

**Pt_xCo_{1-x}/CoO Ultra İnce Filmlerin Exchange Bias Etkisi
Arařtırılması**

Program Kodu: 1002

Proje No: 212T217

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

Arařtırmacı(lar):

Danıřman(lar):

Bursiyer(ler):

Osman ERDEMİR
Mehmet Emre AKÖZ

NİSAN 2014
SAKARYA

ÖNSÖZ

Raporu tamamlanan proje deęişik kimyasal oranlara sahip PtCo alařım filmlerin ferromanyetik tabaka olarak kullanılarak antiferromanyetik CoO tabaka ile beraber Exchange Bias etkilerinin araştırıldıęı bir 1002 TÜBİTAK hızlı destek projesidir.

Bu projenin sonuçlarından bir kısmı yayınlanmış olup bu konuda literatürde řu ana kadar yapılan üç çalıřmadan biri olmuřtur. Elde edilen sonuçların yayınlanması ve literatüre kazandırılmasına devam edilecektir. Proje kapsamında ayrıca literatüre iki yüksek lisans tezi çalıřması tamamlanmak üzeredir.

Bu projeyi destekleyen TÜBİTAK BİDEB Başkanlıęı'na, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fizik Bölümü'ne ve son olarak projenin son altı ayında görev yaptıęım ve projemin tamamlanması için gerekli desteęi saęlayan Sakarya Üniversitesi'ne teřekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
Önsöz	ii
İçindekiler	iii
Tablo Listesi	iv
Şekil Listesi	v
Özet	ix
Abstract	x
Proje Anahat Metni	1
1. Literatür Özeti	1
2. PtCo/CoO Filmlerin Hazırlanması	7
2.1 PtCo tabakanın hazırlanma prosesi	8
2.1.1 PtCo filmlerin XPS analizi	9
2.2 CoO tabakanın hazırlanma prosesi	10
3. Kullanılan Teknikler	12
3.1 Magnetron Sputtering Deposition tekniği	12
3.2 X-Ray Fotoelektron Spektroskopi tekniği	14
3.3 Manyetoptik Kerr Etkisi ölçüm tekniği	15
3.4 Titreşimli Örnek Manyetometresi ölçüm tekniği	16
4. Deneysel Sonuçlar	18
4.1 MOKE Manyetometresi ölçüm sonuçları	18
4.2 PPMS-VSM ölçüm sonuçları	29
5. Sonuçlar	40
5.1 Değişik kimyasal oranlara sahip Pt _x Co _{1-x} /CoO yapılar	40
5.2 Değişik kalınlıklardaki Pt ₅₀ Co ₅₀ kimyasal oranındaki yapılar	43
6. Referanslar	46

TABLO LİSTESİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. Değişik kimyasal oranlardaki PtCo alaşım filmlerin Curie sıcaklıkları.	6
2.1. Pt ve Co için hazırlama parametreleri.	8

ŞEKİL LİSTESİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
1.1. 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.	2
1.2. Exchange Bias etkisinin kullanılarak elde edilen GMR spin valve sensörlerinin kullanımları a) manyetik kayıt kafaları ve b) manyetik hafıza hücrelerinin şematik gösterimi	3
1.3. Spinlerin döndüğü histeresis eğrisi.	4
2.1. Proje kapsamında hazırlanan filmlerin şematik gösterimi. a) PtCo' ın kimyasal oranın fonksiyonu olarak hazırlanan PtCo/CoO filmler. b) Pt ₅₀ Co ₅₀ oranında kalınlığının fonksiyonu olarak çalışılan örnek sistemi.	7
2.2. PtCo için 40:60 ve 60:40 için geniş tarama XPS spektrumu.	9
2.3. PtCo 40:60 oranı için Pt ve Co' ın ana piklerinin fit edilmiş spektrumları.	10
2.4. Co-oksit yüzeyinden alınmış geniş XPS spektrumu ve Co 2p ana pikinin ve O 1s ana pikinin dar XPS spektrumları fitleriyle beraber. Yıldız ile gösterilen pikler uydu pikleri göstermektedir.	11
3.1. Magnetron Sputtering prosesinin şematik gösterimi.	12
3.2. GYTE Nanoteknoloji Laboratuvarı'nda kurulu bulunan UHV sistemi.	13
3.3. XPS sisteminin şematik gösterimi.	14
3.4. MOKE sisteminde paralel mıknatıslanma (mavi) ve dik mıknatıslanma (kırmızı) ölçüm düzenekleri.	16
3.5. VSM mekanizmasının şematik gösterimi.	17
4.1. GYTE MOKE deney sistemi.	18
4.2. Pt ₃₀ Co ₇₀ /CoO numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.	19
4.3. Pt ₅₀ Co ₅₀ /CoO numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.	19
4.4. Pt ₁₀ Co ₉₀ /CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M _s grafiği; b) Açığa bağlı H _c grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.	20
4.5. Pt ₂₀ Co ₈₀ /CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M _s grafiği; b) Açığa bağlı H _c grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.	21

4.6.	Pt ₃₀ Co ₇₀ /CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M _S grafiği; b) Açığa bağlı H _C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.	21
4.7.	Pt ₄₀ Co ₆₀ /CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M _S grafiği; b) Açığa bağlı H _C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.	22
4.8.	Pt ₅₀ Co ₅₀ /CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M _S grafiği; b) Açığa bağlı H _C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.	23
4.9.	Pt ₆₀ Co ₄₀ /CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M _S grafiği; b) Açığa bağlı H _C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.	23
4.10.	Pt ₇₀ Co ₃₀ /CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M _S grafiği; b) Açığa bağlı H _C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.	24
4.11.	Pt ₈₀ Co ₂₀ /CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M _S grafiği; b) Açığa bağlı H _C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.	25
4.12.	Pt ₉₀ Co ₁₀ /CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M _S grafiği; b) Açığa bağlı H _C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.	25
4.13.	8 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.	26
4.14.	10 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.	26
4.15.	12 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.	27
4.16.	14 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.	27
4.17.	8 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin 0 ⁰ , 45 ⁰ ve 90 ⁰ açılarındaki MOKE ölçüm sonuçları.	28
4.18.	10 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin 0 ⁰ , 45 ⁰ ve 90 ⁰ açılarındaki MOKE ölçüm sonuçları.	28
4.19.	12 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin 0 ⁰ , 45 ⁰ ve 90 ⁰ açılarındaki MOKE ölçüm sonuçları.	28
4.20.	14 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin 0 ⁰ , 45 ⁰ ve 90 ⁰ açılarındaki MOKE ölçüm sonuçları.	29
4.21.	GYTE PPMS Laboratuvarı'nda kurulu bulunan VSM sistemi.	30
4.22.	Pt ₁₀ Co ₉₀ /CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı -H _{C1} ve H _{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H _C ve -H _{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması;	31

- d) Bütün sıcaklıklardaki histeresis eğrileri.
- 4.23. Pt₂₀Co₈₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması; d) Bütün sıcaklıklardaki histeresis eğrileri. 32
- 4.24. Pt₃₀Co₇₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması; d) Bütün sıcaklıklardaki histeresis eğrileri. 32
- 4.25. Pt₄₀Co₆₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması. 33
- 4.26. Pt₅₀Co₅₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması; d) Bütün sıcaklıklardaki histeresis eğrileri. 33
- 4.27. Pt₆₀Co₄₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması. 34
- 4.28. Pt₇₀Co₃₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması. 35
- 4.29. Pt₈₀Co₂₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması. 35
- 4.30. Pt₉₀Co₁₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması. 36
- 4.31. 8 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 100 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması. 37
- 4.32. 10 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H_{C1} ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve -H_{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 100 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması. 37

4.33.	12 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H _{C1} ve H _{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H _C ve -H _{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 100 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.	38
4.34.	14 Å Pt ₅₀ Co ₅₀ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı -H _{C1} ve H _{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H _C ve -H _{EB} grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 100 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.	39
5.1.	Pt _x Co _{1-x} /CoO yapıların kimyasal orana göre 10 K'deki Exchange Bias değerlerindeki değişimi.	42
5.2.	Pt _x Co _{1-x} /CoO yapıların kimyasal orana göre engelleme sıcaklığındaki değişimi.	43
5.3.	Pt ₅₀ Co ₅₀ /CoO yapıların Pt ₅₀ Co ₅₀ kalınlıklarına göre 100 K'deki Exchange Bias değerlerindeki değişimi.	44
5.4.	Pt ₅₀ Co ₅₀ /CoO yapıların 100 K'de elde edilen histeresis eğrilerinin karşılaştırılması.	44
5.5.	Pt ₅₀ Co ₅₀ /CoO yapıların Pt ₅₀ Co ₅₀ kalınlıklarına göre engelleme sıcaklığındaki değişimi.	45

ÖZET

Exchange Bias (EB) etkisi Ferromanyetik bir malzeme ile antiferromanyetik malzemenin ara yüzeyinde gerçekleşen etkileşimler sonucunda histeresis eğrisinde dış manyetik alan eksenine göre pozitif veya negatif doğrultuda gözlemlenen kaymadır. EB etkisinin kökeni halen bilinmemesine rağmen, hard disk okuma kafaları, manyetik alan sensör uygulamaları gibi birçok teknolojik uygulamada kendisine uygulama alanı bulmuştur.

Proje konusu olarak değişik kimyasal oranlarda hazırlanacak ferromanyetik PtCo filmler ile antiferromanyetik CoO filmlerde Exchange Bias etkisinin PtCo kimyasal oranına değişiminin incelenmesi ve en yüksek Exchange Bias etkisinin gözlemlendiği oranın kalınlığa bağlı değişimin incelenmesi önerilmişti ve bu kapsamda çalışmalar gerçekleştirildi.

Önerilen proje kapsamında EB etkisi PtCo/CoO yapılarda iki amaç doğrultusunda incelenmiştir. İlk adımda değişik kimyasal oranlara sahip Pt_xCo_{1-x} (x: 10-90 arasında % 10'luk adımlarla) ferromanyetik tabaka ile CoO antiferromanyetik tabakadan oluşan sistemde Pt konsantrasyonuna bağlı olarak araştırılmıştır. EB değerinin Pt oranına bağlı olarak periyodik bir değişimin gözlenmesinin yanında engelleme sıcaklığı için de benzer bir periyodik davranış gözlenmiştir. İkinci aşamada ise en yüksek EB değerinin gözlemlendiği kimyasal oranlardan biri olan $Pt_{50}Co_{50}$ oranının kalınlığa bağlı EB değişimi incelenmiştir. Bu kimyasal oranın seçilmesinde, literatürde bu oran için dik mıknatıslanmaya sahip olduğunun belirtilmesi de etkili olmuştur. Fakat bu örnek sistemi için dik mıknatıslanma gözlemlenememiştir.

Proje kapsamında gerçekleştirilen her iki çalışma, iki yüksek lisans öğrencisine tez çalışması olarak verilmiş ve tamamlanma aşamasına gelmiştir. Bunların yanı sıra proje kapsamında üç tanesi yayınlanmış ve bir tanesi de değerlendirme aşamasında olan SCI makale çalışması ortaya çıkmıştır. Ulusal ve uluslararası konferanslarda da poster ve konuşma sunumu olmak üzere on üç tane çalışma gerçekleştirilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Ferromanyetik-Antiferromanyetik Yapılar, Exchange Bias, Engelleme Sıcaklığı, Ferromanyetik PtCo Alaşım Filmler, Antiferromanyetik CoO Film

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.

As the scope of the project, it was suggested to examine Exchange Bias properties of ferromagnetic PtCo films with different chemical ratios coupled to antiferromagnetic CoO films, 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 PtCo/CoO structures with two different aims. At the first step, the system consisted of ferromagnetic Pt_xCo_{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. The behavior of either EB value or blocking temperature has been observed varying periodically. At the second step, $Pt_{50}Co_{50}$, one of those chemical ratios showing highest Exchange Bias value, was investigated with respect to thickness. The indication in literature for perpendicular magnetization for this ratio was effective on chemical ratio selection. However, perpendicular magnetization has not been observed for this sample system.

Both studies within the project, have been given as thesis subjects to two graduate students and are at the point of completion. Moreover, the project yields three published and one submitted SCI papers. Totally thirteen studies have been already performed as poster and oral presentations in national and international conferences.

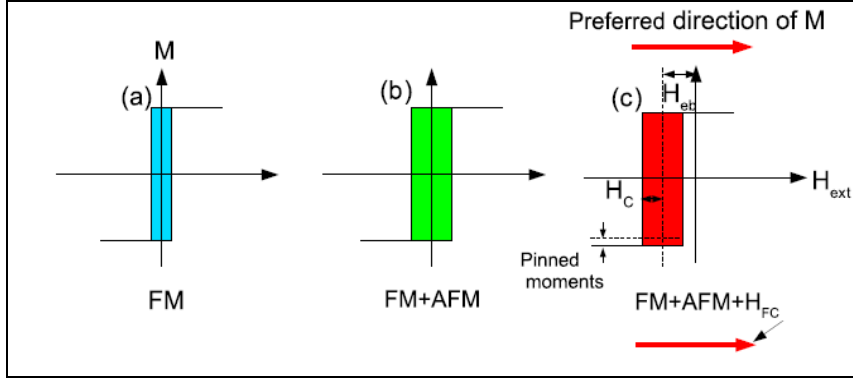
Key Words: Ferromagnetic-Antiferromagnetic Structures, Exchange Bias, Blocking Temperature, Ferromagnetic PtCo Alloy Films, Antiferromagnetic CoO Film

PROJE ANAHAT METNİ

1. LİTERATÜR ÖZETİ

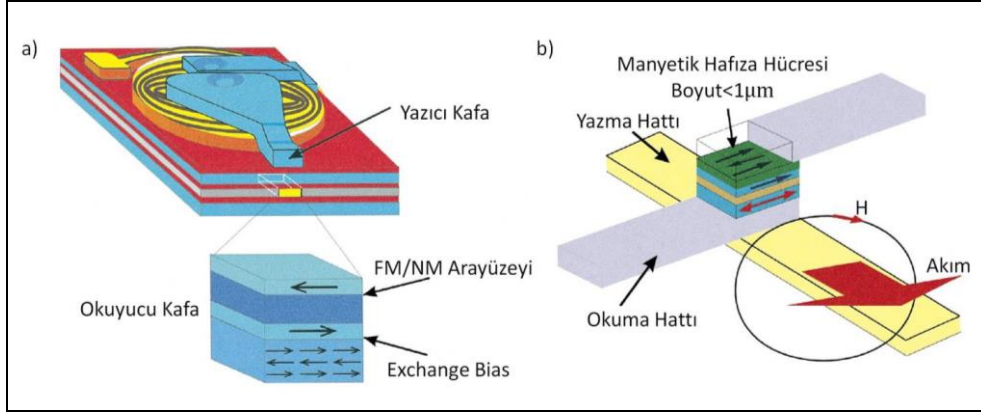
Exchange Bias etkisi bir ferromanyetik (FM) malzeme ile bir antiferromanyetik (AFM) malzemenin birbirleri üzerinde büyütölmeleri ile oluşan yapılardan bazı özel şartların sağlanmasıyla FM malzemelerin simetrik olan histerisiz eğrisinin bu simetrisini kaybetmesi yani x-eksenine göre pozitif veya negatif yönde kayması olarak tanımlanabilir (Şekil 1.1). Kısaca bu özel şartlar; seçilen AFM malzemenin Néel sıcaklığının (bu sıcaklık değerinde AFM malzemenin spin düzeni ortadan kalkmakta ve paramanyetik faza geçmektedir) üzerine bu sistemin ısıtılması ve bir dış manyetik alan altında soğultulması olarak belirtilebilir. Exchange Bias etkisi ilk olarak 1956 yılında Meiklejohn ve Bean tarafından Co tozları ile yapılan bir çalışma sırasında Co tozların oksitlenmesinden dolayı şans eseri bulunmuştur [Meiklejohn, 1956]. Exchange Bias etkisi kapsamında üç yeni fenomen ortaya çıkmıştır. Bunlar maddeler halinde;

- **Exchange Bias etkisi:** Ferromanyetik malzemenin histeresis eğrisi dış manyetik alan eksenine göre pozitif veya negatif yönde kayması.
- **Engelleme sıcaklığı (Blocking Sıcaklığı):** Exchange Bias etkisinin ortadan kalktığı yani dış manyetik alan eksenine göre kaymanın gözlemlenmediği sıcaklıktır. Bu sıcaklık değeri kullanılan antiferromanyetik tabakanın Néel sıcaklığından genellikle daha düşük olarak gözlenmiştir [Radu 2003, Khan 2013, Öztürk 2012].
- **Traning etkisi (Talim etkisi):** Exchange Bias etkisinin gözlemlendiği örneklerde ilk alınan histeresis eğrisiyle, aynı sistemde ikinci defa alınan histeresis eğrisi arasında gözlemlenen farklılıktır. Bu proje kapsamında bu etkinin bir değerlendirilmesi yapılmamıştır.



Şekil 1.1. 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 [Khan, 2013].

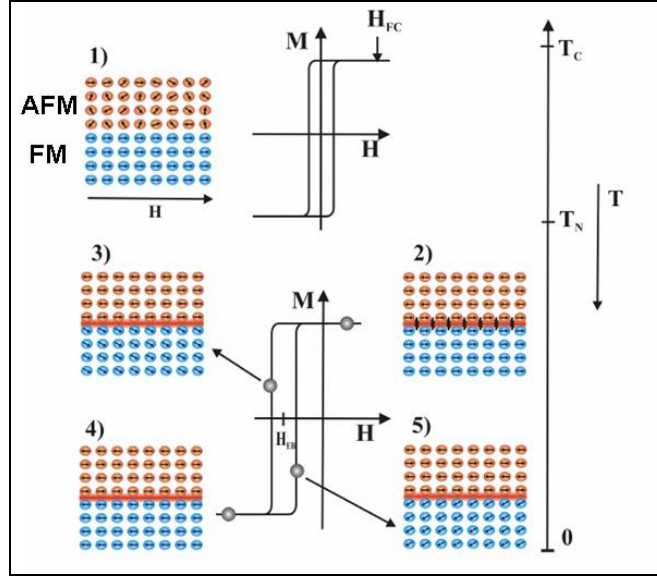
Tam olarak kökeni bilinmemesine rağmen Exchange Bias etkisi birçok teknolojik uygulamada kendine kullanım alanı bulmuştur. Bunlardan bir tanesi dev magnetodirenç etkisiyle (GMR) beraber hard disk okuma kafalarında kullanılmaktadır. Şekil 1.2'de görüldüğü gibi okuma kafalarında kullanılan yapıda iki FM tabaka birbirlerinden bir manyetik olmayan metal ile ayrılmış ve ayrıca FM tabakalardan biri AFM tabaka üzerine büyütülmüştür. Bu sistemde Exchange Bias etkisi alttaki FM tabakanın dışardan uygulanan bir manyetik bir etki ile yönelimin değişimi engellenmek için kullanılmaktadır ve bu yüzden sabitlenmiş tabaka olarak adlandırılmıştır (pinned layer). Buna karşın ikinci FM tabaka ise dışardan gelen manyetik etkileri algılamak için serbest bırakılmıştır ve serbest tabaka olarak adlandırılmıştır (free layer). Serbest FM tabakanın mıknatıslanma yönünün dışardan bir manyetik etkiyle değişmesi manyetik olmayan bir tabaka ile birbirlerinden ayrılmış olan ve Exchange Bias etkisiyle sabitlenmiş FM tabaka arasında direnç farkına neden olmaktadır (GMR etkisi) ve bu sayede bilgi okuma işlemi gerçekleşmektedir [Parlak, 2014].



Şekil 1.2. Exchange Bias etkisinin kullanılarak elde edilen GMR spin valve sensörlerinin kullanımları a) manyetik kayıt kafaları ve b) manyetik hafıza hücrelerinin şematik gösterimi [www. storagenewsletter.com].

