

T.C.
GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ
MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

$\text{Co}_{0.7}\text{Pt}_{0.3}$ İNCE FİLMİNİN
YÜZEY VE MANYETİK
KARAKTERİZASYONU

Nuh KOÇ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

GEBZE

2008

T.C.
GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ
MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

CoPt İNCE FİLMİNİN
YÜZEY VE MANYETİK
KARAKTERİZASYONU

Nuh KOÇ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

Tez Danışmanı
Yrd. Doç. Dr. Osman ÖZTÜRK

GEBZE
2008

ÖZET

TEZ KONUSU: CoPt İnce Filminin Yüzey ve Manyetik Karakterizasyonu

YAZAR ADI: Nuh KOÇ

Yapılan bu çalışmada Co-Sputter tekniği ile hazırlanan CoPt ince filmlerinin manyetik özellikleri Ferromanyetik Rezonansı (FMR) tekniği ile yüzey özellikleri de XPS tekniği ile incelendi.

FMR spektrumları manyetik alanın farklı uygulanma doğrultuları için 300 ⁰K sabit sıcaklığında tespit edildi. Out of plane konumda farklı açılarla uygulanan manyetik alan sonucunda elde edilen piklerin deneysel olarak beklenen FMR pikleri olduğu anlaşıldı. Uygulanan manyetik alanın doğrultusu değiştirildikçe elde edilen piklerin rezonans alanlarının değiştiği gözlemlendi. Bu değişim; alan, film normali doğrultusuna yaklaştıkça mıknatıslanmanın zorlaştığı, film normali doğrultusundan uzaklaştıkça mıknatıslanmanın kolaylaştığı şeklindedir.

Bu çalışma sonucunda etkin manyetik anizotropi, doyum mıknatıslanması ve etkin g- faktörü hakkında bilgi edinildi.

Ayrıca hazırladığımız ince filmlerin XPS spektrumları incelendi. Elde edilen XPS pikleri sonucunda da hazırlanan örneğin değişik stekiometrik oranlarda hazırlanmak istenen CoPt olduğu tespit edildi ve kalınlık tayini yapıldı. Böylelikle filmlerimizin manyetik karakterizasyonuna ek olarak yüzey karakterizasyonu da incelendi.

Elde edilen veriler sonucunda örneklerin XPS ve FMR teorik analizleri yapıldı.

SUMMARY

THE SUBJECT OF THESIS: Surface and Magnetic Characterization of CoPt Thin Film

AUTHOR NAME: Nuh KOÇ

In this thesis, we studied the magnetic properties with Ferromagnetic Resonance Technique (FMR) and surface properties with X-ray Photoelectron Technique (XPS) of CoPt thin films which is prepared with Co-Sputter Technique.

FMR spectrums for different applied direction is determined at 300 °K constant temperature. We realized that we get expected picks of FMR to experimental which is applied into different angles at state of out-of-plane. We observed that the resonance fields of picks are changing with the exchange direction of magnetic field. This variation is that magnetisation is forced for the magnetic field is approaching the normal of film and is getting easy for the field is leaving the normal of film.

The result of in this study we informed about active magnetic anisotropy, saturated of magnetism and active g-factor.

Besides this we research the spectrum of XPS for our thin films. It determined that according to the picks of XPS, the films are CoPt which are different stykiometrik ratio and than we determined the thickness of films. So we studied the characteristation of surface with the characteristation of magnetic.

According to getting datas it analysed that theoretical XPS and FMR.

TEŞEKKÜR

Yaptığım bu tez çalışmasının tüm aşamalarında destek ve yardımlarından dolayı başta Fizik Bölüm Başkanı saygıdeğer hocam Prof. Dr. Bekir AKTAŞ' a, çalışmalarım boyunca her türlü bilgi ve yardımlarıyla tezimi oluşturmamı sağlayan tez danışmanım değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Osman ÖZTÜRK' e; örneğin hazırlanmasında ve deneysel sonuçlarda yardımlarını esirgemeyen değerli arkadaşım Araş. Gör. Mustafa ERKOVAN' a, manyetik sonuçlarda ve tüm tez boyunca hiçbir yardımı esirgemeyen çok kıymetli hocam Araş. Gör. Sinan KAZAN' a, deneysel verilerimde ve tezi oluşturmamda büyük katkılarından dolayı çok kıymetli arkadaşım Araş. Gör. Ali Cemil BAŞARAN' a teşekkür ve minnetimi sunmayı bir borç bilirim.

Tüm yaşamım boyunca maddi ve manevi yardımlarını esirgemeyen aileme ve çalışmalarım boyunca sıkıntılarımı paylaşıp sevgi ve hoşgörüsünü hiçbir zaman eksik etmeyen değerli hayat arkadaşım, eşim Emel KOÇ' a en içten duygularıyla teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	iv
SUMMARY	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xv
1-GİRİŞ	1
2-MANYETİK REZONANS	4
2.1.Manyetik Rezonans Kavramı	4
2.2.Manyetik Moment	6
2.3.Ferromanyetizma	8
2.4.Ferromanyetik Rezonans	9
3-DENEYSEL ÇALIŞMALAR	17
3.1.Magnetron Saçtırmalı Kaplama Sistemi	17
3.1.1.Sputtering Uygulaması ve Teçhizatı	17
3.2.Hazırlanan PtCo Alaşım Manyetik İnce Filmlerinin Stekiometrik ve Elektronik Konfigürasyonu : Fotoelektron Spektroskopisi Çalışması	20
3.2.1.Orbital Elektron Spektroskopisinde XPS	20
3.2.2.XPS Analiz Cihazı	24
3.2.3.Kimyasal Stekiometri için XPS	26
3.3.Kullanılan ESR Spektrometresi	27
3.3.1. ESR Tekniğinin Tarihi Gelişimi	27
3.3.2. ESR Spektrometresinin Genel Yapısı	28
4-ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI ve DENEYSEL SONUÇLAR	34
4.1.Örneklerin Hazırlanması	34
4.1.1.Manyetik İki Bileşenli PtCo İnce Filmlerinin Sentezlenmesi	34
4.2.Kalınlık Kalibrasyonu İçin XPS	35
4.3.XPS Sonuçları	38

4.3.1.İnce filmlerin kalınlıklarının XPS ve QCM ile belirlenmesi	38
4.3.2.Hazırlanan PtCo Bileşenli Filmlerin Kimyasal Stekiometrilерinin XPS Kullanılarak Belirlenmesi	43
4.4.Manyetik Karakterizasyon	46
4.4.1. $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ince filminin Ferromanyetik Rezonans Grafikleri	46
4.4.2. $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filminin Ferromanyetik Rezonans Grafikleri	49
4.4.3. $\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filminin Ferromanyetik Rezonans Grafikleri	52
4.4.4. Örneklerin Ferromanyetik Rezonans Spektrumlarının Karşılaştırılması	54
5-SONUÇ	58
KAYNAKLAR	60
ÖZGEÇMİŞ	62

SİMGELER VE KISALTMALAR

ESR	Elektron Spin Rezonans
XPS	X-ray Fotoelektron Spektrometresi
FMR	Ferromanyetik Rezonans
QCM	Kuartz Kristal Monitörleme
RF	Radyo Frekans
MD	Mikro Dalga
M	Mıknatıslanma
M_0	Doyum Mıknatıslanması
M_d	Demanyetizasyon Mıknatıslanması
C	Curie Sabiti
μ	Manyetik Moment
i	Akım
n	Birim Vektör
q	Birim Yük
v	Hız
A	Birim Alan
Co	Kobalt
Pt	Platinyum
Si	Silisyum
Fe	Demir
Al	Alüminyum
SiO ₂	Silisyum Dioksit
j	Açısal Momentum
ζ	Jiromanyetik Oran
U_d	Değiş-tokuş Etkileşme Enerjisi
J	Değiş-tokuş Sabiti
S	Spin Açısal Momentumu
H_d	Demanyetizasyon Alan
N_d	Demanyetizasyon Sabiti
M_d	Demanyetizasyon Mıknatıslanması

ω	Açısal Frekans
γ	Frekans
N	Toplam Spin Sayısı
H_{eff}	Etkin Manyetik Alan
T_c	Curie Sıcaklığı
ESCA	Electron Spectroscopy for Chemical Analysis
T	Tesla
m	Birim Kütle
r	Dönme Eksenine Uzaklık
α	Gilbert Sönüm Sabiti
G	Gauss
kG	Kilo Gauss
T	Tesla
mT	Mili Tesla
Hz	Hertz
GHz	Giga Hertz
mbar	Milibar
$^{\circ}\text{C}$	Santigrat Derece
$^{\circ}\text{\AA}$	Angstron
KE	Kinetik Enerji
BE	Bağlanma Enerjisi
eV	Elektron Volt
ϕ	İş Fonksiyonu
h	Planck Sabiti
I_s	Fotoelektron Şiddeti
λ_s	Ortalama Yol
IMFP	İneleastic Mean Free Path
NIST	Electron Ineleastic Mean Free Path Database Version

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1. Hesaplamalarda kullanılan eksen takımı ile mıknatıslanma ve manyetik alanın birbirlerine göre yönelimleri. L kalınlığındaki film (x,y) düzlemindedir. Z eksenini film yüzeyine diktir. Doğru akım manyetik alan $(\mathbf{H}) (y,z)$ düzleminde ve z eksenini ile yaptığı açı θ_H 'dır. Manyetik alanın mikrodalga bileşeni h ise x eksenini boyunca uygulanmıştır. Mıknatıslanmanın doğrultusu ise θ ve ϕ açılarıyla verilmiştir.	11
2.2. Bir nikel kristalinde ferromanyetik domenler. Domen sınırları Bitter manyetik toz tekniği ile görünür hale getirilir. Bir domen içindeki manyetizasyon yönü, o domenin manyetik alanda büyüme veya küçülmesine bakarak tayin edilir.	13
2.3. Domenler arasındaki Bloch duvarının yapısı. Demirde geçiş bölgesi kalınlığı örgü sabitinin 300 katı kadardır.	14
2.4. Bir ferromanyetik malzemenin mıknatıslanması: (a) mıknatıslanmamış hal, (b)domain duvar hareketi ile mıknatıslanma, (c) domain dönmesi ile mıknatıslanma.	14
3.1. Sputter tekniğinin deneysel gösterimi.	18
3.2. Sputtering Cihazının Şematik Görünüşü	19

3.3. Fotoemisyon için üç adım modeli. Fotoemisyon işlemi üç adıma bölünür. 1.'i optik uyarma, 2.' i elektronun örnekten kopması, 3.' ü elektronun vakum içindeki durumudur.	21
3.4. Fe 2p çekirdek seviyesine ait XPS spektrumları(yuvarlak) ve oksitlenmiş demire ait spectrum (kare). Çekirdek seviye özellikleri yaklaşık 4 eV kaymaya uğramıştır.	22
3.5. CuO yüzeyindeki Cu 2p' ye ait Cu^{2+} e ait shake-up pikleri. Bu pikler Cu 2p _{3/2} ve Cu 2p _{1/2} ana piklerine göre 9 eV daha fazladır.	23
3.6. XPS Cihazının Diyagramı.	24
3.7. ESR spektrometresinin blok diyagramı.	29
3.8. TE102 modunda çalışan dikdörtgen kavite. a) Elektrik alan bileşeni y eksenine paraleldir ve Z doğrultusunda yaklaşık bir dalga sığmaktadır.b) Manyetik alan bileşeni x eksenine paraleldir. Kavitenin boyutları söz konusu mod için şöyledir: c kenarı yarım dalga boyu, d kenarı yaklaşık dalga boyu ve üçüncü kenar da yarım dalga uzunluğundan daha kısadır. O nedenle dalganın şiddeti üçüncü doğrultuda değişmez.	31
4.1. Pt için alınan XPS spektrumu	35
4.2. Co için alınan XPS spektrumu	36
4.3. Pt için kalınlık kalibrasyonu	36
4.4. Co için kalınlık kalibrasyonu	36

4.5. Büyük grafik Si (100) alttaş malzeme üzerine Platin kaplamasının ardından alınan XPS spektrumu. Pt kalibrasyonu, Platin için Silisyum' a ait 2p pikinin şiddetindeki azalma. Co kalibrasyonu, Kobalt için Silisyum' a ait 2s pikinin şiddetindeki azalma. Kobalt için Silisyum' a ait 2s piklerinin şiddetlerindeki azalma.	40
4.6. Platin' e ait kalınlık zaman grafiği.	41
4.7. Kobalt a ait kalınlık zaman grafiği.	42
4.8. Pt _{0.6} Co _{0.4} Alloy thin film.	44
4.9. Pt _{0.5} Co _{0.5} Alloy thin film.	45
4.10. Pt _{0.4} Co _{0.6} Alloy thin film.	45
4.11. Co _{0.4} Pt _{0.6} ince filmine ait ferromanyetik rezonans spektrumlarının açısal değişimi.	47
4.12. Co _{0.4} Pt _{0.6} ince filmine ait rezonans alanının açısal değişimi.	48
4.13. Co _{0.4} Pt _{0.6} ince filmine ait çizgi genişliğinin açısal değişimi.	49
4.14. Co _{0.5} Pt _{0.5} ince filmine ait ferromanyetik rezonans spektrumlarının açısal değişimi.	50
4.15. Co _{0.5} Pt _{0.5} ince filmine ait rezonans alanının açısal değişimi.	51
4.16. Co _{0.5} Pt _{0.5} ince filmine ait çizgi genişliğinin açısal değişimi.	51
4.17. Co _{0.6} Pt _{0.4} ince filmine ait ferromanyetik rezonans spektrumlarının açısal değişimi.	52
4.18. Co _{0.6} Pt _{0.4} ince filmine ait rezonans alanının açısal değişimi.	53

4.19. $\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filmine ait çizgi genişliğinin açısal değişimi.	54
4.20. Örneklerin açığa bağlı Rezonans alanlarının karşılaştırılması.	55
4.21. Örneklerin açığa bağlı çizgi genişliklerinin karşılaştırılması.	56
4.22. CoPt ince filmlerinin paralel ve dik pozisyonda karşılaştırılması.	57

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge

Sayfa

- 4.1. XPS pikleri kullanılarak geliştirilen alaşım Pt ve Co elementlerinin Stekiometrik oranlarının hesaplanması. Sırası ile $\eta_{Pt4f}=3.59$ ve $\eta_{Co2p}=5.75$ sabitleri Pt4f ve Co2p pikleri için analizör ve x-ışının kaynağının arasındaki açının 54.7^0 kompozisyonu için geçerli ASF (Atomik duyarlılık sabiti) dir.

1. GİRİŞ

Günümüzde nanometre boyutlarındaki ince film çalışmaları teknolojik açıdan oldukça önemli bir yere sahiptir. Bu tür malzemelerin gerek manyetik özelliklerinin gerekse elektriksel özelliklerinin teorik olarak alt yapısının oluşturulup bu bilgileri deneysel olarak doğrulayarak teknolojiye katkıda bulunmak bilim ve teknoloji dünyası için vazgeçilmez bir unsurdur. Bu özellikler incelenecek özelliklere göre çeşitli spektrometrelerle test edilir.

Çalışılan ince filmlerin manyetik özelliklerini incelemek için Manyetik Rezonans Tekniği ile çok sağlıklı ve tutarlı bilgiler elde edinilebilir. Özellikle ince filmlerin Manyetik Rezonansın dallarından olan Ferromanyetik Rezonans Tekniği (FMR) fizikte çok önemli bir yere sahiptir. Kullanılan Ferromanyetik Rezonans ile herhangi bir filmin mıknatıslanması, domain yapısı, değiş-tokuş etkileşme parametresi, manyetik anizotropi, Zeeman etkisi, kristal içinde oluşan demanyetizasyon alanı, manyetokristal etkileşmesi gibi birçok parametre hakkında bilgi sahibi olunabilir [1].

Günümüzde birçok ince film kaplama tekniği kullanılmaktadır. Bunlardan en başarılı sonuç veren yöntemlerden birisi Sputter Kaplama tekniğidir. Uygulanan işlem atom ve elektron koparma işlemidir. Bu yöntemde DC veya RF güç kaynağı ile plazma üretilir.

Hazırlanan örneklerin kimyasal sitekiometrilerinin ideale yakın şartlarda olup olmadığı ise elektron temelli yüzey analiz tekniklerinden biri olan X-ray Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) ile kontrol edilebilir. X-ray Fotoelektron Spektroskopisi ile hazırlanan numunenin aynı zamanda nanometre mertebesinde kalınlık tayininde yüzey içerisinde atomların orbitlerinden ayrılmış olan orbit elektronların oluşturduğu hüzmelerin aldığı yol boyunca exponansiyel(üstel) olarak azalmasından faydalanılarak tesbit edilebilir. Kalınlık tayini ile istenilen kalınlıkta çeyrek Angstrom hassasiyetinde film hazırlanabilir.

Kullanılan bu farklı spektrometreler yardımlarıyla incelenen sistemler hakkında geniş ve detaylı bilgilere ulaşılabilir. Çoğu zaman da birkaç spektroskopi tekniklerinin sonuçları birleştirilerek film hakkında çok çeşitli teorilere ulaşılabilir.

Ferromanyetik Rezonans ile tespit edilmeye çalışılan manyetizasyon malzemenin mıknatıslanmasıdır. Doğada demir, nikel, kobalt gibi öyle özel maddeler vardır ki bu maddeler kalıcı mıknatıslanma özelliğine sahiptir. Dışardan bir manyetik alan uygulandığında başlangıçta sıfır olan manyetizasyon manyetik alan sebebiyle değişmeye başlar. Manyetik alan değeri artırıldıkça manyetizasyon uygulanan alan yönüne doğru yönelmeye başlar. Ve her bir ferromanyetik madde için belirli değerleri olan noktalarda doyuma ulaşır. Bu durumda dışarıdan uygulanan manyetik alan kaldırılrsa bile bu maddelerin manyetizasyonlarında herhangi bir değişiklik gözlenmez. Yani dışarıdan manyetik alan uygulanarak maddenin net bir manyetizasyona sahip olması sağlanır. Alan kaldırılrsa bile maddenin mıknatıslanması değişmez. Bu sebeple bu tür maddelere ferromanyetik maddeler denir.

Madde üzerindeki kalıcı manyetizasyonun en önemli sebeplerinden birisi kristal içindeki domen yapılarıdır. Manyetik Bölge anlamına gelen bu yapıların başlangıçta farklı yönelimleri mevcuttur. Bu yönelimler sistemin geneli itibariyle rasgele dağılmışlardır fakat net manyetizasyon sıfırdır ve sistem dengededir. Dışarıdan uygulanan manyetik alan ile farklı yönelimlerde olan domenler manyetik alan doğrultusunda yönelmek isterler ve başlangıçta sıfır olan manyetizasyon tüm domenlerin aynı yöne yönelmesiyle kristal net bir manyetizasyona sahip olur ve bu durumda malzeme mıknatıslanır.

İlk Manyetik Rezonans çalışmaları 1945 yılında Zavoisky tarafından katılarda uygulandı ve farklı Paramanyetik tuzlarda Elektron Spin Rezonans soğurması gözlemlendi. Katı ve sıvıların çekirdeklerinin spin rezonans çalışmaları da ilk kez Purcell, Torrey ve Pound [2] ile Bloch, Hansen ve Packard [3] tarafından yapıldı.

Böylelikle ilk olarak Fizik ve Kimya gibi bilimlerde kullanılan manyetik rezonans tekniği zamanla tıp gibi çok geniş bir alanda da kullanılmaya başlanmıştır.

Deneyisel Ferromanyetik Rezonans çalışmaları ilk olarak tek bir rezonans çizgi dinamiği ile başlamıştır. Bu çalışmaların ardından Kittel (1948) bir çok rezonans çizgisinden oluşan ferromanyetik rezonans spektrumunun gözlenebileceğini ileri sürmüştür[4]. Daha sonra Rado (1954) Kittel' in ileri sürdüğü bu görüşü “Spin Dalga Rezonansı” olarak isimlendirdi[5]. Ayrıca aynı yılda yayınladığı makalesinde durgun manyetik alan içindeki herhangi bir manyetik malzemenin dış yüzeylerinde mıknatıslanma değişiminden dolayı Yüzey Spin Dalgaları oluşacağını ileri sürdü. Daha sonra bunların ferromanyetik rezonanstan değil de Yüzey Spin Dalgalarından kaynaklandığı bulunmuştur.

İnce film malzemelerinde Ferromanyetik Rezonans Tekniği çalışmaları yapılırken spektrometrede kullanılan ışın frekansı mikrodalga frekans bölgesindedir. Bu frekans bölgesinde uygulanması gereken manyetik alan 0.1 ile 25 KGauss aralığındadır.

