

T.C.
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

CoNiFe İNCE FİLM ALAŞIMLARININ ELEKTROKİMYASAL OLARAK
ELDE EDİLMESİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Harun KAYA

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

MALATYA

2005

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü' ne

Bu çalışma jürimiz tarafından Fizik Anabilim dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Doç. Dr. H. İbrahim ADIGÜZEL

Başkan

Prof. Dr. Selçuk ATALAY

Üye

Yrd. Doç. Dr. Funda ATALAY

Üye

Onay

Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylım.

...../...../.....

Prof. Dr. Ali ŞAHİN

Enstitü Müdürü

Özet
Yüksek Lisans Tezi

CoNiFe İNCE FİLM ALAŞIMLARIN ELEKTROKİMYASAL OLARAK ELDE
EDİLMESİ ve ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Harun KAYA

İnönü Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

74 + xiii

2005

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Funda Ersoy ATALAY

Bu tezde, NiFe ve CoNiFe manyetik alaşımları değişik elektrokimyasal banyo şartlarında çok ince Cu tel üzerine elektrokimyasal kaplama yöntemi ile elde edildi. Öncelikle, çeşitli kalınlıklarda kaplanmış, NiFe/Cu tellerde manyeto-empedans (MI) etki araştırılmıştır. MI sonuçları, maximum MI etkinin gözlemlendiği frekansın, kaplama kalınlığının artması ile azaldığını göstermiştir. $H=7400$ A/m' lik manyetik alanda MI etkinin büyüklüğü, 55 kHz' lik sürücü akım frekansında 180 dakikalık kaplama için, % 750 olarak gözlenmiştir. EDX spektrum analizlerinden bu filmin kompozisyonu %78.21 Ni, %19.329 Fe ve %1.4 S ve Cl olarak hesaplanmıştır. Bu filmin coercivitesi ~94 A/m' dir.

İkinci olarak, NiFe filmlerine Co katkılanması araştırılmıştır. CoNiFe filmlerinin elde edilmesi sırasında metal tuz konsantrasyonu, kaplama potansiyeli, kaplama zamanı, kaplama sıcaklığı, çözeltinin karıştırılma hızı gibi elektrokimyasal kaplama parametreleri sabit tutulmuştur. En iyi manyetik özellikler ve yüzey görüntüsü için, CoNiFe filmleri değişik pH' lı çözeltilerden elde edilmiştir. CoNiFe/Cu tellerde gözlenen en yüksek MI oranı 145 kHz' lik sürücü akım frekansında % 161.609 olup, pH 2.4 çözeltisinden elde edilen bu numunenin coercivitesi 51.589 A/m' dir. EDX spektrum analiz sonuçlarından film kompozisyonu, % 22.14 Co, % 59.94 Ni, % 17.92 Fe olarak hesaplanmıştır. Filmde hiçbir safsızlık gözlenmemiştir. Elektroliz banyosunun pH' sının artması coerciviteyi artırmıştır.

CoNiFe filminin manyetik özelliklerine film kompozisyonunun etkilerini çalışmak için, kaplama çözeltisine çeşitli oranlarda Co^{+2} ve Fe^{+2} sülfat tuzları eklenmiştir. 32 adet değişik kompozisyona sahip CoNiFe/Cu filmi üretilmiştir. Filmdeki Co oranının

artırılması sonucunda filmin coercivitesinin arttığı gözlenmiştir. pH 2.6 çözeltisinden 180 dakika süresince kaplanmış numunede $H=7400$ A/m manyetik alan altında 40 kHz'lik sürücü akım frekansında gözlenen MI etkinin büyüklüğü % 299.519'dur. Bu numune % 18.97 Co, % 49.6 Ni, % 31.43 Fe kompozisyonuna sahip olup filmde hiçbir safsızlık gözlenmemiştir.

ANAHTAR KELİMELER: NiFe, CoNiFe, manyetik ince filmler, elektrokimyasal kaplama, manyeto-empedans etki

Abstract
MS.c. Thesis

PRODUCTION of CoNiFe THIN FILM ALLOYS BY ELECTRODEPOSITION
TECHNIQUE and THEIR PROPERTIES

Harun KAYA

Inonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

74 + xiii pages

2005

Supervisor: Yrd. Doç. Dr. Funda Ersoy ATALAY

In this thesis, NiFe and CoNiFe magnetic alloys were prepared by electrodeposition technique on thin Cu wires under different electrochemical bath conditions. Firstly, magnetoimpedance effect, MI, in NiFe/Cu wire with various plated NiFe thicknesses was investigated. MI results show that the frequency where the maximum MI occurs, decreases with increasing plating thickness. The magnitude of the MI ratio under $H=7400$ A/m was obtained % 750 for 180 minutes plated wire at 55 kHz driving current frequency. From the EDX microanalysis, the film composition was evaluated to be 78.021 % Ni, 19.329 % Fe and also 1.4% S and Cl. The coercivity of this film was ~ 94 A/m.

Secondly, Co substitution to NiFe films was investigated. In order to obtain the best magnetic properties and surface appearances the CoNiFe films were produced at various electrolysis bath pH, while the other electrolysis bath conditions, such as; metal salts concentration, plating voltage, plating time, plating temperature were kept constant. The highest MI ratio, 161.609 % at 145 kHz driving current frequency and 51.589 A/m coercivity was obtained for the pH 2.4 solution in CoNiFe/Cu wire. It was also evaluated from EDX spectrum, this film has 22.14 %Co, 59.94 % Ni, 17.92 % Fe composition with no impurities. Coercivity increases with increasing electrolysis bath pH.

In order to study the effect of the compositions on the magnetic properties of CoNiFe films, various concentration of Co^{+2} and Fe^{+2} sulfate salts were added into the electrolysis bath. CoNiFe/Cu films with 32 different compositions were produced.

When the percentage of Co was increased, the coercivity of the films was increased. It was also observed that the magnitude of MI ratio under the $H=7400$ A/m can reach 299.519 % at 40 kHz driving current frequency for 180 minutes plated wire at pH 2.6. This sample has a composition of 18.97 % Co, 49.60 % Ni, 31.43 % Fe with no impurities.

KEYWORDS: NiFe, CoNiFe magnetic films, electrodeposition, magnetoimpedance effect

TEŐEKKÜR

Bu alıőmamda öncelikle benden hiçbir Őekilde maddi ve manevi desteęini esirgemeyen, her halükarda bana yardımcı olan sevgili danıőman hocam Yrd. Do. Dr. Funda Ersoy ATALAY' a;

Bu alıőmada bana sürekli destekte bulunan sevgili hocalarım; Fen-Edebiyat Fakóltesi Fizik Bölüm Baőkanı Prof. Dr. Seluk ATALAY' a, Arő. Grv. Nevzat BAYRI, Arő. Grv. V. Serkan Kolat' a ve arkadaşlarıma;

SEM ve EDX ölçümlerimin alınmasında bana yardımda bulunan Fen-Edebiyat Fakóltesi Fizik bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. M. Eyüphan YAKINCI' ya ve Arő. Grv. M. Ali AKSAN' a, Ayrıca numunelerimin indirgenme potansiyellerinin ölçümlerinde bana yardımcı olan Kimya bölümü Arő. Gör. Serap TİTRETİR hocama;

Bana her zaman yardımcı olan Kaya ve Demiralp ailelerine özellikle babam Cumali KAYA' ya ve de amcam Mehmet KAYA' ya;

Teőekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	iii
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vii
İÇİNDEKİLER.....	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
TABLOLAR DİZİNİ.....	xii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiii
1. GİRİŞ.....	1
2. İNCE FİLM TEKNİKLERİ.....	3
2.1. Buharlaştırma (Evaporation).....	3
2.2. Döküm (Casting).....	4
2.3. Püskürtme (Sputtering).....	5
2.4. Kimyasal Buharlaştırma ile Kaplama (Chemical Vapour eposition).....	6
3. ELEKTROKİMYASAL OLARAK İNCE FİLM ELDE ETME YÖNTEMLERİ.....	9
3.1. Elektrokimyasal Toplamayı Etkileyen Faktörler.....	9
3.2. Elektrot Kinetiği.....	13
4. DENEYSEL YÖNTEMLER.....	16
4.1. Elektrokimyasal Yöntem.....	16
4.1.1. Potansiyostat Sistemi.....	16
4.1.2. Elektrokimyasal Hücre.....	18
4.1.3. Elektrotların Hazırlanması.....	18
4.1.4. Çözelti Hazırlanması.....	19
4.2. pH ölçümü.....	19
4.3. Histerisis Eğrisi Ölçüm Sistemi.....	20
4.4. Manyeto-Empedans Ölçüm Sistemi.....	22
4.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	24
4.6. EDX Analiz Yöntemi.....	24
5. DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA.....	25
5.1. Elektrokimyasal Olarak NiFe Film Eldesine Yönelik Çalışmalar.....	25
5.2. Elektrokimyasal olarak CoNiFe Film Eldesine Yönelik Çalışmalar.....	34
5.2.1. CoNiFe/Cu Filmlerine Çözelti pH etkisi.....	36
5.3. CoNiFe Filmlerin Yüzey ve Manyetik Özelliklerine Co Oranının Etkisi.....	42
5.4. CoNiFe Filmlerin Yüzey ve Manyetik Özelliklerine Fe Oranının Etkisi.....	54
6. SONUÇ.....	68
7. KAYNAKLAR.....	71
8. ÖZGEÇMİŞ.....	74

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil-1.	Electron Beam Evaporation sistemi.....	4
Şekil-2.	Resistive evaporation sistemi.....	4
Şekil-3.	Casting sistemi.....	5
Şekil-4.	Sputtering sistemi.....	6
Şekil-5.	CVD reaktörünün şematik gösterimi.....	7
Şekil-6.	Üç elektrotlu hücrede potansiyel gradiyentinin sistematik gösterimi	13
Şekil-7.	Çift tabakanın yapısı.....	14
Şekil-8.	Taban üzerinde film oluşum adımları.....	15
Şekil-9.	Kaplamanın gerçekleştiği potansiyostat sistemi.....	17
Şekil-10.	Kaplamanın gerçekleştiği elektrokimyasal hücre.....	18
Şekil-11.	Çalışma elektrodunun yerleştirildiği delikli cam hücre.....	19
Şekil-12.	Tipik bir malzemenin uygulanan alan ile manyetizasyon değişimi.....	20
Şekil-13.	M-H ölçüm sistemi.....	21
Şekil-14.	Manyeto-empedans ölçüm sistemi.....	23
Şekil-15.	Manyeto-empedans ölçümün basit gösterimi.....	24
Şekil-16.	5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O, 35mM NaCl, 7mM C ₇ H ₄ NNaO ₃ S.2H ₂ O ve 0.01g/lt C ₁₂ H ₂₅ NaO ₄ S içeren pH 2.6 çözeltisinden Cu taban üzerinde edilen çevrimli voltammogram, tarama hızı 25 mV/s.	26
Şekil-17.	0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O, 35mM NaCl, 7mM C ₇ H ₄ NNaO ₃ S.2H ₂ O ve 0.01 g/lt C ₁₂ H ₂₅ NaO ₄ S içeren pH 2.6 çözeltisinden Cu taban üzerinde edilen çevrimli voltammogram, tarama hızı 25 mV/s.	27
Şekil-18.	5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O, 0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O, 35mM NaCl, 7mM C ₇ H ₄ NNaO ₃ S.2H ₂ O ve 0.01 g/lt C ₁₂ H ₂₅ NaO ₄ S içeren pH 2.6 çözeltisinden Cu taban üzerinde elde edilen çevrimli voltammogram, tarama hızı 25 mV/s.	27
Şekil-19.	5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O, 0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O, 35mM NaCl, 7mM C ₇ H ₄ NNaO ₃ S.2H ₂ O ve 0.01 g/lt C ₁₂ H ₂₅ NaO ₄ S içeren pH 2.6 çözeltisinde Cu taban üzerinde NiFe filminin oluşturulması sırasında elde edilen akım zaman eğrisi. Elektrokimyasal toplanma gerilimi -1 V, Ag/AgCl referans elektroda karşı.....	28
Şekil-20.	Cu tel üzerinde elektrokimyasal olarak kaplanmış NiFe' nin SEM fotoğrafı. 10 dk' da elektrokimyasal olarak kaplanmış filmin a) 1500 kat büyütmesi (b) 5000 kat büyütmesi, 180 dk' da elektrokimyasal olarak kaplanmış filmin (c) 1500 kat büyütmesi d) 5000 kat büyütmesi.....	31
Şekil-21.	pH 2.6' lı NiFe çözeltisinden elde edilen filmin EDX spektrumu.....	32

Şekil-22.	Cu tel üzerinde elektrokimyasal olarak 60 ve 180 dk için toplanmış NiFe' nin M-H eğrisi, pH 2.6.....	32
Şekil-23.	Cu tel üzerinde 180 dk' da elektrokimyasal olarak toplanmış NiFe filminde farklı sürücü frekanslarda gözlenen GMI etki, pH 2.6....	33
Şekil-24.	5mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O, 35 mM NaCl, 7mM C ₇ H ₄ NNaO ₃ S.2H ₂ O ve 0.01 g/lit C ₁₂ H ₂₅ NaO ₄ S içeren pH 2.6 çözeltisinden Cu taban üzerinde edilen çevrimli voltammogram, Tarama hızı 25 mV/s.....	35
Şekil-25.	pH 2.4, 3.2 çözeltisinden elde edilen CoNiFe/Cu manyetik tellerinin M-H eğrisi.....	36
Şekil-26.	Manyetik tellerin coercivitelere kaplama çözeltisi pH' ının etkisi.....	37
Şekil-27.	Farklı pH' lı kaplama çözeltilerinden elde edilen CoNiFe/Cu tellerinin manyetik alanla empedans değişimi.....	37
Şekil-28.	Farklı pH' lı kaplama çözeltilerinden elde edilen numunelerin % manyeto- empedanlarının pH ile değişimi.....	38
Şekil-29.	pH 2 çözeltisinden elde edilen numunenin a)10000 kat b) 900 büyütülmüş SEM fotoğrafı.....	39
	c) pH 2.4 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı	
	d)pH 2.6 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.....	40
	e) pH 3.5 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.....	41
Şekil-30.	pH 2.6'lı farklı konsantrasyonlarda Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O içeren çözeltilerden kaplanan filmlerin akım zaman eğrileri.....	43
Şekil-31.	a) pH 2.4 b) pH 2.6 c) pH 2.8' lı 5mM, 10mM, 15mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O içeren çözeltilerinden elde edilen CoNiFe filmlerinin M-H eğrileri.....	44
Şekil-32.	5mM,10mM, 15mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O içeren çözeltilerden elde edilen CoNiFe filmlerinin coercivitelere, çözelti pH' sı ile değişimi....	45
Şekil-33.	Farklı pH' lı 10mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O içeren çözeltilerden elde edilen CoNiFe filmlerinin manyetik alanla empedans değişimi.....	45
Şekil-34.	Farklı pH' lı 15mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O içeren çözeltilerden elde edilen CoNiFe filmlerinin manyetik alanla empedans değişimi.....	46
Şekil-35.	Farklı pH' lı 5mM, 10mM, 15mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O içeren çözeltilerden elde edilen CoNiFe filmlerinin empedanslarının pH ile değişimi.....	46
Şekil-36.	pH 2.6'lı farklı Co ⁺² iyon konsantrasyonuna sahip çözeltilerden elde edilen filmlerin 500 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı	
	a) 5mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O, b) 10mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O,	
	c) 15mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O içeren çözeltilerden elde edilen filmler.....	48

- Şekil-37.** a) 5mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren
b) 10mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren pH 2.6
c) 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren pH 2.6 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı..... 50
- Şekil-38** pH 2.6 0.1M $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 5mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve
a) 5mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, b) 10mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,
c) 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; H_3BO_3 , NaCl, $\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
 $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_2\text{S}$ iyonlarını içeren çözeltilerden elde edilen numunelerin EDX spektrumu grafikleri..... 52
- Şekil-39.** Farklı pH' lara sahip 5mM, 10mM ve 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ iyonu içeren elektrokimyasal çözeltilerden elde edilmiş CoNiFe/Cu filmlerinin M-H eğrisi
a) pH 2.4, b) pH 2.6, c) pH 2.854
- Şekil-40.** 5mM, 10mM ve 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden elde edilen numunelerin coercivite değerlerinin pH ile değişimi.....56
- Şekil-41.** Farklı pH değerlerinde, a) 10mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ b) 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden elde edilen filmlerin empedanslarının manyetik alanla değişimi.....57
- Şekil-42.** 5mM, 10mM ve 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden elde edilen numunelerinin yüzde manyeto-empedanslarının pH ile değişim grafiği..... 57
- Şekil-43.** pH 2.6'lı farklı oranlarda Fe^{+2} iyonu içeren çözeltilerden elde edilen CoNiFe/Cu filmlerinin 500 kat büyütülmüş SEM fotoğrafları,
a) 5mM, b) 10mM, c) 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ iyonu içeriyor..... 59
- Şekil-44.** a) 5mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren b) 10mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren
c) 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren pH 2.6 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.....60
- Şekil-45.** a) 5mM, b) 10mM, c) 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren,
pH 2.6 çözeltisinden elde edilen filmin EDX spektrumu..... 63
- Şekil-46.** a) 10 mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0.1 mM $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve 15 mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ b) 15 mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0.1 mM $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve 15 mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren pH 2.6 çözeltisinden elde edilen CoNiFe filmlerinin 500 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.....67

TABLolar DİZİNİ

Tablo-1. Kimyasal buharlaştırma yönteminde kullanılan başlangıç maddeleri, tabanlar ve kaplama sıcaklığı.....	8
Tablo-2. Bazı elementlerin standart elektrot potansiyelleri.....	12
Tablo-3. Elektrokimyasal olarak NiFe filmlerin elde edildiği banyo şartları.....	29
Tablo-4. CoNiFe kaplama çözeltisinde kullanılan kimyasalların konsantrasyonları ve kaplama şartları.....	35
Tablo-5. Değişik pH değerli çözeltilerden elde edilen CoNiFe/Cu tellerinin SEM ve EDX sonuçları.....	41
Tablo-6. Değişik Co içeriğine sahip farklı elektrokimyasal banyo şartlarında hazırlanmış CoNiFe/Cu filmlerin SEM, EDX ve manyetik ölçüm sonuçları.....	53
Tablo-7. Farklı Fe ⁺² oranına sahip ve farklı elektrokimyasal banyo şartlarında hazırlanmış CoNiFe/Cu filmlerinin SEM, EDX ve manyetik ölçüm sonuçları.....	64
Tablo-8. Bu tezde farklı elektrokimyasal kaplama şartlarında üretilen farklı kompozisyona sahip manyetik tellerin toplu bir tablosu.....	65

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

RF	Radyo frekansı
G	Reaksiyona giren madde miktarı
e	Eşdeğer gram
Q	Yük
J	Akım yoğunluğu
CE	Akım etkisi
E	Elektrot potansiyeli
E°	Standart elektrot potansiyeli
R	Gaz sabiti
T	Mutlak sıcaklık
n	Değerlik elektron sayısı değişimi
F	Faraday sabiti
$\Delta\Phi$	Ara yüzeydeki iç potansiyel farkı
E _h	Çalışma elektrodu ile karşı elektrot arasına uygulanan gerilim
iR	Akım düşmesi
H	Dış manyetik alan
M	Manyetizasyon
M _s	Doyum manyetizasyonu
M _r	Remanent manyetizasyon
H _c	Coercivity
A _c	Serarch bobininin kesit alanı
A _s	Numunenin kesit alanı
μ_0	Boş uzayın manyetik geçirgenlik sabiti
V	Voltaj
Z	Empedans
$\Delta Z/Z$	Empedans değişimi
MI	Manyeto-empedans
I	Akım
t	Zaman
Q _m	İndirgenen yük
Q _{top}	Toplam yük
h	Kaplama kalınlığı
V	Kaplama hacmi
a	Kaplama kesit alanı
d	Kaplama yoğunluğu
z	Elektrokimyasal orantı sabiti
a	Metal iyon aktifliği
IHD	İç helmholtz tabakası
DHE	Dış helmholtz tabakası
IEEE-488	Data iletişimde kullanılan paralel ara birim
H _{dc}	dc manyetik alan
H _{max}	Maksimum dc manyetik alan
Z _{max}	Maksimum empedans değeri

AİLEME ve TÜM SEVDİKLERİME

1.GİRİŞ

Manyetik ince filmlerle alakalı ilk çalışmalar 19. yüzyılın sonlarında August Kundt tarafından yapılmıştır [1]. Ferromanyetik filmlerin optiksel özellikleri öncelikli çalışma konusuyken 1950' lerde bu çalışmalar bilgisayar teknolojisine doğru yönelmiştir [1]. Manyetik ince film kaplamaları bugün teknolojinin birçok dalında kullanılmaktadır. Elektronik devrelerde, optoelektronik alet ve sensörlerde, dokunmatik ekranlarda, plazma görüntüleme, CD, DVD ve teyplerde, uzay teknolojisinde, iletişim araçlarında, alternatif güç kaynaklarında, küçük motorlarda, mikro makinelerde, yarı iletken endüstrisinde (MOS, HMOS, CMOS, NMOS.... gibi), otomotiv ve biomedikal sektöründe yani teknolojinin birçok alanında kullanılmaktadır [2,3].

İnce film magnetik materialleri özellikle bilgisayar ve kontrol sistemlerinde veri saklamak için ticari anlamda geniş çaplı kullanılmaktadır. Özellikle disketlerde, CD ler de ve birçok manyetik bilgi kayıt sistemlerinde bilgileri okumak için ferromanyetik ince film okuyucu kafalarına ihtiyaç olduğu birçok çalışmada bildirilmiştir [4,5]. 1962 de 128 kelime kaydedebilen UNIVAC 1107 disk kullanılmıştır. İnce film magnetik materialleri özellikle bilgisayar ve kontrol sistemlerinde veri saklamak için ticari anlamda geniş çaplı kullanılmaktadır. [1]. Teknolojide kullanılan ilk ince filmler sonraki yıllarda geliştirilerek daha küçük boyutlara indirgenmiş ve teknolojik uygulamalar bakımından daha hızlı donanımlar geliştirilmiştir. Bu yapıların araştırılması ve bu konuda çalışılması birçok yeni fiziksel yöntemin keşfine sebep olmuştur. Geleneksel olarak bilinen alaşımlar artık artan talebi karşılamamaktadır.

Sputtering ve evaporation metodu ile büyütülen manyetik ince filimler oldukça uzun zamandır yoğun bir şekilde çalışılmaktadır [6–8]. Fakat çok daha ucuz ve kolay olan elektrokimyasal kaplama ile toplama metodu ile manyetik ince filmlerin eldesi yeni bir konu olup şimdiye kadar yapılan çalışmalarda elde edilen filimlerin homojenliği, kristal yapısı ve kalınlığı gibi parametreler [9,10] araştırılmış olup manyetik özellikleri özellikle manyeto-empedans etki tam olarak araştırılmamıştır.

Son zamanlarda, yüksek hassasiyetli mikromanyetik sensörlerdeki önemli uygulamalarından dolayı, soft amorf ferromanyetik maddelerde gözlenen GMI (Giant manyeto-empadans) etki yoğun bir şekilde çalışılmaktadır [11–13]. GMI etki, numunenin empedansının dış manyetik alanla değişimi olarak tanımlanır [14,15]. Sürücü ac akım yüzey etkisinden dolayı özellikle madde boyunca dış yüzeyde aktığından, numunenin en dış bölgesi GMI belirlemede önemli rol oynar. Biz bu dıştaki bölgeleri GMI etkinin kaynaklandığı numunenin etkin manyetik kısmı olarak

düşünebiliriz. Soft manyetik maddeler özellikle GMI temel alan sensörlerde duyarlı elementler olarak kullanılabilir çok ümit verici maddeler olarak görülmektedir [16]. Şimdiye kadar FeSiB, CoSiB ve FeCoSiB tellerinde gözlenen GMI etki yoğun bir şekilde çalışılmıştır [17–22]. GMI etki artık filmlere ve şeritlere de genişletilmiştir.

Elektrokimyasal kaplama ile toplama tekniği dışında elde edilen filmlerin yüzeyleri tam olarak homojen değildir veya homojen olarak film üreten sistemler (örneğin moleküler beam epitaxy, sputtering) çok pahalı sistemlerdir. Homojen olmayan filmlerde GMI etki küçüktür. Oysa elektrokimyasal olarak kaplama ile hem homojen hem de vakum gerektirmeyen ucuz filmler elde edilebildiğinden, bu metotla GMI etki gösteren manyetik filmlerin üretimi daha caziptir. Zaten aynı kompozisyona sahip bir madde sputtering ya da buharlaştırma gibi farklı bir teknikle elde edildiğinde farklı özellikler gösterebilmektedir.

İçte çok iyi iletken bir telin yer aldığı ve dışarıda da soft manyetik bir tabakanın elektrokimyasal olarak kaplandığı numunelerde son zamanlarda GMI etki gözlenmiştir. Cu tel üzerinde, 1- 4 μm NiFe manyetik tabakasının büyük bir GMI etki gösterdiği bulunmuştur. GMI etkinin büyüklüğü, Cu telin çapına, çözelti konsantrasyonuna, çözelti pH' na, akım yoğunluğuna bağlı olarak %40' dan %600' e kadar değişmektedir [23–28].

Birçok manyetik ince filmin yanında CoNiFe manyetik ince filmleri manyetik özelliklerinden dolayı mikro elektronikte, manyetik kayıt depolama ve okuma sistemlerinde, yazma ve okuma kafalarının oluşturulmasında kullanılması amaçlanan yeni bir manyetik alaşımdır. Manyetik kayıt sistemlerinde soft manyetik maddeler kilit özellikler taşıdığı için bu sistemlerde manyetik kayıt kapasitesini arttırmak için bu ince filmlerin manyetik özelliklerinin geliştirilmesi gereklidir. Ayrıca manyetik sensörlerde kullanılabilen bu ince filmler yüksek manyeto-empedans (GMI) etki göstermektedirler [29,30].

Biz bu çalışmada önce NiFe daha sonra CoNiFe manyetik ince film alaşımlarını çok ince Cu teller üzerine elektrokimyasal olarak kaplayarak, elde edilen filmlerin manyetik ve yüzey özelliklerini inceledik.

2. İNCE FİLM TEKNİKLERİ

Teknolojideki kullanım alanlarına göre birçok ince film elde etme yöntemi vardır. Burada bunlardan sadece birkaçı anlatılmıştır.

2.1 Buharlaştırma (Evaporation)

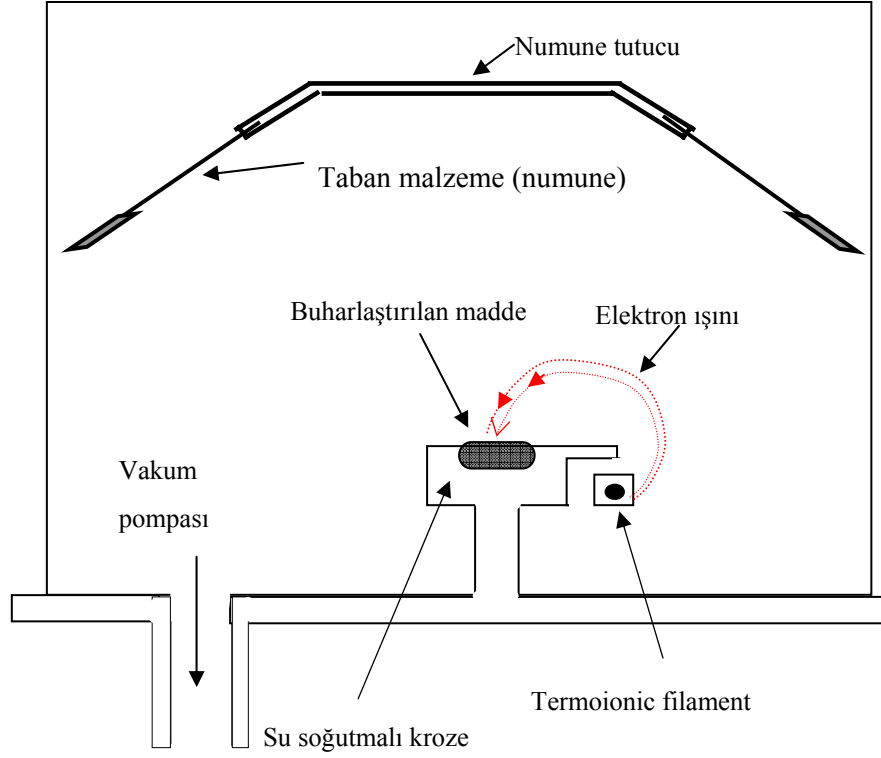
İnce filmlerin kaplanmasında kullanılan en eski yöntemlerden biri olmasına rağmen metal ve alaşımların kaplanmasında halen kullanılmaktadır.

Buharlandırmada numune kaynak maddeden kaplanabileceği vakum odasının içine yerleştirilir. Daha sonra kaynak madde kaynamaya ve buharlaşmaya başladığı sıcaklığa kadar ya da süblimleşme sıcaklığına kadar ısıtılır. Buhar kaynaktan numuneye taşınır ve katı bir film olarak numune yüzeyinde yoğunlaştırılır. Bu teknikte kullanılan vakum, odadaki buhar moleküllerinin serbestçe hareket etmesi ve bu buhar moleküllerinin tüm yüzeyde düzenli olarak yoğunlaşması için gereklidir. Bu olay buharlaştırma tekniklerinin tamamında aynıdır. Burada tek fark kaynak maddelerin değişik olmasıdır. İki tane yaygın buharlaştırma tekniği vardır. Bunlar;

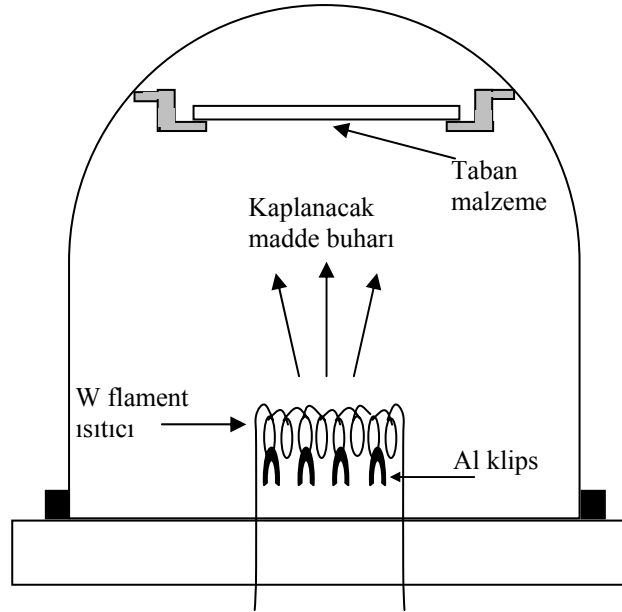
1- Elektron beam evaporation

2-Resistive evaporation

dır. Elektron beam evaporation'da elektron demeti kaynak madde üzerine gönderilir (Şekil-1). Dolayısıyla lokal ısınma ve buharlaşma meydana gelir [31]. Resistive evaporation'da kaynak madde tungsten kap içerisinde yüksek akım uygulanarak ısıtılır ve böylelikle buharlaşma gerçekleştirilir (Şekil-2). Birçok materyal, buharlandırmayı sınırlayıcı özelliğe sahiptir. Örnek olarak resistive evaporation'u kullanarak alimünyumu buharlandırmak çok zordur. Bu iki yöntemin seçiminde, kullanılan kaynak maddenin faz geçişi özelliğinden yararlanılır. Ayrıca sistemde bulunan direnç-ısıtıcı tel, elektron yayıcı, iletim, radyasyon, RF-indüksiyonla ısıtılmış pota, lazer gibi birçok donanımın farklı olması kaplama tekniklerinde farklılaşmaları sağlamaktadır. Her iki sistemde yüksek vakum gerektirir [32] .



Şekil-1. Electron beam evaporation sistemi [31]

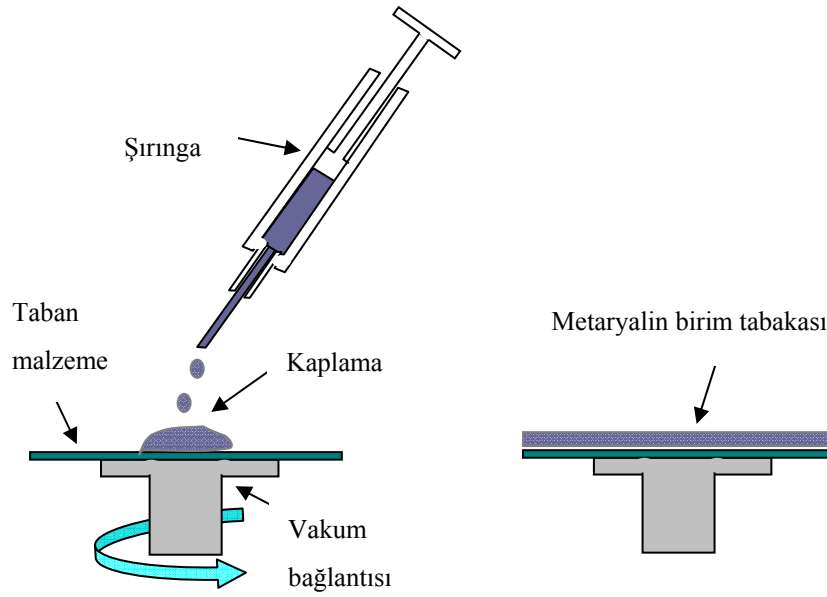


Şekil 2. Resistive evaporation Sistemi [32]

2.2 Döküm (Casting)

Bu yöntemde madde bir organik çözücü içinde çözülmüş sıvı formundadır. Madde kaplanacak numuneye püskürtme(spraying) ya da döndürme(spining) yöntemiyle

uygulanır. Taban malzeme döndürülürken şırınga ile kaplanacak madde yavaşça tabana boşaltılır. Tabanın dönmesinden dolayı kaplanacak madde yüzeye yayılır. Daha sonra organik çözücü buharlaştırılır ve çözünen madde ince film olarak numune üzerinde kalır. Bu yöntem organik çözücülerde kolaylıkla çözünen polimerler için kullanışlıdır. Oluşan filmlerin kalınlıkları mikrometre boyutundadır. Son yıllarda döküm yöntemi, numuneler üzerine cam materyallerin kaplanılmasında da kullanılmaktadır.