Exchange Bias etkisinin kökeni açıklamak için henüz tam bir model bulunamamıştır. Bu konuda çeşitli modeller önerilmiştir ve bu modellerden bazıları Exchange Bias etkisinin büyüklüğünü doğru belirlerken engelleme sıcaklığında hatalı sonuçlar vermekte bazıları ise engelleme sıcaklığını doğru verirken Exchange Bias etkisinin büyüklüğünde hatalar vermektedir, önerilen bu modeller aşağıda kısaca özetlenmiştir.

Exchange Bias etkisinin teorik olarak açıklanması ilk olarak Meiklejohn ve Bean'in basitleştirilmiş modeliyle başlamıştır. Tek domen durumu, spinlerin eş fazlı yönelimi ve kusursuz ara yüzey gibi var sayımların yapıldığı bu ideal modelin şematik gösterimi aşağıdaki gibidir [Meiklejohn, 1957].



Şekil 1.3. Spinlerin döndüğü histeresis eğrisi [Nogués, 1999].

İdeal ve gerçekçi MB modelinin vektörel olarak gösterildiği yukarıdaki şekilde mıknatıslanma, anizotropi ve alan değerleri ile şartı sağlandığında Exchange Bias alanı bulunur. Bu değer hesaplandığında sonuç, deneysel sonuçlarda gözlenenden yaklaşık iki kat fazla bulunmaktadır [Meiklejohn, 1957].

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 etkileşim enerjisinin büyük bir kısmı AFM domen duvarlarında depolanacağından histeresinin kayma miktarı da azalmış olur [Mauri, 1987].

Mauri ile aynı yılda Malozemoff' da rastgele alan modeli 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, 1988].

Exchange Bias 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, 1988].

Arayüzey pürüzlülüğü dışında yapısal düzensizliklerin söz konusu olduğu seyreltik antiferromanyetiklik durumu için öne sürülen model, domen durum modeli olarak adlandırılır.

Malzemedeki kusur yoğunluğunun Exchange Bias alanına etkisinin Monte Carlo simülasyonlarıyla incelenmesi sonucu, nispeten yeni olan bu modelin deneyle mükemmel tutarlılık gösterdiği bildirilmiştir [Nowak, 2002].

Son olarak spin cam modeli ismiyle Radu'nun öne sürdüğü teoriye göre FM/AFM arayüzeyinde, AFM spinler iki grupta incelenir. Bir grup yüksek anizotropi nedeniyle çakılı kalırken düşük anizotropili diğer grup ise alan etkisiyle yön değiştirebilir [Radu, 2005].

Projemizde yukarıda kısaca anlatılan Exchange Bias etkisinin araştırılması konusu üzerine gerçekleştirilmiştir ve ferromanyetik tabaka olarak farklı kimyasal oranlarda PtCo filmler seçilmiş ve AFM malzeme olarak CoO seçilmiştir.

PtCo filmin seçilmesinde PtCo filmlerin sahip olduğu kararlı fazlardan biri olan $L1_0$ fazına sahip olması kritik rol oynamıştır. Bu fazda PtCo filmler (%50 Pt ve %50 Co) eşit kimyasal orana sahiptirler ve yüksek magnetokristalline anizotropi sabitine (K_U) sahiptirler. Magnetokristalline anizotropinin kökenini spin-orbit etkileşimi oluşturmaktadır ve bu değer yüksekliği manyetik kayıt ortamlarında bilginin daha uzun süre saklanması için en önemli parametrelerden biridir. Günümüz manyetik kayıt ortamlarında halen $SmCo_5$ kullanılmaktadır ve sahip olduğu K_U değeri 17.2 MJ.m^{-3} tür [Erkovan, 2014]. Buna karşın $L1_0$ fazında hazırlanan PtCo için ise bu değer 4.9 MJ.m^{-3} değerine sahiptir ve gelecek nesil bilgi saklama ortamlarında kullanıma potansiyeline sahiptir. Eğer bilgi saklama ortamları ve bilgi okuma kafalarının aynı bir yapıya parçaları olduğu göz önünde bulundurulursa önerdiğimiz projenin her iki sistemin iki aynı malzemenin farklı kimyasal kompozisyonlarından oluşturulması konusuna yardımcı olmayı hedefledikleri anlaşılabilir. PtCo alaşımların manyetik özellikleri ve bu yapı içerisinde gerçekleşen etkileşimler kısaca şöyle açıklanabilir; doğasında net bir manyetik momente sahip olmayan Pt, Co ile yaptığı bu alaşım sonucunda hem manyetik moment kazanmakta hem de Co'nun manyetik özelliklerinde bazı hissedilir değişikliklerin ortaya çıkmasına neden olmaktadır. Pt yüksek spin-orbit coupling değerine sahiptir ve Co ile alaşım yaptığında bunu Co'ya transfer etmektedir. Bundan dolayı Co'nun spin manyetik momenti ile yörüngesel manyetik momenti oranları arasında bir değişime neden olmaktadır ve bu etkileşimden dolayı Co'nun manyetik özellikleri değişmektedir. Buna karşın Pt'inin 5d bandı ile Co'nun 3d bandı arasında gerçekleşen hibritleşme etkisiyle Pt manyetik olarak polarizasyon kazanmaktadır ve artık doğasındaki manyetik olmama özelliğini kaybetmekte ve manyetik özellik göstermeye başlamaktadır. Bahsedilen iki etkiden ilki Co'nun manyetik özelliklerine negatif bir etki yaparken (Co'nun gyromanyetik oranının artmasına ve bundan dolayı sönüm teriminin artmasına neden olmakta), ikinci etki olarak da hibritleşme etkisiyle Pt'in kazandığı ortalama manyetik moment değeri Co'nun kaybettiğiyle kıyaslandığında daha büyük olmaktadır [Erkovan, 2014]. Bu etkiler yüzünden değişik kimyasal oranlarda PtCo alaşımların manyetik özellikleri Co'nun alaşım içerisindeki oranının azalmasından bağımsız olarak değişmektedir [Erkovan, 2014]. PtCo alaşımlar manyetik

özelliklerinin yanı sıra elektriksel özellikleri, katalitik özellikleri halen aktif araştırma konularındandır [Bardi, 1990, Erkovan 2014]. PtCo alaşım filmler ayrıca bu proje kapsamında CoO ile kullanılarak Exchange Bias özelliğinin gözlenmesi için Curie sıcaklıkları ile uygunluk göstermektedirler. Tablo 1.1'de bazı oranlardaki PtCo alaşım filmlerin Curie sıcaklıkları verilmiştir.

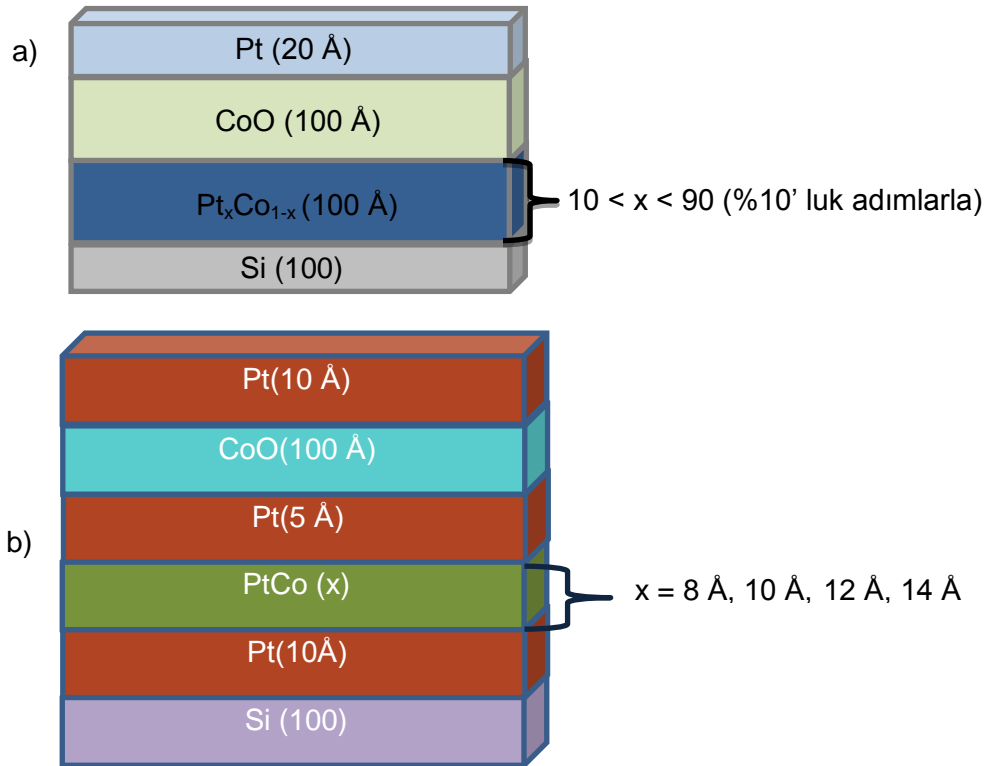
Tablo 1.1. Değişik kimyasal oranlardaki PtCo alaşım filmlerin Curie sıcaklıkları [Erkovan, 2014].

Numune	Curie sıcaklıkları (K)
Co	1200
Pt _{0,4} Co _{0,6}	970
Pt _{0,5} Co _{0,5}	945
Pt _{0,6} Co _{0,4}	915

Proje kapsamında AFM tabaka olarak CoO kullanılmıştır ve bunda iki neden etkili olmuştur. Bunlardan ilki; CoO malzemenin sahip olduğu Néel sıcaklığı ki değeri oda sıcaklığının civarındadır yaklaşık 291 K olması ve diğer neden ise CoO' in magnetron sputtering tekniğinde reaktif kaplama yöntemiyle kolaylıkla hazırlanabilmesidir [Öztürk 2012, Erkovan 2014].

2. PtCo/CoO FİMLERİN HAZIRLANMASI

Proje kapsamında iki farklı grup filmler hazırlanmıştır. Bunların şematik gösterimleri aşağıda verilmiştir. İlk grup örnek sisteminde PtCo filmlerin kalınlıkları 100 Å olarak belirlenmiş ve sadece PtCo filmlerin kimyasal oranları değiştirilmiştir. Bu kapsamda Pt_xCo_{1-x} şeklinde ve x değeri 10 ile 90 arasında %10' luk adımlarla değiştirilerek dokuz farklı örnek çalışılmıştır. AFM CoO filmin kalınlığı da PtCo tabaka kalınlığı gibi yine 100 Å olarak seçilmiştir. İkinci grupta ise PtCo oranı 50:50 seçilmiş ve PtCo tabakanın kalınlığının değişimine göre bir çalışma gerçekleştirilmiştir. Önerilen projede bu çalışma için en yüksek Exchange Bias'a sahip örneğin incelenmesi hedeflenmişti ama literatürde son zamanda dik mıknatıslanmaya sahip PtCo oranı olan 50:50 oranından dolayı en yüksek Exchange Bias etkisinin gözlemlendiği bu oran seçildi [Wang, 2014]. Bu örnek sisteminde PtCo filminin her iki tarafı Pt filmle kaplanmıştır, bu Dik Exchange Bias etkisini gözlemlemek için tercih edilmiştir.



Şekil 2.1. Proje kapsamında hazırlanan filmlerin şematik gösterimi. a) PtCo' ın kimyasal oranın fonksiyonu olarak hazırlanan PtCo/CoO filmler. b) Pt₅₀Co₅₀ oranında kalınlığının fonksiyonu olarak çalışılan örnek sistemi.

2.1 PtCo Tabakanın Hazırlanma Prosesi

PtCo tabakanın hazırlanmasında magnetron sputtering büyütme tekniğinin co-sputtering opsiyonu kullanılarak Ultra High Vacuum (UHV) şartlarında hazırlanmıştır. Bu opsiyonda Pt ve Co'ın her ikisi de eş zamanlı olarak plazma oluşturulmaktadır. Hazırlanmakta olan film hareket edebilen örnek tutucu üzerinde sırasıyla Pt ve Co hedef malzeme altına gelmektedir. Pt ve Co için kaplama hızlarının tespiti XPS PHOUBS-150 marka X-ray Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) kullanılarak yapılmıştır. Bunun ile ilgili detaylar için literatüre [Erkovan, 2011] bakılabilir. Pt ve Co için kaplamada kullanılan parametreler aşağıda Tablo 2.1'de verilmiştir.

Tablo 2.1. Pt ve Co için hazırlama parametreleri.

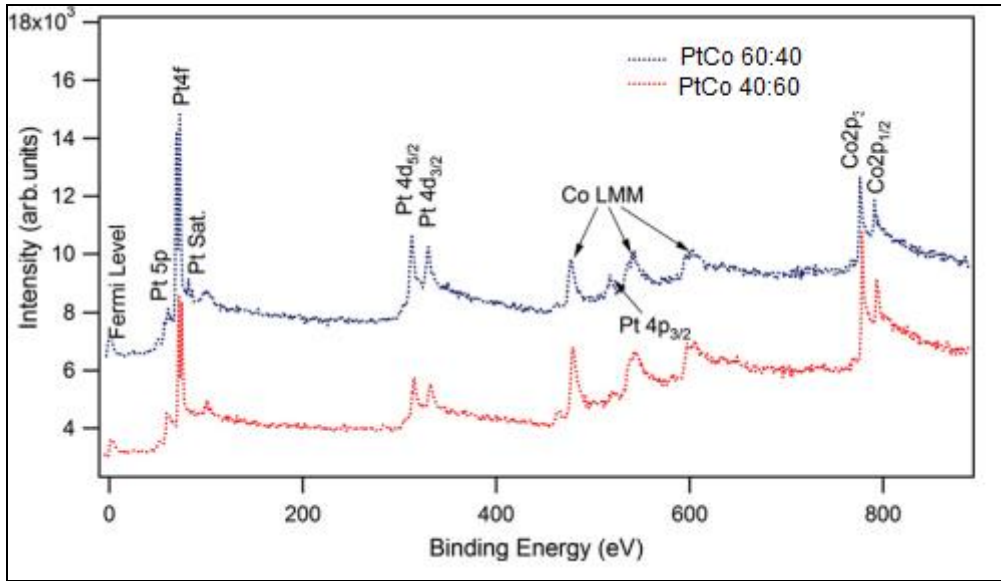
Numune	Pt kaplama süresi	Co kaplama süresi
Pt ₁₀ Co ₉₀ /CoO	2	11
Pt ₂₀ Co ₈₀ /CoO	4	10
Pt ₃₀ Co ₇₀ /CoO	6	8
Pt ₄₀ Co ₆₀ /CoO	8	7
Pt ₅₀ Co ₅₀ /CoO	10	6
Pt ₆₀ Co ₄₀ /CoO	12	5
Pt ₇₀ Co ₃₀ /CoO	14	4
Pt ₈₀ Co ₂₀ /CoO	16	3
Pt ₉₀ Co ₁₀ /CoO	18	2

Kaplama öncesinde Si alttaş malzeme vakum ortamına transfer edilmeden önce ultra sonik karıştırıcıda beşer dakika boyunca hem ethanol hem de methanol ortamında temizlenmiştir. Bunun ardından vakum ortamına aktarılan Si alttaş malzemeler kaplama öncesinde son kez bir daha 600°C sıcaklıkta 30 dakika boyunca vakum şartlarında ısıl işleme tabii tutulmuşlardır. Filmler hazırlanmasından önce magnetron sputtering sistemin temel basıncı $< 3 \times 10^{-8}$ mbar seviyelerdedir fakat büyütme sırasında ortama Ar gazı verilmesiyle bu değer $1.2 - 1.4 \times 10^{-3}$ mbar seviyelerine ulaşmaktadır ve kaplamalar bu basınç

değerlerinde gerçekleştirilmektedir. Kaplamalar sırasında alttaş malzeme 300°C sıcaklıkta tutularak alaşımlandırma gerçekleştirilmiştir hedeflenmektedir [Erkovan, 2011].

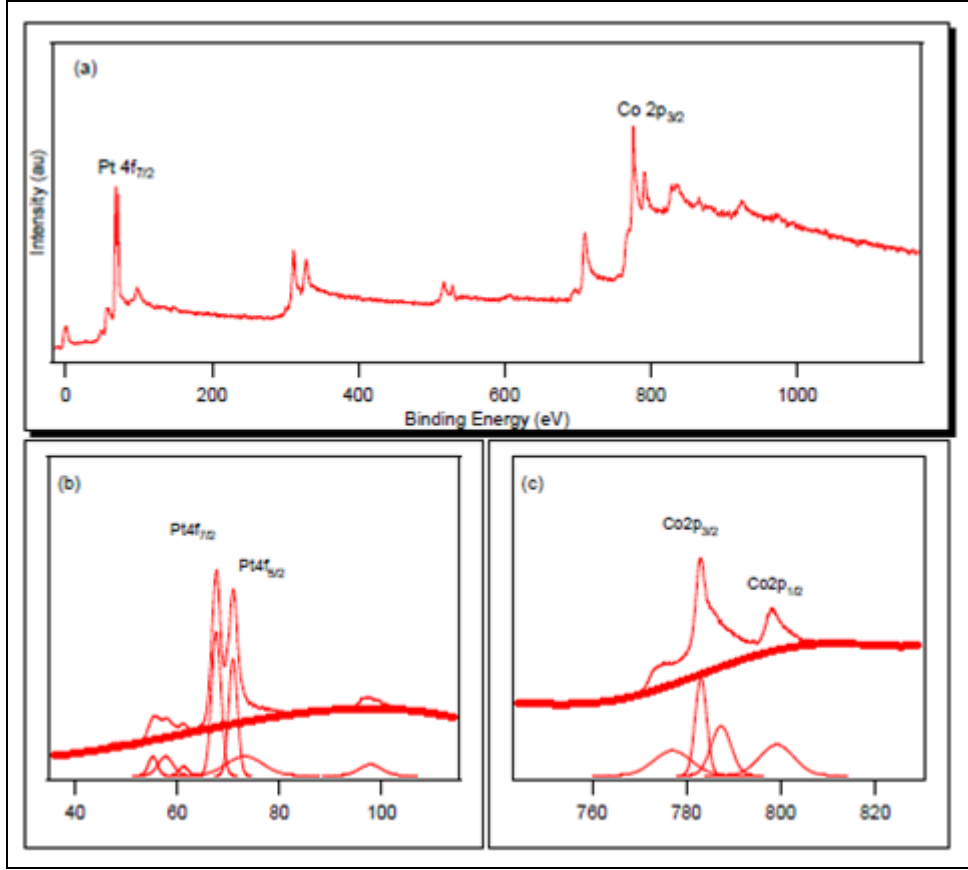
2.1.1 PtCo Filmlerin XPS Analizleri

Hazırlanan değişik oranlardaki PtCo filmlerin XPS analizleri yapılarak tam kimyasal oranları belirlenmiştir. Şekil 2.2'de hazırlanan PtCo filmlerden kimyasal oranı 40:60 ve 60:40 olan örneğe ait geniş XPS spektrumları verilmiştir. Her bir pikin hangi elemente ve hangi seviye ait olduğu gösterilmiştir.



Şekil 2.2. PtCo için 40:60 ve 60:40 için geniş tarama XPS spektrumu.

Hazırlanan filmin kimyasal oranının tespit etmekte şöyle bir yöntem izlenmektedir. İlk olarak her iki elementin hem Pt hem de Co' in ana XPS piklerinin dar spektrumları alınmakta ve ardından alt tarafta kalandan background çıkarılarak uygun matematiksel fonksiyonlar kullanılarak fit işlemi gerçekleştirilerek ana piklerin altında kalan alan değerleri tespit edilmekte ve bu değerler hem XPS deney düzeneğine hem de her element için farklı olan Atomik hassasiyet faktörü (ASF)'ne bölünmektedir. Bu işlemin ardından da Co ve Pt için bulunan değerler birbirlerine oranlanarak incelenen örnek için kimyasal kompozisyon belirlenmektedir [Demirci, 2014].