Sonuç olarak yüzey analizi için kullanılan XPS ve manyetik karakterizasyon için kullanılan FMR teknikleri çok geniş bir kullanım alanına sahiptir.

2. MANYETİK REZONANS

2.1. Manyetik Rezonans Kavramı

Manyetik Rezonans; manyetik momentleri ve açısal momentumu olan manyetik sistemlerde bulunan bir olaydır. Rezonans kelimesi, dış bir etkenin, manyetik sistemin doğal frekansı ile uyum içinde olmasını açıklar ve bu frekans durgun dış manyetik alanda manyetik momentin jirokobik presesyonuna karşılık gelir. Atomik spektrumun belirgin frekansları arasındaki benzerliği ve manyetik rezonans frekanslarının tipik olarak radyo frekans bölgesine (çekirdek spinleri için) yahut mikrodalga frekansı bölgesine (elektron spinleri için) düşmesi nedeniyle pek çok defa *radyo frekans (RF)* spektroskopisi veya *mikrodalga (MD)* spektroskopisi olarak adlandırılmıştır[6].

Rezonans yönteminin üstünlüğü, incelenen örnekte tümü ile karşılaştırıldığında çok zayıf olabilen bir katkıyı seçip ayırmayı mümkün kılmasıdır. En dikkat çekici örnek ise temel elektronik ferromanyetizmasına karşın demirin zayıf paramanyetizmasının gözlenmesidir. Bunların yanında rezonans, kesin, oldukça ayrıntılı ve başka yollarla elde edilemeyen tipte manyetik bilgi toplanmasını da mümkün kılar.

Manyetik rezonansın Fizik ile bütünleşmesinin en büyük sebebi atomik düzeyde süreçler hakkında bilgi verebilmesidir[7]. Burada, açısal momentumu olan manyetik sistemler söz konusudur.

Elektron ve çekirdek manyetik rezonansları arasındaki en temel fark, çekirdeksel spin, manyetik moment ve dört kutuplu (quadropol) moment gibi özelliklerinin büyük bir olasılıkla çevreden etkilenmemeleri, buna karşın çok daha büyük fiziksel hacimde olan uyarılmış durumlarını çok daha küçük enerji istemeleri

yüzünden çevreye kuvvetle bağlı olmalarıdır. Bir kristale konulan atom serbest haldeki atomdan tamamen farklı açısal momentum, manyetik moment ve dört kutuplu momente sahip olabilir. Bir atomun katı veya sıvıda olduğu zamanki durumu serbest olduğu zamankinden çok farklıdır. Bu yüzden bir katı veya sıvı içindeki atomun manyetik rezonans çalışmasından atoma ait özellikleri hakkında yorum yapmak zorlaşabilir.

Örneğin, Sodyum atomunun yörüngesel manyetik momenti ve açısal momentumu sıfırdır. Fakat spin manyetik momentinden ötürü $\frac{1}{2}$ toplam spinine sahiptir. Manyetik özellikler atomik demet yöntemiyle çalışılabilir. Sodyum metalinde değerlik elektronları bir iletkenlik bandı oluşturur. Bununla birlikte zayıf elektronik bir spin mıknatıslanması vardır ve bunun spin rezonansı çalışılmıştır. Sodyum klorürde sodyum, klorun dolmamış p-tabakasını doldurmak için en son elektronunu verir. Sonuçta mıknatıslanma sıfır olur ve elektron spin rezonans gözlenmez. Hatta hidrojen molekülünde olduğu gibi, kovalent bağlanmış atomların elektron spinlerinin bir tek düzey oluşturacak şekilde etkileşmesi sonucu genellikle net bir spin mıknatıslanması olmaz.

Spin çiftlenimleri yüzünden yalıtkanlar rezonans göstermez. Demir grubu veya nadir toprak elementleri grubu gibi bazı atomlar tamamlanmamış iç tabakalara sahiptir. Hatta iyonlaştırıldıkları zaman bile yine net bir momente sahiptirler.

Özel durumlarda genel durumların geçersiz kalmasına rağmen manyetik rezonansın umulduğu madde sınıflarını ve koşullarını şöyle sıralayabiliriz:

- 1) Demir grubu ve nadir toprak elementleri gibi doldurulmamış iç tabakaları olan geçiş elementlerinin bulunduğu maddeler.
- 2) Metallerdeki iletkenlik elektronları.
- 3) Ferro ve ferrimagnetler.

- 4) Yalıtkanlarda elektron veya boşluklar yakalayabilen bozukluklar. Bir alkali halojenden çıkarılan halojenin yerinde yakalanan bir elektron (F merkezi) veya yarı iletkenlerde donör ve kabul edici bölgeler[6].

Kuantum mekaniğinde rezonans olayını daha kolay açıklayabilmek için örnek olarak, ışık ile maddenin etkileşmesi verilebilir[6]. Bu durumda atom ile elektromanyetik alan birbiri ile kenetlenen iki periyodik sistem olarak düşünülür. Atomların doğal frekansları geçiş frekansları olarak bilinir ve gelen ışığın frekansı da bu frekanslara göre ayarlanabilir. O halde elektromanyetik alanın frekansı, atomun doğal frekansına ayarlandığı zaman, bu kuantum mekaniksel sistem klasik mekanikteki sarkaç sistemi gibi davranır. Yani, ya elektromanyetik alandan atoma enerji aktarılır ya da başlangıçta uyarılmış durumda olan atomdan elektromanyetik alana enerji aktarılır. Bu olaylardan ilkinde enerji soğurulması ve ikincisine de enerji salınması denir.

Çekirdek spinlerinin uygulanan manyetik alanla etkileşmelerine benzer şekilde, elektronların spinlerinin de manyetik alanla etkileşme içinde oldukları bilinmektedir[6]. Ancak bu etkileşmeler enerji bakımından çekirdeklere ait etkileşmelerden yaklaşık 10^3 kez daha büyüktür ve elektromanyetik spektrumun mikrodalga bölgesine düşmektedir.

2.2.MANYETİK MOMENT

Alanı A olan bir dairesel sarımdan geçen i akımı, sarım düzlemine dik doğrultuda ve akım şiddeti ile alanın büyüklüğüne bağlı bir manyetik moment oluşturur. Bu manyetik moment;

$$\mu = iAn \quad (2.1)$$

olarak verilir. Burada n sarım düzlemine dik birim vektörü, μ de manyetik momenti temsil etmektedir. Sabit bir eksen etrafında dönen her yüklü parçacık, bu hareketinden ötürü bir manyetik momente sahip olur. Bu parçacığın yükü q , kütlesi m , dönme eksenine uzaklığı r ve çizgisel hızı v ise;

$$i = qv/2\pi r \quad \text{ve} \quad A = \pi r^2 \quad (2.2)$$

dir.

Bu değerler (2.1) bağıntısında kullanılırsa,

$$\mu = \frac{1}{2} qv\pi r \quad (2.3)$$

elde edilir. Dönme eksenine göre açısal momentum

$$j = mvr \quad (2.4)$$

idi.

(2.3) ve (2.4) bağıntıları kullanılarak;

$$\mu = (q/2m)j \quad (2.5)$$

biçiminde yazılabilir. Yani sabit bir eksen etrafında dönen her yüklü parçacığın açısal momentumuna bir manyetik moment karşı gelir. Yüklü bir parçacığın açısal momentumu onun manyetik momenti ile orantılıdır. Bu orantı katsayısına jiromanyetik oran denir ve

$$\gamma = q / 2m \quad (2.6)$$

ile gösterilir[1]. Böylece (2.5) ifadesi,

$$\mu = \gamma j \quad (2.7)$$

şeklinde ifade edilebilir.

2.3.FERROMANYETİZMA

Ferromanyetizma atomların çiftlenmemiş d elektronlarının spinlerinden kaynaklanır.

Bu tür maddelerde mıknatıslanmanın kendiliğinden oluşması komşu atomların spinlerinin düzenli bir şekilde yönlendirilmiş olduğunu gösterir . Yani büyüklüğü μ olan kalıcı atomik dipoller hep birlikte belli bir düzene girerler.

Klasik olarak sıvı Helyum sıcaklığında bile spinleri aynı yönde yönlendirebilmek için, Langevin denkleminde göre çok büyük manyetik alana ihtiyaç vardır. Halbuki dipolar etkileşmeler bu kadar büyük alan meydana getiremezler. Bu yüzden spinler arası etkileşme manyetik eksenli olmaktan çok elektrik eksenli olmak zorundadır. Bu elektrik eksenli etkileşmeye değiş-tokuş (Exchange) etkileşmesi denir.

N tane benzer spinden oluşan bir sistemde Heisenberg tarafından önerilen değiş-tokuş etkileşme enerjisi şu şekilde verilir:

$$U_d = -2JN \sum_{p=1}^N \vec{S}_p \cdot \vec{S}_{p+1} \quad (2.8)$$

Burada J değiş-tokuş etkileşme sabitidir.

Ferromanyetizmanın karakteristik özelliği, manyetik alana konulan bu tür maddelerin mıknatıslanmasının belli bir alan değerinden sonra sabit bir M_0 değerini almasıdır[8]. Bu M_0 değerine doyum mıknatıslanması denir. Bu değer tüm spinlerin paralel olması durumundaki mıknatıslanmaya karşılık gelmektedir. M_0 doyum mıknatıslanması maddeden maddeye değişen yani maddenin karakteristik özelliği olan bir niceliktir.

Ayrıca ferromanyetizma yalnızca belirli bir kritik sıcaklığın altında gözlenir. Bu karakteristik sıcaklık ferromanyetik geçiş sıcaklığı veya Curie sıcaklığı olarak bilinir. Curie sıcaklığının üzerinde momentler düzensizdir ve bu düzensizlik net mıknatıslanmayı sıfıra götürür. Bu bölgede malzeme paramanyetiktir. Curie sıcaklığının altında kendiliğinden mıknatıslanma doyum mıknatıslanma değerine dönüşür.

2.4. FERROMANYETİK REZONANS

Ferromanyetlerde elektron spin rezonansı, genel olarak çekirdek spin rezonansı ile aynıdır. Ancak ferromanyetik örneklerde alternatif manyetik duyunluğun enine bileşenleri oldukça büyüktür. Bunun nedeni, manyetik alan içindeki ferromanyetik maddenin mıknatıslanmasının, aynı alan değerindeki paramanyetik maddenin mıknatıslanmasından çok daha büyük olmasıdır. Bununla birlikte incelenen örneğin geometrik yapısı da önem kazanır.

Ferromanyetizmaya katkıda bulunan çiftlenmemiş elektron spinleri arasındaki değiş-tokuş etkileşme enerjisi, çizgi genişliğine neden olan ve ferromanyetik elektronlarda oldukça kuvvetli olması beklenen di-polar genişlemenin etkisini büyük oranda yok edecek biçimde, çizgi daralmasına neden olur. Bu yüzden ferromanyetik rezonans çizgileri beklenenden çok daha keskin bir şekilde ortaya çıkar. Dışardan uygulanan statik H alan doğrultusu etrafında

$$\omega = 2\pi\nu \quad (2.9)$$

açısal frekansı ile presesyon hareketi yapan bir ferromanyetik örneğin toplam manyetik momenti mikrodalga manyetik alan bileşeni olan H_0 'a bağlıdır. Bir ferromanyetik sistemde, belirli mikrodalga frekansı için karmaşık (kompleks) alınganlığın değeri belli bir alan değerinde maksimumdan geçer. Bu durumda örnek rezonanstadır denir. Rezonans alanları örneğin manyetik özelliklerine bağlıdır. Böylece ferromanyetik rezonans deneylerinden incelenen örnek hakkında bilgiler edinilir. Klasik olarak, bir H alanı etkisindeki $\gamma\mathbf{j}$ manyetik momenti üzerine etki eden dönme momenti (*Tork*) denklemi:

$$\boldsymbol{\tau} = \boldsymbol{\mu} \times \mathbf{H} \quad (2.10)$$

olarak verilir. Diğer taraftan klasik olarak bu torkun, bir atomdaki $\boldsymbol{\mu}$ vektörünün eşlik ettiği $\mathbf{J}$ açısal momentum vektörünün zamana göre değişim hızına eşit olduğu bilinmektedir. Açısal momentum ile manyetik moment arasında

$$\boldsymbol{\mu} = \gamma\mathbf{J} \quad (2.11)$$

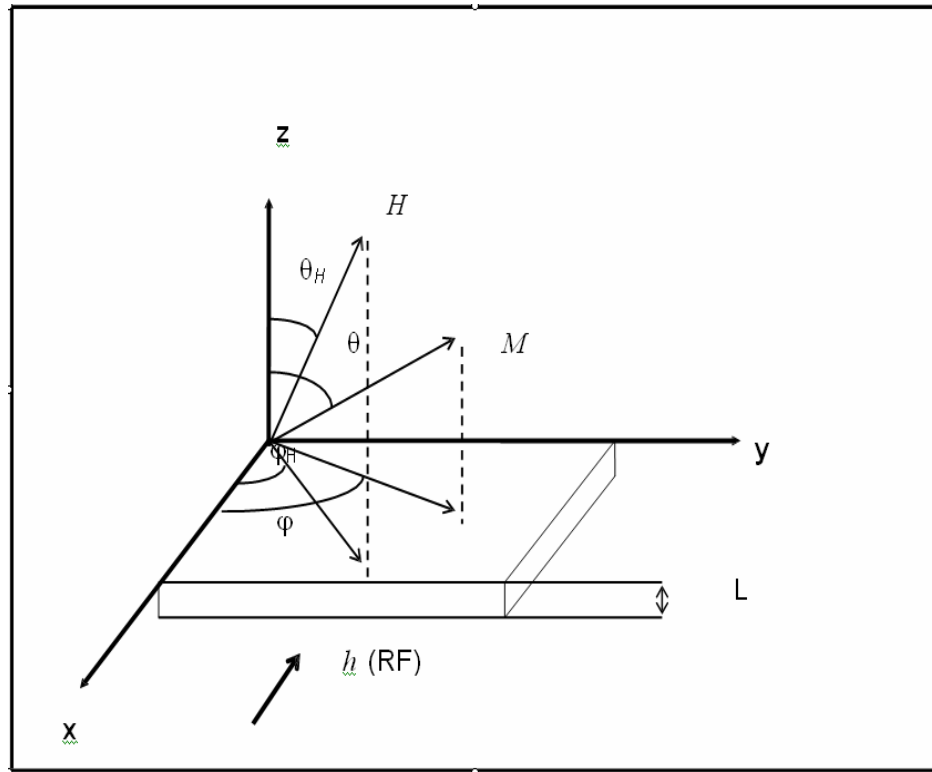
biçiminde bir ilişki olduğu hatırlanırsa bu örnek üzerindeki mıknatıslanmanın düzgün olduğu kabul edilirse (2.10) bağıntısı kullanılarak makroskopik mıknatıslanma için hareket denklemi

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = -\gamma \left(\mathbf{M} \times \mathbf{H}_{eff} \right) \quad (2.12)$$

olarak yazılır[9]. İfade de $\mathbf{M}$ küresel koordinat sisteminde Manyetizasyondur. Burada $\mathbf{H}_{eff}$, sadece dışarıdan uygulanan alan olmayıp, örnek üzerine etkiyen toplam (etkin) alanı göstermektedir. Yani etkin alan:

$$H_{\text{eff}} = H_d + H_0 \quad (2.13)$$

olarak tanımlanır ve H_d ise mıknatıslanmayı giderici alan (demanyetizasyon) olarak bilinir. Bu giderici alanın sebebi ise büyük oranda Ferromanyetik örneğin geometrik şeklidir.



Şekil 2.1. Hesaplamalarda kullanılan eksen takımı ile mıknatıslanma ve manyetik alanın birbirlerine göre yönelimleri. L kalınlığındaki film (x,y) düzleminde Z eksenine diktir. Doğru akım manyetik alan (H) (y,z) düzleminde ve θ_H ise z eksenine yaptığı açıdır. Mikrodalganın manyetik alan bileşeni h ise x eksenine boyunca uygulanmıştır. Mıknatıslanmanın doğrultusu ise ve açılarıyla verilmiştir.

Deneylerde kullanılan iki farkı geometri vardır. Out-of-plane(örnek x-y düzleminde statik manyetik alan z yönünde iken örneğin x-z yönünde döndürülmesi) geometride alınan deneysel datalar örneğin x-y ve x-z düzleminde döndürülmesi ile elde edilen deneysel spektraları temsil etmektedir. Benzer olarak in-plane geometrideki deneysel datalar örneğin x-y düzleminde döndürülmesi ile elde edilen deneysel spektraları temsil etmektedir.

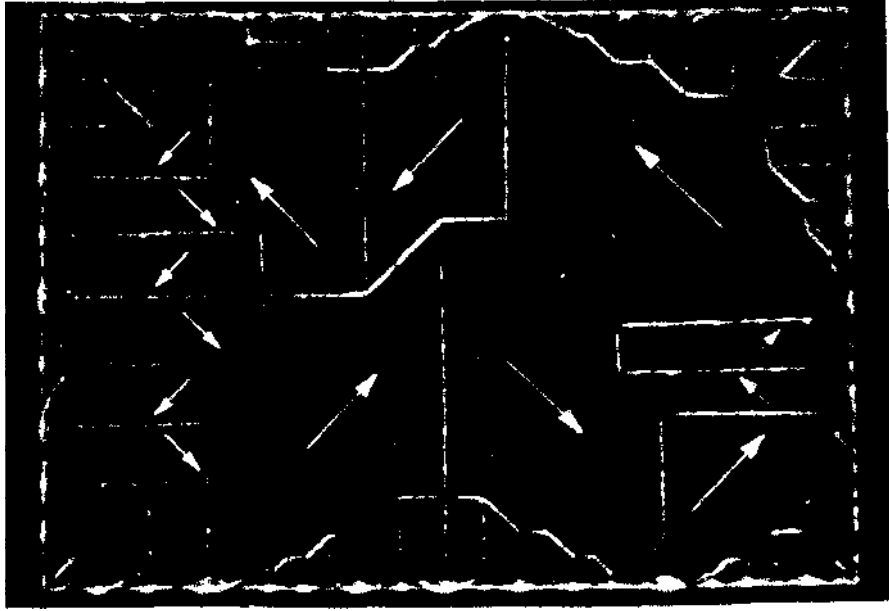
Tüm bu tanımlamalar domen yapı bulunamadığında ve yeterli kuvvette manyetik alan mevcut iken yapıldı. Şimdi de domen yapılardan ve katkıdan bahsedelim:

Bir ferromanyetik örnek Curie sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda doyum değerine çok yakın bir değerde mıknatıslandırılabilir. Bu gerçek, gözlenenlere göre zıt görünmektedir. Örneğin, bir demir parçası mıknatıslanmış veya mıknatıslanmamış halde bulunabilir. Bu paradoksa cevap şöyle olacaktır: Bir ferromanyetik malzeme domenlerden oluşur[10] ve her bir domen tamamen mıknatıslanmıştır ama çeşitli domenler rasgele yönelmiştir ve dolayısıyla makroskopik bir bakış açısıyla bakılırsa mıknatıslanmamış bir görünüm sunulur.

Domenlerin varlığının postülası ilk olarak Weiss tarafından 1907’de sunulmuştur [11], Ferromanyetik malzemelerde, atomik dipoller, bölgeler veya domenler içinde kendilerini aynı yöne yönlendirmeye meyillidirler [12]. Ferromanyetik malzemeler atomik seviyede bir uzun-menzil-düzen yapısı sergilerler. Bu yapı domen içindeki elektronların birbiriyle paralel olmasına sebep olur [Marshall et al., 1996]. Bir domenin büyüklüğü değişir ama genellikle milyarlarca atom içerir[10]. Ferromanyetik malzemelerin spin karakterlerinin mikroskobik düzeni domen olarak adlandırılan manyetik yönelim bölgelerinin oluşumuna sebep olur.

