

T.C
İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SOL-JEL YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN MALZEMELERİN MANYETOEMPEDANS
ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

SİNAN GÜNGEN

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

MAYIS 2016

Tezin Başığı: Sol-Jel Yöntemi ile Üretilen Malzemelerin Manyetoempedans Özelliklerinin Belirlenmesi

Tezi Hazırlayan: Sinan GÜNGEN

Sınav Tarihi: 30.05.2016

Yukarıda adı geçen tez jürimizce değeriendirilerek Fizik Ana Bilim Dalında Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Sınav Jüri Üyeleri

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Tekin İZGİ

İnönü Üniversitesi

Doç. Dr. Nevzat BAYRI

İnönü Üniversitesi

Doç. Dr. Ethem AKTÜRK

Adnan Menderes Üniversitesi

Prof. Dr. Alaattin ESEN

Enstitü Müdürü

ONUR SÖZÜ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “ Sol-Jel Yöntemi ile Üretilen Malzemelerin Manyetoempedans Özelliklerinin Belirlenmesi “ 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 oluştuğunu belirtir, bunu onurumla doğrularım.



Sinan GÜNGEN

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

SOL-JEL YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN MALZEMELERİN MANYETOEMPEDANS ÖZELLİKLERİNİN BELİRLENMESİ

Sinan GÜNGEN

İnönü Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

75+ix

2016

Danışman: Doç. Dr. Tekin İZGİ

Bu çalışmada genel olarak LaSrMnO_3 , LaBaMnO_3 benzeri numuneler sol-jel yöntemi ile hazırlanmıştır. Hazırlanan manganit numuneler farklı çap ve uzunluktaki platin teller üzerine dip-coating (daldırma) metodu kullanılarak kaplanmıştır. Hazırlanan numunelerin yapısal özelliklerinin belirlenebilmesi için X-ışınları ölçümleri alınmıştır. Manyetoempedans özelliklerinin alana ve frekansa bağlı empedans özellikleri belirlenmiştir. Manyetoempedans çalışmalarında 5 MHz lik frekans değerlerine kadar yüzde değişim gözlenmemiştir. Bu frekansın üstündeki değerlerde yüzde manyetoempedans değişimleri kalınlığa bağlı olarak değişim göstermiştir. En büyük yüzde manyetoempedans değişimi 0.3 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinde 80 MHz lik frekans değerinde gözlenmiştir. $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numuneler $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunelerine oranla daha yüksek yüzde manyetoempedans değişimleri göstermiştir.

ANAHTAR KELİMELELER: Sol-Jel, Dip-Coating, Manyetoempedans

ABSTRACT

Master' s Thesis

DETERMINATION OF MAGNETOIMPEDANCE CHARACTERISTICS OF THE MATERIALS PRODUCED BY SOL-GEL METHOD

Sinan GÜNGEN

Inonu University

Graduate school of Natural and Applied Sciences

Department of Physics

75+ix

2016

Supervisor: Associate Professor Tekin İZGİ

In this study generally LaSrMnO_3 , LaBaMnO_3 similar samples were prepared by sol-gel method. Manganite samples prepared by dip-coating on platinum wire in different diameters and lengths are coated using the method. To determine the structural properties of the prepared samples were measured by means of X-rays. Magneto Impedance characteristics of the impedance characteristics depending on magnetic field and frequency is set. Percent change in magnetic impedance frequencies up to 5 MHz operation was observed. Percent in value over and above that frequency has changed depending on the thickness of the magnetic impedance changes. The biggest percentage change of magneto-impedance 0.3 mm thick coated with a platinum wire was observed in samples $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ worth 80 MHz frequency. $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ samples $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ sample showed a higher percent change compared to manyetoempedans.

KEYWORDS: Sol-Gel, Dip-Coating, Magnetoimpedance

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans çalışmalarımın her aşamasında yardım ve desteklerini esirgemeyen tez yöneticisi hocam Sayın Doç. Dr. Tekin İZGİ' ye;

Ayrıca her fırsatta yardım ve desteklerinden dolayı Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Prof. Dr. Selçuk ATALAY, Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Doç. Dr. V. Serkan KOLAT ve Eğitim Fakültesi Fen Bilgisi Öğretmenliği Bölümü Öğretim Üyelerinden Doç. Dr. Nevzat BAYRI' ye;

Bu tez kapsamında yürütülen 2016/19 nolu projeyi maddi yönden destekleyen Bilimsel Araştırma Projeleri Merkezine;

Hayatımın her döneminde olduğu gibi tez çalışmam boyunca benden desteklerini esirgemeyen aileme sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii

1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	6
2. 1. Manyetizasyon	6
2. 1. 2. Manyetik Alınganlık (Susceptibility).....	6
2.2. Manyetik Materyallerin Sınıflandırılması	8
2.3. Manyetoempedans Etki	10
2.4. Perovskite Manganit Yapılar.....	18
2.5. Sol-Jel Kaplama Yöntemleri	19
2.5.1. Püskürtme Yöntemi ile Kaplama Yöntemi (Spray-Coating)	20
2.5.2. Akış Metodu ile Kaplama Yöntemi (Flow-Coating).....	21
2.5.3. Döndürme Metodu ile Kaplama Yöntemi (Spin-Coating).....	22
2.5.4. Laminer Metodu ile Kaplama Yöntemi (Laminar-Coating)	24
2.5.5. Merdaneli Metodu ile Kaplama Yöntemi (Roll-Coating)	25
2.5.6. Baskı Metodu ile Kaplama Yöntem (Printing)	26

3. MATERYAL VE YÖNTEM	28
3.1. İnce Film	29
3.2. Sol-Gel Metodu	30
3.3. Sol-Jel ile Daldırma (Dip-Coating) Yöntemi	33
3.4. Numune Hazırlama ve Isıl İşlem.....	37
3.5. Katıhal Reaksiyon Yöntemi	37
3.6. Sol-Jel Yöntemi.....	40
3.7. X-Işınları Kırınım Ölçümleri.....	43
3.8. Manyetoempedans Ölçümleri.....	43
4. ARAŞTIRMA BULGULARI	46
4.1. Yapısal Özelliklerin Belirlenmesi	46
4.1.2. Sol-Jel İle Üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ Numunesinin X-ray analizi	47
4.1.3. Sol-Jel İle üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ Numunesinin X-ray analizleri	48
4.2. Manyetoempedans Özelliklerinin Belirlenmesi	50
5. TARTIŞMA VE SONUÇ	64
6. KAYNAKLAR.....	67
7. ÖZGEÇMİŞ.....	75

SİMGELER VE KISALTMALAR

MI	Manyetoempedans Etki
Z	Empedans
ΔZ	Yüzde Manyetoempedans
H	Dış Manyetik Alan
H_c	Coercivity
$f(H)$	Rezonans Frekansı
f	Sürücü Akım Frekansı
M	Manyetizasyon
M_r	Remanant Manyetizasyon
M_s	Doyum Manyetizasyonu
H_{dc}	Dış Manyetik Alan
SI	Stres Empedans
η	Sıvının viskozitesi
U	Daldırma hızı
ρ	Sol 'ün yoğunluğu
g	Yerçekimi ivmesi
L	İndüktans
K_k	Kristal anizotropi enerjisi
K	Şekil anizotropisi
χ	Manyetik alınganlık

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. 1. 300 K de farklı frekanslar için uygulanan dış alana bağlı olarak yüzde manyetoempedans değişimi.....	4
Şekil 2. 1. Manyetik bir malzemenin M-H hysteresis eğrisi	7
Şekil 2. 2. Manyetoempedansın tanımı	12
Şekil 2. 3. Düşük ve yüksek frekanslarda uygulanan alanla empedans değişimi	12
Şekil 2. 4. Manyetik malzemedede ortaya çıkan iki farklı manyetizasyon aşaması, (a) manyetik momentlerin dönmesi (b) domain duvarının hareketi	13
Şekil 2. 5. Değişen bir manyetik alan altında ortaya çıkan indüksiyon akımı (B)	15
Şekil 2. 6. İletken bir telden geçen I akımının etrafında oluşturduğu indüksiyon akımı	16
Şekil 2. 7. Düşük ve yüksek frekansta akımın iletkenin kesiti boyunca yayılması	16
Şekil 2. 8. Püskürtme yöntemi ile kaplama tekniğinin şematik gösterimi	21
Şekil 2. 9. Sprey tabanca yardımı ile nano yüzey üzerine yapılan kaplama	21
Şekil 2. 10. Akış kaplama tekniğinin şematik gösterimi.....	22
Şekil 2. 11. Sol-jel yöntemi ile kaplamanın değişik aşamaları	23
Şekil 2. 12. Laminer metodu ile kaplama işleminin şematik gösterimi	25
Şekil 2. 13. Merdaneli metot ile kaplama yönteminin şematik gösterimi.....	26
Şekil 3. 1. Çeşitli sol- jel türevli ürünlerin şematik gösterimi	31
Şekil 3. 2. Sol-gel tekniği ile hazırlanan malzemenin şematik gösterimi	32
Şekil 3. 3. Daldırma yöntemi daldırma, yukarı çekme, kaplama, süzülme ve buharlaştırma (alkol gibi uçucu çözücüler kullanıldığında buharlaştırma normal olarak yukarı çekme, kaplama ve süzülme aşamalarında da	

gerçekleşir) olmak üzere 5 adımda meydana gelmektedir	34
Şekil 3. 4. Daldırma sisteminin şematik gösterimi	36
Şekil 3. 5. Isıl işlemde kullanılan fırın	38
Şekil 3. 6. Numune hazırlama için kullanılan peletleme sistemi ve maksimum 15 ton kapasiteli presleme sistemi.....	39
Şekil 3. 7. Katı-hal reaksiyon yöntemiyle numune hazırlamanın şematik gösterimi	39
Şekil 3. 8. Manyetoempedans ölçüm sistemi.....	44
Şekil 4. 1. Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu	47
Şekil 4. 2. Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu .	48
Şekil 4. 3. Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu .	48
Şekil 4. 4. Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu .	49
Şekil 4. 5. Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu .	49
Şekil 4. 6. Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu .	50
Şekil 4. 7. 0.3 mm platin tel üzerine kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesine ait farklı frekans değerleri için empedans değerleri.....	51
Şekil 4. 8. 0.3 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi	52
Şekil 4. 9. 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için empedans değişimi	53
Şekil 4. 10. 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin	

farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi	54
Şekil 4. 11. 0.8 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin	
farklı frekans değerleri için empedans değişimi	55
Şekil 4. 12. 0.8 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin	
farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi	56
Şekil 4. 13. 0.2 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin	
farklı frekans değerleri için empedans değişimi	57
Şekil 4. 14. 0.2 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin	
farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi	58
Şekil 4. 15. 0.3 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin	
farklı frekans değerleri için empedans değişimi	59
Şekil 4. 16. 0.3 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin	
farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi	60
Şekil 4. 17. 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin	
farklı frekans değerleri için empedans değişimi	61
Şekil 4. 18. 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin	
farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi	62

1. GİRİŞ

Manyetik filmler ile ilgili çalışmalar 1880' li yıllarda başlamış ve uygulama alanından dolayı son yıllarda pek çok araştırmacıların ilgisini çekmiştir. Bu ilginin asıl nedeni manyetik filmlerin fiziksel özellikleri, manyetik alan sensörü olarak kullanılması ve üretimi için bazı teknik özelliklerinin geliştirilmesi sebep olmuştur. Bu özelliklerin en ilgi çekici olanları dope edilmiş (katkılanmış) perovskite manganit yapılarda görülen Giant Manyetoresistans (GMR), Colossal Manyetoresistans (CMR) ve Manyetoempedans (ME) özelliklerdir. DC Colossal manyetodirenç (CMR) etkinin ortaya çıkması ile genel formülü $A_{1-x}A'_xMnO_3$ ($A=La$, A' : Ca, Sr, Ba, Pb, K, Na, vs.) perovskite manganitlere olan ilgi son zamanlarda artmıştır. Genel olarak perovskite yapılar ADX_3 ile formülize edilebilen bir kimyasal forma sahiptir. Burada A ve D metalik özellik gösteren katyonları ve X, ametal bir anyonu temsil etmektedir. Kimyasal formülün geniş bir element çeşitliliği sunmasından dolayı perovskite yapılar birbirlerinden çok farklı elektriksel ve manyetik özellik gösterebilmektedir. Manyetoempedans etki (MI), manyetik kaydediciler ve mikro manyetik sensör uygulamalarında kullanıldığından dolayı araştırmacıların ilgisini çekmektedir. Manyetoempedans etki (MI), bir dc manyetik alan (H_{dc}) altında bir ferromanyetik iletkenin yüksek frekanslı ac akım geçirilmesi sonucu numunenin empedansının ($Z=R+iX$) değişimi olarak tanımlanır. Tel, şerit ve ince film numunelerin empedansı uygulanan alan altında değişim göstermektedir.

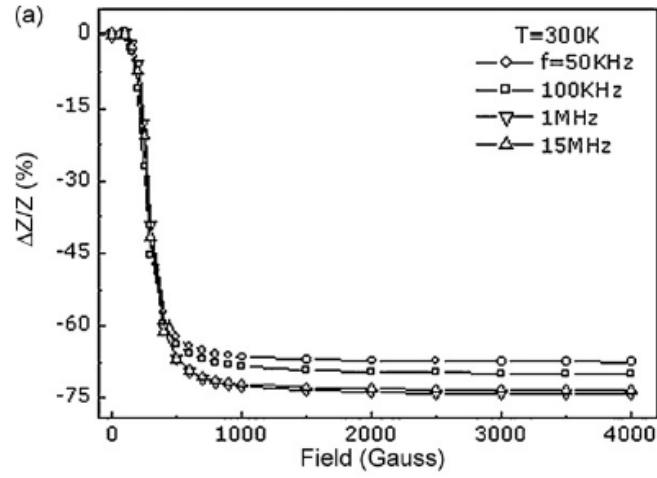
Karışık değerlikli perovskite manganit yapılar sergiledikleri üstün yapısal, manyetik, elektriksel ve manyetokalorik özelliklerinden dolayı 20. Yüzyılın ikinci yarısından bu yana sentezlenmekte ve bu özellikleri incelenmektedir[1-6].

Manyetik malzemeler farklı teknikler kullanılarak tel, şerit, ince film ve kaplama formuna sahip olacak şekilde üretilmektedir [7]. Genel formülü $A_{1-x}A'_x\text{MnO}_3$ ($A=\text{La}$, $A': \text{Ca, Sr, Pb, Ba, vs.}$) perovskite manganitler, metal-yalıtkan (Ferromanyetik-Paramanyetik) geçiş sıcaklığı civarında meydana gelen CMR etkinin ortaya çıkmasını ile araştırmacıların büyük bir ilgisini çekmiştir [8-13]. Bu malzemeler x' in konsantrasyonuna bağlı olarak belli bir değerinde ferromanyetik ve metalik karakter gösterir. Karışık değerlikli perovskite manganitlerin fiziksel özellikleri bulk [14-16], ince ya da kalın filmler [17-20] ve tek kristallerde [21] yaygın bir şekilde incelenmiştir. Özellikle bu tür yapılar Giant Magnetoresistance (GMR) ve Colossal Magnetoresistance (CMR) özellikler gösteriyor olmaları onları teknolojik uygulamalar açısından önemli hale getirmektedir[22-29].

Manyetoempedans etki ile ilgili çalışmalar ilk olarak 90' lı yılların başlarında amorf ferromanyetik FeCoSiB tellerde büyük manyetoempedans etkiyi (GMI) rapor eden Panina ve arkadaşları ve Beach ve arkadaşları tarafından incelenmiştir [30, 31]. Daha sonra Machado ve arkadaşları [32] $\text{Fe}_{4.6}\text{Co}_{70.4}\text{Si}_{15}\text{B}_{15}$ ince filmlerde ve Beach ve arkadaşları [33] şeritlerde daha küçük bir etki gözlemlemişlerdir. Yapılan bu ilk çalışmalar manyetoempedans etki ile ilgili çalışmaların başlangıcını oluşturmuştur. Özellikle manyetik alan ile değişim gösteren malzemelerin uygulama alanlarında kullanılmasından dolayı bu konu ile ilgili çalışmalar ilgi odağı olmuştur. Manyetoempedans etki ile ilgili çalışmaların büyük çoğunluğu tel ve şerit şeklinde düzenlenen soft özelliklere sahip kobalt ve demir bazlı amorf alaşımlar üzerinde yapılmıştır. $\text{Co}_{20.5}\text{Ni}_{40.5}\text{Fe}_{39}$ manyetik film elektrokimyasal yöntemle Cu tel üzerine kaplanarak, gerilme stresi altında manyetoempedans özellikleri incelenmiştir [34]. CoNiFe nano teller ile yapılan ölçümlerde manyetoempedans değişimi 33MHz frekansında yaklaşık olarak %2.72 ve CoFeSiB amorf tellerde ise yapılan

manyetoempedans ölçümlerinde değişimin yaklaşık olarak %4.95 değerinde bir değişim gösterdiği gözlenmiştir [35, 36]. Mangan katkılanmış $\text{Fe}_{73.5-x}\text{Mn}_x\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ ($x = 1, 3, 5, 7$) amorf ve nano kristal alaşımların yapılan manyetoempedans ölçümlerinde değişim oranı yaklaşık olarak %70 olarak gözlenmiştir [37]. Cu tel üzerine CoNiFe kaplanarak bunların manyetoempedans özelliklerinin frekansa bağlı olarak değişimi [38, 39] ve elektro kaplama yöntemi ile üretilen NiFe ve CoNiFe filmlerin manyetik ve manyetoempedans özellikleri incelenmiştir [40]. Co ile zenginleştirilmiş $\text{Fe}_{5.85}\text{Co}_{70.15}\text{Mo}_4\text{B}_{15}\text{Si}_5$ amorf şeritlerin kimyasal yöntemler ile kaplanarak bunların büyük manyetoempedans etkideki değişikliklerinin manyetik alınganlığa bağlı değişimi gözlenmiştir [41]. Bununla beraber 13 mm uzunluğunda, 5 mm kalınlığında Co ile zenginleştirilmiş olan $\text{Fe}_{5.85}\text{Co}_{70.15}\text{Mo}_4\text{B}_{15}\text{Si}_5$ amorf şeritlerin empedans değişimlerini yükseltmek için farklı oksit tabakalar ile kaplama yapılmıştır [42].

Son yıllarda perovskite yapıya sahip malzemelerde manyetoempedans etki çalışılmaya başlanmıştır. $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.15}\text{Sr}_{0.15}\text{MnO}_3$ bileşiminde büyük manyetoempedans etki oda sıcaklığında incelenmiştir [43]. Bu çalışmada perovskite yapının oluşumu x-ışınları kırınım yöntemi ile belirlenmiştir. Aşağıdaki şekilde farklı sürücü akım frekansları için uygulanan alan ile yüzde manyetoempedans değişimi verilmiştir. Maksimum değişim 1 MHz frekansında %74 olarak belirlenirken 15 MHz frekans değerinde değişim azalmıştır. Yüksek frekanslarda manyetoempedans değerinde bu azalma akımın yüzeye yakın akma eğiliminde olmasında kaynaklıdır ve numune bu frekanslarda ac alana duyarlı değildir. [44]. LaCaMnO perovskite numuneler yüksek bir dış manyetik alan altında ve 77 K sıcaklık da yüksek oranda direnç değişimi göstermekle beraber % 1000 den fazla manyeto direnç değişimi gösterdikleri gözlenmiştir [45].



Şekil 1.1. 300 K de farklı frekanslar için uygulanan dış alana bağlı olarak yüzde manyetoempedans değişimi [44].

Katıhal reaksiyon ve Sol-jel yöntemi ile hazırlanan LaBaMnO, LaCaMnO, LaSrMnO ve LaSrMnFeO alaşımlarda manyetoempedans etki ile ilgili çalışmalar literatürde bulunmaktadır[46-55]. Bu literatür çalışmalarında bu tür perovskite malzemelerin yüzde manyetoempedans değişimleri belirlenerek manyetik sensör olarak kullanılabilirliği gösterilmiştir.

Manyetik sensörler modern teknolojiye önemli bir rol oynamaktadırlar. Manyetik sensörler genellikle tüm mühendislik alanlarında ve endüstriyel sektörlerde, öyle ki; yüksek yoğunluklu manyetik kaydedicilerde, navigasyon, askeri, güvenlik, hedef belirleme ve izleme, uzay araştırmaları ve manyetik alan ölçümleri gibi pek çok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır [56-58]. Bununla beraber manyetik sensörlerin büyük bir kısmı indüksiyon sensörleri, fluxgate sensörleri, manyeto-optik sensörleri ve büyük manyetodirenç sensörlerinde (GMR)

bulunmaktadır. Son zamanlarda ise manyetoempedans etkinin ortaya çıkması ile manyetoempedans sensör tasarımları birçok alanda kullanılmaya başlanmıştır [58].

Manyetoempedans sensör türleri olan manyetik alan, akım ve stres sensörleri uygulamada kullanılmaktadır. GMI etkiye dayalı olan bir manyetik alan sensörü Mohri ve arkadaşları tarafından üretilip tasarlanmıştır [59].

Bu tez çalışmasında genel olarak LaSrMnO_3 , LaBaMnO_3 benzeri numuneler sol-jel yöntemi ile hazırlanmıştır. Hazırlanan manganit numuneler farklı çap ve uzunluktaki platin teller üzerine dip-coating (daldırma) metodu kullanılarak kaplanmıştır. Daha önce Cu tel üzerine NiFe ve CoNiFe kaplanıp bu numunelerin manyetoempedans özellikleri incelendiğinde film, tel ya da bulk formundaki NiFe numuneye göre Cu tel üzerine kaplanmış NiFe yapının oldukça yüksek manyetoempedans özellik gösterdiği gözlenmiştir. Bu nedenle bu çalışmada farklı çap ve uzunluktaki platin teller üzerine dip-coating (daldırma) metodu ile kaplamalar yapıldıktan sonra manyetoempedans özellikleri incelenmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

Bu bölümde malzemelerin temel manyetik özellikleri hakkında bilgi verilmiştir. Bunun yanında manyetoempedans etkinin tanımı hakkında genel bilgi verilmiştir. Numunelerin yüksek manyetoempedans değişimi gösterebilmesi için düşük coercivity ve yüksek doyum manyetizasyonu gibi bazı soft özelliklere sahip olması gerekir. Manyetoempedans etki ile ilgili yapılan çalışmaların başlıca nedeni yüksek empedans değişimi gösteren malzemelerin teknolojik olarak sensör uygulamalarında yaygın bir şekilde kullanılmasıdır. Bu amaç göz önünde tutularak ısıtıl işlem görmüş tellerin (Platin) manyetoempedans özellikleri çalışılmıştır. Isıtıl işlem görmüş LaSrMnO_3 ve LaBaMnO_3 çözeltilerle kaplanmış farklı çapa sahip olan platin tellerin empedans değişimleri belirlenerek yüksek empedans değişimi gösteren malzemelerin sensör uygulamalarında kullanılması amaçlanmıştır.

2.1 Manyetizasyon (M)

Manyetizasyonun büyüklüğü, birim hacim başına düşen toplam manyetik moment olarak tanımlanır. Birimi A/m 'dir. Ve,

$$M = \frac{\mu}{V}$$

Denk.2. 1

olarak ifade edilir.

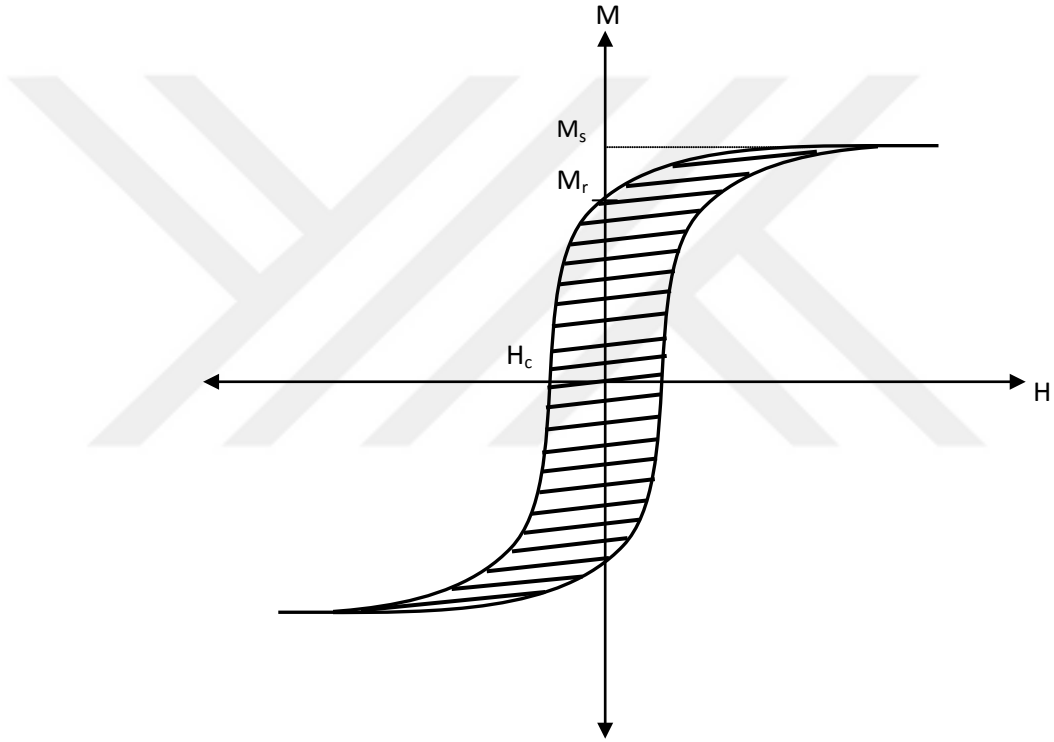
2.1.2 Manyetik Alınganlık (Susceptibility)

Bir malzemenin manyetik sınıflandırılmasını tayin eden parametre, o malzemenin manyetik alınganlığıdır. Dolayısıyla manyetik alınganlık, malzemelerin manyetik özellikleri olmakla beraber malzemeler manyetik alınganlıklarına bakılarak değerlendirilir. Bir malzemenin manyetizasyonu ile uygulanan alan arasında her zaman bir orantı mevcuttur.

$$\kappa = \frac{M}{H}$$

Denk.2. 2

Burada κ , manyetik bir malzemenin bir özelliği olan manyetik alınganlığı ifade eder ve boyutu bulunmamaktadır. Bir manyetik malzemenin en önemli özelliği o malzemenin M-H eğrisi diye adlandırılan hysteresis eğrisidir. Genel olarak bilinen bir malzemenin M-H eğrisi Şekil 3.1' de gösterilmiştir.