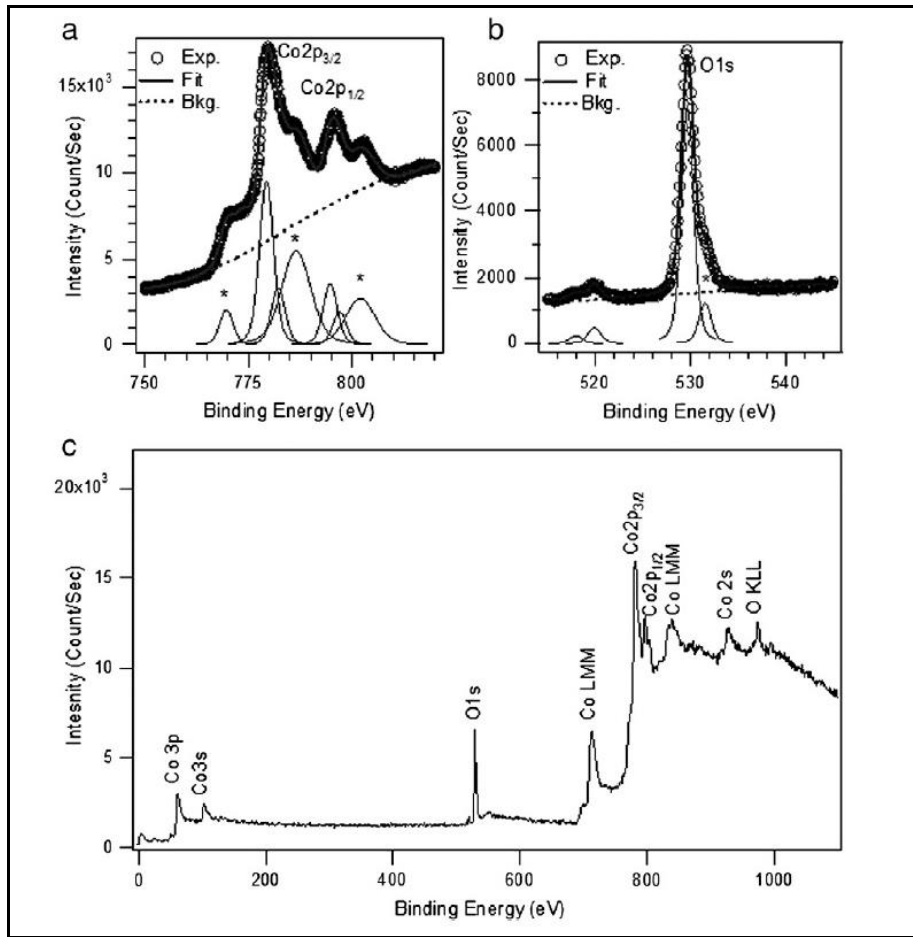
Şekil 2.3. PtCo 40:60 oranı için Pt ve Co' ın ana piklerinin fit edilmiş spektrumları.

2.2 CoO Tabakanın Hazırlanma Prosesi

CoO tabakayı hazırlamak için magnetron sputtering sisteminin reaktif kaplama opsiyonu kullanıldı. Bu proses için yüksek saflıkta O₂ gazı (6N Grade) kaplama öncesinde sisteme 0.15 sscm akış hızıyla verilerek ortamın taban basıncının 3×10^{-8} mbar seviyelerinden 5×10^{-5} mbar seviyelerine yükselmesi sağlandı ve ortamda bir O₂ atmosferi oluşturuldu. Basınç değerinin bu seviyelerde sabitlenmesinin ardından kaplama prosesine geçildi. RF-sputter güç kaynağında 40 Watt güç kullanarak ve ortama 2.6 sscm akış hızında yüksek saflıkta Ar gazı verilerek $1.2-1.4 \times 10^{-3}$ mbar seviyelerinde kaplama işlemi gerçekleştirildi. Şekil 2.4'te CoO filminden alınan XPS spektrumu gösterilmiştir.

Şekil 2.4.a'da gösterilen Co 2p piklerinin yanında gözlemlenen uydu (satellite peaks) pikler Co²⁺ oksitlenmesine işaret etmektedir ve bu ayrıca Co-oksit gibi son 3d geçiş metal oksit filmlerin yük-transfer bant yapılarından dolayı yapıda CoO formun diğer oksit formlara göre daha baskın olduğunda bir göstergesidir. CoO ile diğer formlara göre baskın olmasına

rağmen ikinci bir fazda yapı içerisinde vardır. Bu iki oksitlenme formundan dolayı Co 2p piki ikiye yarılmıştır. Bunu tek oksitlenme durumu olan yüzeylerden alınan piklerle karşılaştırmak mümkündür [Nie 2003]. Co 2p fotoemiyon pikinin genişliği hem Co^{2+} ve Co^{3+} varlığını ve hatta Co^{2+} uydusunun varlığını doğrulamaktadır. Bunlardan biri 779.3 eV bağlanma enerjisinde, bir diğeri 781.7 eV oturmaktadırlar (Şekil 2.4) ve bunlar sırasıyla Co^{2+} and Co^{3+} karşılık gelmektedirler. Co $2p_{3/2}$ and Co $2p_{1/2}$ pikleri Voight fonksiyonu pikleri kullanılarak fit edildiler ve Co-oksit formları hesap edildi ve $\text{Co}^{2+}/\text{Co}^{3+}$ oranı 2.6 olarak hesaplandı. Bu şu anlama gelmektedir ki, hazırladığımız Co-oksit tabakanın formasyonu % 78 oranında CoO' dir. CoO için bir diğeri doğrulama ise O_2 'nin XPS spektrumdan gelmektedir. O_2 'in ana piki 529.5 eV' de gözlenmektedir ve bu yapının CoO olduğuna işaret etmektedir.

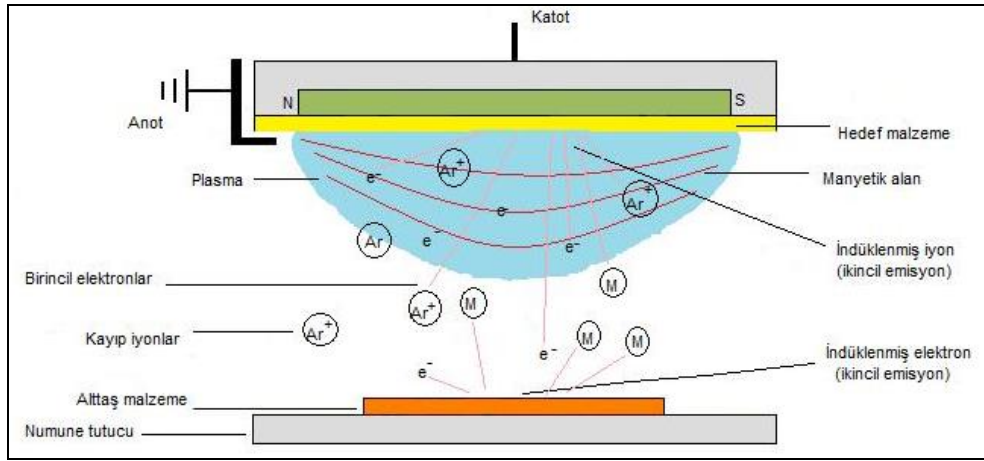


Şekil 2.4. Co-oksit yüzeyinden alınmış geniş XPS spektrumu ve Co 2p ana pikinin ve O 1s ana pikinin dar XPS spektrumları fitleriyle beraber. Yıldız ile gösterilen pikler uydu pikleri göstermektedir.

3. KULLANILAN TEKNİKLER

3.1 Magnetron Sputtering Deposition Tekniđi

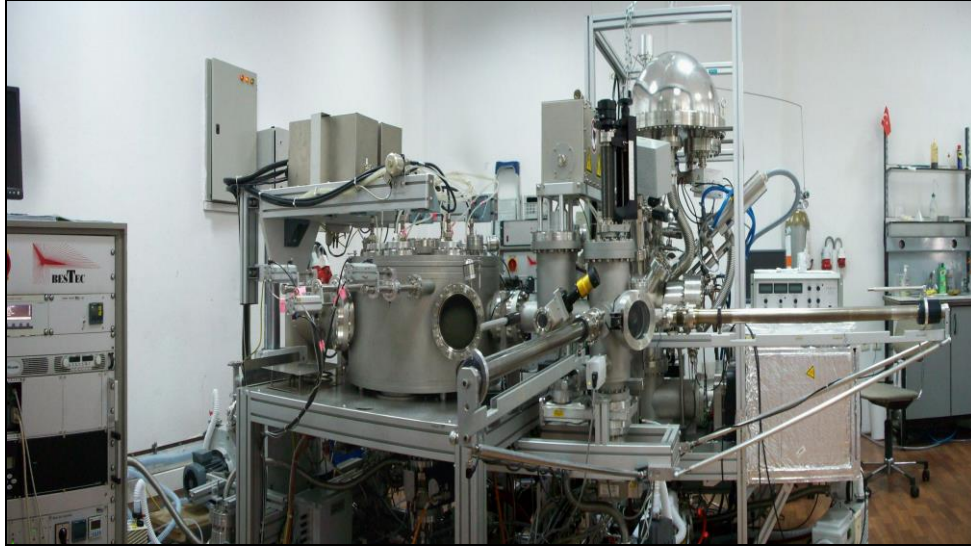
Sputtering kelime anlamı olarak katı bir yüzeyden mekanik yolla atom sökme anlamına gelmektedir. Magnetron Sputtering tekniđi bu tanımı baz alarak geliştirilmiş bir örnek hazırlama yöntemidir. Diğer örnek hazırlama tekniklerine göre sahip olduđu avantajlar ile hem akademik arařtırmalarda hem de endüstride geniş bir kullanım alanı vardır. Sputtering işleminin, sistem içersine gönderilen yüksek saflıktaki Ar gazının yüksek elektrik alan altında iyonize edilerek hedef malzeme üzerine çarptırılmasıyla hedef malzemenin hem nötr atomlarının hem de elektronlarının sökülmesi şeklinde gerçekleşmektedir. Sökülen elektronlar hedef malzemenin hemen önünde oluşturulan manyetik alan ile tekrardan hedef malzemenin yüzeyine çarptırılmakta ve hedef malzeme yüzeyinden malzeme sökme süreci devam ettirilmektedir [Parlak, 2014, Erkovan 2011].



Şekil 3.1. Magnetron Sputtering prosesinin şematik gösterimi [Parlak, 2014].

Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü (GYTE) Nanoteknoloji Laboratuvarı'nda kurulu bulunan UHV vakum sistemini oluşturan üç ana kısımdan biri olan Magnetron Sputtering kaplama sisteminde üç inçlik altı hedef malzeme yüklemesi yapılabilmektedir. Bu altı hedef malzemenin üçü DC güç kaynağıyla, ikisi RF güç kaynağı ve bir tanesi Pulse-DC güç kaynağı ile kontrol edilebilmektedir. Alaşım ince filmler hazırlayabilmek için aynı anda bir RF güç kaynağı ile bir DC güç kaynağı aynı anda çalıştırılma opsiyonuna sahiptir. Magnetron

Sputtering sisteminin temel basıncı $<10^{-8}$ mbar seviyelerindedir, hedef malzeme ile alttař malzeme arasındaki uzaklık 10-100 mm arasında deęiřtirilebilmektedir. İeriye gnderilen Ar gazı filtrelerden geirilerek ieriye verildięi iin saflıęı yaklaşık %99,9999 seviyelerindedir. Ayrıca Magnetron Sputtering sistemi ierinde alttař malzemenin konulduęu numune tutucu kısmında alttař malzemenin oturduęu kısma yerleřtirilmiř bir PBN ısıtıcı bulunmaktadır.

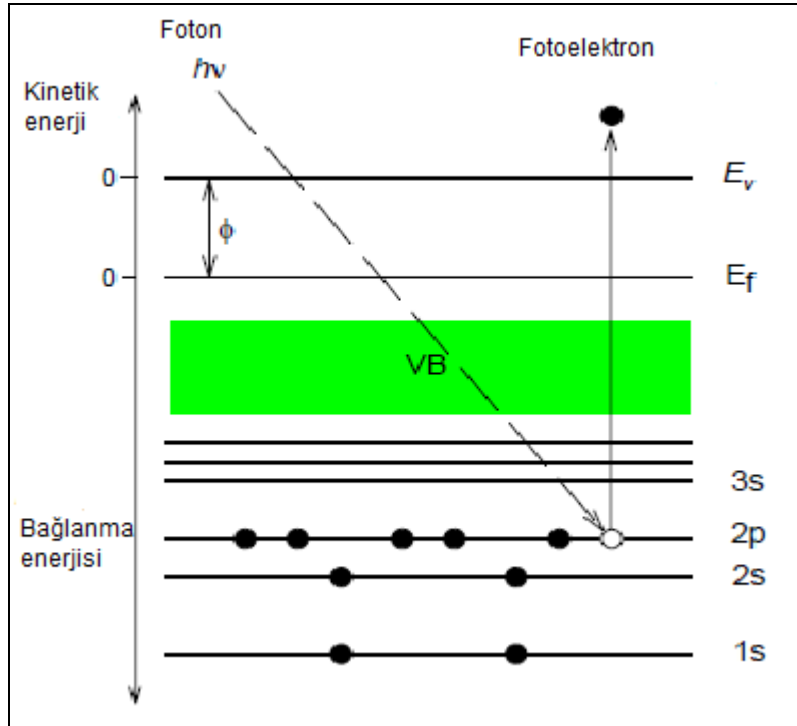


řekil 3.2. GYTE Nanoteknoloji Laboratuvarı'nda kurulu bulunan UHV sistemi.

Bu atmosferik ortamdan vakum ortamına transfer edilen alttař malzemelerin zerine film bytme iřlemi yapılmadan nce ısıtma (1200°C dereceye kadar) iřlemi (annealing) ile yzey przlerinin ortadan kaldırılması ve aynı zamanda bytme sırasında istenirse alttař malzemenin bir sıcaklık deęerinde sabit tutularak rneęin bir alařımın gerekleřtirilmesi iin kullanılabilir. Tm bunlara ek olarak ayrıca rnek ile aynı dzlemde QCM (Quartz Crystalline Monitor) de sistem ierisinde bulunmaktadır. QCM kısaca atomik bir tartı olarak tanımlamak mmkndr. alıřma mekanizmasının aıklaması kısaca, zerinde bulunan iki piezoelektrik kristalin titreřim frekansları arasındaki farkı kullanarak koparılan hedef malzemedeki sklen malzeme miktarını kalınlıęa evirmektedir.

3.2 X-Ray Fotoelektron Spektroskopi Tekniđi

GYTE Nanoteknoloji Laboratuvarı'nda kurulu bulunan UHV sistemin bir diđer kısmı ise analitik vakum odasıdır. Bu kısımda yüzey analiz teknikleri bulunmaktadır. Ayrıca yine epitaksiyel ultra ince filmler hazırlayabilmek için bir E-Beam buharlaştırma sistemi de bulunmaktadır. Analitik vakum odasının temel vakum düzeyi $<10^{-10}$ mbar seviyelerindedir, bu kısımda yüksek yüzey hassasiyetine sahip X-Ray Fotoelektron Spektroskopi (XPS) yine XPS temelli X-Ray Fotoelektron Difraksiyonu (XPD) ve yine difraksiyon temelli Düşük Enerji Elektron Difraksiyonu (LEED), Kütle Spektroskopisi tekniđi (RGA) ayrıca 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) tekniđi de analitik vakum odası kısmında bulunmaktadır. XPS ile yaklaşık 10 nm kalınlığa kadar bir bölgenin kimyasal kompozisyonu hakkında bilgi bu deneysel tekniđin çıktısıdır. XPS ile aynı zamanda hazırlanan filmlerin kalınlık kalibrasyonlarında yüksek hassasiyetlerde yapılabilmektedir.

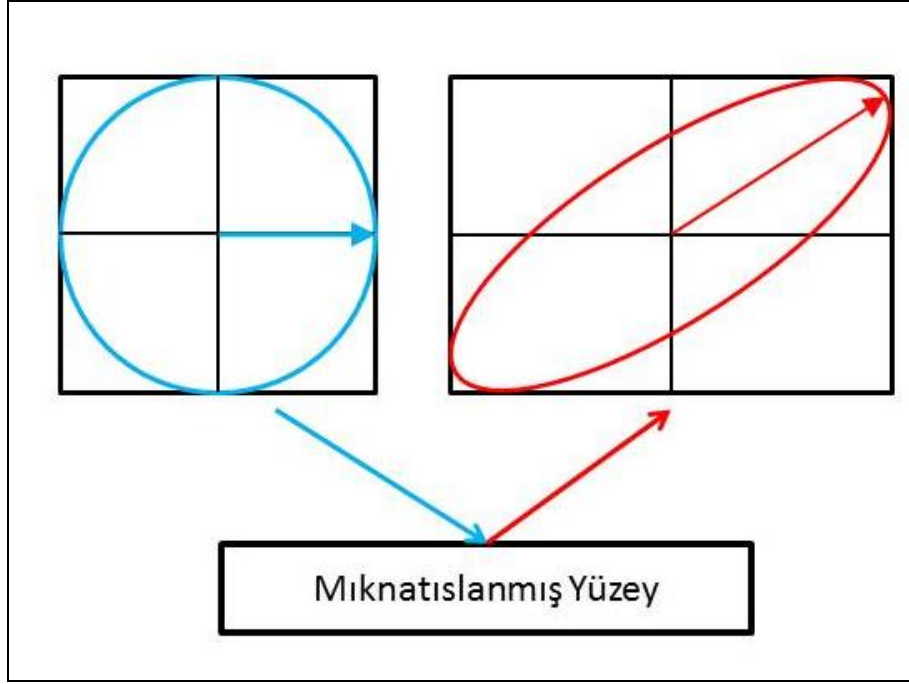


Şekil 3.3. XPS sisteminin şematik gösterimi [Parlak, 2014].

3.3 Manyetooptik Kerr Etkisi Ölçüm Tekniđi

Manyeto-Optik Kerr Etkisi'nin (MOKE) temelinde doğrusal polarize ışığın, çarptığı mıknatıslanmış yüzeyden ayrılırken eliptik polarize olması ve polarizasyon açısının sapması vardır. Bu iki özellik de mıknatıslanmayla doğru orantılı olmakla beraber, malzemenin türüne ve kullanılan ışığın dalgaboyuna bağlı da değişebilir. Işğın malzeme içerisine nüfuz edebildiđi derinlik birkaç yüz Angström ile sınırlıdır. MOKE için gelen ışğın polarizasyonu kadar yüzeydeki mıknatıslanma vektörünün yönü de önemlidir. MOKE ölçümleri, mıknatıslanma yönüne göre polar, enine ve boyuna olmak üzere üç tip geometride incelenebilir. Polar MOKE geometrisinde mıknatıslanma ışğın geliş düzlemine ve yüzey normaline paraleldir. Yani dik mıknatıslanma durumu söz konusudur. Boyuna MOKE için mıknatıslanma vektörü geliş düzlemine paralel, fakat yüzey normaline dik uzanmaktadır. Son olarak, enine MOKE geometrisinde ise mıknatıslanma vektörü hem ışğın geliş düzlemine hem de yüzey normaline diktir. Paralel mıknatıslanma ölçümlerinde genellikle boyuna MOKE geometrisi tercih edilmektedir.

GYTE Fizik Bölümü'nde yer alan MOKE Laboratuvarı'nda nanoyapılı manyetik ince filmlerin oda sıcaklığında manyetik karakterizasyonu yapılmaktadır. Bu sistemde ışık kaynađı olarak kırmızı He-Ne lazeri ($\lambda=632$ nm) kullanılmaktadır. 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 3.4'te gösterilmiştir.