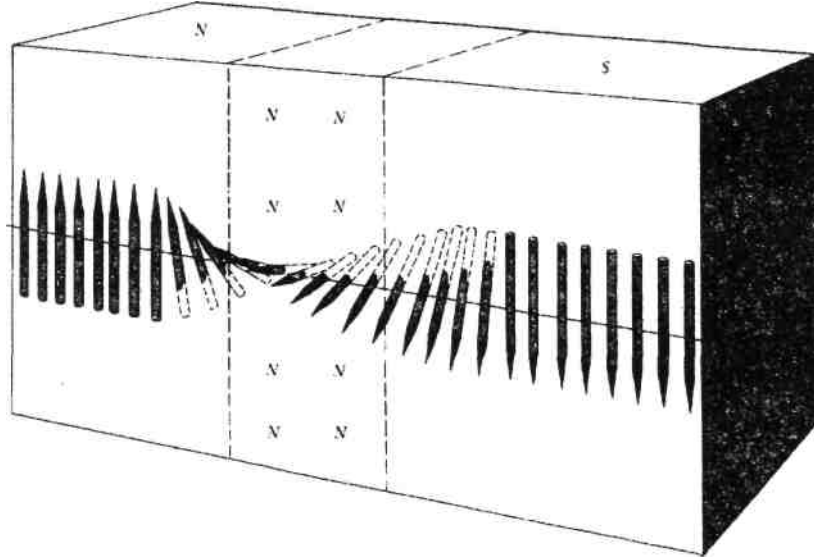
Domenlerin temel uzantısı ferromanyetik malzemelerdeki bireysel domenlerin içinde zaten yüksek derecede bir mıknatıslanmanın bulunmasıdır, ama manyetik alanın kaldırılması durumunda domenler rasgele yöneleceklerdir. Domenlerin bu gösterimleri sadece kavramsaldir ve hassas bir büyüklük ölçüsü veya domenlerin şekillerini veriyor anlamına gelmez. Mıknatıslanma hakkındaki mikroskobik kanıt

şunu gösterir: Dış manyetik alana tepki gösteren ferromanyetik malzemelerin net mıknatıslanması aslında uygulanan manyetik alana paralel domenlerin büyümesi ile fazlaca oluşabilir[10]. (Şekil 2.2.)



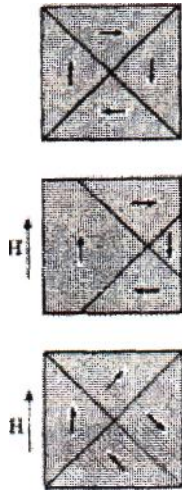
Şekil 2.2. Bir nikel kristalinde ferromanyetik domenler. Domen sınırları Bitter manyetik toz tekniği ile görünür hale getirilir. Bir domen içindeki manyetizasyon yönü, o domenin manyetik alanda büyüme veya küçülmesine bakarak tayin edilir [13].

Domenler, domen sınırları boyunca yoğunlaşmış manyetik koloidal asımlarının kullanımı ile görünebilir hale gelebilir. Domen sınırları kutuplanmış ışık ve ayrıca elektron kırınımının kullanımı ile görüntülenebilir. Uygulanan manyetik alanların etkisi altındaki domen sınır hareketinin gözlenmesi teorik çalışmaların gelişmesinde yardımcı bulunmuştur. Domenlerin oluşumunun, serbest enerjiye manyetik katkıyı minimize ettiği gösterilmiştir [Marshall et al., 1996].



Şekil 2.3. Domenler arasındaki Bloch duvarının yapısı. Demirde geçiş bölgesi kalınlığı örgü sabitinin 300 katı kadardır [14].

Bir domenden köşedeki bir taneye geçişte, atomik moment vektörü orijinal halinden yeni yönüne yaklaşık 100 atomun gidişatında kademeli olarak döner. İki domen arasındaki bu bölge domen duvarı olarak adlandırılır (Şekil 2.3.). Bu duvar Bloch duvarı olarak bilinir. Duvar bölgesindeki atomik spin momentleri domen içindeki atomik spin momentine göre hafifçe daha düşük olabilir [11],



Şekil 2.4. Bir ferromanyetik malzemenin mıknatıslanması: (a) mıknatıslanmamış hal, (b) domen duvar hareketi ile mıknatıslanma, (c) domen dönmesi ile mıknatıslanma.

Ferromanyetik malzemelerdeki mıknatıslanmanın makroskopik özelliği domen konfigürasyonundaki değişmelerle ilgilidir. Uygulanan bir manyetik alanın etkisinden kaynaklanan mıknatıslanmadaki artış bağımsız iki proses vasıtası ile oluşur: Domenlerin hacmindeki artma ile, veya alan yönüne doğru domen mıknatıslanmasının dönmesi ile. Bu iki proses şematik olarak Şekil 2.4. de gösterilmiştir [11].

Bu olayı daha açık olarak şöyle açıklayabiliriz: Tabii mıknatıslanma kendisini geniş bir ölçekte göstermez. Eğer alan uygulanırsa ve bu alan değişirse o zaman histeresis gösterir. Yani manyetik alanı bir yönde arttırdığımız zaman mıknatıslanma da manyetik alan ile beraber sonsuza kadar artmaz, belirli bir değerde doyuma gider. Bu değere doyum mıknatıslanması denir. Daha sonra manyetik alanı azaltırsak mıknatıslanmada azalmaya başlar fakat ilk durumdaki gibi tamamen sıfırlanmaz ve bir miktar mıknatıslanma kalır. Bu değere ise kalıcı mıknatıslanma değeri denir. Yani mıknatıslanma değeri matematiksel olarak histeri denilen eğrilere benzer bir davranış sergiler. Bu durum malzemenin küçük domenlerinin varlığından kaynaklanmaktadır. Her bir küçük domen kesin bir kristal yönünde doyuma tabii mıknatıslanmalarıyla katkıda bulunur. Köşedeki domenler farklı yönlerde sahiptirler. Fakat her ne kadar küçük domenler daha az enerji ifade etseler de duvar alanı artar ve enerjideki azalmadan dolayı olay durur. Yani malzemenin toplam mıknatıslanması doyuma ulaşır.

Artan bir manyetik alan uygulaması şunlara sebep olur:(a) ters duvar hareketlerine, (b) orta alanlar için, aynı alanların terslenemez duvar hareketlerine, mıknatıslanmanın kolay yönlerden alan yönüne doğru dönmesine, (buradaki olaylar *Barkhausen* etkisi adı verilen bir metot ile açıklanabilir). Malzemelerin yüzeylerindeki domen yapıları küçük ferromanyetik tozlar vasıtası ile bir mikroskop altında görünür hale getirilebilir [15].

Isı ve mekanik şok kristalin orijinal mıknatıslanmamış haline geri dönebilmesine yardımcı olacaktır. Sıcaklık yeterince artırılırsa komşu iki atomun manyetik momentleri artık aynı yönlü olma eğiliminden uzaklaşarak çiftlenim bozulacaktır ve domenler demanyetize olacaklardır. Yani aynı yöneline sahip birçok manyetik momentten meydana gelen domen yapı kararsız yapıya geçecektir. Bu

durumda deęiş-tokuş çiftlenimi kaybolacaktır ve malzeme ferromanyetik yapıdan paramanyetik yapıya geçecektir. Demir için bu geçiş sıcaklığı veya Curie noktası T_c 770°C dir [12].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

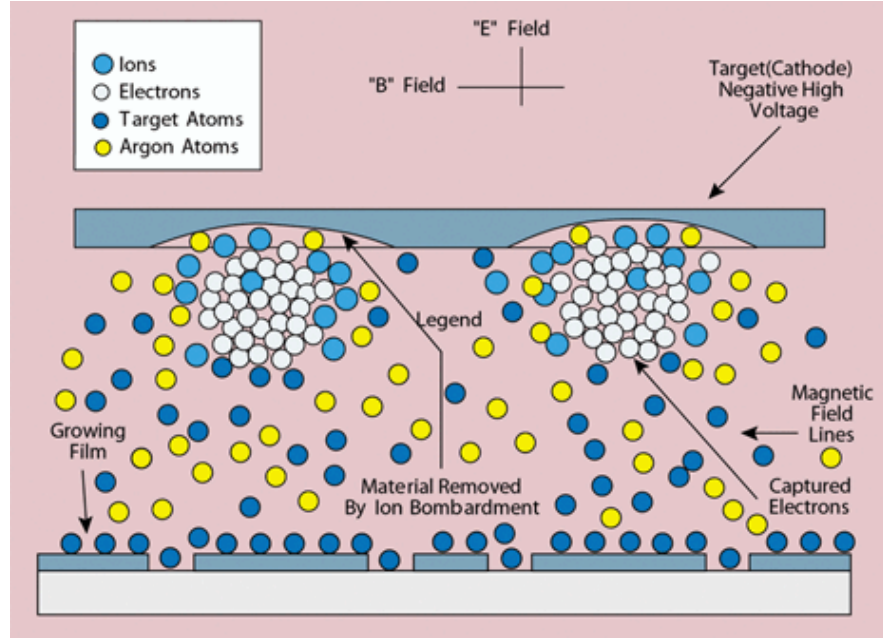
3.1 Magnetron Saçtırmalı Kaplama Sistemi

Katı bir malzemenin atomları, yüzeyini yeterli enerjilere sahip atomlar veya iyonlarla (yaklaşık 30 eV' un üstünde) bombardıman, etmek suretiyle fırlatılabilirler. Başka bir deyişle, hedef malzeme rolünü oynayan katı formdaki malzeme, bir iyon demeti ya da iyonize olmuş gazların negatif bir potansiyele sahip olan bu hedefe yönlendirilmesiyle saçtırılabilir.

Saçtırma mekanizmasının gözlemlenmesi çok eskilere dayanmaktadır. 1852 yılında Grove ve birkaç yıl sonra da Plücker bir deşarj tüpünün çalışması sırasında elektrotları oluşturan malzemenin, azar azar tüpün duvarında birikmeye başladığını tespit etmişlerdir. Günümüzde artık bu elektrotların, tüpün çalışması esnasında sürekli olarak iyonlar tarafından bombardıman edilmekte olduğu ve birikme işleminin bu sebepten meydana geldiği bilinmektedir. 1877 yılında Wright ince tabakalar halinde metal biriktirme işlemini gerçekleştirebilmek amacıyla, katadik saçtırma yönteminin uygulanmasını önermiştir. Çok kullanışlı olabilecek olan bu fikrin o yüzyılda uygulanmamış olmasının temel iki sebebi vardır. Bunlar çok düşük biriktirme hızları ve elde edilen film kalınlıklarının değişken olmasıdır. Bugünkü kaplama teknikleri bu fikirlerin uygulamasını sağlayabilmektedir.

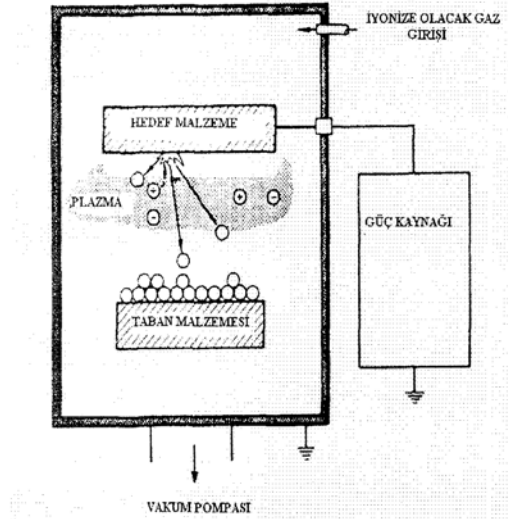
3.1.1. Sputtering Uygulaması ve Teçhizatı

Şekil 3.1. den de görülebileceği üzere saçtırma süreci özetle, bir hedef malzemenin yüzey atomların iyonize olmuş gaz atomları (genellikle bir asal gaz) tarafından kaldırarak, fırlatılması ve bu fırlatılan atomların, ince bir tabaka ile kaplanması istenen taban malzeme üzerine transferi olayıdır.



Şekil 3.1. Sputter tekniğinin deneysel gösterimi.

Bu süreç her zaman vakuma alınmış bir hücrede gerçekleştirilmektedir. Hedef malzeme ve taban malzeme bu hücre içerisine konulduktan sonra, genellikle yapılan uygulamalara göre, $5 \cdot 10^{-4}$ ila $5 \cdot 10^{-7}$ Torr arasında değişen bir vakum ortamı yaratılmaktadır. Bombardıman amacıyla kullanılan iyonlar genellikle argon gazından elde edilmektedir. Argon gazı boş hücreye vakumlama işleminden sonra girmekte ve içerideki basıncı uygulamaya göre 10^{-3} ila 10^{-1} Torr arasında değişen değerlere getirmektedir. Plazma hedef malzemenin üzerine bir elektriksel gerilim (devamlı ya da yüksek frekanslı) uygulanması sonucu elde edilmektedir. Bu gerilim 500 ila 5000 Volt arasında değişmektedir.



Şekil 3.2. Sputtering Cihazının Şematik Görünüşü

Bütün saçtırma cihazları temel olarak Şekil 3.2.'deki gibidir. Ancak uygulamaya göre, hedefler su soğutmalı katot-taşıyıcılar üzerine yapıştırılmış veya vidalanmış olabilirler, plazmanın yoğunluğunu artırmak amacıyla yüksek manyetik alanlara sahip olmaları mümkün olabilmektedir. Bunlara ek olarak örneğin harici bir elektron vericisi düşük basınçlarda plazma oluşumuna destek olmaktadır. Ayrı bir iyon kaynağı, biriktirme işleminden önce taban malzemenin temizlenmesini sağlarken biriktirme işlemi sırasında da bombardımanı gerçekleştirebilmektedir. Taban malzemeler de uygulamaya yönelik olarak, soğutulmuş, ısıtılmış, polarize edilmiş veya mobil olabilmektedirler.

Saçtırma ile birçok malzeme başarılı bir şekilde biriktirilmesine rağmen, birikme hızının ve plazma içindeki iyonlaşma etkisinin düşük olması, alt metal sıcaklığının yükselmesi sistemin kullanımını sınırlamıştır. Son yıllarda saçtırma teknolojisindeki gelişmelerin çoğu, manyetik alanda yapılmıştır. Bunun nedeni, manyetik alanda saçtırma yöntemi ile yapılan kaplamaların, mikro elektronik, optik, türbin bıçakları, manyetik ve optik diskler, kesici takımlar ve solar kontrol endüstrisi gibi birçok endüstriyel alanda kullanılmasıdır.

3.2. Hazırlanan PtCo Alaşım Manyetik İnce Filmlerin Stekiometrik ve Elektronik Karakterizasyonu : Fotoelektron Spektroskopisi Çalışması

Bu çalışmada hazırlanan filmlerin kalınlık kalibrasyonunda, stekiometrik ve elektronik yapının karakterizasyonunda fotoelektron spektroskopisi kullanılmıştır. Yüksek yüzey duyarlılığına sahip fotoelektron spektroskopisi yüzeyi veya ince filmi (yaklaşık 10nm' nin altındaki kalınlıklarda) oluşturan yapının kimyasal ve elementel dağılımını .01 yüzde hassasiyet de kantitive olarak verebilmektedir[16].

XPS ultra yüksek vakum şartlarında maddenin üzerine monokromatik X-ışınlarının gönderilmesi ile atomik orbitlerden iyonize olan ve vakum içersine salınan elektronların kinetik enerjilerinin analize ile yapılmaktadır.[17]. Her elementin parmak izi olarak sayabileceğimiz kendine has elektron-orbit dağılımı nedeni ile her element de farklı fotoelektron spektroskopisi alınmaktadır[17]. Bu özellik XPS in yüzey elemental analizinde kullanılmasına imkan vermektedir.

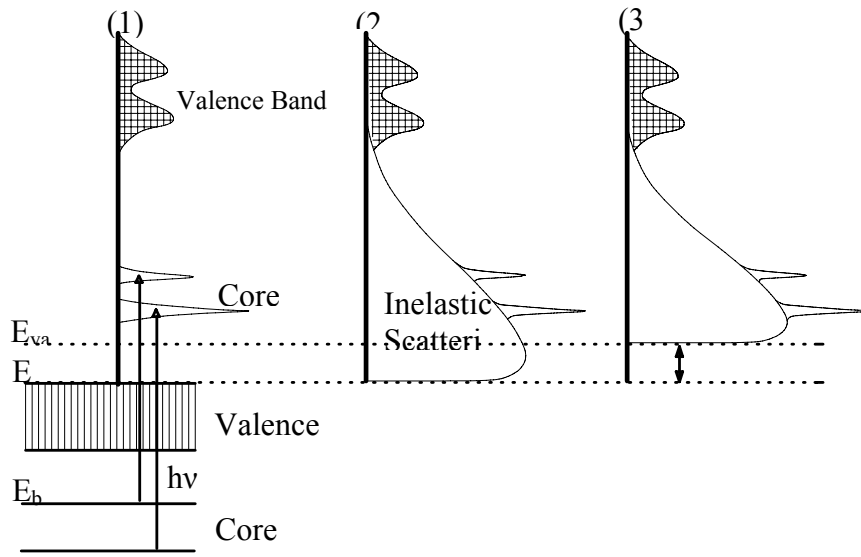
Ultra yüksek vakum şartlarında örneğe gönderilen monokromatik x-ışını ile örnek yüzey atomların atomik-orbitlerdeki fotoelektronların uyarılarak koparılmaktadır. Yeterli enerjiye sahip koparılan fotoelektronlar örnek yüzeyinden ayrılarak vakum içerisinde elektron analizörü ile algılanarak kinetik enerji dağılımı içeren spektrumu elde edilir[17].

3.2.1 Orbital Elektron Spektroskopisinde XPS

XPS ile foton soğurulmasıyla saçılan elektronun kinetik enerjisi ölçülür. Elde edilen spektrumlar yüzeydeki atomların orbitlerinden iyonize olan atomik (core) elektronların kinetik enerji grafiğidir.

XPS tekniği üç adım fotoemisyon modeli ile açıklanabilir. Bu temel model Şekil.3.3 de gösterilmektedir. Burada fotoemisyon işlemi bağımsız üç işleme

bölünür. İlk adımda foton emilimi meydana gelir ve elektron uyarılır. 2. adım sırasında elektron örneğin yüzeyine doğru ilerler. Bu adımda uyarılan elektronun elastik ve elastik olmayan saçılması baskındır. 3. adımda ise elektron örnekten kopar ve enerjisi ile momentumu ölçülür. Bu tür bir model açıklaması bir varsayım olsa da tek adımda fotoelektron emisyonu göre daha basit ve anlaşılır olması açısından önemlidir.



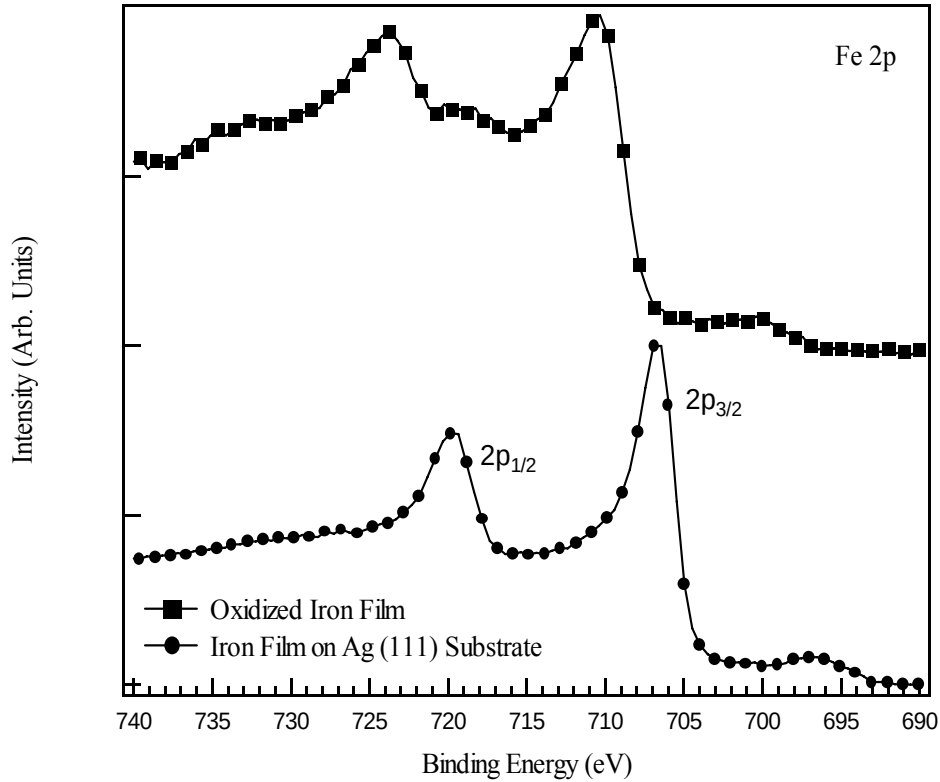
Şekil 3.3. Fotoemisyon için üç adım modeli. Fotoemisyon işlemi üç adıma bölünür. 1.'i optik uyarma, 2.' i elektronun örnekten kopması, 3.' ü elektronun vakum içindeki durumudur.