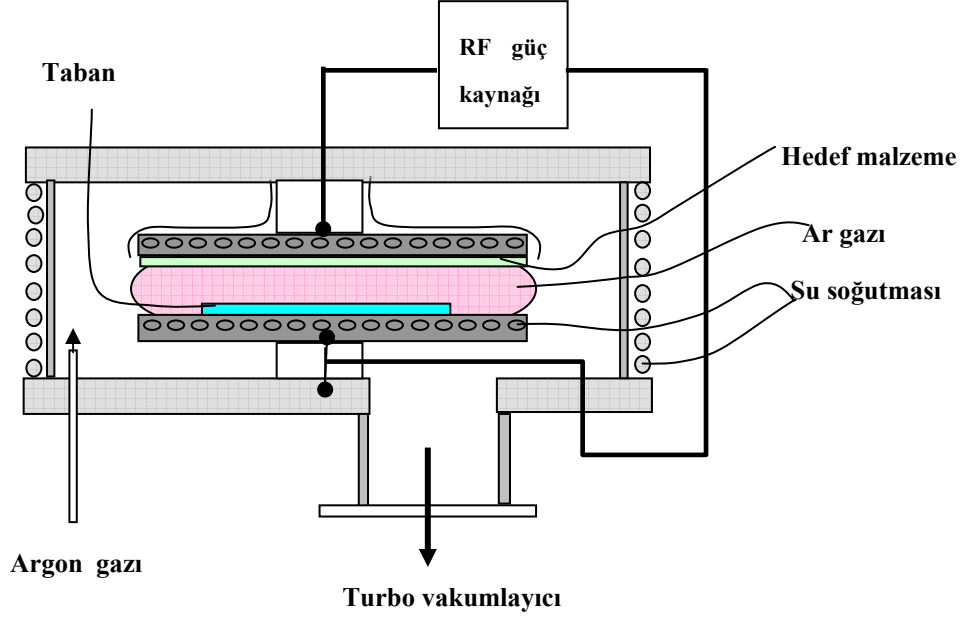


Şekil-3. Casting Sistemi [31]

2.3 Püskürtme (Sputtering)

Bu yöntemde, numune kaynak maddeyle beraber vakum odasında bulunur ve düşük basınçta ortama soy gaz (Ar vb.) gönderilir. Gönderilen soy gaz atomları RF güç kaynağı yardımıyla hızlandırılır. Hızlandırılan soy gaz atomları birbiriyle etkileşerek iyon hale gelirler ve daha sonra bu iyonlar hedef malzemeye çarptırılarak yüzeyden atomlar koparılır. Hedef maddenin atomları buhar fazındayken taban malzemeye çarparlar ve taban üzerinde yoğunlaşırlar. Böylece taban üzerinde kaplama oluşur. Yöntemdeki temel prensip yüzey atomlarına iyonlar vasıtasıyla momentum

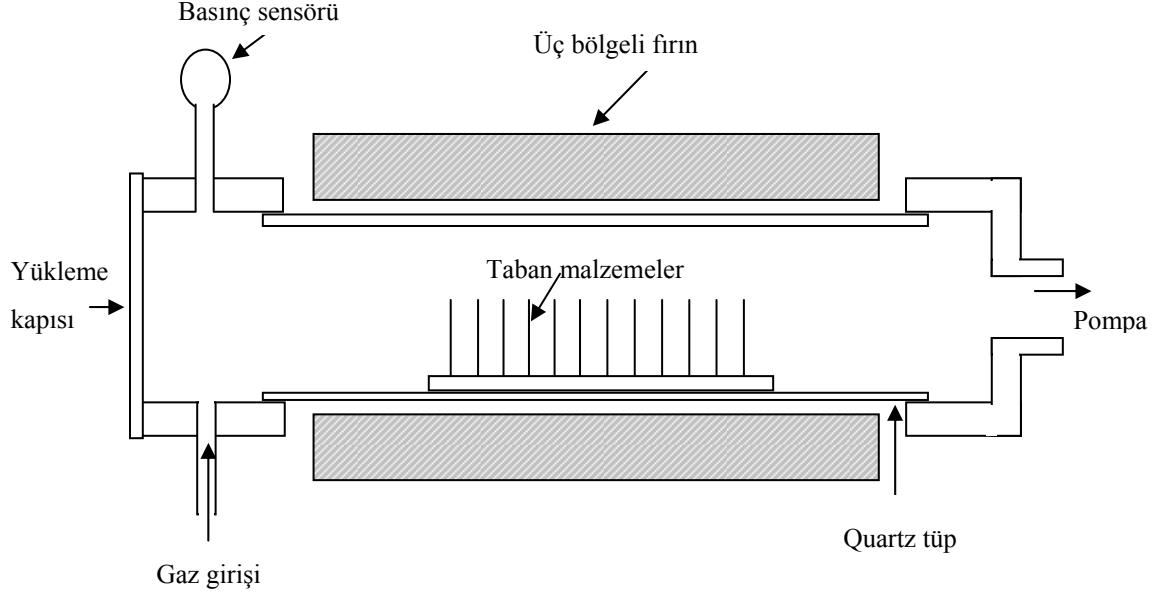
transfer edip onları yerlerinden sökmektir. Bu yöntem evaporation yöntemine göre daha düşük sıcaklık ve daha yüksek vakum gerektiren bir yöntemdir.



Şekil 4. Sputtering sistemi

2.4 Kimyasal Buharlaşma ile Kaplama (Chemical Vapour Deposition)

Bu yöntemde inorganik, organik ve organometalik maddeler ince film oluşturmak için başlangıç malzemesi olarak kullanılır. Bunlar uygun bir sıcaklıkta buharlaştırılır ve taşıyıcı gazlarla reaksiyon çemberinin içine taşınır. Gazların kimyasal reaksiyonu sonucu taban malzeme yüzeyinde istenilen kaplama oluşur. Kimyasal buharlaşma ile kaplamada termal ayrışma, oksidasyon, redüksiyon, hidroliz, nitrit ve carbit oluşumu, sentez reaksiyonları, gaz akış hızı, sıcaklık, basınç, başlangıç malzemesinin konsantrasyonu, reaktör geometrisi oluşan filmin yapısını etkileyen önemli parametrelerdir. Mikro elektronik endüstrisinde kullanılan bu yöntemle elde edilen filmler mükemmel tekdüzeliğe ve üstün karakteristik özelliklere sahiptir. Yüksek kaplama sıcaklığı (600°C den büyük) ve düşük kaplama oranı yöntemin temel problemleridir. Çok kompleks bir yöntem olup çok düşük basınç gerektirir. Düşük sıcaklıklarda (silikon için 600°C ' den düşük) kaplanan maddeler genellikle amorfudur. Yüksek sıcaklıklarda (silikon için $900\text{--}1100^{\circ}\text{C}$) ise polikristal fazlar elde edilir.



Şekil-5. CVD reaktörünün şematik gösterimi [31]

Tablo-1. Kimyasal buharlaştırma yönteminde kullanılan başlangıç maddeleri, tabanlar ve kaplama sıcaklığı [33].

Kaplama maddesi	Taban malzeme	Reaksiyona giren maddeler	Kaplama sıcaklığı	Kristal yapı
Si	Tek kristalli Si	$\text{SiCl}_2\text{H}_2, \text{SiCl}_3\text{H}$ veya $\text{SiCl}_4 + \text{H}_2$	1050–1200	E
Si	Si	$\text{SiH}_4 + \text{H}_2$	600–700	P
Ge	Tek kristalli Ge	GeCl veya $\text{GeH}_4 + \text{H}_2$	600–900	E
GaAs	Tek kristalli GaAs	$(\text{CH}_3)_3\text{Ga} + \text{AsH}_3$	650–750	E
InP	Tek kristalli InP	$(\text{CH}_3)_3\text{In} + \text{PH}_3$	725	E
SiC	Tek kristalli SiC	$\text{SiCl}_4, \text{tolüen}, \text{H}_2$	1100	P
AlN	Sapphire	$\text{AlCl}_3, \text{NH}_3, \text{H}_2$	1000	E
$\text{In}_2\text{O}_3\text{Sn}$	Cam	$(\text{CuH}_3)_2\text{Sn}(\text{OOCH}_3)_2, \text{H}_2\text{O}, \text{O}_2, \text{H}_2$	500	A
ZnS	GaAs, GaP	$\text{Zn}, \text{H}_2\text{S}, \text{H}_2$	825	E
CdS	GaAs, sapphire	$\text{Cd}, \text{H}_2\text{S}, \text{H}_2$	690	E
Al_2O_3	Si	$\text{Al}(\text{CH}_3)_3 + \text{O}_2$	275–475 850–1100	A A
SiO_2	Si	$\text{AlCl}_3, \text{CO}_2, \text{H}_2$	450	A
Si_3N_4	SiO_2	$\text{SiH}_4 + \text{O}_2, \text{SiCl}_2\text{H}_2 + \text{N}_2\text{O}$	750	A
TiO_3	Kuvars	$\text{SiCl}_2\text{H}_2 + \text{NH}_3$	450	A
TiC	Çelik	$\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_3)_4 + \text{O}_2$	1000	P
TiN	Çelik	$\text{TiCl}_4, \text{CH}_4, \text{H}_2$	1000	P
BN	Çelik	$\text{BCl}_3, \text{NH}_3, \text{H}_2$	1000	P
TiB_2	Çelik	$\text{TiCl}_4, \text{BCl}_3, \text{H}_2$	>800	P

3. ELEKTROKİMYASAL İNCE FİLM ELDE ETME YÖNTEMİ

Elektrokimyasal olarak çözeltilerden (genellikle sulu) inorganik filmlerin eldesi, maddenin ya metalik ya da metalik olmayan tabanlar üzerinde toplanmasıyla gerçekleştirilir [34,35]. Özellikle istenilen şekillerin elde edilmesi ve büyük alanların kaplanmasında bu yöntem avantajlıdır [36].

Denetlenen değişkenin potansiyel ya da akım olmasına göre elektroliz yöntemleri potansiyel kontrollü ve akım kontrollü elektrolizler olmak üzere ikiye ayrılırlar. Akım denetli elektrolizlerde, elektroliz süresince azalan madde derişimine rağmen akımın sabit tutulması uygulanan potansiyelin artırılması ile mümkün olur. Bu potansiyel artışının sebep olacağı sakıncaları gidermek amacıyla genellikle tüketilen madde sürekli olarak ilave edilerek derişim sabit tutulur.

Potansiyel kontrollü elektrolizle toplanma tekniği ardı ardına elektron değişimi gerektiren durumlarda üstünlük sağlar [37]. Ayrıca geleneksel analitik tekniklerin uygulamasında belirlenmek üzere yeterli miktarda reaksiyon ürünü hazırlamakta da kullanılır. Elektroliz ortamında farklı potansiyelerde farklı tepkimelerin meydana gelme olasılığı varsa, potansiyel denetli bir elektroliz ile istenilen ürünün meydana gelmesi sağlanabilir.

Potansiyel kontrollü elektrolizde bir maddenin elektrolizi sırasında geçen akım ve onun integrali yük, zamanın fonksiyonu olarak başlangıç değerinin %1' ine düşene kadar gözlenebilir. Bu yöntemde herhangi bir zamanda ölçülen akım, ortamda elektroliz edilmeden kalan maddenin derişimi ile orantılı olup, sabit bir karıştırma olduğu düşünülürse (sabit kütle aktarım katsayısı) akım üstel olarak düşmelidir.

3.1 Elektrokimyasal toplamayı etkileyen faktörler

Faradayın 1883'de geliştirmiş olduğu elektroliz yasaları günümüzde de geçerliliğini korumaktadır. Bu yasalara göre

1. Elektriksel akımın neden olduğu kimyasal değişimin miktarı geçen elektrik miktarıyla orantılıdır.
2. Uygulanan elektriğin neden olduğu farklı serbest maddelerin miktarı bunların eşdeğer ağırlıklarıyla orantılıdır.

Bundan dolayı geçen elektrik akımı miktarının belirlenmesiyle üretilecek kimyasal değişimin miktarı hesaplanabilir. Eğer elektrot üzerindeki kimyasal değişim sadece metal kaplamasıysa, kaplanan metalin kütle miktarı belirlenebilir. Numune kütlesinin kimyasal eşitliği biliniyorsa, bu numunenin çözeltide serbest kalacak miktarı verilen Coulomb sayısı ile hesaplanabilir. Numunenin serbest kalacak miktarının hesaplanabilmesi için numune ağırlığının eşdeğer-gr'mın bilinmesi gerekir. Bir elementin ya da bileşiğin eşdeğer-gr' ı onun atomik ya da moleküler ağırlığının reaksiyonda içerdiği elektron sayısına bölünmesiyle elde edilir. Çözeltiden 0,00118 gr Ag kaplayan elektrik miktarı 1 coulomb olarak tanımlanmıştır. Faraday yasalarından faydalanarak herhangi bir elementin 1 gr kaplaması için gerekli olan elektrik miktarı gümüşün (Ag) atomik ağırlığının 0,00118 veya 96,483 C ile bölünmesiyle bulunur . Bu miktar Faraday , F olarak tanımlanır.

Reaksiyona giren madde miktarı, G

$$G = \frac{iet}{96.500} \quad (3.1)$$

ile hesaplanır. Burada i devreden geçen akım (A) , e eşdeğer-gr ve t zaman (sn) dir.

Elektrolizle toplanmayı etkileyen faktörlerden birisi akım etkinliğidir. Elektrolizle kaplama sisteminde devreden geçen akımın tamamı sadece çözelti içerisindeki metal iyonlarının indirgenmesi için değil çözeltide bulunan hidrojen, nitrat ve sülfat gibi iyonlarında indirgenmesine de harcanır. Ve akımın büyük bir çoğunluğu hidrojen iyonlarını indirger. Bir metal için akım etkisi, metalin indirgenmesinde kullanılan yük miktarının toplam yük miktarına oranı olarak verilmiştir [38].

$$CE = \frac{Q_m}{Q_{top}} * 100 \quad (3.2)$$

şeklinde dir. Akım etkinliği % formunda verilir ve genellikle %100 ün altındadır. Nikel ve bazı bakır kaplamalarında akım etkisi %100 dür. Ama diğer metal kaplamaları için örneğin Cr kaplamasında %25 dir.

Elektrolizle toplanmayı etkileyen faktörlerden akım yoğunluğu elektrolizle kaplamadaki temel değişkenlerden biridir. Elektrot alanı tarafından bölünen akım miktarı olarak tanımlanır.

$$J = \frac{i}{A} \quad (3.3)$$

Akım yoğunluğu kaplamanın gerçekleşip gerçekleşmediğini, hangi formda gerçekleştiğini belirler. Akım yoğunluğu elektrot geometrisinin şekline bağlı olarak değişir. Akım köşelerde ve noktalarda daha yoğunken girinti ve boşluklarda azalır. Akımın yoğunlaştığı bölgelerde metal kaplaması daha kalındır.

Elektrolizle toplanmada kaplama kalınlığı kaplama hacmine göre belirlenebilir. Kaplama hacmi V , kaplama yüzey alanı a ve kalınlık h olmak üzere kaplama kalınlığı;

$$h = \frac{V}{a} \quad (3.4)$$

ile verilir.

Kaplama yoğunluğu d , kaplama ağırlığı w ve kaplama hacmi arasındaki ilişkili

$d = \frac{w}{V}$ ile verilir. Bu iki denklemi birleştirirsek;

$$h = \frac{w}{ad} \quad (3.5)$$

elde edilir. Bu durumda istenilen kaplama kalınlığını elde etmek için akım yoğunluğunu ve zamanı hesaplamamız gerekmektedir. Faraday yasalarından kalınlık ve zaman arasındaki ilişki;

$$h = \frac{zQ}{ad} = \frac{zIt}{ad} \quad (3.6)$$

$$t = \frac{had}{zi} \quad (3.7)$$

ile verilir [38]. Burada z , elektrokimyasal orantı sabitidir. Eş (3.7) istenilen kalınlıkta kaplama yapabilmek için gerekli süreyi belirlememizi sağlar.

İki metal elektrot metal iyonlarını içeren bir çözeltiliye batırıldığında metal

elektrotlar ve çözelti arasında elektron alışverişini temel alan bir dinamik denge kurulur. Hiçbir dış elektriksel gerilim uygulanmadığında çözelti içindeki iki elektrot arasına bir voltmetre bağlanırsa, bir elektrotun potansiyelinin diğerine göre pozitif olduğu görülür. Metaller ve çözelti arasındaki potansiyel, elektrot potansiyeli olarak isimlendirilir. Elektrot potansiyeli Nerst eşitliği ile verilir:

$$E = E^0 + \left(\frac{RT}{nf} \ln(a/a_m) \right) \quad (3.8)$$

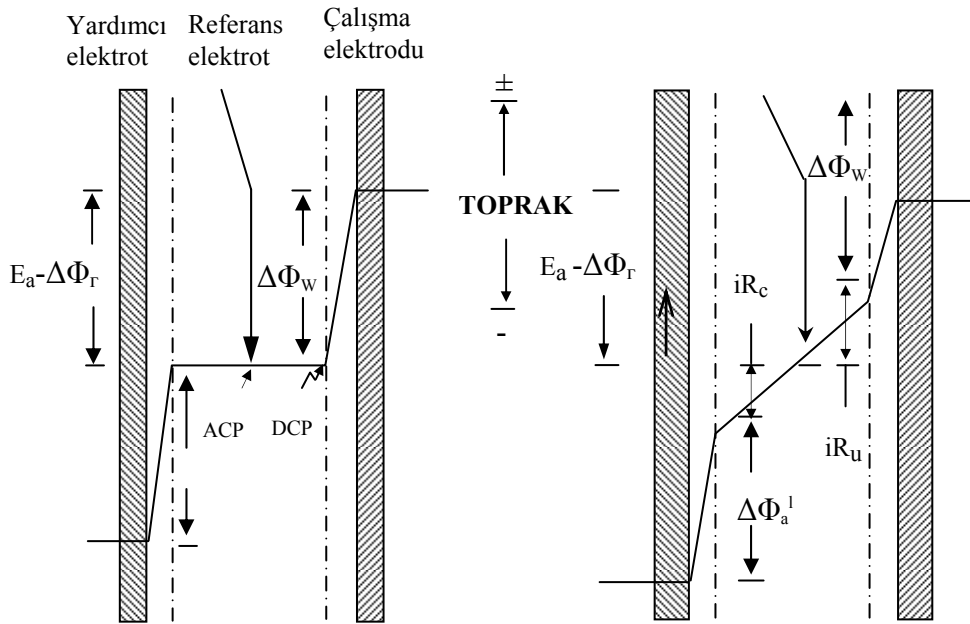
Burada E^0 metal elektrot için karakteristik bir sabit olup, R gaz sabiti (8.314 J/kmol), T mutlak sıcaklık, n değerlik değişimi (reaksiyonda yer alan elektronların sayısı), a metal iyonun aktifliği ve a_m metalin kendi aktifliğidir. Genellikle $a_m=1$ olarak alınırken, a aktifliği bir çok çözelti için bilinemediğinden, a yerine konsantrasyon (c) kullanılır.

Tablo-2. Bazı elementlerin standart elektrot potansiyelleri [38]

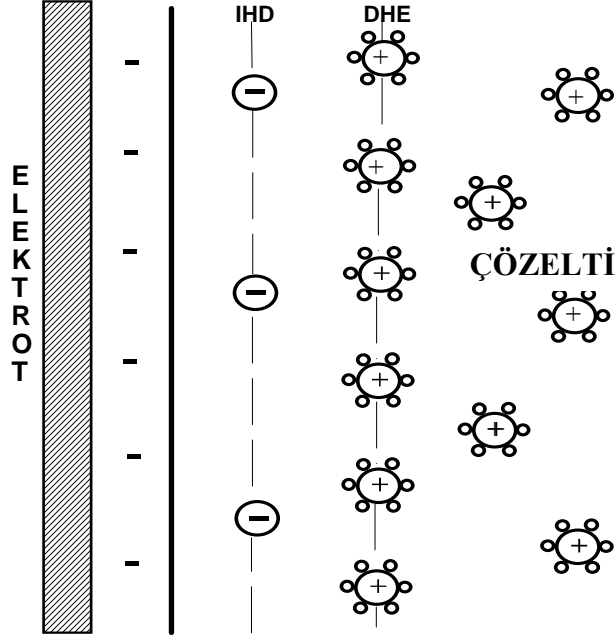
Metal/Metal iyon çifti	Elektrot reaksiyonu	Standart değeri (V)
Au/Au ⁺	Au ⁺ + e → Au	1.692
Au/Au ³⁺	Au ³⁺ + 3e → Au	1.498
Cu/Cu ⁺	Cu ⁺ + e → Cu	0.521
Cu/Cu ²⁺	Cu ²⁺ + 2e → Cu	0.3419
Fe/Fe ³⁺	Fe ³⁺ + 3e → Fe	— 0.037
Pb/Pb ²⁺	Pb ²⁺ + 2e → Pb	— 0.1262
Ni/Ni ²⁺	Ni ²⁺ + 2e → Ni	— 0.257
Co/Co ²⁺	Co ²⁺ + 2e → Co	— 0.28
Fe/Fe ²⁺	Fe ²⁺ + 2e → Fe	— 0.447
Zn/Zn ²⁺	Zn ²⁺ + 2e → Zn	— 0.7618
Na/Na ⁺	Na ⁺ + e → Na	— 2.71

3.2 Elektrot Kinetiği

Bir elektrolit çözeltisine metal elektrodun daldırılması ve metalin negatif yükü yüklenmesi sonucu, çözeltideki pozitif yüklü iyonlar elektroda çekilir ve böylece arayüzeyde bir $\Delta\phi$ iç potansiyel farkı, yani, bir elektriksel alan oluşur (Şekil-6). Aynı şekilde çözeltiyle temas halindeki ikinci elektrot içinde bu geçerlidir. Ters işaretli yüklerin böylece arayüzeyin iki tarafında birikmesi ile bu bölgede bir elektriksel çift tabaka oluşur. $\Delta\phi$ potansiyel farklı bu geçiş bölgesi "elektriksel çift tabaka" olarak tanımlanır [39,40] ve tüm elektrokimyasal reaksiyonların meydana geldiği yüksek gradiyent bölgesi ($\sim 10^6$ V) bu bölgededir. Çift tabaka iki bölgeye ayrılır. Elektroda yakın olan bölgede çözücü molekülleri ve seçimli olarak yüzeye tutunmuş iyonlar bulunur. İç Helmholtz (IHD) tabakası adını alan bölgede çözücü molekülleri ile sarılmamış iyonlar yüzeye tutunmuş halde bulunurlar (Şekil-7).



Şekil- 6. Üç elektrotlu hücrede potansiyel gradiyentinin sistematik gösterimi [40].

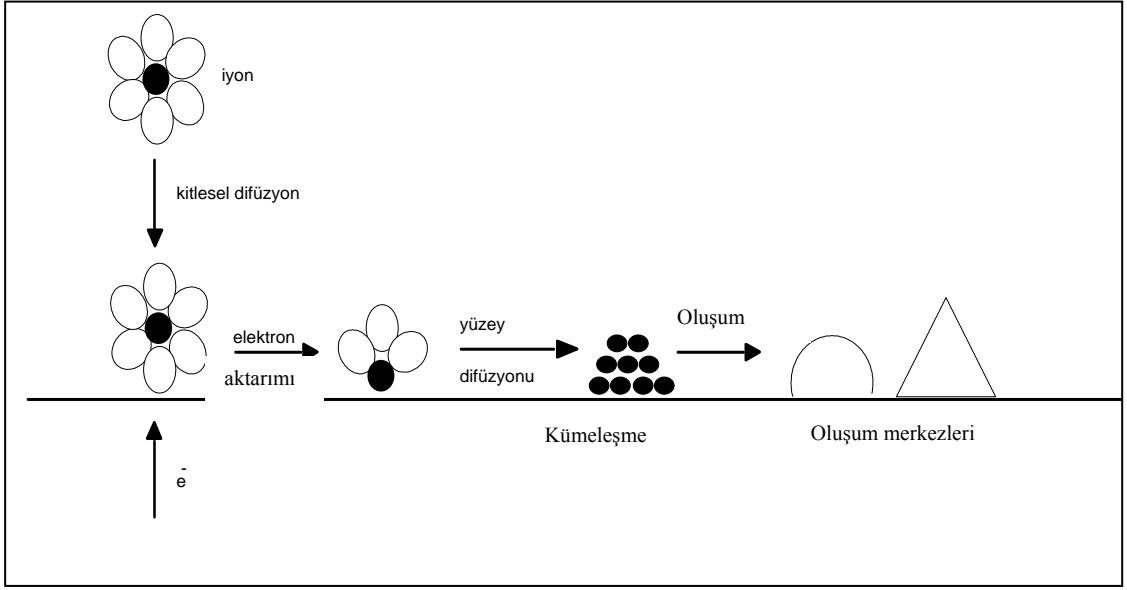


Şekil-7. Çift tabakanın yapısı [39].

Arayüzeyin çözeltiliye doğru olan iç kısımda ise çözeltili molekülleri ile sarılmış ve elektrot yüzeyinde biriken yükün tersi olan yüklü anyon veya katyonlar yer alır. Bu bölgeye de dış Helmholtz tabakası denir. Metal yüzeyi ile dış Helmholtz yüzeyi (DHE) arasında kalan ve bir potansiyel farkının bulunduğu bölge bilinen kondansatörlerle aynı özelliği taşır ve genellikle "çift tabaka kapasitansı" olarak bilinir.

Elektrot yüzeyinde film oluşumunun (elektrokristalleşme) aşağıdaki basamakları kapsadığı düşünülmektedir (Şekil- 8) [37,341]:

- Elektrot arayüzeyine çözeltildeki iyonların diffüzyonu,
- Elektron aktarımı,
- Elektrot yüzeyi kenarındaki tüm çözülmüş iyonların, elektrot yüzeyinde indirgenerek iyonların yüzeye tutunması,
- Yüzeye tutunan atomların yüzey diffüzyonu,
- Yabancı bir taban ya da düzgün bir yüzey üzerinde çekirdeği oluşturmak üzere yüzeye tutunan atomların kümeleşmesi,
- Örgü kenarlarında yüzeye tutunmuş atomların birleşmesi,
- Kristalografik büyüme ve filmlerin yüzey karakteristiklerinin oluşması.



Şekil- 8. Taban üzerinde film oluşum adımları [41]

4 DENEYSEL YÖNTEMLER

4.1 Elektrokimyasal Yöntem:

Elektrokimyasal yöntem ile film oluşturma yöntemi temel bazı elemanları içerir.

Bu elemanlar;

- Potansiyostat sistemi
- Elektrokimyasal hücre
- Elektrotlar
- Elektrolitik çözelti

şeklindedir.

4.1.1. Potansiyostat Sistemi

Potansiyostat bir elektrokimyasal hücrede elektrot ve çözelti arasındaki potansiyel farkının kontrol edilmesinde ya da ölçülmesinde kullanılır. Potansiyostat bir referans elektroda göre elektroliz hücresinin katot veya anodunun potansiyelini kontrol eden bir alettir. Potansiyeli kontrol edilen elektroda çalışma elektrodu, devreyi tamamlayan elektroda karşı elektrot, üzerinden akım geçmeyen ve sistemdeki potansiyelin kontrol edilmesinde kullanılan elektroda ise referans elektrot denir. Çalışma ve karşı elektrot arasına uygulanan gerilim (E_h), iki yüzey arasındaki potansiyel farkı ve çözelti içerisindeki gerilim düşmesinin (iR) toplamıdır. Çözeltide oluşabilecek herhangi bir nedenden dolayı sisteme uygulanan potansiyelde değişme meydana gelecektir. Sistemde kullanılan referans elektrot çözelti içerisindeki potansiyel değişiminin görüntülenmesinde ve sistemin sabit gerilim altında kalmasını sağlamaktadır. Referans elektrot sayesinde potansiyelin başlangıç (E_h) değerine çekilmesi olayına geri besleme denir.

Potansiyostat sistemi, programlanabilir Keithley 230 gerilim kaynağı, Keithley 2182 nanovoltmetre, Keithley 617 elektrometre, IEEE-488 arabirim ve bilgisayarın uygun bir şekilde bir araya getirilmesiyle oluşturulmuştur [42].

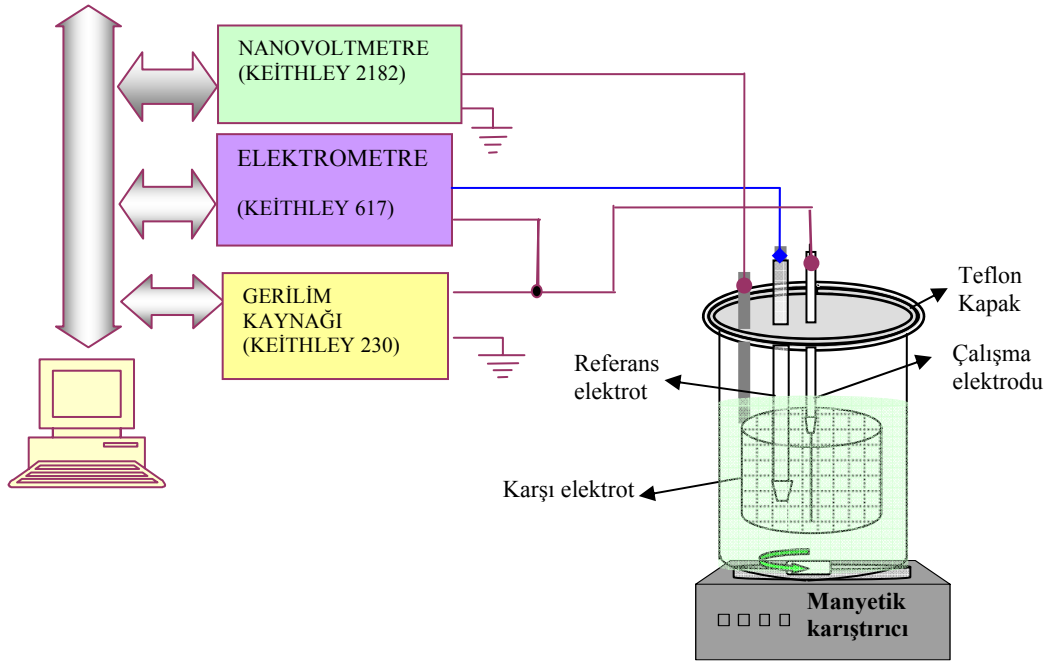
Şekil-9’ da gösterildiği gibi gerilim kaynağı (Keithley 230) karşı ve çalışma elektrodu arasına bağlanarak sinyal jeneratörü olarak kullanıldı. Referans ve çalışma elektrodu arasındaki potansiyel fark nanovoltmetre (Keithley 2182) ile ölçülürken, karşı

ve çalışma elektrotları arasından geçen akım ise elektrometre (Keithley 617) ile ölçüldü.

Potansiyostat sistemini kontrol etmek için farklı dillerde yazılmış programlar sayesinde sistem hem sabit potansiyel altında elektroliz, hem de çevrimli voltmetre seçeneklerini gerçekleştirebilmektedir.

Eğer deney sabit potansiyel altında yapılacaksa, programa girilen potansiyel değeri tüm deney boyunca aynı tutulur. Çözelti ile referans elektrot yüzeyinde oluşacak kimyasal olaylara göre çalışma elektrodunun referans elektroda göre gerilimi nanovoltmetreyle (Keithley 2182) sürekli olarak kontrol edilir ve oluşan farkın gerilim kaynağı (Keithley 230) ile takviye edilmesi sağlanır. Ve elektrometreden (Keithley 617) ölçülen akım değeri okuma sayısına göre kaydedilerek bilgisayardan gözlenir.

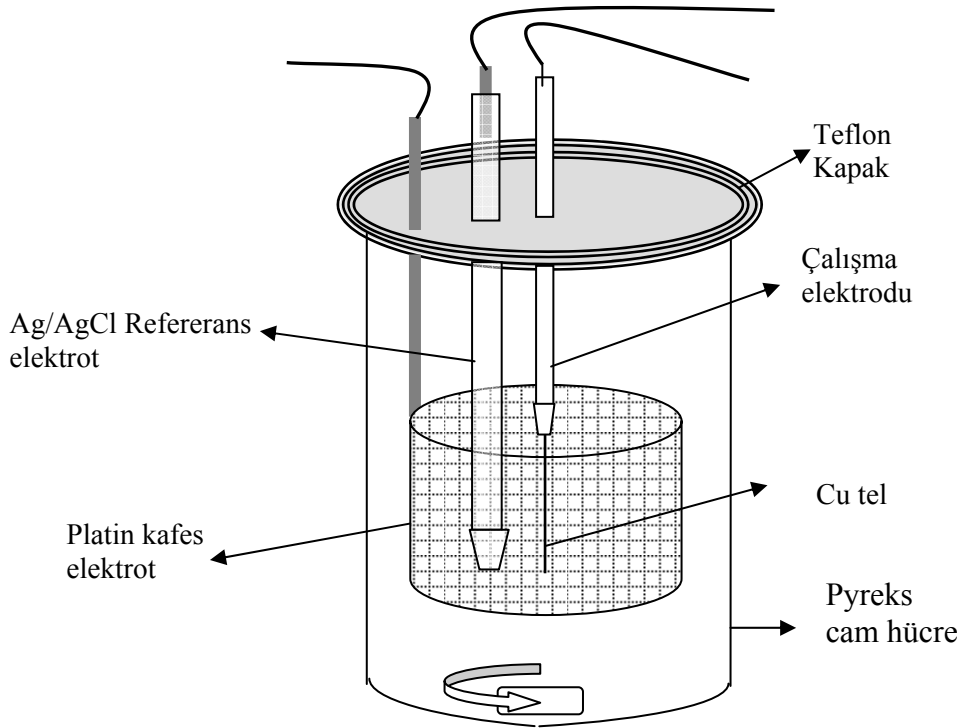
Çevrimli voltametri yapılıyorsa, başlangıç gerilimine ulaşıldıktan sonra, uygulanan gerilim, tarama yönüne bağlı olarak istenilen bir tarama hızıyla, bilgisayardan istenilen potansiyel aralığında azaltılır ya da artırılır. Ardından uygulanan her bir gerilim değerinde, çalışma elektrodunun referans elektroda göre gerilim ve akım okumaları yapılarak, veriler bilgisayardan akım-gerilim grafiği olarak gözlenir. Bu işlemlere tarama için girilen son değere ulaşılmıncaya kadar devam edilir ve bu değere ulaşıldığında başlangıç gerilimine göre ters yönde tarama yapılır.



Şekil-9. Kaplamanın gerçekleştirildiği potansiyostat sistemi

4.1.2. Elektrokimyasal Hücre

Elektrokimyasal hücre 8.5 cm boyunda, 5.4 cm çapında pyreks camdan yapıldı. Deneyde kullanılacak elektrotların düzgün olarak yerleştirilmesine olanak veren bir teflon kapak, pyreks cam hücrenin üzerine yerleştirildi (Şekil-10).



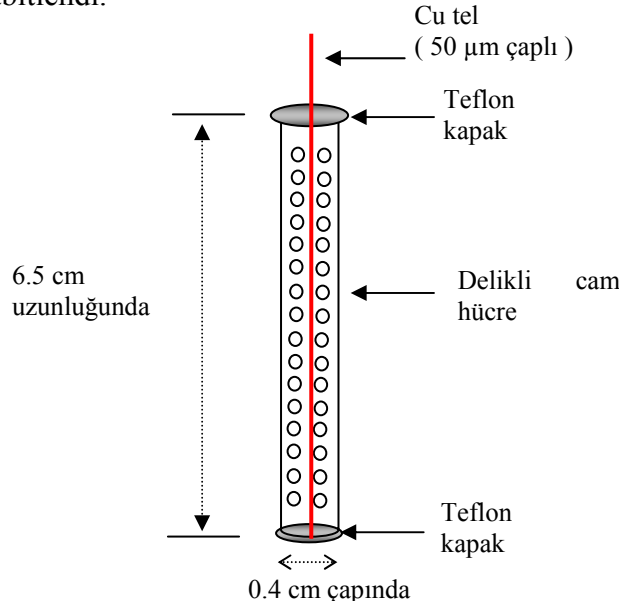
Şekil-10. Kaplamanın gerçekleştiği elektrokimyasal hücre

4.1.3 Elektrotların Hazırlanması:

Tüm elektrokimyasal çalışmalar üç elektrotlu hücrede gerçekleştirilmiş olup, çalıştırma elektrodu olarak 50µm çaplı Cu tel, karşı elektrot olarak yüksek saflıkta platin kafes elektrot ve referans elektrot olarak Ag/AgCl (BAS 3M NaCl, ve SCE ye göre -35 mV) elektrot kullanılmıştır.

Çalıştırma elektrodu olarak kullanılan Cu telin mümkün olduğunca pürüzsüz olmasına dikkat edildi ve üç elektrotlu hücreye Şekil-11’ de görülen çözeltinin çalıştırma elektroduyla temasını engellemeyen delikli bir cam içerisinde yerleştirildi. Deney sırasında her iki taraftan iç çapı 0.4 cm, dış çapı 0.6 cm olan teflon kapaklar delikli cam

üzerine geçirildi. Her iki teflon kapakta da Cu telin içinden geçmesine izin verecek delikler yer almaktadır. Çözelti içerisine batırılmayan kısımda, Cu tel, teflon kapağa yapıştırıcı ile sabitlendi.



Şekil-11. Çalışma elektrodunun yerleştirildiği delikli cam hücre

Kullanılan yüksek saflıkta Platin kafes elektrodun çapı 3.4 cm, yüksekliği 3.2 cm ve yüzeyindeki delik oranı %52 dir. Platin kafes elektrot çalışma elektroduna göre 550 kat daha büyük alana sahiptir.

4.1.4 Çözelti Hazırlanması

$Co_xFe_yNi_z/Cu$ manyetik tellerinin elde edilmesi için yapılan çalışmaların tümünde yüksek saflıkta $Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$, $Fe(SO_4)_2 \cdot 7H_2O$, $Co(SO_4)_2 \cdot 7H_2O$ tuzları ve H_3BO_3 , $NaCl$, $C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$, $C_{12}H_{25}NaO_4S$ kimyasal maddeleri kullanılmıştır.

