

**T.C
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ELEKTROKİMYASAL OLARAK ÜRETİLEN MANYETİK KOMPOZİT
TELLERİN BOBİNSİZ FLUXGATE SENSÖR OLARAK KULLANIMI**

Vedat YAĞMUR

**DOKTORA TEZİ
FİZİK ANA BİLİM DALI**

**MALATYA
2012**

Tezin Başlığı : ELEKTROKİMYASAL OLARAK ÜRETİLEN MANYETİK
KOMPOZİT TELLERİN BOBİNSİZ FLUXGATE SENSÖR
OLARAK KULLANIMI

Tezi Hazırlayan : Vedat YAĞMUR

Sınav Tarihi : 07.09.2012

Yukarıda adı geçen tez jürimizce değerlendirilerek Fizik Ana Bilim Dalında
Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Sınav Jürisi Üyeleri (ilk isim jüri başkanı, ikinci isim tez danışmanı)

Prof. Dr. Recep ŞAHİNGÖZ

Prof. Dr. Funda Ersoy ATALAY

Prof. Dr. Selçuk ATALAY

Doç. Dr. Nevzat BAYRİ

Doç. Dr. Veli Serkan KOLAT

İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Onayı

Prof. Dr. Mehmet ALPASLAN
Enstitü Müdürü

ONUR SÖZÜ

Doktora Tezi olarak sunduđum “**Elektrokimyasal Olarak Üretilen Manyetik Kompozit Tellerin Bobinsiz Fluxgate Sensör Olarak Kullanımı**” başlıklı bu çalışmanın bilimsel ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yardıma başvurmaksızın tarafımdan yazıldığını ve yararlandığım bütün kaynakların, hem metin içinde hem de kaynakçada yöntemine uygun biçimde gösterilenlerden oluştuđunu belirtir, bunu onurumla doğrularım.

Vedat YAĞMUR

ÖZET

Doktora Tezi

Elektrokimyasal Olarak Üretilen Manyetik Kompozit Tellerin Bobinsiz Fluxgate Sensör
Olarak Kullanımı

Vedat YAĞMUR

İnönü Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

xii+119 sayfa

2012

Danışman: Prof. Dr. Funda Ersoy ATALAY

Bu tez kapsamında $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ ve $\text{Co}_{19}\text{Ni}_{49.6}\text{Fe}_{31.4}$ tabakaları tork uygulanmış Cu tel üzerinde elektrokimyasal olarak oluşturulmuştur. Kronoamperometri teknikleri çekirdeklenme mekanizmasını açıklamada kullanılırken, elektrokimyasal empedans spektroskopisi yöntemi korozyon çalışmalarında kullanılmıştır. Tork ve stres altında Cu tabanlar üzerinde oluşturulan NiFe ve CoNiFe tabakaların elektrokimyasal büyüme ve çekirdeklenme mekanizması Scharifker-Hills modeli ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) yöntemi kullanılarak analiz edilmiştir.

Elektrokimyasal olarak üretilen manyetik numunelerin manyetoempedans (MI) ve bobinsiz fluxgate (CF) özellikleri verilmiştir. Elektrokimyasal kaplama süresince

uygulanan tork ve stresin MI ve CF özelliklerine etkisi de araştırılmıştır. Sıfır tork altında üretilen tellerin hiçbirinde helisel anizotropi bileşeni yoktur ve CF etki yaklaşık olarak sıfırdır. MI etkinin büyüklüğü elektrokimyasal kaplama süresince uygulanan tork ile azalır. Bu artan tork ile birlikte oluşan helisel anizotropideki artış ile ilişkilendirilebilir. Tork altında üretilen bu numunelerde düşük frekans bölgesinde CF çıkış voltajı lineer bir değişim gösterir. Daha yüksek frekanslarda CF eğrileri iki lineer bölgeye sahiptir. CF eğrisinin eğimi oluşan anizotropinin doğrultusuna bağımlı olduğu da bulunmuştur. Maksimum duyarlılık, 59 rad/m tork altında üretilen $\text{Co}_{19}\text{Ni}_{49.6}\text{Fe}_{31.4}$ için telde, 20kHz sürücü akım frekansında ve 67 mA sürücü akım değerinde 150 V/T olarak gözlenmiştir. Bu tipik bir fluxgate sensörünki ile karşılaştırılabilir bir değerdir. $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ için maksimum duyarlılık, 89.7 rad/m tork altında üretilen telde, 50 kHz sürücü akım frekansında ve 54 mA sürücü akım değerinde 54 V/T olarak bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler: NiFe, CoNiFe, elektrokimyasal kaplama, çekirdeklenme, manyetik malzeme, elektrokimyasal empedan spektroskopisi, manyetik alan sensörü, bobinsiz fluxgate, tork.

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

Electrochemical Produced Magnetic Composite Wires Using as
Coil-less Fluxgate Sensor

Vedat YAĞMUR

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

xii+119 pages

2012

Supervisor: Prof. Dr. Funda Ersoy ATALAY

In this study, $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ and $\text{Co}_{19}\text{Ni}_{49.6}\text{Fe}_{31.4}$ layers have been electrodeposited onto a twisted copper wire. Chronoamperometry techniques were used to study the nucleation mechanism process, while electrochemical impedance spectroscopic (EIS) techniques for corrosion studies. Electrochemical nucleation and growth mechanism analysis of NiFe and CoNiFe layer on Cu substrates under torsional strains and stress were made on the basis of Scharifker-Hills model and electrochemical impedance spectroscopy (EIS).

The magnetoimpedance (MI) and coil-less fluxgate (CF) properties of electrodeposited produced magnetic samples are presented. The effects of applied torsion and tensile stress during the electrodeposition process on MI and CF properties

have been also investigated. Wires produced at zero torsional strain have no helical anisotropy show a nearly zero CF effect. MI effect magnitude decreases with increasing applied torsion during the electrodeposition process. This can be related to the increase in the induced helical anisotropy with increasing torsion. The samples produced under torsional strain shows a linear change in CF output at the low-frequency range. At higher frequencies, CF output shows two linear slopes. It is also found that the slope of the CF curve depends on the direction of induced anisotropy. A maximum sensitivity of 150 V/T, which is a comparable value with a typical fluxgate sensor, is observed at 20 kHz driving-current frequency and 67 mA driving current for a wire produced under 59 rad/m torsional strain for $\text{Co}_{19}\text{Ni}_{49.6}\text{Fe}_{31.4}$. A maximum sensitivity of 54 V/T was observed at 50 kHz driving-current frequency and 54 mA driving-current on wire produced under 89.7 rad/m torsion for $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ sample.

Keywords:

NiFe, CoNiFe, electrodeposition, nucleation, magnetic material, electrochemical impedance spectroscopy, magnetoimpedance, magnetic field sensor, coil-less fluxgate, torsional strain.

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının her aşamasında çok değerli yardım ve desteklerini esirgemedi beni yönlendiren tez yöneticisi hocam Prof. Dr. Funda Ersoy ATALAY' a;

Çalışmalarım süresince gösterdiği yoğun ilgi ve destekten dolayı Prof. Dr. Selçuk ATALAY' a;

Ayrıca yardım ve desteklerinden dolayı öğretim üyeleri Yrd. Doç. Dr. Harun KAYA' ya, Doç. Dr. Nevzat BAYRI' ye ve Uzman Kadir TOY' a;

Gerek tez çalışmam sırasında gerekse de özel yaşamımda gösterdikleri içtenlik ve samimiyetten dolayı Ali Onur KAYA' ya ve Alper FİDAN' a;

Hayatımın her döneminde olduğu gibi tez çalışmam boyunca da desteklerini esirgemeyen AİLEME;

Bu projeye maddi desteklerinden dolayı İnönü Üniversitesi Araştırma Projeleri Birimine ve TÜBİTAK' a;

Sonsuz teşekkürlerimi bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

	ÖZET.....	I
	ABSTRACT.....	III
	TEŞEKKÜRLER.....	V
	İÇİNDEKİLER.....	VI
	ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VIII
	TABLolar DİZİNİ.....	XI
	SİMGELER VE KISALTMALAR.....	XII
1.	GİRİŞ.....	1
2.	KAYNAK ÖZETLERİ.....	5
2.1.	Manyetik Parametreler.....	5
2.1.1.	M-H Eğrisi.....	5
2.1.2.	Alınganlık.....	7
2.1.3.	Anizotropi Alanı.....	7
2.1.4.	Histerezis Kaybı.....	8
2.1.5.	Anizotropi Enerjisi.....	8
2.1.6.	Domain ve Domain Duvar Hareketi.....	9
2.1.7.	Geçirgenlik.....	9
2.2.	Sensörler.....	12
2.2.1.	AMR Sensör.....	13
2.2.2.	Hall Sensörü.....	13
2.2.3.	GMR Sensörler.....	13
2.2.3.	Fluxgate Sensörler.....	15
2.2.5.	Fluxgate Sensörün Yapısı.....	21
2.2.6.	Paralel Fluxgate Sensörün Kapı Mekanizması.....	22
2.2.7.	Ortogonal Fluxgate Sensörün Kapı Mekanizması.....	24
2.2.8.	Fluxgate Sensörlerin Performansını Etkileyen Parametreler.....	26
2.2.9.	Halka Fluxgate Sensörler.....	28
2.2.10.	Çift Çekirdekli Fluxgate Sensörler.....	28
2.2.11.	RTD Fluxgate Sensörler.....	30
2.2.3.	Scharefker-Hill Modeli ve Elektrokimyasal Çekirdeklenme.....	35
2.3.1.	Çekirdek Oluşumu.....	36
2.4.	Elektrokimyasal Empedans Spektroskopi İle Korozyon İncelemesi.....	39
3.	MATERYAL VE YÖNTEM.....	43
3.1.	Elektrokimyasal Kaplama Sistemi.....	43
3.2.	Çözelti Hazırlığı.....	45
3.3.	Referans Elektrot.....	45
3.4.	Elektrokimyasal Hücre.....	46
3.5.	Elektrot Hazırlığı.....	46
3.6.	pH Metre.....	48
3.7.	M-H Ölçüm Sistemi.....	48

3.8.	Manyetoempedans Ölçüm Sistemi	51
3.9.	Taramalı Elektron Mikroskobu	53
3.10.	Enerji Saçılımlı X-Işınları Spektrometresi (EDX) Analiz Yöntemi...	53
3.11.	Fluxgate Ölçüm Sistemi	54
3.12.	Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi	55
4.	DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA	60
4.1	NiFe/Cu Manyetik Kompozit tellerde Elektrokimyasal Çekirdeklenme.....	60
4.2.	NiFe/Cu Kompozit Tellerin Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisiyle İncelenmesi.....	65
4.3.	Farklı Tork Değerlerinde Elektrokimyasal Olarak Üretilen NiFe/Cu Manyetik Kompozit tellerde Bobinsiz Fluxgate Etki	82
4.4.	Farklı Stres Değerlerinde Elektrokimyasal Olarak Üretilen NiFe/Cu Manyetik Kompozit tellerde Bobinsiz Fluxgate Etki	84
4.5.	Farklı Tork Değerlerinde Elektrokimyasal Olarak Üretilen CoNiFe/Cu Manyetik Kompozit Tellerde Bobinsiz Fluxgate Etki	93
5.	SONUÇ.....	105
6.	KAYNAKLAR.....	109
7.	ÖZGEÇMİŞ.....	118

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1.	Manyetik sensörlerin pazar payı [6].....	1
Şekil 1.2.	Sensörlerin manyetik alana karşı duyarlılığı.....	2
Şekil 2.1.	Ferromanyetik malzemenin tipik M-H eğrisi.....	6
Şekil 2.2.	Manyetik malzemelerin M-H eğrileri [37].....	7
Şekil 2.3.	Anizotropi enerjisinin M-H eğrisi üzerinde gösterimi.....	8
Şekil 2.4.	Yüksek geçirgenliğe sahip çekirdek malzemeler için değişik M-H eğrileri a-) eğim doyumdan önce ve sonra sonludur, b-) eğim doyumdan önce sonlu doyumdan sonra 0 dır, c-) eğim doyumdan önce sonsuz, doyumdan sonra 0 dır. Fluxgate sensörler için genellikle b tercih edilir, d-) Ferromanyetik bir malzemeye ait B-H eğrisi [37, 40].	11
Şekil 2.5.	Kompleks sensör sistemlerinin şematik gösterimi.....	12
Şekil 2.6.	Hall sensörünün çalışma prensibi [46].....	14
Şekil 2.7.	GMR sensörün yapısı [46].	14
Şekil 2.8.	Paralel fluxgate sensör [56].....	16
Şekil 2.9.	Ortogonal fluxgate sensör [56].....	16
Şekil 2.10.	Fluxgate sensörün çalışma prensibi [60].....	19
Şekil 2.11.	a-) paralel fluxgate sensör dizaynları, b-) ortogonal fluxgate sensör dizaynları [50-51].....	20
Şekil 2.12.	Fluxgate sensörün devre şeması [61].	21
Şekil 2.13.	a-) iki çekirdekli fluxgate akı mekanizması, b-) B-H karakteristiği [50-51].	23
Şekil 2.14.	Sinüsoidal akıma karşı ortogonal fluxgate sensör için oluşan akı ve voltaj değişimi [62].	26
Şekil 2.15.	a-) ve b-) iki çekirdekli fluxgate sensörler için farklı tasarımlar [51].....	29
Şekil 2.16.	RTD fluxgate sensör yapısı ve çıkış sinyali. RTD=0 [68].	31
Şekil 2.17.	Potansiyel enerjinin dış alan yokken değişimi, varken değişimi ve RTD değişimi [68].	31
Şekil 2.18.	Fluxgate sensörün yapısı [69].	32
Şekil 2.19.	Değişik frekans değerleri için sensörün dış manyetik alana verdiği tepki.....	33
Şekil 2.20.	Sensör duyarlılığının çekirdek malzemenin sayısı ile değişimi [70].	34
Şekil 2.21.	Sensörün dış manyetik alana karşı çıkış sinyali [71].	35
Şekil 2.22.	Elektrot yüzeyinde çekirdeklenme ve büyüme [73].....	37
Şekil 2.23.	Eş. 2.32 de $A > 0$ durumuna karşılık gelen eşdeğer devre.....	42
Şekil 2.24.	Eş. 2.32' de $A < 0$ durumuna karşılık gelen eşdeğer devre.....	42
Şekil 3.1.	Üç elektrotlu potansiyostat sisteminin şematik gösterimi [82].	43
Şekil 3.2.	Elektrokimyasal kaplama sistemi.....	44
Şekil 3.3.	Ag/AgCl referans elektrot.	45
Şekil 3.4.	Hücre.....	46
Şekil 3.5.	Cu telin metal mikroskopundan elde edilmiş fotoğrafı.....	47
Şekil 3.6.	Cam boru ve tork uygulama mekanizması.....	48

Şekil 3.7.	M-H ölçüm sistemi.....	49
Şekil 3.8.	M-H ölçüm sisteminin fotoğrafı.....	50
Şekil 3.9.	MI ölçüm sistemi.....	51
Şekil 3.10.	MI ölçüm sistemi.....	52
Şekil 3.11.	Fluxgate ölçüm sistemi.	54
Şekil 3.12.	Fluxgate ölçüm sisteminin fotoğrafı.	55
Şekil 3.13.	Uygulanan potansiyele karşı oluşan tepki.....	56
Şekil 3.14.	Randless devresi.	57
Şekil 3.15.	Randless devresinin nyquist eğrisi.	58
Şekil 3.16.	Elektrokimyasal empedans spektroskopi ölçüm sisteminin fotoğrafı.....	59
Şekil 4.1.	2.5 MPa, 3.5 MPa ve 5 MPa stres değerleri için NiFe/Cu telin elektrokimyasal kaplama eğrileri	60
Şekil 4.2.	Çekirdek oluşumu ve büyümesi.	61
Şekil 4.3.	89.7 rad/m ve 179.42 rad/m tork uygulanarak elde edilmiş NiFe/Cu telin elektrokimyasal kaplama eğrisi.....	62
Şekil 4.4.	Farklı torklar uygulanarak üretilmiş NiFe/Cu kompozit tellerin $(I/I_{\max})^2-(t/t_{\max})$ eğrileri.	63
Şekil 4.5.	Farklı stresler uygulanarak üretilmiş NiFe/Cu kompozit tellerin $(I/I_{\max})^2-(t/t_{\max})$ eğrileri.....	64
Şekil 4.6.	NiFe/Cu telin, -0,27 v potansiyel değerinde farklı sürelerde korozyonundan sonra elde edilen nyquist diyagramı.....	66
Şekil 4.7.	NiFe/Cu telin farklı potansiyel değerlerinde korozyonu sonucu elde edilen nyquist diyagramı.	67
Şekil 4.8.	Korozyon işlemi uygulanmadan önce NiFe/Cu tellerin SEM ve EDX görüntüleri. A-) 1000 kat, b-) 5000 kat, c-) 40000 kat büyütme, d-) EDX.....	71
Şekil 4.9.	0,27 V OCP değerinde 1 saat 1 mM H ₂ SO ₄ içinde korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX görüntüleri. A-) 1000 kat, b-) 5000 kat, c-) 5000 kat büyütme, d-) EDX.....	73
Şekil 4.10.	0,27 V OCP değerinde 2 saat 1 mM H ₂ SO ₄ içinde korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX görüntüleri. A-) 1000 kat, b-) 5000 kat, c-) 25000 kat büyütme, d-) EDX.....	75
Şekil 4.11.	0,27 V OCP değerinde 3 saat 1 mM H ₂ SO ₄ içinde korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX görüntüleri. A-) 1000 kat b-) 5000 kat, c-) 40000 kat büyütme, d-) EDX.....	77
Şekil 4.12.	-0,1 V değerinde 1 saat 1 mM H ₂ SO ₄ içinde korozyona uğratılmış NiFe nin SEM ve EDX görüntüleri. A-) 5000 kat büyütme, b-) EDX.	78
Şekil 4.13.	0 v değerinde 1 saat 1mM h ₂ so ₄ içinde korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX görüntüsü. A-) 1000 kat büyütme, b-) EDX.....	79
Şekil 4.14.	-1V toplama potansiyeli uygulanarak NiFe/Cu kompozit tel büyütülürken farklı zaman aralıklarında elde edilen nyquist diyagramları.81	
Şekil 4.15.	NiFe/Cu kaplamanın 5000 kat büyütmede elde edilmiş SEM fotoğrafı.83	
Şekil 4.16.	NiFe/Cu telin EDX analizi.	83

Şekil 4.17.	NiFe/Cu manyetik kompozit tellerde 22.4, 44.8, 89.7 rad/m torklarda elde edilen kaplamaların 2. Harmonik voltajının uygulanan dış alan ile değişimi. ($\sigma=0$ MPa, $f=30$ kHz ve $I=81$ mA).....	84
Şekil 4.18.	0-5 MPa stres altında altın elektrokimyasal olarak üretilen NiFe/Cu tellerde 2. Harmonik voltajının uygulanan alanla değişimi. ($f=5$ kHz, $\tau=179,42$ rad/m, $I=110$ mA).....	85
Şekil 4.19.	Farklı tork değerleri altında üretilen NiFe/Cu tellerde 2. Harmonik voltajın uygulanan alanla değişimi ($f=50$ kHz, $\sigma=5$ MPa, $I=54.8$ mA) ..	86
Şekil 4.20.	179.42 rad/m tork altında üretilen NiFe/Cu tellerde değişik frekans değerleri için 2.harmonik voltajın uygulanan alanla değişimi ($\sigma=5$ MPa, $I=67$ mA).....	87
Şekil 4.21.	2.5 MPa stres altında elde edilen NiFe/Cu tellerde farklı torklar için, 2.harmonik voltajın dış alanla değişimi($I=81$ mA, $f=10$ kHz).....	88
Şekil 4.22.	Değişik torklar altında üretilen NiFe/Cu tellerin M-H eğrileri ($\sigma=0$ MPa)	89
Şekil 4.23.	89.7 rad/m tork altında üretilen NiFe/Cu telin 50 kHz sürücü akım frekansı değerinde uygulanan torkun sonucunda ikinci harmonik voltajın dış alanla değişimi.....	90
Şekil 4.24.	Elektrokimyasal kaplama süresince uygulanan torkun ikinci harmonik voltajın duyarlılık değişimine etkisi.....	90
Şekil 4.25.	Farklı frekanslar için, 44.8 rad/m tork altında üretilen NiFe/Cu telin GMI eğrisi.	92
Şekil 4.26.	Değişik torklar altında üretilen örnekler için GMI nin frekansa bağlı değişimi.	92
Şekil 4.27.	29.5π rad/m tork altında üretilen telin SEM resimleri ve telin farklı kesimlerinden alınmış SEM resimleri.	94
Şekil 4.28.	CoNiFe/Cu tellerde dış alanın bir fonksiyonu olarak ikinci harmonik çıkış voltajı. Sıfır tork altında üretilen örnekte değişik frekans değerleri için 2. Harmonic voltajının uygulanan alanla değişimi.....	95
Şekil 4.29.	Farklı torklar altında üretilen CoNiFe/Cu tellerde değişik frekans değerleri için 2. Harmonic voltajın uygulanan alanla değişimi. A-) düşük frekans bölgesi, b-) yüksek frekans bölgesi.	96
Şekil 4.30.	59π rad/m tork altında üretilen telin değişik ac sürücü frekansları için sürücü akımın bir fonksiyonu olarak duyarlılığındaki değişim.	98
Şekil 4.31.	Tork uygulanarak hazırlanmış CoNiFe/Cu telin manyeto empedans değişim grafikleri a-) 0 rad/m. B-) $14,75\pi$. Rad/m c-) 29.5π rad/m.....	101
Şekil 4.32.	0-118 rad/m aralığında tork uygulanarak hazırlanmış CoNiFe/Cu tellerin % gmi-frekans değişimi.	102
Şekil 4.33.	Düşük ve yüksek frekans bölgesinde MI değişimi [120]......	103
Şekil 4.34.	Sıfır ve 29.5π rad/m tork altında üretilen tellerin manyetizasyon eğrileri.	103

TABLÖLAR DİZİNİ

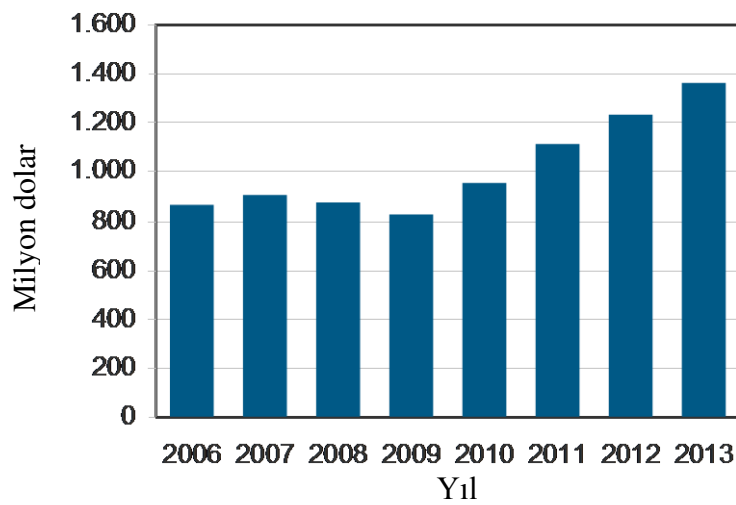
Tablo 2.1.	Bazı manyetik malzemeler için geçirgenlik değerleri.....	66
Tablo 4.1.	Şekil 4.6' deki nyquist eğrilerinden elde edilen polarizasyon ve çözelti direnci değerleri.....	66
Tablo 4.2.	Şekil 4.7' deki nyquist eğrilerinden elde edilen polarizasyon ve çözelti direnci değerleri	67
Tablo 4.3.	NiFe/Cu tellerin üretiminde kullanılan elektrokimyasal banyo şartları.....	82
Tablo 4.4.	CoNiFe/Cu telleri üretmekte kullanılan elektrokimyasal banyo şartları.	93

SİMGELER VE KISALTMALAR

w	Açısal frekans
H_x	Algılanan alan
χ	Alınganlık
AC	Alternatif akım
AMR	Anizotropik manyeto direnç sensörler
N_0	Başlangıçtaki çekirdek sayısı
μ_0	Boşluğun manyetik geçirgenliği
GMI	Büyük manyeto empedans
W	Çalışma elektrodu
E_h	Çalışma ve yardımcı elektrot arasına uygulanan
N	Çekirdek sayısı
C_{dl}	Çift tabaka kapasitansı
R_c	Çözeltili direnci
D	Demanyetizasyon faktörü
I_{max}	Deney süresince geçen maksimum akım değeri
DC	Doğru akım
M_s	Doyum manyetizasyonu
Z	Empedans
R	Gerçel direnç
μ	Görelî geçirgenlik
t_{max}	I_{max} değerinin maksimum değerine ulaşma süresi
V_{ϕ}	2. harmonik çıkış potansiyeli
M_r	Kalıcı manyetizasyon
C	Karşı elektrot
H_c	Koarsivite
B	Manyetik akı
U_k	Manyetik anizotropi
M	Manyetizasyon
M_i	Manyetoindüktans
ME	Matteucci etki
R_p	Polarizasyon direnci
$U(x)$	Potansiyel enerji
σ	Stres
I_e	Uyarıcı akım
H_e	Uyarıcı alan
t	Zaman

1.Giriş

Günümüzde teknolojik gelişmelere de bağlı olarak, elektronik cihazların tümü minyatürleştirilmeye çalışılmaktadır. Bu sebeple küçük boyutlarda yapılan araştırmalar da artmaktadır [1-5]. Manyetik sensörlerin, cep telefonundan otomotiv endüstrisine kadar geniş bir yelpazede uygulama alanı bulması bu sensör sınıfı üzerine olan ilgiyi de artırmaktadır [6-13]. Manyetik sensörlerin ticari hacmi bu sebeple giderek artmaktadır. Şekil 1.1’ de manyetik sensörlerin 2006 yılından günümüze kadar pazar payını ve 2010’ dan 2013 yılına kadar tahmini pazar payını göstermektedir [6].

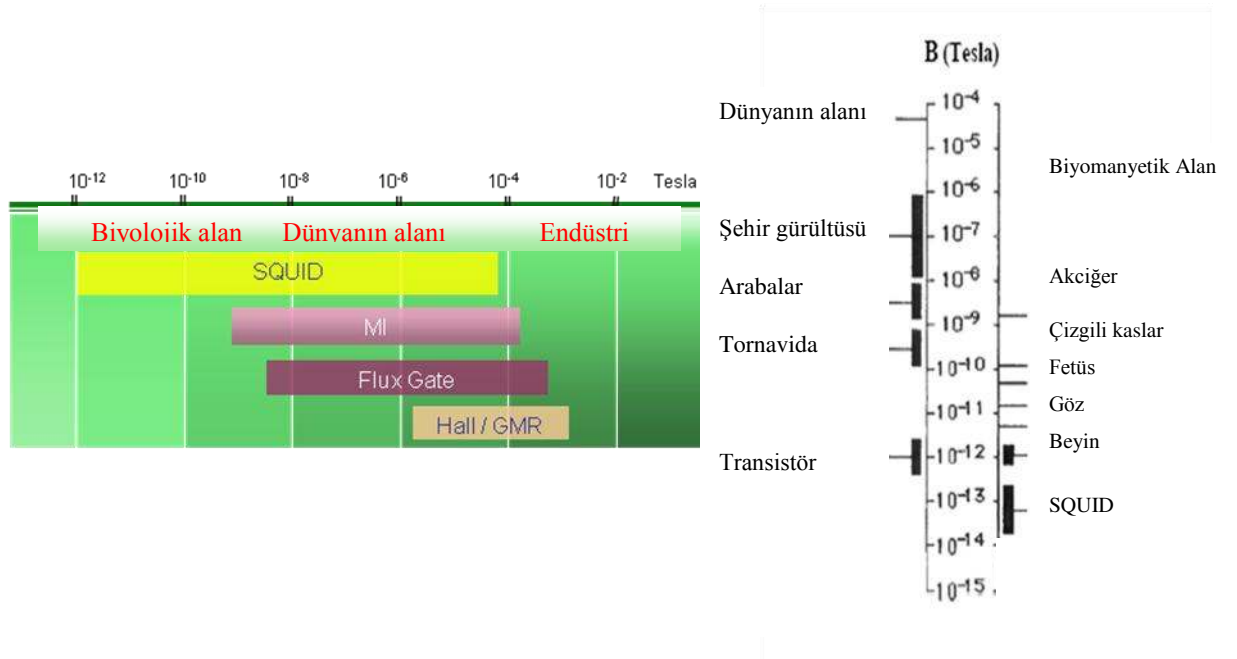


Şekil 1.1. Manyetik sensörlerin pazar payı [6].

Manyetik alan sensörleri Gaus metreler ve manyetometreler olmak üzere iki başlık altında toplanır. $1\mu\text{T}$ manyetik alan değerinin altındaki alanlara duyarlı sensörler manyetometrelerdir, bu değer üstünde manyetik alanlara duyarlı sensörler de Gaus metrelerdir. Bu sensörlerden bazılarıyla ilgili bilgi, fluxgate sensörlerle karşılaştırma amacı ile 2. Kısımda verilmiştir.

Bu çalışmanın amacı, elektrokimyasal kaplama yöntemiyle elde edilen kompozit teller üzerinde doğal helisel anizotropi oluşturarak fluxgate sensör (akı kapısı sensörü) geliştirmektir. Bilindiği üzere paralel fluxgate sensörler uyarıcı ve toplayıcı olarak kullanılan iki bobine sahiptir. Bobin kullanılması ise sensörün boyutunu hayli artırmaktadır. Fotolitografi alanındaki gelişmeler ile günümüzde mikro boyutta düzlemsel bobinler üretilebilmiş ve böylece mikro boyutta fluxgate sensörler tasarlanabilmiştir [12-13]. Ancak bu tasarımlarda sensörün hassasiyeti oldukça düşük

olup, bobinleri uygun şekilde tasarlamak da oldukça zordur. Fluxgate sensörler, süperiletken kuantum girişim sensörlerden(SQUID) sonra en hassas sensörler olması açısından da önemlidir. Şekil 1.2, farklı tipte sensörlerin manyetik alana duyarlılığını göstermektedir. Fluxgate sensörler, Şekil 1.2’ den görüldüğü gibi biyolojik bölgede yer almaktadır. Buda, popüler bir konu olan parçacık tespiti ve yönlendirmesi konusunda uygulama için elverişli bir durum da oluşturmaktadır. Özellikle jeofizikçilerin ilgisini çeken fluxgate sensörler 1984 yılında CCE uzay aracında kullanılmıştır. Günümüzde değişik amaçlar için kullanılabilir. Dünyanın manyetik alanı ile Fe içeren materyallerin etkileşimleri bilinmektedir. Bu etkiden dolayı sensör ile otomobiller arası uzaklık tespit edilebilir. Trafikte kullanmak amacıyla dünyanın manyetik alanı dedekte edilebilir. Sinyal farklı uzaklıklardan ölçüldüğünde, uzaklık arttıkça sinyalin azalmasıyla birlikte, sinyalin şekli de değişmektedir. Bu özellik kullanılarak otoyollarda trafik akışı kontrol edilebilir. Bu sensörlerin köprü altlarına ve de yol kenarlarına monte edilmesi ile sağlanır. Bomba ve mayın tespitinde kullanılabilir. Materyal içinde homojen olmayan; noktalar, kusurlar, çatlaklar, fluxgate sensör yardımıyla ölçülür. Atomik kuvvet mikroskoplarında, görüntülemeye kullanmak için fluxgate sensörler üzerinde araştırma yapılmaktadır. Bu sensörler; küresel yer bulma (GPS) sistemlerinde, otomotiv endüstrisinde, dünyanın manyetik alanında meydana gelen değişimleri araştırmak amacıyla, askeri amaçlı birçok yerde kullanım alanı bulmaktadır [14].



Şekil 1.2. Sensörlerin manyetik alana karşı duyarlılığı.

Bilindiği üzere fluxgate sensörler, ilk olarak manyetik alan ölçmek için dizayn edilmiş sensörlerdir. Son zamanlarda yeni bir fluxgate sensör tipi olan, manyetik tellerden oluşan bobinsiz fluxgate sensör geliştirildiği rapor edilmiştir [15-21]. Daha önce çalışılan fluxgate sensör tiplerinin tümü en az bir bobin içerirken, adından da anlaşılacağı üzere bu sensör tipinde hiç bobin kullanılmadan, yalnızca manyetik bir tel kullanılmaktadır. Bu telin uçlarından alınan çıkış sinyalinin ikinci harmoniği, helisel anizotropiye sahip manyetik kompozit tele uygulanan manyetik alanla lineer olarak değişir. Bu tür bir tasarım, fluxgate manyetik alan sensörlerinin uygulaması için önemli olabilir. Çünkü hiçbir bobininin olmaması bu sensör tipini oldukça küçük ve üretimini kolay hale getirmektedir. Diğer taraftan bobinsiz fluxgate sensörün çıkışı aynı zamanda helisel anizotropinin varlığının oldukça iyi bir işaretidir. Elektrokimyasal kaplama ile elde edilen kompozit teller; pH, manyetik alan, çözelti içeriği gibi üretim şartlarına ve alaşım kompozisyonuna bağlı olarak dairesel, radyal veya karmaşık domain yapılarına sahip olacak şekilde üretilebilirler [22]. Bobinsiz fluxgate sensörün çıkışının büyüklüğü, öncelikle örneğin manyetik yapısı ile değişmektedir. Helisel anizotropi oluşturmak için elektrokimyasal kaplama sırasında tork uygulanarak kompozit teller üretilmiştir [15]. Ancak bu çalışmalarda, cam kaplı bakır tel üzerine elektrokimyasal kaplama yöntemi kullanılarak NiFe kaplanmıştır. Şimdiye kadar yapılan çalışmalarda elektrokimyasal kaplama deneyi süresince tork ve stres altında CoNiFe/Cu ve NiFe/Cu kompozit teller üretilmemiş ve manyetik özellikleri araştırılmamıştır. Bu yüzden bu çalışmada, manyetik kompozit CoNiFe/Cu ve NiFe/Cu üzerinde helisel anizotropi oluşturmak için, elektrokimyasal kaplama işlemi süresince tork uygulanmış bir Cu tel üzerinde gerçekleştirilmiştir. Torkun ve stresin bobinsiz fluxgate üzerine etkisi araştırılmıştır.

Elektrokimyasal kaplama yöntemi, manyetik malzemelerin kaplanmasında birçok avantaj sunmaktadır. Filmler veya amaca bağlı olarak farklı geometrilere sahip malzemeler elektrokimyasal kaplama ile çok iyi manyetik özelliklere ve düşük strese sahip olarak üretilebilirler. Diğer taraftan kaplama işleminin maliyeti, büyük ölçeklerde üretimler için oldukça ucuzdur. Elektrokimyasal kaplama ile elde edilmiş Fe' li gruplar uzun süredir manyetik sensör yapımında ve özellikle de bilgisayarların okuma-yazma kafalarında kullanılmaktadır. Soft manyetik özelliklere sahip NiFe ve CoNiFe alaşımlar, büyük manyetoempedans (GMI) [22] etkiye dayalı manyetik sensörler için temel

malzeme görevi görmektedir. Bu etki, oldukça iyi bir iletken tel üzerinde elektrokimyasal kaplama ile elde edilmiş soft manyetik kaplamalarda gözlenir. GMI etkide asıl önemli olan ise iletken tel üzerindeki manyetik kaplamadır. GMI etki, Cu gibi iyi iletken tel tabanlar kullanılarak elektrokimyasal kaplama ile elde edilmiş soft manyetik NiFe, NiFeRu, NiFeMo, CoP, ve CoNiFe kaplamalarında araştırılmıştır [22-34]. Isıl işlem, elektrokimyasal kaplama süresi, çözelti içeriği, kullanılan iletken tel çapı ve çözelti pH' sinin NiFe ve CoNiFe kompozitlerinin GMI özelliklerine etkisi ayrıca araştırılmıştır [15,17,18, 23].

Bu tezin ilk bölümünde tezin amacı belirtilmiştir. İkinci bölümde, verilerin analizinde kullanılan manyetik parametreler ile ilgili terimler tanıtılmış ve fluxgate sensörler ile ilgili literatür bilgisine yer verilmiştir. İkinci kısımda son olarak elektrokimyasal çekirdeklenme ile ilgili literatür bilgisine ve empedans spektroskopisi bilgisine yer verilmiştir Tezin üçüncü bölümünde elektrokimyasal olarak ince film hazırlamak için deneysel sistemler tanıtılmıştır. Yine bu bölümde üretilen numunelerin analizi için kullanılan manyetik ölçüm sistemleri ve diğer sistemler anlatılmıştır. Tezin dördüncü bölümünde deneysel sonuçlara yer verilmiştir. İlk olarak NiFe/Cu manyetik kompozit tellerin Schrefker-Hill modeli kullanılarak elektrokimyasal çekirdeklenme süreci ilk defa burada tartışılmıştır. Ayrıca elektrokimyasal empedans spektroskopisi yöntemi ile NiFe/Cu teller üzerinde korozyon ve elektrokimyasal olarak film oluşum süreci araştırılmıştır. Son olarak NiFe/Cu ve CoNiFe/Cu manyetik kompozit tellerin bobinsiz fluxgate, manyetoempedans ve M-H ölçüm sonuçlarına yer verilmiştir. Beşinci bölümde, elde edilen deneysel sonuçlar yorumlanmıştır. Son olarak kaynakça ve özgeçmişe yer verilmiştir.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Manyetik Parametreler

Manyetik malzemeleri sınıflandırmada bazı temel parametreler, malzemelerin birbirine göre gösterdiği ayırt edici özelliklerinden dolayı geliştirilmiştir. Bu kısımda bu parametreler tanıtılacaktır.

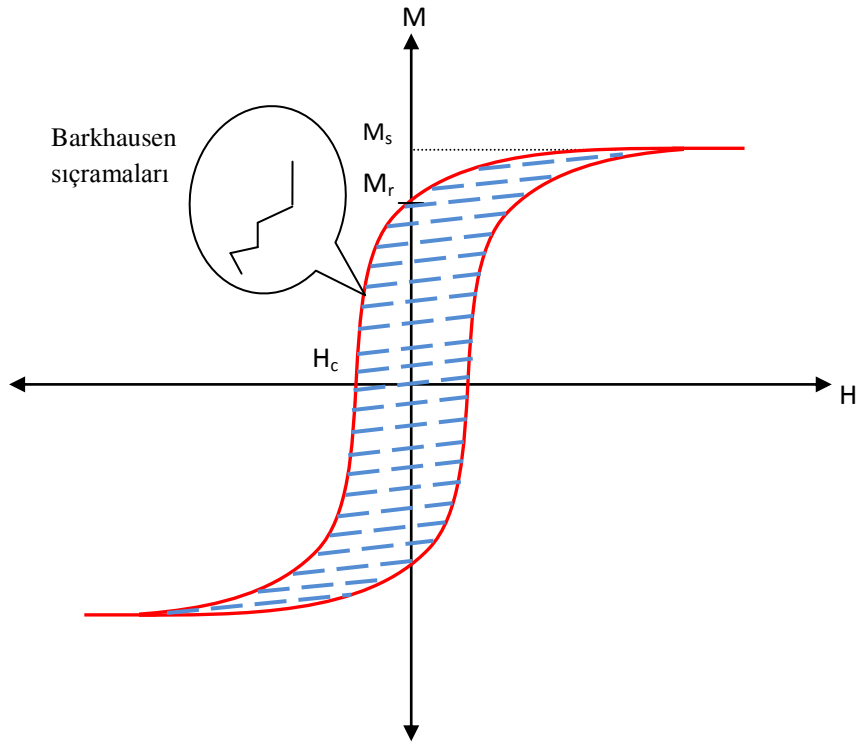
2.1.1. M-H Eğrisi

Manyetik malzemeleri sınıflandırmada ve özelliklerini belirlemede kullanılan en önemli verilerden biri M-H eğrileridir. M, malzemenin sahip olduğu manyetizasyondur. Birim hacimde alan yönünde yönelmiş manyetik moment miktarıdır; manyetik momentlerin alan yönünde yönlenmesi ile veya domain duvar hareketi ile oluşur [35]. H, malzeme üzerine uygulanan dış alandır.

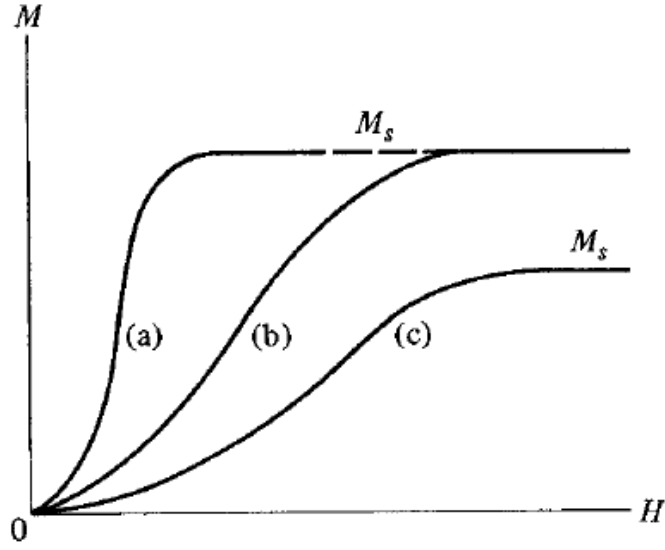
Günümüzde bir malzemeye ait M-H eğrilerini elde etmek için örnek titreşimli manyetometreler (VSM), tork manyetometreler gibi ölçüm aletleri geliştirilmiştir. M-H eğrilerini elde etmek için kullandığımız deneysel sistem tezin üçüncü bölümünde anlatılmıştır. M-H eğrisi dış manyetik alana karşı malzemenin verdiği tepkiye bağlı olarak şekillenir. Tipik bir M-H eğrisinin şematik gösterimi Şekil 2.1’ de gösterildiği gibidir. Eğri üzerinde belirtilen M_s , malzemeye ait doyum manyetizasyonunun değeridir. Bir ferromanyetik malzeme için bütün manyetik momentlerin dış alanla aynı yöne yöneldiği değeri göstermektedir. Bu sebeple malzemeyi doyum manyetizasyonuna ulaştıran alan değerinden sonra manyetizasyonunda bir artış gözlenmez. H_c , koarsiviteyi göstermektedir. Koarsivite, doyum manyetizasyonuna ulaşmış malzemenin, manyetizasyonunu sıfır yapmak için uygulanması gereken manyetik alandır. Dolayısı ile koarsivite alanı malzemeyi doyum manyetizasyonuna ulaştıran alan ile ters yöndedir. M_r , kalıcı manyetizasyondur. Malzeme üzerinde hiçbir dış alan yokken sahip olduğu kalıcı manyetizasyonun değeridir. Tutulabilir manyetizasyon olarak da adlandırılmaktadır [36]. Şekil 2.2’ de manyetik malzemelerin M-H eğrilerine göre sınıflandırması görülmektedir. a eğrisi ferromanyetik bir malzemenin, b eğrisi paramanyetik bir malzemenin, c eğrisi antiferromanyetik bir malzemenin M-H eğrisini temsil etmektedir.

M-H eğrileri iki bölgeye ayrılarak incelenebilir: Eğri üzerinde düşük alan ve yüksek alan bölgesi. Düşük alanda manyetizasyonda ani ve büyük sıçramalar

gerçekleşebilmektedir. Bu değişim, Barkhausen sıçramaları olarak bilinmektedir. Kaynağını domain duvarlarının hareketinden almaktadır. Yüksek alan bölgesinde sıçramaların yerine, küçük artışlar gözlenmektedir. Bu bölgede ise manyetizasyondaki artış domain duvarlarının hareketi yerine manyetik momentlerinin uygulanan dış alanla aynı yöne yönelmeye başlanması ile açıklanmaya çalışılmaktadır. Manyetik momentlerin yönelme süreci tersinir bir süreçken, domain hareketleri tersinir bir süreç izlememektedir [36].



Şekil 2.1. Ferromanyetik malzemenin M-H eğrisi.



Şekil 2.2. Manyetik malzemelerin M-H eğrileri [37].

2.1.2. Alınganlık

Manyetik bir malzemenin manyetizasyonu uygulanan dış alanla orantılı olarak artar. Manyetizasyonla dış alan arasındaki orantı sabiti malzemenin alınganlığı olarak isimlendirilir ve

$$M = \chi H \quad (2.1)$$

bağıntısı geçerlidir. Burada χ manyetik alınganlıktır. Malzemenin her alan değerine gösterdiği tepki farklı olduğundan alınganlıkta değişmektedir. Bu yüzden küçük dH alanları için hesaplanan alınganlık diferansiyel alınganlık olarak isimlendirilmektedir. H değerinin sıfıra yakın olduğu değerlerde hesaplanan alınganlık ise başlangıçtaki alınganlık olarak isimlendirilmektedir [35].

2.1.3. Anizotropi Alanı

Malzemeyi doyum manyetizasyon değerine ulaştırmak için uygulanan dış alanın değeridir.

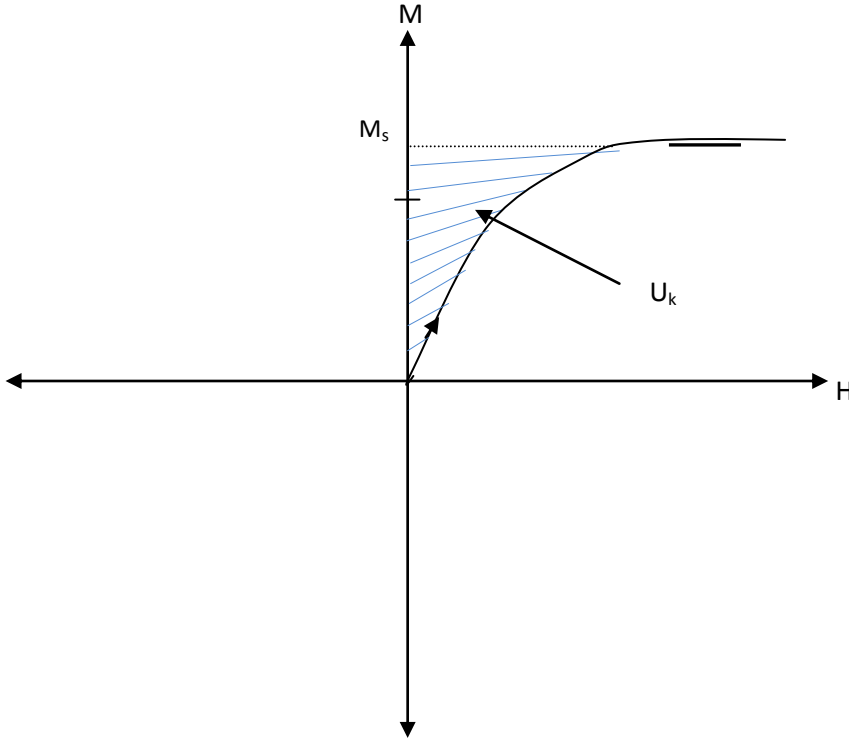
2.1.4. Histerezis Kaybı

Şekil 2.1’ de gösterildiği gibi M-H eğrisi bir tam çevrimi tamamladığında, malzeme üzerinde toplam yapılan iş, histerezis kaybı olarak bilinir. Yapılan iş, Şekil 2.1’ de gösterilen kapalı çevrim içindeki taralı alana eşittir. Histerezis kaybı, domainlerin tersinmez hareketleri ve eddy akımlarından kaynaklanmaktadır [35].

2.1.5. Anizotropi Enerjisi

Malzemenin manyetizasyonunu uygulanan dış alanla aynı yöne çevirmek için gerekli olan birim hacim başına enerji miktarıdır. Toplam anizotropi enerjisi demanyetize edilmiş bir malzemeden elde edilen M-H eğrisinde Şekil 2.3’ de gösterildiği gibidir. Anizotropinin kaynağı malzemenin şekli, kristal yapısı, stres olabilir. Veya malzeme üzerinde üretim sürecinden sonra da bir anizotropi indüklenebilir. Anizotropi enerjisi, Eş. 2.2’ de verilen formül yardımıyla hesaplanır.

$$U_k = \int_0^{M_s} H dM \quad (2.2)$$



Şekil 2.3. Anizotropi enerjisinin M-H eğrisi üzerinde gösterimi.

2.1.6. Domain ve Domain Duvar Hareketi

Ferromanyetik bir malzeme, kendi içinde aynı yöne yönelmiş manyetik momentlerin oluşturduğu domain olarak isimlendirilen alt bölgelerden oluşur. Böylece kendi içinde domainlere ayrılan manyetik malzeme enerjisini minimum yapar [38]. Bir domainin sahip olduğu manyetizasyon M_s ' ye eşittir. Her hangi bir dış alan yokken domainlerin manyetizasyon vektörleri farklı yönelimlere sahip olabilirler. Bu sebeple malzemenin sahip olduğu toplam manyetizasyon değeri, M_s değerinden daha küçük bir değere sahip olabilir.

Malzeme içinde iki domain birbirinden domain duvarı ile ayrılır. Bir bölgeden diğerine doğru geçerken manyetik momentlerin doğrultusu yavaş yavaş değişir. Bu geçiş bölgesi domain duvarlarının kalınlığını belirler. Uygulanan dış alan, domain duvarlarının hareketine sebep olur ve malzemenin manyetizasyonunda artış gözlenir. Eğer domain duvarını hareketindeki değişim çok küçük ise, domain duvarları alanın kaldırılması ile eski şekillenimini alır, yani hareket tersinirdir [35]. Eğer manyetizasyon prosesinde Barkhausen sıçramaları baskınsa yani domain duvar hareketindeki değişim hızlı gerçekleşiyorsa, domain duvarları eski konumunu tekrar alamayacaktır. Hareket tersinmez olacaktır [36].

2.1.7. Geçirgenlik

Malzeme üzerine dış bir alan uygulanması sonucu, numune içinde manyetik indüksiyon oluşturur. Manyetik indüksiyonun, uygulanan alana oranı geçirgenlik olarak tanımlanır. Manyetizasyondan farklı olarak, manyetik akıya uygulanan dış alandan da katkı gelir. Bu sebeple, eğer bir B-H eğrisi elde edecek olursak, bu eğride hiçbir zaman bir doyum manyetizasyonu gibi akının doyuma veya sabit bir değere ulaşması söz konusu olamayacaktır. Akı, dışarıdan uygulanan alan değerinin artırılması sonucu sürekli artacaktır. Geçirgenlik,

$$\mu = \frac{B}{H} \quad (2.3)$$

ile verilmektedir. Burada H, uygulanan alan, B, manyetik indüksiyondur.

Doğada bütün malzemeler uygulanan manyetik alana karşı bir tepki gösterir. Vakum, ideal manyetik olmayan bir ortamdır. Vakum ortamı ile karşılaştırıldığında, manyetik olmayan malzemeler, manyetik alana karşı oldukça küçük bir duyarlılığa sahiptir.