Fotoemisyon ölçümünün ilk özelliği fotoelektronun kinetik enerjisidir. Kinetik enerji

$$E_k = h\nu - E_b - M$$

olarak verilir. Burada E_b elektronun bağlanma enerjisidir. M ise katının iş fonksiyonudur. Çekirdek seviyesinden yayınlanan elektronların enerjisi fotoemisyon özelliklerinin karakteristik enerjileridir. Her bir elementin elektronlarının bağlanma enerjileri onun karakteristik özelliğini belirler.

Saçılan elektronun enerji seviye çizgileri o atomun elektronik konfügrasyonu hakkında bilgi verir. Uyarılan bu atomun çekirdek elektronlarının potansiyel enerjilerinde değişiklikler meydana gelir. Bu değişen çekirdek elektronunun enerjisidir. Bu sebeple bu olaya kimyasal kayma denir. Kimyasal kayma elementin kimyasal yapısı hakkında genel bir bilgi verir ve bu Şekil 3.4. de gösterilmektedir.



Şekil 3.4. Fe 2p çekirdek seviyesine ait XPS spektrumları(yuvarlak) ve oksitlenmiş demire ait spectrum (kare). Çekirdek seviye özellikleri yaklaşık 4 eV kaymaya uğramıştır.

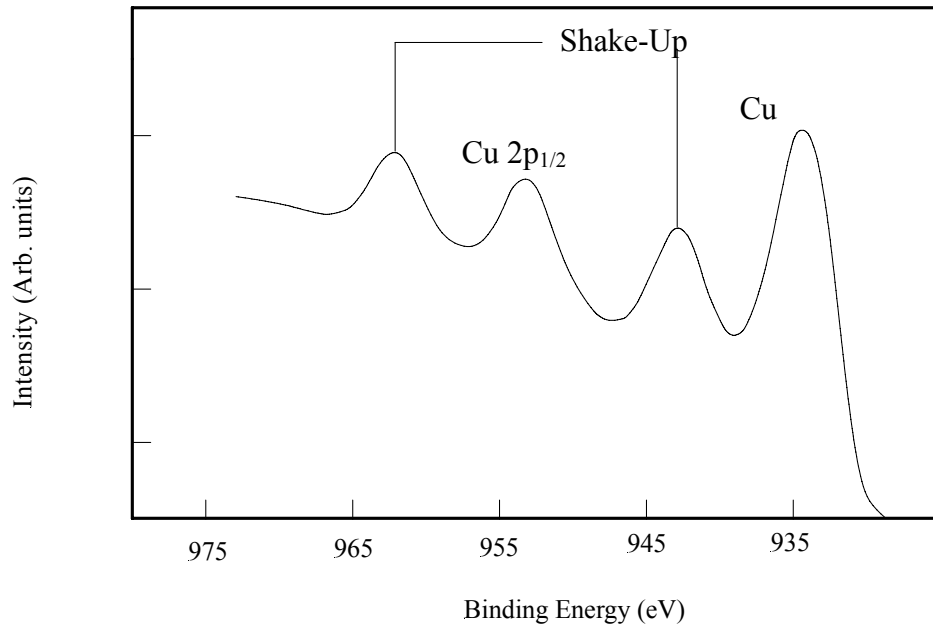
Burada Ag(111) üzerine kaplanan tek tabaka Fe 2p spektrumu görülmektedir. Spektrum 2p_{3/2} ve 2p_{1/2} 'deki 707 eV ve 707 eV 'luk saçılımı göstermektedir. Filmdeki oksitlenme sebebiyle bağlanma enerjisinde yaklaşık 4 eV luk bir kayma meydana gelir.

Yukarıdaki tartışmalar fotoelektronun tek parçacıklı ilk ve son dalga fonksiyonu için yapıldı. Son yörünge elektronik konfigürasyonu ilk yörünge ile aynıdır ve fotoemisyonun son ve önceki elektron konumları değişmez. Sonuçta $h\nu$ enerjili foton ile uyarılma yapılır ve bu sayede sistemin ilk durum yoğunluğu hakkında bilgi edinilir.

Çoğu elektronik sistemlerde elektronlar kendi aralarında Coloumb ve Exchange etkileşmesi ile etkileşirler. Böylece bir elektronun saçılımı N elektronlu sistemi N_1 elektronlu sisteme uyarır. Bu uyarılma enerji gerektirir ve böylece fotoemisyon ile sistemin temel durumu hakkında bilgi edinilir.

Fotoemisyon işlemi sırasında atomik orbitlerden gelen elektronların piklerinin yanı sıra pek çok diğer ek piklerde gözlemlenebilir. Bu piklerden birine örnek olarak shake-up piki Şekil 3.5’ de gösterilmektedir. Bu ek pikler genellikle oksidasyondan ve geçiş metallerde oluşan yüzeylerde gözlemlenmektedir.

Katıların fotoemisyonu için diğer bir mekanizmada uyarılan elektronun vakum içinde aldığı yoldur. Uzun yolda bu fotoelektronlar birçok inelastik saçılma yapabilir.



Şekil 3.5. CuO yüzeyindeki Cu 2p’ ye ait Cu²⁺ e ait shake-up pikleri. Bu pikler Cu 2p_{3/2} ve Cu 2p_{1/2} ana piklerine göre 9 eV daha fazladır.[17].

XPS Spektrometresinin bileşenleri:

1. Analitik reaktör
2. Numune yükleme reaktörü (QE, işlemci)
3. Numune girişi
4. Numune transfer yolu
5. Transfer kolu
6. Örnek levha aşaması
7. XYZ Transfer Kolu TM numune tutucu
8. Numune
9. Enerji analizörü
10. X-ray kaynağı
11. SEY/SEM elektron tabancası
12. İyon tabancası
13. Sputter iyon tabancası
14. Basınç ölçer ve kütle spektroskopisi (RGA)
15. Vakum Pompası
16. Ayarlı kapı

3.2.3 Kimyasal Stekiometri İçin XPS

XPS ölçümlerindeki piklerin alanları, yükseklikleri ve pikin ait olduğu elementin fotoelektron duyarlılık faktörü özelliklerinin tespiti için birçok metot geliştirilmiştir. Bu yaklaşımlar XPS analizlerinde yeterli nicel çalışmadır. Geçiş elementlerindeki yeniden düzenleme çizgileri elementin 2p seviyesinde çok iyi sonuçlar verir.

Herhangi bir örnek için analiz edilen hacim homojendir ve bu hacimde her bir saniyedeki fotoelektron sayısı aşağıdaki ifade ile verilir.

$$I = n f \sigma \theta y \lambda A T$$

Burada n birim hacimdeki atom sayısı, f x ışınının akısı, σ atomik seviyenin fotoelektrik cross-section sabiti, θ fotonun aldığı yol ile dedekte edilen elektronun doğrultusu arasındaki açı, y fotoelektrik olayda fotoelektronun enerjisine bağlı verim, λ örnek içinde ilerleyen elektronun aldığı serbest yol, A dedekte edilen fotoelektronun ölçüldüğü örnek yüzeyi, T örnekten saçılan elektronlar için Dedeksiyon verimliliğidir. Denklemden n çekilirse;

$$n = I / f \sigma \theta y \lambda A T$$

olarak alınır. Bu denklemden payda atomik duyarlılık faktörü olarak bilinir (S). Eğer bir elementten alınan spektra düşünülürse

$$n_1 / n_2 = (I_1/S_2) / (I_2/S_2)$$

Bu ifade homojen olan tüm örnekler için kullanılabilir. Fakat σ ve λ değerleri her elementte farklıdır. Buna karşın σ_1 / σ_2 ve λ_1 / λ_2 oranları daima sabittir. Bu sebeple herhangi bir spektrometrede her elemente ait S parametresi geliştirilebilir.

3.3. Kullanılan ESR Spektrometresi

Maddelerin manyetik özelliklerinin araştırılmasında Elektron Spin Rezonans spektroskopisinin önemli bir yeri vardır. Araştırılan maddelerin yapısında herhangi bir değişim meydana getirmemesi ve maddelerin başka tekniklerle incelenemeyen önemli fiziksel özelliklerini saptamaya imkan vermesi bu tekniğin üstün yönlerini oluşturur.

3.3.1. ESR Tekniğinin Tarihi Gelişimi

Elektron Spin rezonans tekniğinin ünlü Stern-Gerlach deneyinin önemli uzantılarından birisi olduğu söylenebilir. Stern ve Gerlach 1920 (Gerlach and Stern, 1921) yılında yaptıkları deneyde bir atom içindeki elektronun manyetik momentinin dış bir manyetik alanın etkisindeyken sadece belirli yönlerde yönelebileceğini ispatlamışlardır. Sonradan Uhlenbek ve Goudsmit (Uhlenbek and Goudsmit, 1925) elektronun spin açısal momentumu ile manyetik momenti arasındaki ilişkiyi, Breit ve Rabi (Rabi et al, 1938) ise salınan bir manyetik alanın sebep olduğu enerji seviyeleri arasındaki geçiş olayını buldular. Bu aynı zamanda gözlenen ilk manyetik rezonans olayıydı.

İlk elektron Spin rezonans piki ise Zavoisky tarafından 1945 yılında CuCl_2 , $2\text{H}_2\text{O}$ bileşiği kullanılarak gözlemlendi (Zavoisky, 1945). Zavoisky g değeri yaklaşık 2 olan 4.76 mT manyetik alan değerindeki rezonans pikini kaydetti. Daha sonraki yapılan deneyler mikrodalga mertebesinde kullanılan frekans değerlerinin daha iyi sonuçlar verdiğini gösterdi. ESR çalışmalarıyla iz bırakan bazı önemli kişiler Abragam, Bleaney, Pryce ve Van Vleck gibi isimlerdir. Manyetik rezonansın yakın tarihi ise Ramsey tarafından özetlenmiştir (Ramsey, 1985).

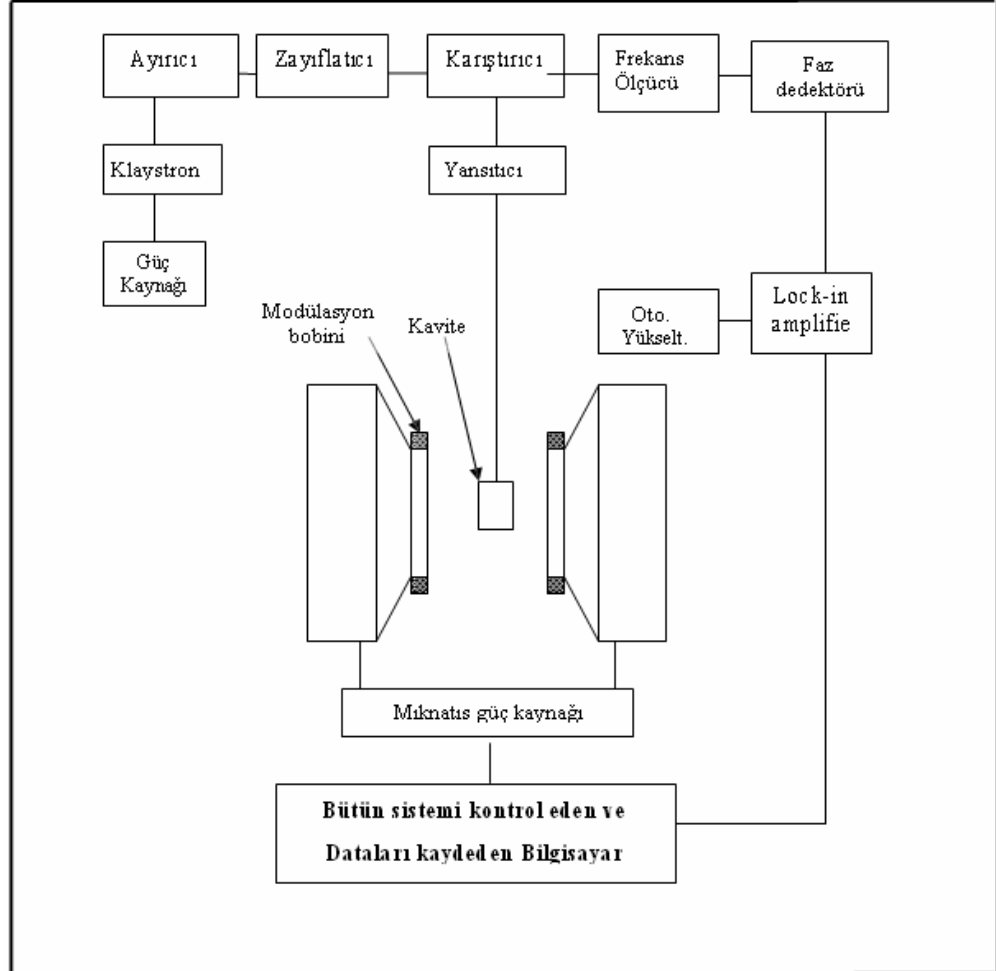
3.3.2. ESR Spektrometresinin Genel Yapısı

Manyetik rezonans deney tekniği bir manyetik alan içerisine konulmuş manyetik bir malzemede meydana gelen enerji seviyeleri arasındaki yarılmaların elektromanyetik dalga vasıtasıyla gözlenmesi temeline dayanır.

Genel olarak kullanılan ESR spektrometreleri başlıca dört ana kısımdan oluşur:

- i) Uygun güç ve frekansta (genelde 1-100 Ghz arası kullanılır) mikrodalga üreten “kaynak sistemi”
- ii) Üretilen mikrodalgayı incelenen örnek üzerine ve örnekten yansıyan dalgayı da kristal dedektöre taşıyan dalga kılavuzu ve örneğin içinde bulunduğu kaviteden oluşan “kavite-kılavuz” sistemi
- iii) Kutupları arasında homojen ve değeri doğrusal olarak değişebilen durgun manyetik alan oluşturan “mıknatıs sistemi”
- iv) Rezonans sinyalini algılayan “dedektör ve modülasyon sistemi”

Bu sistemlerden meydana gelen ESR spektroskopisinin ana blok diyagramı Şekil 3.7.’de görülmektedir.



Şekil 3.7. ESR spektrometresinin blok diyagramı.

Sistem daha detaylı olarak açıklanırsa;

1. Durgun Manyetik Alan Kaynağı

Rezonans olayı için gerekli olan manyetik alan genellikle demir çekirdekli ve su soğutmalı elektromıknatıslardan oluşur. Son zamanlarda, sürekli olarak sıvı helyuma gereksinim duymasına karşın, süperiletken mıknatıslar da

kullanılmaktadır. Bu sistemin temel elemanları bir çift elektromıknatis ve bunları besleyen güç kaynağından ibarettir. Bizim spektrometremizde su soğutmalı 16 kG'a kadar alan uygulayabilen ve kutup başlıklarıyla 22 kG'a ulaşılabilen elektromanyetler kullanılmaktadır.

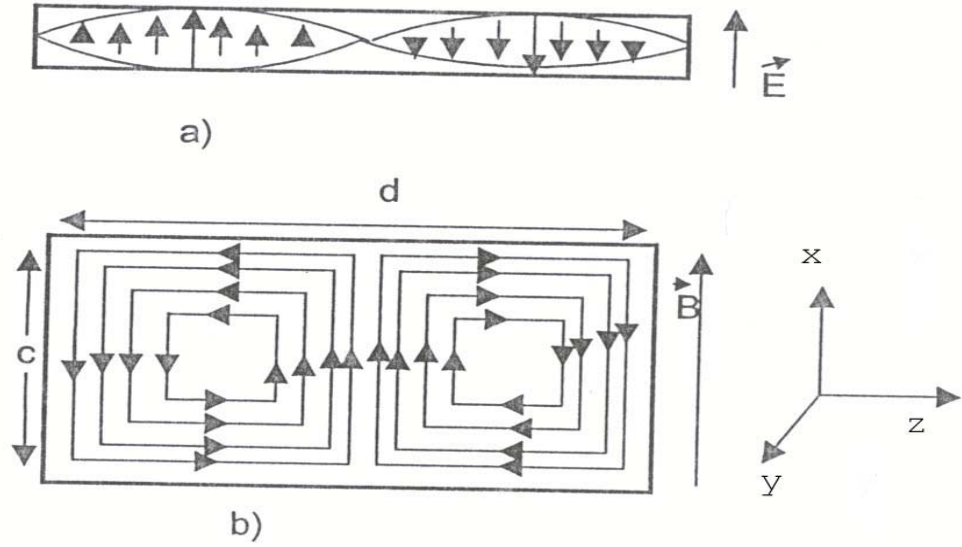
2. Mikrodalga Alan Kaynağı

Mikrodalga katıhal diyotu veya klistron tarafından üretilir. Çalışma frekans aralığı laboratuvarımızdaki X-Band Bruker EMX spektrometre için 9-10 GHz dir. Ayrıca Bruker'in elektronik cihazlarına ve bilgisayar yazılımına uyumlu çalışabilecek 19-26 GHz K-Band ve 30-36 GHz Q-Band modüllerinide sisteme adapte edildi.

Mikrodalga kaynağına geri yansıyabilecek sinyallerden sistemi korumak için ayırıcı kullanılır. Deney sistemindeki mikrodalga kaynağı çalışırken oluşan ısınmayı önlemek için de su ile soğutma yapılır. Zayıflatıcı ise kaviteye giden mikrodalganın gücünün ayarlanmasını sağlar ve mikrodalga gücü 0-200mW arasında değiştirilebilmektedir.

3. ESR Kavitesi

Bu kısımda mikrodalga (ESR) kavitelerinin özelliklerini ve bu özelliklerin bir absorpsiyon sonucu oluşan ESR sinyalinde nasıl değiştiğini tartışalım. Bir mikrodalga kavitesi dikdörtgen veya silindirik yapıda bir metal kutudur. Kavitede mikrodalga enerjisi depolanır. Elektrodinamik rezonans durumunda, mikrodalga geriye yansımaz ve kavitenin içinde yarım dalga boyunun tam katları olacak şekilde modlar oluşur. Şekil 3.8. de TE₁₀₂ modunda bir ESR kavitesi gösterilmiştir.



Şekil 3.8. TE₁₀₂ modunda çalışan dikdörtgen kavite. a) Elektrik alan bileşeni y eksenine paraleldir ve Z doğrultusunda yaklaşık bir dalga sığmaktadır. b) Manyetik alan bileşeni x eksenine paraleldir. Kavitenin boyutları söz konusu mod için şöyledir: c kenarı yarım dalga boyu , d kenarı yaklaşık dalga boyu ve üçüncü kenar da yarım dalga uzunluğundan daha kısadır. O nedenle dalganın şiddeti üçüncü doğrultuda değişmez [18].

4. Dalga Kılavuzu

Genelde dikdörtgen biçiminde bakır ya da pirinç borulardan oluşmaktadır. Yüksek derecede iletkenlik sağlamak için içleri altın ya da gümüş ile kaplanır. X-Band Spektrometresinde kullanılan dalga kılavuzlarının iç boyutları 1.27cm X 2.54cm'dir. Elektrik alan bileşeni daima dalga kılavuzunun geniş yüzeyine diktir ve dalga kavuzu boyunca her yarı dalga boyunda en büyük ve en küçük değerini alır. Buna karşın manyetik alan bileşeni geniş yüzeye paraleldir ve elektrik alan bileşeninin minimum olduğu yerde maksimumdur.

5. Modülasyon ve Dedeksiyon Sistemi

Kaviteye gönderilen mikrodalga alanının bir kısmı örnek tarafından soğurulur. Kaviteden yansıyan dalga sirkülatör vasıtasıyla dedektöre gönderilir; dedektörde köprü vasıtasıyla kaviteden gelen bu dalga ile orantılı elektrik akımı oluşur. Dolayısıyla yansıyan mikrodalga şiddeti rezonans durumunda azalacağından dedektör akımında değişme gözlenir. Böylece rezonans olayı kaydedilir. Bu sinyal de sinyal yükseltici tarafından yükseltilir ve sinyalin manyetik alana karşı değişimi kaydedilir.

Statik manyetik alan ve mikrodalga frekans değerleri rezonans bölgesinin dışındayken, mikrodalga enerjisi kaviteden yansıyarak kristal dedektöre gider. Bu dedektör, üzerine düşen mikrodalga gücünün kareköküyle orantılı olarak çıkış akımı verir. Rezonans durumunda yansıyarak dedektöre gelen güç azaldığında çıkış akımı değişir ve bu değişimden yararlanarak rezonans olayı gözlenir. Mikrodalga frekansını taramak, statik manyetik alanı taramaya göre daha zor olduğundan pratikte genellikle statik manyetik alan taranarak rezonansa gözlenir. Kristal dedektörün gürültüsü, üzerine düşen soğurma sinyalinin frekansıyla ters orantılıdır. Bu yüzden rezonans sinyali modüle edilerek bu gürültü azaltılmaya çalışılır. Bunu da lineer olarak taranan statik manyetik alan üzerine, genliği, örneğin rezonans yarı eğri genişliğine göre oldukça küçük olan, sinüzoidal bir modülasyon alanı bindirilerek sağlanır. Bu alan örneğin içinde bulunduğu kavitenin genellikle iç yüzeylerine, düzlemleri elektromıknatısın kutuplarına paralel olacak biçimde yerleştirilmiş iki küçük bobin tarafından oluşturulur.

Kaynak tarafından üretilen mikrodalga'nın tek frekansta olmaması, incelenen sistemin enerjisindeki belirsizlik, uygulanan statik alanın tam olarak homojen olmaması vb. faktörler yüzünden, rezonans geçişi yalnızca tek bir H manyetik alan değerinde değil de H 'ın etrafında ΔH karakteristik genişliğinde bir bölgede olur. O halde statik manyetik alana, genliği rezonans eğri genişliği yanında küçük olan bir sinüzoidal alan bindirilirse, kristal dedektörün çıkışı modülasyon alanı ile aynı frekanslı ve genliği rezonans eğrisinin bulunan

noktasındaki eğimi ile orantılı sinüzoidal bir sinyal oluşturur. Kristal dedektörün bu sinyali dar bantlı bir yükselteçten geçirildikten sonra, faz duyarlı bir dedektörde modülasyon sinyali ile karşılaştırılır. Faz duyarlı dedektörün çıkışı, şiddeti rezonans eğrisinin bulunan noktasındaki eğimi ile orantılı bir doğru gerilimdir. Bir filtreden geçirildikten sonra, bu doğru gerilim bir kaydetme sistemine gönderilir. Eskiden iki eksenli kaydedicinin düşey eksenine uygulanırdı. Kaydedicinin yatay eksenine statik manyetik alanın lineer değişimini sağlayan sistem mekanik olarak bağlanmıştır. Bu şekilde, kaydedicinin çizdiği eğri soğurma eğrisinin birinci türevidir. Bugünkü spektrometrelerde kaydedici yerine bilgisayar programı kullanılır.

6. ESR Spektrometrelerindeki Bilgisayar Elemanı

Modern bir spektrometre de bilgisayar teknolojisi kullanır. İlk bilgisayarlar sadece spektrometrenin dedektöründen gelen ESR sinyallerini kaydetmek ve analiz etmek için kullanılırdı. Günümüzde ise bilgisayar, manyetik alan, modülasyon genliği, mikrodalga gücü gibi spektrometre parametrelerinin hemen hemen hepsini kontrol etmek ve ayarlanmak için kullanılan spektrometrenin bir merkezi durumundaki bir elemanıdır.

4. Örneklerin Hazırlanması ve Deneysel Sonuçlar

4.1. Örneklerin Hazırlanması

Yapılan bu çalışmada örnek hazırlamak için azami vakum seviyesi $<10^{-9}$ mbar olan GYTE Nanoteknoloji merkezinin yüzey sentezleme ve analiz laboratuvarında bulunan Saçtırmalı Magnetron Kaplama sistemi kullanılmıştır. Temelde çok katlı film yapmak için tasarlanmış bu sistem de aynı anda rf ve dc magnetron kaynaklar ateşlenerek farklı stekiometrilere PtCo alaşım ince filmsi manyetik malzemeler termal difüzyon etkisinden faydalanılarak farklı stekiometrilere sentezlenmiştir. Sentezlenen bu örneklerin kalınlıkları kaplama sırasında XPS yardımı ile $.1 \text{ \AA}$ hassasiyetinde kalibre edilmiş QCM kullanılmıştır. Örneklerin sentezlendiği altlıklar örnek tutucu içerisine de hemen örneği altına yerleştirilmiş kuars halojen lambalar yardımı ile vakum içerisinde kaplama boyunca ve ısıtılma boyunca sabit sıcaklık da ısıtılabilmiştir.

4.1.1. Manyetik İki Bileşenli PtCo İnce Filmlerin Sentezlenmesi

Örnekler UHV (Ultra High Vacuum) şartlarına hazır hale getirilmek için ilk olarak yüksek saflıkta methanol ile ultrasonik karıştırıcıda 5 dakika boyunca temizlenmiştir, bunun ardından yine yüksek saflıkta ethanol ile ultrasonik karıştırıcıda 5 dakika daha temizlenerek, hiç el sürülmeden oldukça seri bir şekilde örnekler vakum sistemindeki yükleme kompartımanına yerleştirilmiştir.

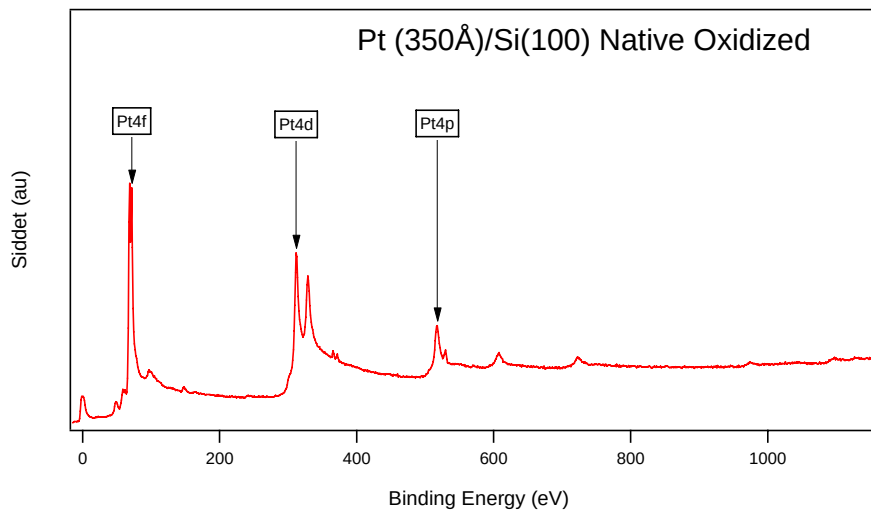
Örnekler doğal olarak oksitlenmiş Si(100) alttaşlar üzerinde büyütülmüştür. Örnekler büyütülmeden önce 570 °C ye kadar ısıtılarak tavlama işlemi yapılmıştır. Örnekler taban basıncı 5.0×10^{-9} mbar olan sputtering sisteminde co-sputter tekniğiyle yetiştirilmiştir. Kaplama basıncı 3.8×10^{-3} mbar olmak üzere, hedef malzemeye, alttaş arasındaki mesafe 70 mm olarak ayarlanmıştır. Termal hareketliliği artırarak PtCo alaşımının oluşması için kaplama süresince alttaşlar 300 °C sıcaklıkta sabit olarak tutulmuştur.

Platinyum film DC güç kaynağında 10W'lık güç kullanılarak büyütülmüş, Platinyum için kaplama hızı QCM' den 0.1 Å /sn olarak tespit edilmiştir. Bu sürede yaklaşık 1 Å Platinyum, 10 saniye zarfında büyütülmektedir.

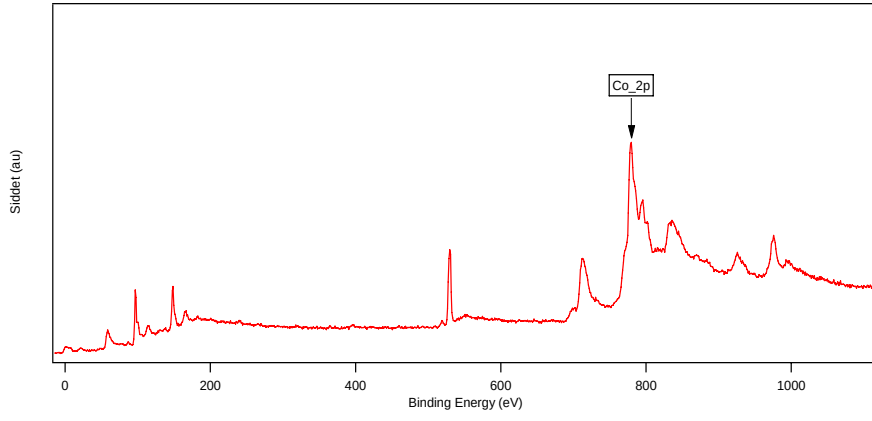
Kobalt film RF güç kaynağında 20W'lık güç kullanılarak büyütülmüş, Kobalt için kaplama hızı 0.3 Å /sn olarak tespit edilmiştir. Bir periyot da yaklaşık 2.5 Å Kobalt, 9 saniye zarfında büyütülür.

Co-Sputter toplam 100 periyot olarak gerçekleştirilmiştir. Tüm bu işlemler sonucunda Co/Pt oranı 0.7/0.3 olmak üzere ve toplam kalınlık 350 Å olarak belirlenmiş ve deneysel olarak ölçüme hazır hale getirilmiştir.

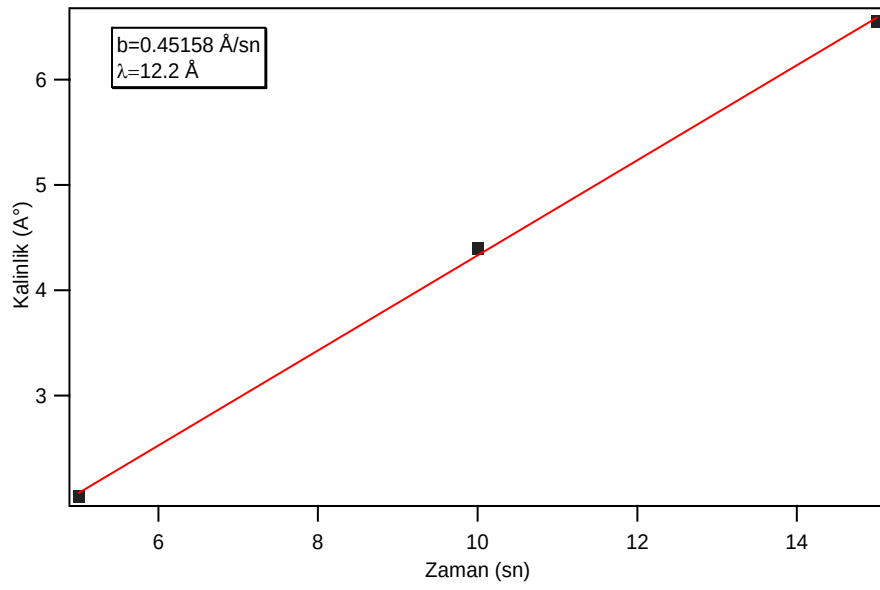
4.2. Kalınlık Kalibrasyonu İçin XPS



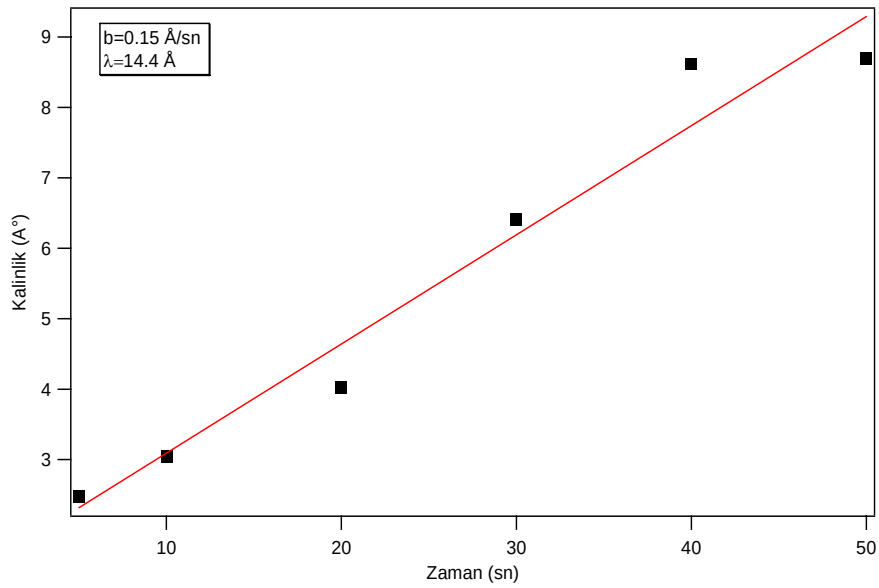
Şekil 4.1. Pt için alınan XPS spektrumu



Şekil 4.2. Co için alınan XPS spektrumu



Şekil 4.3. Pt için kalınlık kalibrasyonu



Şekil 4.4. Co için kalınlık kalibrasyonu

Hazırladığımız ince filmin kalınlığının belirlenmesinde iki yöntem kullanılmıştır. Bunlardan birincisi X ray fotoelektron spektroskopisini (XPS) kullanarak yapılmıştır diğeri ise Quartz Crystal Monitoring (QCM)' dir. Bir kaplama sisteminde XPS ile QCM' in uyum içersinde çalışması hazırlanan ince filmlerin kalınlıklarının belirlenmesinde çok büyük bir öneme sahiptir.

XPS ince filmlerin tam kalınlıkların hassas ve tam olarak belirlenmesinde kullanılan güçlü bir yöntemdir. XPS ile kalınlık belirlemede izlenen yönetimi şöyle özetleyebiliriz; ilk olarak ince filmin üzerinde büyütüleceği alttaş malzemeye ait XPS spektrumu alınır. Alttaş malzemenin en büyük şiddete sahip fotoelektronlarına ait enerji aralığından spektrum alınır.

Daha sonra alttaş malzeme ince film büyütme sistemine çekilerek üzerine belirli bir T süre kaplama yapılır. Kaplamanın ardından tekrar örnek XPS analiz kısmına alınarak XPS spektrumu alınır. XPS spektrumunda alttaş malzemenin en büyük şiddete sahip fotoelektronuna ait enerji aralığından tekrar spektrum alınır ve kaplamadan dolayı fotoelektronların şiddetinde azalma gözlenecektir. Daha sonra tekrardan örnek kaplama sistemine alınarak yine T süre kaplama yapılır ve XPS analiz kısmına alınarak aynı işlemler tekrarlanır. Alttaş malzemenin en büyük şiddete sahip fotoelektronlarının şiddetindeki azalma ile kaplanan filmin kalınlığının hesaplanması mümkün olur. Bu bağıntı aşağıdaki gibi verilir

$$I_s = I_s(0) \exp\left(-\frac{x}{\lambda_s}\right), \text{ veya } \ln\left(\frac{I_s(x)}{I_s(0)}\right) = -\frac{x}{\lambda_s} \quad (4.1)$$

burada; $I_s(x)$ alttaş malzemenin üzerine “x” kalınlığında film kaplandığında alttaş malzemedan gelen fotoelektron şiddeti, $I_s(0)$ alttaş malzemenin üzerine hiçbir kaplama yapılmadan alınan fotoelektron şiddeti, λ_s ise sökülen fotoelektronların elastik olmayan çarpışmaya kadar aldıkları ortalama yolu (IMFP, inelastic mean free path) göstermektedir. IMFP hesabı TPP (Tanuma, Powell ve Penn)metoduyla yapılmaktadır. IMFP alttaş malzemenin üzerine kaplanan filmin içersinde alttaş

malzemeden sökülen fotoelektronların elastik olmayan çarpışmaya kadar aldıkları ortalama yol olarak tanımlanır. Ve alttaş malzemenin üzerine kaplanan her farklı film için bu değer farklıdır. Bizim çalışmamızda kullandığımız malzemeye ait IMFP hesapları için NIST (National Institute of Standards and Technology) tarafından geliştirilen NIST Electron Inelastic Mean Free Path Database Version 1.1 kullanılmıştır.

4.3. XPS Sonuçları

4.3.1.İnce filmlerin kalınlıklarının XPS ve QCM ile belirlenmesi

Bu bölümde magnetron saçtırmalı kaplama sisteminde Pt ve Co film kaplama hızlarının XPS'e dayalı olarak QCM kullanılarak .25(~1 Å) mono atomik kalınlık hassasiyetinde nasıl kalibre edildiği anlatılmaktadır. Önceki 4.2. bölümünde bu kalibrasyon ile ilgili teorik açıklama yapılmıştır.

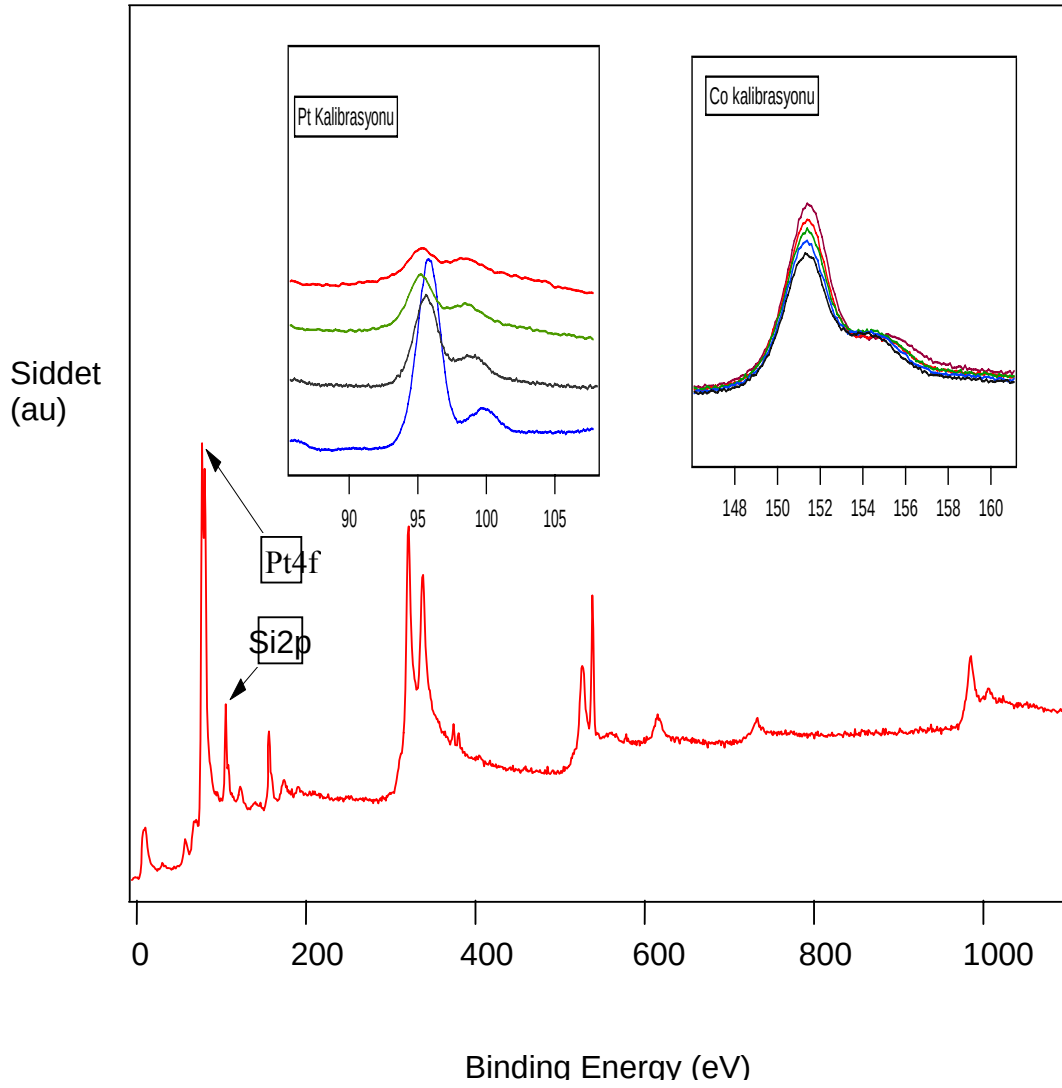
PtCo alaşım filmler SiO₂ (100) yönelimine sahip alttaşlar üzerine magnetron saçtırmalı teknik kullanılarak sentezlenmiştir. Sırası ile metanol ve etanol içersinde ultrasonik olarak temizlenen tek kristalli alttaşlar vakum içersinde kaplamadan önce 570 °C derecede 10 dakika süreler ile tavlama yapılmıştır. Bu ısı işlem ile yapısal bozuklukları, termodinamik farklılıkları veya malzeme içindeki faz farklılıklarından kaynaklanan yapısal dengesizlikleri ortadan kaldırmak yada minimize etmek için yapılmıştır. Tavlama işlemi magnetron saçtırmalı kaplama sistem içersinde bulunan numune tutucunun içersinde numunelerden 2 cm mesafe altında konuşlandırılmış halojen lambalar yardımı ile vakum içersinde (<10⁻⁹mbar) gerçekleştirilmiştir.

Tavlama işleminin ardından alttaş analitik sisteme transfer edilerek XPS analizleri gerçekleştirilmiştir. XPS analizinde X-ray kaynağı AlK_{α} kullanılarak enerjisi 1486.61 eV olan yumuşak x ışığı ile fotoelektron elde edilmesi için numune yüzeyleri uyarılmıştır. Yüzeyden elde edilen fotoelektronlardan geniş spektrum almanın yanı sıra Si2p pikini içeren aralıktan da yüksek hassasiyet de XPS alınmıştır.

Alttaş malzemenin yüzeyinden XPS analizinin yapılmasının ardından, alttaş malzemeler ardışık kaplamalar yapılmak üzere sistemimizin ince film kaplama kısmına transfer edilmiştir. Sabit zaman aralıklarında yapılan her kaplama sonrası alttaşlar analitik sisteme vakum içerisinde transfer edilerek kaplama yapılmış alttaş üzerinde yapılmış olan XPS analizi tekrarlanmıştır. Şekil 4.5. de Pt ve Co için yapılmış ardışık kaplamalar için Si2p pikinin nasıl değiştiğini tarif eden iki XPS grafiği Pt kaplı yüzeyden alınmış geniş XPS grafiği üzerinde gösterilmektedir.

Platin kaplamak için DC (Direct Current) güç kaynağı kullanılmış, kaplama gücü 10 W ayarlanmış ve alttaş ile Platin target arasındaki mesafede 70 mm olarak seçilmiştir. Seçilen bu mesafe Pt ve Co kaplama sırasında oluşan plazmanın alttaş üzerindeki etkisini minimize etmek için optimize edilmiştir. Sistemin kaplama öncesi en yüksek vakum seviyesi $<10^{-9}$ mbar seviyelerindedir. Kaplama sırasında yüksek enerjili plazma oluşması için vakum seviyesi 2×10^{-3} ile 3×10^{-3} mbar seviyelerine kadar yüksek saflıktaki (%99.9999) Ar gazı ile yükseltilmektedir. Kalınlık kalibrasyonu için kaplamalar $18^{\circ}C$ sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Kalınlık kalibrasyonunun hassasiyeti açısından kaplamalar çok küçük zaman aralıklarında gerçekleştirilmiştir. Platin için bu zaman aralıkları 5 sn olarak belirlenmiştir.

Kobalt kaplama için RF (Radio Frequency) güç kaynağı kullanılmış, kaplama gücü 22 W olarak ayarlanmış ve alttaş ile Kobalt target arasındaki mesafede 70 mm olarak optimize edilmiştir. Sistemin kaplama öncesi basıncı $<10^{-9}$ mbar seviyelerinde, kaplama sırasında ise 2×10^{-3} ile 3×10^{-3} mbar seviyelerinde ve oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Kobalt içinde kaplama süresi 5 sn olarak belirlenmiştir.

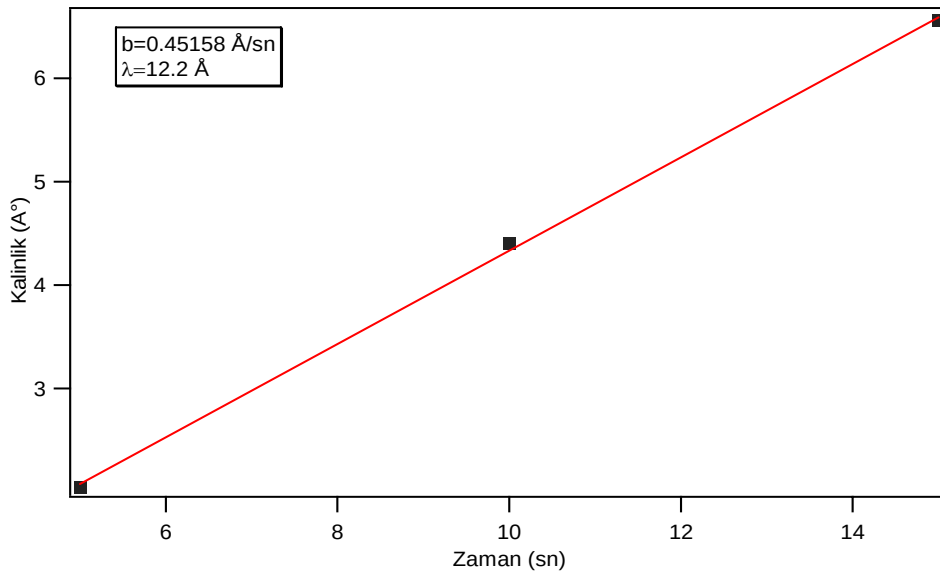


Şekil 4.5. Büyük grafik Si (100) alttaş malzeme üzerine Platin kaplamasının ardından alınan XPS spektrumu. Pt kalibrasyonu, Platin için Silisyum' a ait 2p pikinin şiddetindeki azalma. Co kalibrasyonu, Kobalt için Silisyum' a ait 2s pikinin şiddetindeki azalma. Kobalt için Silisyum' a ait 2s piklerinin şiddetlerindeki azalma.

Platin ve Kobalt kaplamaların ardından alttaş malzeme tekrar analitik sisteme transfer edilerek geniş (survey) spektrum ile birlikte Platin için Si2p pikinin bulunduğu enerji aralığından yüksek hassasiyetle spektrum alınmıştır. Kobalt içinse Si2s pikinin bulunduğu enerji aralığından yüksek hassasiyetle spektrum alınmıştır. Kobalt için Si2s pikinin kullanılması Kobalt' a ait bir başka pikin aynı enerji aralığı içerisinde bulmamasından kaynaklanmaktadır. Şekil 4.5. de görülen büyük resimde

üzerine 5 saniye Platin kaplanmış alttaş malzemeden alınan XPS spektrumu gösterilmiştir.

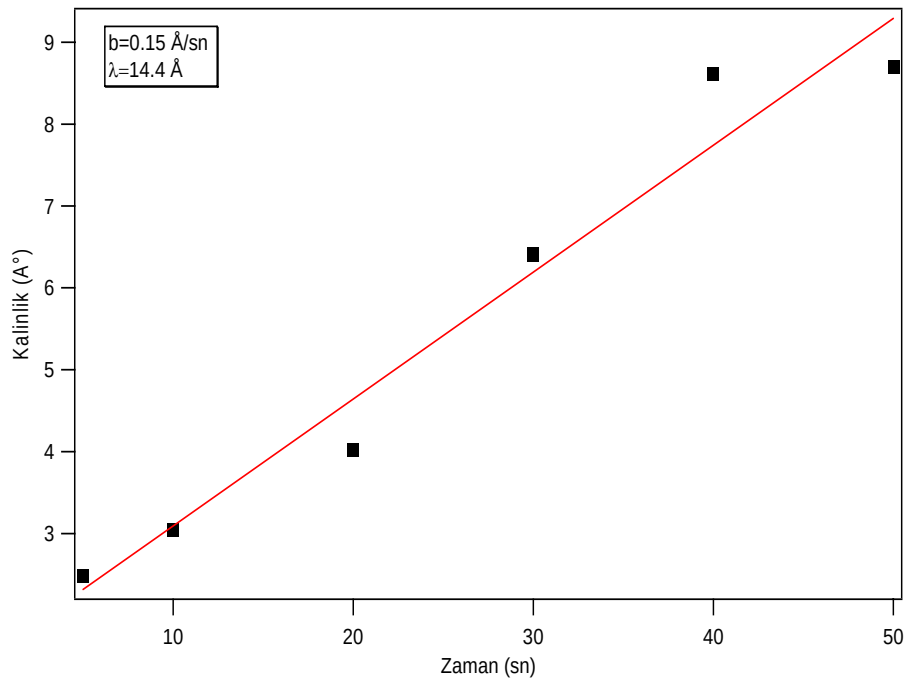
Alttaş malzeme üzerine kaplamalar 5' er saniyelik adımlarla Platin ve Kobalt için yapılarak her kaplamanın ardından geniş spektrum, Si2s ve Si2p pikinin bulunduğu enerji aralığından spektrumlar alınarak Silisyum ait piklerdeki azalmalar yine Şekil 4.5. de platin için Pt kalibrasyonu resmi ile, Kobalt içinse Co kalibrasyonu resmi ile gösterilmiştir. Si2s ve Si2p piklerinin şiddetlerindeki bu azalma alttaş malzeme üzerine kaplama yapıldıkça, alttaş malzemeden sökülen fotoelektronların sahip oldukları enerjinin büyüklüğü aynı olmasına rağmen kaplanan malzeme içersinde aldıkları ortalama yol, kaplanan malzemenin yoğunluğuna, serbest elektron sayısına, iletken veya yalıtkan olması gibi birçok fiziksel parametreye bağlı olarak azalmaktadır ve bunu Si2s ve Si2p' in şiddetindeki azalma olarak XPS spektrumunda görmekteyiz.



Şekil 4.6. Platin' e ait kalınlık zaman grafiği.

Platin ve Kobalt için birim zamandaki kaplama kalınlığını bulmak için bölüm 4.2. de verilen (4.1) denklemi kullanılarak hesaplamalar yapılmıştır. Bu hesaplamalar sırasında kullandığımız IMFP değerleri National Institute of Standards

and Technology tarafından geliştirilen “Electron Inelastic Mean Free Path Database Version 1.1” kullanılarak hesaplanmıştır. Platin için bu değer $12.2 \text{ \AA}$, kobalt için ise $14.4 \text{ \AA}$ olarak bulunmuştur. Denklem 4.1 kullanılarak her adımda yapılan kaplamadan ardından kalınlık hesaplanarak, Şekil 4.6.’ de Platin için zamana bağlı kalınlık grafiği elde edilmiştir, aynı hesaplar kobalt içinde tekrarlanarak Şekil 4.7.’ e elde edilmiştir. Grafiklerin eğimi hesaplanarak Platin ve Kobalt için birim zamanda kaplama kalınlığı bulunmuştur, Platin için ($b=0.45 \text{ \AA/sn}$) ve Kobalt içinde ($b=0.15 \text{ \AA/sn}$) değerleri hesaplanmıştır.



Şekil 4.7. Kobalt a ait kalınlık zaman grafiği.

Birim zamanda yapılan kaplama hızı belirlendikten sonra sistemimiz üzerinde var olan diğer bir kalınlık kalibrasyonu cihazı olan Quartz Crystal Monitoring (QCM) ile kalınlık değerleri hesaplanabilir. Kaplanan filmlerin kalınlıklarının QCM ile belirlenmesinde QCM’ e dışardan girilmesi gereken değerler; kaplanan malzemenin yoğunluğu ve akustik empedans değerleridir, tooling faktörü ise değişken bir değerdir bu değeri belirlemek için XPS’ den bulunan birim zamanda ki kalınlık hızı değeri QCM’ de okunması için tooling faktörü ayarlanarak bu değer belirlenir. Sistemimizde tooling faktörü Platin ve Kobalt için 95 olarak belirlenmiştir.

4.3.2. Hazırlanan PtCo Bileşenli Filmlerin Kimyasal Stekiometrilерinin XPS Kullanılarak Belirlenmesi

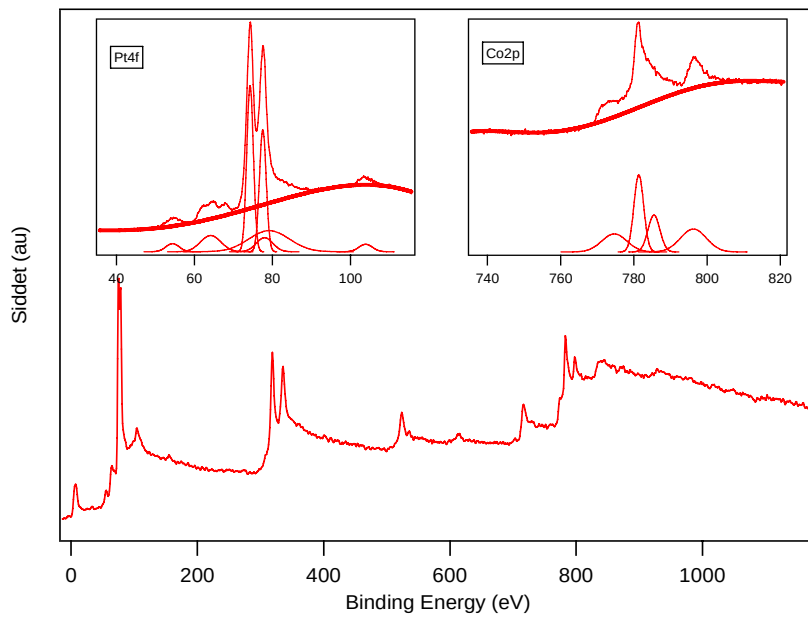
Hazırladığımız değişik oranlardaki PtCo alaşım ince filmlerin stekiometrisini belirlemek için, X Ray Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) kullanılmıştır. Alaşım filmlerin stekiometrisini belirlemek için hazırlanan ince filmlerin her birisinden Platin ve Kobalt' a ait en büyük şiddete sahip (sırası ile Pt4f ve Co2p major) ana piklerinin olduğu enerji aralıklarından XPS spektrumu alındı. Alınan bu piklerin altında kalan alanların oranı yüzeydeki atomlar arasındaki kimyasal oran ile orantılı olduğu bilinmektedir [16]. Kimyasal stekiometrinin belirlenmesi için gereken sadece uygun “background” fonksiyonu (İntegral fonksiyonu) ve pikler için uygun “voight” (Lorentz+Gaousian) fonksiyonları kullanılarak pik alanlarının hesaplanarak oranlanmalıdır. Ptt4f ve Co2p pikleri arasındaki oran kimyasal stekiometriyle bire bir orantılıdır. Ancak orantılama işlemi yapılmadan evvel her elementin göstermiş olduğu spektroskopik hassasiyeti farklı olması nedeni ile bu farkın giderilmesi gerekmektedir. Her elementin ve her elementin orbitlerinin foton ile etkileşmesi farklı istatistiğe (cross section) sahiptir. Bu nedenle XPS grafiklerinde Pt ve Co elementlerinin pikleri farklı hassasiyet de gözükür. Bu farkın alınması için ASF çarpanına ihtiyaç vardır. Bunun için hesaplanan alanlar daha sonra Pt4f ve Co2p pikleri için kabul edilmiş atomik duyarlılık faktörleri ile bölünerek alan hesaplarının doğrulanması yapılır.

Igor programı kullanılarak XPS grafiklerindeki pik alanları hesaplanmıştır. Bu hesaplama sırasında background fonksiyonu olarak İntegral fonksiyonu kullanıldı. Her bir elementi simgeleyen pikler içinse en uygun lorentz ve gaussian fonksiyonlarının bir süper pozisyonu olan voight fonksiyonu kullanıldı. Pt4f için fit işlemi yapılırken doublet olan Pt4f_{7/2} ile Pt4f_{5/2} pikleri arasındaki 6/8 oranı korunarak yapılmıştır. Aynı şekilde Co2p_{3/2} ve Co2p_{1/2} pikleri arasındaki olması gereken ½ alan oranı korunarak fit yapıldı. Fit işlemi sırasında ayrıca ikincil saçılma

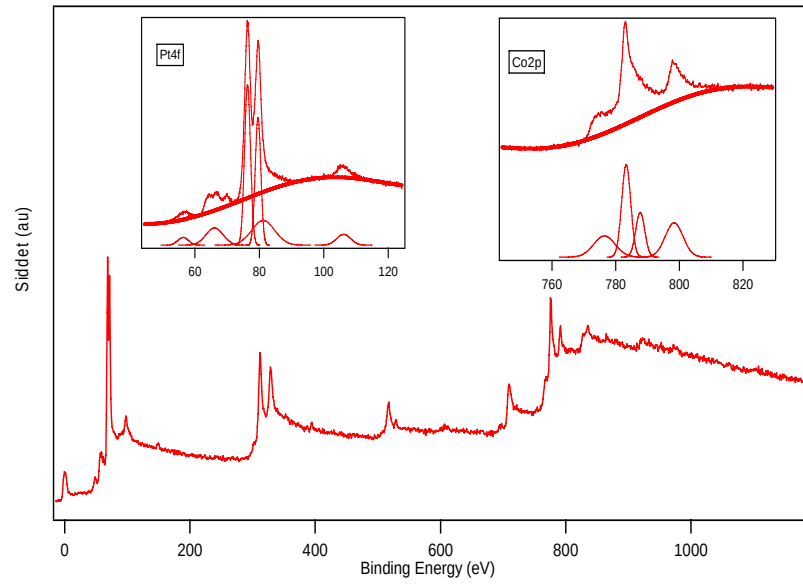
ve shake up ve shake off etkileri de dikkate alınmıştır. Şekil 4.8., Şekil 4.9. ve Şekil 4.10. de bu fitler görülmektedir. Bu grafiklerden elde edilen alanlar ASF katsayısına bölünerek elde edilen doğrulanmış alan şiddetleri Tablo (4.1.) de gösterilmiştir. Tablodan da görüldüğü üzere Pt ve Co pik oranları sırası ile 60-40, 50-50 ve 40-60 oranında PtCo alaşımlarının başarıyla kaplandığı gösterilmiştir. Tabi ki bu hesaplar XPS in 100Å derinliğe kadar analiz yaptığı göz önünde tutulmalıdır.

		Pt ₆₀ Co ₄₀	Pt ₄₀ Co ₆₀	Pt ₅₀ Co ₅₀
Pik alanı	Pt4f/ η_{Pt4f}	5838	6720.33	7657.8
	Co2p/ η_{Co2p}	3861.6	10458.769	7654.8

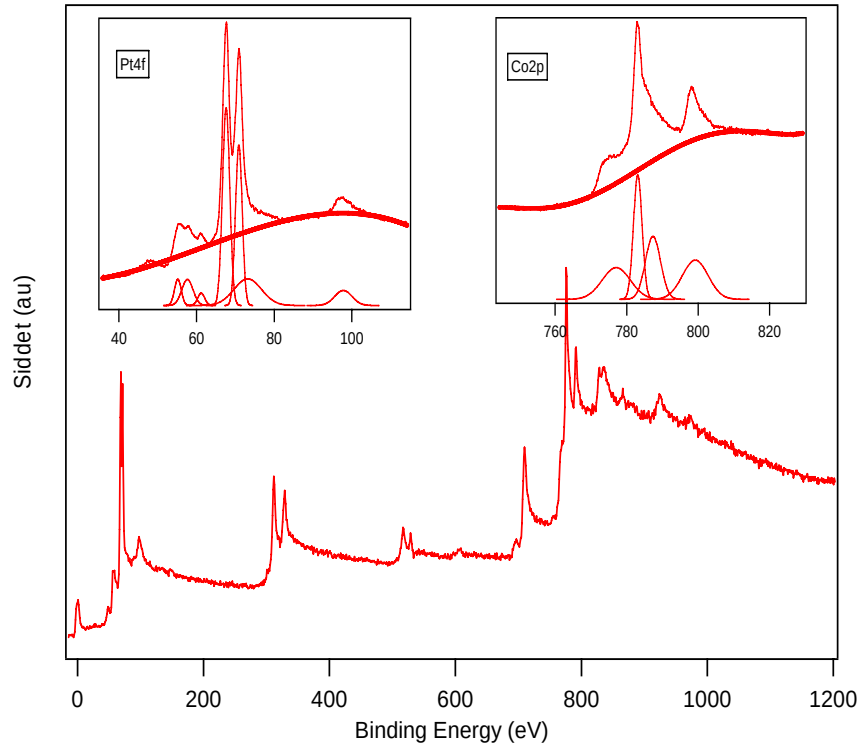
Tablo 4.1. XPS pikleri kullanılarak geliştirilen alaşım Pt ve Co elementlerinin Stekiometrik oranlarının hesaplanması. Sırası ile $\eta_{Pt4f}=3.59$ ve $\eta_{Co2p}=5.75$ sabitleri Pt4f ve Co2p pikleri için analizör ve x-ışının kaynağının arasındaki açının 54.7° kompozisyonu için geçerli ASF (Atomik duyarlılık sabiti) dir.