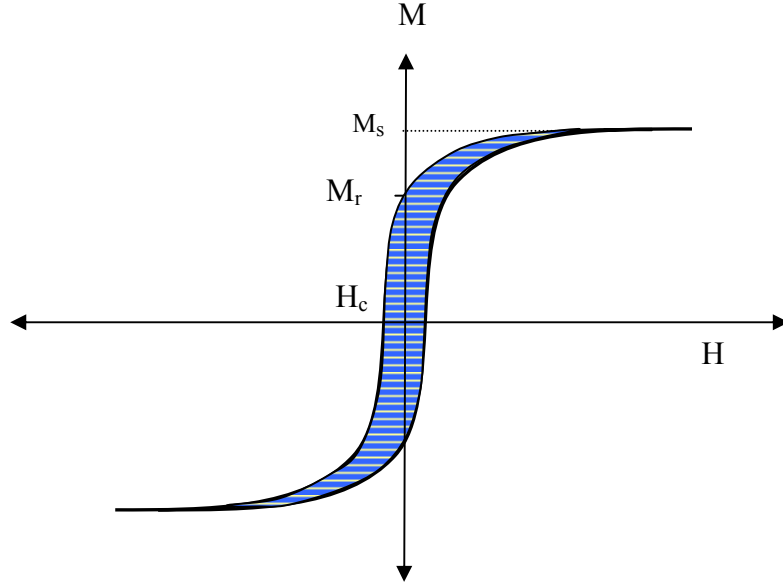
İstenilen konsantrasyona göre hesaplanan madde miktarlarının tartımı Precisa XB220A marka hassas tartı kullanılarak yapıldı. Çözelti, tartımı yapılan maddelerin deiyonize su içerisinde çözülmesiyle hazırlanmıştır.

4.2 pH Ölçümü

Hazırlanan çözeltilerin pH' sı Jenway 3520 pH metre kullanılarak, çözeltiliye 0.1M HCl ve 0.1M NaOH damlatılarak istenilen pH değerine ayarlandı. Deneylerde kullanılan çözeltilerin tamamının pH ölçümleri 10^{-3} ' lük hassasiyette yapıldı.

4.3 Hysteresis Eğrisi Ölçüm Sistemi (M-H)

Amorf numunelerin manyetik parametreleri olan coercivity, remanent manyetizasyon, manyetik alınganlık ve anisotropy sabiti değerleri M-H (manyetik hysteresis) eğrilerinden yararlanılarak bulunabilir. (Şekil –12)



Şekil–12. Tipik bir malzemenin uygulanan alan ile manyetizasyonunun değişimi. Burada H_c coercivityi, M_r remanent manyetizasyonu, M_s doyum manyetizasyonu değerlerini göstermektedir.

M-H ölçümleri Şekil–13’ de gösterilen sistem kullanılarak yapılmıştır. Bu metot da search bobinleri bir köprü devresi içine yerleştirilmiştir. Yani numune yok iken alan uygulandığında toplam çıkış sıfırdır. Search (pick-up) bobinlerin birine yerleştirilen manyetik malzeme manyetik alana maruz kaldığında search bobininde oluşan voltaj, V_1 , Faraday kanunu ile;

$$V_1 = n\mu_o \frac{d}{dt}(A_c H + A_s M) \quad (4.1)$$

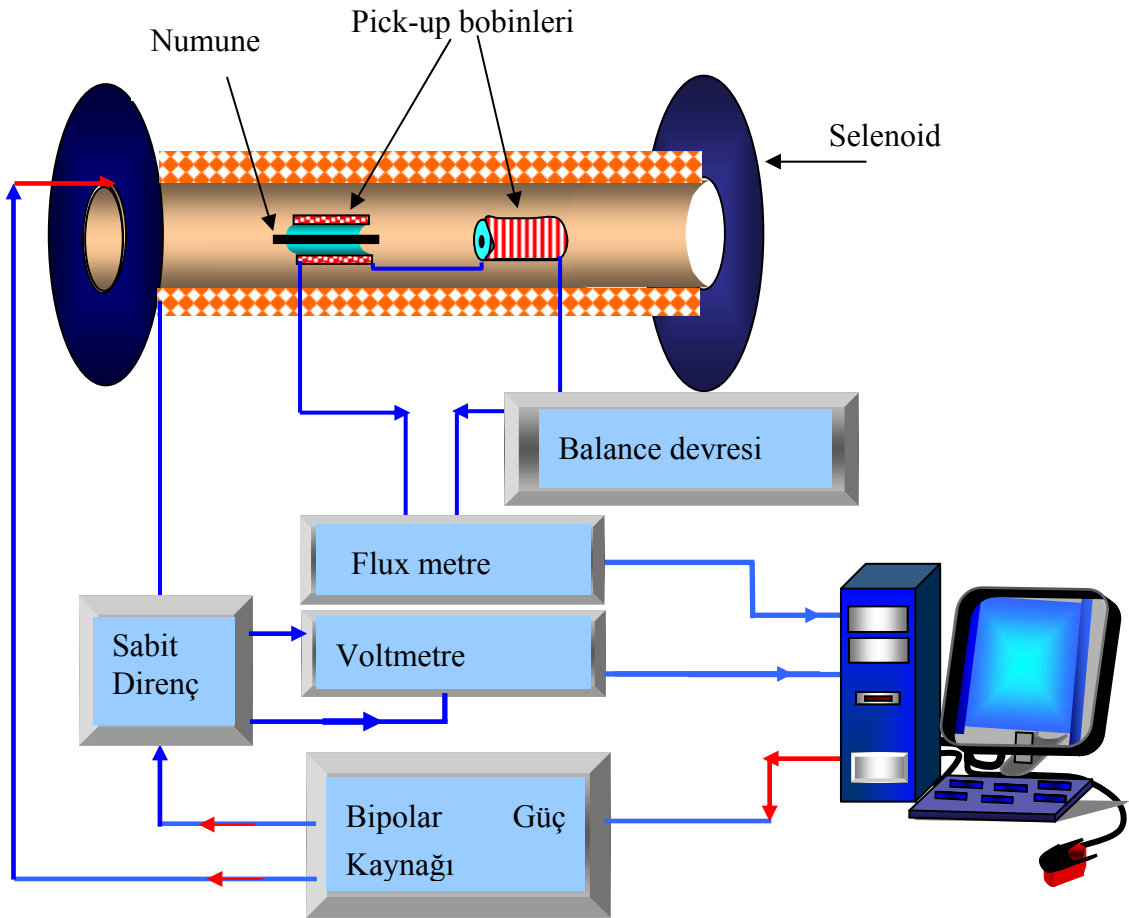
verilir. Burada μ_o boş uzayın geçirgenliği, M manyetizasyon, A_c search bobinin kesit alanı, A_s ise numunenin kesit alanıdır. Herhangi bir numunenin yokluğunda oluşan voltaj, V_2 ;

$$V_2 = n\mu_o \frac{d}{dt}(A_C H) \quad (4.2)$$

eşitliği ile verilir. Toplam çıkış, V_o Eş. (4.1) ve (4.2) denklemleri arasındaki farktır, yani;

$$V_o = n\mu_o \frac{d}{dt}(A_s M) \quad (4.3)$$

eşitliği ile verilir. Malzemenin manyetizasyonundaki değişim toplam çıkışın zaman integrali ile orantılıdır. Böylelikle elde edilen voltaj integre edilerek M değeri uygulanan manyetik alanın fonksiyonu olarak bu metotla ölçülebilir.



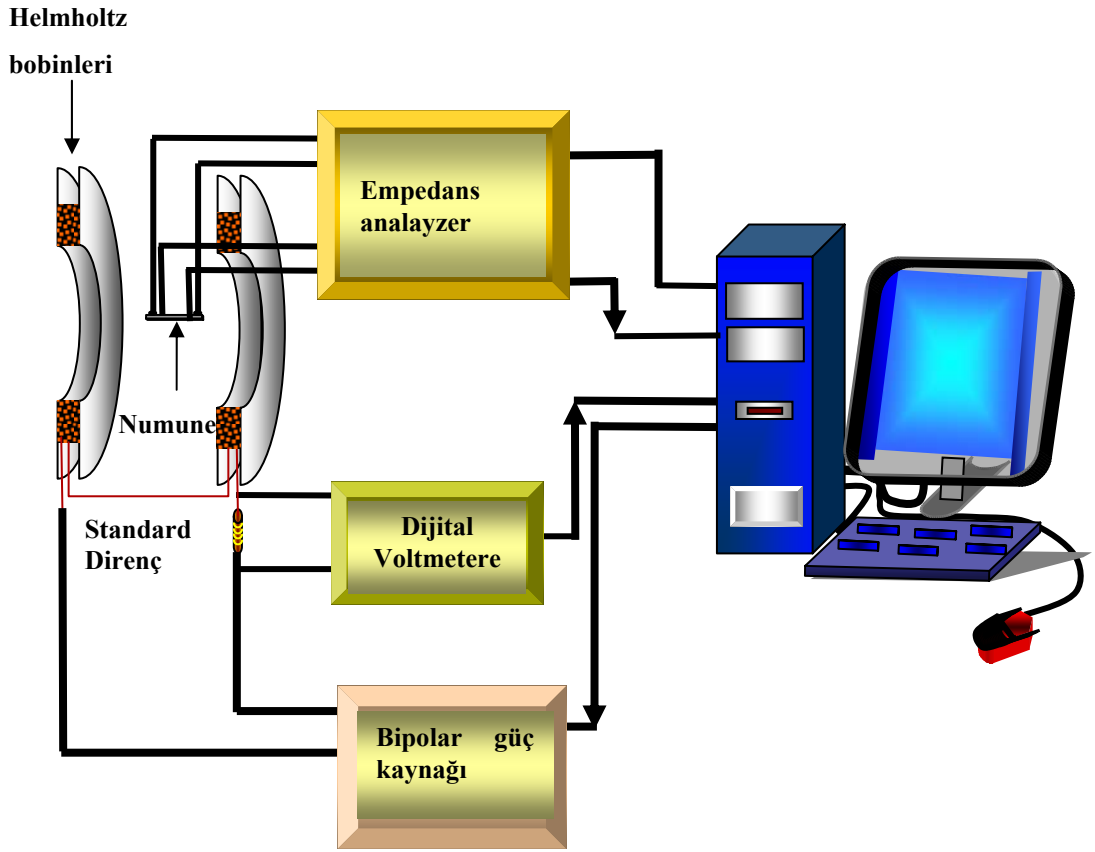
Şekil-13. M-H ölçüm sistemi

Bipolar güç kaynağı tarafından uygulanan akım, selenoid bobin içerisinde dc bir manyetik alan oluşturur. Numune üzerinden elde edilen sinyalin integrasyonu Lakeshore Integrating Fluxmeter tarafından yapılmaktadır. Sonuçta uygulanan alan değeriyle, integre edilen sinyal değeri, bilgisayar vasıtasıyla depolanmaktadır. Numuneden veri alma işlemi manyetik alanın, negatif manyetik alandan pozitif manyetik alana ve tekrar pozitif manyetik alandan negatif manyetik alan değerine değiştirilmesi süresince gerçekleştirilir. Bilgisayarda depolanan manyetik alan değerleri ve integre edilen sinyal değerlerinin grafiği çizilerek Şekil-12’ de gösterilen histerisis eğrisi elde edilir. Deneylerde, elektrokimyasal olarak elde edilen NiFe ve CoNiFe manyetik telleri, M-H ölçümleri için 5.2 cm uzunlukta kesildi.

4.4 Manyeto-empedans Ölçüm Sistemi

Manyeto-empedans statik bir dc manyetik alan (H_c) altında bir iletkenin toplam empedansının değişimi olarak tanımlanır. Büyüklüğü I_0 olan ve açısal frekansı w olan ($I=I_0e^{j\omega t}$) bir ac akım, numune boyunca geçirildiğinde manyetizasyondaki değişimden dolayı enine bir manyetik alan ortaya çıkar. Bir manyetik numune dış bir alana maruz kaldığında numunenin empedansında keskin bir değişim meydana gelir. Empedansdaki değişim, akım tarafından ortaya çıkan değişken manyetik alan ve malzemenin manyetizasyonu arasındaki etkileşmeden dolayı ortaya çıkar. Bu değişimleri dışardan uygulanan manyetik alan açığa çıkarır.

Şekil-14’ de manyeto-empedans etkiyi belirlemede kullanılan ölçüm sistemi görülmektedir.



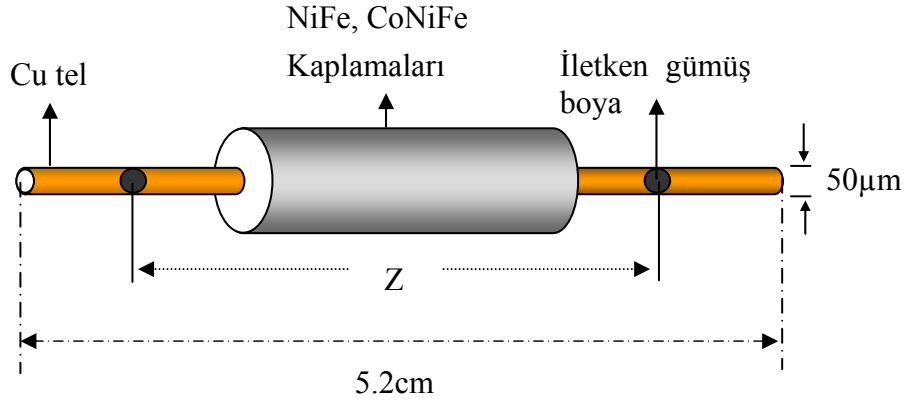
Şekil-14. Manyeto-empedans ölçüm sistemi

Soft manyetik numune üzerinden, bir ac akım geçirildiğinde manyetik numune içinde ek bir indüksiyon voltaja neden olan enine bir manyetik alan oluşur. dc alan (H_c) tel ya da şerit şeklindeki numune eksenine paralel uygulandığında, ortaya çıkan bu voltajın büyüklüğü (V) empedans içindeki azalmadan dolayı değişecektir. Sistemde bulunan empedans analayzer, empedansın bu alana bağlılığını hesaplar. Manyeto-empedans oranı;

$$\% \Delta Z / Z = 100 [(Z (H_{dc}) - Z (H_{max})) / Z (H_{max})] \quad (4.4)$$

eşitliği ile verilir. Burada $Z (H_{dc})$, uygulanan bir dc manyetik alandaki empedans ve $Z (H_{max})$ ise maksimum manyetik alandaki empedans değeridir ($H_{max}=7400$ A/m). Dış dc manyetik alan, düzgün manyetik alan üretebilen Helmholtz bobin sistemi kullanılarak oluşturulmuştur.

Elde edilen filmlerin manyeto-empedanslarının manyetik alanla deęişimini ölçmek için Şekil-15’ deki gibi, filmin kaplanmadığı bakırlı kısımdan gümüş boya ile kontak yapıldı. Kaplanmış kısmın uzunluğu ~ 4.2 cm dir.



Şekil-15. Manyeto-empedans ölçümünün basit gösterimi

4.5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Elektron mikroskobu yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronların, numune yüzeyine çarptırılıp yansıtılması prensibi ile çalışmaktadır. SEM analiz yönteminde numune yüzeyinden yansıyan elektronlar bir dedektör yardımıyla tutulur ve uygun bilgisayar yazılımları kullanılarak numunenin yüzey özellikleri, grain boyutları gibi özellikler belirlenir. Filmlerin SEM analizi yapılırken teller 1 cm uzunluğunda kesildi ve iyi görüntü alabilmek için 2-3 Å luk altın ile kaplandı.

SEM analizleri Leo Evo-40xVP model elektron mikroskobu kullanılarak yapıldı.

4.6 EDX Analiz Yöntemi

EDX yöntemi Leo Evo-40xVP sistemi ile birlikte çalışan Rontech Xflash Dedektör aracılığıyla yapıldı. Sistem numunede yer alan atomların yüzde oranının belirlenmesinde kullanıldı.

5. DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA

Bizim amacımız yüksek doyum manyetizasyonuna ve soft manyetik özelliklere sahip ince filimleri elektrokimyasal toplama tekniği ile elde etmektir.

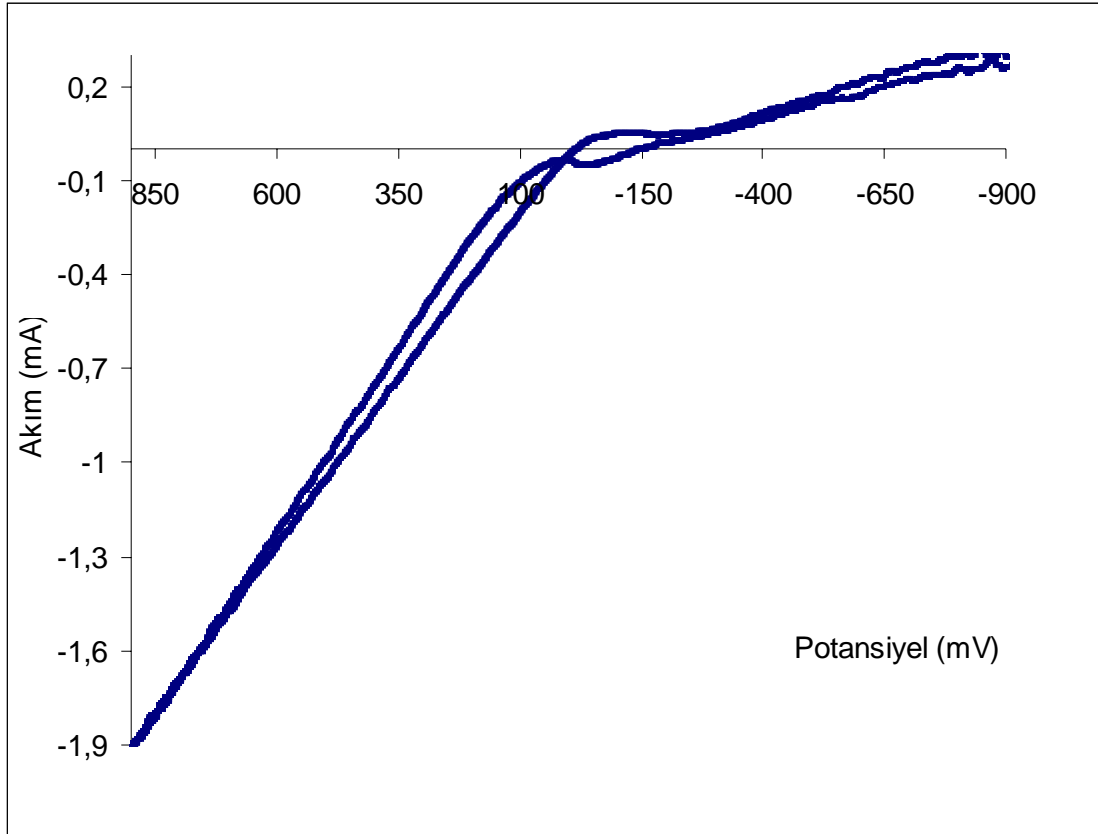
Çalışmamızın ilk aşamasında elektrokimyasal kaplama yönteminde önemli bir faktör olan kaplama çözelti şartları (içerik, pH, uygulanacak aşırı gerilim ...) araştırıldı. Ni, Fe, Co alaşımlarının kaplama şartlarını belirlemek üzere hazırlanan farklı konsantrasyonlara sahip sulu $\text{Co}_x\text{Ni}_y\text{Fe}_z$ çözeltileri Ni^{+2} , Fe^{+2} , Co^{+2} iyonlarını içeren tuzlar karıştırılır. Burada x, y ve z çözeltiye konulacak metal tuzlarının farklı molar konsantrasyonları göstermektedir. Daha sonra konsantrasyonlar sabit tutularak farklı pH değerlerine sahip çözelti setleri hazırlandı.

5.1 ELEKTROKİMYASAL OLARAK NiFe FİLM ELDESİNE YÖNELİK ÇALIŞMALAR

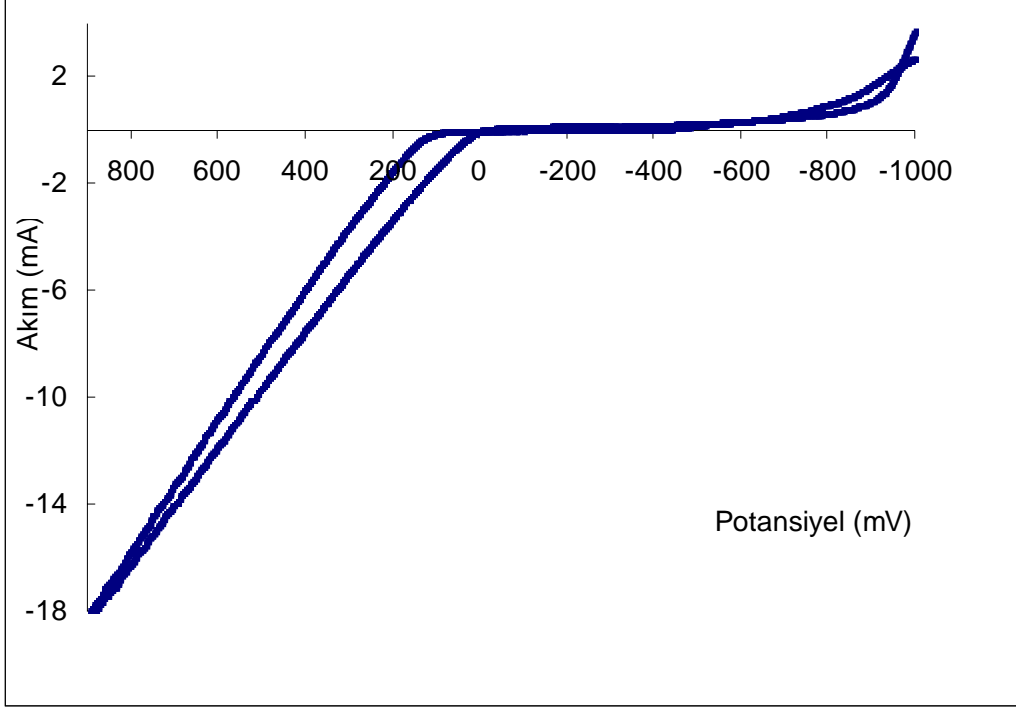
Elektrokimyasal kaplamaya geçmeden önce, Ni^{+2} ve Fe^{+2} metal iyonlarını ayrı ayrı ve de birlikte içeren çözeltilerde her bir elementin çalışma elektrodu üzerinde indirgenme potansiyelleri incelenir. Bunun için yapılan çevrimli voltametri çalışmaları Şekil-16,17,18' te görülmektedir. Şekil-16,17 den de görüleceği gibi Ni^{+2} -0.39V'da Fe^{+2} ise -0.15V 'da indirgenme başlar. Her iki iyonunda yer aldığı çözeltilerden elde edilen voltamogram ise Şekil-18 de görülmektedir. Yaptığımız çalışmalar sonucunda, hem Ni^{+2} hem de Fe^{+2} iyonunun indirgenme potansiyelinden daha negatif bir potansiyelde, (-1 V) olması gerektiği belirlendi. -1 V sabit potansiyel altında Cu elektrot üzerinde elde edilen filmin akım zaman karakteristiği ise Şekil-19'daki gibidir.

Çözeltide hangi metal iyonları tuzlarını kullanacağımız konusunda yaptığımız birçok çalışmadan sonra, sülfat iyonlarıyla elde edilen filmlerin daha homojen ve yüzeye daha iyi tutunduğu gözlemlendi. Yine kaplama sırasında çözelti sıcaklığı etkisine baktığımız ön çalışmalarda, Cl^- iyonlarını içeren çözeltilerden elde edilen filmlerin, kaplama sonrasında yüzeyden kolayca sıyrıldığı ve de homojen olmayan poroz bir yapıya sahip olduğu gözlemlendi. Ayrıca kaplama öncesinde belirli bir değere ayarladığımız pH değerinin, deney sırasında değişmesini engelleyecek pH tamponları (H_3BO_3 , NH_4Cl) kullanıldı. Çözeltinin iletkenliği NaCl ile sağlandı. Yine kaplama sürecinde elektrot yüzeyinde oluşan hidrojen baloncukları gözlemlendi. Bunlar zaten mikro boyutta gerçekleşen kaplamayı engellediğinden, baloncukların yüzeye tutunmasını

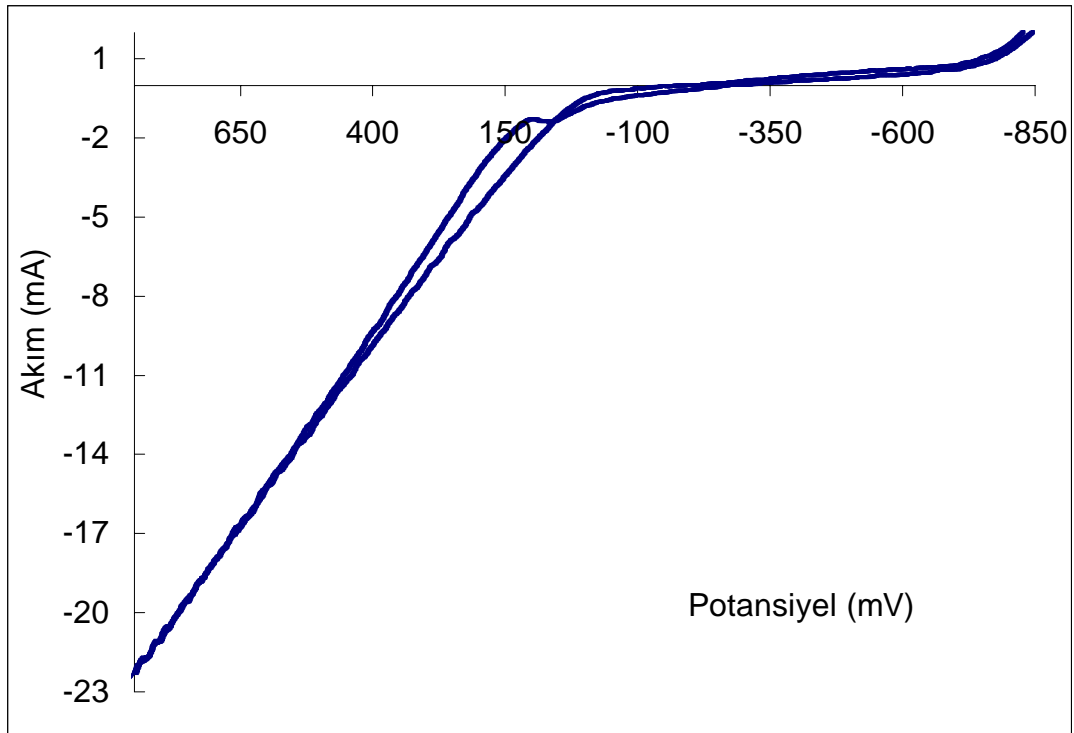
engelleyecek sodium lauryl sulfat ($C_{12}H_{25}NaO_4S$) çözeltiye eklendi. Ayrıca çalışma elektrodu üzerindeki stresi azaltmak amacı ile de kaplama çözeltisine saccharin ($C_7H_4NNaO_3S$) eklendi. Elektrokimyasal kaplama değişik zaman aralıklarında deney süresince sabit hızda karıştırma yapılarak oda sıcaklığında gerçekleştirildi.



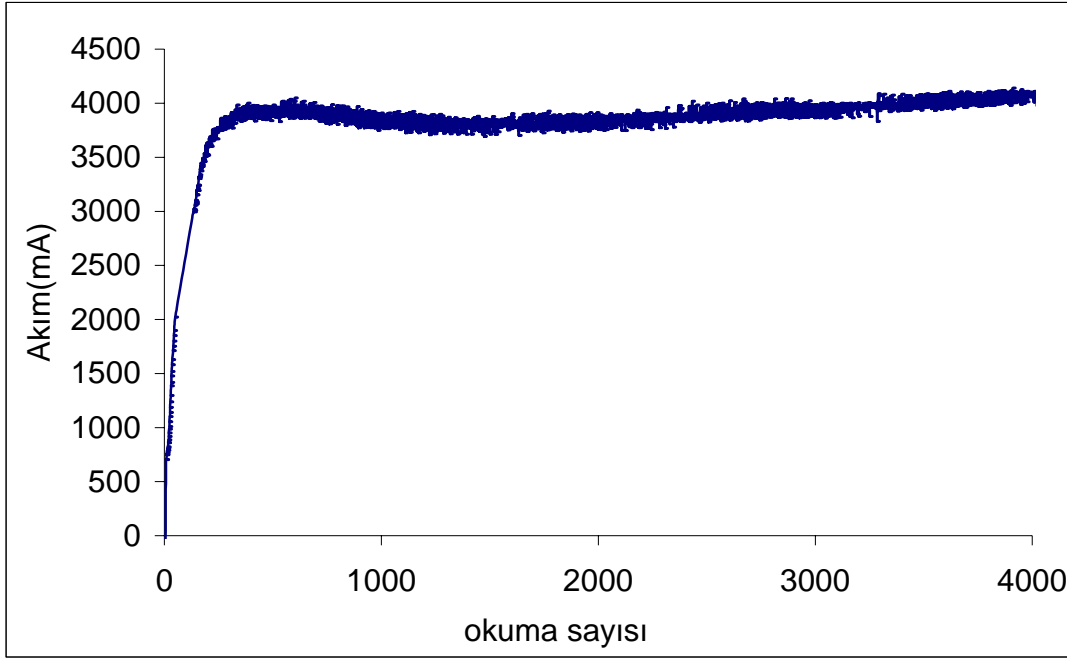
Şekil-16. 5mM $Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$, 35 mM NaCl, 7mM $C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$ ve 0.01 g/lit $C_{12}H_{25}NaO_4S$ içeren pH 2.6 çözeltisinden Cu taban üzerinde elde edilen çevrimli voltamogram, tarama hızı 25 mV/s.



Şekil-17. 0.1M Ni(SO₄)₂.6H₂O, 35 mM NaCl, 7mM C₇H₄NNaO₃S.2H₂O ve 0.01 g/lt C₁₂H₂₅NaO₄S içeren pH 2.6 çözeltisinden Cu taban üzerinde elde edilen çevrimli voltamogram, tarama hızı 25 mV/s



Şekil-18: 5mM Fe(SO₄)₂.6H₂O, 0.1M Ni(SO₄)₂.6H₂O, 35 mM NaCl, 7mM C₇H₄NNaO₃S.2H₂O ve 0.01 g/lt C₁₂H₂₅NaO₄S içeren pH 2.6 çözeltisinden Cu taban üzerinde elde edilen çevrimli voltamogram, tarama hızı 25 mV/s.



Şekil-19: 5mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0.1M $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 35 mM NaCl, 7mM $\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 0.01 g/lit $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ içeren pH 2.6 çözeltisinde, Cu taban üzerinde NiFe filimin oluşturulması sırasında elde edilen akım zaman eğrisi. Elektrokimyasal kaplama gerilimi -1V (Ag/AgCl referans elektroda karşı).

Yukarıda da belirtildiği gibi kaplama çözeltisine eklenen her bir elementin ne kadar ekleneceği başlı başına bir problemdir. Bunun dışında kaplama süresince uygulanacak gerilim, sıcaklık, pH, karıştırma hızı, elektrotlar, kaplama süreci gibi niceliklerinden her biri oluşturulacak film kompozisyonunu ve görünümünü, ve de manyetik özelliklerini büyük ölçüde etkileyen, ayrıntılı ve uzun araştırmalar gerektiren çalışmalardır.

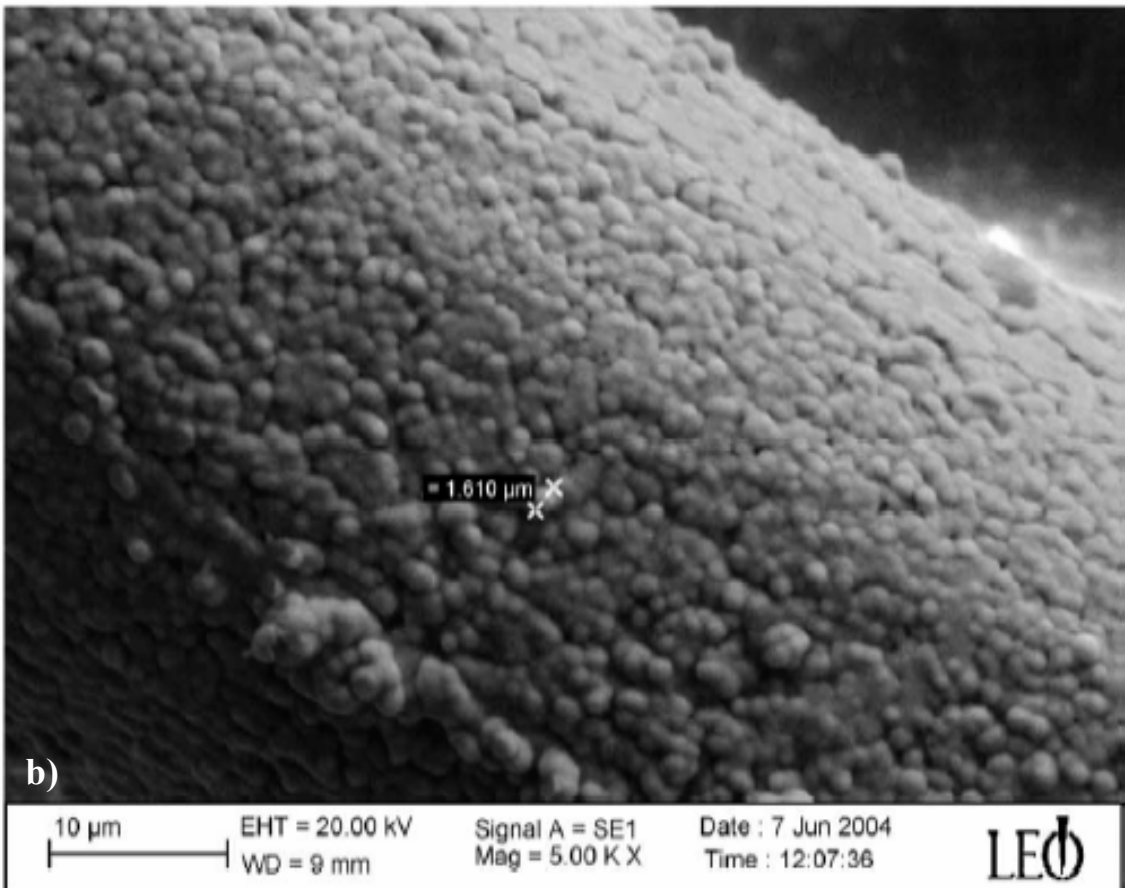
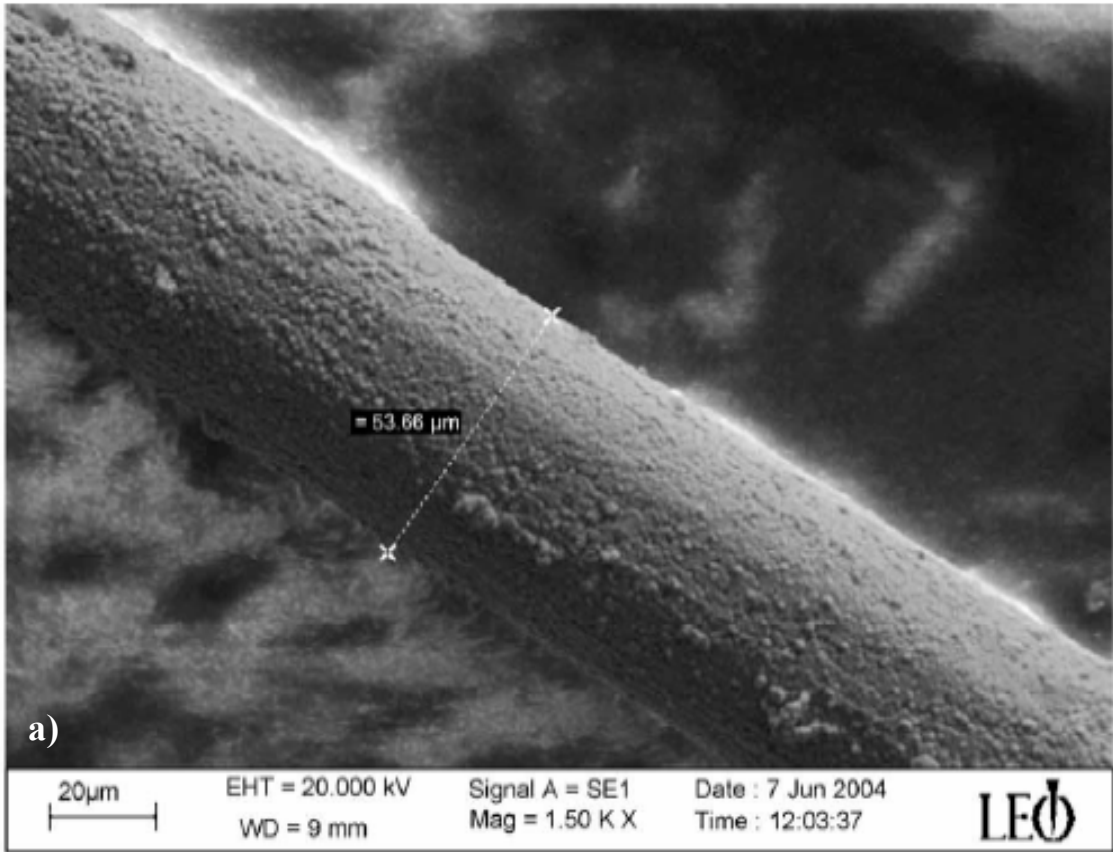
NiFe film eldesi için yaptığımız çalışmalarda kullandığımız elektrokimyasal kaplama şartları Tablo-3' de verilmiştir.