Şekil 3.4. MOKE sisteminde paralel mıknatıslanma (mavi) ve dik mıknatıslanma (kırmızı) ölçüm düzenekleri.

3.4 Titreşimli Örnek Manyetometresi Ölçüm Tekniği

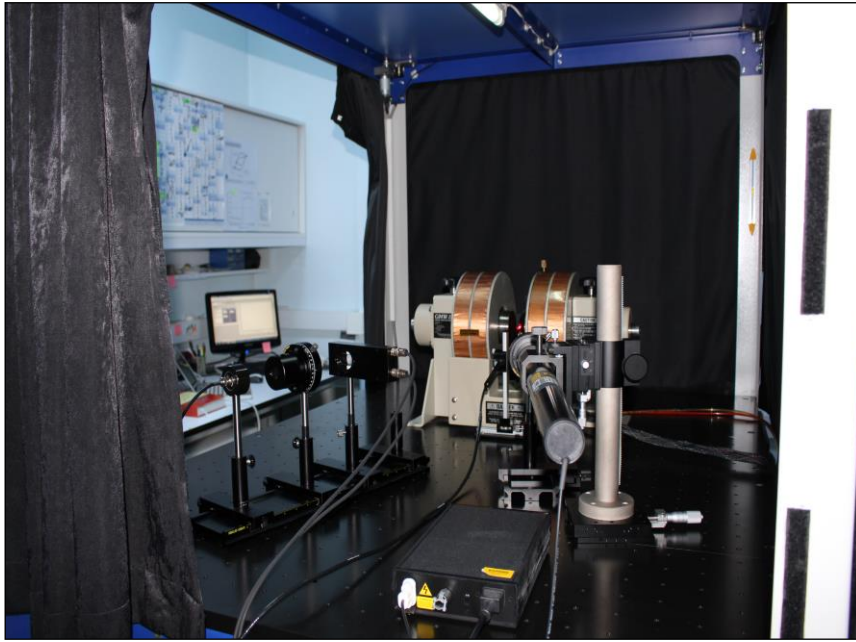
VSM, düzgün manyetik alana dik bir şekilde titreşen numunenin manyetik özelliklerini ölçen bir sistemdir. Simon Foner'in keşfi olan bu teknikte, manyetik malzemelerin hemen hepsinin ölçümü yapılabilir. Bu ölçümler arasında en yaygın olanı manyetik histeresis döngüsüdür ki, bu döngünün şekli üzerinden, doyum mıknatıslanması, koersif alan, kalıcı mıknatıslanma, geçirgenlik ve duygunluk değerleri de bulunabilir. PPMS-VSM (Physical Properties Measuring System) olarak da adlandırılan sistemlerde, farklı manyetik alan ve sıcaklıklar altında numunenin diğer bazı fiziksel özelliklerinin ölçümleri de yapılmaktadır. Sıcaklığa bağlı ölçümler ile numunelerin Curie ve Néel sıcaklıkları da bulunabilmektedir.

Kullanılan Quantum Design PPMS sisteminin VSM opsiyonunda ölçüm yapma mekanizması aşağıdaki şekilde gibidir.

4. DENEYSEL SONUÇLAR

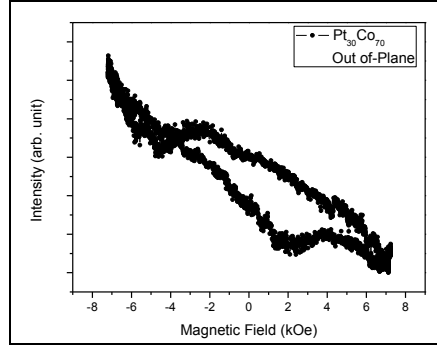
4.1 MOKE Magnetometresi Ölçüm Sonuçları

Proje kapsamında hazırlanan tüm örneklerin oda sıcaklığındaki manyetik ölçümleri Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü'nde bulunan Nanosan Smart MOKE marka MOKE deney sisteminde gerçekleştirilmiştir.

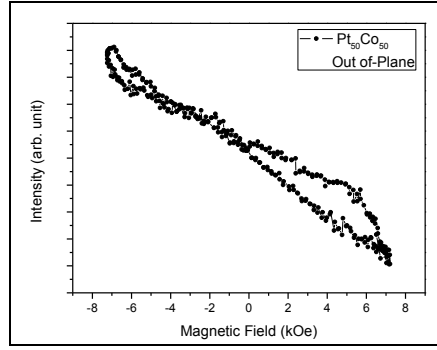


Şekil 4.1. GYTE MOKE deney sistemi.

İlk grup olan farklı kimyasal oranlara sahip Pt_xCo_{1-x}/CoO yapıların MOKE tekniği kullanılarak yapılan karakterizasyon çalışmalarının sonuçları aşağıdaki grafiklerde gözlenmektedir. İlk olarak dik mıknatıslanma ölçümleri yapılmıştır. Aşağıda bazı numunelerin dik mıknatıslanma ölçümleri görülmektedir. Out of-plane ölçümlerinde mıknatıslanma yönelimlerinin zor eksen olduğu gözlenmiştir.



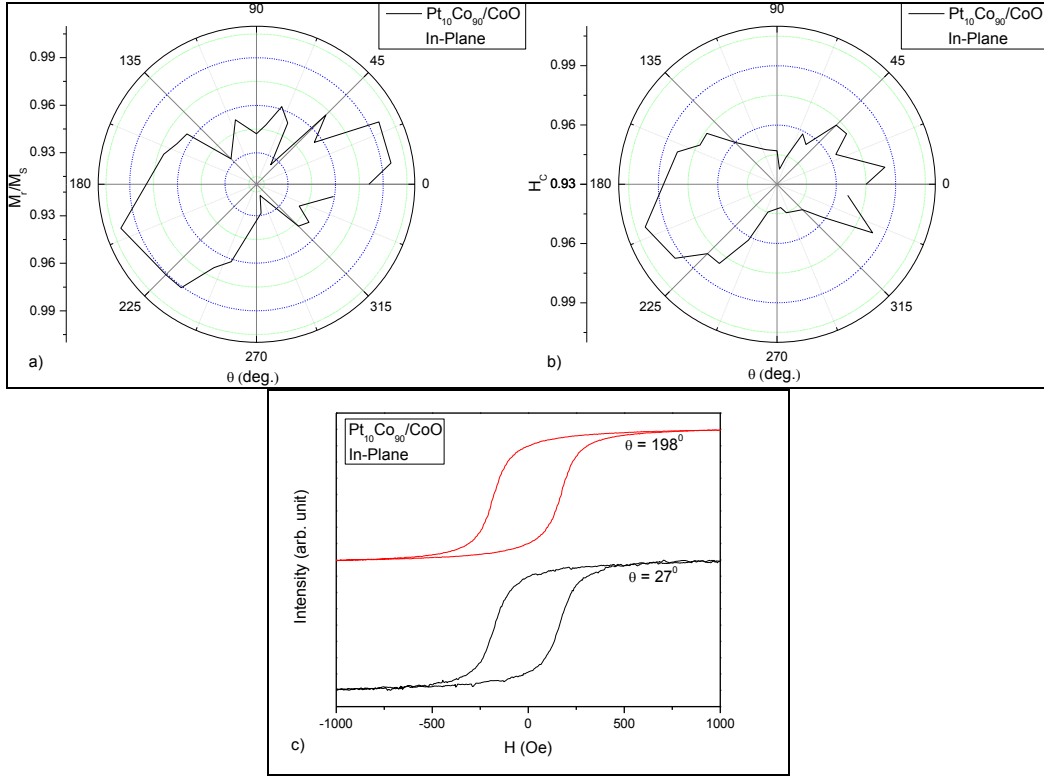
Şekil 4.2. Pt₃₀Co₇₀/CoO numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.



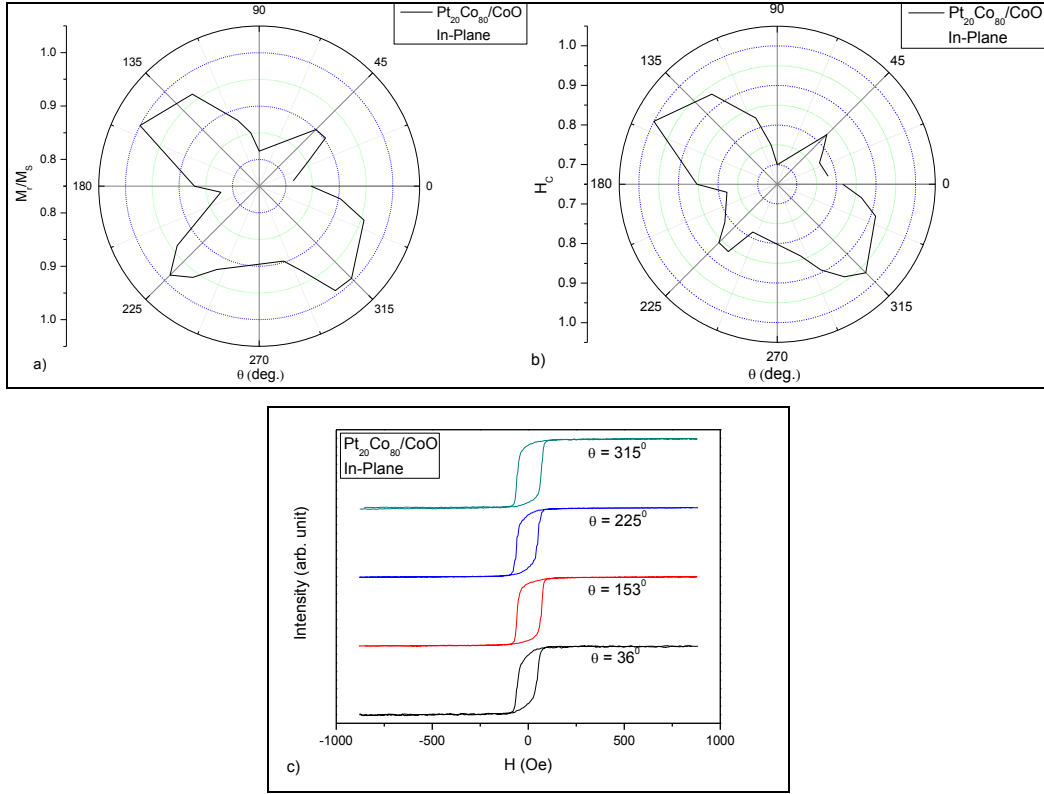
Şekil 4.3. Pt₅₀Co₅₀/CoO numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.

MOKE deney düzeneğinde out of-plane ölçümlerinden sonra in-plane ölçümlerine başlamadan önce ilk olarak her bir numune karakterizasyon işlemi için sisteme yerleştirildiği durum 0° olarak kabul edildiğinde 45° ve 90° döndürüldüğü zamanlar da dahil olmak üzere her bir numune için üç deneme ölçümü yapılmıştır ve her açıda farklı koersif alan ve doyum mıknatıslanması değeri gözlemlenmiştir. Bu ölçümlerin taşıdığı anlam bu davranışı gösteren örneklerin bir manyetik anizotropiye sahip olduklarıdır. Bahsedilen bu anizotropinin gözlenmesinden dolayı MOKE tekniği ile her bir örnek için açığa bağlı olarak histeresis ölçümleri yapılmıştır. Bu ölçümler 0° den 360° ye kadar 9° lik adımlarla gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümlerin sonucunda da her bir örneğin kolay mıknatıslanma eğilimlerinin olduğu kolay-eksenler (easy-axis) belirlenmiş ve ayrıca örneğin manyetik anizotropi durumu hakkında bilgiler elde edilmiştir. Bu açığa bağlı ölçümlerin sonucunda elde edilen 0°, 45° ve 90° ölçümleri başlangıçta anizotropi olup olmadığını belirlemek için yapılan ölçüm sonuçları ile kıyaslanmış ve sonuçların tutarlı olduğu gözlenmiştir. Aşağıda grafiklerde ilk olarak kalıcı mıknatıslanma değerinin doyum mıknatıslanma değerine oranının açısız değişim verilmiştir.

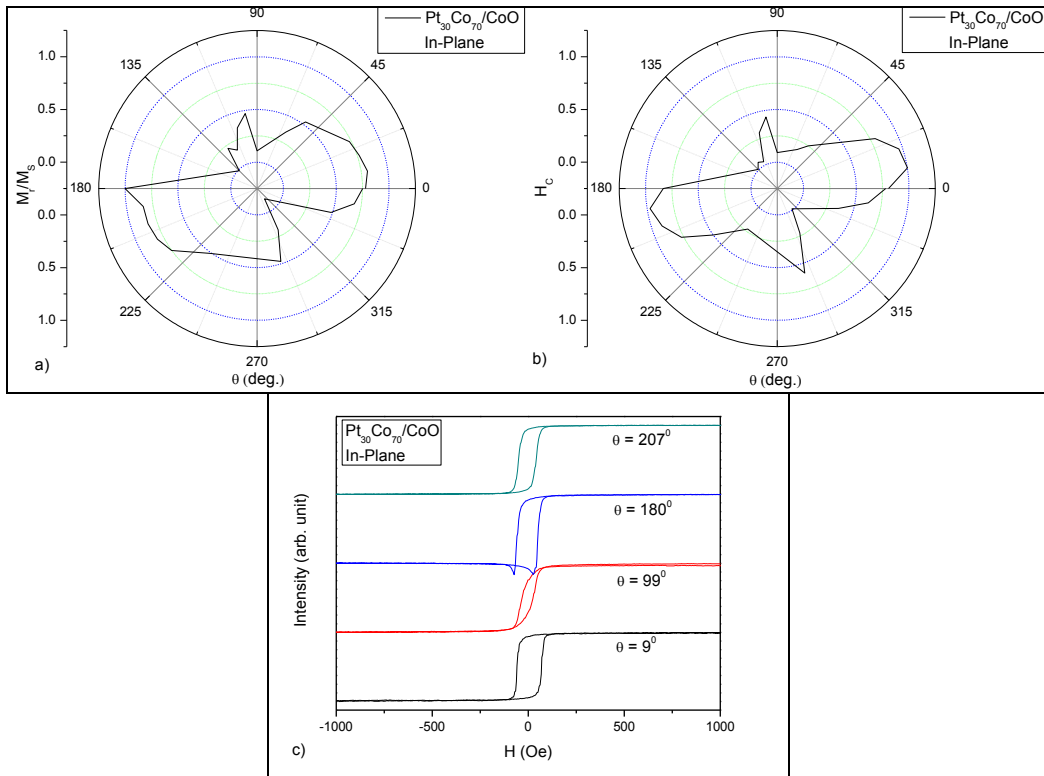
İkinci grafikte koersif alanın açığa bağlı değişimi verilmiştir. Son grafiklerde ise kolay-eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri verilmiştir.



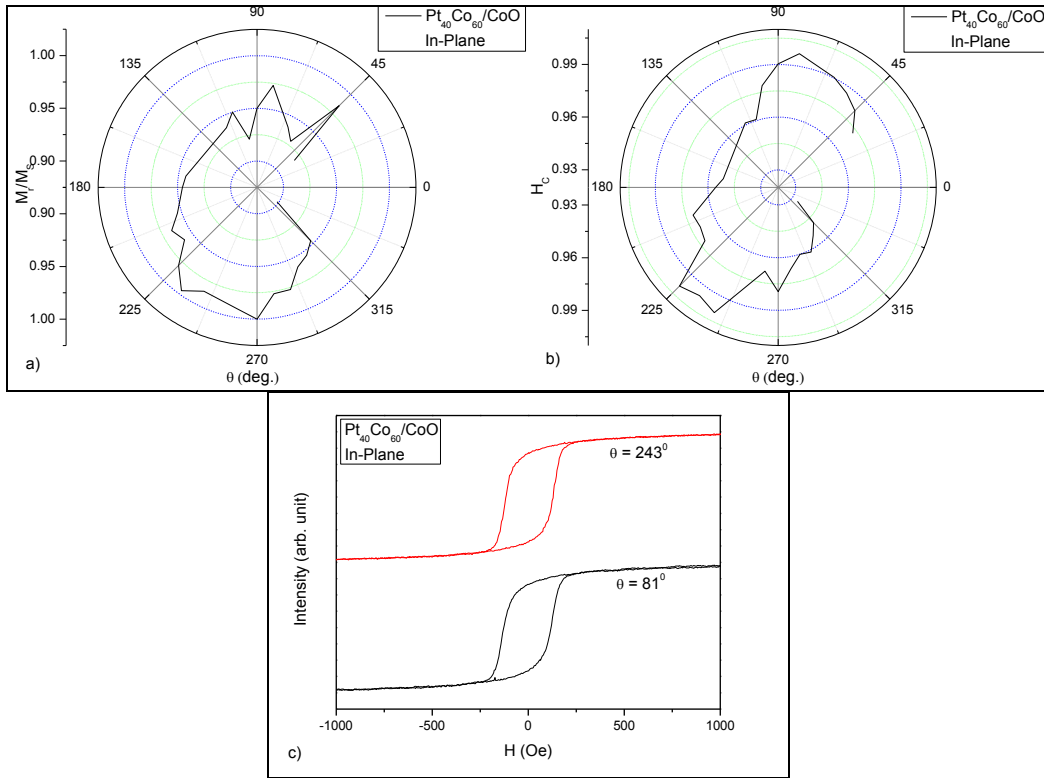
Şekil 4.4. Pt₁₀Co₉₀/CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M_s grafiği; b) Açığa bağlı H_c grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlendiği histeresis eğrileri.



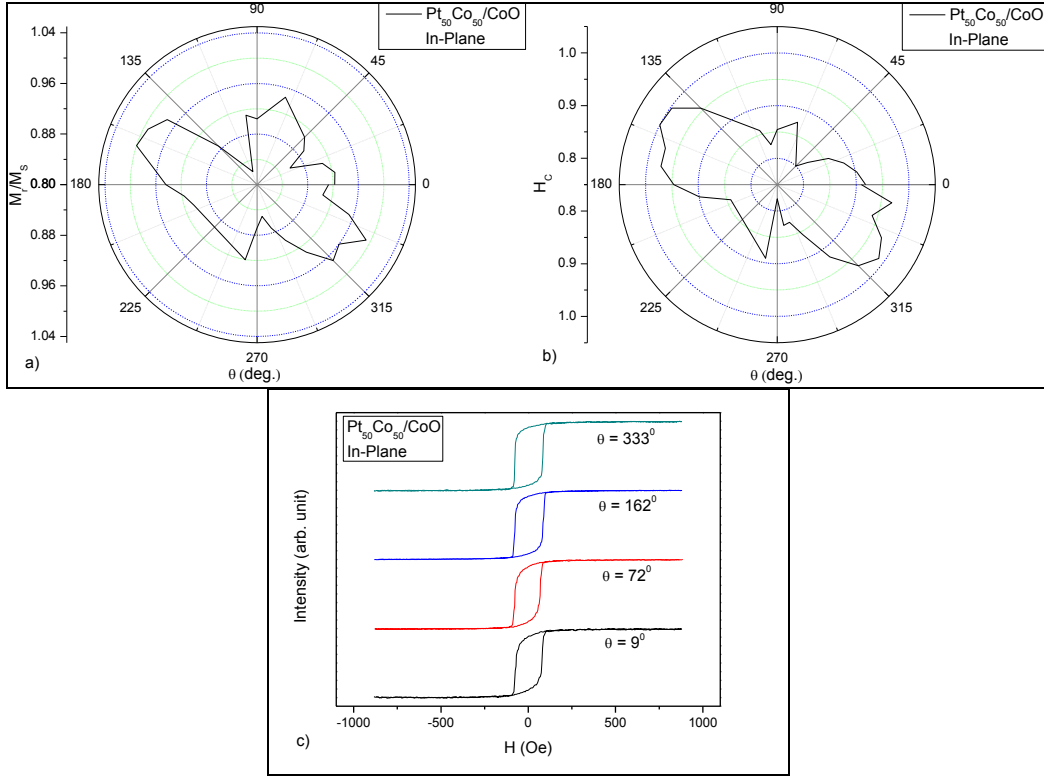
Şekil 4.5. Pt₂₀Co₈₀/CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M_s grafiği; b) Açığa bağlı H_c grafiği; c) Kolay eksenlerin gözleendiği histeresis eğrileri.



