



# Ultra İnce FePt/CoO Filmlerde Exchange Bias Etkisinin Araştırılması

**Program Kodu: 1002**

**Proje No: 115F563**

Proje Yürütücüsü:  
**Doç. Dr. Mustafa ERKOVAN**

Araştırmacı:  
Doç. Dr. Yusuf ATALAY

Danışman:  
---

Bursiyer:  
Mehmet Emre AKÖZ

MAYIS 2017  
SAKARYA



## ÖNSÖZ

Raporu tamamlanan proje kapsamında değişik kimyasal oranlara sahip FePt alaşım ince filmlerin Ferromanyetik tabaka olarak kullanılarak Antiferromanyetik CoO tabaka ile üst üste geldiğinde gözlemlenen Exchange Bias Etkisi'nin araştırıldığı bir 1002 TÜBİTAK Hızlı Destek Projesi'dir.

Bu projeden elde edilen sonuçların yayınlanarak literatüre kazandırılmasına devam edilecektir. Proje kapsamında yapılan çalışmaların yayınlanmasıyla birlikte tamamlanmak üzere olan bir Yüksek Lisans tez çalışması ve devam etmekte olan bir Doktora tez çalışması da literatüre kazandırılmasının yanında proje konusu olan Exchange Bias Etkisi hakkında geleceğin bilim insanı olma potansiyeline sahip öğrenciler konu hakkında tecrübe sahibi olup konusunda uzmanlaşma yönünde adımlar atılmıştır.

Proje kapsamında istenilen kimyasal oranlarda üretimi başarı ile tamamlanan FePt numuneler ile 2.500.000 Euro bütçeye sahip 15SIB06 numaralı bir EMPIR projesi olan "Nano-scale Traceable Magnetic Field Measurements" başlıklı projeye Türkiye'den üniversite adına da ilk kez üniversite adına katılım sağlanmıştır (<http://www.ptb.de/empir/15sib06-home.html>).

Bu projeyi destekleyen TÜBİTAK BİDEB Başkanlığı'na, Sakarya Üniversitesi'ne ve son olarak manyetik karakterizasyonların gerçekleştirildiği Gebze Teknik Üniversitesi'ne teşekkürlerimi sunarım.



## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
Önsöz	ii
İçindekiler	iii
Tablo Listesi	iv
Şekil Listesi	v
Özet	viii
Abstract	ix
Sonuç Raporu Ana metni	1
1. Giriş	2
2. Literatür Özeti	4
2.1 Exchange Bias Etkisi	4
2.2 FePt Yapılar	7
2.3 CoO Yapılar	9
3. Gereç ve Yöntemler	11
3.1 Magnetron Sputtering Deposition Tekniği	11
3.2 X-Ray Fotoelektron Spektroskopi Tekniği	12
3.3 Manyetoptik Kerr Etkisi Tekniği	13
3.4 Titreşimli Örnek Manyetometresi Tekniği	13
4. Bulgular	15
4.1 Manyetik İnce Film Tabakalarının Hazırlanması	17
4.2 X-Ray Fotoelektron Spektroskopi Karakterizasyonu	20
4.3 Manyeto Optik Kerr Etkisi Karakterizasyonu	30
4.4 Titreşimli Örnek Manyetometresi Karakterizasyonu	32
5 Tartışma / Sonuç	43
5.1 Değişik Kimyasal Oranlara Sahip $Fe_xPt_{1-x}/Pt/CoO$ Yapılar	43
5.2 Farklı Kalınlıklardaki $Fe_{0.70}Pt_{0.30}/Pt/CoO$ Yapılar	45
6. Referanslar	48



## TABLO LİSTESİ

<b><u>Tablo No:</u></b>		<b><u>Sayfa</u></b>
1	Farklı kimyasal oranlardaki FePt tabakaların kaplama süreleri.	19
2	Kullanılan CoO tabaka kaplama parametreleri.	20

## ŞEKİL LİSTESİ

<u>Sekil No:</u>		<u>Sayfa</u>
1	a) Bir FM malzemenin histeresis eğrisi. b) FM+AFM tabakadan oluşan iki katlı bir filmin histeresis eğrisi. c) FM+AFM tabakadan oluşan iki tabakalı bir filmin ısıtma ve manyetik alan altında soğutmanın ardından gösterdiği histeresis eğrisi.	5
2	Spinlerin manyetik alana bağlı olarak döndüğü histeresis eğrisi.	6
3	Bazı alaşım yapılarının doyum mıknatıslanmasına bağlı manyetokristal anizotropi değerleri.	8
4	FePt alaşım yapılarının faz diagramı.	9
5	Magnetron Sputtering prosesinin şematik gösterimi.	12
6	Yaygın olarak kullanılan sıradan bir VSM sisteminin iç mekanizmasının şematik gösterimi.	14
7	Proje kapsamında hazırlanan numunelerin yapısı. a) Farklı kimyasal orana sahip FM tabakalı numune yapısı. b) En yüksek Exchange Bias Etkisi gözlenen numunenin farklı FM tabaka kalınlığına sahip numune yapısı.	16
8	Sakarya Üniversitesi Merkez Laboratuvarı'nda kurulu bulunan VAKSİS Angora model Magnetron Sputtering Deposition kaplama sisteminin dış ve iç görünüşü.	18
9	GTÜ Yüzey Fiziği Laboratuvarı XPS sistemi.	21
10	Fe <sub>0.90</sub> Pt <sub>0.10</sub> /Pt/CoO numunesinin CoO'e ait XPS spektrumu.	22
11	Fe <sub>0.90</sub> Pt <sub>0.10</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.	22
12	Fe <sub>0.80</sub> Pt <sub>0.20</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.	23
13	Fe <sub>0.80</sub> Pt <sub>0.20</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.	23
14	Fe <sub>0.70</sub> Pt <sub>0.30</sub> /Pt/CoO numunesinin CoO'e ait XPS spektrumu.	24
15	Fe <sub>0.70</sub> Pt <sub>0.30</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.	24
16	Fe <sub>0.60</sub> Pt <sub>0.40</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.	25
17	Fe <sub>0.60</sub> Pt <sub>0.40</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.	25
18	Fe <sub>0.50</sub> Pt <sub>0.50</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.	26
19	Fe <sub>0.50</sub> Pt <sub>0.50</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.	26
20	Fe <sub>0.40</sub> Pt <sub>0.60</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.	27
21	Fe <sub>0.40</sub> Pt <sub>0.60</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.	27

22	Fe <sub>0.30</sub> Pt <sub>0.70</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.	28
23	Fe <sub>0.30</sub> Pt <sub>0.70</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.	28
24	Fe <sub>0.20</sub> Pt <sub>0.80</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.	29
25	Fe <sub>0.20</sub> Pt <sub>0.80</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.	29
26	Fe <sub>0.10</sub> Pt <sub>0.90</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.	30
27	GTÜ Fizik Bölümü MOKE Laboratuvarı.	31
28	Fe <sub>0.90</sub> Pt <sub>0.10</sub> /Pt/CoO numunesinin Out of-Plane MOKE ölçüm sonuçları.	32
29	Fe <sub>0.10</sub> Pt <sub>0.90</sub> /Pt/CoO numunesinin Out of-Plane MOKE ölçüm sonuçları.	32
30	GTÜ PPMS Laboratuvarı'nda kurulu bulunan VSM sistemi.	33
31	Fe <sub>0.90</sub> Pt <sub>0.10</sub> /Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H <sub>C1</sub> ve H <sub>C2</sub> grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H <sub>C</sub> ve -H <sub>EB</sub> grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.	34
32	Fe <sub>0.80</sub> Pt <sub>0.20</sub> /Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H <sub>C1</sub> ve H <sub>C2</sub> grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H <sub>C</sub> ve -H <sub>EB</sub> grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.	35
33	Fe <sub>0.70</sub> Pt <sub>0.30</sub> /Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H <sub>C1</sub> ve H <sub>C2</sub> grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H <sub>C</sub> ve -H <sub>EB</sub> grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.	36
34	Fe <sub>0.60</sub> Pt <sub>0.40</sub> /Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H <sub>C1</sub> ve H <sub>C2</sub> grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H <sub>C</sub> ve -H <sub>EB</sub> grafiği.	37
35	Fe <sub>0.50</sub> Pt <sub>0.50</sub> /Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H <sub>C1</sub> ve H <sub>C2</sub> grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H <sub>C</sub> ve -H <sub>EB</sub> grafiği.	37
36	Fe <sub>0.40</sub> Pt <sub>0.60</sub> /Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H <sub>C1</sub> ve H <sub>C2</sub> grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H <sub>C</sub> ve -H <sub>EB</sub> grafiği.	38
37	Fe <sub>0.30</sub> Pt <sub>0.70</sub> /Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H <sub>C1</sub> ve H <sub>C2</sub> grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H <sub>C</sub> ve -H <sub>EB</sub> grafiği.	38
38	Fe <sub>0.20</sub> Pt <sub>0.80</sub> /Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H <sub>C1</sub> ve H <sub>C2</sub> grafiği;	39

	b) Sıcaklığa bağlı $H_C$ ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.	
39	$Fe_{0.10}Pt_{0.90}/Pt/CoO$ numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve $H_{C2}$ grafiği; b) Sıcaklığa bağlı $H_C$ ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.	40
40	20 Å $Fe_{0.70}Pt_{0.30}/Pt/CoO$ numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve $H_{C2}$ grafiği; b) Sıcaklığa bağlı $H_C$ ve $-H_{EB}$ grafiği.	41
41	40 Å $Fe_{0.70}Pt_{0.30}/Pt/CoO$ numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve $H_{C2}$ grafiği; b) Sıcaklığa bağlı $H_C$ ve $-H_{EB}$ grafiği.	41
42	60 Å $Fe_{0.70}Pt_{0.30}/Pt/CoO$ numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve $H_{C2}$ grafiği; b) Sıcaklığa bağlı $H_C$ ve $-H_{EB}$ grafiği.	42
43	80 Å $Fe_{0.70}Pt_{0.30}/Pt/CoO$ numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve $H_{C2}$ grafiği; b) Sıcaklığa bağlı $H_C$ ve $-H_{EB}$ grafiği.	42
44	$Fe_xPt_{1-x}/Pt/CoO$ yapıların kimyasal orana göre 10 K'deki Exchange Bias değerlerindeki değişimi.	44
45	$Fe_xPt_{1-x}/Pt/CoO$ yapıların kimyasal orana göre Engelleme Sıcaklıklarındaki değişimi.	45
46	$Fe_{0.70}Pt_{0.30}/Pt/CoO$ yapıların $Fe_{0.70}Pt_{0.30}$ kalınlıklarına göre 100 K'deki Exchange Bias değerlerindeki değişimi.	46
47	$Fe_{0.70}Pt_{0.30}/Pt/CoO$ yapıların $Fe_{0.70}Pt_{0.30}$ kalınlıklarına göre Engelleme Sıcaklığındaki değişimi.	47



## ÖZET

Exchange Bias (EB) Etkisi, Ferromanyetik bir malzeme ile Antiferromanyetik bir malzemenin ara yüzeyinde gerçekleşen etkileşmeler sonucunda elde edilen histeresis eğrisinde uygulanan dış manyetik alan eksenine göre pozitif veya negatif doğrultuda gözlemlenen kaymadır. EB etkisinin kökeni, tam olarak henüz açıklanamamasına rağmen birçok yüksek teknolojik üründe kullanılmaktadır. Özellikle 1998'de iki Ferromanyetik tabakanın bir non-manyetik tabaka ile sandviç yapı olarak hazırlandığında iki Ferromanyetik tabakanın manyetik yönelimine bağlı olarak elektriksel direncin değişiminin bulunduğu Giant Magnetoresistance Effect (GMR) etkisiyle beraber hassas manyetik sensör uygulamalarında kullanılmaya başlanmıştır.

Proje konusu olarak seçilen değişik kimyasal oranlarda hazırlanan Ferromanyetik FePt tabakalar ile Antiferromanyetik CoO tabakalar Exchange Bias Etkisinin FePt kimyasal oranına değişiminin incelenmesi ve en yüksek Exchange Bias Etkisi'nin gözlemlendiği kimyasal oranın kalınlığın fonksiyonu olarak nasıl değiştiğinin incelenmesi önerilerek ve bu kapsamda çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

Proje kapsamında EB Etkisi FePt/CoO yapılarda iki amaç doğrultusunda incelenmiştir. İlk olarak Magnetron Sputtering Deposition sisteminde hazırlanan farklı kimyasal oranlara sahip  $Fe_xPt_{1-x}$  ( $x$ : 0.1 - 0.9 arasında 0.1'lik adımlarla) Ferromanyetik tabaka ile CoO Antiferromanyetik tabakadan oluşan yapıda Pt konsantrasyonuna bağlı olarak araştırılmıştır.

MOKE ve VSM teknikleriyle incelenen numunelerde Pt oranına bağlı olarak EB değerinde azalan bir davranış gözlenmesinin yanında Engelleme Sıcaklığı için de benzer bir azalan bir davranış gözlenmiştir. İkinci aşamada ise en yüksek EB değerinin gözlemlendiği kimyasal oranlardan biri olan  $Fe_{0.70}Pt_{0.30}$  oranının kalınlığa bağlı EB değişimi incelenmiştir.

Proje kapsamında gerçekleştirilen çalışmalar, tamamlanma aşamasına gelmiş bir Yüksek Lisans Tez çalışması, diğeri ise Doktora Tez çalışması olarak devam etmektedir. Bunların yanı sıra proje kapsamında bir tanesi değerlendirme aşamasında olan SCI makale çalışması ortaya çıkmıştır. Ulusal ve uluslararası konferanslarda da poster ve konuşma sunumu olmak üzere çalışmalar gerçekleştirilmiştir ve devam eden çalışmalar kapsamında gerçekleştirilmeye devam edecektir.

**Anahtar Kelimeler:** FePt Alaşım Filmler, Exchange Bias Etkisi, Engelleme Sıcaklığı, Ultra İnce Ferromanyetik ve Antiferromanyetik Filmler.





## ABSTRACT

Exchange Bias (EB) effect is a shift that is observed in hysteresis loop in positive or negative direction due to the external magnetic field, and is resulted from the interactions at the interface between a Ferromagnetic and an Antiferromagnetic material. In spite of the origin of EB effect is still unknown; it has been used in such technological applications as hard disk read heads and magnetic sensor applications. Especially after 1998, explored Giant Magnetoresistance Effect (GMR) that electrical resistance which became sandwich structure with two Ferromagnetic layers, one non-magnetic layer, it becomes sensitive magnetic sensors applications.

As the scope of the project, it was chosed to examine Exchange Bias properties of Ferromagnetic FePt layers with different chemical ratios coupled to Antiferromagnetic CoO layers, also to investigate the thickness dependency of the chemical ratio which shows strongest Exchange Bias Effect.

During the suggested project, the EB effect has been observed in FePt/CoO structures with two different aims. At the first step, the system consisted of Ferromagnetic  $Fe_xPt_{1-x}$  layer, having different chemical ratios ( $x$ :10-90 by 10% steps), and Antiferromagnetic CoO layer has been investigated with respect to Pt concentration.

Pt dependent samples of investigated by MOKE and VSM techniques, it was observed that Pt dependence of increasing EB value, and also Blocking Temperature was increased, too. At the second step,  $Fe_{0.70}Pt_{0.30}$ , one of those chemical ratios showing highest Exchange Bias value, was investigated with respect to thickness.

Both studies within the project, have been given as thesis subjects to one graduate student and one PhD student and are at the point of completion. Moreover, the project yields one submitted SCI paper. Presentations have been already performed as poster and oral presentations in national and international conferences and they will continue to present.

**Keywords:** FePt Alloy Films, Exchange Bias Effect, Blocking Temperature, Ultra Thin Ferromagnetic and Antiferromagnetic Films.



## SONUÇ RAPORU ANA METNİ



## 1. GİRİŞ

Geçmişten günümüze kadar gerçekleştirilmiş olan ve devam etmekte olan bilimsel çalışmaların hepsi ilerleyen yıllarda yapılacak çalışmalara referans olup ışık tutmasının yanında canlıların yaşamlarını devam ettirmelerinde fayda sağlamayı amaç edinmiştir. Canlılara fayda sağlama her ne kadar yaşam kalitesini arttırmaya yönelik olsa da esas fayda yaşamlarının sürdürülebilmesi yönündedir.

Proje çalışması kapsamında yapılmış olan bu çalışma da bundan sonraki çalışmalara yol gösterici olması temennisiyle literatürde eksik olduğu fark edilerek seçilmiş olup günden güne gelişen teknolojiye katkı sağlama potansiyeli yüksek bilimsel bir çalışmadır.

Manyetik malzemelerin tarihte bilinen ilk yaygın kullanım alanı olan pusulalardan günümüzdeki kullanım alanlarına kadar genişlemesi, bundan sonra daha da geniş kullanım alanlarında kendilerine yer bulacağına garantisini vermektedir. Bunun yanında manyetik malzemelerin farklı olarak hangi uygulama alanlarına dahil edilebileceği ve ne şekilde katkı sağlayıp nasıl davranış göstereceklerinin sonucu da bu süreçte merak uyandırarak yeni çalışmaların önünü açmaktadır. Günümüzde manyetizma alanında birçok araştırma yapıyor olmakla beraber bunlardan en dikkat çekici olanlardan biri 1988'de yılında Albert Fert ve Peter Grünberg'in ekipleri ile beraber birbirlerinden bağımsız olarak ortaya çıkardıkları Dev Manyetodirenç (Giant Magnetoresistance, GMR)'tir (Baibich vd., 1988; Binasch vd., 1989. Bu çalışmalarından dolayı Fert ve Grünberg, 2007 yılında Nobel Fizik Ödülü'nü almaya hak kazanmışlardır. GMR yapılar hakkında ayrıntılı bilgi Literatür Özeti olan ikinci kısımda belirtilecektir. Bu GMR yapıların belirtileceği üzere spin yönelimleri değişebilmektedir. Bu durumdan dolayı direnç değişimlerinin incelenmesi için Ferromanyetik (FM) tabakalardaki spinlerden birinin sabitlemesi gerekir. Bu sabitleme işleminin gerçekleşmesi için Exchange Bias Etkisi kullanılır. Exchange Bias Etkisi, 1956 yılında Meiklejohn ve Bean tarafından keşfedilmiştir (Meiklejohn ve Bean, 1956; Meiklejohn vd Bean, 1957). Exchange Bias Etkisi, bir FM tabaka ile bir Antiferromanyetik (AFM) tabakanın üst üste gelerek sandviç bir yapı oluşması ile ortaya çıkan bir etkidir. AFM tabaka ile etkileşen FM tabaka sabit tabaka (pinned layer) olurken diğer FM tabaka ise spinleri hareket edebilir (free layer). Exchange Bias Etkisi daha önceden keşfedilmiş olmasına rağmen GMR etkisinin keşfedilmesiyle tekrardan güncel bir çalışma haline gelmiş ve önemi daha da artmıştır.

Proje çalışması kapsamında Sakarya Üniversitesi (SÜ) ile Gebze Teknik Üniversitesi (GTÜ) bünyesinde bulunan laboratuvar sistemleri ile gerçekleştirilmiştir. Si (001) alttaş üzerine Yüksek Vakum (High Vacuum, HV) şartlarında Magnetron Sputtering Deposition tekniği ile 400°C sıcaklıkta farklı kimyasal oranlarda 100 Å kalınlığında  $Fe_xPt_{1-x}$  (x, 0.1 ile 0.9

arasında 0.1'lik adımlarla değişmektedir) alaşım, ince filmlerde Exchange Bias Etkisi'nin araştırılmasında FM tabaka olarak kullanılmıştır. FePt Ferromanyetik tabakasının üzerine yine Magnetron Sputtering Deposition tekniği ile 100 Å kalınlığında CoO AFM tabaka büyütülmüştür. İlk aşama olan bu çalışmada elde edilen en yüksek EB değerinin olduğu numune yapısı için de Ferromanyetik tabakanın kalınlığındaki değişime bağlı olarak projenin ikinci aşamasında EB Etkisi araştırması gerçekleştirilmiştir. Her bir numune için hem FePt tabaka hazırlandıktan sonra hem de CoO tabaka hazırlandıktan sonra kimyasal oran tespiti için X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) tekniği ile karakterizasyon yapılarak numunelerin belirlenen kimyasal oranlarda olup olmadığı kontrol edilmiştir. Hazırlanan numunelerin manyetik karakterizasyonları Manyeto Optik Kerr Etkisi (MOKE) tekniği ve Titreşimli Örnek Manyetometre (VSM) tekniği ile gerçekleştirilmiştir. MOKE tekniği ile numunelerin mıknatıslanma yönelimlerinin oda sıcaklığında tespiti yapılarak hangi geometride olduğu hakkında bilgi sahibi olunmuştur. Son aşama olan VSM tekniği ile de her bir numunenin Exchange Bias değerleri ile beraber Engelleme Sıcaklıkları belirlenmiştir.