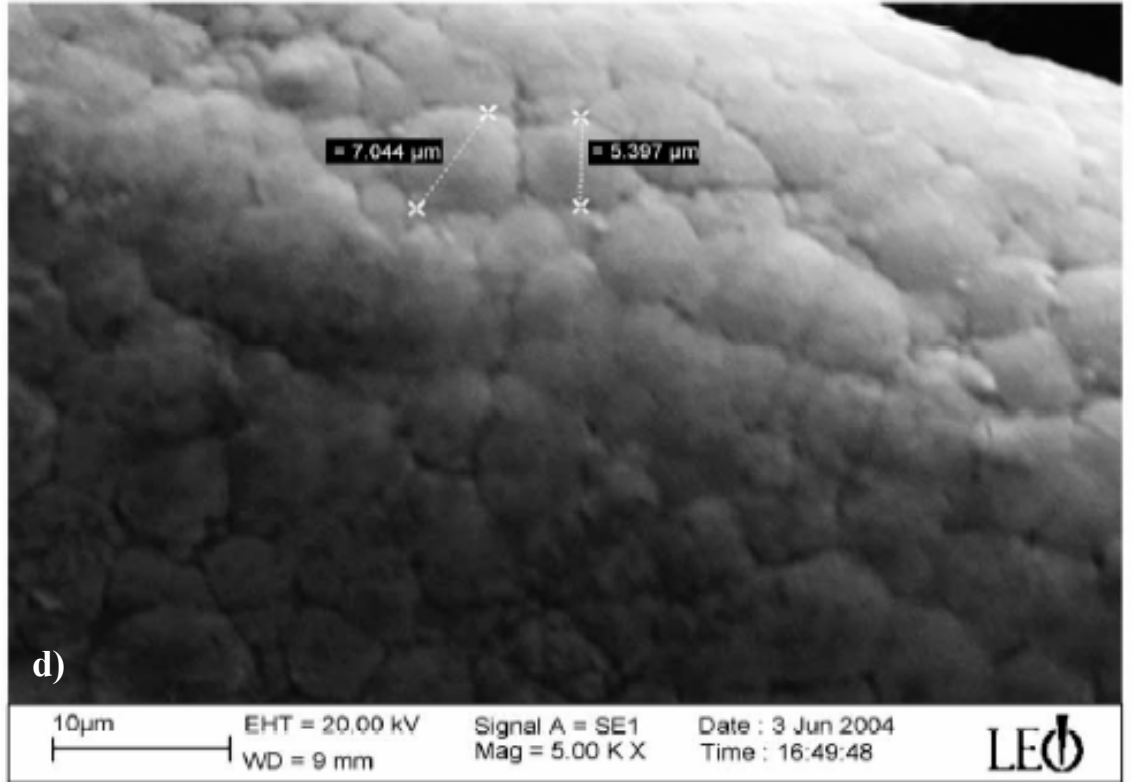
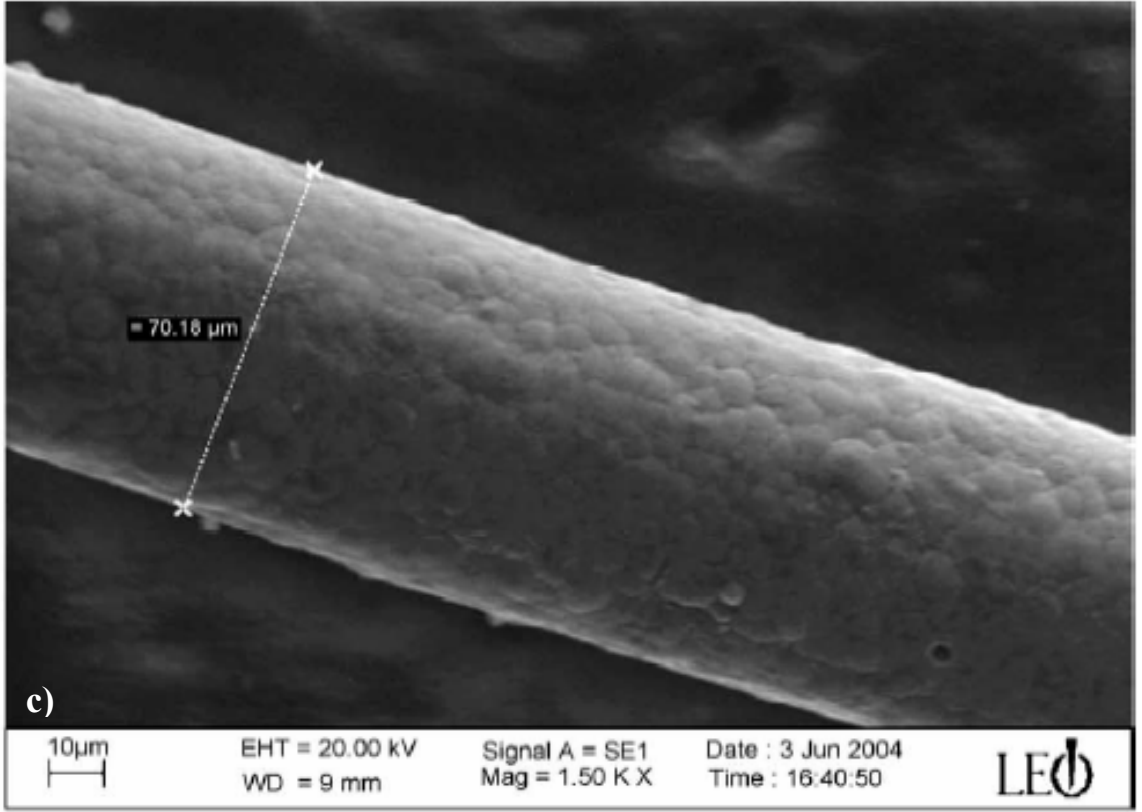
Şekil-20(c)'de ki SEM fotoğrafında elde ettiğimiz 180 dakikalık kaplama sonucu elde edilen NiFe filmde çatlakların yer almadığı ve küresel bir yüzeyin oluştuğu görülmektedir. Oysa 10 dk kaplama sonucu elde edilen film yüzeyinde yer yer kümeleşmeler gözlemlendi Şekil-20(b). NiFe/Cu manyetik tellerin çapı 10 dk için 53.66 μm iken 180 dk için 70.18 μm olarak ölçülmüştür (Şekil-20 a, c). Grain boyutunun kaplama süresi arttıkça büyüdüğü gözlemlendi. Ayrıca aynı pH için değişik zaman aralıklarda elde edilen tüm filmlerin % atomik oranları %78.021 Ni, %19.329 Fe, % 1.444 Cl ve %1.204 S olarak EDX spektrumundan belirlendi (Şekil-21).

Tablo-3. Elektrokimyasal NiFe filmlerin elde edildiđi banyo şartları

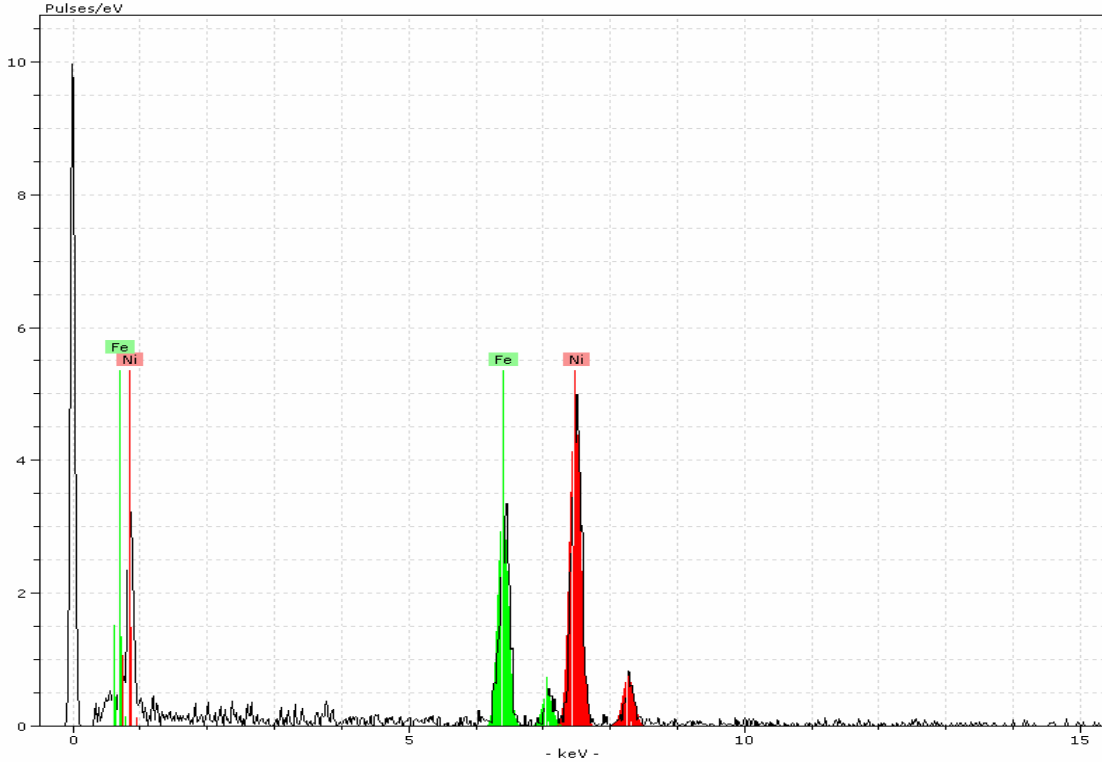
Çözeltide kullanılan kimyasallar	Konsantrasyon
Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O	0.1 M
Fe(SO ₄) ₂ .6H ₂ O	5 mM
H ₃ BO ₃	0.2 M
NaCl	35 mM
C ₇ H ₄ NNaO ₃ S.2H ₂ O	7 mM
C ₁₂ H ₂₅ NaO ₂ S	0.01 g/l
Uygulanan gerilim	-1 V
Çözelti sıcaklığı	25 °C
pH	2.4- 2.6- 2.8
Kaplama süresi	10dk, 60dk, 180dk
Substrate (taban)	50 µm' lik Cu tel

60 dk ve 180 dk için elde filmlerin manyetizasyonlarının manyetik alanla deđişim eğrileri (M-H) Şekil-22'de görölmektedir. 60 dk' lık filmin coercivity si 150A/m iken, 180 dk için bu deđer 94 A/m düşmüştür.

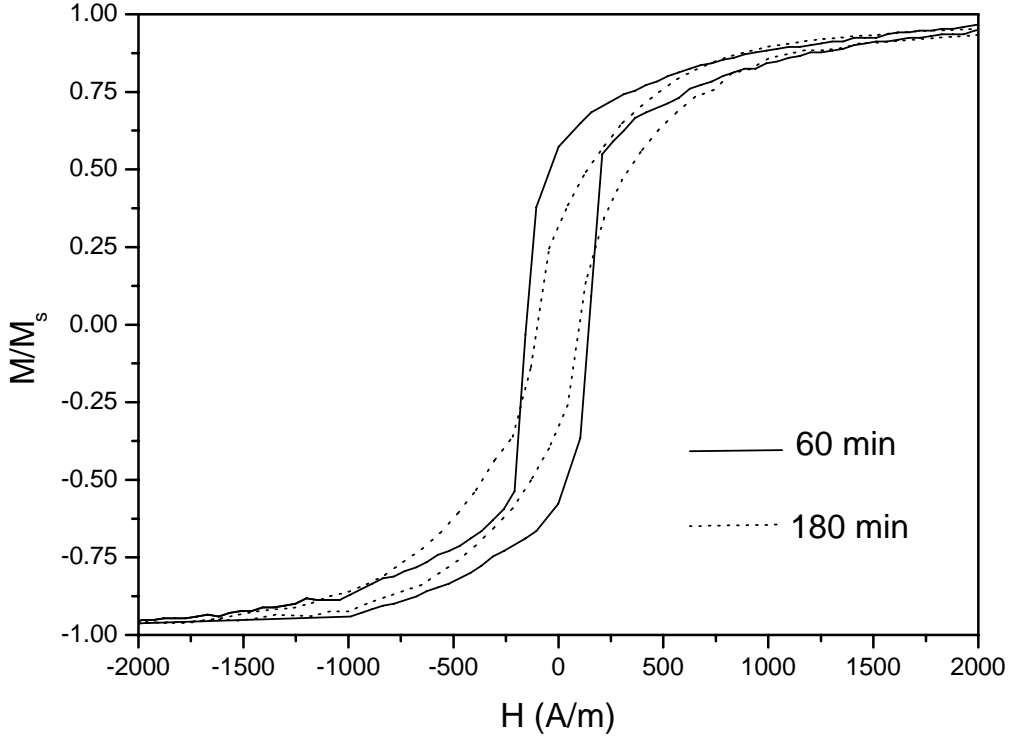




Şekil -20. Cu tel üzerinde elektrokimyasal olarak kaplanmış NiFe' nin SEM fotoğrafı. 10 dk' da elektrokimyasal olarak kaplanmış filmin a) 1500 kat büyütmesi (b) 5000 kat büyütmesi, 180 dk' da elektrokimyasal olarak kaplanmış filmin (c) 1500 kat büyütmesi d) 5000 kat büyütmesi

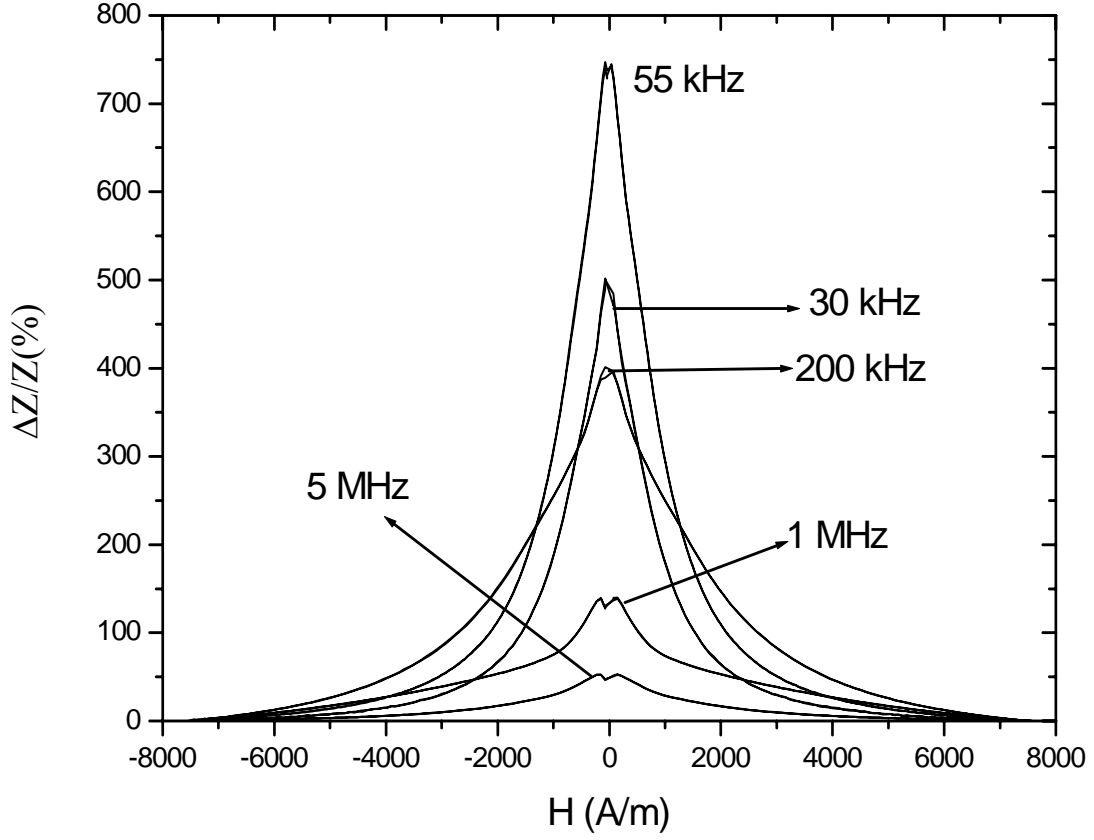


Şekil-21. pH 2.6' lı NiFe çözeltisinden elde edilen filmin EDX spektrumu



Şekil-22. Cu tel üzerinde elektrokimyasal olarak 60 ve 180 dk için kaplanmış NiFe' nin M-H eğrisi; pH 2.6

180 dakikada elektrokimyasal olarak elde edilen NiFe/Cu filminin farklı sürücü frekanslardaki GMI etkisi Şekil-23' te görülmektedir. En büyük GMI etki, 55 kHz de %750 olarak elde edildi.



Şekil-23. Cu tel üzerinde 180 dk'da elektrokimyasal olarak kaplanmış NiFe'de farklı sürücü frekanslarda gözlenen GMI etki; pH 2.6

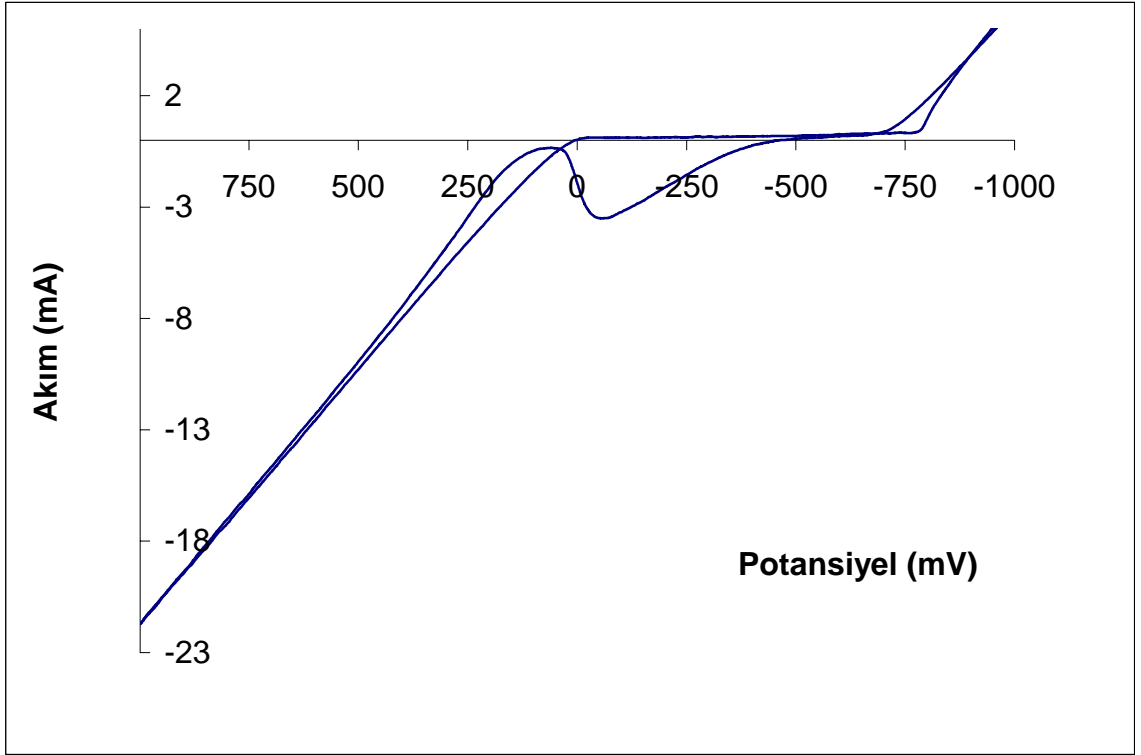
5.2 ELEKROKİMYASAL OLARAK CoNiFe FİLM ELDESİNE YÖNELİK ÇALIŞMALAR

Birçok manyetik ince filmin yanında CoNiFe manyetik ince filmleri manyetik özelliklerinden dolayı mikro elektronikte, manyetik kayıt depolama ve okuma sistemlerinde yazma kafalarının oluşturulmasında kullanılması amaçlanan yeni bir manyetik alaşımdır. Manyetik kayıt sistemlerinde soft manyetik maddeler kilit özellikler taşır. Bu sistemlerde manyetik kayıt kapasitesini arttırmak için manyetik ince filmlerin manyetik özelliklerinin geliştirilmesi gereklidir. Ayrıca manyetik sensörlerde kullanılabilen bu ince filmler yüksek manyeto-impedans(GMI) etki göstermektedirler [40,41].

Çalışmanın bu kısmında, CoNiFe manyetik ince film alaşımlarını çok ince Cu teller üzerine elektrokimyasal olarak kaplayarak, öncelikle elde edilen tellerin manyetik özelliklerine kaplama çözeltisinin pH' ının etkisini incelenmiştir. Daha sonra elde edilen filmlerde Co ve Fe içeriğini arttırarak filmlerin yüzey ve manyetik özelliklerinin nasıl değiştiğini araştıracağız.

Burada NiFe/Cu eldesi için Bölüm 5.1' de yaptığımız işlemlere paralel bir yol izlendi. Tek fark olarak çözeltiye Co^{+2} iyonlarını içeren bir sülfat tuzu eklendi.

5mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 35 mM NaCl, 7mM $\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 0.01 g/lit $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ içeren pH 2.6 çözeltisinde, Co^{+2} iyonlarının Cu taban üzerindeki indirgenme potansiyelini, BAS 100B potansiyostat sistemi kullanılarak, -1 ile +1 volt arasında çevrimli voltomogramından -0.52 V olarak belirlendi (Şekil-24). Bu potansiyel -1 V' dan daha düşük olduğundan, CoNiFe için toplama potansiyelini daha önceki NiFe/Cu filmlerini elde ettiğimiz deneylerde olduğu gibi yine -1V olarak sabit tutuldu. CoNiFe/Cu elde etmek için aldığımız çözelti miktarı, yaklaşık 85 ml olarak tüm deneylerde sabit tutuldu. Daha önceki NiFe çalışmamızın ışığı altında bütün kaplamaları 180 dakika boyunca, çözelti sürekli olarak sabit hızda karıştırılırken gerçekleştirildi. CoNiFe/Cu filmleri elde etmekte kullandığımız elektrokimyasal banyo şartları Tablo-4' de verilmiştir.



Şekil-24. 5mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 35 mM NaCl, 7mM $\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 0.01 g/lit $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ içeren pH 2.6 çözeltisinden, Cu taban üzerinde elde edilen çevrimli voltammogram, tarama hızı 25 mV/s

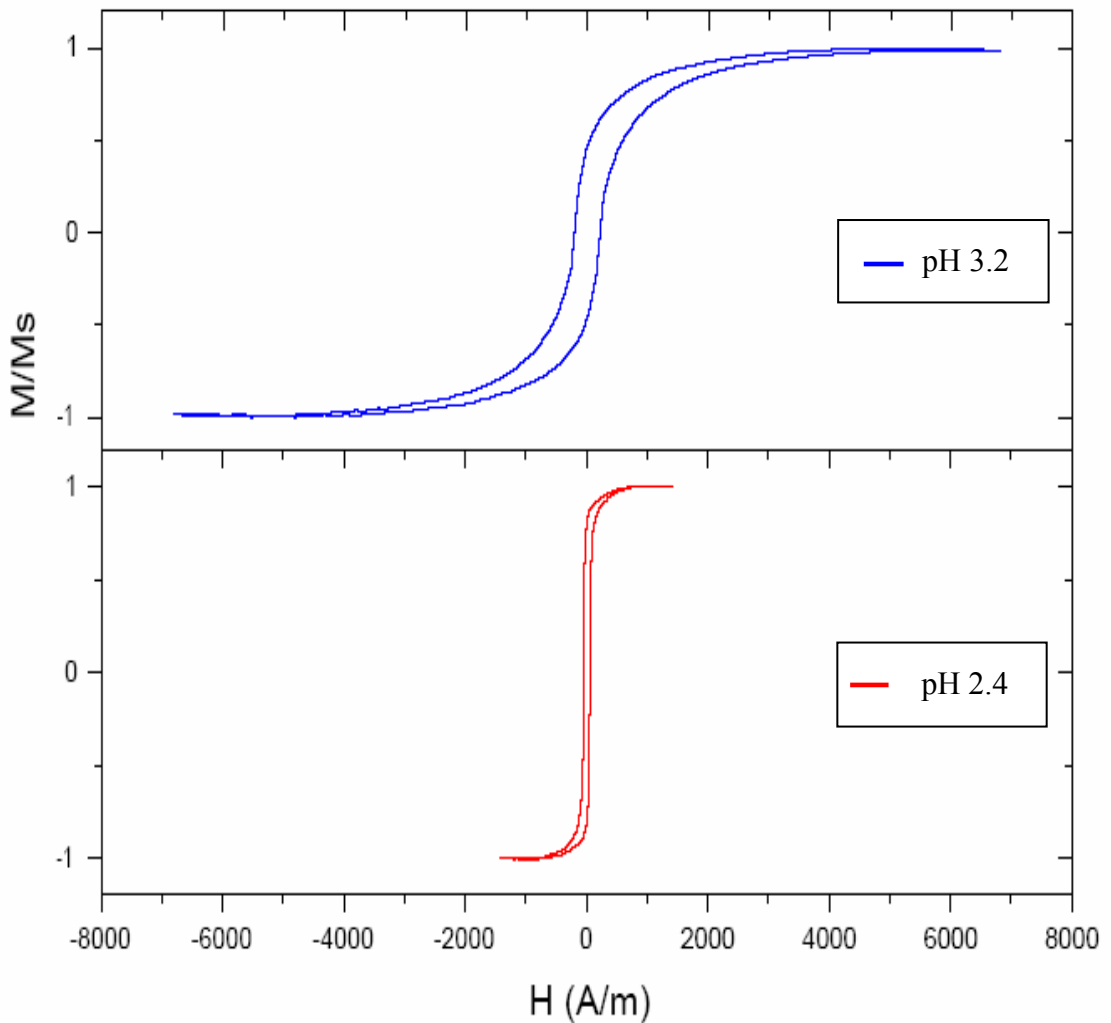
Tablo-4. CoNiFe kaplama çözeltisinde kullanılan kimyasalların konsantrasyonları ve elektrokimyasal kaplama şartları

Çözeltide kullanılan kimyasallar	Konsantrasyon
$\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	5 mM
$\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.1 M
$\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	5 mM
H_3BO_3	0.2 M
NaCl	35 mM
$\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	7 mM
$\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_2\text{S}$	0.01 g/lit
Çözelti sıcaklığı	25 °C
pH	2-3.5
Kaplama süresi	3 saat

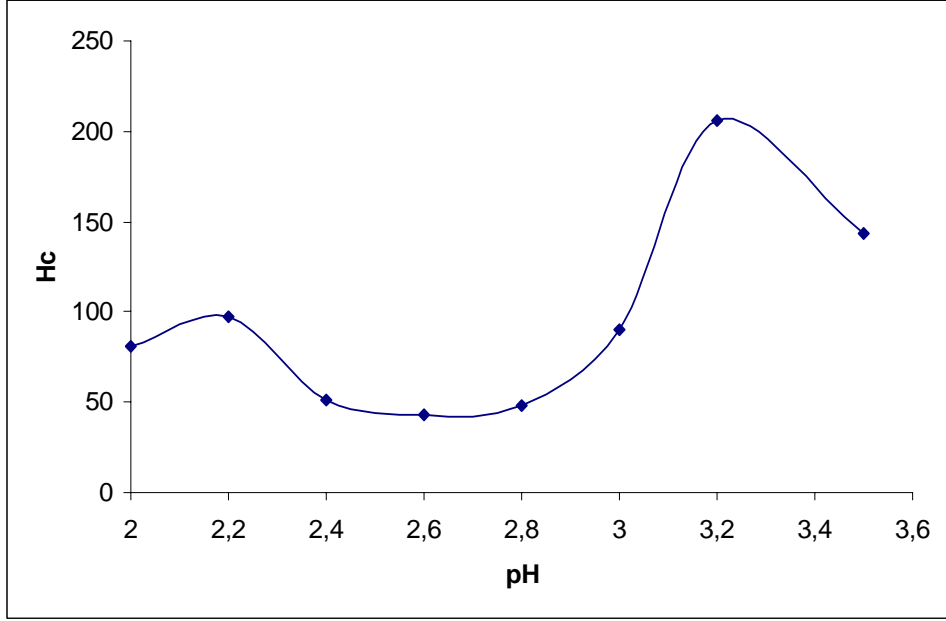
5.2.1 CoNiFe/Cu Filmlerine Çözeltinin pH Etkisi

Yapılan deneylerde, çözelti konsantrasyonu, uygulanan gerilim ve kaplama süresi gibi elektrokimyasal kaplama şartları sabit tutularak, pH 2-3.5 aralığında hazırlanan çözeltilerden, 50 μm Cu teller üzerine CoNiFe ince filmleri elde edildi.

pH 2.4 ve 3.2 çözeltilerinden elde edilen CoNiFe/Cu manyetik tellerinin M-H eğrileri Şekil-25’ de görülmektedir. pH 2.4 çözeltisinden elde edilen numunenin, daha düşük manyetik alan değerlerinde doyuma ulaştığı gözlenmektedir. Manyetik tellerin coercivitesinin, H_c , çözelti pH’sına göre değişimi ise Şekil-26’ deki gibidir. Coercivitenin (H_c), pH 2.4-2.8 aralığında yaklaşık sabit olduğu görülmektedir.

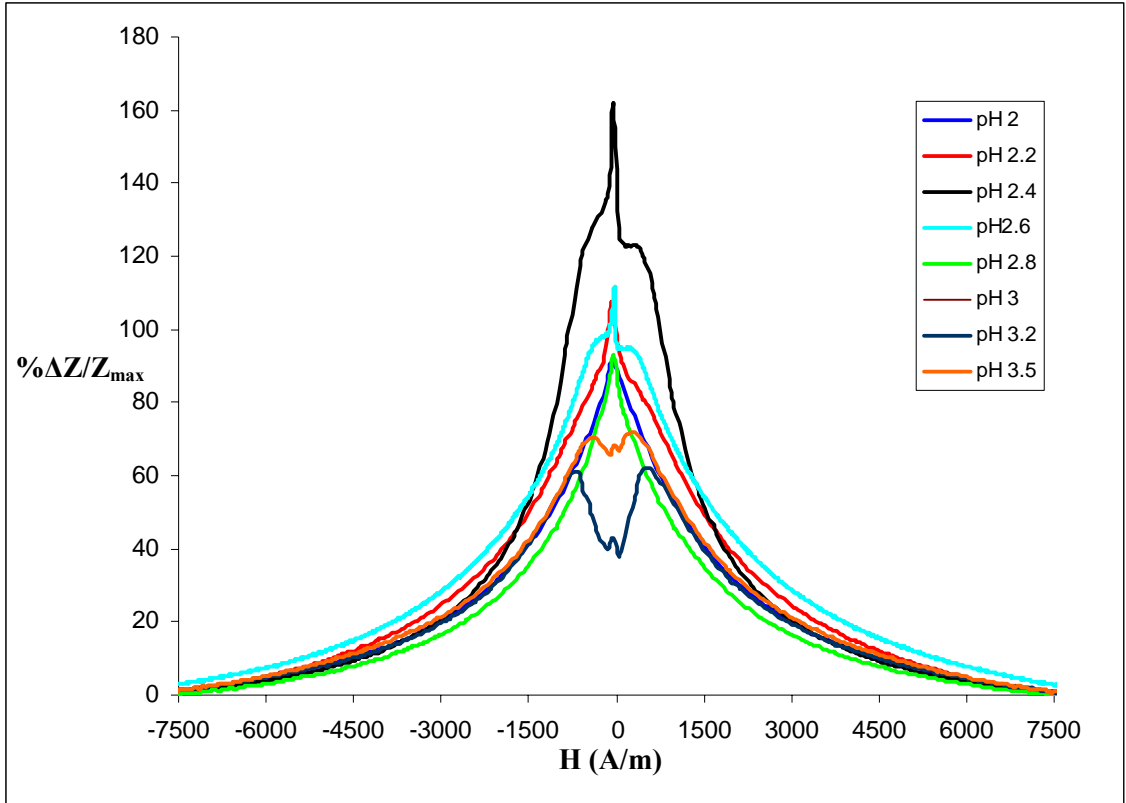


Şekil-25. pH 2.4, 3.2 çözeltilerinden elde edilen CoNiFe/Cu manyetik tellerinin M-H eğrileri



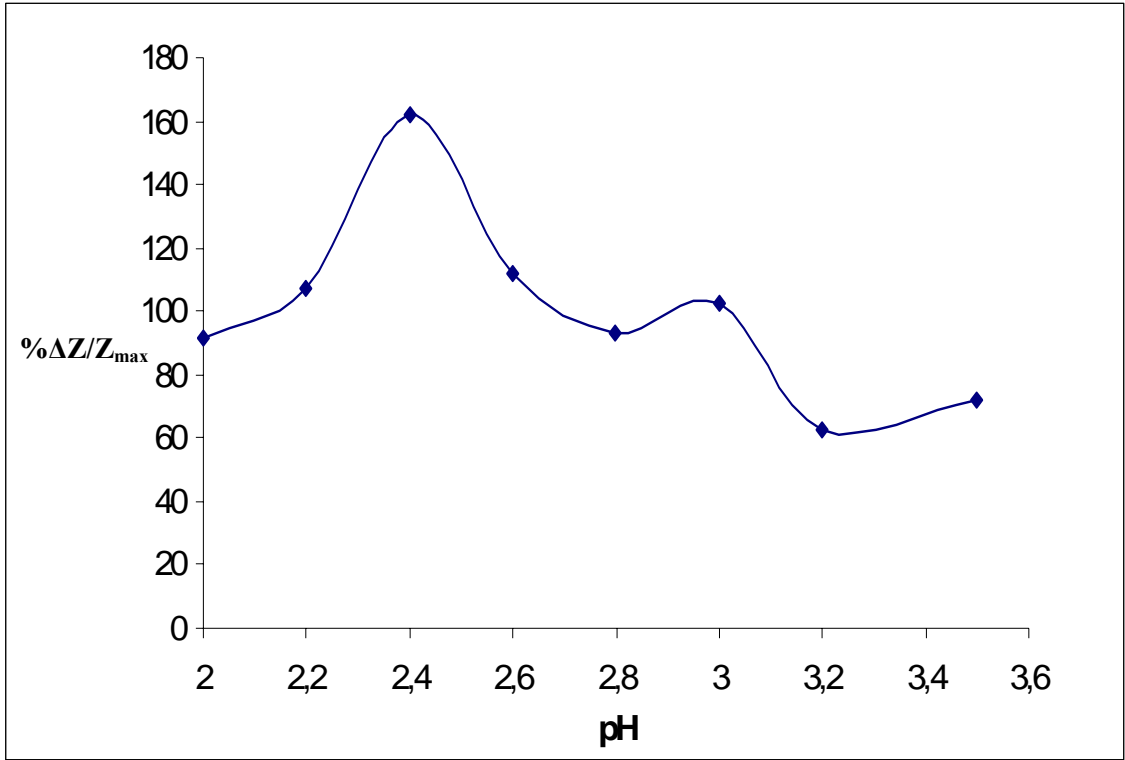
Şekil-26. Manyetik tellerin coercivitelere kaplama çözeltisi pH'ının etkisi

CoNiFe/Cu manyetik tellerinin farklı pH' lara göre manyetik alanla, empedanslarının yüzde değişimi, $\% \Delta Z / Z_{\max}$, ise Şekil-27' de verilmektedir. Eğride görülen simetri bozukluğu, yüzeyin homojen olmamasından kaynaklanabilir.