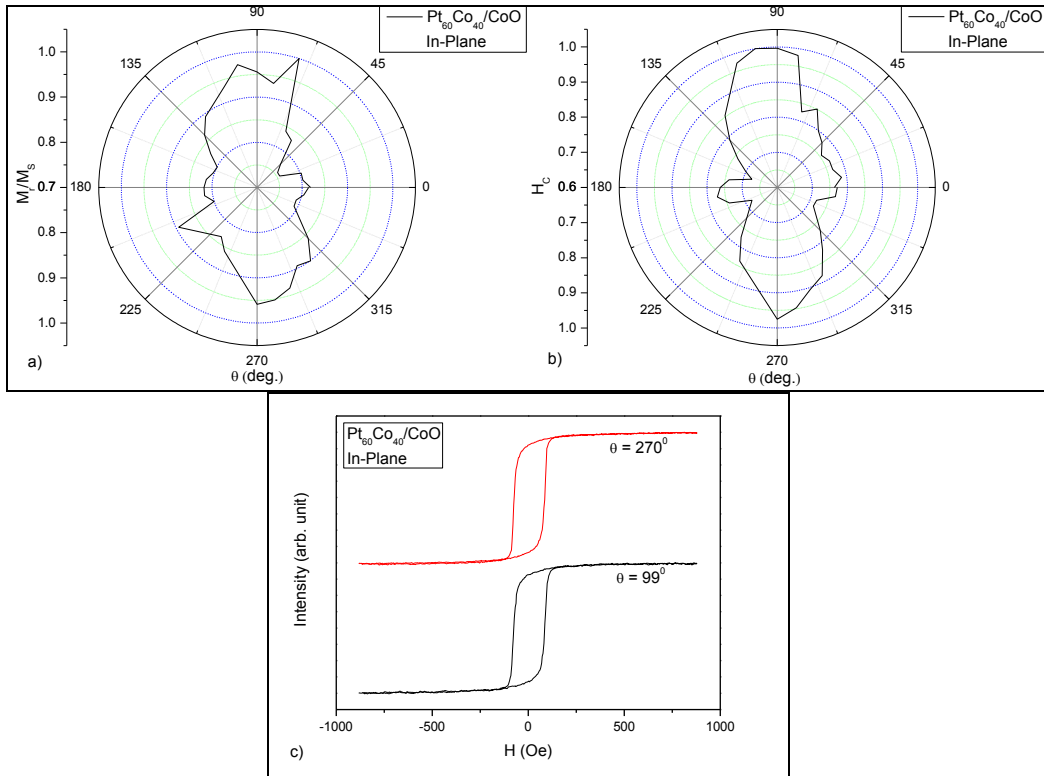
Şekil 4.6. $Pt_{30}Co_{70}/CoO$ numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M_S grafiği; b) Açığa bağlı H_C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlemlendiği histeresis eğrileri.



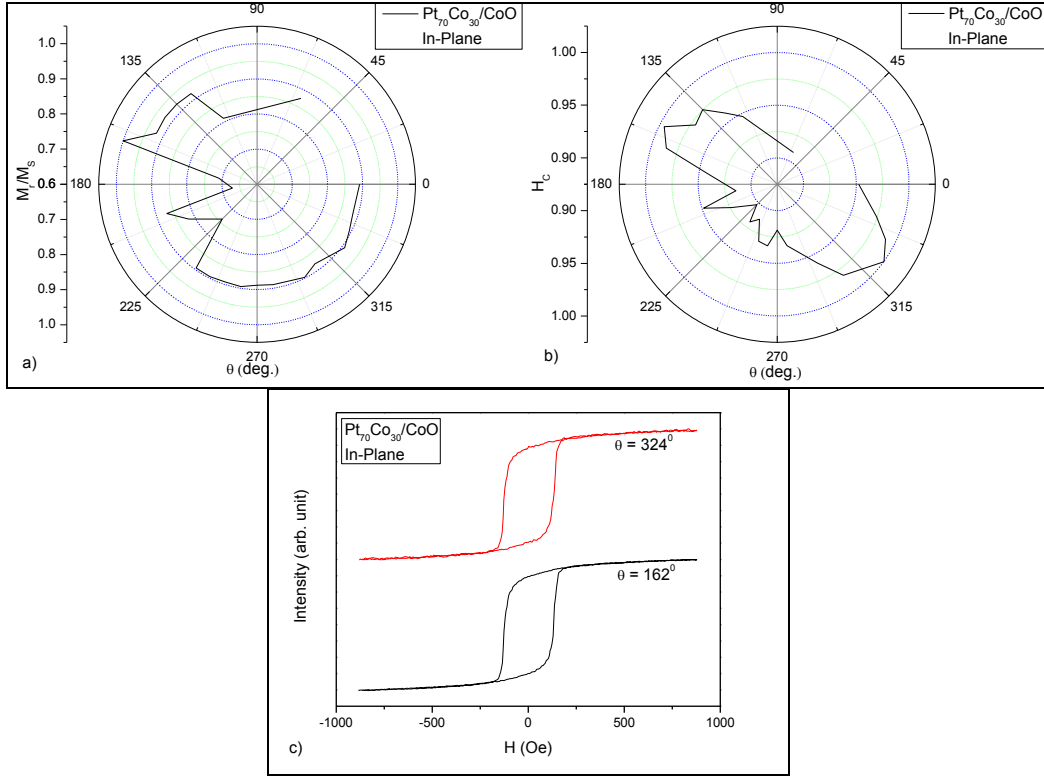
Şekil 4.7. $Pt_{40}Co_{60}/CoO$ numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M_S grafiği; b) Açığa bağlı H_C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlemlendiği histeresis eğrileri.



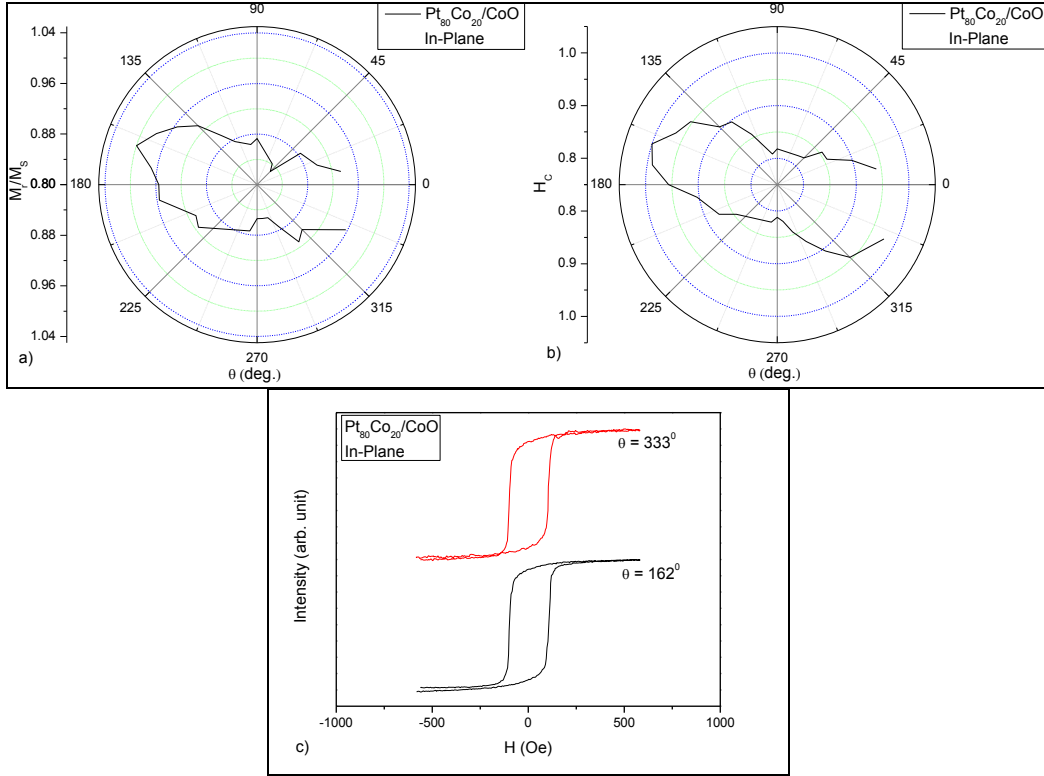
Şekil 4.8. Pt₅₀Co₅₀/CoO numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M_s grafiği; b) Açığa bağlı H_c grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlemlendiği histeresis eğrileri.



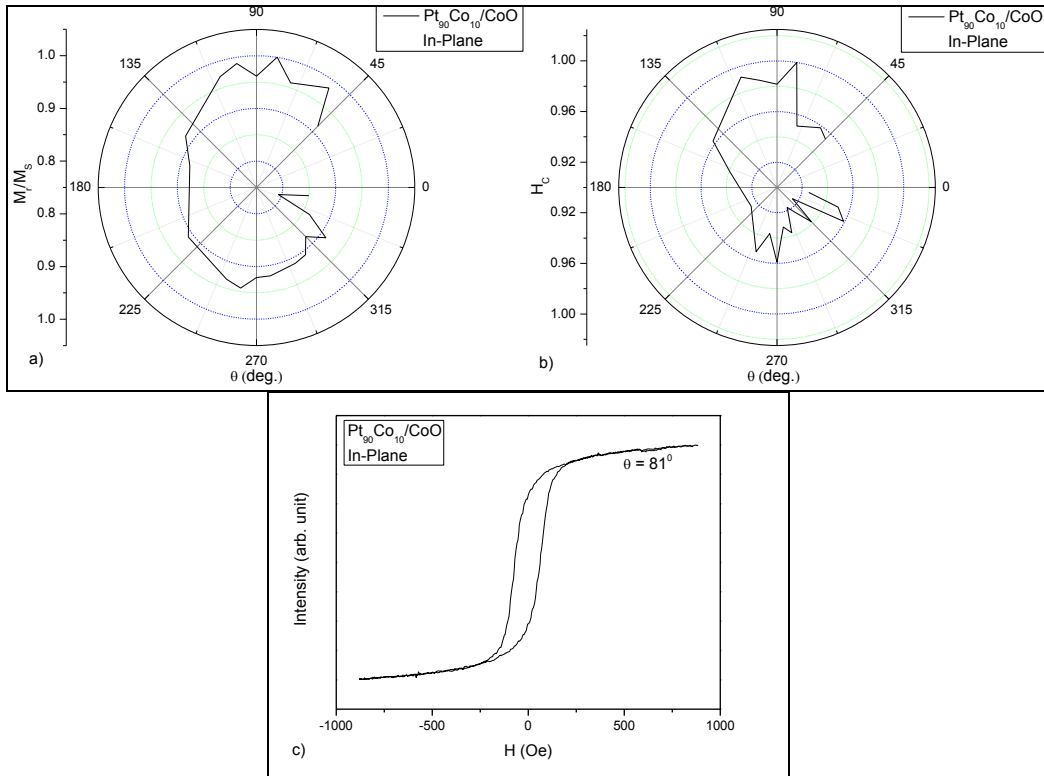
Şekil 4.9. $Pt_{60}Co_{40}/CoO$ numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M_S grafiği; b) Açığa bağlı H_C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlemlendiği histeresis eğrileri.



Şekil 4.10. $Pt_{70}Co_{30}/CoO$ numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M_S grafiği; b) Açığa bağlı H_C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlemlendiği histeresis eğrileri.



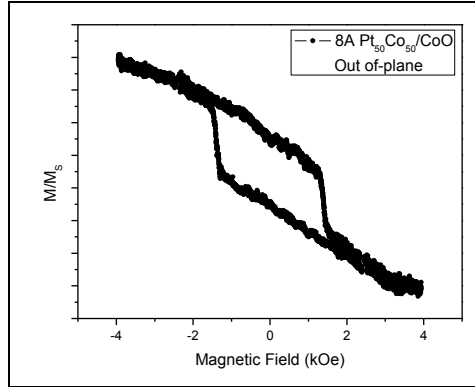
Şekil 4.11. $Pt_{80}Co_{20}/CoO$ numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M_s grafiği; b) Açığa bağlı H_c grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlemlendiği histeresis eğrileri.



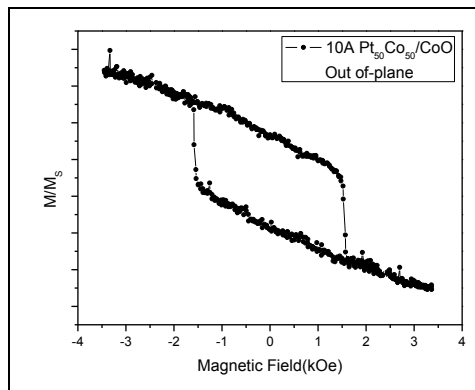
Şekil 4.12. $Pt_{90}Co_{10}/CoO$ numunesinin açığa bağlı MOKE ölçüm sonuçları. a) Açığa bağlı M/M_S grafiği; b) Açığa bağlı H_C grafiği; c) Kolay eksenlerin gözlemlendiği histeresis eğrileri.

Bu sonuçlardan iki önemli çıktı elde edilmiştir. Bunlardan ilki tüm örneklerde epitaksiyel olmamalarına rağmen bir manyetik anizotropi vardır ve bu anizotropinin Exchange Bias etkisinin büyüklüğüne ve engellme sıcaklığına etkisinin olacağına beklenmesidir. İkinci çıktı ise hazırlanan örneklerin Exchange Bias etkisinin ölçülmesi için VSM sistemine yerleştirilmesi sırasında hangi açıyla yerleştirmeleri gerektiğinin bu ölçümler sonucunda tespit edilecek olmasıdır. MOKE sisteminde ısıtma ve soğutma işlemlerinin gerçekleştirilmemesinden dolayı örneklerin Exchange Bias özelliklerin tespiti için VSM sistemi kullanılmıştır.

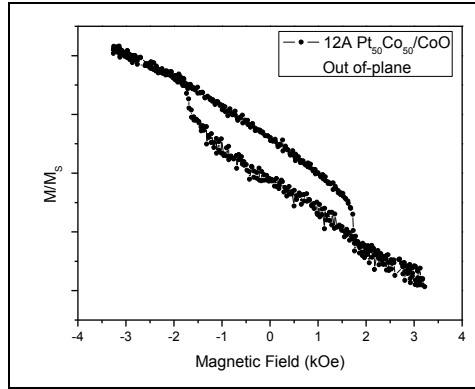
İkinci grup olan kalınlığa bağlı $Pt_{50}Co_{50}/CoO$ numunelerinin ölçümlerinde ise yine aynı şekilde dik mıknatıslanma ölçümü olan out of-plane ölçümleri yapılmıştır.



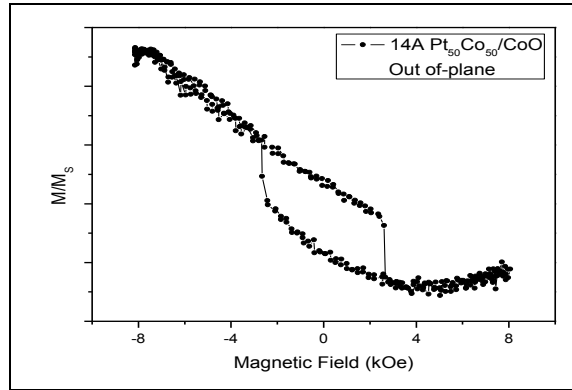
Şekil 4.13. 8 Å $Pt_{50}Co_{50}$ numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.



Şekil 4.14. 10 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.



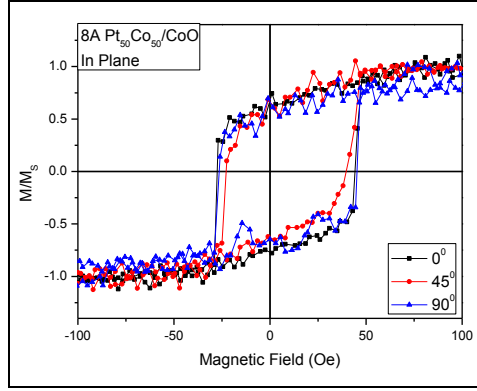
Şekil 4.15. 12 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.



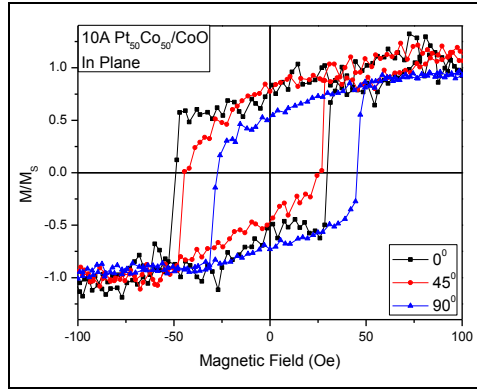
Şekil 4.16. 14 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin out of-plane MOKE ölçüm sonuçları.

Elde edilen out of-plane MOKE sonuçlarına göre, ilk grup numunelerde de gözlenmediği gibi dik mıknatıslanma bu örnek sisteminde de gözlemlenmemiştir. Bunun nedeni olarak hazırlanan filmlerin her iki tarafında dik mıknatıslanmaya sahip olması için büyütülen Pt tabakalardan dolayı PtCo tabakaların kimyasal oranının tam olarak tespit edilmemiştir.

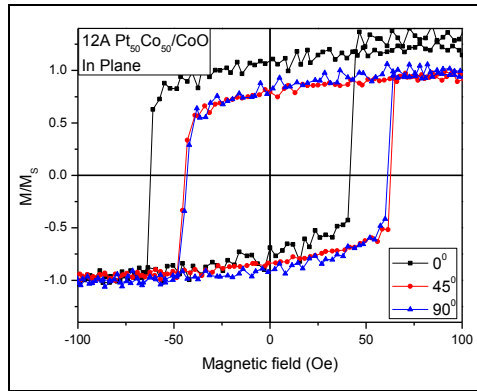
Elde edilen bu sonuçlar dolayı kalınlığa bağlı örneklerden MOKE deney sisteminde sadece in-plane ölçümleri yapılmıştır. İlk grup numunelerde yapıldığı gibi aynı şekilde başlamadan önce ilk olarak her bir numunenin manyetik karakterizasyonu için sisteme yerleştirildiği durum 0° olarak kabul edildiğinde 45° ve 90° döndürüldüğü zamanlar da dahil olmak üzere her bir numune için üç deneme ölçümü yapılmıştır. Bu ölçümler sonucunda ikinci grup numunelerde anizotropi gözlemlenmemiştir. Bundan dolayı da açığa bağlı ölçümleri yapılmamıştır.



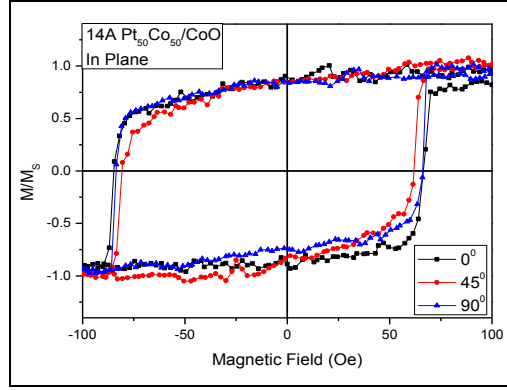
Şekil 4.17. 8 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin 0⁰, 45⁰ ve 90⁰ açılarındaki MOKE ölçüm sonuçları.



Şekil 4.18. 10 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin 0⁰, 45⁰ ve 90⁰ açılarındaki MOKE ölçüm sonuçları.