Yapılan proje çalışması sonucunda hazırlanmış olan bu rapor hakkında genel bilginin verildiği bu birinci bölümün dışında, çalışma kapsamında motivasyon olan temel olan Exchange Bias Etkisi ve FePt yapılar hakkında ikinci bölümde, proje kapsamında kullanılan gereç ve yöntemler hakkında üçüncü bölümde, elde edilen sonuçlar dördüncü bölümde ve son bölüm olan beşinci bölümde ise elde edilen sonuçların değerlendirilmesi ile ileride bu konuda bu numunelerle başka nasıl çalışmaların yapılabileceği değerlendirilmektedir.

## 2. LİTERATÜR ÖZETİ

Literatür özeti olan bu bölümde proje konusu olan Exchange Bias Etkisi, proje kapsamında incelenen yapıda bulunan Ferromanyetik olan FePt yapılar ve Antiferromanyetik olan CoO yapılar hakkında bilgi verilecektir.

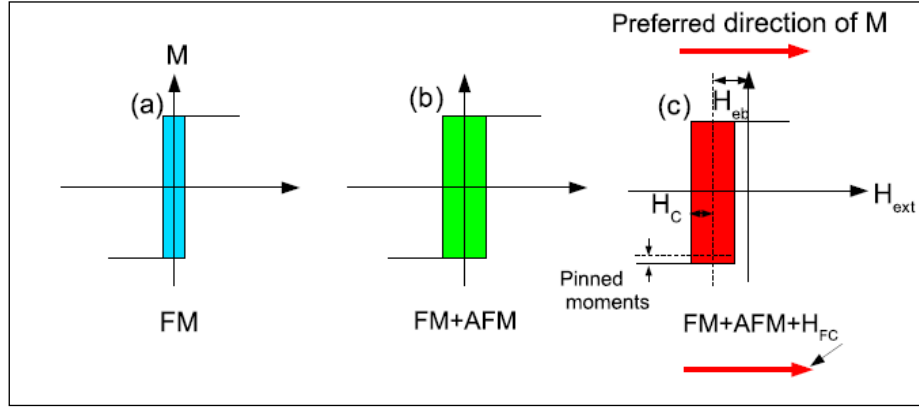
### 2.1 Exchange Bias Etkisi

Exchange Bias (EB) Etkisi, bir Ferromanyetik (FM) malzeme ile bir Antiferromanyetik (AFM) malzemenin birbirleri üzerinde büyütülmeleri ile oluşan yapılardan bazı özel şartların sağlanmasıyla FM malzemelerin orijine göre simetrik olan histeresis eğrilerinin sahip oldukları bu simetrilerini kaybetmesiyle yani manyetik alandaki değişime bağlı olarak pozitif veya negatif yönde kayması şeklinde gözlenen bir etki olarak tanımlanabilir (Şekil 1) (Khan, 2012). Sağlanması gereken bu özel şartlar ise seçilen AFM malzemenin Néel sıcaklıktan (bu sıcaklık değerinde AFM malzemenin spin düzeni ortadan kalkmakta ve AFM malzeme paramanyetik faza geçmektedir) daha yüksek sıcaklıklara ısıtılmasının yanında bir dış manyetik alan altında soğutulması sonucu ortaya çıktığı şeklinde açıklanabilir. EB Etkisi, ilk olarak 1956 yılında Meiklejohn ve Bean tarafından Co tozları ile yapılan bir çalışma sırasında Co tozların oksitlenmesinden dolayı şans eseri bulunmuştur (Meiklejohn ve Bean, 1956). Exchange Bias etkisi kapsamında üç yeni kavram ortaya çıkmıştır. Bunlar maddeler halinde;

**Exchange Bias Etkisi (Exchange Bias Effect):** FM malzemenin histeresis eğrisinin yukarıda sağlanması gereken özel şart sağlandıktan sonra oda sıcaklığının altında pozitif veya negatif yönde kayması.

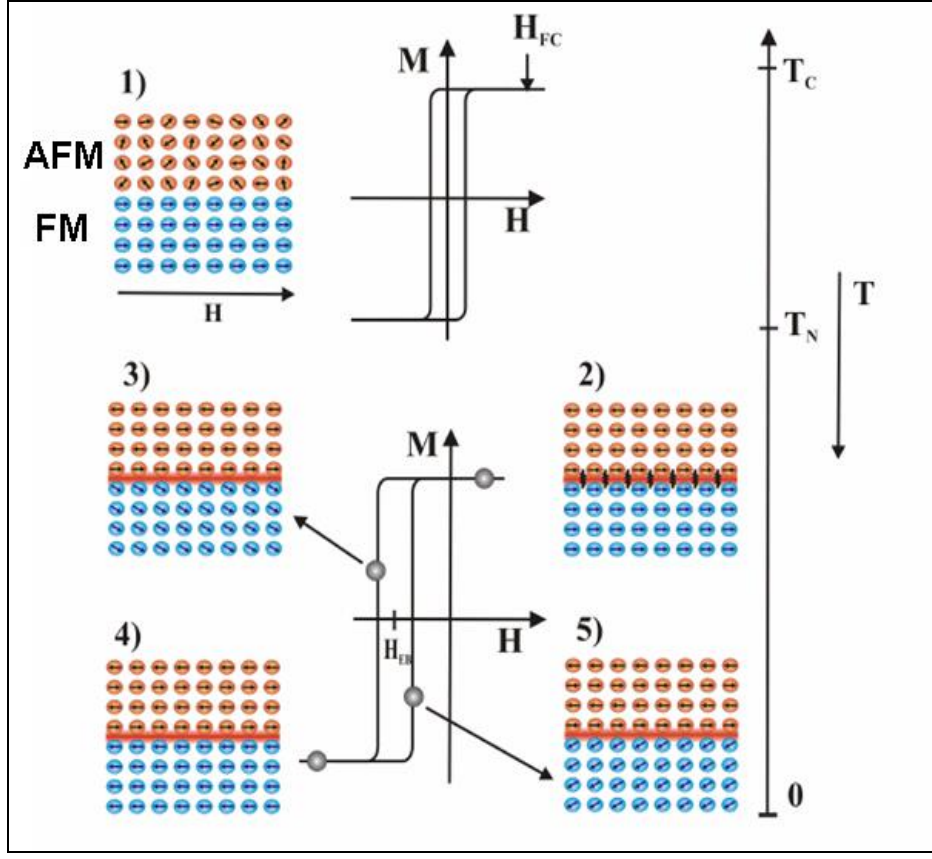
**Engelleme Sıcaklığı (Blocking Sıcaklığı):** EB etkisinin gözlenmesinin durduğu yani ortadan kalktığı sıcaklıktır. Bu sıcaklık değerinin, kullanılan AFM malzemenin Néel sıcaklığından genellikle daha düşük olduğu gözlenmiştir (Radu vd. 2003; Khan, 2012).

**Talim Etkisi (Training Effect):** EB etkisinin gözlemlendiği malzemelerde ilk alınan histeresis eğrisi ile aynı sistemde aynı şartlar altında tekrar alınan histeresis eğrileri arasında gözlemlenen değişimdir.



Şekil 1. a) Bir FM malzemenin histeres eđrisi. b) FM+AFM tabakadan oluřan iki katlı bir yapının histeres eđrisi. c) FM+AFM tabakadan oluřan iki tabakalı bir filmin Néel sıcaklıđının üzerine ısıtılması ve dıř manyetik alan altında sođutmanın ardından elde edilen histeres eđrisi.

EB etkisi 1956 yılında Meiklejohn ve Bean tarafından keřfedilmiř olmasına rađmen altındaki fiziksel yapı tam olarak ađıklanmamıřtır. Bundan dolayı bu etkinin ađıklanması iin ilerleyen yıllarda teorik modeller ortaya atılmıřtır. Tek domen durumu, spinlerin eř fazlı ynelimi ve kusursuz ara yzey gibi varsayımların yapıldıđı bu ilk modelin řematik gsterimi ve kısa bir ađıklaması řekil 2'de verildiđi gibidir (Nogués ve Schuller, 1999). İdeal ve gereki MB modelinde ise kullanılan vektrel gsterime gre mıknatıslanma, anizotropi ve alan deđerleri ile ilgili řartlar sađlandıđında Exchange Bias alanı bulunur. Bu deđer hesaplandıđında sonu, deneysel sonularda gzlenenenden yaklařık iki kat fazla bulunmuřtur (Meiklejohn ve Bean, 1957).



Şekil 2. Spinlerin manyetik alana bağlı olarak döndüğü histeresis eğrisi.

Alanda soğutmanın ardından (1), yüzeydeki Exchange etkileşiminin sonucu olarak, AFM katmanının en alt tabakasındaki spinler ile FM katmanının en üst tabakasındaki spinler arasında eşleşme meydana gelir. (2) durumunda diğer AFM tabakalar ise kendi aralarında antiferromanyetik düzen kuracak şekilde örgüyü tamamlarlar. Basitleştirilmiş bu modele göre, FM ve AFM filmler, tekli domen yapısındadır. Bu nedenle FM spinler uygulanan alan altında hep birlikte dönme eğilimindedir (3). Ancak aradaki eşleşmeden dolayı bu dönüş daha büyük alanlar gerektirmektedir (4). Bu işlemin tam tersinde, yani spinleri eski yönlerine döndürme sürecinde (5) ise üzerlerine etkiyen tork nedeniyle daha az alan ile döndürülmeleri mümkündür. Sonuç itibariyle histeresis döngüsünde ve koersif alan değerlerinde kayma gözlenmektedir.

DeneySEL verilere nispeten daha yakın olan bir modeli 1987'de Mauri öne sürmüştür. Néel'in AFM domen duvarı oluşumu teorisi üzerine kurulan modele göre Exchange Bias Etkisi etkileşim enerjisinin büyük bir kısmı AFM domen duvarlarında depolanacağından histeresisin kayma miktarı da azalmış olur (Mauri vd., 1987).

Mauri ile aynı yılda Malozemoff'da rastgele alan modeli (Random-Field model) ismiyle yeni bir model geliştirmiştir. Malozemoff modeline göre kimyasal ve yapısal olarak pürüzlü olan FM/AFM arayüzeyi yerel Exchange Bias alanında, konuma bağlı değişimlere neden olmaktadır. Bu nedenle, toplam enerjiyi minimize edecek olan AFM domenler meydana gelir. Modelde hesaplanan Exchange Bias alanı da doğrudan bu domen duvarlarının enerjisine bağlı olup deneylerle yüksek oranda tutarlıdır (Malozemoff, 1987, 1988).

EB Etkisi hakkındaki bir diğer model olan Takano modelinde, tek domen durumundaki FM film ile AFM granüllerin pürüzlü arayüzey boyunca etkileşimleri incelenmiştir. Granüllerin tane boyutlarının Exchange Bias alanına olan etkisi üzerinde durularak hesaplama yapıldığında bu model de deney verilerine çok yakın sonuçlar elde edilmiştir (Takano vd., 1997, 1998).

Nowak ve arkadaşları ise arayüzey pürüzlülüğü dışında yapısal düzensizliklerin söz konusu olduğu seyreltik antiferromanyetiklik durumu için öne sürdükleri domen durum modeli (Domain State Model)'nde, malzemedeki kusur yoğunluğunun Exchange Bias Etkisine katkısı Monte Carlo simülasyonlarıyla incelenmesi sonucu, nispeten yeni olan bu modelin deneyle mükemmel tutarlılık gösterdiği bildirilmiştir (Nowak vd., 2002).

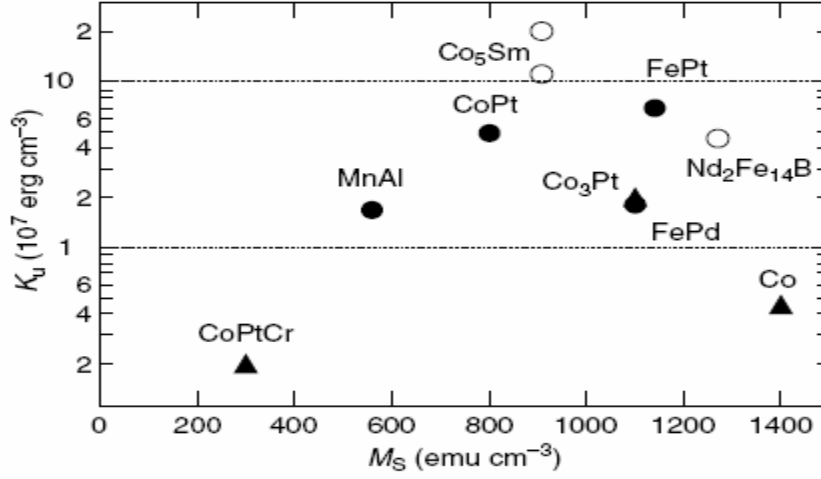
Son olarak spin cam modeli (Spin-Glass Model) ismiyle Radu'nun öne sürdüğü teoriye göre FM/AFM arayüzeyinde, AFM spinler iki grupta incelenir. Bir grup yüksek manyetik anizotropi nedeniyle çakılı kalırken düşük anizotropili diğer grup ise alan etkisiyle yön değiştirebilir (Radu vd., 2003).

## 2.2 FePt Yapılar

Proje kapsamında hazırlanıp EB Etkisi incelenecek yapılarda kullanılmış FM tabaka olan FePt alaşım yapılarının manyetik anizotropi değeri yaklaşık  $12 \text{ erg.cm}^{-3}$  (Gutfleish vd., 2005) mertebelerindedir. Bu değer bilgi depolamak için kullanılan yapılarda yaygın olarak kullanılan  $\text{SmCo}_5$  alaşım yapılarının manyetik anizotropi değerine oldukça yakın bir değerdir.  $\text{SmCo}_5$  alaşım yapı için manyetik anizotropi değeri yaklaşık  $17.2 \text{ erg.cm}^{-3}$ tür. FePt ile büyük benzerlik gösteren ve proje ekibince daha önce çalışılan PtCo alaşım yapılar için ise bu değer yaklaşık olarak  $4.9 \text{ erg.cm}^{-3}$  değerlerindedir (Şekil 3) (Erkovan, 2010). Hem PtCo hem de FePt yapılar 3d-5d alaşım sistemlerindedirler ve gelecek nesil bilgi saklama ortamlarında kullanım için uygunluk göstermektedirler (Chen vd., 2012; Sun vd., 2001; Gutfleish vd., 2005) 3d-5d alaşımlarının bilgi saklama ortamlarında kullanılmaları konusunda ilgi uyandırmalarının sebebi 3d elektronlarının yüksek manyetik momentleri ile yüksek spin-orbit etkileşimine ( $\xi$ ) sahip 5d elektronlarının kombinasyonundan kaynaklanmaktadır. 3d elektronlarının orbital momenti artmakta ve bu da daha yüksek manyetik anizotropiye sebep

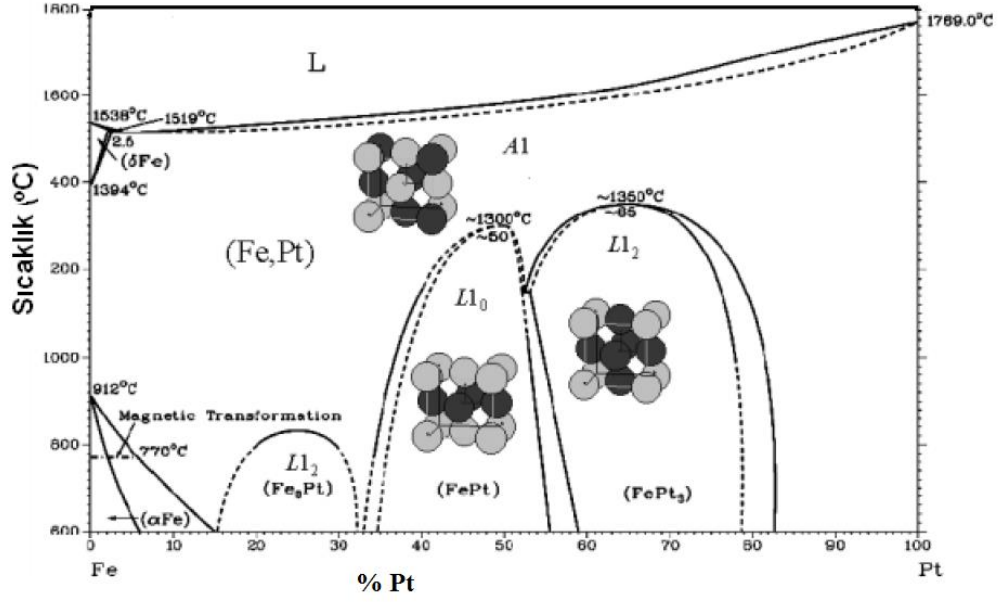


olmaktadır. Bu etki Gambardella tarafından Pt(111) yüzeyi üzerine büyütülen Co filmde gözlemlenmiştir (Gambardella vd., 2003).



Şekil 3. Bazı alaşım yapıların doyum mıknatıslanmasına bağlı manyetokristal anizotropi değerleri.

Literatürde FePt alaşımlar konusunda yapılan çalışmalarda, FePt yapıların Şekil 4'te görüldüğü gibi hazırlanma sıcaklığına bağlı olarak kristal yapısının atomik düzensiz yapıdan Yüzey Merkezli Kübik (FCC) yapıya (yüksek sıcaklık A1 fazı) oradan da Yüzey Merkezli Tetragonal (FCT) yapıya ve dolayısıyla da yüksek manyetokristal anizotropisine sahip olduğu düşük sıcaklık L<sub>10</sub> fazına geçiş yaptığını gözlemlenmiştir (Gutfleish vd., 2005).



Şekil 4. FePt alaşım yapılarının faz diagramı.

FePt alaşım yapılarının literatürde sadece  $L1_0$  fazına sahip oranları için Ferromanyetik Rezonans (Ferromagnetic Resonance, FMR) deneyleri gerçekleştirildiği rapor edilmiştir (Martins vd., 2007). Fakat diğer konsantrasyonlar için FMR çalışması bulunmamakta olup manyetik anizotropileri detaylı olarak mevcut değildir. FePt yapılarının hazırlanmasında literatürde genellikle Magnetron Sputtering Deposition tekniği kullanılmıştır (Martins vd., 2007). Bunun yanı sıra Moleküler Beam Epitaksi tekniği kullanılarak da gerçekleştirilen çalışmalar bulunmaktadır. FePt yapılarının Exchange Bias Etkisi gösteren yapılarda FM tabaka olarak kullanılarak yapılan literatürde farklı çalışmalar bulunmasına rağmen yapılan proje içeriğindeki gibi ayrıntılı bir çalışma değildir.

Proje kapsamında yapılan ve devam edecek olan çalışmalarda bu eksiklikler daha ayrıntılı manyetik karakterizasyonların yanında koruyucu ve ara tabaka olarak kullanılan malzemelerin kalınlık ve türüne bağlı olarak giderilmeye devam edecektir.

### 2.3 CoO Yapılar

CoO yapılarının iki kararlı bir de kararsız olmak üzere üç çeşit faza sahip oldukları bilinmektedir (Ok ve Mullen, 1968). CoO yapılarının sahip oldukları bu fazlar arasında geçişler gözlenmektedir. Bu geçişler numune hazırlama koşullarına bağlıdır. Özellikle hazırlanma



aşamasında sistem sıcaklığının ve sistemde bulunan oksijen ( $O_2$ ) basıncının etkisi bu fazları belirleyici durumlardır. Belirlenen parametreler ile CoO bir yapının faz diyagramları elde edilebilir (Seehra ve Wijn, 1992).

Yapısal olarak CoO yapılar FCC kristal yapısına sahiptirler. Ayrıca manyetik özelliği karakteristik olan ve proje kapsamında incelenmiş olan Exchange Bias Etkisi çalışmalarında kritik bir öneme sahip olan Néel sıcaklığı da yaklaşık 291 K'dir.