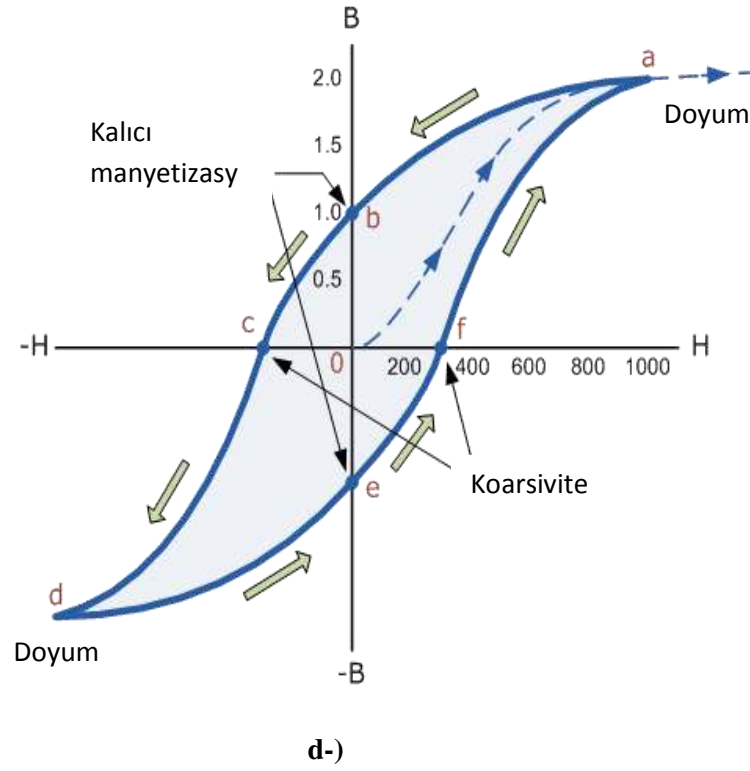
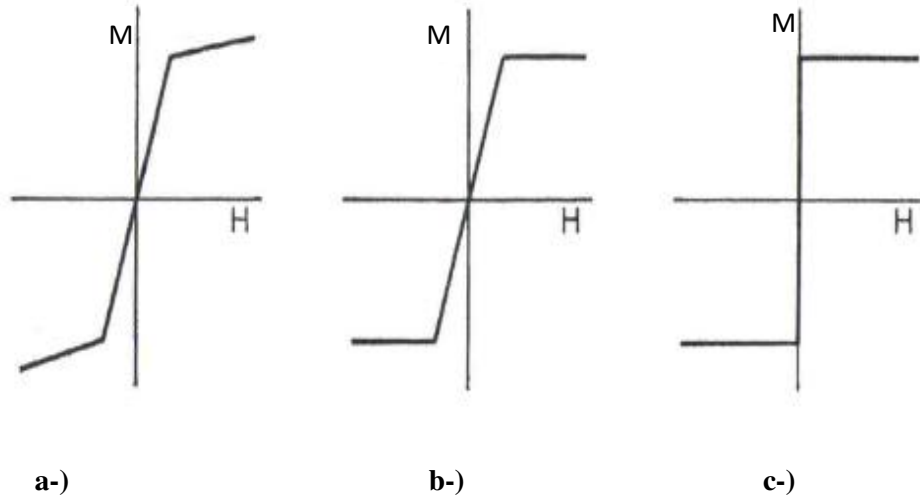
H manyetik alanının varlığında, ortamın B manyetik indüksiyonu,

$$B = \mu_0(H + M) \quad (2.4)$$

μ_0 vakumun geçirgenliği, M manyetizasyon, μ görel geçirgenliktir. Malzemeler bu değere göre manyetik olarak sınıflandırılabilir. Tablo 2.1’ de bazı element ve alaşımların geçirgenlik değerleri verilmektedir. Ferromanyetik malzemeler manyetik alan altında tipik histerezis eğrilerine sahiptir. Histerezis eğrilerinin tipik örnekleri Şekil 2.4a-c’ de görüldüğü gibidir. Bu malzemelerin dış manyetik alana karşı eğrilerinin çizimi ya manyetik indüksiyona ya da manyetizasyona karşı yapılır. Bu eğriler transfer fonksiyonu olarak da bilinir. Bu eğriler arasındaki temel farklılık M-H eğrisinin eğimi alınganlığı gösterirken, B-H eğrisinin eğimi geçirgenliği vermektedir ve M-H eğrisinin aksine doyum noktasında geçirgenlik değeri sıfıra değil sabit bir değere eşit olmaktadır. Şekil 2.4d’ de ise B-H eğrisi görülmektedir.

Tablo 2.1 Bazı manyetik malzemeler için geçirgenlik değerleri [39].

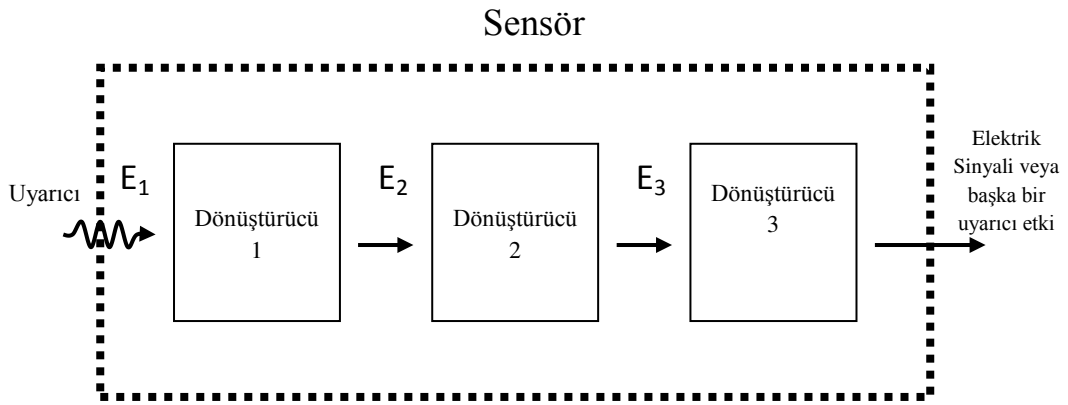
Malzeme	Geçirgenlik (μ)
Süper Alaşımlar	100,000 - 1,000,000
Saf demir	25,000 – 300,000
Ham metaller	20,000 -100,000
Mıknatıs alaşımı	2,500 -25,000
Dökme demir	100 - 600



Şekil 2.4. Yüksek geçirgenliğe sahip çekirdek malzemeler için değişik M-H eğrileri a-) eğim doyumdan önce ve sonra sonludur, b-) eğim doyumdan önce sonlu doyumdan sonra 0 dır, c-) eğim doyumdan önce sonsuz, doyumdan sonra 0 dır. Fluxgate sensörler için genellikle b tercih edilir, d-) ferromanyetik bir malzemeye ait B-H eğrisi [37, 40].

2.2. Sensörler

Sensör kelimesi hissetmek anlamına gelen İngilizce “to sense” kelimesinden türemiştir. Sensörler, dış fiziksel ortam ile sistemler arasında köprü oluşturan cihazlardır. Teknik terminolojide sensör ve dönüştürücü kelimeleri sıkça birbirlerinin yerine kullanılmaktadır. Dönüştürücü, anlam olarak enerji dönüştürücü olarak tanımlanırken; sensör, çeşitli enerji biçimlerini elektrik enerjisine dönüştüren cihazlar olarak tanımlanmıştır. Bu tanımsal farklılık 1969 yılında ISA (Instrument Society of America) tarafından ortadan kaldırılmış, iki terim eş anlamlı olarak kabul edilmiştir. Buna göre yapılan yeni tanımlamayla sensör veya dönüştürücü, ölçülen bir fiziksel özelliği elektriksel sinyallere çeviren aygıtlar olarak tanımlanmıştır. Şekil 2.5’ te şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.5. Kompleks sensör sistemlerinin şematik gösterimi

Manyetik alan sensörleri, manyetik alanı elektrik sinyaline dönüştürme görevi gören bir tür dönüştürücü olarak tanımlanabilir. Komplike elektronik sistemleri içinde manyetik alanın yönünü tespit etmek için kullanılan manyetik sensörlere, özellikle bu cihazlarda düşük güç tüketimi istendiğinden, talep giderek artmaktadır. Manyetik sensörlerin başlıcaları;

- AMR (Anizotropik manyeto-direnç) sensörler
- Hall sensörler
- GMR (Büyük manyetoempedans) sensörler
- Fluxgate sensörler dir.

2.2.1. AMR Sensör

Manyetik olarak anizotropi özelliğine sahip ferromanyetik malzemelerin anizotropik direnç değerinin değişimine dayanır. Uygulanan elektrik akımının, numunenin iç manyetizasyonuna paralel yada dik olduğu durumda ortaya çıkar. Malzeme manyetik alana konulduğunda dirençte % 2-3 gibi bir değişim gözlenir [41]. Bu değişim spin-yörünge etkileşmelerine bağlıdır. Ferromanyetik malzemelerde, iç manyetizasyonunun uygulanan manyetik alan yönünde kolayca yöneldiğinde gözlenir. [42].

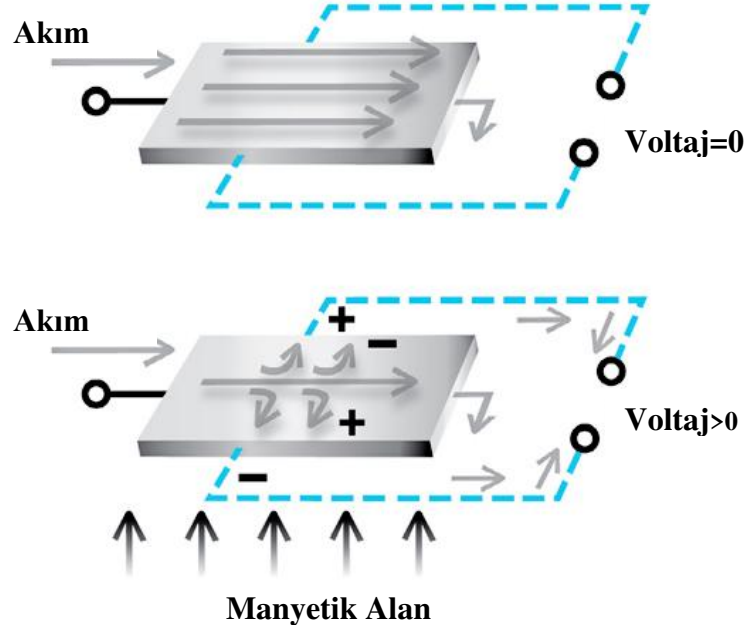
2.2.2. Hall Sensörü

Hall sensörleri, Hall olayına dayalı olarak çalışan sensörlerdir. Hall olayı, E. Hall tarafından keşfedilmiştir [43]. Hall olayı yüklü parçacıkların manyetik alan altında hareketine dayanır. Hareket eden yüke etkiyen manyetik kuvvetlerin ve elektrik kuvvetlerin toplamıdır. Bir plakadan akım geçirildiğinde, plakanın üzerinde kendisine dik yönde bir manyetik alan oluşur. Bu alan kuvveti hareketli yükleri plaka üzerinde karşıt yönlerde toplamaya zorlar. Karşıt yönlerde biriken yükler, oluşan elektrik alan kuvveti manyetik alan kuvvetini dengeleyinceye kadar artar. Bu yük birikmesinden dolayı plakanın uçları arasında bir potansiyel fark oluşur. Oluşan bu potansiyel farka Hall voltajı denir. Bu ilkeye göre çalışan Hall sensörlerinin şematik görünümü Şekil 2.6' da verilmiştir. Bu tip sensörlerin özellikle mikro-fabrikasyonunun kolay olması avantajıyken, çeşitli sebeplere bağlı olarak çıkışı sinyalinin büyük kaymaya sahip olması dezavantajını oluşturmaktadır. Özellikle III-V. grup elementler bu tip sensörlerin özelliklerini geliştirmekte kullanılmaktadır [44].

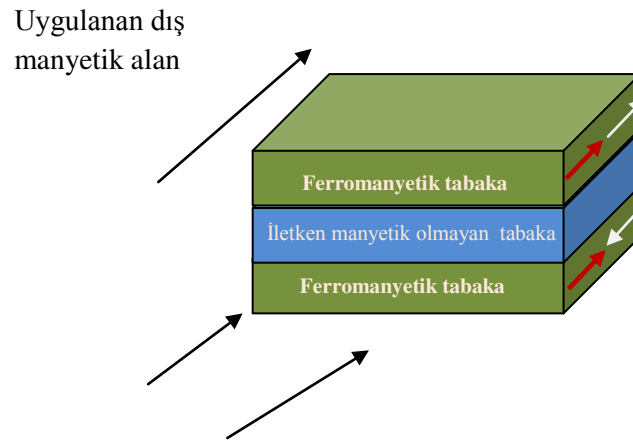
2.2.3. GMR Sensörler

İki ferromanyetik tabakanın iletken ve manyetik olmayan bir tabaka ile ayrılmasından oluşan sensör yapılarıdır [23]. Eğer tabakaların toplam kalınlığı bir elektronun alacağı ortalama serbest yoldan daha kısa ise saçılma elektronun manyetik moment yönelimine bağlı olarak iki ferromanyetik tabaka arasında gerçekleşir. Eğer ferromanyetik tabakaların manyetizasyon yönelimleri aynı yönde ise saçılma en az seviyede gerçekleşir ve direnç en düşük değerini alır. Ferromanyetik tabakaların manyetizasyon yönelimleri ters yönlü ise direnç en yüksek değerini alır. Şekil 2.7' de GMR sensörün yapısı görülmektedir. AMR sensörlerden çok daha yüksek değerde

direnç değişimine sahip sensörlerdir. Özellikle manyetik okuma kafası ve navigasyon için uygun sensör yapılarıdır [45] .



Şekil 2.6. Hall sensörünün çalışma prensibi [46].



Şekil 2.7. GMR sensörün yapısı [46].

2.2.4. Fluxgate sensörler

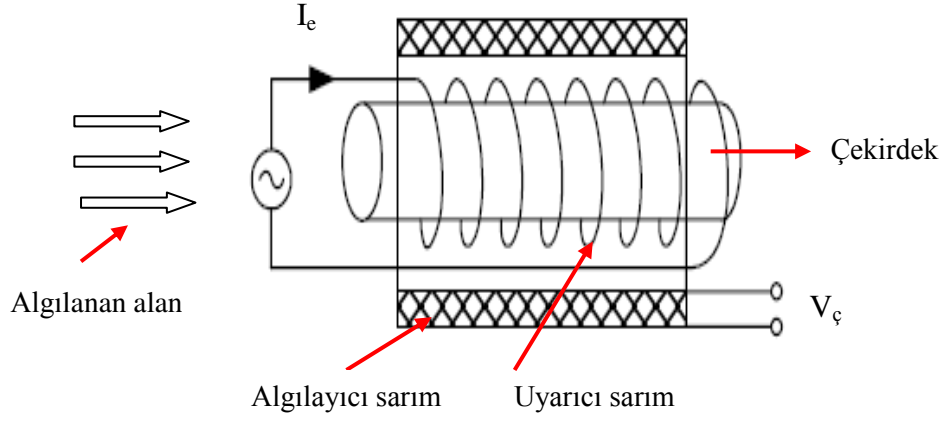
Fluxgate sensörlerle ilgili ilk çalışmalar 1935 yılında H. Aschenbrenner ve G. Foubeau tarafından jeomanyetik alan ölçümü amacıyla başlamıştır [47]. Çıkış sinyalinin ikinci harmoniğini kullanarak fluxgate sensör geliştirmişler ve jeomanyetik alan ölçümünde kullanmışlardır [47].

1930' lardan beri fluxgate sensörlerin çalışma ilkesi bilinse de, fluxgate sensörler hala araştırmacıların dikkatini çekmekte ve özellikleri araştırılmaktadır. 1950 li yıllarda F.C. Williams ve S.W. Noble'in fluxgate sensörlerin teorik altyapısı üzerine yürüttükleri çalışmalarla bu alana olan ilgi de artmıştır [48]. Williams ve Noble çıkış voltajını hesaplamak için Faraday yasasını kullanmışlardır. Temel değişken olarak efektif geçirgenliği kullandıklarından, hesaplaması karmaşık olan demanyetizasyon faktörünün hesabı gerekmez. A. Geyger' in halka (ring core) fluxgate sensörler konusunda dikkat çekici çalışmaları mevcuttur [40,49]. A. Geyger ve arkadaşları, yaptıkları çalışmada halka sensörlerin duyarlılığını etkileyen esas faktörün başlangıçta geçirgenlik ve demanyetizasyon faktörü olduğunu göstermişlerdir [40]. 1970' li yıllarda F. Primdahl fluxgate sensörler üzerine yoğun bir çalışma yürütmüş olup, paralel ve ortogonal fluxgate sensörler için çıkış sinyal bilgisinin, uyarıcı sinyalin ikinci harmoniğine bağlı olduğunu öne sürmüştür [50-51].

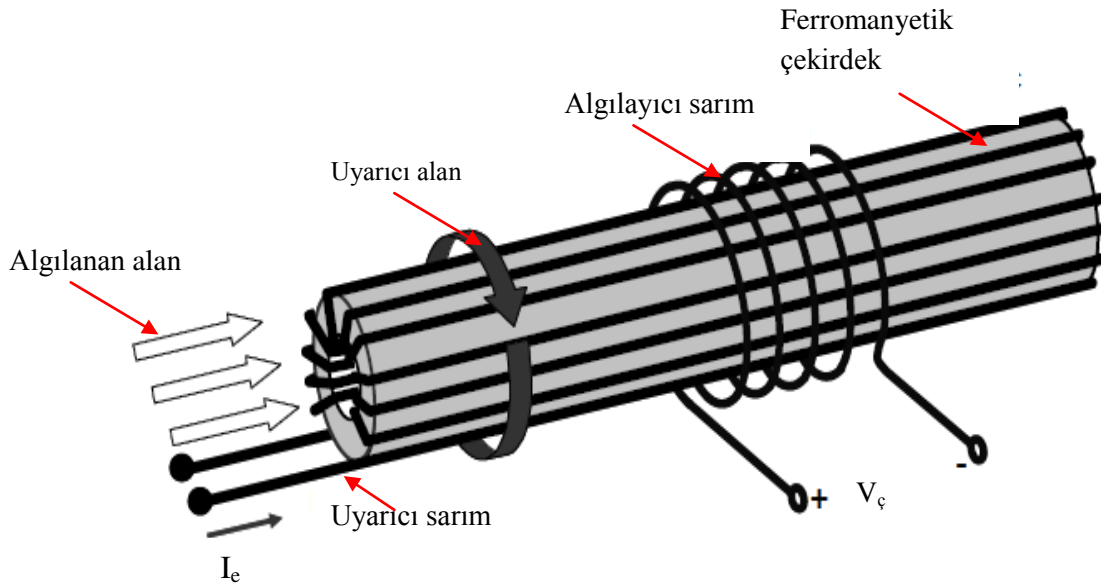
Fluxgate sensörler, paralel ve ortogonal olmak üzere iki ana başlık altında toplanabilir. Fluxgate sensörleri bu başlıklar altında çeşitlendirmek çekirdek (core) malzemesinin şekli ve çalışma anında dış manyetik alana karşı konumlanmalarıyla ilişkilidir. Örneğin, halka fluxgate sensör, paralel fluxgate sensör sınıfına girer ancak çekirdek malzeme halka şeklinde olduğundan bu isimle anılmaktadır [52]. Buna karşın paralel ve ortogonal isimlendirmeleri uyarıcı alanın algılanan alana paralel veya dik olmasıyla ilişkilidir. Bu sebeple fluxgate sensör tasarımlarında çekirdek malzemesinin manyetik yapısı ve geometrik şekli büyük önem taşımaktadır.

Fluxgate sensörler; yüksek derece güvenilirlik, küçük boyut, düşük güç tüketimi, vektörel işleyişi, ekonomik ve yüksek düzeyde hassasiyete sahip olmasından dolayı günümüzde de yaygın olarak çalışılmakta olan bir sensör grubunu oluşturmaktadır [53-54]. Fluxgate sensörleri diğer sensörlere göre üstün kılan ve hala ilgi sebebi olarak düşünülecek bazı özelliklerini aşağıdaki gibi sıralayabiliriz: Proton ve Overhauser manyetometrelerinin yalnızca skaler alanları ölçebildiği ve büyük güç tüketimine

ihtiyaç duyduğu belirtilmektedir. Fluxgate sensöre göre daha ağır olan Overhauser sensörün ağırlığı 3 kg' ı bulmaktadır. SQUID daha hassas ölçüm yapabilmesine rağmen, N_2 , He_2 gibi gazlara ihtiyaç duymaktadır [55].



Şekil 2.8. Paralel fluxgate sensör [56].



Şekil 2.9. Ortogonal fluxgate sensör [56].

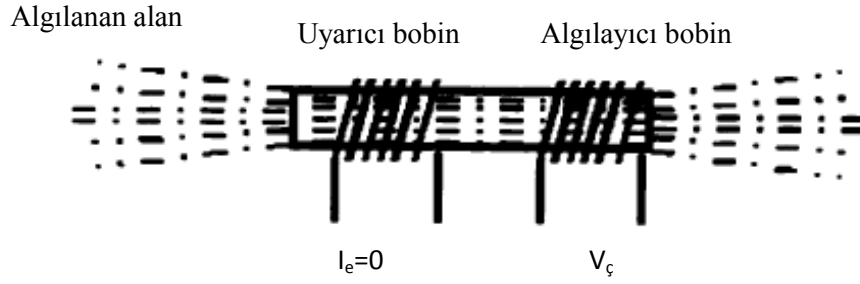
Fluxgate sensörler düşük frekanslı AC manyetik alan ya da DC alan ölçmede kullanılır. Şekil 2.8, paralel fluxgate sensörlerin temel yapısını göstermektedir. Sensör basit olarak, ferromanyetik bir çekirdek ve onun etrafına sarılmış uyarıcı ve algılayıcı olmak üzere iki sarımdan oluşmaktadır. Sensör ilkesel olarak uyarıcı sarımdan geçen AC akım (I_e) yardımıyla oluşturulan manyetik alan içinde, ferromanyetik çekirdeğin geçirgenliğindeki değişime dayanır. Algılayıcı sarım, ferromanyetik çekirdeğin geçirgenliğindeki periyodik olarak meydana gelen değişikliği algılar ve algılayıcı sarımda bir voltaj indüklenir. Bir dış alan yokken, bu voltaj simetriktir ve yalnızca tek harmoniklerden oluşur. Bir dış alanın varlığında ise sinyal tek ve çift harmoniklerden oluşur. Sinyalin 2. ve daha yüksek dereceden çift harmonikleri dış alanın büyüklüğüyle orantılıdır. Şekil 2.8’ de görülen tasarımda uyarıcı alan ve dış alan aynı yönde olduklarından bu sensörler paralel fluxgate sensörler olarak isimlendirilmiştir. Bu alanlar bir birine dik konumlarda olduğunda ise Şekil 2.9’ da görüldüğü gibi ortogonal fluxgate sensör olarak isimlendirilmiştir. Bu tip sensörlerde de dış manyetik alanın bilgisi çift harmonikler de taşınır. Paralel olarak tasarlanan fluxgate sensörlerde uyarıcı ve algılama mekanizmaları birbirine bağlı olduğundan, ayrı olarak tasarlanamazlar. Ancak ortogonal fluxgate sensörlerde iki sarımda ayrı olduğundan birbirinden bağımsız olarak tasarlanabilir. Paralel tasarımlarda, geniş lineer değer elde etmek için AC alanı ile artan yüksek demanyetizasyon faktörüne sahip daha kısa ferromanyetik çekirdek gereklidir. Ortogonal tasarımlarda ise ferromanyetik çekirdeğin uzunluğundaki azalma, uyarıcı alandan etkilenmez. Dış alanın bilgisi, uyarıcı akıma A gibi bir DC bias eklendiğinde sensörde temel modda taşınmaktadır. Yani dış alanın bilgisi tek harmoniklerde oluşmaktadır.

Fluxgate manyetik sensörlerin başlıca avantajı düşük offsete sahip olmasıdır. Offsete başlıca katkı ise elektronikten gelmektedir. Offsetin sıcaklık katsayısı da oldukça düşüktür ve böylece fluxgate çok geniş bir sıcaklık aralığında çalışabilir. Bu sensörler birkaç μT ’ dan birkaç 100 μT ’ ya kadar geniş bir lineer bölgede, 10 nT hassasiyetle çalışabilirler [57,58].

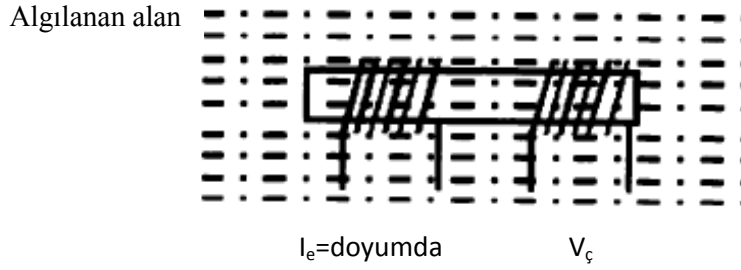
Şekil 2.10, fluxgate sensörlerin temel çalışma prensibini göstermektedir. Prensip olarak bu sensörler ferromanyetik çekirdeğin periyodik olarak doyumuna dayanır. Malzemenin geçirgenliği uygulanan AC alana göre μ_0 ve $\mu_0\mu$ arasında değişir. Ferromanyetik çekirdek doyum manyetizasyonundan uzakta ise geçirgenliği yüksek bir değere ($\mu_0\mu$) sahiptir ve manyetik akı çekirdeğin içinde yoğunlaşır (Şekil 2.10a).

Malzeme doyduğunda ise geçirgenliği μ_0 a eşit olur. Böylece malzemenin içinden geçen akı kesilime uğrar (Şekil 2.10b). Fluxgate sensörler adını bu olaydan almaktadır. Bu çevrim her periyotta iki kez oluşur. Böylece dış manyetik alanın bilgisi, akının zamanla değişiminden ya da akı değişiminin harmonik değerlerinden okunabilir (Şekil 2.10c). Nyquist teoremine göre ise uyarıcı akımının frekansı, ölçülmek istenen alanın frekans değerinden en az iki kat daha fazla bir değere sahip olmalıdır. Gerçekte ise bu değer en az 100 kat olmalıdır. Paralel fluxgate sensörlerde uyarıcı alan, algılanan alandan büyük değere sahip birinci harmonik bileşeni oluşturur. Bu bileşeni çıkarmak için Vacquier fluxgate sensörler kullanılmıştır. Vacquier sensör uyarıcı alanı elde etmek amacıyla iki adet ferromanyetik çekirdeğin etrafına sarılmış iki sarımdan ve bunların etrafına sarılmış bir algılayıcı sarımdan oluşur (Şekil 2.11a). Uyarıcı sarımların oluşturdukları alanlar birbirine zıt yöndedir. Böylece uyarıcı sarımların ferromanyetik çekirdekler üzerinde oluşturdukları akıların farkı alınmaktadır. Bu tip sensörde ferromanyetik çekirdekleri doyuma götürmek, tek çekirdeğe sahip sensörlere göre daha kolay olmaktadır. Ancak halka şeklinde kapalı manyetizasyon yoluna sahip sensörlerde doyum daha kolay olmaktadır. Uyarıcı ve algılanan alanların birbirine dik olduğu ortogonal fluxgate sensörlerin en bilineni Şekil 2.11b' de iki değişik tasarımı gösterilen Alldredge fluxgate sensörlerdir. Alldredge, 1958 yılında ilk bu tip sensörü tasarladı. 1965 yılında S.C. Ling [59], 1970 yılında F. Primdahl [50-51] ortogonal tip fluxgate sensörleri geliştirdi. İlk tasarımda ferromanyetik çekirdek içinden geçen uyarıcı akım çekirdeğin kesit alanının oluşturduğu düzlem üzerinde, çembersel bir manyetik alan oluşturur. İkinci tasarım halka sensörlere benzemektedir. Ferromanyetik çekirdek tüp şekline sahiptir. Uyarıcı sarım ferromanyetik çekirdek etrafına toroidal şeklinde sarılmıştır. Bu tasarımların her ikisi de ferromanyetik çekirdeğin uzunluğu boyunca olan manyetik alana duyarlıdır. Algılayıcı sarım da ferromanyetik çekirdeğin etrafında oluşan sinyali algılamakta kullanılmaktadır. Şekil 2.11b' de görülen Schonstedt sensörün ferromanyetik çekirdeği ise ölçülmek istenen alanla belli bir açı yapacak şekilde tasarlanmaktadır.

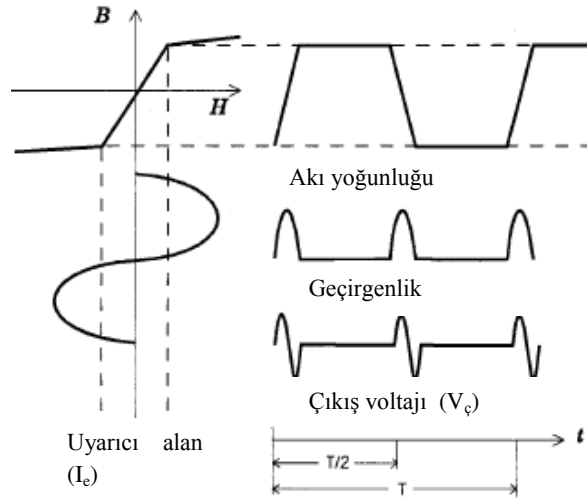
- a-)** Doyuma ulaşmış numune
(akı kapısı açık)



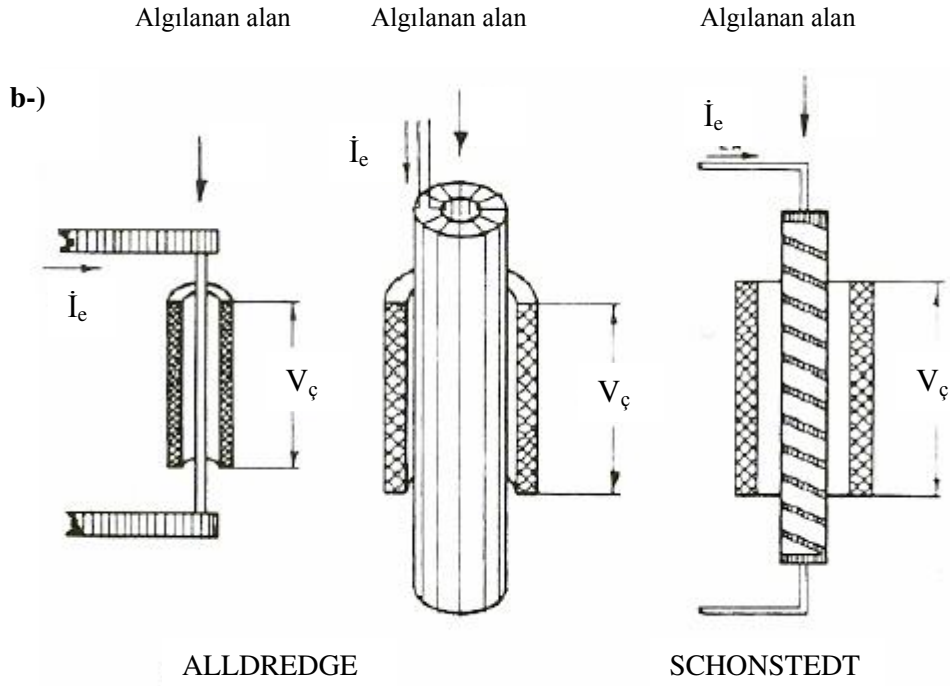
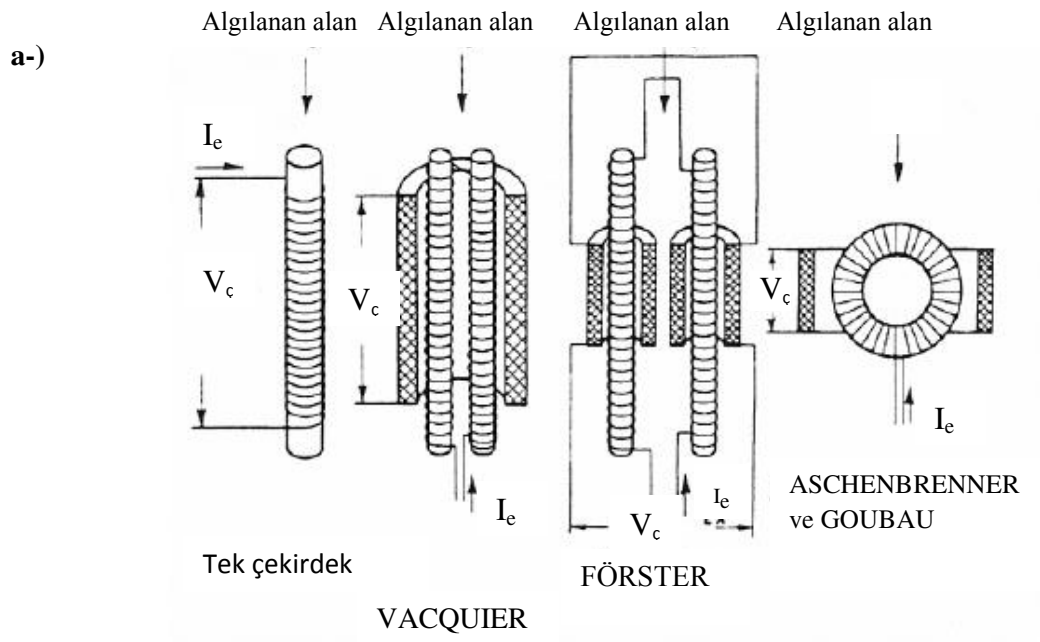
- b-)** Numune manyetik olarak doyumda
(akı kapısı kapalı)



- c-)**



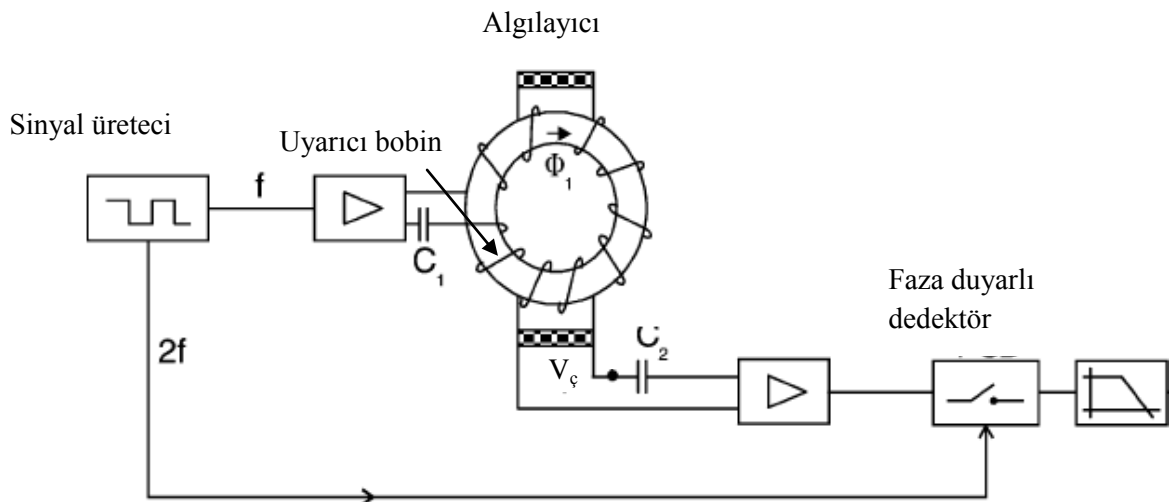
Şekil 2.10. Fluxgate sensörün çalışma prensibi [60].



Şekil 2.11. a-) Paralel fluxgate sensör dizaynları, **b-)** ortogonal fluxgate sensör dizaynları [50-51].

2.2.5. Fluxgate Sensörün Yapısı

Temel fluxgate yapısı Şekil 2.12’ de görülmektedir [61]. Uyarıcı sarımdan alınan sinyalin yalnız ikinci harmoniği ilk önce filtrelenmektedir. Osilatör frekansı bir frekans katlayıcı yardımıyla uyarıcı akımların ikinci harmoniğini üretir. Ve üretilen bu ikinci harmonik, referans sinyal olarak faza duyarlı dedektöre gönderilir. Faza duyarlı dedektörde ölçülen sinyalin faz ya da anti faz durumuna göre yönü ve büyüklüğü belirlenir. Ayrıca bu sinyal bir tersleyici yardımıyla tersine çevrilerek bir yükseltece gönderilerek de okunabilir. Yükselteç çıkışı algılayıcı sarım çıkışına bağlandığında ise sensör sıfır konumunda çalışır. Temel fluxgate yapısının elektroniğinde bazı teknik sorunlar da vardır. İlk olarak sinyalden tek harmonik bileşenler çıkarılırken çift harmoniklerde faz hatalarının oluşmamasına dikkat edilmelidir. Faz hataları nedeniyle ölçülen sinyalin fazı ile referans sinyalin fazı karşılaştırıldığında, kalibrasyon hataları oluşabilir. Dolayısıyla elektronik filtrelerin hassas çalışıp çalışmadığına özen gösterilmelidir. Örneğin; sıcaklık değişimi gibi etkenler, filtrenin çalışması üzerinde etkin olup, hataya yol açabilir. Elektronik sistemin kararlı olmasına dikkat edilmelidir. Eğer sensör temel modda çalışmıyorsa, uyarıcı sinyalin ikinci harmonik bileşenler içermemesine dikkat edilmelidir. Çünkü bu sinyal, doğrudan algılayıcı sarımda bir voltaj indüklenmesine sebep olacaktır. Primdahl, uyarıcı akıma %1 lik bir ikinci harmonik bileşen eklediğinde bu sinyali sensör çıkışında gözlemiş ve bu sinyal bileşenin uyarıcı akım içinde en fazla % 0,01 olması gerektiğini belirtmiştir [62]. Bu tek harmonik bileşenler elektronik filtrelemeye gerek kalmadan seri bağlı sensörler yardımıyla da yok edilebilir.



Şekil 2.12. Fluxgate sensörün devre şeması [61].

Sıfır-offset ise sensör için başka bir hata kaynağıdır. Normal bir manyetizasyon eğrisinin şeklini biliyoruz. Koarsiv kuvvet malzeme içinde bir kalıcı manyetizasyona sebep olmaktadır ve bu manyetizasyon çekirdek içindeki manyetik alana eşittir. Bu alan bir dış alanın yokluğunda B-H eğrisinde bir asimetriye sebep olmaktadır. Gerçekte böyle bir alanın varlığı sensör ölçüm alırken ters çevirerek çıkışına bakıldığında gözlenebilir. Sıfır-offset 30 nT kadar kaymaya neden olabilir. Bu durum çekirdek malzemeye uygulanan ısıtıl işleminden dolayı oluşabilir ve çekirdeğin güçlü bir manyetik alana maruz kalması sonucunda değişebilir. Çift çekirdekten oluşan sensörler veya sarımların ayarlanması bu etkiyi azaltmakta ancak minimize edememektedir.

Fluxgate sensörlerin kararlılığı, çekirdek malzemenin manyetik ve mekanik özelliklerine bağlıdır. Örneğin; termal olarak ya da başka bir dış kuvvetle oluşturulan gerilme çekirdeğin manyetizasyonunda değişime yol açar. Yine sarımların sıcaklıkla bağlantısı sensörün kararlılığını termal olarak etkileyen bir faktör olmaktadır. Aynı zamanda elektronik sistemin termal kararlılığının önemli bir faktör olduğu yukarıda belirtilmişti [63, 64].

2.2.6. Paralel Fluxgate Sensörün Kapı Mekanizması

Çıkış bilgisinin ikinci harmonik değerini elde etmek amacıyla Şekil 2.13a' da görülen iki çekirdekli yapıyı düşünelim. Manyetik çekirdeklerin bu şekilde bağlanması elektronik bir filtrelemeye gereksinimi ortadan kaldırır. Dolayısı ile matematiksel işlemler de kolaylaşır. Sensörün herhangi bir dış alana maruz kalmadığı durumda, P noktasında çalıştığını varsayalım. Sensör bir dış alana maruz kaldığında, Şekil 2.13b' de B-H eğrisi üzerinde görüldüğü gibi çekirdeklerden birinin çalışma noktası A noktasına kayarken, diğeri B noktasına kayar.

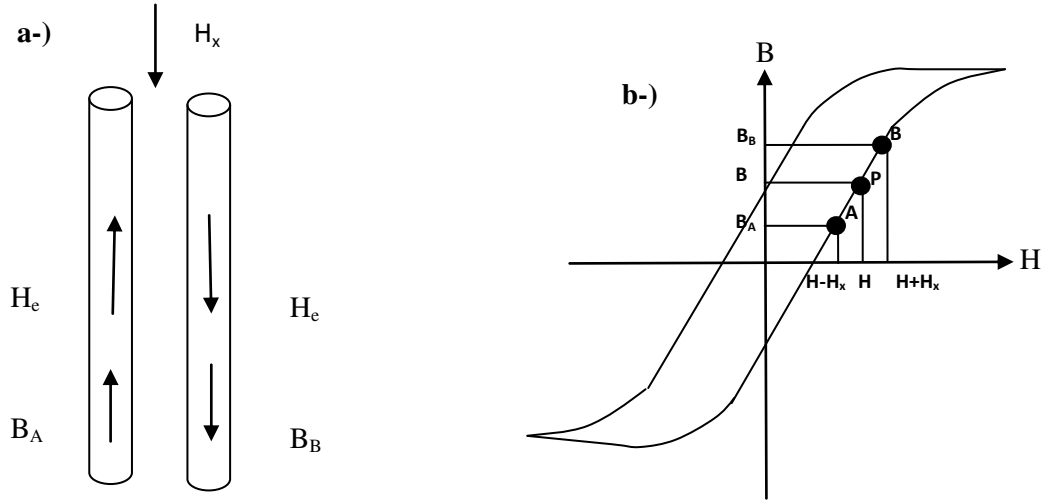
Paralel fluxgate sensörün çıkış potansiyeli için,

$$\Delta B = B_B - B_A \quad (2.5)$$

Küçük dış alanlar için uyarıcı alan üzerindeki değişim lineer olacağından,

$$\Delta B = B_B - B_A \approx 2H \left(\frac{dB}{dH} \right) \quad (2.6)$$

$\uparrow$
 $H = H_x$ yazılabilir.



Şekil 2.13. a-) İki çekirdekli fluxgate akı mekanizması, b-) B-H karakteristiği [50-51].

Demanyetize alandan dolayı manyetik malzemenin manyetize olmasına katkıda bulunan dış alan H nin değeri,

$$H = \frac{H_x}{1 + D\mu}$$

ve

$$\Delta B = B_B - B_A \approx 2H \left(\frac{dB}{dH} \right)_{H_e} = 2 \frac{H_x}{1 + D\mu} \mu \quad (2.8)$$

$$H = \frac{H_x}{1 + D\mu}$$

Çıkış voltajının ise Faraday yasasından,

$$V_\zeta = -N_s A_s \frac{d(\Delta B)}{dt} \quad (2.9)$$

olduğunu biliyoruz. Burada N_s , algılayıcı sarımın sarım sayısı, A_s , çekirdeğin kesit alanıdır. Eşitlik 2.8' de elde edilen ΔB değeri, Eşitlik 2.9' da yerine yazılırsa,

$$V_{\zeta} = -2N_s A_s H_x \frac{1}{(1 + D\mu)^2} \frac{d^2 B}{dH_e^2} \frac{dH_e}{dt} \quad (2.10)$$

ifadesine ulaşırız.

Uyarıcı akımı,

$$I_e = \bar{I}_e \cos(wt) \quad (2.11)$$

şeklinde olduğunu kabul edersek, uyarıcı sarım tarafından manyetik çekirdekler üzerine etkiyen manyetik alanın sonucunda sistemde oluşan toplam akıyı,

$$B(H) \approx \pm a_0 + a_1 H \pm a_2 H^2 + a_3 H^3 \pm \dots \quad (2.12)$$

şeklinde yazabiliriz. Bu sonuçtan faydalanarak, çıkış potansiyeli,

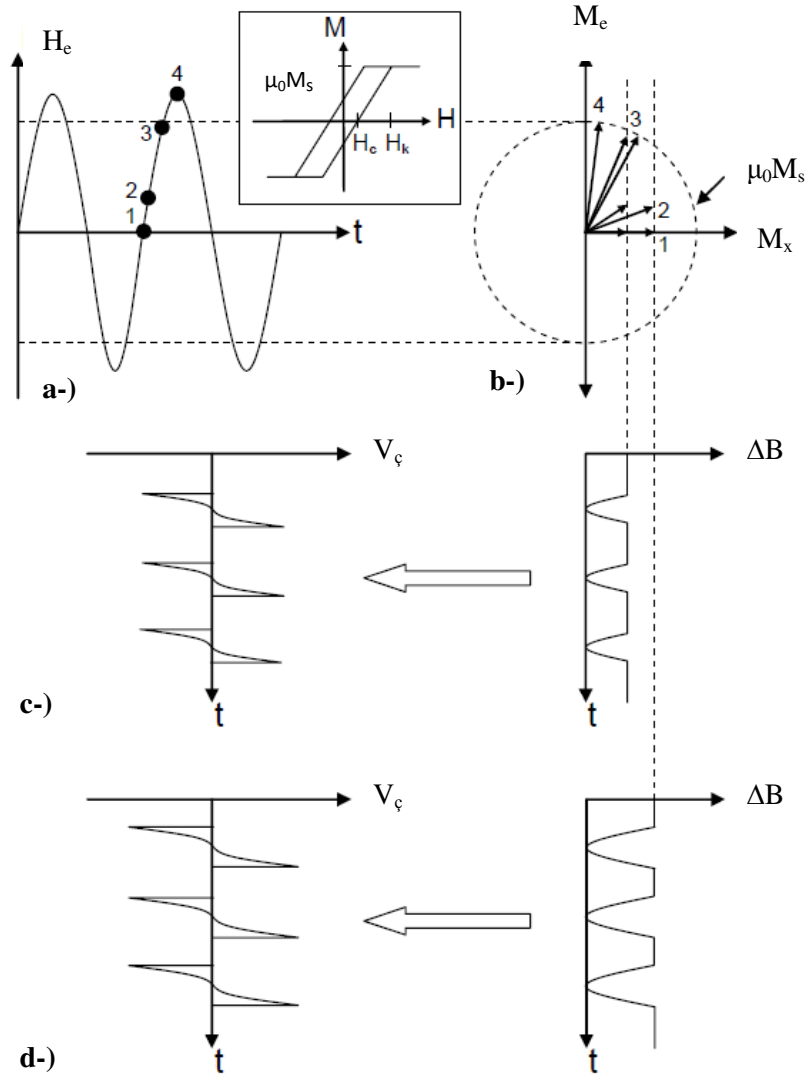
$$V_{\zeta} = 2N_s A_s H_x w [3a_3 H_e^2 + 5a_5 H_e^4 + \frac{105}{16} a_7 H_e^6 + \dots] \sin(2wt) \quad (2.13)$$

bulunur [50-51].

2.2.7 Ortogonal Fluxgate Sensörün Kapı Mekanizması

Ortogonal fluxgate sensörlerin çalışma prensibi Şekil 2.14' de görüldüğü gibi şemalaştırılmıştır. Şekil 2.14a' da uyarıcı akım olarak kullanılan sinüs dalgası görülmektedir. Böyle bir akım, tel üzerinde dairesel bir alan oluşturur. Bu alan teli dairesel yönde manyetize eder. Dairesel alan, tel “manyetik doyumda değilken,” telin uzun eksenini boyunca manyetizasyonunda hiçbir değişime sebep olmaz. Tel manyetik doyumda değilken, uzun eksenini boyunca manyetizasyonunda bir değişiklik yoktur ve uzun eksenini boyunca manyetizasyonun kaynağı bu doğrultudaki dışarıdan algılanan (ölçülmek istenen) alandır. Telin manyetizasyonunu, tel üzerine algılanan ve uyarıcı alanın ikisi de uygulanıyorsa, bir birine dik iki vektörel bileşenden oluşur. Eğer I_e akımı arttırılırsa, dairesel alanın şiddeti artacağından M vektörünün M_e bileşeni de artmaya başlar (Şekil 2.14b). Uyarıcı akımın şiddeti 1 noktasından 2 noktasına artırıldığında (Şekil 2.14a), manyetizasyon vektörü de 1 noktasından 2 noktasına değişmektedir. Dikkat edilirse bu noktalarda dairesel alan artmasına rağmen, telin uzun eksenini boyunca

manyetizasyonunda bir deęişim olmamaktadır, yalnızca dairesel yönde manyetizasyonun büyüklüğü deęişmektedir. Yani uyarıcı akım 1 noktasından 2 noktasına artırılırken, faraday yasasından dolayı algılayıcı bobin üzerinde bir potansiyel indüklenmemektedir. Uyarıcı akım 2 noktasına ulaştığında telin manyetik doyuma ulaştığını kabul edelim. Uyarıcı alan şimdi 2 noktasından 3 noktasına artırırken, dairesel alan yine artmaya devam edecektir; ancak tel manyetik olarak doyuma ulaştığından, dairesel alandaki artış, telin manyetizasyonunu kendi yönüne doğru çevirmeye başlayacaktır. Uyarıcı akım 2 noktasından 3 noktasına artırıldığında (Şekil 2.14a), telin manyetizasyon vektörü de 2 noktasında 3 noktasına deęişecektir (Şekil 2.14b). Burada dikkat edilirse manyetizasyon vektörü yön deęiştirmeye başladığından, artık telin uzun eksen boyunca manyetizasyon vektörünün büyüklüğü de deęişmeye başlamıştır. Uzun eksen boyunca manyetizasyon deęiştigiinden artık Faraday yasası çalışır. Yani uzun eksen boyunca manyetizasyonun deęişimiyle orantılı olarak bobinin uçları arasında bir potansiyel indüklenecektir. Uyarıcı alan ferromanyetik çekirdeğin her bir periyotta iki kez doyuma ulaşmasını sağlamaktadır. Dolayısı ile indüklenen voltajın çift harmoniklerinin büyüklüğü dış alanın büyüklüğü ile orantılıdır [61]. Şekil 2.14d’ de manyetizasyon deęişim hızına baęlı olarak algılayıcı sarım üzerinde indüklenen potansiyeldeki deęişimin grafięi verilmiştir.



Şekil 2.14. Sinüsoidal akıma karşı ortogonal fluxgate sensör için oluşan akı ve voltaj değişimi [62].

2.2.8. Fluxgate Sensörlerin Performansını Etkileyen Parametreler

Fluxgate sensörler üzerine daha önce yapılan araştırmalar da göstermiştir ki sensörün duyarlılığını etkileyen en önemli bileşeni ferromanyetik çekirdektir. Ferromanyetik çekirdeği seçerken de sensörün geometrisi, tipi uygulanma amacı önemli kriterlerdir. Bu yüzden tam bir liste vermek zor olmakla birlikte, sensörün özelliklerini geliştirmede dikkat edilmesi gereken bazı kriterler oluşmuştur.

Bilindiği üzere fluxgate sensörün temel çalışma prensibi manyetik geçirgenliğin değişimine dayanır. Sonuçta yüksek geçirgenlik değerleri ortamda meydana gelen ani

değişimleri daha kolay algılayacağından, sensörün duyarlılığını arttırmaktadır; ancak yüksek geçirgenlik değerleri aynı zamanda gürültülere de açık hale gelmektedir [61].