Şekil-27. Farklı pH' lı kaplama çözeltilerinden elde edilen CoNiFe/Cu tellerinin manyetik alanla empedans değişimleri,

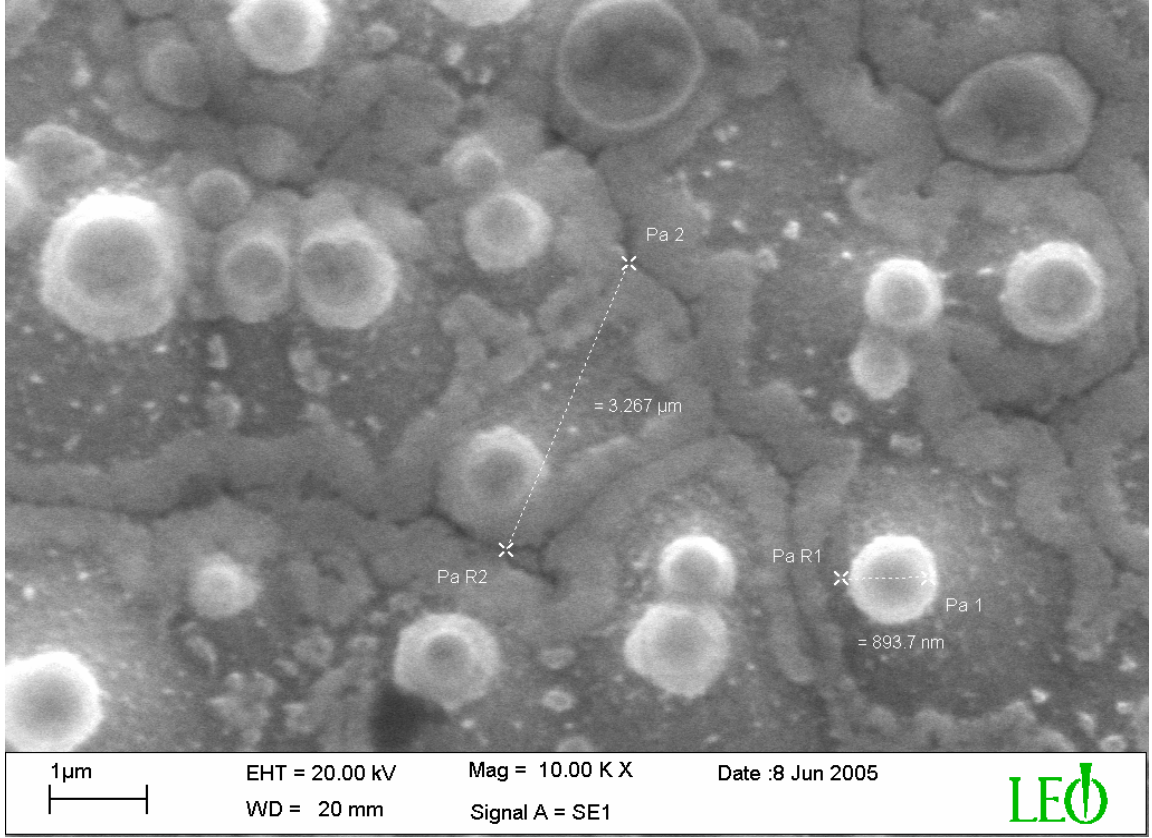
Şekil-28' den de görüleceği gibi en büyük % manyeto-empedans değişimi pH 2.4 çözeltisinden elde edilmiştir.



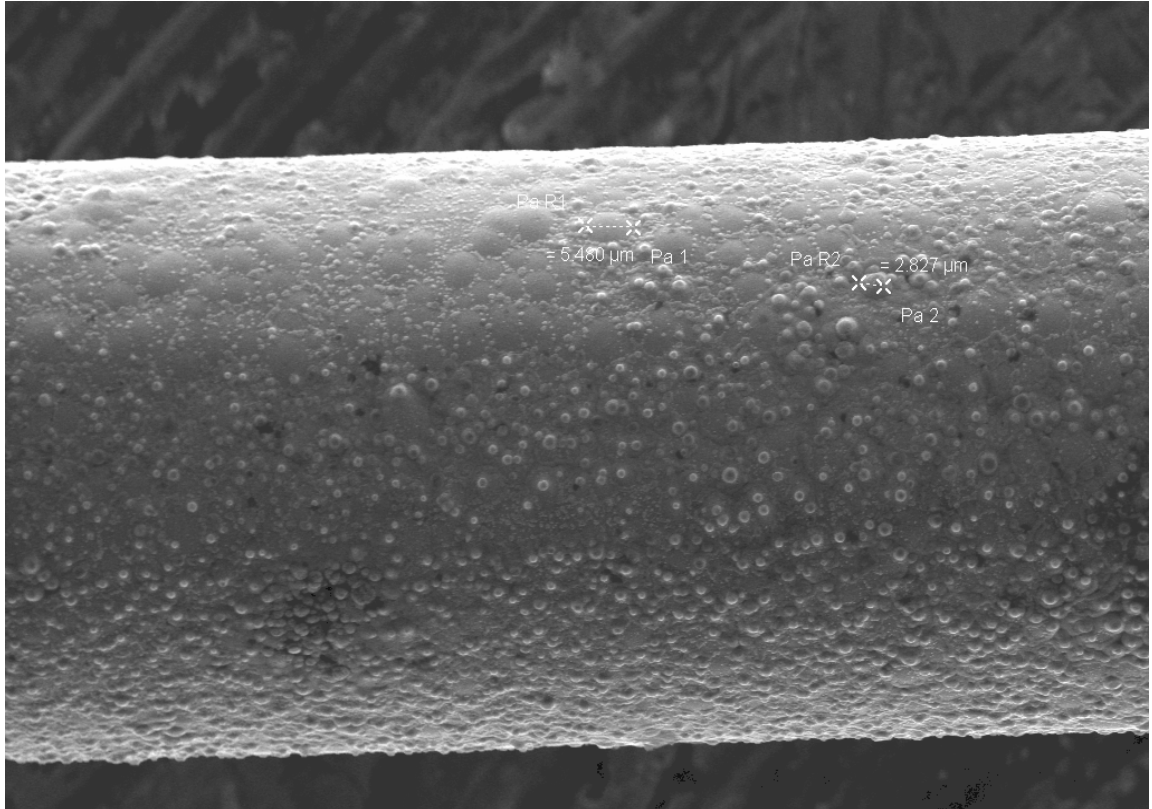
Şekil-28. Farklı pH' lı kaplama çözeltilerinden elde edilen numunelerin % manyeto-empedanslarının pH ile değişimi

Değişik pH değerlerinde elde edilen ve farklı manyetik özelliklere sahip olan tellerden bazılarının yüzey fotoğraflar (SEM) Şekil-29' da görülmektedir.

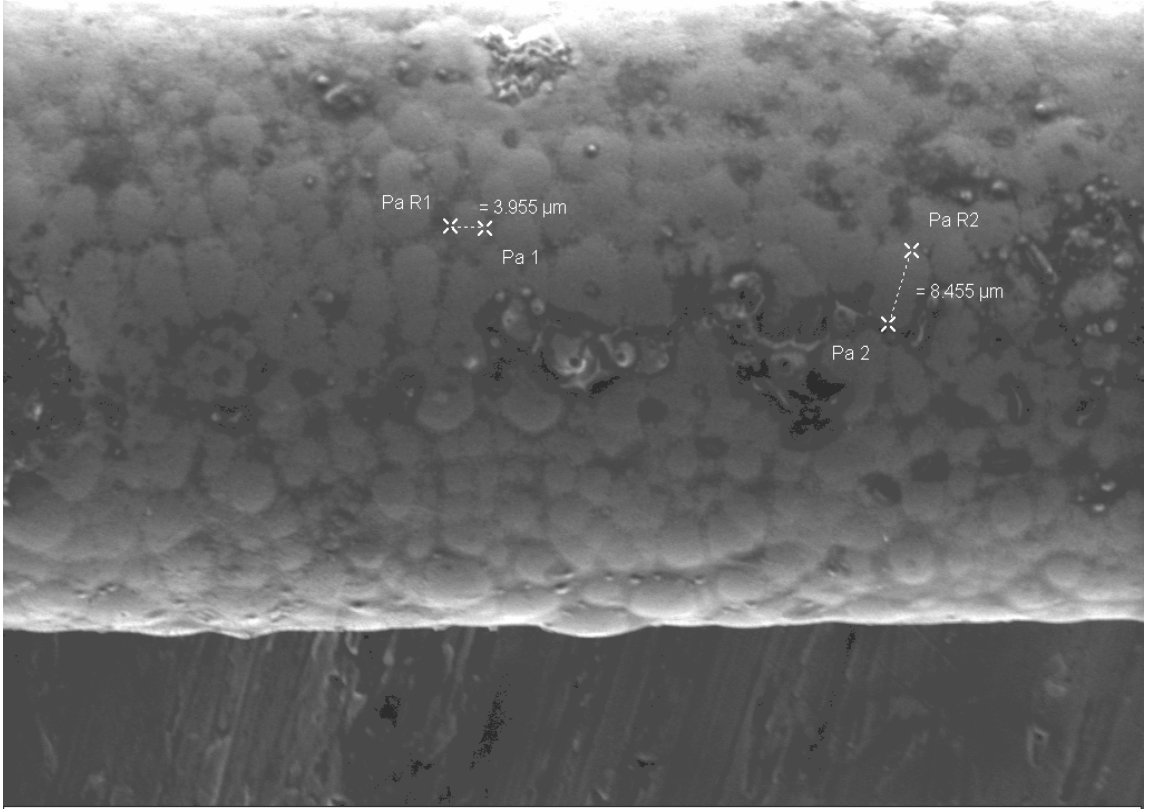
pH 2 çözeltisinden elde edilen filmlerde grain boyutu 500nm ile 5 μ m arasında değişmektedir (Şekil-29-a). pH arttıkça grain boyutunun 15 μ m' ye ulaştığı gözlenmiştir (Şekil-29-b,c,d,e).



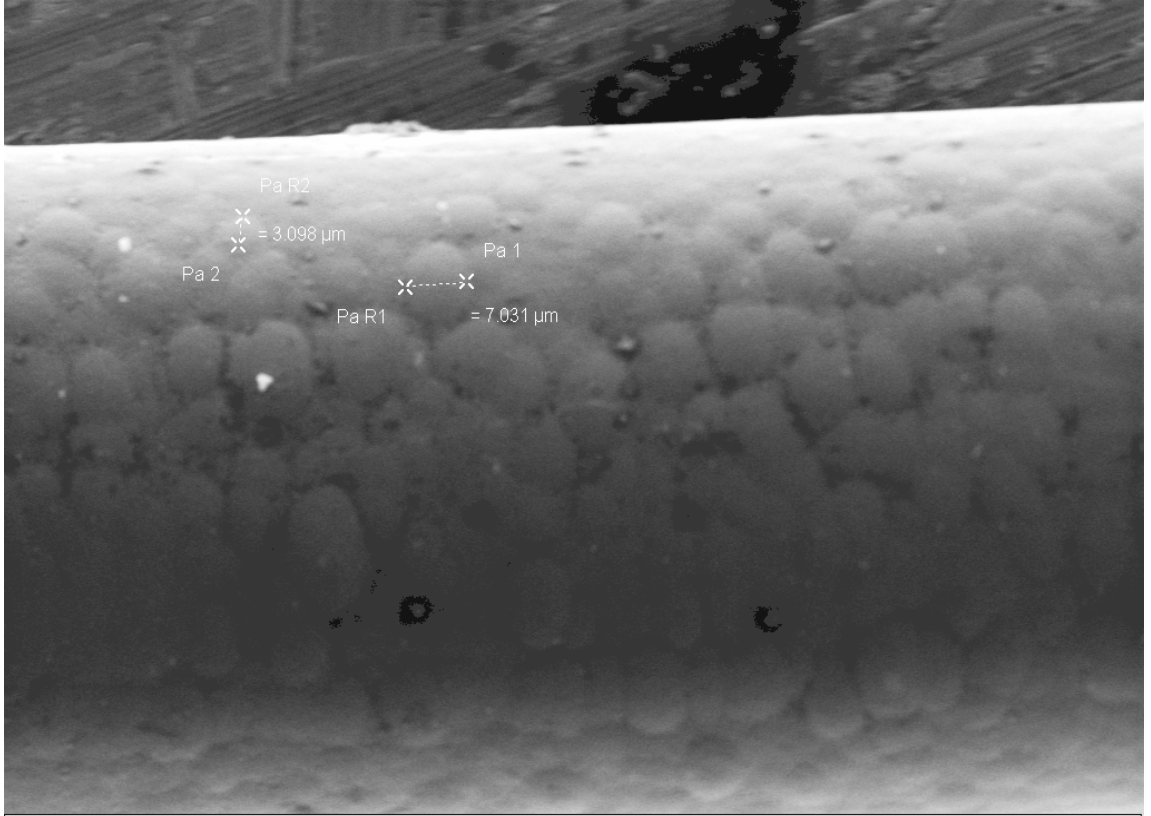
Şekil-29-a. pH 2 çözeltisinden elde edilen numunenin 10000 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.



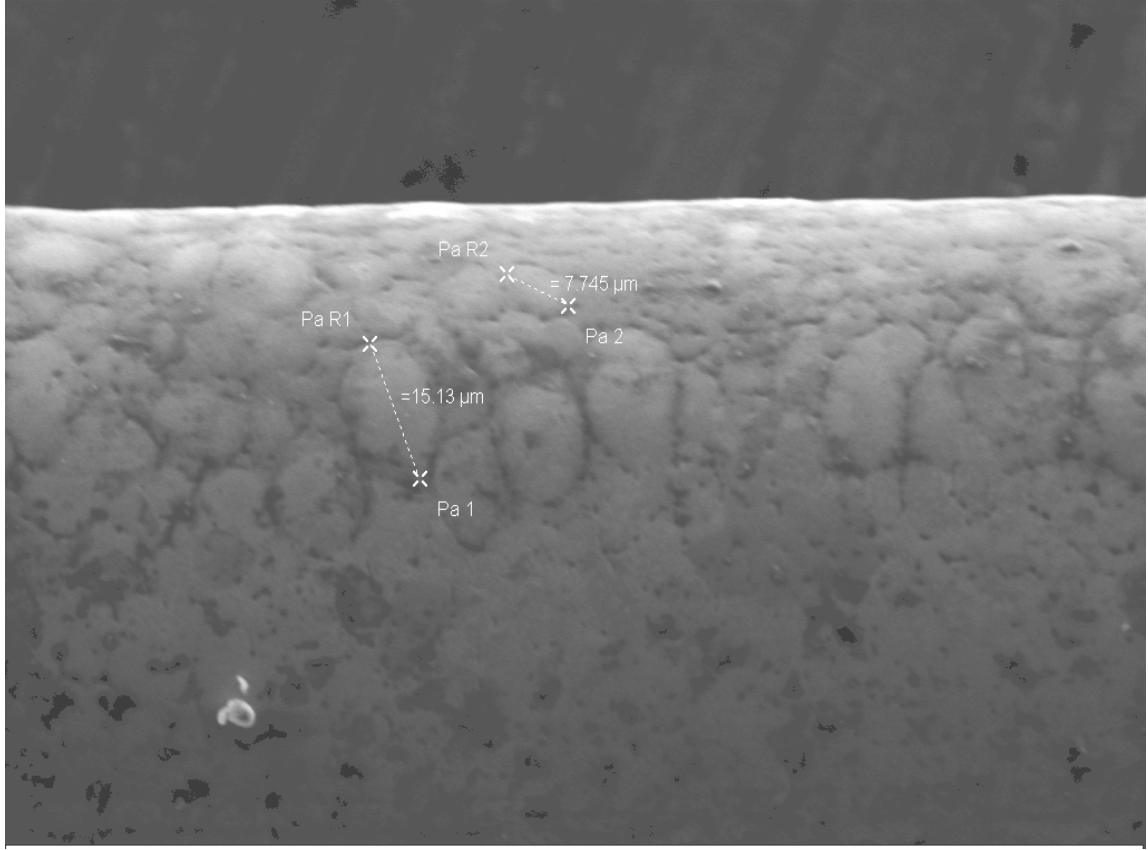
Şekil-29-b. pH 2 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.



Şekil-29-c. pH 2.4 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.



Şekil-29-d. pH 2.6 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.



Şekil–29-e. pH 3.5 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.

Tablo–5. Değişik pH değerli çözeltilerden elde edilen CoNiFe/Cu tellerinin SEM ve EDX sonuçları

pH değerleri	CoNiFe/Cu manyetik tellerinin atomik yüzde oranları	CoNiFe/Cu manyetik tellerinin çapları	CoNiFe/Cu manyetik tellerinin grain boyutları
pH 2	Co _{21.83} Ni _{66.10} Fe _{12.07}	65.13 μm	839 nm ile 5.48μm arasında
pH 2.4	Co _{22.14} Ni _{59.94} Fe _{17.92}	72.89 μm	3.95 μm ile 8.45 μm arasında
pH 2.6	Co _{20.77} Ni _{61.74} Fe _{17.49}	77.5 μm	3.09 μm ile 7,031 μm arasında
pH 3.5	Co _{15.22} Ni _{72.65} Fe _{12.13}	94.69 μm	7.74 μm ile 15.13 μm arasında

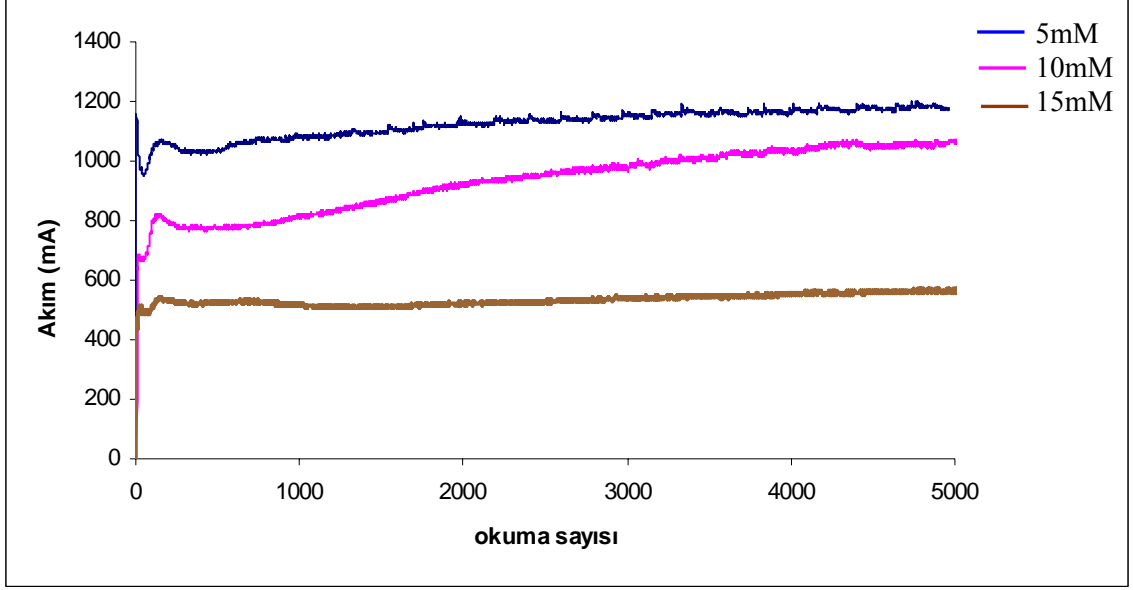
CoNiFe/Cu manyetik tellerin SEM analizi sonucu ölçülen tel çapları ve de bu filmlerde yer alan grainlerin boyutları ve EDX analizinden hesaplanan atomik yüzde oranları Tablo-5’ de yer almaktadır. pH arttıkça CoNiFe/Cu manyetik tellerinin çaplarında ve de grain boyutlarında artış gözlemlendi.

5.3 CoNiFe FİLMLEİN YÜZEY ve MANYETİK ÖZELLİKLERİNE Co ORANININ ETKİSİ

Bir önceki bölümde CoNiFe filmlerinin çok ince Cu teller üzerine kaplanması çalışmaları ve elde edilen filmlerin manyetik özelliklerine pH etkisi tartışıldı. Bu bölümde ise CoNiFe film yapısındaki Co miktarının arttırılmasının elde edilen filmin özelliklerini nasıl değiştirdiği araştırılmıştır.

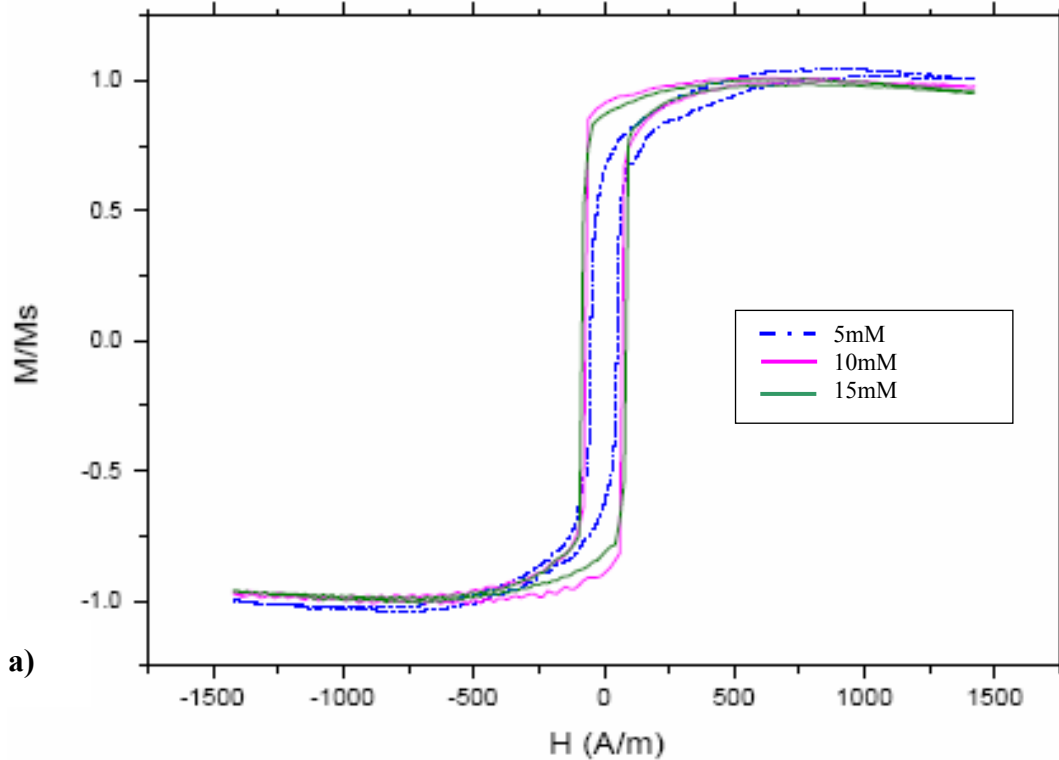
CoNiFe film sisteminde Co miktarının değişimi, üçlü metal iyonunu içeren çözeltideki, Co^{+2} iyonunun konsantrasyonunun, Tablo-4’ de verilen değerin 2 ve 3 kat arttırılmasıyla yapılmıştır. Çözeltiye eklenen diğer kimyasalların konsantrasyonları Tablo-4’ de verilen değerlerde alınarak çözelti hazırlandı.

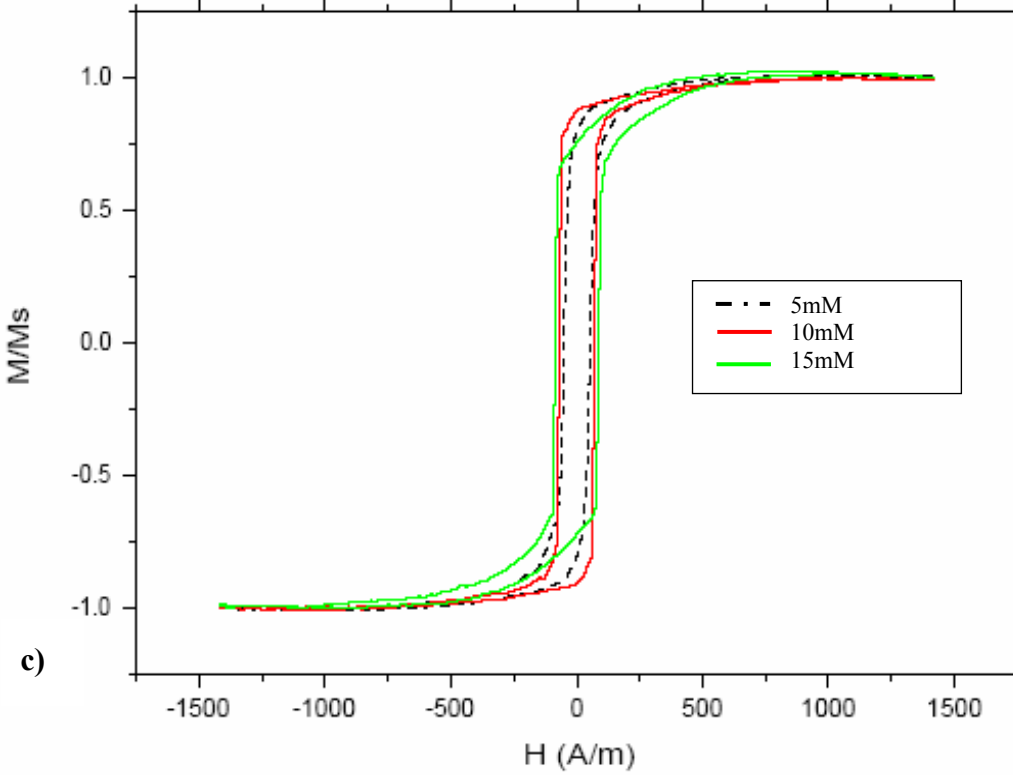
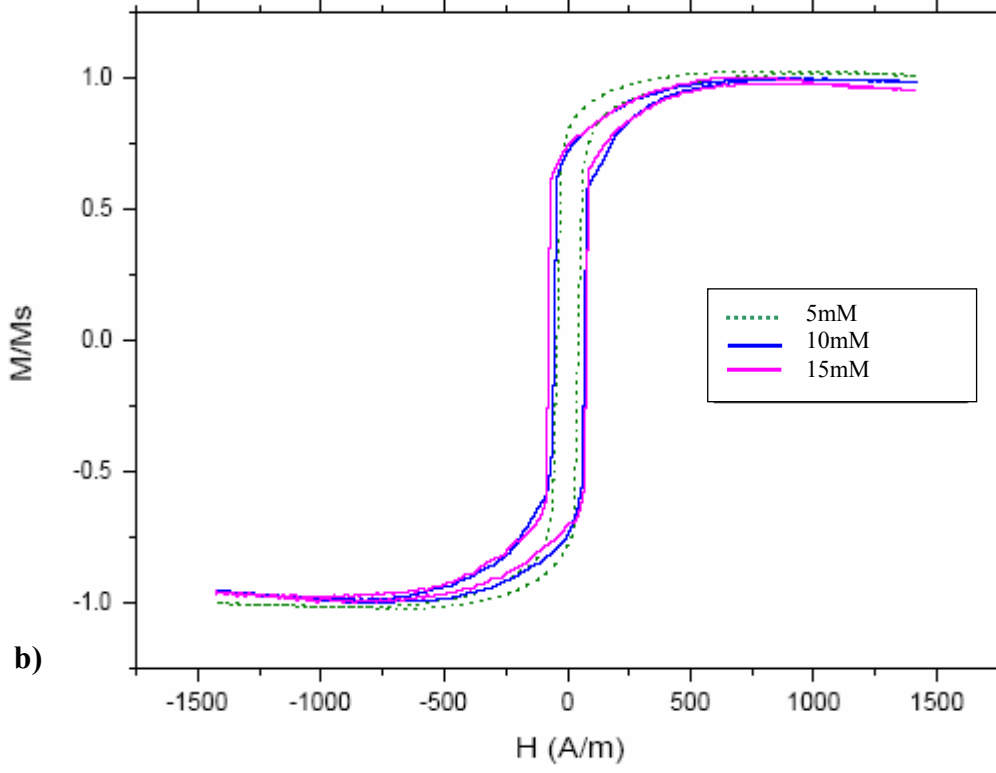
Yapıya Co ve başka maddelerin katkılanması çalışmalarının her biri çok detaylı ve uzun çalışmaları gerektirdiğinden ve de bir önceki bölümde yapılan detaylı çalışmaların sonuçlarına (Şekil-26) dayanarak, filmler pH 2.4 ile 2.8 aralığında elde edildi. Diğer pH değerlerinden elde edilen filmler ile pH 2.4, 2.6, 2.8’lı çözeltilerden elde edilen filmlerin coercivite değerleri karşılaştırıldığında, pH 2.4 – pH 2.8 aralığında elde edilen filmlerin coercivitesinin düşük olduğu yani, filmlerin manyetik olarak daha soft olduğu bulunmuştur. Şekil-30’ da 180 dakika boyunca kaplanan CoNiFe filmlerinin akım zaman grafikleri görülmektedir. Deney başlangıcından yaklaşık 5 dakika sonra, çalışma elektrodundan geçen akım kararlı bir hal alır. Deneylerde Co konsantrasyonunun miktarının arttırılması devreden geçen akımı azaltmıştır.



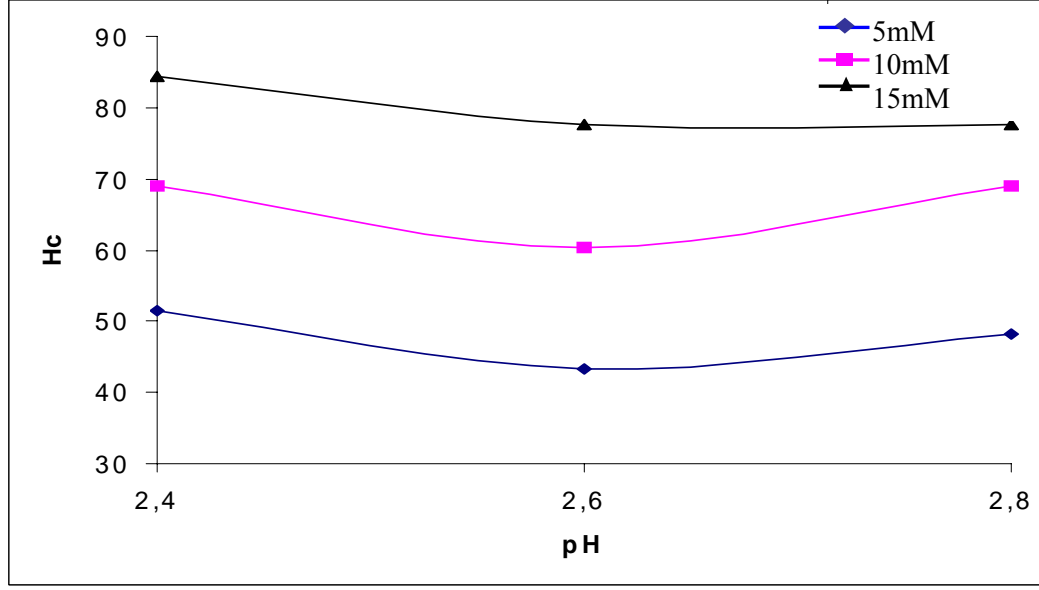
Şekil-30. pH 2.6'lı farklı konsantrasyonlarda $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden kaplanan, filmlerin akım zaman eğrileri

pH 2.4, 2.6, 2.8 ' lı ve de Co içeriğinin Tablo-4' de verilen değerinden 2 ve 3 kat artırıldığı çözeltilerden elde edilen CoNiFe filmlerinin M-H eğrileri Şekil-31' de görülmektedir. Manyetik tellerin coercivitesinin, H_c , çözelti pH' sına ve çözeltideki Co miktarına göre değişimi Şekil-32' de verilmiştir. Şekil-32' de görüldüğü gibi coercivite pH 2.4-2.8 aralığında yaklaşık olarak sabit bir değerdedir. Ayrıca yapıdaki Co miktarının artışı coerciviteyi arttırmıştır.



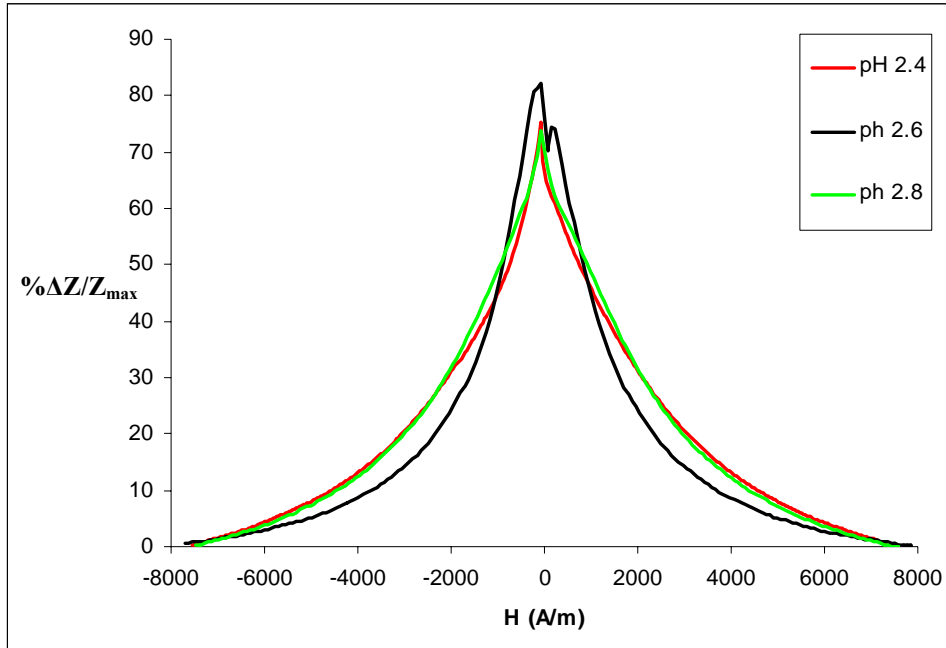


Şekil-31. a) pH 2.4 b) pH 2.6 c) pH 2.8' lı 5mM, 10mM, 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerinden elde edilen CoNiFe filmlerinin M-H eğrileri.

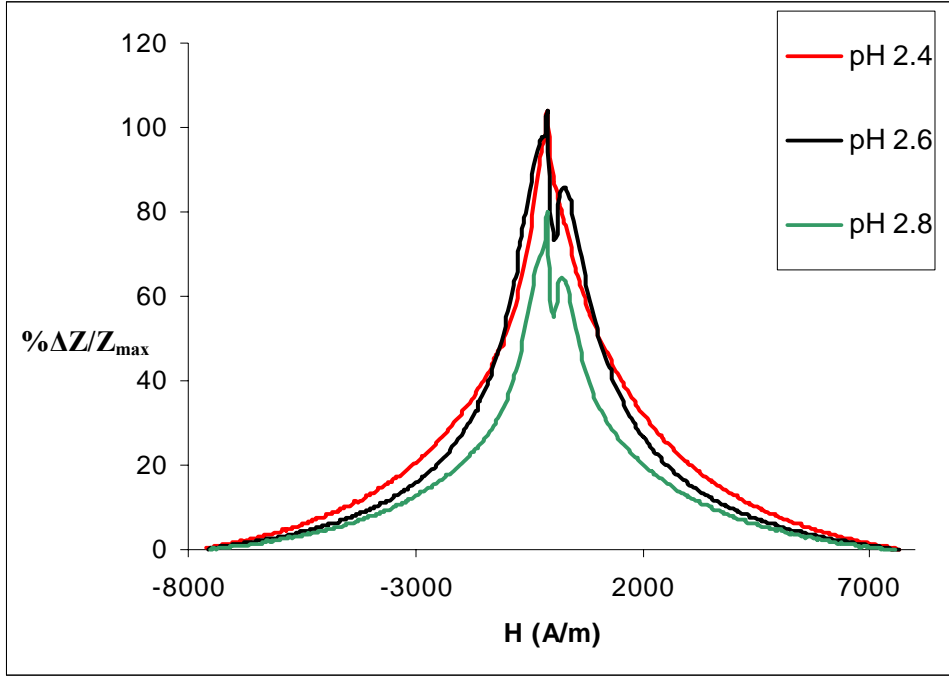


Şekil-32. 5mM,10mM, 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden elde edilen CoNiFe filmlerinin coercivite değerlerinin, çözelti pH' sı ile değişimi

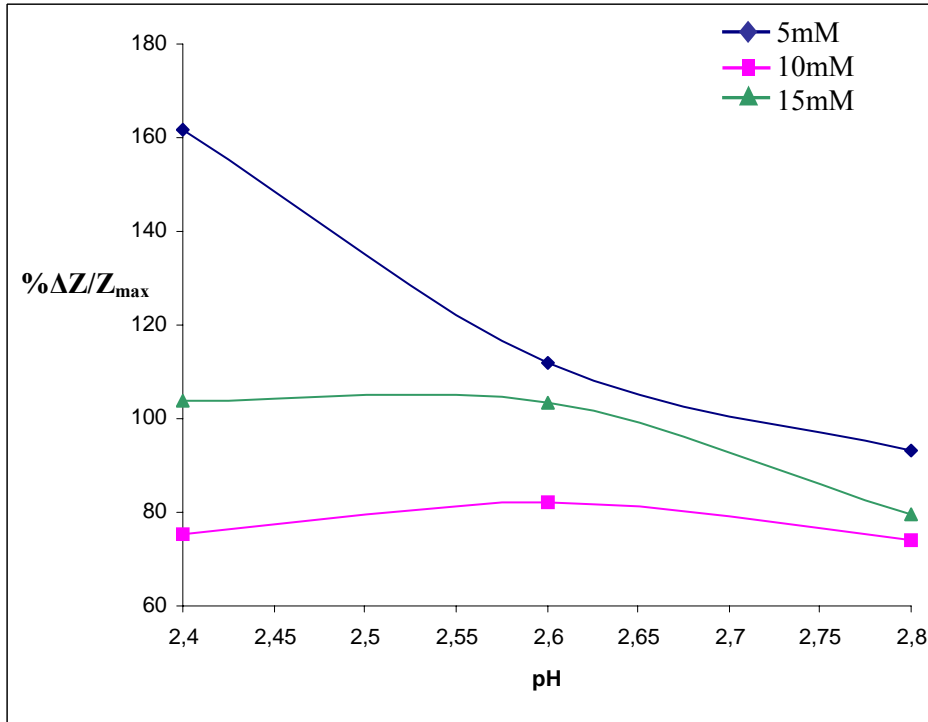
Şekil-33' de pH 2.4 - 2.8 aralığında 10mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden elde edilen filmlerin manyetik alanla $\% \Delta Z / Z_{\max}$ değişimleri görülmektedir. Şekil-34' de ise 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden elde edilen filmlerin $\% \Delta Z / Z_{\max}$ değişimleri verilmiştir. Numunelerin empedans eğrisindeki simetri bozukluğu numune yüzeyinin homojen olmamasından ve yüzey kusurlarından kaynaklanabilir.