Şekil 4.19. 12 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin 0⁰, 45⁰ ve 90⁰ açılarındaki MOKE ölçüm sonuçları.

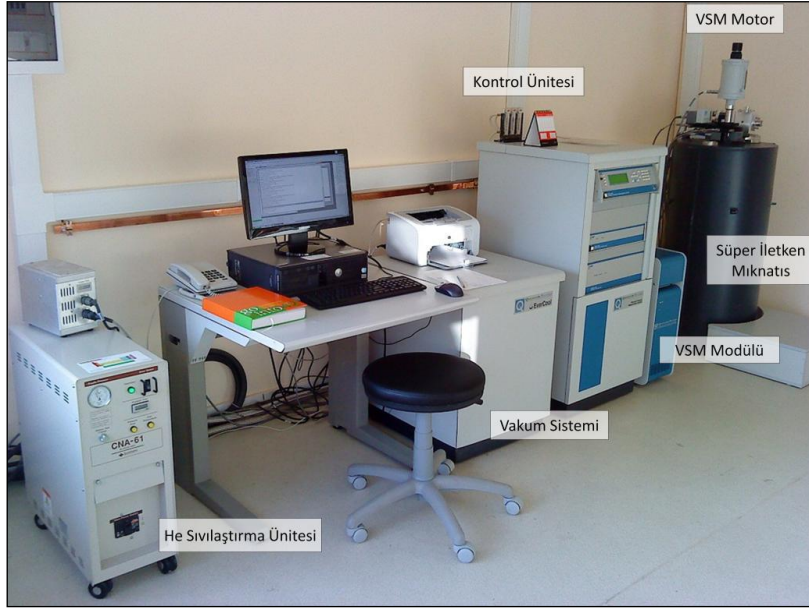


Şekil 4.20. 14 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin 0⁰, 45⁰ ve 90⁰ açılarındaki MOKE ölçüm sonuçları.

Bu sonuçlar ışığında şunu söylemek mümkündür, ikinci örnek sisteminde ilk örnek sisteminde gözlemlenen açığa bağlı coercive alan değerlerinin ve doyum mıknatıslanma değerlerinin değişmemesinden dolayı bahsi geçen örneklerde manyetik anizotropi gözlemlenememiştir. Bu örnekler, ilk örnek sisteminde olduğu gibi yine aynı sistemde büyütülmesine rağmen anizotropi davranış gözlenememiş ve örneklerin polikristal olduklarına bir nevi doğrulama sağlanmıştır. Ayrıca farklı kalınlıkta ferromanyetik tabakaları olan bu ikinci grup örneklerde anizotropi gözlenmediğinden dolayı manyetik karakterizasyonun ikinci aşaması olan VSM sistemi kullanılırken referans alınacak bir kolay eksen belirlenmemiş ve örnekler sisteme keyfi biçimde yerleştirilmiştir.

4.2 PPMS-VSM Ölçüm Sonuçları

Proje kapsamında hazırlanan bütün örnekler Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsünde bulunan Quantum Design PPMS marka PPMS deney sisteminde VSM ölçümü olarak gerçekleştirildi. Kullanılan PPMS sisteminin mekanizması Şekil 4.21’de gösterilmiştir. Birinci grup olan farklı kimyasal oranlara sahip Pt_xCo_{1-x}/CoO yapıların 10 K ile 300 K arasında manyetik ölçümleri yapılmıştır.



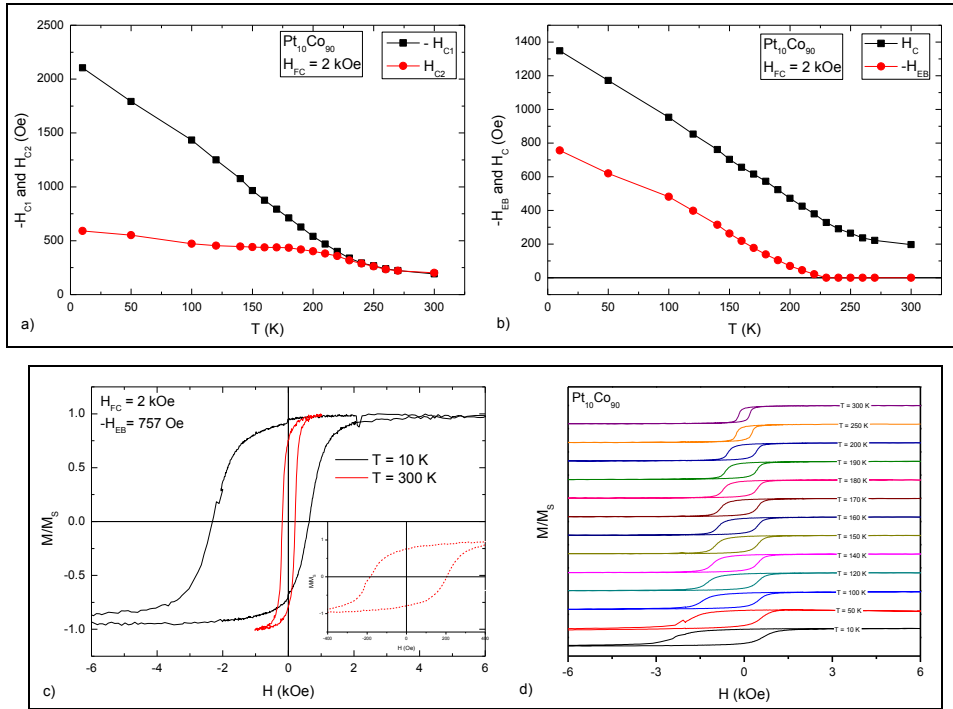
Şekil 4.21. GYTE PPMS Laboratuvarı'nda kurulu bulunan VSM sistemi.

Hazırlanan tüm örneklerin Exchange Bias özellikleri ve engelleme sıcaklıklarının tespitinde şöyle bir yol izlenmiştir: antiferromanyetik tabakanın CoO olmasından dolayı (Néel sıcaklığın 290 K civarında olması) örneklerin ayrıca ısıtılmasına gerek kalmamıştır. Örnekler bundan dolayı 10 K sıcaklığa 2 kOe alan altında soğutulmuş ve örnek sisteminin bu sıcaklık değerine ulaşmasından sonra dış manyetik alan kapatılarak değişik sıcaklıklarda ölçümler gerçekleştirilerek Exchange Bias etkisinin büyüklüğü ve engelleme sıcaklıkları tespit edilmiştir. İkinci grup örneklerde bu ölçümler VSM sisteminde yaşanan sıkıntılardan dolayı 10 K de başlatılamamıştır, çünkü sistem her seferinde yazılımsal hatalar vermiş bu yüzden bu örneklerin ölçümleri 100 K ile 300 K sıcaklık aralığında gerçekleştirilebilmiştir.

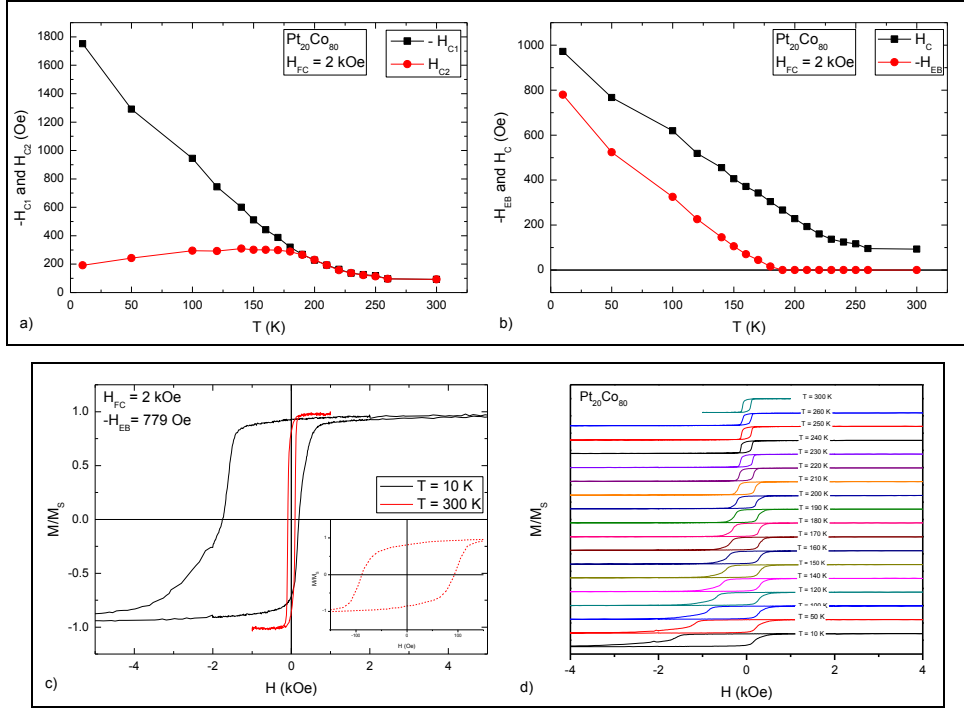
VSM ölçümleri sonucunda elde edilen bilgiler aşağıda verilen grafiklerle gösterilmiş ve sonuçlar kısmında elde edilen sonuçlarla ilgili yorumlar ayrıca yapılmıştır. Her bir numunenin grafiklerinden birincilerinde o numunenin sıcaklığa bağlı olarak koersif alanlarındaki değişim gösterilmiştir. Bu grafik kullanılarak ölçülen numunenin engelleme sıcaklığı olan T_B , Exchange Bias değerinin gözlenmemeye başladığı sıcaklık, değeri belirlenir. İkinci grafikte ise incelenen numunenin sıcaklığa bağlı olarak ortalama koersif alanı ile Exchange Bias değerinin bir karşılaştırılması olarak verilmiştir. Bu karşılaştırma sayesinde ise ölçüm sonucu elde ettiğimiz değerlerin tutarlılığını kontrol etmiş oluruz. Son grafikte ise her bir numunenin uygulanan manyetik alana göre en düşük sıcaklıkta ve en yüksek sıcaklık olan oda sıcaklığındaki mıknatıslanma grafiklerini bir arada görülmektedir. Bu grafikteki histeresis eğrilerinden 10 K grafiği en düşük sıcaklıkta gerçekleştirilen dolayısıyla Exchange

Bias değerinin en yüksek ölçüldüğü durumu göstermektedir. Diğer grafik ise soğutma işlemine başlanmadan önce oda sıcaklığında (300 K) yapılan ve Exchange Bias etkisinin gözlemlenmediği sıcaklığın grafiğidir. Bu grafik içerisinde bulunan küçük grafik ise, oda sıcaklığında elde edilen histeresis eğrisinin ayrıntılı olarak görüntüsüdür. Bu grafik, oda sıcaklığındaki koersif alanların belirgin olarak gözlenmesi için kullanılmaktadır. Bu grafiklerin yanısıra ayrıca VSM ölçüm sonucunda elde edilen histeresis eğrilerinin hepsinin bir arada bulunduğu bazı numunelerin sonuçları da verilmiştir.

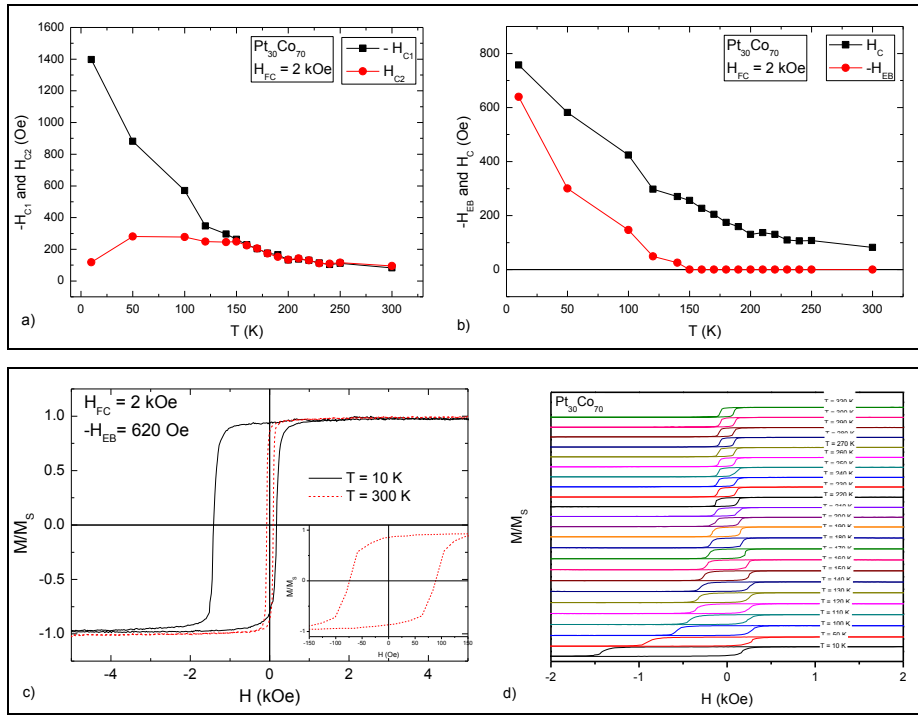
VSM ölçümlerinde hangi sıcaklıklarda inceleme yapılacağı önceki çalışmalarımızda [Demirci, 2014] belirlenen engelleme sıcaklıklarına göre belirlenmiştir. Her bir numunenin incelenmesi sonucunda elde edilen sonuçlar belirlenen sıcaklıklar ile kıyaslanmış olup sonuçların tutarlı olduğu gözlenmiştir. VSM sistemi kullanılarak yapılan bütün karakterizasyon çalışmaları talim (training) yöntem ile gerçekleştirilmiştir.



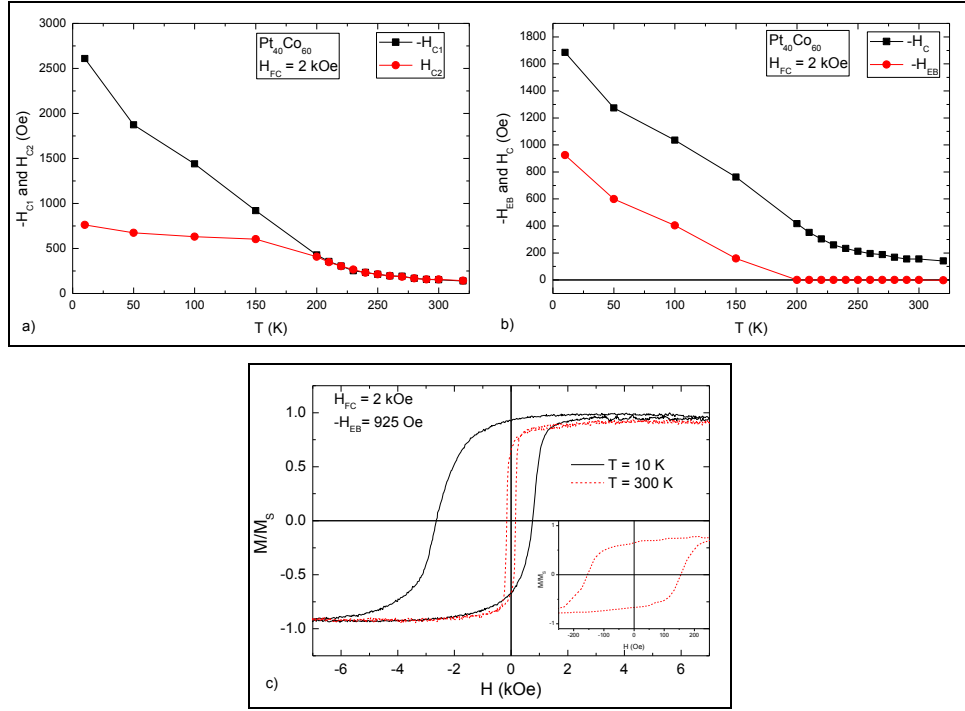
Şekil 4.22. Pt₁₀Co₉₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması; d) Bütün sıcaklıklardaki histeresis eğrileri.



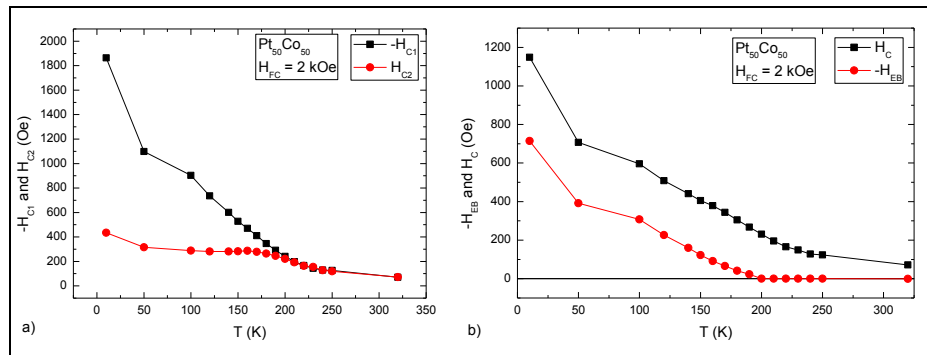
Şekil 4.23. $Pt_{20}Co_{80}/CoO$ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması; d) Bütün sıcaklıklardaki histeresis eğrileri.

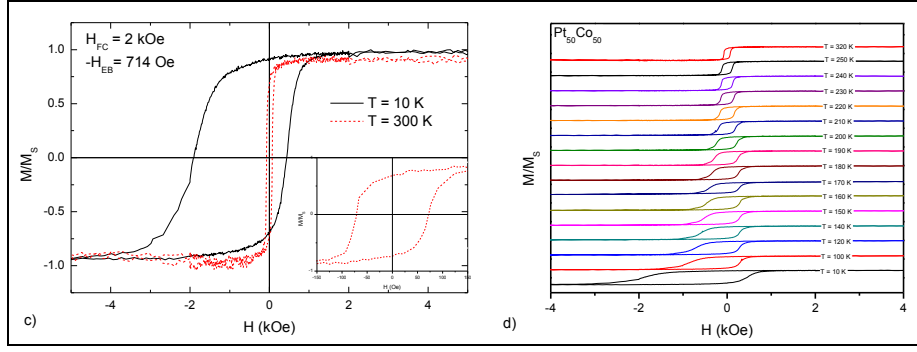


Şekil 4.24. $\text{Pt}_{30}\text{Co}_{70}/\text{CoO}$ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması; d) Bütün sıcaklıklardaki histeresis eğrileri.

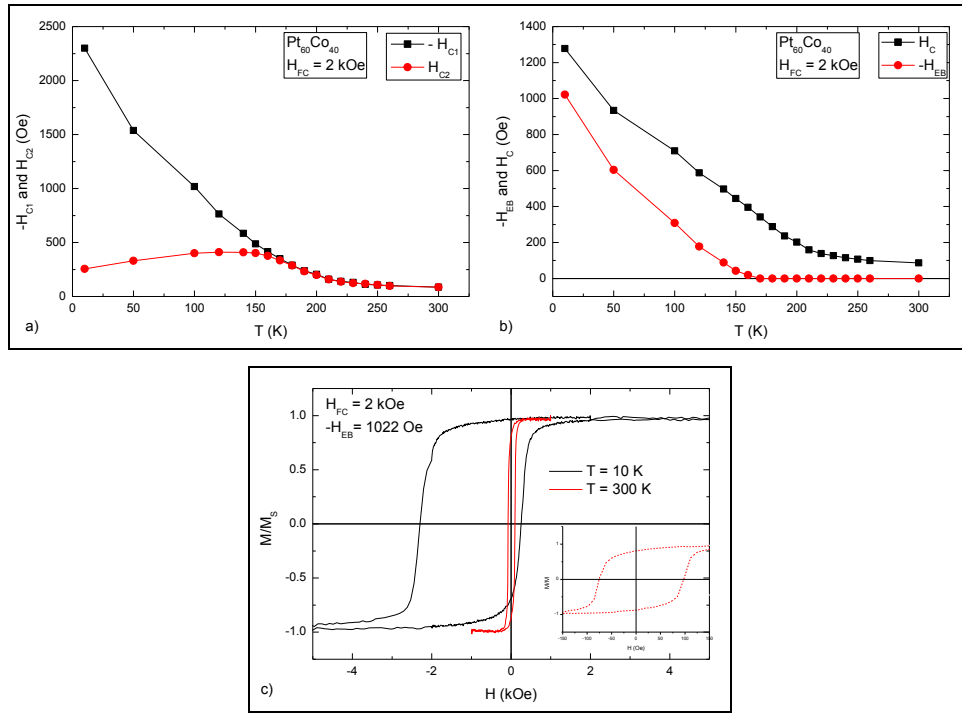


Şekil 4.25. $\text{Pt}_{40}\text{Co}_{60}/\text{CoO}$ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.