Periyodik modülasyonun frekansı arttıkça, $(dH(t)/dt)$ belirli bir değere kadar duyarlılıkta artacaktır. Ancak bir noktadan sonra eddy akımları ve yüzey etkileri önemli olmaya başlayacak, bu nedenle ferromanyetik malzemenin gözlenen geçirgenliği azalmaya başlar. Uyarıcı alanın genliğini arttırmakta, sensörün duyarlılığını arttırmaktadır. İkinci harmonik fluxgate sensörler için en düşük frekans sınırı, sensörün uzun süreli kararlılığına bağlıdır. Ölçülmek istenen manyetik alan için en üst sınır ise uyarıcı akımın en üst seviyede frekansı ile sınırlanır. Uyarıcı akım için bu değer 10 kHz ile 250 Hz arasında değişmektedir.

Ferromanyetik çekirdeğin kesit alanı cihazın duyarlılığını arttırmaktadır, ancak burada da yüzey etkileri duyarlılığı olumsuz yönde etkilediğinden dikkat edilmelidir. Diğer bir faktör ise algılayıcı sarımlarda bulunan sarım sayısıdır. Sarım sayısı arttıkça duyarlılıkta artmaktadır, ancak bununla birlikte sarımın direnci de artacağından, sensörde termal gürültüler etkili olmaya başlayacaktır. Sarımların konumu ise başka önemli bir faktördür. Düzlemsel sarımlar ferromanyetik çekirdeğin köşelerine yerleştirilmelidir [61, 62].

Sensörün lineer çalışma bölgesi doğrudan ferromanyetik çekirdeğin doğal manyetik özelliklerine ve demanyetizasyon etkisine bağlıdır. Demanyetizasyon etkisinden dolayı, ferromanyetik çekirdeğin gözlenen geçirgenliği, manyetik geçirgenliğinden daha küçük olur. Böylece ferromanyetik malzeme daha büyük bir alan değerinde doyuma ulaşır ve daha geniş bir lineer bölge oluşur. Eğer ferromanyetik çekirdek uyarıcı alan doğrultusunda yeterli uzunlukta ise, düşük demanyetizasyon değerine sahiptir, sonuç olarak lineer bölge küçüktür. Çekirdeğin uzunluğu azaldıkça demanyetizasyon faktörü artacak, buna bağlı olarak da lineer bölgenin değeri artacaktır. Ortogonal sensörlerde uyarıcı ve dış alanlar bir birine dik olduğundan, uyarıcı alan demanyetizasyon faktöründen fazla etkilenmez. Böylece çekirdeğin uzunluğunu değiştirmek, lineer bölgeyi değiştirirken uyarıcı alan bundan etkilenmez [61].

2.2.9. Halka Fluxgate Sensörler

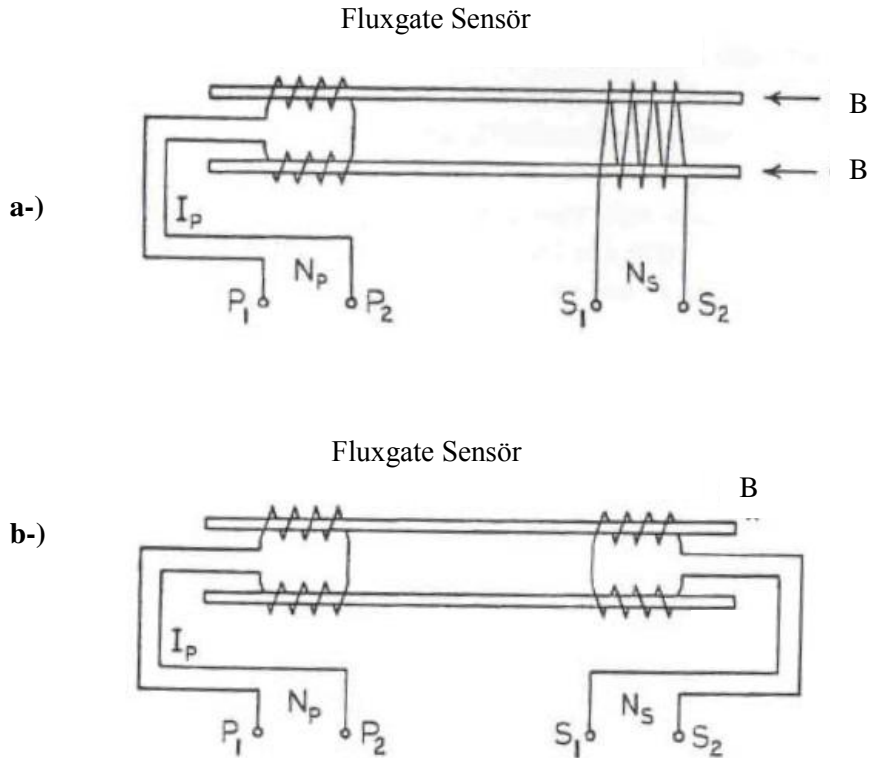
Halka Fluxgate sensörler yaygın olarak araştırılan bir sensör tipidir. 1928' lerde Ascenberger ve Goubau tarafından tasarlanmaya başlamıştır [40]. Çekirdek ince soft bir manyetik filmin birkaç defa sarılmasından oluşur. Sensör mekanizması Geyger tarafından çift çekirdekli sensörler benzetilerek açıklanmıştır. Özellikle Geyger bu tip sensör üzerine yoğun olarak çalışmıştır [40]. Daha sonra D.I. Gordon ve R.H. Ludeston [65] sensör yapısını geliştirmişlerdir. Bu tip sensörde geometriden dolayı kenar etkileri ve kompleks akı yolları minimuma indirgenmekte, sıfır offset diğer sensör yapılarına göre daha az olmaktadır. Uyarıcı sarım film şerit yüzeyinde kapalı bir alan oluşturacak şekilde sarılır. Algılayıcı sarımlar ise hedef alanın doğrultusunu göstermektedir ve değişik şekillerde tasarımlanabilir. Kapalı çevrim olduğundan daha kolay manyetize edilebilir, dolayısıyla daha az enerji ile çalışır. Demanyetizasyon etkisi yüksektir. Bu sebeple iki çekirdekli sensörlerin aksine özellikle yüksek harmoniklerde düşük duyarlılığa sahiptir, ancak bununla birlikte halka sensörlerin içerdiği gürültüde düşüktür. Çekirdek çapının artması ile birlikte duyarlılıkta artmaktadır. Sensörün çekirdek yapısından dolayı çift harmonikler manyetik olarak filtrelenebilir dolayısıyla faz modülatörü gibi karmaşık elektronik işlemlere ihtiyaç olmayabilir. En düşük gürültü için çapı 17-25 mm, genişliği 1-2 mm ve kalınlığı 25 μ m olan birkaç sarımdan oluşan filmlerin uygun olduğu belirtilmektedir [61]. Bununla birlikte daha yüksek harmoniklerde eddy akımlarının oluşturduğu gürültü ve duyarlılıktaki düşüşü engellemek için manyetik yalıtkan malzeme kullanılmış ve 10. harmonik ölçülebilmektedir [66]. Halka fluxgate sensörlerde algılayıcı sarıma göre, çekirdek simetrisi ayarlanabilir. Ayrıca mekanik stres çekirdek içinde eşit olarak dağılmaktadır.

2.2.10. Çift Çekirdekli Fluxgate Sensörler

Şekil 2.8' de görülen fluxgate sensör yapısı temel bir probleme sahiptir. Bu da algılayıcı sarımlarda ikinci harmoniklerin yanı sıra temel harmoniklerin de algılanmasıdır. Bu sorun ancak elektronik devreler kullanılarak ortadan kaldırılabilir. İki manyetik akı yolu kullanılarak hem yükselteç hem de filtreleme sistemine ihtiyaç olmadan sensör inşa edilebilmektedir. Bu tasarımlar şematik olarak Şekil 2.15' de görülmektedir. İki çekirdek içinde temel frekans ve tek harmonikler doğal olarak birbirini yok etmektedir. Bu amaçla ya iki ayrı bir birine paralel konumda olan iki çekirdeğe sarım seri olarak bağlanmaktadır, ya da iki çekirdeğin etrafına tek bir algılayıcı sarım sarılmaktadır. Şekil 2.15a' da P_1 ve P_2 sarımları birbirine seri olarak

bağlanmış uyarıcı sarımları, S_1 ve S_2 iki çekirdeğin üzerine sarılmış tek bir algılayıcı sarımı göstermektedir. Şekil 2.15a' da görüldüğü üzere manyetik çekirdek üzerinde oluşan tek harmonikler, algılayıcı sarımlar içerisinde bir birini yok eder. Bununla birlikte bir dış akı indüklendiğinde uyarıcı alanın simetrisi bozulur ve dalga asimetrik olmaya başlar ve çıkışta sadece ikinci harmonikler gözlenir. Bu durumun oluşması için manyetik malzemelerin özdeş olduğu varsayılmıştır. Ancak bütünüyle aynı özellikleri gösteren manyetik malzemeler üretmek zor olduğundan, tek harmonikler gürültü sinyali olarak algılanır. Ancak Şekil 2.8' de görülen yapıyla karşılaştırıldığında bu oran bayağı düşüktür. Bu yapının diğer bir avantajı ise Şekil 2.8' de ki yapıya göre iki kat daha fazla manyetik akı indüklenmesidir.

Şekil 2.15b' de görülen çift çekirdeğin Şekil 2.15a' dan farkı algılayıcı sarımın birbirine seri olarak bağlanmış iki algılayıcı sarımla yer değiştirmiş olmasıdır. Bu tasarımın avantajı kalıcı (residual) gürültülerin minimize olmasıdır.

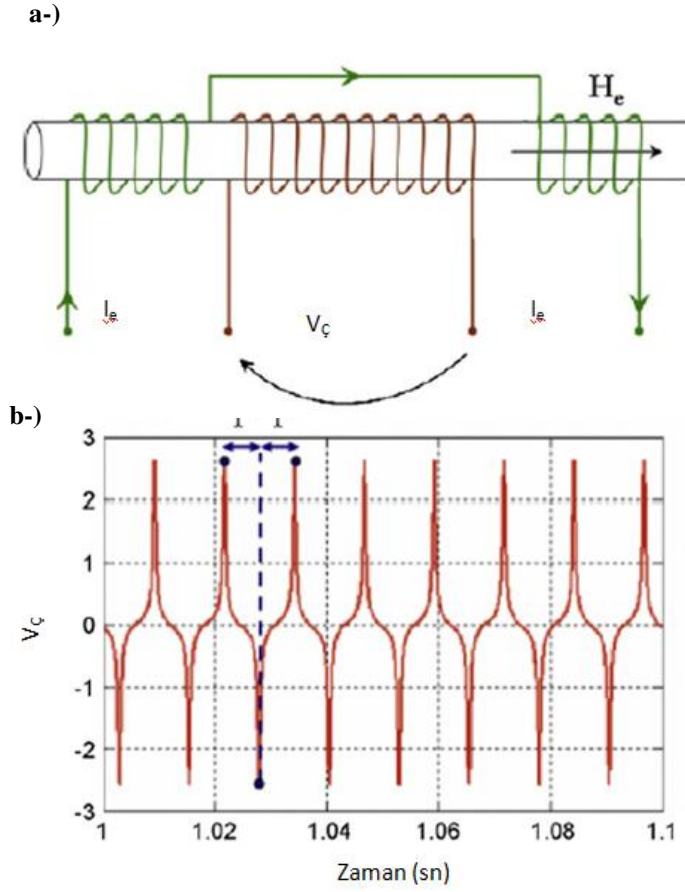


Şekil 2.15. a-) ve b-) İki çekirdekli fluxgate sensörler için farklı tasarımlar [51].

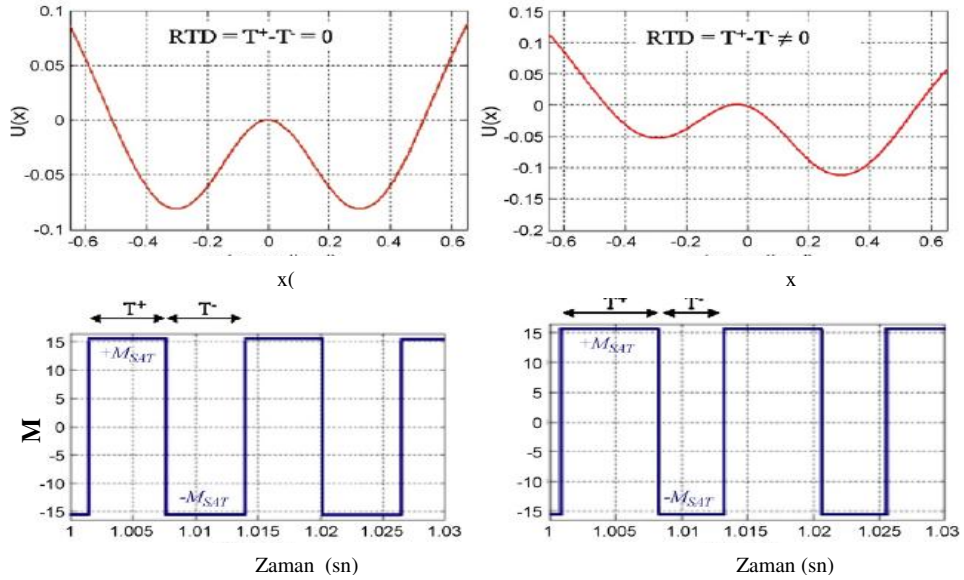
2.2.11. RTD fluxgate sensörler

B. Andò ve arkadaşları [68], RTD (bekleme zamanı farkı) mikro tel fluxgate sensörlerin deneysel uygulaması olarak güç tüketimi duyarlılığı ve çözünürlüğü üzerine bir araştırma yaptıklarını bildirmişlerdir. Fluxgate sensörlerin ortak problemleri manyetik gürültü, aşırı güç tüketimi, düşük duyarlılıktır. RTD fluxgate sensörler bu sorunlara alternatif bir çözüm olarak önerilmektedir. RTD fluxgate sensörlerin yapısı ve çıkışı Şekil 2.16' da görülmektedir. İki sarım ve bir ferromanyetik çekirdekten oluşmaktadır. Uyarıcı ve ölçülen alan tel düzlemine paraleldir, Bu sensör tipi zaman bölgesinde çalışmaktadır. Sensörün ferromanyetik çekirdeğinin alana tepkisi potansiyel enerji fonksiyonu $U(x)$ yardımıyla türetilmektedir: H_x , ölçülmek istenen alandır. Potansiyel enerjinin manyetizasyona göre türevi çıkış potansiyelini vermektedir. RTD fluxgatelerin uygulama ilkesi uyarıcı sinyal sinüsel bir dalga olarak düşünüldüğünde, sinüsel dalganın iki yarı periyodunun tamamlanması için geçen zaman farkına dayanır. Bu fark bekleme zamanı olarak isimlendirilir. Hiçbir dış alan yok iken potansiyel fonksiyonu uyarıcı sinyalin her yarı periyodu için simetriktr. Dışarıdan bir alan uygulandığında ise potansiyel enerji eğrisinin simetrisi Şekil 2.17' de görüldüğü gibi bozulur.

100 mikrometre çaplı FeSiB tel kullanılmış RTD fluxgate sensör için 10 ile 100 Hz frekans bandı aralığında 1 mA-50 mA genlikli uyarıcı akımların kullanılması bu sensörlerin performansını göstermektedir. 30 saniye süresince uyarıcı akım olarak frekansı 80 Hz olan 20 mA uygulandığında, duyarlılığı 0,03 mikro saniye/nT gözlenmiştir. Frekansı 40 Hz olan 10 mA akım için; duyarlılık 0,1275 mikro saniye/nT gözlenmiştir.

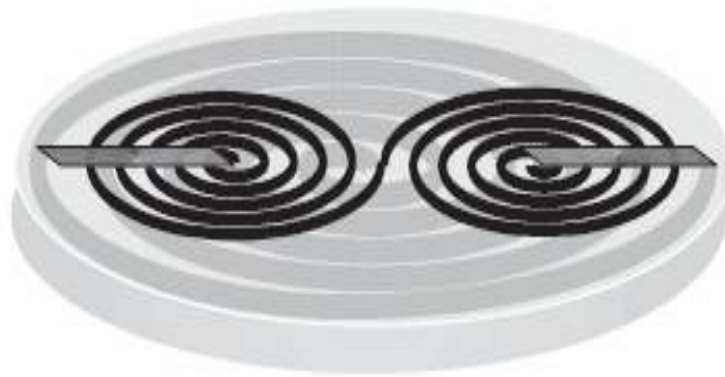


Şekil 2.16. RTD fluxgate sensör yapısı ve çıkış sinyali. $RTD=0$ [68].

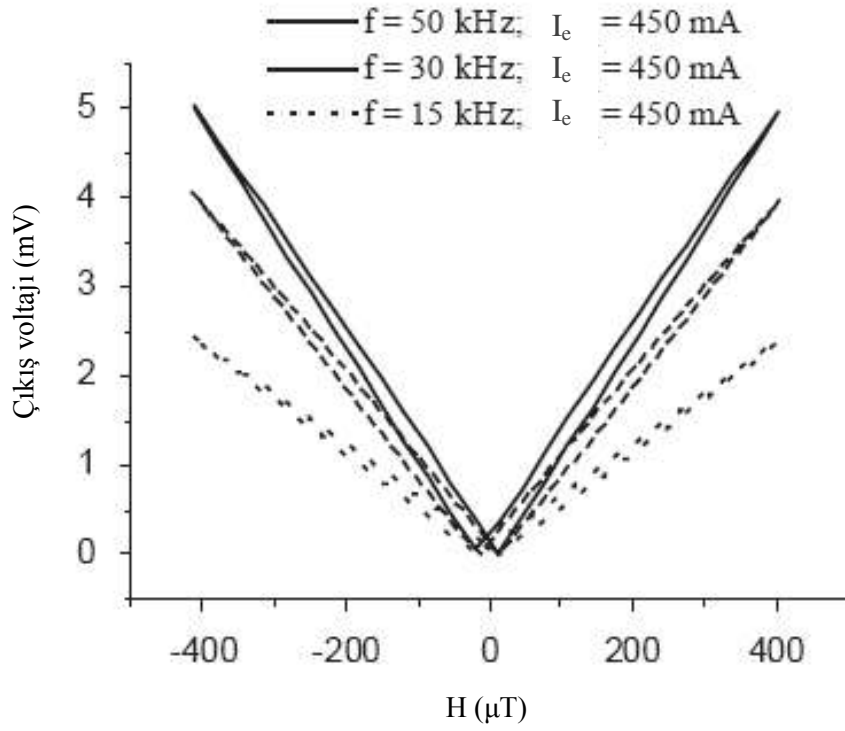


Şekil 2.17. Potansiyel enerjinin dış alan yokken değişimi, varken değişimi ve RTD değişimi [68].

M. Gonzalez-Guerrero ve arkadaşları [69], UV litografi ve elektrokimyasal kaplama yöntemi ile üretilen düzlemsel fluxgate sensör parametreleri üzerinde çalıştıklarını rapor etmişlerdir. Uyarıcı ve algılayıcı sarımlar litografiyle, ferrit diskin ise elektrokimyasal depolama ile üretildiği belirtilmiştir. Sensör şeması Şekil 2.18’ de görüldüğü gibidir. Ferrit iki şekilde uyarıcı sarıma monte edilmiştir. Amorf tel yalıtılmadan uyarıcı sarımla birleştirildiğinde, 0,5 A sürücü akım için, uyarıcı alan 0,48 mT’ dan 1,01 mT’ ya çıktığı bildirilmiştir. İkinci harmonik sinyali 15 kHz ile 50 kHz band aralığında lock-in yükselteç kullanılarak ölçülmüştür; Maksimum çıkış sinyali 450 mA sürücü akım için bulunurken, sensöre uygulanan dış alan 84 μ T dan 420 μ T ya çıkartıldığı bildirilmiştir. Şekil 2.19’ da değişik frekans değerleri için sensörün çıkış sinyali görülmektedir. Duyarlılık, frekansla lineer olarak artmıştır. Frekansın artması ile eddy akımlarında arttığı bilinmektedir. Böylece sensörün duyarlılığında beklenenden daha az bir artış oluşmaktadır; ancak Gonzalez ve arkadaşları tasarımlarında ferromanyetik çekirdeğin boyutunu azaltıp, ferritin direncini artırmışlardır. Ferritin direncini artırmak eddy akımların değerini azaltırken, duyarlılığın artmasına neden olmuştur. Maksimum duyarlılık, 50 kHz’ de 12,7 V/T olarak, minimum algılanan alanın ise 80 nT olarak belirlenmiştir. 10 Hz de oluşan gürültünün 1 nT/ $\sqrt{Hz}$ olduğu bildirilmiştir. Sensör, ± 80 μ T aralığında çalışmaktadır. 1 μ T dan daha az bir histerezis oluşturduğu gözlenmiştir.



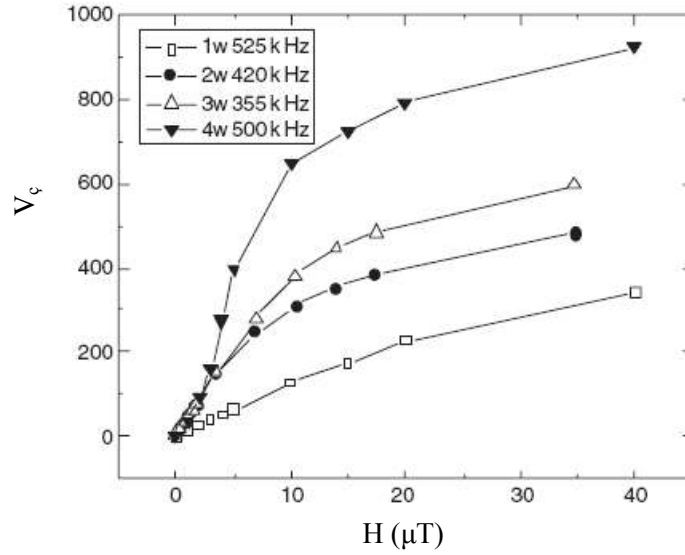
Şekil 2.18. Fluxgate sensörün yapısı [69].



Şekil 2.19. Değişik frekans değerleri için sensörün dış manyetik alana verdiği tepki [69].

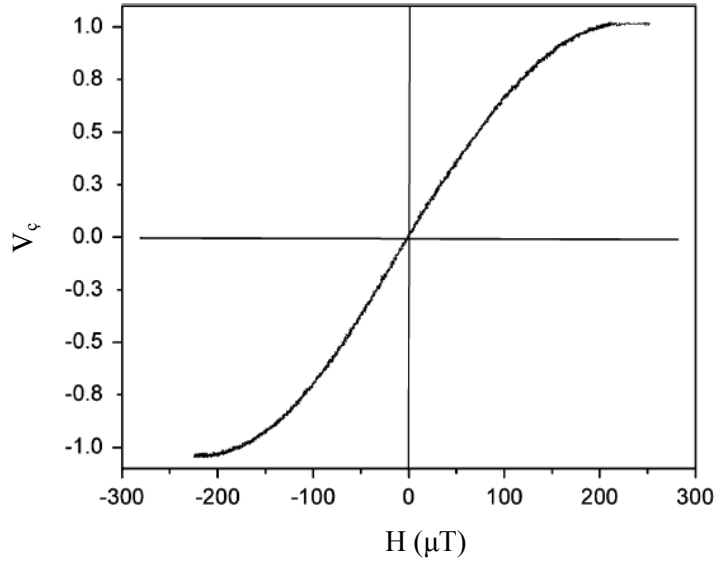
Li ve arkadaşları [70], çok çekirdekli ortogonal fluxgate sensörler üzerine yaptıkları araştırmada, sensör duyarlılığının, çekirdek sayısı ile üstel olarak değiştiğini bildirmişlerdir (Şekil 2.20). Sensör yapımında ferromanyetik tel olarak amorf CoFeSiB tel, 1000 sarımlı bir algılayıcı sarım ve uyarıcı akım olarak amorf teller etrafında dairesel bir alan oluşturan AC akım kullanıldığı belirtilmiştir. Amorf teller 18 mm uzunluğunda, 16 μm çapındadır. 1, 2, 3 ve 4 adet amorf tel için sırasıyla 6, 12, 18, 24 mA; 1, 4, 8, 12 ve 16 adet tel içinse sırasıyla 6, 24, 48, 72, 96 mA akım uygulanmıştır. Her bir telden geçen akım yoğunluğu sabit tutulmaya çalışılmıştır. Duyarlılığın exponansiyel olarak artmasının sebebi üzerine yazarlar üç farklı durumu araştırdıklarını bildirmişlerdir: 1-) amorf tellerin hacimlerindeki artış, 2-) amorf teller üzerindeki akım yoğunluğunun artması, 3-) amorf teller arasındaki ferromanyetik etkileşimler. Hacim etkisini araştırmak amacıyla 23 μm çaplı bir tele karşılık, 16 mikrometre çaplı iki tel ve 30 μm tele karşılık 16 μm çaplı 3 tel kullanılarak iki farklı karşılaştırma yapılmıştır (Bu durumda kesit alanları yaklaşık eşitlenmiştir). Çıkış voltajlarında tel sayısının artması ile bir artış gözlenmemiştir. Böylece duyarlılıktaki değişimin hacme bağlı olmadığını gözlemlendiği bildirilmiştir. Akım yoğunluğunun etkisini araştırmak amacıyla 70 μm çaplı dört adet bakır tel ve bir adet bu tellere paralel 23 μm çaplı amorf tel kullanılmıştır. Bakır telden akım geçerken ve geçmezken sensör çıkışı gözlenmiştir. Her iki durumda

da birbirine yakın deęerlerin gözlenmesi sonucunda, akım yoğunluęunun sensörün duyarlılıęını etkileyen faktör olamadıęı bildirilmiřtir. Bu sonuçlar göstermektedir ki sensörün duyarlılıęındaki artışa manyetik etkileřmeler sebep olmaktadır. Ayrıca tel sayısı fazlařtırıldıęında yüksek AC frekanslarda, dıř alanın dar bir bandında rezonans geręekleřtięi de belirtilmiřtir.



řekil 2.20. Sensör duyarlılıęının çekirdek malzemenin sayısı ile deęiřimi [70].

Wu ve arkadaşları [71], ultra yüksek çözünürlüklü DC manyetik alan ve alan deęiřimi ölçen mikro boyutta üretilmiř bir fluxgate tasarladıklarını bildirmişlerdir. Sensör yapımı, fotoresist kullanarak litografi yöntemi ile geręekleştirilmiřtir. NiFe/Cu, řekillendirilmiř fotoresist yüzeye elektrokimyasal yöntemle kaplanmıřtır. Ölçümler manyetik kalkan içinde geręekleştirilmiřtir. Sensör boyutu 0,5 mm x 2 mm x 100 μm dir. Sensörün lineer uygulama aralıęı 100 μT, duyarlılıęı 1400 VT⁻¹ (80 kHz) dir. Sensör -120 μT ile +120 μT aralıęında fonksiyonel olarak çalışmaktadır. Uygulanan manyetik alana karřı sensör çıkıř sinyali řekil 2.21' de görölmektedir. Sensörün 3 boyutlu yapısından dolayı duyarlılık, manyetik çekirdeęin kalınlılıęının ayarlanmasıyla kontrol edilebilmektedir.



Şekil 2.21. Sensörün dış manyetik alana karşı çıkış sinyali [71].

2.3 Scharefker-Hill Modeli ve Elektrokimyasal çekirdeklenme

Çekirdeklenme mekanizmaları iki şekilde açıklanmaktadır: anlık ve ilerleyeci çekirdeklenme. Çekirdeklenme belirli bir anda oluşuyorsa ve yapı sabit kalan bu çekirdekler üzerinden büyüyorsa, buna anlık çekirdeklenme denilmektedir [72]. Çekirdeklenme, belirli bir anda bitmiyorsa ve zamanla devam ediyorsa ilerleyici çekirdeklenme denilmektedir [72]. Bu çekirdeklenme tiplerinde, birinci dereceden faz geçişlerinin gözlemlendiği sistemlerde birim zamandaki çekirdeklenme sayısı aşağıdaki gibidir.

$$\frac{dN}{dt} = -kN \quad (2.14)$$

$$N(t) = N_0(1 - \exp(-k_N t))$$

N_0 birim yüzeydeki olası maksimum çekirdeklenme yerlerinin sayısı (aktif yerlerin sayısı), k_N çekirdeklenme hız sabitidir. Bu denklem için 2 yaklaşım geliştirilebilir: $k_N t \gg 1$ ve $k_N t \ll 1$.

İlk olarak $k_N t \gg 1$ durumunu için denklem 2.15,

$$N(t) = N_0 \quad (2.16)$$

a dönüşür.

(2.16) denklemi anlık çekirdeklenmeyi tanımlamaktadır. Görüldüğü gibi çekirdeklenme sayısı zamanla değişmemektedir.

İkinci olarak $k_N t \ll 1$ durumu için denklem 2.15,

$$N(t) = N_0 k_N t \quad (2.17)$$

olur.

$k_N t \ll 1$ şartı için elde edilen denklemin zamana bağlı olduğu görülmektedir. Çekirdeklenme başlama aşamasından itibaren sürmektedir. Zamana bağlı olarak değişen çekirdeklenme durumu ilerleyici çekirdeklenme olarak adlandırılmaktadır. İlerleyici çekirdeklenmenin zamanla devam ettiği görülse de bu çekirdeklenme, başlangıçtaki çekirdeklenme hızına göre oldukça yavaş devam etmektedir [72].

2.3.1. Çekirdek Oluşumu

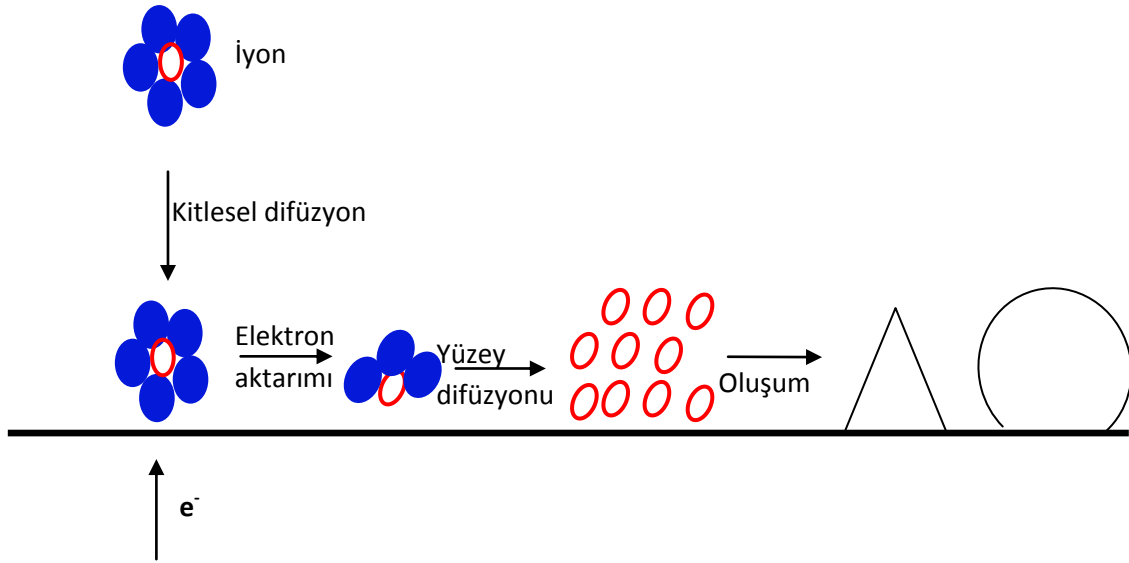
Elektrokimyasal kaplama süreci üç aşamada tanımlanabilir:

I-) adsorbsiyon

II-) çekirdeklenme

III-) kristal büyümesi

Sulu çözelti içerisinde kimyasal tür, çözünürken hidratlı yapılar oluşturmakta ve bu hidrat-iyonlar; difüzyon, migrasyon ve konveksiyon yolu ile anottan katoda doğru taşınmaktadır. İyonlar katot yüzeyine ulaştığında, çift tabaka içerisinde geçerken hidrat moleküllerini kaybetmektedir. Bu şekilde yüklü olarak kalan iyonlar, adsorblanmış iyonlardır ve ad-iyonlar olarak isimlendirilmektedir [72]. Ad-iyonlar, artık çift tabakanın çözelti tarafından elektrot tarafına geçmiş olan iyonlardır. Çift tabakanın elektrot yüzeyine geçen ad-iyonlar bu aşamadan sonra elektrot yüzeyine difüz olacaklar, yüklerini kaybederek kendi aralarında yeniden düzenlenerek kristal yapıyı oluşturacaklardır. Ad-iyonlar metal yüzeyinde, enerji olarak düşük değere sahip olan bölgelere difüzlenmektedir. Diğer bir deyişle çekirdeklenme ve kristal büyümesi bu bölgelerden başlamaktadır. Bu süreç şematik olarak Şekil 2.22' de gösterilmektedir.



Şekil 2.22 Elektrot yüzeyinde çekirdeklenme ve büyüme [73].

Ad-iyonların elektrot yüzeyine difüz olması ile birlikte çekirdeklenme ve tanecik oluşum süreci başlamaktadır. Volmer, tanecikleri metal fazın ilk oluşumu sürecinde oluşan küçük kristal birimleri yada küçük damlalar olarak tanımladı. Tanecik ve çekirdekcik kavramı arasında ayırım yapan ise Avramidir. Avrami' ye göre, belirli bir kritik boyutun altında kalan parçacıklar topluluğu çekirdekcik, bu kritik boyuttan daha büyük olan yapılar ise taneciktir [74].

Çekirdeklenme ve büyüme elektrokimyasal olarak büyüyen bir yapıdaki en temel parametrelerdir. Bu iki parametre arasındaki yarış sonucunda istenen özelliklere sahip malzemeler elde edilebilir. Örneğin çekirdeklenmenin daha hızlı olduğu bir elektrokimyasal depolama sürecinde morfoloji olarak daha düzgün yapıya sahip kaplamalar oluşmaktadır. Yani kristal büyümesinin çekirdeklenmeye göre daha hızlı gerçekleştiği süreçte ise belirli bölgelerde kümelenmiş yapılar oluşmaktadır [72, 74].

Elektrokimyasal faz oluşumunu belirlemek için şimdiye kadar pek çok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalarda genellikle aşırı potansiyel veya akım yoğunluğunun çekirdeklenme mekanizması üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Diğer bir deyişle çekirdeklenme süreci, akım yoğunluğunun veya aşırı potansiyelinin bir fonksiyonu olarak açıklanmaya çalışılmıştır. Aynı zamanda çekirdeklenme kinetiğini açıklamak için bir çok teorik model de öne sürülmüştür [75,76]. Bu modeller arasında en önemlisi çekirdeklenme kinetiğini akım yoğunluğuna bağlı olarak açıklayan Scharefker ve Hill'

in modelidir [77]. Model gerek basit oluşu, gerekse deneysel verilerin karşılaştırmalı olarak yorumlanmasında getirdiği pratik kolaylıktan dolayı günümüzde de yaygın olarak kullanılmaktadır [78]. Deneysel çalışmalarımızın çekirdeklenme kinetiğini yorumlamak için bu modelden yararlanacağız.

Çekirdeklenme süreci deneysel olarak araştırılırken bir çok deneysel teknik kullanılabilir. Bunların başlıcaları: çevrimsel voltametri, galvanometri ya da potansiyometridir. Galvanometri deneylerinde akım kontrol edilerek, potansiyel değişimi izlenirken, potansiyometri deneylerinde, potansiyel kontrol edilerek akımdaki değişim izlenmektedir. Bu verilerden de faydalanarak difüzyon sabiti, çekirdeklenme sayısı gibi deneysel veriler elde edilmektedir. Biz, deneysel çalışmalarımızı potansiyostat sistemi ile yapacağız.

Çekirdeklerin elektrot yüzeyinde büyümesi, elektrot yüzeyine dik olarak veya paralel olarak gerçekleşebilir. Büyüme, üç boyutta veya iki boyutta ilerleyebilir. Eğer büyüme uzayın bütün doğrultularında eşit olarak ilerliyorsa buna yarı küresel büyüme denir. Yarı küresel olarak büyüyen çekirdeğin etrafını yine yarı küresel şekilli bir difüzyon bölgesi sarmıştır. Çekirdeğin büyümesi ile çekirdeği saran bu yarı küresel difüzyon bölgesi de büyür. Çekirdeklenme elektrot yüzeyine yayılmış olarak gerçekleşen bir süreç olduğundan, difüzyon bölgelerinin büyümesi sonucunda, difüzyon bölgeleri arasında çarpışmalar veya üst üste binmeler (overlap) meydana gelecektir. Bu aşamaya kadar birbirinden bağımsız olarak gelişen çekirdeklerin, artık birbirinden bağımsız olarak davranması söylenemez. Artık, her bir çekirdeğin bağımsız olarak büyümesi durmuştur. Çekirdeklerin difüzyon bölgelerinin çakıştığı bu noktalarda artık büyüme duracak, sadece elektrot yüzeyine dik olarak elektrokimyasal depolama gerçekleşecektir. Dolayısı ile küresel difüzyon bölgesi, lineer bir difüzyon bölgesine dönüşecektir.

Scharefker ve Hill elektrokimyasal kaplama sırasında gerçekleşen çekirdeklenme ve büyüme mekanizmasını açıklamak için teorik bir model geliştirmişlerdir [77]. Başlangıçta çekirdeklenmenin yarı küresel difüzyon kontrollü olduğu kabulü yapılarak işlemler yapılmıştır. Dolayısı ile Scharefker-Hill modeli ile uyumlu olan deneysel veriler, çekirdeklenmenin difüzyon kontrollü olduğunu söylemektedir [77, 78]. Üç boyutta anlık ve ilerleyici çekirdeklenme mekanizması için denklemler sırasıyla,

$$\left(\frac{I}{I_{\max}}\right)^2 = \frac{a}{t/t_{\max}} \left\{1 - \exp\left(-b\left(\frac{t}{t_{\max}}\right)\right)\right\}^2 \quad (2.18)$$

$$\left(\frac{I}{I_{\max}}\right)^2 = \frac{c}{t/t_{\max}} \left\{1 - \exp\left(-d\left(\frac{t}{t_{\max}}\right)\right)\right\}^2 \quad (2.19)$$

olarak verilmektedir [77]. Burada $t_{\max}$, kaplama sırasında akımın maksimum değerine ulaştığındaki zamanı göstermektedir. $I_{\max}$ da akımın maksimum değerini göstermektedir. a,b,c ve d sabitleri ise çözelti konsantrasyonu, Faraday sabiti, çekirdeklenme sayısı gibi deneysel olarak elde edilen sabitlerdir.

2.4. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopi İle Korozyon İncelemesi

Asidik (H_2SO_4 , HF gibi) bir ortamda bir metalin korozyonu elektrokimyasal bir süreçtir. Elektrokimyasal empedans spektroskopi yöntemi ile korozyon ve kinetik konusunda deneysel olarak veri elde etme işlemi uzun sürse de, elde edilen veriler oldukça güvenilirdir. Deneysel olarak elde ettiğimiz verileri değerlendirmek için NiFe kaplamanın asidik bir çözelti içinde korozyona uğratıldığını düşünelim. NiFe kaplamada Ni ve Fe elektrokimyasal olarak iki aşamada çözünür. Ni ve Fe' in çözünme mekanizmaları,



olarak verilmektedir [79-81]. Burada Ni ve Fe yi M harfiyle, $Ni(OH)_2$ ve $Fe(OH)_2$ yi A ile ve son olarak oluşan $NiO(OH)$ ve $FeO(OH)$ ı da B ile gösterelim. Dolayısıyla yukarıda yazılan tepkimeleri daha sade olarak şu şekilde ifade edebiliriz:



Burada M ürünü A ya dönüşürken yüzeyin bir kısmını kapatacaktır. A ürünü ile kaplı bu yüzeyin alanını $\tilde{\gamma}_A$ ile gösterelim. Böylece M için $1 - \tilde{\gamma}_A$ yazılabiliriz. Eş. (2.20) ve Eş. (2.21) deki reaksiyonlar sonucu akım yoğunluklarını Tafel eşitliğinden faydalanarak,

$$i_M = K_M (1 - \tilde{\gamma}_A) \exp(b_M V) \quad (2.22a)$$

$$i_A = K_A \tilde{\gamma}_A \exp(b_A V) \quad (2.22b)$$

olarak yazılabiliriz. Burada V, aşırı potansiyel, K hız sabiti, b ise sabittir.

A ürününün yüzeyde kapladığı yerin zamanla değişimi şu ifade ile verilir [79]:

$$\Gamma \frac{d\tilde{\gamma}_A}{dt} = \frac{i_M}{F} - \frac{i_A}{F} \quad (2.23)$$

Γ , A ara ürünün yüzey konsantrasyonunun maksimum gösteren bir sabittir.

Kararlı durumda veya sistem dengede iken Eş. (2.23) ifadesi sıfır olacaktır. Bu durum sistemden uygulanan V açık devre potansiyeli (OCP) ile sağlanmaktadır. Burada değeri açık devre potansiyelidir. Sistem dengede iken M ve A türünün oluşturduğu akım yoğunlukları birbirine eşit olacaktır. A türüyle kaplanan yüzey alanını,

$$\gamma_A = \frac{\exp(b_M V) K_A}{\exp(b_A V) K_M + \exp(b_M V) K_A} \quad (2.24)$$

şeklinde ifade edebiliriz. Kararlı durum için toplam akım ifadesi,

$$i_t = i_M + i_A = \frac{\exp(b_A V) K_A * \exp(b_M V) K_M}{\exp(b_A V) K_M + \exp(b_M V) K_A} \quad (2.25)$$

şeklindedir.

Eğer bu durumda açık devre potansiyeli çok küçük bir sinüsel potansiyel ile pertürbe edilirse, sistemde bu perturbasyon sonucunda sinüsel akım yoğunluğu oluşacaktır. $\tilde{V}$, perturbe potansiyel, $\tilde{i}_M$ ve $\tilde{i}_A$ perturbe akımlarsa, oluşacak akımlar,

$$\tilde{i}_M = R_{pM}^{-1} \tilde{V} - \exp(b_M V) K_M \tilde{\gamma}_A \quad (2.26)$$

$$\tilde{i}_A = R_{pA}^{-1} \tilde{V} - \exp(b_A V) K_A \tilde{\gamma}_A \quad (2.27)$$

olarak yazabiliriz. Burada, R_p yük transfer direncini göstermektedir. Kararlı durum akımı için yazılmış ifadelerle benzer olarak şekilde, perturbe akım yoğunluğu için de yazabiliriz. Bu akım ifadelerinin toplamından, böyle bir sistem için empedans ifadesini türetebiliriz.

$$Z = \frac{\tilde{V}}{\tilde{i}} \quad (2.28)$$

bu denklemde kullanılarak empedans ifadesi,

$$Z^{-1} = (R_{pA}^{-1} + R_{pM}^{-1}) + \frac{[\exp(b_A V) K_A - \exp(b_M V) K_M] (R_{pA}^{-1} + R_{pM}^{-1})}{\Gamma F \gamma \exp(b_M V) K_M + \exp(b_A V) K_A} \quad (2.29)$$

olarak bulunur.

Bu ifadeyi daha sade olarak yazabilmek için aşağıdaki eşitlikler kullanılır.

$$A = [\exp(b_A V) K_A - \exp(b_M V) K_A] \quad (2.30)$$

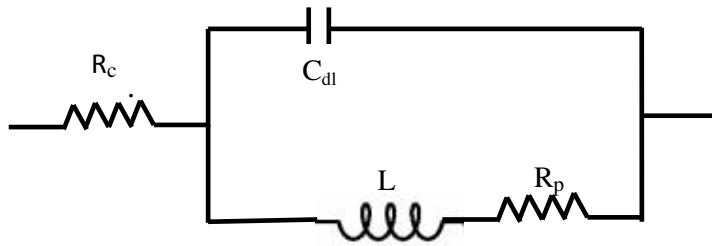
$$B = [\exp(b_M V) K_M + \exp(b_A V) K_A] \quad (2.31)$$

Sonuç denklem,

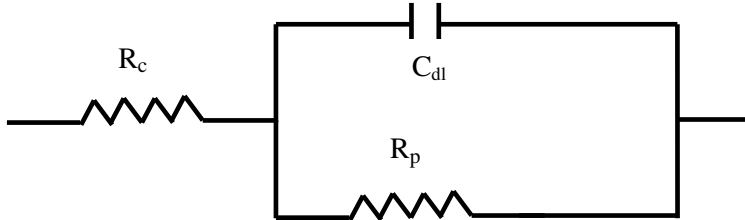
$$Z^{-1} = R_p^{-1} + \frac{A}{j\omega + B} \quad (2.32)$$

olarak yazılabilir .

Bilindiği gibi elektrokimyasal empedans spektroskopisi kullanılarak bir olay analiz edilirken, elektrokimyasal sistemin elektriksel eş devresi çizilir. A ve B' nin alacağı değere göre, sistemin eş değer devresi, dolayısıyla da empedansı değişir. Eğer $A > 0$ ise eşdeğer devre olarak Şekil 2.23' de görülen LRC devresi sistemi en iyi şekilde ifade eder. Burada R direnç, L indüktans ve C_{dl} kapastif devre elemanına karşılık gelmektedir. $A < 0$ sistem denklem Şekil 2.24' da görülen klasik Randless devresi ile ifade edilir. Devre üzerinde gösterilen ve deneysel olarak hesaplanan; R_c çözelti direncinin, R_p yük transfer direncinin, C_{dl} çift tabaka kapasitansının ve L indüktansının değeridir [80].



Şekil 2.23. Eş. 2.32 de $A > 0$ durumuna karşılık gelen eşdeğer devre.



Şekil 2.24. Eş. 2.32' de $A < 0$ durumuna karşılık gelen eşdeğer devre.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

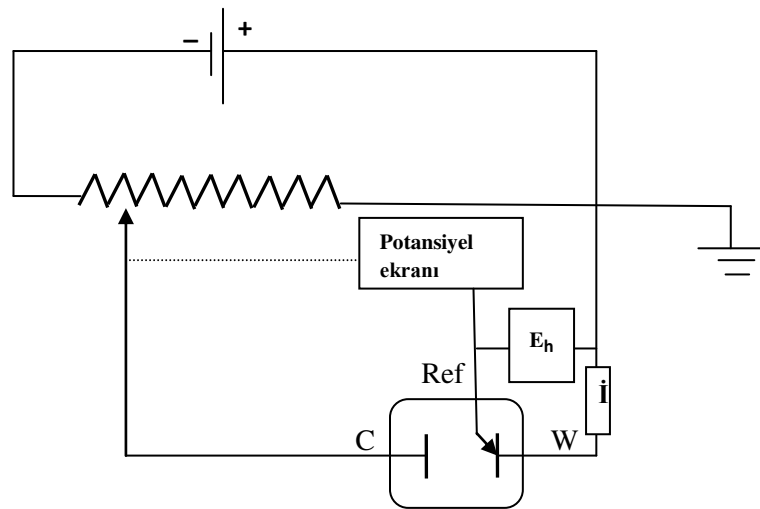
3.1. Elektrokimyasal Kaplama Sistemi

Elektrokimyasal kaplama yöntemi kullanılarak iletken bir yüzey üzerinde film oluşturulmasında,

- potansiyostat
- elektrokimyasal hücre
- elektrotlar
- elektrolitik çözelti

içeren bir deney sistemine ihtiyaç duyulur.

Bir elektrokimyasal tepkimede elektrot ve çözelti arasındaki potansiyel farkının kontrol edilmesi, bir potansiyostat kullanımını gerektirir. Potansiyostat bir referans elektroda (Ref) göre elektroliz hücresinin anot veya katodunun potansiyelini kontrol eden alettir. Potansiyeli kontrol edilen elektrot çalışma elektrodu (W) ve devreyi tamamlamaya yardımcı olan elektrot yardımcı veya diğer bir adlandırmayla karşı elektrottur (C). Referans elektrottan hiçbir akım geçmemeli ve böylece kutuplanma olmasına izin verilmemelidir. Çalışma ve yardımcı elektrot arasına uygulanan gerilim (E_h), iki yüzey arasındaki potansiyel farkının ve yüzeyler arasındaki (çözelti içindeki)

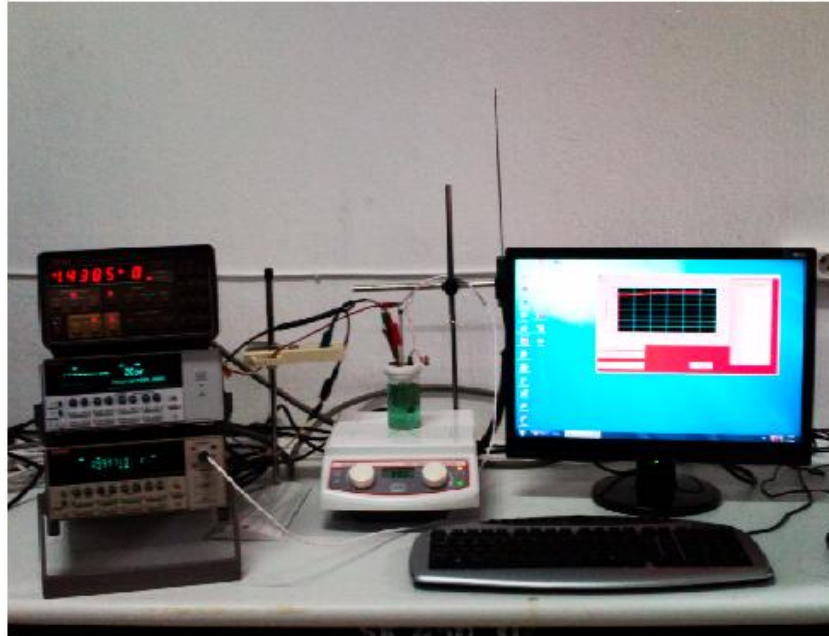


Şekil 3.1. Üç elektrotlu potansiyostat sisteminin şematik gösterimi [82].

gerilim düşmesinin (iR) toplamıdır. Çözelti direncindeki ya da elektrot ara yüzeylerindeki empedanstaki herhangi bir değişiklik bu potansiyel farkına etki eder. Çalışma elektroduna göre referans elektrodun potansiyelinin sabit tutulması amacıyla uygulanan gerilimin (E_h) bu etkiyi yok edecek yönde ayarlanması gerekmektedir. Bu sistem Şekil 3.1’ de gösterilmiştir [82].

Burada potansiyel ekranı, referans elektrot olarak Ag/AgCl ile birleştirilmiş yüksek empedanslı bir voltmetredir. Potansiyometre çalışma elektrodunda bir reaksiyon başlatacak kadar yeterli bir gerilim değerine ayarlanır. Reaktif tür çalışma elektrodunda tüketildiğinden hücreden geçen akımda düşme azalacaktır. Bu da E_h ’ de artışa sebep olur. Bu, ekrandan gözlenir ve E_h başlangıç değerine dönene kadar yardımcı elektroda uygulanan gerilimin azaltılmasıyla potansiyometre ayarlanır. Ekranlama ve gerilim ayarlamadaki bu yöntem, negatif geri beslemedir. Böylece E_h ’ nin sabitliği voltmetrenin duyarlılığına ve deneycinin yanıt zamanına bağlı olacaktır [82].

Elektrokimyasal yöntem ile mikro-kaplamaları gerçekleştirmek için laboratuvarımızda bilgisayar kontrollü Potansiyostat sistemi kullanılmıştır. Bu sistem programlanabilir gerilim kaynağı (Keithley 230), dijital nanovoltmetre (Keithley 2182) ve elektrometre (Keithley 6517 B) nin bilgisayarla uygun bir şekilde bir araya getirilmesinden oluşur. Sistemin fotoğrafı Şekil 3.2’ de görülmektedir.