Şekil-33. Farklı pH' lı 10mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden elde edilen CoNiFe filmlerinin manyetik alanla empedanslarının değişimleri



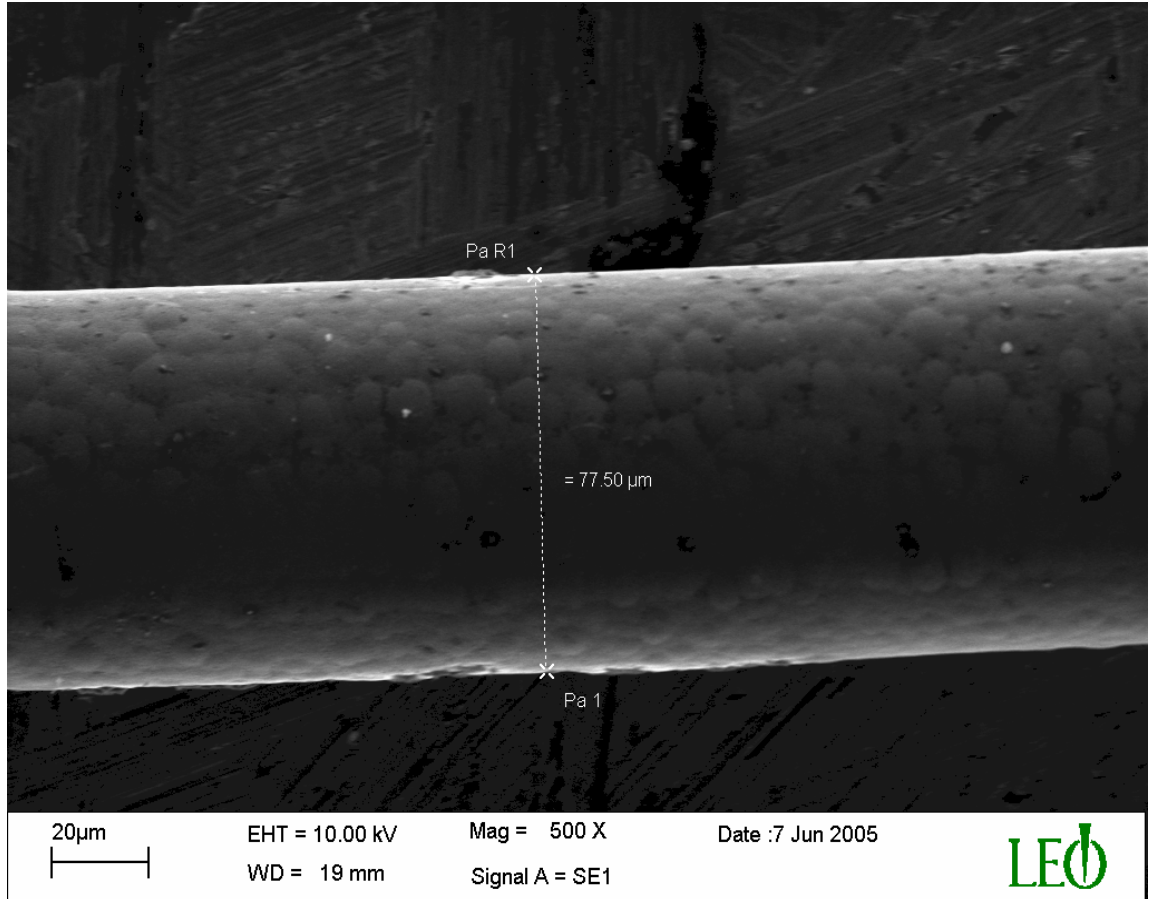
Şekil-34. Farklı pH' lı 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltiden elde edilen CoNiFe filmlerinin manyetik alanla empedans değişimi



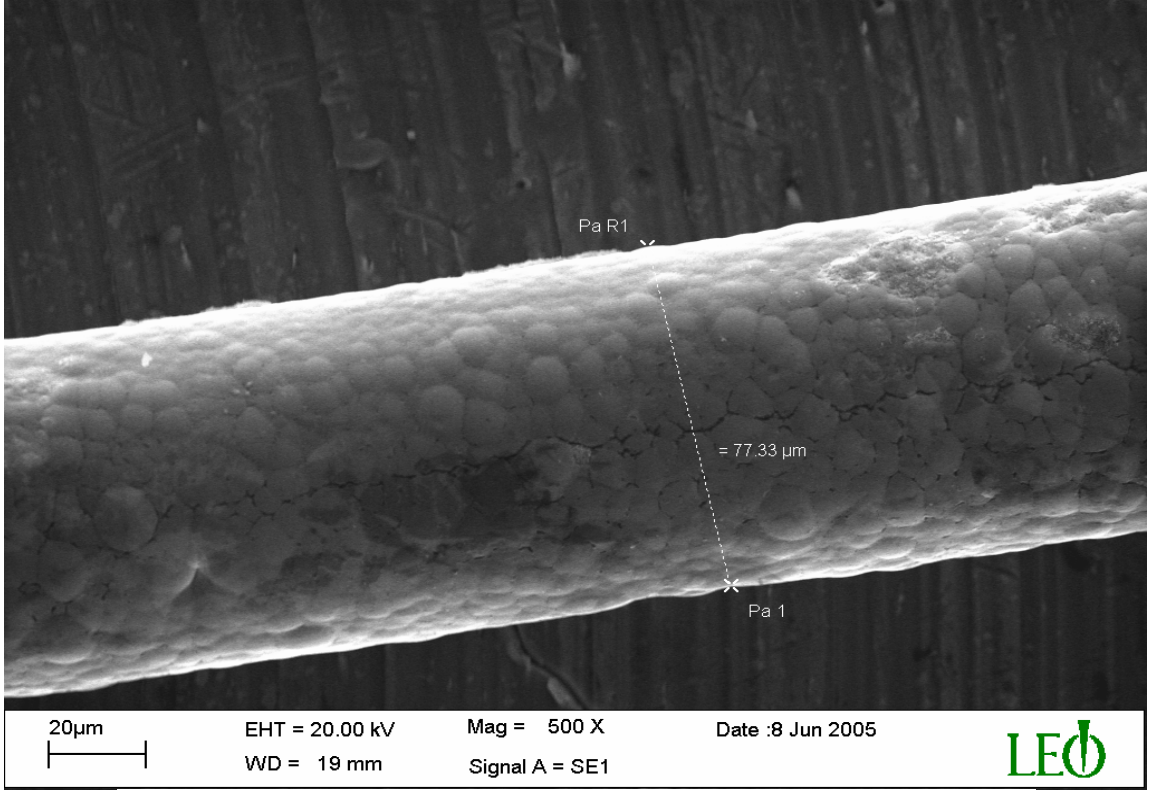
Şekil-35. Farklı pH' lı 5mM, 10mM, 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltiden elde edilen CoNiFe filmlerinin empedanslarının pH ile değişimi

Şekil-35' den de görüleceği gibi, farklı konsantrasyonlarda Co^{+2} iyonu içeren çözeltilerden elde edilen filmlerde en büyük manyeto-empedans değişim gösteren numune pH 2.4' de 5mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltiden elde edilmiştir.

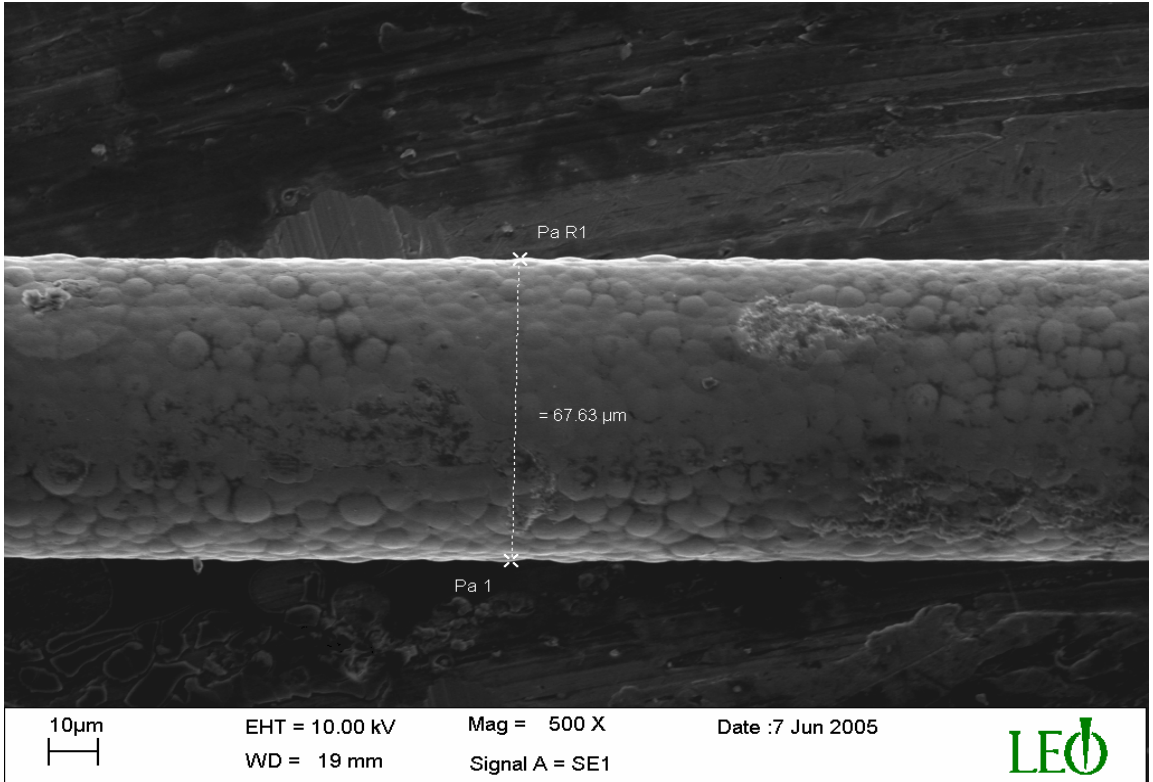
Farklı Co^{+2} iyonu konsantrasyonlarında pH 2.6 çözeltilerinden kaplanan numunelerin 500 kat büyütme SEM fotoğrafları Şekil-36' da görülmektedir. Çözeltideki Co içeriğinin artırılmasının, elde edilen numunelerin kaplama kalınlıklarını fazla değiştirmedeğini ve de numune yüzeyinin homojenliğini azalttığını söyleyebiliriz. Ayrıca Şekil-37' de bu numunelerin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafları verilmiştir. Şekil-37' den de görüleceği gibi yapıdaki Co miktarının artırılması grain boyutlarını arttırmıştır.



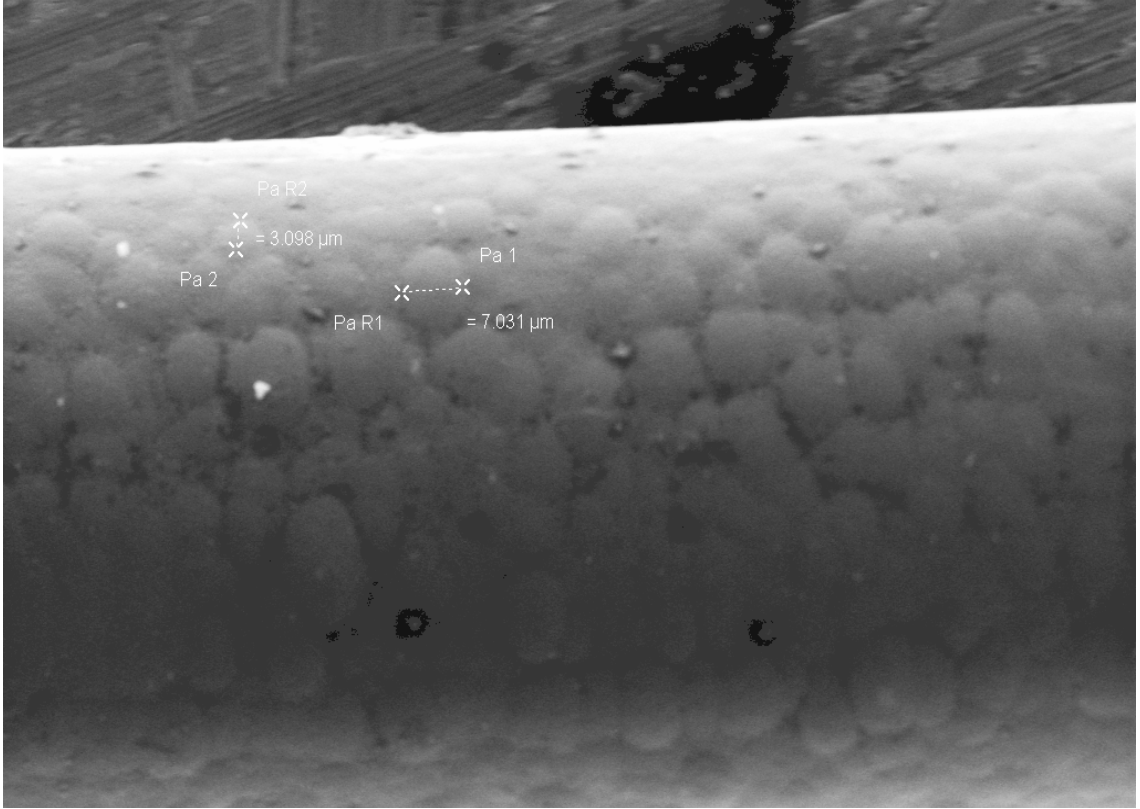
(a)



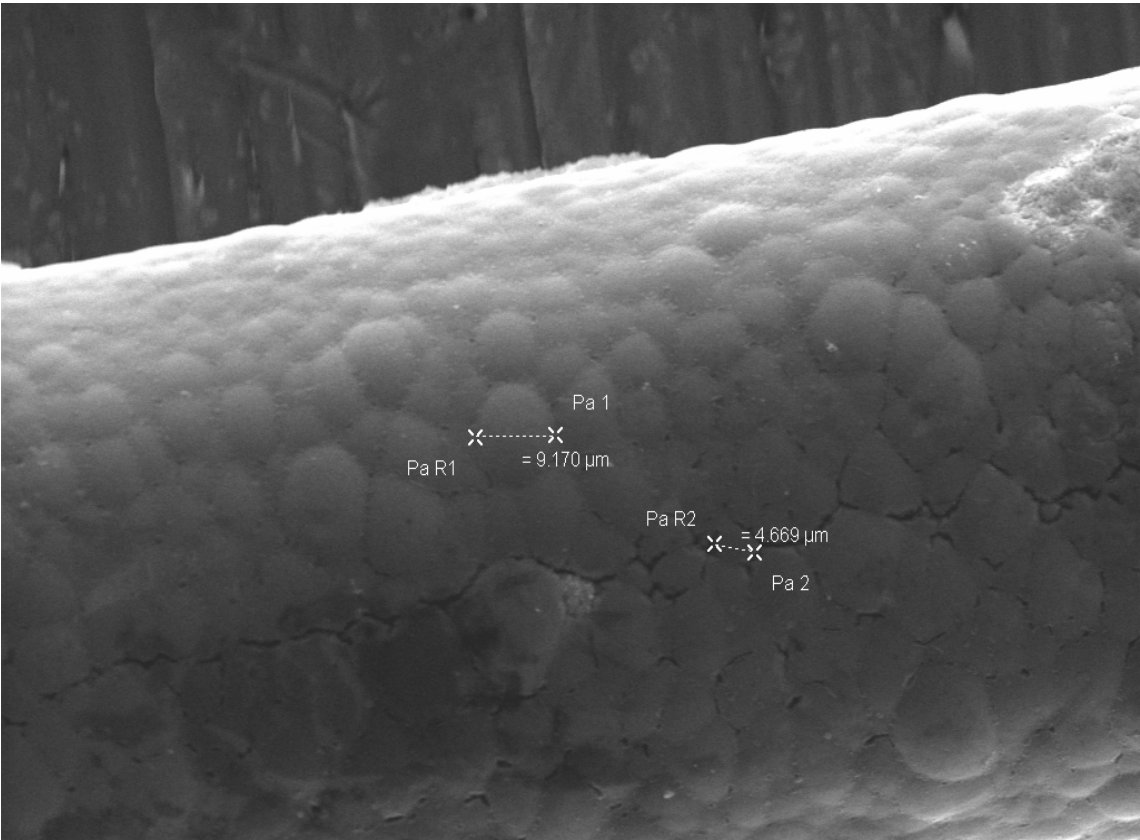
(b)



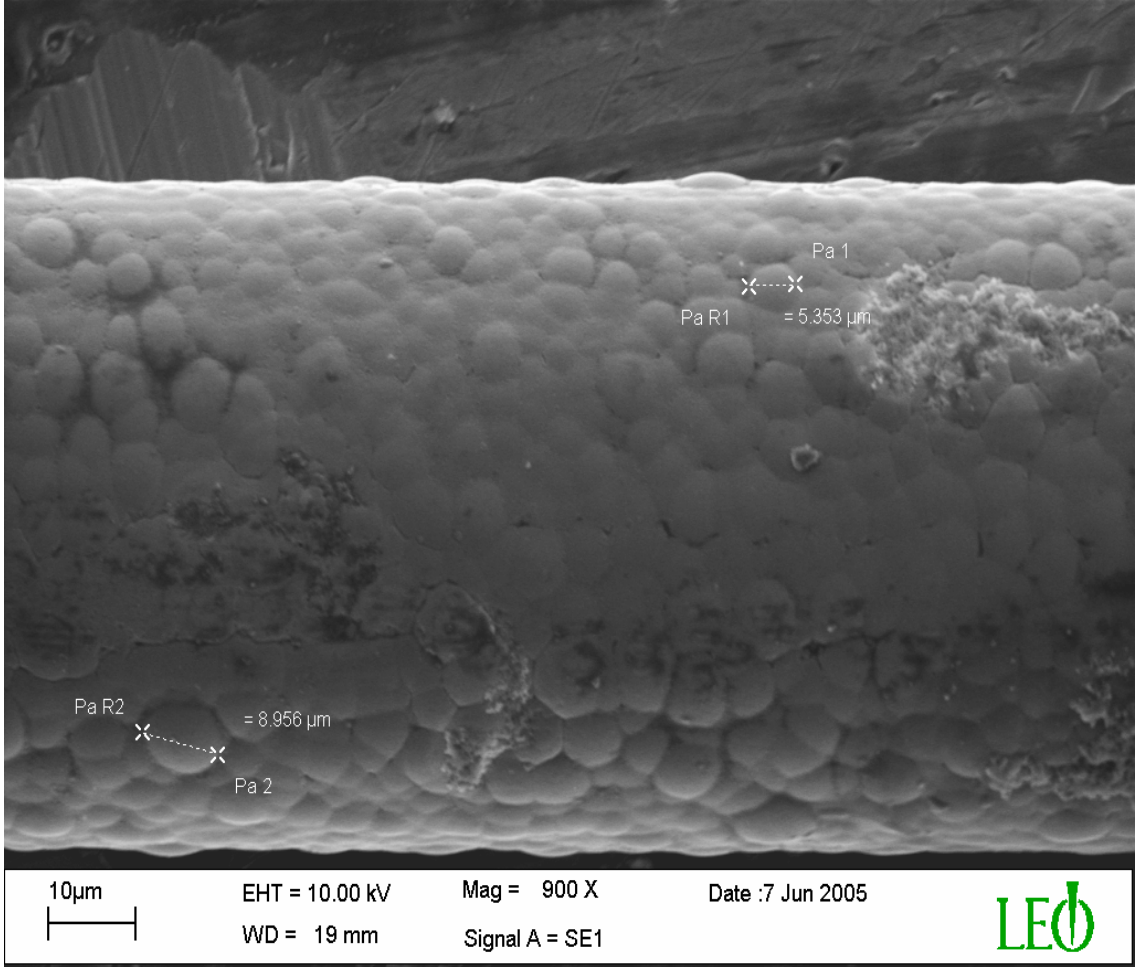
Şekil-36. pH 2.6'lı farklı Co^{+2} iyon konsantrasyonuna sahip çözeltilerden edilen filmlerin 500 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı a) 5mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, b) 10mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, C) 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden elde edilen filmler



Şekil-37(a). 5mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren pH 2.6 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı

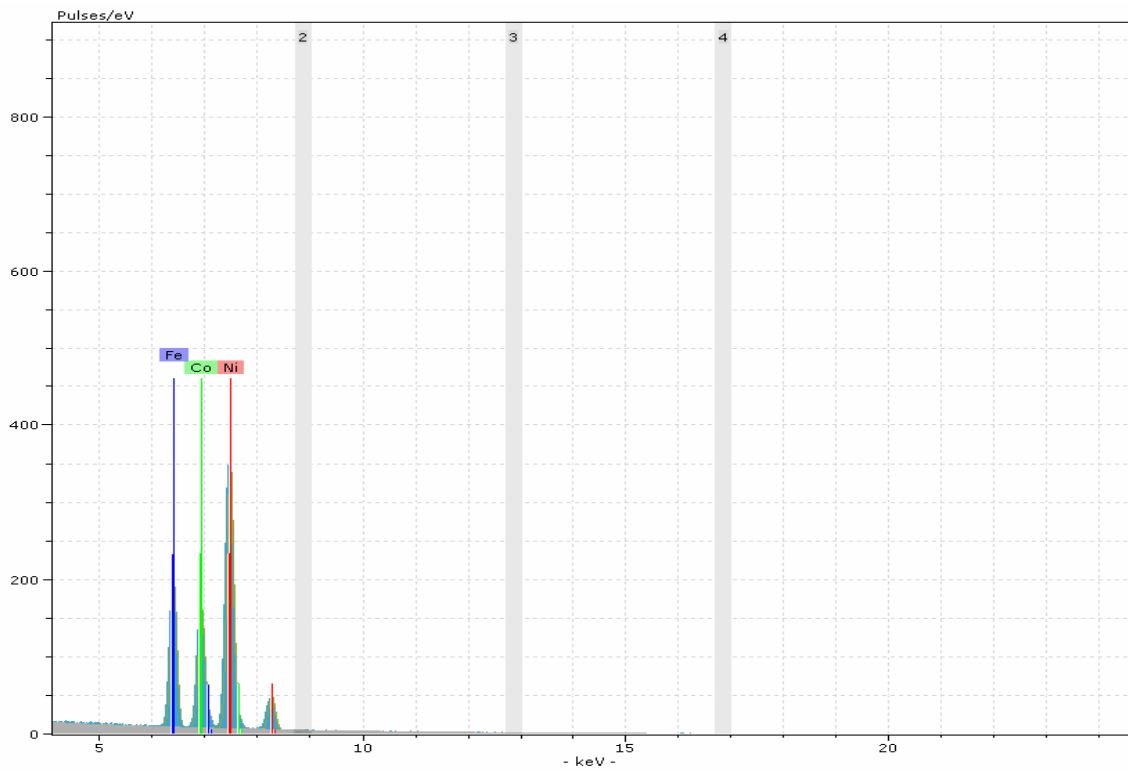


Şekil-37(b). 10mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren pH 2.6 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı

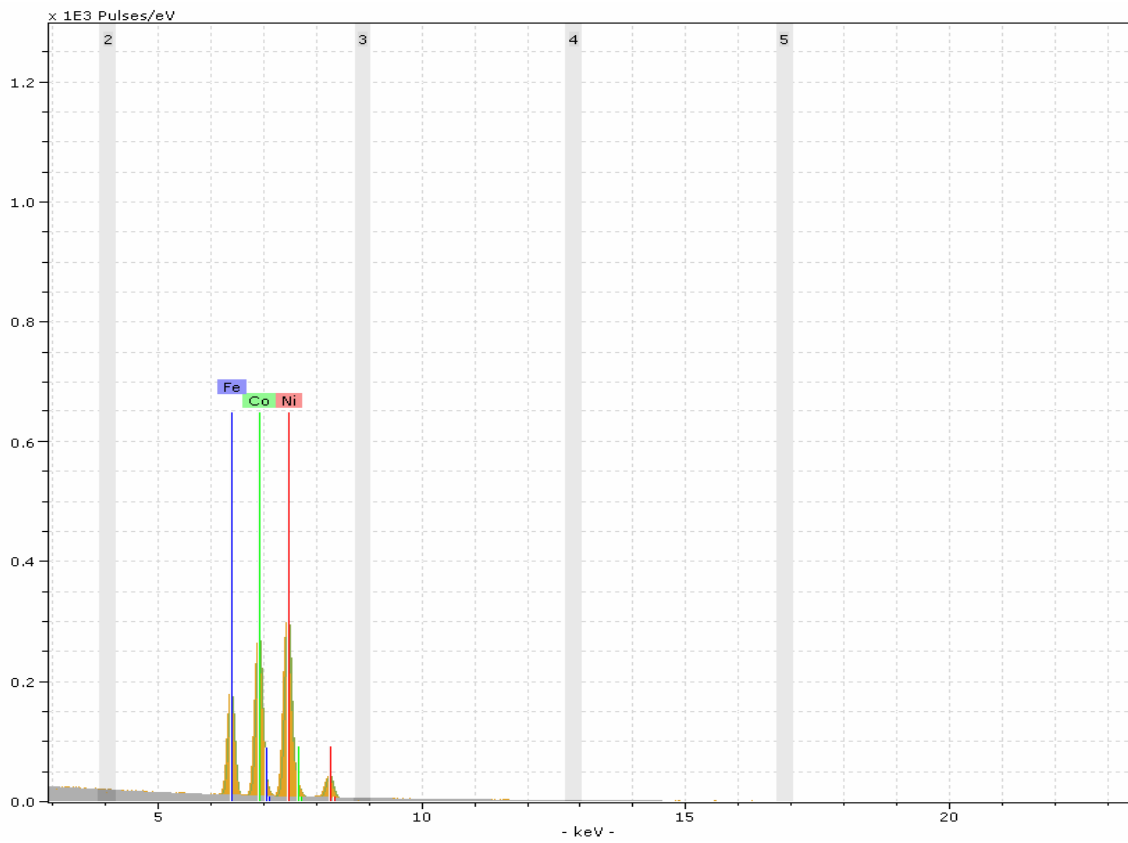


Şekil-37(c). 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren pH 2.6 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı

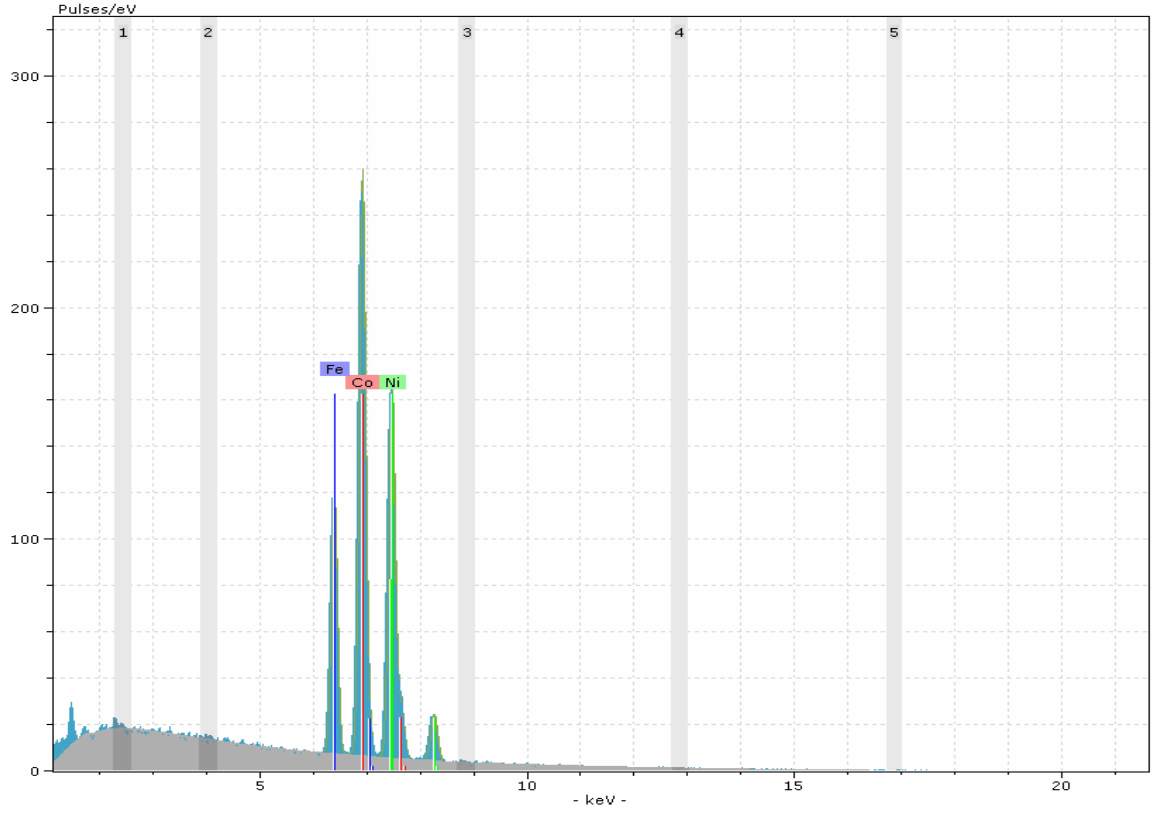
Tablo-4 de ki 5mM'lık $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ başlangıç konsantrasyonu 10mM, 15mM oranlarında artırılarak pH 2.6'lı çözeltilerden elde edilen CoNiFe/Cu manyetik filmlerin, EDX spektrumu Şekil-38' de verilmiştir. Ayrıca numunelerin EDX spektrum analizlerinden hesaplanan atomik yüzde oranları Tablo-6' da verilmiştir. Co içeriğinin artırılması Ni oranını ve az da olsa Fe oranını etkilemiştir. Yapıdaki Co miktarının artırılması filmlerdeki Ni' in atomik yüzde oranını azaltırken, Fe' in atomik yüzde oranını fazla değiştirmemiştir. Yapıdaki Co miktarı arttıkça numunelerin göstermiş olduğu soft manyetik özelliklerden uzaklaşma gözlenmektedir. Başlangıç çözeltisinden elde edilen (Tablo-4) ve de düzenli dağılıma sahip olan filmlerde, 3-7 µm arasında grainler yer almaktadır. Co içeriğinin artırılması, yapıda düzensiz bir dağılıma ve de numune üzerinde yer yer çatlakların oluşmasına neden olmuştur.