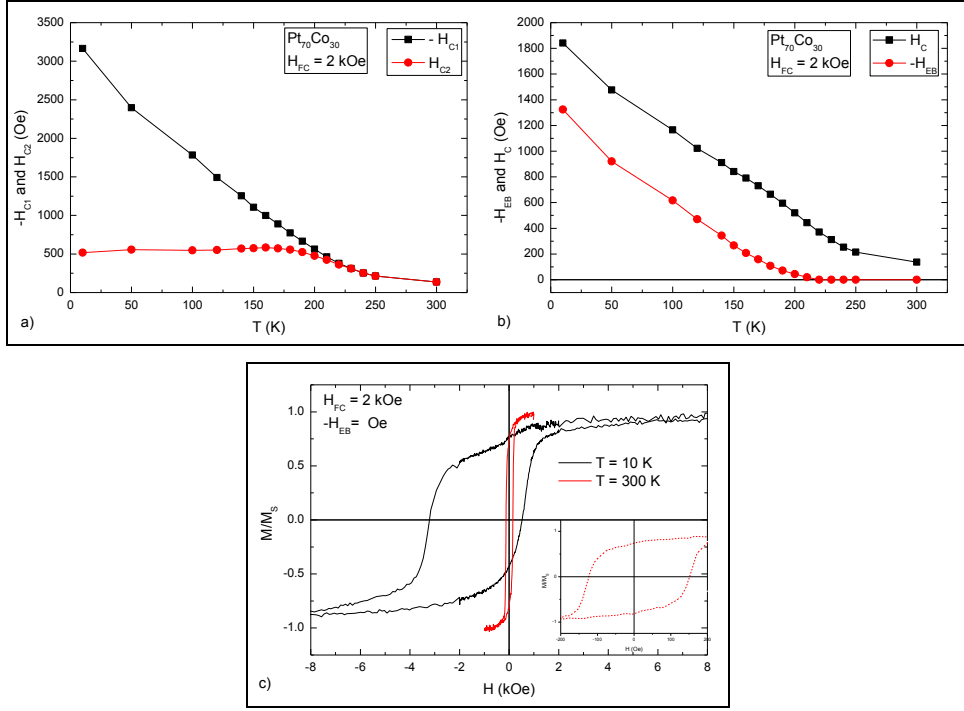




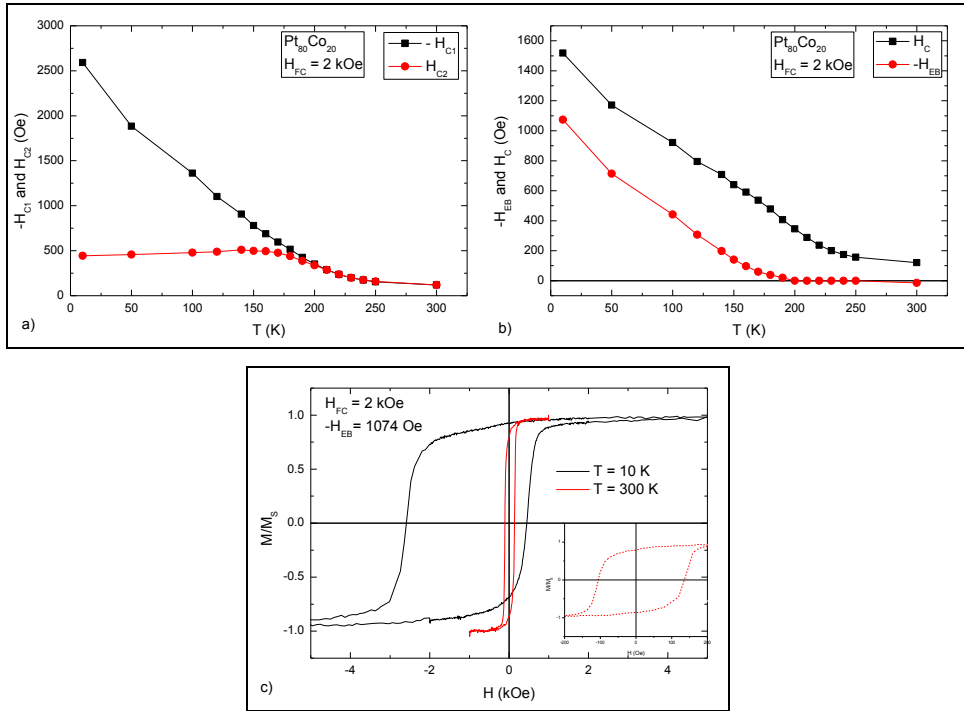
Şekil 4.26. Pt₅₀Co₅₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması; d) Bütün sıcaklıklardaki histeresis eğrileri.



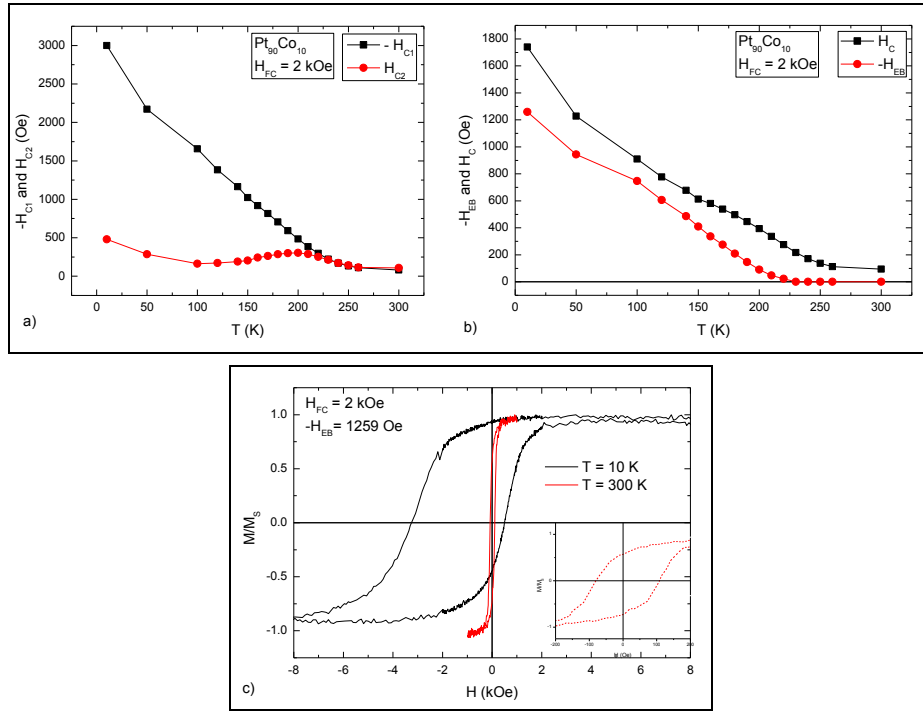
Şekil 4.27. Pt₆₀Co₄₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.



Şekil 4.28. Pt₇₀Co₃₀/CoO numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.

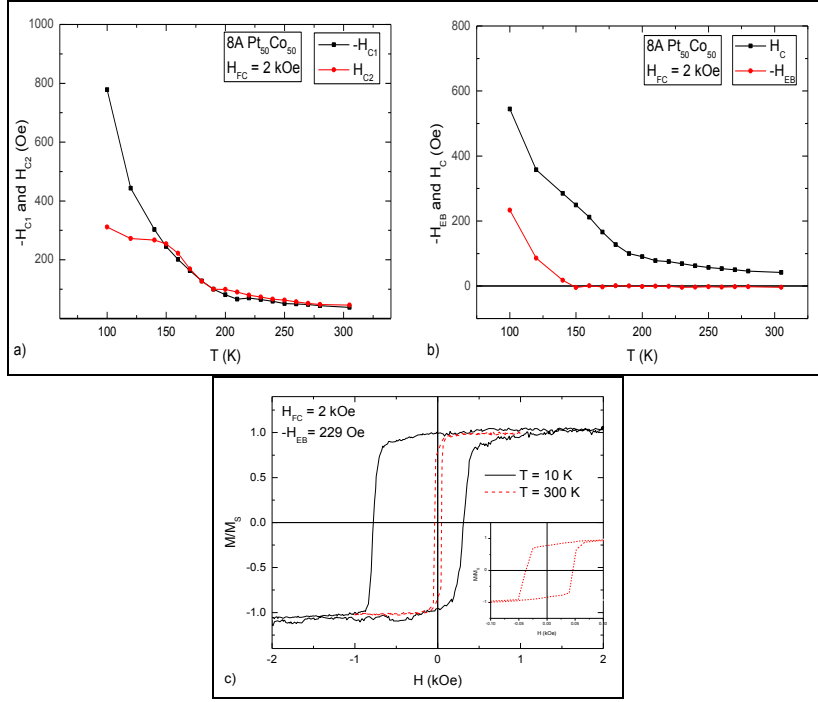


Şekil 4.29. $Pt_{80}Co_{20}/CoO$ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.

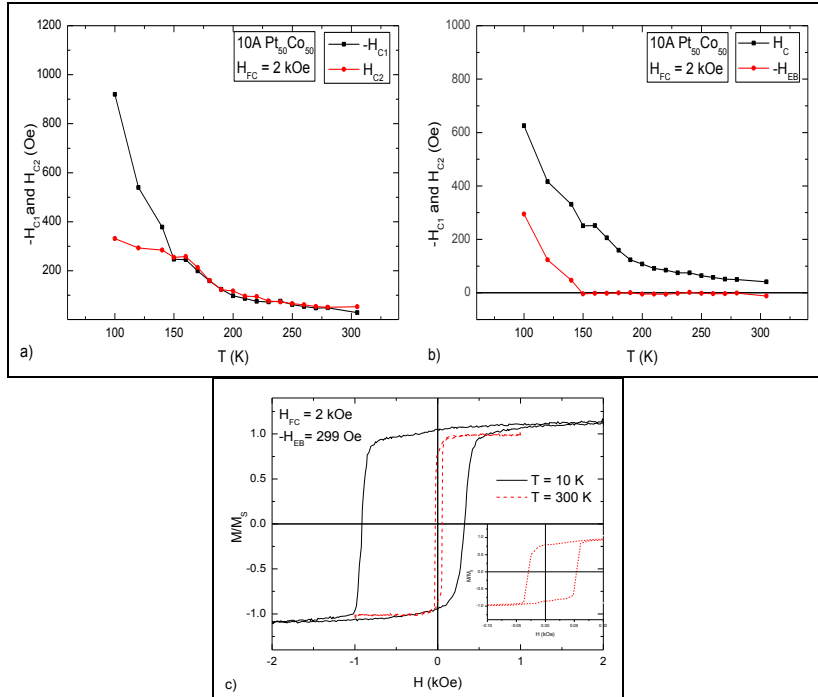


Şekil 4.30. $Pt_{90}Co_{10}/CoO$ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 10 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.

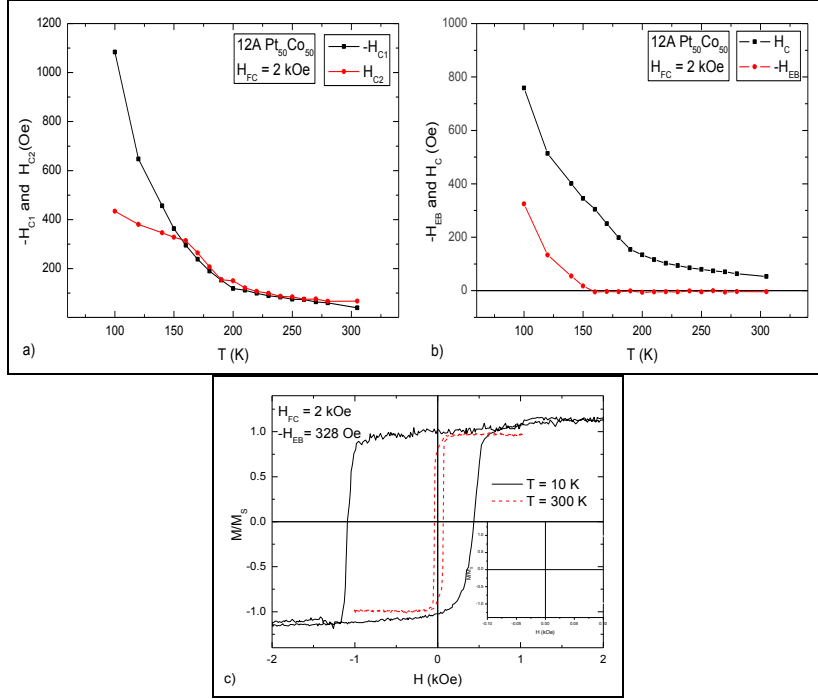
İkinci grup $Pt_{50}Co_{50}/CoO$ yapıların farklı PtCo kalınlıklara sahip numunelerimizin VSM ölçümünün sonucunda elde edilen grafikler ise aşağıdadır. İlk grubun ölçümlerinde sistemin 50 K'de sürekli hata vermesi ve elde edilen histeresis eğrilerinin pozitif doyum mıknatıslanmalarında oluşan sapmalardan dolayı ikinci grup yapılarda en düşük sıcaklık olarak 100 K'e çıkmıştır.



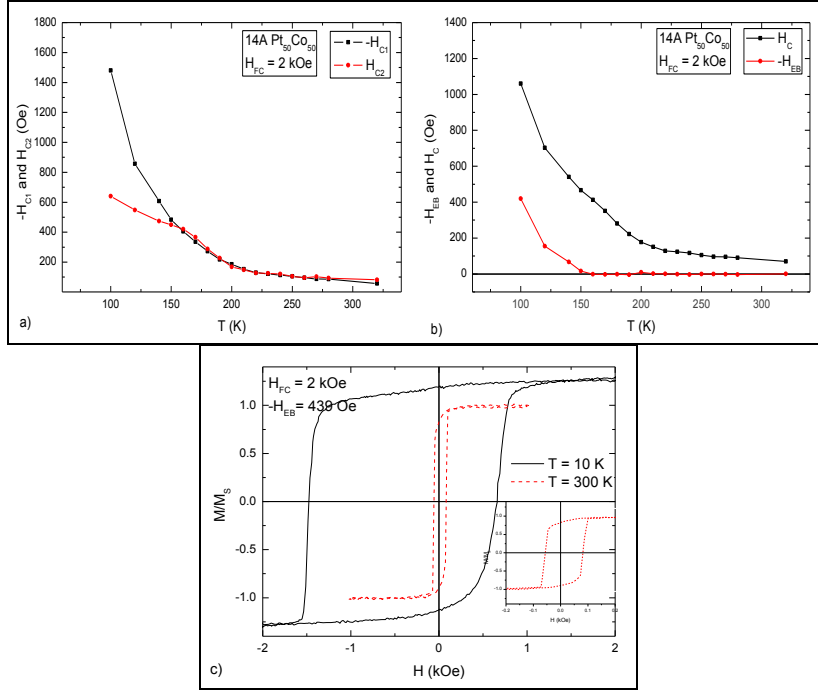
Şekil 4.31. 8 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 100 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.



Şekil 4.32. 10 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 100 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.



Şekil 4.33. 12 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 100 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.



Şekil 4.34. 14 Å Pt₅₀Co₅₀ numunesinin VSM ölçüm sonuçları. a) Engelleme sıcaklığının belirlendiği sıcaklığa bağlı $-H_{C1}$ ve H_{C2} grafiği; b) Sıcaklığa bağlı H_C ve $-H_{EB}$ grafiği; c) Uygulanan manyetik alana göre 100 K ve 300 K'deki mıknatıslanma değerlerinin karşılaştırılması.

5. SONUÇLAR

Proje kapsamında iki farklı örnek sistemi çalışılmıştır. Bu örnek sistemlerinden ilkinde kullanılan ferromanyetik PtCo yapının kimyasal oranı %10'luk adımlarla değiştirilerek 10 ile 90 arasında ve kalınlık 100 Å'da sabit tutularak Pt'in ve Co'ın oranları değiştirilmiştir. Buna karşılık ikinci örnek sisteminde ise Exchange Bias etkisi değerinin en yüksek gözlemlendiği değerlerden biri olmasının yanında literatürde [Wang, 2013] son zamanlarda yoğun olarak çalışılan ve dik mıknatıslanma gözlemlenen Pt₅₀Co₅₀ oranının değişik kalınlıkları 8, 10, 12 ve 14 Å olan örnekler incelenmiştir. Her iki örnek sisteminde de antiferromanyetik tabaka olarak CoO kullanılmış ve kalınlığı 100 Å olarak sabit tutulmuştur. Her iki örnek sistemi içinde sonuçlar ayrı ayrı yorumlanmıştır.

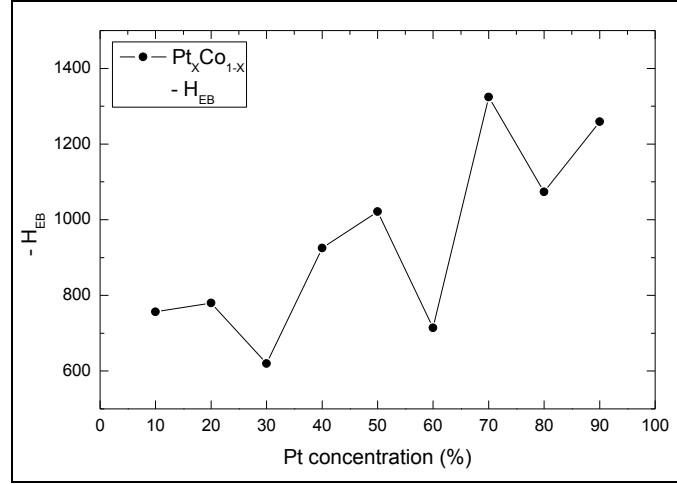
5.1 Değişik Kimyasal Oranlara Sahip Pt_xCo_{1-x}/CoO Yapılar

Bu örnek sisteminin çalışılmasının proje kapsamındaki motivasyonunu değişik kimyasal oranlardaki bir ferromanyetik malzeme PtCo ile sabit kalınlıktaki bir antiferromanyetik tabakanın beraber kullanılması durumunda Exchange Bias etkisinin ve bu ince film sisteminin engelleme sıcaklığının nasıl değiştiğinin tespit edilmesi oluşturmuştur. Projenin bu kısmı, proje yürütücüsünün eş danışmanlığını yaptığı Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü'nde yüksek lisans öğrencisi olan Mehmet Emre Aköz'ün tezi olarak hazırlanmaktadır ve 2014 Haziran döneminde ilgili enstitüye teslim edilecektir. Bu çalışma proje kapsamında önerilen ikinci örnek sistemine referans oluşturmak açısından önem arz etmektedir. Yukarıda belirtilen amaçlar doğrultusunda gözlemlenen sonuçların değerlendirmesi aşağıda maddeler halinde yapılmıştır.

Exchange Bias etkisinin tespit edilmesinde VSM sisteminde örnekler ilk olarak 300 K sıcaklıktan 10 K sıcaklığa sıvı He yardımıyla 2 kOe manyetik alan altında soğutma işlemi yapıldı. 10 K sıcaklığına ulaşılmca dış manyetik alan kapatılarak 10 K ile 300 K arasında değişik sıcaklıklarda gerçekleştirildi.