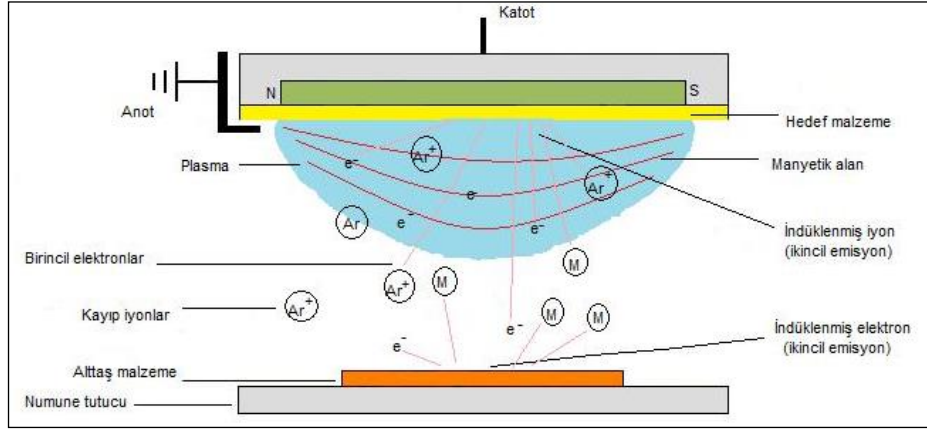
### 3. GEREÇ ve YÖNTEMLER

Proje kapsamında kullanılan teknikler bu kısımda teorik olarak açıklanmıştır. Kullanılan cihazlar ve elde edilen sonuçlar daha sonraki bölümde belirtilecektir.

#### 3.1 Magnetron Sputterin Deposition Tekniği

Fiziksel kaplama yöntemleri sıcaklıkla sağlanabildiği (buharlaştırma) gibi momentum aktarımı sayesinde parçacıkların koparılması yoluyla da gerçekleşebilmektedir. Sputtering kelimesi, yüzeye çarpan iyonların, enerjilerine göre belirli sayıda atomlardan oluşan parçacıkları kopartarak saçılmaları anlamında kullanılmaktadır (Zalm, 1988). Magnetron Sputterin Deposition sistemleri ince film üretimi çalışmalarında oldukça yaygın olarak kullanılan ve istenilen numunelerin yüksek başarı ile elde edilebildiği sistemlerdir. Bu sistemlerde yüzey pürüzsüzlüğü, kaplama homojenliği, hedef malzeme çeşitliliği, alayım oluşturabilme, kontrollü oksit yapı elde edebilme, atomların yüzeye iyi tutunabilmeleri ve yüksek hızda kaplanabilme özellikleri pahalı sistem olmalarından kaynaklı dezavantajının yanındaki yüksek başarı hedeflenmesine sebep olan avantajlardır.

Magnetron Sputtering Deposition tekniği, mekanik yöntemlerle atom sökülmesinin temel alındığı bir ince film büyütme yöntemidir. Diğer ince film hazırlama yöntemlerine kıyasla sahip olduğu avantajlar ile hem akademik araştırmalarda hem de endüstride yaygın bir kullanım alanı vardır. Şekil 5'te gösterildiği gibi Magnetron Sputtering işlemi, sistem içerisine gönderilen yüksek saflıktaki Ar gazının yüksek elektrik alan altında iyonize edilerek hedef malzeme (target) üzerine çarptırılmasıyla, hedef malzemenin hem nötr atomların hem de elektronların sökülmesi şeklinde gerçekleşmektedir (Aköz, 2015). Sökülen elektronlar hedef malzemenin hemen önünde oluşturulan manyetik alan ile tekrardan hedef malzemenin yüzeyine çarptırılmakta ve hedef malzeme yüzeyinden malzeme sökme süreci devam ettirilmektedir.



Şekil 5. Magnetron Sputtering prosesinin şematik gösterimi.

### 3.2 X-ışını Fotoelektron Spektroskopi Tekniği

X-ışını Fotoelektron Spektroskopi tekniği (X-Ray Photoelectron Spectroscopy, XPS), yüksek hassasiyetli yüzey analiz tekniklerinden biridir. Manne Seigbahn tarafından ilk kez 1951'de keşfedilmesine rağmen, tek bir çalışmanın sonucunda ortaya çıkmamıştır. Gerek kullanılan X-ışınları gerekse bu tekniğin temelinde yatan fiziksel olay olan fotoelektrik etki bu tekniğin keşfedilmesine olanak sağlamıştır.

XPS tekniğinin oluşmasına ilk katkısı H. Hertz yapmıştır (Hertz, 1887). Hertz, çalışmaları sonucunda ışığın elektronik sistemlerde bir etkiye sebep olduğunu gözlemlemiştir. Hertz'ten sonra A. Einstein fotoelektrik etkiyi teorik olarak kuantum mekaniksel olarak açıklamıştır (Einstein, 1905). Bu çalışmasından dolayı da 1921 yılında Nobel Fizik Ödülü'nü almaya hak kazanmıştır.

XPS tekniğinde, kullanılan X-ışınları ile incelenecek yüzeyin etkileşmesi sonucunda yüzeyden kopan fotoelektronların analizör yardımıyla okunması söz konusudur. Bunun sonucunda ise fotoelektronların kinetik enerjilerindeki değişime göre yoğunluk spektrumu elde edilir. Aynı şekilde fotoelektronların bağlanma enerjilerindeki değişime göre yoğunluk spektrumları da incelenen yüzeyin elementel analiz, kimyasal stokiyometri ve mevcut olan kimyasal bağlar hakkında bilgi sahibi olunmasını sağlar.

Kullanılan X-ışını kaynakları monokromatiktir (tek dalga boyuna sahip). XPS tekniklerinde yaygın olarak X-ışını kaynağı olarak 1486.6 eV'a sahip Al-K $\alpha$  ile 1253.6 eV'a sahip Mg-K $\alpha$  anotlarından biri kullanılır. Farklı anot kullanılarak elde edilen X-ışınları, sahip oldukları enerji farklılıkları nedeniyle yüzeyi incelenen malzemelerin iç kabuğunda bulunan farklı enerjiye sahip elektronların uyarılmasına sebep olur. İç kabuktan uyarılma sonucu sökülen

elektronların kinetik enerjileri, bağlanma enerjilerinin fonksiyonu olarak her bir element için karakteristik olan bir değere sahiptir. Elektron koparmak için kullanılan foton enerjisine göre bu sistemler çeşitlilik gösterir. Foton enerjisi olarak 200 – 2000 eV arasında olan X-Işınları kullanılırsa XPS tekniği olarak adlandırılır.

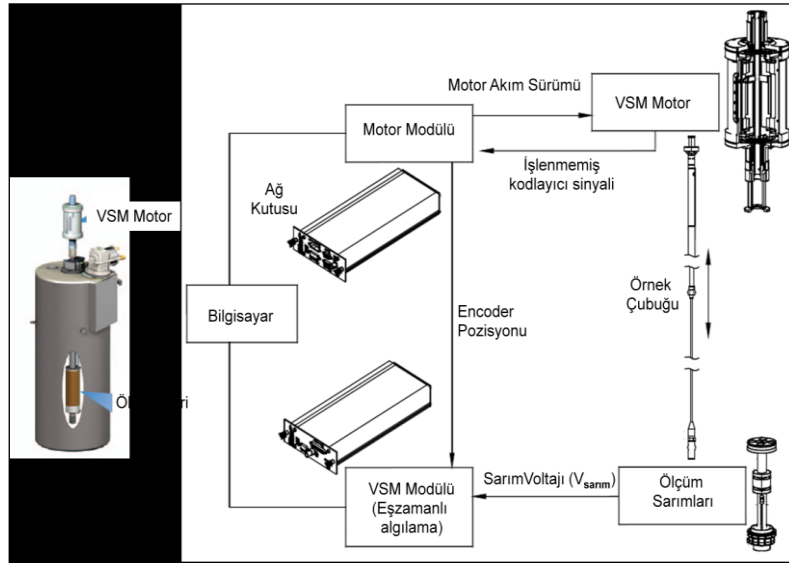
### 3.3 Manyeto-Optik Kerr Etkisi Tekniği

John Kerr Manyeto Optik Etki'yi gözlemlemek için yaptığı çalışmalarda parlatılmış elektromıknatıs kutbundan yansıyan polarize olmuş ışığı inceleyerek bunun Manyeto Optik Etki olduğunu fark etmiştir (Kerr, 1878). Kerr Etkisi, bu deneysel çalışmaların sonucunda manyetik alan uygulanan malzemeden yansıyan ışığın polarizasyondaki değişme olarak tanımlanmaktadır. 1985 yılında ise Sam D. Bader ve Qui bireysel çalışmalarında malzemelerdeki yüzey mıknatıslanmasını incelemek için bu etkiyi kullanarak bu deneysel yapıyı Yüzey Manyeto Optik Kerr Etkisi (Surface Magneto Optic Kerr Effect, SMOKE) olarak adlandırılmıştır (Qui ve Bader, 1999). Teknolojinin gelişmesiyle yüksek enerjili ışık demetlerinin kullanılması ile yüzeyden daha derine inilip analiz yapılmaya başlanmıştır. Bu sistemlere ise Manyeto Optik Kerr Etkisi (Magneto Optical Kerr Effect, MOKE) tekniği denilmektedir.

MOKE tekniği, temel olarak polarize olmuş ışık demetinin manyetik alan uygulanan bir manyetik malzemenin üzerinden yansıyan ışık demetinin bir analizör yardımı ile ışık demetinin polarizasyonunda meydana gelen değişimle incelenen malzemenin manyetik özelliklerinin gözlemlendiği bir tekniktir. MOKE sistemlerinde yüksek enerjili ve polarize olmuş olan lazerler kullanılır.

### 3.4 Titreşimli Örnek Manyetometrisi Tekniği

Titreşimli Örnek Manyetometresi (Vibrating Sample Magnetometry, VSM) ilk olarak 1959 yılında Simon Foner tarafından keşfedilmiştir (Foner, 1959). Bu teknik kullanılarak malzemelerin manyetik karakterizasyonları yapılabilir (Foner, 1959). Manyetik karakterizasyon sonucu olarak malzemelerin koersif alanlar, doyum mıknatıslanması, kalıcı mıknatıslanma, manyetik geçirgenlik ve manyetik duygunluk gibi karakteristik özellikleri elde edilebilir. Bunun yanında sıcaklığa bağlı olarak da FM malzemelerin Curie Sıcaklıkları ile AFM malzemelerin Néel Sıcaklıkları belirlenebilir.



Şekil 6. Yaygın olarak kullanılan sıradan bir VSM sisteminin iç mekanizmasının şematik gösterimi.

Şekil 6’da gösterilen numune, sarımlara yakın mesafede aşağı-yukarı titreşim hareketi yaparak sarımlarda bir voltaj indükler. Bu esnada sarımlardan geçen toplam manyetik akı,  $\omega = 2\pi f$  ve  $C_1$  ile  $C_2$  sabitler olmak üzere,  $\phi = C_1 H + C_2 m \sin(\omega t)$  olur. Faraday yasasına göre sarımlarda indüklenen voltaj,

$$V_{ind} = -\frac{d\phi}{dt} = -C_2 m \sin(\omega t) \quad (\text{Eşitlik 1})$$

olarak bulunur. Voltajı belirleyen tek değişken olan, manyetik malzemenin momentidir. İndüklenen voltaj küçük olsa dahi, sisteme entegre yükselticiler ile okunacak seviyeye getirilebilir.

VSM sistemlerinde yüksek manyetik alana ulaşmak için sıradan elektromıknatıslar gibi geleneksel elektromıknatıslar yerine süperiletken solenoidler kullanılır. Bilindiği üzere, süperiletkenliğin gözlenebilmesi için çok düşük sıcaklığa inilmelidir. Bu nedenle soğutma haznesine sıvı helyum (LHe) eklenerek istenilen sıcaklığa inilmesi sağlanır.

#### 4. BULGULAR

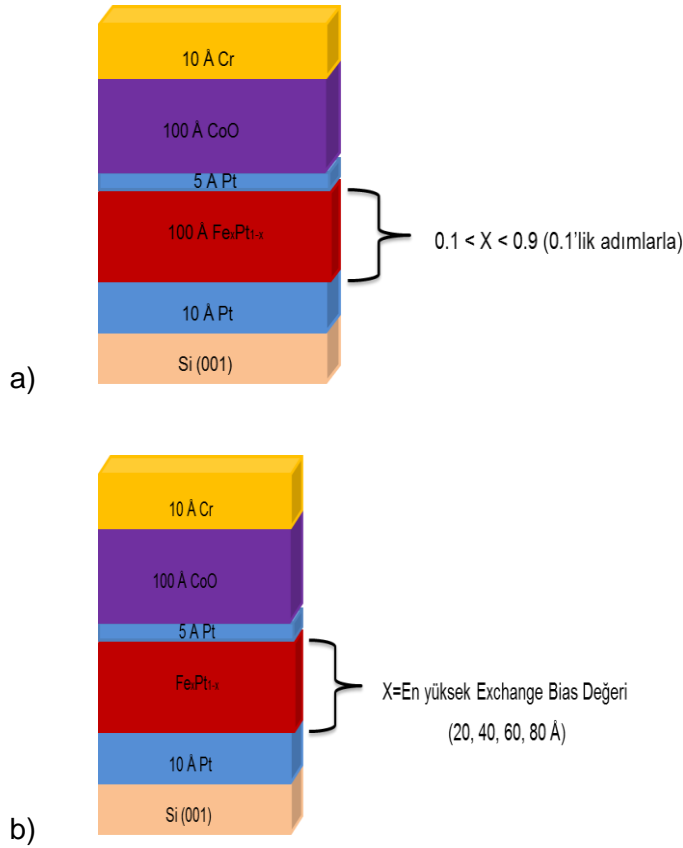
Proje kapsamında elde edilen deneysel sonuçlar bu bölümde verilerek Tartışma / Sonuç bölümünden önce bunlara kısaca değinilmiştir. Proje basamaklarından ilki olan manyetik ince film tabakalar Magnetron Sputtering Deposition tekniği ile hazırlanmıştır. İki aşamadan oluşan projemiz kapsamında üzerinde çalışılan  $Fe_xPt_{1-x}/CoO$  sistemlerinin yapısı Şekil 7’de gösterilmektedir. Şekil 7.a’’da verilmiş olan FePt alaşım manyetik ince filmlerin kimyasal kompozisyonuna bağlı yapıların incelenmesi ilk aşamayı oluşturmaktadır. Ayrıca ilk aşamada elde edilen sonuçlar ikinci aşamada incelenen kalınlığa bağlı olan yapıların FM tabakasının hangi kimyasal oranda olması gerektiğini belirleyen bir referans çalışması olarak gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan numunelerde Si (001) yönelimine sahip alttaş (substrate) kullanılmıştır. Si alttaş üzerine malzemenin yüzey bozukluklarından ve manyetik özellikler üzerinde olabilecek negatif etkileri ortadan kaldırmak için 10 Å Pt tabaka büyütülmüştür.

Proje kapsamında hazırlanan yapılarda AFM malzeme olarak kullanılması önerilen ve FM tabakaların üzerine büyütülmüş olan CoO tabakalar Magnetron Sputtering Deposition tekniğinin reaktif kaplama seçeneği kullanılarak 100 Å olarak hazırlanmıştır.

AFM ve FM tabakalar arasında ise ara tabaka olarak 5 Å Pt büyütülmüştür. Bunun sebebi olarak XPS karakterizasyonu yapılacak olan FM tabakaların oksitlenmesini engellemenin yanında CoO tabakanın hazırlanması sırasında FePt tabakanın oksitlenmesinin önüne geçilmesinin hedeflenmesidir. FM tabaka olarak ilk aşamada 100 Å kalınlığında  $Fe_xPt_{1-x}$  ( $0.10 < x < 0.90$ ,  $x=0.1$ ’lik adımlarda değişen) ve farklı kimyasal oranlarda büyütülmüştür. İkinci aşamada ise ilk aşamada yapılan çalışmalar referans alınarak en yüksek Exchange Bias Etkisi’nin gözlemlendiği oran için  $Fe_{0.70}Pt_{0.30}$  FM tabakanın kalınlığı azaltılarak (20, 40 60 ve 80 Å) hazırlanan yapılarda Exchange Bias Etkisi incelenmiştir.

En üst tabaka olan koruyucu tabaka ise hazırlanan yapıların fiziksel olarak yapının zarar görmesini engellemek için büyütülmüştür.





Şekil 7. Proje kapsamında hazırlanan numunelerin yapısı. a) Farklı kimyasal orana sahip FM tabakalı numune yapısı. b) En yüksek Exchange Bias Etkisi gözlenen numunenin farklı FM tabaka kalınlığına sahip numune yapısı.

Proje kapsamında hazırlanan numuneler Sakarya Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarı'nda kurulu bulunan VAKSİS marka Angora modeli Magnetron Sputtering Deposition sistemi ile hazırlanmıştır. FePt yapıların kalınlık ölçümleri, sistem içerisinde ince filmlerin büyütülmesi sırasında QCM (Quartz Crystal Monitoring) ile gerçekleştirilmiştir. Kimyasal oranların hesabı için ise Gebze Teknik Üniversitesi'nde Yüzey Fiziği Laboratuvarı'nda kurulu bulunan XPS (X-Ray Fotoelektron Spektroskopisi) tekniği kullanılmıştır. Sakarya Üniversitesi'nde hazırlanan FePt manyetik ince filmlerin GTÜ'ye analiz için götürülmesi sırasında oluşabilecek oksitlenme gibi etkileri ortadan kaldırmak için filmlerin üzeri yaklaşık 5 Å Cr ile kaplanmıştır. Cr için bu kalınlığın FM ile AFM tabakalar arasında EB Etkisinin gözlenmesine etkisi olmadığı proje yöneticisinin önceki çalışmalarında gözlenmiştir. Cr literatürde oksitlenmeye karşı en iyi korucu malzemelerden biri olarak bilinmektedir. (Akdoğan vd., 2015). Pt'in koruyucu tabaka olarak kullanılmamasının nedeni FePt alaşım filmin kimyasal kompozisyonunun tam olarak belirlemek istenmesinden kaynaklanmaktadır.

Hazırlanan FePt numunelerin kimyasal oranlarının tespit edilmesinin ardından hazırlanan numunelerde ara tabaka olarak proje kapsamında önerildiği gibi 5 Å Pt kullanılarak gerçekleştirilmiş ve manyetik karakterizasyonlarına geçilmiştir. GTÜ'de kurulu bulunan oda sıcaklığında manyetik karakterizasyonları gerçekleştiren MOKE tekniği ile her bir numunenin mıknatıslanma yönelimi belirlenmiştir. Son olarak da GTÜ'de kurulu bulunan VSM tekniği kullanılarak düşük sıcaklıklarda Exchange Bias Etkisi değerleri ve Engelleme Sıcaklıkları (Blocking Temperature) değerleri belirlenmiştir.

#### **4.1 Manyetik İnce Film Tabakalarının Hazırlanması**

Proje kapsamında hazırlanan numuneler, Magnetron Sputtering Deposition sisteminde hazırlanmıştır. Magnetron Sputtering Deposition tekniği, manyetik çok katlı yapıların hem temel araştırmalarda hem de endüstriyel seri üretimde teknoloji firmaları tarafından yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Bu teknik ile proje kapsamında hazırlanan numuneler için alttaş malzeme (substrate) olarak tek tarafı parlatılmış Si (001) kullanılmıştır. İnce film yapıların hazırlanma işleminden önce Si alttaş malzeme Magnetron Sputtering Deposition sistemi içerisindeki etching opsiyonu ile 10 dakika boyunca yüzeyi temizlenerek yüzey pürüzlülüğünün katkısı ortadan kaldırılmıştır. Bu işlemin ardından alttaş malzeme 600°C sıcaklıkta vakum şartlarında annealing işlemine tabii tutulmuştur. Tüm bu işlemler Si alttaş malzemenin yüzeyinin temizlenmesi için gerçekleştirilmiştir. Bu yüzey temizleme işlemlerinin ardından manyetik film tabakalarının büyütme işlemine geçilmiştir.

Proje kapsamında hazırlanan numunelerin FM tabakaların vakum şartlarında 400°C, AFM tabakaların ise aynı şartlarda oda sıcaklığında hazırlanmıştır. Numunelerin hazırlanması aşamasında Sakarya Üniversitesi Merkezi Laboratuvarı'nda kurulu bulunan VAKSİS Angora model (Şekil 8) dört hedef malzemeli ve confocal olarak dizayn edilmiş Magnetron Sputtering Deposition sistemi kullanılmıştır.



Şekil 8. Sakarya Üniversitesi Merkez Laboratuvarı'nda kurulu bulunan VAKSİS Angora model Magnetron Sputtering Deposition kaplama sisteminin dış ve iç görünüşü.

Hazırlanan tabakaların kalınlıklarının kontrolü yine Sakarya Üniversitesi'nde kurulu Magnetron Sputtering Deposition sistemine bağlı bulunan kalınlık ölçümleri QCM yaklaşık  $\pm 2$  Å hassasiyetinde gerçekleştirilmiş olup hedeflenen kalınlıkların kontrolü yapılmıştır. Tabaka tabaka hazırlanan FePt ve CoO tabakalarının kimyasal oranının tespiti projeye destekte bulunacağını yazılı olarak beyan etmiş olan Gebze Teknik Üniversitesi (GTÜ) Yüzey Fiziği Laboratuvarı'nda kurulu bulunan XPS tekniği ile gerçekleştirilmiştir.