(a)



(b)



c)

Şekil-38. pH 2.6 0.1M $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 5mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve a)5mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, b)10mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, c) 15mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; H_3BO_3 , NaCl , $\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_2\text{S}$ iyonlarını içeren çözeltilerden elde edilen numunelerin EDX spektrumu grafikleri

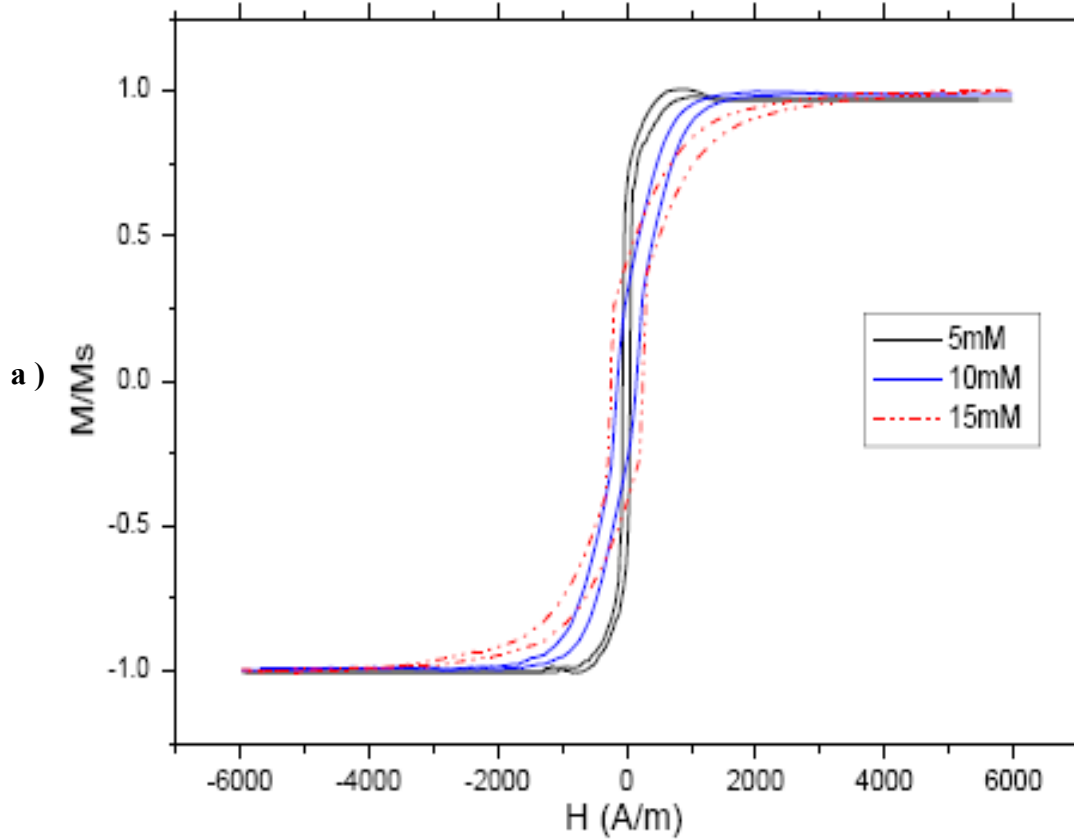
Tablo-6. Değişik Co içeriğine sahip farklı elektrokimyasal banyo şartlarında hazırlanmış CoNiFe/Cu filmlerin SEM, EDX ve manyetik ölçüm sonuçları

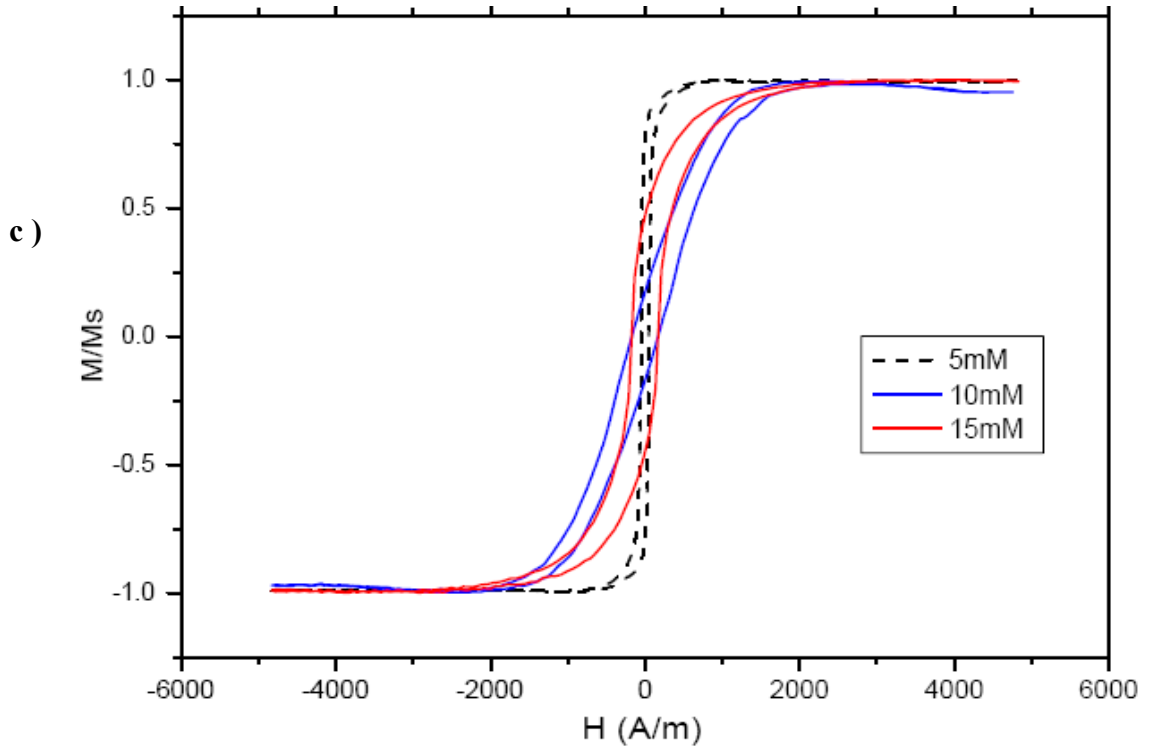
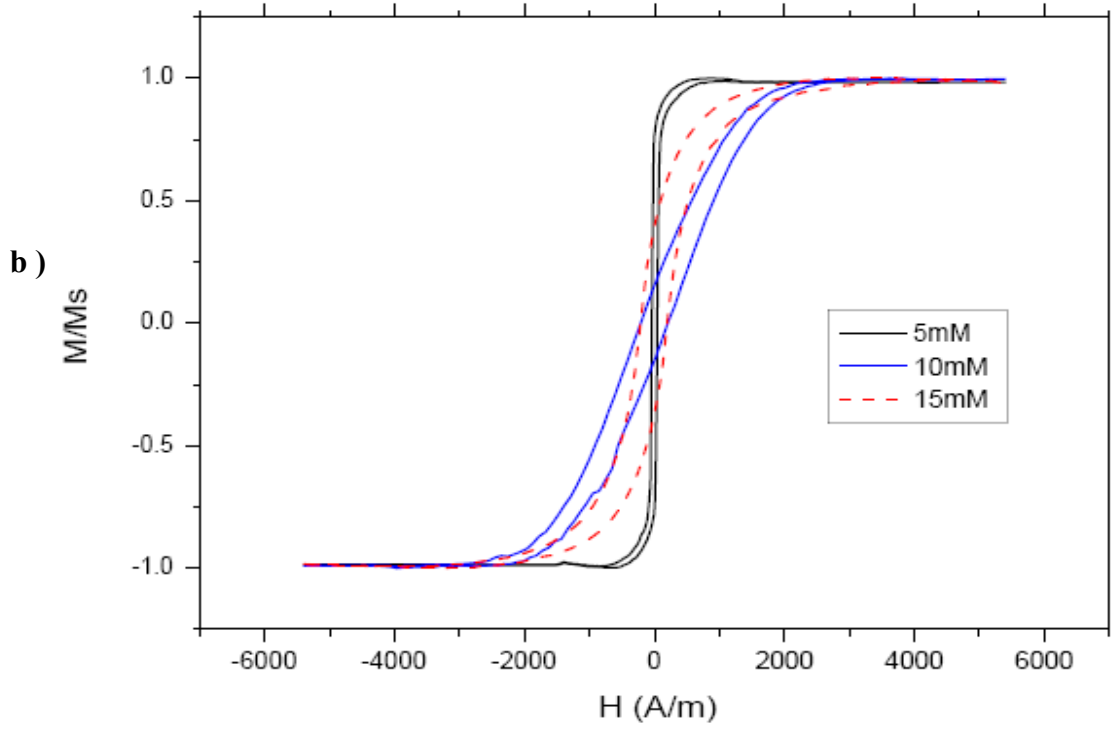
Çözeltideki Metal			CoNiFe/Cu				
No	İyonlarının Konsantrasyonları	pH	Atomik yüzde oranları	manyetik tellerin çapları (µm)	Grain boyutları (µm)	Coercivity (A/m)	%ΔZ/Z _{max}
	5mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.4				51.589	161.609
1	0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O, 5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.6	C_{020.77} Ni_{61.74} Fe_{17.49}	77.5	~3.1-7.03	43.221	111.735
	10mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.8				48.243	93.021
	0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O, 5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.6	C_{033.67} Ni_{51.44} Fe_{14.89}	77.33	~4.67-9.17	60.304	82.205
2	15mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.8				68.919	73.832
	0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O, 5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.4				84.436	103.905
3	5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.6	C_{046.01} Ni_{39.87} Fe_{14.12}	67.63	~5.35-8.96	77.623	103.569
		2.8				77.534	79.372

5.4 CoNiFe FİLMLEİN MANYETİK ve YÜZEY ÖZELLİKLERİNE Fe ORANININ ETKİSİ

Bu bölümde CoNiFe/Cu filmlerde, Tablo-4 de verilen başlangıç çözeltisindeki Fe⁺² iyonlarının oranının 2 ve 3 kat artırılması sonucu, elde edilen filmlerin % atomik oranlarının, ve de manyetik özelliklerinin nasıl değiştiğini araştırdık. Önceki bölümlerde olduğu gibi çözeltiliye eklenen diğer iyonların (Ni⁺², Co⁺²) miktarları sabit tutulmuştur. Manyetik filmler pH 2.4 - 2.8 aralığında hazırlanan çözeltilerden, deney süresince çözeltinin sabit hızda karıştırılarak ve Şekil-9' da bulunan potansiyostat sistemi kullanılarak elde edildi.

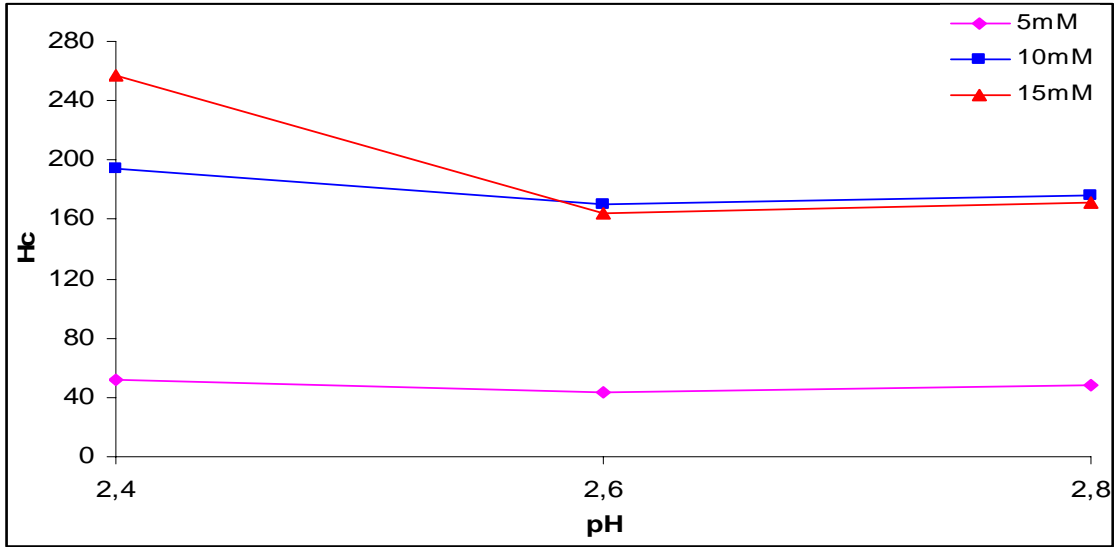
Fe⁺² iyon konsantrasyonunun 2 ve 3 kat artırıldığı çözeltilerden elde edilen manyetik filmlerin M-H eğrileri Şekil-39' da görülmektedir.





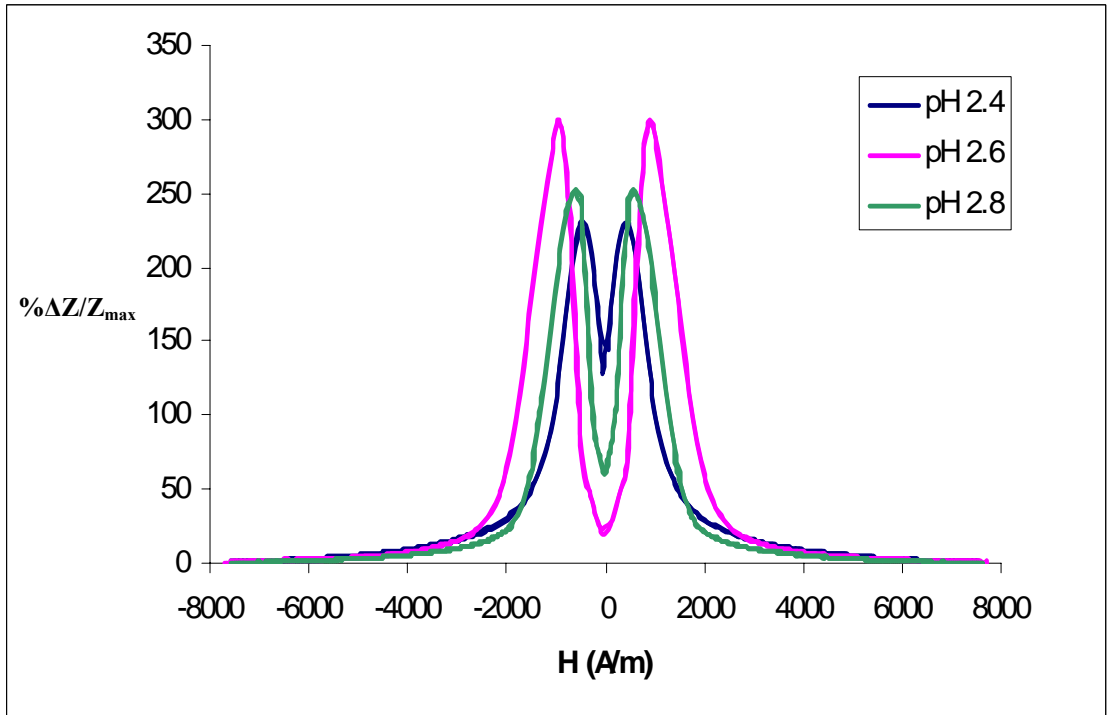
Şekil-39.Farklı pH' lara sahip 5mM, 10mM ve 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren elektrokimyasal çözeltilerden elde edilmiş CoNiFe/Cu filmlerinin M-H eğrisi a) pH 2.4 b) pH 2.6 c) pH 2.8

Şekil-40 5mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0.1M $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ve farklı oranlarda Fe^{+2} iyonu içeren çözeltilerden elde edilen numunelerin coercivitelevlerinin pH ile değişimini göstermektedir. Filmlerdeki Fe içeriğinin artması coerciviteyi artırmıştır.

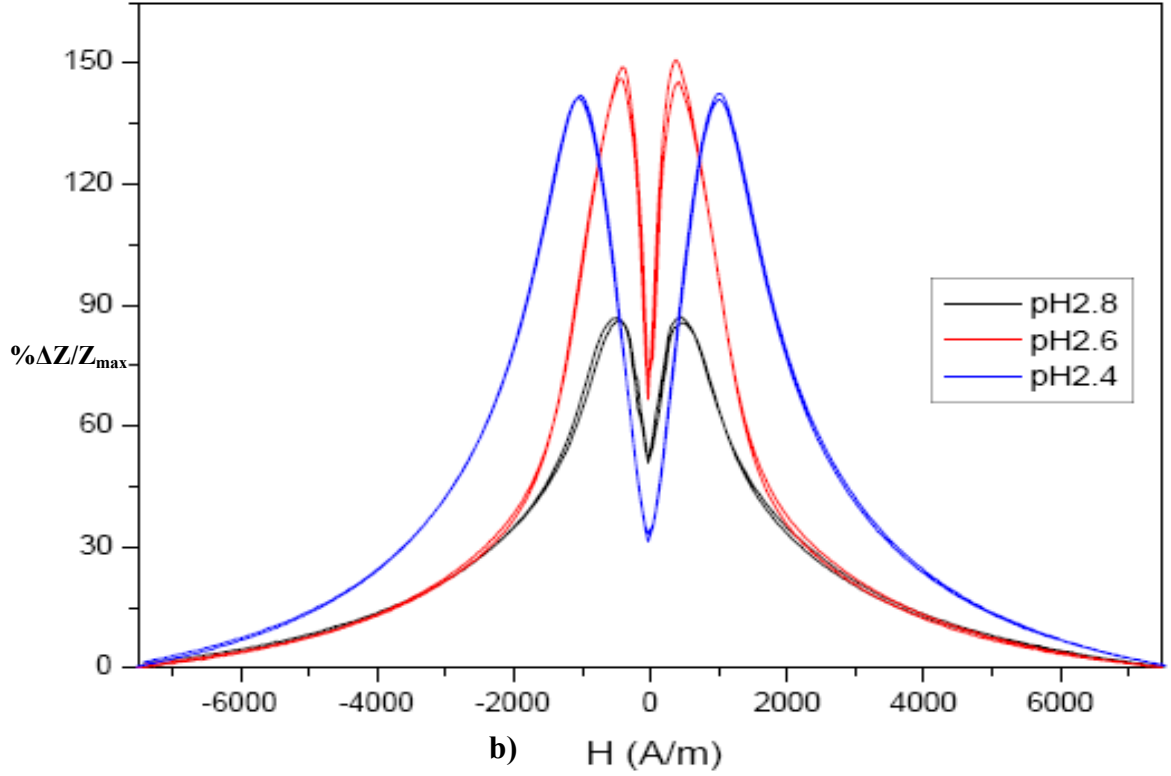


Şekil-40. 5mM, 10mM ve 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren çözeltilerden elde edilen numunelerin coercivite değerlerinin pH ile değişimi

pH 2.4- 2.6 aralığında elde edilen CoNiFe/Cu manyetik numunelerinin empedanslarının manyetik alanla değişimi Şekil-41’ de verilmiştir. Manyeto-empedansdaki en büyük değişim 10mM’ lık $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren, pH 2.6 çözeltisinden elde edilen numuneden, %299.519 olarak gözlenmiştir.

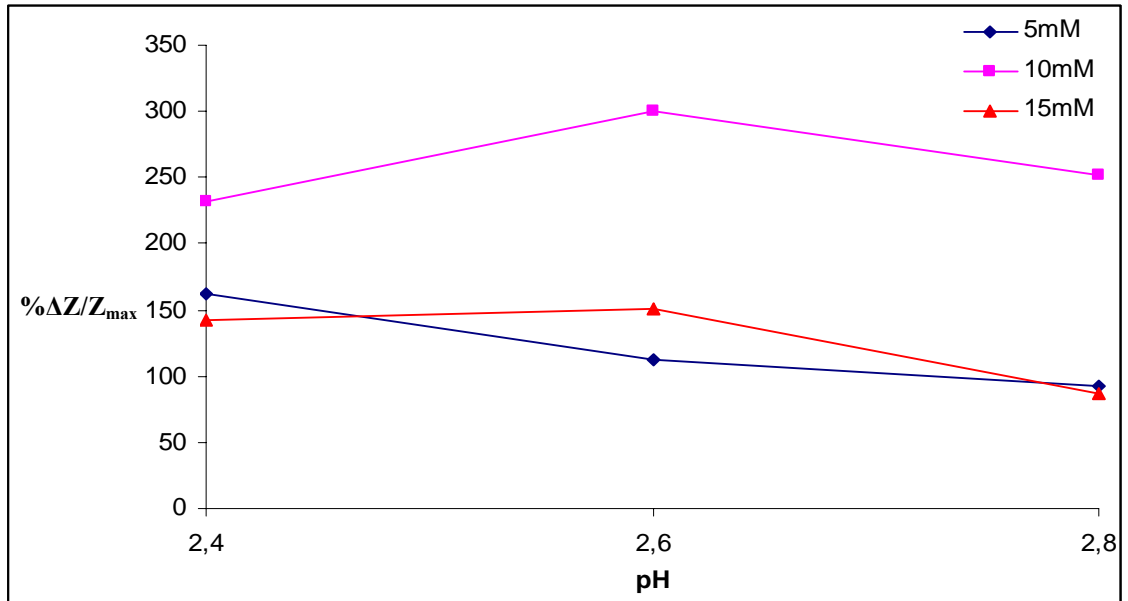


a)

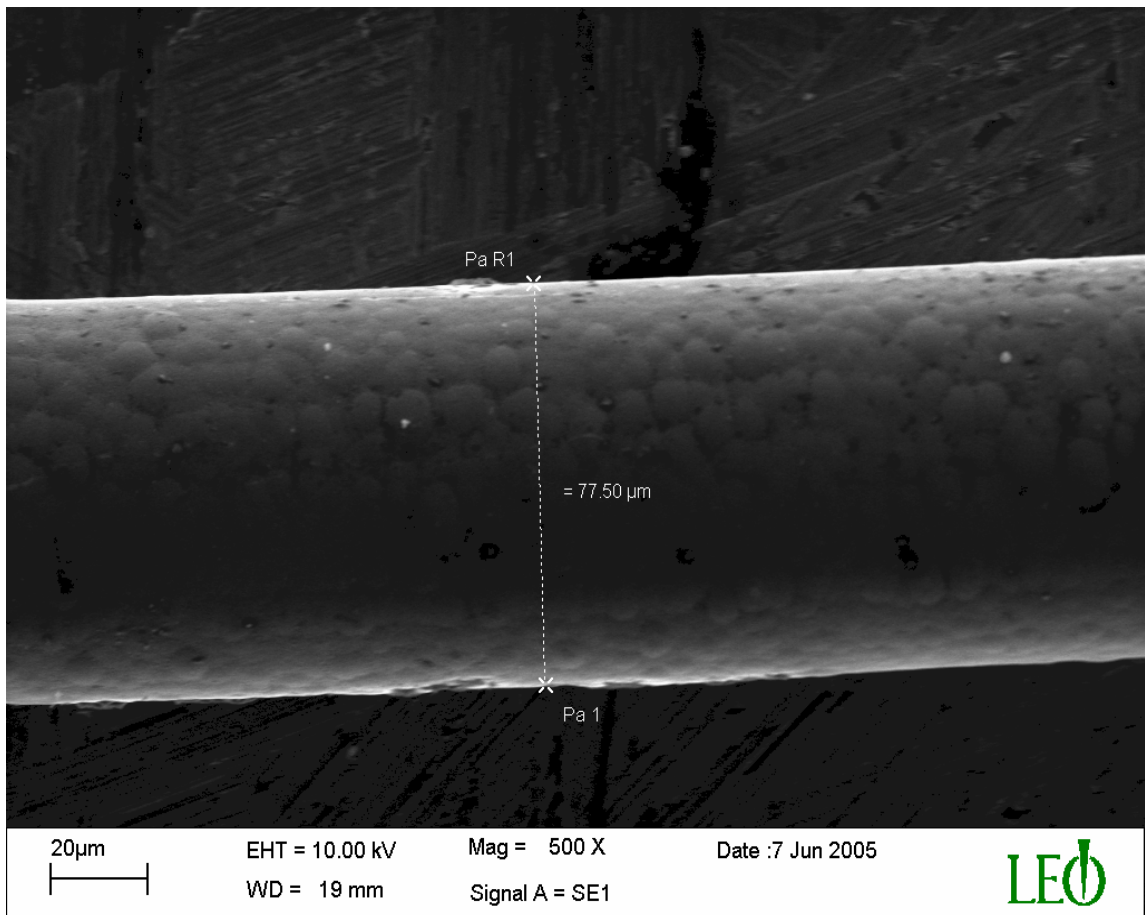


Şekil-41. Farklı pH değerlerinde, a) 10mM Fe(SO₄)₂.7H₂O, b) 15mM Fe(SO₄)₂.7H₂O içeren çözeltilerden elde edilen filmlerin empedanslarının manyetik alanla değişimi

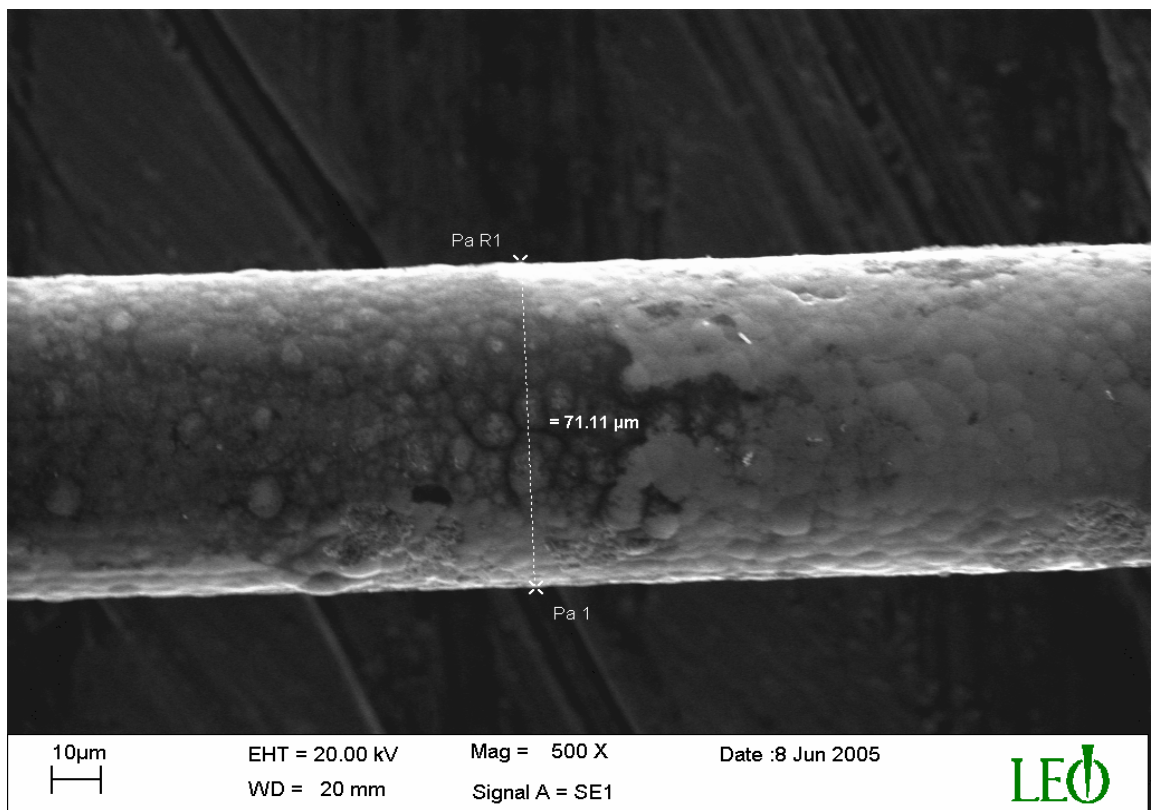
Şekil-42 Farklı oranlarda Fe⁺² iyonunu içeren çözeltilerden elde edilen numunelerinin manyeto-empedanslarının pH ile değişimini göstermektedir.



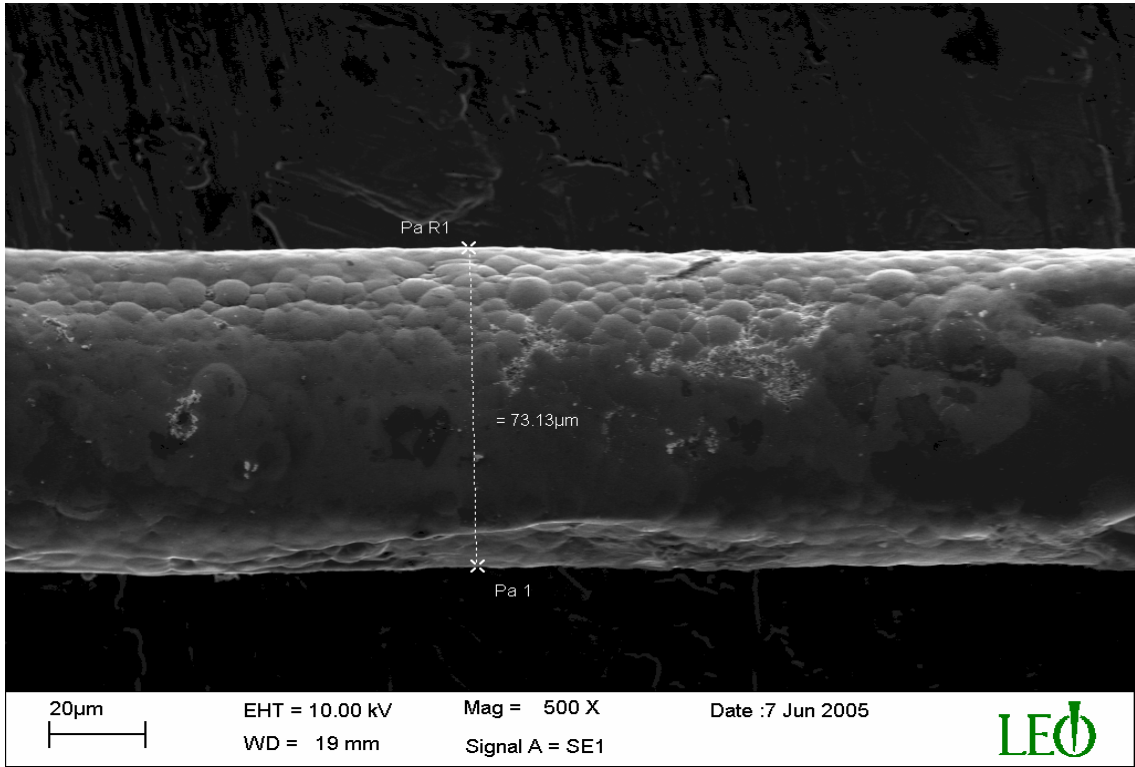
Şekil-42. 5mM, 10mM ve 15mM Fe(SO₄)₂.7H₂O içeren çözeltilerden elde edilen umunelerinin yüzde manyeto-empedanslarının pH ile değişim grafiği



(a)

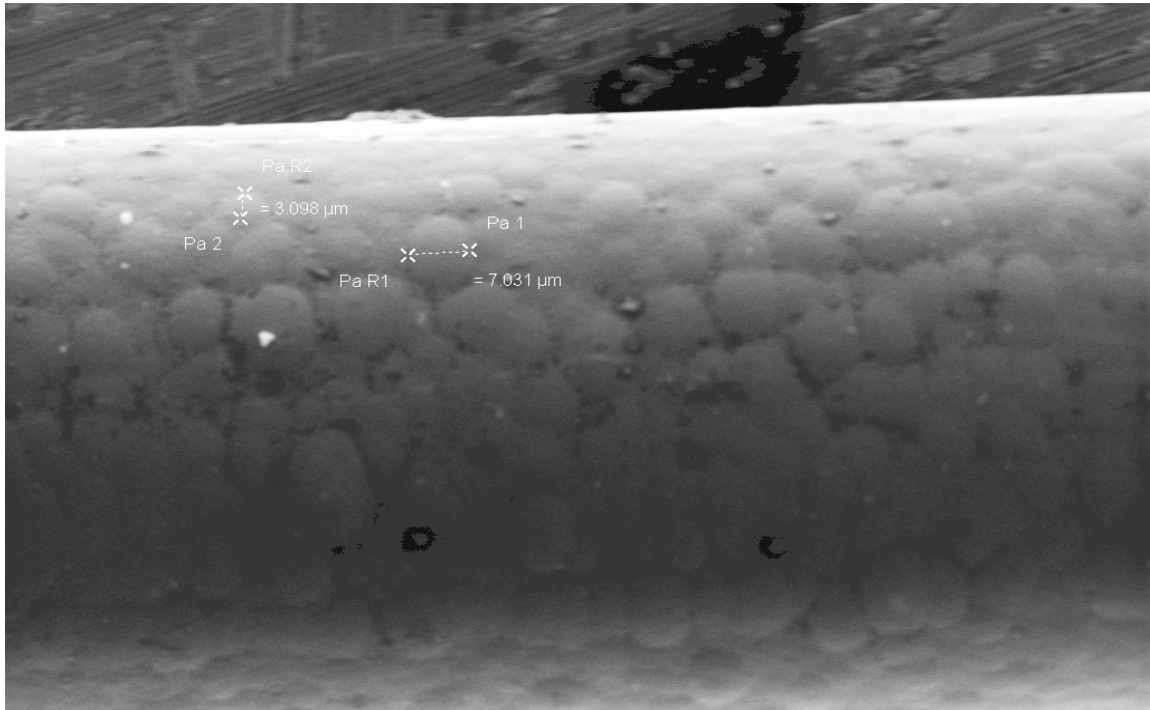


(b)

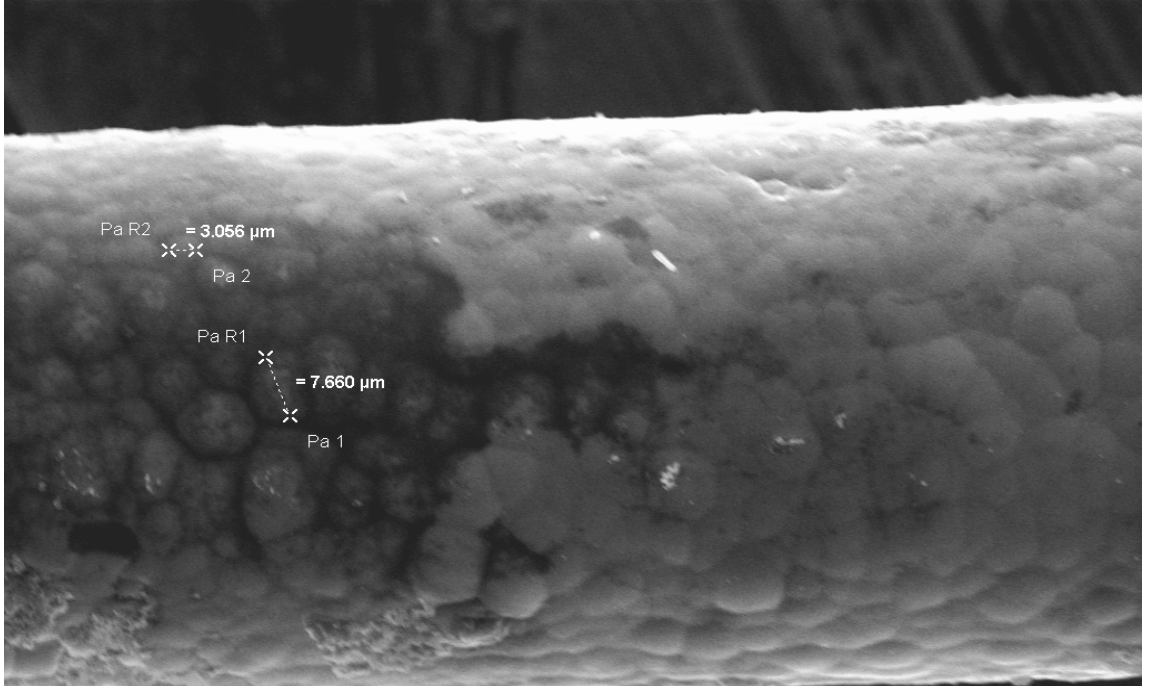


Şekil-43. pH 2.6'lı farklı oranlarda Fe^{+2} iyonu içeren çözeltilerden elde edilen CoNiFe/Cu filmlerinin 500 kat büyütülmüş SEM fotoğrafları, a)5mM, b)10mM, c)15mM $Fe(SO_4)_2 \cdot 7H_2O$ iyonu içeriyor

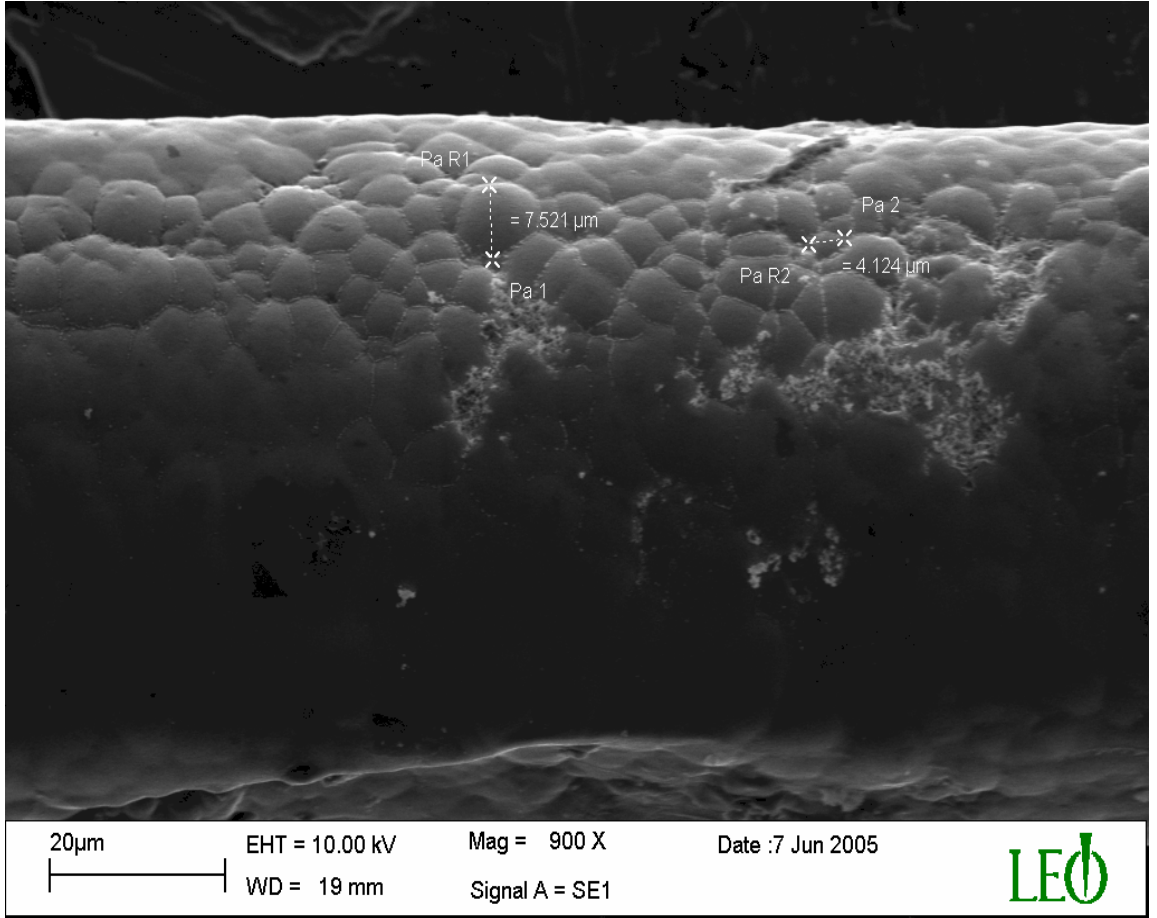
CoNiFe/Cu filminde Fe içeriğinin artırılması deneylerinden elde edilen numunelerin 500 kat büyütülmüş SEM fotoğrafları Şekil-43' te, 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafları Şekil-44'te verilmiştir.