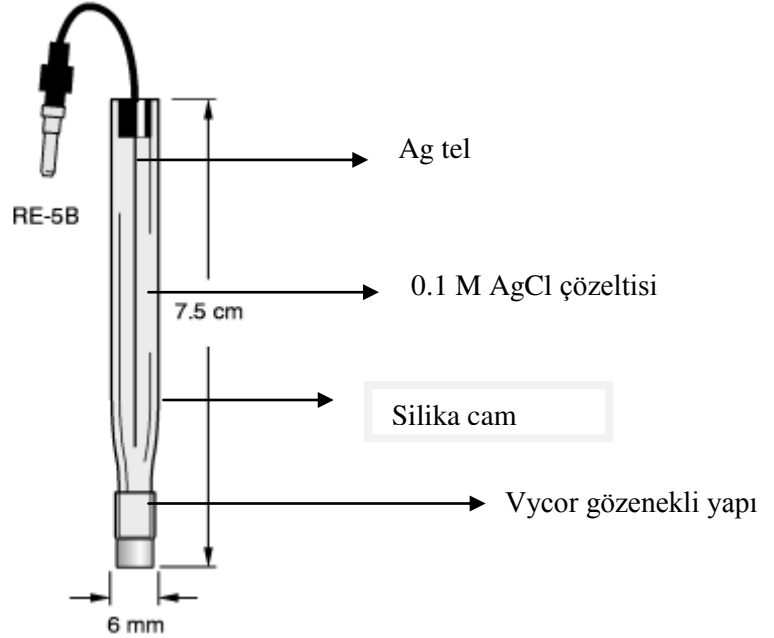
Şekil 3.2. Elektrokimyasal kaplama sistemi.

3.2. Çözelti Hazırlığı

NiFe/Cu ve CoNiFe/Cu manyetik mikrotellerin elde edilmesinde yüksek saflıkta $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, tuzları ve H_3BO_3 , NaCl , $\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_2\text{S}$ kimyasal maddeleri kullanılmıştır. Deneylerde çözücü olarak deiyonize su kullanılmıştır. Kullanılan kimyasallar yüksek saflığa sahiptir. Kimyasalların tartımı dört hassas Precisa XB220 marka terazi ile gerçekleştirilmiştir. Değişik elektrokimyasal banyo şartları Tablo 4.3 ve Tablo 4.4' te verilmiştir.

3.3. Referans Elektrot

Bütün deneyler de BAS RE-5B marka Ag/AgCl (SCE' ye göre -35mV) referans elektrot kullanılmıştır. Referans elektrodun iç çözeltisi 3M NaCl' den oluşmaktadır. Kullanılan elektrot Şekil 3.3' te görülmektedir.



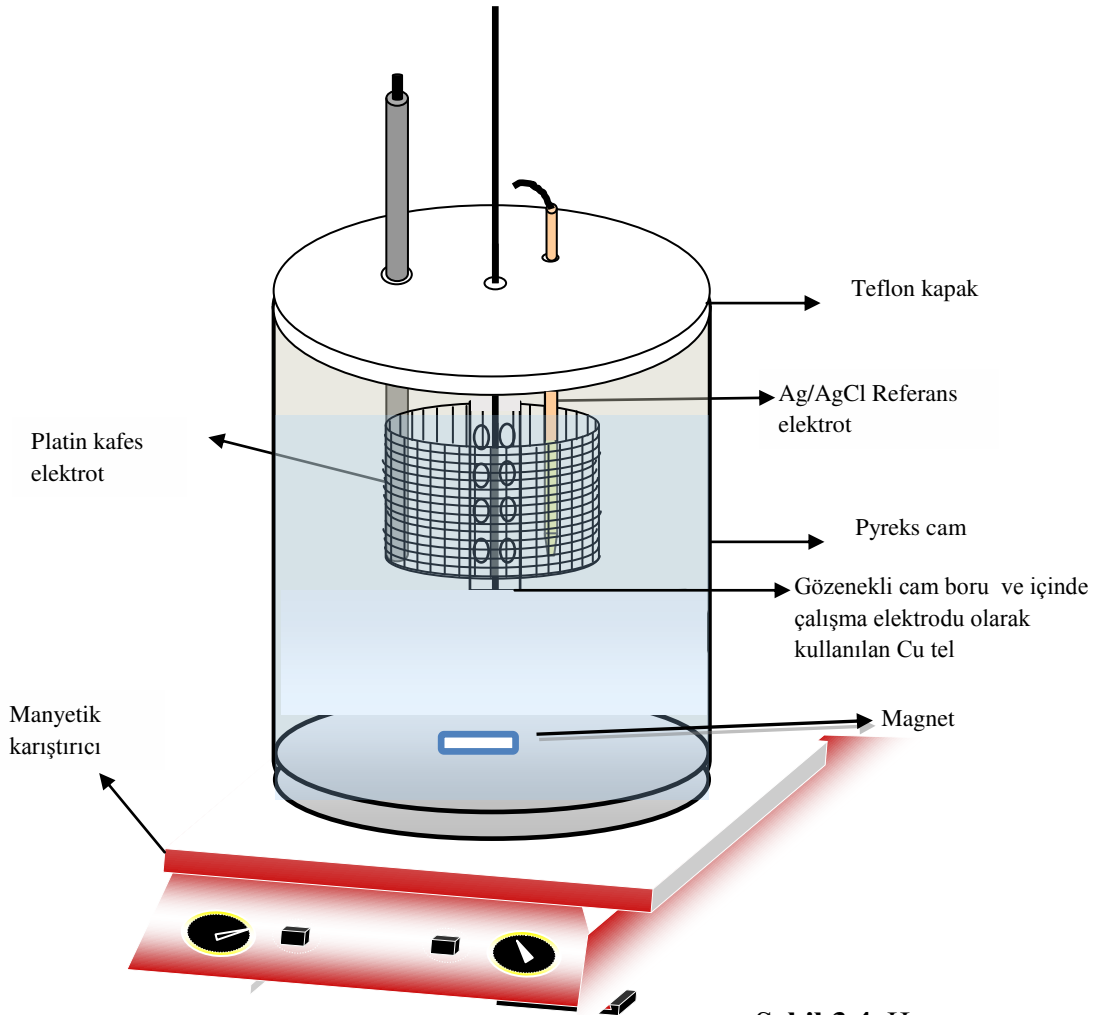
Şekil 3.3. Ag/AgCl referans elektrot.

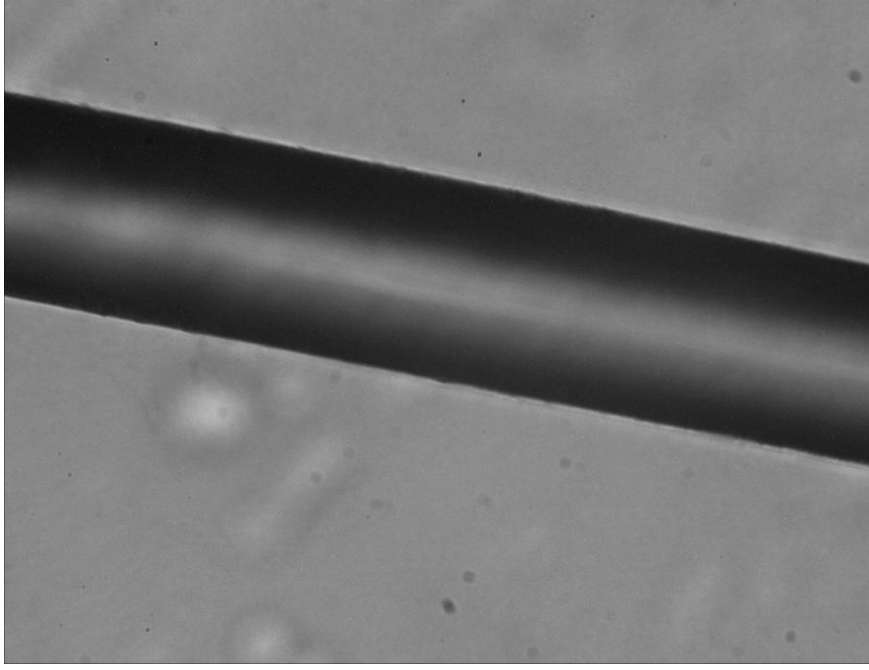
3.4 Elektrokimyasal Hücre

Elektrokimyasal hücre en az iki elektrot ve bu elektrotlar arasındaki iletimi sağlayacak olan bir elektrolitten oluşur. Bu elektrotlar dış devreyle bağlantılıdır. Deneyleri gerçekleştirebilmek için kullanılan hücre Şekil 3.4’ de görüldüğü gibi tasarlanmıştır. Hücrenin iç çapı 4.5 cm, dış çapı 5.5 cm, uzunluğu 8.5 cm dir. Hücre, pyreks camdan yapılmıştır. Elektrotlar şekilde görüldüğü gibi teflon kapak yardımıyla hücre içinde düzgünce sabitlenmiştir. Deney süresince çözelti manyetik karıştırıcı yardımıyla karıştırılmıştır.

3.5 Elektrot Hazırlığı

Deneylerde kullanılan bakır teller 50 μm çapına sahiptir. Cu tellerin yüzeylerinin düz ve pürüzsüz olmasına dikkat edilmiştir. Deneyi gerçekleştirmeden önce bakır tel sırası ile seyreltik HCl, saf su, aseton ve tekrar saf su ile temizlenmiştir. Şekil 3.5’ de ise kullanılan bakır telin metal mikroskobu ile çekilmiş fotoğrafı görülmektedir.

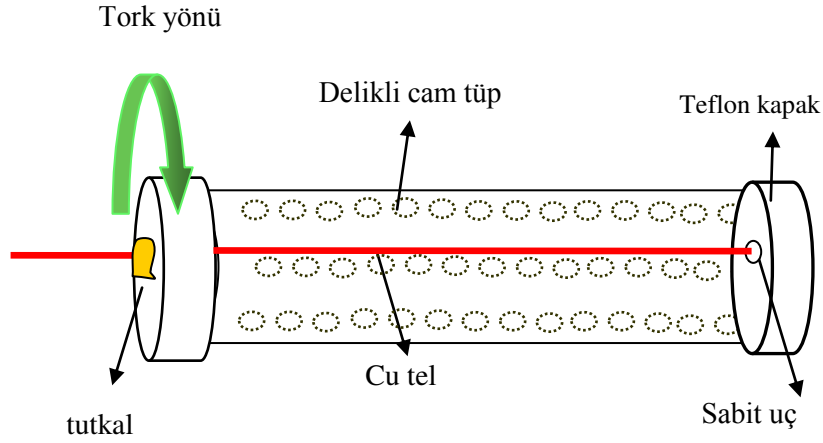




Şekil 3.5. Cu telin metal mikroskobundan elde edilmiş fotoğrafı.

Bakır tel hücre içerisine çözelti ile temasını engellemeyecek şekilde tasarlanmış gözeneklere sahip bir cam boru yardımıyla sabitlenmiştir. Cam borunun yüksekliği 6,5 cm dir. Cam borunun iki ucunda ise teflon kapaklar bulunmaktadır. Bakır tel üzerinde tensile stres oluşturmak için belirli ağırlıklar bakır tele uygulanmış ve hemen sonra tel teflon kapağa yapıştırılmıştır. Cu tele tork uygulamak için, önce bakır tel, teflon kapağa yapıştırılmış sonra istenilen açılarda çevrilmiştir. Bu şekilde deney süresince çalışma elektrodu olan Cu tel üzerinde istenilen sabit germe stres değerleri oluşturulmuş veya sabit torklar uygulanmıştır. Delikli cam boru ve tork düzeneği Şekil 3.6’ da gösterilmiştir.

Karşı elektrot olarak, çalışma elektroduna göre 550 kat daha büyük bir alana sahip, yüksek saflıkta Pt kafes elektrot kullanılmıştır. Pt kafes elektrotun çapı 3.4 cm ve yüksekliği 3.2 cm dir.



Şekil 3.6. Cam boru ve tork uygulama mekanizması.

3.6 pH METRE

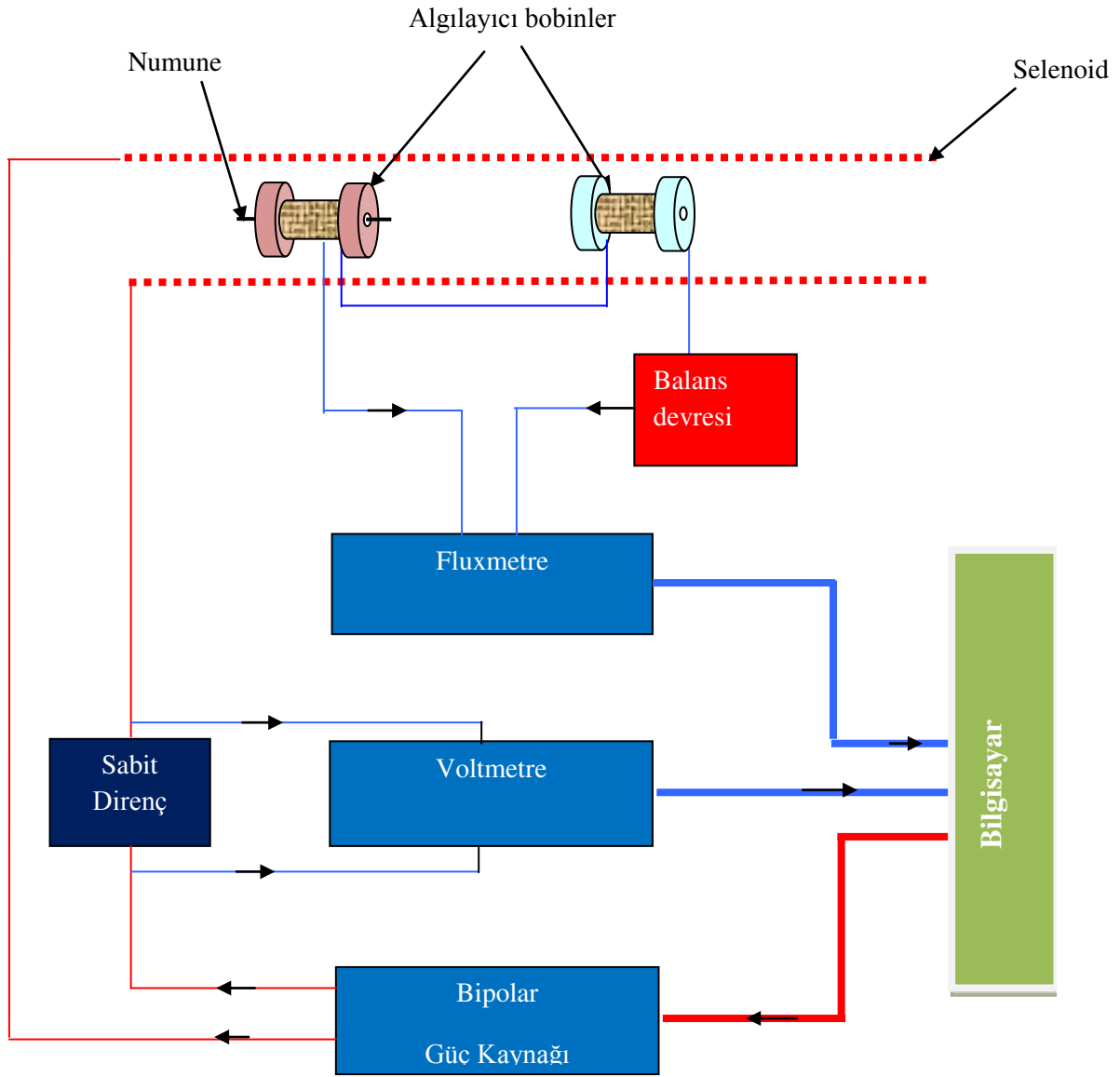
Deneylerde kullanılan çözeltinin pH ölçümü 0,1M HCl ve 0,1M NaOH çözeltiye damlatılarak istenen değere ayarlanmıştır. Jenway 3520 marka pH metre kullanılarak, pH ölçümleri 10^{-3} lük hassasiyetle yapılmıştır.

3.7 M-H Ölçüm Sistemi

M-H ölçüm sistemi Şekil 3.7' de gösterildiği gibidir. Burada çıkarma (substruction) metodu kullanılmıştır. Numune yok iken, alan uygulandığında toplam çıkışı voltajını sıfır olarak elde edebilmek için, algılayıcı bobinleri bir köprü devresi içinde bulunmaktadır. Eğer sadece bir algılayıcı bobinle çalışılsa idi M-H değişimi değil, B-H değişimi elde edilecekti. Böylece numunenin hangi alan değerinde doyum manyetizasyonuna ulaştığı belirlenemeyecekti. Algılayıcı bobinlerden birine yerleştirilen ferromanyetik malzeme, manyetik alana maruz kaldığında algılayıcı bobininde oluşan voltaj, V_1 , Faraday yasasına göre,

$$V_1 = n\mu_o \frac{d}{dt} (A_c H_x + A_s M) \quad (3.1)$$

ile verilir. Burada μ_0 boş uzayın geçirgenliği, M , manyetizasyon, H dış manyetik alan, A_c algılayıcı bobinin kesit alanı, A_s ise numunenin kesit alanıdır. Numunenin yerleştirilmediği bobinde oluşan voltaj, V_2 ;



Şekil 3.7. M-H ölçüm sistemi.

$$V_2 = n\mu_0 \frac{d}{dt} (A_c H_x) \quad (3.2)$$

eşitliği ile verilir. Toplam çıkış, V_ζ , 3.1 ve 3.2 denklemleri arasındaki farktan bulunur;

$$V_\zeta = n\mu_o \frac{d}{dt}(A_s M) \quad (3.3)$$

eşitliği ile verilir. Toplam çıkış voltajının zamana göre integrali manyetizasyonundaki değişim ile orantılıdır. Elde edilen voltaj zamana göre integre edilerek, uygulanan manyetik alanın fonksiyonu olarak M değeri bu metotla ölçülebilir.



Şekil 3.8. M-H ölçüm sisteminin fotoğrafı.

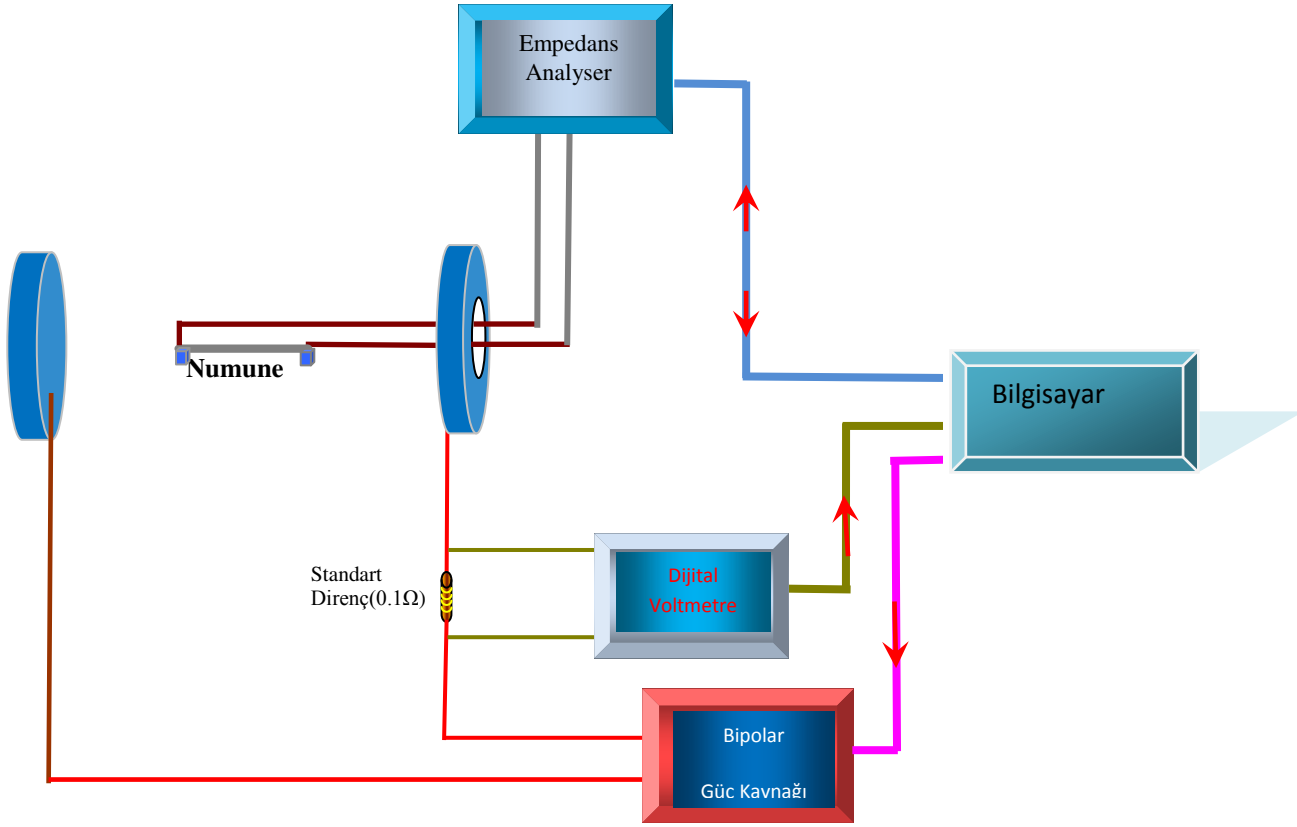
M-H ölçüm sisteminin fotoğrafı Şekil 3.8’ de görülmektedir. DC manyetik alan Kepco marka bipolar güç kaynağı tarafından selenoide uygulanan akımla oluşturulmaktadır. Uygulanan akım $-10A$ ile $10 A$ arasında değişebilmektedir. Bu da maksimum $\pm 10000 A/m$ lik bir manyetik alan üretebilmektedir. Düşük alan ölçümlerinde, daha hassas ölçüm için selenoide bir ara direnç bağlanarak akım $\pm 1A$ değerleri arasında değiştirilerek ölçümler yapılmıştır. Denklem 3.3’e göre elde edilen sinyalin integrasyon işlemi için Lakeshore integral alıcı Fluxmetre kullanılmıştır.

3.8. Manyetoempedans Ölçüm Sistemi

Manyetoempedans, DC manyetik alan altında bir iletkenin toplam empedansındaki değişimi tanımlar. Büyüklüğü I_0 ve açısal frekansı w olan bir ac akım ($I=I_0e^{iwt}$) numune boyunca geçirildiğinde, manyetizasyon değişiminden dolayı enine bir manyetik alan oluşur. Bu numune dış bir manyetik alana konulduğunda, numunenin empedansında keskin bir değişim meydana gelir. Malzemenin empedansının manyetik alanla değişimini ölçen sistem, Şekil 3.9’ da verilmiştir. Sistemde Kepco çift kutuplu güç kaynağı tarafından uygulanan akımla selonoid içinde DC manyetik alan (H) oluşturulmuştur. Malzemeye, Kepco güç kaynağının uygulayacağı voltaj ayarlanarak istenen manyetik alan uygulanabilmektedir. Uygulanan akım -10 ile 10 A arasında ayarlanabilmektedir. Bu da selonoid içinde maksimum ± 7800 A/m lik bir manyetik alan üretebilmektedir. Numune empedansı HP4294A probu ve HP4294 empedans analizör kullanılarak ölçülmüştür. Kontaklar iletken gümüş boya kullanılarak yapılmıştır. Numunenin uç noktalarına AC I akımı empedans analizör tarafından uygulanarak, numunenin empedans değeri okunmuştur. Her manyetik alan değeri için empedansın 5-10 empedans değeri ölçülerek, empedansın ortalama değeri bulunmuştur. Manyetik alan $(-)$ maksimum alan değerinden $(+)$ maksimum alan değerinde kadar istenen manyetik alan basamakları ile değiştirilmiş ve her alan değerinde empedans (Z) bulunarak, Z-H eğrisi elde edilmiştir.



Şekil 3.9. MI ölçüm sisteminin fotoğrafı.



Şekil 3.10. MI ölçüm sistemi.

Tel şeklindeki soft bir manyetik malzeme üzerinden, bir AC akım geçirildiğinde manyetik malzeme içinde ek bir indüksiyon voltaja neden olan enine bir manyetik alan oluşur. Dış bir DC alan (H_x) tel ya da şerit şeklindeki malzeme eksenine paralel uygulandığında, ortaya çıkan bu voltajın büyüklüğü (V), empedanstaki azalmadan dolayı değişecektir. Empedans analizör, Eş. 3.4’ de verilen kompleks empedansın bu alana bağlılığını hesaplar.

$$Z = R(\omega, \mu(\omega, H_x)) + jX(\omega, \mu(\omega, H_x)) \quad (3.4)$$

Manyetoempedans oranı;

$$\% \Delta Z/Z = \left[\frac{Z(H) - Z(H_{Maks})}{Z(H_{Maks})} \right] * 100 \quad (3.5)$$

eşitliği ile verilir. Burada $H_{Maks} = 7400 \text{ A/m}$, $Z(H)$, sıfır DC manyetik alanda manyetik malzemenin empedans değerini ifade etmektedir. Burada dış DC manyetik alan, selenoid kullanılarak elde edilmektedir.

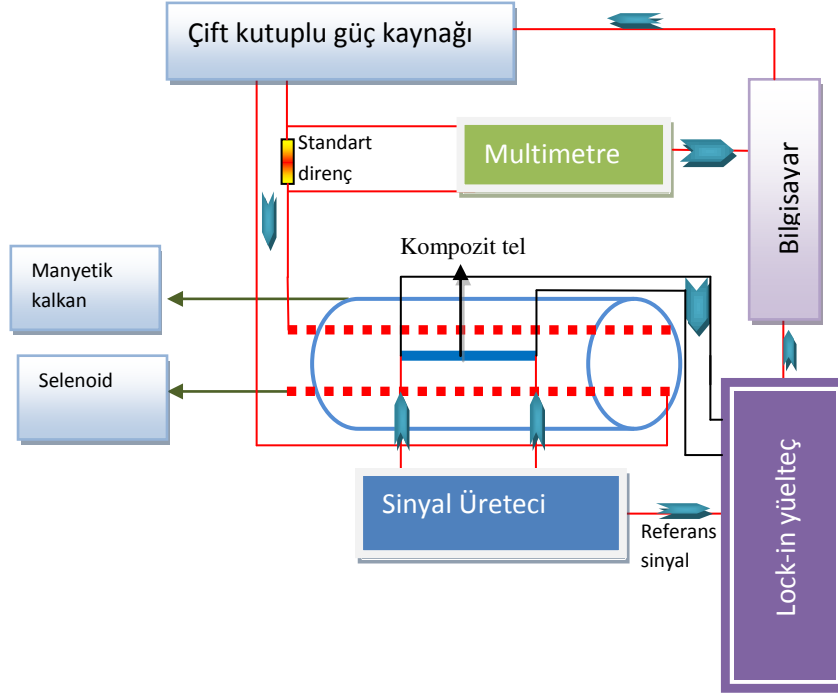
3.9. Taramalı Elektron Mikroskobu

SEM, bir kaynak yardımıyla hızlandırılmış elektronların, numune yüzeyine düşürülmesi ile birlikte yansıyan elektronların bir dedektör tarafından dedekte edilmesi ve bilgisayar yazılımlarında bu verilerin değerlendirilmesi prensibi ile çalışır. Yansıyan elektronlar yardımıyla, yüzey topografisinin incelenmesine olanak sağlamaktadır. Üretilen manyetik mikroteller Leo Evo-40xVP model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmiştir. Tel yüzeyinden, iyi görüntü alabilmek için gümüş boya ile kontak yapılmıştır.

3.10. Enerji Saçılımlı X-Işınları Spektrometresi (EDX) Analiz Yöntemi

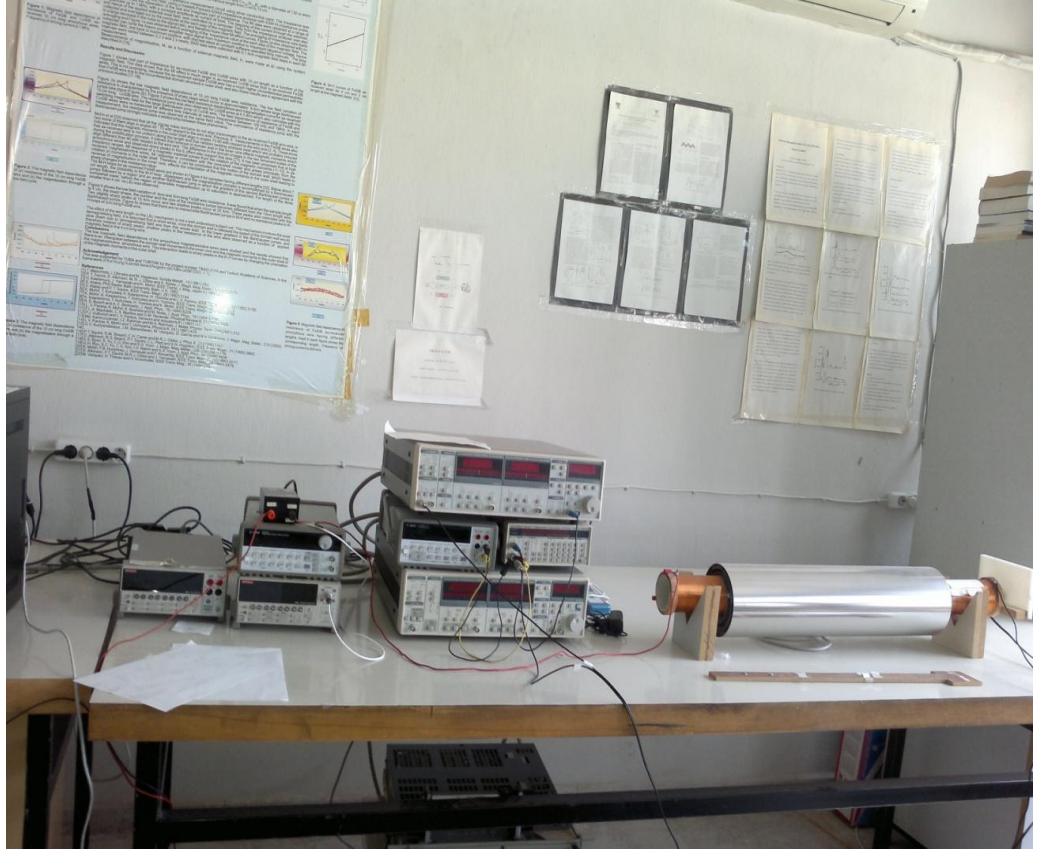
Kompozit tellerin kimyasal bileşimini belirlemede kullanılan EDX sistemi, SEM'in parçası olarak çalışan Rontech X-flash dedektöründen oluşmaktadır. Tel yüzeyine gönderilen elektronların oluşturduğu X-ışınlarının numune ile etkileşmesi sonucu, atomun cinsine göre farklı dalga boylarında ve farklı açılarda saçılan X-ışınları dedektör yardımıyla tespit edilmekte ve veriler bilgisayar yazılımı aracılığıyla işlenerek, numunenin % atomik bileşimi tespit edilebilmektedir.

3.11. Fluxgate Ölçüm Sistemi



Şekil 3.11. Fluxgate ölçüm sistemi.

Kompozit tel üzerinde sürücü akım oluşturmak için, Stanford DS345 sinüs dalga üretici kullanılmıştır. Telin iki ucu arasındaki oluşan çıkış voltaj sinyali SR 844 lock-in yükselteç ile ölçülmüştür. Lock-in yükselteç sinüs dalga üreticinden üretilen sinyalin frekansı ile, telin uçları arasından gelen sinyali karşılaştırarak, sinyali tek ve çift harmoniklerine ayrıştırabilmektedir. Dış manyetik alan oluşturmak için Kepco bipolar güç kaynağı kullanılmıştır. Düzgün dış alan, bir solenoid yardımıyla elde edilmiştir. Dış ortamdaki gürültü oluşturan manyetik alanları engellemek için solenoid, manyetik çift katlı manyetik kalkan ile çevrelenmiştir. Manyetik alanın büyüklüğü standart bir direnç ve multimetre yardımıyla ölçülmüştür. Telin uçları arasındaki çıkış sinyalinin ikinci harmoniği uygulanan dış alanın fonksiyonu olarak izlenmiştir. Bu sistem bilgisayar ile kontrol edilmektedir. Sistemin şeması anahatları ile Şekil 3.11 ve 3.12’ de görülmektedir.



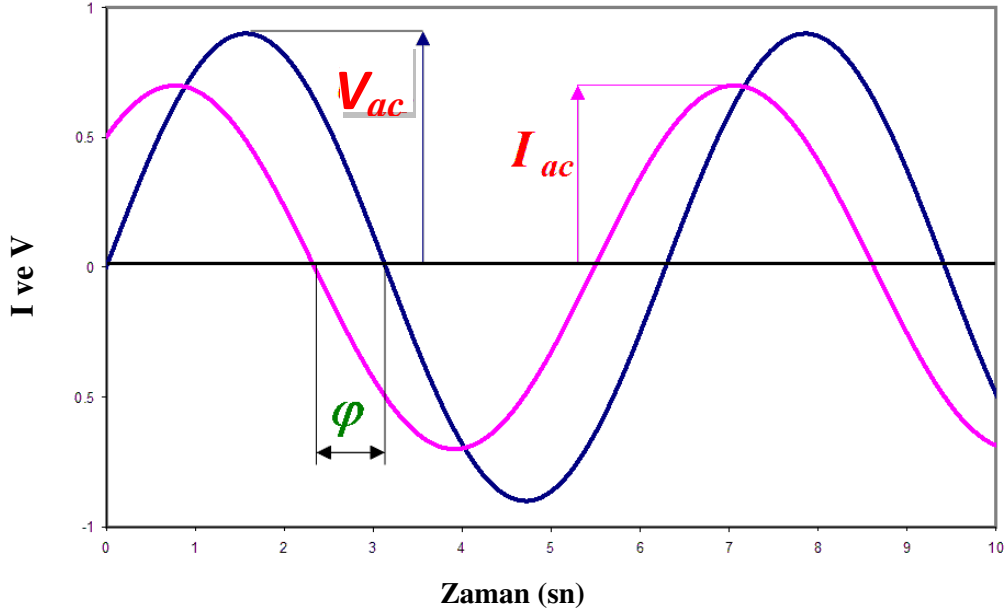
Şekil 3.12 Fluxgate ölçüm sisteminin fotoğrafı.

3.12. Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi

Elektrokimyasal empedans spektroskopisi, elektrokimyasal olarak incelenecek numunenin direnç ve yüzey özelliklerini, elektrokimyasal parametreleri (tepkime hızı gibi), reaksiyon mekanizmalarını araştırmada, güvenilir bir yöntem olup son yıllarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Özellikle numune yüzeyinde hasar oluşturmaması tekniğin avantajını oluşturmaktadır. AC empedans spektroskopisi olarak da adlandırılan bu yöntem, özellikle korozyon çalışmalarında yaygın olarak kullanılmaktadır [83-85].

Empedans spektroskopisi ile çok geniş bir frekans aralığında inceleme yapılması tekniğin ayrı bir avantajı olarak karşımıza çıkmaktadır. Empedans ölçümlerinde yöntem olarak, çok küçük AC genlikli (birkaç mV mertebesinde) bir sinüsoidal dalga, bir DC potansiyel üzerine bindirilerek ölçümler yapılmaktadır. Temel olarak AC potansiyel, kendisiyle orantılı olarak bir AC akım tepkisine neden olmaktadır (Şekil 3.13). Bu orandan ise direnç hesabı yapılmaktadır [85]. Empedans spektroskopisi için sistemin sağlaması gereken birkaç özellik aşağıda sıralanmıştır [86]. Bunlar; Sistemde tepki lineer olmalıdır. Yani sistemin kararlılığı bozulmamalıdır (Şekil 3.13). Sistem kararlı

olmalıdır yani tepki ortadan kalktıktan sonra sistem eski durumuna tekrar dönmelidir. Sistem etkiye karşı tepki prensibine dayalı olarak çalışmalıdır. Ancak bir potansiyel uygulandıktan sonra akım elde edilmelidir bu durum nedensellik olarak da isimlendirilmektedir. Empedans ölçümlerinde bütün veriler sonlu olmalıdır.



Şekil 3.13. Uygulanan potansiyele karşı oluşan tepki.

Empedans spektroskopide elektrot üzerinde yürüyen olayları açıklamada, modeller gerçekleştirilirken, elektriksel devre eşdeğerleri bulunmaya çalışılmaktadır. Yinede elektrokimyasal olaylar elektriksel devre benzerlerinden bir kaç yolla ayrışmaktadır. Bunlar;

-Elektriksel devreler çoğunlukla pasif birimlerden oluşurken, elektrokimyasal olaylar sıklıkla aktif birimlerden oluşmaktadır [86].

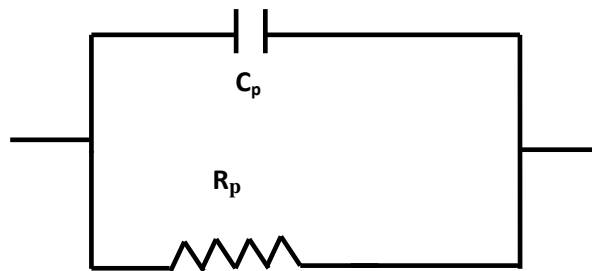
-Elektrokimyasal birimler lineer değildir; yani akım ile potansiyel arasında bir orantı söz konusu değildir. Bu durumun Butler-Volmer denklemleri ile formüle edildiğini biliyoruz; elektriksek sistemler ise daha çok ohm yasasına uyma eğilimindedir [85].

-Elektrokimyasal sistemlerde zamanla sapma gözleendiğinden stabil bir durum aranmamalıdır. Bu pasif birimlerde böyle bir sorun yoktur [86].

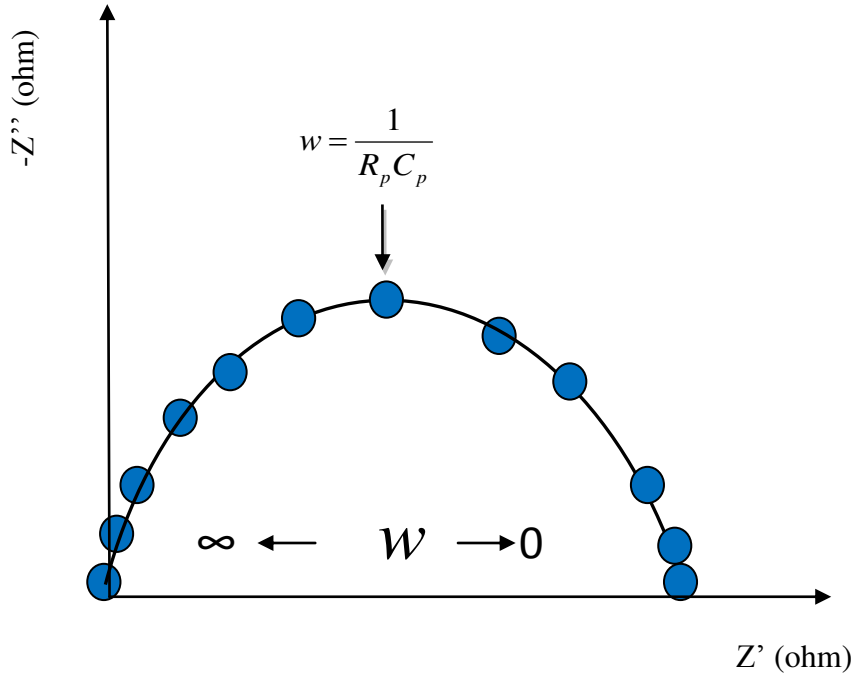
-Pasif birimlerde yine negatif direnç gözlenmezken aktif birimlerde deneysel olarak negatif direnç gözlenmektedir [86].

Elektrokimyasal empedans spektroskopisi incelemesinde grafikler, Bode eğrileri ve Nyquist eğrileri ile sıklıkla incelenmektedir. Bu iki eğri tipinin de kendine göre avantajları bulunmaktadır. Nyquist eğrilerinde sanal dirence karşılık, gerçek direncin eğrisi verilirken, Bode eğrisinde daha ayrıntılı bir sunum görülmektedir. Bode eğrisi gerçel ve sanal dirençlerin frekansa karşı grafiğı ve aynı zamanda faz farkına karşı frekans eğrilerinden oluşmaktadır. Bode eğrilerinde toplam direncin frekansa göre değişimi de verilebilir Böylece bu eğrilerde, belirli frekans değerlerinde direnç değerlerini görmek bu eğri tipini avantajlı kılmaktadır. Ancak Nyquist eğrisinde de elektrot üzerinde yürüyen olayları görmek daha kolay olabilmektedir. Örneğın; reaksiyon kontrolünün difüzyonla mı yoksa kinetik olarak mı ilerlediğı eğriden açıkça görülmektedir. Veya yüzey özellikleri hakkında da yine yorumlamalar bu eğri tipinden hareketle gerçekleştirilebilmektedir [87-88]. Verileri yorumlarken en çok karşılaşılan eğriler Nyquist eğrileridir

Empedans spektroskopisi verilerinin elektriksel eşdeğer devrelerinin temelinde Randless devresi vardır. Randless devresi Şekil 3.14' de verilmiştir. Randless devresi, paralel bağılı kapasitör ve dirençten oluşmaktadır. Randless devresinin karşılığı olan Nyquist eğrisi ise Şekil 3.15' de görüldüğü gibi yarım bir daireden oluşmaktadır.



Şekil 3.14. Randless devresi.



Şekil 3.15. Randles devresinin Nyquist eğrisi.

$$Z = \frac{R_p}{1 + w^2 R_p^2 C_p^2} - i \frac{w R_p^2 C_p}{1 + w^2 R_p^2 C_p^2} \quad (3.6)$$

Elektrokimyasal bir olayda akım Faradayik ve kapasitif akımların toplamı olarak ifade edilmektedir. Kapasitif akımlar Şekil 3.14’ deki devrede, kapasitans (C_p) üzerinden ilerlerken, Faradayik akımlar polarizasyon direnci (R_p) üzerinden ilerlemektedir. Kapasitif akımların büyüklüğü veya kapasitans, elektrokimyasal çift tabakayı temsil etmektedir. Dolayısı ile kapasitansın değeri çift tabakanın elektrot üzerinde yürüyen olaylar üzerindeki baskınlığı hakkında bilgi vermektedir. Empedansın değeri bu değişkenlere bağlı olarak Denklem 3.6 da görülmektedir. Frekanstaki değişime bağlı olarak Faradayik akımın oluşturduğu direnç ise iki bölgede incelenmektedir. Birincisi düşük frekans değerlerinde zaman yeterince uzun olduğunda kütle aktarımı söz konusu olmaktadır. Dolayısı ile bu kütle aktarımının zorluğu için bir direnç ifadesi yazılmaktadır. Bu, Warburg empedansı olarak ifade edilmektedir. Eğer frekans yüksek ise artık kısa zamanda olay incelenmektedir ve elektron hareketinin

direnci baskın olmaktadır. Kütle aktarımı söz konusu ise difüzyon kontrol, yük aktarımı söz konusu ise kinetik kontrol sistemde baskındır. Randless devresinden yola çıkarak çözelti direnci, çift tabaka kapasitansı, polarizasyon direncinin değerleri belirlenebilmektedir. Nyquist devresinde frekansın maksimum olduğu nokta, yani x eksenini ilk kestiği nokta, çözelti direncini; x eksenin ikinci kesim noktası ile çözelti direnci arasındaki fark ise polarizasyon direncini vermektedir [85].

Deneysel yöntem olarak empedans spektroskopinin temel prensibi kullanılmıştır. Bir DC potansiyel üzerine küçük genlikli bir AC potansiyel bindirilerek ölçümler alınmıştır. Mekanizma çalışması yapıldığından burada ilk olarak başlangıç olaylarını incelemek için belirli frekans aralığında tarama gerçekleştirilmiş, sonra elektrot kaplamasına bir süre devam edilmiş ve tekrar bu kaplama sonucunda elektrottaki değişimi araştırmak amacıyla tekrar tarama işlemlerine devam edilmiştir. Bu işlemler deney süresi boyunca periyodik olarak sürdürülmüştür.

Elektrokimyasal empedans spektroskopi deneyleri Şekil 3.16' da görülen İVİUMSTAT marka empedans analizör cihazı ile gerçekleştirilmiştir.



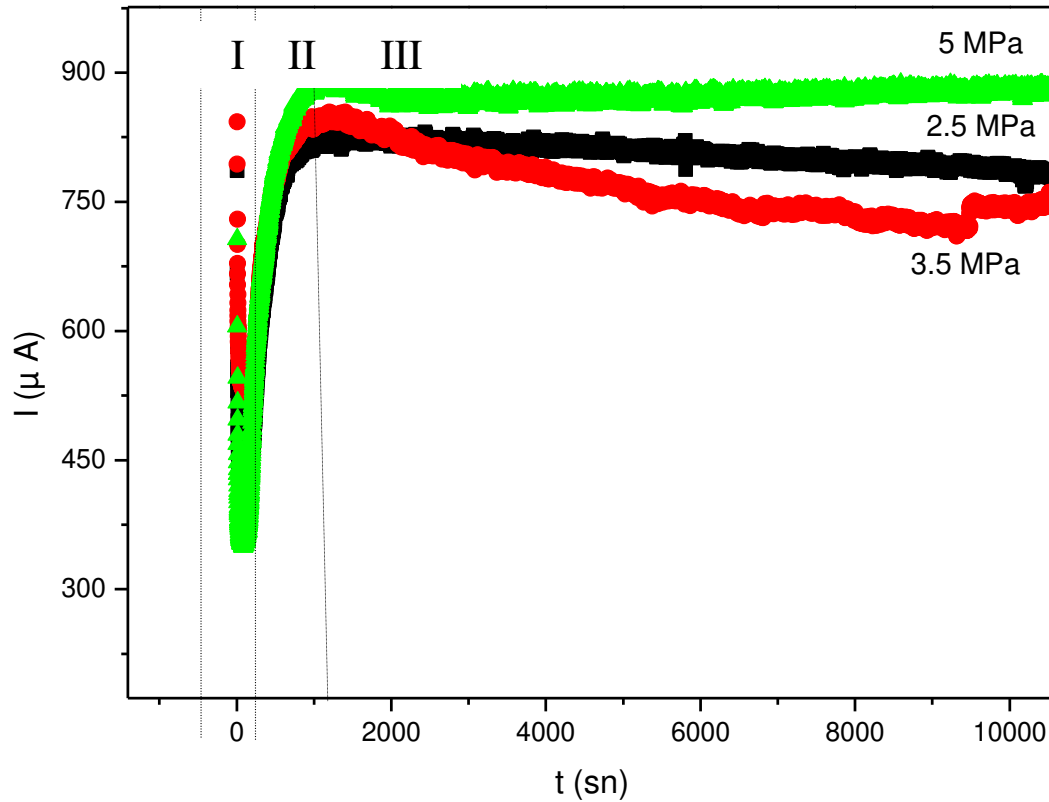
Şekil 3.16. Elektrokimyasal empedans spektroskopi ölçüm sisteminin fotoğrafı.

4. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1 NiFe/Cu Manyetik Kompozit Tellerde Elektrokimyasal Çekirdeklenme

Bu kısımda elektrokimyasal kaplama yöntemi ile NiFe/Cu manyetik kompozit teller üretilirken, telin çekirdeklenme ve büyüme mekanizması teorik bir model kullanılarak araştırılacaktır. NiFe/Cu telin üretim şartları Tablo 4.1’ de verilmiştir.

NiFe/Cu manyetik kompozit tellerin elektrokimyasal çekirdeklenme mekanizması üzerine tork ve stres değişkenlerinin etkisi daha önce araştırılmamıştır. Çekirdeklenme mekanizmasını açıklayabilmek için burada Scharifker-Hill modeli [77] kullanıldı.

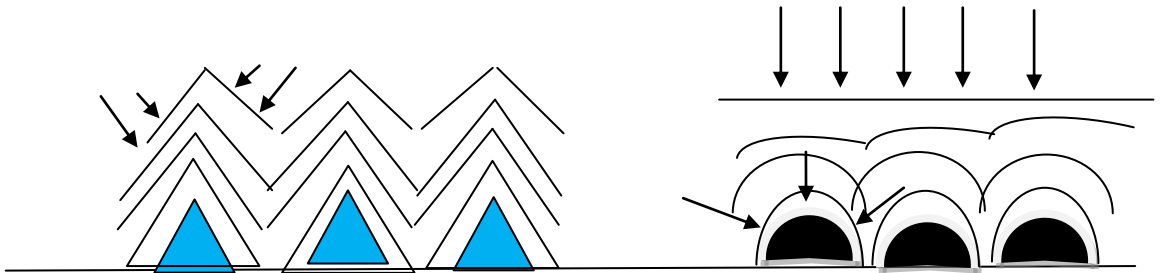


Şekil 4.1. 2.5, 3.5 ve 5 MPa stres değerleri için NiFe/Cu kompozit telin elektrokimyasal kaplama eğrileri.

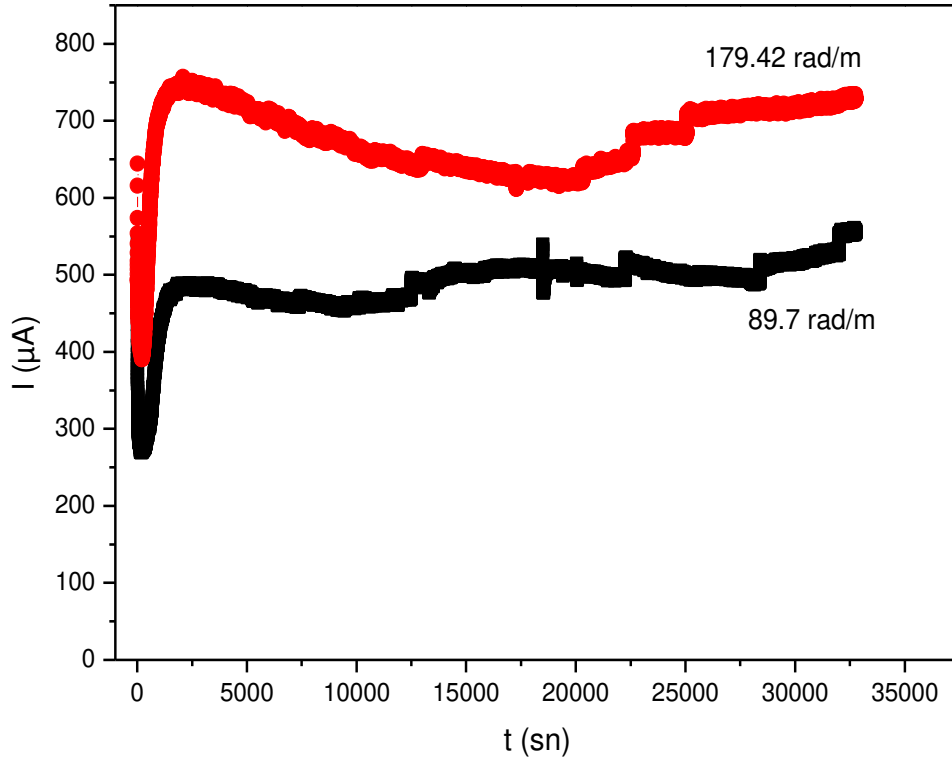
Şekil 4.1’ de NiFe/Cu tele ait elektrokimyasal kaplama eğrileri görülmektedir. Eğri üç bölgeden oluşmaktadır. Birinci bölgede akım zamanla ani bir şekilde düştüğü görülmektedir. Akımın ani düşüşü elektrot yüzeyinde oluşan elektrostatik çift tabaka ile açıklanmaktadır. Bu akım kapasitif akımdır. Değeri empedans spektroskopi verilerinden

kolaylıkla hesaplanabilmektedir. İkinci bölgede akımın zamanla tekrar artmaya başladığı görülmektedir. Akımın yükselmeye başladığı andan itibaren çekirdeklenme süreci başlamaktadır. Akım yoğunluğu ikinci bölgede sürekli artmaktadır; çünkü sürekli yeni çekirdek merkezleri oluşmaktadır. Aynı zamanda oluşan çekirdek merkezlerinin büyümesini sürdürmesi akımı artıran diğer bir faktördür. Üçüncü bölgede akım yoğunluğu farklı davranışlar gösterebilir; azalabilir ya da artabilir. Bu tamamen çekirdeğin geometrisi ile ilgilidir [89]. Eğer çekirdeklenme başlangıçta yarı küresel geometriye sahip olacak şekilde oluşmuşsa, bir süre sonra çekirdek merkezlerinin büyümesinin sonucunda, yarı küresel difüzyon bölgeleri çakışmaya başlayacaktır. Bu nedenle kütle aktarımının gerçekleştiği yüzeylerde azalma gözlenecektir. Sonuç olarak da akım zamanla azalma gösterecektir. Eğer çekirdeklenme üçgensel şekillere sahipse, difüzyon bölgelerinin çakışma alanları daha az olacağından akım yoğunluğunda bir azalma gözlenmeyecektir. Her iki durum içinde, difüzyon bölgeleri zamanla lineer difüzyon bölgesine dönüşmektedir [89-90]. Lineer difüzyon bölgesinin oluşması sonucunda akım, kararlı bir hal almaktadır. Üçüncü bölgede akımın zamanla artışına yeni çekirdek merkezlerinin oluşması veya difüzyon bölgelerinin büyümesi sebep olabilir. Çekirdeklenme ve büyüme mekanizmaları Şekil 4.2' de verilmiştir.