Numunelerin hazırlanması aşamasında ilk olarak kaplama parametreleri belirlenmiştir. FM tabaka olan FePt tabakası hazırlanırken Magnetron Sputtering Deposition tekniğinin co-sputtering özelliği kullanılmıştır. Bu özellik kullanılırken hem Fe hem de Pt hedef malzemelerinde plazma bulunmaktadır. Bu plazmalar birbirlerinden uzakta olup herhangi bir şekilde birbirleri ile etkileşime girmemektedir. Hazırlanan numuneler bilgisayar kontrolü ile hangi hedef malzemenin plazmasında ne kadar süre kalacağını belirtilmiş olup bu süreler de Tablo 1'de saniye cinsinden verilmiştir. Bu süreler her bir element için kaplama hızı kullanılarak belirlenmiştir. Fe ve Pt'in kaplama hızları için ayrı ayrı kaplamalar yapıp üzerlerine 5 Å koruyucu tabaka kaplanıp XPS tekniği kullanılarak belirlenmiştir. FM tabakadaki FePt yapısının istenilen kimyasal oranlarda olup olmadığı her bir numunenin FM tabakası hazırlandıktan sonra XPS tekniği ile incelenmiştir. Bu sonuçlar XPS karakterizasyonu kısmında açıklanmıştır. FM tabakalar hazırlandıktan sonra bu tabakaların üzerine AFM tabaka olan CoO yapılar hazırlanmıştır.

Tablo 1. Farklı kimyasal oranlardaki FePt tabakaların kaplama süreleri.

Numune	Fe kaplama süresi	Pt kaplama süresi
Fe <sub>0.1</sub> Pt <sub>0.9</sub>	1	11
Fe <sub>0.2</sub> Pt <sub>0.8</sub>	2	10
Fe <sub>0.3</sub> Pt <sub>0.7</sub>	3	9
Fe <sub>0.4</sub> Pt <sub>0.6</sub>	4	8
Fe <sub>0.5</sub> Pt <sub>0.5</sub>	5	7
Fe <sub>0.6</sub> Pt <sub>0.4</sub>	6	5
Fe <sub>0.7</sub> Pt <sub>0.3</sub>	7	4
Fe <sub>0.8</sub> Pt <sub>0.2</sub>	8	3
Fe <sub>0.9</sub> Pt <sub>0.1</sub>	9	1

AFM tabaka olan CoO tabakanın kaplanması ise FM tabakaninkinden farklıdır. Oda sıcaklığında reaktif kaplama yöntemi ile sisteme oksijen verilerek vakum şartlarında proje yöneticisinin önceki çalışmalarında tecrübe edip belirlediği parametreler kullanılarak bu tabakalar hazırlanmıştır (Öztürk vd., 2012; Demirci vd., 2014; Akdoğan vd., 2015; Erkovan vd., 2016, 2017). Hazırlanan FM tabakanın üzerine herhangi bir oksitlenme gerçekleşmeden önce ve herhangi bir kaplama yapılmadan sisteme O<sub>2</sub> gazı verilip sistemin basıncı 1 x 10<sup>-5</sup> mbar seviyesine getirilir. Daha sonra da sisteme Ar gazı verilerek Tablo 2’de verilen şartlar sağlanarak CoO tabaka kaplanmıştır. Ar gazı verilirken Gaz Akış Kontrol cihazıyla (Mass Flow Controller, MFC) ile kontrollü olarak verilmiştir.

Tablo 2. Kullanılan CoO tabaka kaplama parametreleri.

Parametre	Değeri
z-position	100 mm
Power Act	40 W
Power Reflected	0
DC Bias	240 V
CL	740
CT	760
MFC <sub>Ar</sub>	3.2 sccm
MFC <sub>O2</sub>	0.2 sccm
P <sub>kaplama</sub>	1.25 - 1.3 x 10 <sup>-3</sup> mbar
Kalınlık	100 Å
Starting Power	100 W
Power	40 W
DC Bias	20 V
Timeout	120 s
Timer 1	60 s
Timer 2	60 s

Numunelerin her bir tabakası hazırlandıktan sonra XPS karakterizasyonları gerçekleştirilerek istenilen kimyasal oran ve yapıda olup olmadıkları kontrol edilmiştir.

#### 4.2 X-Ray Fotoelektron Spektroskopisi Karakterizasyonu

GTÜ Yüzey Fiziği Laboratuvarı'nda kurulu bulunan UHV sistemin bir diğer kısmı ise analitik vakum odasıdır (Şekil 9). Bu kısımda yüzey analiz teknikleri bulunmaktadır. Ayrıca epitaksiyel ultra ince filmler hazırlayabilmek için bir e-beam buharlaştırma sistemi de bulunmaktadır. Analitik vakum odasının temel vakum düzeyi <math>10^{-10}</math> mbar seviyelerindedir. Bu kısımda yüksek yüzey hassasiyetine sahip X-Ray Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) ile yine XPS temelli X-Ray Fotoelektron Difraksiyonu (XPD) ve yine difraksiyon temelli Düşük Enerji Elektron Difraksiyonu (LEED), Kütle Spektroskopisi tekniği (RGA) nin yanında çok yavaş hızlarda Sputter işlemi yapabilen yani alttaş malzeme üzerindeki filmi kaldırmak için kullanılan bir Sputter Gun'da bu kısım içerisinde bulunmaktadır. Yine yüksek yüzey hassasiyetli Auger Elektron Spektroskopisi (AES) tekniği de analitik vakum odası kısmında

bulunmaktadır. XPS ile yaklaşık 10 nm kalınlığa kadar bir bölgenin kimyasal kompozisyonu hakkında bilgi sahibi olunabilir. XPS ile aynı zamanda hazırlanan filmlerin kalınlık kalibrasyonlarında yüksek hassasiyetlerde yapılabilmektedir.

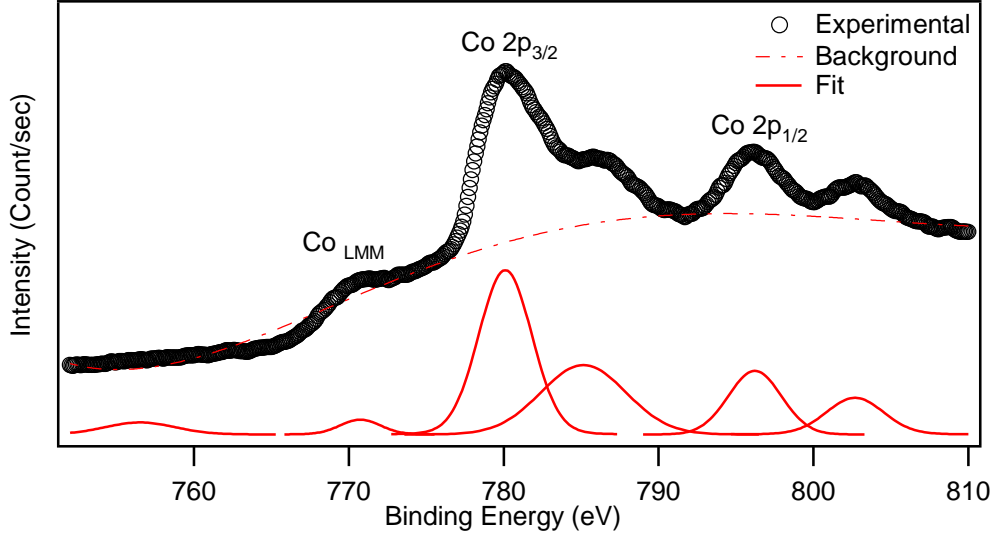


Şekil 9: GTÜ Yüzey Fiziği Laboratuvarı XPS sistemi.

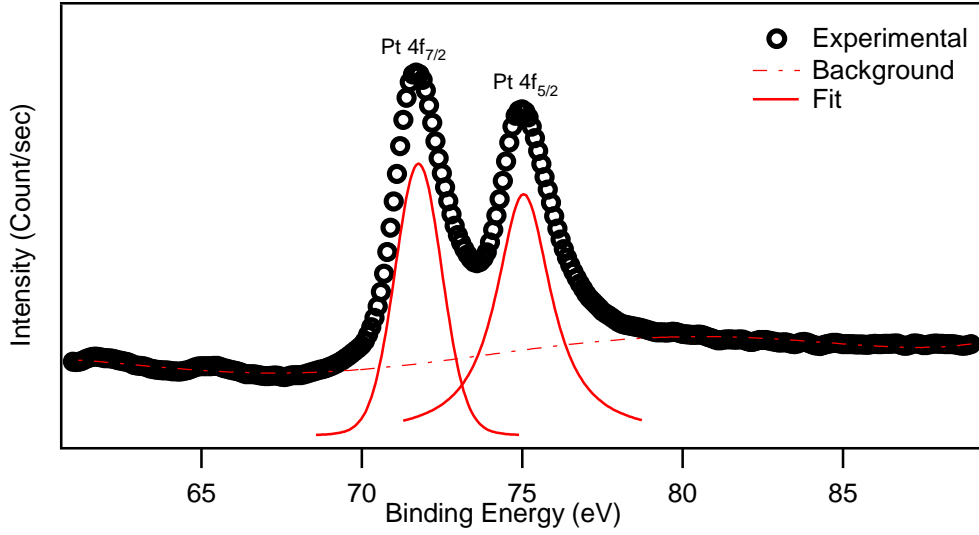
Proje kapsamında ilk aşamada hazırlanan numunelerin her birinin değişik kimyasal oranlardaki FM tabakaları hazırlandıktan sonra XPS karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlardan istenilen kimyasal oranlarda oldukları anlaşıldıktan sonra AFM tabakaları hazırlanmıştır. XPS karakterizasyonları süresince Analitik Vakum Odası  $<10^{-10}$  mbar seviyesinde tutulmuştur. Her bir numunenin FM tabakasının XPS sonuçları elde edilip incelenmiştir. Hazırlanan FM tabakaların üzerinde bulunan koruyucu tabakalardan (cap layer) dolayı XPS karakterizasyonu için vakumdan çıkarıldıkları zaman oksitlenmesinin önüne geçilmiştir.

Hazırlanan farklı kimyasal orana sahip numunelerin FePt tabakalarının XPS analizleri yapılarak tam kimyasal oranları belirlenmiştir. Bu kimyasal oranları tespit etmek için ilk olarak alaşım olan Fe ve Pt elementlerinin ayrı ayrı XPS piklerinin dar spektrumları alınmıştır. Daha sonra alt tarafta kalan background çıkarılarak uygun matematiksel fonksiyonlar ile fit işlemi gerçekleştirilmiştir. Ana piklerin altında kalan alan değerleri tespit edilerek hem XPS deney düzeneğine hem de her element için farklı olan Atomik Hassasiyet Faktörü (Atomic Sensitivity Factor, ASF)'ne bölünmüştür. Bu işlemin ardından Fe ve Pt elementleri için

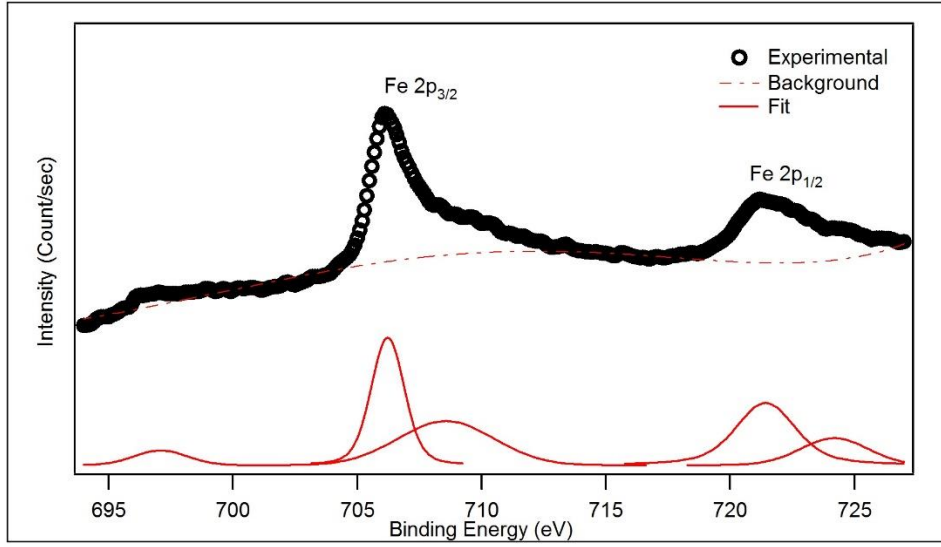
bulunan değerler birbirlerine oranlanarak incelenen numuneler için kimyasal kompozisyonlar belirlenmiştir. Şekil 10 ile Şekil 26 arasında analizleri yapılan numunelerin spektrumları verilmiştir.



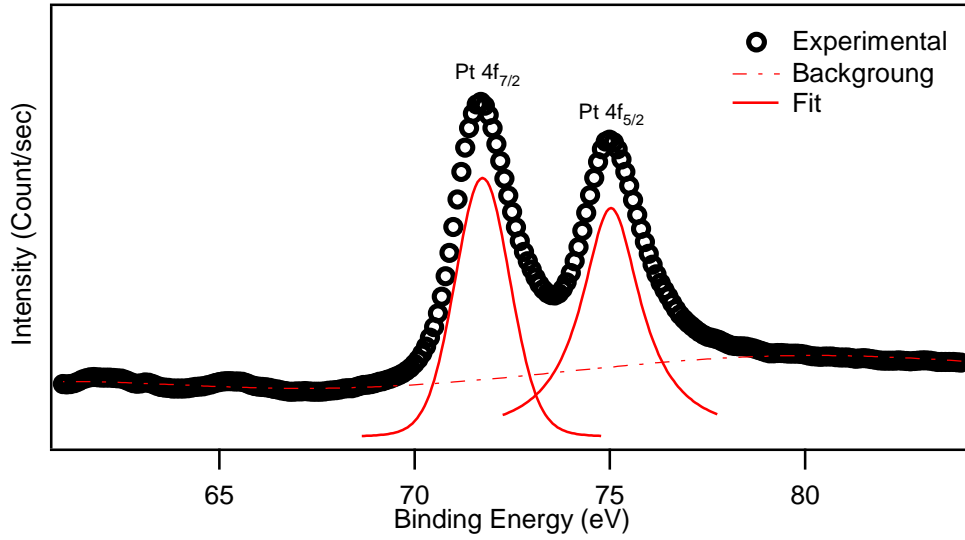
Şekil 10.  $\text{Fe}_{0.90}\text{Pt}_{0.10}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin  $\text{CoO}$ 'e ait XPS spektrumu.



Şekil 11.  $\text{Fe}_{0.90}\text{Pt}_{0.10}$  numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.

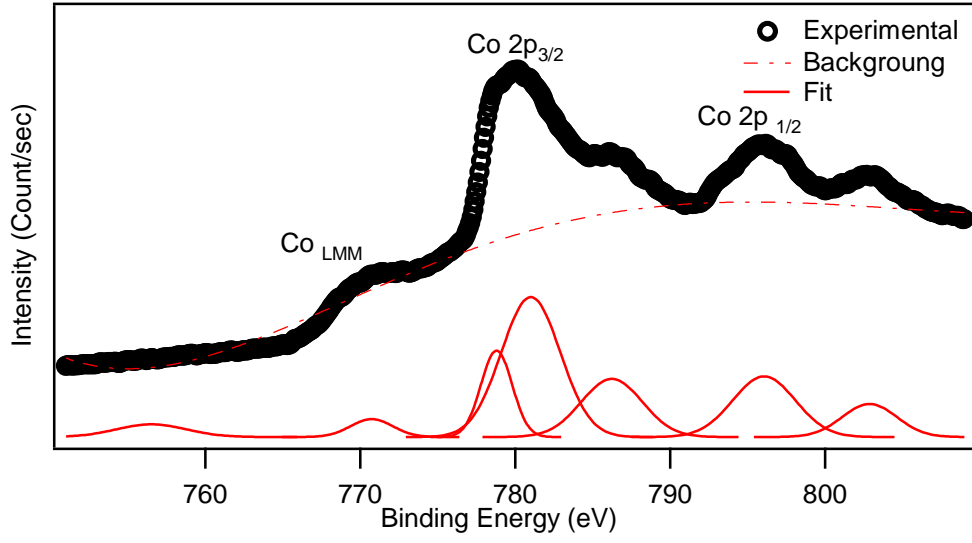


Şekil 12.  $\text{Fe}_{0.80}\text{Pt}_{0.20}$  numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.

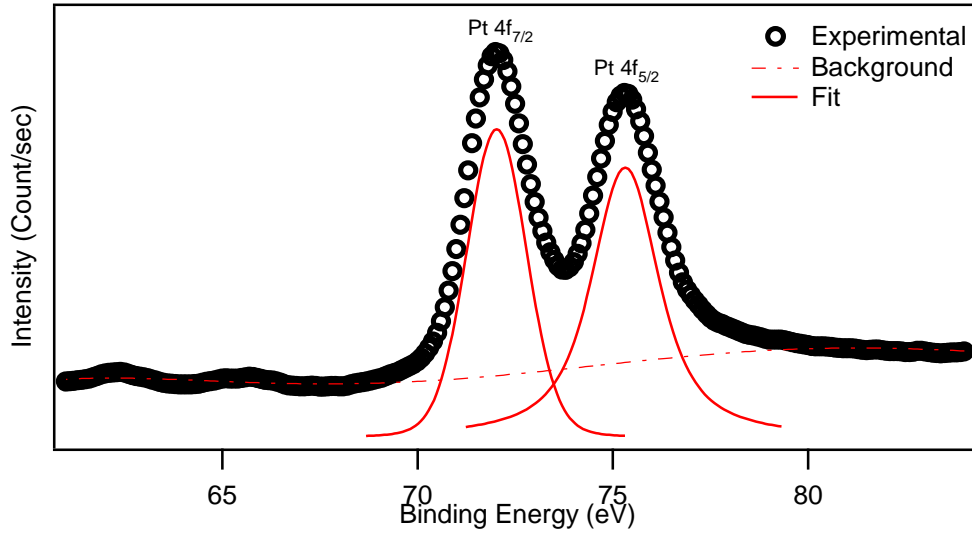


Şekil 13.  $\text{Fe}_{0.80}\text{Pt}_{0.20}$  numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.

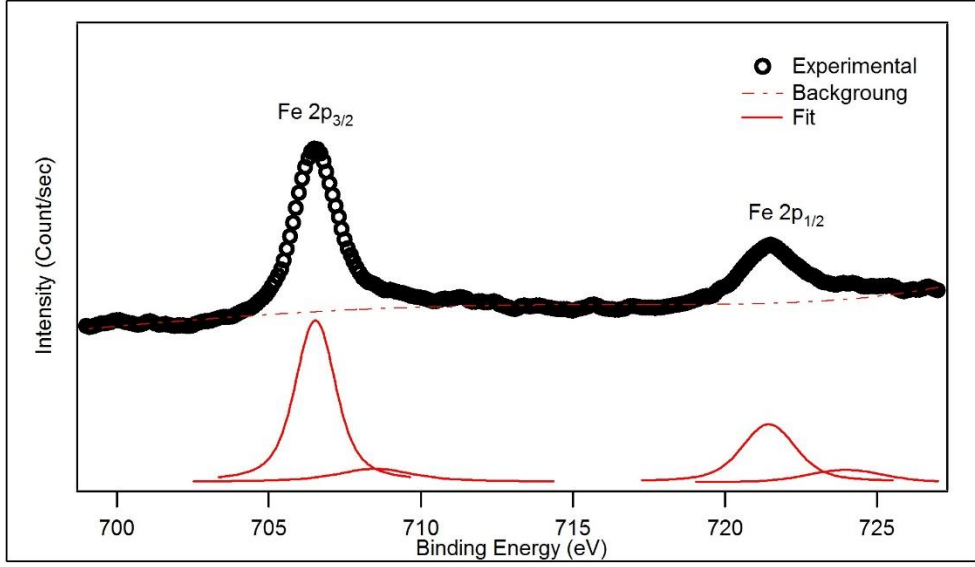




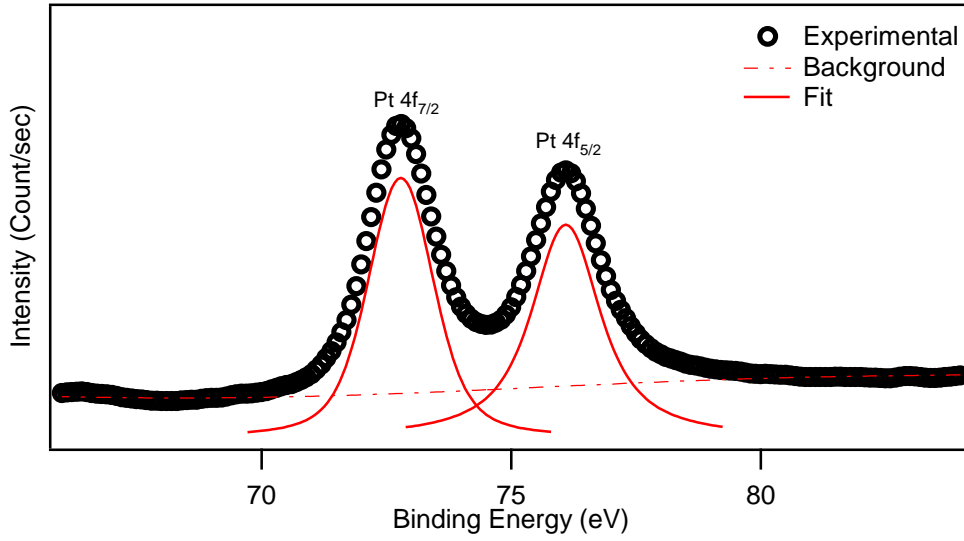
Şekil 14.  $\text{Fe}_{0.70}\text{Pt}_{0.30}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin  $\text{CoO}$ 'e ait XPS spektrumu.