- Exchange Bias değerinin Pt oranına bağlı davranışında bir osilasyon hareketi gözlemlenmiştir (Şekil 5.1). Exchange Bias değeri Pt oranının 30, 60 ve 80 olduğu filmlerde en düşük değerlerini almaktadır. En yüksek değerleri ise Pt oranının 20, 50 ve 70 olduğu filmlerde almaktadır. Bu periyodik etkiye bir doğrulamada bu projenin

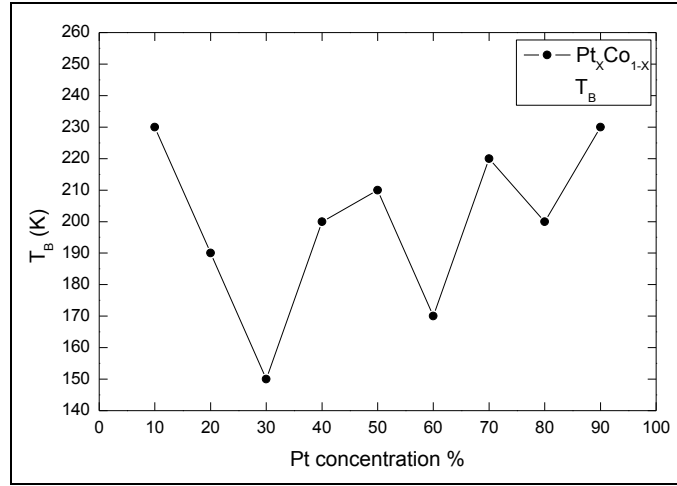
kabul aşamasında proje yürütücüsünün yapmış olduğu bir başka çalışma [Demirci, 2014] kapsamında hazırlanan $Pt_{40}Co_{60}$ ve $Pt_{55}Co_{45}$ örnekleri için de gözlenmiştir. Bu yapılarda PtCo tabakanın kalınlığının projede önerilen kalınlıklardan farklı olmasına rağmen benzer şekilde $Pt_{40}Co_{60}$ ve $Pt_{55}Co_{45}$ içinde Exchange Bias değerinde, proje kapsamında gözlemlenen Pt oranındaki artışa bağlı olarak artış gözlenmiştir. Bu örnekler için ($Pt_{40}Co_{60}$ ve $Pt_{55}Co_{45}$) gerçekleştirilen ferromanyetik rezonans deneylerindedeki PtCo oranına bağlı olarak manyetik anizotropilerde farklılıklar gözlenmiştir. Bu anizotropiler hazırlanan filmlerin kristalografik yapıların polikristal olmasından dolayı büyütme şartlarından kaynaklanabilecek bir oblique anizotropinin etkisinin gözlemlendiği düşünülmektedir. Bu anizotropinin film kalınlığına bağlı olarak daha etkin olduğu düşünülmektedir. Çünkü bu etki projenin ikinci aşaması için hazırlanan değişen kalınlıklardaki $Pt_{50}Co_{50}$ film yapılarında gözlenmemiştir. Kalınlığın artmasını örneklerin hazırlama sırasında magnetron sputtering sisteminin manyetik alanına daha uzun süre maruz kalmaları anlamına gelmesi ve bundan dolayı anizotropinin değişik kimyasal oranlarda gözlemlendiğini fakat daha ince kalınlıklarda hazırlanan sabit kimyasal orana bağlı yapılarda gözlemlenmediğini düşünmekteyiz. Bunların yanı sıra Exchange Bias etkisini etkileyen birçok parametre vardır. Bunlar ferromanyetik tabakanın kalınlığı, ferromanyetik tabakanın kompozisyonu antiferromanyetik tabakanın kalınlığı, antiferromanyetik tabakanın kimyasal kompozisyonu (içerisinde farklı CoO fazların olması veya olmaması gibi). Ferromanyetik ve antiferromanyetik ara yüzeylerin pürüzlülüğü vb. bunlardan özellikle ferromanyetik ve antiferromanyetik tabakaların kalınlıkları numunelerin hazırlanma şartlarıyla çok yakından ilgilidir. Bundan dolayı tüm örnekler aynı anda sistem içerisine yüklenip aynı vakum şartlarında hazırlanmasına özellikle dikkate edilmiştir. Fakat yine hemen hemen aynı vakum şartlarına sahip olmalarına rağmen tabaka kalınlıklarında bazı sapmalar olabileceği ve bunlarında Exchange Bias değerini etkilediğini düşünmekteyiz.



Şekil 5.1. Pt_xCo_{1-x}/CoO yapıların kimyasal orana göre 10 K'deki Exchange Bias değerlerindeki değişimi.

- Hazırlanan örneklerin polikristal olduğu düşünülmesine rağmen elde edilen sonuçlar PtCo'nun bir kristal yapıya sahip olması halinde gözlemlenecek sonuçlarla tutarlılık göstermekte olduğunu düşünmekteyiz. Çünkü PtCo alaşımlar için literatürde yapısal olarak üç farklı tanımlanmış faz vardır. Bunlar Pt_xCo_{1-x} , $25 < x < 35$ ve $75 < x < 85$ için $L1_2$ fazı ve $45 < x < 55$ için ise $L1_0$ fazı olarak verilmektedir [Antonov, 2004]. Her üç fazında sahip oldukları kristalografik yapılar farklıdır. Bu farklılığın sonucu olarak da sahip oldukları manyetik anizotropilerde de farklılık göstermektedir. Fakat yukarıda belirttiğimiz gibi bu çalışmanın konusu olan PtCo alaşımlar polikristal yapıdadırlar. Ancak bu yapılarda gözlemlenebilecek anizotropinin yine örneklerin hazırlanma sırasında magnetron sputtering sisteminin manyetik alanından kaynaklanan manyetik alanın örneklerin sahip olduğu anizotropiler üzerinde etkisi olduğu düşünülmektedir.
- Kimyasal orana bağlı olarak engelleme sıcaklığı değişiminde yine Exchange Bias etkisinin davranışında gözlemlendiği gibi bir osilasyon gözlemlenmiştir (Şekil 5.2). Kimyasal orana bağlı olarak engelleme sıcaklığı 230 K ile 150 K arasında değerler almaktadır. Engelleme sıcaklığı antiferromanyetik tabakanın kalınlığına bağlı olarak değişim göstermektedir. Kalınlık arttıkça kullanılan antiferromanyetik malzemenin Néel sıcaklığına yaklaşılmaktadır [Radu, 2005]. Yine $Pt_{40}Co_{60}$ ve $Pt_{55}Co_{45}$ yapılarda engelleme sıcaklığının davranışında proje sonuçlarıyla uyumlu bir biçimde artış

olduğu gözlenmiş olup Pt oranının artmasıyla engelleme sıcaklığında artış gözlemlenmiştir [Demirci, 2014].



Şekil 5.2. Pt_xCo_{1-x}/CoO yapıların kimyasal orana göre engelleme sıcaklığındaki değişimi.

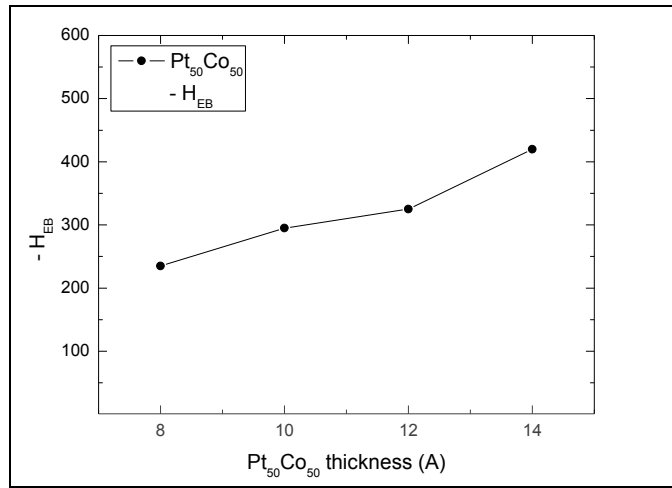
- PtCo tabakanın kimyasal oranın fonksiyonu olarak hazırlandığı örneklerde MOKE tekniği kullanılarak oda sıcaklığında açığa bağlı olarak yapılan ölçümlerle hazırlanan filmlerin VSM ölçümlerinde kullanılmak üzere kolay eksen yönelimleri belirlenmiştir. Her bir örnek için bu ölçümlerin sonucunda kolay eksenler yönelimlerinde doyum mıknatıslanma değerlerinde Exchange Bias değerine ve engelleme sıcaklığında gözlemlendiğine benzer olarak Pt oranına bağlı olarak bir osilasyon davranışı gözlemlenmiştir.

5.2 Değişik Kalınlıklardaki Pt₅₀Co₅₀ Kimyasal Oranındaki Yapılar

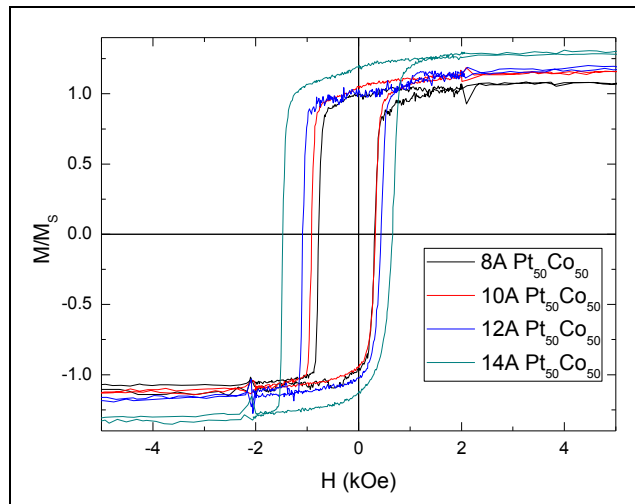
Proje önerisinde Exchange Bias etkisinin en yüksek gözlemlendiği oranın çalışılması hedef olarak belirtilmişti. Kimyasal orana bağlı olarak incelenen örneklerin sonuçlarından yola çıkarak en yüksek Exchange Bias etkisinin gözlemlendiği oranlardan literatürde de dik mıknatıslanmaya sahip olduğu belirtilen 50:50 oranı seçildi. Dik mıknatıslanmanın gözlemlenebilmesi için PtCo tabaka ile CoO tabaka arasına Exchange Bias etkisini ortadan kaldırmayacak ve dik mıknatıslanmaya katkı sağlayacak 5 Å kalınlığında Pt tabaka büyütüldü [Manna, 2013]. Pt'in bu kalınlıklarda dik mıknatıslanmaya katkı sağladığı ve Exchange Bias etkisini ortadan kaldırmadığı, bu proje kapsamında yapılan başka bir çalışma

ile literatüre kazandırılmıştır [Akdoğan, 2014]. Bu örnek sisteminde tüm bunlara rağmen bir dik mıknatıslanma gözlemlenememiştir. Projenin ikinci ayağını oluşturan bu çalışma ise Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü'nde yüksek lisans öğrencisi olan Ayşe Canlı'nın tezi olarak hazırlanacak ve Ocak 2015 döneminde ilgili enstitüye teslim edilecektir. Bu örnek sistemi için gözlemlenen sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- Exchange Bias değeri ferromanyetik tabakanın kalınlığına bağlı olarak artmaktadır (Şekil 5.3). 100 K sıcaklıkta her bir örneğe ait histeresis eğrilerinin değişimi Şekil 5.4'te verilmiştir.

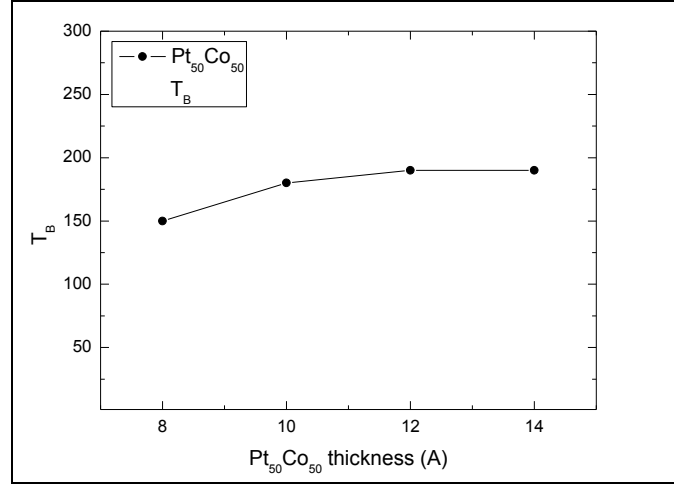


Şekil 5.3. Pt₅₀Co₅₀/CoO yapıların Pt₅₀Co₅₀ kalınlıklarına göre 100 K'deki Exchange Bias değerlerindeki değişimi.



Şekil 5.4. Pt₅₀Co₅₀/CoO yapıların 100 K'de elde edilen histeresis eğrilerinin karşılaştırılması.

- Engelleme sıcaklığının değeri de Exchange Bias değerine benzer şekilde kalınlık artıkça artmakta olduğu gözlenmiştir. Bu değer 150 K ile 180 K arasında değişmektedir ve sonuçlar 100 Å Pt₅₀Co₅₀ için bulunan sonuçlar ile uyumludur.



Şekil 5.5. Pt₅₀Co₅₀/CoO yapıların Pt₅₀Co₅₀ kalınlıklarına göre engelleme sıcaklığındaki değişimi.

- Örneklerde beklenen dik mıknatıslanma değişik kalınlıklardaki Pt₅₀Co₅₀ için gözlemlenememiştir.

Bu örnek sistemiyle ilgili çalışmalara projenin kapanmasına rağmen devam edilecektir. Çünkü dik mıknatıslanmaya sahip örnek sistemleri her geçen gün popülaritesi artmakta olan sistemlerdir.

Proje süresi içerisinde ilk olarak değişik kimyasal oranda filmler hazırlanmış ve ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Fakat elde edilen sonuçlar ışığında kalınlığa bağlı örnek sisteminin hazırlanmasında magnetron sputtering sistemindeki kullanılan Ar gaz filtresinin arızalanması sebebiyle bu örneklerin hazırlanması projenin son iki aylık kısmına kalmıştır. Hazırlanan örneklerin Exchange Bias özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan VSM sisteminde de soğutma sistemi ve yazılım kaynaklı problemlerden dolayı örneklerin ölçülmesinde sıcaklık aralığı 100 K ile 300 K arasında gerçekleştirilmiştir. Bu nedenlerden dolayı projenin bu kısmındaki sıkıntılar örneklerin tekrar hazırlanması ve tekrar ölçülmesiyle projenin kapanmasının ardından devam edilerek bir makale olarak tamamlanacaktır.

6. REFERANSLAR

Akdoğan N., Yağmur A., Öztürk M., Demirci E., Öztürk O., Erkovan M., Interface induced manipulation of perpendicular exchange bias in Pt/Co/(Pt,Cr)/CoO thin films, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, numaralandırılması bekleniyor, 2014.

Antonov V., Harmon B. and Yaresko A., Electronic structure and magneto-optical properties of solids, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 2004, 99-121.

Bardi U., Atrei A., Zanazzi E., Rovida G., and Ross P. N., *Vacuum*, vol. **41**, 1990.

Demirci E., Öztürk M., Sınır S., Ulucan U.a, Akdoğan N., Öztürk O., Erkovan M., Temperature-dependent exchange bias properties of polycrystalline PtxCo1-x/CoO bilayers, *Thin Solid Films*, **550**, 595–601, 2014.

Erkovan M., Türksoy Öcal M. and Öztürk O., Tuning Magnetic Properties Polycrystalline of PtCo Alloys Films with Pt, *arxiv*, **1401.0227**.

Erkovan M., Geçiş Metal filmlerin (PtCo ve Py/Cr) manyetik ve kristalografik özelliklerinin belirlenmesi, Doktora tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Gebze, 2011.

Nie X., Jiang J.C., and Meletis E.I., Synthesis, structure, and magnetic properties of ϵ -Co nanocrystalline thin films and annealing effects, *Journal of Applied Physics*, **93** (8) 4750-4755, 2003.

<http://www.storagenewsletter.com/rubriques/market-reportsresearch/bcc-research-nanomagnetics/>

J Nogués, IK Schuller - Exchange Bias, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1999.

Khan M. Y., Wu C.-B., Erkovan M., and Kuch W., Probing antiferromagnetism in NiMn/Ni/(Co)/Cu₃Au(001) single-crystallineepitaxial thin films, *Journal of Applied Physics* **113**, 023913, 2013.

Malozemoff A. P., *Phys. Rev. B* **35**, 3679, 1988.

P. K. Manna and S. M. Yusuf, *Physics Reports*, 2013.

Mauri D., Siegmann H. C., Bagus P. S., and Kay E., *Journal of Applied Physics*, **62**, 3047, 1987.

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

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

Nowak U. and Usadel K. D., Domain state model for exchange bias. I. Theory *Physical Review B* **66**, 014430, 2002.

Öztürk M., Sınır E., Demirci E., Erkovan M., Öztürk O., and Akdoğan N., Exchange bias properties of [Co/CoO]_n multilayers *Journal of Applied Physics*, **112**, 093911, 2012.

Parlak U, Ni/CoO Yapılarda Exchange bias Etkisinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Kocaeli, 2014.

Radu F., Etzkorn M., Siebrecht R., Schmitte T., Westerholt K., and Zabel H., Interfacial domain formation during magnetization reversal in exchange-biased CoO/Co bilayers, *Physical Review B*, **67**, 134409, 2003.

Radu F., Fundamental aspects of Exchange Bias, PhD Thesis, Ruhr Üniversitesi, Bochum, 2005.

Takano, K., Kodama R. H., Berkowitz A. E., Cao W., and Thomas G. Role of interfacial uncompensated antiferromagnetic spins: role in unidirectional anisotropy in Ni₈₁Fe₁₉/CoO bilayers, *Physical Review Letters*, **83**(11), 1988.

Wang J., Sannomiya T., Shi J., and Nakamura Y., Perpendicular magnetic anisotropy and perpendicular exchange bias in sputter-deposited CoO/CoPt multilayer, *Journal of Applied Physics*, **113**, 17D714, 2013.

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Yrd. Doç. Dr. MUSTAFA ERKOVAN
Proje No:	212T217
Proje Başlığı:	Ptxco1-X/Co Ultra İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin Araştırılması
Proje Türü:	Hızlı Destek
Proje Süresi:	12
Araştırmacılar:	
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	SAKARYA Ü. FEN-EDEBİYAT F. FİZİK B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	01/03/2013 - 01/03/2014
Onaylanan Bütçe:	23500.0
Harcanan Bütçe:	22594.54
Öz:	<p>Ferromanyetik/Antiferromanyetik tabakaların bir arada kullanıldığı yapılardan gözlemlenen exchange bias etkisi, kökeni bilinmemesine rağmen bilgisayar hard disk okuma kafaları ve manyetik sensörler gibi birçok teknolojik uygulamada kullanılmaktadır.</p> <p>Bu proje kapsamında ise ferromanyetik PtCo ile antiferromanyetik CoO filmlerden oluşan yapılarda; kalınlığın sabit tutulduğu (100 Å) PtxCo1-x (x:10-90 %10 adımlarla) kimyasal oranına bağlı olarak ve PtCo oranının 50:50 oranında sabit tutularak kalınlığına bağlı olarak exchange bias özellikleri ve filmlerin engelleme sıcaklıkları araştırılmıştır.</p>
Anahtar Kelimeler:	Ferromanyetik-Antiferromanyetik Yapılar, Exchange Bias, Engelleme Sıcaklığı
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır
Projeden Yapılan Yayınlar:	1- Temperature-dependent exchange bias properties of polycrystalline PtxCo1-x/CoO bilayers (Makale - Diğer Hakemli Makale),