Şekil 4.8. Pt_{0.6}Co_{0.4} Alloy thin film



Şekil 4.9. Pt_{0.5}Co_{0.5} Alloy thin film



Şekil 4.10. Pt_{0.4}Co_{0.6} Alloy thin film

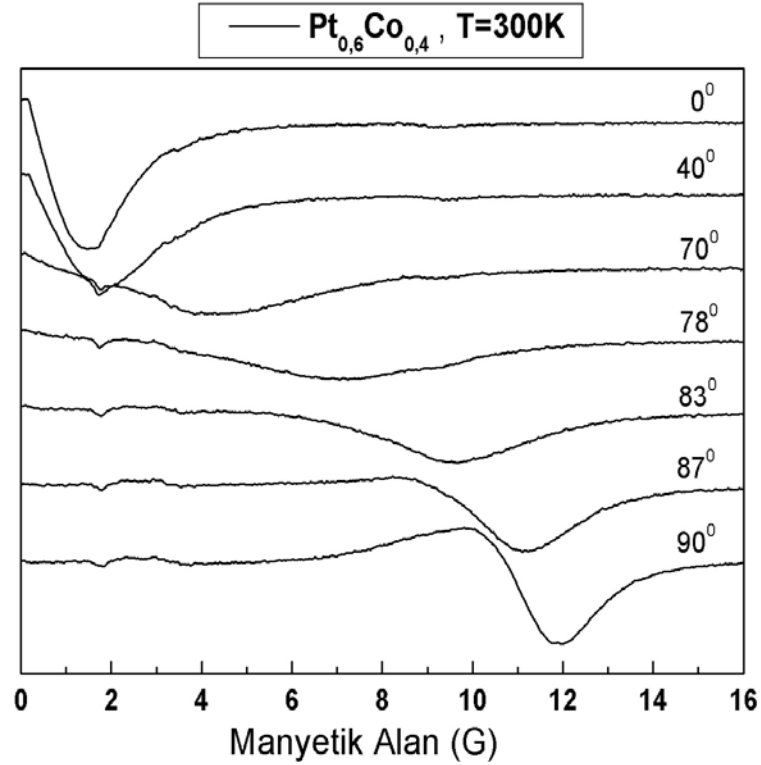
4.4. Manyetik Karakterizasyon

DC sputter tekniği kullanılarak farklı stekiometrilere Silisyum altlık üzerinde hazırlanan ultra ince manyetik CoPt filmlerin manyetik özellikleri, Bruker marka elektron spin rezonans cihazı kullanılarak araştırılmıştır. Deneysel sistem uzun yıllardır kullanılan, güvenilir ve en doğru bilgileri veren bir sistemdir. Bu sistem ile ölçüm yaparken kaviteye konulabilecek numunelerin boyutları maksimum 5x5 mm olacak şekilde düşük hızla kesme elması ile kesilmiştir. Uygun boyutlara getirilen homojen filmler, film yüzeyine zarar vermeden uygun yapıştırıcı kullanılarak yüksek saflıktaki Quartz tutucu ile kavitenin tam merkezine gelecek şekilde yerleştirilmiştir. Bu noktada elektromanyetik dalganın B bileşeni maksimum ve E bileşeni minimum değer almaktadır. Örnekler önce dış statik manyetik alanın film yüzeyine dik olduğu out-of-plane geometride yerleştirilmiş ve kendi ekseninde döndürülerek anisotropik davranışı araştırılmıştır. Bütün ölçümlerden önce sistem boş iken ve sadece Quartz tutucu varken ölçüm alınmış ve spektrumlara CoPt ince filmlerin dışından katkı gelmediğinden emin olunmuştur. Bütün ölçümler oda sıcaklığında yapılmıştır.

Alınan spektrumlar aşağıda verilmiştir. Bu spektrumlardan rezonans alanı ve çizgi genişliği değerleri okunmuş ve açısal değişimi de ayrıca gösterilmiştir. Elde edilen bu spektrumlar farklı stekiometrik oranlarda hazırlanan 30 nm kalınlığındaki Pt-Co ince filmleri stekiometrik oranlarına göre incelenmiştir.

4.4.1. $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ince filminin Ferromanyetik Rezonans Grafikleri

Hazırlanan $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ince filminin FMR grafikleri aşağıda gösterilmektedir. Bu grafikler sırasıyla filmin farklı açılardaki manyetik rezonansları, açığa bağlı rezonans alanları, açığa bağlı çizgi genişliğidir.

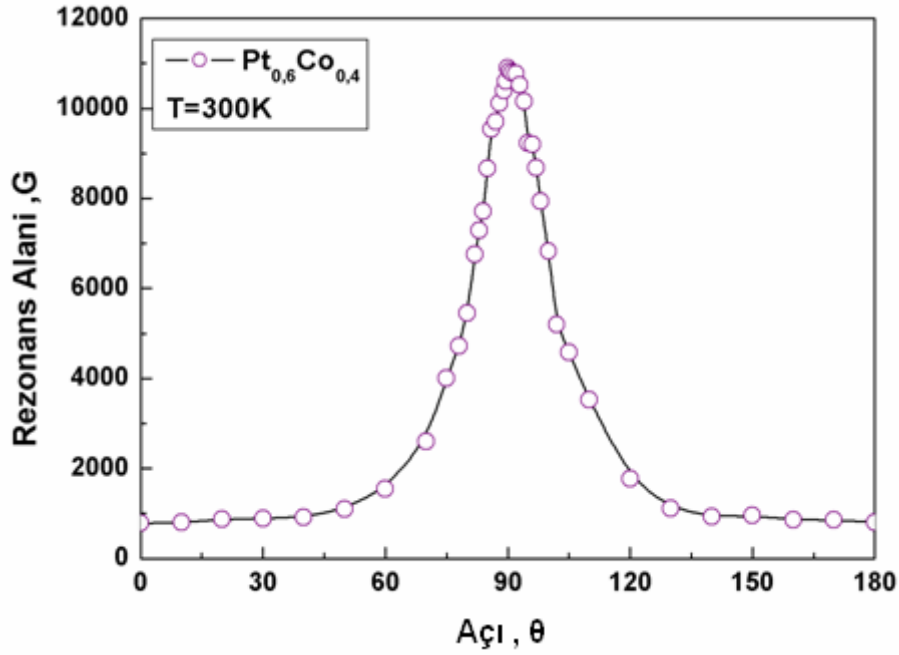


Şekil 4.11. $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ince filmine ait ferromanyetik rezonans spektrumlarının açısal değişimi.

Ferromanyetik Rezonans spektrumu alınırken önce $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ince filminin yüzeyi ile dış manyetik alan paralel olacak şekilde yerleştirilmiştir. Bu durum Şekil 4.11. de 0° olarak gösterilmiştir. Daha sonra örnek kendi eksenini etrafında otomatik ganyometre ile belirli açılarla döndürülmüştür. Alınan spektrumlardan bazıları şekilde görülmektedir.

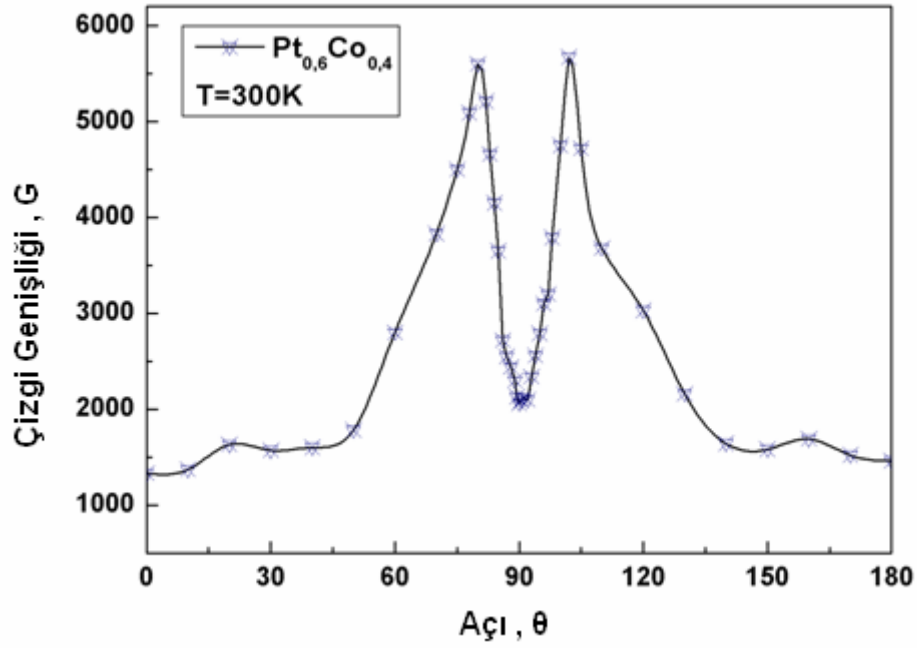
Ferromanyetik rezonans spektrumunun açısal değişimine bakıldığında örnek paralel pozisyonda düşük alanda rezonansa gelirken, kendi eksenini etrafında döndürüldükçe rezonans alanı daha yüksek alanlara kaymaktadır ve tam dik(90°) pozisyona geldiğinde rezonans alanı en büyük değerini almaktadır. Bu durum rezonans alanının açıya göre değişim grafiği olan Şekil 4.12. de daha net görülmektedir. Ayrıca söz konusu grafiklerden CoPt ince filmlerinde mıknatıslanmanın kolay yönünün (easy direction) film yüzeyine paralel olan yön olduğu, mıknatıslanmanın zor yönünün (hard direction) ise film yüzeyine dik olan

yön olduğu anlaşılmaktadır. Bu durum zaten ultra ince ferromanyetik filmlerde beklenen bir durumdur.[1]



Şekil 4.12. $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ince filmine ait rezonans alanının açısall değişimi.

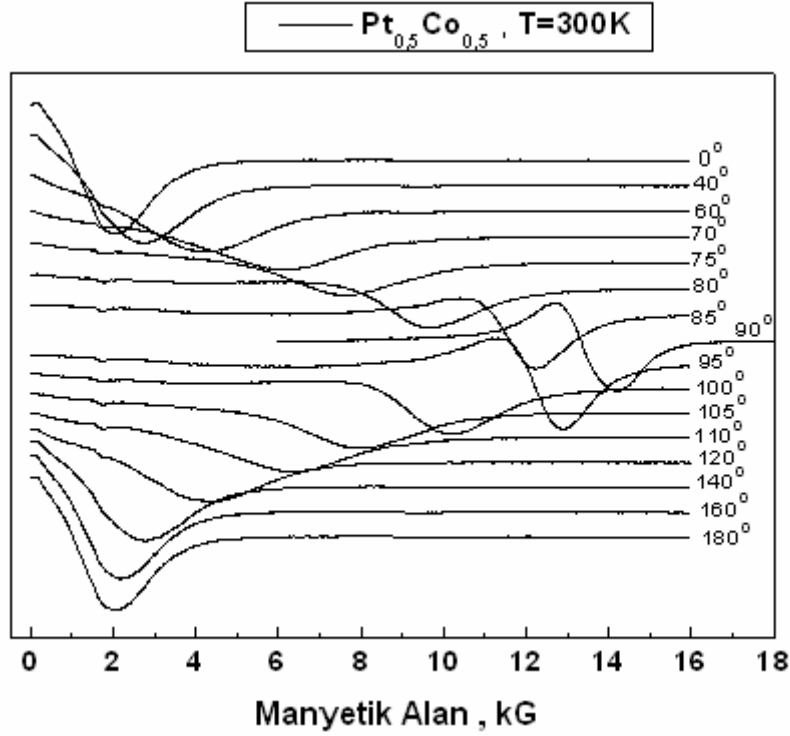
Ferromanyetik rezonans spektroskopisinde rezonans alanının açısall değişiminin yanı sıra pike ait çizgi genişliği de önem taşımaktadır. Çizgi genişliği bünyesinde spin-spin ve spin-örgü durulma zamanlarını içermektedir. Çizgi genişliğinin açısall değişimi şekil 4.13. de görülmektedir. Uygulanan dış statik manyetik alanın film yüzeyine paralel olduğu pozisyonda ve dik olduğu pozisyonda iyice daralırken ara bölgelerde genişlemektedir. Soğurma eğrisinin genişlediği bölgelerde spektrumunun şiddeti azalırken daraldığı bölgelerde artmaktadır.



Şekil 4.13. $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ince filmine ait çizgi genişliğinin açısal değişimi.

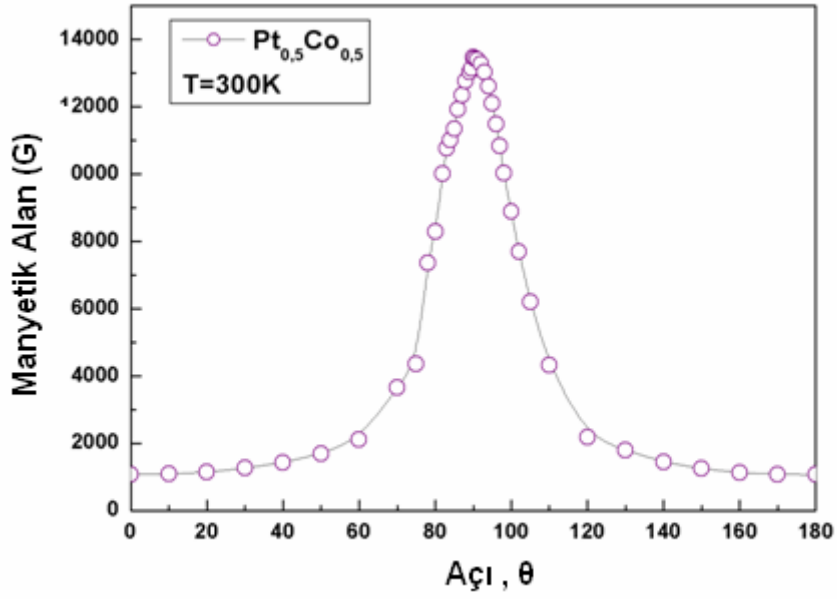
4.4.2. $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filminin Ferromanyetik Rezonans Grafikleri

$\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ için yukarıda ayrıntılı biçimde anlatılan deney şartları aynen tekrarlanarak $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filmi içinde gerekli manyetik ölçümler alınmıştır. Şekil 4.14. de $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ' e ait ferromanyetik rezonans spektrumlarının farklı açılara bağlı değişimi görülmektedir. Örnek kavite içinde 0° ' den 180° ' e kadar döndürülmüş ve ferromanyetik rezonans spektrumları elde edilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi örnek paralel konumdan dik konuma döndürüldükçe rezonans alanı yükselmiş ve dik konumdan tekrar paralel konuma döndürüldükçe rezonans alan değeri azalmıştır. Beklendiği gibi 0° - 90° ve 90° - 180° aralarında ölçülen rezonans alanları yaklaşık olarak simetrik olduğu görülmektedir. Yine $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ örneğinde olduğu gibi $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ örneğinde de paralel konum easy (kolay), dik konum ise hard (zor) konumdur.



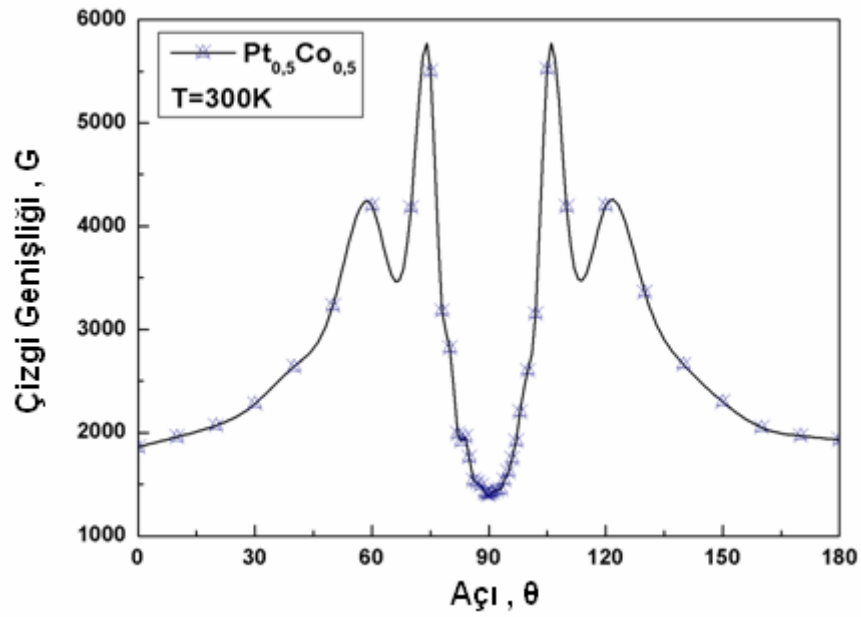
Şekil 4.14. $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filmine ait ferromanyetik rezonans spektrumlarının açısal değişimi.

$\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filminin açıya bağlı rezonans alanları Şekil 4.15. de görülmektedir. Şekilde de görüldüğü gibi film paralel konumda çok düşük alanlarda rezonansa gelmiştir. Dik konumda ise filmin rezonansa girmesi zorlanmıştır, çok daha yüksek alanlara ihtiyaç olmuştur. Ayrıca $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ince filminin açıya bağlı rezonans alanı incelendiğinde (Şekil 4.12.) $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filminin dik konumdaki rezonans alanı, $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ 'un dik konumdaki rezonans alanına göre daha yüksektir.



Şekil 4.15. $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filmine ait rezonans alanının açısal değişimi.

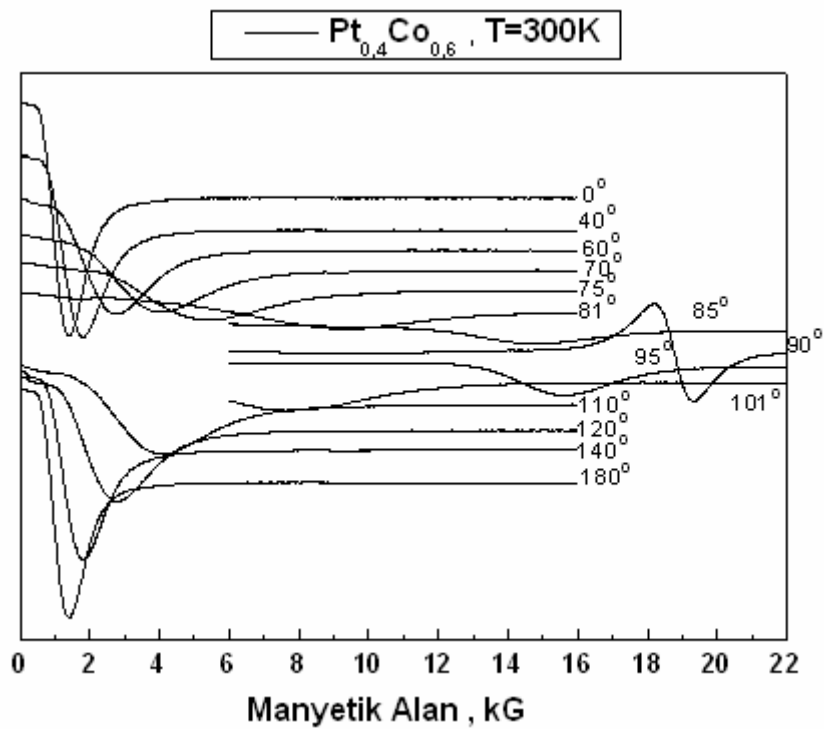
$\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filminin açığa bağlı çizgi genişliği Şekil 4.16.' da görülmektedir. $\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ince filminde olduğu gibi paralel ve dik konumlar civarında çizgi genişliği daralmakta ara bölgelerde ise genişlik artmaktadır.



Şekil 4.16. $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filmine ait çizgi genişliğinin açısal değişimi.

4.4.3. $\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filminin Ferromanyetik Rezonans Grafikleri

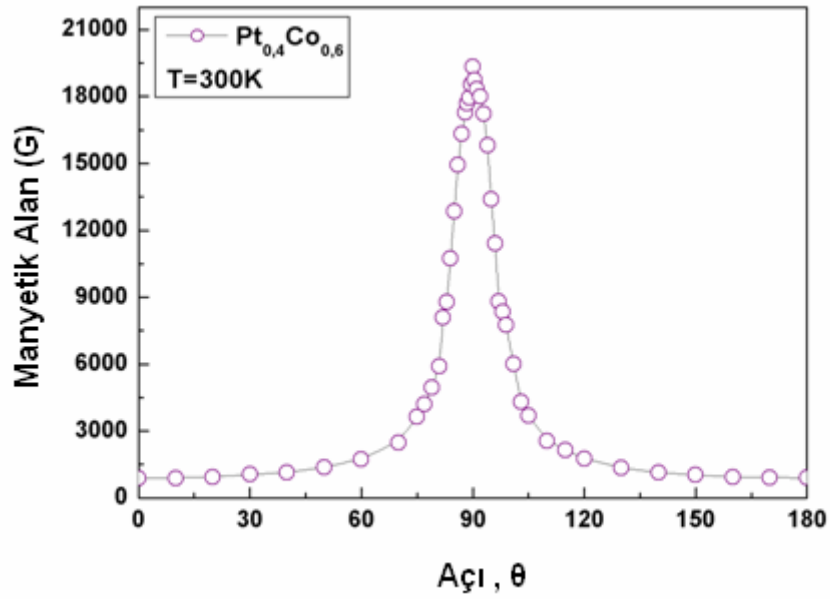
$\text{Co}_{0.4}\text{Pt}_{0.6}$ ve $\text{Co}_{0.5}\text{Pt}_{0.5}$ ince filmlerinde izlenen deney süreçleri $\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filmi içinde tekrar edilmiştir. Elde edilen datalar spektrum eğrileri ile çizdirilmiş ve bu spektrumlar aşağıda sırasıyla gösterilmiştir. Bu grafiklerin ilki Şekil 4.17. de görülen ferromanyetik rezonans spektrumlarının açığa bağlı değişimidir.