Şekil 4. 1' de, tel üzerindeki stresin değeri arttıkça, katodik akım yoğunluğunun stresle orantılı olarak arttığı görülmektedir. 2.5 MPa stres için akım maksimum akım yaklaşık 800 μA , 3.5 MPa stres için maksimum akım yaklaşık 870 μA , 5 MPa stres için maksimum akım yaklaşık 900 μA olarak gözlenmiştir. Aynı zamanda stres azalırken akım yoğunluğunun maksimuma ulaştığı sürede kısalmıştır. Bu durum çekirdeklenmenin daha kısa sürede gerçekleştiğini göstermektedir. Stres azalırken çekirdeklenme hızı artmıştır. 2.5 MPa, 3.5 MPa ve 5 MPa için bu süre sırası ile 860 sn, 1044 sn ve 1188 sn olarak gözlenmiştir.

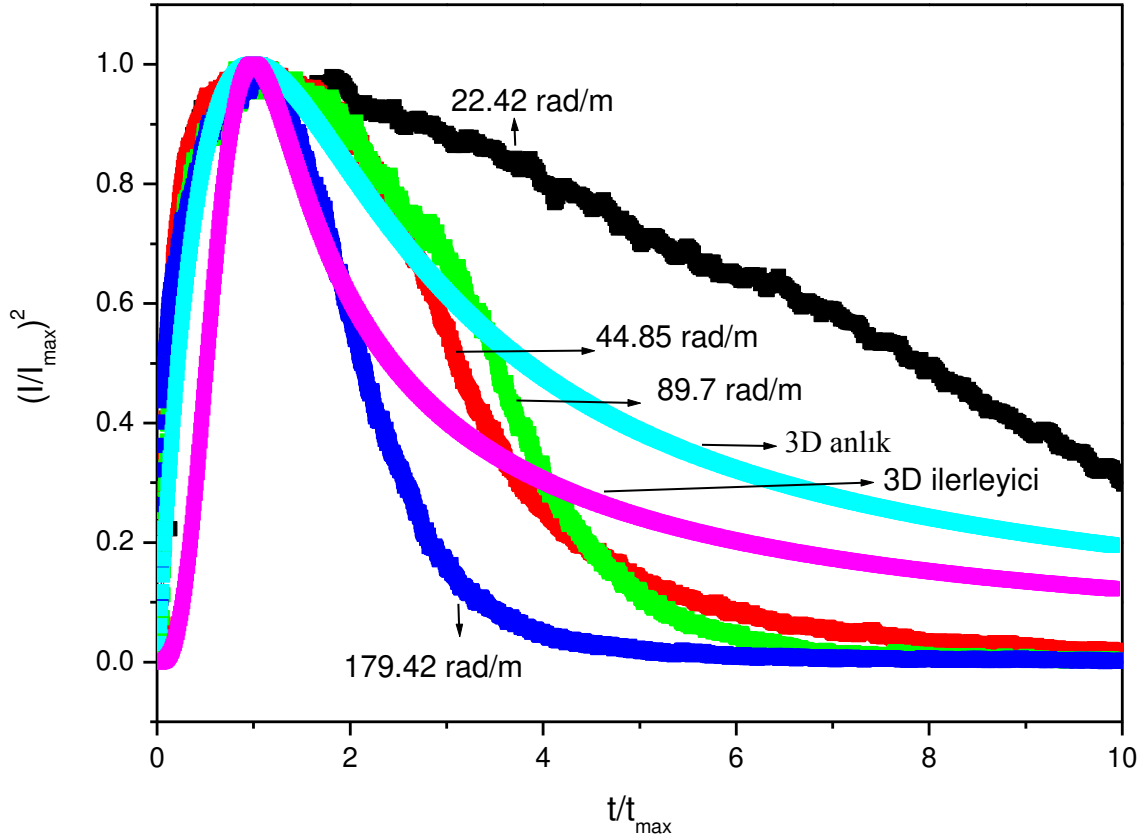


Şekil 4.2. Çekirdek oluşumu ve büyümesi.



Şekil 4.3. 89.7 rad/m ve 179.42 rad/m tork uygulanarak elde edilmiş NiFe/Cu telin elektrokimyasal kaplama eğrisi.

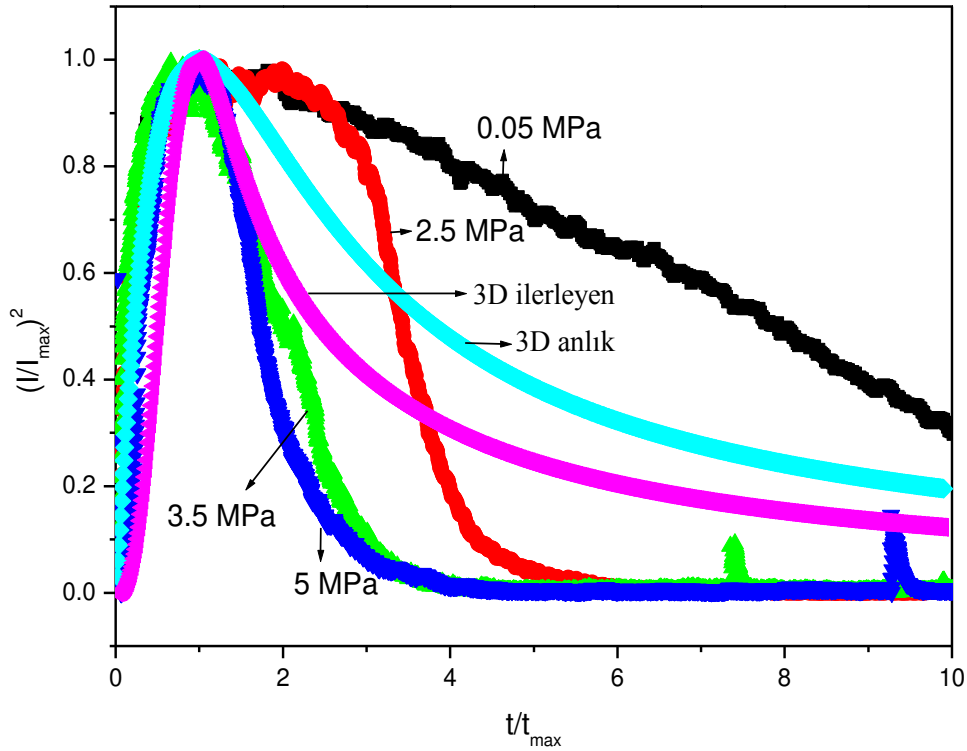
Şekil 4.3’ de elektrokimyasal kaplama süresince tele tork uygulanmış numuneler için akım-zaman eğrileri görülmektedir. Torkun artırılması sonucunda katodik akım yoğunluğunun da arttığı görülmektedir. 89.7 rad/m tork için maksimum akım yoğunluğu 0,5 mA değerinde iken, 179.42 rad/m tork için maksimum akım yoğunluğu 0,75 mA ölçülmüştür. Akımın maksimuma ulaşma süresi, torkun artırılması ile artmıştır. Yani küçük tork değerlerinde çekirdeklenme daha kısa sürede oluşmaktadır. Büyük tork değerlerinde ise çekirdeklenme süreci daha uzun sürmektedir. Akımın maksimuma ulaştığı süre 89.7 rad/m ve 179.42 rad/m için sırası ile 497 sn ve 767 sn bulunmuştur. Bu da daha fazla sayıda çekirdek merkezi oluştuğunu gösterir.



Şekil 4.4. Farklı torklar uygulanarak üretilmiş NiFe/Cu kompozit tellerin $(I/I_{\max})^2$ - $(t/t_{\max})$ eğrileri.

Şekil 4.4' de NiFe/Cu tellere ait kaplama eğirlerinin verileri kullanarak elde edilmiş tellerin $(I/I_{\max})^2$ - $(t/t_{\max})$ eğrileri görülmektedir. 3 boyutta (3D) anlık ve ilerleyici eğriler, Scharifker-Hill denklemleri kullanılarak elde edilmiştir. Polikristal pirinç taban üzerinde NiFe nin elektrokimyasal çekirdeklenmesi üzerine yapılan çalışmalarda, NiFe nin üç boyutta anlık çekirdeklenmesi ve difüzyon kontrollü büyüme ile toplandığı rapor edilmiştir [91]. Sitrat, klorid ve glikolik asit ortamlarında Pt üzerinde büyütülen NiFe için, anlık çekirdeklenme mekanizmasının geçerli olduğu söylenmiştir [92]. Biz bütün eğrileri -1 V luk aşırı potansiyel altında elde ettik. Şekil 4.4' de, 22.42-179.42 tork altında elektrokimyasal kaplamaların gerçekleştiği sistemlerin akım zaman eğrilerinden elde edilen verilerin teorik verilerle karşılaştırması görülmektedir. 22.42-89.7 rad/m tork altında elde edilen numunelerin anlık çekirdeklenme mekanizmasına sahip olduğu söylenebilir. 44.85 rad/m ve 89.7 rad/m lik torklar için süre ilerledikçe ilerleyici çekirdeklenme mekanizmasının baskın hale geldiği görülmektedir. 179.42 rad/m tork altında üretilen numune, 3D ilerleyici çekirdeklenme yoluyla büyümektedir. Bu sonuç, çekirdeklenme mekanizmasını sadece çözelti konsantrasyonu [91-92], aşırı potansiyel

[91, 93] gibi değişkenlerin etkilemediğini, aynı zamanda elektrokimyasal kaplamada kullanılan Cu ya uygulanan torkun da önemli bir değişken olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.5. Farklı stresler uygulanarak üretilmiş NiFe/Cu kompozit tellerin $(I/I_{\max})^2$ - $(t/t_{\max})$ eğrileri.

Şekil 4.5’ de 0.1-5 MPa aralığında stres altında üretilen numunelerin elektrokimyasal akım-zaman eğrilerinden elde edilen $(I/I_{\max})^2$ - $(t/t_{\max})$ deneysel sonuçlar, anlık ve ilerleyici çekirdeklenmenin eğrileri ile karşılaştırılmıştır. 0.05 MPa stres altında üretilen numunede anlık çekirdeklenme mevcuttur. 2.5 MPa stres altında üretilen numunede başlangıçta anlık çekirdeklenme mevcutken, zamanla çekirdeklenme mekanizması ilerleyici olarak değişmiştir. Ancak stresin daha da artırılması ile birlikte çekirdeklenme mekanizmasının da değiştiği gözlenmiştir. 3.5 MPa ve üzeri stres değerlerinde üretilen numuneler 3D ilerleyici çekirdeklenme mekanizmasına sahiptir. Şekilde 3.5 MPa ve 5 MPa stres altında üretilen numunelerin sonuçları, ilerleyici büyümenin olduğunu göstermektedir. Sonuç olarak stres ve torkun farklı değerlerinin, sadece katodik akım yoğunluğunun değerini değiştirmekle kalmadığı aynı zamanda çekirdeklenme mekanizmasını da değiştirdiği gözlenmiştir.

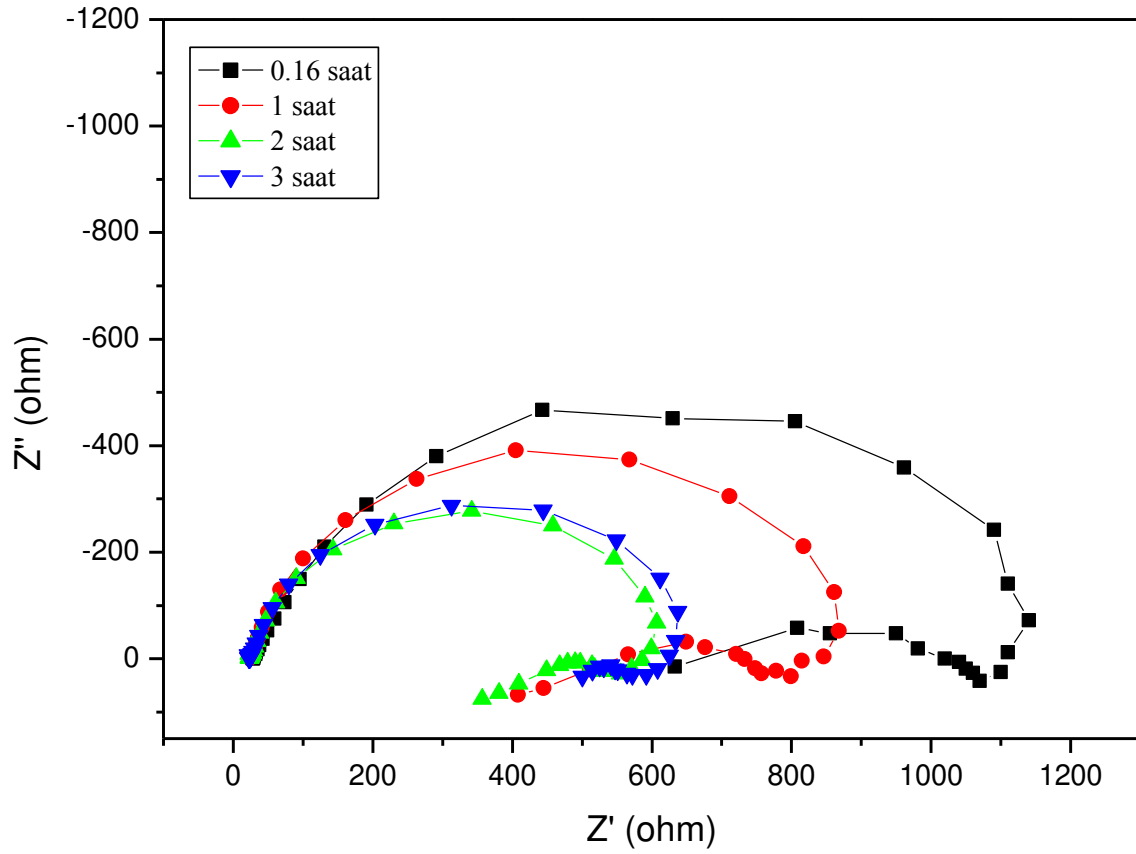
4.2. NiFe/Cu Kompozit Tellerin Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisiyle İncelenmesi

Korozyon deneyleri için 1 mM H_2SO_4 çözelti olarak kullanıldı. Pertürbe edici potansiyel 50 mV alındı. Tablo 4.3' de verilen şartlarda elektrokimyasal olarak üretilen NiFe/Cu kompozit tellerin korozyon çalışmalarında kullanıldı. Deneyler 10 kHz-10mHz frekans aralığında gerçekleştirilmiştir.

Empedans spektroskopisi verilerinde korozyon direnci, polarizasyon direncine karşılık gelmektedir [81]. Polarizasyon direnci, $f=0$ Hz değerinde ölçülen dirençtir. Korozyon oranı, polarizasyon direnci ile ters orantılı olarak değişir.

Şekil 4.6' da -0,27 V açık devre potansiyel (OCP) değerinde 10dk-3 saat aşındırmaya uğratılmış NiFe/Cu tellerin Nyquist diyagramı görülmektedir. Nyquist diyagramından elde edilen polarizasyon dirençleri ve çözelti dirençleri Tablo 4.1' de verilmiştir. Burada R_p , polarizasyon direncini, R_c , çözelti direncini göstermektedir. 0.16 saat, bir saat ve iki saat arasında korozyon oranı oldukça büyükken, 2 ve 3 saat arasındaki korozyon oranında büyük bir değişim gözlenmemiştir. Bu ince filmin kalınlığından kaynaklanan bir durumdur. Üç saat süre sonunda NiFe kaplama tamamen çözünmüştür. Başlangıçta 0.16 saat korozyon işlemi sonucunda, polarizasyon direnci 1000 ohm olarak gözlenmiştir. 1 saat korozyona uğratılmış NiFe/Cu' nun polarizasyon direnci 700 ohm değerine düşmüştür. Korozyon işlemi ilerletildikçe polarizasyon direncinin değeri de düşmüş ve 3 saat korozyon işlemi sonucunda 450 ohm olarak gözlenmiştir. Korozyona uğratılmamış kompozit telin SEM görüntüsü Şekil 4.8' de verilmiştir.

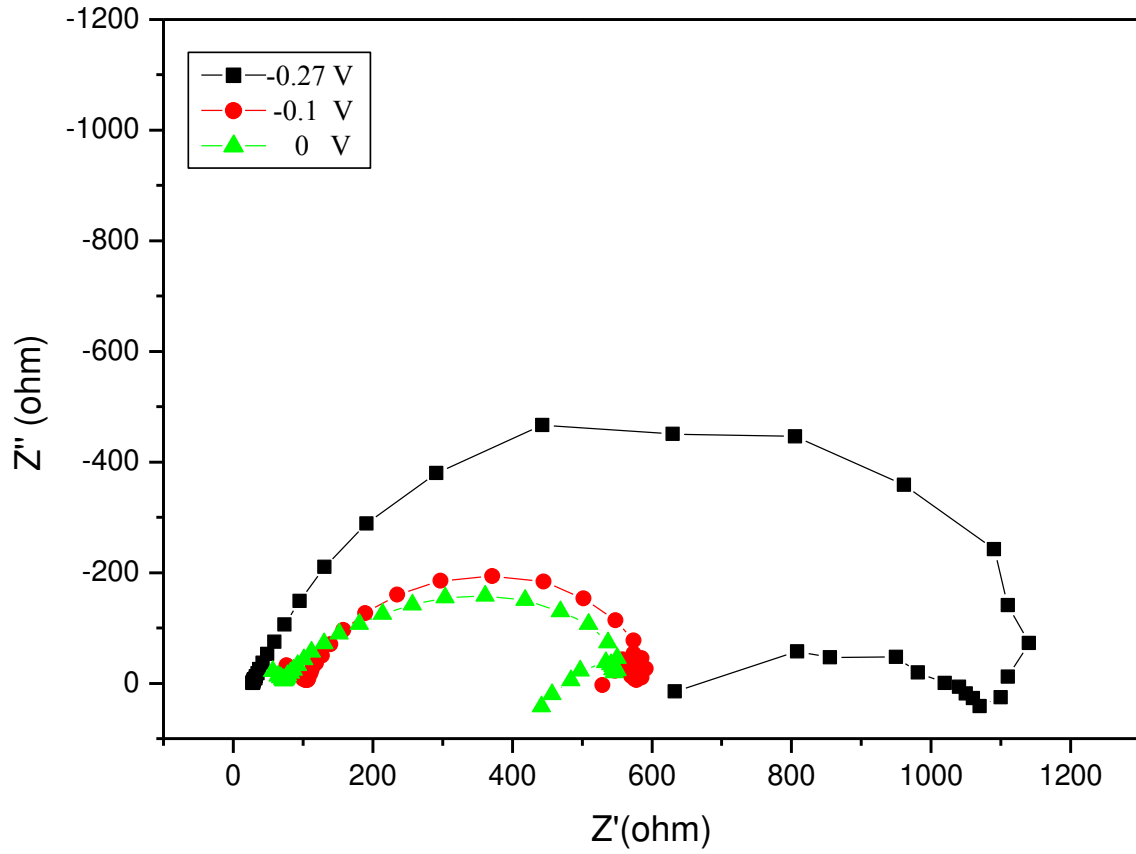
NiFe/Cu kompozit tellerin empedans spektroskopisi sonuçlarında yüksek frekanslarda bir kapastif bölge gözlenirken, düşük frekanslarda ise indüktif bir bölge gözlenmektedir. Böyle bir korozyon davranışı gösteren sistemin eş değer devresi Şekil 2.23' deki gibi olmalıdır.



Şekil 4.6. NiFe/Cu telin, -0,27 V potansiyel değerinde farklı sürelerde korozyonundan sonra elde edilen Nyquist diyagramı.

Tablo 4.1. Şekil 4.6’ deki Nyquist eğrilerinden elde edilen polarizasyon ve çözelti direnci değerleri.

t (saat)	R_p (ohm)	R_c (ohm)
0.16	1000	20
1	700	20
2	500	20
3	450	20



Şekil 4.7. NiFe/Cu telin farklı potansiyel değerlerinde 0.16 saat korozyonu sonucu elde edilen Nyquist diyagramı.

Tablo 4.2. Şekil 4.7’ deki Nyquist eğrilerinden elde edilen polarizasyon ve çözelti direnci değerleri

V (V)	R_p (ohm)	R_c (ohm)
-0.27	1000	20
-0.1	450	100
0	330	100

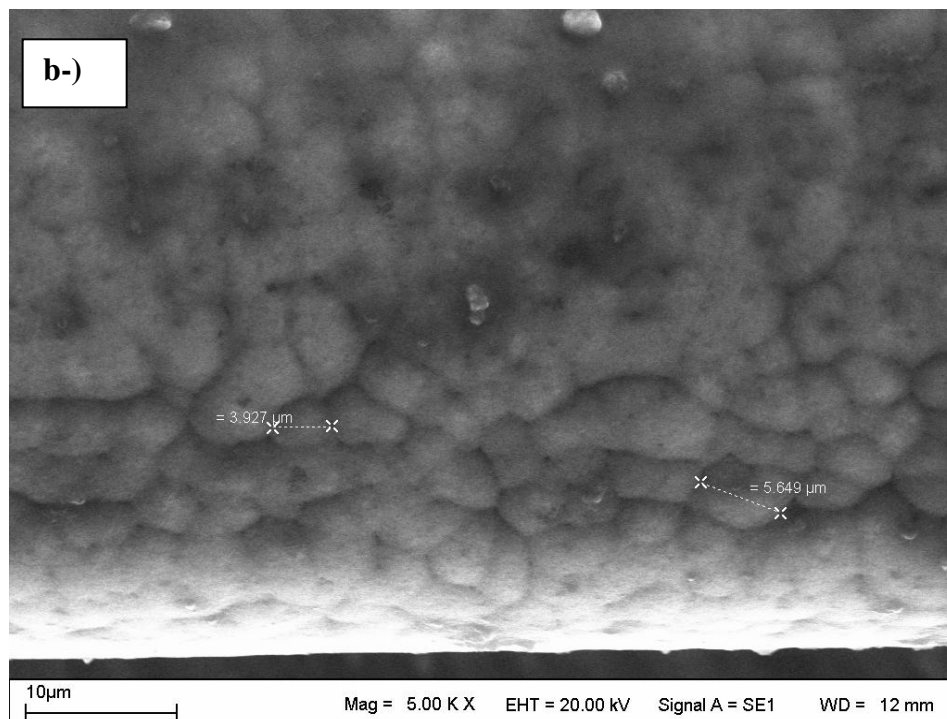
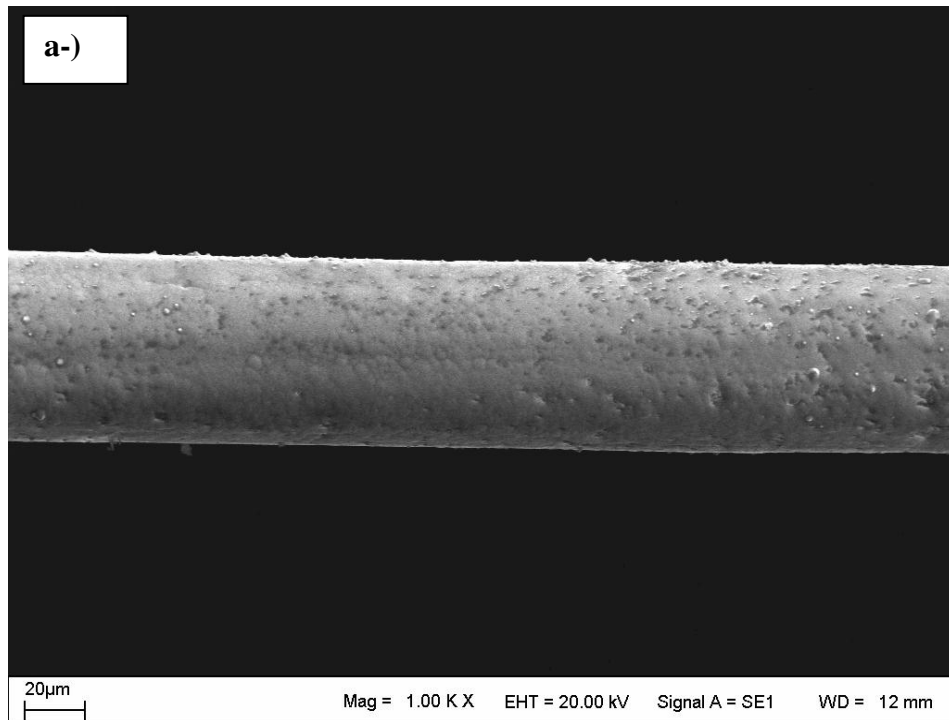
Korozyon işlemleri için NiFe/Cu tel 0,16 saat -0,27 V, -0.1V ve 0 V da sülfürik asit içerisinde aşındırılmıştır. Elde edilen Nyquist diyagramı görülmektedir (Şekil 4.7). Yüksek frekanslarda kapastif bir yarım daire, düşük frekanslarda ise yine indüktif bir bölge oluşmuştur. Bu eş değer devrenin Şekil 2.23' deki gibi olacağını ifade eder. Nyquist diyagramının yarım daire şeklinde çıkması çözünmenin tamamen kinetik kontrollü olduğunu, difüzyon akımlarından bir katkı gelmediğini gösterir [79]. Korozyon potansiyelinin değerinin negatif yönde artması ile birlikte korozyon oranının da daha hızlı arttığı görülmektedir. Ancak korozyon mekanizmasının bu artışla değişmemektedir. Tablo 4.2' de farklı potansiyellerde korozyon işlemi sonucunda elde edilen direnç değerleri görülmektedir. -0.1 V korozyon sonucunda polarizasyon direnci 450 Ohm iken, daha anodik potansiyellerde polarizasyon direncinin değeri düşmüştür. 0 V da korozyona uğratılan NiFe/Cu tel için polarizasyon direnci 330 ohm olarak bulunmuştur.

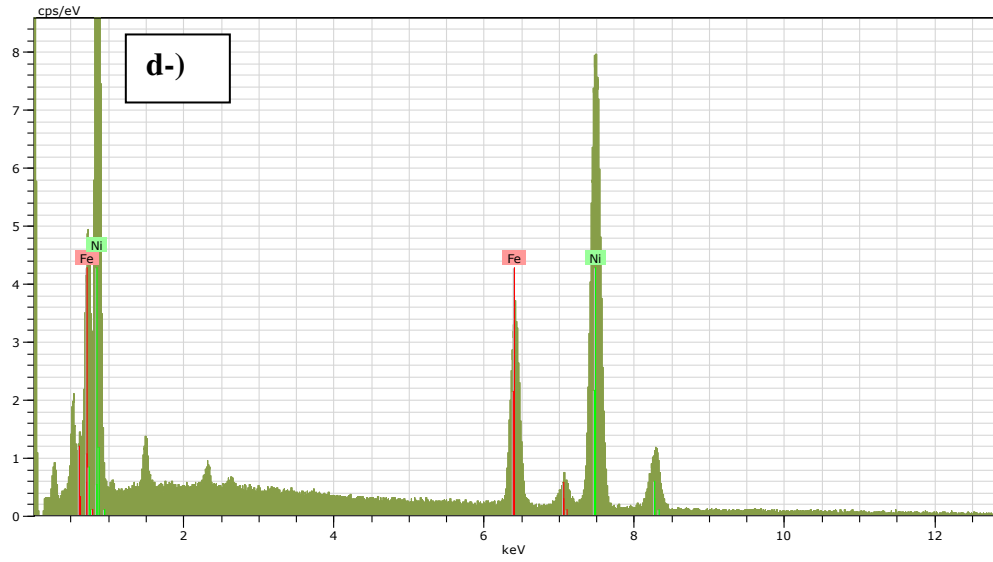
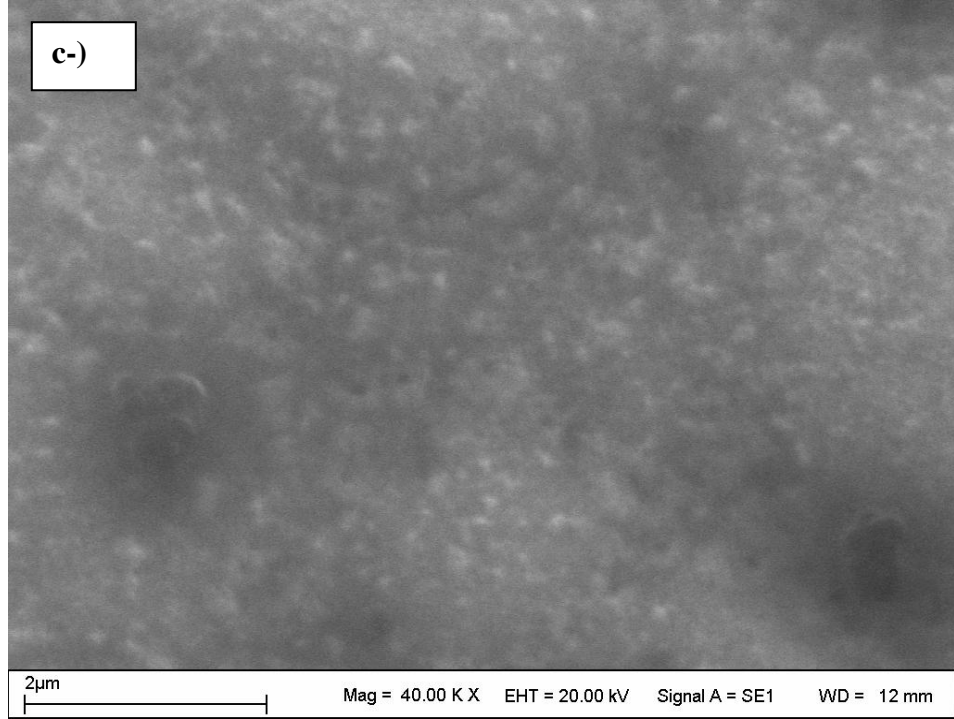
Farklı korozyon potansiyelleri sonucu, NiFe/Cu tellerin yüzeyindeki değişim SEM ve EDX ile belirlenmiştir (Şekil 4.8-4.13). Şekil 4.8' de üzerine hiçbir işlem uygulanmamış NiFe/Cu kompozit telin farklı büyütmelerde SEM fotoğrafları ve EDX analizi sonuçları verilmiştir. SEM görüntülerinden homojen yüzeye sahip bir kaplamanın olduğu görülmektedir. Kaplamanın kalınlığı SEM fotoğraflarından yaklaşık 20 μm olarak belirlenmiştir. Şekil 4.8b' de 5000 kat büyütmede kompozit telin tanecikli yapısı görülmektedir. Bu taneciklerin çapı yaklaşık olarak 3-5 μm arasında değişmektedir. Şekil 4.8c' de 40000 kat büyütmede verilen tanecikler üzerinde daha küçük çekirdeklenmelerin olduğu gözlenmiştir. Şekil 4.8d' de verilen EDX analizinden $\text{Ni}_{78.80}\text{Fe}_{21.20}$ yapısının olduğu belirlenmiştir. Şekil 4.9' da 0,27 V' da, 1mM H_2SO_4 içinde 1 saat korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX fotoğrafları görülmektedir. 1 saatlik korozyon sonucunda, 7 μm kalınlığında kaplamanın kaldığı ve yüzeyde yeryer deformasyonların başladığı gözlenmiştir. 1 saat korozyona uğratılmış yüzeyde tel boyunca oluşan deformasyon Şekil 4.9b' de daha net bir şekilde görülmektedir. Şekil 4.9c' de görülen SEM fotoğrafında ise 3-5 μm boyutunda taneciklerin yüzeyde olduğu görülmektedir. Şekil 4.9d' de verilen EDX analizinden $\text{Ni}_{85.14}\text{Fe}_{14.86}$ yapısının olduğu belirlenmiştir.

Korozyon süresi 2 saate çıkarıldığında kaplama yüzeyinde gözeneklerin oluşmaya başladığı belirlenmiştir (Şekil 4.10). Şekil 4.10b' de 5000 ve 25000 kat

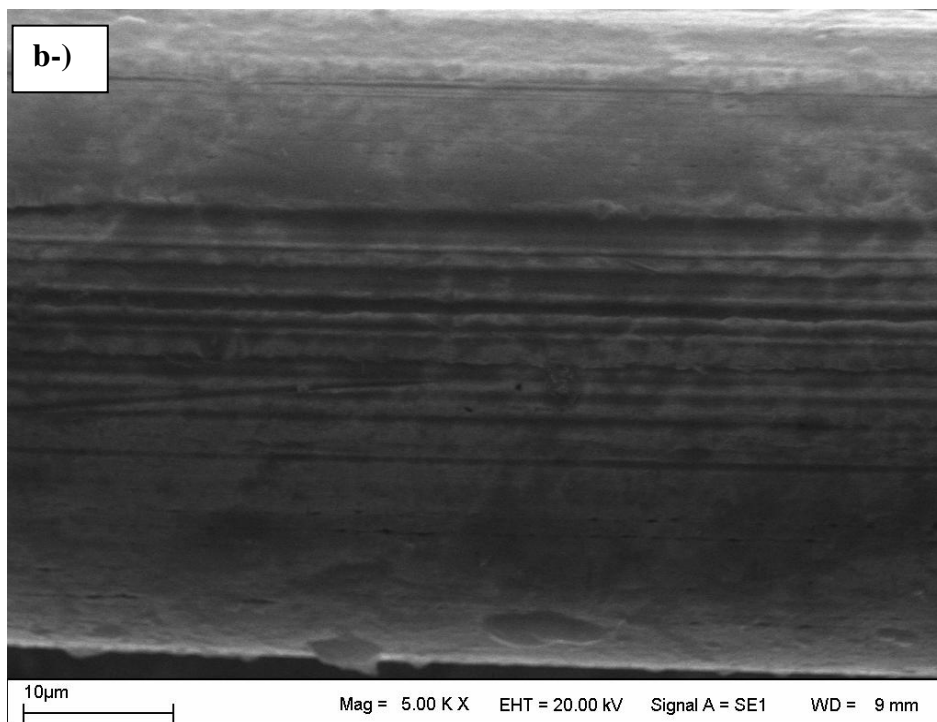
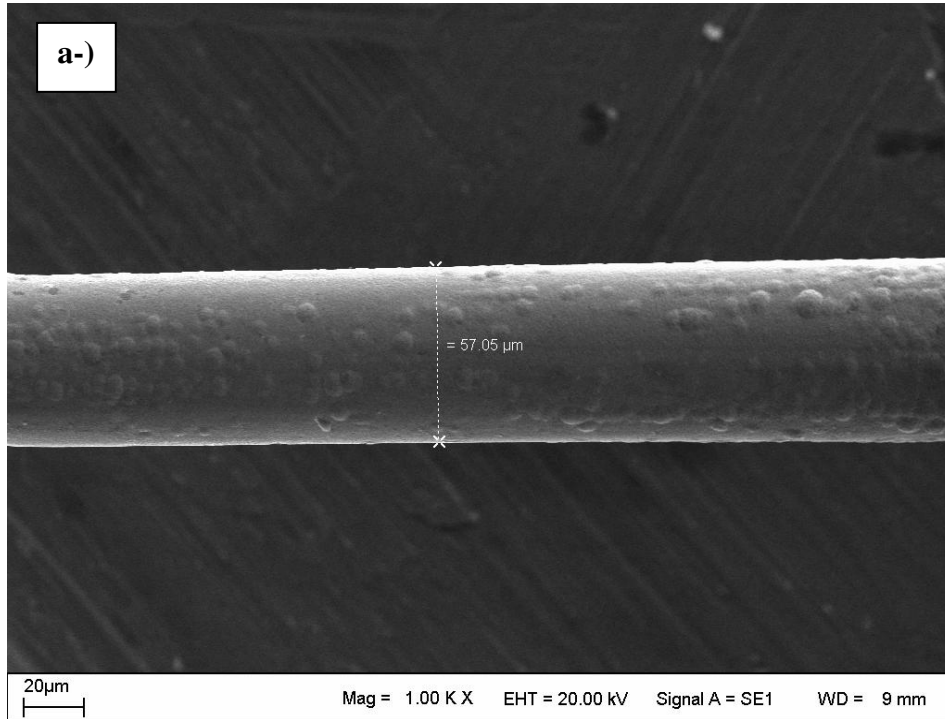
büyütmelerde elde edilen SEM fotoğraflarından bu gözenekler daha ayrıntılı olarak görülmektedir. Şekil 4.10d' de verilen EDX analizinden tel kompozisyonunun $\text{Ni}_{86.30}\text{Fe}_{13.70}$ olduğu belirlenmiştir. Şekil 4.11' de -0,27 V' da, 3 saat korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX fotoğrafları görülmektedir. Şekil 4.11a' da 3 saatlik korozyon sonucunda 3 μm kalınlığında kaplama kaldığı belirlenmiştir. 3 saat korozyon sonrası, tel boyunca yaklaşık 5-7 μm çaplı büyük gözenekler olduğu gözlenirken (Şekil 4.11b), ayrıca bu gözeneklerin içinde 150-200 nm çaplı taneciklerin de yer aldığı belirlenmiştir (Şekil 4.11c). Şekil 4.11d' de verilen EDX analizinden telin kimyasal kompozisyonu $\text{Ni}_{77.90}\text{Fe}_{22.97}$ olduğu belirlenmiştir.

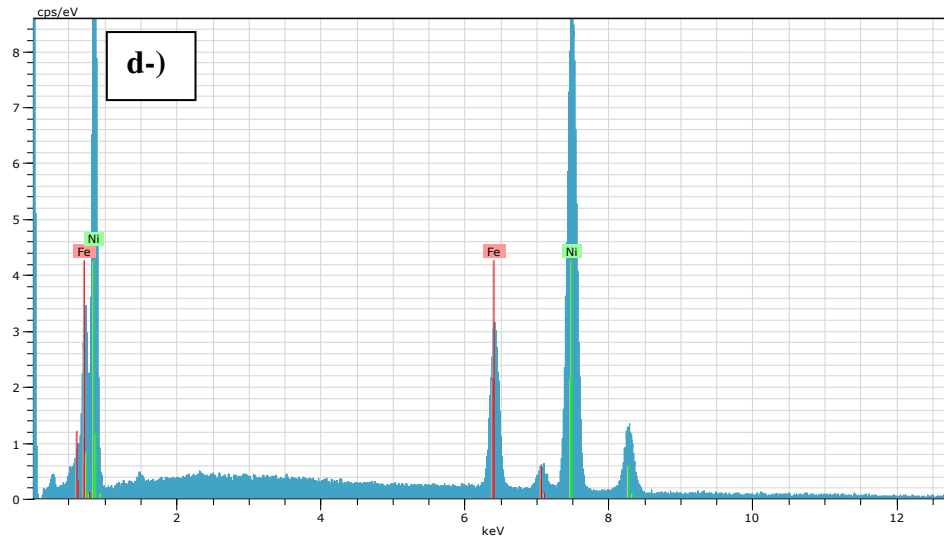
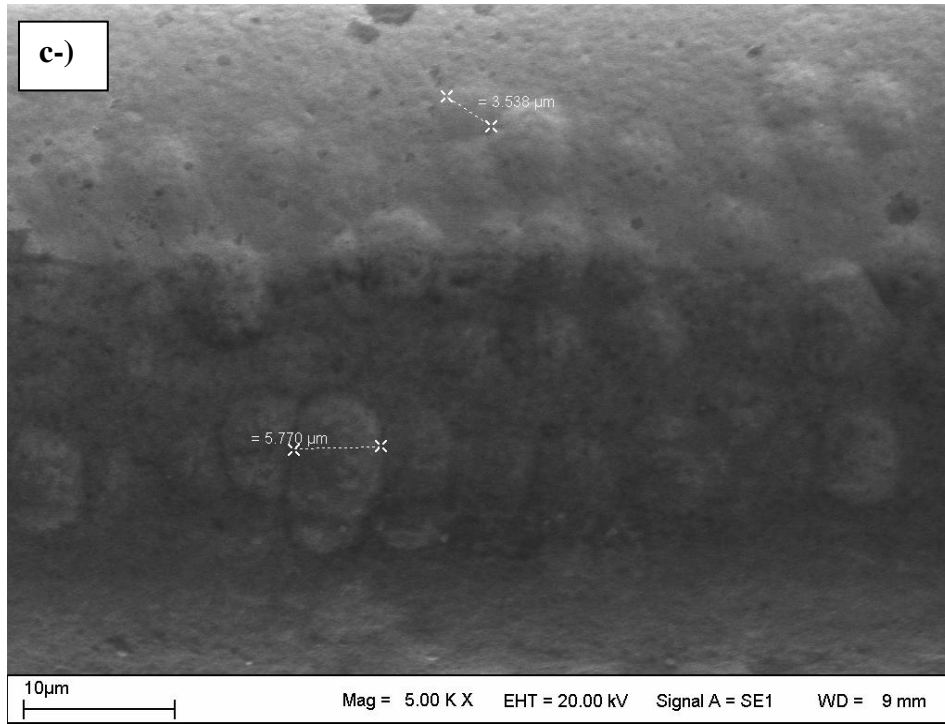
Şekil 4.12 ve Şekil 4.13 da ise 0 V-0,1 V da 1 mM H_2SO_4 içinde korozyona uğratılmış NiFe/Cu nun SEM ve EDX görüntüleri verilmiştir. SEM fotoğraflarından tel çapının 45 μm olduğu belirlenmiştir. Deneylerde kullanılan Cu telin çapı 50 μm olup,gözlenen yapı sadece taban olarak kullandığımız Cu tele aittir. Şekil 4.12b ve Şekil 4.13b' de yapıda Fe ve Ni' in artık yer almadığını göstermektedir. Verilen EDX analizi de bunu doğrulamaktadır.



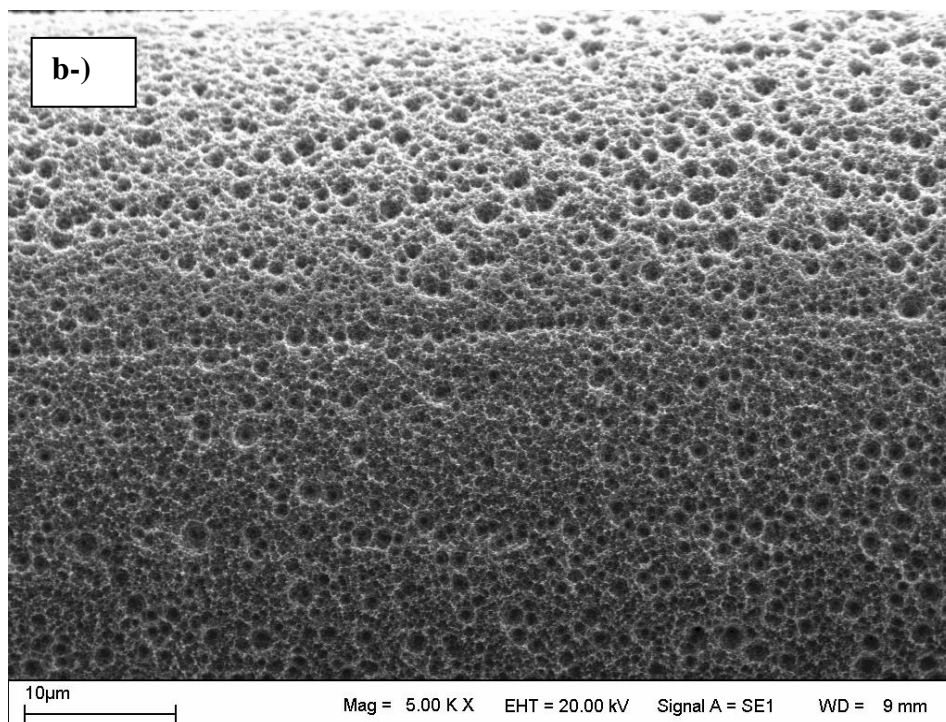
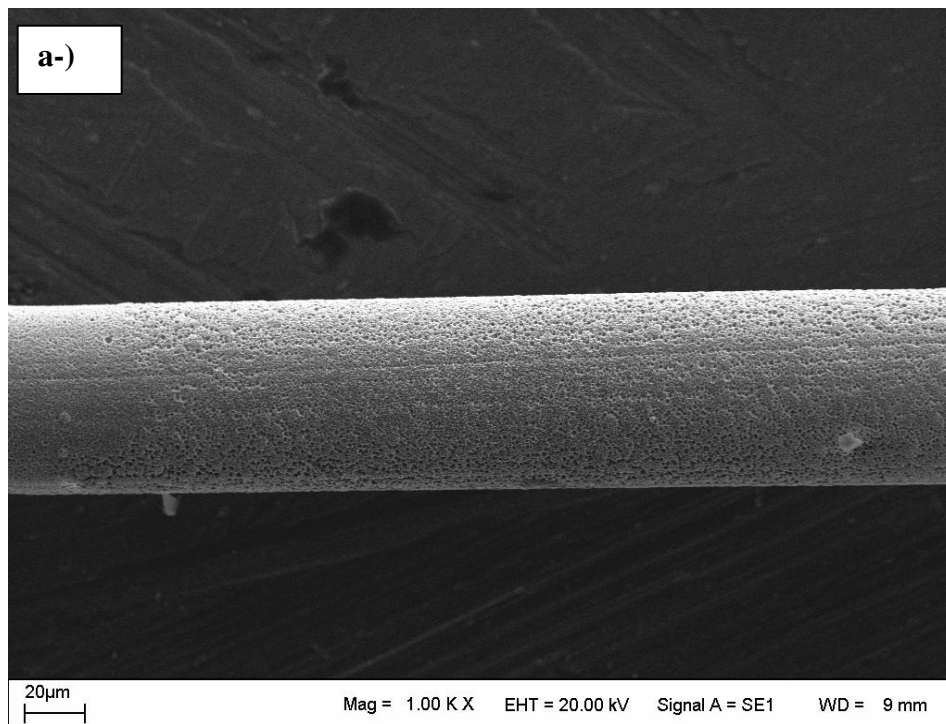


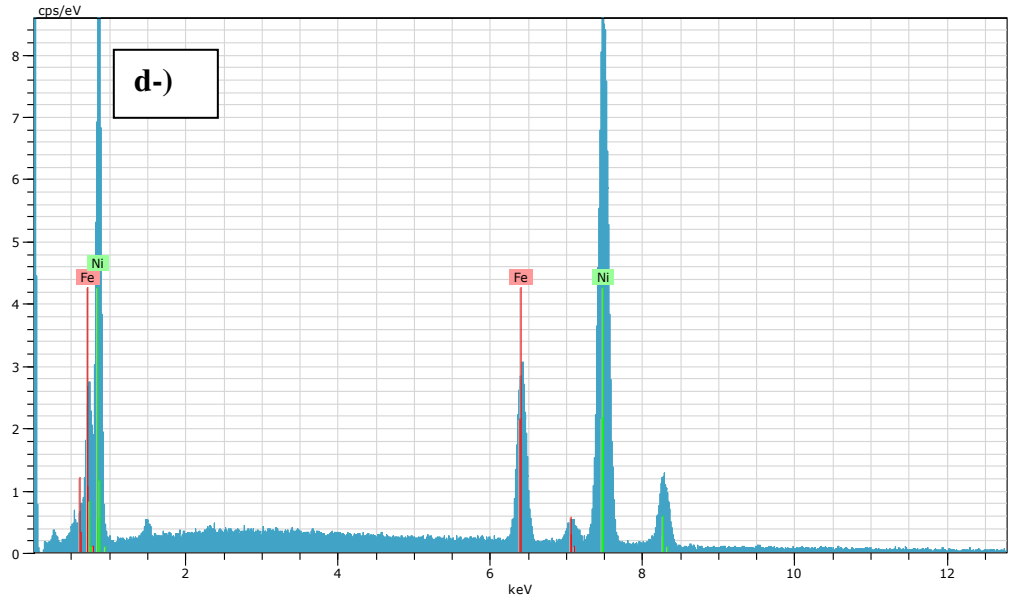
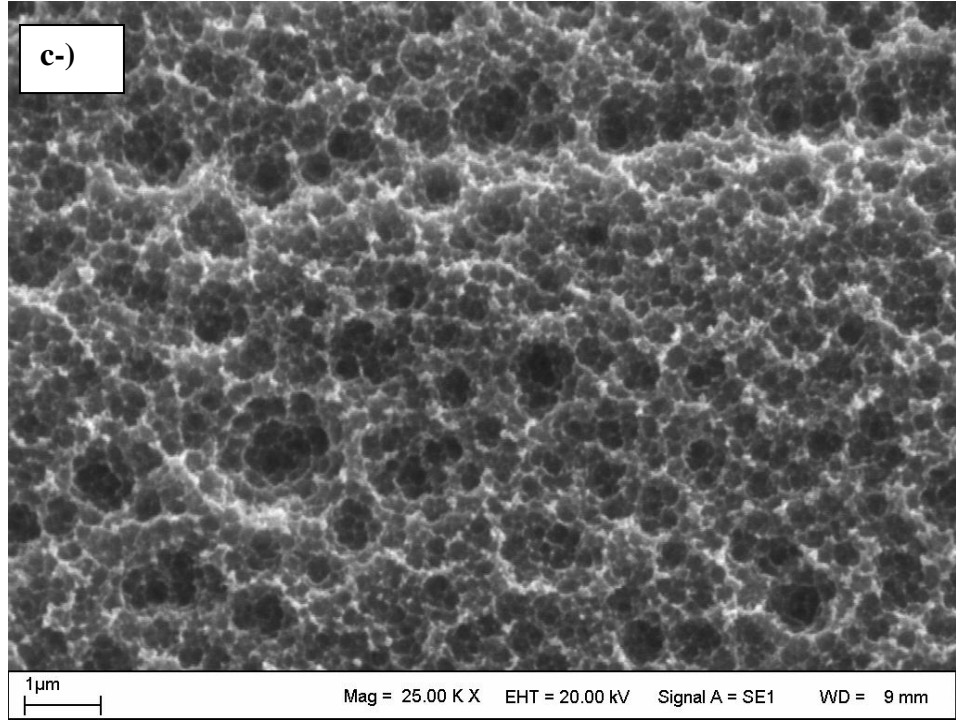
Şekil 4.8. Korozyon işlemi uygulanmadan önce NiFe/Cu tellerin SEM ve EDX görüntüleri. **a-)** 1000 kat, **b-)** 5000 kat, **c-)** 40000 kat büyütme, **d-)** EDX