Şekil 2. 1. Manyetik bir malzemenin M-H hysteresis eğrisi.

Her manyetik malzeme, manyetik alan altında farklı parametreler ile tanımlanan kendine ait davranışlar göstermektedir. Manyetizasyonun ya da manyetik indüksiyonun uygulanan manyetik alana karşı çizilen eğrisi manyetizasyon eğrisi olarak tanımlanır. Yukarıdaki egride H_c coercive alanı, M_r remanant manyetizasyonu, M_s doyum manyetizasyonunu H_r remanant alanı

göstermektedir. Doyumda tüm manyetik momentler uygulanan alan doğrultusunda yönelirler ve alandaki artış manyetizasyon değerini değiştirmez. Manyetik alan malzemeyi doyumdan sıfıra doğru azalttığında geriye kalan manyetizasyon, remanant manyetizasyon (M_r) ve bu değere karşılık gelen alan da remanant alan olarak ifade edilir.

2.2. Manyetik Materyallerin Sınıflandırılması

Kompozisyonu ve durumu ne olursa olsun bütün materyaller kesin bir manyetik özellik gösterebilirler. Materyaller göstermiş oldukları bu manyetik özelliklerine göre beş temel gruba ayrılırlar. Bunlar; diamanyetizma, paramanyetizma, ferromanyetizma, antiferromanyetizma ve ferrimanyetizma şeklindedir. Materyaller bu gruplara ayrılırken genellikle manyetik alınganlıklarının büyüklükleri dikkate alınarak sınıflandırılır. Bunlar içinde en çok görülen manyetik özellik diamanyetizma ve paramanyetizmadır. Oda sıcaklığında periyodik tablodaki elementlerin çoğu bu iki manyetik özellikten birini sağlar. Bu tür elementler genellikle “non-manyetik” olarak adlandırılır. Manyetik olarak adlandırılan elementler “ferromanyetik” olarak adlandırılır. Oda sıcaklığında özellikle saf olan elementlerde “antiferromanyetizma” vardır. Ferritler ise genel olarak ferrit olarak adlandırılan alaşımlarda gözlenir.

- a) Diamanyetizma:** Diamanyetizma genellikle, yapıyı oluşturan atomların net manyetik momentleri sıfırda ortaya çıkar. Diamanyetizma, yapıdaki elektronların uygulanan dış alana karşı numune içini perdeleme eğilimi ile ilgili bir özelliktir. Elektromanyetizmadan hatırlanacağı gibi lenz yasasından, bir elektrik devresinden geçen akı değiştiğinde bu değişikliğe karşı koyacak şekilde indüklenmiş bir akım oluşur. Bilindiği gibi elektronların orbital

hareketleri küçük atomik akım halkaları oluşturmaktaydı. Madde manyetik alan içine konulduğu zaman bu manyetik alana karşı koyacak şekilde akımlar indükler. İndüklenen bu akımların neden olduğu manyetik momentler uygulanan alana ters yönde olacak şekilde yönelerek dış manyetik alan etkisini ortadan kaldırmaya çalışır. Manyetizasyondan sadece bu etkinin sorumlu olduğu materyaller diamanyetik olarak adlandırılır.

b) Paramanyetizma: Paramanyetik materyallerde ise yapıyı oluşturan atomlar veya moleküllerin her biri net bir manyetik momente sahiptir. Dış bir alan uygulanmadığı sürece bu manyetik momentler rastgele yönelmiş durumdadır. Çünkü komşu manyetik momentler arasındaki etkileşimler hemen hemen sıfırdır. Bu nedenle manyetik momentlerin her biri bağımsız gibi düşünülür. Uygulanan dış manyetik alan bu manyetik momentleri alan yönünde yönlendirerek zayıf bir manyetizasyon meydana getirir. Oluşan manyetizasyonun büyüklüğü uygulanan manyetik alanın şiddeti ile orantılıdır. Paramanyetizmayı açıklamak için birçok teori geliştirilmiştir. Uygulanan alan ile manyetizasyonun meydana geldiğini yukarıda ifade etmiştik. Sıcaklık arttıkça manyetik momentleri bir yönde yönelmiş halde tutmak zorlaşır ve alınganlık düşer. Bu davranış “Curie” yasası olarak adlandırılır.

$$\kappa = \frac{C}{T}$$

Denk.2. 3

Curie-Weiss yasası θ ile gösterilen ek bir sıcaklık terimi daha içerir. Weiss tarafından önerilen bu θ terimi ferromanyetik materyallerde manyetik momentler arasındaki etkileşmeyi temsil etmektedir.

$$\chi = \frac{C}{T-\theta}$$

Denk.2. 4

Curie-Weiss yasasındaki θ değeri pozitif, negatif ve sıfır olabilmektedir. $\theta=0$ olduğu zaman Curie-Weiss yasası Curie yasasına dönüşür ve manyetik momentler arasındaki etkileşmenin sıfır olduğu paramanyetik yapıyı tanımlar. θ sıfırdan farklı olduğu zaman manyetik momentler arasında bir etkileşme olduğu anlamına gelir ve bu etkileşme den dolayı yapı geçiş sıcaklığı olarak adlandırılan bir sıcaklık değerinin üzerinde paramanyetik davranış gösterebilir. Eğer θ pozitif ise yapı geçiş sıcaklığının altında ferromanyetik özellik gösterir. Ferromanyetik sistemlerde bu geçiş sıcaklığı “Curie” sıcaklığı olarak adlandırılır. Ve T_c ile gösterilir. Ferromanyetik sistemlerde $\theta=T_c$ eşittir. Eğer θ negatif ise geçiş sıcaklığının altında yapı antiferromanyetikdir. Antiferromanyetik sistemlerde geçiş sıcaklığı “Neel sıcaklığı” olarak adlandırılır.

c) Ferromanyetizma: Ferromanyetik malzemeler manyetik bir alana maruz kaldıklarında kalıcı olarak mıknatıslanabilirler. Ferromanyetik malzemelerde mıknatıslanma etkisi kuvvetlidir. İyonlarla serbest elektronlar bir arada bulunduğu ortamda elektronlarla komşu iyonlar arasında etkileşme olur.

2.3 Manyetoempedans Etki

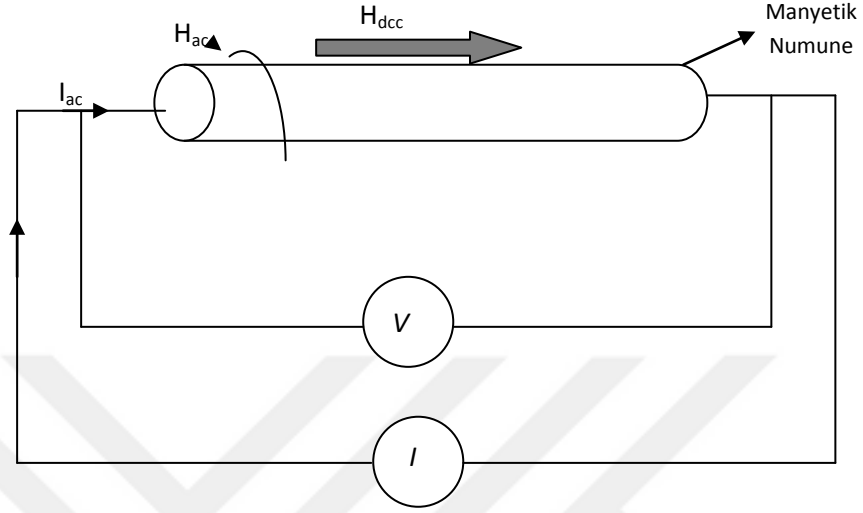
Manyetoempedans etki ile alanında ilk çalışmalar doksanlı yılların ilk başlarında amorf ferromanyetik FeCoSiB tellerde büyük manyetoempedans etkiyi (GMI) ortaya atan Panina ve arkadaşları ve Beach ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır[30, 31]. Bununla beraber Machado ve arkadaşları da [32]

$\text{Fe}_{4.6}\text{Co}_{70.4}\text{Si}_{15}\text{B}_{15}$ ince filmlerde ve Beach ve arkadaşları [33] şeritlerde daha küçük bir etki incelemişlerdir. Dolayısıyla yapılan bu çalışmalar manyetoempedans etki ile ilgili çalışmaların başlangıcını oluşturmuştur.

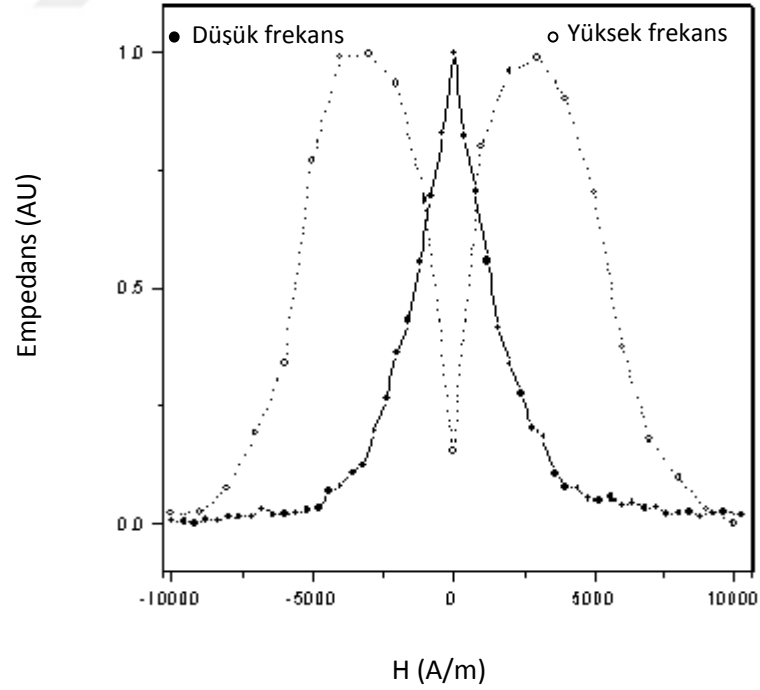
Manyetoempedans etki (MI), bir DC manyetik alan (H_{dc}) altında bir iletkenin yüksek frekanslı AC akım geçirilmesi sonucu ortaya çıkan toplam empedans ($Z=R+iX$) değişimi olarak tanımlanır. Uygulanan mekanik streslerle empedans da ortaya çıkan değişimler ise stres-empedans (SI) etki olarak adlandırılır. Ayrıca uygulanan dış alana bağlı olarak malzemelerin empedansında ortaya çıkan çok yüksek değişimde büyük manyetoempedans (GMI) olarak ifade edilmiştir. Malzeme boyunca bir ac akım geçirildiğinde, manyetizasyon değişiminden dolayı şerit numuneler de enine bir manyetik alan ve tel numuneler de ise dairesel bir manyetik alan oluşur [73].

Manyetoempedans etki malzemenin magnetostriction değerine, domain yapısına, malzemedeki ortaya çıkan herhangi bir anizotropiye ve numune üzerinde geçen ac akım frekansı gibi faktörlere bağlıdır. Manyetoempedans etkiyi anlamak için manyetik malzemenin etkili geçirgenliğini ya da etkili alınganlığını göz önünde bulundurmak gereklidir. Özellikle numuneler üzerinden geçirilen ac akım frekansının düşük veya yüksek olması manyetoempedans eğrilerinde farklı özellikler ortaya çıkarır. Bu nedenle manyetoempedans etkide frekans davranışlarını düşük ve yüksek frekanslı bölge olmak üzere ikiye ayırabiliriz [73]. Bir ferromanyetik malzeme, dış bir alana maruz kaldığında malzemenin empedansında keskin bir değişim meydana gelir (Şekil 2.2). Dış manyetik alan, genellikle Şekil 2. 2 de gösterildiği gibi ac akım (I_{ac}) yönü boyunca uygulanabilir. Şekil 2. 3 de gösterilen iki manyetoempedans eğrisini, düşük ve yüksek frekans bölgesi olarak iki şekilde ele almak mümkündür [74]. Empedanstaki değişim, akım tarafından ortaya çıkan

değişken manyetik alan ve malzemenin manyetizasyonu arasındaki etkileşmeden dolayı meydana gelmektedir. Bu değişimler ayrıca dışarıdan uygulanan manyetik alanın etkisi ile de ortaya çıkmaktadır.

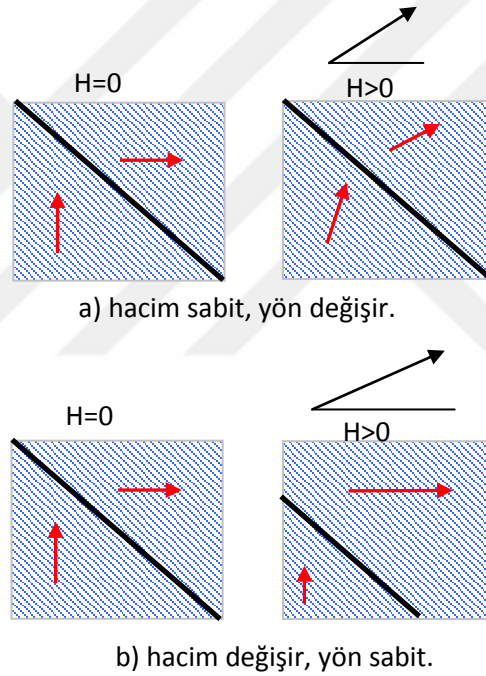


Şekil 2. 2. Manyetoempedansın tanımı.



Şekil 2. 3. Düşük ve yüksek frekanslarda uygulanan alanla empedans değişimi [74].

Her bir durum için etkili alınganlık iki farklı manyetizasyon süreci ile açıklanabilir. Düşük frekans durumunda etkili alınganlık tersine çevrilebilir domain duvar hareketi ile açıklanırken, yüksek frekans bölgesinde etkili alınganlık domain yönelimi (manyetizasyon yönelimi) ile açıklanmaktadır. Dolayısıyla bir manyetik malzemenin manyetizasyon süreci, domain duvar hareketi ve manyetik momentlerin yönelimi ile belirlenir [74]. Manyetizasyon değişiminde, manyetik momentlerin dönmesi ve domain duvarların hareketi bir başka deyişle domain hacminin değişmesi olmak üzere iki süreç belirleyicidir. Her iki ayrı durum aşağıda Şekil 3.4 ‘de gösterilmiştir.



Şekil 2. 4. Manyetik malzemede ortaya çıkan iki farklı manyetizasyon aşaması, (a)

manyetik momentlerin dönmesi (b) domain duvarının hareketi.

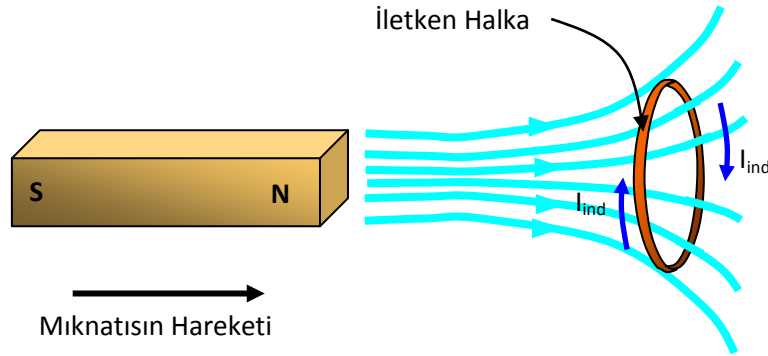
Manyetoempedans etki (MI), manyetik kaydediciler ve mikro manyetik sensör uygulamalarında kullanıldığından dolayı araştırmacıların ilgisini çeken ciddi bir araştırma konusu olmuştur. Tel, şerit ve ince film numunelerin empedansı uygulanan alan altında değişim göstermektedir. Uygulanan alan numunelerin domain

yapılarında bir değişim meydana getirmektedir. Numunelerin manyetizasyon sürecinde etkili olan bu parametre numunenin başlangıçta sahip olduğu manyetik geçirgenliği değiştirmektedir [73]. Empedans manyetik geçirgenliğin karekökü ile doğru orantılıdır ($Z \propto \sqrt{\mu}$). Bu nedenle manyetik geçirgenlikte artış veya azalış empedans değerindeki artış veya azalışı olarak ortaya çıkacaktır. Çok düşük frekanslar ve uygulanan çok küçük alanlar ile manyetoempedans etkide ortaya çıkan büyük değişimi, büyük manyetoempedans (GMI) etki gösteren malzemelerle ilgili çalışmaların temelini oluşturmuştur. Çalışılan malzemelerde büyük manyetoempedans etkiyi gözlemleyebilmek için öncelikle malzemelerin bazı genel şartları sağlaması gerekmektedir [75]. Bu şartlar şu şekilde sıralanabilir;

- 1- Malzeme manyetik açıdan soft özellik göstermelidir. Yani malzeme kolaylıkla manyetize olmalıdır.
- 2- Malzeme belirlenmiş bir anizotropi eksenine sahip olmalıdır. Yani numune manyetizasyonunun kolay eksen boyunca yönelmiş olması gerekmektedir. Ayrıca anizotropi alan değerinin de oldukça küçük olması gerekir.
- 3- Coercive alanın küçük ve histerisis eğrisinin ince ve dar olması gerekir.
- 4- AC akım ($I=I_0 e^{j\omega t}$) kolay eksene (ya da anizotropi yönüne) dik olmalı ve ac akımdan dolayı ortaya çıkan H_{ac} alanı anizotropi alanına (H_k) oranla küçük olmalıdır.
- 5- Malzeme ac akım taşıdığı için küçük bir öz dirence ($\leq 100 \mu\Omega.cm$) sahip olmalıdır. Manyetik malzemelerin çoğu yüksek öz dirence sahip olduğundan dolayı bu durum önemlidir.

6- Malzeme küçük bir doyum magnetostriction değerine sahip olmalıdır. Bunun anlamı, manyetik alanın uygulanması ile ortaya çıkabilecek mekaniksel etkilerin küçük olması gerektirir [75].

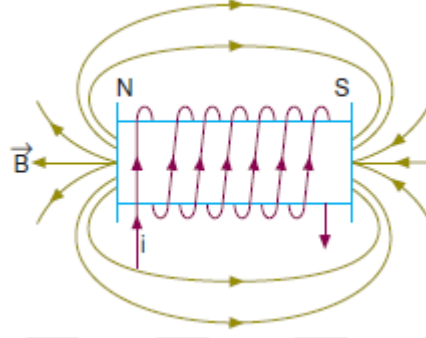
Manyetoempedans etki, manyetik bir malzemenin düşük ve yüksek frekanslarında tanımlanabilir. DC akım ya da düşük frekanslı ac akım taşıyan bir iletkende, iletkenin açısal simetride oluşan bir dış alan meydana gelecektir. Oluşan bu simetrik alan, iletken içinde akımın iletken boyunca homojen dağılım göstermesini sağlar ve akım tüm iletken boyunca yayılım gösterir. Akı homojen olduğu için yüzey etkisi ihmal edilir. Bu nedenle yüzey etkisi yüksek frekanslarda göz önüne alınır. Değişen manyetik alan metal halkada Faraday yasası gereğince bir indüksiyon akımı meydana getirir. Ortaya çıkan indüksiyon akımı Lenz yasasına göre kendini meydana getiren nedene karşı koyacak yöndedir. Böylece indüksiyon akımı kendini meydana getiren manyetik akıyı azaltan bir manyetik alan oluşturur. Değişen bir manyetik alan altında ortaya çıkan indüksiyon akımı (B) 'nin oluşumu şekil 3.5 'de verilmiştir.



Şekil 2. 5. Değişen bir manyetik alan altında ortaya çıkan indüksiyon akımı (B) [73].

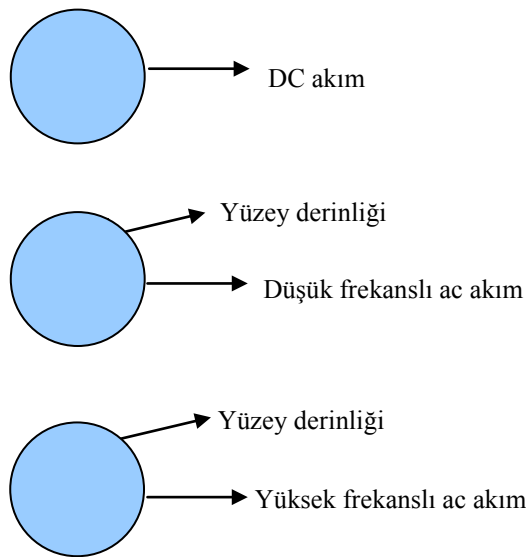
Yüksek frekanslarda ise iletken içerisinde akım hızlı bir şekilde yön değiştirir. Bu hızlı akım değişimi iletken içinde manyetik akı değişimlerine neden olur ve böylelikle iletken içinde bir indüksiyon akımı üretilir. Faraday kanuna göre meydana

gelen bu indüksiyon akımı manyetik akı değişim ($d\phi/dt$) hızıdır. Ortaya çıkan indüksiyon akımı yüzeye yakın bölgelerde akıma katkı getirirken, iletken merkezindeki akıma karşı koyacak yöndedir. Yüksek frekanslarda oluşan indüksiyon akımının şematik gösterimi şekil 2. 6 ‘da verilmiştir.



Şekil 2. 6 İletken bir telden geçen I akımının etrafında oluşturduğu indüksiyon akımı.

Sonuç olarak yüksek frekanslı ac akım iletkenin yüzeyinde geçerek iletkenin etkili kesit alanını azaltacak ve akım yoğunluğu artacaktır. Dc akım, düşük frekanslı ac akım ve yüksek frekanslı ac akım durumlarında akımın iletken boyunca yayılımı şekil 3.7 ‘de gösterilmektedir.



Şekil 2. 7 Düşük ve yüksek frekansta akımın iletkenin kesiti boyunca yayılması [73].

İletken içerisinde elektriksel iletkenliğin ne kadar uzaklıkta oluştuğunun bir ölçüsü yüzey derinliği olarak ifade edilir ve yüzey derinliği frekansın bir fonksiyonudur.

Yüzey etki tesirinin ihmal edildiği oldukça düşük frekans değerlerinde, MI etki indüktanstaki değişimden dolayı ortaya çıkar. Düşük frekans değerlerinde (<100 kHz) empedansın değişimi yalnızca manyeto-indüksiyon etkisine bağlıdır. Bu durumda değişken akım, numunenin uçları arasında bir potansiyel fark oluşturacaktır.

Tel ya da şerit şeklindeki soft bir amorf manyetik malzeme üzerinde, bir AC akım geçirildiğinde iletken içinde ek bir indüksiyon voltaja neden olan enine bir manyetik alan ortaya çıkar. Dış bir dc alan (H_{dc}) tel ya da şerit şeklinde düzenlenen malzeme eksenine paralel uygulandığında, ortaya çıkan bu voltajın büyüklüğü (V) empedans içindeki azalmadan dolayı değişecektir. % Manyetoempedans değeri;

$$\Delta Z/Z (\%) \text{ veya } MI(\%) = \frac{(Z)_{H_{DC}=0} - (Z)_{H_{DC}}}{(Z)_{H_{DC}}} * 100(\%) \quad \text{Denk.2. 5}$$

eşitliği ile verilir, burada $(Z)_{H_{DC}=0}$ sıfır dc manyetik alanda amorf malzemenin empedans değerini ve $(Z)_{H_{DC}}$ uygulanan maksimum dc manyetik alandaki empedans değerini ifade etmektedir. Dış dc manyetik alan, selenoid veya Helmholtz bobin sistemi kullanılarak uygulanır. Manyetoempedans çalışmalarında kullanılan numunelerin (tel numuneler için) çapı da önemli rol oynamaktadır. Farklı çaplara sahip Co-bazlı amorf tellerde manyetoempedansın tel çapına bağlılığı Garcia ve arkadaşları tarafından çalışılmıştır [76].