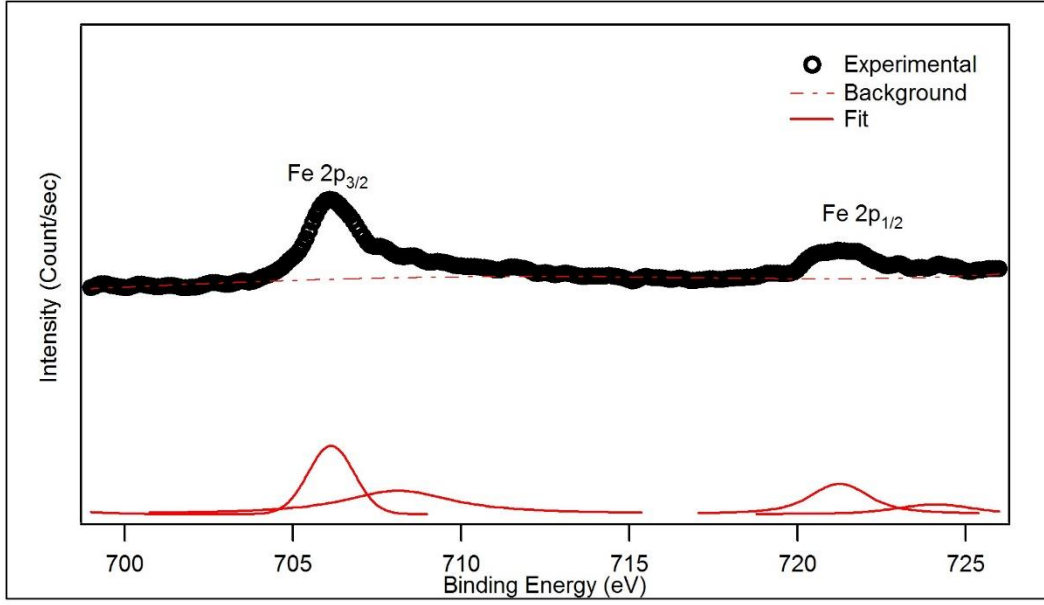
Şekil 15.  $\text{Fe}_{0.70}\text{Pt}_{0.30}$  numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.



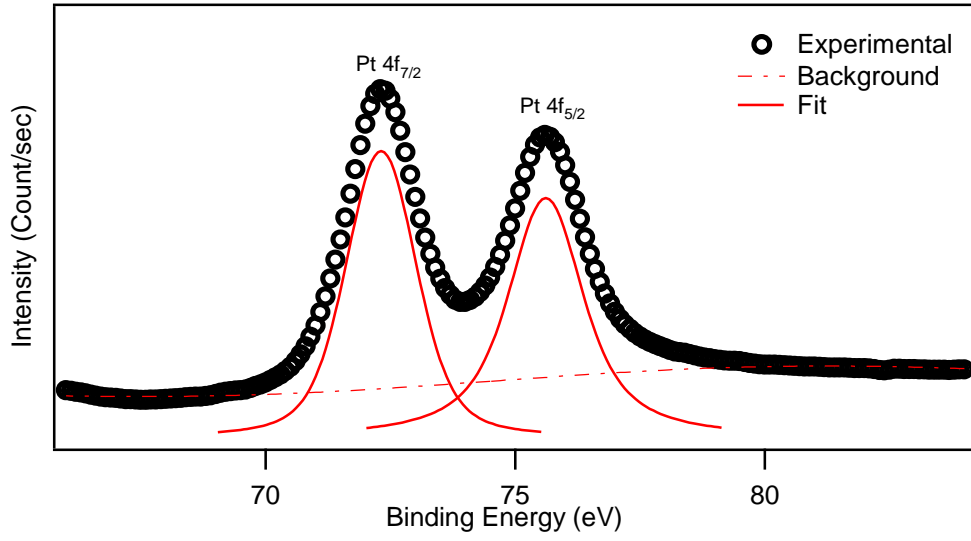
Şekil 16. Fe<sub>0.60</sub>Pt<sub>0.40</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.



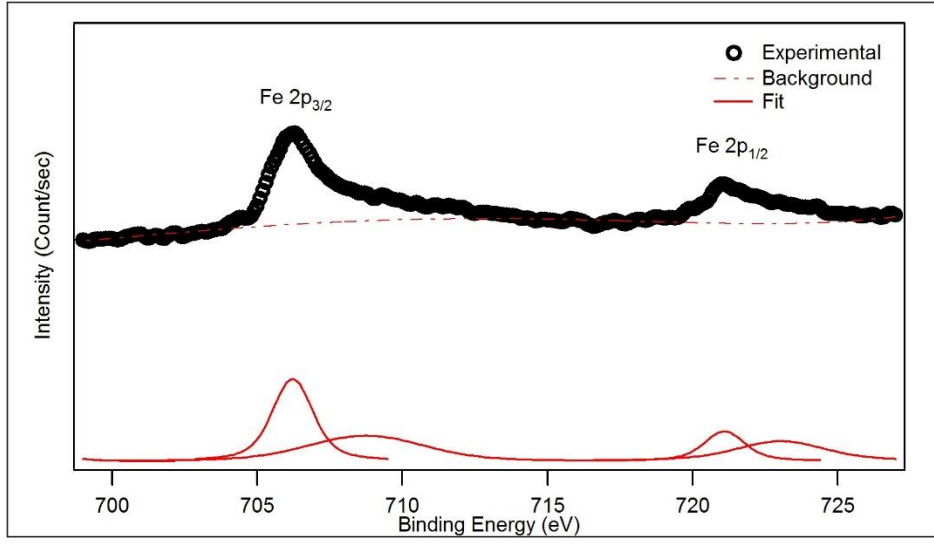
Şekil 17. Fe<sub>0.60</sub>Pt<sub>0.40</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.



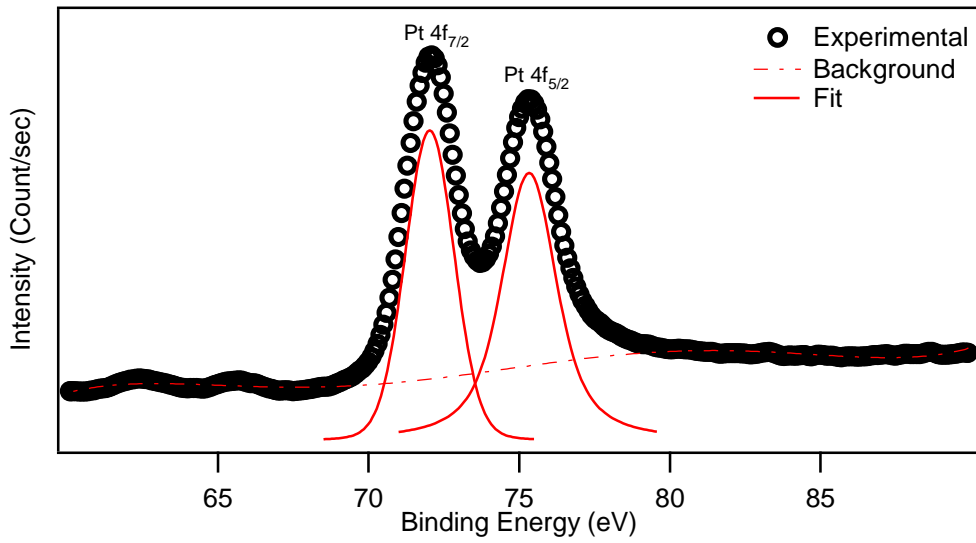
Şekil 18. Fe<sub>0.50</sub>Pt<sub>0.50</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.



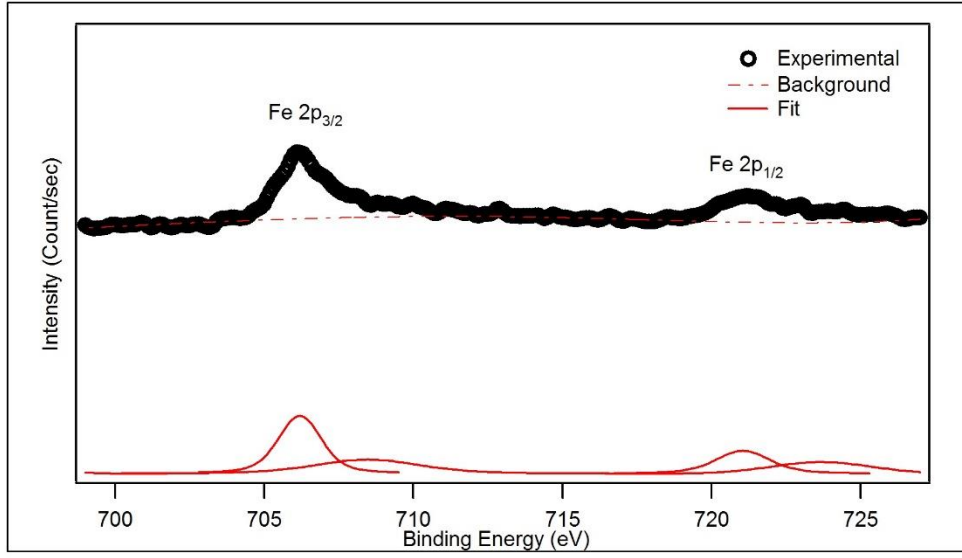
Şekil 19. Fe<sub>0.50</sub>Pt<sub>0.50</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.



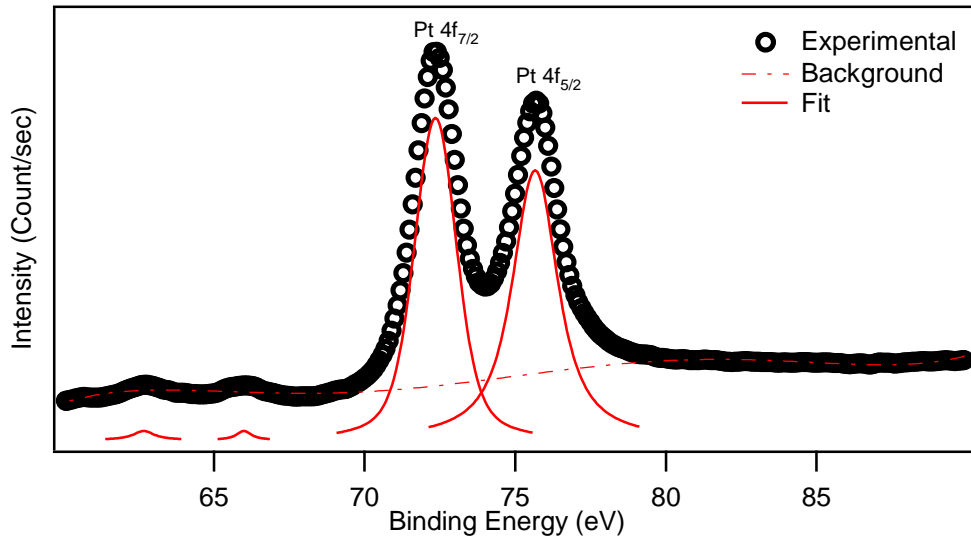
Şekil 20. Fe<sub>0.40</sub>Pt<sub>0.60</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.



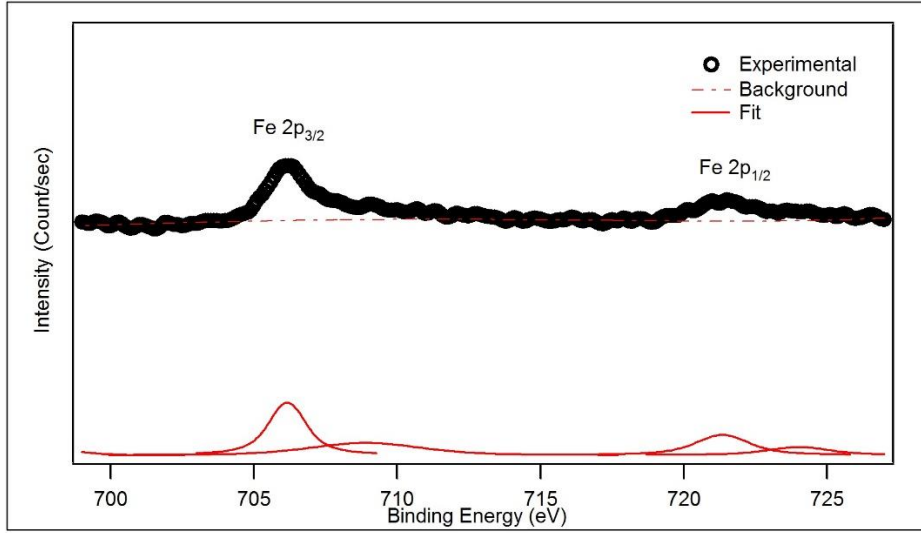
Şekil 21. Fe<sub>0.40</sub>Pt<sub>0.60</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.



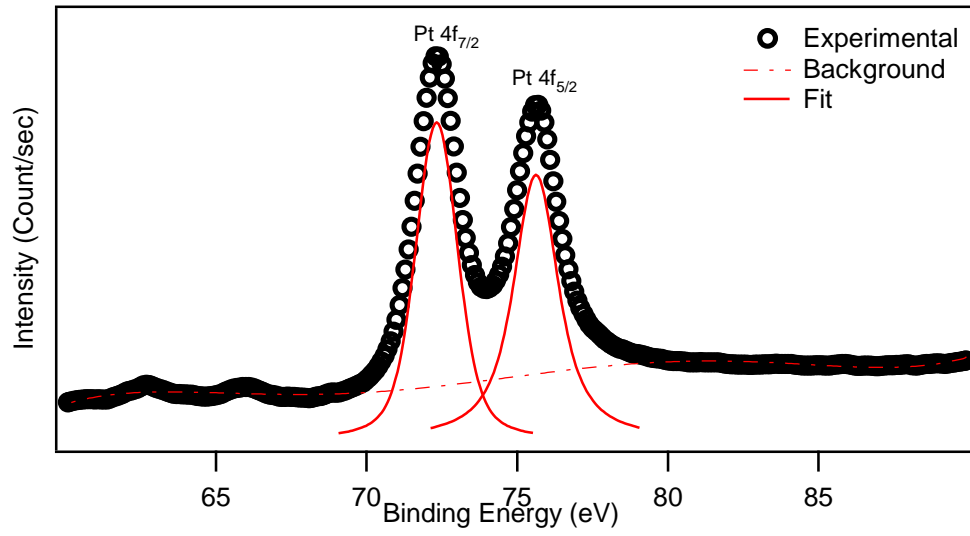
Şekil 22. Fe<sub>0.30</sub>Pt<sub>0.70</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.



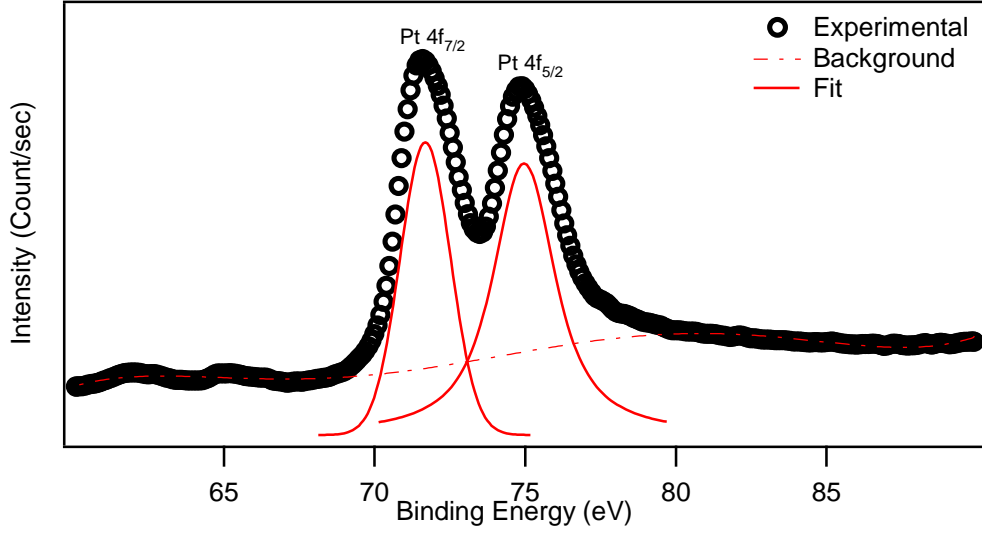
Şekil 23. Fe<sub>0.30</sub>Pt<sub>0.70</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.



Şekil 24. Fe<sub>0.20</sub>Pt<sub>0.80</sub> numunesinin Fe'e ait XPS spektrumu.



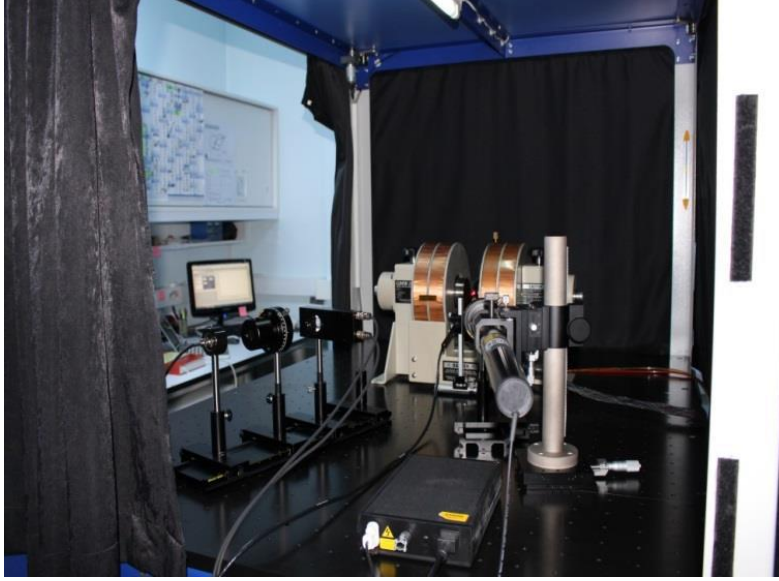
Şekil 25. Fe<sub>0.20</sub>Pt<sub>0.80</sub> numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.



Şekil 26.  $\text{Fe}_{0.10}\text{Pt}_{0.90}$  numunesinin Pt'e ait XPS spektrumu.

#### 4.3 Manyeto Optik Kerr Etkisi Karakterizasyonu

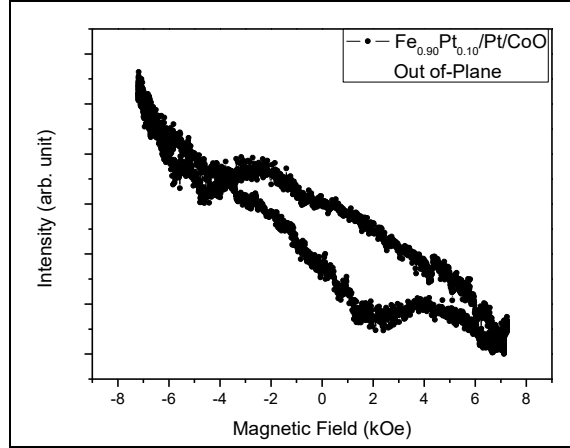
Proje kapsamında hazırlanmış olan numunelerin manyetik karakterizasyonlarının ilk aşaması olarak MOKE tekniği kullanılarak her bir numunenin mıknatıslanmasının hangi geometride olduğu belirlenmiştir. GTÜ Fizik Bölümü bünyesinde yer alan MOKE Laboratuvarı'nda nanoyapılı manyetik ince filmlerin oda sıcaklığında manyetik karakterizasyonu yapılmıştır. Çalışmalar esnasında ışık kaynağı olarak kırmızı He-Ne lazeri ( $\lambda=632$  nm) kullanılmıştır. Bunun dışında bir optik masa üzerinde üç boyutlu manipulatör, numune tutucu, çift kutuplu elektromıknatıs, analizör, polarizör, fotoelastik modülatör ve Hall sensöründen oluşan bilgisayar kontrollü sistem Şekil 27'de gösterilmiştir.