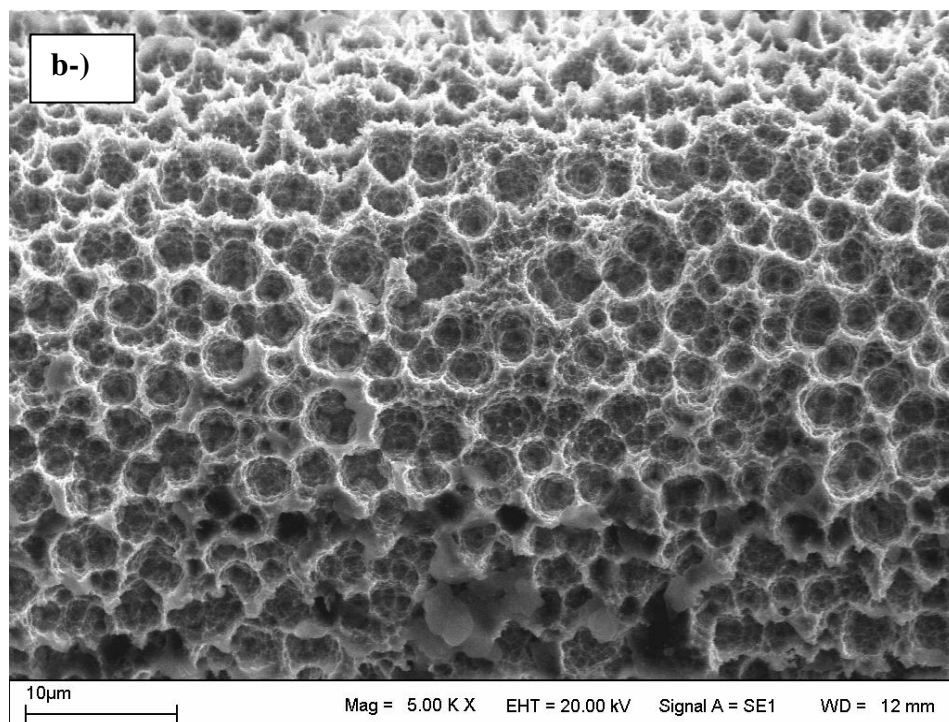
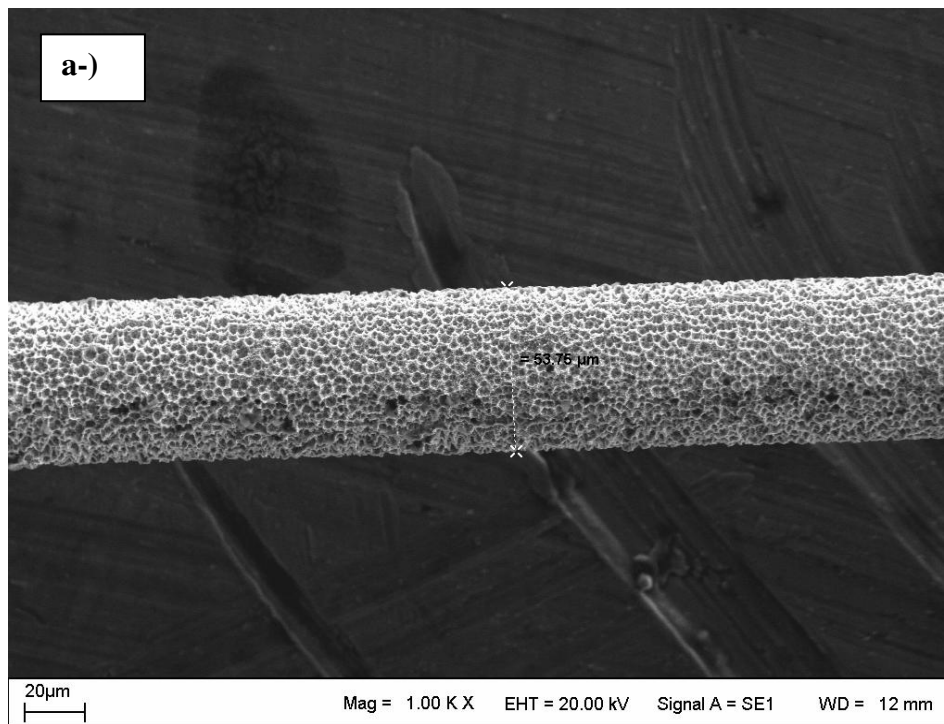


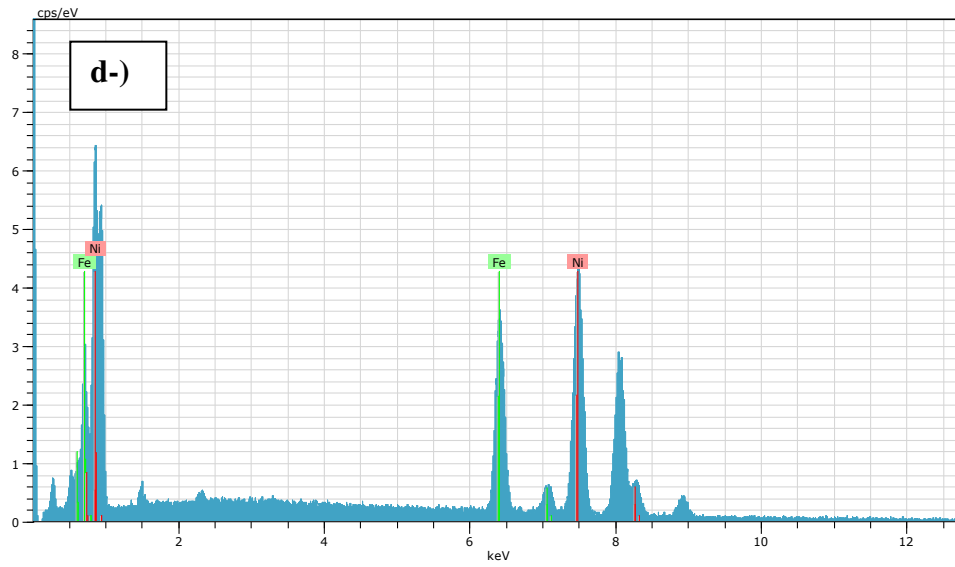
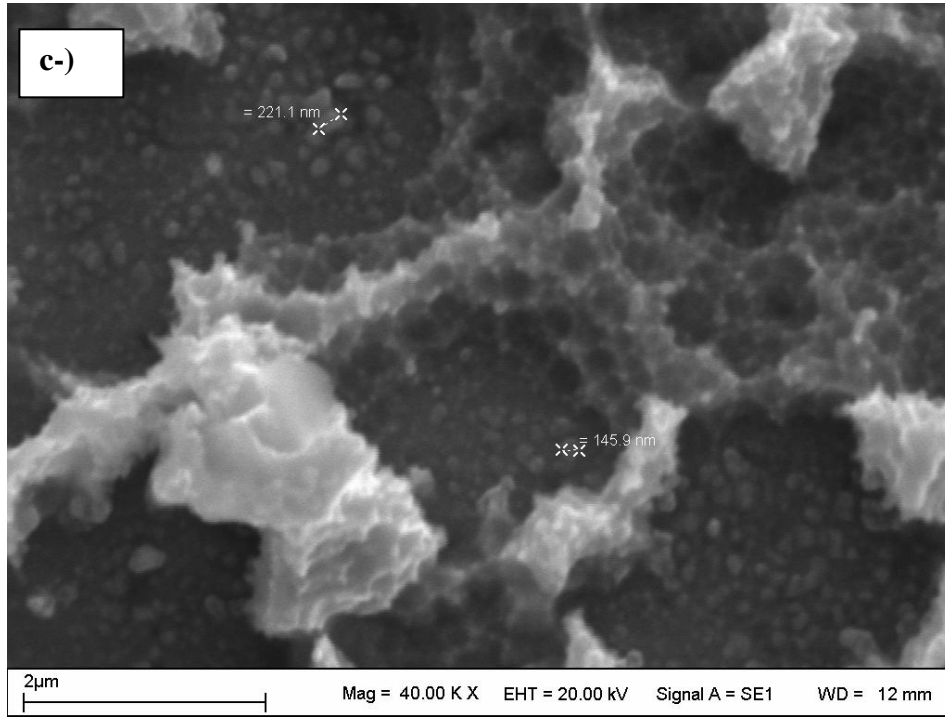
Şekil 4.9. 0,27 V OCP değerinde 1 saat 1 mM H_2SO_4 içinde korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX görüntüleri. **a-)** 1000 kat, **b-)** 5000 kat, **c-)** 5000 kat büyütme, **d-)** EDX



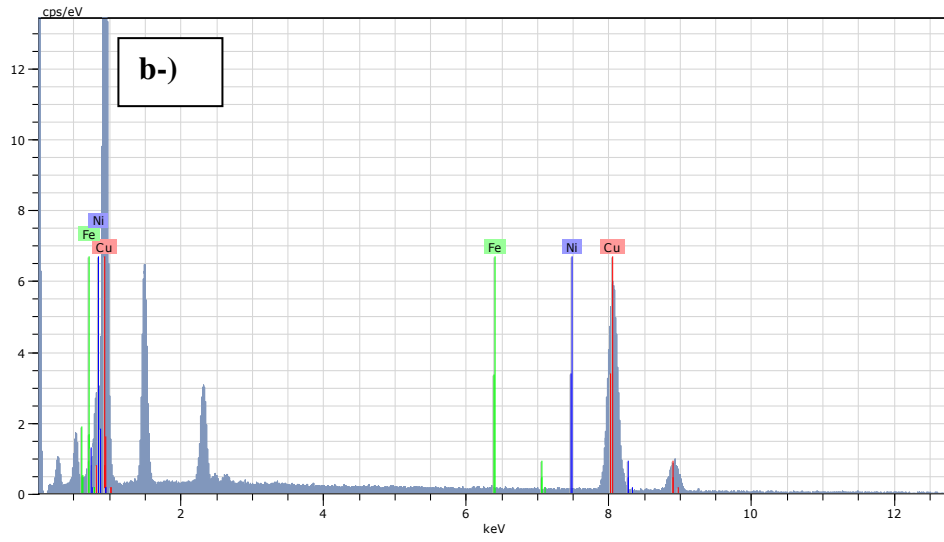
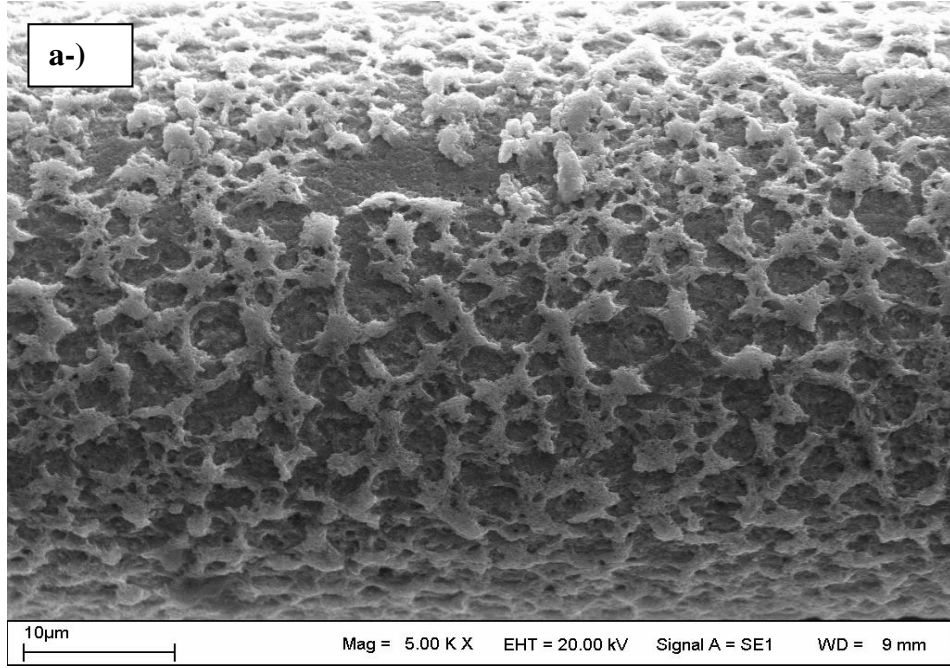


Şekil 4.10. 0,27 V OCP değerinde 2 saat 1 mM H₂SO₄ içinde korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX görüntüleri. **a-)** 1000 kat, **b-)** 5000 kat, **c-)** 25000 kat büyütme, **d-)** EDX

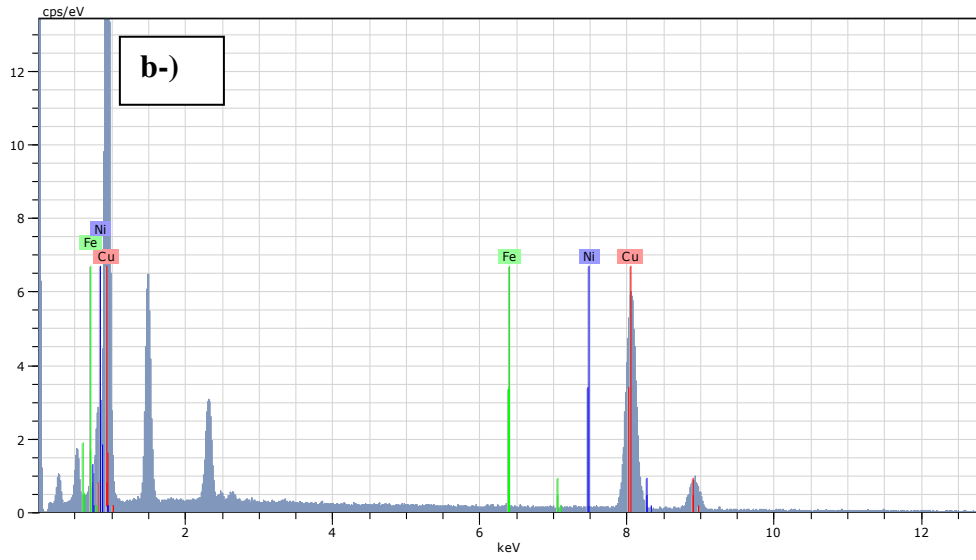
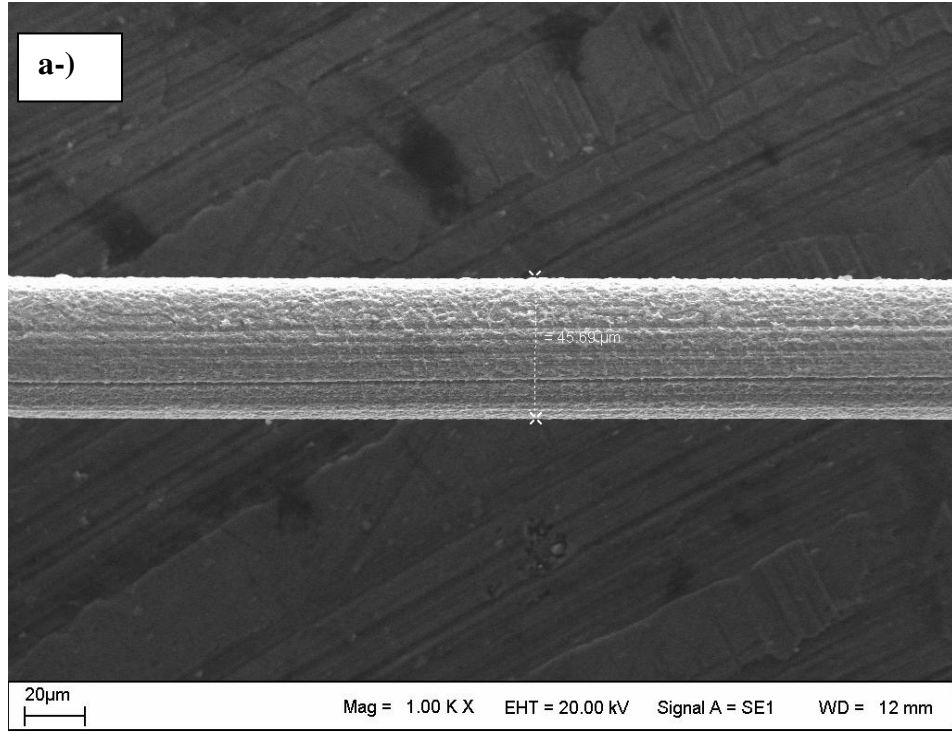




Şekil 4.11. 0,27 V OCP değerinde 3 saat 1 mM H₂SO₄ içinde korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX görüntüleri. **a-)** 1000 kat **b-)** 5000 kat, **c-)** 40000 kat büyütme, **d-)** EDX

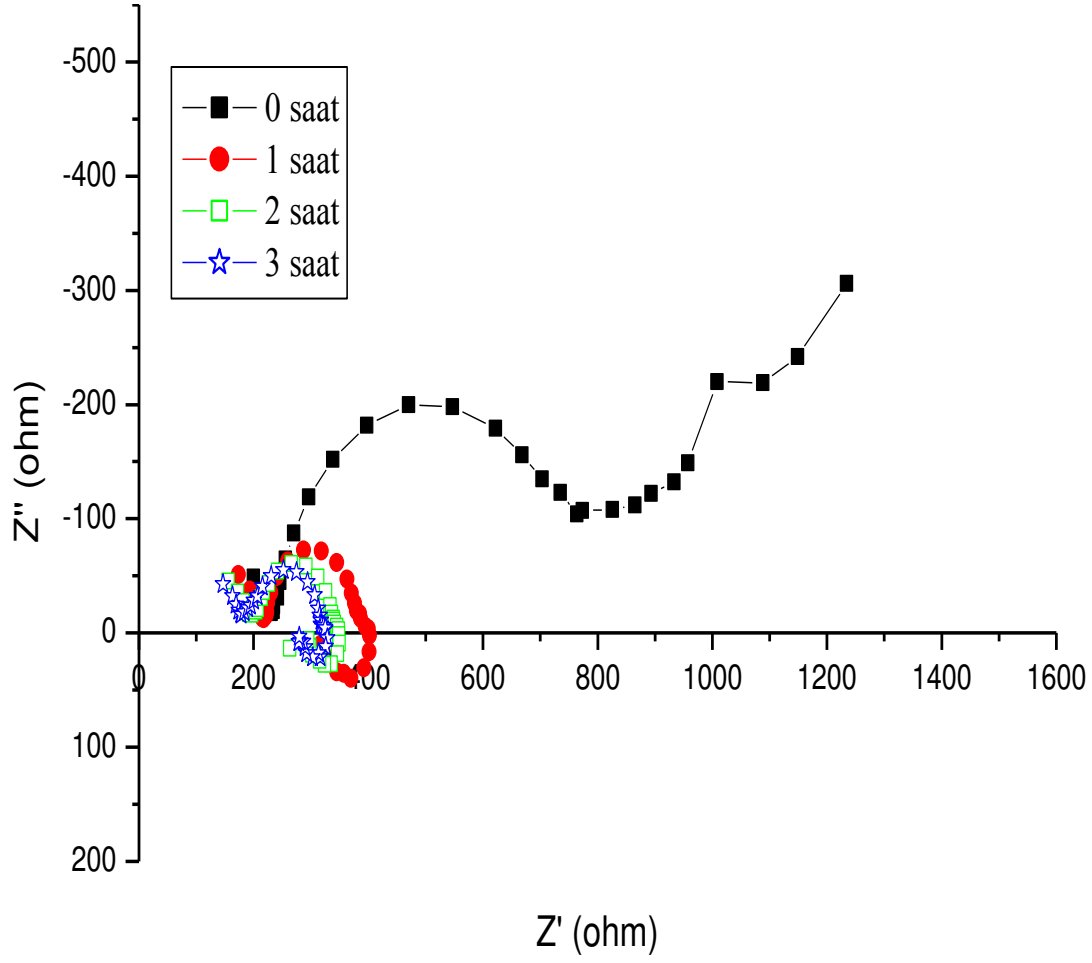


Şekil 4.12. -0,1 V değerinde 1 saat 1 mM H₂SO₄ içinde korozyona uğratılmış NiFe nin SEM ve EDX görüntüleri. . **a-)** 5000 kat büyütme, **b-)** EDX.



Şekil 4.13. 0 V değerinde 1 saat 1mM H_2SO_4 içinde korozyona uğratılmış NiFe/Cu telin SEM ve EDX görüntüsü. **a-)** 1000 kat büyütme, **b-)** EDX.

Elektrokimyasal büyüme sırasında, yük aktarımı ya da difüzyon kontrollü sürecin hangisinin baskın olduğu, elektrokimyasal empedans spektroskopisi ile kolaylıkla araştırılabilmektedir. Aynı zamanda çözelti direnci de bu yöntemle hassas olarak belirlenebilmektedir. Tablo 4.3’ de belirtilen şartlarda üretilen NiFe telin elektrokimyasal çekirdeklenme süreci empedans spektroskopisi deneyleri ile araştırılmıştır. Empedans spektroskopisi ölçümleri -1 V toplama potansiyeli üzerine 50 mV genlikli sinüsel dalga eklenerek gerçekleştirilmiştir. 1 saat aralarla alınan verilerin Nyquist diyagramları Şekil 4.14’ de verilmiştir. $t=0$ ’ daki eğri için yüksek frekanslarda kapastif bir yarım daire oluşurken, düşük frekanslarda kütle aktarımının meydana geldiği görülmektedir. Bu da başlangıçta büyümenin difüzyon kontrolünde gerçekleştiğini göstermektedir. 1 saat ve sonrasında yüksek frekanslarda, kapastif yarım daire gözlenmiştir. Ancak süre ilerledikçe dairelerin yarıçapında belirgin bir düşüş gözlenmektedir. Yük transfer direnci azalmıştır. Bu durum film oluşumu ile birlikte yüzeydeki iletkenliğin arttığını gösterir. Negatif bölgedeki eğri, kaplama sırasında yüzeyden bazı sökülmelerin olduğuna işaret eder ki bu, zaten NiFe’ nin elektrokimyasal kaplamasında karşılaşılan bir durumdur. Artan toplama zamanı ile Ni/Fe oranında artış meydana geldiğini ve bunun çözelti pH’ sında büyük değişikliğe yol açtığını daha önceki çalışmalarımızdan biliyoruz [94]. Elektrokimyasal kaplama parametrelerine bağlı olarak sonuç ürünün kompozisyonundaki değişim, bu tür malzemeler için “birlikte toplama anomalisi” olarak bilinir. Bu anomaliyi en iyi açıklayan model Dahms ve Croll tarafından öne sürülmüştür. NiFe’ nin ilk oluşum safhasında Fe, indirgenme potansiyeli daha düşük olan Ni’ in indirgenmesini engelleyerek katot yüzeyinde hidroksit oluşumuna neden olur. Kaplama eğrilerinde ikinci safhada görülen akımdaki ani artışında nedeni budur. Empedans spektroskopisi sonuçlarında da görülen indüktif yarım daire bu anomaliden kaynaklanır.



Şekil 4.14. -1V toplama potansiyeli uygulanarak NiFe/Cu kompozit tel büyütülürken farklı zaman aralıklarında elde edilen nyquist diyagramları ($m=5$ MPa).

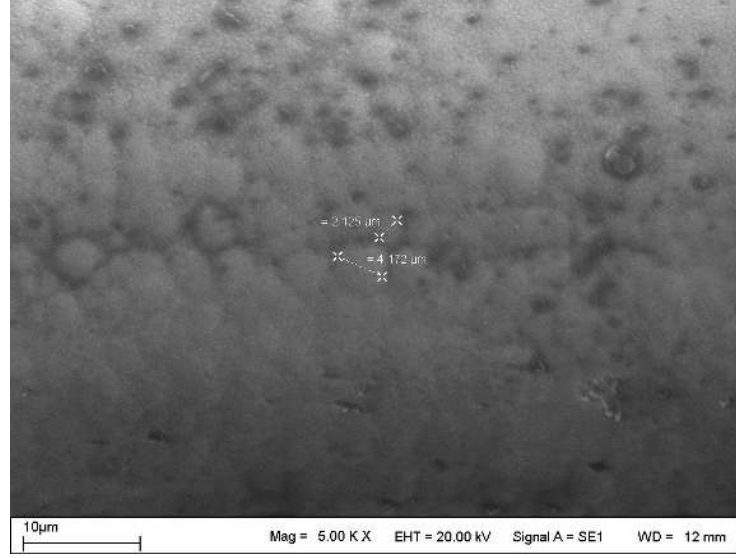
4.3. Farklı Tork Değerlerinde Elektrokimyasal Olarak Üretilen NiFe/Cu Manyetik Kompozit Tellerde Bobinsiz Fluxgate Etki

Çalışmamızın ilk aşamasında özellikle yüksek doyum manyetizasyonuna ve soft manyetik özelliklere sahip $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{Cu}$ kompozit teller elektrokimyasal olarak üretildi. Daha sonra elektrokimyasal kaplama süresince NiFe/Cu kompozit teller üzerinde oluşturulan stres ve tork etkisi, bobinsiz fluxgate, manyetoempedans ve M-H ölçümleri ile araştırıldı. NiFe/Cu manyetik kompozit telleri üretmekte kullanılan elektrokimyasal banyo şartları Tablo 4.3’ de verilmiştir. Deney süresince uygulanan stres ve tork değerleri sırası ile 0-10 MPa ve 22.4-179.42 rad/m olarak belirlendi.

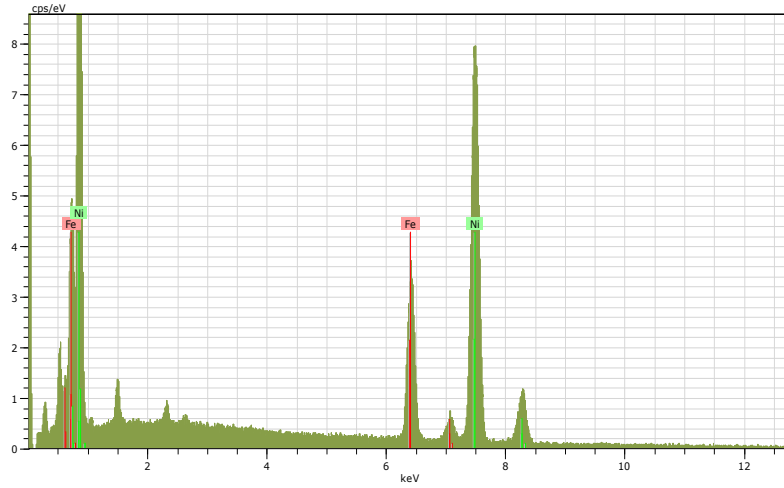
Tablo 4.3. NiFe/Cu kompozit tellerin üretiminde kullanılan elektrokimyasal banyo şartları.

Çözeltide kullanılan kimyasallar	Konsantrasyon
$\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.1 M
$\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	5 mM
H_3BO_3	0.2 M
NaCl	35 mM
$\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	7 mM
$\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_2\text{S}$	0,1 gr/lt
Çözelti sıcaklığı	25 °C
pH	2.6
Kaplama süresi	180 dk

NiFe/Cu kompozit tellerin SEM analizinden yüzeylerinin oldukça düzgün ve pürüzsüz olduğu belirlenmiştir. NiFe/Cu kompozit kaplamanın SEM resimleri Şekil 4.15’ de görüldüğü gibidir. Kaplama kalınlığı 20µm olup, yüzeyde 2-5µm’ lik tanecikler gözlenmiştir. Kompozit tellerin bileşimi üç nokta EDX analizi yapılarak belirlenmiştir. Şekil 4.16’ da EDX analizinin çizelgesi verilmiştir. Ni ve Fe oranları %80 ve %20 olarak bulunmuştur. Böylece $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ permalloy ince filmin üretildiği gözlenmiştir.

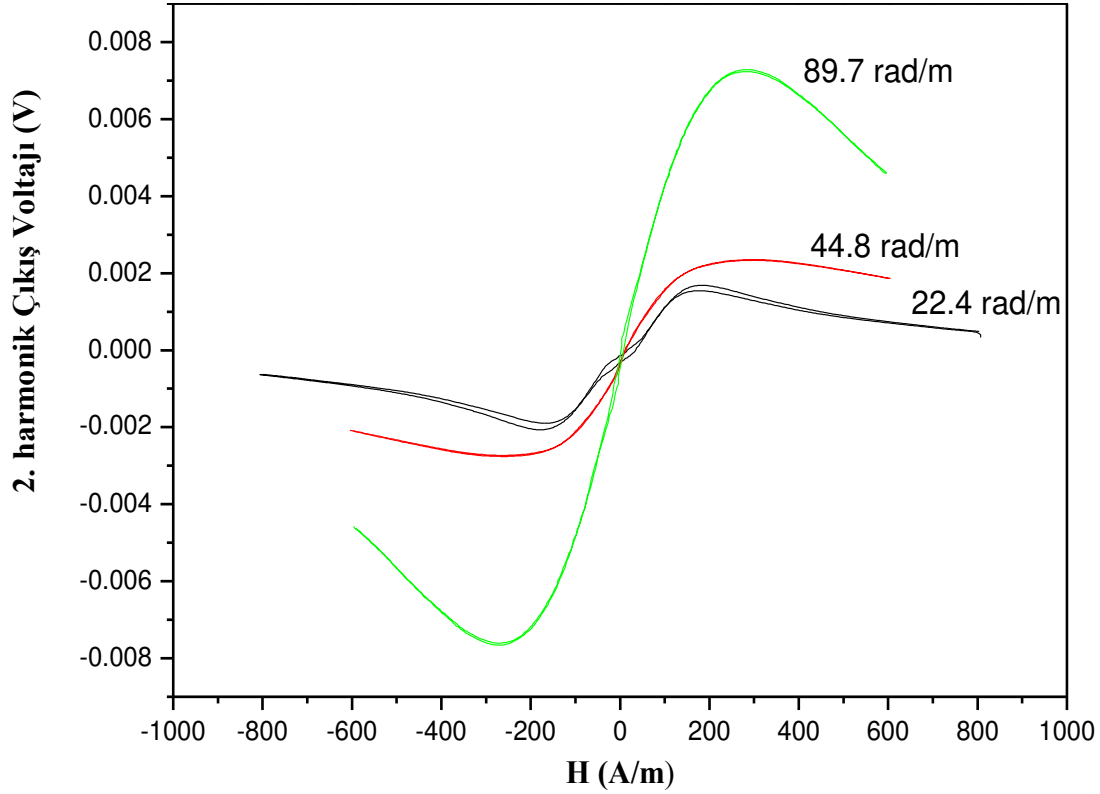


Şekil 4.15. NiFe/Cu kaplamanın 5000 kat büyütmede elde edilmiş SEM fotoğrafı.



Şekil 4.16. NiFe/Cu kompozit telin EDX analizi.

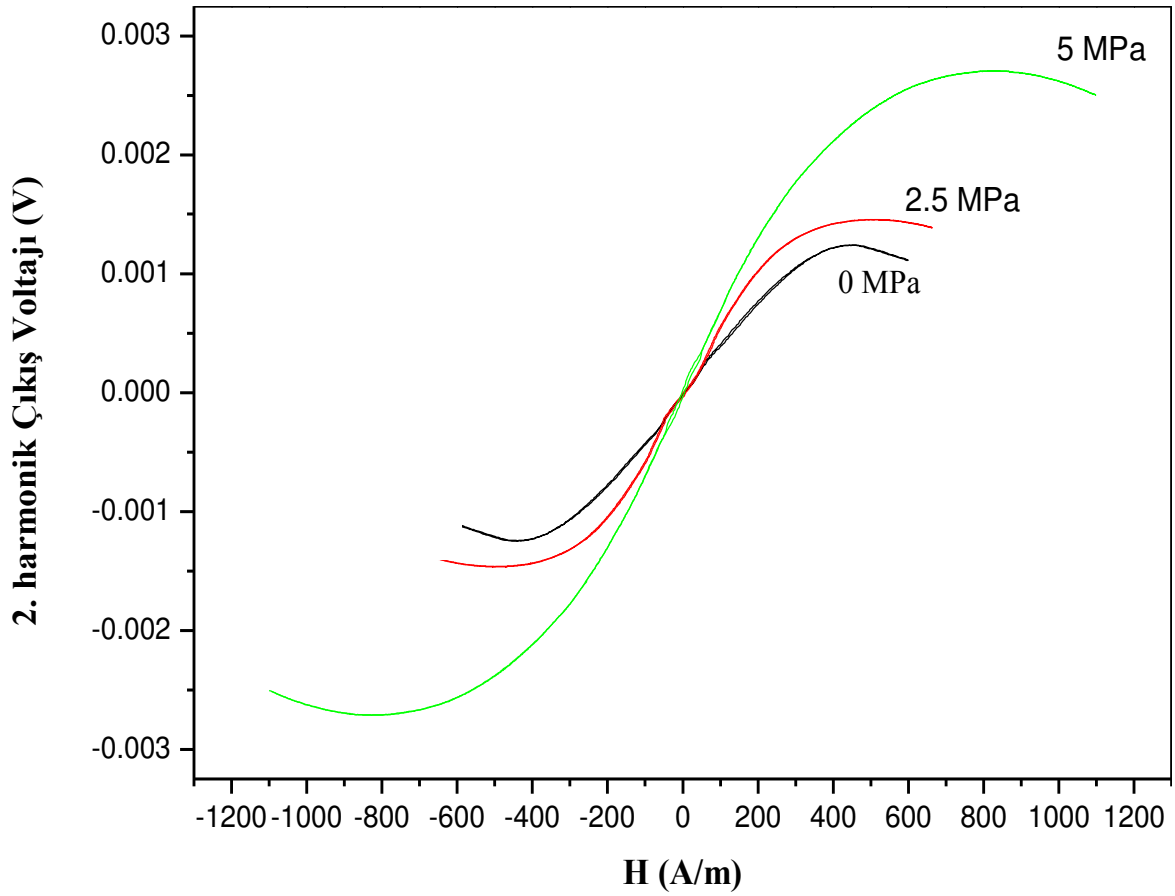
Daha önce de belirtildiği gibi, tork işlemi elektrokimyasal olarak kaplama süresince uygulanmıştır. Bu aşamada tel üzerine, ek olarak hiçbir stres uygulanmamıştır. 22.4, 44.8, 89.7 rad/m tork uygulanmasının, fluxgate sensörün 2. harmonik voltajı üzerinde yarattığı etki Şekil 4.17' de görülmektedir. Çıkış voltajındaki değişimin 22.4 rad/m lik tork için eğrinin lineerliği ve sinyalin kuvveti açısından diğer tork değerlerine göre iyi olmadığı Şekil 4.17' de görülmektedir. Sensörün çıkış voltajı, 22.4 rad/m tork değerinde belirli bir lineerliğe sahip değildir. Ancak torkun artırılması ile sensörün 2. harmonik çıkış voltajı da belirgin şekilde değişmiştir. Çıkış voltajındaki maksimum değişme, 89.7 rad/m lik tork altında üretilen örnekte gözlenmiştir.



Şekil 4.17. NiFe/Cu manyetik kompozit tellerde 22.4, 44.8, 89.7 rad/m torklarda elde edilen kaplamaların 2. harmonik voltajının uygulanan dış alan ile değişimi. ($\sigma = 0$ MPa, $f = 30$ kHz ve $I_e = 81$ mA)

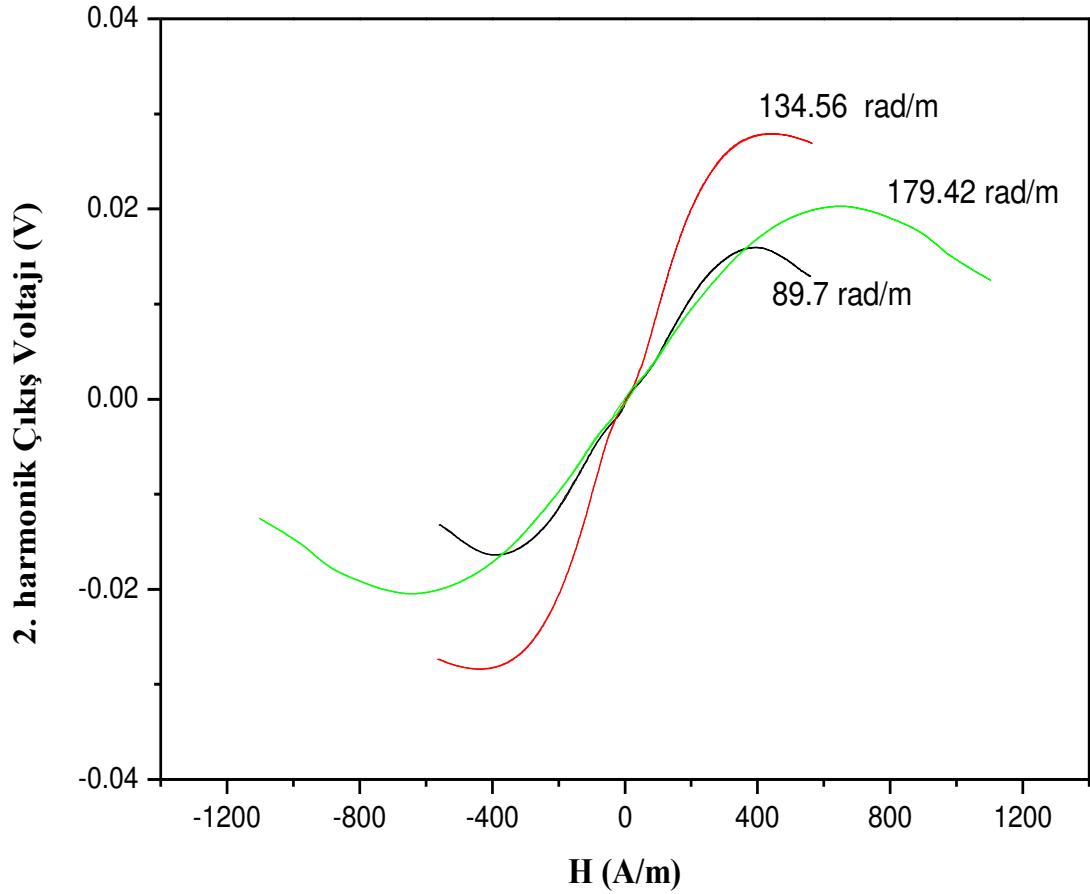
4.4. Farklı Stres Değerlerinde Elektrokimyasal Olarak Üretilen NiFe/Cu Manyetik Kompozit Tellerde Bobinsiz Fluxgate Etki

Bir önceki kısımda, elektrokimyasal kaplama sırasında Cu tele sadece tork uygulanmış, herhangi bir stres uygulanmamıştı. Bu kısımda, elektrokimyasal olarak NiFe kaplama oluştururken Cu tel üzerinde hem tork uygulanmış hem de ek olarak stres oluşturulmuştur. Böylece bakır tele tork ile birlikte uygulanan stresin, sensörün 2. harmonik çıkış voltajı üzerine etkisi incelenmiştir. Şekil 4.18’ de 179.42 rad/m sabit tork ve 0-5 MPa stres altında elektrokimyasal olarak üretilen NiFe/Cu tellerde telin uçları arasındaki 2. harmonik voltajının dış alanla değişimi verilmiştir. Maksimum çıkış voltaj değişimi 5 MPa stres altında üretilen numunede gözlenmiştir.



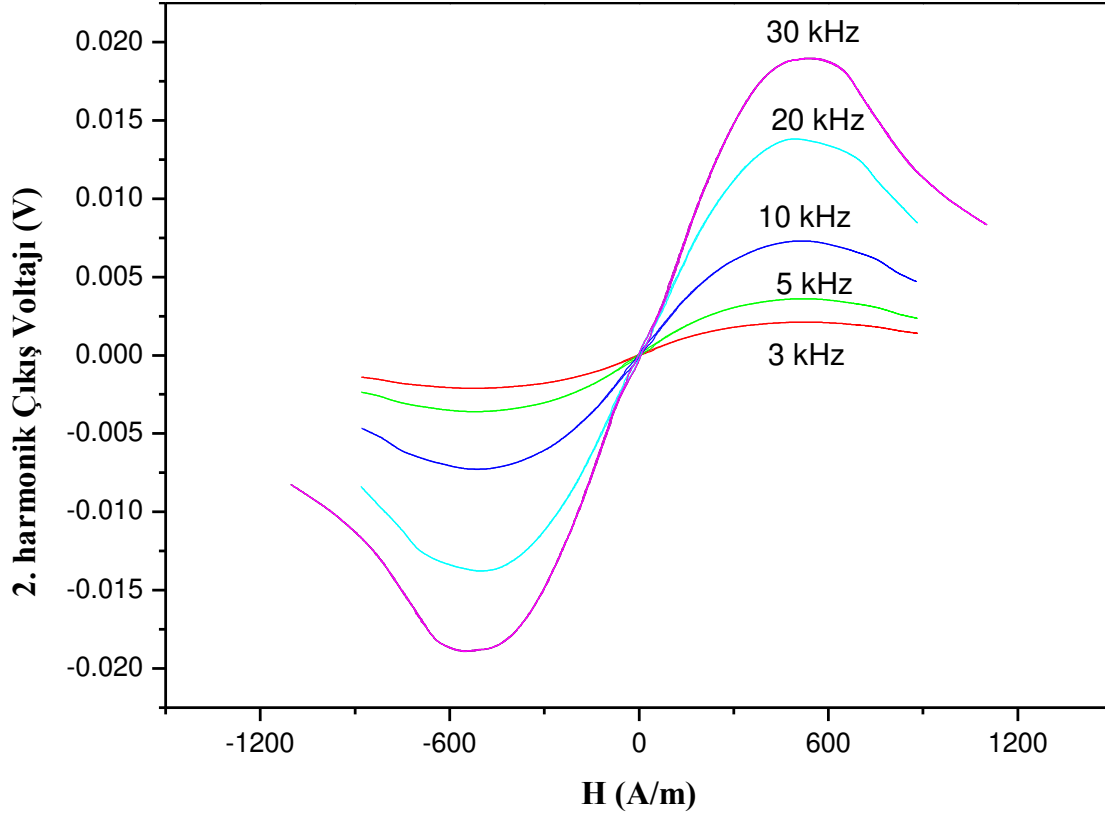
Şekil 4.18. 0-5 MPa stres altında elektrokimyasal olarak üretilen NiFe/Cu tellerde 2. harmonik voltajının uygulanan alanla değişimi. ($f=5$ kHz, $\tau=179,42$ rad/m, $I_e=110$ mA)

Şekil 4.19’ da verilen sonuçlar için kompozit teller üzerinden geçen uyarıcı akım (I_e) 54,8 mA ve $f=50$ kHz değerindedir. Bu şekilde 89.7, 134.56 , 179.42 rad/m lik torkların yani 360°, 540°, 720° lik torkların bobinsiz flux-gate sensörün çıkışına (V-H) etkisi gözlenmektedir. Uygulanan stres 5 MPa. dır. 89.7, 179.42 rad/m tork sonucunda elde edilen çıkış eğrilerinin yaklaşık olarak aynı hassasiyete sahip oldukları, aynı karakterde oldukları görülmektedir. Yani manyetizasyonun kolay ekseninin 89.7, 179.42 rad/m (biri diğerinin iki katı değere sahip) torklar için değişmediği söylenebilir. 134.56 rad/m tork içinse sensörün hassasiyetinde belirgin bir değişme görülmekte; 134.56 rad/m tork sonucunda kaplamanın kolay ekseninin, y eksen yönünde kaydığı söylenebilir. Böylece klasik ortogonal fluxgate sensörün çalışma mekanizması göz önüne alındığında, dairesel alanın kendi yönünde daha büyük bir değişime yol açtığı söylenebilir



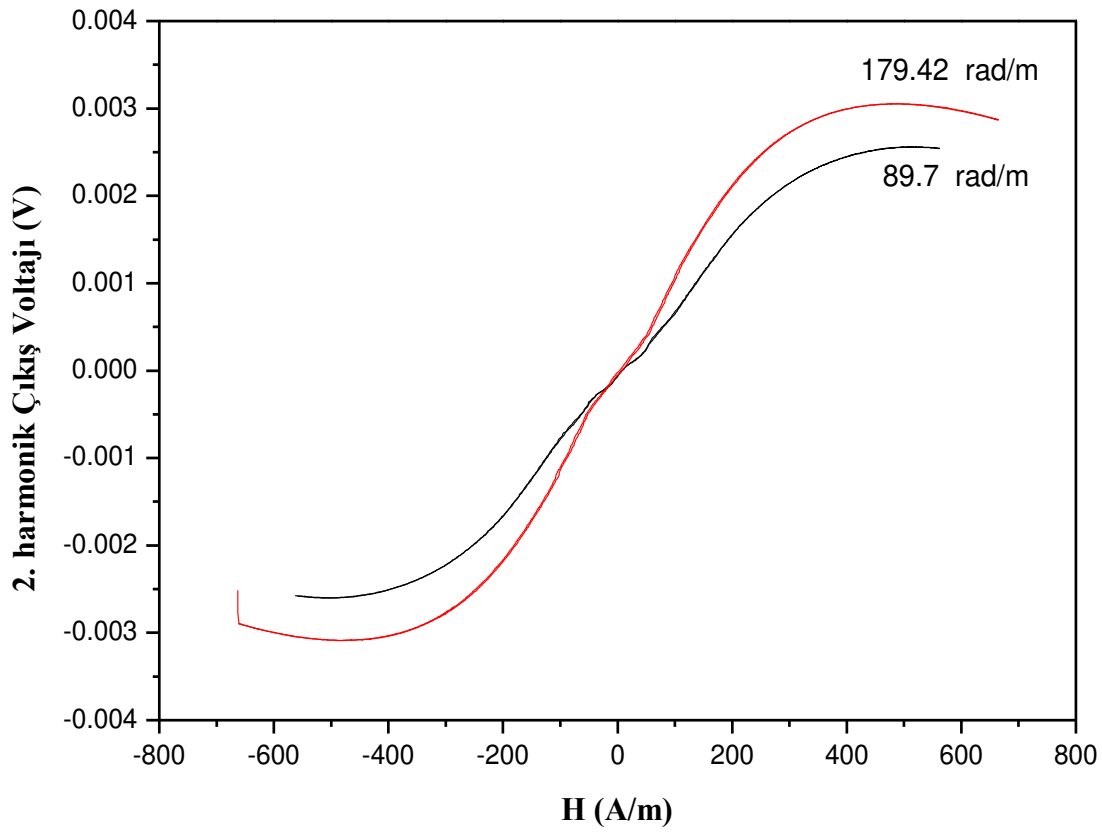
Şekil 4.19. Farklı tork değerleri altında üretilen NiFe/Cu tellerde 2. harmonik voltajın uygulanan alanla değişimi ($f=50$ kHz, $\sigma=5$ MPa, $I_e=54.8$ mA) .

Şekil 4.20’ de 179.42 rad/m tork ve 5 MPa stres altında üretilmiş numunenin V-H sonuçları görülmektedir. Çıkışların tümünde belirli bir lineer aralık görülmektedir. Sabit I akımı altında frekans arttıkça sensörün çıkış voltajı, hassasiyeti ve çalışma aralığı da artmaktadır. Frekansın artması ile sensörün hassasiyetinin artması doğal bir sonuçtur, ancak bilindiği üzere frekansın artması sonucunda yüzeyde ters yönde eddy akımları da indüklenmektedir, bu akımın sensörün çıkış voltajına ters yönde etki ettiği bilinmektedir ancak burada eddy akımların artması sonucunda sensörün daha geniş bir alan aralığında çalıştığı görülmektedir. Bunun, manyetik kaplamada oluşturulmuş helisel anizotropiden kaynaklandığı söylenebilir.



Şekil 4.20. 179.42 rad/m tork altında üretilen NiFe/Cu tellerde değişik frekans değerleri için 2.harmonik voltajın uygulanan alanla değişimi ($\sigma = 5$ MPa $I_e = 67$ mA)

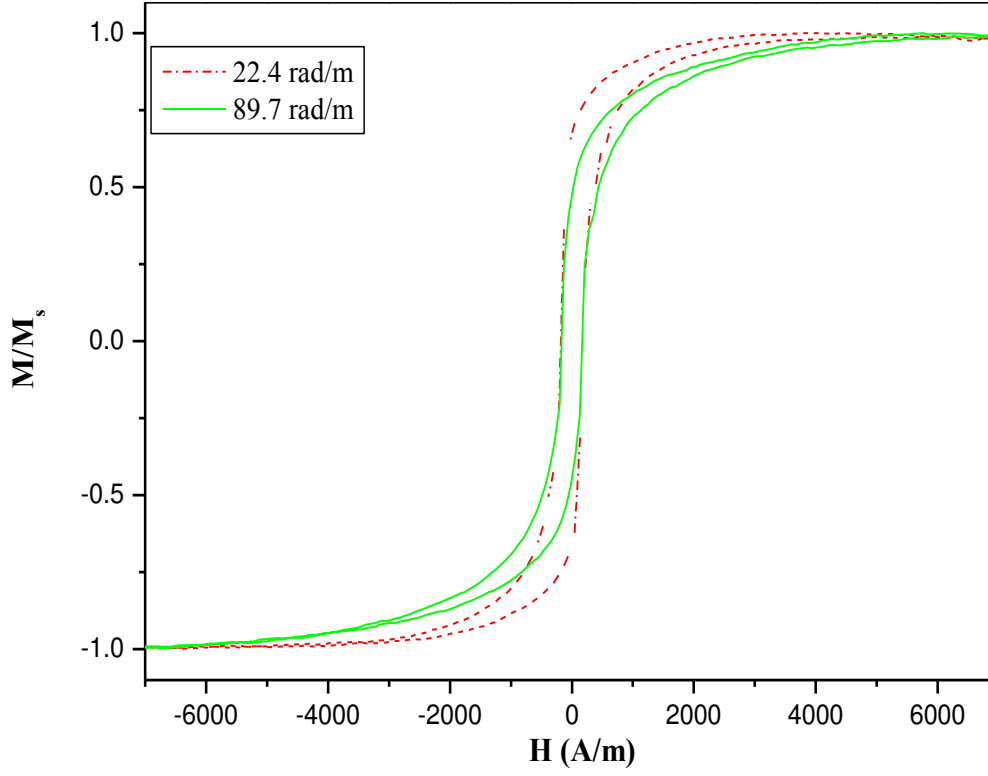
Şekil 4.19' da sonuçları görülen, 5 MPa stres altında belirtilen torklar sonucunda, kolay eksenlerin aynı yönelime sahip oldukları belirtilmişti. 2.5 MPa stres altında elde edilen kaplamalar da aynı sonucu vermiştir. Şekil 4.21' de 2.5 MPa stres altında elde edilen kaplama için, 89.7 ve 179.42 rad/m torklar sonucu gözlenen V-H sonuçları verilmiştir. 10 kHz, 81 mA uyarıcı akım değeri için her iki eğri de üç bölgeden oluşmaktadır. Bölgeleşme malzemenin manyetik özelliğine bağlanabilir. Yüksek alanlarda manyetizasyonun bileşenlerinin yönelim hızındaki değişme ile düşük alanlarda değişme hızlarının farklılaşması, farklı hassasiyetlere yol açacaktır. Dolayısı ile bölgeleşmeler oluşacaktır.