2.4 Perovskite Manganit Yapılar

Perovskite yapılar, mineral perovskite olarak adlandırılan kristale benzer seramik mineral yapılardır. CaTiO_3 mineral perovskite yapısı ilk olarak 1830 yılında Jeolog Gustav Rose tarafından tanımlanmış ve ünlü Rus minerolog Kont Lev Aleksevich von Perovski ye atfen Perovskite olarak adlandırmıştır [80, 81]. Perovskite'ların kristal yapısı basit kübik olmasına rağmen, CaTiO_3 ortorombik yapıdadır[82]. Bütün polikristal seramikler perovskite olarak bilinen CaTiO_3 e benzer bir yapıya sahiptirler. Yapılan araştırmalar sonunda çok az perovskite oksidin oda sıcaklığında basit kübik yapıda olduğu anlaşılmıştır. Fakat yüksek sıcaklık ve basınçta pek çoğu bu ideal yapıya dönüşmektedir. İlk olarak 1950 yılında G.H. Jonker ve J.H. van Santen tarafından üretilen polikristal mixed-valance manganitlerin ($\text{A}_{1-x}\text{A}'_x\text{MnO}_3$) manyetik ve yapısal özellikleri incelenerek bu özelliklerin doping konsantrasyonu olan x e açık bağıllığı belirlenmiştir[83].

Genel olarak perovskite yapılar ADX_3 genel formülü ile ifade edilen bir kimyasal yapı olarak tanımlanır. Verilen yapıda A ve D metalik özellik gösteren katyonları ve X ise, ametal bir anyonu ifade etmektedir. Genel formül geniş bir element çeşitliliği vermesinden dolayı perovskite yapılar birbirlerinden çok farklı elektriksel ve manyetik özellik ortaya çıkarmaktadırlar. Bu özellikler içeren durum, seçilen A ve D iyonlarının farklı karakterlere sahip olması ve katyonların atomik yarıçaplarının çeşitliliğiyle açıklanabilir. Farklı atomik kompozisyonlar ideal olarak düşünüldüğünde kübik simetriye sahip perovskite yapı üzerinde bazı küçük bozulmalara neden olur. Böylelikle bu bozulmalar yapının elektriksel ve manyetik özellikleri üzerine doğrudan etki ederek onların değişmesine yol açar [80].

Manyetokalorik etki ile ilgili yapılan çalışmalarda, kullanılan perovskite yapıların pek çoğunda D katyonu olarak Mn iyonunun kullanıldığı görülmektedir. Manganite perovskite yapıda ise, A katyonu bir başka iki değerlikli bir katyonla yer değiştirdiğinde oluşan katkılanmış perovskite tipi manganite yapı oldukça ilginç manyetik ve elektriksel özellik ortaya çıkarmaktadırlar.

Lantanit tabanlı katkılanmış perovskite manganite yapıların genel formülü $A_{1-x}A'_xMnO_3$ yapısına sahiptirler. Verilen genel formül ifadesinde A' , +2 değerlikli (iki değerlikli) bir metali (Ca, Ba, Sr, Li, Na, K, Y...) ve A ise (La, Pr, Nd, Gd, Dy, Er...) +3 değerlikli Lantanit grubu nadir toprak elementlerini tanımlamaktadır.

2.5 Sol-Jel Kaplama Yöntemleri

Sol-jel metodunun temel uygulama alanları; aşınmaya dayanıklı kaplamaların yapılması, optik amaçlı kaplamaların yapılması (Özellikle yansıma özelliği olmayan SiO_2 ve TiO_2 kaplamalarda), fiber optik sistemlerde, oldukça dayanıklı fiber sistemler (SiO_2 ve ZrO_2) ve elektronik manyetik malzemelerin (Fe_2O_3 ve V_2O_5) elde edilmesinde yararlanılmaktadır. Sol jel yöntemi, cam, seramik, metal ve plastik altlıkların (taban) kaplanarak yüzey özelliklerini iyileştirmek, yeni, özellikler kazandırmak (optik, elektronik, kimyasal ve mekanik gibi) amacıyla uygulanan bir kaplama tekniğidir. Sol-jel kaplama yöntemleri şu şekilde sıralanabilir.

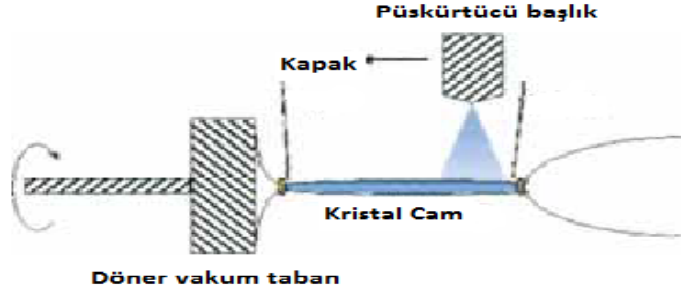
- 1- Daldırma metodu ile kaplama yöntemi (Dip-Coating)
- 2- Püskürtme metodu ile kaplama yöntemi (Spray-Coating)
- 3- Akış metodu ile kaplama yöntemi (Flow-Coating)
- 4- Döndürme metodu ile kaplama yöntemi (Spin-Coating)
- 5- Laminer metodu ile kaplama yöntemi (Laminar-Coating)
- 6- Merdaneli metodu ile kaplama yöntemi (Roll-Coating)
- 7- Baskı metodu ile kaplama yöntemi (Printing)

2.5.1 Püskürtme Yöntemi ile Kaplama Yöntemi (Spray-Coating)

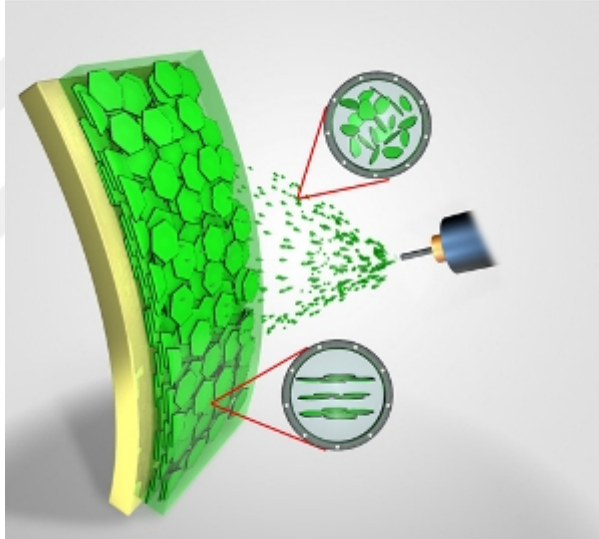
Bu uygulamada hazırlanan çözeltinin basınçlı şekilde püskürtücü başlık (nozül) dan püskürtülmesiyle oldukça küçük parçacıklara benzer şekilde ince damlacıklar üretilir. Elde edilen damlacıklar bir tabanın yüzeyine püskürtülmesiyle kaplama elde edilir. Kaplanan taban yüzeyi sıcak veya soğuk olabilir. Tabanın yüzeyine ulaşan sıvı damlacıkların yüksek reaktiviteleri nedeniyle sürekli bir film elde edilir. Bu tür kaplama işleminde altlık yüzeyine sıvı damlacıklar olarak değil de nanometre boyutlarındaki kuru küçük tanecikler şeklinde kaplama gerçekleşir. Kaplama işlem hızı 1 m/dak 'dır. Elde edilen film çözücünün buharlaşması ile kurumaya başlar ve son aşamada ise ısı parçalanma ile kaplama meydana gelir. Bu yöntem sanayi teknolojisinde çoğunlukla organik vernikler için kullanılmaktadır. Preslenmiş cam, lamba yada cam kaplar gibi gelişigüzel şekillendirilmiş cam formların kaplanması da kullanılan bir uygulamadır.

Püskürtme kaplama tekniği yüksek üretim hızı, karmaşık şekil kaplama kolaylığı, düşük maliyet, ucuz malzeme maliyeti ve sürekli işlem olması gibi avantajlarının yanında kalınlığın sürekli bir şekilde homojen olamaması ve işlemlerin sürekli tekrarlanabilir kalınlık problemleri nedeniyle kısıtlamalara da sahiptir.

Püskürtme yöntemi ile kaplama tekniğinin şematik gösterimi Şekil 2.8 'de ve sprej tabanca yardımı ile kaplanan nano yüzey Şekil 2.9 'da verilmiştir.



Şekil 2. 8. Püskürtme yöntemi ile kaplama tekniğinin şematik gösterimi.

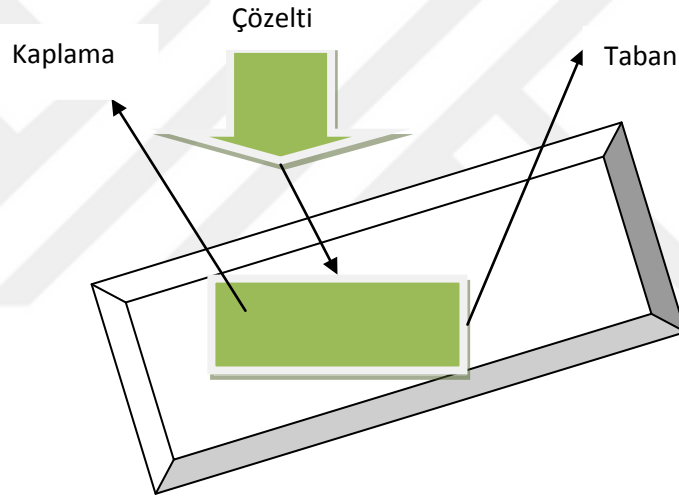


Şekil 2. 9. Sprej tabanca yardımı ile nano yüzey üzerine yapılan kaplama.

2.5.2 Akış Metodu ile Kaplama Yöntemi (Flow-Coating)

Bu metod da kaplanacak malzeme havada sabit bir şekilde tutulur ve kaplama çözeltisi malzeme üzerinde dökülür. Ancak çözelti malzeme üzerinden akarak bir kapalı kutuda toplanarak tekrar kullanılır.

Kaplama kalınlığı kullanılan tabanın eğimine, kaplama sıvısının akışkanlığına ve çözücü buharlaşma oranına bağlı olarak değişim göstermektedir. Bu tür kaplamalar daldırma kaplamaya uygun olmayan çok geniş yüzey alanlı parçalar için kullanılır. Kaplama döndürülemediği için kaplama yüzeyinde homojen kalınlık elde zordur. Elde edilen kaplamanın kalınlığı en üst kısımdan en alt kısma doğru artar ve elde edilen kaplamanın görünüm düzeyi oldukça düşüktür. Oldukça düşük maliyet, donanım, işçilik ve bakım maliyeti gerektirir. Böyle kaplama tekniği genellikle boru hatlarında yaygın bir şekilde kullanılır. Akış kaplama tekniğinin şematik gösterimi Şekil 2.10 'da gösterilmiştir.

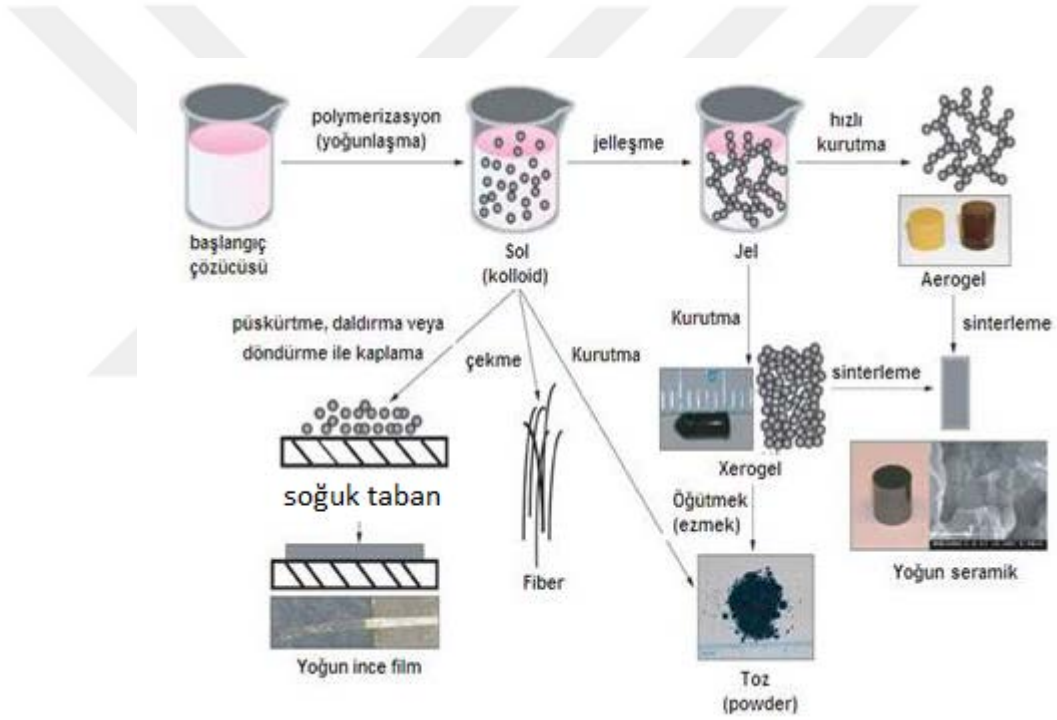


Şekil 2.10. Akış kaplama tekniğinin şematik gösterimi.

2.5.3 Döndürme Metodu ile Kaplama Yöntemi (Spin-Coating)

Sert bir tabaka ya da az eğimli tabanlar üzerine ince film üretmek için kullanılan bir işlemdir. Bu işlem için kullanılan tabanlar oldukça küçük bir boyuta indirilir. Döndürme işlemi ile film kaplama 4 safhaya ayrılabilir. Bu aşamalar: kaplama, döndürme, döndürmeyi sonlandırma ve buharlaştırma şeklindedir (Şekil 2.11).

Kaplama sırasında yüzey üzerine bir miktar sıvı dökülür. İkinci safha olan döndürmede ise, sıvı merkezci kuvvet nedeni ile açısai bir şekilde taşıyıcı yüzeyin dışına doğru akar. Döndürme sonunda, fazla olan sıvı taşıyıcı yüzeyinden taşarak yüzeyi terk eder. Film kalınlığının azalması ile yüzeyden taşan sıvının miktarı azalır. Bu olayın nedeni filmin incelmesi ile akışkanlığa karşı olan direncin büyümesi olarak açıklanabilir. Aynı zamanda uçucu olmayan madde konsantrasyonundaki artış, akışkanlığa karşı direncin artmasına sebep olur. Buharlaşma safhası filmlerin incelmesindeki son ve en önemli aşamadır.



Şekil 2.11. Sol-jel yöntemi ile kaplamanın değişik aşamaları [70-72].

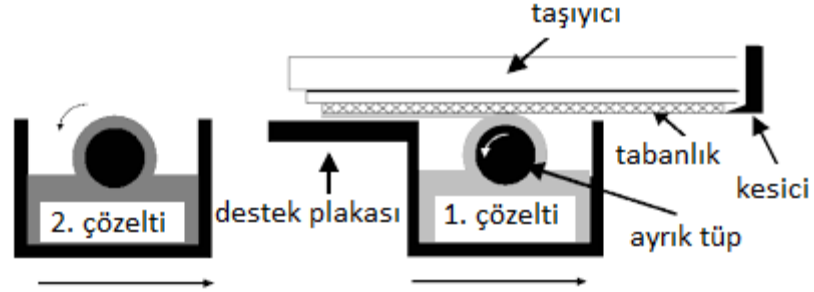
Döndürerek kaplama yönteminin avantajı, film meydana gelirken yüzeyde oluşmaya başlayan filmin homojen dağılmasıdır. Bu nedenle film kalınlığı, yüzey boyunca düzgün bir özellik gösterir. Sol ‘ün akışkanlığı değişmediği sürece film kalınlığı aynı değişmez. Film kalınlığının düzgün olmasının iki temel nedeni vardır. Birincisi, taşıyıcı üzerine damlatılan sıvının açısai bir şekilde dışa doğru akmasına

neden olan merkezci kuvvet ile ters yöne doğru olan sürtünme kuvvetidir. Döndürme aşamasındaki merkezci kuvvet, yer çekim kuvvetinin ihmal edilmesine sebep olur. Dolayısıyla filmin incelme aşamasında sadece merkezci kuvvet ortaya çıkar [70-72]. Çözeltinin dağıtılmasında dinamik ve statik olarak iki yaygın yöntem vardır. Statik dağıtım, çözelti damlasını tabanın merkezine veya merkezine yakın bölgeye damlatılmasıdır. Tabaanın boyutlarına ve çözelti akışkanlığına bağlı olarak gerekli çözelti miktarı (1-10) mikron arasında değişir. Yüksek akışkanlıkta ya da büyük tabanlıklarda yüksek dönme hızlarında tabanın yüzeyini tamamen kaplaması için daha fazla çözelti damlatılması gerekir. Dinamik dağıtım ise tabanın düşük hızlarda dönerken çözeltinin damlatılmasıdır. Bu işlemde genel olarak dönüş hızları yaklaşık 500 devir/dakika olarak kullanılması sıvı çözeltinin tüm tabana homojen bir şekilde yayılması için oldukça uygun bir hızdır.

2.5.4 Laminer Metodu ile Kaplama Yöntemi (Laminar-Coating)

Döndürme ve püskürtme yöntemi ile yapılan kaplamalarda, kaplanan miktardan daha fazla kaplama malzemesi kullanılmaktadır. Daldırma ve akış kaplama yöntemleri çoğunlukla kaplama malzemesinin uzun süre kullanılmasına bağlı olup, optik uygulamalarda daldırma kaplama tekniğinde kaplama sıvısının sadece % 10-20 kısmı kaplama üretimi için kullanılabilir. Boru şeklindeki dağıtım ünitesi tabanın yüzeyinin altında fiziksel temas olmadan hareket ettirilir. Gözenekli silindir merdane ve taban yüzeyi arasında bulunan çözelti kendi kendine meydana gelen bir baskı yaratır ve çok ince yığılma koşulları gerçekleştirildiğinde yüksek derecede tek düze bir kaplama elde edilir. Bu tür kaplamalarda çok katmanlı

kaplama uygulamaları yapmak da mümkündür. Şekil 2.12 'de gösterildiği gibi biri diğerini takip eden iki ayrı hat kullanılarak çok katmanlı kaplamalar üretilebilir.

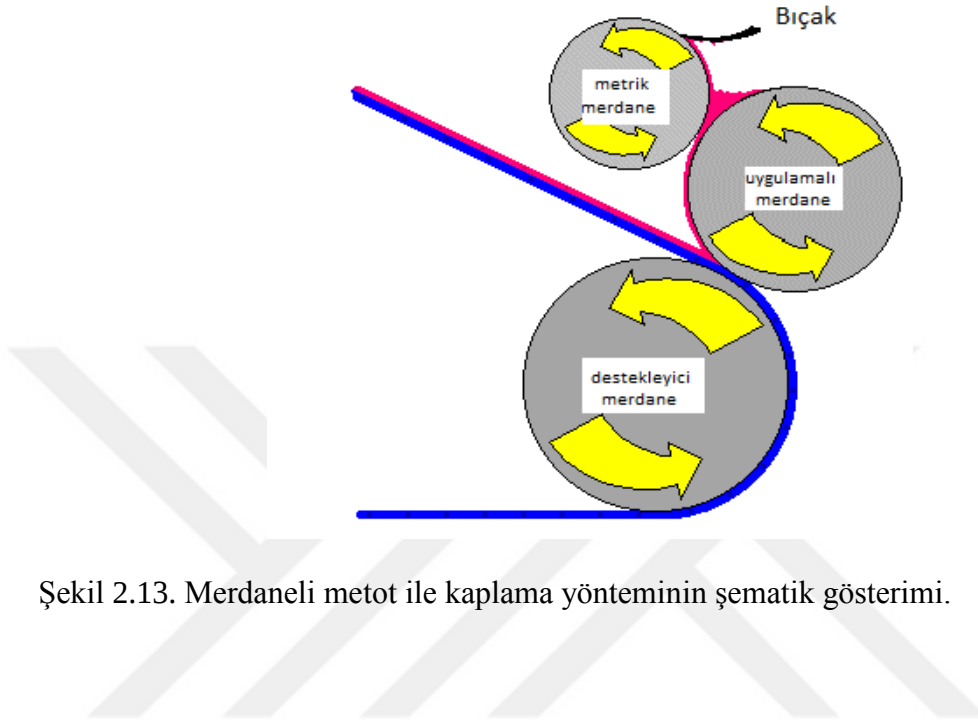


Şekil 2.12. Laminer metodu ile kaplama işleminin şematik gösterimi.

2.5.5 Merdaneli Metodu ile Kaplama Yöntemi (Roll-Coating)

Merdaneli metodu ile kaplama yöntemi sürekli dönen bir veya birden fazla sayıdaki merdane kullanarak sürekli hareketli bir tabanlık veya ağ üzerine ince sıvı film kaplama yöntemidir. En yaygın olan kaplama türü gravür kaplamadır. Gravür kaplama bir merdaneli kaplama tekniğidir ve baskı endüstrisinde yaygın olarak kullanılır. Bu yöntem, düşük akışkanlı sıvılar kullanılarak yüksek hızlarda ince kaplamalar uygulanmasını ihtiva eder. Bu yöntem yardımı ile 15 m/s kaplama hızlarında ve (1 -50) mm kalınlıklarında kaplamalar elde edilebilir. Gravür kaplamada desenler krom merdane yüzeyine kimyasal dağlama, mekanik veya elektromekanik olarak kazınarak hazırlanırlar. Fazla kaplama çözeltisi esnek bıçaklar ile sıyrılır. Bu tür kaplamaların en önemli avantajları yüksek hızlarda üretim yapılabilmesidir. Kaplama kalınlıkları ve homojenliği merdane yüzeylerindeki doku hacmi ve homojenliği ile kontrol edilmektedir. Ancak bu yöntemde işlem parametrelerinin değiştirmenin uzun zaman alması ve merdanelerin aşınması

problem oluşturmaktadır. Bu yöntem plastik şeritler üzerine anti-yansıtıcı kaplamalar uygulanmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. Merdaneli metod ile kaplama yöntemi Şekil 2.13’de şematik olarak verilmektedir.



Şekil 2.13. Merdaneli metod ile kaplama yönteminin şematik gösterimi.

2.5.6 Baskı Metodu ile Kaplama Yöntemi (Printing)

Yaygın olarak dekor cam plakalar için kullanılan baskı tekniğidir. Bu yöntemde, belirli bir dokuya sahip ipekten yapılmış taslak tabakasına çözelti emdirildikten sonra malzeme yüzeyine baskı uygulanması ile kaplama gerçekleşir. Genel olarak film kalınlığı (10-100) μm aralıklarındadır. Kaplama malzemeleri organik polimer kökenlidir. Bu kaplama işleminde seramik boyalı emaye kaplamalar ve uygun ergime sıcaklıklı süzücüler kullanılabilir. Bu tür kaplamalarda düşük sıcaklık pirolizi veya UV (ultraviyole) pirolizi kullanılmalıdır. Mürekkep baskı gibi çeşitli türde baskı teknikleri de yaygın olarak kullanılmaktadır. Genellikle otomotiv endüstrisinde, dekoratif cam imalatında, gösterge panellerinin içinin ve

fırın camlarının kaplamasında kullanılmaktadır. Ayrıca seramik ve cam yüzeylerin cam kaplanmasında, mikro optik elementlerde de kullanılmaktadır.



3. MATERYAL VE YÖNTEM

Bu kısımda ince film, sol-jel yönteminin faydaları, kimyasal özellikleri, teknolojik alanları, tezin kapsamında mevcut olan numunelerin sol-jel yöntemi ile hazırlanması, hazırlanma yöntemleri ile ilgili ayrıntılar, temel manyetizma özellikleri ve perovskite manganitlerin temel özellikleri ele alınacaktır. Sol-jel yöntemi ile elde edilen ince manyetik filmler, süperiletkenlik ve yarıiletken pil teknolojisinde kullanılan önemli malzemelerdir. Sol-jel yönteminde kaplanacak olan yüzeyin düz ve pürüzlü olması oldukça önemlidir. Film yapım teknikleri olan kimyasal buhar biriktirme ve püskürtme yönteminden dolayı oldukça kolay ve düşük maliyetli olmasından dolayı en çok tercih edilen kaplama yöntemidir. Daha sonra üretilen numunelerin yapısal özelliklerinin ve manyetoempedans özelliklerini belirlenmek amacı ile kullanılmış olan ölçüm sistemleri yöntemleri hakkında genel bilgiler verilmiştir.

Numunelerin istenen şartlarda ve özelliklerde üretiminin sağlanıp sağlanamadığının tespit edilmesi ve hazırlanan numunelerde yapılacak empedans ölçümleri oldukça büyük önem taşımaktadır. Bu nedenle hazırlanan numunelerin yapısal karakterizasyonunun belirlenmesi amacı ile X-ışınları toz kırınımı kullanılmıştır. Böylece hazırlanmış olan her numunenin yapısal özellikleri belirlenmiş olup daha sonra empedans özellikleri incelenmiştir. Manyetoempedans ölçümlerinin yapılabilmesi için HP4294 empedans analyzer ve HP4294A probu kullanılarak ölçülmüştür.

3.1 İnce Film

Genel olarak kalınlığı 1 μm ' nin altında olan malzemelere ince film adı verilir. İnce filmler çeşitli özellikleri dikkate alınarak farklı teknolojik uygulamalarda kullanılırlar. Birkaç örnek verilecek olursa, elektriksel özellikleri sayesinde yarıiletken cihazlarda, yalıtım ve iletim kaplamalarında vb, optiksel özelliklerinden dolayı yansıtıcı ve yansıtıcı olmayan kaplamalarda, girişim filtrelerinde vb, manyetik özelliklerinden dolayı hafıza disklerinde ve bunlar gibi daha birçok uygulamada ince film kullanılmaktadır. İnce film kaplama parçacıkları olan atomların ya da moleküllerin kaplanacakları yüzeye tek tek dizilmesi ile hazırlanmaktadır. Ayrıca ince filmler, hacimli malzemelerin yüzeyine kaplandığında onların tek başlarına sahip olamadığı ve sağlayamadığı pek çok özelliklerinden dolayı optik, elektrik, manyetik, kimyasal ve mekaniksel alanları ilgilendiren endüstrilerde ileri teknoloji malzemeleri olarak kullanılmaktadırlar.

Bununla beraber çok tabakalı olarak elde edildiklerinde hacimsel özelliklerinden çok daha farklı bir şekilde, yeni malzemeler gibi davrandıklarından dolayı elektronik devre elemanları olarak kullanılabilirler. Buda entegre devre endüstrisinin temelini oluşturur [60]. İnce film üretimi yapılırken ilk olarak filmin kaynağı sağlanır, malzeme altlık tabana taşınır, kaplama oluşturulur, bazen ısı işlem uygulanır ve en son olarak da oluşturulan filmin analizi yapılır.

İnce film üretim yöntemlerinden bazıları; fiziksel buhar depolama (PVD), kimyasal buhar depolama (CVD) [61], alkol bazlı çözeltilerle hazırlanan sol-gel, magnetron püskürtme[62], vakumda buharlaştırma, elektrokimyasal tortulaşma (ECD), yüzeye iyon bombalama, hızlı termik işleme (RTP) ve kimyasal kaplamadır[63, 64].

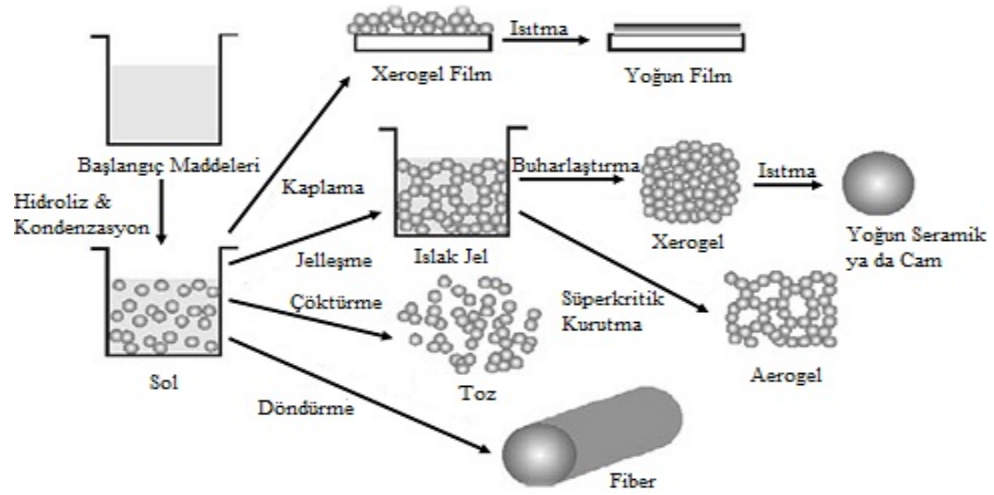
3.2 Sol-Jel Metodu

Sol-jel metodu 1800'lü yılların sonunda ortaya çıkmıştır ve çözeltinin hazırlanması, jelleşmesi ve çözücünün ortamdan uzaklaştırılması esasına dayalıdır. Sol-jel yöntemi son yirmi yıldır üzerinde sıkça çalışılan bir seramik üretim şeklidir. Sol-Gel' in anlamı ise solüsyon-jelleşme (solution-gelation) kelimelerinin kısaltılmasıyla kullanılmaktadır. Bir solüsyonun veya süspansiyonun jelleşebildiği tüm sistemleri içermektedir. Bu yöntem, seramik ve cam üretiminde kullanılan kimyasal bir işlemdir. Sol-gel metodu kimyasal reaksiyonlara dayanabilen, seramik ve cam malzemeler yapmak için oldukça uygundur. Genel olarak sol-gel sürecinde sistem sıvı fazdan “sol” katı faza “jel” hale geçiş yapar. Bu sırada ana malzeme bir seri hidroliz ve polimer tepkimeleri ile “sol” durumuna geçer. Bu süreç sonunda da “jel” meydana gelir.

Sol; sıvı içerisinde koloidal katı taneciklerinin kararlı bir süspansiyonudur. Bu katı tanecikleri, yerçekiminden daha büyük dispersiyon kuvvetlerinden sorumlu olduğundan yeterince küçük olmalıdır. Gerçekte bu tanecikler ne kadar küçük ise, çözeltideki moleküllerden söz etmek daha doğru olacaktır.

Kolloid; Kolloid olarak tanımlanan tanecikler gözle görülemeyecek kadar küçük 500 nm ve daha altındaki boyutlara sahip taneciklerdir. Bu tanecikler normal optik mikroskopla görülemezler. Çünkü maksimum boyutları ışığın dalga boyuna eşittir.

Jel; Kolloidal parçacıkların çöktürülmesiyle elde edilen ve bol miktarda su içeren çökmüş malzemelere denir. Jel, katı ve sıvı faz arasında bir ara fazdır.



Şekil 3. 1. Çeşitli sol- jel türevli ürünlerin şematik gösterimi [65, 66].

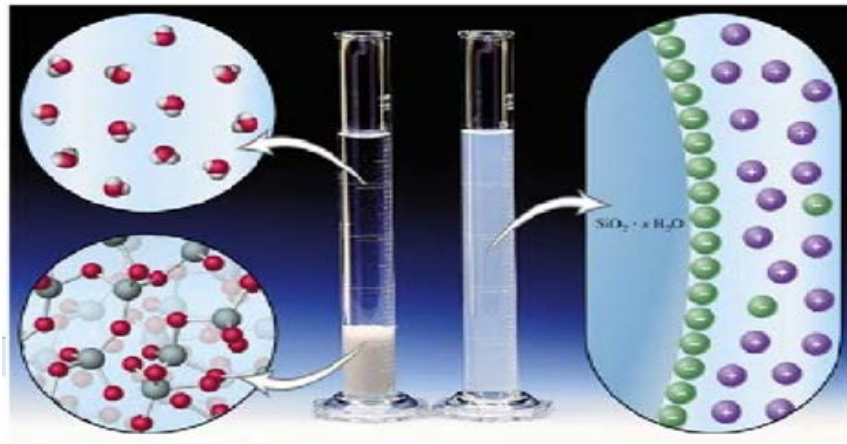
Jel sıvı tabakası, katı gibi görünmesine rağmen ıslak bir çözeltidir. Jel, sıvı içindeki gözenekli bir ağ yapı olarak kabul edilir. Islak jelde alkol, su gibi maddeler de mevcuttur. Jel ısıtılarak su, organik çözücüler gibi maddelerden uzaklaştırılabilir [67, 68]. Bu işlemin en önemli adımı, bu jelin çatlak oluşumuna imkân vermeden kurutulmasıdır. Kurutma işleminde çözücü fazlalığının (alkol, su) giderilmesiyle jel büzülür ve yüksek gözeneklilik içeren xerogel olarak adlandırılan katı oluşur [67]. Bu ısı işlemler sayesinde tasarlanan malzemeye ulaşılır. Bu aşamada jel miktarında oldukça büyük bir azalma meydana gelir [67, 68]. Şekil 3.1’ de görüldüğü gibi sol’ ün farklı işlemleri ile malzemelerin değişik formları oluşturulabilir. Sol-jel yöntemi laboratuvar koşullarında iyi uygulanabilen bir metottur ve bu metodun büyük ölçekli üretimler için de kullanımı giderek artmaktadır [68].

Sol- jel yöntemi genel olarak şu temel basamaklardan oluşur:

- 1- Ön başlatıcının hidrolizi
- 2- Sol- jel aktif türlerinin alkol ya da su kondensizasyon
- 3- Jelleşme, 4- Yaşlanma, 5- Kurutma, 6- Yüksek sıcaklık işlemi

Sol- jel işleminin içerdiği genel kimyasal reaksiyonlar, uygun tasarımının yapılması ve kararlı fazın üretimi için başlangıç materyalinden son materyale kadar tüm işlemde kontrole imkân verdiğinden dolayı büyük öneme sahiptir [69]. Literatürde yapılan çalışmalarda çok yakın deneysel koşullar kullanılmasına rağmen oldukça farklı karakteristikte son ürünler elde edildiği görülür. Çünkü sol- jel işleminin her bir adımı son ürün üzerinde önemli etkilere sahiptir. Bu durum sol- jel yönteminde net bir yol çizmeyi ya da tahminler yapmayı imkânsız kıldığı için her bir adımın ayrıntılı olarak analiz edilip istenen ürünün özelliklerine has bir proses geliştirmeyi zorunlu kılmaktadır. Bu işlem genel olarak sol- jel sürecini, adımlarını ve her bir adımda en çok dikkat edilmesi gereken parametreleri dikkate almaktadır.

Sol-gel yönteminin birçok avantajı vardır. Bu yöntemde kullanılan alet ve malzemeler çok basittir. Bu yöntemle kaplanarak elde edilmiş filmlerin kalınlığı yüzeyin her yerinde aynıdır ve saf bir kaplama elde edilir. Enerji tasarrufu sağlar, hazırlanan ortamla etkileşimde bulunmaz ve her türlü geometrik şekle sahip malzemeler üzerine bu yöntemle kaplama yapılabilir. Ancak bu avantajlarının yanında bazı dezavantajları da bulunmaktadır. Bunlardan bazıları; malzemenin maliyeti fazladır ve kaplama sırasında malzeme kaybı fazla olur. Sol-jel metodu ile hazırlanan malzemenin şematik gösterimi Şekil 3.2’de verilmektedir.



Şekil 3. 2. Sol-gel tekniği ile hazırlanan malzemenin şematik gösterimi.

Sol-jel yönteminin kullanımına göre bazı avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır. Bu avantaj ve dezavantajlar aşağıda sıralanmıştır.

Sol Jel Yönteminin avantajları;

- Yöntemin kimyasal yönü kontrol edilebilir
- Hammaddelere kıyasla daha iyi homojenlik sağlanır.
- Toz boyutu mikronun altında elde edilir.
- Üretim için düşük sıcaklıklar yeterlidir.
- Yeni malzemeler ve özellikler elde etmek mümkündür.
- İnce filmler gibi özel malzemeler için uygundur.
- Hava kirliliğine sebebiyet vermez.

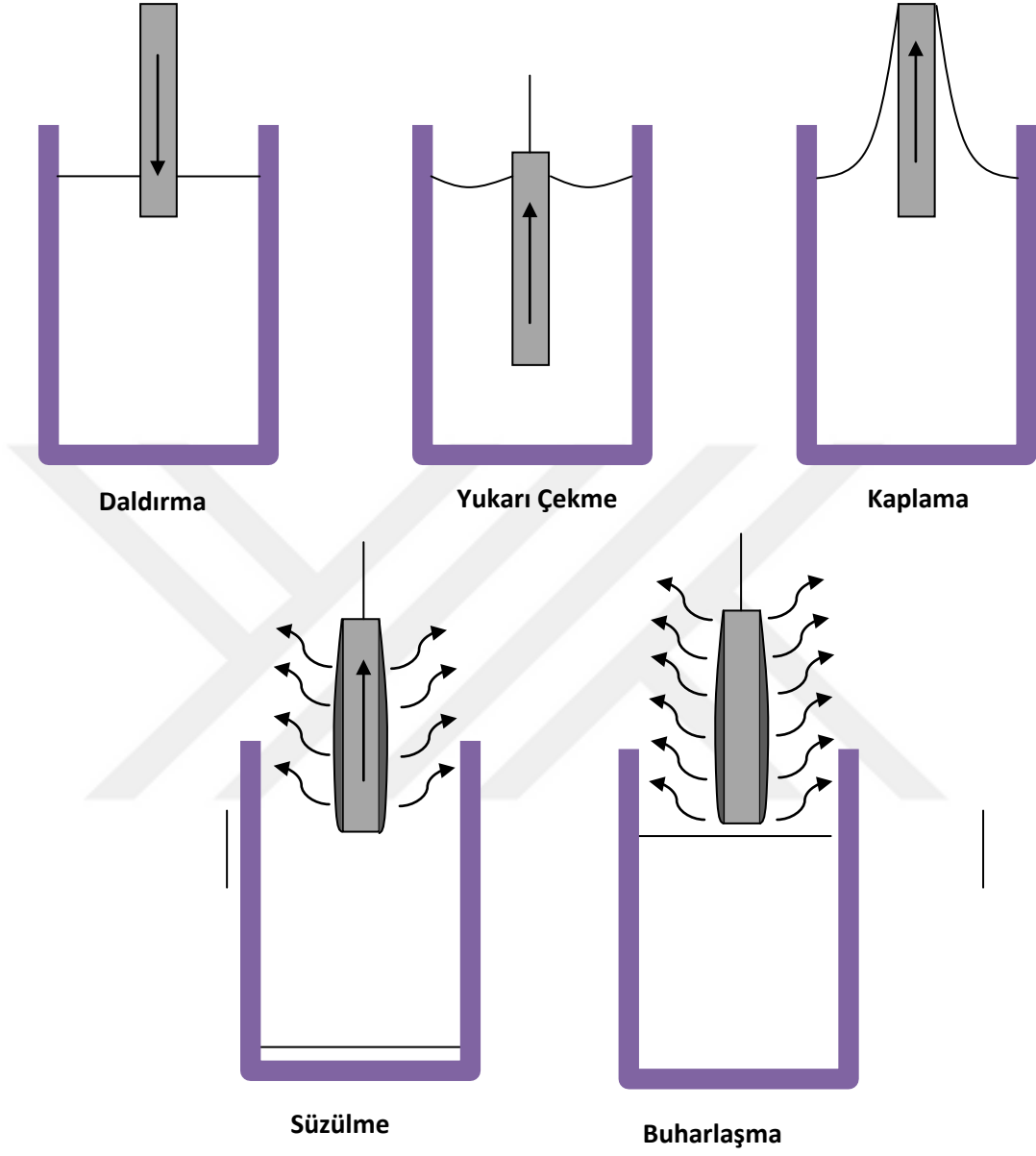
Sol Jel Yönteminin Dezavantajları;

- Bu yöntemle üretilen tozların maliyeti oldukça yüksektir.
- İşlem sırasında miktar büzülme miktarı oldukça büyüktür.
- İnce gözenekler yapıda yer alabilir.
- Yapıda kalıntı hidroksil ve karbon yer alabilir.
- Organik çözeltiler sağlığa zararlıdır.
- İşlem süresi oldukça uzun sürmektedir.

3.3 Sol-Jel ile Daldırma (Dip-Coating) Yöntemi

Bu metot sol-jel ile kaplama yöntemlerinin en önemli uygulamalarından bir tanesidir. Genel olarak saydam iletken tabakaların elde edilmesinde kullanılır. Bu metot atmosferik durumlarda ve kontrol altındaki sıcaklıklarda bir alt tabakanın belirlenmiş bir hızda hazırlanan çözeltinin içine daldırılıp ve aynı hız ve düzende geri çekilmesiyle kaplama yapılan bir metodudur(Şekil 3. 3). Daldırma yapıldığı zaman alt kısmın sabit ve oldukça düzgün bir hareketi olması gerekmektedir. İnce ve düzgün kaplama akışkan bir yüzeye, alt kısmının minimum titreşimine ve doğru bir

hız dengesine bağlıdır. Kaplama kalınlığı asıl olarak geri çekme hızı, katı numunenin kalınlığı ve sıvı numunenin akışkanlığına bağlı olarak değerlendirilir.



Şekil 3. 3. Daldırma yöntemi daldırma, yukarı çekme, kaplama, süzülme ve buharlaşma (alkol gibi uçucu çözücüler kullanıldığında buharlaşma normal olarak yukarı çekme, kaplama ve süzülme aşamalarında da gerçekleşir) olmak üzere 5 adımda meydana gelmektedir.

Alkol gibi çözücülerle yapılan kaplama işlemlerinde, süzülme aşamasına gerek yoktur. Hareket halindeki taşıyıcı, sol 'e daldırıldığı zaman akışkanlar mekaniği gereği kaplama alanı üzerinde sol ihtiva eden bir sınır tabaka meydana gelir. Kaplama ve süzülme sırasında ifade edilen sınır tabaka, iç tabaka ve dış tabaka olmak üzere iki kısma ayrılır. İç tabaka taşıyıcı ile birlikte hareketine devam ederken dış tabaka ise ters yöne doğru hareket ederek sol 'e geri döner. Kaplama esnasında elde edilen filmin kalınlığı aşağı ve yukarı hareket eden tabakaları ayıran ana akıntının şiddetine bağlı olarak değişim göstermektedir. Daldırma sırasında taşıyıcı sabit bir hızla sol 'ün içine daldırılır ve yukarı çekme aşamasında, daldırıldığı hızla (10-107 mm/dak) beklenmeden yukarı çekilir. Kaplama sırasında, taşıyıcının sol ile temasa giren kısımları kaplanmış olur. Bu aşamada etkili olan kuvvetler:

- 1- Yerçekimi kuvveti
- 2- Sol ile taşıyıcı arasında ki sürtünme kuvveti,
- 3-Sol 'ün taşıyıcıya tutunması esnasında oluşan yüzey gerilimi kuvvetidir.

Süzülme aşamasında yukarıda saydığımız kuvvetlerin etkisi altında bazı sol damlacıkları taşıyıcının kenarlarından süzülerek yüzeyi terk eder. Buharlaşma aşamasında; süzülme aşamasında süzilemeyen sol damlacıkları buharlaşarak uçar. En son olarak taşıyıcı üzerinde kalan sol, fırınlama işlemi sonucu film haline dönüşür. Daldırma yönteminde kaplanan filmin kalınlığı; geri çekme hızı, sistemi Newton yen rejiminde tutacak şekilde seçildiğinde aşağıdaki Landau–Levich tarafından elde edilen denklem ile elde edilir.

$$h = 0.94 \frac{(\eta U)^{2/3}}{\gamma_{LV}^{1/6} (\rho g)^{1/2}} \quad \text{Denklem 3. 1}$$

Yukarıda verilen denklemde;

- h : Elde edilen filmin kalınlığı
- η : sıvının viskozitesi
- U : Daldırma hızı
- γ_{LV} : Sıvı–buhar yüzey gerilimi
- ρ : Sol ‘ün yoğunluğu
- g : Yerçekimi ivmesi

Denklemde görüldüğü gibi taşıyıcının sol ‘e daldırılıp çıkarılma süresi film kalınlığını etkilememektedir. Fakat daldırma hızı U ’nun film kalınlığı h ile doğru orantılı olduğu görülmektedir. Bunun sonucu olarak taşıyıcı sol ‘e ne kadar hızlı ya da yavaş daldırılıp çıkarılırsa film o kadar kalın ya da ince olacaktır. Bazı uygulamalar için açısız daldırmayla kaplama ve açısız döndürmeyle kaplama işlemleri geliştirilmiştir. Bu işlemde kaplama kalınlığı altlık ve sıvı yüzey arasındaki açıya bağlıdır. Katman kalınlığı daldırma açısı da ilave edilerek hesaplanabilir. Daldırma sisteminin şematik gösterimi aşağıdaki şekil 3.4 ‘de verilmektedir.



Şekil 3. 4. Daldırma sisteminin şematik gösterimi.

3.4 Numune Hazırlama ve Isıl İşlem

Deneysel çalışmada kaplama için kullanılacak olan farklı çapa sahip platin teller (0.1; 0.2; 0.3; 0.5 ve 0.8 mm) hazır olarak temin edilmiş olup ve hazırlanan sol-jel yöntemiyle üretilen çözeltiler olmak üzere iki grupta sınıflandırılabilir. Lantanit manganitler birkaç farklı sentezlenme tekniğiyle üretilebilmektedir. Üretilmek istenen numunenin özelliğine bağlı olarak sentezleme yöntemi de değişiklikler göstermektedir. Manganit numuneler polikristal toz yada pelet, ince film, kalın film, fiber ve tek-kristal olarak üretilebilmektedir. Bu numunelerin her biri için tercih edilen farklı üretim yöntemleri bulunmaktadır. Toz veya pelet halinde numuneler üretmek için kullanılan iki genel üretim metodu bulunmaktadır. Bunlardan ilki Katıhal Reaksiyon Yöntemi, diğeri ise Sol-Gel Yöntemi dir.

3.5 Katıhal Reaksiyon Yöntemi

Katı-hal Reaksiyon yöntemi diğeri yöntemlere göre üretim maliyetinin ucuzluğu ve üretim işleminin basitliği açısından avantajlar içermektedir. Standart katı-hal reaksiyon yönteminde, üretilmek istenen alaşımla ilişkili oksit çıkış bileşikler kullanılmaktadır. Temel olarak bu yöntem tekrarlayan bir dizi öğütme, peletleme ve ısıl işlen süreçlerinin bir bütünüdür. Öncelikle üretilmek istenen numunenin oksit çıkış bileşikler belirli stokiometrik oranlarda alınarak agat havanda bir araya getirilir ve ön karıştırma-öğütme işlemi uygulanır. Verilen bileşikler kullanılarak elde edilen toz karışım ısıya dayanıklı kroze içerisinde(platin kroze) ve hava ortamında, ön-sinterleme işlemi için, Şekil 3.5’ de gösterilen fırında 12 saat boyunca 800 °C de ısıl işlemine tabi tutulur. Bu işlem esnasında yapıda bulunan nem, karbon ve safsızlık oluşturacak maddelerin uzaklaştırılması sağlanır. Tekrar agat havana alınan karışım, homojen dağılım gösteren parçacık boyutu elde etmek amacıyla yeniden öğütülür.

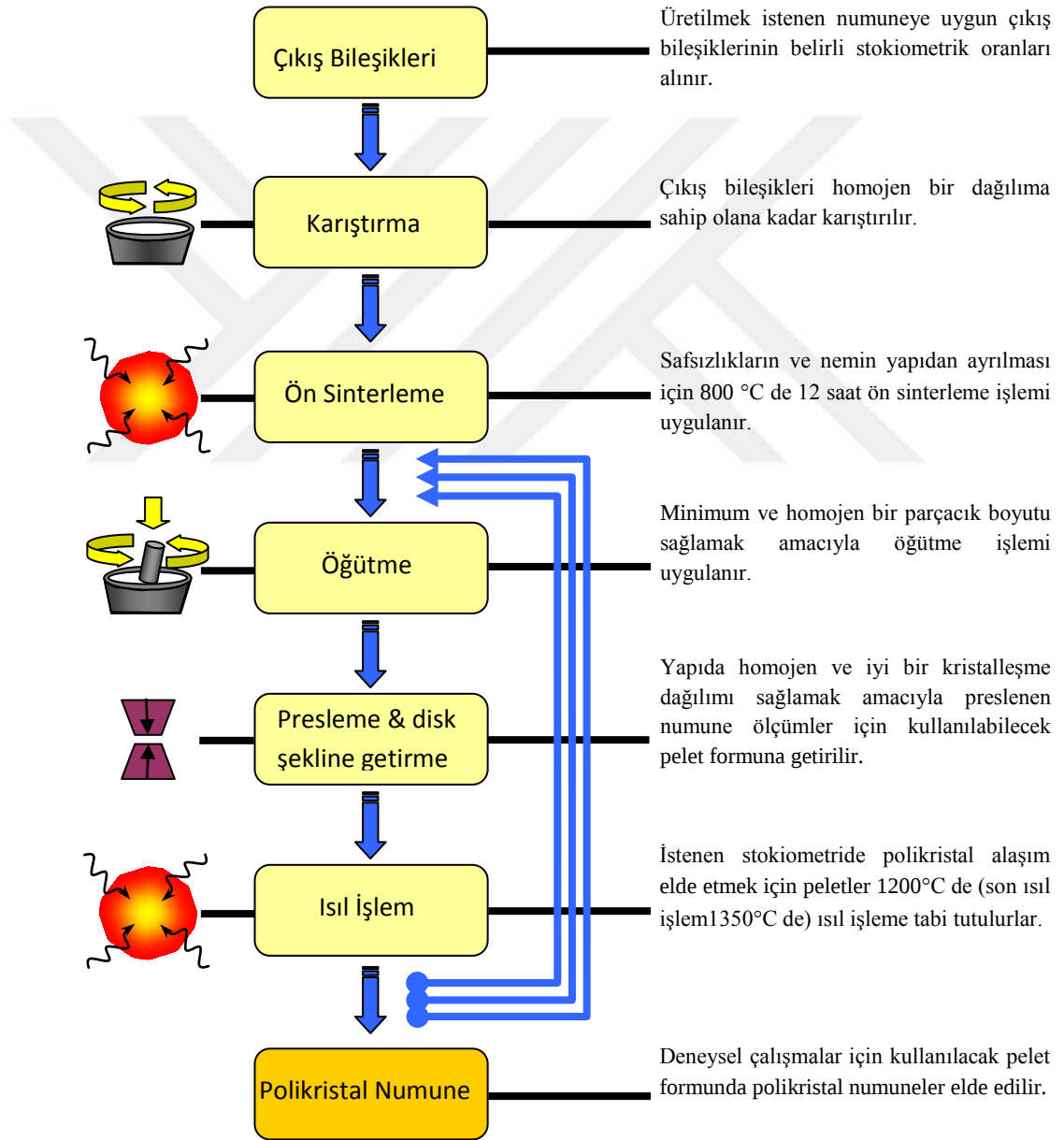
Homojen dağıtılmış ve aynı parçacık boyutuna getirilmiş toz numune, Şekil 3.6 'de gösterilen kalıp ve basınç sistemi kullanılarak, pelet şekline getirilir. Pelet sistemi ile bir araya getirilen toz numuneye, kademeli olarak arttırılan ve maksimum 10 tonluk basınç uygulanarak, 13 mm çapında, 1.5 mm kalınlığında pelet formu verilir. Elde edilen peletler, yüksek ısıya dayanıklı bir kroze içerisinde ve hava ortamında fırın içerisinde 1200 °C de 24 saat ısıtılma işlemi tabi tutulur. Yüksek basınç altında peletleme ve yüksek sıcaklıkta ısıtılma işlemin amacı, yapıda parçacıkları birbirine yaklaştırarak uzun-sıra erişimine sahip yapıyı oluşturmak ve mümkün olduğunca homojen bir yapı dağılımı elde etmektir. Bu öğütme-peletleme-ısıtılma işlem süreci birkaç kez tekrarlanarak yapının homojenliği ve kararlılığının artması sağlanmıştır. Son ısıtılma işlemi 1350 °C de 24 saat boyunca uygulanarak uzun-sıra erişimine sahip işlem boyunca istenen yapılar elde edilir.



Şekil 3. 5. Isıl işlemde kullanılan fırın.



Şekil 3. 6. Numune hazırlama için kullanılan peletleme sistemi ve maksimum 15 ton kapasiteli presleme sistemi.



Şekil 3. 7. Katı-hal reaksiyon yöntemiyle numune hazırlamanın şematik gösterimi

[80].

Polikristal manganit malzemeler üretmek için kullanılan katıhal reaksiyon yönteminin, detayları yukarıda da açıklandığı üzere, şematik gösterimi Şekil 3. 7 'de verilmektedir. İşlem basamaklarında görülen tekrarlar (öğütme-peletleme-ısıl işlem) daha iyi bir kristalleşme elde etmek amacıyla uygulanmıştır.

Katıhal-reaksiyon yöntemi kullanılarak üretilen numuneler LaCaMnO yapısı üzerine farklı elementlerin katkılanması ile oluşturulur. Perovskite yapılar ABO_3 genel formundadır. Bu yapılara A-site ve D-site olmak üzere iki farklı katkılama veya hem A-site hem de D-site katkılama bir arada yapılabilir.

3.6 Sol-Jel Yöntemi

Sol-jel yönteminde, çözelti; 1 µm boyutundaki katı parçacıkların sıvı içinde düzgün dağılarak asılı kalması olarak tanımlanmaktadır. Sıvı içinde katının düzgün dağıldığı faz ise “jel” olarak tanımlanır. Her çözelti “jel” faza dönüşmez ve “jel” oluşabilmesi için parçacık ile çözücü arasında güçlü etkileşim olması gerekmektedir.

Kurumuş jellerde oluşabilecek gözenekler, küçüktür ve karıştırılacak çözeltilerin homojenliğine bağlıdır. Jelleşmeyi etkileyen faktörler çözücü, sıcaklık ve çözeltinin pH değeridir. Isıl işlem sonucunda jel büzülür, sertlik derecesi artar ve büyük gözenekler içinde buharlaşmanın artmasına neden olur. Büyük gözenekler mikroskobik çatlak gibi davranırlar. 1µm'den daha küçük kalınlıklarda çatlak gözlemlenmemektedir. Sol-jel yöntemi, toz malzeme, fiber ve kaplama üretiminde kullanılmaktadır. Sol-jel metodu, yüksek kaliteli seramik ve camların yapımında kullanılan bir teknolojik yöntemdir. Son yıllarda bu yöntem ince film ve faklı maddelerin kaplanmasına kadar uzanmıştır. Özellikle Ferroelektrik PZT, süperiletken

YBCO, manyetik özelliklere sahip filmler, optiksel ve korunma amaçlı kompleks oksit kaplamalar ile ilgilenilmiştir [77]. Sol-jel metodunun iki temel tekniği vardır. Birincisi koloidal metod; bu metod da koloidal parçacıkların sıvı içerisinde sol formuna sonra parçacıkların dengede olduğu jelin meydana gelmesidir [78]. Diğer metod ise, sürekli jel yapısını yapısını oluşturmak için alkoksit gibi Organometalik bileşiklerin polimerize edilmesini içerir [79]. Kaplamalar, sol-jel metodu uygulamalarının en önemli kısmını oluşturmaktadır. Çünkü düşük sıcaklıklarda sıvı solüsyonlar kullanarak, çeşitli alt tabakalar üzerine tam dengedeki bileşenlerden katı ince filmlerin yapımına olanak verir. Kaplamalar, homojen sıvı içinde dağılmış kimyasal bileşenlerin reaksiyona girmeleri ile sol-jel işlemi başlar. Jel ısıtılma tabii tutulduğunda su ve çözücünün buharlaştığı gözlenir. Bu işlemden sonra organik bileşikler ve gözenekler ortadan kalkar.

Bu çalışmada kullanılan sol-jel yöntemi ile numuneler şu şekilde hazırlanmıştır: $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ ve $\text{Ba}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_2$ kristal tuzları kullanılarak $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ ve $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ benzeri numuneleri elde edilmiştir. Elde edilen her bir numunenin uygun stokimetrileri belirlenmiştir. $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesi için ilk önce Diethylene glycol ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{O}$) hot-plate üstüne konulur ve sıcaklık yaklaşık olarak 194 °C olana kadar ısıtılır, ısıtma esnasında manyetik balık ile karıştırılmaya başlanır. 194 °C olduktan 30 dakika sonra boş bırakılan boğumdan içeri $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ eklenir. 30 dakika sonra $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ve son olarak 30 dakika sonra da $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ eklenir. En son malzeme eklendikten 30 dakika sonra hot-plate kapatılır. Oda sıcaklığına soğuması sağlanır. Bu sırada su çevrimi devam eder. Elde edilen numune 150 °C de yaklaşık bir gün süreyle ısıtılarak jel kıvamına getirilir. Çünkü 150 °C de Diethylene glycol ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{O}$) buharlaşmaya başlıyor, bu

şekilde istenilen kıvamına getirilinceye kadar ısıtılır. Manyetik karıştırma devam etmelidir ki çökme olmasın. Çok ısıtılması durumunda da çökme gerçekleşecektir. Bu nedenle, jelin kıvamına göz kararı karar vermek gerekir. Ya da jelin kıvamını belirleyebilmek için vizkozimetre kullanılarak jelin kıvamının belirlenebilir. Hazırlanan numunelerin kaplanma işleminin yapılabilmesi için daldırma (dip-coating) sistemi kendi laboratuvar imkânları ile yapılmıştır. Kaplama işlemlerinin şematik gösterimi Şekil. 3.3 'de gösterilmektedir. Kaplamalarda kullanılan farklı uzunluk ve çapa sahip olan platin tellerin yüzeylerinin temiz olması gerekir. Bu faktör ince filmin kaliteli olmasında önemlidir. Laboratuvarda havanın nem ve sıcaklığı kaplanan numunelere etkisi fazladır. Kışın ölçülen hava sıcaklığı yaklaşık olarak 18 °C ve nem oranı ise %20-%30 oranındadır. Sıcak havalarda bu oranlar yaklaşık olarak 32 °C ve nem oranı da %50 civarındadır. Nemli havalarda çözeltilerin korunması zordur ama filmde çatlak ve gözeneklerin oluşmaması için ideal ortamlardır. Kaplamalar için oda sıcaklığı 25 °C ve nem oranı %40-%50 oranları idealdir. Kaplamaların platin tel üzerine yapılmasının nedeni; platinin yüksek korozyon direnci, ısıl işlem sürecinde kaplama ile kimyasal etkileşmeye girmemesidir. Ayrıca platinin düşük genleşme katsayısına sahip olmasından dolayı ısıl işlem sırasında genleşmeden dolayı kaplamada oluşacak mikro çatlakların en aza indirilmesi hedeflenmiştir. Kaplanacak olan platin tellerin ısıl işlemleri laboratuvarımızda bulunan yüksek sıcaklıklara çıkabilen, kontrol edilebilen fırın ile gerçekleştirilmiştir (Şekil.3.11). LBMO ve LSMO kaplı ince filmler 3 °C/dak hızla ısınan fırına yerleştirilerek hava ortamında 600 °C, 700 °C, 800 °C ve 900 °C de 2 saat, 3 saat 4 saat, 5 saat, 6 saat ve 9 saat gibi değişken sürelerde elde edilen numuneler fırında tavlanmıştır. Fırın başlangıç hızı ile tekrar soğutularak istenilen numuneler elde edilir.

3.7 X-Işınlari Kırınım Ölçümleri

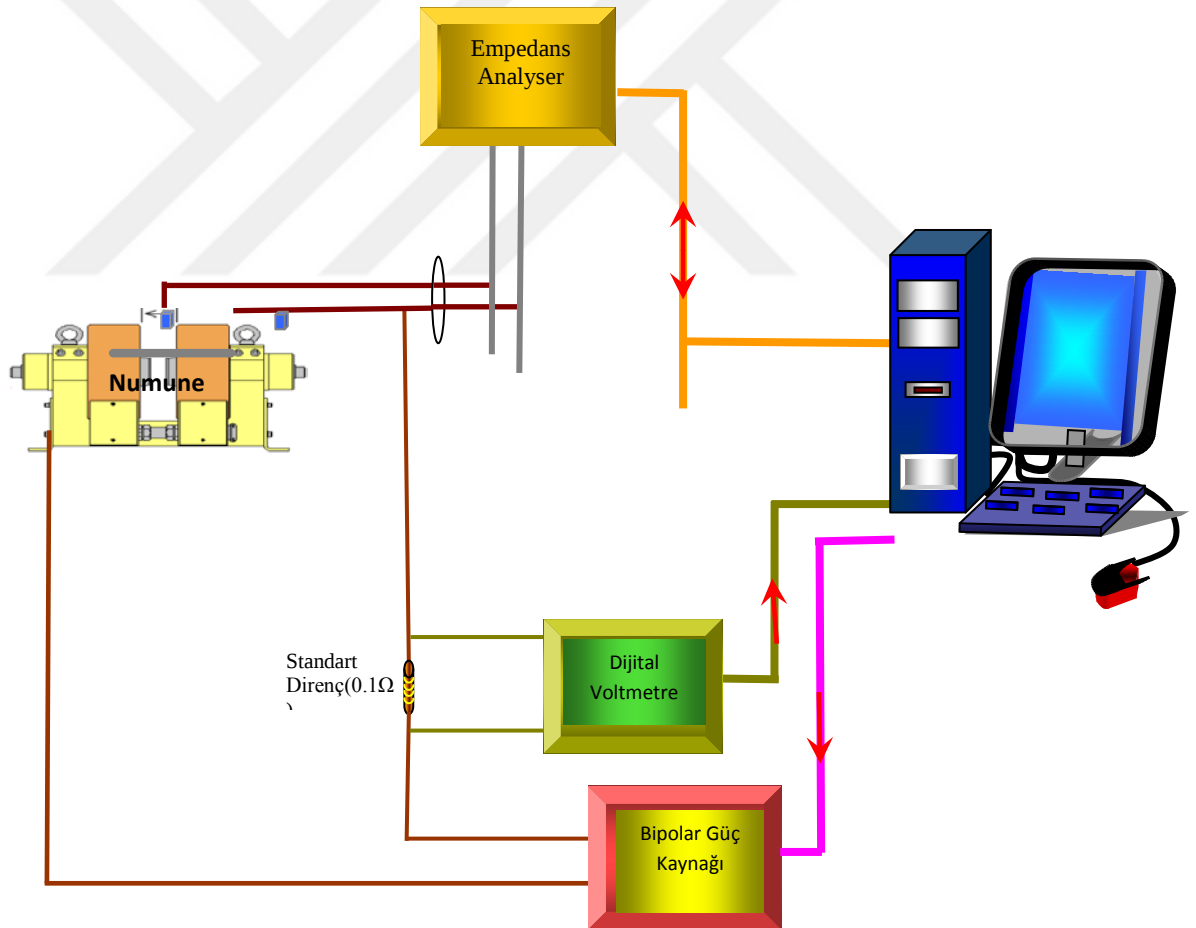
Kristal malzemelerdeki farklı kristal yapılar(fazlar) ve kristal yapının parametrelerinin tespiti için X-ışını kırınımı yöntemi kullanılmaktadır. Bu yöntem temelde Bragg yansımasına dayanmaktadır. Sistemde üretilip örnek üzerine gönderilen X-ışınları, örnekte kırınıma uğrayarak saçılır. Bu saçılan veya yansıyan ışınlar bir dedektör tarafından algılanarak bilgisayara aktarılır ve bir yazılım yardımıyla yansıyan ışının şiddetinin 2θ değerine karşı grafiği oluşturulur. X-ışınları kırınım ölçümleri, $\lambda=1.5405$ dalga boylu $\text{CuK}\alpha$ ışınımı kullanılarak bilgisayar kontrollü Rigaku RadB-DMAX II toz difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir. Kullanılan bu sistem, $2\theta = 1-170^\circ$ lik açı değerleri arasında 0.001° adımlarla sürekli veya kesikli ölçüm yapabilme kapasitesindedir.

Sol-Jel yöntemi kullanılarak üretilen perovskite yapıdaki tüm numunelerin X-ışınları kırınım ölçümleri, $2\theta = 20^\circ-80^\circ$ aralığında ve sabit tarama hızında(3 derece/dakika) sürekli tarama yöntemi kullanılarak elde edilmiştir.

3.8 Manyetoempedans Ölçümleri

Numune empedansının manyetik alanla değişimini ölçmek için Şekil 3.8' de verilen sistem kurulmuştur. Sistem tamamen bilgisayar kontrollü olup veriyi toplama ve işleme kendimiz tarafından Testpoint yazılım dili kullanılarak yazılan bir program tarafından yapılmıştır. Sistemde Kepco bipolar güç kaynağı tarafından uygulanan akımla elektromıknatis içinde dc manyetik alan (H) oluşturulmuştur. Kepco güç kaynağının uygulayacağı voltaj (veya akım) ayarlanarak numuneye istenen manyetik alan uygulanabilmektedir. Uygulanan akım -10 ile 10 A (± 40 V) arasında

değişebilmektedir bu da elektromıknatıs arasında maksimum ± 1.2 T lık bir manyetik alan üretebilme kapasitesindedir. Numune empedansı HP4294 empedans analyzer ve HP4294A probu kullanılarak ölçüldü. Kontaklar iletken gümüş boya kullanılarak yapıldı. Numunenin uç noktalarına ac I akımı empedans analyzer kullanılarak uygulandı aynı zamanda bu kontaklar vasıtası ile numunenin empedans değeri okundu. Her manyetik alan değerinde empedansın 5 ile 10 arasında değişen ortalaması alındı ve set edilen manyetik alan değerindeki empedans değeri bulundu. Manyetik alan + maksimum alan değerinden –maksimum alan değerine kadar istenen manyetik alan basamakları ile değiştirildi ve her alan değerinde empedans (Z) bulunarak Z-H eğrisi elde edildi.



Şekil 3. 8. Manyetoempedans ölçüm sistemi.

Kaplama yapılmış tel şeklindeki ferromanyetik bir malzeme üzerinde, bir AC akım geçirildiğinde iletken içinde ek bir indüksiyon voltaja neden olan dairesel bir manyetik alan ortaya çıkar.. Empedans analyzer, denklem 3.1 de verilen kompleks empedansın bu alana bağıllığını hesaplar.

$$Z = R(\omega, \mu(\omega, H_{DC})) + jX(\omega, \mu(\omega, H_{DC})) \quad \text{Denk 3. 1}$$

Manyetoempedans oranı;

$$\Delta Z/Z (\%) \text{ veya } MI(\%) = \frac{(Z)_{H_{DC}=0} - (Z)_{H_{DC}}}{(Z)_{H_{DC}}} * 100(\%) \quad \text{Denk 3. 2}$$

eşitliği ile verilir, burada $(Z)_{H_{DC}=0}$ sıfır dc manyetik alanda amorf malzemenin empedans değerini ve $(Z)_{H_{DC}}$ uygulanan maksimum dc manyetik alandaki empedans değerini ifade etmektedir. Dış dc manyetik alan, elektromagnet sistemi kullanılarak uygulanılır.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI

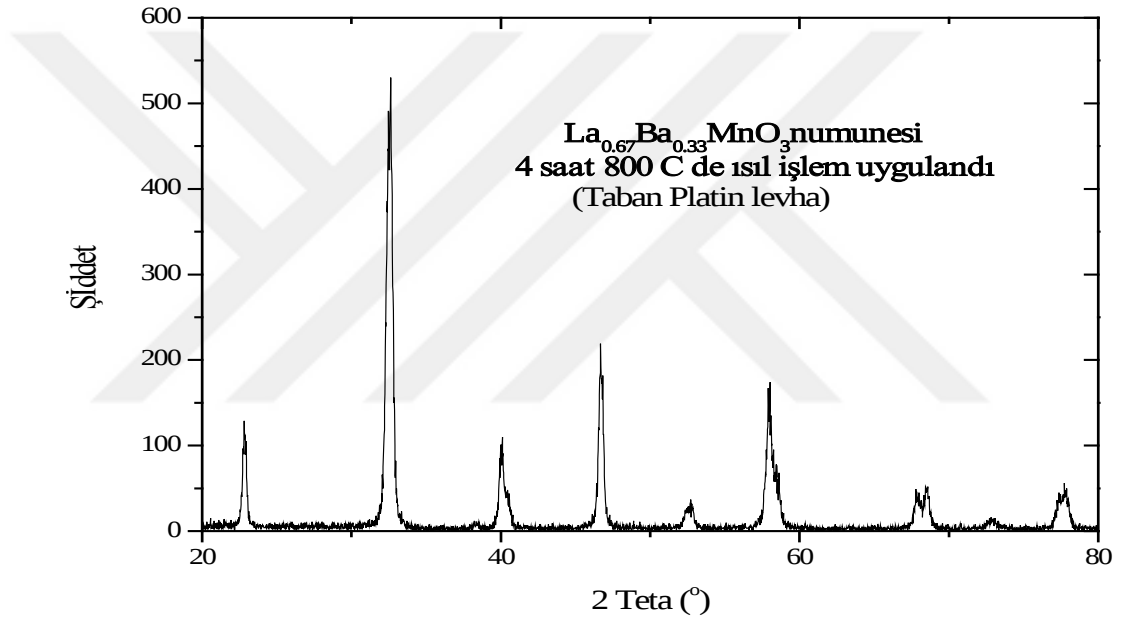
Bilindiği gibi perovskite manganit yapılarda, La-bölgesi ve Mn-bölgesi olmak üzere farklı katkılama yapılabilmektedir. La-bölgesine yapılan katkılamalarda olduğu gibi Mn-bölgesine yapılan katkılamalarda da Mn-O bağ uzunluğu ve Mn-O-Mn bağ açısı üzerinde oldukça belirleyici değişimler meydana getirmektedir. Bu durumun bir sonucu olarak numunelerin yapısal ve manyetoempedans özellikleri değişmektedir. Bu nedenle bu kısımda deneysel çalışmalarda kullanılan tüm numunelerin benzer ölçümlerine ait sonuçları karşılaştırmalı olarak sunularak tartışılmıştır. İlk olarak sol-jel yöntemi ile üretilen perovskite manganit numunelerin yapısal özellikleriyle ilgili sonuçlar verilmektedir. Daha sonra ise manyetoempedans özellikleri ile ilgili sonuçlar karşılaştırmalı olarak sunulmuştur.

4.1 Yapısal Özelliklerin Belirlenmesi

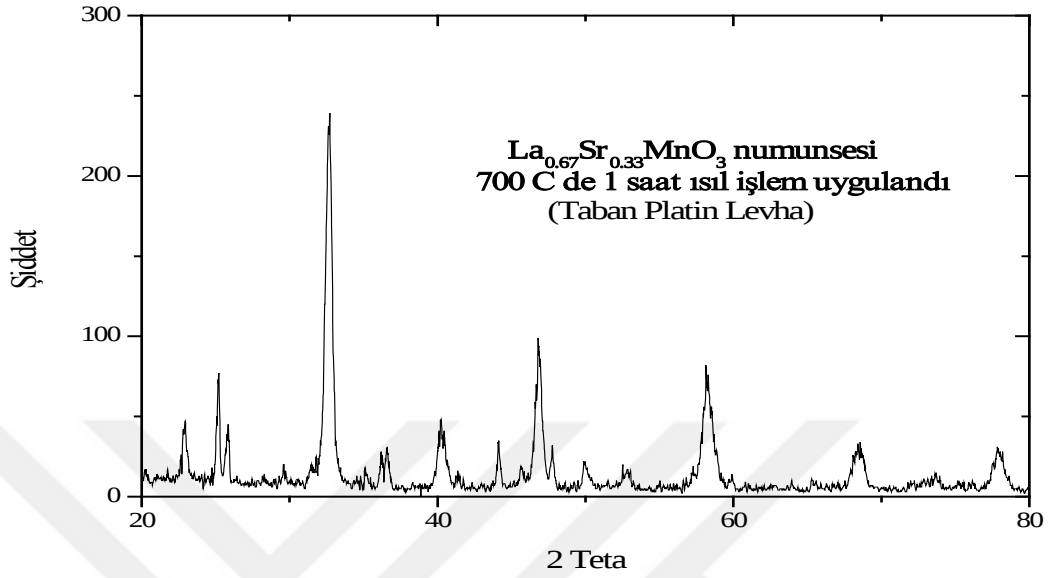
$\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ ve $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ perovskite manganit numuneler sol-jel yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Elde edilen numunelerin farklı zaman ve sıcaklıklardaki x-ışını kırınım analizleri, Rigaku RadB-DMAX II, difraktometresi kullanılarak elde edildi. Yapılan analizler oda sıcaklığında ve $20^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$ aralığında ve 0.06° lik adımlarla gerçekleştirildi. Elde edilen numunelerin 22.7, 32.6, 40, 46.7, 58.1, 68.4, ve 77.8 ve 2θ değerlerinde tipik perovskite manganit yapıların piklerini göstermektedir. Dolayısıyla LaBaMnO ve LaSrMnO numunelerinin başarılı bir şekilde üretilbildiğini göstermiştir.

4.1.2 Sol-Jel İle Üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ Numunesinin X-ray Analizi

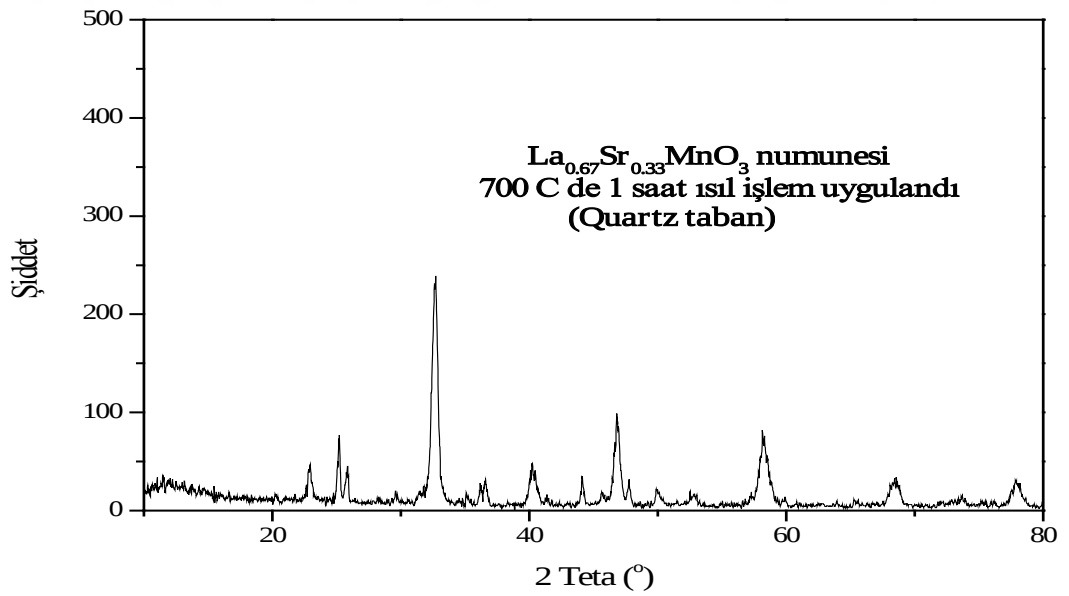
Şekil 4.1 de x-ışını spektrumu verilen $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesi 4 saat boyunca 800 C de ısıtılarak ısıtılarak elde edilmiştir. Elde edilen spektrum $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ için literatürdeki sonuçlar ile uyum göstermektedir.



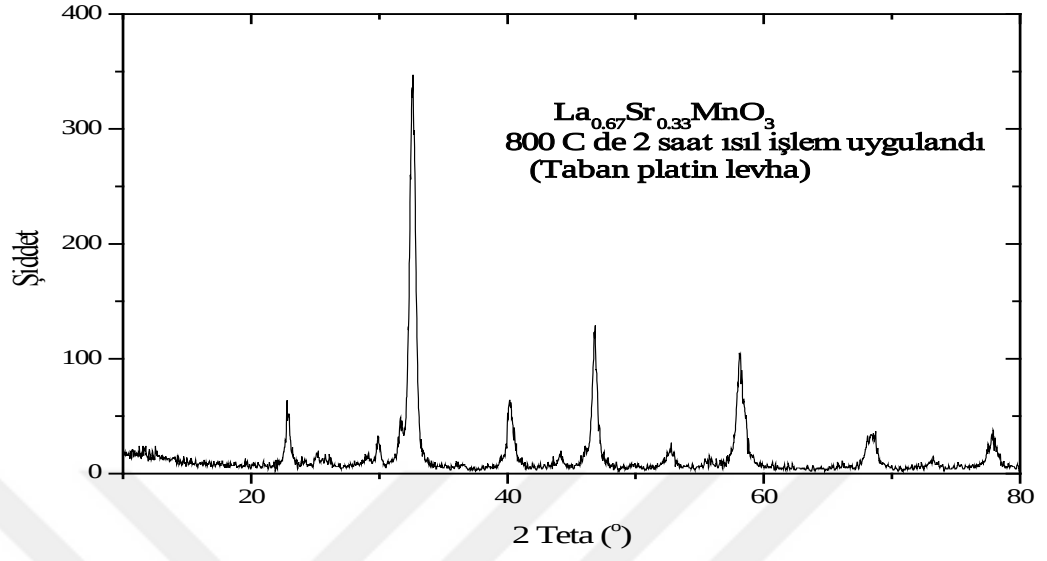
4.1.3 Sol-Jel İle Üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ Numunesinin X-ray Analizleri



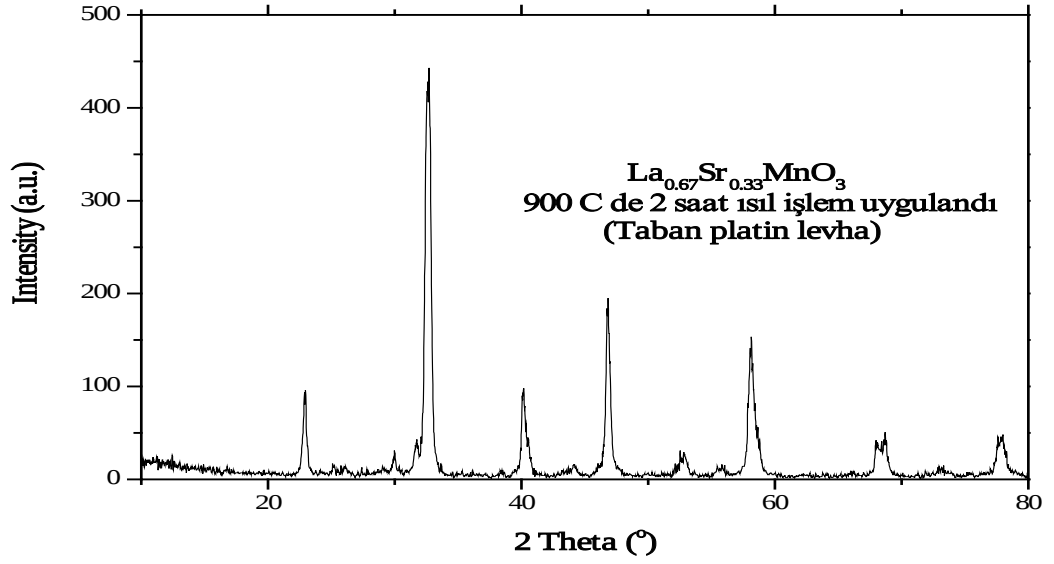
Şekil 4. 2 Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu.



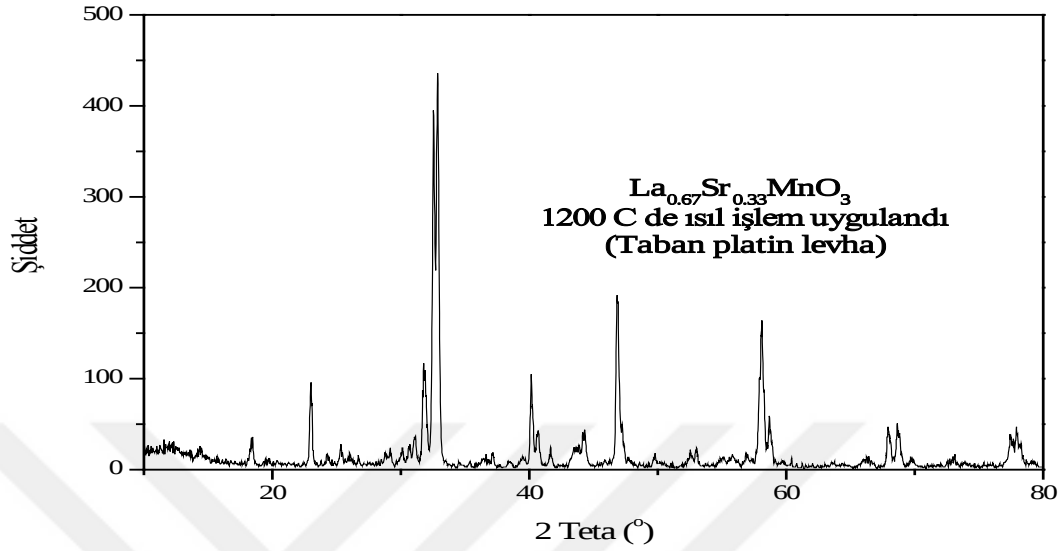
Şekil 4. 3 Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu.



Şekil 4. 4 Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu.



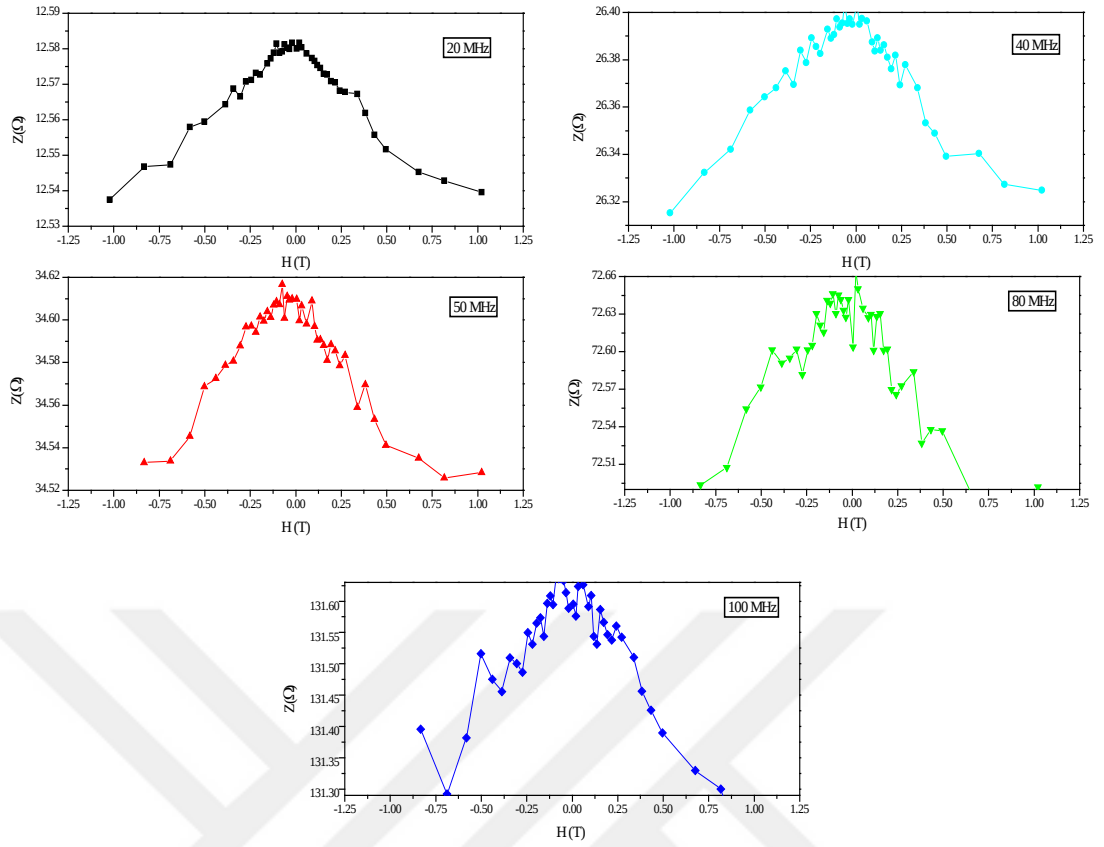
Şekil 4. 5 Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu.



Şekil 4. 6 Sol-Jel ile üretilen $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin x-ışınları spektrumu.

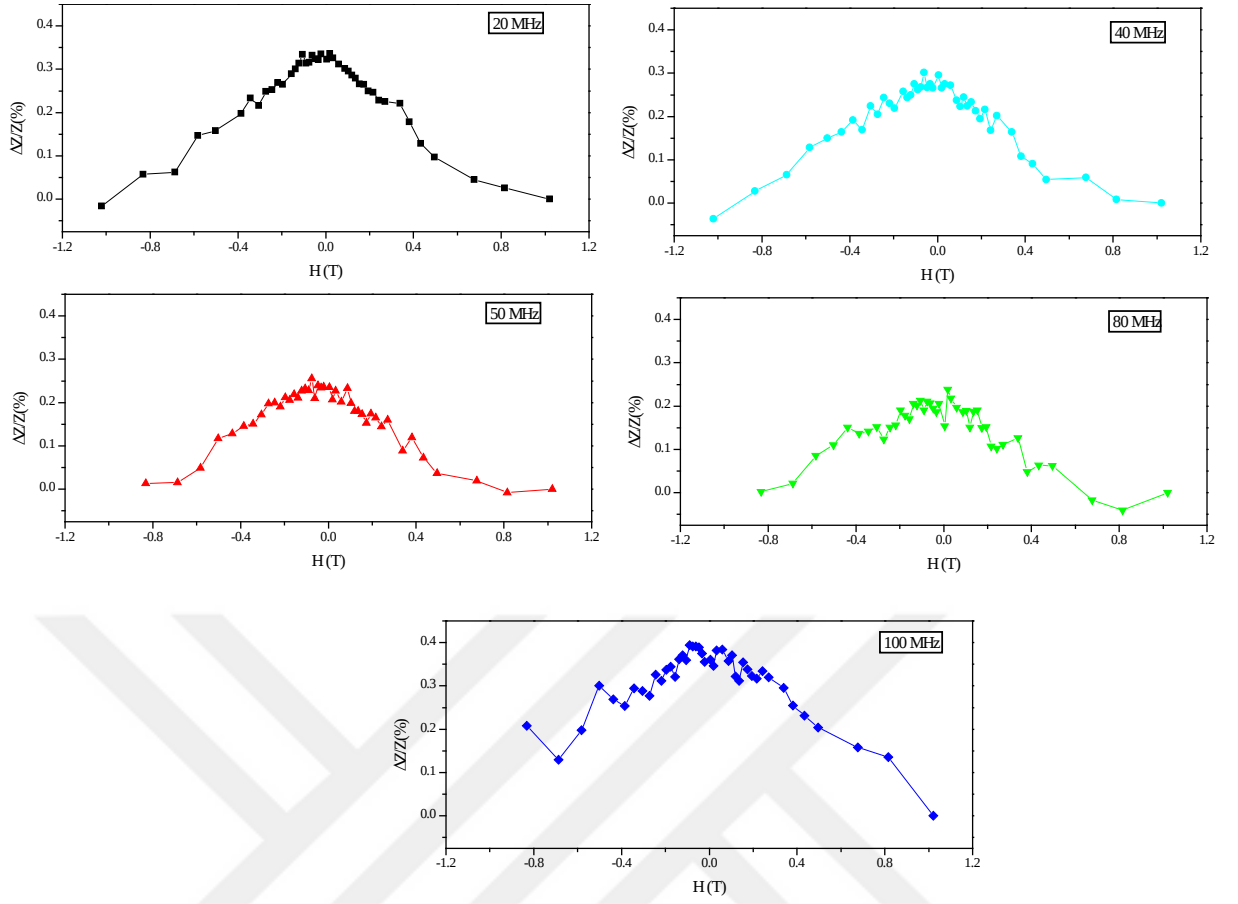
4.2. Manyetoempedans Özelliklerinin Belirlenmesi

Manyetoempedans etki dış dc manyetik alan altında malzemenin empedansındaki değişim olarak tanımlanır. Reel ve sanal olmak üzere iki kısımdan oluşur ($Z=R+iX$). Geçmişten günümüze kadar manyetoempedans etki ile yapılan çalışmalarda malzemelerin yüksek manyetoempedans değişim gösterdiği görülmüştür [84, 85]. Bu yüksek değişime bağlı olarak manyetoempedans etki özelliğinden faydalanan sensör uygulamaları yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [86, 87].



Şekil 4. 7. 0.3 mm platin tel üzerine kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesine ait farklı frekans değerleri için empedans değerleri.

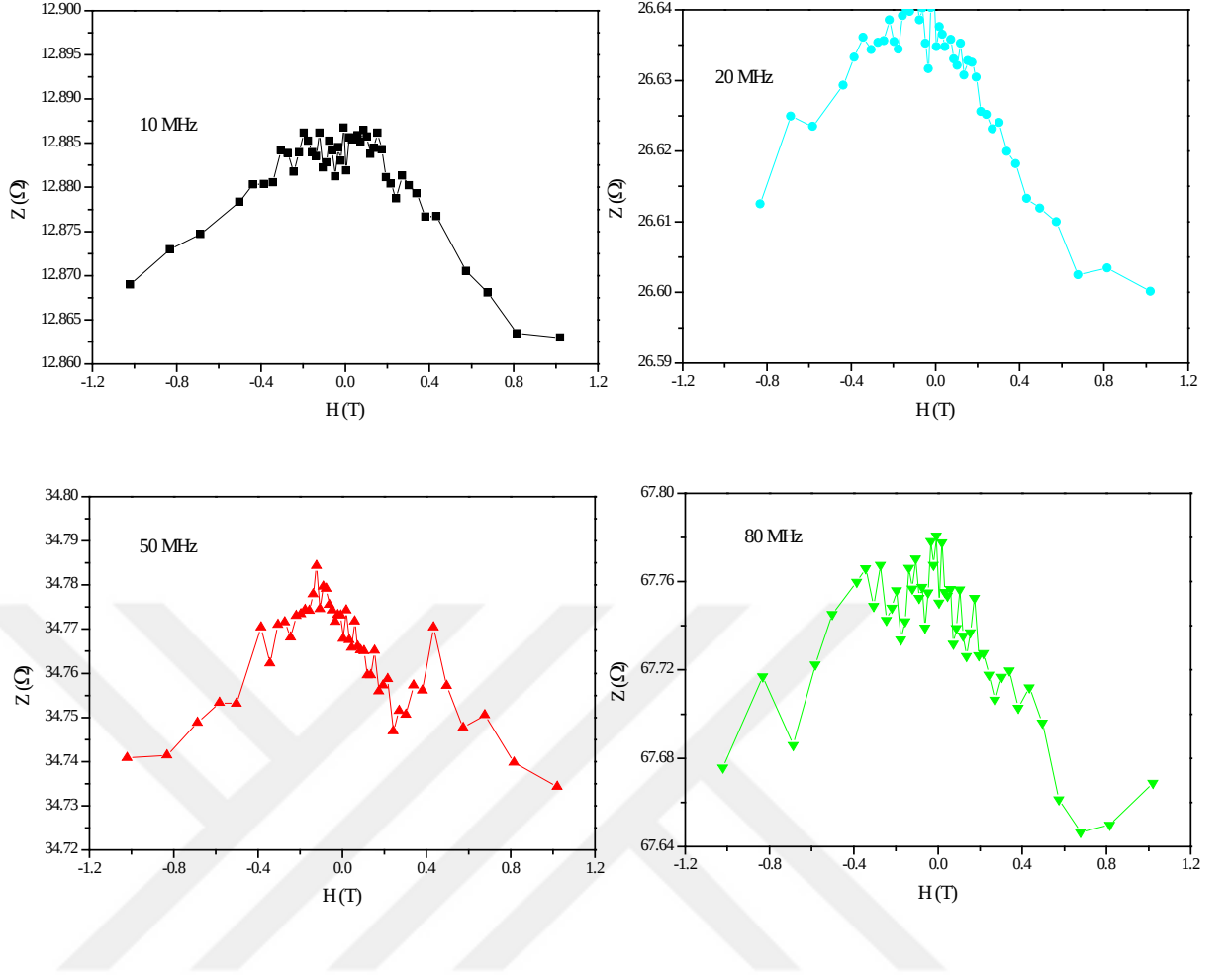
Şekil 4.7 de farklı frekans değerleri için $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin empedans değerleri görülmektedir. Artan frekans değerleri için empedans değerleri artış göstermiştir. Şekilde pozitif bölge için, dış dc manyetik alandaki artış empedans değerinde azalışa neden olmaktadır. Şekil 4.8 de $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesi için farklı frekans değerlerinin yüzde manyetoempedans değişimi verilmiştir. Yüzde manyetoempedans değişimleri 20, 40, 50, 80 ve 100 MHz frekans değerleri için sırası ile 0.3363, 0.2963, 0.2403, 0.2177 ve 0.3917 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4. 8. 0.3 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin

farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi.

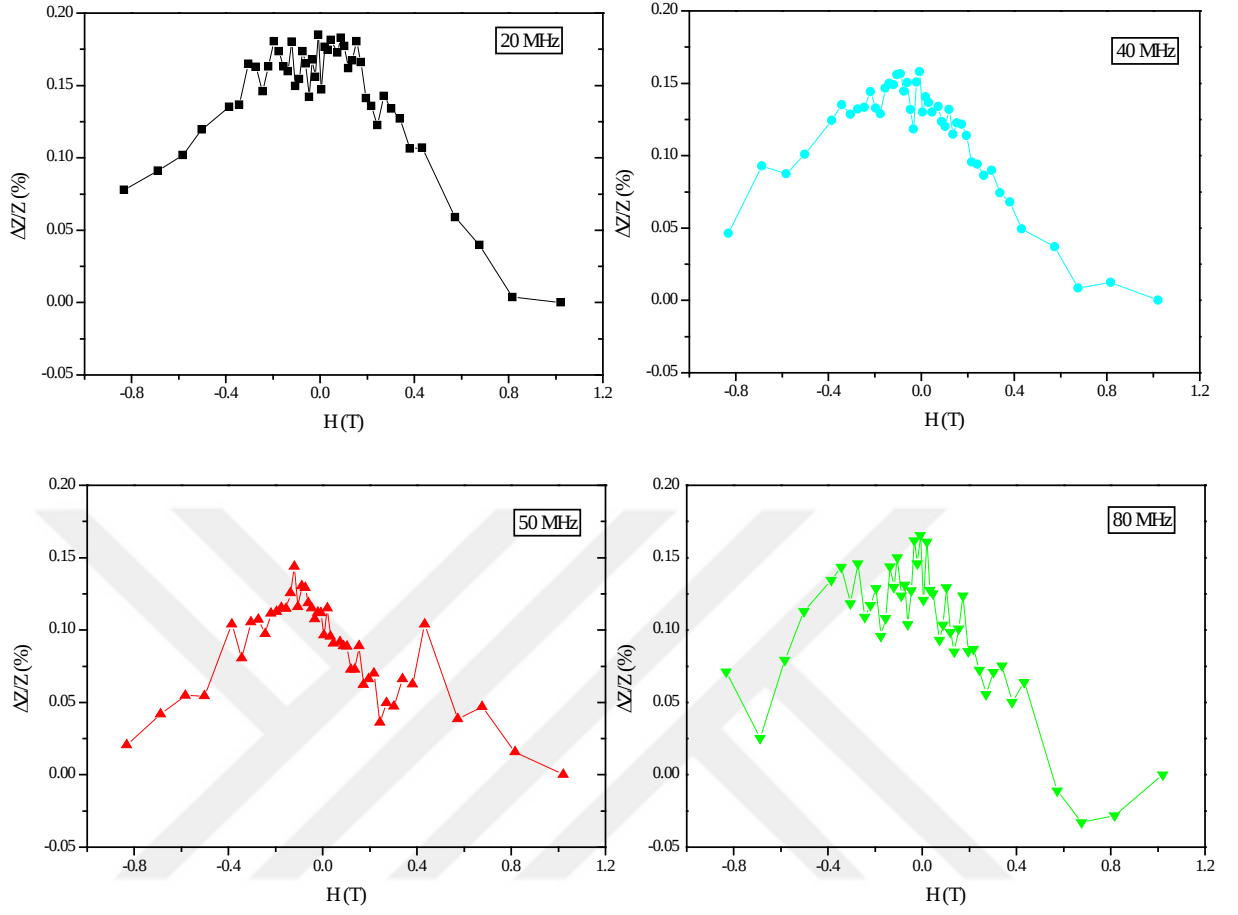
Şekil 4.9 da farklı frekans değerleri için uygulanan dış alana karşılık gelen manyetoempedans değerleri görülmektedir. $H=0$ için frekans değerlerinin artmasıyla empedans değerinde artış görülmektedir.



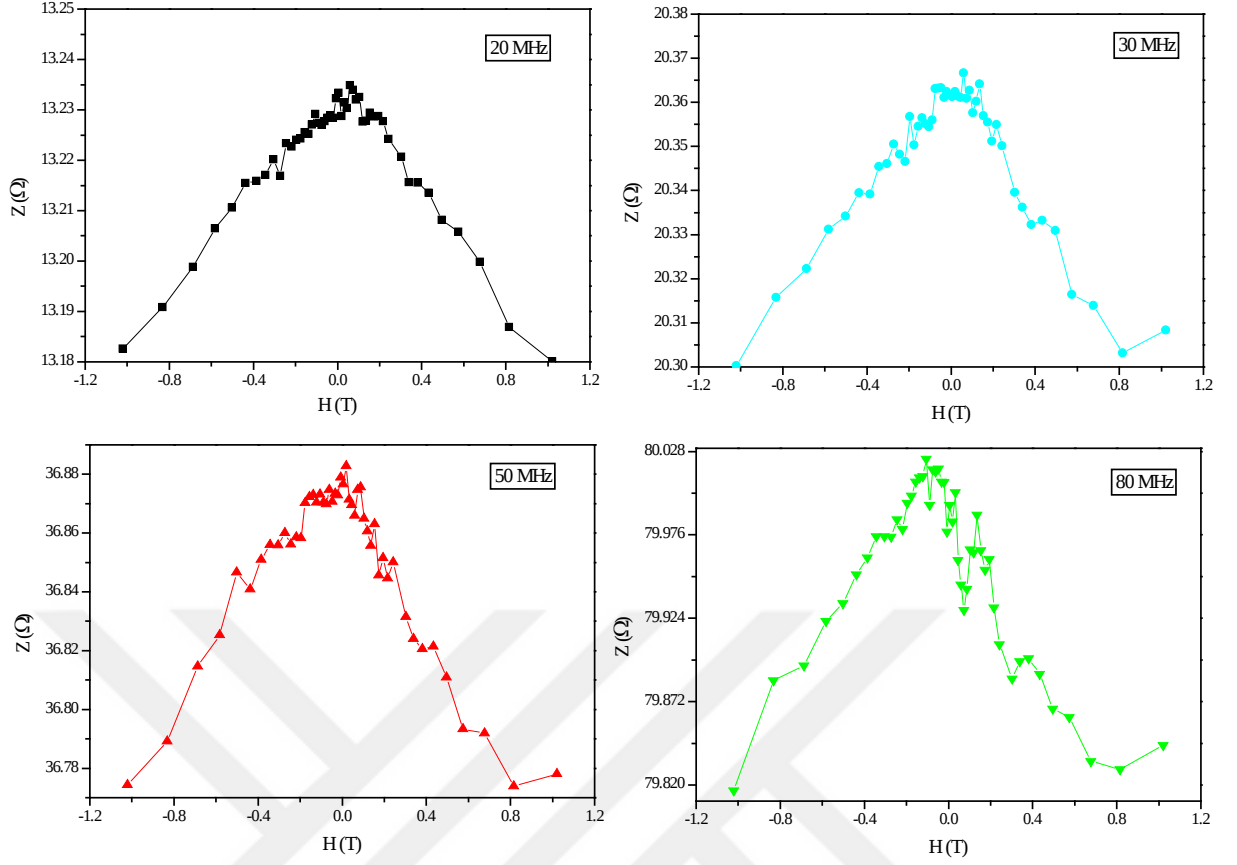
Şekil 4. 9 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin

farklı frekans değerleri için empedans değişimi.

Şekil 4.10 da 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimleri verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi 40 MHz lik frekans değeri için yüzde değişim 0.1572 iken 80 MHz lik frekans değerinde bu değer 0.1637 olarak belirlenmiştir.

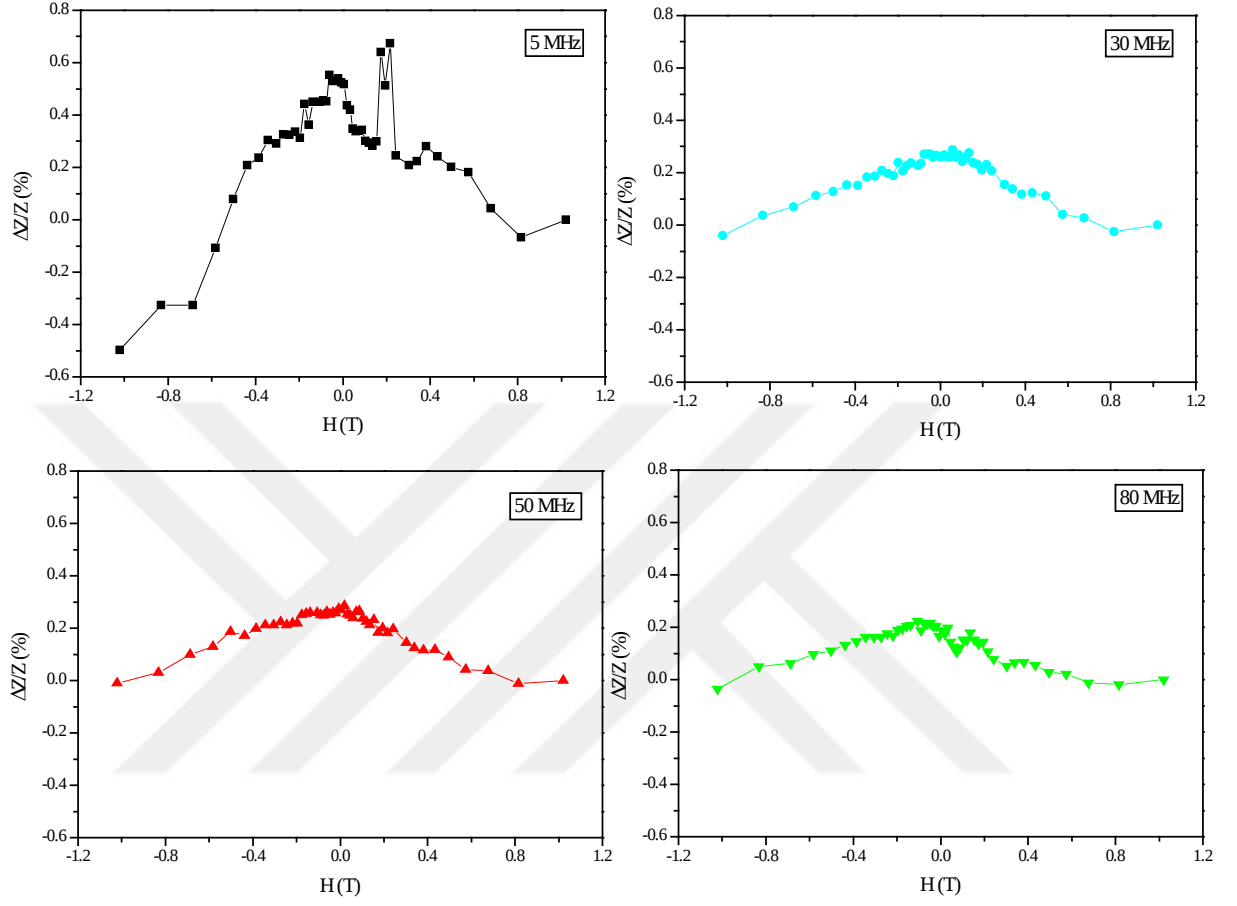


Şekil 4.10 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi.



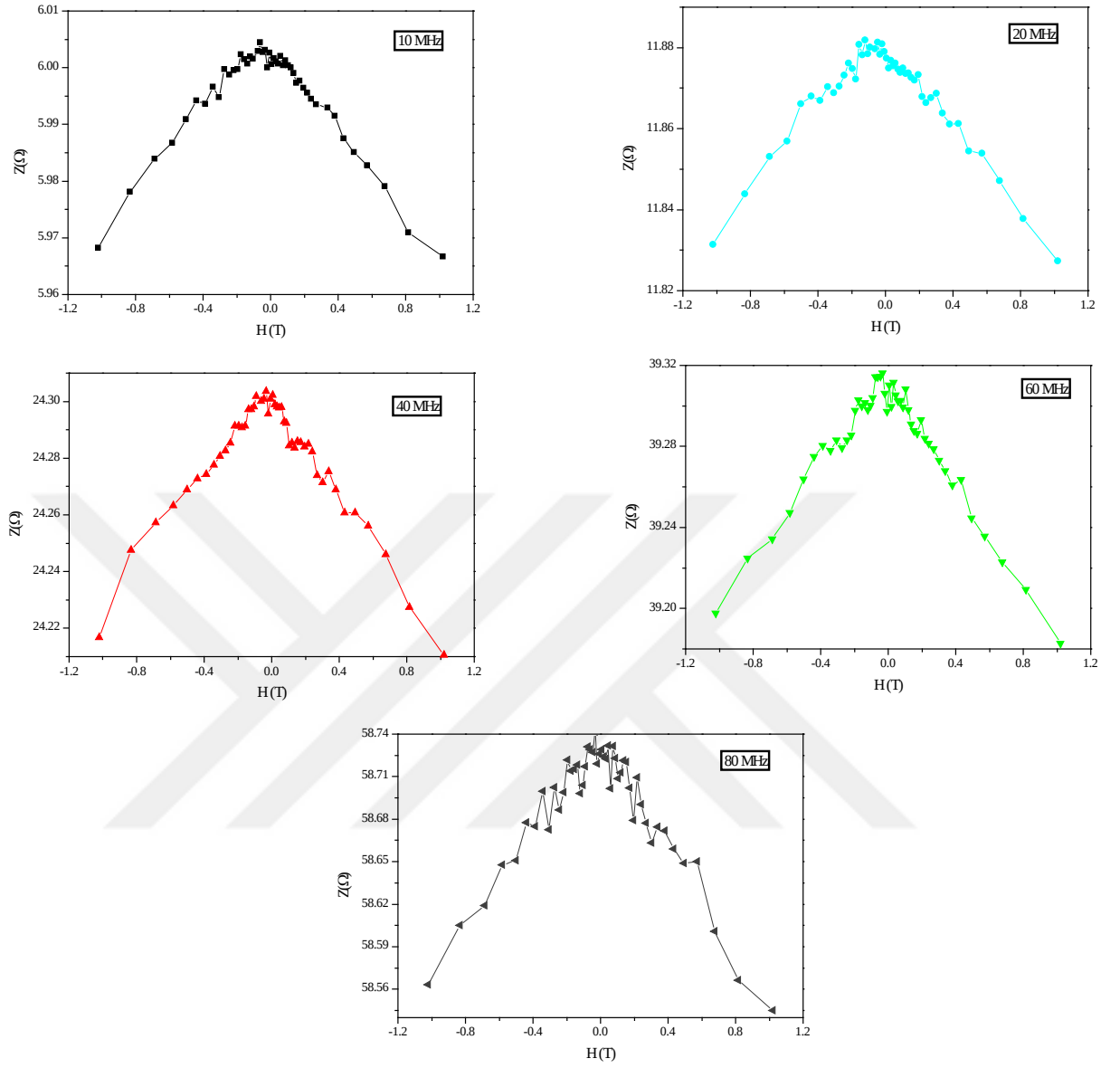
Şekil 4.11 0.8 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için empedans değişimi.

Şekil 4.12 de 0.8 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimleri gösterilmiştir. Verilen şekilden de görüldüğü gibi 20, 30, 50 ve 80 MHz lik frekans değerleri için yüzde değişim sırası ile 0.4178, 0.2874, 0.2843 ve 0.2236 olarak tespit edilmiştir.



Şekil 4.12 0.8 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin

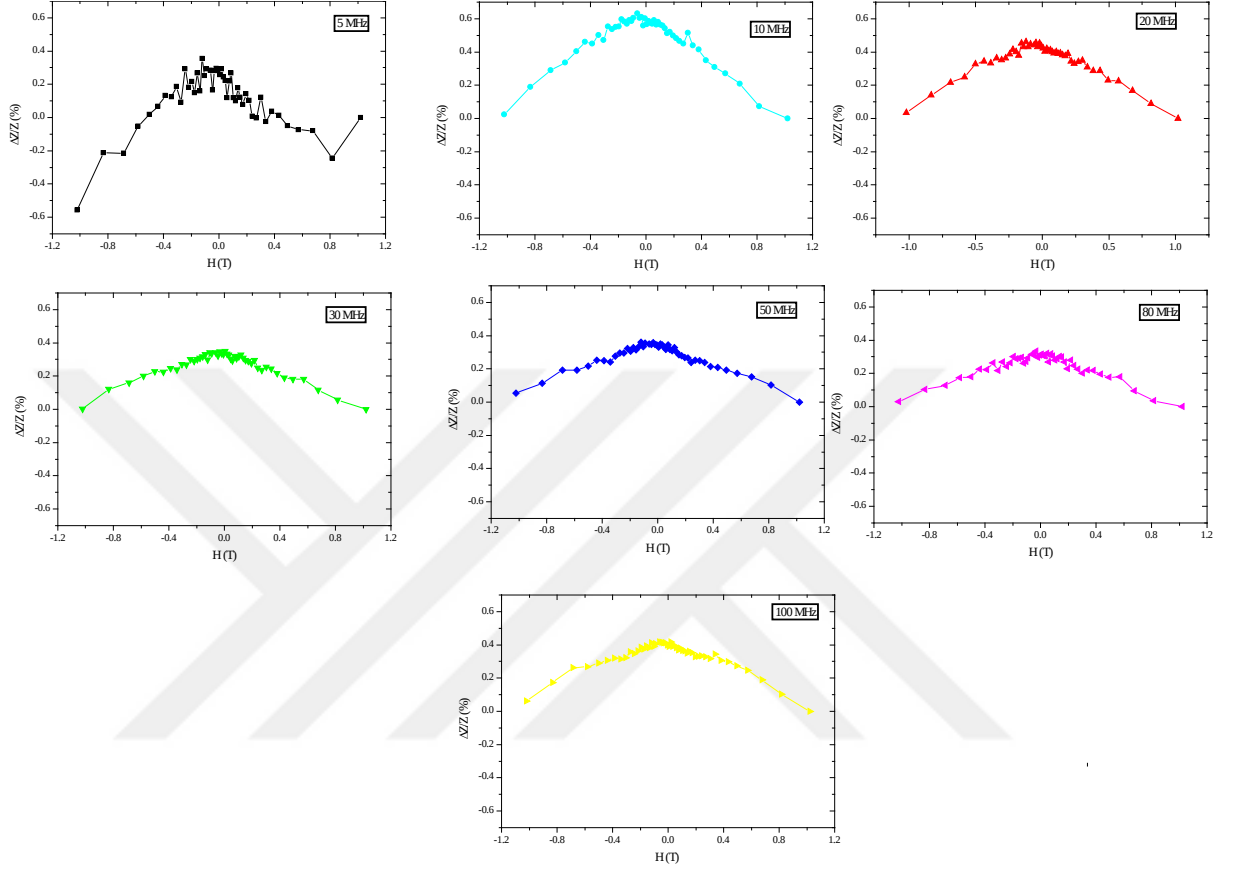
farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi.



Şekil 4.13 0.2 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için empedans değişimi.

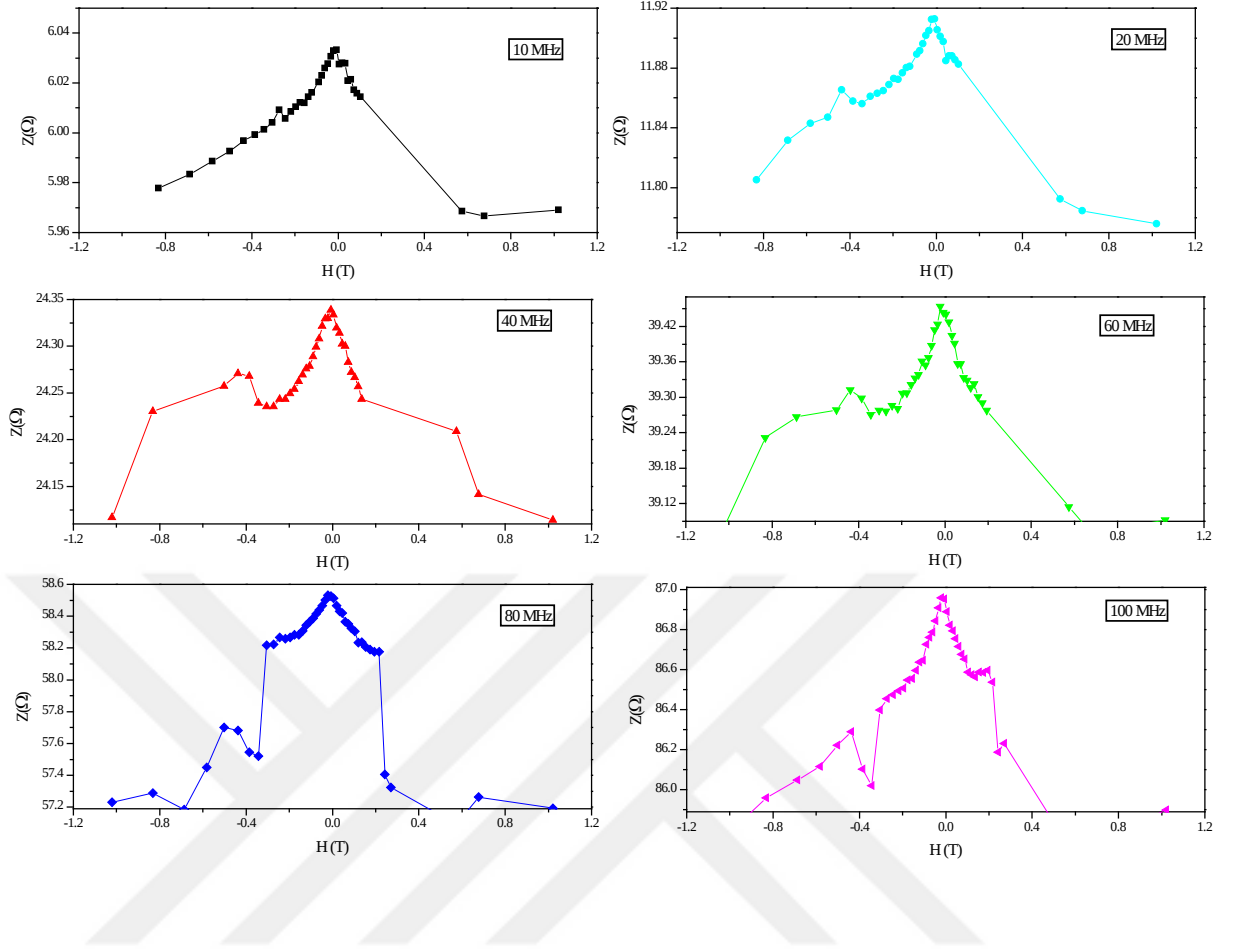
Şekil 4.14 de 0.2 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimleri gösterilmiştir. Verilen şekilden de görüldüğü gibi 5, 10, 20, 30, 50, 80 ve 100 MHz

lik frekans deęerleri iin yzde deęiřim sırası ile 0.3564, 0.6335, 0.4614, 0.3489, 0.3599, 0.3355 ve 0.4174 olarak tespit edilmiřtir.



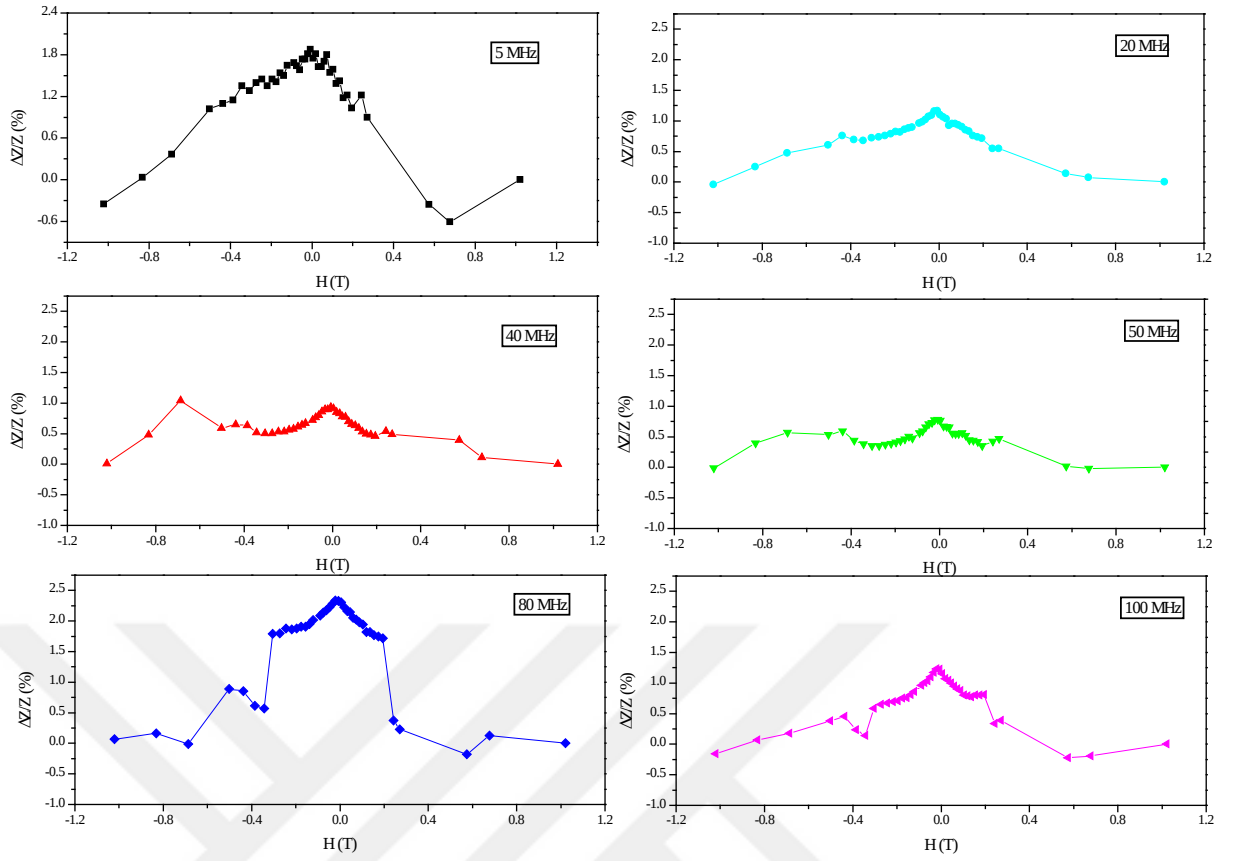
řekil 4.14 0.2 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin

farklı frekans deęerleri iin yzde manyetoempedans deęiřimi.



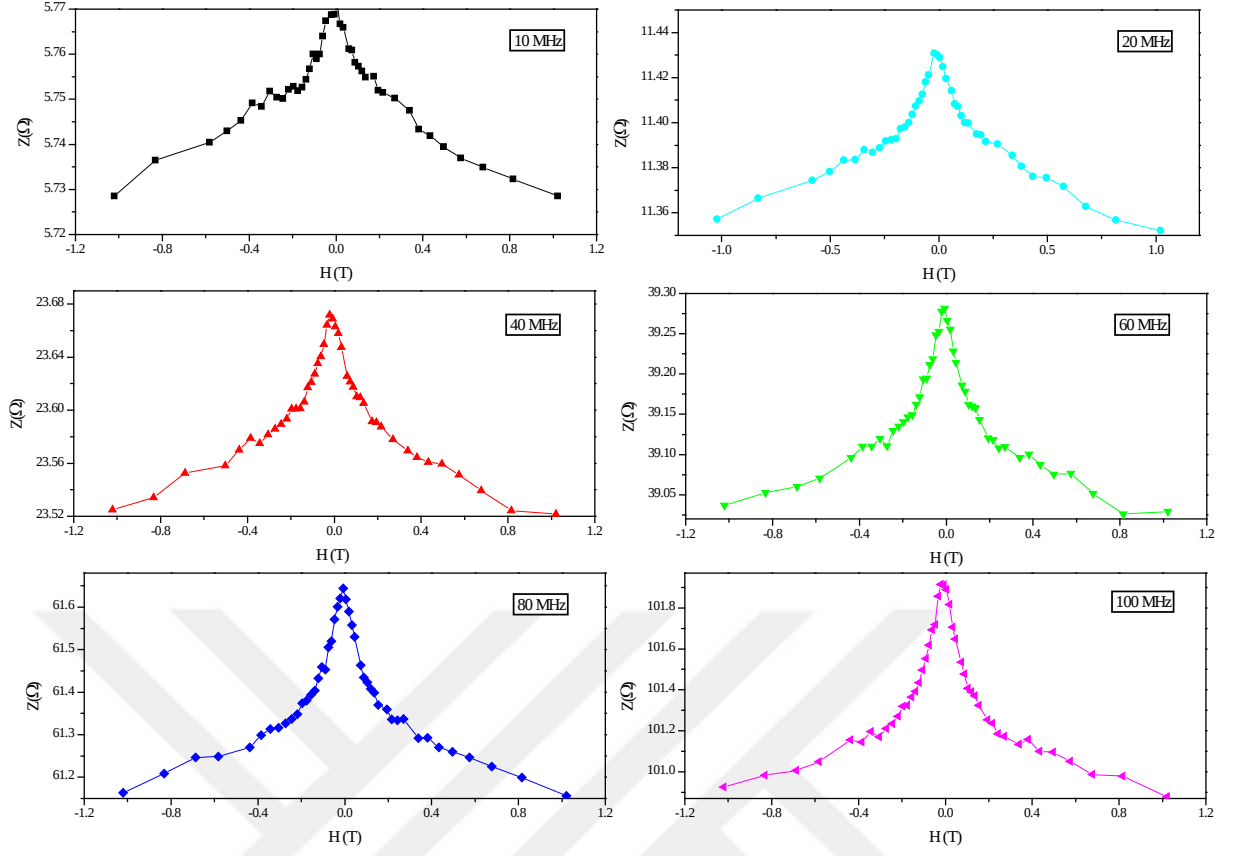
Şekil 4. 15 0.3 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için empedans değişimi.

Şekil 4.16 da 0.3 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimleri gösterilmiştir. Verilen şekilden de görüldüğü gibi 5, 20, 40, 50, 80 ve 100 MHz lik frekans değerleri için yüzde değişim sırası ile 1.8799, 1.1642, 0.4614, 0.9312, 0.7791, 2.3412 ve 1.2337 olarak tespit edilmiştir.



Şekil 4. 16 0.3 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi.

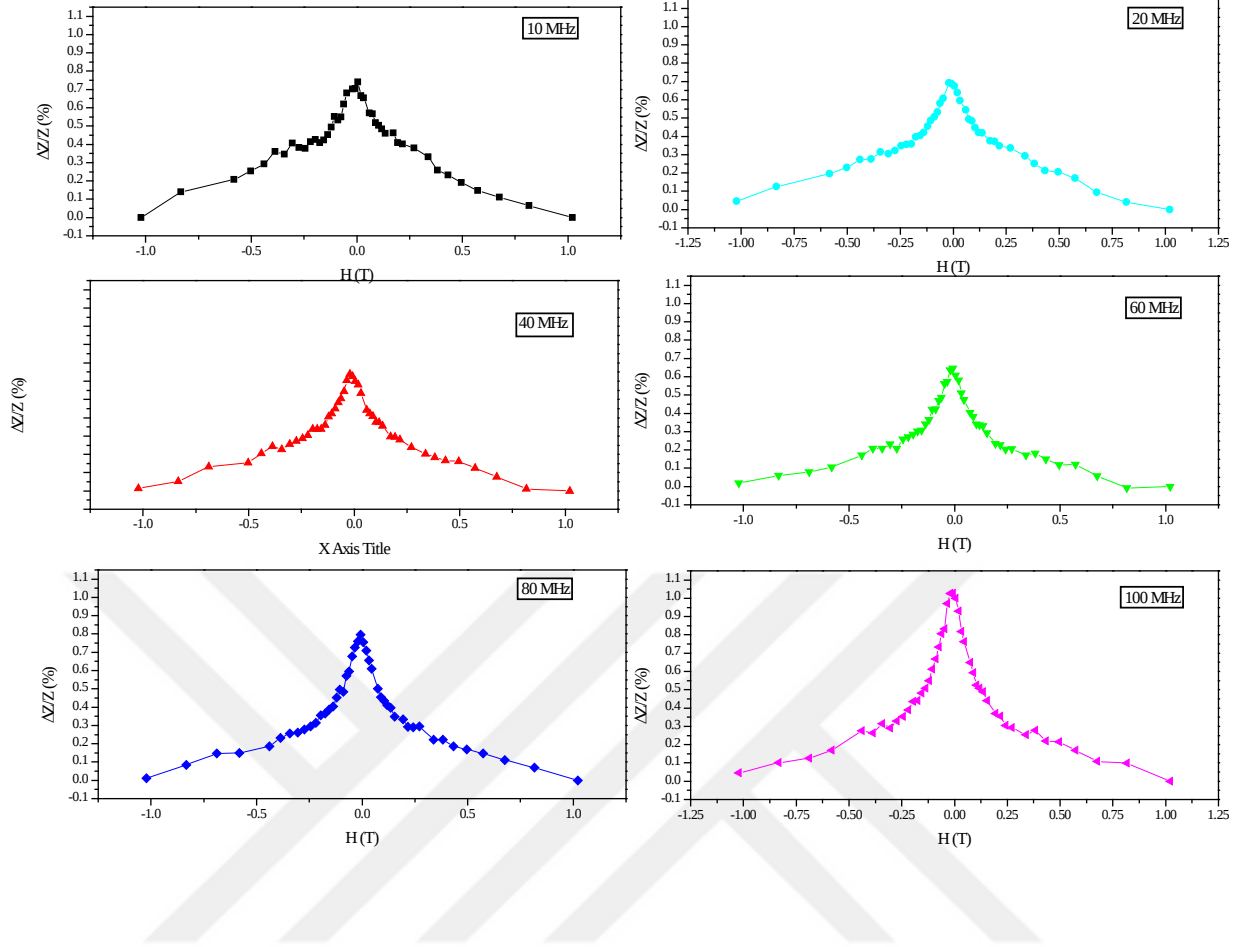
Şekil 4.17 de 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimleri gösterilmiştir. Verilen şekilden de görüldüğü gibi 10, 20, 40, 60, 80 ve 100 MHz lik frekans değerleri için yüzde değişim sırası ile 0.7407, 0.6937, 0.6388, 0.6470, 0.7982 ve 1.0283 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.17 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin

farklı frekans değerleri için empedans değişimi.

Şekil 4.18 de 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimleri gösterilmiştir. Verilen şekilden de görüldüğü gibi 10, 20, 40, 60, 80 ve 100 MHz lik frekans değerleri için yüzde değişim sırası ile 0.7407, 0.6937, 0.6388, 0.6470, 0.7982 ve 1.0283 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.18 0.5 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinin farklı frekans değerleri için yüzde manyetoempedans değişimi.

Manyetoempedans etkide frekansa bağımlılıktan dolayı yüzey etkisi önemli bir parametredir. Frekans değerine bağlı olarak malzemelerdeki akım dağılımı değişiklik gösterir. Bu durum yüzey derinliği ile ifade edilebilir. Manyetik malzemeler için yüzey derinliği aşağıdaki eşitlikle verilmiştir.

$$\delta = \left(\frac{1}{\mu_0 \mu \sigma \pi f} \right)^{1/2}$$

Denk 4. 1

Manyetoempedans etkide malzemelerin manyetik geçirgenliđi önemli bir etkiye sahiptir. Manyetoempedans manyetik geçirgenlikle doğru orantılıdır. Ayrıca yüzey derinliđi frekans ile ters orantılıdır. Manyetoempedans çalışmalarında AC akım frekansı yüzde manyetoempedans deđişimlerinde belirleyicidir. Frekansın artması ile yüzey derinliđi azalır. Buna bađlı olarak frekansın fonksiyonu olarak yüzde manyetoempedans deđerleri farklılık gösterir.



5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışmada $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ ve $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ benzeri numuneler sol-jel yöntemi ile hazırlanmıştır. Hazırlanan perovskite manganit numuneler farklı çap ve uzunluktaki platin teller üzerine dip-coating (Daldırma) metodu kullanılarak kaplamalar yapılmıştır. Daha önce Cu tel üzerine NiFe ve CoNiFe kaplanıp bu numunelerin manyetoempedans özellikleri incelendiğinde film, tel ya da bulk formundaki NiFe numuneye göre Cu tel üzerine kaplanmış NiFe yapının oldukça yüksek manyetoempedans özellik gösterdiği gözlenmiştir.

Yapılan bu çalışmada ilk kez quartz cam ve platin levha üzerinde $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ ve $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunelerin farklı zaman ve sıcaklıklardaki x-ray analizleri literatür ile karşılaştırılmıştır. Katıhal reaksiyon yöntemi ile hazırlanmış bulk numunelerin x-ray sonuçları ile tarafımızdan sol-jel yöntemi ile hazırlanan numunelerin x-ray sonuçları uyum gösterdikleri gözlenmiştir. Hazırlanmış olduğumuz tüm numuneler için ısıtma işlem sıcaklığının yaklaşık olarak 700 C de olması gerektiği tespit edilmiştir. X-ray sonuçlarını incelediğimizde spektrum çizgilerinin bazılarının çok şiddetli bazılarının ise daha az şiddette olduğu gözlenmiştir. Bunun pek çok nedenleri olabilir. Şöyle ki; ısıtma işlem sıcaklığı, ısıtma işlem süresi, kullanılan malzemelerin saflık derecesi, numuneler hazırlanırken ortamdaki oksijen miktarı ve fırın sıcaklığının tamamen homojen olmaması gibi sebeplerden dolayı yapılar tam oluşmamış olabilir.

Manyetoempedans çalışmalarında 5 MHz lik frekans değerlerine kadar yüzde değişim gözlenmemiştir. Bu frekansın üstündeki değerlerde yüzde manyetoempedans

değişimleri kalınlığa bağlı olarak değişim göstermiştir. En büyük yüzde manyetoempedans değişimi 0.3 mm kalınlıklı platin tele kaplanmış $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunesinde 80 MHz lik frekans değerinde gözlenmiştir. $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ numuneler $\text{La}_{0.67}\text{Ba}_{0.33}\text{MnO}_3$ numunelerine oranla daha yüksek yüzde manyetoempedans değişimleri göstermiştir.

Manyetik sensörler modern teknolojiye önemli bir rol oynamaktadırlar. Manyetik sensörler genellikle tüm mühendislik alanlarında ve endüstriyel sektörlerde, öyle ki; yüksek yoğunluklu manyetik kaydedicilerde, navigasyon, askeri, güvenlik, hedef belirleme ve izleme, uzay araştırmaları ve manyetik alan ölçümleri gibi pek çok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır [56-58]. Bununla beraber manyetik sensörlerin büyük bir kısmı indüksiyon sensörleri, fluxgate sensörleri, manyeto-optik sensörleri ve büyük manyetodirenç sensörlerinde (GMR) bulunmaktadır. Son zamanlarda ise manyetoempedans etkinin ortaya çıkması ile manyetoempedans sensör tasarımları birçok alanda kullanılmaya başlanmıştır [57]. Manyetoempedans sensör türleri olan manyetik alan, akım ve stres sensörleri uygulamada kullanılmaktadır. GMI etkiye dayalı olan bir manyetik alan sensörü Mohri ve arkadaşları tarafından üretilip tasarlanmıştır [59].

İlk olarak sol-jel yöntemi ile hazırlanan numunelere farklı uzunluk ve çapa sahip platin teller daldırılarak perovskite yapıya sahip malzemeler üretilmiştir. Üretilmiş olan malzemelerin farklı uzunluk ve kalınlıkta platin tellere kaplama işlemleri dip-coating (daldırma) yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Üretilen bu numunelerin farklı frekans değerleri için manyetoempedans özellikleri incelenmiştir. Perovskite malzemelere yapılan katkılar sonucunda manyetoempedans değerlerinde değişim gözlenmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] J. Mira, J. Rivas..., “Drop of magnetocaloric effect related to the change from first- to second-order magnetic phase transition in $\text{La}_{2/3}(\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x)_{1/3}\text{MnO}_3$ ” J. Appl. Phys., 91(10)(2002)8903-8905.
- [2] Z.B. Guo, W. Yang, Y.T. Shen ve Y.W. Du, “Magnetic entropy change in $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ perovskites”, Solid Stat. Com., 105(2)(1998)89-92.
- [3] X.X. Zhang, J. Tejada, “Magnetocaloric effect in $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_8$ and $\text{La}_{0.60}\text{Y}_{0.07}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_8$ bulk materials”, Appl. Phys. Lett., 69(23)(1996)3596-3598.
- [4] A.M. Tishin, Y.I. Spichkin, “The Magnetocaloric Effect and Its Applications”, Iop, Bristol and Philadelphia 2003.
- [5] G.H. Jonker, J.H. van Santen, “Ferromagnetic compounds of manganese with perovskite structure”, Physica, 16 (3) (1950) 337–349.
- [6] Z.B. Guo, J.R. Zhang , “Large magnetic entropy change in $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ ”, Appl. Phys. Lett., 70(1997)904-905.
- [7] M.H. Phan, H.X. Peng, “Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals and applications”, Progress in Materials Science, 53 (2008) 323–420.
- [8] H. Roder, J. Zhang, A.R. Bishop, Phys. Rev. Lett. 76 (1996) 1356.
- [9] V.K. Pecharsky, K.A. Gschneider, Phys. Rev. Lett. 78 (1997) 4494.
- [10] A.J. Millis, Nature 392 (1998) 147.
- [11] Y. Tokura, Y. Yomika, J. Magn. Magn. Mater. 200 (1999) 1.
- [12] E. Dagotto, T. Hotta, A. Moreo, Phys. Rep. 344 (2001) 1.
- [13] H. Gencer, S. Atalay, H.I. Adiguzel, V.S. Kolat, Physica B 357 (2005) 326.
- [14] H. Gencer, V. S. Kolat, S Atalay, J. Alloys Comp. 422 (2006) 40.
- [15] C. Kloc, S. W. Cheong, P. Matl, J. Cryst. Grow. 191 (1998) 294.
- [16] M. Gunes, H. Gencer, V. S. Kolat, S. Vural, H. I. Mutlu, S. Atalay, Mater. Sci. Eng. B 135 (2007) 41.

- [17] H.L. Ju, C. Kwon, R.L. Qi Li, T. Greene, Venkatesan, Appl. Phys. Lett. 65 (1994) 2108.
- [18] S. Jin, T.H. Tiefiel, M. Mc Cormack, R.A. Fastnacht, R. Ramesh, L.H.Chen, Science 264 (1994) 413.
- [19] G. Srinivasan, E.T. Rasmussen, Appl. Phys. Lett. 80 (2002) 464.
- [20] H. Gencer, M. Gunes, A. Goktas, Y. Babur, H. I. Mutlu, S. Atalay, J. Alloys Comp. 465 (2008) 20-23.
- [21] Ch. Kloc, S.W. Cheong, P. Matl, J. Cryst. Growth 191 (1998) 294.
- [12] L. Liu, Z.C. Xia, S.L. Yuan, “Effect of Mn doping on the transport properties and magnetoresistance of $\text{La}_{2/3}\text{Ca}_{1/3}\text{MnO}_3$ prepared in low temperature”, Mater. Sci. Eng. B, 128(2006)50-52.
- [23] J.M.D. Coey, M. Viret, S. von Molnar, “Mixed-valence manganites”, Advances in Physics, 48(2)(1999)167-193.
- [24] F. Gao, “Study on the synthesis, Characterization and properties of colossal magnetoresistive(CMR) Materials”, PhD Thesis, University of Wollongong, 2004.
- [25] R. Von Helmolt, J. Wecker, B. Holzapfer, L. Schultz, K. Samwer, “Giant negative magnetoresistance in perovskitelike $\text{La}_{2/3}\text{Ba}_{1/3}\text{MnO}_x$ ferromagnetic films”, Phys. Rew. Lett., 71(1993)2331-2333.
- [26] S. Jin, T.H. Tiefel, M. McCormack, R.A. Fastnacht, R. Ramesh, L.H. Chen, “Thousandfold Change in Resistivity in Magnetoresistive La-Ca-Mn-O Films”, Science 264(1994)413-415.
- [27] S.-W. Cheong, Y.H. Harold, In Y. Tokura editor, “Colossal Magnetoresistive Oxides”, Monographs in Condensed Matter Science, London, 1999. Gordon & Breach.
- [28] T. Okuda, T. Kimura, H. Kuwahara, Y. Tomioka, A. Asamitsu, Y. Okimoto, E. Saitoh, Y. Tokura, “Roles of orbital in magnetoelectronic properties of colossal magnetoresistive manganites”, Mater. Sci. Eng. B 63(1999)163-170.

- [29] R. Machesh, R. Mahendiran, A.K. Raychaudhuri, N.R. Rao, “Effect of particle size on the giant magnetoresistance of $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ ”, Appl. Phys. Lett., 68(1996)2291.
- [30] L. V. Panina and K.Mohri, “Magneto-impedance effect in amorphous wires” Appl. Phys. Lett., 65 (1994) 1189-1191.
- [31] R. S. Beach and A. E. Berkowitz, “Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire”, Appl. Phys. Lett., 64 (1994) 3652-3654.
- [32] F. L. Machado, B. L. da Silva, S. M. Rezende and C. S. Martins, “Giant ac magnetoresistance in the soft ferromagnet $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ ”, J. Appl. Phys., 75 (1994) 6563-6565.
- [33] R. S. Beach and A. E. Berkowitz, “Sensitive field- and frequency-dependent impedance spectra of amorphous FeCoSiB wire and ribbon” J. Appl. Phys., 76 (1994) 6209-6213.
- [34] N. Bayri, V. S. Kolat, H. Kaya, F. E. Atalay, T. Izgi and S. Atalay J. Phys. D:Appl. Phys. 42 (2009) 175003.
- [35] N. Bayri, V. S. Kolat, H. Kaya, F. E. Atalay, T. Izgi and S. Atalay, J. Phys. D: Appl. Phys. 42 (2009) 175003.
- [36] S. Atalay, H. Kaya, F.E. Atalay, E. Aydogmus, “Magnetoimpedance effects in a CoNiFe nanowire array” J. Alloys Comp. 561 (2013) 71–75
- [37] F. E. Atalay, S. Atalay, H. Kaya, A. R. Bahadır, “Magnetoimpedance effect in electrochemically etched CoFeSiB amorphous wires”, Physica B 364 (2005) 294–299.
- [38] V.S. Kolat, N. Bayri, Š. Michalik, T. Izgi, P. Sovak, F.E. Atalay, H. Gencer, S. Atalay, “Magnetic and magnetoimpedance properties of Mn-doped FINEMET” Journal of Non-Crystalline Solids 355 (2009) 2562–2566.
- [39] F.E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, “Unusual grain growth in electrodeposited

- CoNiFe/Cu wires and their magnetoimpedance properties” *Mater. Sci. Eng. B* 131 (2006) 242–247.
- [40] F.E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, “Magnetoimpedance effect of current-annealed CoNiFe/Cu microtubes” *Physica B* 403 (2008) 2917–2923.
- [41] F. E. Atalay, H. Kaya, S. Atalay, “Magnetic and magnetoimpedance properties of NiFe and CoNiFe films produced by electrodeposition technique” *Int. J. Mod.Phys. B* 21 3869 (2007).
- [42] A. A. Taysioglu, A. Peksoz, N. Derebasi, T. Meydan, “The Influence of the Magnetic Susceptibility of Coated Amorphous Ribbons on Giant-Magneto Impedance Effect”, *Sensor Letters* 11 (2013) 81-83.
- [43] A. A. Taysioglu, A. Peksoz, N. Derebasi, T. Meydan, “Influence of Oxide Layer Coating on Giant Magneto-Impedance Response in Amorphous Ribbons”, *Sensor Letters* 11 (2013) 119-121.
- [44] S. Das, D. Dhak, M.S. Reis, V.S. Amaral, T.Y. Dey, “Room temperature giant Magnetoimpedance in $\text{La}_{0.7}\text{Ba}_{0.15}\text{Sr}_{0.15}\text{MnO}_3$ compound”, *Materials Chemistry and Physics* 120 (2010) 468–471.
- [45] S. Jin, T.H. Tiefiel, M. Mc Cormack, R.A. Fastnacht, R. Ramesh, L. H.Chen, *Science* 264 (1994) 413.
- [46] J. Hu, H. Qin, “Magnetoimpedance effect in $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ ”, *J. Magnetism and Magnetic Materials*, 234 (2001) 419-422.
- [47] Y. Wang, H. Qin, S. Ren, J. Hu, “Giant magnetoimpedance and grain boundary effect in $\text{La}_{0.75}\text{Ba}_{0.25}\text{MnO}_3$ sol-gel manganite”, *Physica B* 425 (2013) 17-22.
- [48] Q. Huang, H. Qin, B. Li, J. Hu, “The ac transport and giant magnetoimpedance for sol-gel $\text{La}_{0.67}\text{Ca}_{0.33}\text{MnO}_3$ ”, *Physica B* 407 (2012) 4410-4415.
- [49] J. Hu, Y. Wang, Y. Zhang, H. Liu, H. Qin, B. Li, “Sample thickness dependence of giant magnetoimpedance under low fields for $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}$

- Mn_{0.98}Co_{0.02}O₃ manganites”, J. Alloys and Compounds 509 (2011) 1360-1363.
- [50] J. Hu, H. Qin, B. Li, Y. Wang, Y. Zhang, “Correlation between magnetoimpedance and Permeability in La_{2/3}Ba_{1/3}MnO₃”, J. Magnetism and Magnetic Materials 323 (2011) 1185-1190.
- [51] S. K. Barik and R. Mahendiran, “Impact of Fe doping on radio frequency magnetotransport in La_{0.7}Sr_{0.3}Mn_{1-x}Fe_xO₃”, Journal of Applied Physics 111 (2012) 07D728.
- [52] J. Hu, H. Qin, “Magnetoimpedance effect at various temperatures for manganite La_{0.7}Ca_{0.3}MnO_{3-δ}”, Materials Science and Engineering B100 (2003) 304-306.
- [53] J. Hu, H. Qin, Y. Wang, B. Li, ”Giant magnetoimpedance and Permeability change in La_{2/3}Sr_{1/3}MnO₃ manganite under low fields”, J. Magnetism and Magnetic Materials 322 (2010) 3245-3249.
- [54] A. Rebello, R. Mahendiran, “Spatial dependence of magnetoimpedance in La_{0.67}Ba_{0.33}MnO₃”, Solid State Communications 150 (2010) 2127-2130.
- [55] S. K. Barik, R. Mahendiran, “Ac Magnetotransport in La_{0.7}Sr_{0.3}Mn_{0.95}Fe_{0.05}O₃ at low dc magnetic fields”, Solid State Communications 151 (2011) 1986-1989.
- [56] J. E .Lenz, A review of magnetic sensors”, Proc IEEE 78 (1990) 973–89.
- [57] T. Meydan, “Application of amorphous materials to sensors”, J. Magn. Mater. 133 (1995) 525–32.
- [58] P. Ripka, “ Magnetic sensors and magnetometers”, Artech House Publishers 2001.
- [59] K. Mohri, T. Uchiyama, P. V. Panina, “ Recent advances of micro magnetic sensors and sensing application”, Sens. Acta A 59 (1997) 1–8.

- [60] D. L. Smith, “Thin-Film Deposition Principles and Practice”, (1995) s.1-8.
- [61] M. Ottoson, and J. Carlsson, “Chemical Vapor Deposition of Cu_2O and CuO from CuI and O_2 or N_2O ”, Surface and Coating Technology, 78(1996); 263-273.
- [62] J. F. Pierson, , A. Tohbor, and A. Billard, “Cuprite, Paramelaconite and Tenorite Films Deposited by Reactive Magnetron Sputtering”, Applied Surface Science, 210 (2003); 359-367.
- [63] M. T. S. Nair, , L. Guerro, , O.L. Arenas, and P.K. Nair, “Chemically Deposited Copper Oxide Thin Films: Structural, Optical and electrical Characteristics”, Applied surface Science, 150(1999); 143-151.
- [64] M. Ristov, and Gj. Sinadinovski, “Chemical Deposition of Cu_2O Thin Films”, Thin Solid Films, 123(1985);63-67.
- [65] M. Niederberger, N. Pinna, “Metal Oxide Nanoparticles in Organic Solvents”, Springer Dordrecht Heidelberg London, New York, (2009), 7-16.
- [66] J. S. Reed, “Principles of Ceramics Processing”, 2nd edition. Wiley Publishing, ISBN (1995)978-0-471-59721-6.
- [67] C. J. Brinker, G.W. Scherer, “Sol- gel science- the physics and chemistry of sol-gel processing”, Academic, New York, 1989.
- [68] A. C. Pierre, “Introduction to Sol-Gel Processing”, Kluwer Academic Publishers, Boston, Dordrecht, London, 1998.
- [69] W. Li, D.P. Fries, A. Malik, “Sol–gel stationary phases for capillary electro chromatography”, Journal of Chromatography A, 1044(2004), 23–52.
- [70] B.C. Jeffrey, W. George, “Scherer Sol-gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing”, Gulf Professional Publishing, (1990), 908.
- [71] L.C. Klein, “Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, Electronics, and Specialty Shapes”, William Andrew, (1988), 407.
- [72] P.C. Alan, “Introduction to Sol-Gel Processing: The International Series in Sol-Gel Processing: Technology & Applications”, Kluwer Academic Publisher, (1998), 408.

- [73] N. Bayri “Amorf ferromanyetik alaşımlarda stres-empedans ve manyetoempedans etki”, İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, (2007).
- [74] A. Manan, “Growth and Study of Magnetostrictive FeSiBC Thin Films for Device Applications”, PhD Thesis, The University of Sheffield (1999).
- [75] M. L. Sartorelli, M. Knobel, J. Schoemaker, “Giant magneto-impedance and its relaxation in Co–Fe–Si–B amorphous ribbons”, Appl. Phys. Lett., 71 (1997) 2208-2210.
- [76] D. Garcia, V. Raposo, J. I. Iniguez, O. Montero. M. Zazo, “Diameter influence on magnetoimpedance of Co-based glass covered amorphous wires”, J. Magn. Mater. 290-291 (2005) 1078-1080.
- [77] M. Sayer, “Coatings and thin films Colossal Magnetoresistivity in $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ”, Journal of Ceramic Materials 59 (3) (1990) 18-21.
- [78] A. Aksay, W. Y. Shin and M. Sarıkaya, “Collodial Processing of Ceramics with Ultrafine Particles”, Ultrastructure Processing of Advanced Ceramics Letters (1998) 393.
- [79] R. C. Mehrotra, “Chemistry of Alkoxide Precursors”, J. Non-Crystal Solids 121 (3) (1990) 1-6.
- [80] V. S. Kolat, “LaCaMnO ve FeCrCuNbSiB Numunelerin Manyetik ve Manyetokalorik Özellikleri”, İnönü Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 2007.
- [81] M.H. Roger, Perovskite: Modern and Ancient, Almaz Pres Inc., Canada, 2002.
- [82] H.D. Megaw, “Crystal structure of double oxides of the perovskite type”, Proc. Phys. Soc., 58(1946)133-154.
- [83] G.H. Jonker, J.H. van Santen, “Ferromagnetic compounds of manganese with perovskite structure”, Physica, 16 (3) (1950) 337–349.

- [84] L.V. Panina, N.A. Yudanov, A.T. Morchenko, V.G. Kostishyn and D.P. Makhnovskiy, “Off-diagonal magnetoimpedance in amorphous microwires for low-field magnetic sensors”, *Phys. Status Solidi A* 213, No. 2, (2016) 341- 349.
- [85] N. A. Yudanov, S. A. Evstigneeva, L. V. Panina, A. T. Morchenko, A. Zhukov and X. H. Peng, “Part of Topical Section on Magnetism and Applications of Magnetic Wires Temperature dependence of the off-diagonal Magnetoimpedance in sensor configuration utilizing Co-rich amorphous wires”, *Phys. Status Solidi A* 213, No. 2, (2016) 372- 376.
- [86] C. Morón, C. Cabrera, A. Morón, A. García and M. González, “Magnetic Sensors Based on Amorphous Ferromagnetic Materials: A Review”, *Sensors*, 15(11), (2015) 28340-28366.
- [87] V. M. García-Chocano, H. García-Miquel, “DC and AC linear magnetic field sensor based on glass coated amorphous microwires with Giant Magnetoimpedance”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 378 (2015) 485-492.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı: Sinan GÜNGEN

Doğum Yeri ve Tarihi: 1983-D. Bakır

Adres: Devlet Hava Meydanları Erhaç Havaalanı Akçadağ-MALATYA

E-Posta: artunc45@hotmail.com

Lisans: İnönü Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi MALATYA

Mesleki Deneyim Ve Ödüller: DHM de memur