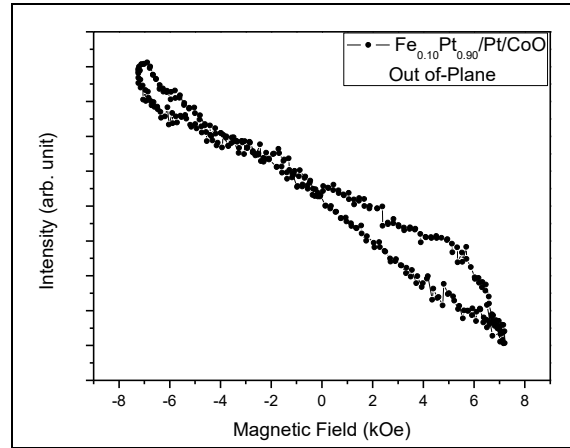
Şekil 27. GTÜ Fizik Bölümü MOKE Laboratuvarı.

Proje kapsamında ilk aşamada hazırlanan numunelerin oda sıcaklığında MOKE karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Numunelerin her biri In-Plane ve Out of-Plane geometrisinde incelenmiştir. Her numunede iki geometride de histeresis eğrisi gözlenmiştir. Bunun sonucunda her iki geometride de mıknatıslanma olduğu anlaşılmaktadır. Proje kapsamında sürenin kısıtlı olmasından dolayı çalışmanın son aşaması olan Exchange Bias Etkisi incelenmesi aşamasında literatürde In-Plane düzlemindeki çalışmalara kıyasla daha az bulunan Out of-Plane geometrisinde çalışmalara devam etme kararı alınmıştır. In-Plane geometrisindeki çalışmalar ise devam edecektir. Out of-Plane geometrisinde MOKE sisteminin açığa bağlı karakterizasyonları sistem kaynaklı olarak gerçekleştirilememektedir. In-Plane geometrisi için bu durum söz konusu olmamakla birlikte Tartışma kısmında ayrıntılı olarak bu duruma değinilecektir. MOKE karakterizasyonları gerçekleştirilen numunelerin Pt oranı en düşük ve en yüksek olanları Şekil 28 ve Şekil 29'da verilmiştir. MOKE karakterizasyonları gerçekleştirilen numuneler, projenin son aşaması olan EB Etkisi ve Engelleme Sıcaklığı inceleneleri için VSM karakterizasyonlarına geçilmiştir.





Şekil 28.  $Fe_{0.90}Pt_{0.10}/Pt/CoO$  numunesinin Out of-Plane MOKE ölçüm sonuçları.



Şekil 29.  $Fe_{0.10}Pt_{0.90}/Pt/CoO$  numunesinin Out of-Plane MOKE ölçüm sonuçları.

Projenin ikinci aşaması olan kalınlığı değişen FM tabakaların da kontrol amaçlı olarak Out of-Plane geometrisinde MOKE karakterizasyonları gerçekleştirilmiş olup histeresis eğrileri gözlenmiştir.

#### 4.4 Titreşimli Örnek Manyetometresi Karakterizasyonu

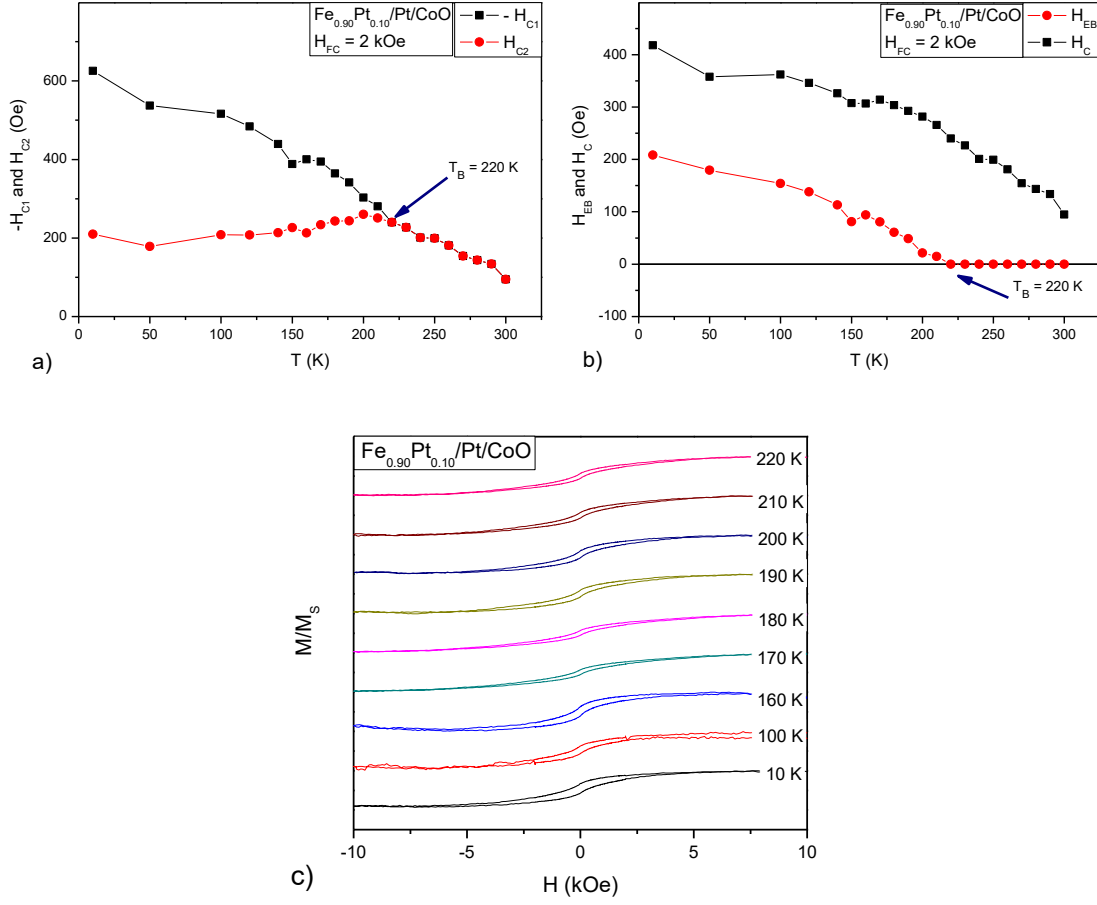
Proje kapsamında hazırlanan bütün numuneler GTÜ Fizik Bölümü bünyesinde bulunan Quantum Design PPMS 9T marka PPMS deney sisteminde gerçekleştirilmiştir. Kullanılan PPMS sisteminin mekanizması Şekil 30'da gösterilmiştir. Birinci grup olan farklı kimyasal oranlara sahip  $Fe_xPt_{1-x}/CoO$  yapıların 10 K ile 300 K arasında manyetik ölçümleri yapılmıştır.



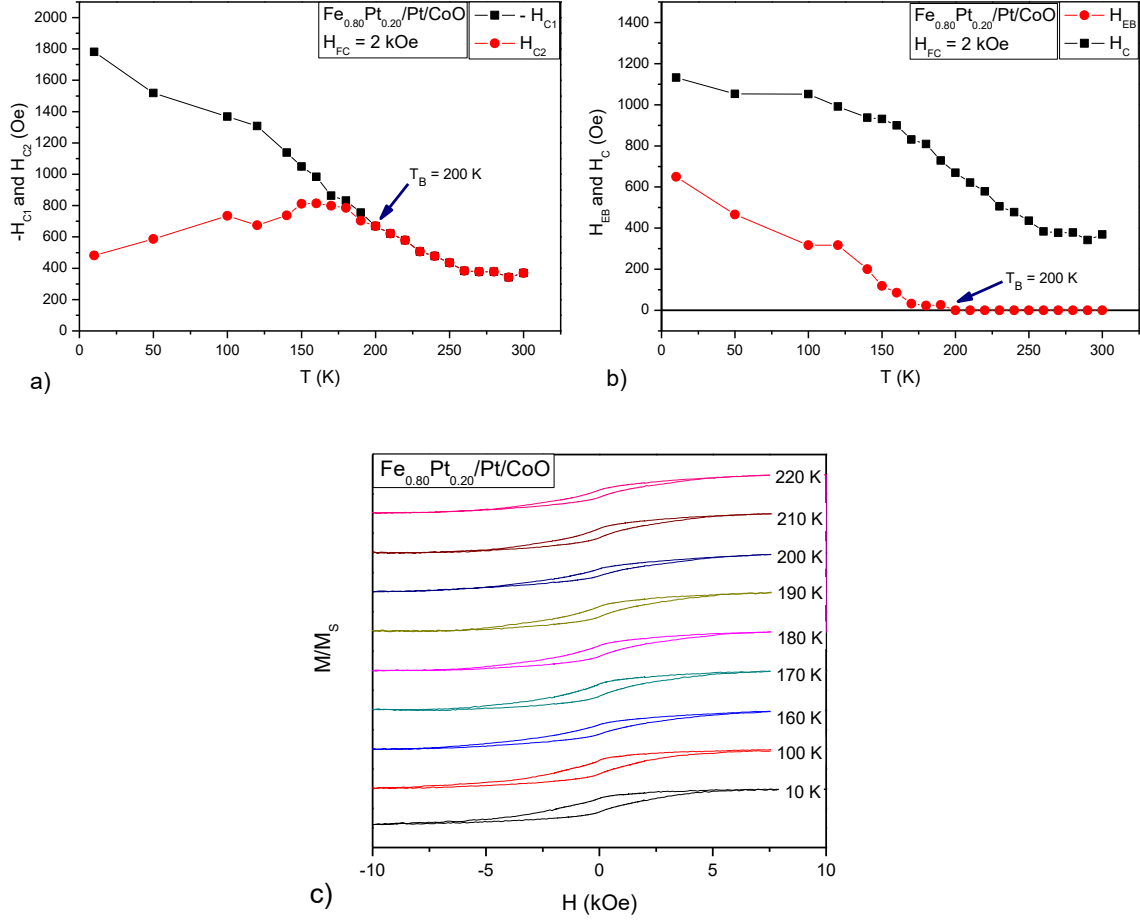
Şekil 30: GTÜ PPMS Laboratuvarı'nda kurulu bulunan VSM sistemi.

Hazırlanan tüm numunelerin Exchange Bias özellikleri ve Engelleme Sıcaklıklarının tespitinde şöyle bir yol izlenmiştir: AFM tabakanın CoO olmasından dolayı (Néel sıcaklığın 290 K civarında olması) numunelerin ayrıca ısıtılmasına gerek kalmamıştır. Numuneler bundan dolayı 10 K sıcaklığa 2 kOe alan altında soğutulmuş ve numune sisteminin bu sıcaklık değerine ulaşmasından sonra dış manyetik alan uygulaması durdurularak değişik düşük sıcaklıklardaki ölçümler gerçekleştirilerek Exchange Bias Etkisinin değeri ile Engelleme Sıcaklıkları tespit edilmiştir.

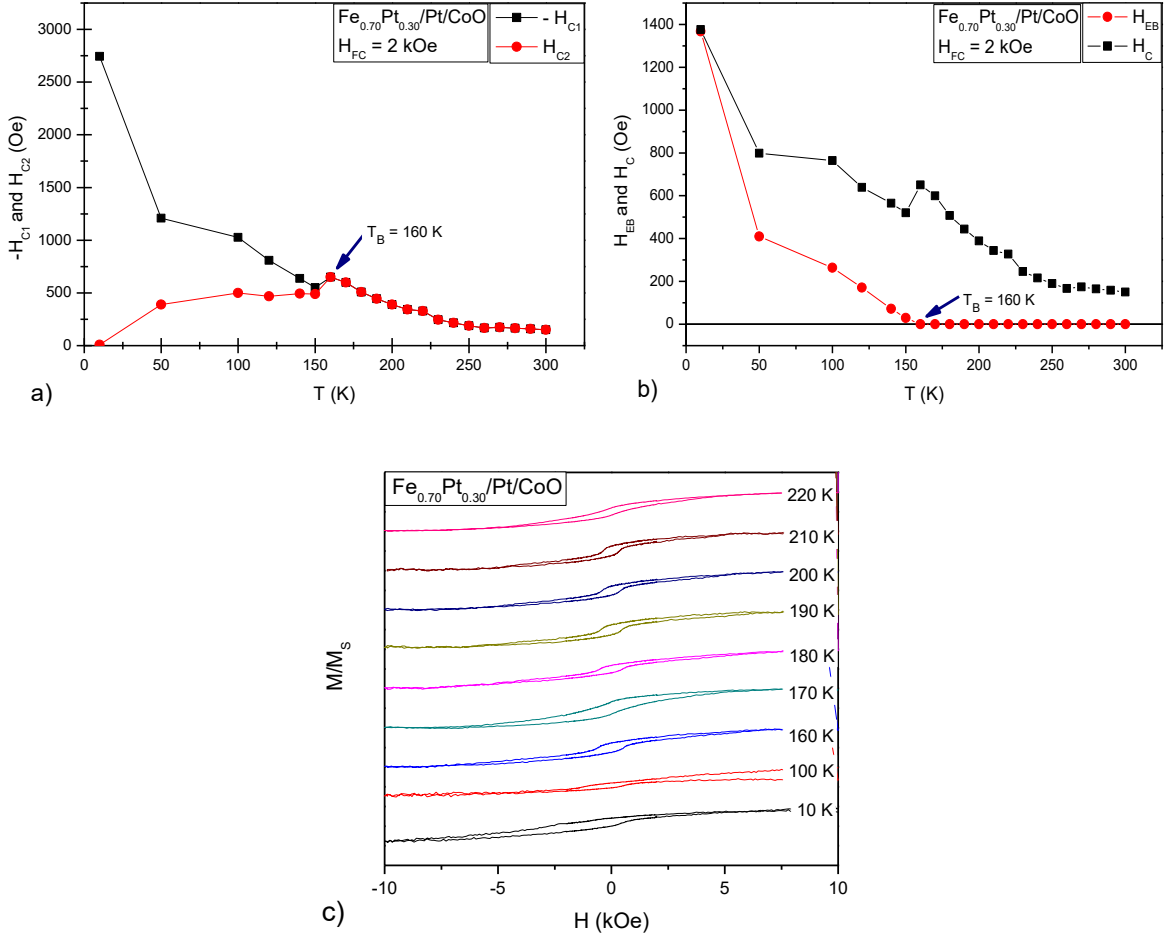
VSM karakterizasyonları sonucunda elde edilen bilgiler Şekil 31 ile Şekil 39 arasında verilen grafiklerle gösterilerek Tartışma/Sonuç kısmında elde edilen sonuçlarla ilgili yorumlar ayrıca yapılmıştır. Her bir numunenin grafiklerinden birincilerinde numunenin sıcaklığa bağlı olarak koersif alanlarındaki değişim gösterilmiştir. Bu grafik kullanılarak incelenen numunenin Engelleme Sıcaklığı olan  $T_B$ , Exchange Bias değerinin gözlenmemeye başladığı sıcaklık, değeri belirlenir. İkinci grafiklerde ise incelenen numunelerin sıcaklığa bağlı olarak ortalama koersif alanı ile Exchange Bias değerlerinin bir karşılaştırılması olarak verilmiştir. Bu karşılaştırma sayesinde ise karakterizasyon sonucu elde ettiğimiz değerlerin her bir sıcaklıktaki davranışlarındaki tutarlılığını kontrol etmiş oluruz. Son grafiklerde ise her bir numunenin düşük sıcaklıklardaki karakterizasyonlarından elde edilmiş olan histeresis eğrilerinden bazıları gözlenmektedir. Bu grafiklerde ise sıcaklık arttıkça histeresis eğrilerinde daralma olduğu yani Exchange Bias Etkisinin azalarak Engelleme Sıcaklığı'nda bu etkinin ortadan kalktığı gözlenmektedir.



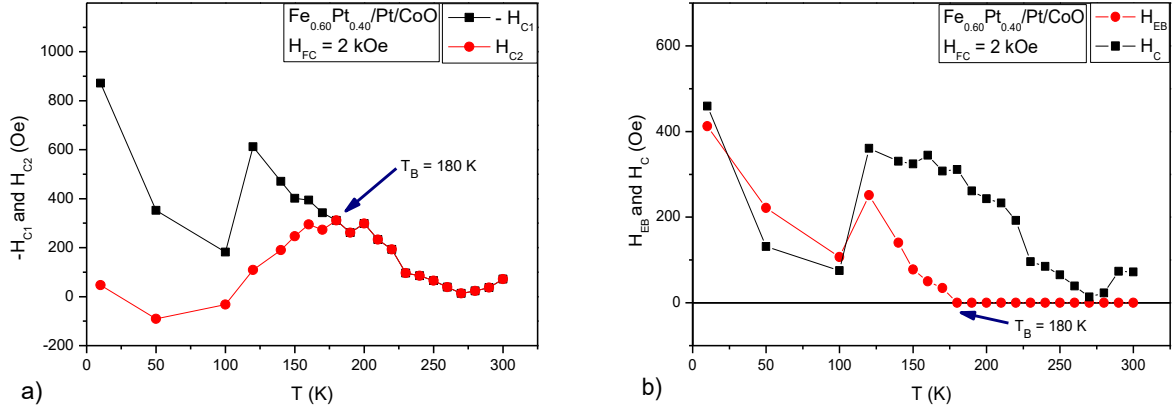
Şekil 31.  $\text{Fe}_{0.90}\text{Pt}_{0.10}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.



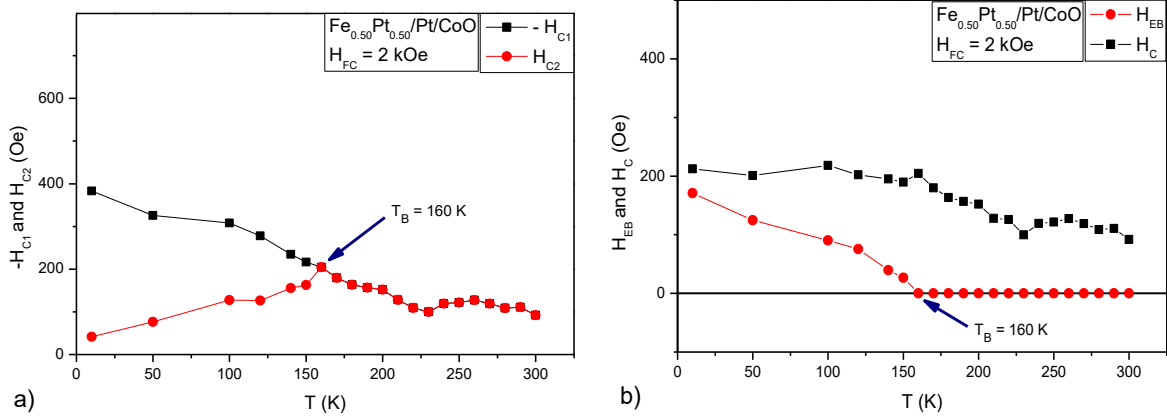
Şekil 32.  $\text{Fe}_{0.80}\text{Pt}_{0.20}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.



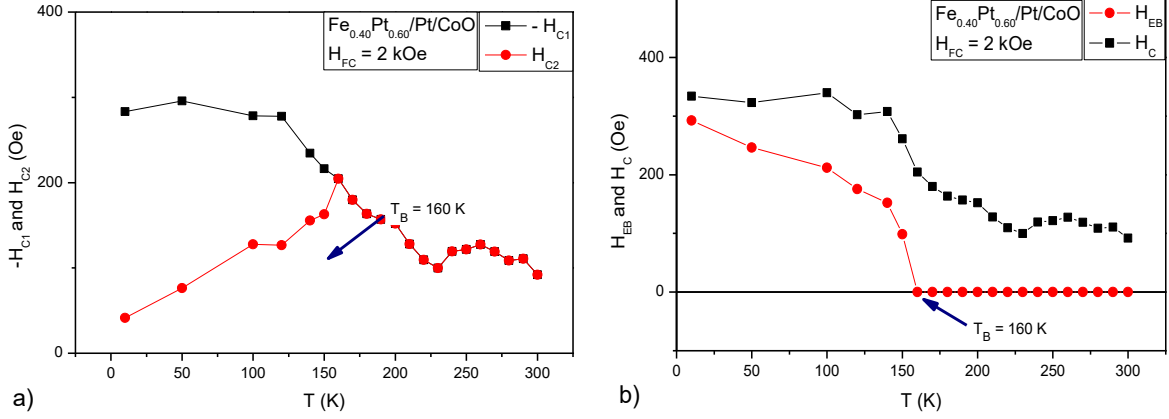
Şekil 33.  $\text{Fe}_{0.70}\text{Pt}_{0.30}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.