(a)

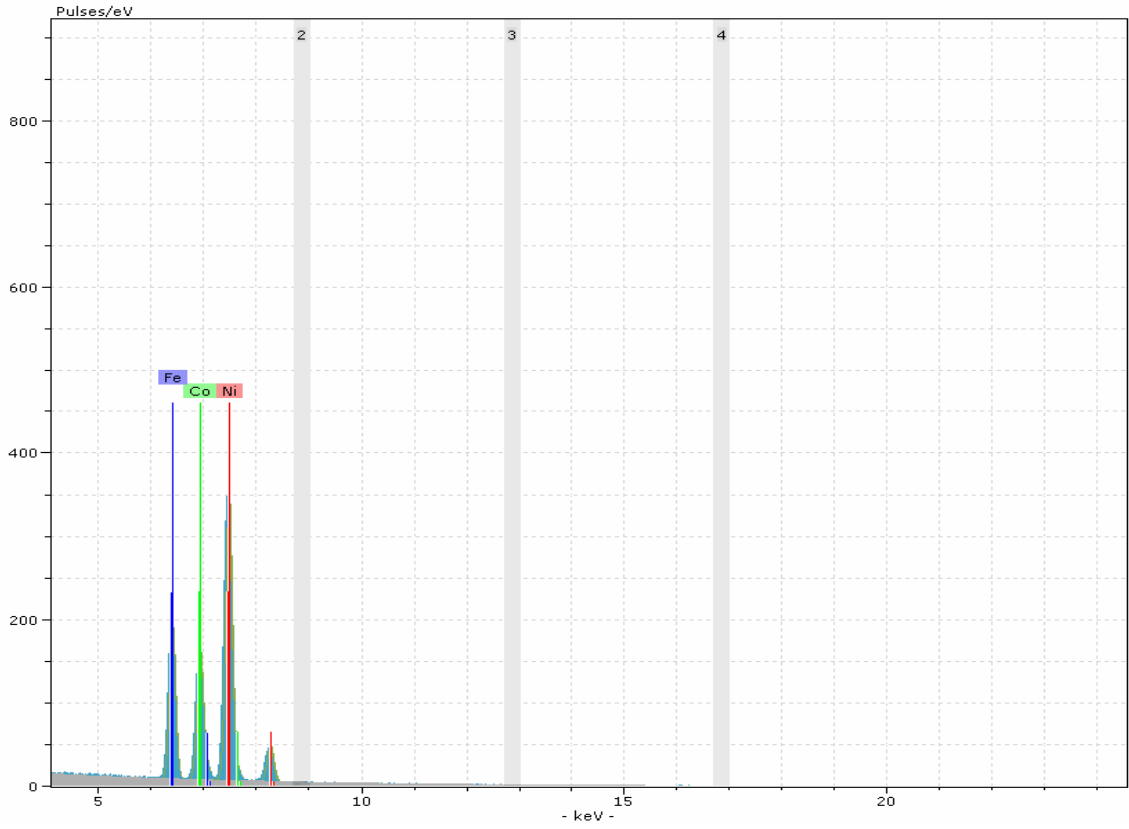


(b)

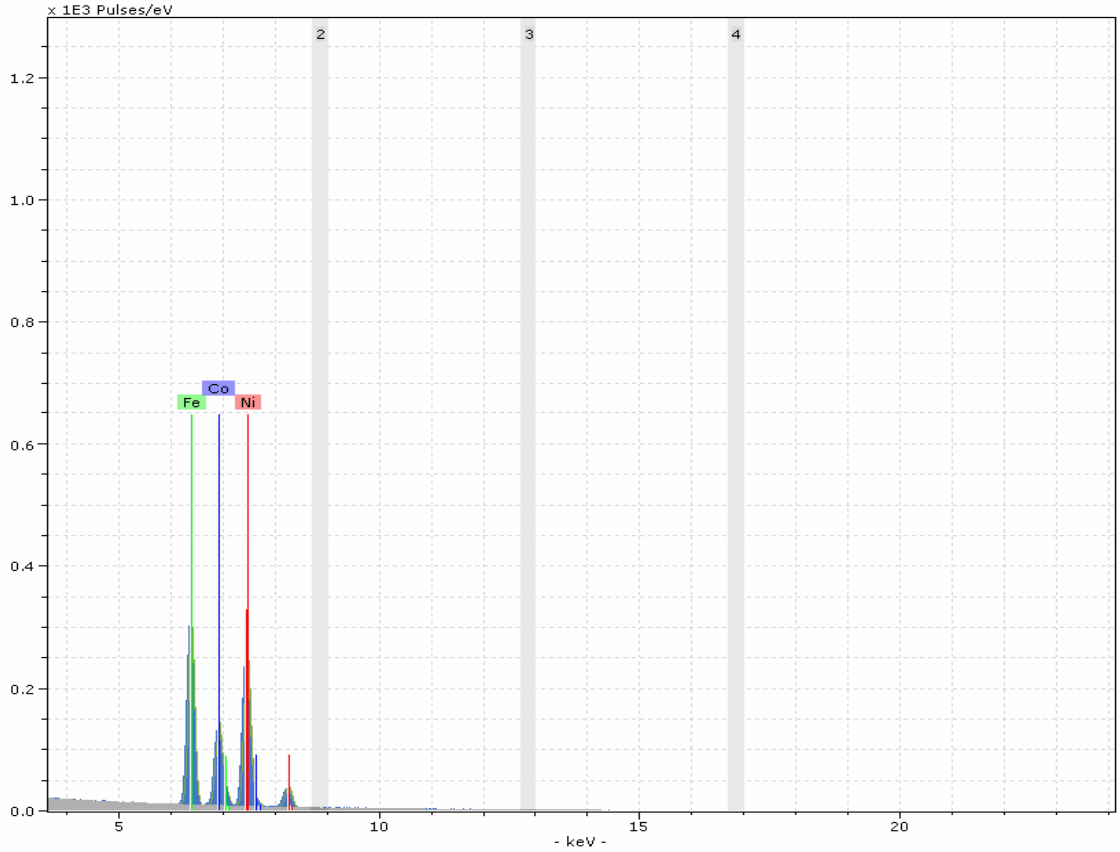


Şekil-44. a) 5mM, b) 10mM, c) 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren pH 2.6 çözeltisinden elde edilen numunenin 900 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı

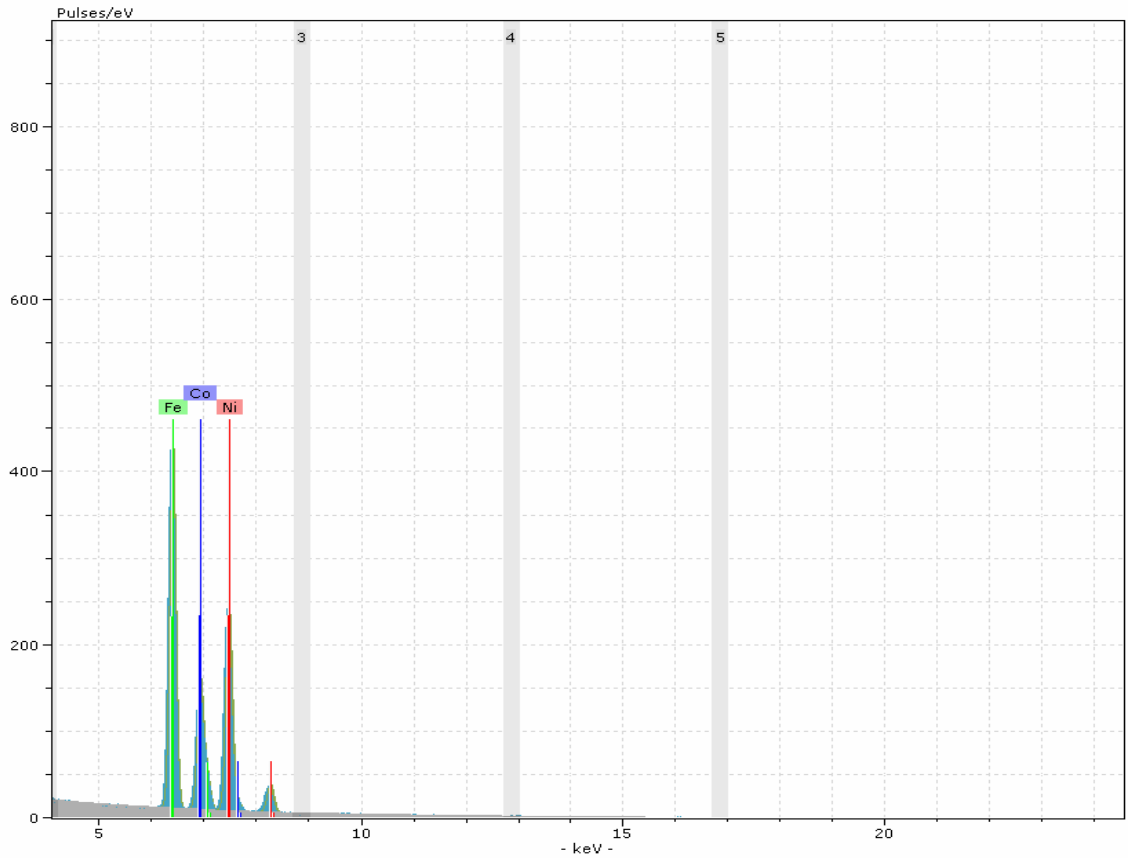
Elde edilen numunelerin EDX spektrumları Şekil-45' de ve bunlardan elde edilen atomik yüzde oranları Tablo-7 de verilmiştir. Yapıdaki Fe içeriğinin artışı kaplama kalınlığını ve grain boyutlarını büyük bir oranda etkilememiştir. Fakat Fe miktarındaki artışın numune yüzeyinin bazı bölgelerinde Fe tozlarının kümeleşmesine ve bazı bölgelerde ise yüzey bozukluklarına neden olduğu düşünülmektedir. Filmdeki Fe içeriğinin artması ile, Co içeriği yaklaşık olarak sabit kalırken, Ni içeriği azalmıştır.



(a)



(b)



Şekil-45. a) 5mM, b) 10mM, c) 15mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren, pH 2.6 çözeltisinden elde edilen filmin EDX spektrumu

Ayrıca, Tablo-4' te bulunan elektrokaplama çözeltisindeki Co^{+2} iyonunu 2 kat, Fe^{+2} yi 3 kat (Şekil-46. a), yine hem Co^{+2} hem de Fe^{+2} iyonunu 3 kat artırıp (Şekil-46. b) Ni^{+2} iyonu oranını sabit tutarak hazırladığımız çözümlerden elde ettiğimiz bu filmlerin, yüksek coerciviteye sahip oldukları bulunmuştur. Bu tür filmlerin özelliklerinin detaylı analizi daha sonraki çalışmalara bırakılmıştır.

Tablo-7. Farklı Fe^{+2} oranına sahip ve farklı elektrokimyasal banyo şartlarında hazırlanmış CoNiFe/Cu filmlerinin SEM, EDX ve manyetik ölçüm sonuçları

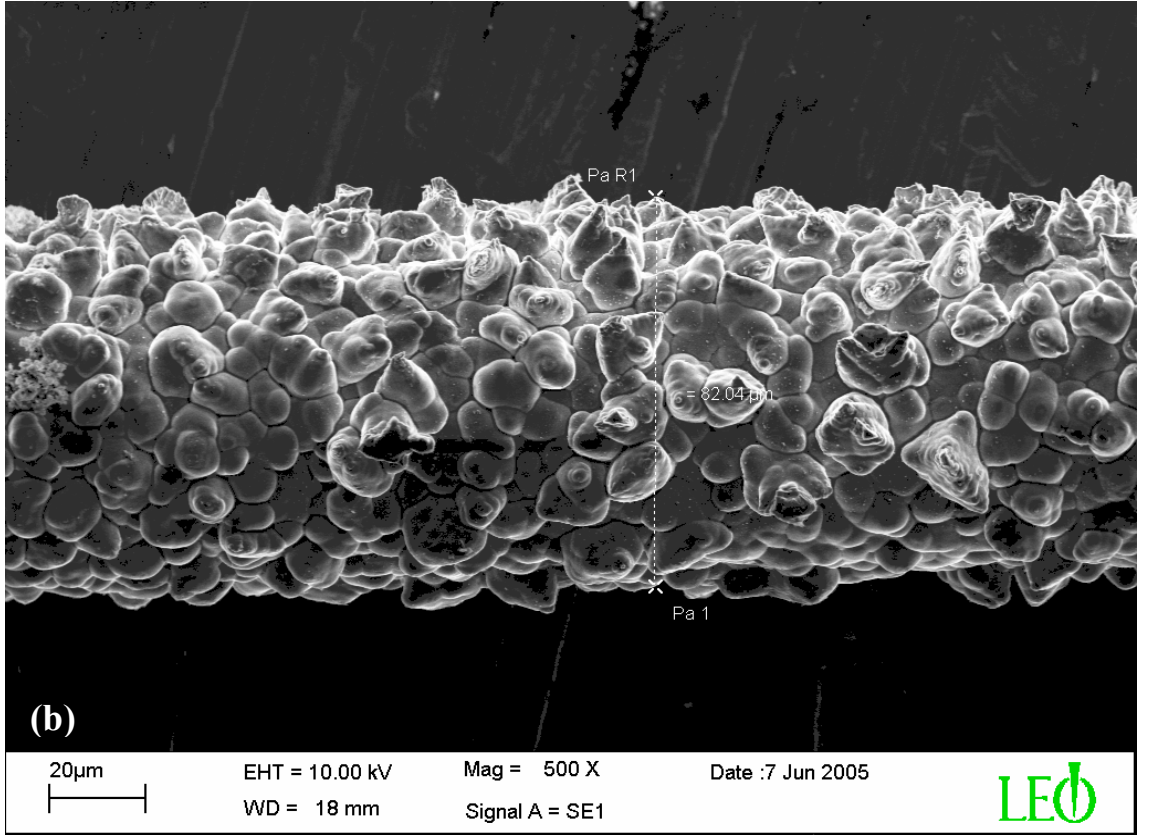
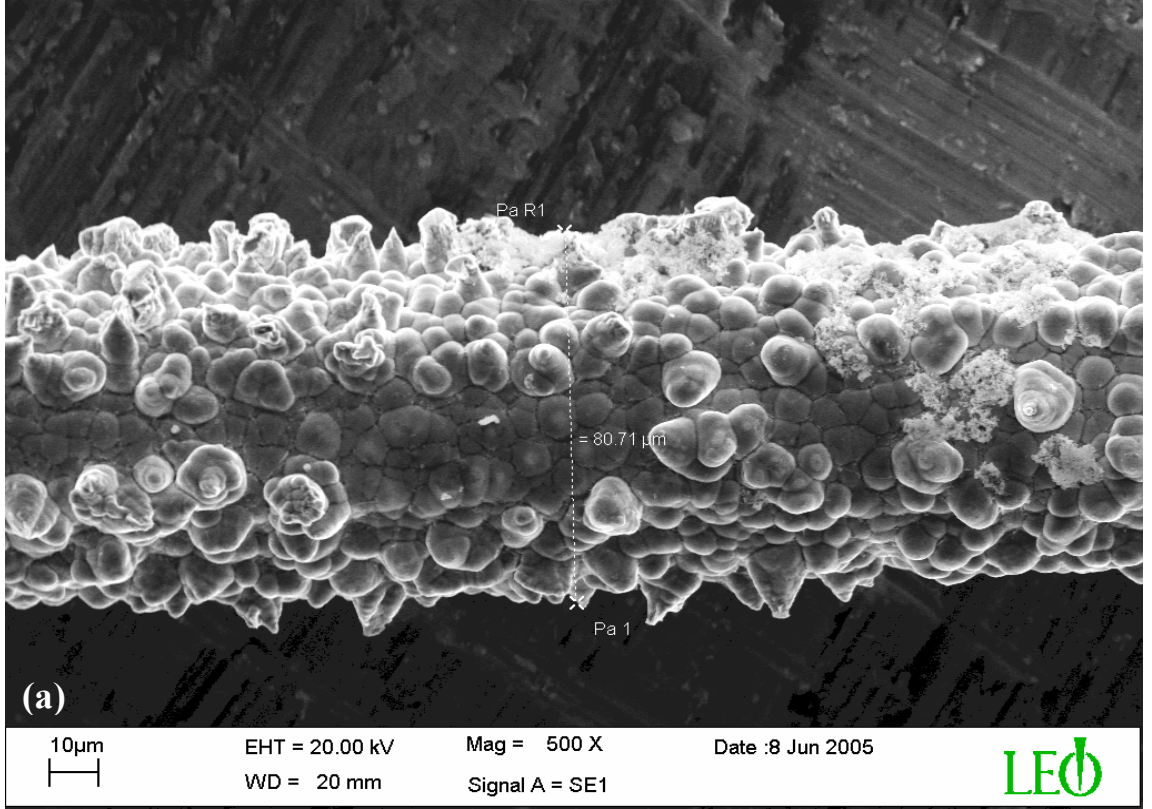
No	Çözültideki Metal İyonlarının Konsantrasyonları	pH	Atomik yüzde oranları	CoNiFe/Cu manyetik tellerin çapları (μm)	Grain boyutları (μm)	Coercivity (A/m)	$\% \Delta Z / Z_{max}$
1	5mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.4				51.589	161.609
	0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O,	2.6	Co_{20.77} Ni_{61.74} Fe_{17.49}	77.5	~3.1-7.03	43.221	111.735
	5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.8				48.243	93.021
2	5mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.4				193.83	231.967
	0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O,	2.6	Co_{18.97} Ni_{49.6} Fe_{31.43}	71.11	~3.06-7.66	170.271	299.519
	10mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.8				176.568	252.434
3	5mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.4				257.086	142.459
	0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O	2.6	Co_{18.21} Ni_{41.2} Fe_{40.59}	73.13	~4.12-7.52	163.682	150.689
	15mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	2.8				171.923	87.064

Tablo-8. Bu tezde farklı elektrokimyasal kaplama şartlarında üretilen farklı kompozisyona sahip manyetik tellerin toplu bir tablosu

No	Çözeltideki metal iyon konsantrasyonu	Deney süresi	pH	Atomik yüzde oranı	Ni/Fe/Cu tel çapları(µm)	Grain boyutları (µm)	Coercivity (A/m)	f (kHz)	%ΔZ/Z
1	0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O 5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	10 dk	2.6	Ni _{78.02} Fe _{19.32} (Cl, S) _{1.4}	53.66	~1.5- 2			
2		60 dk							
3		180 dk							
CoNiFe/Cu tel çapları(µm)									
1	5mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O 0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O, 5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	180 dk	2	Co _{21.83} Ni _{66.10} Fe _{12.07}	65.13	~0.5 - 5.48	80.904	411	91.215
2			2.2				96.917	282	107.429
3			2.4	Co _{20.77} Ni _{59.94} Fe _{17.92}	72.89	~3.95- 8.45	51.589	145	161.609
4			2.6	Co _{20.77} Ni _{61.74} Fe _{17.49}	77.5	~3.10- 7.03	43.221	149	111.735
5			2.8				48.243	134	93.021
6			3				89.894	127	102.171
7			3.2				206.257	119	52.248
8			3.5				94.69	~7.74-15.13	143.581
9	10mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O 0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O 5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	180 dk	2.4				68.919	450	75.227
10			2.6	Co _{33.67} Ni _{51.44} Fe _{14.89}	77.33	~4.67-9.17	60.304	125	82.205
11			2.8				68.919	155	73.832
12	15mM Co(SO ₄) ₂ .7H ₂ O 0.1M Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O 5mM Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	180 dk	2.4				84.436	183	103.905
13			2.6	Co _{46.01} Ni _{39.87} Fe _{14.12}	67.63	~5.35-8.96	77.623	188	103.569
14			2.8				77.584	113	79.372

Table-8' in devami

15	5mM Co(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O 0.1M Ni(SO ₄) ₂ ·6H ₂ O 10mM Fe(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O	180 dk	2.4					193.83	80	231.967
16			2.6	Co _{18.97} Ni _{49.60} Fe _{31.43}	71.11	~3.06-7.66		170.271	40	299.519
17			2.8					176.568	40	252.434
18	5mM Co(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O 0.1M Ni(SO ₄) ₂ ·6H ₂ O 15mM Fe(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O	180 dk	2.4					257.086	145	142.459
19			2.6	Co _{18.21} Ni _{41.20} Fe _{40.59}	73.13	~4.12-7.52		163.682	94	150.689
20			2.8					171.923	150	87.064
21	10mM Co(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O 0.1M Ni(SO ₄) ₂ ·6H ₂ O 10mM Fe(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O	180 dk	2.4					167.23		
22			2.6	Co _{29.58} Ni _{44.75} Fe _{25.67}	75.43	~4.9-8.84		114.865		
23			2.8					114.865		
24	10mM Co(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O 0.1M Ni(SO ₄) ₂ ·6H ₂ O 15mM Fe(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O	180 dk	2.4					861.487		
25			2.6	Co _{27.53} Ni _{36.98} Fe _{35.49}	84.57	~2.97-9.4		1231.371		
26			2.8					1211.977		
27	15mM Co(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O 0.1M Ni(SO ₄) ₂ ·6H ₂ O 10mM Fe(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O	180 dk	2.4							
28			2.6	Co _{41.35} Ni _{32.83} Fe _{25.82}	80.71	~5.3-12.56				
29			2.8							
30	15mM Co(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O 0.1M Ni(SO ₄) ₂ ·6H ₂ O 15mM Fe(SO ₄) ₂ ·7H ₂ O	180 dk	2.4					571.951		
31			2.6	Co _{36.00} Ni _{32.27} Fe _{31.73}	82.04	~5.58-19.35		462.482		
32			2.8					571.302		



Şekil-46.a) 10 mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0.1 mM $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve 15 mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
b) 15 mM $\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0.1 mM $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve 15 mM $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ içeren
pH 2.6 çözeltisinden elde edilen CoNiFe filmlerinin 500 kat büyütülmüş SEM fotoğrafı.

6. SONUÇ

Manyeto-empedans etki yüksek frekans bölgesinde numune yüzeyinden akan akımla direkt olarak ilişkili olduğundan, elektrokimyasal kaplamalarda numune yüzeyindeki değişimi incelemekte kullandık. Şimdiye kadar elde edilen Ni₈₀Fe₂₀/Cu numunelerinde gözlenen magnetoempedans değişim $\Delta Z/Z$ (%) = $100[Z(H) - Z(H_{max})] / Z(H_{max})$ en fazla %600' e ulaşılmıştır. Bu sonuca ulaşabilmek için elektroliz ile toplama sırasında bazı sıcaklık ve dış magnetik alan gibi parametreleri kullanılmış [26], ayrıca elektrokimyasal toplanma sonrası elde edilen filmlere akımla ısıtma yapılmıştır [24]. 180 dakikalık elektrokimyasal toplanma sonrası elde edilen filme hiçbir ısıl işlem uygulamadan elde ettiğimiz sonuç ise Şekil-23' de görüldüğü gibi %750' ye varmıştır. %750' lik bu değişim şu ana kadar literatürde rapor edilen en büyük değişimdir.

Elektrokimyasal olarak elde edilen manyetik ince film alaşımlarının, manyetik özelliklerinin, yüzey görünüşlerinin, atomik yüzde oranları ve de tel çaplarının, kaplama çözeltisinin pH' ı ile büyük ölçüde değiştiği bu çalışmada gözlenmiştir.

Bu çalışmada sadece CoNiFe/Cu olarak, atomik yüzde oranı ve manyetik özellikleri farklı 32 değişik Co_xFe_yNi_z manyetik ferromanyetik tel verilmiştir (Tablo-8). Üretilen bu filmlerin çoğunun coercivite ve de manyeto-empedanslarındaki değişim incelenmiştir. Manyeto-empedanslarındaki yüzde değişim oranları iyi olanların yüzeyleri SEM ile incelenmiştir. Ayrıca bunların EDX spektrumundan % atomik oranları belirlenmiştir.

0.1M Ni(SO₄)₂.6H₂O, 5mM Fe(SO₄)₂.7H₂O, 5mM Co(SO₄)₂.7H₂O içeren çözelti için (Tablo-4), pH 2-3.5 aralığında CoNiFe/Cu filmleri elde edildi. 8 numuneden en iyi GMI etkiyi gösteren CoNiFe/Cu filmin manyeto-empedansındaki değişim oranı %161.609 olup, bu numunenin coercivitesi 51.589 A/m dir. Bu numunede 3.95 µm ile 8.45 µm arasında yaklaşık küresel grainler yer almaktadır. pH 2.4 çözeltisinden elde edilen numune Co_{22.14} Ni_{59.94} Fe_{17.92} kompozisyonuna sahiptir. Eğer bu çözeltideki tüm diğer kaplama şartları sabit tutulup, sadece pH' a göre yüzey özelliklerinin nasıl değiştiği incelenecek olursa pH arttıkça grainlerin büyüdüğü, ayrıca oluşturulan CoNiFe/Cu filmlerin çaplarının da arttığı bulunmuştur. pH 2 çözeltisinde elde edilen filmde ~500 nm boyutlu grainler yer alırken, pH 3.5 çözeltisinden elde edilen filmlerde 15 µm 'ye varan grainler yer almakta ve hatta, bazı bölgelerde bu grainler birleşerek sürekli bir yapı oluşturulmaktadır. Yapılan manyeto-empedans ölçümlerinin çoğunda, pH 2.6 da elde edilen filmler en iyi GMI etkiyi gösterdiğinden, sonraki deneylerimizde

bu pH değerine yakın olarak çalışmayı uygun bulduk.

Elektrokimyasal kaplama çözeltilimizdeki, Ni^{+2} ve Fe^{+2} iyonlarını ve diğer maddeleri sabit tutarak öncelikle Co^{+2} iyon oranı 2 ve 3 katına çıkarıldı. Bu şartlarda elde edilen filmde, başlangıçtaki film $Co_{20.77} Ni_{61.74} Fe_{17.49}$ kompozisyonuna sahip iken, sırası ile $Co_{33.67} Ni_{51.44} Fe_{14.89}$ ve de $Co_{46.01} Ni_{39.87} Fe_{14.12}$ kompozisyonlu manyetik filmler elde edilmiştir. Kobalt içeriğini artırmakla filmlerin coercivitelelerinde 43.221 A/m' den, önce 60.304 A/m' ye sonra 77.623 A/m' ye çıkmıştır. Yine % empedanslarındaki değişimde azalmıştır.

Ayrıca Ni^{+2} ve Co^{+2} , iyonlarının sabit tutularak elektrokimyasal kaplama çözeltilisindeki Fe^{+2} iyon oranı Tablo-4' deki konsantrasyonuna göre 2 katına ve de 3 katına çıkarıldığında ise, başlangıçta $Co_{20.77} Ni_{61.74} Fe_{17.49}$ kompozisyonuna sahip film, sırası ile $Co_{18.97} Ni_{49.6} Fe_{31.43}$ ve $Co_{18.21} Ni_{41.20} Fe_{40.59}$ kompozisyonuna sahip olmuştur. Filmdeki demir içeriği artarken Co içeriği neredeyse sabit kalmıştır. Yine demir içeriği arttığında $Co_{18.97} Ni_{49.6} Fe_{31.43}/Cu$ filmde gözlenen % 299.519' luk GMI etki hazırladığımız numuneler arasındaki en iyi manyeto-empedans oranına sahip filmdir. Fakat bu malzeme 170.271 A/m' lik büyük bir coerciviteye sahiptir. Elde edilen CoNiFe filmlerin coercivite değerleri, farklı kompozisyona sahip literatürdeki CoNiFe filmlerinkiyile karşılaştırıldığında daha küçüktür [43-52]. Dikkat edilirse çözeltilideki Fe^{+2} ya da Co^{+2} iyon oranını tek başına artırarak diğerlerini sabit tutmak elde edilen filmde de bunun aynı şekilde gerçekleşeceğini ifade etmemektedir. Bu çözeltilide bulunan her bir iyonun farklı indirgenme potansiyeline ve de mobiliteye sahip olmasından kaynaklanmaktadır.

Manyeto-empedans değişimlerinin ve de coercivite hesaplamalarının bir kısmı daha ileriki çalışmalara bırakılan, Tablo-8 de verilen 21-32 nolu numunelerden iki tanesinin SEM fotoğrafı Şekil-46' da verilmiştir. Yüzey görüntüleri daha önce elde ettiğimiz numunelerden oldukça farklı, homojen olmayan bir görünüme sahip olup, filmlerde yer alan 2-15 μm boyutları arasındaki grainler artık küresel değil yer yer çiçek şeklinde bazılarında da koni biçimindedir. Bu numunelerin yüzey özelliklerin geliştirilmesi ve manyetik özelliklerinin incelenmesi ileride yapmayı planladığımız araştırmalarımız arasında yer almaktadır.

Bilindiği gibi dünyada en çok bulunan element olan hidrojen, gelecekte kullanılması amaçlanan en temiz yakıttır. Fakat hidrojeni depolamak oldukça zor olup, büyük harcamalar gerektirmektedir. Günümüzde hidrojenin yakıt olarak kullanılmasına yönelik birçok çalışma yapılmaktadır. Şekil-46' da yer alan yüzey görünümüne sahip

numunelerde [53], yüzeyde hidrojenin tutunması, yüzeyleri homojen olan numunelere göre daha kolay gerçekleşebilir. HER (hydrogen evolution reaction) uygulamalarında, elektrokimyasal olarak daha fazla aktif yüzey alanına sahip olduğu düşünülen bu tür numuneler teknolojik açıdan büyük öneme sahiptir.

Bu çalışmada elde edilen tüm tellerin ısıtma işlemler sonrası yüzey ve de manyetik özelliklerinin incelenmesi daha sonraki projelerimizden biridir.

NiFe filmlere Co katkılamanın yapıldığı bu çalışmada, elde edilen filmlere başka malzemelerin katkılanarak, Cu taban yerine farklı tabanlar kullanılması ile manyetik özelliklerin nasıl değişeceğinin bulunması yine ileriki projelerimiz arasında yer almaktadır.

7. KAYNAKLAR

- [1] Michael W. Davidson and The Florida State University “Magnetic Thin Film Collection” (<http://micro.magnet.fsu.edu/micro/gallery/magnetfilm/magnetfilm.html>).
- [2] T-M Vacuum Products “Thin Film Applications” (<http://tmvacuum.com/thin/applications.html>).
- [3] Tetsuya Osaka, *Electrochimica Acta* 44 (1999) 3885-3890.
- [4] P.C. Andricacaos, N. Robertson, *IBM, J. Res. Dev.* 42, (1998) 672.
- [5] A. Eftekhari, , *J. Magn., Magn. Mater.* Article in pres.
- [6] D.R. Rolison, *Chemical Properties, Nanomaterials: Synthesis, Properties, and Application*, institute of Physics Publishing, pp.147 (1996).
- [7] R.J. Highmore, et al. 116 (1992) 249.
- [8] Edwards D.M. et al, *J. Magn., Magn. Mater.* 114 (1992) 252.
- [9] M. Donten, H. Cesiulis, Z. Stojek, *Electrochimica Acta*, 45 (2000) 3389.
- [10] K.H. Lee, H.H. Kim, W.Y. Jeung, *Electrochemistry Comm.* 2 (2002) 605.
- [11] R.S. Beach and E. Berkowitz, *J. Appl. Phys.*, 76 (1994) 6209.
- [12] L.V. Panina and K. Mohri, *J. Appl. Phys. Lett.* 65 (1994) 1189.
- [13] M. Vazquez and A. Hernando, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 29 (1996) 939.
- [14] R.L. Sommer, C.L. Chien, *Appl. Phys. Lett.* 67 (1995) 3346.
- [15] R.L. Sommer, C.L. Chien, *Appl. Phys. Lett.* 76 (1996) 5139.
- [16] G.V. Kurlyandskaya, J.M. Barandiaran,, J. Gutierrez, D. Garcia, M. Vazquez, and V. O. Vaskovskiy, *J. Appl. Phys.* 85 (1999) 5438.
- [17] B. Roy and S.K. Ghatak, *J. Alloys and Comp.*, 326 (2001) 198.
- [18] N. Bayri and S. Atalay, *J. Alloys and Comp.* 381 (2004) 245–249.
- [19] D.X. Chen, J.L. Munoz, A. Hernando and M. Vazquez, 57 (1998) 10699.
- [20] S. Atalay and N. Bayri, *J. Magn. Magn. Mater.* 272–276 (2004) 1365.
- [21] P.T. Squire and D. Atkinson, *IEEE Trans. Magn.* 33 (3364) 1997.
- [22] K. Mohri, K. Kawashima, T. Kohzawa and Y. Yoshida, 29 (1993) 1245.
- [23] R.S. Beach, N. Smith, C.L. Platt, F. Jeffers and A.E. Berkowitz, *J. Appl. Phys.* 68 (1996) 2753.
- [24] X.P. Li, Z.J. Zhao, C. Chua, H.L. Seet and L. Lu, *J. Appl. Phys.* 94 (2003) 7626.
- [25] X.P. Li, Z.J. Zhao, S. Ang, T.B. Oh, T.W. Song, W.C. Ng, S.J. Koh and J.Y. Lee, *Mater. Scie. Forum*, 437 (2003) 61.

- [26] X.P. Li, Z.J. Zhao, S. Ang, S.J. Koh, T.B. Oh and J.Y. Lee, W.X. Chen, *Mater. Sci. Forum*, 437 (2003) 57.
- [27] D.Garcia, G.V. Kurlyandskaya, M.Vazquez, F.I.Toth and L.K.Varga, *J.Magn. Magn.Mater.* 203 (1999) 208.
- [28] A.S.Antonov, N.A.Buznikov, A.B.Granovsky, I.T.Iakubov, A.F.Prokishin, A.L.Rakhmanov and A.M.Yakunin *J.Magn. Magn.Mater.* 249 (2002) 315.
- [29] D.Atkinson, P.T. Squire, M.G. Maylin, J. Gore, *Sens. Actuators A* 81 (2000) 82.
- [30] A.Zhukov, *J.Magn. Magn. Mater.* 242-245 (2002) 216.
- [31] MEMS and Nanotechnology Clearinghouse, <http://www.memsnet.org/>.
- [32] Yao-Joe Yang *Thin Film Process* ref:campbell:Ch 12, 13, 14
- [33] M.Hitchman, E.Levy “Chemical Vapor Deposition” Wiley-VCH(2003) volume8.
- [34] Zurawski D.J., Kulesza P.J., and Wieckowski A., *J.Electrochem.Soc.:*Accelerated Brief Communication,1607 (1988).
- [35] Casan-Pastor, Gomez-Romero, Fuertes and Brossa, *Solid State Ionics*,66 (1993) 241.
- [36] Pawar S.H ve Pendse M.H., *Mat. Res. Bull.*, 26,641 (1991).
- [37] Bard A.J. ve L.R. Faulkner, “Electrochemical methods, Fundamentals and Applications”, New York(1980).
- [38] Schlesinger M. ve Paunovic M. “Modern Electroplating”,pp(2–17) Canada(2000).
- [39] Yıldız A. Ve Genç Ö. “Enstrümantal Analiz”, Ankara(1993).
- [40] Peter T. Kissinger, William R. Heineman, “Laboratory Techniques in Elevtroanalytical Chemistry”, Marcel Dekker, New York ve Basel (1984).
- [41] Southampton Electrochemistry Group R.Greef, R.Peat, L.M.Peter, D.Pletcher, J.Robinson, “Instrumental Medhods in Electrochemistry”, John Wiley&Sons, New York and Chichester (1985).
- [42] Funda Ersoy Atalay, Yüksek Lisans Tezi, İnönü Üniv. (1994) MALATYA.
- [44] F.E. Rasmussen, J.T. Ravnkilde, P.T. Tang, O. Hansen, S. Bouwstra, *Sensors and Actuators A* 92 (2001) 242-248.
- [45] D. Kim, D.-Y. Park, B.Y. Yoo, P.T.A. Sumodjo, N.V. Myung, *Electrochemica Acta* 48 (2003) 819-830.
- [46] K. Ohashi, Y. Yasue, M. Saito, K. Yamada, T. Osaka, M. Takai, K. Hayashi, *IEEE Trans. Magn.* 34 (1998) 1462.

- [47] M. Takai, K. Hayashi, M. Aoyaki, T. Osaka, J. Electrochem. Soc. 144 (1997) L203.
- [48] K. Hironaka, S. Uedaira, IEEE Trans. Magn. 26 (1990) 2421.
- [49] K. Ohashi, Y. Yasue, M. Saito, K. Yamada, T. Osaka, M. Takai, K. Hayashi, J. Electrochem. Soc. 146 (1999) 2092.
- [50] T. Osaka, et al., Nature 392 (1998) 796.
- [51] X. Liu, G. Zangari, L. Shen, J. Appl. Phys. 87 (2000) 5410.
- [52] L. Perez, K. Attenborough, J. De Boeck, J.P. Celis, C. Aroca, P. Sanchez, E. Lopez, M.C. Sanchez, J. Magn. And Mang. Materials 242-245 (2002) 163-165.
- [53] Elisa Navarro-Flores, Zhiwen Chong, Sasha Omanovic, J. Molecular Catalysis A: Chemical 226 (2005) 179-197.

8. ÖZGEÇMİŞ

01.05.1979 yılında Malatya da doğdu. 1999 yılında İnönü Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik bölümüne girdi. 2003 yılında mezun olarak aynı yıl Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim dalında Yüksek Lisansa başladı.

Bildiriler

- 1- F.E. Atalay, S. Atalay and **H. Kaya**, “Magnetoimpedance Effect in Electrochemically Etched CoFeSiB Amorphous Wires”, Second Seeheim Conference on Magnetism, 2004, Darmstadt-GERMANY.
- 2- **Harun Kaya**, Funda Ersoy Atalay , “Elektrokimyasal Olarak Elde Edilen CoNiFe İnce Film Alaşımlarının Manyetik Özelliklerine pH Etkisi” 6. Elektrokimya Toplantısı, Anadolu Üniversitesi, (2005) Eskişehir- TÜRKİYE.

Yayınlar

- 1- F.E. Atalay, S. Atalay, **H. Kaya**, A.R. Bahadır “Magnetoimpedance Effect in Electrochemically Etched CoFeSiB Amorphous Wires”, Physica B 364 (2005) 294–299.