Şekil 4.21. 2.5 MPa stres altında elde edilen NiFe/Cu tellerde farklı torklar için, 2.harmonik voltajın dış alanla değişimi ($I_c=81$ mA, $f=10$ kHz).

Şekil 4.22’ de elektrokimyasal depolama ile elde edilmiş $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{Cu}$ tellerin M-H eğrileri gösterilmiştir. Anizotropide artış gözlenirken, kalıcı manyetizasyonda belirgin bir azalma gözlenmiştir. Uygulanan torkun artırılması ile M-H eğrisinin şekli belirgin şekilde değişmiştir. Manyetizasyon eğrilerinden belirlenen koarsivite değerleri, 22.4 rad/m tork altında üretilen örnek için, koarsivite yaklaşık olarak 180 A/m, 89.7 rad/m tork altında üretilen örnek için, koarsivite yaklaşık olarak 143 A/m bulundu. Koarsivite değerleri uygulanan torkun artırılması ile azalmaktadır.

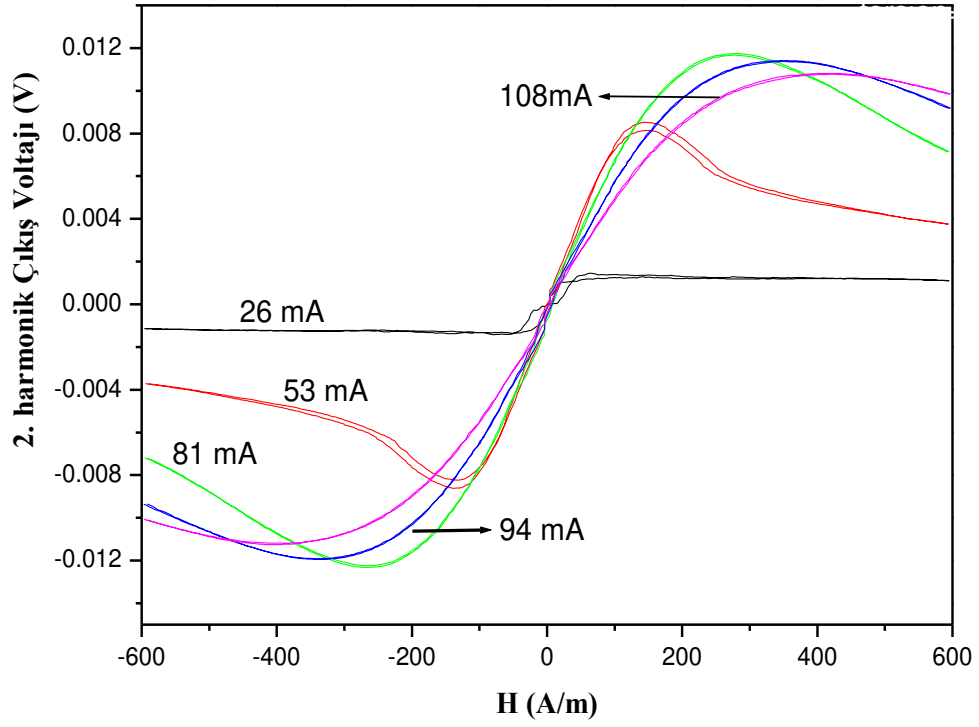
50 kHz sürücü akım frekansında, 89.7 rad/m tork altında üretilen örnek için, 2. harmonik voltajının dış alanla değişimi Şekil 4.23’ de gösterilmiştir. 50 mA sürücü akım değerinde manyetik alanın fonksiyonu olarak lineer değişim gözlenmiştir. Bu akım değerinin altında, malzeme dairesel olarak doyuma ulaşmadığından, 2. harmonik voltajının dış alanla değişim eğrisinde lineer bir değişim görülmemektedir.



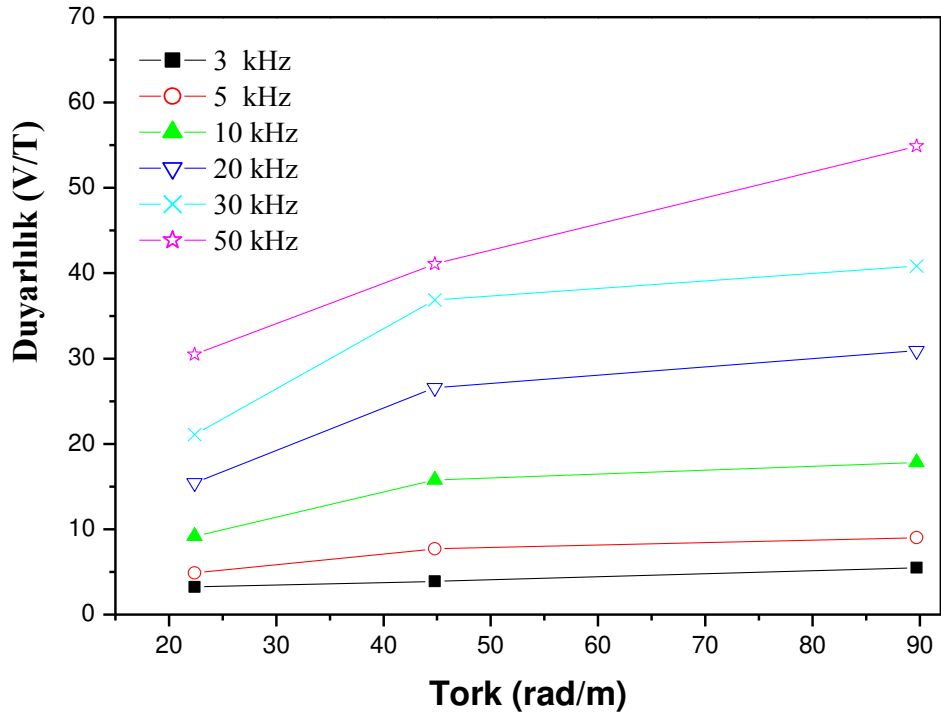
Şekil 4.22. Değişik torklar altında üretilen NiFe/Cu tellerin M-H eğrileri ($\sigma = 0$ MPa).

2. harmonik voltajının dış alanla değişiminin başlangıçta arttığı, fakat sonra sürücü akım değerinin artışı ile azaldığı gözlenmiştir. Sürücü akım değeri artarken, dairesel manyetik alan artar. Bu, manyetizasyonun helisel bileşenini azaltabileceğinden, 2. harmonik voltajının dış alanla değişiminde azalma gözlenir.

Şekil 4.24’ de 22.4, 44.8 and 89.7 rad/m tork altında üretilen malzemeler için 2. harmonik voltajının dış alanla değişiminin duyarlılığı, tele uygulanan sürücü akım değerlerinin değişik frekanslarında verilmiştir. Duyarlılık hesaplarında, 2. harmonik voltajının dış alanla değişimi eğrisinin yalnızca lineer kısmı göz önüne alınarak, eğrinin eğiminden duyarlılık hesaplanmıştır. Duyarlılık dolayısı ile de indüklenen helisel anizotropinin torkla arttığı Şekil 4.24’ de açıkça görülmektedir. Maksimum duyarlılık 89.7 rad/m tork altında üretilen örnekte, 50 kHz sürücü akım frekansında ve 54 mA sürücü akım değerinde 54 V/T olarak gözlenmiştir.



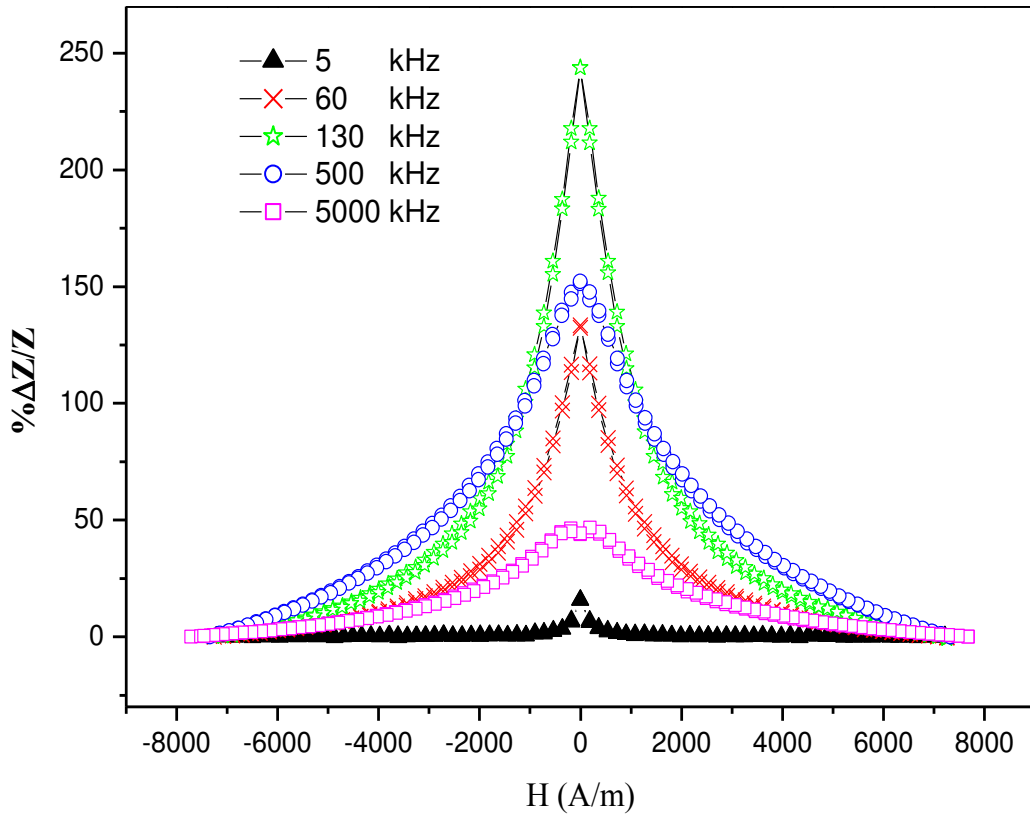
Şekil 4.23. 89.7 rad/m tork altında üretilen NiFe/Cu telin 50 kHz sürücü akım frekansı değerinde uygulanan torkun sonucunda ikinci harmonik voltajın dış alanla değişimi.



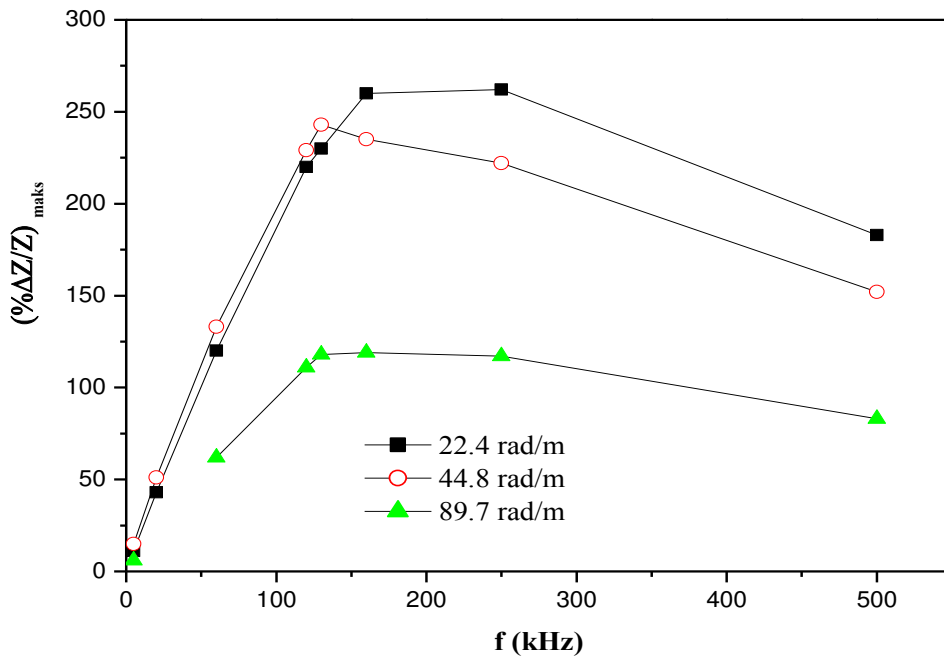
Şekil 4.24. Elektrokimyasal kaplama süresince uygulanan torkun ikinci harmonik voltajın dış alanla değişim duyarlılığına etkisi.

18 mA'lık sürücü akımın değişik frekanslarında, 44.8 rad/m tork altında üretilen malzeme için GMI'nin manyetik alanla değişimini Şekil 4.25' de görülmektedir. Sonuçlar sürücü akımın frekansına bağlı olarak GMI etkinin büyüklüğünün değiştiğini açıkça göstermektedir. 160 kHz sürücü akım frekansında 22.4 rad/m tork altında üretilen malzeme % 262 değişim göstermiştir. Daha önce yapılan çalışmalarda NiFe/Cu tellerde GMI etki araştırılmış [23] ve GMI etkinin tork altında üretilen örneklerden çok daha büyük olduğunu bulunmuştur. Bu azalma büyük olasılıkla üretim süresince telde oluşturulan helisel anizotropiden kaynaklanmaktadır. MI eğrileri, aynı zamanda 44.8 ve 89.7 rad/m tork altında üretilen örnekler içinde elde edilmiştir. Bütün örnekler için GMI'nin büyüklüğündeki değişimin frekansa bağıllığı Şekil 4.26' da verilmiştir. GMI'nin büyüklüğü, uygulanan torkun artmasıyla azalmıştır. Aynı zamanda bütün GMI eğrileri tek pik davranışına sahiptir. GMI değişiminin büyüklüğü $1/K$ ile orantılıdır, burada K , anizotropi sabitidir. GMI eğrilerinin şekli, uygulanan manyetik alanın doğrultusuna göre, kolay eksen yönelimine bağlıdır [22, 33, 35]. Eğer ortalama manyetik moment yönelimi 45° den daha küçükse, GMI eğrisi tek pik davranışı gösterir. Aynı zamanda tork altında ısıl işlem görmüş örneklerde manyetizasyonun maksimum ortalama açısının 45° olabileceği bilinmektedir [95]. Sonuç olarak, uygulanan torkun artışı ile GMI büyüklüğündeki azalmanın, örnek içinde oluşturulan helisel anizotropi ve manyetik momentlerin ortalama yönelimi ile ilişkili olduğu söylenebilir.

Ürettiğimiz NiFe/Cu kompozit teller, yüksek iletken bir iç çekirdek ve manyetik tabakaya sahip olduklarından, yüzey etki prosesi kompozit tellerde, amorf malzemelerden farklıdır [96]. Kompozit yapılar içinde akım dağılımı Sinnecker ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır [96]. Onlar, iletken tabakanın direncinin manyetik katmanlardan çok daha az olmasından dolayı, düşük frekans bölgesinde akımın büyük kısmının iletken tabakaya doğru akacağını, buna bağlı olarak bütün yapının direncinde çok büyük bir azalma gerçekleşeceğini ve düşük frekanslarda çok büyük bir direnç değişimi olacağını açıkladılar. Bu büyük direnç değişimleri, Şekil 4.25 ve Şekil 4.26' da gözlendiği gibi GMI değişiminde baskındır.



Şekil 4.25. Farklı frekanslar için, 44.8 rad/m tork altında üretilen NiFe/Cu kompozit telin GMI eğrisi.



Şekil 4.26. Değişik torklar altında üretilen örnekler için GMI' nın frekansa bağlı değişimi.

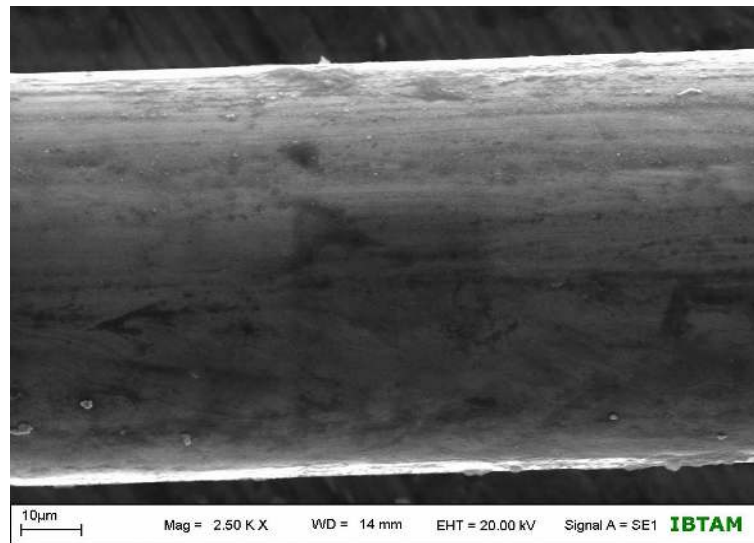
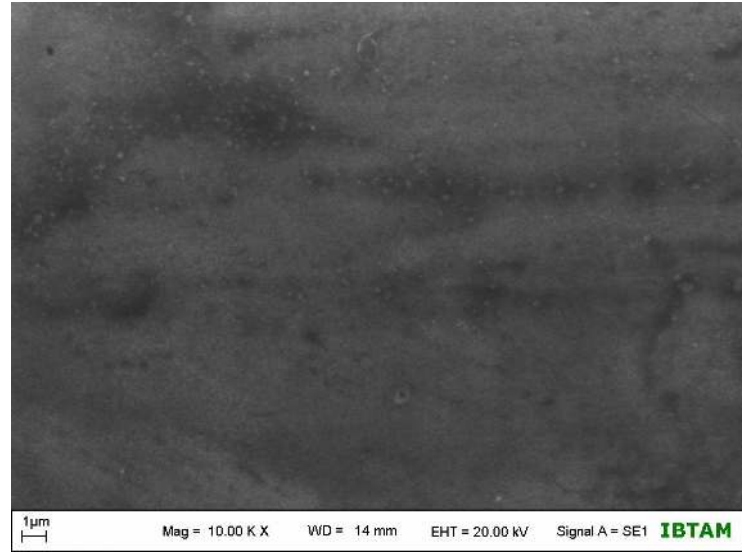
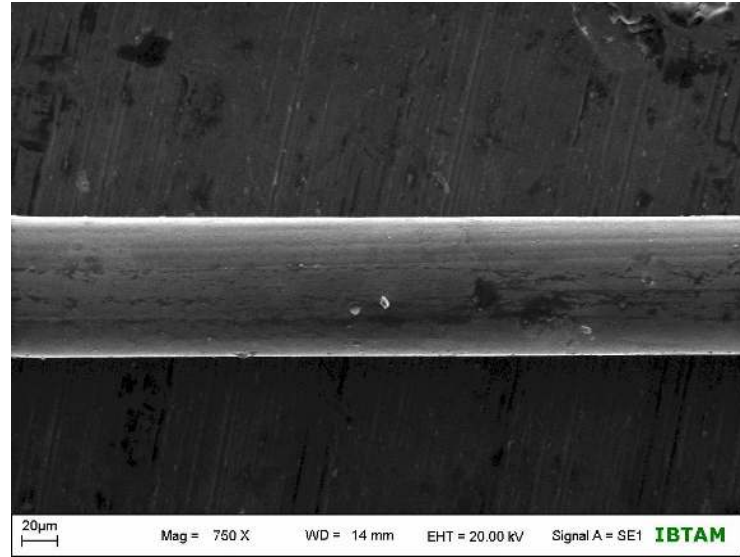
4.5 Farklı Tork Değerlerinde Elektrokimyasal Olarak Üretilen CoNiFe/Cu Manyetik Kompozit Tellerde Bobinsiz Fluxgate Etki

CoNiFe/Cu manyetik kompozit teller üretmek için elektrokimyasal banyo şartları Tablo 4.4' de verildiği gibidir. Tel üzerine tork uygulama işlemi, daha önce 3. bölümde anlatılmıştı.

Tablo 4.4. CoNiFe/Cu kompozit telleri üretmekte kullanılan elektrokimyasal banyo şartları.

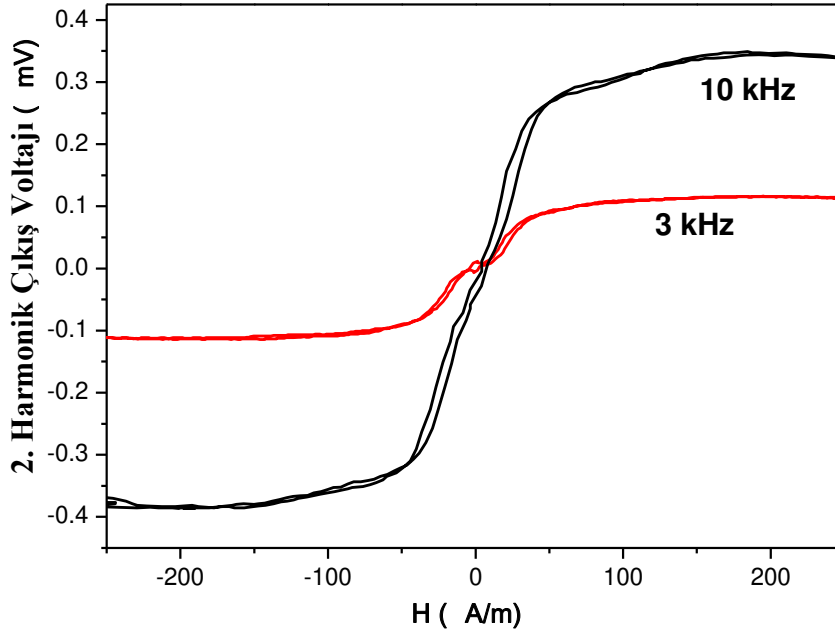
Çözeltide kullanılan kimyasallar	Konsantrasyon
Ni(SO ₄) ₂ .6H ₂ O	0.1 M
Fe(SO ₄) ₂ .7H ₂ O	5 mM
CoSO ₄ .7H ₂ O	10 mM
H ₃ BO ₃	0.2 M
NaCl	35 mM
C ₇ H ₄ NNaO ₃ S.2H ₂ O	7 mM
C ₁₂ H ₂₅ NaO ₂ S	0,1 gr/lt
Çözelti sıcaklığı	25 °C
pH	2.6
Kaplama süresi	180 dk

Şekil 4.27' de 89.7 rad/m tork altında üretilen kompozit telin SEM görüntüsü görülmektedir. Şekilden görüldüğü gibi tel oldukça düz bir yüzeye sahiptir. Tork altında üretilen tel üzerinde hiçbir mikro çatlak görülmemektedir. Şekil 4.27' de elektrokimyasal depolama ile oluşturulmuş telin farklı kesimleri görülmektedir. Aynı zamanda üretim süreci ve kompozisyonu aynı olan 89.7 rad/m tork altında üretilen diğer tellerde de hiçbir mikro çatlak gözlenmemiştir. Oluşturulan kaplamanın kalınlığı 10 µm civarındadır. EDX analizinden örneğin kompozisyonu hiçbir safsızlık olmadan Co₁₉Ni_{49,6}Fe_{31,4} içeriğine sahip olduğu belirlenmiştir [97].

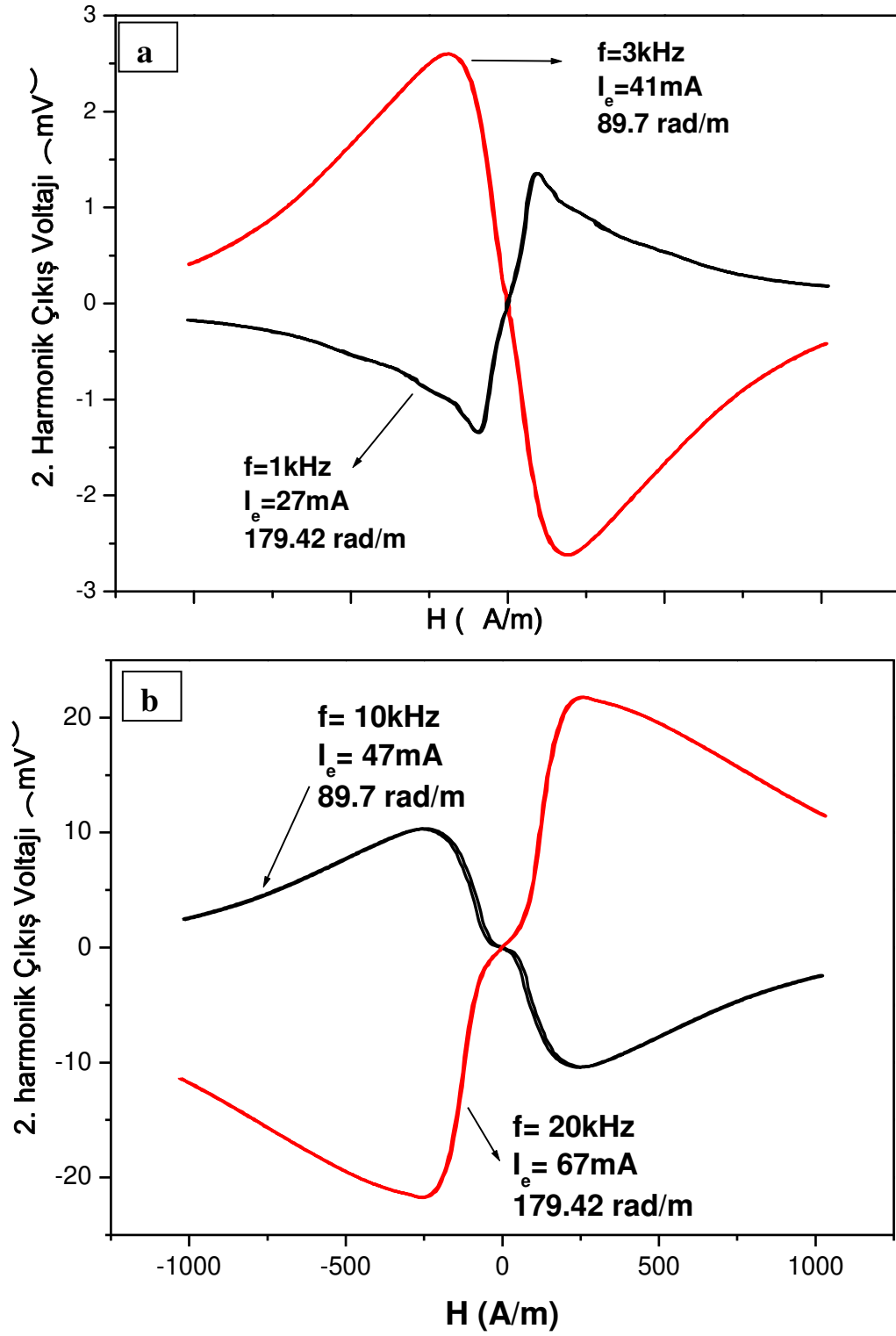


Şekil 4.27. 89.7 rad/m tork altında üretilen telin SEM resimleri ve telin farklı kesimlerinden alınmış SEM resimleri.

Şekil 4.28, tel üzerinde stres oluşturmada, sıfır tork altında üretilen CoNiFe/Cu örneğinin 2. harmonik voltajının dış alanla değişim etkisini göstermektedir. Tel doğrultusu boyunca dış manyetik alanın (H), 2.harmonik voltaja bağlılığı farklı frekanslar için verilmiştir. 2. harmonik voltajının dış alanla değişim ölçümleri, aynı zamanda farklı sürücü akım ve frekans değerleri içinde gerçekleştirilmiştir. Gözlenen en iyi sonuçlar Şekil 4.28’ de verilmiştir. Sonuçlardan çıkış sinyalinin oldukça düşük olduğu ve 2. harmonik voltajının dış alanla değişiminin eğrisi iyi bir lineerliğe sahip olmadığı görülmektedir. 2. harmonik voltajının dış alanla değişiminin eğrileri aynı zamanda 5.6 rad/m tork altında üretilen örnek içinde gerçekleştirilmiştir. Fakat ikinci harmonik voltaj bileşeni için lineerlik bu örnekte de hala zayıftır. 89.7 rad/m ve 179.42 rad/m tork altında üretilen örnekler için, 1 kHz-5 kHz aralığındaki düşük frekanslarda ikinci harmonik voltaj bileşeni oldukça iyi lineerliğe sahiptir (Şekil 4.29). Aynı zamanda belirtmek gerekir ki, tel bu frekans değerleri için daha düşük sürücü akım değerlerinde doyuma ulaşmaktadır. Daha yüksek frekanslarda ($>5\text{kHz}$), 2. harmonik voltajının dış alanla değişimini gösteren eğri, iki lineer bölgeye sahiptir. Düşük manyetik alan değerleri için ($\pm 45 \text{ A/m}$) düz bir lineerlik vardır fakat yüksek alan bölgelerinde, 2. harmonik sinyal çıkışında çok daha keskin bir değişim görülmektedir. Bu örnekler bütün AC sürücü akım değerleri için bu davranışı gösterirler. Bu yüzden bu örneklerde değişim frekansa bağlılık gösterir.



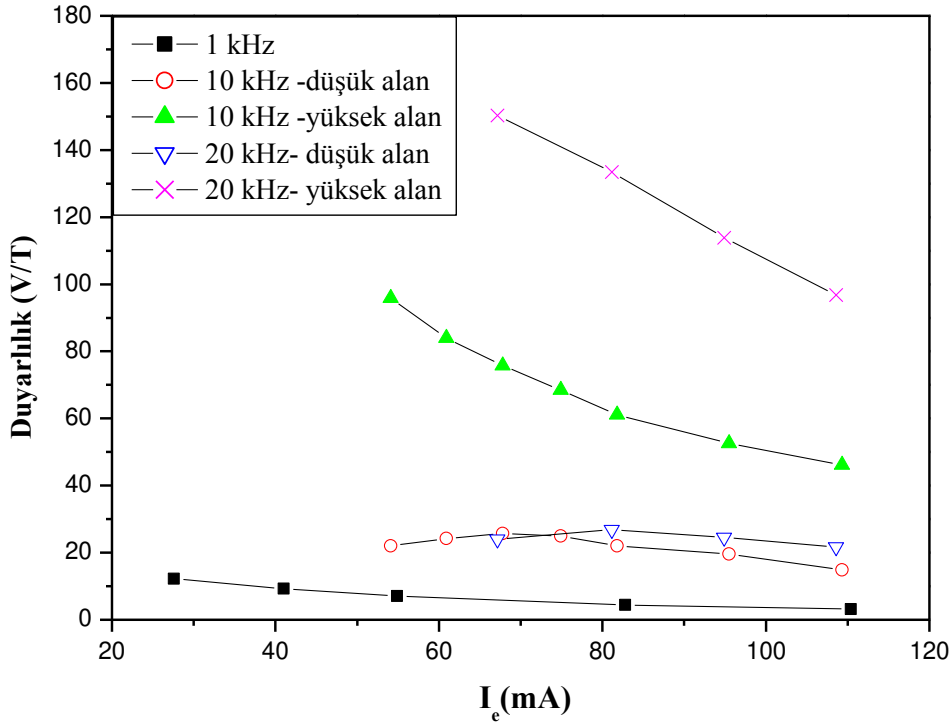
Şekil 4.28. CoNiFe/Cu tellerde dış alanın bir fonksiyonu olarak ikinci harmonik çıkış voltajı. Sıfır tork altında üretilen örnekte değişik frekans değerleri için 2. Harmonik voltajının uygulanan alanla değişimi.



Şekil 4.29. Farklı torklar altında üretilen CoNiFe/Cu tellerde değişik frekans değerleri için 2. Harmonik voltajın uygulanan alanla değişimi. **a-)** düşük frekans bölgesi, **b-)** yüksek frekans bölgesi.

Oldukça yüksek iletken çekirdek ve soft manyetik tabakaya sahip elektrokimyasal olarak üretilmiş CoNiFe/Cu ferromanyetik kompozit teller içinde akım dağılımı oldukça karmaşık bir yapıya sahip olabilir. Sinnecker ve arkadaşları, sonlu elemanlar metodunu kullanarak bir Cu taban ve ferromanyetik tabakalı kompozit yapı içinde değişik AC sürücü akım frekansları için akım dağılımını hesapladılar [96]. Frekans arttıkça taban içinde akım yoğunluğunun yavaş yavaş azaldığını buldular. Belirli bir frekans değerinin üzerinde (5 kHz gibi), bakır taban içinde akım yoğunluğu neredeyse sıfıra düşmektedir. Böylece akım tümüyle manyetik tabakadan akmaktadır. Bizim örneğimizde manyetik CoNiFe tabakasının direnci ($25 \mu\Omega \text{ cm}$), iletken bakır tabanın direncinden ($1.72 \mu\Omega \text{ cm}$) 14.5 kat daha yüksektir. Bu yüzden akımın büyük kısmı, özellikle de düşük frekanslarda (5 kHz altında) Cu tabana doğru akar. Bu sebeple bobinsiz fluxgate çıkışının frekansa bağlılığı, kompozit tel içindeki akım dağılımına bağlı olabilir. Akım Cu çekirdekten akarken bobinsiz fluxgate çıkışı lineerdir fakat akımın büyük çoğunluğu CoNiFe manyetik tabakası içinden akmaya başladığında, bobinsiz fluxgate çıkışı iki lineer bölgeye sahip olur. Yine, manyetizasyonun hiç helisel bileşeni yoksa, bobinsiz fluxgate çıkışı ya sıfırdır yada çok küçüktür. [17, 18]. Bizim 0 tork altında ürettiğimiz örneklerin sonuçları da bu durumu doğrulamaktadır. Eğer örneğin manyetizasyonunun iki helisel bileşeni varsa, bobinsiz fluxgate çıkışında iki farklı eğim görülebilir fakat bu bobinsiz fluxgate çıkışının frekansa bağlılığını açıklayamaz.

Bobinsiz fluxgate sensörün duyarlılığı tele uygulanan farklı sürücü akım ve frekans değerleri için belirlenmiş ve sonuçlar Şekil 4.30' da sunulmuştur. Duyarlılık hesaplarında, yalnızca bobinsiz fluxgatin 2.harmonik voltaj çıkışının lineer bölgesi göz önüne alınarak, bu lineer eğrinin eğiminden sensörün duyarlılığı hesaplanmıştır. Bütün frekanslar için, bobinsiz fluxgatin 2. harmonik voltaj çıkışı örnek dairesel olarak doyuma ulaşınca kadar lineer değildir. Bu yüzden 179.42 rad/m tork altında üretilen telin duyarlılığı, belirli bir sürücü akım değerinin üzerinde arttığı, Şekil 4.30' da gösterilmiştir. 1-5 kHz akım değerleri aralığında, yalnızca bir lineer bölge gözlemlenirken, yüksek frekanslarda iki farklı bölge görülmektedir. Bu yüzden duyarlılık, yüksek frekanslarda, düşük ve yüksek manyetik alan bölgelerinin her ikisi içinde sunulmuştur. Duyarlılık her iki alan bölgesi için ilk olarak artar, sonra azalır ya da AC sürücü akım frekansının bir fonksiyonu olarak doğrudan azalır. Sürücü akım arttıkça, dairesel manyetik alan artar, böylece manyetizasyonun helisel bileşeni bobinsiz



Şekil 4.30. 179.42 rad/m tork altında üretilen telin değişik AC sürücü frekansları için sürücü akımının bir fonksiyonu olarak duyarlılığındaki değişim.

fluxgate sensörün çıkışında bir azalmaya sebep olabilir. 20 kHz de $I=67$ mA için maksimum duyarlılık 150 V/T olarak gözlenmiştir.

Yüksek güç tüketimi bobinsiz sensörün bir dezavantajıdır. Yüksek duyarlılık yada lineerlik elde etmek için tele yüksek akım değerleri (20-100 mA) uygulanmalıdır. Bu elbette daha önceki çalışmalarda belirtildiği gibi telin ısınmasına sebep olacaktır [98, 99]. Düşük frekans değerlerinde, akım doğrudan Cu tele doğru aktığı için, ısınmanın etkisinin çok daha düşük olması beklenir.

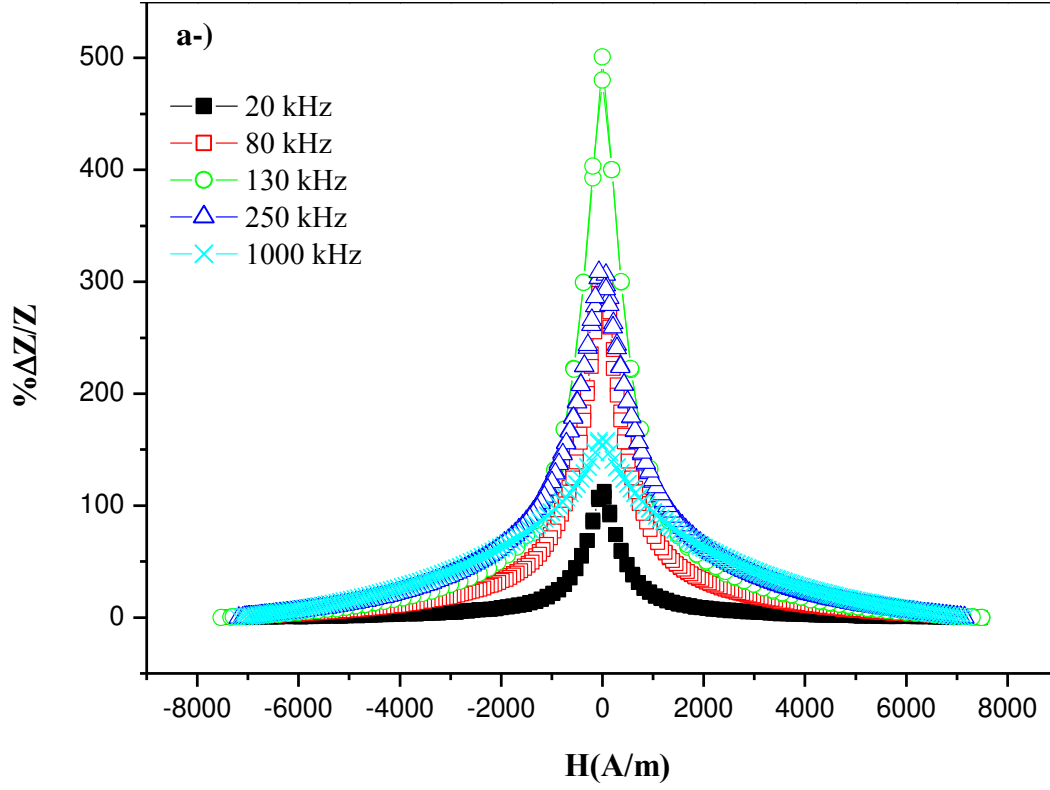
Manyetoinduktans (Mi), büyük manyetoempedans (GMI), ve Matteucci (M) etkilerin ölçüm metodları temel olarak aynıdır. Bu durum, bu etkilerle bobinsiz fluxgate etkinin aynı olduğu düşüncesini çağrıştıracaktır. Fakat bobinsiz fluxgate etki manyetoinduktans, manyetoempedans, ve Matteucci etkilerden farklıdır [30-32, 100-116]. Torkla indüklenmiş anizotropinin, GMI ve Mi etkinin ikinci harmoniği üzerine etkisi araştırılmış [107, 109, 117-119] ve 2. harmonik voltajın büyüklüğünün karmaşık bir davranış gösterdiği rapor edilmiştir [107, 109, 117-119]. Önce yapılan çalışmalarda, uygulanan sürücü akımın değeri, dairesel doğrultuda örneği doyuma götürmek için yeterli olmamıştır. Yine çok düşük torklar uygulandığı durumlar için sonuçlar domain duvar hareketi ve manyetik momente dayalı olarak oldukça iyi şekilde açıklanmıştır [107, 109, 117,119]. Önceki çalışmaların hiç birinde, tel dairesel olarak doyuma götürülmemiş ve manyetoempedans eğrilerinde Şekil 4.28a' da bizim gözlediğimiz

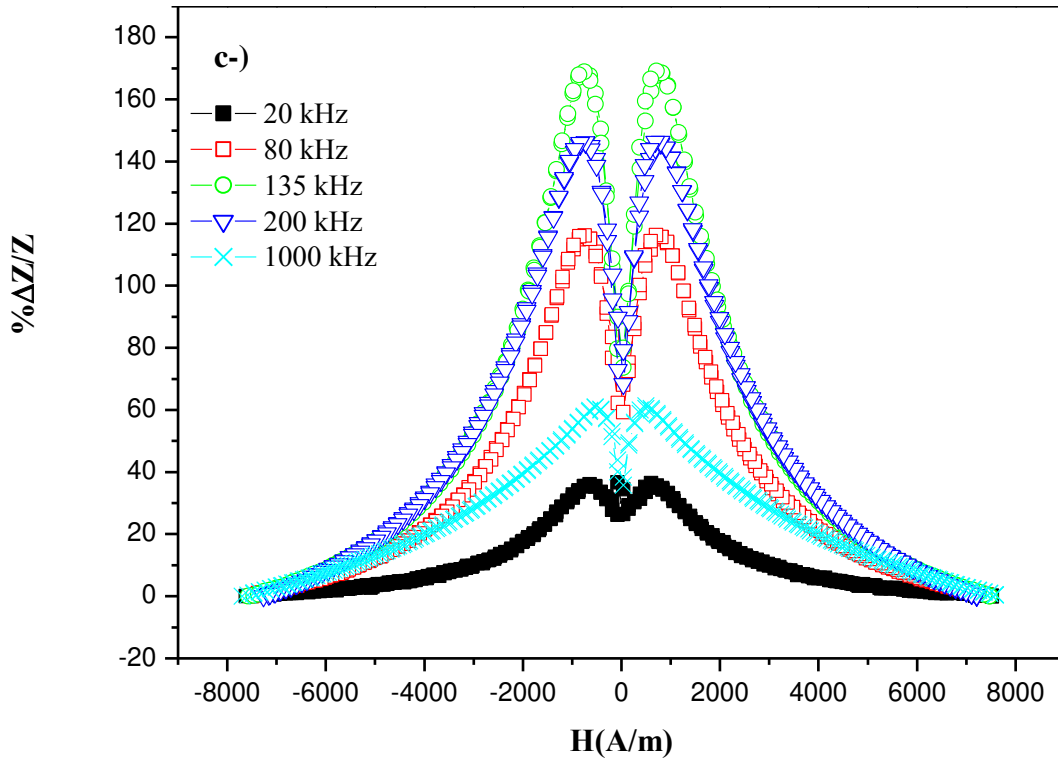
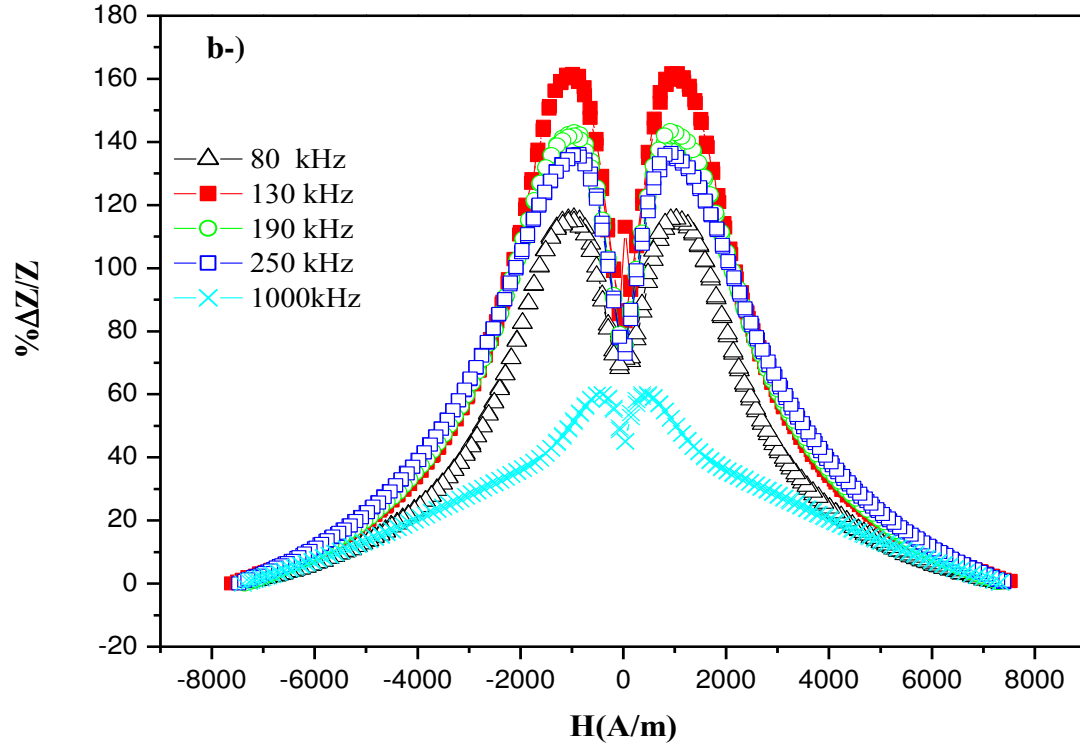
negatiften pozitif manyetik alana doğru görülen lineer değişim gözlenmemiştir. Sunulan çalışmalar önceki literatürden oldukça farklıdır. Aynı zamanda GMI etkinin kaynağı elektromanyetik dinamiğe bağlı olarak, yüzey etki ile açıklanır. Bu yüzden temel olarak bobinsiz fluxgate etki, GMI etkiden farklıdır. Bobinsiz fluxgate ve Matteucchi etkilerin her ikisi de manyetizasyonun helisel bileşene sahip olmasını gerektirir. Fakat Matteucchi etkide örnek, bobinsiz fluxgate etkide olduğu gibi dairesel olarak doyuma gitmeye ihtiyaç duymaz. Eğer örnek dairesel olarak doyuma gitmiyorsa, bobinsiz fluxgate çıkışında bir lineerlik gözlenmez. Böylece bobinsiz fluxgate, manyetizasyonun helisel bileşenini ve manyetizasyonun dairesel doyumunu gerektirir. Bu durumda biz bobinsiz fluxgate etkinin Matteucci etkiden farklı olduğunu varsayabiliriz. Aynı zamanda bobinsiz fluxgate çıkışının eğimi indüklenen helisel anizotropinin doğrultusu değiştiğinde, değişir ki Matteucci etkide böyle bir durum gözlenmez. Ek olarak uygulanan manyetik alanın pozitif ve negatif değerleri için Matteucchi etki çift simetriye sahip iken, bobinsiz fluxgate tek simetriye sahiptir. Kısaca, Bobinsiz fluxgate yeni tip bir fluxgate sensördür, mekanizması ne manyetoempedans ne de Matteucci etki gibi tamamen biliniyor değildir.

Değişik torklar altında üretilen CoNiFe/Cu kompozit tellerin GMI sonuçları Şekil 4.31 a-c’ de verilmiştir. Şekil 4.31a’ da GMI sonuçları görülen kompozit tele tork uygulanmamış, sonuç olarak tek pik gözlenmiştir. Kompozit tele üretim esnasında tork uygulanması ile Şekil 4.31b-c de görüldüğü gibi GMI eğrisinde iki pik oluşmuştur. Bu, tork uygulanarak üretilen CoNiFe/Cu kompozit tellerin manyetizasyon süreci, 0 tork altında üretilen CoNiFe/Cu kompozit tellerinin manyetizasyon sürecinden farklı olduğunu göstermektedir. Dairesel anizotropi artışı ile birlikte, çift pik iyice belirginleşmiştir. Bu durum, tork uygulanması sonucu kompozit tel üzerinde oluşturulan anizotropiye bağlanabilir. Manyetoempedanstaki maksimum değişim, tel üzerine hiçbir tork uygulanmadığında gözlenmiştir. Tel üzerine uygulanan torkun artırılması sonucu, GMI değişiminde de düşüş gözlenmiştir. Tork uygulanmadığında CoNiFe/Cu tellerde maksimum GMI değişimi yaklaşık olarak 130 kHz sürücü akım frekansında iken %500 olarak gözlenmiştir. Değişik torklar için GMI in frekansa göre değişim grafiği Şekil 4.32’ de verilmiştir.

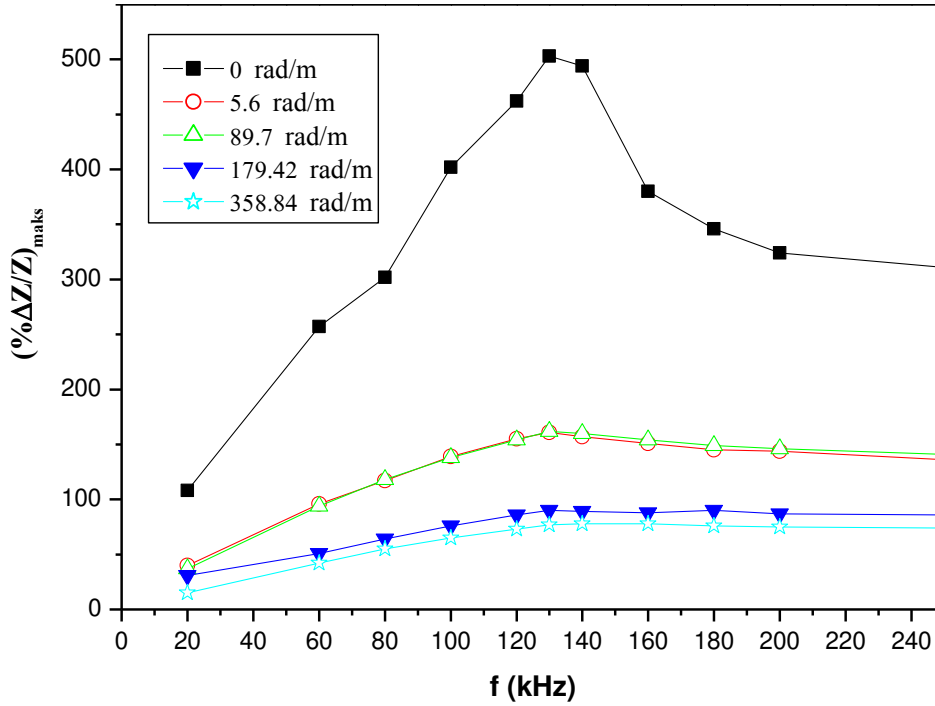
0 rad/m tork altında üretilen numune için GMI daki yüzde değişim maksimumdur. 5.6 rad/m ye tork altında üretilen numune için GMI değişimi, 0 rad/m tork altında üretilen örneğe göre, azalarak 130 kHz sürücü akım frekansında da %175

olarak gözlenmiştir. Malzeme üzerine uygulanan tork 358.84 rad/m ye çıkarıldığında GMI değişimindeki azalmanın sürdüğü gözlenmiştir. 358.84 rad/m tork altında üretilen numune için maksimum GMI değişimi 130 kHz sürücü akım frekansında %90 olarak gözlenmiştir.



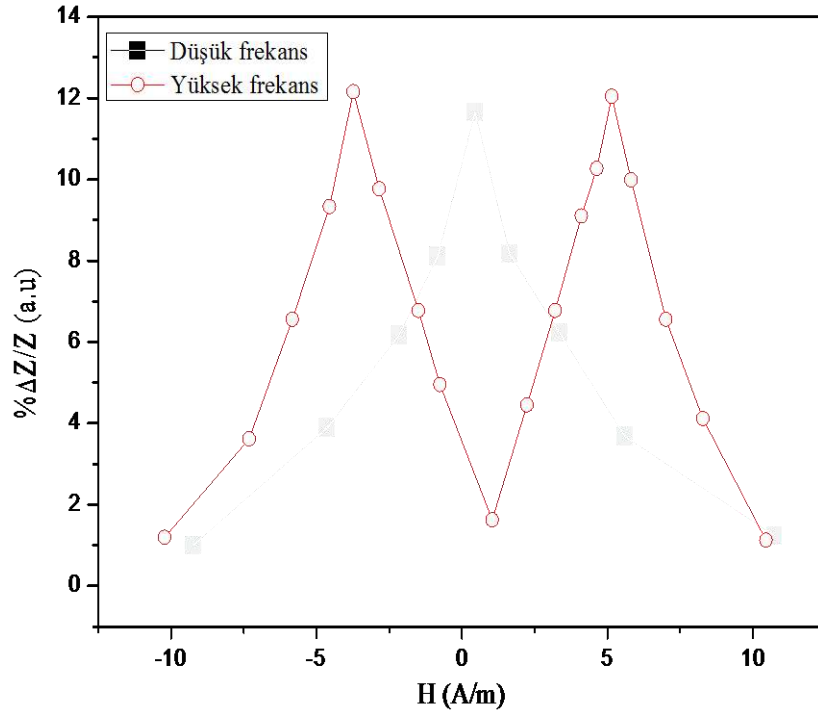


Şekil 4.31. Tork uygulanarak hazırlanmış CoNiFe/Cu telin manyetoempedans değişim grafikleri **a-)** 0 rad/m. **b-)** 5.6 rad/m **c-)** 89.7 rad/m.

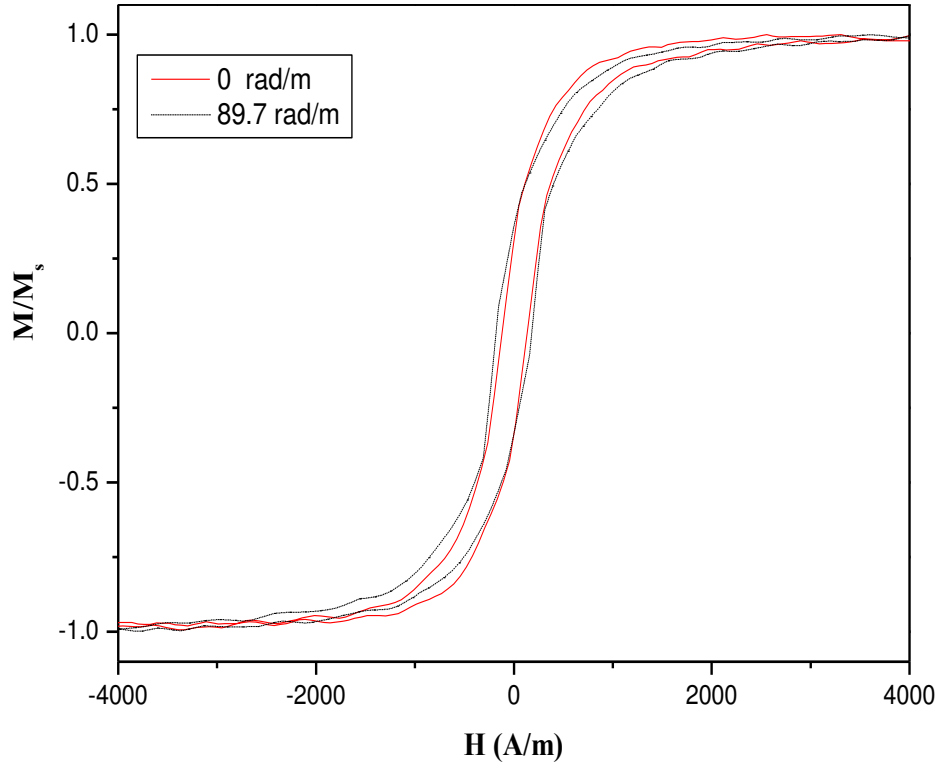


Şekil 4.32. 0-358.84 rad/m aralığında tork uygulanarak hazırlanmış CoNiFe/Cu tellerin % GMI-frekans değişimi.

GMI eğrileri düşük ve yüksek frekans olmak üzere iki bölgede incelenmektedir. Bu bölgelerde eğrilerin şekilleri, malzemenin manyetizasyon sürecine göre değişmektedir. Manyetizasyondaki değişime bağlı olarak eğri çift pik veya tek pikten oluşmaktadır. Şekil 4.33' de, iki frekans bölgesi için GMI eğrisi verilmiştir. Düşük frekanslarda manyetizasyon mekanizması domain duvarlarının hareketi ile açıklanırken, yüksek frekanslarda manyetizasyon mekanizması domain manyetizasyonunun yönelim değiştirmesi ile açıklanmaktadır [120-123]. Şekil 4.31' de verilen her bir eğri, düşük ve yüksek frekans bölgesinde aynı davranışı göstermektedir. Düşük frekans bölgesinde tek pik gözlenen eğri, yüksek frekans bölgesinde de tek pike sahiptir. Çift pik gözlenen eğrilerde de bu durum geçerlidir. Şekil 4.31a eğrisi, 0 rad/m tork altında üretildiğinden üzerinde helisel bir anizotropi yoktur. Manyetizasyon süreci her iki frekans bölgesinde de domain duvar hareketi ile açıklanabilir [119]. Tork altında üretilen numuneler üzerinde kaplama sürecinde indüklenen helisel anizotropinin manyetizasyon sürecini değiştirdiği, GMI eğrisinin çift pikten oluşmasından anlaşılmaktadır. Tork altında üretilen malzemeler için manyetizasyon sürecinin, domainlerin yönelimi ile açıklanabilir [119].



Şekil 4.33. Düşük ve yüksek frekans bölgesinde GMI değişimi [120].



Şekil 4.34. 0 rad/m ve 89.7 rad/m tork altında üretilen tellerin manyetizasyon eğrileri.

Kompozit tellerin histeresis eğrileri Şekil 4.34' de sunulmuştur. Tork altında oluşturulan örnekler, yüksek manyetik alan değerlerinde doyuma ulaşmaktadır. Bu da göstermektedir ki, tork altında üretilen ferromanyetik kaplamalar helisel ve dairesel manyetik anizotropiye sahiptir. Koarsivite değerleri; 0 tork altında üretilen örnek için 128 A/m, 5.6 rad/m tork altında üretilen örnek için 138 A/m, 89.7 rad/m tork altında üretilen numune için 177 A/m, 179.42 rad/m tork altında üretilen örnek için 202 A/m olarak ölçülmüştür. Uygulanan torkun artırılması sonucu, koarsivitenin artması ile birlikte tel boyunca anizotropi de artış göstermiştir. M-H eğrilerinin şekli de anizotropinin yöneliminde bir değişimin olduğunu göstermektedir [38]. Aynı M-H eğrilerinden manyetizasyon sürecinin düşük alan bölgelerinde domain duvar hareketinden, yüksek alan bölgelerinde ise domain manyetizasyonunun yöneliminin değişiminden kaynaklandığı söylenebilir [39].

5. SONUÇ VE YORUM

Manyetik malzemeler günlük yaşamımızın hemen hemen her alanında oldukça geniş kullanım alanlarına sahiptirler. Bu malzemeler; endüstri, tıp, otomotiv, elektronik sektöründe manyetik sensörler olarak uygulama alanı bulmuştur. Geniş bir kullanım alanına sahip olan manyetik alan sensörlerinden birisi olan fluxgate sensörler, SQUID sensörlerden sonra en hassas sensörlerdir. Fluxgate sensörleri sürücü veya toplayıcı bobinler içerdiğinden teknolojik kullanımında ve minyatürize edilmesinde sorun oluşturmaktadır. Bobinsiz fluxgate sensörün temel çalışma prensibi oluşturulan helisel manyetizasyondur. Bu helisel manyetizasyon ya sonradan yada numune üretimi sırasında oluşturulabilir. Bu nedenle bu tez kapsamında elektrokimyasal olarak malzeme üretimi sırasında helisel anizotropi oluşturularak, üretilen manyetik kompozit tellerden bobinsiz fluxgate sensör geliştirilmiştir.

Elektrokimyasal kaplama süresince tork ve stres uygulanarak üretilen tellerde, elektrokimyasal çekirdeklenme ve büyüme mekanizmasına tork ve stres etkisi Scherafker-Hill modeli kullanılarak araştırıldı. NiFe/Cu' nun elektrokimyasal çekirdeklenmesine, aşırı potansiyelin etkisinin araştırıldığı daha önceki çalışmalarda, farklı aşırı potansiyeller sonucunda çekirdeklenmenin anlık olarak gerçekleştiği belirtilmiştir [91-93]. 22.4 rad/m tork altında ürettiğimiz numunelerde çekirdeklenme mekanizması anlık iken, 179.42 rad/m tork değerlerinde ürettiğimiz NiFe/Cu' nun ilerleyici çekirdeklenme mekanizmasına sahip olduğu görülmüştür. Tork artışı ile çekirdeklenme süresinin artışı arasında doğru bir orantının olduğu da gözlenmiştir. Çekirdeklenme süresinin uzaması, büyüme mekanizmasının anlık çekirdeklenmeden, ilerleyici çekirdeklenmeye dönüşmesine yol açmıştır. 0.05 MPa stres altında üretilen numunelerde anlık çekirdeklenme gözlenirken, 3.5 MPa ve 5 MPa stres altında üretilen numunelerde ilerleyici çekirdeklenme mevcuttur. 2,5 MPa stres altında oluşturulmuş numune içinse, anlık olarak başlayan çekirdeklenme mekanizmasının süre ilerledikçe ilerleyici çekirdeklenme ile yarıştığı söylenebilir.

Elektrokimyasal kaplama ile elde edilen NiFe/Cu kompozit tellerin elektrokimyasal empedans spektroskopisi sonuçları korozyona karşı dayanıklı olduklarını göstermiştir. Nyquist eğrilerinde genel olarak tipik iki bölgeye rastlanmıştır. Yüksek ve orta frekanslarda kapasitif bölge gözlenirken, düşük

frekanslarda indüktif bölge gözlenmiştir. Bu indüktif bölge yüzeyden sökülmelerin gerçekleştiğini işaret etmektedir.

Helisel anizotropi indüklenmemiş mikrotellerde, çıkış bileşeni neredeyse sıfır değerine yakındır. İkinci harmonik çıkış voltajının dış alanla değişim eğrisinde hiçbir lineerlik yoktur. Mikrotel üzerinde helisel anizotropi indüklenmesi ile birlikte çıkış voltajında önemli bir artış gözlenmiş ve eğrinin belirli bir alan aralığında lineerliğe sahip olduğu görülmüştür. Böylece uyarıcı ve toplayıcı bobine ihtiyaç duymadan, dış alan fluxgate etkiye dayanarak ölçülmüştür. Fluxgate sensörlerle dış manyetik alanı ölçerken, manyetik telin akı kapısı oluşturabilmek için manyetik olarak doyuma götürülmesi gerekmektedir. Kullanılan bobinler ise yüksek güç tüketimine sebep olmaktadır. Bobinsiz fluxgate sensör de kullanılan ferromanyetik çekirdek manyetik olarak doyuma götürülürken güç tüketmektedir. Ancak hiçbir bobine ihtiyaç duymaması güç tüketiminde ve ayrıca boyutta azalmaya neden olduğundan bu sensör tipini avantajlı kılmaktadır. Bobinsiz fluxgate sensörler, tork altındaki numunenin uçlarında oluşan sinyalin ikinci harmoniğinin uygulanan dış manyetik alanla değişimine dayalı bir çalışma mekanizmasına sahiptir.

Manyetik anizotropinin kaynağı manyetokristal anizotropi ve malzeme içerisinde oluşan iç streslere bağlanmaktadır [124]. Elektrokimyasal kaplama sürecinde uygulanan tork, tel üzerinde stres anizotropiye neden olmaktadır. Aynı zamanda elektrokimyasal kaplama sırasında mikrotel üzerine uygulanan ağırlıklarda tel üzerinde ek bir stres anizotropiye neden olmaktadır. Malzeme üzerinde oluşturulan bu stresler malzemenin manyetoelastik anizotropisinin de değişimine neden olmaktadır [124]. Bu değişim sonucunda, domeinler mikrotelin uzun eksen boyunca olan yönelimlerden sapmalara (maksimum 45°) [125-127] yol açmaktadır. Helisel anizotropinin kaynağı numune üzerinde oluşturulan bu streslere bağlanabilir. NiFe/Cu mikrotellerde 22.4 rad/m tork için ikinci harmonik çıkış voltajı 2.5 mV iken, 89,7 rad/m tork için ikinci harmonik çıkış voltajı, artarak 8 mV' a ulaşmıştır. Bu sonuç, mikro tel üzerinde anizotropinin helisel yönelim kazanmaya başladığını doğrulamaktadır. Aynı zamanda, kaplama sırasında mikrotel üzerine ağırlık uygulanarak oluşturulan anizotropide mikrotelin ikinci harmonik çıkış voltajını ve duyarlı olduğu alan aralığını, belirgin şekilde değiştirmiştir. Maksimum duyarlılık, 89.7 rad/m tork altında üretilen telde, 50 kHz sürücü akım frekansında ve 54 mA sürücü akım değerinde 54 V/T olarak gözlenmiştir. MI etkinin büyüklüğü, elektrokimyasal kaplama süresince uygulanan

torkun artışı ile azalır. Bu azalma, torkun artışı ile indüklenen helisel anizotropideki artışla ilişkilidir. $\% \Delta Z/Z$ değişimi, 160 kHz sürücü akım frekansında sırası ile 22.4 rad/m, 44.8 rad/m, 89.7 rad/m tork değerleri altında üretilen örnekler için % 260, % 235 ve % 119 bulunmuştur.

Sıfır tork altında üretilen CoNiFe/Cu mikrotellerin hiçbir helisel anizotropi bileşeninin olmadığı ve bobinsiz fluxgate etkinin sıfır olduğu gözlenmiştir. Düşük frekanslarda (1ve 5kHz aralığı) ikinci harmonik çıkış voltajının 29.5π rad/m ve 59π rad/m torklar için oldukça iyi lineer özelliğe sahip olduğu bulunmuştur.. Yüksek frekanslarda bobinsiz fluxgate eğrileri iki lineer bölgeye sahiptir ve maksimum duyarlılık 67 mA sürücü akım ve 20 kHz sürücü akım frekans değerinde 150 V/T olarak hesaplanmıştır. Elektrokimyasal kaplama süresince uygulanan torkun doğrultusu ters yönde değiştirildiğinde, 2. Harmonik çıkış voltajının eğrisi de tersi doğrultuda değişmiştir. Bu bobinsiz fluxgate etkinin kaynağı olan indüklenmiş helisel anizotropinin doğrultusunun değişmesinden kaynaklanmaktadır. Manyetoempedans eğrileri tork uygulanmamış mikrotel için tek pik olarak gözlenirken, tork uygulanmış diğer tüm örnek için çift pik olarak gözlenmiştir. Çift pik numune üzerinde dairesel anizotropinin varlığına işaret etmektedir [124]. Uygulanan torkun artırılması ile birlikte manyetoempedanstaki değişimde azalmıştır. Bu sonuç mikrotel üzerindeki dairesel anizotropinin uygulanan torkla birlikte helisel anizotropiye doğru değişmesiyle ilişkilidir. CoNiFe/Cu' nin dairesel anizotropi bileşenine sahip olması, NiFe/Cu mikrotel ile karşılaştırıldığında, ikinci harmonik çıkış voltajının çok daha büyük olmasına yol açmıştır. 29.5 rad/m tork altında üretilen CoNiFe/Cu için çıkış voltajı yaklaşık 20 mV bulunmuştur.

Yapılan çalışmalar sonucunda, elektrokimyasal olarak elde edilen manyetik ince film alaşımlarının, manyetik özelliklerinin, yüzey görünüşlerinin, atomik yüzde oranları ve de tel çaplarının, kaplama sırasında uygulanan tork ve stresle önemli ölçüde değiştiği gözlenmiştir. İyi bir bobinsiz fluxgate sensör elde etmek için kullanılan malzemenin; düşük manyetoelastik değer, dairesel ve helisel yönde manyetik bileşen, düşük anizotropi değeri, yüksek bir doyum manyetizasyon değerine sahip olması gibi özellikleri barındırması gerektiği sonucuna ulaşılmıştır.

Bu tez kapsamında NiFe/Cu ve CoNiFe/Cu kompozit teller elde edilmiş ve bobinsiz fluxgate ve manyetoempedans özellikleri incelenmiştir. Bobinsiz fluxgate

etkinin bobinlere ihtiya duymadan gzlenmesi, sensrn boyutunu hayli dřrmřtr. İleriki hedeflerimiz arasında mikro boyutta bobinsiz fluxgate tasarımı yer almaktadır. Manyetik sensrler, nano boyutta manyetik paracıkları dedekte etmek iin kullanılmaktadır. Mikroboyutlu bobinsiz fluxgate sensr ile manyetik paracık dedektasyonunu gerekleřtirilebilir. řu ana kadar oluřturulan farklı tip manyetik sensrlerde, sensrlerin alıřma prensipleri, nano boyutta inmeye olanak vermiřtir, ancak fluxgate sensrlerde bu bařarılamamıřtır. Bu sebeple nanoboyutta alıřan fluxgate sensr retmek hedeflenmektedir.

6. KAYNAKLAR

- [1] I. F. Akyıldız, J.M. Jornet, *Electromagnetic wireless nanosensor, Networks, Nano Commun Netw.* 1 (2010) 3–19.
- [2] Z. Li, M. Wu, T. Liu, C. Wu, Z. Jiao, B. Zhao, *Preparation of TiO₂ nanowire gas nanosensor by AFM anode oxidation, Ultramicroscopy,* 108 (2008) 1334–1337.
- [3] F.E. Atalay, H. Kaya , V. Yagmur, S. Tari, S. Atalay, D. Avsar, *The effect of back electrode on the formation of electrodeposited CoNiFe magnetic nanotubes and nanowires, Appl. Surf. Sci.* 256 (2010) 2414–2418.
- [4] Y. He, W.Zhang, S. Zhang, X. Kang, W. Peng, Y. Xu, *Study of the photoconductive ZnO UV detector based on the electrically floated nanowire array, Sens. Actuators A.* 181 (2012) 6–12.
- [5] E. N. Dattoli, Q. Wan, W. Guo, Y. Chen, X. Pan, and W.Lu, *Fully Transparent Thin–Film Transistor Devices Based on SnO₂ Nanowires, Nano Lett.* 7 (2007) 2463–2469.
- [6] <http://memsblog.wordpress.com/2010/04/05/isuppli-silicon-magnetic-sensors-head-for-big-time/>
- [7] S. Gumenjuk, B. Podlepetsky, *Advanced integrated magnetic–field sensors with frequency output, Sens. Actuators A.* 62 (1997) 529–533.
- [8] G. Ve´rtesy, A. Gasparics, J. Szo‘llo’sy, *High sensitivity magnetic field sensor, Sens. Actuators A.* 85 (2000) 202–208.
- [9] A. Zikmund, P. Ripka, *A magnetic distance sensor with high precision, Sens. Actuators A.* xxx (2012) xxx– xxx.
- [10] U. Barjenbruch, *New kind of highly sensitive magnetic sensors with wide bandwidth, Sens. Actuators A.* 65 (1998) 136–140.
- [11] P.D. Dimitropoulos, J.N. Avaritsiotis, *A micro–fluxgate sensor based on the Matteucci effect of amorphous magnetic fibers, Sens. Actuators A.* 94 (2001) 165–176.
- [12] L. Perez , C. Aroca, P. Sánchez, E. López, M.C. Sánchez, *Planar fluxgate sensor with an electrodeposited amorphous core, Sens. Actuators A.* 109 (2004) 208–211.
- [13] J. Lei, C. Lei, Y. Zhou, *Fabrication and characterization of a new MEMS fluxgate sensor with nanocrystalline magnetic core, Measurement,* 45 (2012) 535–540.
- [14]] F. Kaluza, A. Grüge, H. Grüge, *New and future applications of fluxgate sensors, Sens. Actuators A.* 106 (2003) 48–51.
- [15] M. Butta, P. Ripka, S. Atalay, F.E. Atalay, X.P. Li, *Fluxgate effect in twisted magnetic wire, J. Magn. Magn. Mater.* 320 (2008) e974–e978
- [16] M. Butta, P. Ripka, *Model for coil–less fluxgate, , Sens. Actuators A.* 156 (2009) 269–273.
- [17] S. Atalay, P. Ripka, N. Bayri, *Coil–less fluxgate effect in (Co_{0.94}Fe_{0.06})_{72.5}Si_{12.5}B₁₅ amorphous wires, J. Magn. Magn. Mater.* 322 (2010) 2238–2243.

- [18] S. Atalay, N. Bayri, T. Izgi, F.E. Atalay, V.S. Kolat, *Coil-less fluxgate effect in amorphous wires*, **Sens. Actuators A**. 158 (2010) 37–42.
- [19] M. Butta, P. Ripka, J.P. Navarrete, M. Vazquez, *Double Coil-Less Fluxgate in Bridge Configuration*, **IEEE Trans. Magn.** 46 (2010) 532–535.
- [20] M. Butta, P. Ripka, *Linearity of Pulse Excited Coil-Less Fluxgate*, **IEEE Trans. Magn.** 45 (2009) 4455–4458.
- [21] S. Atalay, N. Bayri, T. Izgi, F.E. Atalay, V.S. Kolat, *Influence of the wire length on the of coil-less fluxgate properties of amorphous $(\text{Co}_{0.94}\text{Fe}_{0.06})_{72.5}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ wire*, **Sens. Actuators A**. 163 (2010) 122–127.
- [22] M.H. Phan, H.X. Peng, *Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals ve applications*, **Prog. Mater. Sci.** 53 (2008) 323–420.
- [23] F.E. Atalay S. Atalay, *Giant magnetoimpedance effect in NiFe/Cu plated wire with various plating thicknesses*, **J. Alloy. Compd.** 392 (2005) 322–328.
- [24] A.C. Mishra, T. Sahoo, V. Srinivas, A.K. Thakur, *Giant magnetoimpedance in electrodeposited CoNiFe/Cu wire: A study on thickness dependence*, **J. Alloy. Compd.** 480 (2009) 771–776.
- [25] F.E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, *Magnetoimpedance effect in electroplated NiFeRu/Cu wire*, **J. Phys. D: Appl. Phys.** 39 (2006) 431–436.
- [26] Q. Zhang, Q.M. Mao, J.Z. Ruan, Q.J. Wang, X.L. Yang, Z.J. Zhao, H.L. Seet, X.P. Li, *Giant magneto-impedance effect of magnetron sputtered $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{Cu}$ composite wires*, **Surf. Rev. Lett.** 15 (2008) 753–756.
- [27] P. Jantaratana, N.G. Bebenin, G.V. Kurlyveskaya, *Magnetoimpedance ve magnetization processes of FeCoNi electroplated tubes*, **J. Appl. Phys.** 105 (2009) 013908.
- [28] F.E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, *Giant magnetoimpedance effect in electroplated CoNiFe/Cu wires with varying Ni, Fe ve Co content*, **J. Alloy. Compd.** 420 (2006) 9–14.
- [29] Q. Zhang, Q.M. Mao, J.Z. Ruan, Q. Wang, X. Yang, Z. Zhao, *Giant magneto-impedance effect of magnetron sputtered $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{SiO}_2/\text{Cu}$ composite wires*, **J. Magn. Magn. Mater.** 320 (2008) 2319–2321.
- [30] A.G. Munoz, C. Schiefer, E. Kisker, *Anisotropic permeability in ultrasoft electroplated NiFeMo/Cu microwires: The Procopiu effect*, **J. Appl. Phys.** 103 (2008). 073904.
- [31] H.L. Seet, X.P. Li, H.J. Neo, K.S. Lee, *Magnetic Properties of High Permeability NiFeMo/Cu Composite Wires*, **J. Alloy. Compd.** 449 (2008) 96–100.
- [32] F.E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, *Effect of pH on the magnetoimpedance properties of electrodeposited CoNiFe microtubes*, **Physica B**, 371 (2006) 327–331.
- [33] L.V. Panina, M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov, J. Gonzalez, *Magnetic field effects in artificial dielectrics with arrays of magnetic wires at microwaves*, **J. Appl. Phys.** 109 (2011) 053901.

- [34] M. Vazquez, M. Knobel, M.L. Sanchez, R. Valenzuela, A.P Zhukov, *Giant magnetoimpedance effect in soft magnetic wires for sensor applications*, **Sens. Actuators A**. 59 (1997) 20–29.
- [35] S. Atalay, “*Magnetoelastic Properties of Iron-Based Amorphous wire*”, Doktora Tezi, Bath University, İngiltere, 1992.
- [36] Chih-wen Chen, *Magnetism And Metallurgy Of Soft Magnetic Materials*, New York : Dover Publications, 1986.
- [37] B. D. Cullity, C. D. Graham, *Introduction To Magnetic Materials*, Second edition, IEEE Press, 2009.
- [38] C. Kittel, *Physical Theory of Ferromagnetic Domains*, **Rev. Mod. Phys.** 21 (1949) 541–583.
- [39] R. M. Bozorth, *Ferromagnetism*, IEEE Press, New York, 1993.
- [40] A. Geyger, *Nonlinear–Magnetic Control Devices*, McGraw–Hill, New York, 1964.
- [41] X. Li, Y. Liu, R. Kang, Z. Wang and X. Shu , *Cross axis effect of AMR sensors and single sensitive–axis compass*, International Conference on Mechatronics and Automation, August 4–7 (2010) 857–860.
- [42] <http://www.advancedmicrosensors.com/assets/pdf/Magnetic-Field-Sensors.pdf>
- [43] Y.H. Seo, Ki–Ho Han, Young–Ho Cho, *New plasma Hall effect magnetic sensors: macrosensors versus microsensors*, **Sens. Actuators A**. 92 (2001) 123–131.
- [44] R.S. Popovic, Z. Randjelovic, D. Manic, *Integrated Hall–effect magnetic sensors*, **Sens. Actuators A**. 91 (2001) 46–50.
- [45] J. P. Sebasti´a, J. A. Lluch, J. R.L. Vizca´ıno, *Signal conditioning for GMR magnetic sensors Applied to traffic speed monitoring GMR sensors*, **Sens. Actuators A**. 137 (2007) 230–235.
- [46] <http://www.designworldonline.com/articles/5779/315/Choose-Your-Best- Pneumatic-Cylinder-Sensor-Here.aspx>.
- [47] H. Aschenbrenner ve G. Goubau, *Eine Anordnung zur Registrierung rascher magnetischer Störungen*, **Hochfreq Tech. Elektroakust.** 47 (1936) 177–81.
- [48] F. C. Williams and S. W. Noble, *The fundamental limitations of the second harmonic type of magnetic modulator as applied to the amplification of small dc signals*, **J. Inst. Elec. Engrs.** 97 (1950) 445–459.
- [49] A. Geyger, *The Ring Core Magnetometer – A New Type of Second–Harmonic Flux–Gate*, **AIEE Trans. Communications and Electronics**, 81 (1962) 65–73.
- [50] F. Primdahl, *The Fluxgate Mechanism, Part I: The Gating curves of parallel and ortogonal fluxgates*, **Sens. Actuators A**. MAG–6 (1970) 376–383.
- [51] F. Primdahl, *The fluxgate magnetometer*, **J. Phys. E: Sci. Instrum.**, 12 (1979) 242–253.

- [52] R. Petersent, F. Primdahl, S. B. Herflandos, A. Fernandezs and V. Nielsent, *The ring core fluxgate sensor null feed-through signal*, **Meas. Sci. Techool.** 3 (1992) 1149–1154.
- [53] P. Ripka, M. Butta, M. Malatek, S. Atalay, F.E. Atalay, *Characterisation of magnetic wires for fluxgate cores*, **Sens. Actuators A.** 145–146 (2008) 23–28.
- [54] P. Ripka, *Sensors based on bulk soft magnetic materials: advances and challenges*, **J. Magn. Magn. Mater.** 320 (2008) 2466–2473.
- [55] G. Tsoy, Z. Janu, M. Novak, F. Soukup, R. Tichy, *High-resolution SQUID magnetometer*, **Physica B: Condensed Matter**, 284 (2000) 2122–2123.
- [56] P. Ripka, A. Tipek, *Modern Sensors Handbook*, John Wiley & Sons USA, 2007.
- [57] M. Weiner, *Magnetostrictive offset and noise in flux gate magnetometers*, **Sens. Actuators A.** 5 (1969) 98–105.
- [58] P. Ripka, W.G. Hurley, *Excitation efficiency of fluxgate sensors*, **Sens. Actuators A.** 129 (2006) 75–79.
- [59] S.C. Ling, **NASA Tech. Brief**, 65 (1965) 10103.
- [60] Ö. Zorlu, “*Ortogonal Fluxgate Type Magnetic Microsensors With Wide Linear Operation Range*”, Doktora Tezi, EPFL, Lausanne, 2008.
- [61] P. Ripka, *Magnetic Sensors and Magnetometers*, Artech House, Boston, 2000.
- [62] F. Primdahl and W.R. Darker *Long-Term Stability of a Ferrite Core Fluxgate Magnetometer in High Field*, **IEEE Trans. Magn. MAG-7** (1970) 909–910.
- [63] F. Primdahl, *Temperature compensation of fluxgate magnetometers*, **IEEE Trans. Magn.** 6 (1970) 819–822.
- [64] O. Zorlu, P. Kejik, R.S. Popovic, *An ortogonal fluxgate-type magnetic microsensor with electroplated Permalloy core*, **Sens. Actuators A.** 135 (2007) 43–49.
- [65] D.I. Gordon and R.H. Lundsten, *Low field magnetometer sensor of high stability*, **Rev. Phys. Appl.** 1 (1970) 175–177.
- [66] H. How and C. Vittoria, *Generation of high-order harmonics in insulator magnetic fluxgate sensor cores*, **Sens. Actuators A.** 37 (2001) 2448–2450.
- [67] I. Sasada, *Ortogonal fluxgate mechanism operated with dc biased excitation*, **J. Appl. Phys.** 91 (2002) 7789–7791.
- [68] B. Andò, S. Baglio, A.R. Bulsara, C. Trigona, *Design and characterization of a microwire fluxgate magnetometer*, **Sens. Actuators A.** 151 (2009) 145–153.
- [69] M. Gonzalez-Guerrero, L. Perez, C. Aroca, M.C. Sanchez, E. Lopez, P. Sanchez, *Hybrid ferrite-amorphous planar fluxgate*, **J. Magn. Magn. Mater.** 272–276 (2004) e1777–e1779.

- [70] X.P. Li, J. Fan, J. Ding, X.B. Qian, *Hybrid ferrite–amorphous planar fluxgate*, **J. Magn. Magn. Mater.** 300 (2006) e98–e103.
- [71] P.–M. Wu, and C. H. Ahn, *Design of a Low–Power Micromachined Fluxgate Sensor Using Localized Core Saturation Method*, **IEEE sens.**, 8 (2008) 308–313.
- [72] M. Paunovic, M. Schlesinger, *Fundamentals of Electrochemical Deposition*, John Wiley & Sons, Pennington, 2006.
- [73] R. Peat, D. Pletcher, J. Robinson, *Instrumental Methods in electrochemistry*, John Wiley and Sons, Newyork. 1985.
- [74] E. Michael Hyde, G. Richard Compton, *A review of the analysis of multiple nucleation with diffusion controlled growth*, **Journal of Electroanal. Chem.** 549 (2003) 1–12.
- [75] S. Fletcher, *Electrochemical Deposition of Hemispherical Nuclei under Diffusion Control*, **J. Chem. SOC., Faraday Trans.** 79 (1983) 467–479.
- [76] R.D. Armstrong and J. A. Harrison, *Two–Dimensional Nucleation in Electrocrystallization*, **J. Electrochem. Soc.** 116 (1969) 328–331.
- [77] B. Scharifker, G. Hills, *Theoretical and Experimental Studies of Multiple Nucleation* **Electrochim. Acta.** 28 (1983) 879–889.
- [78] D. Grujicic, B. Pesic, *Reaction and nucleation mechanisms of copper electrodeposition from ammoniacal solutions on vitreous carbon*, **Electrochimica Acta.** 50 (2005) 4426–4443.
- [79] C.B. Baker and C.A. West, *Nickel–Iron Deposition I. Experimental Results*, **J. Electrochem. Soc.** 144 (1997) 164–169.
- [80] M.E. Orazem, B. Tribollet *Electrochemical impedance spectroscopy*, Wiley, New York, 2006.
- [81] Techical report No: 26 *A introduction to electrochemical impedance measurement, Solarton analytical*, University of southern California, USA, 1999.
- [82] F.E. Atalay, “*İnce YBCO üstün iletken filimlerin elektrokimyasal olarak SrTiO₃ taban üzerinde eldesi*”, Yüksek Lisans Tezi, İnönü Üniversitesi (Türkiye) 1994.
- [83] R. Tena-Zaera, J. Elias, C. Lévy-Clément, I. Mora-Seró, Y. Luo, and J. Bisquert, *Electrodeposition and impedance spectroscopy characterization of ZnO nanowire arrays*, **phys. stat. sol. (a)**, 205 (2008) 2345–2350.
- [84] D.D. Macdonald, E. Sikora and G. Engelhardt, *Characterizing electrochemical systems in the frequency domain*, **Electrochimica Acta.** 43 (1998) 87–107.
- [85] E. Barsoukov, J.R. Macdonald, *Impedance Spectroscopy Theory, Experiment, and Applications*, Second Edition, A John Wiley, New Jersey. 2005.

- [86] A. Lasia, “*Electrochemical Impedance Spectroscopy and its Applications*”, Doktora Tezi, Département de chimie, Université de Sherbrooke, Sherbrooke, 1999.
- [87] Y. Wang, M. Wu, W.F. Zhang, *Preparation and electrochemical characterization of TiO₂ nanowires as an electrode material for lithium-ion batteries*, **Electrochimica Acta**. 53 (2008) 7863–7868.
- [88] M. Arulepp, J. Leis, A. Huczko, H. Lange, M. Bystrzejewski, *Electrochemical characterization of core-shell carbon-encapsulated magnetic nanoparticles*, **Mater. Lett.** 63 (2009) 1435–1438.
- [89] P. M. Shirage, D. D. Shivagan, R. S. Kalubarme, V. Ganesan and S. H. Pawar, *The nucleation and growth mechanism of the electrodeposition of Tl₂Ba₂Ca₂Cu₃O₁₀ superconducting thin films on Al-substrate*, **Supercond. Sci. Technol.** 21 (2008) 065009.
- [90] E. Michael Hyde, G. Richard Compton, *A review of the analysis of multiple nucleation with diffusion controlled growth*, **J. of Electroanal. Chem.** 549 (2003) 1–12.
- [91] Z. Zhang, *Trans, Electrocrystallization Nucleation and Growth of NiFe Binary Alloys onto Brass Substrate*, **Nonferrous Met. Soc. China**, 15 (2005) 897–901.
- [92] A. Afshar, A.G. Dolati, M. Ghorbani, *Electrochemical characterization of the Ni-Fe alloy electrodeposition from chloride-citrate-glycolic acid solutions*, **Mater. Chem. Phys.** 77 (2002) 352–358.
- [93] L. Jing-feng et. al., *Electrodeposition behavior of nanocrystalline CoNiFe soft magnetic thin film*, **Trans. Nonferrous Met. Soc. China**, 16 (2006) 659–665.
- [94] F. E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, S. Tari, *Influence of deposition time and pH on magnetic NiFe nanowires fabrication*, **J. Alloy. Compd.** 469 (2009) 458–463.
- [95] B. Hernando, M.L. Sanchez, V.M. Prida, J.D. Santos, J. Olivera, F.J. Belzunce, G. Badini, M. Vazquez, *Magnetic domain structure of amorphous FeSiBNbCu wires under torsional stress*, **J. Applied Physics**, 103 (2008) 07E716.
- [96] J.P. Sinnecker, K.R. Pirota M. Knobel, L. Kraus, *AC magnetic transport on heterogeneous ferromagnetic wires and tubes*, **J. Magn. Magn. Mater.** 249 (2002) 16–21.
- [97] S. Atalay, V. Yagmur, F.E. Atalay, N. Bayri, *Coil-less fluxgate effect in CoNiFe/Cu wire electrodeposited under torsion*, **J. Magn. and Magn. Mater.** 323 (2011) 2818–2822.
- [98] V. Zhukova, A.F. Cobeno, A. Zhukov, J.M. Blanco, S. Puerta, J. Gonzalez, M. Vazquez, *Induced magnetic anisotropy in Co-Mn-Si-B amorphous microwires*, **J. Non-Crystalline Solids**, 287 (2001) 31–36.
- [99] H. Chiriac, M. Knobel, and T. A. Ovari, *Temperature Distribution in a Joule Effect Annealed Amorphous Glass-Covered Wire*, **Mater. Sci.** 239 (1999) 302–303.

- [100] J. M. Blanco, A. Zhukov, J. Gonzalez, *Torsional stress impedance ve magneto-impedance in (Co_{0.95}Fe_{0.05})_{72.5} Si_{12.5}B₁₅ amorphous wire with helical induced anisotropy*, **J. Phys. D: Appl. Phys.** 32 (1999) 3140–3145.
- [101] T. Kanno, K. Mohri, T. Yagi, T. Uchiyama, L.P. Shen, *Amorphous wire MI micro sensor using CMOS IC multivibrator*, **IEEE Trans. Magn.** 33 (1997) 3358–3360.
- [102] J. M. Blanco, A. Zhukov, A.P. Chen, A.F. Cobeno, A. Chizhik, J. Gonzalez, *Amorphous wire mi micro sensor using c-mos ic multivibrator*, **J. Phys. D: Appl. Phys.** 34 (2001) L31–L34.
- [103] M. Ipatov, Zhukova, A. Zhukov, J. Gonzalez, A. Zvezdin, *Amorphous wire MI micro sensor using C–MOS IC multivibrator*, **Phys. Rev. B.** 81 (2010) 134421–1344218.
- [104] S. Atalay, N. Bayri, *Low field magnetoimpedance in FeSiB ve CoSiB amorphous wires*, **J. Magn. Magn. Mater.** 272 (2004) 1365–1367.
- [105] D.X. Chen, J.L. Munoz, A. Hernveo, M. Vazquez, *Magnetoimpedance of metallic ferromagnetic wires*, **Phys. Rev. B.** 57 (1998) 10699.
- [106] G.V. Kurlyveskaya, N.G. Bebenin, V.O. Vaskovskii, *Giant magnetic impedance of wires with a thin magnetic coating*, **The Physics of Metals and Metallograpy**, 111 (2011) 133–154.
- [107] J.G.S. Duque, C. Gomez–Polo, A. Yelon, P. Ciureanu, A.E.P Araujo, M. Knobel, *The effect of helical magnetoelastic anisotropy on magnetoimpedance ve its second harmonic component in amorphous wires*, **J. Magn. Magn. Mater.** 271 (2004) 390–395.
- [108] N.A. Buznikov, A.S. Antonov, A.A. Rakhmanov, *A model for torsion–stress effect on nonlinear magnetoimpedance in amorphous wires with negative magnetostriction*, **J. Magn. Magn. Mater.** 323 (2011) 190–195.
- [109] N.A. Buznikov, A.S. Antonov, C.G. Kim, C.O. Kim, A.A. Rakhmanov, S.S. Yoon, *The effect of domain–walls motion on second harmonic amplitude of magnetoinductive response in co–based amorphous wires*, **J. Magn. Magn. Mater.** 285 (2005) 101–111.
- [110] V. Zhukova, A. Chizhik, A. Zhukov, A. Torcunov, V. Larin, J. Gonzalez, *Optimization of giant magnetoimpedance in Co–rich amorphous microwires*, **IEEE Trans. Magn.** 38 (2002) 3090–3092.
- [111] K. Mohri, S. Takeuchi, *Stress–magnetic effects in iron–rich amorphous alloys ve shock–stress sensors with no power*, **IEEE Trans. Magn.** 17 (1981) 3379–3381.
- [112] J.M. Blanco, A. Zhukov, J. Gonzalez, *Asymmetric torsion stress giant magnetoimpedance in nearly zero magnetostrictive amorphous wires*, **J. Appl. Phys.** 87 (2000) 4813–4815.
- [113] K. Mohri, S. Takeuchi, *Sensitive bistable magnetic sensors using twisted amorphous magnetostrictive ribbons due to Matteucci effect*, **J. Appl. Phys.** 53 (1982) 8386–8388.

- [114] A. Zhukov, *The remagnetization process of bistable amorphous alloys*, **Mater. Design.** 14 (1993) 299–306.
- [115] V. Zhukova, V.S. Larin, A. Zhukov, *Stress induced magnetic anisotropy ve giant magnetoimpedance in Fe-rich glass-coated magnetic microwires*, **J. Appl. Phys.** 94 (2003) 1115–1118.
- [116] A. F. Cobeno, J.M. Blanco, A. Zhukov, L. Dominguez, J. Gonzalez, A. Torcunov, P. Aragonese, *Matteucci effect in glass coated microwires*, **IEEE Trans. Magn.** 35 (1999) 3382–3384.
- [117] C. Gomez-Polo, J.G.S. Duque, M. Knobel, *Nonlinear giant magnetoimpedance ve the asymmetric circumferential magnetization process in soft magnetic wires*, **J. Phys.: Condens. Matter.** 16 (2004) 5083–5094.
- [118] C. Losin, C. Gomez-Polo, M. Knobel, A. Grishin, *Structure ve magnetic properties of amorphous Co-Si alloy films*, **IEEE Trans. Magn.** 38 (2002) 3078–3089.
- [119] C. Gomez-Polo, M. Vazquez, M. Knobel, *Field dependence of second-harmonic amplitude of magnetoimpedance in FeCoSiB joule heated wires*, **J. Magn. Magn. Mater.** 226 (2001) 712–714.
- [120] Tübitak Projesi, *Amorf Ferromanyetik Maddelerde Manyetoempedans Ve Manyetodirenç Etkiler Ve Uygulamaları*, Proje No: TBAG-2114, Malatya, 2005.
- [121] F.E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, *Unusual grain growth in electrodeposited CoNiFe/Cu wires and their magnetoimpedance properties*, **Materials Science and Engineering B**, 131 (2006) 242–247.
- [122] S. Atalay, F.E. Atalay, H. Kaya, *Field-dependent young's modulus and magnetoimpedance in electrodeposited NiFe and NiFeCo microtubes*, **J. Magn. Magn. Mater.** 316 (2007) e805–e808.
- [123] F.E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, *Magnetoimpedance effect of current-annealed CoNiFe/Cu microtubes*, **Physica B**, 403 (2008) 2917–2923.
- [124] Tübitak projesi raporu, *Nanokristal Maddelerin Manyetik ve Manyetoelastik Özellikleri*, Proje No: TBAG-1832, MALATYA.
- [125] D. Atkinson, P.T. Squire, S. Atalay, *The effect of annealing and crystallization on the magnetoelastic properties of Co-Si-B amorphous wires*, **J. Appl. Phys.** 79 (1996) 1664–1669.
- [126] D. Atkinson, P.T. Squire, M.R.J. Gibbs, S. Atalay, *The effect of annealing and crystallization on the magnetoelastic properties of Fe-Si-B amorphous wire*, **J. Appl. Phys.** 73 (1993) 3411–3417.
- [127] N. Bayri, *Amorf “Ferromanyetik Alaşımlarda Stres-empedans ve Manyetoempedans Etki”*, Doktora Tezi, İnönü Üniversitesi. Türkiye, 2007.

7.ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı: Vedat YAĞMUR

Doğum Tarihi: 04.10.1982

Öğrenim Durumu:

Derece	Bölüm/Program	Üniversite	Yıl
Lisans	Fizik	İnönü Üniversitesi	2002-2005
Y. Lisans	Fizik	İnönü Üniversitesi	2006-2008
Doktora	Fizik	İnönü Üniversitesi	2008-...

Yüksek Lisans Tez Başlığı ve Tez Danışmanı:

LaCaMnO Nanotellerin Ve Nanoparçacıkların Sol-Jel Yöntemi İle Elde Edilmesi Ve Özelliklerinin İncelenmesi

Prof. Dr. Funda ATALAY

Doktora Tez Başlığı ve Danışmanı:

Elektrokimyasal Olarak Üretilen Manyetik Kompozit Tellerin Bobinsiz Fluxgate Sensör Olarak Kullanımı

Prof. Dr. Funda ATALAY

Projelerde Yaptığı Görevler:

1. “Sol-Gel Yöntemi ile LaCaMnO Nanotellerin Üretimi”, Yüksek Lisans Tez Projesi, *İ.Ü.A.F.2008/4*, **Araştırmacı**, 2008
2. “Çok katmanlı CoNiFe/Cu Nanotellerin Elektrokimyasal Olarak Eldesi”, *İ.Ü.A.F.2008/62*, **Araştırmacı**, 2010
3. “Nanotüp ve Nanoteller Kullanılarak Süperkapasitör Oluşturulması”, *İ.Ü.A.F.2011/33*, **Araştırmacı**, 2011
4. “Bobinsiz Fluxgate Manyetik Alan Sensörü”,TÜBİTAK, **TBAG/109T361**, **Bursiyer**.
5. Elektrokimyasal olarak üretilen manyetik kompozit tellerin bobinsiz fluxgate sensör olarak kullanımı”, Doktora Tez Projesi, *İ.Ü.A.F.2010/119*, **Araştırmacı**, 2012

A. Uluslararası hakemli dergilerde yayımlanan makaleler :

A1 S. Atalay, N. Bayri, A. Fidan, F.E. Atalay, **V. Yagmur**, Torsion sensor based on the coil-less fluxgate effect, *Sens. Actuators A.* 178 (2012) 100– 103

A2- V. Yagmur, F.E. Atalay, N. Bayri, S. Atalay, The Dynamic Effects in Electrodeposited NiFe/Cu Wire with Preliminary Torsion, *Solid State Phenomena*, 190 (2012) 243-246

A3- A. Fidan, S. Atalay, N. Bayri, F.E. Atalay, **V. Yagmur**, Coil-Less Fluxgate Effect in Amorphous $\text{Co}_{71}\text{Fe}_1\text{Mo}_1\text{Mn}_4\text{Si}_{14}\text{B}_9$ Ribbon, *Solid State Phenomena*, 190 (2012) 167

A4- S. Atalay, **V Yagmur** , F.E. Atalay, N. Bayri, “Coil-less fluxgate effect in CoNiFe/Cu wire electrodeposited under torsion“, *J. Magn. and Magn. Mater.*, 323 (2011) 2818-2822.

A5- S. Atalay, N. Bayri, T. Izgi, **V. Yagmur**, F.E. Atalay, V.S. Kolat, ”Influence of the wire length on the of coil-less fluxgate properties of amorphous $(\text{Co}_{0.94}\text{Fe}_{0.06})_{72.5}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ wire”, *Sens. Actuators A.* ,163 (2010) 122.

A6- F. Atalay, D. Avsar, H. Kaya, **V. Yagmur**, S. Atalay, Turgay Seckin, “Nanowires of Lead-Free Solder Alloy SnCuAg”, **Journal of Nanomaterials**, Volume 2011 (2011), Article ID 919853,

A7- F. E. Atalay, **V. Yagmur**, S. Atalay, H. Kaya, S Tari, D. Avsar, The synthesis of ferromagnetic $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ nanowires by a sol-gel method, ***J. of Optoelectronics and Advanced Materials*** 12, 2 (2010) 392 – 396

A8- F.E. Atalay, H. Kaya, **V. Yagmur**, S. Tari, S. Atalay, D. Avsar, The effect of back electrode on the formation of electrodeposited CoNiFe magnetic nanotubes and nanowires, ***Applied Surface Science***, 256, Issue 8, (2010), 2414-2418

A9- F. E. Atalay, **V. Yağmur**, H. Kaya, D. Avcu, “Electrochemical Capacitance of Cobalt Oxide Nanotubes on Nickel Foam, **Acta Physica Polonica A**, Accepted manuscript (2012)

A10- F. E. Atalay, H. Kaya, D. Avşar, **V. Yağmur**, “Production of Y-Ba-Cu-O Nanowires and Nanotubes by Electrochemical Method, **Acta Physica Polonica A**, Accepted manuscript

B. Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında (Proceedings) basılan bildiriler :

B1- F. E. Atalay, **V. Yağmur**, H. Kaya, D. Avcu, “Electrochemical Capacitance of Cobalt Oxide Nanotubes on Nickel Foam, APMAS-2012, Antalya, Türkiye,2012

B2- F. E. Atalay, H. Kaya, D. Avşar, **V. Yağmur**, “Production of Y-Ba-Cu-O Nanowires and Nanotubes by Electrochemical Method, APMAS-2012, Antalya, Türkiye,2012

B3- **V. Yağmur**, F. E. Atalay, N. Bayri, S. Atalay, “Magnetoimpedance and Coil-less Fluxgate Effect in Electrodeposited NiFe/Cu Wire”, MISM-2011, Moskova, Rusya, 2011

B4- A. Fidan, S. Atalay, N. Bayri, F.E. Atalay, **V. Yagmur**, Coil-Less Fluxgate Effect in Amorphous $\text{Co}_{71}\text{Fe}_1\text{Mo}_1\text{Mn}_4\text{Si}_{14}\text{B}_9$ Ribbon, MISM-2011, Moskova, Rusya, 2011

B5-S. Atalay, N. Bayri, A. Fidan, **V. Yagmur**, T. Izgi, F.E. Atalay, V.S. Kolat, "Coil-less Fluxgate Effect in Negatively Magnetostrictive $\text{Co}_{72.5}\text{Si}_{12.5}$ Amorphous Wire, 8. *European Conference on Magnetic Sensors& Actuators (EMSA 2010)*, Bodrum, Turkey, 2010.

B6- D. Avşar, S. Demirsoy, H. Kaya, **V. Yağmur**, F. E. Atalay, “SnCuAg nanowires for nanoscale soldering” NANOMATS, İstanbul, TÜRKİYE, 2009.

B7- F. E. Atalay, H. Kaya, **V. Yağmur**, D. Avşar, The Formation CoNiFe Magnetic Nanotubes and Nanowires, 26. *International Physics Congress (TFD)*, Bodrum, TÜRKİYE, 2009.

B8- H. Kaya, F.E. Atalay, Y. Emre, **V. Yağmur**, S. Atalay, Çok Katmanlı CoNiFe/Cu Nanotellerinin Eldesi, 25. *International Physics Congress (TFD)*, Bodrum, TÜRKİYE, 2008.

B9- **V. Yağmur**, F.E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, “Sol-Gel Yöntemi ile Elde Edilen LaMnCaO Nanotellerin ve Nanotozların Özelliklerinin incelenmesi,” 25. *International Physics Congress (TFD)*, Bodrum, TÜRKİYE, 2008.

B10- Funda Ersoy Atalay, Harun Kaya, Süleyman Tari, Yıldız Emre and **Vedat Yağmur** "Electrochemical Deposition of Magnetic CoNiFe Nanotubes " *Nano Tr4*, İstanbul – TÜRKİYE, 2008.