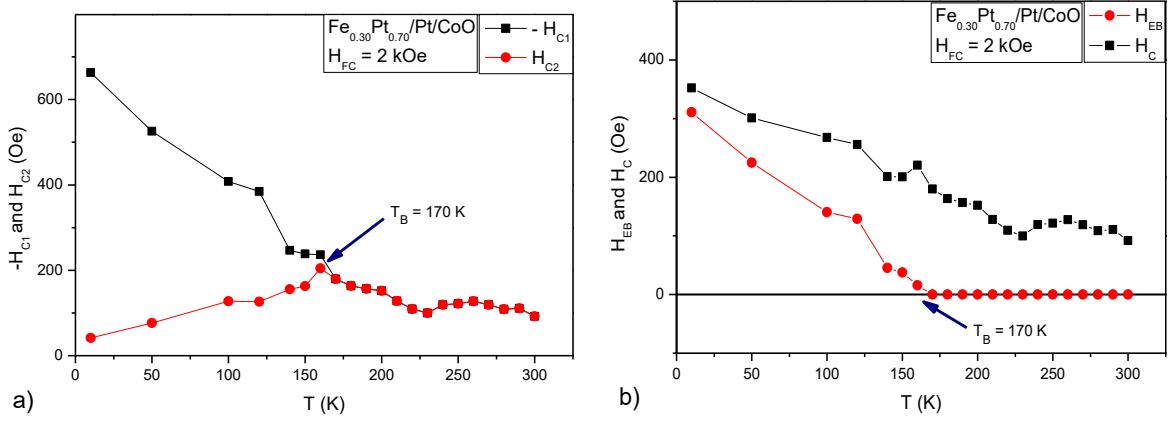
Şekil 34.  $\text{Fe}_{0.60}\text{Pt}_{0.40}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği.



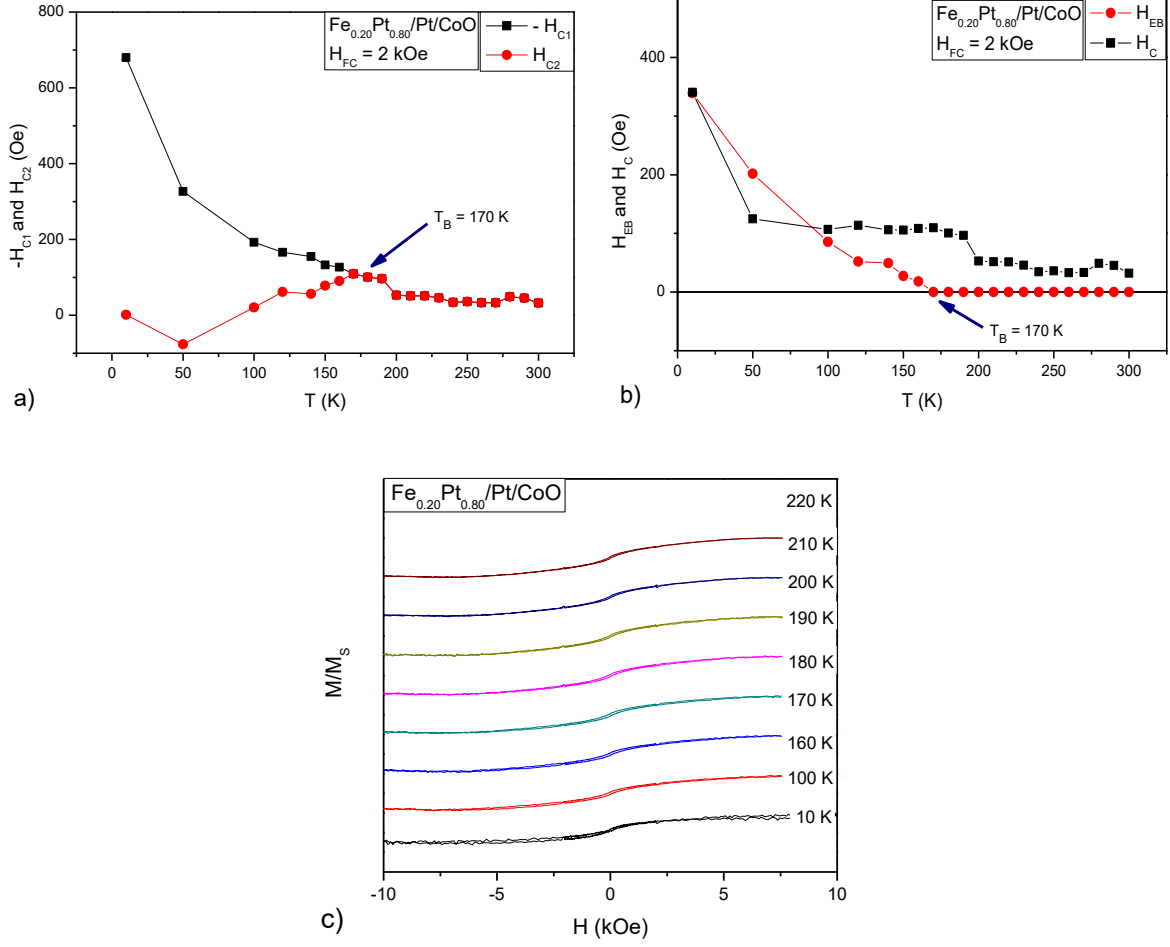
Şekil 35.  $\text{Fe}_{0.50}\text{Pt}_{0.50}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği.



Şekil 36.  $\text{Fe}_{0.40}\text{Pt}_{0.60}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği.

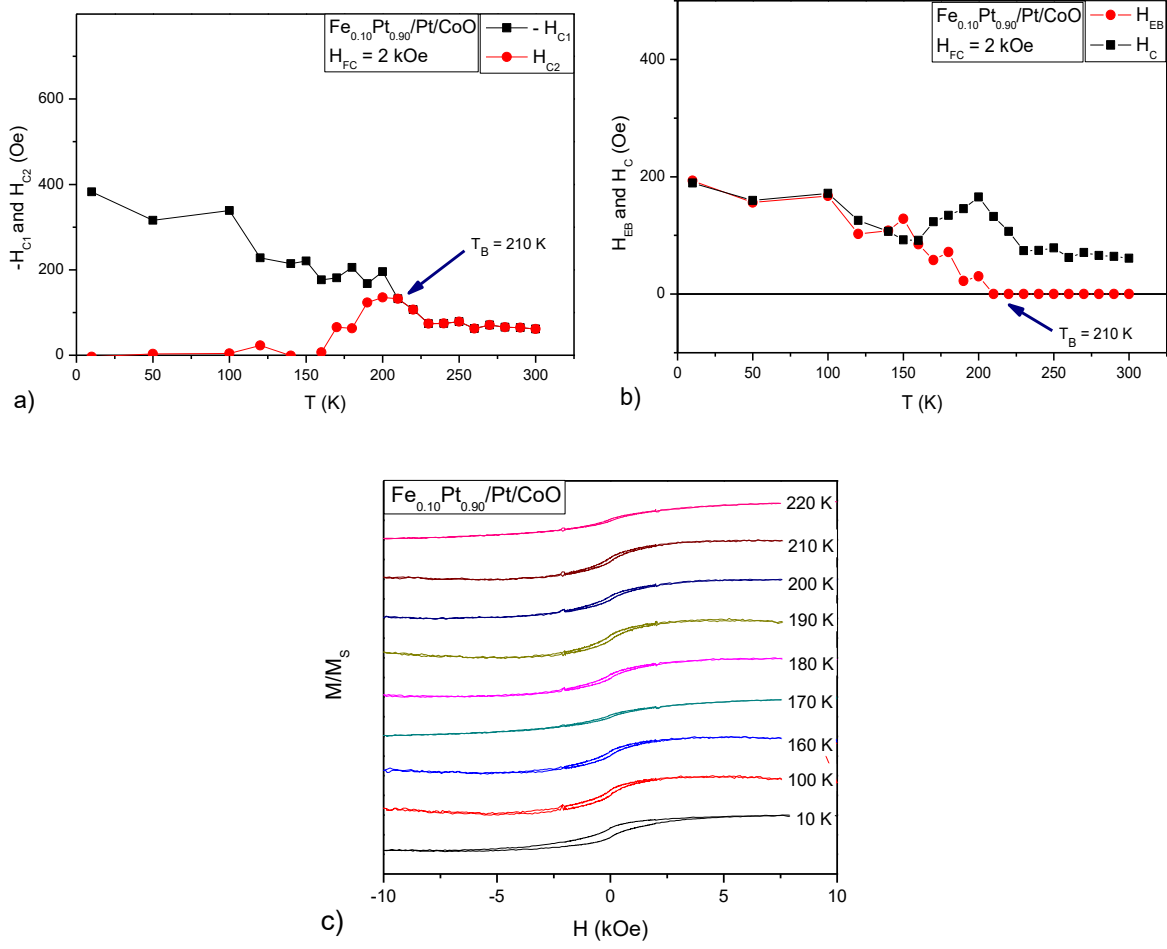


Şekil 37.  $\text{Fe}_{0.30}\text{Pt}_{0.70}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği.



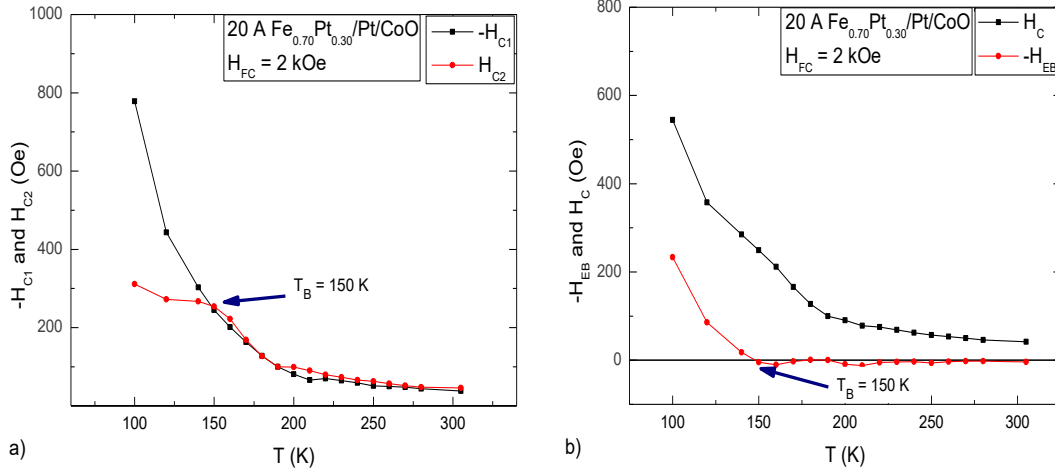
Şekil 38.  $\text{Fe}_{0.20}\text{Pt}_{0.80}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.



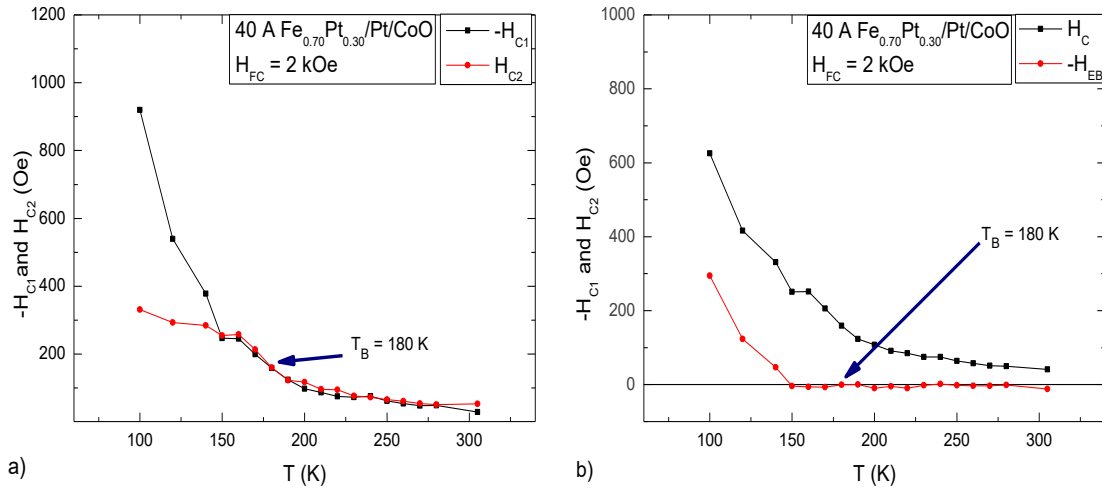


Şekil 39.  $\text{Fe}_{0.10}\text{Pt}_{0.90}/\text{Pt}/\text{CoO}$  numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği; c) Çeşitli sıcaklıklarda elde edilen histeresis eğrileri.

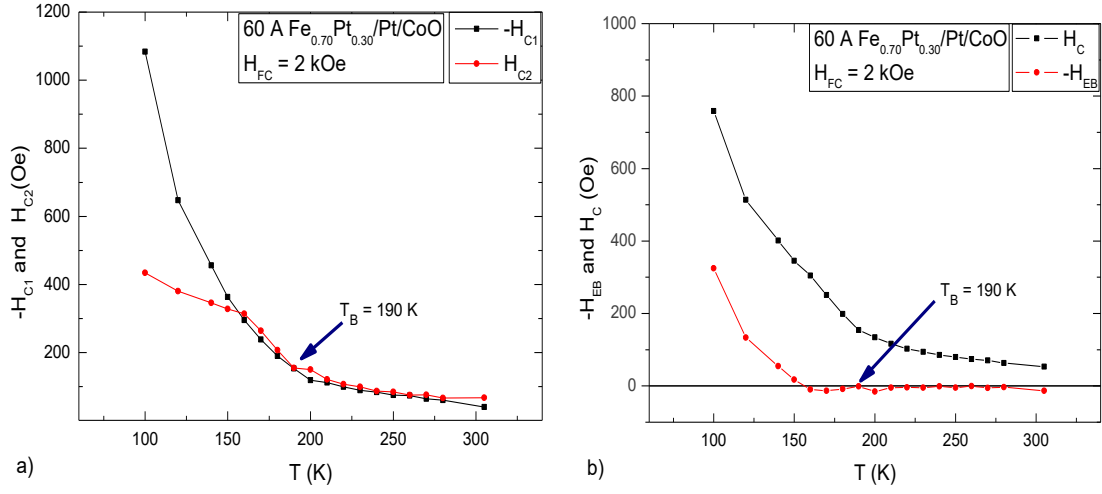
Projemizin ikinci aşamasında  $\text{Fe}_{0.70}\text{Pt}_{0.30}/\text{Pt}/\text{CoO}$  yapıların farklı FePt kalınlıklarına sahip numunelerimizin VSM ölçümünün sonucunda elde edilen grafikler ise Şekil 40 ile Şekil 43 arasında verilmiştir. İlk aşamadaki karakterizasyonlarda sistemin 50 K'de sürekli hata vermesi ve elde edilen histeresis eğrilerinin pozitif doyum mıknatıslanmalarında oluşan sapmalardan dolayı ikinci aşama VSM karakterizasyonlarında en düşük sıcaklık olarak 100 K'de gerçekleştirilmesi kararlaştırılmıştır.



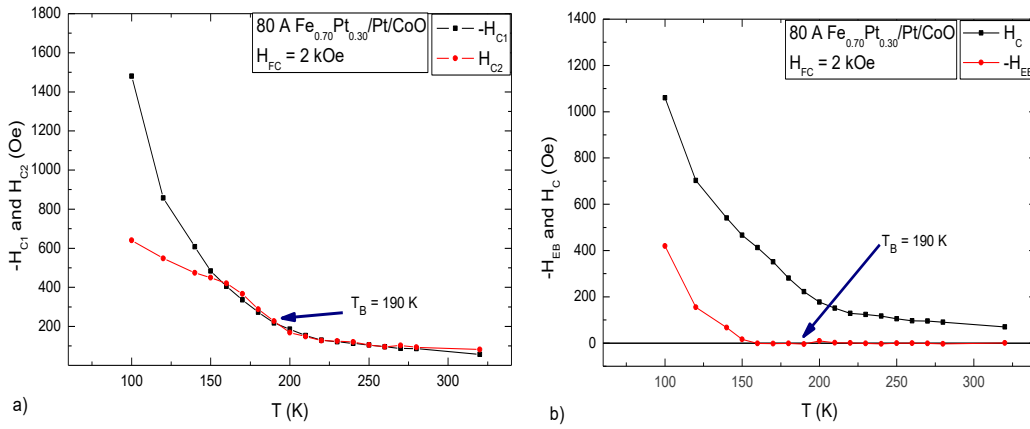
Şekil 40. 20 Å Fe<sub>0.70</sub>Pt<sub>0.30</sub>/Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H<sub>C1</sub> ve H<sub>C2</sub> grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H<sub>C</sub> ve -H<sub>EB</sub> grafiği.



Şekil 41. 40 Å Fe<sub>0.70</sub>Pt<sub>0.30</sub>/Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H<sub>C1</sub> ve H<sub>C2</sub> grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H<sub>C</sub> ve -H<sub>EB</sub> grafiği.



Şekil 42. 60 Å Fe<sub>0.70</sub>Pt<sub>0.30</sub>/Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği.



Şekil 43. 80 Å Fe<sub>0.70</sub>Pt<sub>0.30</sub>/Pt/CoO numunesinin VSM karakterizasyon sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı  $-H_{C1}$  ve  $H_{C2}$  grafiği; b) Sıcaklığa bağlı  $H_C$  ve  $-H_{EB}$  grafiği.

## 5. TARTIŞMA / SONUÇ

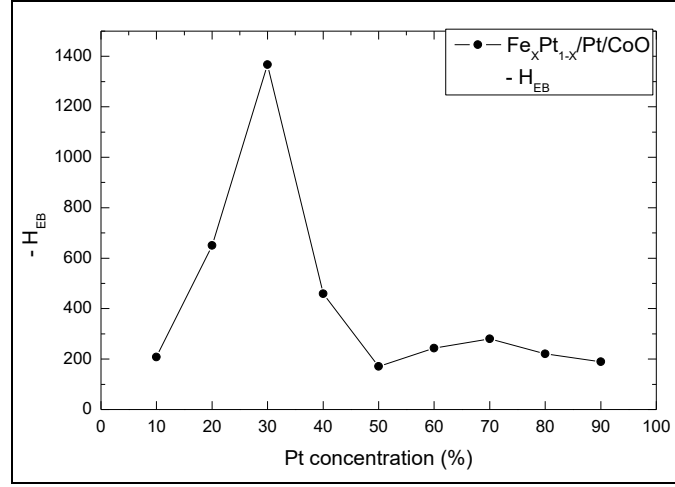
Proje kapsamında iki farklı numune sistemi çalışılmıştır. Bu numune sistemlerinden ilkinde kullanılan Ferromanyetik FePt yapının kimyasal oranı 0.10'luk adımlarla değiştirilerek 0.10 ile 0.90 arasında ve kalınlık 100 Å'da sabit tutularak Fe'in ve Pt'in oranları değiştirilmiştir. Buna karşılık ikinci numune sisteminde ise Exchange Bias değerinin en yüksek gözlemlendiği Fe<sub>0.70</sub>Pt<sub>0.30</sub>/Pt/CoO numunesinin FM tabakasının kalınlığı değiştirilerek 20, 40, 60 ve 80 Å olan numuneler incelenmiştir. Her iki numune sisteminde de Antiferromanyetik tabaka olarak CoO kullanılmış ve kalınlığı 100 Å olarak sabit tutulmuştur. Her iki numune sistemi için elde edilen sonuçlar ayrı ayrı yorumlanmıştır.

