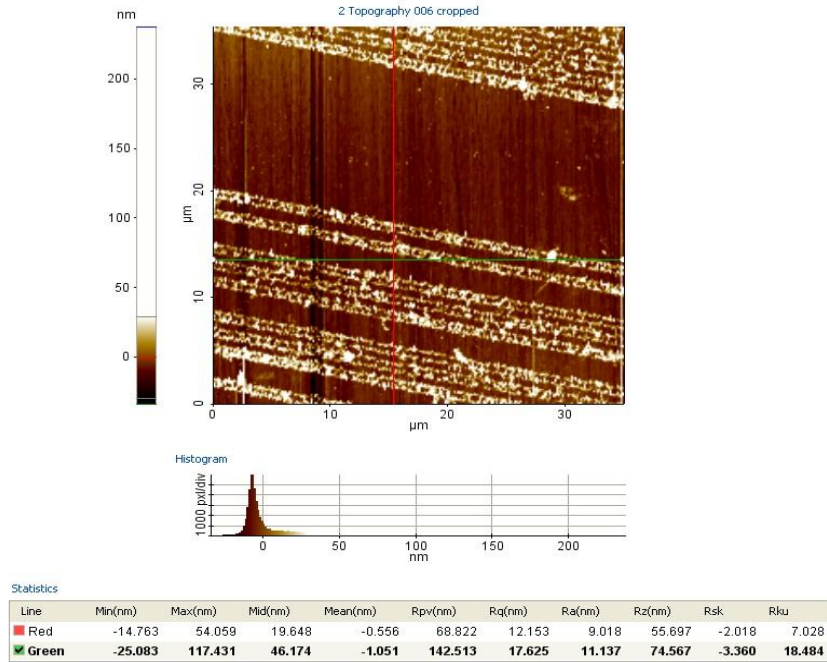


Şekil 4.5. %5'lik Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın AFM görüntüsü

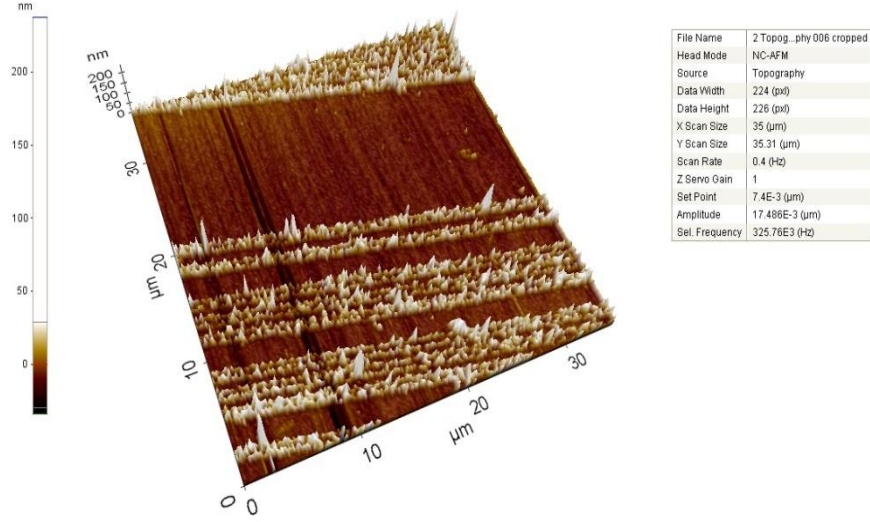


Şekil 4.6. %5'lik Ticari ferrosıvı ile kaplı kupanın üç boyutlu AFM görüntüsü

Aynı şekilde laboratuvarında üretilen ve içerisinde hacimce oranı %3.9 olan ferrosıvı sıvısından kupan üzerinde depolanan nanoparçacıkların AFM görüntüleri de Şekil 4.7 ve Şekil 4.8'de gösterilmiştir.



Şekil 4.7. Laboratuvar ortamında üretilen ferrosıvı ile kaplı kupanın AFM görüntüsü



Şekil 4.8. Laboratuvar ortamında üretilen ferrosıvı ile kaplı kuponun üç boyutlu AFM görüntüsü

Yüzey topografyaları incelendiğinde, R_a , R_q , R_p , R_{sk} , R_z ve R_{ku} parametreleri göz önüne alınır [49]. Her numune için bu parametreler göz önüne alındığında hangi numunede bu parametreler küçük ise o numune daha düzgün depolanmış demektir. Yüzey pürüzlülükleriyle ilgili olarak bilgisine en çok başvuru parametrelerden biri olan ve değerlendirilen profilin aritmetik ortalama sapma değeri R_a , değerlendirme uzunluğu içindeki en yüksek tepe ile en derin vadi arasındaki fark olan R_q , değerlendirme uzunluğu içinde en yüksek tepenin yüksekliğini ifade eden parametre R_p , yüzey profilinin çarpıklığını ifade eden parametre R_{sk} , on tane noktanın ortalama pürüzlülüğü R_z , ve çizginin basıklığı olan R_{ku} gibi AFM parametreleri göz önüne alındığında, aynı şartlarda depolanan çözeltilerden %1'lik çözeltinin daha düzgün depolandığı ve yüzey pürüzlüğünün daha az olduğu belirlenmiştir. Ancak ticari ferro sıvılar içerisinde en yoğun depolanmanın %3'lük çözelti ile yapıldığı sonucuna varılmıştır (Çizelge 4.1). Bununla birlikte, ticari olarak alınan ferro sıvı, laboratuvar ortamında üretilen ferro sıvıya göre daha iyi kaplandığı görülmektedir. Bunun sonucunda ticari olarak satın alınan ferro sıvı nanoparçacık boyutlarının laboratuvar ortamında üretilen nanoparçacıklara göre daha küçük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çizelge 4.1. Çözeltiler için Ra, Rq, Rp, Rsk, Rz ve Rku değerlerinin karşılaştırılması

ÇÖZELTİLER	R _a (nm)	R _q (nm)	R _p (nm)	R _{sk} (nm)	R _z (nm)	R _{ku} (nm)
Ticari ferrosıvı %1'lik çözelti	6.546	12.154	120.176	-5.037	54.999	36.545
Ticari ferrosıvı %3'lik çözelti	11.460	16.389	153.404	-2.176	96.160	11.118
Ticari ferrosıvı %5'lik çözelti	11.292	14.232	76.742	-1.131	66.433	4.315
Laboratuvarda üretilen ferrosıvı % 3.9'luk çözelti	11.137	17.625	142.513	-3.360	74.567	18.484

4.4. Kırılma İndisi Sonuçları

Ferrosıvı kaplı polimerlerin optik özellikleri UV ile incelendi. UV ölçümleri Diyarbakır Dicle Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında Shimadzu UV-3600 marka UV cihazı ile alındı. Bu ölçümlerde kırılma indisi tayini direkt olarak yapılmayıp teorik hesaplama gerektirmektedir.

UV de ölçüm yapılırken önce hava referans alınmış; havanın geçirme, absorpsiyon ve yansımaya değerleri sıfırladıktan sonra numune ölçümlerine başlanmıştır. Önce absorpsiyon ve geçirme, değerleri ölçüldü sonra yansımaya değeri ölçüldü. Çünkü yansımaya değeri ölçülürken numunenin yerinin değiştirilmesi gerekmektedir. Ölçümler 220-2600 nm dalga boyu arasında gerçekleştirildi. UV cihazından alınan geçirme, absorpsiyon ve yansımaya değerleri aşağıdaki formüllerde kullanılarak teorik olarak kırılma indisleri hesaplandı [50].

Numunenin yansımaya katsayısı R , soğurma katsayısı α , kompleks kırıcılık indisi $n_1 - jk_1$, ve filmin kalınlığı x , ile karakterize edilir. Soğurma katsayısı, sönüm katsayısına k_1 , aşağıdaki gibi bağımlıdır.

$$\alpha = 4 \frac{\pi k_1}{\lambda} \quad (4.4.1)$$

Soğurma katsayısının yansımaya katsayısı ve geçirgenlik katsayısı ile ilişkisi;

$$\alpha = \frac{I}{x} \ln \left(\frac{(1-R)^2}{2T} + \left[\frac{(1-R)^4}{4T^2} + R^2 \right]^{1/2} \right) \quad (4.4.2)$$

şeklinde ifade edilir. Burada ki x değeri ince filmin ortalama kalınlığıdır ve bunun bilinmesi gerekmektedir. Yapılan bir çalışmada, 2600 rpm’de döndürülen aynı polimere ait bir filmin kalınlığının yaklaşık olarak 200 nm olduğu ölçülmüştür [51].

Kırılma olayı ışının malzemeye dik geldiği durumlarda malzemenin içine geçerken yön değiştirmesidir. Bir malzeme için kompleks kırılma indisi (n) olmak üzere,

$$n = n_0 - ik \quad (4.4.3)$$

eşitliği ile verilir. Burada n_0 ; kırılma indisinin gerçel kısmı, k değeri ise kırılma indisinin sanal kısmıdır ve “sönüm katsayısı” olarak ifade edilir. Kırılma indisinin yansıma cinsinden ifadesi;

$$n_0 = \frac{1+R}{1-R} + \sqrt{\frac{4R}{(1-R)^2} - k^2} \quad (4.4.4)$$

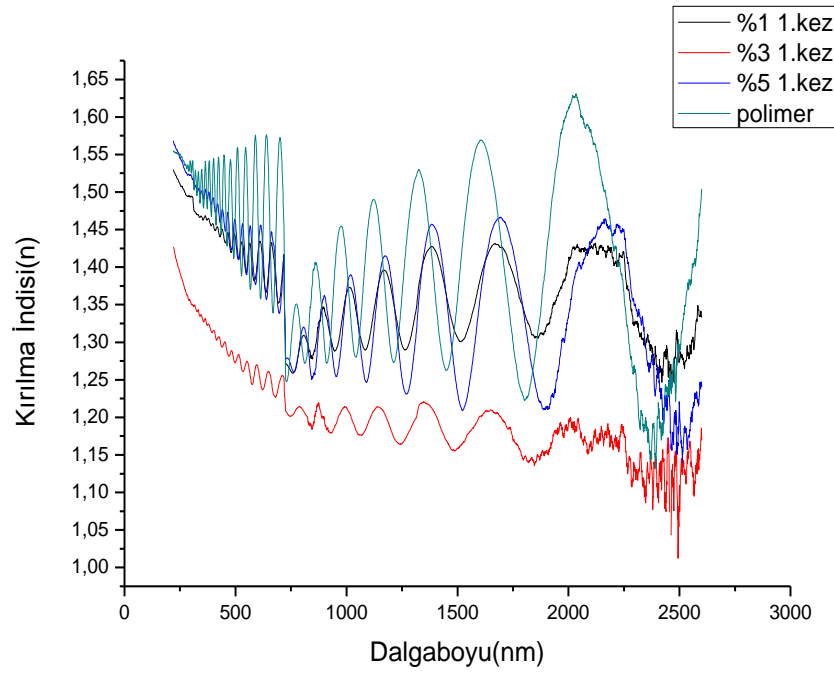
şeklindedir.

Ferrosıvı nanoparçacıkların polimerin kırılma indisini düşürdükleri kırılma indisi grafiklerinden anlaşılmaktadır. Çözeltiler içindeki magnetik nanoparçacıkların yoğunlukları farklıdır. Yoğunluk %5’lik çözeltide en fazla, %1’lik çözeltide en azdır. Grafik 4.5 ve Grafik 4.6 incelendiğinde 1000 nm dalga boyunda saf polimerin kırılma indisi en fazla olup, sonra sırasıyla %1, %5, %3 çözeltileri gelmektedir. Nanoparçacıkların depolama ve polimere aktarma şartları aynı olmasına rağmen kırılma indislerindeki artış çözeltilerdeki nanoparçacık yoğunluğunun artışına uymamaktadır. Kırılma indislerinin farklı olmasının sebebi ferrosıvı depolama sürecinde nanoparçacıkları çöktürmek için kullanılan DI saf sudan kaynaklandığı düşünülmektedir. %1 lik çözelti içindeki parçacık sayısı az olduğu için kullandığımız DI saf su bu parçacıkları çöktürmekte ancak parçacık sayısı az olduğu için az yoğunluklu

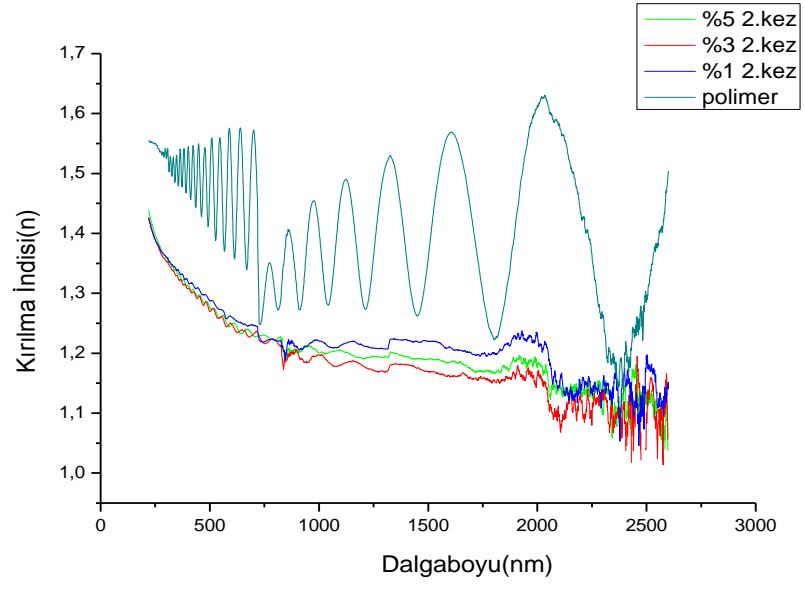
bir depolama olmaktadır. Aynı durum %5'lik çözelti için geçerlidir ama %5 çözeltisi yoğun olduğu için DI saf su tüm parçacıkları çöktürememektedir, fakat %1 çözeltisinden daha fazla parçacık çöktürmektedir. %3 lük çözeltide ise depolama sırasında damlatılan DI saf su %1 ve %5 çözeltilerinden daha fazla parçacık çöktürmekte ve daha yoğun bir depolama oluşmaktadır.

Depolanan kupanlara polimer kaplaması yapıldıktan sonra soyulup UV de kırılma indisleri teorik olarak hesaplanmıştır. Kırılma indisi grafikleri incelemek olursa %3'lük çözelti polimerin kırılma indisini en fazla düşürürken sonra %5 ve %1 çözeltileri gelmektedir. Kupanlara ikinci kez polimer kaplaması yapıp soyulduktan sonra bile %3 çözeltisinin kırılma indisinin hala en küçük olduğunu görülmektedir.

UV sonuçları VSM sonuçları ile tutarlıdır. VSM ölçümlerinde en yoğun depolanan %3'lük çözelti iken sonra %5 ve %1 çözeltileri gelmektedir.



Grafik 4.5. Ticari ferrosıvı kaplı polimerin birinci kez soyulduktan sonra ölçülen kırılma indisi grafiği



Grafik 4.6. Ticari ferrosıvı kaplı polimerin ikinci kez soyulduktan sonra ölçülen kırılma indisi grafiği

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında öncelikle Türkiye’de bir ilk olarak ferrosıvı magnetik nanoparçacıkları ticari bilgisayar hard diskleri üzerine depolama, ardından bu nanoparçacıkları polimer ince film üzerine aktarma sistemi kurulmuş ve düzenli/sağlıklı bir şekilde çalışır hale getirilmiştir.

Yapılan tez çalışmasında öncelikle hazır olarak satın alınan ferrosıvı nanoparçacıkları ticari hard diskler üzerine kontrollü olarak depolanmasına yönelik optimum şartlar belirlenmiştir. Çok sayıda yapılan denemeler sonucunda, nanoparçacıkları çöktürmek üzere saf su kullanılmasının ve kupan yüzeyinin temizliği için Spin coater cihazında 2600 rpm de 30 saniye döndürülmesinin başarılı bir depolama için gerekli olduğu belirlenmiştir.

Daha sonra laboratuvar ortamında ferrosıvı nanoparçacıklar sentezlenmiştir. Partiküllerin yüzey gerilimini düşürmek amacıyla kullanılan, bu sayede magnetik nanoparçacıkların topaklanmasını engelleyen sörfaktantlardan olan sitrik asit kullanılarak nanoparçacıkların üretimi başarı ile gerçekleştirilmiştir.

Bununla birlikte, gerek ticari olarak alınan gerekse laboratuvar ortamında sentezlenen ferrosıvıların kupan üzerine depolandıktan sonra polimer ince filmlere aktarılması sağlanmıştır. Üç kez ard arda soyulan kupanlarda, her seferinde de bir miktar nanoparçacıkların polimere geçtiği izlenmiştir.

XRD ölçümleri sonucunda malzemeye ait yansıma veren düzlemler (220), (311), (400), (422), (333), (440), (533) olarak indekslenmiştir ve yapının kübik bir yapı olduğu belirlenmiştir. Bununla birlikte Debye-Scherrer formülü ile yapılan hesaplamalarda tane (311) pikine ait tane boyutu yaklaşık 25,50 nm olarak bulunmuştur.

Kupan üzerindeki nanoparçacıklar atomik kuvvet mikroskobu ile gözlenmiştir. AFM analizinde, hazır olarak alınan ferrosıvıdan hazırlanan çözeltilerden %3'lük çözeltinin en yoğun depolama görüntüsünü verdiği görülmüştür. Yine AFM analizlerine göre hazır

olarak alınan ferrosivuların laboratuvar ortamında sentezlenen ferrosivilara göre daha iyi depolandığı belirlenmiştir. Buradan, hazır olarak alınan ferrosivü nanoparçacıkların büyüklüklerinin hard diskin bit uzunlukları (10-20 nm) ile aynı mertebede iken laboratuvar ortamında sentezlenen ferrosivuların daha büyük boyutta olduğu sonucuna varılmıştır.

Nanoparçacıklar polimer ince filme aktarıldıktan sonra magnetik özellikleri VSM ile incelenmiştir. Saf polimer magnetik olmayan bir malzeme olduğu için herhangi bir histeresiz eğrisine rastlanmamıştır. Bununla birlikte hem hazır olarak alınan hem de laboratuvar ortamında sentezlenen nanoparçacıklarla kaplı polimerlerin birinci kez soyulmalarında 10^{-6} emu mertebesinde kalıcı magnetizasyon değerleri belirlenmiştir. Hazır olarak temin edilen ferrosivüden %3'lük olarak hazırlanan çözelti ile depolanan kupandan aktarılan polimer ince filmde kalıcı magnetizasyon değeri diğerlerine göre daha yüksek olduğu ortaya konmuştur. Bu sonucun, en yoğun depolama görüntüsünün %3'lük çözeltide izlendiği AFM sonuçları ile bir uyum içinde olduğu değerlendirilmektedir.

Nanoparçacık kaplı polimerlerin optik özellikleri UV spektrometresi ile gerçekleştirilmiştir. UV'den alınan sonuçlara bağlı olarak hesaplanan değerlere göre saf polimerin kırılma indisinin dalga boyuna bağlı değişimlerinde bir osilasyon izlenmiştir. Buna bağlı olarak nanoparçacık kaplı polimerlerin kırılma indislerinde de osilasyonlar tespit edilmiştir. Nanoparçacık kaplı polimerin kırılma indisinin saf polimere göre azaldığı özellikle %3'lük çözeltiden hazırlanan polimerin kırılma indisinin en fazla düştüğü tespit edilmiştir. Bu sonucun da, en iyi depolanmanın %3'te olduğunu ortaya koyan AFM ve VSM sonuçları ile uyumlu olduğu düşünülmektedir.

Sonuç olarak, ferrosivuların yaygın ve güncel kullanım alanları düşünüldüğünde kontrollü ferrosivü depolamaya imkân veren bu sistem, literatürde oldukça büyük bir boşluğu dolduracak ve yeni nesil iletken ve magnetik polimer tasarımında yol gösterici olacaktır.

6. KAYNAKLAR

- [1] Kodama, R. H., Magnetic nanoparticles., *J. Magn. Magn. Mater.* 200, 359–372 (1999).
- [2] Roco, M.C., *J Nanopart. Res.* 1 (1999) 1- 6
- [3] Van, X., Liu F., Li Z., and Liu G., Poly(acrylic acid)-lined nanotubes of Poly(butyl methacrylate)-block -poly(2- cinnamoyloxyethyl methacrylate), *Macromolecules*, 34, p.9112, 2001.
- [4] Sharma J., Vivek J.P., Vijayamohanan K.P., Singh P., and Dharmadhikari C.V., Directed organization of gold nanoclusters on silver nanowires: a step forward in heterostructure assembly. *Appl. Phys. Lett.*, 88: p. 193103, 2006.
- [5] Conley, J.J. F., Stecker L., and Ono Y., Directed integration of ZnO nanobridge devices on a Si substrate. *Appl. Phys. Lett.*, 87: p. 223114, 2005.
- [6] Vega, RA, Maspoch D., Salaita K., and Mirkin C.A, Nanoarrays of single virus particles. *Angewandte Chemie.*, 44: p. 6013, 2005
- [7] Masuda, J., Takano A., Nagata Y., Noro A., and. Matsushita Y., Nanophase separated synchronizing structure with parallel double periodicity from an undecablock terpolymer. *Phys. Rev. Lett.*, 97: p. 098301, 2006.
- [8] Lopes, W.A. and Jaeger H.M., Hierarchical self-assembly of metal nanostructures on diblock copolymer scaffolds. *Nature*, 414: p. 735. 2001.
- [9] Jia, T.Q, Zho F.L., Huang M., Chen H.X., Qiu J.R., Li RX, Xu Z.Z., and Kuroda H., Alignment of nanoparticles formed on the surface of 6H-SiC crystals irradiated by two collinear femtosecond laser beams. *Appl. Phys. Lett.*, 88: p.111117, 2006.
- [10] Hikono, T., Matsumura T., Miura A., Uraoka, Y., Fuyuki, T., Takeguchi M., Yoshii S., and Yamashita I., Electron confinement in a metal nanodot monolayer embedded in silicon dioxide produced using ferritin protein. *Appl. Phys. Lett.*, 88: p.023108, 2006.
- [11] Jung, G.Y., Ganapathiappan S., Ohldberg, D.AA, Olynick D.L., Chen Y., Tong W.M. , and Williams RS., Fabrication of a 34 x 34 crossbar structure at 50 nm half-pitch by UV-based nanoimprint lithography. *Nano Letter*, 4(7): p. 1225, 2004.
- [12] Kunnavakkam, M.V., Houlihan, F.M., Schlax, M., Liddle, J.A, Kolodner, P., Nalamasu, O., and Rogers, J.A, Lowcost low-loss microlens arrays fabricated by soft-lithography replication process. *Applied Physics Letters*, 82(8): p. 1152, 2003.

- [13] Welle, AM. and Jacobs, H.O., Printing of organic and inorganic nanomaterials using electrospray ionization and Coulomb-force directed assembly. Appl. Phys. Lett., 87: p. 263119, 2005.
- [14] Wang, M., Jing, N., Su C.B., Kameoka, J., Chou C.K., Hung M.C., and Chang K.A, Electrospinning of silica nanochannels for single molecule detection. Appl. Phys. Lett., 88: p. 033106, 2006.
- [15] Kameoka, J.and Craighead, H.G., Fabrication of oriented polymeric nanofibers on planar surfaces by electrospinning. Appl. Phys. Lett., 83(2): p. 371, 2003.
- [16] Mutlu Can, M., "Manyetik Nanoparçacıkların Fiziksel Özelliklerinin Araştırılması", Yüksek lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2005
- [17] <http://www.universetoday.com/56469/atom-diagram/> (28.03.2013)
- [18] Tacer E., (2004),"Ders Notları"İ.T.Ü Elektrik Elektronik Fakültesi, İstanbul
- [19] Akdoğan N., (2004), "İnce Filmlerde Manyeto-Optik Ölçümler" Yüksek Lisans Tezi, Y.T.Ü, İstanbul
- [20] Brian F.P, (1999), " An Inclusive Model of Ferromagnetic Hysteresis" Queen's University Kigston,Ontario, Canada, Power Point Sunu
- [21] Heinonen O., (2003) ," Computation Applied Magnetics" Seagate Technology, Power Point Sunu
- [22] http://www.tmmndt.com/download/MPI_demagnetizasyon.pdf (10.06.2011)
- [23] Çöktüren E., "Ferromanyetik Filmlerde Oluşan Yüzey Manyetik Anizotropisinin Numerik Çözümlemesi", Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2008
- [24] Wood R., 2000, The feasibility of magnetic recording at 1 Tbit/in², IEEE Trans, Magn, 38, 95-100
- [25] Magnetic Fluids and Applications Handbook , edited by B. Berkovski and V. Bashtovoy, Begell House, Wallingford (1996).
- [26] <http://www.core.form-ula.com/2009/05/07/ferrofluid/>
- [27] www.jeofizikmuhendisleri.com/makaleler/Manyetik.Cisimlerin.Siniflandirilmesi
- [28] K. Raj and R. Moskowitz, "Commercial applications of ferrofluids", Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 85, 233 (1990)
- [29] V. Bashtovoi, "Static of Magnetic Fluids", Chapter 3 of reference [34]

- [30] K. Raj, "Magnetic Fluids and Devices: a Commercial Survey", Chapter 5 of reference[34]
- [31] S. L. Gómez and A. M. Figueiredo Neto, Phys. Rev. E 62, 675 (2000).
- [32] S. L. Gómez, F. L. S. Cuppo, and A. M. Figueiredo Neto, Braz. J. Phys. 33, 813 (2003).
- [33] Khoo, I.C., Liquid Crystals:Physical Properties and Nonlinear Optical Phenomena (Wiley, New York) (1987).
- [34] Lübbe, A.S., C. Alexiou, and C. Bergemann, "Clinical Applications of Magnetic Drug Targeting", Journal of Surgical Research 95, 200 (2001)
- [35] Ch. Alexiou, R. Schmid, R. Jurgons, Ch. Bergemann, W. Arnold and F.G. Parak, "Targeted Tumor Therapy with Magnetic Drug Targeting: Therapeutic Efficacy of Ferrofluid Bound Mitoxantrone", in "Ferrofluids: Magnetically Controllable Fluids and Their Applications", Ed. Stefan Odenbach, Springer, 2002, pg 233;
- [36] N. A. Brusentsov, L. V. Nikitin, T. N. Brusentsova, A. A. Kuznetsov, F. S. Bayburtskiy, L. I. Shumakov, and N. Y. Jurchenko "Magnetic fluid hyperthermia of the mouse experimental tumor", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 252, 378 (2002)
- [37] Q.A. Pankhurst, J. Connolly, S.K. Jones, and J.Dobson, "Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine", J. Phys. D: Appl. Phys., 36, R167 (2003).
- [38] R. E.Rosensweig, "Conceptual applications of magnetic fluids", Chapter 4 of reference[17].
- [39] Şahin, T., "Elektrodepozisyon Tekniğiyle Üretilen Co ve CoFe Filmlerin, Yapısal ve Manyetodirenç Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2006.]
- [40] B. D. Cullity "Introduction to magnetic materials", (1972) sayfa 67-68
- [41] Özkan, M., "Termiyonik Vakum Ark (TVA) Tekniği ile II-VI Grubu Bazı Yarıiletken Bileşiklerin İnce Filmlerinin Üretilmesi ve Bazı Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi", Doktora Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2010
- [42] Sener, D. 2006, Sol-Gel yöntemiyle hazırlanan metal oksit ince filmlerin elektriksel yapısal ve optiksel özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara
- [43] Türhan, İ., TiO₂ ve katkılı TiO₂ ince filmlerin hazırlanması ve karakterizasyonu. *Yüksek Lisans*, İstanbul Teknik Üniv. 2000

- [44] Yimsiri, P., Mackley, M.R., Spin and dip coating light emitting polymer solutions:matching experiment with modelling. *Chemical engineering science*.2006;61:3496 3505
- [45] Bornside, D. E., Macosko, C. W., Scriven, L. E., Photocatalysis of TiO₂ as a semiconductor. *J. Imaging Tech.* 1997;13:122-129
- [46] Usta, M., Dan Katkılı Polikarbonat İnce Filmlerin Optik ve Fotoiletkenlik Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2008
- [47] Sheparavoych R., Sahoo Y., Motornov M., Wang S., Luo H., Prasad P.N., Sokolov I., Minko S., *Chem. Mater.* 2006, 18, 591-593.
- [48] Fikai D., Fikai A., Vasile B. S., Fikai M., Oprea O., Guran C., Andronescu E., Synthesis of rod-like magnetite by using low magnetic field, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, Vol. 6, No 3, July- September 2011, p. 943 - 951
- [49] Karaçalı, İ., Spin Kaplama Yöntemi İle Benzocyclobutene (BCB 4022- 35) Polimer İnce Filmlerin Üretimi ve Karakterizasyonu (Yüksek Lisans Tezi), Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2010.
- [50] Tombak, A., AL:ZNO İnce Filmlerin Optik ve Elektriksel Özelliklerine Gama Işınlarnın Etkileri, (Yüksek Lisans Tezi), Dicle Üniversitesi Fen Bilimlerin Enstitüsü, (2012)
- [51] Henderson J., Shi S., Cakmaktepe S., and Crawford T. M. Pattern transfer nanomanufacturing using magnetic recording for programmed nanoparticle assembly. *Nanotechnology* 23 (2012)

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Faruk GÜDEN

Doğum Yeri : Malazgirt

Doğum Tarihi : 01.07.1987

Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Okul, başlama ve mezuniyet yılı, şehir) :

Lisans : Gaziantep Üniversitesi Kilis Fen-Edebiyat Fakültesi

2006-2010, Gaziantep

Yüksek Lisans : Kilis 7 Aralık Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

2010-2013, Kilis

Yayın ve/veya Bildirileri:

- 1.
- 2.