Şekil 4.17. $\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filmine ait ferromanyetik rezonans spektrumlarının açısal değişimi.

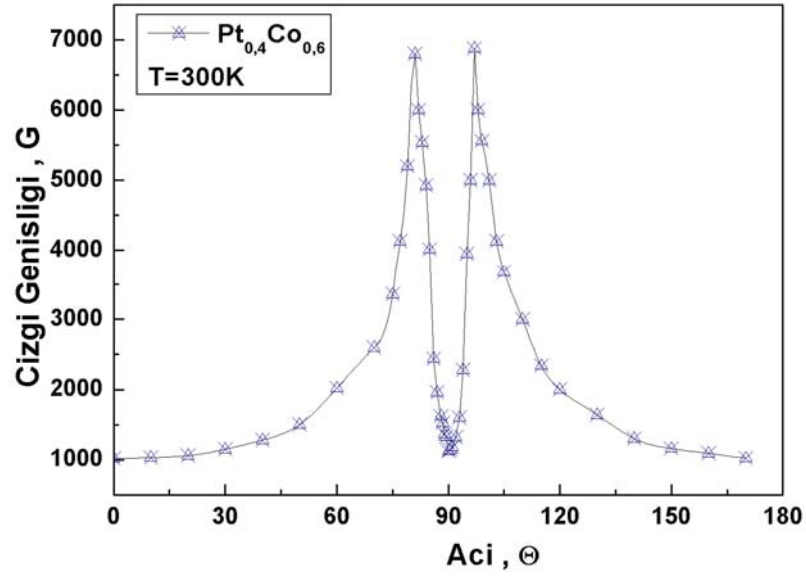
Farklı açılarda elde edilen spektrumlar çeşitli açılarda çizdirilmiş ve 0° ‘den 180° ‘ e kadar belirli değerlerde alınmış spektrumlar görülmektedir. Yine paralel konumda rezonans alanı düşük, dik konumda ise rezonans alanı yüksektir. Şekilde görüldüğü gibi 0° - 90° ve 90° - 180° spektrumları simetrik bir durumdadır. Önceki örneklerde olduğu gibi paralel konum easy, dik konum hard konumdur.

$\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filminin açığa bağlı rezonans alanları Şekil 4.18. de görülmektedir. Şekilde görüldüğü gibi paralel konumda rezonans alanı düşük, dik konumda ise rezonans alanı yüksektir. Önceki örneklerle karşılaştırıldığında $\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filminde dik konumda rezonans alanı diğer örneklerle göre daha yüksektir.



Şekil 4.18. $\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filmine ait rezonans alanının açısız değışimi.

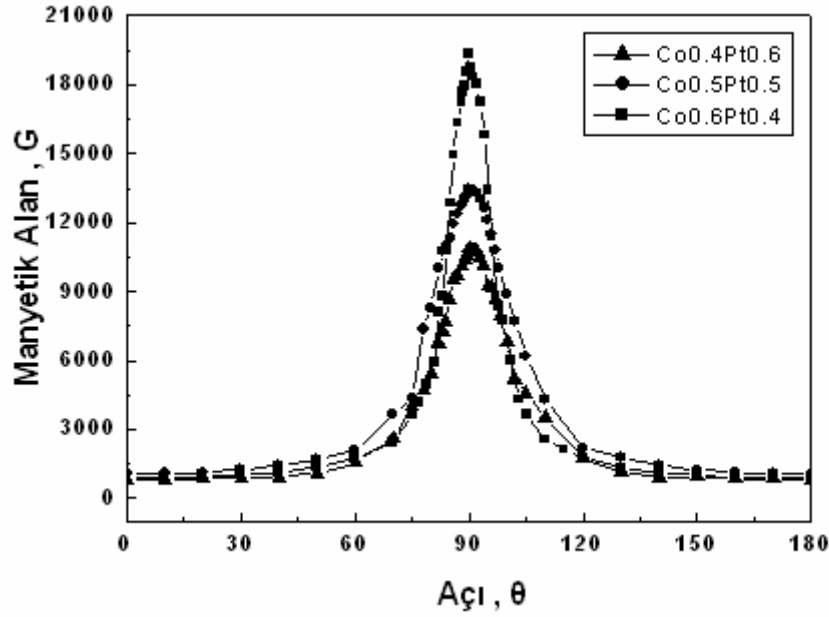
$\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filmine ait açığa bağlı çizgi genişliği grafiğı Şekil 4.19. da görülmektedir. Şekilde görüldüğü gibi paralel konuma ve dik konuma yakın açılarda çizgi genişliği oldukça dar, ara bölgelerde ise oldukça geniştir. Paralel konumdan yaklaşık 50° 'e kadar çizgi genişliği dar 80° civarında genişlik maksimum ve 80° 'den 90° 'e kadarki açı aralığında çizgi genişliği birden daralmış ve 90° 'de genişlik en kısa duruma gelmiştir. 90° 'den sonraki açılarda çizgi genişliği simetrik bir şekilde değışmektedir.



Şekil 4.19. $\text{Co}_{0.6}\text{Pt}_{0.4}$ ince filmine ait çizgi genişliğinin açısal değişimi.

4.4.4. Örneklerin Ferromanyetik Rezonans Spektrumlarının Karşılaştırılması

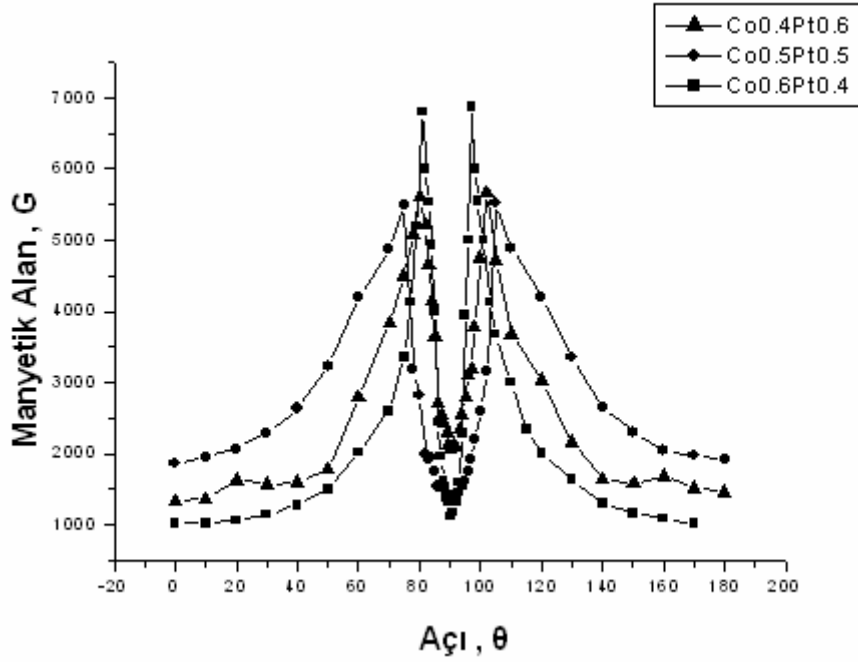
Değişik stekiometrik oranlarda 30 nm kalınlığında DC-Co Sputter tekniğiyle hazırlanan $\text{Co}_x\text{Pt}_{1-x}$ ferromanyetik ince filmlerinin 300 K° sıcaklığında Ferromanyetik Rezonans Tekniği ile manyetik özellikleri ölçülerek farklı stekiometrik oranlardaki spektrumları karşılaştırılmıştır. Bu karşılaştırmaların ilki Şekil 4.20. da görülen açığa bağlı rezonans spektrumlarıdır.



Şekil 4.20. Örneklerin açığa bağlı Rezonans alanlarının karşılaştırılması.

Şekilde görüldüğü gibi örneklerin paralel konumlarındaki rezonans alanlarında belirgin bir fark görülmemektedir. Fakat dik konuma yaklaştıkça bu alan iyice belirginleşmekte ve 90° ' de en keskin fark görülmektedir. Stekiometrik oran değiştikçe rezonans alanları lineer bir şekilde değişmektedir. $\text{Co}_x\text{Pt}_{1-x}$ örneklerinde x arttıkça yani film içerisindeki Co oranı fazlalaştıkça rezonans alanı artmaktadır. Ve $x = 0.6$ oranında maksimum değerini almaktadır. $x = 0.4$ de ise minimum olmaktadır. Bu ise teorik olarak da beklenen bir sonuçtur. Kısaca özetlemek gerekirse ferromanyetik ince film içerisindeki Co oranı arttıkça filmin manyetik zorlanması (yani filmin alan uygulanmadan önceki duruma gelmesi için ters yönde uygulanması gereken dış manyetik alan büyüklüğü) artmaktadır ve daha iyi manyetik karakteristik göstermektedir.

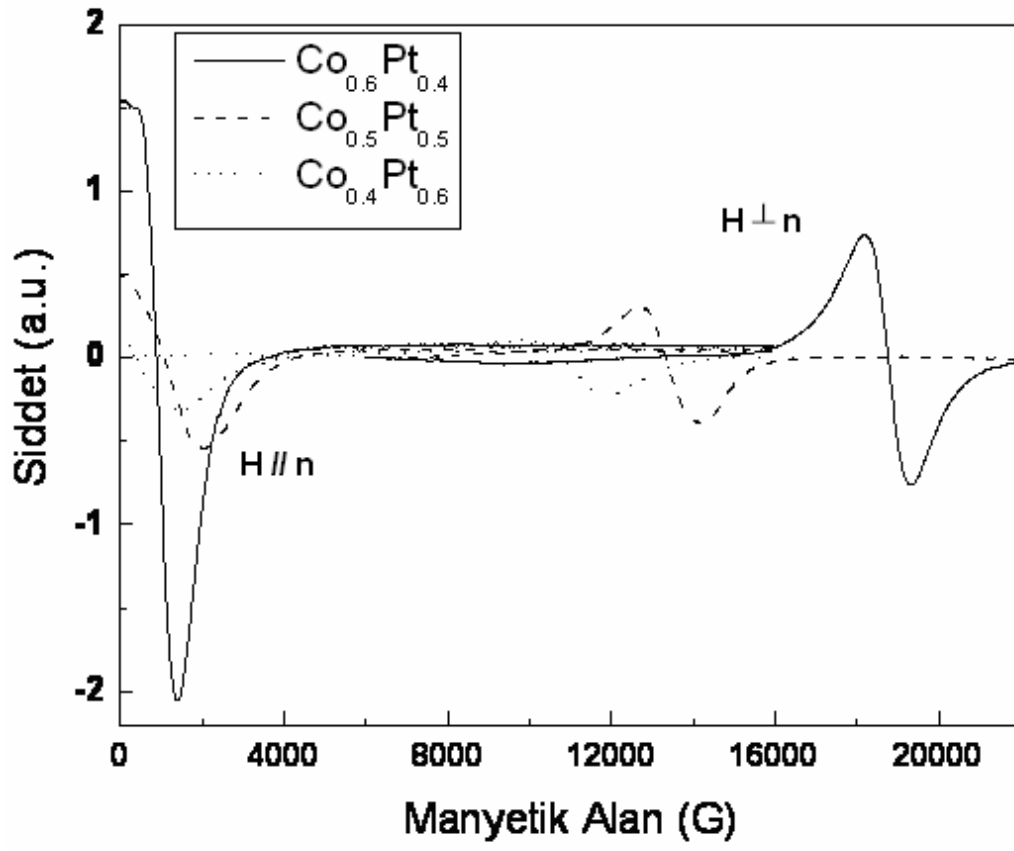
Bir diğer karşılaştırma ise açığa bağlı çizgi genişliği spektrumlarıdır. Bu karşılaştırma ise Şekil 4.21. de gösterilmektedir.



Şekil 4.21. Örneklerin açığa bağlı çizgi genişliklerinin karşılaştırılması

Yukarıda görüldüğü gibi çizgi genişlikleri yine x değerine yani ferromanyetik film içerisindeki Co miktarına bağlıdır. Daha önceki açı-çizgi genişliği spektrumlarında da bahsedildiği gibi paralel ve dik pozisyonlarda çizgi genişliği daralmaktadır. Fakat paralel konum civarına oranla dik konum civarı çizgi genişliğinin daralması çok daha keskindir.

Diğer bir karşılaştırılmış spektrum paralel ve dik konumdaki eğrilerdir. Bu spektrumlar Şekil 4.22. de gösterilmektedir. Görüldüğü gibi paralel ve dik pozisyonda lineer bir değişim görülmektedir. Paralel konumda x arttıkça yani Co oranı arttıkça örnek daha çabuk rezonansa ulaşmaktadır. Dik konumda ise tam ters biçimde rezonans gerçekleşmektedir. Yani dik konumda Co oranı arttıkça örnek daha zor rezonansa ulaşmaktadır. Örneğin mıknatıslanması için çok daha yüksek alanlar uygulanmalıdır. Grafikten de görüldüğü üzere örneğin Co oranı arttıkça kolay eksenle zor eksen için manyetik alan değerleri birbirinden uzaklaşmaktadır. Kısaca özetlemek gerekirse örneğin Co oranı arttıkça mıknatıslanması artar, daha hard manyetik bir malzeme meydana gelir. Co oranı azalırsa örneğin mıknatıslanması azalır, daha soft manyetik bir malzeme meydana gelir.



Şekil 4.22. CoPt ince filmlerinin paralel ve dik pozisyonda karşılaştırılması.

5. SONUÇ

Tezde seçilen PtCo alaşım filimsi yapılar sahip oldukları elektronik ve manyetik özellikleri nedeniyle bir çok çalışmaya konu olmuşlardır. Özellikle manyetik kayıt ortamlarda kullanımlarının yanı sıra pek çok potansiyel spintronik uygulamaları da söz konusudur. Bu nedenle de manyetik özellikleri ve yapısal farklılıkların bu manyetik özellikler üzerindeki etkileri teorik ve deneysel çalışmalarda çokça incelenmiştir. Alaşımlandırma sırasında kullanılan bileşenlerin oranları oluşabilecek faz ve dolayısıyla yapı üzerinde etkileri çalışılmıştır.

Pt ve Co tamamıyla katı çözelti oluşturmaları nedeniyle düzensiz yapı oluşturmaları açısından da ayrı bir önem taşımaktadır. Sentezleme sırasında kullanılan magnetron saçtırmalı kaplama tekniğinin yardımı ile çeşitli kompozisyonlarda düzensiz yapı yapmanın yanı sıra düzenli yapı elde etmek içinde çalışılmıştır. Böylece düzenli yapı ile düzensiz yapı arasında bir geçiş sağlayarak yapısal etkilerin manyetik özellik üzerindeki etkisi fonksiyonel olarak gözlemlenmiştir. Yapısal etkinin direk olarak manyetik özellik üzerinde etkisinin yanı sıra Pt gibi paramanyetik özellik gösteren f-geçiş bileşenlerin ferromanyetik d-geçiş bileşenin manyetik özelliği üzerinde de nasıl direk artırıcı özellik gösterdiği karakterize edilmesi imkanı da elde edilmiştir.

Alaşım sırasında tam faz oluşmasına imkan vermeyecek oranlarda alaşım filmler sentezlendiğinde düzensiz geçiş metal bileşenli yapılarda gözlemlenen kısa erimli etkiler olarak adlandırılan yerel etikler gözlenmektedir. PtCo alaşım filim için faz oluşumu için sırası ile 70 e 30 oranında alaşımlandırma gerçekleştirilmeliydi. Bu L10 denilen fazın 300⁰ da oluşmasına ve dolayısıyla düzenli bir yapının oluşmasına yardımcı olacaktır. Ancak bu tezde kasıtlı olarak düzensiz yapılar oluşturulmaya çalışılmıştır. Böylelikle Pt konsantrasyonun değişimi ile Co' tın lokal manyetik momentlerinin nasıl değiştiği gözlemlenmeye çalışılmıştır.

FMR sonuçlarında görüldüğü kadarı ile Pt konsantrasyonunun karşı lokal bölgelerde kısa erimli olarak Co manyetik momentlerinin artışına yardımcı olduğu gözlemlenmiştir. Buna rağmen Pt konsantrasyonundaki artış FMR piklerinin genişlemesine neden olduğu da görülmüştür. Bunun kluster oluşumlarının artışı ile açıklandığı literatürde gözlemlenmiştir [19]. Zira kluster artışının katı çözeltide manyetik dipollerin daha düzensiz oluşmasına neden olduğu düşünülmektedir. Bu oluşumu **Stoner** yaklaşımı ile de çeşitli makalelerde teorik olarak da açıklanmıştır. Daha düzenli yapılara yaklaşıldıkça kısa erimli manyetik etkileşmelerin daha da artmasına rağmen uzun erimli etkileşmelerin ise klusterlaşmayla birlik de daha etkin olduğu görülmektedir. Bu nedenle daha kalıcı manyetizasyonun sağlanabilmesi için bu tip alaşımlarda L10 olarak adlandırılan daha zengin Pt içeren fazların sentezlenmesi ile daha kalıcı manyetizasyonun oluşmasına yardımcı olacak kısa erimli lokal (yerel) manyetik etkileşmelerin çoğalmasına yardımcı olacağı aşıkardır.

KAYNAKLAR

- 1- 1- B. Aktas, Thin Solid Films 307 250-259, (1994)
- 2- E.M.Purcell, H.C.Torrey and R.V.Pound, Resonance Absorption by Nuclear Magnetic Moments in a Solid Phys.Rev., 69, 37 (1946)
- 3- F.Bloch, W.W. Hansen and Martin Packard, Nuclear Indiction, Phys.Rev. 69, 127 (1946)
- 4- C. Kittel and A. H. Mitchell, Phys. Rev., 73, 155-161, (1948)
- 5- G. T. Rado and J. R. Weertman, Phys. Rev., 94, 1386, (1954)
- 6- C. P. Slichter, "Principles of Magnetic Resonance", Harper & Row. (1963)
- 7- R. F. Soohoo, Magnetic Thin Films, Harper & Row Publishers Inc. (1965)
- 8- Kittel, Solid State Physics, (1986)
- 9- T. Rado and J. R. Weertman, J. Chem. Solids., 11,315-333, (1959)
- 10- Griffiths, Elektromanyetik Teori, ARTe-Güven Yayınları, 204-205, (1996)
- 11- Hellemans, Alexander and Bryan Bunch. *The Timetables of Science*. New York, New York, Simon and Schuster, 411. (1988)
- 12- Halliday, Resnick, Walker: Fundamentals of Physics, 7th Edition, Willey, (1997)
- 13- Kittel, Katıhal Fiziğine Giriş, Güven Yayını, 6. basımdan çeviri, 334, (1996)
- 14- C. Kittel, Reviews of modern physics, 21-4, (1949)
- 15- Kraus and Fleisch, Electromagnetics with applications 5th ed. (1999)

- 16- D.P. Woodruff, T.A. Delchar, Modern Tecniques of Surface Science-Second Edition, pp 1-14, publishd by Cambridge University Press, (1994)
- 17- J. C. Vickerman, Surface Analysis, (2000)
- 18- J.A. Weil, J.R. Bolton, J.E. Wertz, A. Willey-Interscience Publication, 479, (1994)
- 19- D.Paudgal, T.S.Dasgupt, A.Mookerjee, cond-mat.mtrl-sci, (2004)

ÖZGEÇMİŞ

1979 yılında Ankara' nın Yenimahalle ilçesinde doğdu. İlk ve Ortaöğretimi Ankara' da tamamladı. 1997-1999 yılları arasında Kocaeli Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Matematik Bölümü'nde okudu. Daha sonra 1999 yılında Gazi Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'ne başladı, 2003 yılında lisans eğitimini tamamladı. 2004 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü'nde Yüksek Lisans öğrenimine başladı ve halen Yüksek Lisans eğitimine devam etmektedir.