### 5.1 Değişik Kimyasal Oranlara Sahip Fe<sub>x</sub>Pt<sub>1-x</sub>/Pt/CoO Yapılar

Bu numune sisteminin çalışılmasının proje kapsamındaki motivasyonunu değişik kimyasal oranlardaki bir Ferromanyetik malzeme FePt ile sabit kalınlıktaki bir Antiferromanyetik tabakanın beraber kullanılması durumunda Exchange Bias Etkisinin ve bu manyetik ince film sistemlerinde Engelleme Sıcaklığının nasıl değiştiğinin tespit edilmesi oluşturmuştur. Bu çalışma proje kapsamında önerilmiş olan ikinci numune sistemine referans oluşturmak açısından önem arz etmektedir. Belirtilen bu amaçlar doğrultusunda gözlenen sonuçların değerlendirmesi maddeler halinde yapılmıştır.

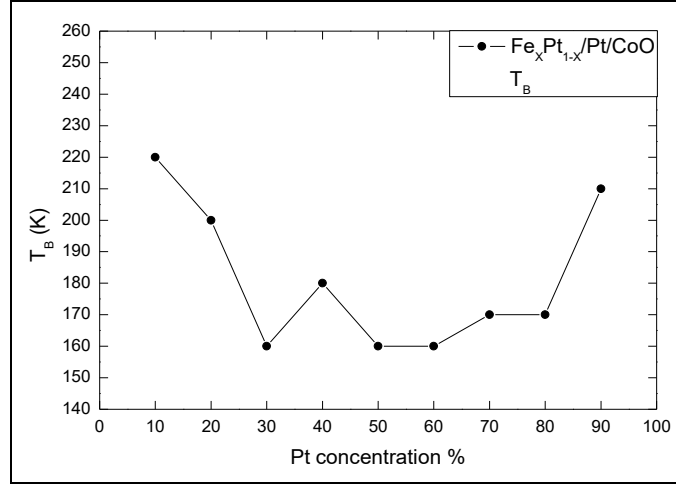
Exchange Bias Etkisinin tespit edilmesinde VSM sisteminde numuneler ilk olarak 300 K sıcaklıktan 10 K sıcaklığa sıvı He yardımıyla 2 kOe manyetik alan altında soğutma işlemi yapılmıştır. 10 K sıcaklığına ulaşıncaya dış manyetik alan kapatılarak 10 K ile 300 K arasında belirlenmiş olan değişik sıcaklıklarda karakterizasyon edilmiştir.

- Exchange Bias değerinin Pt oranına bağlı olarak ilk olarak bir artış ardından ise bir azalma hareketi olduğu gözlenmiştir (Şekil 44). Exchange Bias değeri Pt oranının 0.30 olduğu numunede en yüksek değerini almaktadır. En düşük değerleri ise Pt oranının 0.10, 0.50 ve 0.90 olduğu numunelerde gözlenmiştir.



Şekil 44.  $Fe_xPt_{1-x}/Pt/CoO$  yapıların kimyasal orana göre 10 K'deki Exchange Bias değerlerindeki değişimi.

- Kimyasal orana bağlı olarak Engelleme Sıcaklığı değişiminde Exchange Bias etkisinde gözlenen davranışın tam tersi gözlenmiştir. EB değeri artarken Engelleme Sıcaklığı Pt oranına bağlı olarak azalmaktadır (Şekil 45). Kimyasal orana bağlı olarak Engelleme Sıcaklıkları 220 K ile 160 K arasında değer almaktadır. Engelleme Sıcaklığı Antiferromanyetik tabakanın kalınlığına bağlı olarak değişim göstermektedir. Kalınlık arttıkça kullanılan Antiferromanyetik malzemenin Néel sıcaklığına yaklaşılmaktadır (Radu vd., 2003).



Şekil 45.  $Fe_xPt_{1-x}/Pt/CoO$  yapıların kimyasal orana göre Engelleme Sıcaklıklarındaki değişimi.

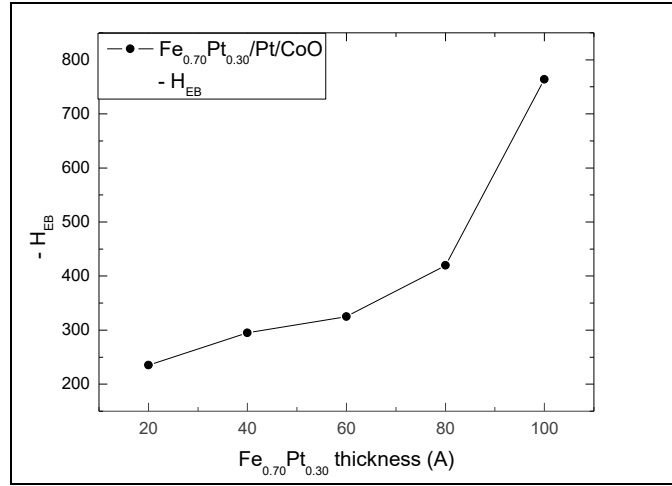
- FePt tabakanın kimyasal oranın fonksiyonu olarak hazırlandığı numunelerde MOKE tekniği kullanılarak oda sıcaklığında Out of-Plane düzleminde (numune yüzeyine dik olarak manyetik alan uygulandığı durum) açığa bağlı olarak gerçekleştirilememiştir. Bunun sonraki aşamadaki sonuçlara bir katkısı olmamıştır. Çünkü VSM sisteminde açığa bağlı olarak bu geometride numune haznesine yükleme yapılamamaktadır. Bu numune sisteminin In-Plane düzleminde devam edecek olan (manyetik alan yüzeye paralel olarak numunenin içerisinden geçtiği durum) karakterizasyonlarında, VSM tekniği kullanılmasından önce kolay eksen yönelimleri açığa bağlı MOKE karakterizasyonu ile belirlenecektir.

## 5.2 Farklı Kalınlıklardaki $Fe_{0.70}Pt_{0.30}/Pt/CoO$ Yapılar

Proje kapsamında yapılacak olan çalışmalarda Exchange Bias Etkisi'nin en yüksek gözleendiği oranın çalışılması hedef olarak belirtilmişti. Kimyasal orana bağlı olarak incelenen numunelerin sonuçlarından yola çıkarak dik mıknatıslanma geometrisinde gözlenen en yüksek Exchange Bias değerinin elde edildiği oran olarak 0.70:0.30 oranı seçildi. Dik mıknatıslanmanın gözlemlenebilmesi için her numunede FePt tabaka ile CoO tabaka arasına Exchange Bias Etkisini ortadan kaldırmayacak ve dik mıknatıslanmaya katkı sağlayacak olan 5 Å kalınlığında Pt tabaka büyütülmüştür. Pt'in bu kalınlıklarda dik mıknatıslanmaya katkı sağladığı ve Exchange Bias Etkisini ortadan kaldırmadığı proje yöneticisinin önceki çalışmalarında tecrübe edilmiştir (Akdoğan vd., 2015). Projenin ilk aşamasında da gözlenmiş olan iki geometride de mıknatıslanma durumu kalınlığa bağlı olan ikinci aşama çalışmalarda da gözlenmiştir. Bu aşamada da süre kısıtlılığı göz önüne alınarak dik mıknatıslanma

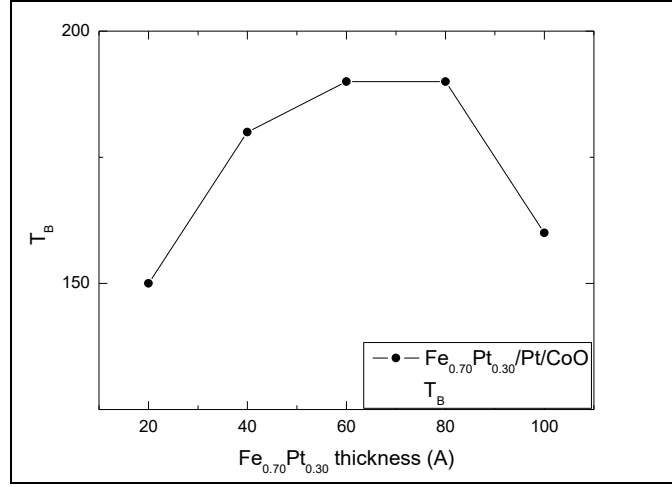
seçilerek çalışmaya devam edilmiş olup bu geometride Exchange Bias Etkisi ve Engelleme Sıcaklıkları incelenmiştir. Bu numune sistemi için elde edilen sonuçlar maddeler halinde verilmiştir.

- Exchange Bias değeri Ferromanyetik tabakanın kalınlığına bağlı olarak artmaktadır (Şekil 46).



Şekil 46. Fe<sub>0.70</sub>Pt<sub>0.30</sub>/Pt/CoO yapıların Fe<sub>0.70</sub>Pt<sub>0.30</sub> kalınlıklarına göre 100 K'deki Exchange Bias değerlerindeki değişimi.

- Engelleme Sıcaklığının değeri de Exchange Bias değerine benzer şekilde kalınlık artıkça artmakta olduğu gözlenmiştir. FM tabakanın kalınlığı 80 Å olduğu durumda Engelleme Sıcaklığı en yüksek değerine çıktığı gözlenirken bu kalınlıktan sonra Engelleme Sıcaklığının düştüğü gözlenmiştir. Proje kapsamında önerilen ve gerçekleştirilen çalışmalarda Engelleme Sıcaklıklarının 150 K ile 180 K arasında değiştikleri gözlenmiştir (Şekil 47).



Şekil 47.  $Fe_{0.70}Pt_{0.30}/Pt/CoO$  yapıların  $Fe_{0.70}Pt_{0.30}$  kalınlıklarına göre Engelleme Sıcaklığındaki değişimi.

VSM sistemindeki sıkıntılar giderildikten sonra kalınlığa bağlı numunelerin 10 K sıcaklığa inilerek tekrardan kalibrasyonları yapılacak olup proje kapsamında hedeflenmiş olan sıcaklıkta bütün aşamalar için standart belirlenmiş olan şartlarda Exchange Bias değerleri elde edilecektir. Proje kapandıktan sonra bu işlem de tamamlanıp sonuçların değerlendirilerek SCI makale çalışması olarak ortaya çıkarılması hedeflenmektedir.



## 6. REFERANSLAR

Akdoğan, N., Yağmur, A., Öztürk, M., Demirci, E., Öztürk, O., Erkovan, M. 2015. "Interface Induced Manipulation of Perpendicular Exchange Bias in Pt/Co/(Pt,Cr)/CoO Thin Films", Journal of Magnetism and Magnetic Material, 373, 120-123.

Aköz, M. E. 2015. "Pt<sub>x</sub>Co<sub>1-x</sub>/CoO Ultra İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Gebze Teknik Üniversitesi.

Baibich, M. N., Broto, J. M., Fert, A., Nguyen Van Dau, F., Petroff, F., Eitenne, P., Creuzet, G., Friederich, A., Chazelas, J. 1988. "Giant Magnetoresistance of (001) Fe/ (001) Cr Magnetic Superlattices", Physical Review Letters, 61 (21), 2472-2475.

Binasch, G., Grünberg, P., Saurenbach, F., Zinn, W. 1989. "Enhanced Magnetoresistance in Layered Magnetic Structures with Antiferromagnetic Interlayer Exchange", Physical Review B, 39 (7), 4828-4830.

Chen, K., Fiedler, S., Baev, I., Beeck, T., Wurth, W., Martins, M. 2012. "Hybridization and Magnetism in Small FePt Alloy Clusters", New Journal of Physics, 14, 123005.

Demirci, E., Öztürk, M., Sınır, E., Ulucan, U., Akdoğan, N., Öztürk, O., Erkovan, M. 2014. "Temperature-dependent Exchange Bias Properties of PolyCrystalline Pt<sub>x</sub>Co<sub>1-x</sub>/CoO Bilayers", Thin Solid Films, 550, 595–601.

Einstein, A. 1905. "Über Einen die Erzeugung und Verwandlung des Lichtes Betreffenden Heuristischen Gesichtspunkt", Annalen der Physik, 322, 132-148.

Erkovan, M. 2010. "Ultra İnce Geçiş Metal Filmlerin (PtCo, Py/Cr) Kristalografik Yapıları ve Manyetik Özelliklerinin Belirlenmesi", Doktora Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü.

Erkovan, M., Aköz, M. E., Öztürk, M., Demirci, E., Parlak, U., Akdoğan, N., Öztürk, O. 2016. "Probing Exchange Bias Properties of Pt<sub>x</sub>Co<sub>1-x</sub>/CoO Films", Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 29 (1), 163-168.

Erkovan, M., Aköz, M. E., Parlak, U., Öztürk, O. 2017. "The Study of Exchange Bias Effect in  $Pt_xCo_{1-x}/CoO$  Bilayers", Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, kabul edildi numaralandırılması bekleniyor. Springer. DOI:10.1007/s10948-017-4127-0

Foner, S. 1959. "Versatile and Sensitive Vibrating Sample Magnetometer", The Review of Scientific Instruments, 30, 548-557.

Gambardella, P., Rusponi, S., Veronese, M., Dhési, S. S., Grazioli, C., Dallmeyer, A., Cabria, I., Zeller, R., Dederichs, P. H., Kern, K., Carbone, C., Brune H. 2003. "Giant Magnetic Anisotropy of Single Cobalt Atoms and Nanoparticles", Science, 300, 1130-1133.

Gutfleisch, O., Lyubina, J., Müller, K. -H., Schultz, L. 2005. "FePt Hard Magnets", Advanced Engineering Materials, 7, 4, 208-212.

Hertz, H. 1887. "Ueber Einen Einfluss des Ultravioletten Lichtes auf die Electriche Entladung", Annalen der Physik, 267, 983-1000.

Kerr, J. 1878. "On Reflection of Polarized Light from the Equatorial Surface of a Magnet", Philosophical Magazine, 5 (30), 161-177.

Khan, M. Y. 2012. "Probing the Antiferromagnetism of  $Ni_xMn_{1-x}$  with Ferromagnetic Ni in Exchange-biased Bilayers and Trilayers on  $Cu_3Au(001)$ ", Doktora Tezi, Freien Universitat.

Malozemoff, A. 1987. "Random-field Model of Exchange Anisotropy at Rough Ferromagnetic-Antiferromagnetic Interfaces", Physical Review B, 35, 3679-3682.

Malozemoff, A. 1988. "Mechanisms of Exchange Anisotropy", Journal of Applied Physics, 63, 3874-3879.

Mauri, D., Siegmann, H., Bagus, P., Kay, E. 1987. "Simple Model for Thin Ferromagnetic Films Exchange Coupled to an Antiferromagnetic Substrate", Journal of Applied Physics, 62, 3047-3049.

Meiklejohn, W. H., Bean, C. P. 1956. "New Magnetic Anisotropy", Physical Review, 102 (5), 1413-1414.

Meiklejohn, W. H., Bean, C. P. 1957. "New Magnetic Anisotropy", *Physical Review*, 105 (3), 904-913.

Martins, A., Trippe, S. C., Santos, A. D. Pelegrini, F. 2007. "Spin-wave Resonance and Magnetic Anisotropy in FePt Thin Films", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 308, 120-125.

Nogués, J., Schuller, I. K. 1999. "Exchange Bias", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 192, 203-232.

Nowak, U., Usadel, K. D., Keller, J., Miltényi, P., Beschoten, B., Güntherodt, G. 2002. "Domain State Model for Exchange Bias. I. Theory", *Physical Review B*, 66, 014430-014438.

Ok, H. N., Mullen, J. G. 1968. "Evidence of Two Forms of Cobaltous Oxide", *Physical Review*, 168, 550-562.

Öztürk, M., Sınır, E., Demirci, E., Erkovan, M., Öztürk, O., Akdoğan, N. 2012. "Exchange Bias Properties of [Co/CoO]<sub>n</sub> Multilayers", *Journal of Applied Physics*, 112 (093911), 1-7.

Qiu, Z. Q., Bader, S. D. 1999. "Surface Magneto-optic Kerr Effect (SMOKE)", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 200 (1), 664-678.

Radu, F., Etzkorn, M., Siebrecht, R., Schmitte, T., Westerholt, K., Zabel, H. 2003. "Interfacial Domain Formation During Magnetization Reversal in Exchange-biased CoO/Co Bilayers", *Physical Review B*, 67, 134409.

Seehra, M., Wijn, H. P. J. 1992. "Various Other Oxides" 1st Edition, Springer.

Sun, S., Fullerton, E. E., Weller, D., Murray, C. B. 2001. "Compositionally Controlled FePt Nanoparticle Materials", *IEEE Transactions on Magnets*, 37, 4, 1239-1243.

Takano, K., Kodama, R., Berkowitz, A., Cao, W., Thomas, G. 1997. "Interfacial Uncompensated Antiferromagnetic Spins: Role in Unidirectional Anisotropy in Polycrystalline Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub>/CoO Bilayers", *Physical Review Letters*, 79, 1130-1133.



Takano, K., Kodama, R., Berkowitz, A., Cao, W., Thomas, G. 1998. "Role of Interfacial Uncompensated Antiferromagnetic Spins in Unidirectional Anisotropy in  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}/\text{CoO}$  Bilayers", *Journal of Applied Physics*, 83, 6888-6892.

Zalm, P. C. 1988. "Quantitative Sputtering", *Surface and Interface Analysis*, 11, 1-24.

**TÜBİTAK**  
**PROJE ÖZET BİLGİ FORMU**

Proje Yürütücüsü:	Doç. Dr. MUSTAFA ERKOVAN
Proje No:	115F563
Proje Başlığı:	Ultra İnce FePt/CoO Filmlerde Exchange Bias Etkisinin Araştırılması
Proje Türü:	1002 - Hızlı Destek
Proje Süresi:	12
Araştırmacılar:	YUSUF ATALAY
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	SAKARYA Ü.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	15/03/2016 - 15/03/2017
Onaylanan Bütçe:	30000.0
Harcanan Bütçe:	27837.8
Öz:	<p>Exchange Bias (EB) Etkisi, Ferromanyetik bir malzeme ile Antiferromanyetik bir malzemenin ara yüzeyinde gerçekleşen etkileşmeler sonucunda elde edilen histeresis eğrisinde uygulanan dış manyetik alan eksenine göre pozitif veya negatif doğrultuda gözlemlenen kaymadır. EB etkisinin kökeni, tam olarak henüz açıklanamamasına rağmen birçok yüksek teknolojik üründe kullanılmaktadır. Özellikle 1998'de iki Ferromanyetik tabakanın bir non-manyetik tabaka ile sandviç yapı olarak hazırlandığında iki Ferromanyetik tabakanın manyetik yönelimine bağlı olarak elektriksel direncin değişiminin bulunduğu Giant Magnetoresistance Effect (GMR) etkisiyle beraber hassas manyetik sensör uygulamalarında kullanılmaya başlanmıştır.</p> <p>Proje konusu olarak seçilen değişik kimyasal oranlarda hazırlanan Ferromanyetik FePt tabakalar ile Antiferromanyetik CoO tabakalar Exchange Bias Etkisinin FePt kimyasal oranına değişiminin incelenmesi ve en yüksek Exchange Bias Etkisi'nin gözlemlendiği kimyasal oranın kalınlığın fonksiyonu olarak nasıl değiştiğinin incelenmesi önerilerek ve bu kapsamda çalışmalar gerçekleştirilmiştir.</p> <p>Proje kapsamında EB Etkisi FePt/CoO yapılarda iki amaç doğrultusunda incelenmiştir. İlk olarak Magnetron Sputtering Deposition sisteminde hazırlanan farklı kimyasal oranlara sahip FePt<sub>1-x</sub> (x: 0.1 - 0.9 arasında 0.1'lik adımlarla) Ferromanyetik tabaka ile CoO Antiferromanyetik tabakadan oluşan yapıda Pt konsantrasyonuna bağlı olarak araştırılmıştır.</p> <p>MOKE ve VSM teknikleriyle incelenen numunelerde Pt oranına bağlı olarak EB değerinde azalan bir davranış gözlenmesinin yanında Engelleme Sıcaklığı için de benzer bir azalan bir davranış gözlenmiştir. İkinci aşamada ise en yüksek EB değerinin gözlemlendiği kimyasal oranlardan biri olan Fe<sub>0.70</sub>Pt<sub>0.30</sub> oranının kalınlığa bağlı EB değişimi incelenmiştir.</p> <p>Proje kapsamında gerçekleştirilen çalışmalar, tamamlanma aşamasına gelmiş bir Yüksek Lisans Tez çalışması, diğeri ise Doktora Tez çalışması olarak devam etmektedir. Bunların yanı sıra proje kapsamında bir tanesi değerlendirme aşamasında olan SCI makale çalışması ortaya çıkmıştır. Ulusal ve uluslararası konferanslarda da poster ve konuşma sunumu olmak üzere çalışmalar gerçekleştirilmiştir ve devam eden çalışmalar kapsamında gerçekleştirilmeye devam edecektir.</p>
Anahtar Kelimeler:	FePt Alaşım Filmler, Exchange Bias Etkisi, Engelleme Sıcaklığı, Ultra İnce manyetik Filmler.
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır