TÜBİTAK

Dik Mıknatıslanmaya Sahip Pt/Co/CoO ve Pt/Co/IrMn İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin Elektrik Alan ile Manipülasyonu

Program Kodu: 1001

Proje No: 112T857

Proje Yürütücüsü:

Doç. Dr. Numan AKDOĞAN

Araştırmacılar:

Doç. Dr. Fikret YILDIZ

Yrd. Doç. Dr. Sinan KAZAN

KASIM 2016

GEBZE

ÖNSÖZ

Bu projede, ferromanyetik (FM) metal ile antiferromanyetik (AF) tabakalar arasındaki exchange bias (EB) etkisinin elektrik alan ile kontrolü konusunda çalışmalar yapılmıştır. Bunun için örnek düzlemine dik mıknatıslanmaya sahip FM/AF yapısındaki örnekler alttaş üzerine önce sürekli bir film yapısında büyütülmüş ve yapısal ve manyetik özellikleri XPS, XRD, VSM, MOKE ve FMR teknikleri ile belirlenmiştir. Ardından AHE ölçüm geometrisinde elektrik alan altında ölçümler yapılmıştır. FM/AF örnek sisteminde, AF tabaka olarak, önce düşük sıcaklıklarda çalışma kolaylığı sağlayan CoO ve Cr_2O_3 kullanılmış, daha sonra buradan elde edilen deneyimlerle teknolojik uygulamalarda önemli role sahip IrMn kullanılmıştır. Her üç örnek sisteminde de ferromanyetik katman olarak 4-5 Angström kalınlığındaki çok ince Co tabakası kullanılmıştır. Co/Pt/CoO, Co/Pt/Cr_2O_3 ve Co/Pt/IrMn yapısındaki ince filmlerde dik exchange bias gözlenmiş ve +300 Volt kapı gerilimi uygulanan Co/Pt/CoO örneğinde EB 133 Oe kadar artırılmıştır. Sonuç olarak, proje önerisinde hedeflenen bilimsel sonuçlara ulaşılmış, EB'ın elektrik alan ile manipülasyonu ve FM/AF ara yüzeylerdeki etkileşmeler hakkında ileri düzeyde bilgiler elde edilmiş ve EB sistemlerinin yeni nesil çok fonksiyonlu cihaz uygulamaları için uygunluğu araştırılmıştır. Ayrıca, proje çalışmaları kapsamında 4 yüksek lisans ve 2 doktora tezi yaptırılmış, 4 bilimsel makale uluslararası dergilerde yayınlanmış, ulusal ve uluslararası konferanslarda birçok sözlü ve poster sunumu yapılmıştır.

Bu çalışma 112T857 nolu proje kapsamında TÜBİTAK tarafından desteklenmiştir.

TÜBİTAK

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ i
İÇİNDEKİLER ii
TABLO LİSTESİ iii
ŞEKİL LİSTESİ iv
ÖZET x
ABSTRACT xi
1. GİRİŞ 1
2. LİTERATÜR ÖZETİ 2
3. GEREÇ VE YÖNTEM 4
3.1 Örneklerin Hazırlanması 4
3.2 Örneklerin Yapısal ve Manyetik Karakterizasyonu 4
3.3 Elektrik Alan Altında Yapılan AHE Ölçümleri 5
4. BULGULAR 6
4.1 Dik Mıknatıslanmaya Sahip Pt/Co/CoO İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin Elektrik Alan ile Manipülasyonu 6
4.1.1 Pt/Co/CoO İnce Filmlerin Hazırlanması ve En İyi Büyütme Şartlarının Belirlenmesi 6
4.1.2 Pt/Co/CoO İnce Filmlerin Farklı Sıcaklıklardaki Manyetik Özelliklerinin Belirlenmesi 9
4.1.3 Pt/Co/CoO İnce Filmlerin Elektrik Alan Altında Anormal Hall Etkisi (AHE) Ölçülmesi 14
4.1.4 Co/Pt/CoO Tabanlı Örnek Sisteminde Farklı Yalıtkan Tabaka Kullanılarak Elektrik Alan Altında Yapılan AHE Ölçümleri 19
4.2 Dik Mıknatıslanmaya Sahip Pt/Co/IrMn İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin İncelenmesi 31
4.2.1 Pt/Co/IrMn İnce Filmlerin Hazırlanması ve En İyi Büyütme Şartlarının Belirlenmesi 31
4.2.2 Pt/Co/IrMn İnce Filmlerin Manyetik Özelliklerinin Belirlenmesi 33
4.2.3 Büyütme Şartları Değiştirilen Co/IrMn Tabanlı Örneklerin VSM ve AHE ile İncelenmesi 39
4.3 Dik Mıknatıslanmaya Sahip Co/Cr_2O_3 Tabanlı İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin İncelenmesi 47
5. TARTIŞMA/SONUÇ 54
KAYNAKLAR 55

TÜBİTAK

TABLO LİSTESİ

Tablo 1. Zorlayıcı alanlar (H_{C1} ve H_{C2}) ile exchange bias alanının (H_{EB}) değerleri.

Tablo 2. Si / Pt (35 nm) / HfO_2 (50 nm) örneği için simülasyonla elde edilen yoğunluk, kalınlık ve pürüzlülük değerleri.

Tablo 3. Manyetik alan altında soğutma sonrası 150 K'de 0 V, 300 V ve -300 V ile oluşturulan elektrik alan altında ölçülmüş histeresis eğrilerinin sıfırlayıcı alan değerleri.

TÜBİTAK

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1. Co/X/CoO örnek sistemleri. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt (S1), b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt (S2) ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt (S3).

Şekil 2. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt (S1), b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt (S2) ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt (S3) örnekleri için XRR ölçümleri ve simülasyon sonuçları gösterilmiştir.

Şekil 3. Kobalt oksitlenmelerini gösteren ve Co 2p spektral bölgesinde ölçülen XPS spektrumu (a). Yıldızlarla işaretlenen uydu pikler filmin oksit tabakasında CoO'ın farklı fazlarının var olduğunu göstermektedir. O 1s bölgesi spektrumu (b) yıldızla gösterilmiş küçük bir omuz gösteriyor. Oksit tabakasındaki elementlerin bütün enerji bölgesi için ölçülmüş XPS grafiği (c). Bu şekil Thin Solid Films dergisinde yayınlanan çalışmamızdan alınmıştır (**Thin Solid Films 550, 595–601 (2014)**).

Şekil 4. Örnek düzlemine dik (P-MOKE) ve paralel (L-MOKE) manyetik alan uygulanarak ölçülen oda sıcaklığı histeresis eğrileri. Ölçümler SmartMOKE Mıknatıslanma Ölçüm Sistemi (Nanosan Instruments) ile yapılmıştır.

Şekil 5. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin 300K'da örnek düzlemine paralel ve dik ölçülen histeresis eğrileri gösterilmiştir.

Şekil 6. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin kolay eksenleri gösterilmiştir.

Şekil 7. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin 200 K'de kolay eksen yönünde ölçülen histeresis eğrileri gösterilmiştir.

Şekil 8. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin farklı sıcaklıklarda ölçülen zorlayıcı alanları (H_{C1} ve H_{C2}) ve engelleme sıcaklıkları (T_B) gösterilmektedir.

Şekil 9. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin farklı sıcaklıklardaki zorlayıcı alan (H_C) ile exchange bias alanı (H_{EB}) değerleri gösterilmiştir.

Şekil 10. AHE ile EB ölçümleri için hazırlanan Co/CoO tabanlı örnekler gösterilmektedir. İkinci örnekte alttaşın diğer yüzeyindeki altın tabakası elektrik alan uygulamak için büyütülmüştür.

Şekil 11. AHE geometrisi ölçümleri için örneğin tutucu üzerinde konumlandırılması gösterilmektedir.

Şekil 12. İki farklı alttaş üzerine büyütülmüş Pt/Co/Pt/CoO/Pt örneklerin farklı sıcaklıklarda AHE ile elde edilen histeresis eğrileri verilmiştir.

Şekil 13. İki farklı alttaş üzerine büyütülmüş Pt/Co/Pt/CoO/Pt örneklerin zorlayıcı alan değerlerinin sıcaklığa bağlı değişimleri gösterilmektedir.

Şekil 14. Elektrik alan altında AHE ölçümleri için örnek ve tutucu arasındaki bağlantılar gösterilmektedir.

Şekil 15. Elektrik alan altında AHE ile ölçülen histeresis eğrileri gösterilmektedir. Sağdaki şekil örneğe voltaj uygulandığında yüklerin hangi tabakalarda biriktiğini göstermektedir.

Şekil 16. HfO_2'in yalıtkanlığını test edebilmek için hazırlanan örneğin şematik gösterimi.

Şekil 17. Si / Pt (35 nm) / HfO_2 (50 nm) örneği için XRR ölçümleri ve ölçümün simülasyonu.

Şekil 18. I-V ölçümleri için hazırlanan ve HfO_2 içeren örneklerin şematik gösterimi.

Şekil 19. HfO_2'in iki yüzeyinden alınan kontaklar ile ölçülen akım voltaj grafiği.

Şekil 20. Co tabakasının dik mıknatıslanma gösterdiği kalınlığın belirlenmesi için hazırlanan örnek sistemi.

Şekil 21. Pt (4Å) /Co (7 Å, 9 Å, 15 Å, 20 Å) /MgO (30 Å) ince filmlerin dik ve paralel geometrilerde alınan histeresis eğrileri.

Şekil 22. Co ile MgO tabakaları arasına Pt ilave edilmiş örneklerin yapısı.

Şekil 23. Aradaki Pt katman kalınlığın 4 Å olduğu örneğin VSM ile paralel ve dik geometrilerde oda sıcaklığında ölçülen histeresis eğrileri.

Şekil 24. Aradaki Pt katman kalınlığının 2 Å ve 4 Å olduğu örneklerin AHE ile oda sıcaklığında elde edilen histeresis eğrileri.

Şekil 25. Si (100) ve Si (111) alttaşlara ayrı ayrı büyütülen sürekli film yapısındaki örnekler.

Şekil 26. Si (100) alttaş üzerine büyütülmüş örneğin oda sıcaklığında ve manyetik alan altında soğutma sonrası 250 K, 200 K ve 10 K'de ölçülmüş histeresis eğrileri.

Şekil 27. Sıfırlayıcı alanlar ve kaydırma etkisi alanlarının 10 K, 200 K, 250 K ve 400 K sıcaklık değerlerinde değişimi.

Şekil 28. Si (111) alttaş üzerine büyütülmüş örneğin oda sıcaklığında ve manyetik alan altında soğutma sonrası 200 K'de ölçülmüş histeresis eğrileri.

Şekil 29. PMMA ve Al büyütülmesi sonrası örneklerin ve bağlantılarının şematik gösterimi.

Şekil 30. Manyetik alan altında soğutma sonrası 150 K'de 0 V, 300 V ve -300 V ile oluşturulan elektrik alan altında ölçülmüş histeresis eğrileri.

Şekil 31. Pt/Co/IrMn ince filmlerin şematik gösterimi. a) Co tabakasının yalnızca bir yüzeyinde Pt bulunan örnek b) Co tabakasının her iki yüzeyinde de Pt bulunan örnek c) IrMn ve Co tabakalarının kalın büyütüldüğü test örneği.

Şekil 32. GaAs alttaş üzerine büyütülen Pt(30Å)/Co(5Å)/IrMn(30Å)/Pt(30Å) örnek sistemine ait XRD grafiği.

Şekil 33. a) Mn 2p pikleri için XPS spektrumu. b) Ir 4f pikleri için XPS spektrumu.

Şekil 34. Ferromanyetik çok katmanlı ince filmlerin ferromanyetik rezonans ölçümünde ve ölçüm sonrasında elde edilen sonuçların analizinde kullanılan geometri.

Şekil 35. a) Out-of-plane geometride FMR ölçümü yapılırken örneğin tutucuya yerleştirilmesi. b) In-plane geometride FMR ölçümü için örneğin tutucuya yerleştirilmesi.

Şekil 36. Out-of-plane geometride örnek tutucunun 1 derece hassasiyetle döndürülmesiyle kaydedilen spektrumların yığın grafiği.

Şekil 37. 0 - 2.5 kOe arası tarama yapılan dış manyetik alanın film düzleminde 360 derece döndürülerek elde edilen in-plane geometrideki FMR sonuçları.

Şekil 38. In-plane FMR spektrumlarındaki rezonans sinyalinin açıya bağlı davranışı.

Şekil 39. Si alttaş üzerinde birbirine dik yönde büyüyen hcp Co yapılar.

Şekil 40. Out-of-plane FMR spektrumlarında rezonans sinyalinin açıya bağlı davranışı.

Şekil 41. Co(5Å)/IrMn(30Å) örneğine dik manyetik alan uygulanarak VSM ile ölçülen histeresis eğrileri. Örnek önce 400 K'e kadar ısıtılmış ve 2kOe alan altında ölçümün yapılacağı 10 K ve 300 K sıcaklıklarına kadar soğutulmuştur.

Şekil 42. AF malzeme olarak IrMn'ın kullanıldığı ikinci grup örnekler gösterilmektedir. İlk iki örnekte IrMn büyütülürken alttaş sıcaklığı 300°C, diğerlerinde ise IrMn büyütülürken alttaş sıcaklığı 500°C'de tutulmuştur.

Şekil 43. IM-A örneğinin 180°C'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra, alan altında soğutularak, oda sıcaklığında elde edilen VSM ölçüm sonucu.

Şekil 44. IM-B isimli örneğin hem tavlama öncesinde hem de 400K'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra soğutularak, oda sıcaklığında elde edilen VSM ölçüm sonuçları gösterilmiştir.

Şekil 45. IM-C isimli örneğin hem tavlama öncesinde hem de 400K'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra soğutularak oda sıcaklığında elde edilen VSM ölçüm sonuçları gösterilmiştir.

Şekil 46. IM-C isimli örneğe ait sıcaklığa bağlı olarak zorlayıcı alanların değişimi gösterilmiştir.

Şekil 47. IM-D isimli örneğin oda sıcaklığında örnek düzleminde (üst solda) ve örnek düzlemine dik (üst sağda) geometrilerde VSM ölçümü ve örnek düzlemine dik (altta) geometride AHE ölçümü gösterilmiştir.

Şekil 48. IM-E isimli örneğin oda sıcaklığında örnek düzleminde (üst solda) ve örnek düzlemine dik (üst sağda) geometrilerde VSM ölçümü ve örnek düzlemine dik (altta) geometride AHE ölçümü gösterilmiştir.

Şekil 49. AF malzeme olarak IrMn'ın kullanıldığı üçüncü grup örnek sistemi gösterilmektedir. Bu örnekte 4 Å kalınlığındaki Co ve Pt tabakaları birbirini takip ederek dört defa tekrar edilmiştir.

Şekil 50. MI 11 örneğinin 400K'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra, alan altında soğutularak oda sıcaklığında elde edilen AHE ölçüm sonucu gösterilmiştir.

Şekil 51. MI 11 örneğinin 400K'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra, alan altında soğutularak 150 K'de elde edilen AHE ölçüm sonucu gösterilmiştir.

Şekil 52. Farklı mıknatıslanma yönelimlerine sahip Pt/Co/Pt/Cr_2O_3 ince filmler.

Şekil 53. S1-a ve S1-b örneklerinin XRR ölçümleri ve fit sonuçları (üstte). XRR fit sonuçlarına göre belirlenen örnek kalınlıkları (altta).

Şekil 54. P-MOKE ve L-MOKE ölçüm geometrileri.

Şekil 55. S1-a ve S1-b örnekleri için P-MOKE ölçümleri.

Şekil 56. S1-b örneğine ait 0 ve 90 derecede yapılan L-MOKE ölçümleri gösterilmektedir.

Şekil 57. S1-b örneğinin L-MOKE ile açının fonksiyonu olarak ölçülmüş normalize mıknatıslanma değerleri.

Şekil 58. S1-a örneğinin oda sıcaklığında (siyah) ve 10 K'de (kırmızı) VSM cihazıyla ölçülen mıknatıslanma eğrileri.

Şekil 59. S1-a örneğine ait farklı sıcaklıklarda ölçülen exchange bias alanları.

Şekil 60. S1-b örneğinin oda sıcaklığında (siyah) ve 30 K'de (kırmızı) VSM cihazıyla ölçülen mıknatıslanma eğrileri.

Şekil 61. S1-a (sol) ve S1-b (sağ) örnekleri için FM ve AFM tabakaların manyetik momentlerinin şematik gösterimi.

ÖZET

Bu proje ile ferromanyetik (FM) metal ile antiferromanyetik (AF) tabakalar arasındaki EB etkileşmesinin elektrik alan ile kontrol edilmesi ve AHE kullanılarak ölçülmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, film düzlemine dik yönde mıknatıslanma eğiliminde olan FM tabakanın üstüne AF tabaka büyütülerek farklı elektrik alanlar altında AHE ölçümleri yapılmıştır. Uygulanan elektrik alan FM tabakanın mıknatıslanmasını değiştireceğinden, bu etki kaçınılmaz olarak FM ve AF tabakalar arasındaki exchange bias (EB) etkileşmesini de değiştirecektir ve EB'nin elektrik alanla kontrolünü (ayarlanabilmesini) sağlayacaktır. Böylece sabit sıcaklıkta exchange bias etkisinin elektrik alan ile değiştirilebilmesi spintronik alanında yeni cihaz tasarımlarına yol açabilecektir. Çünkü mıknatıslanmanın kontrolünü sıcaklık değişimi yerine çok daha pratik olan elektrik alan ile yapabilmek enerji kullanımı ve cihaz tasarımı açısından büyük bir avantaj sağlayacaktır.

Yukarıda belirtilen amaçlara ulaşabilmek için, proje kapsamında örnek düzlemine dik mıknatıslanmaya sahip Co/Pt/CoO, Co/Pt/Cr_2O_3 ve Co/Pt/IrMn yapısındaki örnekler sputter sistemiyle önce sürekli bir film yapısında büyütülmüştür. Yapısal ve manyetik özellikler için en uygun büyütme koşulları XPS, XRD, TEM, VSM, MOKE ve FMR teknikleri ile belirlendikten sonra, elektrik alan altındaki AHE ölçümleri yapılmıştır.

Proje çalışmaları kapsamında, Co/Pt/CoO, Co/Pt/Cr_2O_3 ve Co/Pt/IrMn yapısındaki ince filmlerde dik exchange bias gözlenmiş ve +300 Volt kapı gerilimi uygulanan Co/Pt/CoO örneğinde EB 133 Oe kadar artırılmıştır. Böylece projede önerisinde hedeflenen bilimsel sonuçlara ulaşılmıştır.

Ayrıca proje boyunca 4 yüksek lisans ve 2 doktora tezi yaptırılmıştır. Bunlara ek olarak, proje çalışmalarının sonuçları uluslararası dergilerde 4 adet makale olarak yayınlanmış, birçok uluslararası ve ulusal konferanslarda sözlü ve poster olarak sunulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Exchange bias etkisi, ara yüzey etkileşmeleri, spintronik, sputtering, çok katlı ince filmler, manyetik anizotropi, anormal Hall etkisi, exchange biasın elektrik alan ile kontrolü, örnek düzlemine dik mıknatıslanma.

ABSTRACT

In this project, the measurement of exchange bias (EB) properties using anomalous Hall effect (AHE) and the manipulation of exchange bias effect with electric fields are intended. For this purpose, AHE measurements under different electrical field have been done by using AF layer on top of perpendicularly magnetized FM layer. The applied electrical field changes the magnetization of FM layer and exchange bias effect between FM and AF layers can be manipulated. Thus, the changeability of exchange bias by using electrical field at constant temperature could lead to new device designs in the field of spintronics. Because the control of magnetization with electrical field, rather than the temperature variation can provide a great advantage in terms of energy use and device design.

In order to achieve the goals stated above, the samples in the structure of Co/Pt/CoO, Co/Pt/Cr_2O_3 and Co/Pt/IrMn with magnetization perpendicular to the sample plane have been grown, firstly, as a continuous film with the sputtering system. After identifying the most appropriate growth conditions in terms of structural and magnetic properties with XPS, XRD, TEM, VSM, MOKE and FMR techniques, AHE measurements have been carried out under applied electrical field.

We have observed perpendicular exchange bias in Co/Pt/CoO, Co/Pt/Cr_2O_3 and Co/Pt/IrMn thin film structures. In addition, we have successfully increased the exchange bias up to 133 Oe in Co/Pt/CoO system by applying gate voltage of +300 Volt. Thus, the scientific purposes of the project have been achieved.

Furthermore, four master and two PhD theses completed by the project bursaries. In addition, four articles are published in international refereed journals and project results have been presented in national and international conferences by talks and posters.

Keywords: Exchange bias effect, interfacial interactions, spintronics, sputtering, multilayered thin films, magnetic anisotropy, anomalous Hall effect, electrical field control of exchange bias, perpendicular magnetization.

1. GİRİŞ

Exchange bias (EB), bir ferromanyetik sistem ile antiferromanyetik sistemin birbirleri ile yakın temas halindeyken dışarıdan uygulanan manyetik alan ile Néel sıcaklığının altına soğutulmasıyla, ferromanyetik malzemenin histeresis eğrisinin alan ekseninde meydana gelen kaymasını tanımlar. EB etkisi, ilk defa 1956 yılında Meiklejohn ve Bean tarafından, çalıştıkları kobalt (Co) parçacıklarının kısmen oksitlenmesi neticesinde gözlemlenmiştir. Bu etkinin ilk önemli uygulamaları yüksek yoğunluklu bilgi depolama aygıtları, kayıt okuyucu kafalar, spin vanaları ve Magnetic Random Access Memory (MRAM) gibi teknolojik cihazlarla başlamıştır. Spintronik temelli teknolojik uygulamalarda; exchange bias etkileşmesi, dev manyetodirenç (GMR) ve spin transfer tork olmak üzere üç ana unsur göz önünde bulundurulur. Teknolojik uygulamalar için düşük enerji tüketimli, güçlü, kontrol edilebilir ve sonuçları tahmin edilebilir exchange bias etkisine olan ihtiyaç, araştırmacıları bu etkinin bilimsel temellerini çok daha iyi anlama yönünde çalışmaya motive etmektedir. Araştırmalarda ortak hedef hem olayın değişik sistemlerde farklı olarak ortaya çıkan fiziksel nedenlerini ortaya koyabilmek ve hem de yeni uygulamalara zemin hazırlayacak ürünler geliştirebilmektir. Exchange bias ile ilgili bugüne kadar yapılan çalışmalara iki açıdan bakabiliriz. Bunlardan birincisi, uygulamaya yönelik oda sıcaklığında çalışabilen verimi yüksek aygıtların temellerini oluşturabilmek için farklı manyetik malzemelerin değişik kombinasyonları ile ilgili deneyler. İkincisi ise, manyetik özellikleri iyi bilinen malzemelerle düşük sıcaklıklarda çalışıp, ara yüzeyde gerçekleşen yapısal farklılıktan kaynaklanan fiziksel olayların temellerini anlamaya yönelik model ve formüller geliştiren çalışmalardır. Yapılacak yeni çalışmalarda daha önce düşünülmeyen sistemlerin ve farklı tekniklerin ortaya konulması olaya farklı bir bakış açısı kazandıracak ve bilimsel nedenlerden yeni cihazlara doğru uzanan çözüm yolları sunacaktır.

2011 yılında Nature Materials dergisinde yayınlanan bir çalışmada anormal Hall etkisi (AHE) kullanılarak yapılan ölçümlerde elektrik alan altında ferromanyetik Co metalinin manyetik özelliklerinin değiştiği gözlenmiştir. Dolayısıyla sabit sıcaklıkta bile sadece uygulanan elektrik alan etkisiyle Co metalinde manyetik faz geçişi oluşturulmuştur. Nature Materials'da yayınlanan makaleden ilham alarak, bu proje ile ferromanyetik (FM) metal ile antiferromanyetik (AF) tabakalar arasındaki EB etkileşmesinin elektrik alan ile kontrol edilmesi amaçlanmıştır. Böylece sabit sıcaklıkta exchange bias etkisinin elektrik alan ile değiştirilebilmesi spintronik alanında yeni cihaz tasarımlarına yol açabilecektir. Çünkü mıknatıslanmanın kontrolünü sıcaklık değişimi yerine çok daha pratik olan elektrik alan ile yapabilmek enerji kullanımı ve cihaz tasarımı açısından büyük bir avantaj sağlayacaktır.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

Exchange bias (EB) etkisi ilk defa 1956 yılında Meiklejohn ve Bean tarafından, çalıştıkları ferromanyetik (FM) kobalt (Co) parçacıklarının bir bölümünün oksitlenmesi ile antiferromanyetik (AF) kobalt oksit (CoO) oluşumu neticesinde gözlemlenmiştir (Meiklejohn ve Bean, 1954). Dev manyetodirenç (GMR) (Baibich vd., 1988; Binasch vd., 1989) ve ardından geliştirilen tünelleme manyeto-direnç (TMR) (Daughton, 1997; Moodera vd., 1995; Parkin vd. 1999) yapıları manyetik olmayan tabakayla birbirinden ayrılan ferromanyetik tabakaların mıknatıslanmalarının birbirlerine paralel ya da antiparalel olma durumuna göre direnç değerindeki önemli değişmeyi dikkate alır. Teknolojik uygulamalarda FM tabakaların mıknatıslanmalarının birbirlerine göre bu durumu, tabakalardan birinin exchange bias etkisi ile sabitlenmesi ile ayarlanır. Bu sayede exchange bias etkisi keşfinden yıllar sonra spintronik (spin tabanlı elektronik) alanının gelişimiyle yüksek yoğunluklu depolama aygıtlarındaki spin vanalarında kullanılmaya başlanmıştır (Nogues ve Schuller, 1999). Teknolojik uygulamalar için güçlü, kontrol edilebilir, sonuçları tahmin edilebilir ve düşük enerji tüketimli exchange bias etkisine ihtiyaç vardır (Nogues ve Schuller, 1999; Nogues vd., 2005; Radu vd., 2006). Bugüne kadar exchange biasla ilgili yapılan çalışmaları iki gruba ayırabiliriz (Nogues ve Schuller, 1999; Nogues vd., 2005; Radu vd., 2006; Berkowitz ve Takano, 1999; Kiwi, 2001; Lang vd., 2007; Radu ve Zabel, 2008; Van der Zaag vd., 2000). Birincisi GMR ve TMR tabanlı uygulamaya yönelik verimi yüksek aygıtlar oluşturabilmek için farklı manyetik malzemelerin oda sıcaklığında çalışabilecek kombinasyonlarını içeren çalışmalardır. İkincisi ise manyetik açıdan çok iyi bilinen FM ve AF malzemelerin ara yüzeyinde gerçekleşen fiziksel olayların temellerini anlamayı amaçlayan deneyler ve teorik model geliştirmeye yönelik araştırmalardır. Bu amaçla biz de geçmişte, Fe/CoO ve Co/CoO çift katlı örneklerin mıknatıslanma, manyetik anizotropi ve exchange bias gibi manyetik özelliklerinin FM tabakanın kalınlığına ve sıcaklığa bağlı olarak nasıl değiştiğini araştıran çalışmalar yaptık (Akdoğan vd., 2011; Demirci vd., 2012; Öztürk vd., 2012).

Bununla birlikte, spintronik alanına yönelik gerçek cihaz uygulamalarında manyetik özelliklerin elektriksel kontrolü son derece büyük bir önem arz etmektedir (Chiba vd., 2003, 2006, 2008; Chu vd., 2008; Endo vd., 2010; Goennenwein vd., 2008; Lottermoser vd., 2004; Maruyama vd., 2009; Ohno vd., 2000; Overby vd., 2008; Weisheit vd., 2007). Bugüne kadar yapılan çalışmalarda, metallerde (Endo vd., 2010; Maruyama vd., 2009; Weisheit vd., 2007) ve yarıiletkenlerde (Chiba vd., 2003, 2006, 2008; Goennenwein vd., 2008; Lottermoser vd., 2004; Ohno vd., 2000; Overby vd., 2008) koersivite ve anizotropiler elektrik alan ile değiştirilebilmiştir. Ayrıca bazı manyetik yarıiletken malzemelerde (Chiba vd., 2006; Ohno vd., 2000; Boukari vd., 2002) düşük sıcaklıklarda Curie sıcaklığı değeri kontrol edilebilmiştir.

Ferromanyetik Co metali kullanılarak yapılan ve 2011 yılında Nature Materials dergisinde yayınlanan yeni bir çalışmada ise, oda sıcaklığında FM malzemenin mıknatıslanmasının elektrik alan ile kontrolü yapılmış ve Curie sıcaklığının değiştirilebildiği anormal Hall olayı (AHE) ile gözlenmiştir (Chiba vd., 2011). Dolayısıyla sabit sıcaklıkta sadece uygulanan elektrik alan etkisiyle Co metalinde manyetik faz geçişi oluşturulmuştur. Nature Materials dergisinde yayınlanan bu çalışma bizi benzer çalışmaların EB yapılarında da yapılabileceği düşüncesine yönlendirmiştir. Çünkü EB yapılarında ferromanyetik tabaka olarak çoğunlukla metalik bir malzeme kullanılmaktadır. Eğer uygulanan elektrik alan ile metalik FM malzemenin mıknatıslanması değiştirilebiliyorsa, EB sistemlerinde FM ile AF malzemeler arasındaki ara yüzey etkileşmeleri de değiştirilebilmelidir. Ferromanyetik metal malzemenin manyetik özelliğinin elektrik alan ile değiştirilmesi, antiferromanyetik malzeme ile etkileşmesini etkileyecek ve exchange bias etkileşmesi manipüle edilebilecektir. Bu şekilde exchange bias etkisinin elektrik alan ile manipüle edilebilmesi spintronik alanında yeni cihaz tasarımlarına yol açabilecektir.

Nature Materials dergisindeki bu çalışma oldukça yeni olduğundan, metalik FM ile AF malzeme arasındaki EB etkileşmesini elektrik alan ile kontrol etmeyi amaçlayan ve AHE ile ölçülen bir çalışma bizim bilgimize göre literatürde bulunmamaktadır. Bu projede FM metal ile AF tabakalar arasındaki exchange bias etkisinin elektrik alan ile manipülasyonu amaçlanmaktadır. Bunun için örnek düzlemine dik mıknatıslanmaya sahip FM/AF yapısındaki örnekler alttaş üzerine önce sürekli bir film yapısında büyütülmüş ve yapısal ve manyetik özellikleri XPS, XRD, VSM, MOKE ve FMR teknikleri ile belirlenmiştir. Ardından AHE ölçüm geometrisinde elektrik alan altında ölçümler yapılmıştır. Burada AF tabaka olarak CoO'i seçmemizin sebebi, düşük Néel sıcaklığı nedeniyle ölçümlerin kolaylaşması, CoO'in güçlü anizotropisi ve basit kristal yapısı gibi fiziksel avantajlardır (Nogues ve Schuller, 1999; Nowak vd., 2007). Ancak oda sıcaklığında çalışabilecek cihaz uygulamaları için bu tür sistemlerde Néel sıcaklığı yüksek IrMn gibi AF malzemeler tercih edilmelidir (Ali vd., 2003; Devasahayam ve Kryder, 1999). Bu yüzden ilk önce düşük sıcaklıklarda çalışmanın kolaylığından yararlanılarak AF tabaka olarak CoO ve Cr_2O_3 kullanılmış, daha sonra buradan elde edilen deneyimlerle teknolojik uygulamalarda önemli role sahip IrMn kullanılmıştır.

Böylece, EB'ın elektrik alan ile manipülasyonu ve FM/AF ara yüzeylerdeki etkileşmeler hakkında ileri düzeyde bilgiler elde edilmiş ve EB sistemlerinin yeni nesil çok fonksiyonlu cihaz uygulamaları için uygunluğu araştırılmıştır.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

Projede hedeflenen amaçları gerçekleştirebilmek için kullanılan yöntemler aşağıda 3 ana başlık altında toplanmıştır.

3.1 Örneklerin Hazırlanması

Sürekli film yapısındaki örnekler sputter sistemi ile hazırlanmıştır. Öncelikle 10mmx10mm ebatlarındaki GaAs (001), Si (100) ve Si (111) alttaşlar üzerine Pt tampon tabaka, yaklaşık 0.5 nm kalınlığındaki ferromanyetik Co tabakası ve yaklaşık 20 nm kalınlığındaki antiferromanyetik tabaka (CoO veya IrMn veya Cr_2O_3) büyütülmüştür. Böylece FM Co ve AF tabakalardan oluşan exchange bias sistemleri hazırlanmıştır. Büyütme şartlarıyla ilgili detaylı bilgiler 4. Bölümde (Bulgular) verilmiştir.

Elektrik alan altındaki AHE ölçümleri için hazırlanan örneklerin yukarıdaki sürekli film sisteminden en büyük farkı, elektrik alan uygulamaya imkân verecek ek tabakalara ve anormal Hall etkisi için gerekli olan elektriksel kontaklara sahip olmasıdır.

3.2 Örneklerin Yapısal ve Manyetik Karakterizasyonu

Tabakaların kalınlıklarını belirlemek, özellikle Co, Pt, CoO, Cr_2O_3 ve IrMn tabakalarının istenilen özelliklerde büyüdüğünü kontrol edebilmek için sürekli film yapısındaki örnekler ilk önce sputter sistemine entegre edilmiş XPS cihazı ile analiz edilmiştir. Daha sonra ara yüzey pürüzlüklerini, tabaka yoğunluklarını ve kalınlıklarını, tabakaların kristal yönelimlerini belirlemek için XRR (X ışını yansıması) ve XRD (X ışını kırınımı) yöntemleriyle yapısal karakterizasyon yapılmıştır.

Örneklerin manyetik karakterizasyonu için çok geniş sıcaklık aralığında (2 K – 1.000 K) çalışma imkânı sunan VSM (titreşimli örnek manyetometresi), MOKE (manyeto-optik Kerr etkisi) ve ESR (elektron spin rezonans) cihazları kullanılmıştır. Proje kapsamında çalışılan örneklerde mıknatıslanmanın örnek düzlemine dik olması büyük önem arz etmektedir. Bunun tespiti için örnek düzlemine dik ve paralel geometride ESR cihazı ile FMR ölçümleri alındıktan sonra exchange bias özelliklerini belirlemek için MOKE ve VSM ölçümleri yapılmıştır. VSM ölçümleri her bir örnek için 3 farklı geometride ve çok uzun süren ölçümleri kapsamaktadır. İlk geometrik durumda örnek düzlemine dik manyetik alan uygulanarak numuneler soğutulmuş ve CoO'li yapı için 10K-320K aralığında (Cr_2O_3'li yapı için 10K-320K aralığında, IrMn'lı yapı için 10K-700K aralığında) farklı sıcaklıklarda histeresis eğrileri

ölçülmüştür. EB sistemlerindeki talim (training) etkisini ortadan kaldırmak için her bir sıcaklık değerinde yapılacak ölçüm için örnekler yeni baştan alan altında soğutulmalıdır. İkinci geometrik durumda soğutma alanının örnek düzlemine paralel olması sağlanmış ve bu şekilde exchange bias etkisinin paralel eksende varlığı araştırılmıştır. Üçüncü durumda yine dik geometride benzer histeresis ölçümleri bu sefer alanda soğutma yapılmaksızın ölçülmüştür. Soğutma alanı uygulamaksızın yapılacak ölçümlerde exchange bias etkisinin olmaması beklenmektedir. Manyetik ölçümler hem örneklerin elektrik alan altındaki AHE ölçümler için hazır olup olmadığı, hem de elektriksel ölçümlerde dikkat edilmesi gereken sıcaklıkların belirlenmesi hakkında bize bilgi vermektedir.

3.3 Elektrik Alan Altında Yapılan AHE Ölçümleri

Ferromanyetik malzemelerle Hall ölçümleri yapılırken normal Hall olayına ek olarak, mıknatıslanmadan dolayı ikinci bir katkı gelmektedir. Bu ikinci katkı malzemenin mıknatıslanmasıyla doğru orantılıdır. Buna anormal Hall olayı (AHE) denilmektedir. Dolayısıyla FM malzemelerin mıknatıslanma davranışı AHE ile ölçülebilmektedir.

Proje kapsamında, FM/AF EB sistemine uygulanan elektrik alanın etkileri AHE ile araştırılmıştır. Detaylı bilgi edinebilmek ve sonuçların analizinde kullanmak üzere dış manyetik alana bağlı olarak iki türlü AHE ölçümü yapılmıştır. Öncelikle, örneklere dış manyetik alan uygulanmadan hedeflenen sıcaklıklara soğutularak sadece FM malzemeler üzerinde elektrik alanın etkisi araştırılmıştır. Ardından soğutma için örnek düzlemine dik manyetik alan uygulanarak FM ile AF malzemenin etkileşmesi ve elektriksel alan ile exchange biasın manipülasyonu incelenmiştir.

Yukarıda bahsedilen elektrik alan altındaki AHE ölçümleri GTÜ Fizik Bölümü'ndeki PPMS cihazına proje kapsamında entegre edilen manyeto-direnç ölçüm sistemiyle yapılmıştır. Böylece geniş sıcaklık (10 K-400 K) ve manyetik alan (± 9 Tesla) aralığında AHE ölçümleri yapılmıştır.

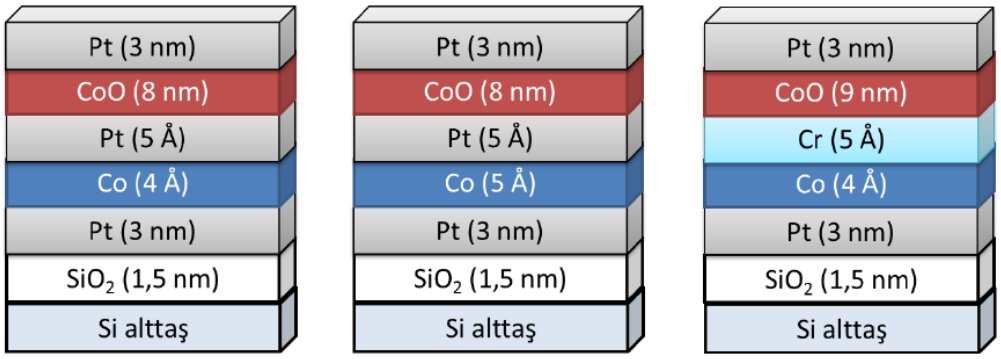
4. BULGULAR

Proje kapsamında çalışılan 3 farklı örnek sisteminin bilimsel sonuçları aşağıda sunulmuştur.

4.1 Dik Mıknatıslanmaya Sahip Pt/Co/CoO İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin Elektrik Alan ile Manipülasyonu

4.1.1 Pt/Co/CoO İnce Filmlerin Hazırlanması ve En İyi Büyütme Şartlarının Belirlenmesi.

Pt/Co/X/CoO (X: Pt, Cr) örnekler doğal oksitlenmiş Si alttaş üzerine yüksek vakum altında (<3x10^{-8} mbar) magnetron saçtırmalı kaplama tekniği ile büyütüldü. Büyütme esnasında hedef ile alttaş arasındaki mesafe 100 mm olarak sabitlendi. Pt, Cr hedeflere (DC tabanca) ve Co hedefe (RF tabanca) sırasıyla 2 W, 20 W ve 25 W güç uygulandı. Büyütme esnasında sistemin basıncı 1.2-1.4×10^{-3} mbar seviyelerinde tutuldu. Bu parametrelerle Pt için 0.1 Å/s, Cr için 0.2 Å/s ve Co için 0.3 Å/s büyütme oranları elde edildi. Şekil 1'de büyütülen örnekler şematik olarak gösterilmektedir.

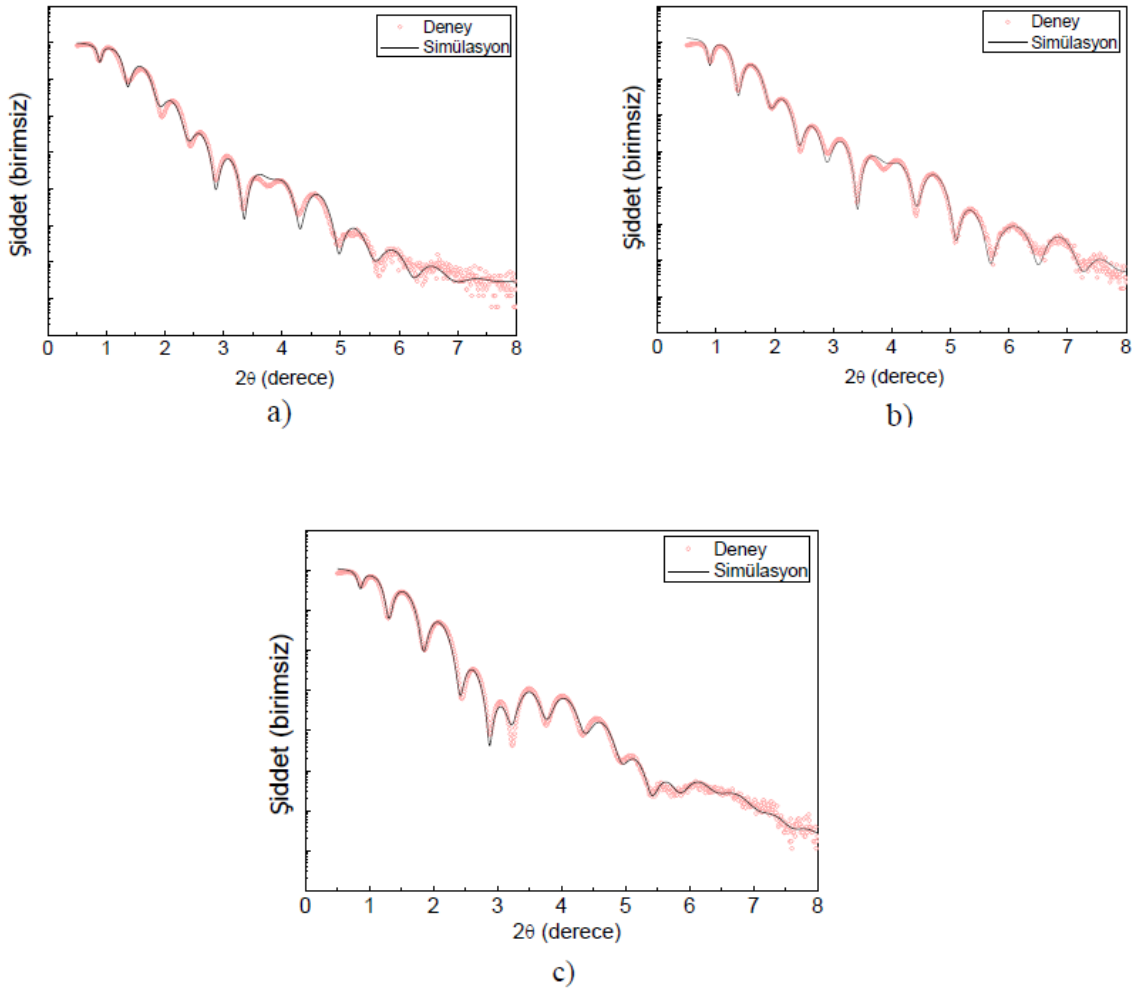


Şekil 1. Co/X/CoO örnek sistemleri. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt (S1), b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt (S2) ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt (S3).

Proje önerisinde belirtildiği gibi, dik manyetik anizotropiye sahip ferromanyetik (FM) film elde etmek için çok ince Co tabakası büyütüldü. Yüzey anizotropisi katkısını artırmak için Co tabakası Pt üzerine büyütüldü ve üzerine Şekil 1'de görüldüğü gibi Pt veya Cr katmanları büyütüldü. Buradaki Pt ve Cr tabakalarının ana görevi Co/CoO ara yüzeyinde meydana gelebilecek istenmeyen oksitlenmelerden Co tabakasını korumaktır. Ayrıca Co ile CoO spinlerinin etkileşmesini engellememek için Co ve CoO katmanlarının arasına konulan Pt ve

Cr katmanları çok ince olarak büyütüldü. En üstteki Pt tabakası ise atmosfer ortamında dışarıdan bir katkı olmaması için koruyucu katman olarak büyütüldü.

Örneklerin kalınlığını, öz kütlesini ve ara yüzey pürüzlüğünü belirlemek için X-ışını yansıması (XRR) tekniği kullanıldı. XRR ölçümlerini fit edebilmek için "GlobalFit" programı kullanıldı. Şekil 2'de XRR ölçümlerinin deney ve simülasyon sonuçları verilmiştir.

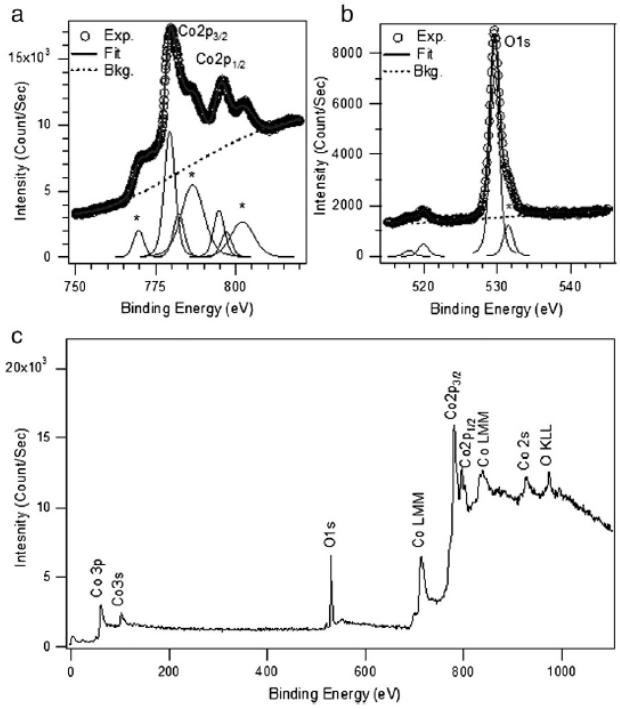


Şekil 2. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt (S1), b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt (S2) ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt (S3) örnekleri için XRR ölçümleri ve simülasyon sonuçları gösterilmiştir.

Yapılan fit sonucunda Co kalınlıkları 4 Å ve 5 Å olarak ölçülmüştür. FM ve AFM malzemeler arasına konulan Pt ve Cr kalınlıkları 5 Å olarak ölçüldü. Bu 5 Å kalınlığındaki ara tabakanın exchange bias etkisini engellemediği daha önce yapılan çalışmalarda görülmüştür. XRR simülasyonlarında ortaya çıkan en önemli sonuçlardan birisi de CoO yoğunluğunun 5,9 g/cm^3 olarak tespit edilmesidir. Yoğunluğun bulk yapıdaki CoO'in öz kütlesinden (6.4 g/cm^3)

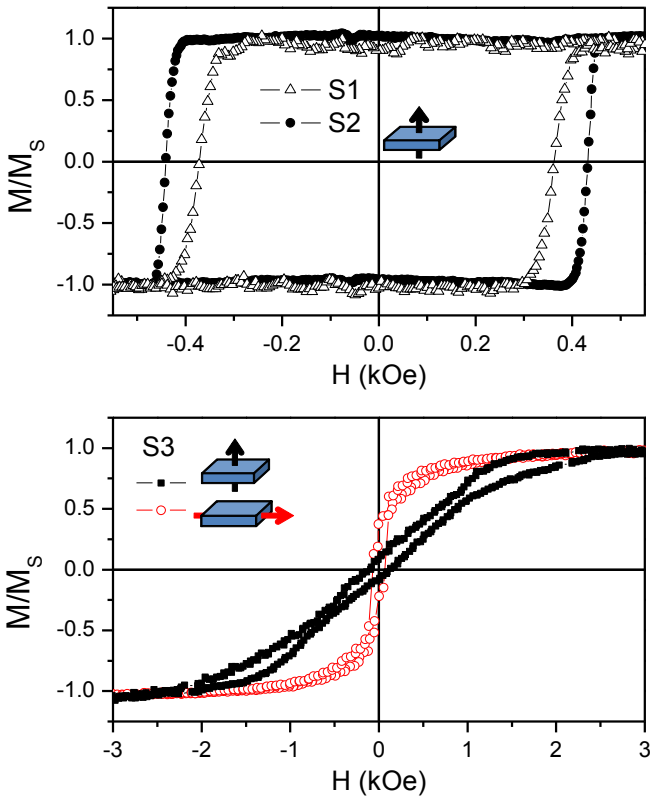
farklı çıkmasının sebebi büyütme sırasında CoO'in farklı fazlarının oluşması, yani CoO'in süpersitokiyometrik yapıda olmasıdır. Bu durum XPS ölçümleriyle de doğrulanmıştır (Şekil 3).

Şekil 3'te CoO tabakasına ait XPS ölçüm sonuçları gösterilmektedir. Şekil 3 (a)'da gösterilen uydu pikler Co^{2+} oksitlenmesine aittir. İki oksit biçimi olması nedeniyle Co 2p piki tek oksit yüzey pikine kıyasla daha geniştir. Co 2p piklerinin genişliği Co^{2+} uydu piklerinin yanı sıra Co^{3+} piklerinin de var olduğunu göstermektedir. Co $2p_{3/2}$ ve Co $2p_{1/2}$ piklerinin bulunduğu bölgelerde, iki Voigt piki Co-oksit oluşma oranını hesap etmek için fit edildi. Fit sonucunda Co^{2+} / Co^{3+} oranı 2,6 olarak bulunmuştur. Bu da Co-oksit tabakasının çoğunlukla (%78) CoO biçimini içerdiği anlamına gelmektedir. O 1s civarında alınan XPS spektrumu (Şekil 3 (b)) 529,5 eV'da ana pik göstermektedir. Bu ana pik CoO'e aittir. Şekil 3 (b)'de görüldüğü gibi 531,4 eV'da küçük başka bir pik de bulunmaktadır. Bu pik önceki çalışmalarda da gözlemlenen kimyasal olarak soğurulmuş Co^{3+}, OH^{-1} veya O^{-2} ile de bağdaştırabilir. CoO filmin XPS ile yaptığımız detaylı analiz çalışması Thin Solid Films dergisinde yayınlanmıştır



Şekil 3. Kobalt oksitlenmelerini gösteren ve Co 2p spektral bölgesinde ölçülen XPS spektrumu (a). Yıldızlarla işaretlenen uydu pikler filmin oksit tabakasında CoO'ın farklı fazlarının var olduğunu göstermektedir. O 1s bölgesi spektrumu (b) yıldızla gösterilmiş küçük bir omuz gösteriyor. Oksit tabakasındaki elementlerin bütün enerji bölgesi için ölçülmüş XPS grafiği (c). Bu şekil Thin Solid Films dergisinde yayınlanan çalışmamızdan alınmıştır (**Thin Solid Films 550, 595–601 (2014)**).

Sonuç olarak, Co/Pt/CoO sistemi için en iyi büyütme şartları belirlenerek Co, Pt ve CoO tabakaları istenilen kalınlıklarda başarılı bir şekilde büyütülmüştür. Yapılan ilk mıknatıslanma ölçümlerinde (Şekil 4) Pt ara yüzey kullanılarak hazırlanan iki örneğin (S1 ve S2) dik mıknatıslanmaya sahip olduğu, Cr ara yüzey kullanılarak hazırlanan ince film sisteminin (S3) ise örnek düzlemine paralel mıknatıslanmaya sahip olduğu gözlemlenmiştir.

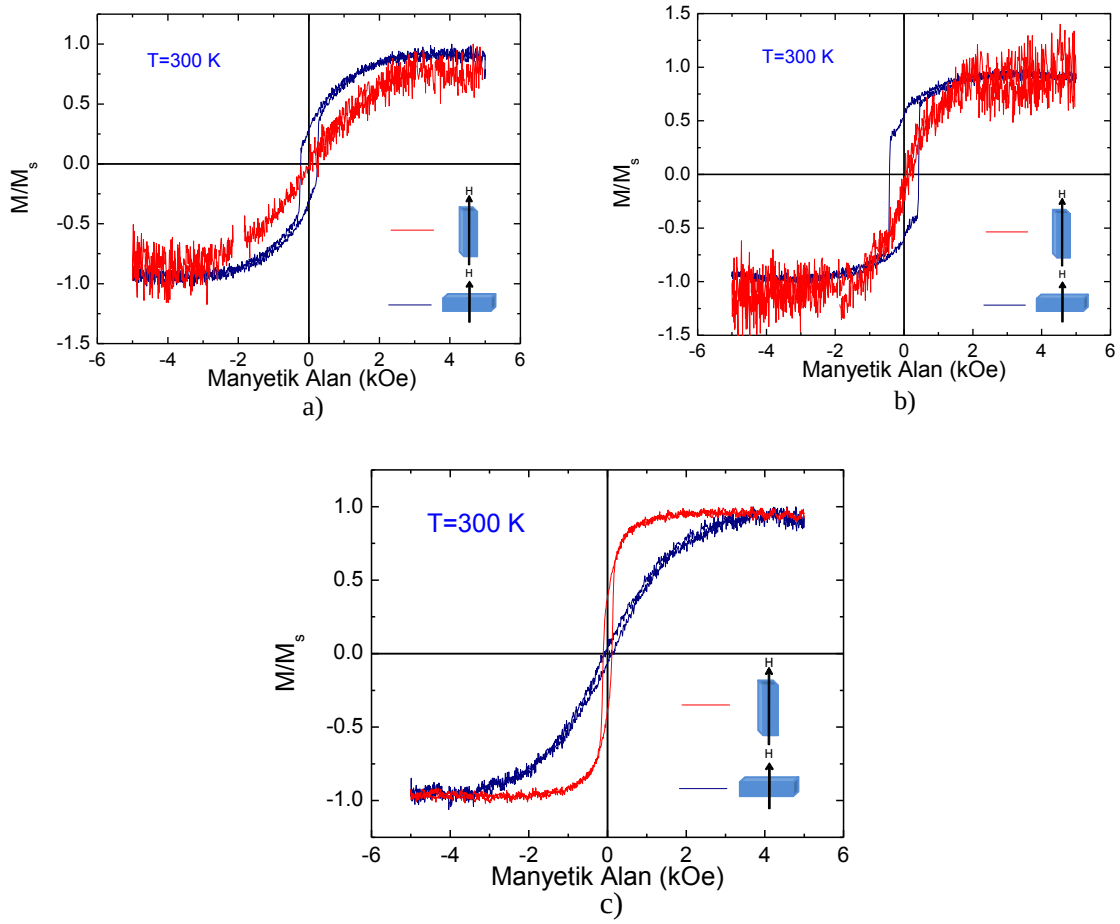


Şekil 4. Örnek düzlemine dik (P-MOKE) ve paralel (L-MOKE) manyetik alan uygulanarak ölçülen oda sıcaklığı histeresis eğrileri. Ölçümler SmartMOKE Mıknatıslanma Ölçüm Sistemi (Nanosan Instruments) ile yapılmıştır.

4.1.2 Pt/Co/CoO İnce Filmlerin Farklı Sıcaklıklardaki Manyetik Özelliklerinin Belirlenmesi

Örneklerin sıcaklığa bağlı manyetik özelliklerini ve exchange bias etkisini incelemek için VSM tekniği kullanıldı. Şekil 5'te Si alttaş üzerine büyütülen Pt/Co/CoO ince filmlerin örnek düzlemine dik (mavi çizgiler) ve paralel (kırmızı çizgiler) manyetik alan uygulanarak oda sıcaklığında ölçülen mıknatıslanma eğrileri gösterilmektedir. Şekil 5'te görüldüğü gibi Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt **(a)** ve Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt **(b)** ince filmlerde örnek düzlemine dik manyetik alan uygulandığında mıknatıslanma daha düşük alanlarda doyuma giderken,

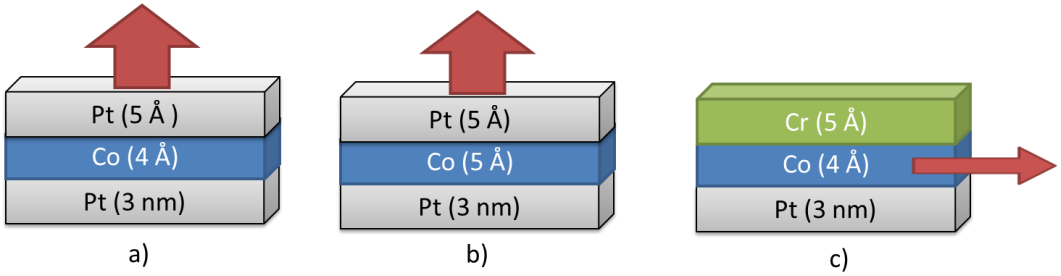
örnek düzlemine paralel manyetik alan uygulandığında ise mıknatıslanma daha yüksek manyetik alanlarda doyuma ulaşmıştır. Buradan çıkan sonuca göre Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt örnekleri için kolay eksenin örnek düzlemine dik, zor eksenin ise örnek düzleminde olduğu anlaşılmaktadır. Ancak bu durum Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt **(c)** örneği için geçerli değildir. Bu örnek için kolay eksen örnek düzleminde, zor eksen ise örnek düzlemine diktir. VSM ile yapılan bu ölçüm sonuçları, önceki rapor döneminde yapılan MOKE sonuçlarıyla benzerlik göstermektedir.



Şekil 5. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin 300K'da örnek düzlemine paralel ve dik ölçülen histeresis eğrileri gösterilmiştir.

Cr ara yüzey kullanılan örnekte mıknatıslanmanın kolay ekseninin örnek düzleminde çıkmasının nedeni aşağıda tartışılmıştır. Bilindiği gibi etkin manyetik anizotropinin belirlenmesinde hacim anizotropisi ve ara yüzey anizotropisi etkilidir. Bu çalışmada ferromanyetik malzeme olarak kullanılan Co katmanı ilk iki örnekte iki yüzeyinden Pt ile etkileşirken, diğer örnekte bir yüzeyi Pt bir yüzeyi Cr ile etkileşmektedir. Sonuç olarak Şekil

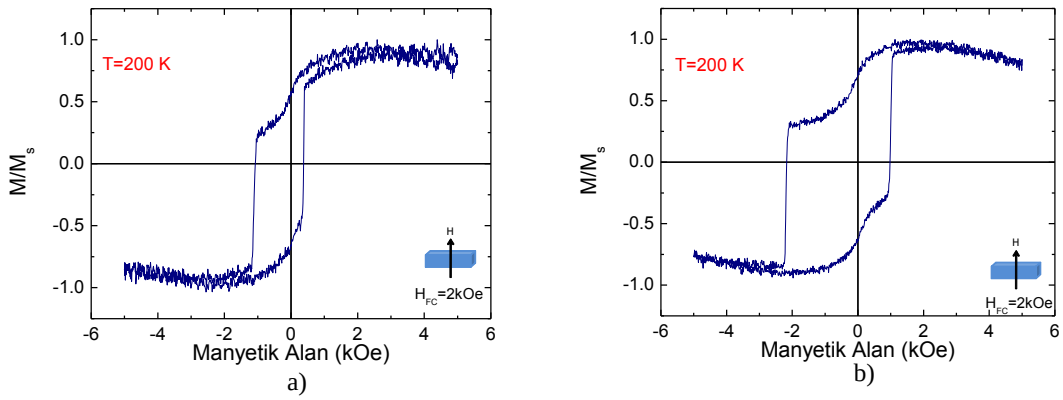
6'da görüldüğü gibi iki yüzeyden Pt ile etkileşen Co dik manyetik anizotropiye sahip olurken, bir yüzeyi Pt diğer yüzeyi Cr ile etkileşen örnek inplane manyetik anizotropiye sahip olmaktadır.

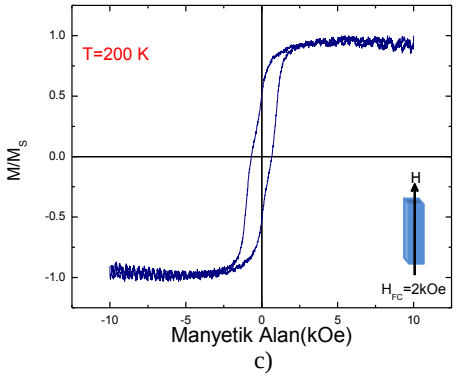


Şekil 6. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin kolay eksenleri gösterilmiştir.

Yapılan çalışmalarda Co ile Pt'nin ara yüzey etkileşmesi sonucu, Co kalınlığının kritik kalınlık değerinden küçük olduğu durumlarda, örneğin dik manyetik anizotropiye sahip olduğu görülmüştür. Co/Pt ara yüzeyinin dik manyetik anizotropiye sebep olmasının fiziksel nedeni ara yüzeydeki simetrinin bozulması ve Co 3d - Pt 5d orbitallerindeki elektronların orbital manyetik momentlerinin artmasıdır. Sonuç olarak ekstra spin-orbit eşleşmesi oluşur ve bu da dik manyetik anizotropiye sebep olur.Yapılan başka çalışmalarda da Cr'un ara yüzey etkileşmesinde dik manyetik anizotropiye sebep olmadığı görülmüştür.

Örneklerin (manyetik kolay ve zor eksenleri belirlendikten sonra) belirlendikten sonra exchange bias etkisini gözlemlemek için sıcaklığa bağlı VSM ölçümleri yapıldı. Antiferromanyetik (AFM) malzeme olarak kullanılan bulk CoO'in Néel sıcaklığı (T_N) 293 K olduğundan, AFM malzemenin spinlerini düzenli duruma getirmek için, önce örnekler 320 K'e kadar ısıtılıp 2 kOe alan uygulanarak soğutuldu ve farklı sıcaklıklarda histeresis eğrileri ölçüldü. Her sıcaklık değeri için bu alan altında soğutma işlemi tekrarlandı. Her bir örnek için kolay eksen yönünde exchange bias etkisi ölçümleri yapıldı. Şekil 7'de 320K'den 2kOe alan uygulanarak 200 K'e soğutulan örneklerin histeresis eğrileri verilmiştir. Şekil 7'den de görüldüğü gibi manyetik histeresis eğrileri negatif manyetik eksen yönünde kayarak anizotropik davranış sergilemişlerdir. Bu tek yönlü manyetik anizotropi (exchange bias etkisi) her üç örnekte de gözlemlenmiştir. FM ile AFM malzeme arasına konulan 5 Å kalınlığındaki Pt ya da Cr'un kaydırma etkisine engel olmadığı görülmüştür.





Şekil 7. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin 200 K'de kolay eksen yönünde ölçülen histeresis eğrileri gösterilmiştir.

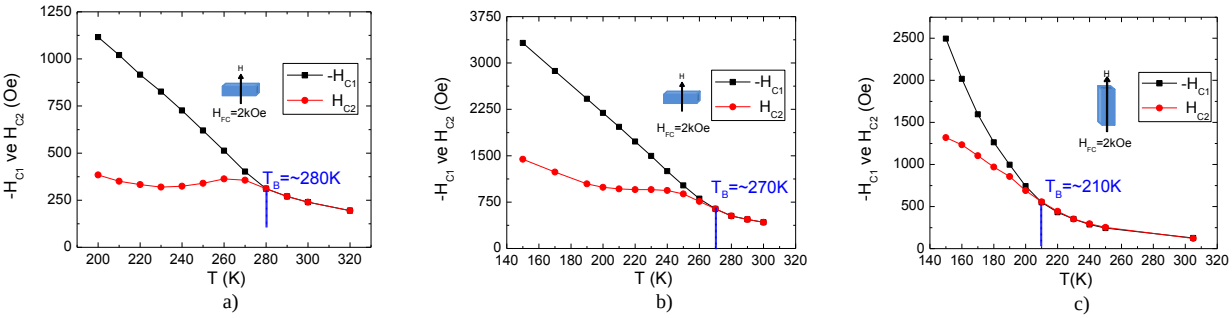
Tablo 1'de 300K ve 200K'de ölçülen histeresis eğrilerinden elde edilen sonuçlar verilmiştir. Beklenildiği gibi oda sıcaklığında zorlayıcı alanlar (H_C) eşit çıkmıştır. Düşük sıcaklıklara gidildikçe zorlayıcı alanlarda artma görülmüştür. Alan altında soğutularak 200K'de ölçülen histeresislerde kayma görülmüştür. Aşağıda verilen Denklem (1) ile hesaplanan exchange bias alanı (H_{EB}) değerleri Tablo 1'de gösterilmiştir.

$$H_{EB} = \frac{H_{C1} + H_{C2}}{2} \qquad (1)$$

Tablo 1. Zorlayıcı alanlar (H_{C1} ve H_{C2}) ile exchange bias alanının (H_{EB}) değerleri.

Örnek	300 K		200 K		
	$-H_{C1}$(Oe)	H_{C2}(Oe)	$-H_{C1}$(Oe)	H_{C2}(Oe)	$-H_{EB}$(Oe)
Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt	240	240	384	116	366
Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt	424	424	2192	989	601
Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt	126	126	742	690	26

Kaydırma etkisini daha ayrıntılı bir şekilde incelemek için farklı sıcaklık değerlerinde de ölçümler alındı. Şekil 8'de farklı sıcaklıklarda alınan histeresis eğrilerinin zorlayıcı alanlarının (H_{C1} ve H_{C2}) sıcaklık ile değişimi gösterilmiştir. Burada görüldüğü gibi sıcaklık değeri düştükçe zorlayıcı alan değerleri artmıştır. Belirli sıcaklık değerinde ise zorlayıcı alan (H_{C1} ve H_{C2}) değerleri farklılaşmaya başlamıştır. Bu ayrılmanın başladığı sıcaklığa engelleme sıcaklığı (T_B) denilmektedir. Bu sıcaklıktan itibaren histeresis eğrilerinde kayma görülmektedir. Mükemmel kristal yapılar için bu T_B değerinin AFM malzemenin T_N değerine eşit olması beklenir. Fakat AFM malzeme içinde farklı fazların olmasından veya alttaş üzerine çok ince film büyütülürken oluşan ara yüzey kusurlarından, ya da diğer ara yüzey etkileşmelerinden dolayı T_N değeri beklenenin altında çıkabilir. İki yüzeyi Pt ile etkileşen örneklerin engelleme sıcaklıkları 280K ile 270K çıkmıştır. Fakat Cr'lu örnekte engelleme sıcaklığı 210K olarak gözlenmiştir. Buna Cr üzerinde büyütülen AFM CoO tabakası ile Cr arasındaki örgü uyuşmazlığı ve tabakalar arası difüzyonun neden olduğu düşünülmektedir.

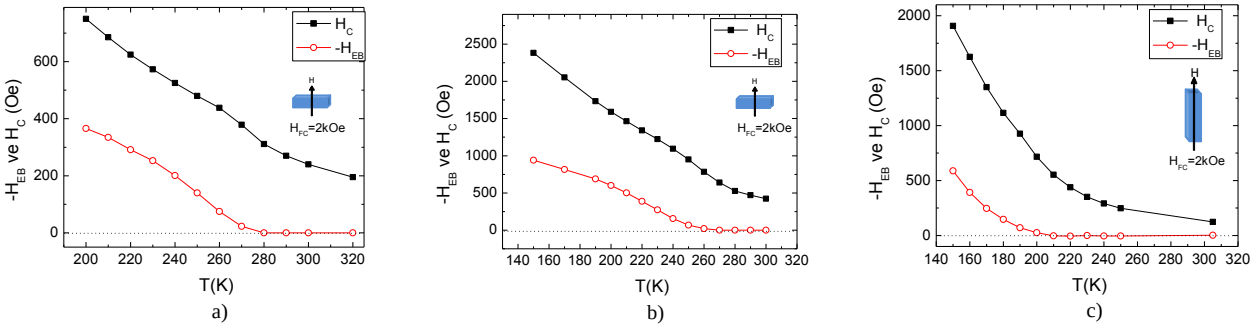


Şekil 8. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin farklı sıcaklıklarda ölçülen zorlayıcı alanları (H_{C1} ve H_{C2}) ve engelleme sıcaklıkları (T_B) gösterilmektedir.

Yukarıda verilen Denklem (1) ve aşağıdaki Denklem (2) kullanılarak, Tablo 1'den H_{EB} ve H_C değerleri hesaplanabilir. Böylece farklı sıcaklıklar için zorlayıcı alanların ve exchange bias alanlarının nasıl değiştiği görülebilir.

$$H_C = \frac{-H_{C1} + H_{C2}}{2} \qquad (2)$$

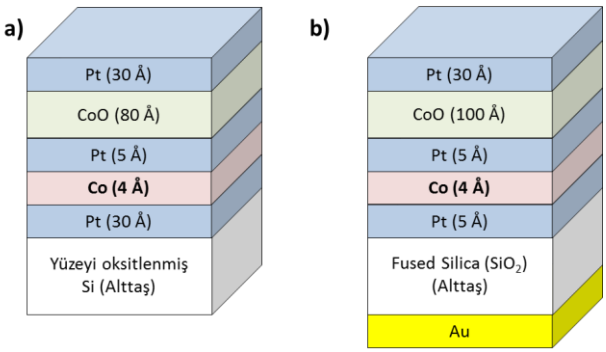
Denklem (1) ve (2)'den hesaplanan exchange bias ve zorlayıcı alanların sıcaklık ile değişimi Şekil 9'da gösterilmiştir. Grafiklerde görüldüğü gibi T_B sıcaklığının üstünde exchange bias alan değeri sıfırdır. T_B değerinden daha düşük sıcaklıklara gidildikçe exchange bias alanı artmaktadır. En yüksek H_{EB} değerleri Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt örneği için gözlenmiştir.



Şekil 9. a) Pt/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt, b) Pt/Co(5Å)/Pt(5Å)/CoO/Pt ve c) Pt/Co(4Å)/Cr(5Å)/CoO/Pt örneklerinin farklı sıcaklıklardaki zorlayıcı alan (H_C) ile exchange bias alanı (H_{EB}) değerleri gösterilmiştir.

4.1.3 Pt/Co/CoO İnce Filmlerin Elektrik Alan Altında Anormal Hall Etkisi (AHE) Ölçülmesi

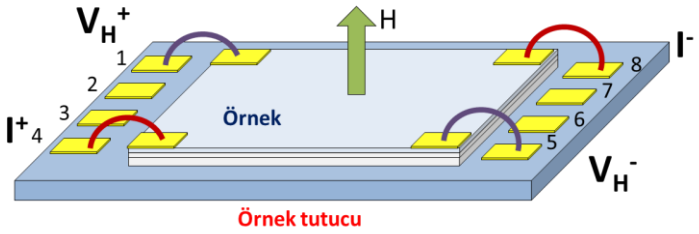
AHE ölçümleri için Şekil 10-a'da gösterilen Pt(30Å)/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO(80Å)/Pt(30Å) örneği doğal olarak yüzeyi oksitlenmiş Si alttaş üzerine yüksek vakum altında magnetron saçtırmalı kaplama tekniği ile oda sıcaklığında büyütülmüştür. Bu çok katmanlı manyetik ince film örneğin anormal Hall etkisi (AHE) ölçümleri ile manyetik histeresis davranışı belirlendikten sonra, ikinci örnek olarak, elektrik alan altında AHE ölçüm denemesi için yüksek yalıtkanlığa sahip Fused Silica (SiO_2) alttaş üzerine Şekil 10-b'de gösterilen Pt(5Å)/Co(4Å)/Pt(5Å)/CoO(100Å)/Pt(30Å) örneği büyütüldü. İkinci örnekte ayrıca elektrik alan uygulaması için alttaşın diğer yüzeyine buharlaştırma (evaporator) tekniği ile altın ince film tabakası kaplandı. Bu iki örnek arasındaki en temel fark ikinci örnekte yüksek yalıtkanlığa sahip olduğu bilinen Fused Silica alttaş kullanılmış olmasıdır.



Şekil 10. AHE ile EB ölçümleri için hazırlanan Co/CoO tabanlı örnekler gösterilmektedir. İkinci örnekte alttaşın diğer yüzeyindeki altın tabakası elektrik alan uygulamak için büyütülmüştür.

AHE ile Sıcaklığa Bağlı EB Ölçümleri

AHE ölçümleri için, QD PPMS9T sistemine uyumlu olarak Proje Yürütücüsü ve Bursiyer Doktora Öğrencisi Mustafa Öztürk tarafından geliştirilen, Elektriksel Özellikler Ölçüm Sistemi kullanıldı. Ölçüm sisteminin üzerinde bulunan döndürücü sayesinde manyetik alan örnek düzlemine dik olarak uygulandı ve Van der Pauw geometrisine uygun olarak karşılıklı dört noktadan bağlantılarla örneğe akım uygulanarak voltaj ölçümleri yapıldı. Bağlantılar için 0.1 mm çapında bakır tel kullanıldı. Bakır telin bir ucu örneğe, diğer ucu Şekil 11'de gösterildiği gibi örnek tutucuya gümüş boya ile tutturuldu. Gümüş boya sürüldükten sonra yarım saat kuruması beklendi. Ardından multimetre ile bağlantıların çalışıp çalışmadıkları direnç değerlerine bakılarak test edildi. Bu test esnasında bağlantılara zarar vermemek için örnek tutucuda numaralandırılmış noktalardan ikişer ikişer olacak şekilde direnç ölçümleri alındı ve değerlerin birbiriyle uyumlu oldukları gözlendi. AHE ölçümleri esnasında manyetik alan örneğe dik olarak uygulanmaktadır.



Şekil 11. AHE geometrisi ölçümleri için örneğin tutucu üzerinde konumlandırılması gösterilmektedir.

Manyetik malzemelerde Hall direncinin değeri hem uygulanan manyetik alana hem de malzemenin mıknatıslanmasına bağlı olarak denklem 3'e uygun olarak değişir.

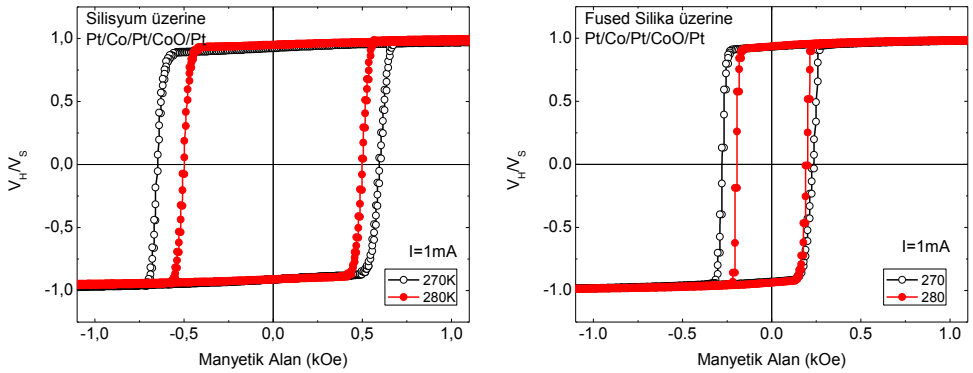
$$R_{Hall} = \frac{R_o}{d} H + \frac{R_S}{d} M \qquad (3)$$

Bu ifade ile uyumlu olarak, AHE ölçümleriyle örneklere ait histeresis eğrileri elde edildi ve bu eğrilerden hesaplanan sıfırlayıcı (koersif) ve kaydırma alan değerleri sıcaklığa bağlı olarak incelendi. Sıcaklığa bağlı ölçümler için örnekler vakum ortamında önce CoO'in Nèel sıcaklığının üzerinde bir değer olan 320K'e ısıtıldı ve ardından 2 kOe'lik manyetik alan altında AHE ölçümlerinin yapılacağı hedef sıcaklıklara kadar soğutuldu. AHE ölçümleri esnasında akım değeri 1mA değerinde sabit tutuldu.

Doğal olarak oksitlenmiş silisyum alttaş üzerine büyütülmüş örneklerle AHE ölçümleri 150K-300 K sıcaklık aralığında gerçekleştirildi. Fused silica üzerine hazırlanmış örneklerde

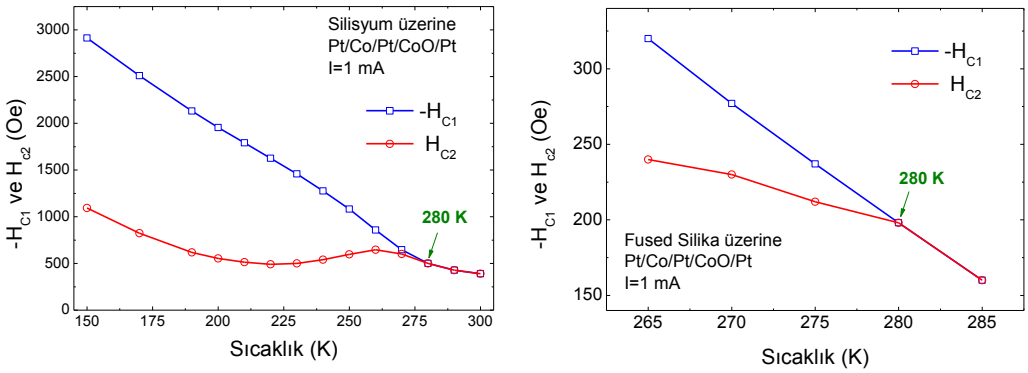
temel hedef elektrik alan uygulamaları olduğu için ilk örnekle benzerliğini görmek adına AHE ölçümleri yalnızca 265-300 K sıcaklık aralığında gerçekleştirildi. Bu sayede her iki örneğin engelleme sıcaklıkları (T_B) tespit edildi.

Şekil 12'de her iki örneğe ait 280 K ve 270 K sıcaklıklarında AHE tekniği ile ölçülen histeresis eğrileri verilmiştir. Şekilden de açıkça görüldüğü gibi her iki örnek için 280 K'de histeresis eğrileri simetrik iken, 270 K'de her iki örneğin de histeresis eğrisinde bir miktar kayma meydana gelmiştir. Ancak silisyum üzerine büyütülen örnekte histeresis eğrilerinde zorlayıcı alan değerleri her iki sıcaklıkta da fused silica üzerine büyütülen örnekten daha büyük çıkmıştır. Bunun sebebi olarak alttaşın farklı olması ve farklı zamanlarda büyütülen örneklerin Co kalınlıklarının tam olarak aynı olmaması düşünülebilir. Örnek kalınlıkları yalnızca büyütme esnasında kalibrasyon değerlerine göre belirlendiğinden, yani bunun için yapısal başka bir ölçüm yapılmadığından ve Å mertebesinde kalınlıklar ancak birkaç atomdan oluştuğundan, kalınlıklarda farklılık olabilmesi ve dolayısıyla zorlayıcı alan değerlerinin farklı çıkması mümkün olabilir. Ancak her iki örnekte de EB etkisi aynı sıcaklıkta görülmeye başlamıştır.



Şekil 12. İki farklı alttaş üzerine büyütülmüş Pt/Co/Pt/CoO/Pt örneklerin farklı sıcaklıklarda AHE ile elde edilen histeresis eğrileri verilmiştir.

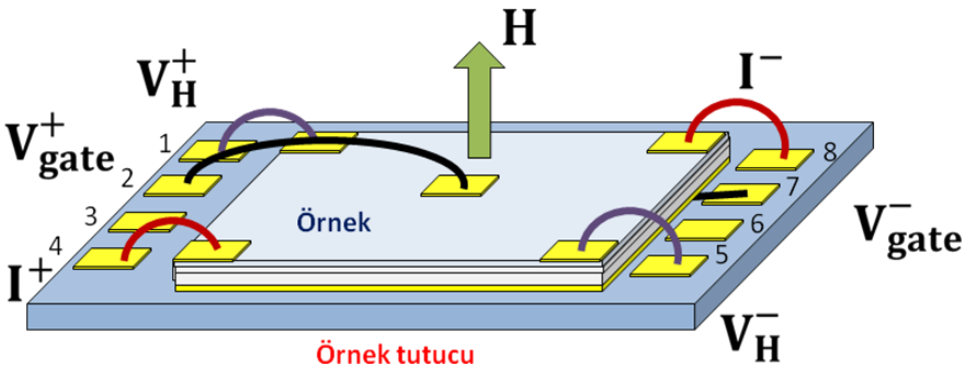
Şekil 13'te her iki örnek için farklı sıcaklıklarda histeresis eğrilerinden elde edilen zorlayıcı alan değerlerine ait sonuçlar sıcaklığın fonksiyonu olarak verilmiştir. Buna göre her iki örnekte de EB etkisinin görülmeye başlandığı sıcaklık 280 K'in altında olduğundan, her iki örneğin de engelleme sıcaklıklarının yaklaşık olarak 280 K olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 13. İki farklı alttaş üzerine büyütülmüş Pt/Co/Pt/CoO/Pt örneklerin zorlayıcı alan değerlerinin sıcaklığa bağlı değişimleri gösterilmektedir.

Elektrik Alan Altında AHE ile EB Ölçümleri

Elektrik alan altında AHE ölçümleri için örnekler AHE ölçümlerindekine benzer şekilde örnek tutucuya yerleştirilmiştir. Ek olarak örneğin altından ve üstünden iki ayrı bağlantı, Şekil 14'te gösterilen, 2 ve 7 noktalarına elektrik alan uygulaması için yerleştirildi. Bu sayede uygulanan voltaj ile üretilen elektrik alan, ölçüm esnasında uygulanan manyetik alana paralel ve örnek düzlemine dik olmaktadır.

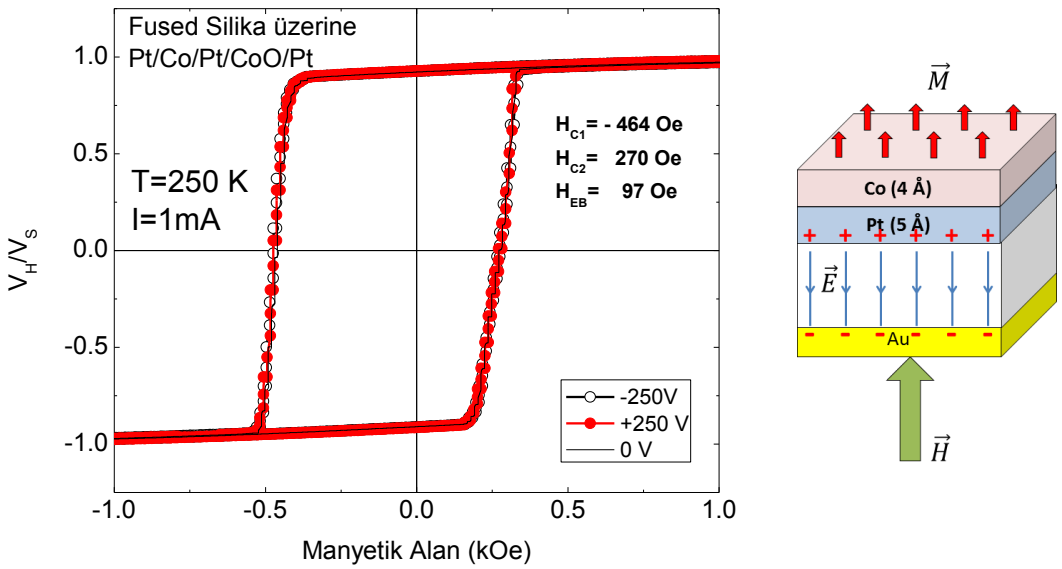


Şekil 14. Elektrik alan altında AHE ölçümleri için örnek ve tutucu arasındaki bağlantılar gösterilmektedir.

Elektrik alan altında AHE ile EB ölçümleri için ikinci örneğin üzerindeki Pt tabakasından ve alttaşın altına büyütülmüş Au tabakasından bağlantılarla gerilim uygulanarak elektrik alan elde edildi. Bu gerilim değerleri negatif ve pozitif yönlü olmak üzere ±1 Volt'dan başlayarak ±50 Volt değişimle ±1000 Volt değerine kadar çıkarıldı. Şekil 15'te 320 K'den 2kOe manyetik alan altında 250 K'e kadar soğutulmuş örneğin elektrik alan uygulanmaksızın ve ±250 V gate voltajı uygulanarak elde edilen elektrik alan altında AHE ile

ölçülmüş histeresis eğrileri verilmiştir. Her üç ölçüm için örnek her seferinde 320 K'e kadar ısıtılmış ve manyetik alan altında soğutulmuştur. Şekilde görüldüğü gibi, uygulanan elektrik alanlar histeresis eğrilerinde hiçbir değişim meydana getirmemiş ve her üç ölçümde de kayma miktarları tamamen aynı çıkmıştır. Aynı örneğe 1000 V değerine kadar gerilim uygulanmış ancak 400 V'dan sonra uygulanan voltaj değeri devrede ark yapmaya sebebiyet verdiği için bağlantıları bozmuştur. 400 V'a kadar uygulanan voltaj değerleri Şekil 15'tekine benzer olarak histeresis eğrilerinde hiçbir değişim oluşturmamıştır.

Histeresis eğrilerinde hiçbir değişimin görülmemesi Co metaline uygulanan elektrik alanın yeterince büyük olmaması ile açıklanabilir. EB etkisini değiştirecek yeterli büyüklükte elektrik alan değerinin elde edilememesi ise iki temel sebep nedeniyle olmalıdır. Birincisi elektrik alana sebebiyet veren metal levhalar arası uzaklığın yani alttaş kalınlığının fazla olmasıdır. Elektrik alanın mıknatıslanma üzerinde etkisinin görüldüğü çoğu bilimsel çalışmada elektrik alanın oluşturulduğu tabakalar arası mesafe nanometre mertebesindedir. Bizim örneğimizde ise alttaş kalınlığı 1mm olduğundan, yüksek voltajlarla bile aynı elektrik alanı sağlamak imkânsızdır. İkinci sebep ise elektrik alana sebebiyet veren yüklerin Co tabakasında değil, alttaşın hemen üzerindeki ilk tabaka olan Pt tabakasında birikmesidir. Bu sayede Co tabakasını etkileyecek elektrik alan değeri iyice azalmaktadır. Bu durum Şekil 15'teki şematik çizimde gösterilmiştir.



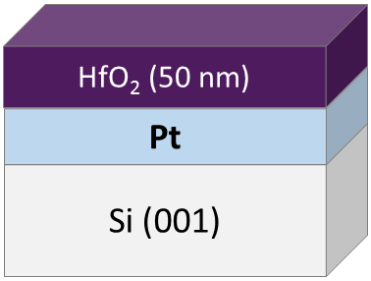
Şekil 15. Elektrik alan altında AHE ile ölçülen histeresis eğrileri gösterilmektedir. Sağdaki şekil örneğe voltaj uygulandığında yüklerin hangi tabakalarda biriktiğini göstermektedir.

4.1.4 Co/Pt/CoO Tabanlı Örnek Sisteminde Farklı Yalıtkan Tabaka Kullanılarak Elektrik Alan Altında Yapılan AHE Ölçümleri

İnce filmlerde elektrik alan oluşturmak için örnek sistemini oluşturan tabakaların üzerinde yük biriktirilmeli ve bu sayede birbirlerine paralel levhalar gibi davranmaları sağlanmalıdır. Örneklerde FM Co tabakasının mıknatıslanmasının değiştirilmesi istendiğinden yük değişimi bu tabaka üzerinde oluşturulmalı yani paralel levhalardan ilki bu tabaka olmalı ve karşısında iletken başka bir tabaka yer almalıdır. Ancak paralel iki levha arasında, içinden akımın hiçbir şekilde geçemeyeceği ve sızamayacağı, güçlü bir yalıtkan tabakaya ihtiyaç vardır. Bu yalıtkan tabakayı oluşturmak ve böylelikle cihaz yapısını gerçekleştirerek örneklere elektrik alan uygulamak amacıyla proje çalışmalarında iki farklı yöntem denendi. İlk olarak Co tabakasının üzerine iyi bir yalıtkan malzeme olan hafniyum dioksitin (HfO_2) büyütülmesi konusunda çalışıldı. İkinci olarak yalıtkan MgO tabakası üzerine yine yalıtkan bir polimer malzeme büyütülmesi çalışmaları yapıldı. İlgili çalışmalar aşağıda ayrı başlıklar altında anlatılmıştır.

Hafniyum Dioksit (HfO_2) ile Yapılan Çalışmalar

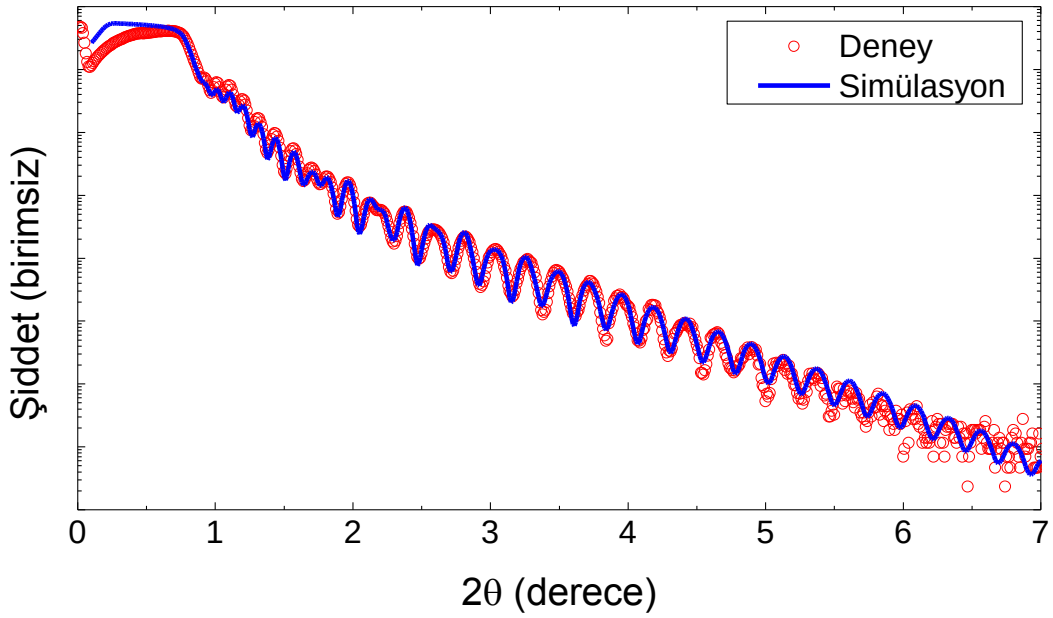
Elektrik alan uygulamalarında kullanılabilecek asıl ölçümlere geçmeden önce HfO_2'in hazırlanması için en uygun büyütme şartlarının tespiti üzerinde çalışıldı. HfO_2 ince filmler 2.38-2.5x10^{-3}mbar basınç seviyesinde Hf hedef malzemesinden RF güç kaynağı ile oksijen ortamında reaktif saçtırma tekniği kullanılarak hazırlanmıştır. HfO_2'in yalıtkanlığını test edebilmek için Şekil 16'da şematik olarak gösterilen örnek sisteminde HfO_2 tabakası 50 W güç kullanılarak hazırlandı. Kaplama esnasında hedef numune mesafesi 100 mm, argon gaz akışı 3 sccm, oksijen gaz akışı 0.35 sccm değerlerinde tutuldu.



Şekil 16. HfO_2'in yalıtkanlığını test edebilmek için hazırlanan örneğin şematik gösterimi.

Örnekler hazırlandıktan sonra XPS ve XRR yöntemleriyle yapısal olarak analiz edildi. XPS ile Hf ve O oranlarının uygunluğu tespit edilen örneklerin XRR ile yoğunluk, kalınlık ve pürüzlülükleri analiz edildi. Şekil 17'de XRR ile yapılan ölçüm sonuçları ve "*GlobalFit*" programı ile yapılan simülasyonu verilmiştir. Bu simülasyon ile alttaşın üzerinde ince filmi

oluşturan katmanların yoğunlukları, kalınlıkları ve pürüzlülükleri hesaplanmıştır. Hesaplanan bu değerler Tablo 2'de verilmiştir. Buna göre tabaka yoğunlukları beklenen değerlerdedir. Yani HfO_2 için büyütme esnasında istenilen oranlar elde edilmiştir. Alttaşın üst yüzeyinde yaklaşık olarak 2.5 nm kalınlığında SiO_2 tabakası görülmüştür. Pt için büyütme esnasında kalınlık değerinin 30-40 nm arasında olması istenmiştir. Sistemin Pt büyütme kalibrasyonu daha önceden hassas bir şekilde yapıldığından bu çalışmada üzerinde durulmamıştır. XRR datasının simülasyonu sonucunda HfO_2'in kalınlığının yaklaşık olarak 59 nm olduğu bulunmuştur. XRR ile elde edilen tüm katmanlar için pürüzlülük değerleri de kabul edilebilir düzeydedir.



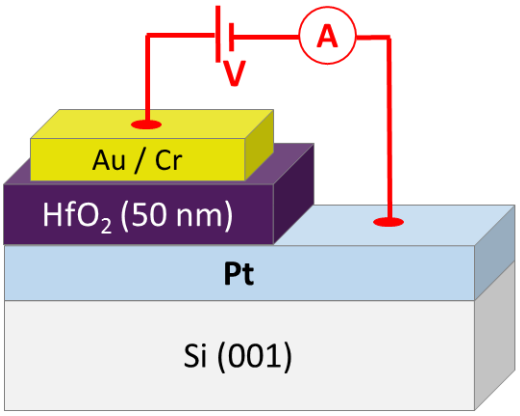
Şekil 17. Si / Pt (35 nm) / HfO_2 (50 nm) örneği için XRR ölçümleri ve ölçümün simülasyonu.

Tablo 2. Si / Pt (35 nm) / HfO_2 (50 nm) örneği için simülasyonla elde edilen yoğunluk, kalınlık ve pürüzlülük değerleri.

Tabaka	Yoğunluk (g/cm3)	Kalınlık (nm)	Pürüzlülük (nm)
HfO_2	9.68	58.9	1.02
Pt	21.4	36.2	0.45
SiO_2	2.2	2.5	0.6
Si alttaş	2.33	-	0.5

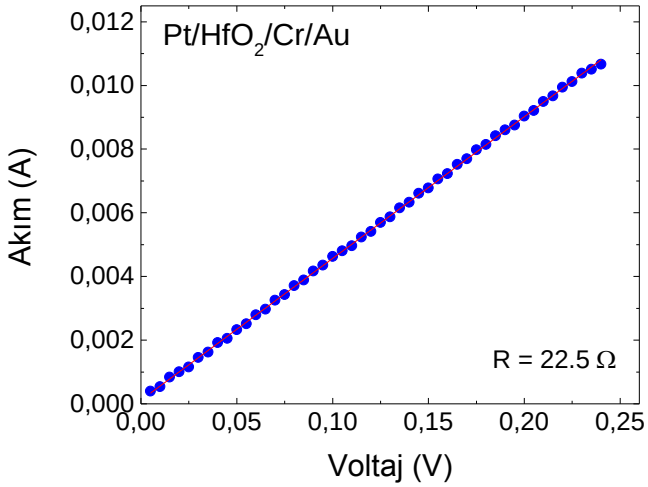
XPS ve XRR ile HfO_2'e ait karışım oranları öğrenildikten ve kalınlık kalibrasyonu yapıldıktan sonra, Şekil 18'de şematik olarak gösterilen örnekler hazırlandı. Si üzerine Pt büyütüldükten sonra bir tarafından maskelenerek üzerine HfO_2 ve onun üstüne buharlaştırıcı

ile daha küçük bir alanda Pt tabakasına paralel bir levha olacak şekilde 50-100 nm mertebesinde Cr/Au tabakası hazırlandı. Burada maskeleme kullanılmasının sebebi iki paralel levha arasına voltaj uygulayarak elektrik alan elde edebilmektir.



Şekil 18. I-V ölçümleri için hazırlanan ve HfO_2 içeren örneklerin şematik gösterimi.

Bu şekilde oluşturulan bir devre için elde edilen I-V ölçüm sonucu Şekil 19'da gösterilmiştir. Levhalar arasındaki gerilim 0.05 V'dan 0.24 V'a kadar 0.05 V'luk adımlarla artırılarak devreye seri bağlı ampermetrede akım değerleri okundu. Devrede okunan akım ve hesaplanan direnç değeri metalik bir ince filmde görülebilecek seviyede oldu. Bunun anlamı HfO_2'nin içerisinden akım geçiyor olmasıdır. Altın tabakası buharlaştırma yöntemiyle hazırlanmıştır. Altın malzeme alüminyum ve gümüş gibi bazı metallere göre yüksek sıcaklıklarda buharlaşmaktadır. Bu nedenle büyütme esnasında Au'nın HfO_2'e zarar verip Pt tabakasına ulaşma ihtimalini ortadan kaldırmak için, aynı çalışma altın yerine alüminyum ve gümüş ile de denendi ve benzer sonuçlar elde edildi. Burada ölçümlerin başarı ile sonuçlanmamasına neden olabilecek bir başka husus kontakların alınmasında kullanılan gümüş pastanın olumsuz etkisi olabilir. Kontakların alınmasında kullanılan gümüş pasta içerisindeki sıvı çözücüler de HfO_2'e zarar verip kısa devreye neden olabilir. Bu nedenle bu tip çalışmalarda örnek hazırlama aşamasında kontak noktalarının maskeleme yöntemi ile oluşturulması bu olasılığı ortadan kaldırmak açısından avantaj sağlayabilir.



Şekil 19. HfO_2'in iki yüzeyinden alınan kontaklar ile ölçülen akım voltaj grafiği.

XPS ve XRR ile yapılan ölçümlerde HfO_2 için karışım oranı ve yoğunluk istenen düzeyde hesaplanmasına rağmen, 59 nm kalınlıkta HfO_2'in iki yüzeyinden akım-voltaj ölçümü alındığında akım sızıntısı görüldü. Buna benzer akım sızıntısı literatürde HfO_2 ile yapılan başka çalışmalarda da görülmektedir. Konuya ilişkin yapılan çalışmalarda, düşük akım sızıntısı için HfO_2'in ALD yöntemi ile ya da yüksek basınç koşullarında hazırlanması önerilmektedir. Laboratuvarlarımızda ALD ile HfO_2 hazırlama imkânı bulunmadığından ve O_2/Ar gazlarıyla yüksek basınç koşullarında Co'ın oksitlenme durumu doğacağından her iki yöntem de bu çalışmada kullanılamamıştır. Ayrıca bazı çalışmalarda yüksek basınç yanında, 1000℃ gibi sıcaklıklarda hızlı ısıl tavlama (RTA) işlemleri de uygulanmaktadır. Bu tür yüksek sıcaklıklar Pt ve Co'ın alaşım yapmasına sebebiyet vermekte ve istenen manyetik özelliklerin sağlanmasını imkânsız kılmaktadır. Bu şartlar göz önüne alınarak oda sıcaklığında saçtırma tekniği ile yapılan HfO_2 çalışmalarında yalıtkanlık anlamında istenilen sonuç elde edilemediğinden, çalışmaya HfO_2 yerine başka alternatif malzemelerle devam edilmesine karar verilmiştir.

Yalıtkan MgO ve PMMA ile Yapılan Çalışmalar

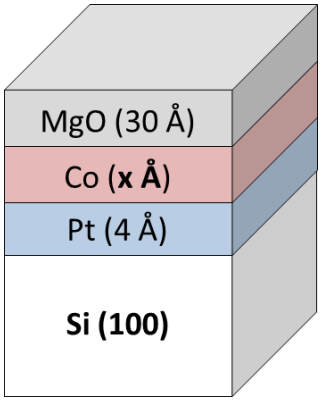
Yalıtkan polimerler elektrik alan uygulamalarında tercih edilen malzemelerden biridir. Mıknatıslanmanın elektrik alan ile kontrol edilmek istendiği çalışmalarda *polyimide* (PI) (ticari olarak bilinen bir formu *kapton* film) gibi polimer malzemelerin kullanımına rastlanmaktadır. Tek başına yalıtkan olarak kullanımının dışında, MgO gibi başka dielektrik malzemelerin üzerine büyütüldüğünde geniş bir yüzeyde deliksiz (*pinhole-free*) bir özellikle akım sızıntısını önlediği ifade edilmektedir. Elektriksel yalıtkan olarak yaygın bir şekilde kullanılan başka bir

malzeme de *polymethyl methacrylate* (PMMA)'dir. Akrilik ismiyle de bilinen PMMA, ticari kullanım alanlarında pleksiglas olarak bilinmektedir.

Bu çalışmada yalıtkan tabaka olarak MgO üzerine PMMA kaplanmıştır. Polimer malzemeden önce MgO büyütülmesinin sebebi, polimer malzemenin spin kaplama (spin coater) cihazı ile hazırlanmasıdır. MgO kullanılmaksızın örneğin üzerine direk polimer malzeme büyütülürse, en üstte bulunan Co tabakası atmosfer ortamına çıktığında oksitlenecek ve istenilen özellikler kaybolacaktır. MgO ayrıca yüksek çökme gerilimine (*breakdown voltage*) sahiptir. Bu özelliği ile birçok manyetik tünelleme eklemlerinde de (MTJ) tercih edilen iyi bir bariyer malzemesidir.

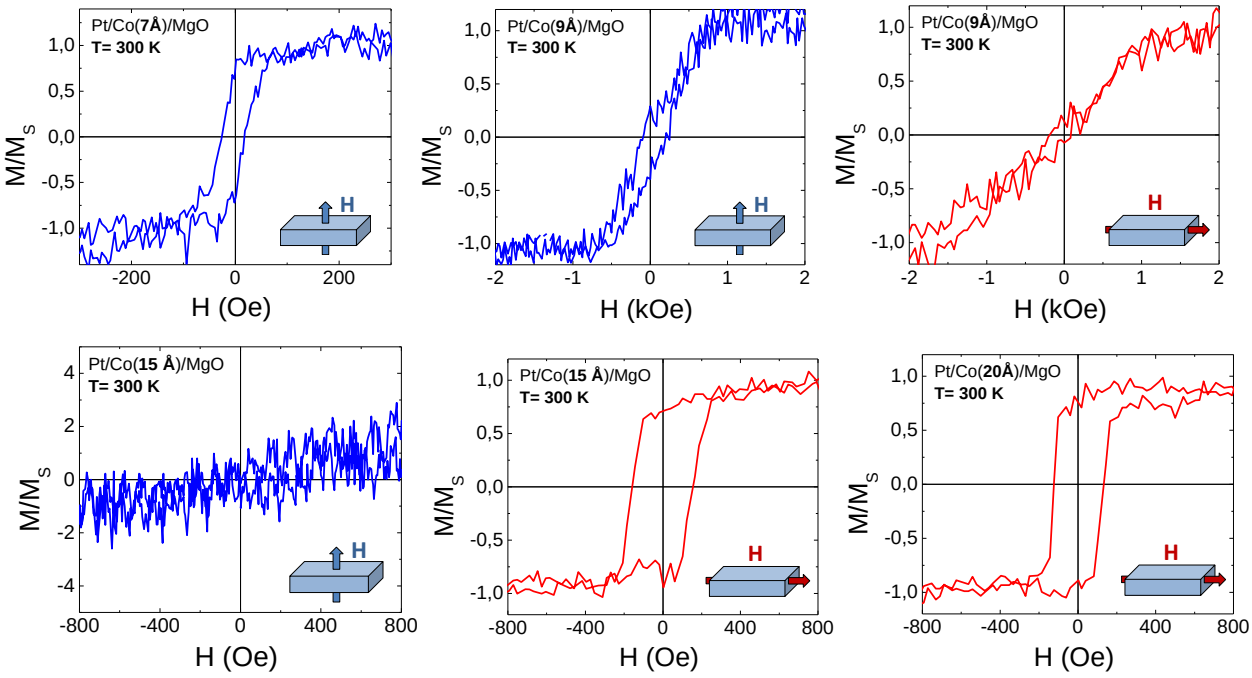
Elektrik alan altında incelenecek sürekli film yapısındaki örnekler saçtırma tekniği ile hazırlandı. Örnekler büyütülmeye başlamadan önce sistemde temel basınç ~10^{-8} mbar seviyesine getirildi. Filmlerin büyütülmesi esnasında sistemin basıncı Ar ile 1.4x10^{-3} mbar civarında tutuldu. CoO, Pt, Co ve MgO tabakaları oda sıcaklığında (300K) sırasıyla 40W RF, 2W DC, 25W RF ve 50 W RF güçler kullanılarak hazırlandı.

Örneklerde yer alan MgO ince filmlerin büyütülmesi için saçtırma sisteminde direk olarak MgO hedef malzeme kullanıldı. Dışarıdan sisteme oksijen verilmedi. Ancak büyütülen Co tabakası aşırı ince olduğundan MgO'nun kendi bünyesinde bulunan oksijen ile bağ yapması ve manyetik özelliklerini kaybetmesi ihtimaline karşın, asıl film yapısına geçilmeden önce Co tabakasının dik mıknatıslanma gösterdiği şartların belirlenmesi üzerine çalışıldı. Bunun için Si (100) alttaşlar üzerine Şekil 20'de gösterilen deneme amaçlı, Co kalınlığının sırasıyla x=4 Å, 5 Å, 6 Å, 7 Å, 9 Å, 15 Å, ve 20 Å olarak değiştiği, Pt (4Å) /Co (x) /MgO (30 Å) ince filmler hazırlandı. Bütün bu örnekler hem örnek düzleminde hem de örnek düzlemine dik olarak uygulanan manyetik alan ile MOKE ve AHE yöntemleriyle incelendi.



Şekil 20. Co tabakasının dik mıknatıslanma gösterdiği kalınlığın belirlenmesi için hazırlanan örnek sistemi.

Şekil 20'de gösterilen bütün örnekler hem örnek düzleminde, hem de örnek düzlemine dik olarak uygulanan manyetik alan ile VSM, MOKE ve AHE yöntemleriyle incelendi. Örnekler çok ince olduğu için tüm örneklerde VSM sinyalleri oldukça zayıf çıktı. AHE ölçümleri ise MOKE ile benzer sonuçlar vermiştir. Şekil 21'de MOKE ile alınan ölçüm sonuçları gösterilmiştir. Co kalınlığının 4 Å, 5 Å ve 6 Å olduğu örneklerde her üç ölçüm metoduyla da manyetik sinyal alınamadı. Kalınlığın 7 Å olduğu örnekte MOKE ile dik geometride zayıf ve gürültülü bir ölçüm alınabildi. Co kalınlığının 9 Å olduğu örnekte her iki geometride de zayıf mıknatıslanma gözlendi. Co kalınlığının 15 Å ve 20 Å olduğu örneklerde kolay eksenler, Şekil 21'deki histeresis eğrilerinden de açıkça görüldüğü gibi, paralel geometride yapılan ölçümlerdedir. Yani farklı Co kalınlıklarına sahip yedi adet örnek ile yapılan ölçümlerde açıkça görüldüğü gibi dik mıknatıslanmaya atfedilecek tek örnek Co kalınlığının 7 Å olduğu örnektir. Ancak yapılan çalışmada da görüldüğü gibi bu örnek için de sinyal zayıf ve gürültülüdür.

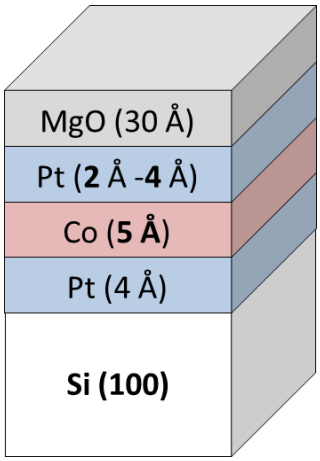


Şekil 21. Pt (4Å) /Co (7 Å, 9 Å, 15 Å, 20 Å) /MgO (30 Å) ince filmlerin dik ve paralel geometrilerde alınan histeresis eğrileri.

İlk grup örneklerde elde edilen sonuçlardan sonra ikinci grup örnek sistemi olarak Şekil 22'de gösterilen, Co ile MgO arasına Pt tabakasının yerleştirildiği örnekler hazırlandı. Pt için 2 Å ve 4 Å olmak üzere iki ayrı kalınlık ile çalışıldı. Co tabakasının her iki yüzeyine büyütülen Pt

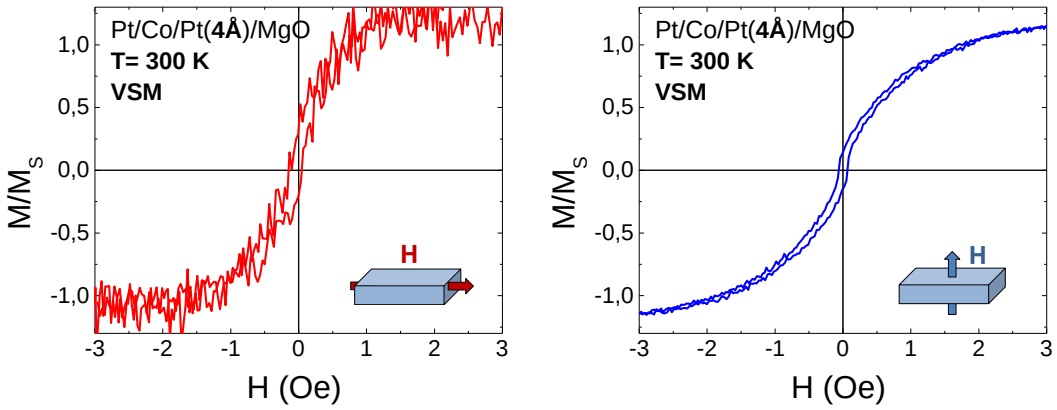
tabakası Co ile etkileşmekte ve örneğin mıknatıslanmasını artırmaktadır. Bu sayede MgO ile Co'ın direk arayüzey etkileşmesi önlenmekte ve Co tabakasının oksitlenme ihtimali azaltılmaktadır.

Elektrik alan uygulaması konusunda esasen uygulanan alanın maksimum düzeyde etkin olabilmesi için FM tabakanın iletken son tabaka olması gerekmektedir. Ancak Co ile MgO arasına Pd büyütülerek yapılan çalışmalar göstermiştir ki, 2nm'ye kadar ince Pd tabakası Co ile etkileşim sonucunda mıknatıslık özelliği kazanmakta ve sistemde mıknatıslanmanın elektrik alan ile kontrolünde olumlu bir etki oluşturmaktadır. Pt tabakasının Co ile etkileşmesi, Pd tabakasının Co ile etkileşmesine benzerlik gösterdiğinden çalışmamızın bu kısmında Pd yerine Pt tabakası kullanılarak benzer şekilde mıknatıslanmanın etkilenmesi ve bu sayede kaydırma etkisinin kontrol edilebilmesi planlanmıştır.

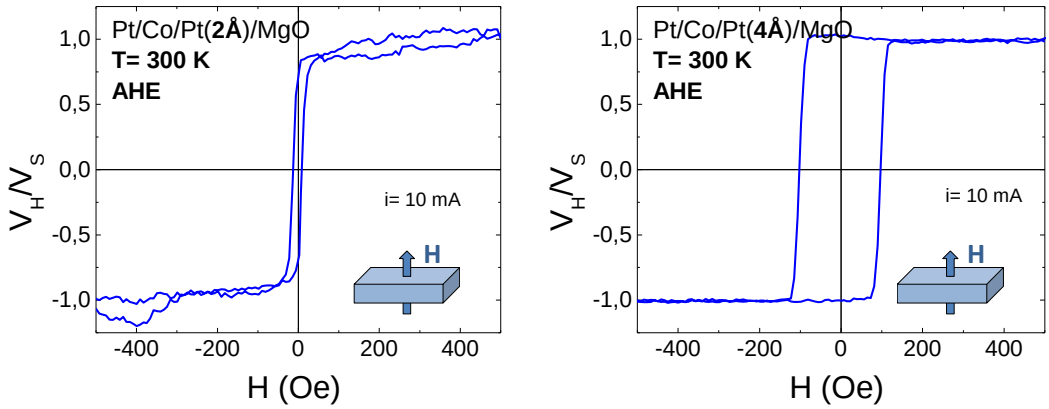


Şekil 22. Co ile MgO tabakaları arasına Pt ilave edilmiş örneklerin yapısı.

Hazırlanan ikinci grup örneklerin histeresis davranışlarını görmek için VSM ve MOKE ile ölçümler yapıldı. Örnek sistemi çok ince yapıda FM tabaka içerdiği için VSM ile yapılan ölçümler oldukça gürültülü ve örnekten gelen diğer manyetik katkılar nedeniyle FM etki zayıf çıktı. Aradaki Pt katman kalınlığın 2 Å olduğu örnekte ise sonucu gösterilebilecek netlikte ölçümler elde edilememiştir. Aradaki Pt katman kalınlığın 4 Å olduğu örnek için dik ve paralel geometride VSM ile elde edilen histeresis eğrileri Şekil 23'te gösterilmiştir. Paralel geometride (üstte) yapılan ölçüm oldukça gürültülüdür. Dik geometride (altta) yapılan ölçüm sonucu nispeten daha az gürültülü olsa da şekilde görüldüğü gibi mıknatıslanma eğrisi net bir FM histeresis davranışı yansıtmamaktadır. Buna karşın AHE tekniği ile yapılan ölçümler daha net bir davranış göstermektedir (Şekil 24). Pt katman kalınlığın 2 Å olduğu örnek yine gürültülüdür ve sıfırlayıcı alan değerleri 10 Oe civarındadır. Pt katman kalınlığının 4 Å olduğu örneğin AHE tekniği ile elde edilen histeresis eğrisi oldukça nettir ve sıfırlayıcı alan değerleri yaklaşık olarak 100 Oe civarındadır.

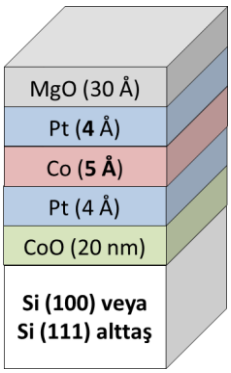


Şekil 23. Aradaki Pt katman kalınlığın 4 Å olduğu örneğin VSM ile paralel ve dik geometrilerde oda sıcaklığında ölçülen histeresis eğrileri.



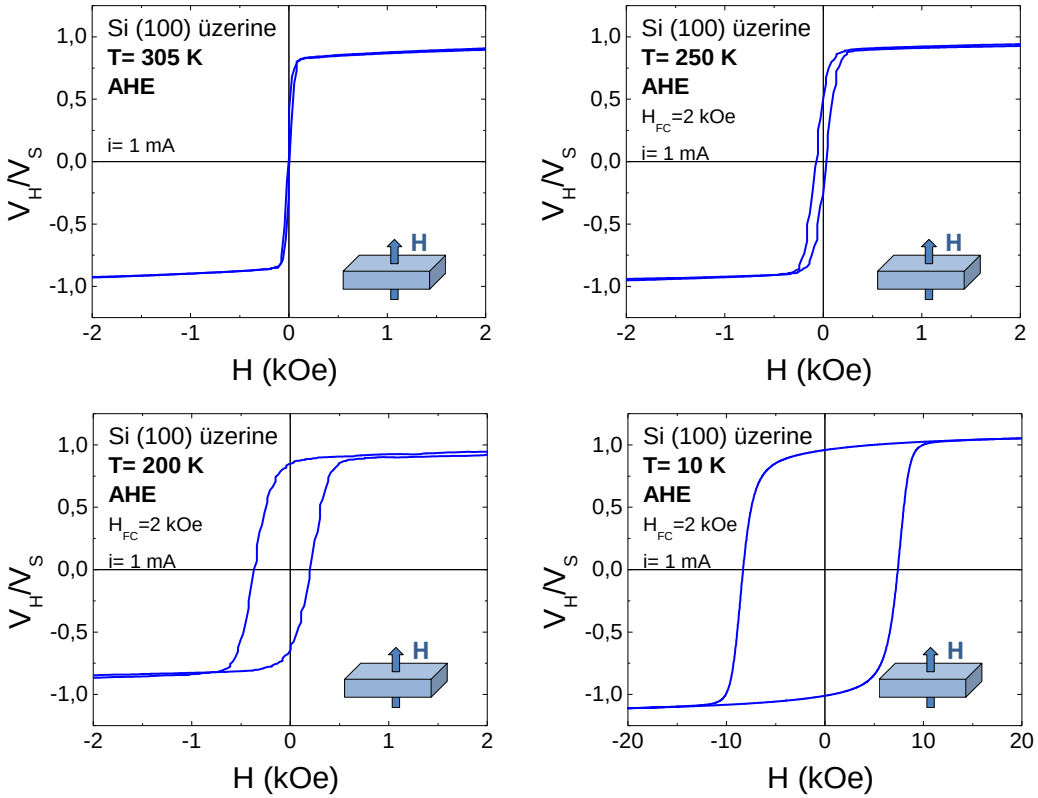
Şekil 24. Aradaki Pt katman kalınlığının 2 Å ve 4 Å olduğu örneklerin AHE ile oda sıcaklığında elde edilen histeresis eğrileri.

Aradaki Pt katman kalınlığının 4 Å olduğu örneğin AHE ile ölçümünde başarılı sonuç elde edilince elektrik alan uygulamak için asıl gerekli olan sürekli film yapısındaki örneklerin hazırlanmasına geçildi. Bunun için Şekil 25'te şematik olarak gösterilen ince filmler Si (100) ve Si (111) alttaşlara ayrı ayrı hazırlandı. Örnekler saçtırma tekniği ile aynı anda hazırlandığı için örneklerin kalınlıkları aynıdır. Bu durum XRR sonucu ile de desteklenmiştir.



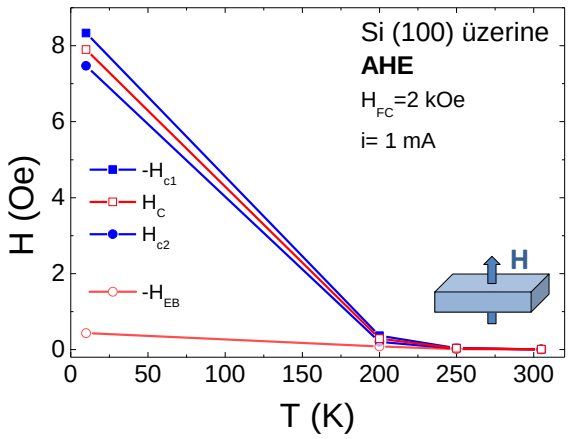
Şekil 25. Si (100) ve Si (111) alttaşlara ayrı ayrı büyütülen sürekli film yapısındaki örnekler.

Öncelikle Si (100) alttaş üzerine büyütülmüş örneğin oda sıcaklığı histeresis ölçümleri yapıldı ve 2 kOe'lik manyetik alan altında soğutma sonrası bazı düşük sıcak histeresis eğrileri ölçüldü. Elde edilen histeresis eğrileri ve bu histeresis eğrilerinin sıfırlayıcı alanlarının sıcaklık ile değişim grafikleri Şekil 26'da gösterilmiştir. Buna göre oda sıcaklığında örneğe ait sıfırlayıcı alan değerleri oldukça küçük, yalnızca birkaç Oe'dir. Sıcaklık azaldıkça sıfırlayıcı alan değerleri şekilde görüldüğü gibi artmaktadır. Oda sıcaklığından düşük sıcaklıklara inildikçe bu artış 200 K'de iyice belirginleşmekte (~0.3 kOe), 10 K'e gelindiğinde ise çok büyük değerlere sahip olmaktadır (~8.5 kOe).



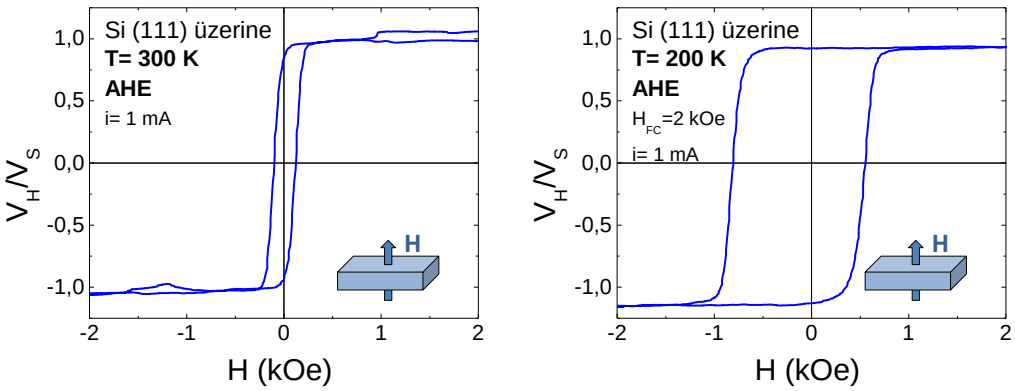
Şekil 26. Si (100) alttaş üzerine büyütülmüş örneğin oda sıcaklığında ve manyetik alan altında soğutma sonrası 250 K, 200 K ve 10 K'de ölçülmüş histeresis eğrileri.

Şekil 27'de bazı sıcaklıklarda alınan histeresis eğrilerinin sıfırlayıcı alan değerleri ve bu değerlerden hesaplanan kaydırma etkisi alanı değerleri sıcaklığın fonksiyonu olarak verilmiştir. Sıfırlayıcı alanlarla birlikte kaydırma etkisi alanı değerleri, sıcaklığa bağlı olarak, şekilde görüldüğü gibi düşük sıcaklıklarda giderek artmaktadır. Bu örnek için elde edilen sıcaklığa bağlı değişim davranışı, MgO olmaksızın hazırlanan, diğer örneklerin sonuçları ile uyumluluk gösterdiğinden başka sıcaklıklarda ölçümlere ihtiyaç duyulmamıştır.



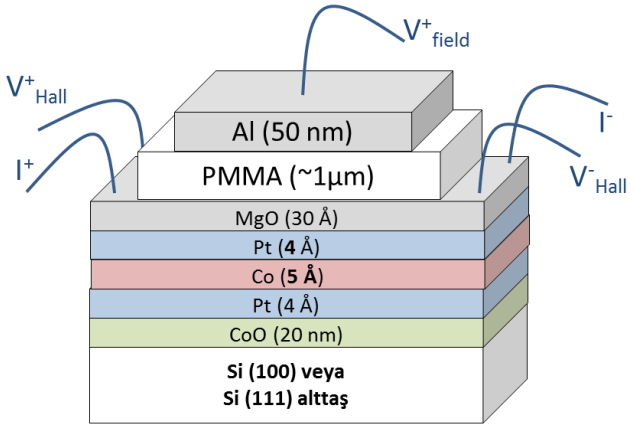
Şekil 27. Sıfırlayıcı alanlar ve kaydırma etkisi alanlarının 10 K, 200 K, 250 K ve 400 K sıcaklık değerlerinde değişimi.

Si (111) üzerine büyütülmüş örnekte ise oda sıcaklığından itibaren sıfırlayıcı alanlar Si (100) üzerine büyütülmüş örneğe göre daha geniştir. Oda sıcaklığında ve 2 kOe'lik manyetik alan altında soğutma sonrası 200 K'de alınan histeresis eğrileri Şekil 28'de gösterilmiştir. Oda sıcaklığında sıfırlayıcı alan değerleri 120 Oe civarında, 200 K'de ise 800 Oe civarındadır. Si (111) alttaş kullanıldığında her iki sıcaklık için elde edilen histeresis eğrilerinde sıfırlayıcı alanlar, Si (100) alttaş ile elde edilen histeresis eğrilerine göre daha geniş ve belirgindir. 200 K'de elde edilen histeresis eğrisinde 115 Oe civarında bir kaydırma etkisi hesaplanmaktadır.



Şekil 28. Si (111) alttaş üzerine büyütülmüş örneğin oda sıcaklığında ve manyetik alan altında soğutma sonrası 200 K'de ölçülmüş histeresis eğrileri.

Örneklerin AHE ile histeresis ölçümleri tamamlandıktan sonra, elektrik alan uygulaması için, örneklerin en üst kısmı spin kaplama yöntemi kullanılarak yalıtkan PMMA ile yaklaşık 1 μm kalınlığında kaplandı. PMMA kaplamasının ardından en üste saçtırma yöntemi ile yaklaşık 50nm kalınlığında iletken Al büyütüldü. PMMA ve Al kaplanması sırasında maskeleme ile örneğin dört köşesinden Şekil 29'da gösterildiği gibi kontak noktaları için boşluklar bırakıldı.

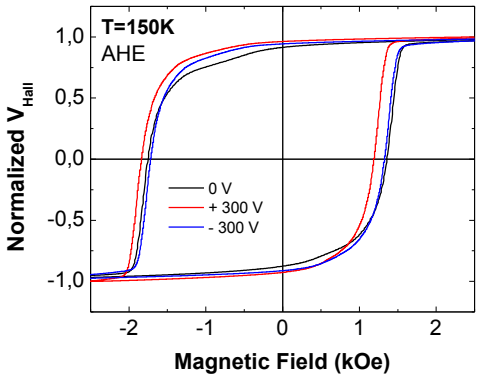


Şekil 29. PMMA ve Al büyütülmesi sonrası örneklerin ve bağlantılarının şematik gösterimi.

AHE ölçümleri için örneğin çapraz iki köşesindeki kontak noktalarından akım uygulanırken, diğer iki köşesinden voltaj ölçümleri yapıldı. Elektrik alan oluşturmak için ayrıca Al üzerinden ve MgO üzerinden iki ayrı kontak daha yapıldı. MgO yalıtkan olmasına rağmen çok ince olduğu için gümüş pasta ile yapılan kontaklar MgO'nun altındaki Pt'e kadar nüfuz edebilmektedir. Beklentimiz PMMA üzerinde bulunan Al tabakası ile MgO altındaki Pt tabakasının paralel levhalar olarak davranması ve MgO'ya en yakın iletken tabaka olan Pt ve Co üzerinde negatif yüklerin biriktirilmesiydi. Ancak Al tabakası büyütülürken Al atomların PMMA'in gözeneklerinden içeri girmesi sonucu, Al tabakası sürekli yapıda büyütülemediği için istenilen iletken davranışı göstermedi.

Yalıtkan MgO ve Apiezon N Grease ile Yapılan Çalışmalar

Bunun üzerine, çok ince Cu malzemenin altına yalıtkan Apiezon N Grease sürülerek, Şekil 29'da gösterilen yapının üzerine yerleştirildi. En üstteki Cu ve MgO'nun altındaki Pt tabakalar arasına uygulanan voltaj altında AHE ölçümleri yapıldı. Şekil 30'da Si (111) alttaş üzerine büyütülen örnek sistemi için 150 K'de yapılan AHE ölçümleri gösterilmektedir. 0 V ve -300 V voltaj uygulanarak yapılan ölçüm sonuçları birbirine çok benzerken, +300 V voltaj altında histeresis eğrisinin sol tarafa kaydığı ve exchange bias değerinin önemli ölçüde değiştiği görülmektedir.



Şekil 30. Manyetik alan altında soğutma sonrası 150 K'de 0 V, 300 V ve -300 V ile oluşturulan elektrik alan altında ölçülmüş histeresis eğrileri.

Şekil 30'daki histeresis eğrilerinden elde edilen veriler Tablo 3'te listelenmiştir. Buna göre, +300 V uygulandığında oluşan elektrik alan ile Co/Pt/CoO sistemindeki exchange bias değeri 133 Oe kadar artırılmıştır ve projede önerisinde hedeflenen sonuca ulaşılmıştır.

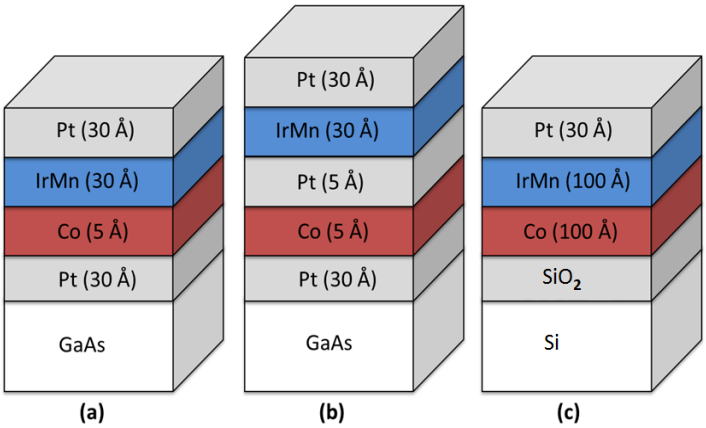
Tablo 3. Manyetik alan altında soğutma sonrası 150 K'de 0 V, 300 V ve -300 V ile oluşturulan elektrik alan altında ölçülmüş histeresis eğrilerinin sıfırlayıcı alan değerleri.

	$-H_{C1}$ (Oe)	H_{C2} (Oe)	$-H_{EB}$ (Oe)	H_C (Oe)
0 Volt	1750	1360	195	1555
- 300 V	1720	1330	195	1525
+ 300 V	1840	1184	328	1512

4.2 Dik Mıknatıslanmaya Sahip Pt/Co/IrMn İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin İncelenmesi

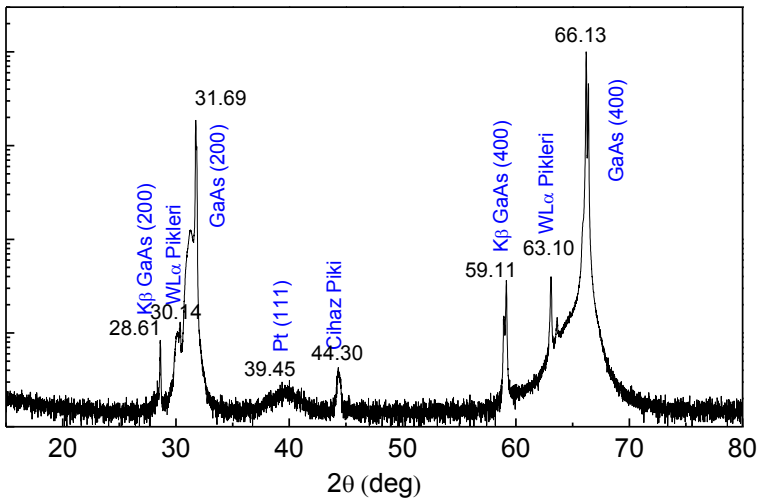
4.2.1 Pt/Co/IrMn İnce Filmlerin Hazırlanması ve En İyi Büyütme Şartlarının Belirlenmesi

Proje önerisindeki önemli hedeflerden birisi de ferromanyetik ve antiferromanyetik tabakaların her ikisinin de oda sıcaklığının üstünde manyetik düzenlerini koruyacağı ve EB etkisi oluşturabileceği, Pt/Co/IrMn filmlerin büyütülmesidir. İlk gruptaki örneklerde AF malzeme olarak CoO tabakası kullanılmıştı. Oda sıcaklığının hemen altında Néel sıcaklığına ($T_{N:CoO}$=291K) sahip olması nedeniyle ölçümleri kolaylaştırdığı için bilimsel çalışmalarda AF malzeme olarak CoO sıklıkla kullanılmaktadır. Ancak, aynı sebeple, oda sıcaklığında çalışacak cihaz tasarımları açısından CoO uygun bir malzeme değildir. Cihaz uygulamalarında Néel sıcaklığı oda sıcaklığının üstünde olan IrMn gibi ($T_{N:IrMn}$>600K, karışım oranına bağlı olarak değişmektedir) AF malzemeler tercih edilmektedir. Ancak IrMn'ın hazırlanması CoO'e nispetle biraz daha zordur. Cihaz yapısına uygunluğu nedeniyle ikinci grup örneklerde IrMn'ın AF malzeme olarak büyütülmesi için çalışıldı. İlk aşamada Pt/Co/IrMn ince filmlerden bir tanesi Si alttaş üzerine, diğer iki tanesi GaAs alttaş üzerine yüksek vakum şartlarında ($2x10^{-9}$ mbar) magnetron saçtırmalı kaplama tekniği kullanılarak, GTÜ Nanoteknoloji Enstitüsü'ndeki NASAM laboratuvarında bulunan sputter sisteminde hazırlandı. Büyütülen örnekler Şekil 31'de şematik olarak gösterilmektedir. Tabaka kalınlığının çok ince olması dik manyetik anizotropiye neden olduğu için, Şekil 31 (a) ve (b)'de gösterilen örneklerde Co tabakası çok ince olarak (5Å) büyütüldü. Bunula birlikte, Şekil 31 (b)'de gösterilen örnekte Co katmanının üstüne, dik mıknatıslanmayı güçlendirdiği ve yüzey anizotropisi katkısını artırdığı bilinen, Pt tabakası büyütüldü. Kaydırma etkisinin (EB) oda sıcaklığında görülebilmesi için Néel sıcaklığı yüksek (~650 K) bir AFM malzeme olan IrMn ($Ir_{20}Mn_{80}$) seçildi. Her iki örnek sisteminde de bulunan en üsteki Pt tabakası ise atmosfer ortamında dışarıdan gelebilecek etkilere karşı koruyucu tabaka olarak büyütüldü. Pt (DC tabanca), Co (RF tabanca) ve $Ir_{0.20}Mn_{0.80}$ hedeflere (RF tabanca) 10 W güç uygulandı. Büyütme esnasında sistemin basıncı $5x10^{-3}$ mbar seviyesinde tutuldu. Bu parametrelerle Pt için 8.57 Å/min, Co için 0.44 Å/min ve IrMn için 0.7 Å/min büyütme oranları elde edildi.



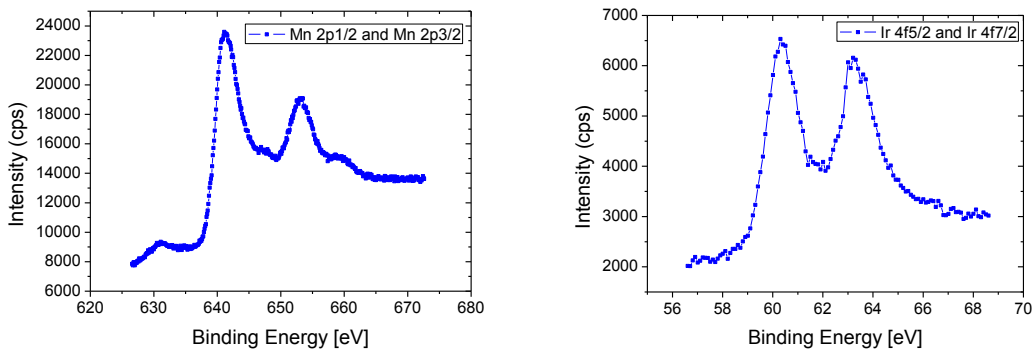
Şekil 31. Pt/Co/IrMn ince filmlerin şematik gösterimi. a) Co tabakasının yalnızca bir yüzeyinde Pt bulunan örnek b) Co tabakasının her iki yüzeyinde de Pt bulunan örnek c) IrMn ve Co tabakalarının kalın büyütüldüğü test örneği.

Büyütülen filmlerin yapısal özelliklerini belirlemek için X-ışını kırınımı (XRD) ve XPS yöntemleri kullanıldı. Şekil 32'de GaAs alttaş üzerine büyütülen Pt(30Å)/Co(5Å)/IrMn(30Å)/Pt(30Å) örneğine ait XRD ölçüm sonuçları verilmektedir. Şekil 32'de görülen keskin piklerin tamamı GaAs alttaş ve örnek tutucudan (cihaz piki, 44.30°) gelmektedir. 39.45°'de görülen şiddeti göreceli olarak düşük ve geniş pik ise zayıf bir Pt (111) yönelimini göstermektedir. Co ve IrMn tabakaları polikristal olarak büyüdüğünden, bu tabakalara ait pik gözlemlenmemiştir.



Şekil 32. GaAs alttaş üzerine büyütülen Pt(30Å)/Co(5Å)/IrMn(30Å)/Pt(30Å) örnek sistemine ait XRD grafiği.

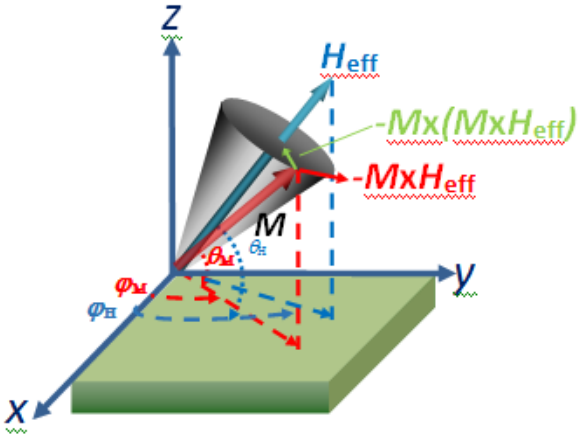
IrMn tabakasının istenilen özelliklere sahip bir AFM olabilmesi için $Ir_{0.20}Mn_{0.80}$ konsantrasyonuna sahip hedef malzeme kullanılmıştır. Hedef malzemedeki IrMn konsantrasyonu ile büyüttüğümüz filmlerdeki IrMn konsantrasyonlarının aynı olup olmadığı belirlemek için, IrMn tabakası XPS ile analiz edilmiştir. Şekil 33'te Mn 2p ve Ir 4f pikleri için alınmış XPS spektrumlarını göstermektedir. Spektrumlar ultra yüksek vakum ortamında $8x10^{-10}$ mbar basınç altında alınmıştır. IrMn kompozisyonunun hesaplamak için Mn 2p ve Ir 4f piklerine odaklanılmış, bu piklerin olduğu bölgeler 20 defa ard arda taranmış ve kaliteli spektrumlar elde edilmiştir. Casa XPS programı kullanılarak Mn 2p1/2 ve Ir 4f 5/2 piklerinden background sinyali çıkartılmış ve piklerin altında kalan alanlar hesaplanarak IrMn kompozisyonu belirlenmiştir. XPS sonuçlarına göre büyüttüğümüz filmlerdeki IrMn tabakalarındaki Ir oranı %18.75, Mn oranı ise % 81.25'tir. Bu elde edilen kompozisyon değeri film büyütülmesinde kullanılan IrMn kaynağının nominal değeri olan %20 Ir, %80 Mn değerine oldukça yakındır.



Şekil 33. a) Mn 2p pikleri için XPS spektrumu. b) Ir 4f pikleri için XPS spektrumu.

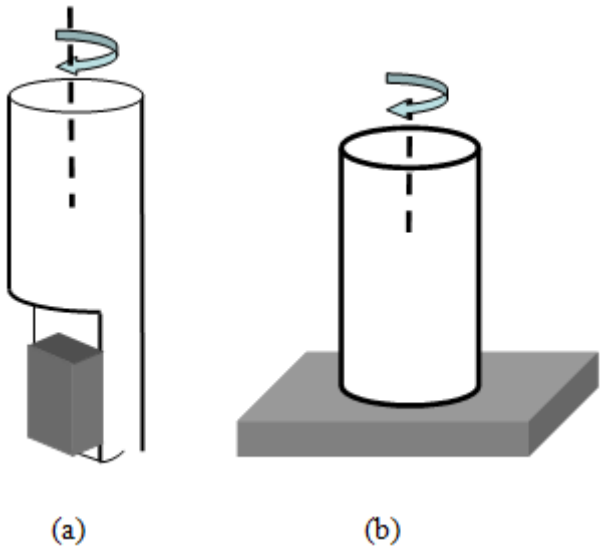
4.2.2 Pt/Co/IrMn İnce Filmlerin Manyetik Özelliklerinin Belirlenmesi

Pt/Co/IrMn ince filmlerin açıya bağlı manyetik özelliklerini belirlemek için FMR tekniği kullanılmıştır. Hazırlanan çok katlı manyetik filmler 9.8 GHz X-Band Bruker spektrometresi ile ölçülmüştür. Ferromanyetik çok katmanlı ince filmlerin ferromanyetik rezonans ölçümünde ve ölçüm sonrasında elde edilen sonuçların analizinde kullanılan geometri Şekil 34'te gösterilmiştir.



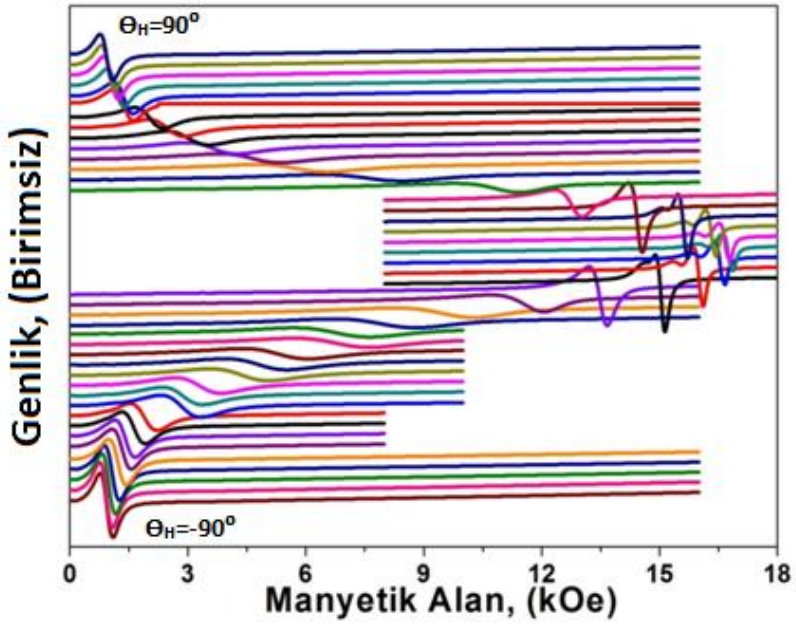
Şekil 34. Ferromanyetik çok katmanlı ince filmlerin ferromanyetik rezonans ölçümünde ve ölçüm sonrasında elde edilen sonuçların analizinde kullanılan geometri.

FMR ölçümlerinde geleneksel olarak iki tür ölçüm geometrisi vardır. Birincisi out-of-plane geometridir. Bu geometride örnek tutucuya Şekil 35 (a)'daki gibi yerleştirilir. Ölçüm boyunca mikrodalganın manyetik alan bileşeni dışarıdan uygulanan manyetik alana dik ve örnek tutucu boyunca titreşmektedir. Deney esnasında dışarıdan uygulanan manyetik alan yerine, ölçüm kolaylığı ve deneysel imkânlar göz önüne alınarak, örnek döndürülmüştür. Manyetik alanın örnek düzlemine paralel olduğu durumdan dik olduğu duruma kadar birer derece hassasiyetle döndürülerek spektrumlar bir bilgisayar programı yardımı ile kaydedilmiştir. Hazırlanan ilk iki örnekte dik anizotropinin elde edilebilmesi için Co kalınlığı 5 Å olarak ayarlanmıştır. Ancak bu iki örnekte aşırı ince Co katmanından dolayı FMR sinyali gözlenememiştir. Hazırlanan üç örnekten yalnızca Si(100)/Co(100 Å)/IrMn(100 Å)/Pt(30 Å) örneğinden ferromanyetik rezonans sinyali alınmıştır.



Şekil 35. a) Out-of-plane geometride FMR ölçümü yapılırken örneğin tutucuya yerleştirilmesi. b) In-plane geometride FMR ölçümü için örneğin tutucuya yerleştirilmesi.

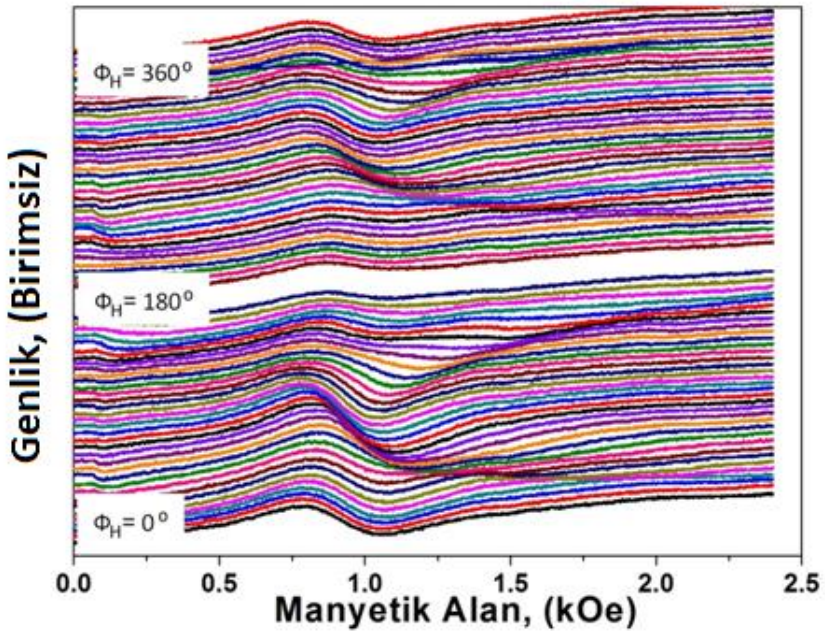
Out-of-plane geometrisinde kaydedilen spektrumların yığın grafiği Şekil 36'da görülmektedir. Bütün ölçümlerde yanlızca bir tane FMR sinyali gözlenmiştir. Bu FMR sinyali θ_H 'ın küçük değerlerinde açı ile yavaş değişmesine rağmen θ_H'ın 90^0 dereceye yaklaşmasıyla birlikte oldukça hızlı değişerek tam 90^0 derecede maksimum değerine ulaşmıştır. Bu geometri out-of-plane için dik geometri olarak isimlendirilmiştir. Rezonans sinyalinde iki maksimum arasındaki mesafe çizgi genişliği olarak bilinmektedir. Çizgi genişliği spin-spin ve spin-örgü etkileşmelerinin yanında GDP (Gilbert damping parameter) olarak bilinen sönüm etkilerinin ve ince film içindeki kusurların bir göstergesi olarak değerlendirilebilir. Mükemmel bir kristal örgüde çizgi genişliği oldukça küçüktür (10-20 Oe). Bizim hazırladığımız manyetik ince film yüzeyi kendiliğinden oksitlenebilen Si alttaşlar üzerinde büyütülmüştür. Ara-yüzeyde meydana gelebilecek CoO fazı ve kristal kusurlardan dolayı bizim elde ettiğimiz spektrumlarda çizgi genişliği oldukça yüksektir (100-200 Oe).



Şekil 36. Out-of-plane geometride örnek tutucunun 1 derece hassasiyetle döndürülmesiyle kaydedilen spektrumların yığın grafiği.

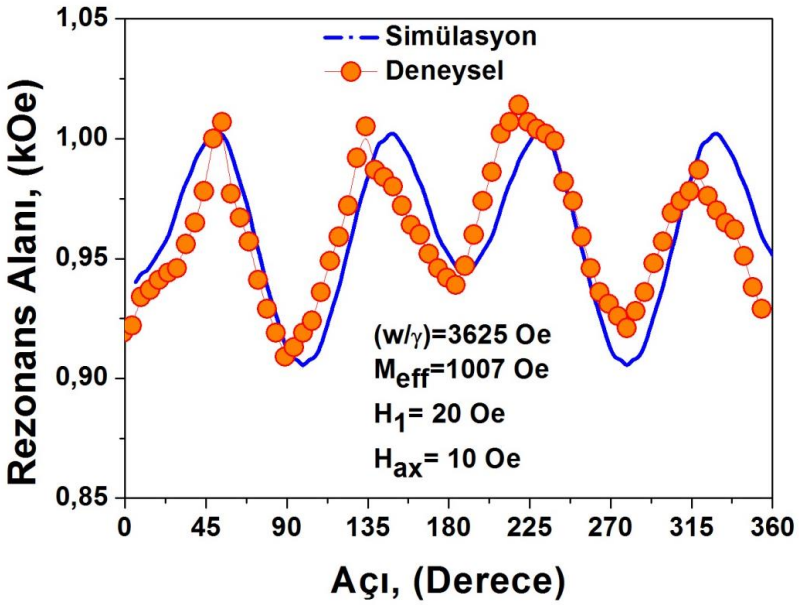
FMR'daki ikinci ölçüm geometrisi in-plane geometri olarak bilinir. Çok katmanlı ince film örnek tutucuya Şekil 35 (b)'deki gibi yerleştirilir. Örnek tutucunun kendi ekseni boyunca 360^0 derece döndürülerek her bir derecede FMR spektrumu kaydedilir. Bu ölçüm geometrisinde 0–2.5 kOe arasında taranan dış manyetik alan sürekli film düzleminde dönerek manyeto-kristal anizotropinin açıya bağlı davranışı elde edilir. Mıknatıslanma vektörünün kolay ve zor eksenleri, manyeto-kristal anizotropi parametreleri bu ölçümün analizi yapılarak belirlenebilir. Şekil 37'de Si alttaş üzerine büyütülmüş Si(100)/Co(100 Å)/IrMn(100 Å)/Pt(30 Å) çok

katmanlı filmin in-plane geometrideki FMR spektrumlarının yığın grafiği görülmektedir. Out of plane spektrumlarında gözlenen sinyal ile uyumlu olarak iyi çözünürlüklü FMR sinyali gözlemlendi. Bu rezonans sinyali şaşırtıcı biçimde açıya bağlı davranış sergilemektedir. Sinyalin çizgi genişliği 200 Oe civarındadır.



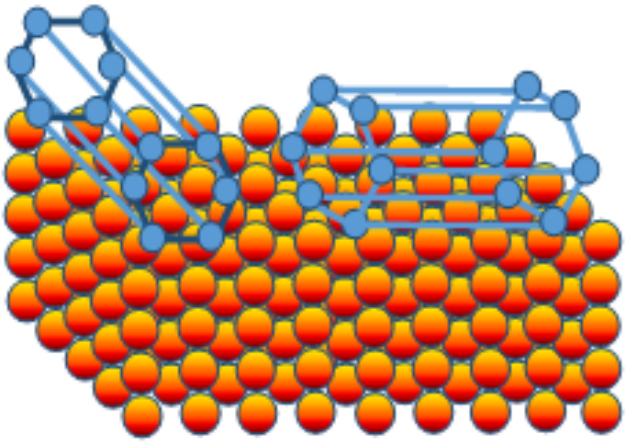
Şekil 37. 0 - 2.5 kOe arası tarama yapılan dış manyetik alanın film düzleminde 360 derece döndürülerek elde edilen in-plane geometrideki FMR sonuçları.

In-plane ölçümlerinden elde edilen spektrumların rezonans alanlarının açıya bağlı olarak değişimi Şekil 38'de görülmektedir. Rezonans alanının en düşük olduğu açı mıknatıslanma vektörü için kolay eksen, rezonans alanının en büyük olduğu açı zor eksen olarak adlandırılır. Bizim örneğimiz için kristalin [100] ekseni kolay eksen [110] ekseni ise zor eksendir. Şekil 38'den kolayca görüleceği gibi ferromanyetik Co film Si alttaş üzerinde kübik manyeto-kristal anizotropiye sahip olacak şekilde büyümüştür. Ancak 180^0 derecede bir kübik anizotropi değerleri farklılık göstermektedir. Ekibimizce geliştirilen bir bilgisayar programı yardımıyla hem out-of-plane hem de in-plane spektrumlarındaki rezonans pikinin açısal bağımlılıkları, önerilen bir model ile fit edilerek ferromanyetik Co ince filmin manyetik anizotropi parametreleri elde edilmiştir. Kübik anizotropi alanı fit işlemi sonucunda 20 Oe, eksensel anizotropi parametresi ise 10 Oe bulunmuştur. Si alttaşın [100] ekseni boyunca çok zayıf eksensel bir simetri mevcuttur. Ferromanyetik Co filmi bu eksen boyunca örgüler arasındaki uyumsuzluğun bir neticesi olarak tetragonal bozulmaya maruz kalmıştır.



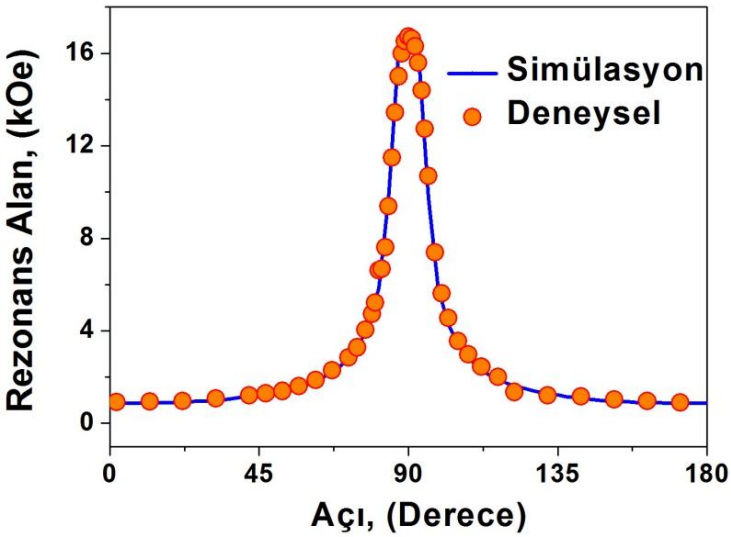
Şekil 38. In-plane FMR spektrumlarındaki rezonans sinyalinin açıya bağlı davranışı.

In-plane FMR ölçümlerinde her ne kadar kübik manyeto-kristal anizotropi gözlense de, bilindiği gibi Co ince film bir alttaş üzerinde c ekseni alttaş düzleminde olacak şekilde hcp kristal yapı ile büyümektedir. Kübik bir alttaş üzerinde c ekseni hem [100] hem de [010] kristal yönüne paralel olabilir (Şekil 39). Birbirine dik 2 eksensel simetriye sahip sistemler kübik manyeto-kristal anizotropiyi andıran bir açısal bağımlılığa sahiptir.



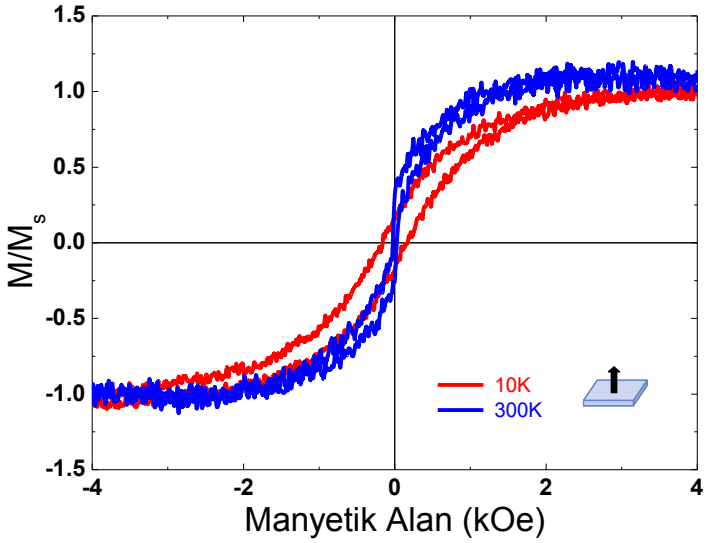
Şekil 39. Si alttaş üzerinde birbirine dik yönde büyüyen hcp Co yapılar.

In-plane ölçümlerinden sonra, dış manyetik alan, mıknatıslanmanın zor ekseni olan [100] yönünden başlayarak film normaline doğru bir derece hassasiyetle döndürülerek out-of-plane ölçümü yapılmıştır. Rezonans sinyalinin açıya olan bağımlılığı Şekil 40'ta gösterilmektedir. Hem in-plane hem de out-of-planedeki rezonans alanlarının aynı parametreler ile eş zamanlı fit edilmesi sonucunda g-faktörü 3625 Oe olarak hesaplanmıştır.



Şekil 40. Out-of-plane FMR spektrumlarında rezonans sinyalinin açıya bağlı davranışı.

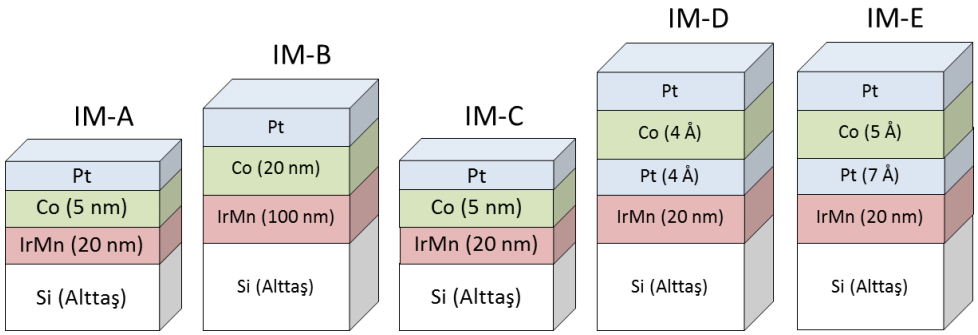
FMR ölçümlerine ek olarak, Şekil 31 (a)'da verilen örnek sistemi VSM yöntemiyle de ölçülmüştür. Şekil 41'de gösterilen ölçüm sonucuna göre Pt ara yüzey kullanılmadan hazırlanan örneğin (Co(5Å)/IrMn(30Å)) dik mıknatıslanmaya sahip olduğu gözlenmiş ve yalnızca 10 K'de EB etkisi gösterdiği ölçülmüştür. Ancak oda sıcaklığındaki EB ölçümlerinde IrMn'ın istenilen antiferromanyetik özelliklere sahip olmadığı anlaşıldığından (çok az EB gözleniyor), alttaş sıcaklığı, büyütme oranı gibi parametreler değiştirilerek, IrMn için en iyi büyütme şartlarının belirlenmesi çalışmalarına devam edilmiştir.



Şekil 41. Co(5Å)/IrMn(30Å) örneğine dik manyetik alan uygulanarak VSM ile ölçülen histeresis eğrileri. Örnek önce 400 K'e kadar ısıtılmış ve 2kOe alan altında ölçümün yapılacağı 10 K ve 300 K sıcaklıklarına kadar soğutulmuştur.

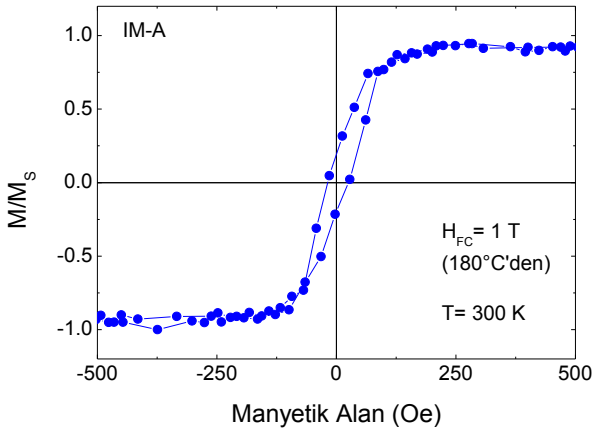
4.2.3 Büyütme Şartları Değiştirilen Co/IrMn Tabanlı Örneklerin VSM ve AHE ile İncelenmesi

Yukarıda Şekil 31'de gösterilen IrMn örnekler oda sıcaklığında hazırlandığından EB etkisi görülememişti. Bu sebeple, **projemizi izleyen hakemin tavsiyesiyle**, yeni örnekler hazırlanırken önce alttaşlar yüksek sıcaklıklara kadar ısıtılarak IrMn büyütüldü ve sonrasında tekrar oda sıcaklığına dönülerek Pt ve Co gibi diğer ince film katmanları hazırlandı. Şekil 42'de gösterilen ilk iki örnekte alttaş sıcaklığı 300°C'de iken, sonraki üç örnekte ise 500°C'de IrMn tabakaları hazırlandı. Metin içerisinde anlatım kolaylığı açısından örnekler sırasıyla IM-A, IM-B, IM-C, IM-D ve IM-E şeklinde isimlendirilmiştir. Co kalınlığına bağlı olarak, ilk üç örneğin mıknatıslanmanın örnek düzleminde, diğer iki örnekte ise mıknatıslanmanın örnek düzlemine dik olması hedeflenmiştir. Örneklerin mıknatıslanma ölçümleri VSM ile yapılmıştır.



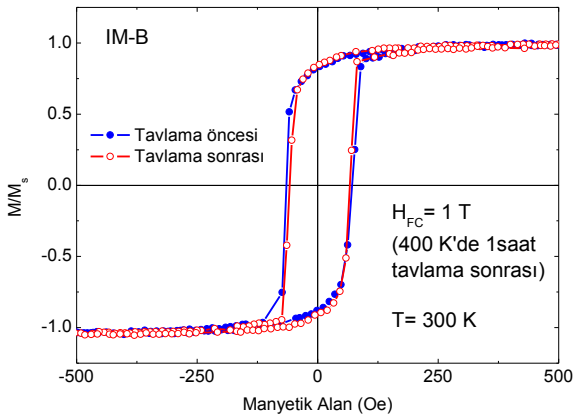
Şekil 42. AF malzeme olarak IrMn'ın kullanıldığı ikinci grup örnekler gösterilmektedir. İlk iki örnekte IrMn büyütülürken alttaş sıcaklığı 300°C, diğerlerinde ise IrMn büyütülürken alttaş sıcaklığı 500°C'de tutulmuştur.

Şekil 43'te IM-A örneğinin 180°C'de 1 saat boyunca 1 Tesla manyetik alan altında tavlandıktan sonra, örnek düzleminde uygulanan 2 kOe'lik manyetik alan altında soğutulmasıyla, oda sıcaklığında VSM ile elde edilen histeresis eğrisi ölçüm sonucu gösterilmiştir. IM-A örneği, IrMn'ın 300°C'de hazırlandığı, IrMn kalınlığının 20nm, Co kalınlığının ise 5 nm olduğu örnektir. Bu örnek ile elde edilen ölçüm sonucunda EB etkisi gözlenmemiştir.



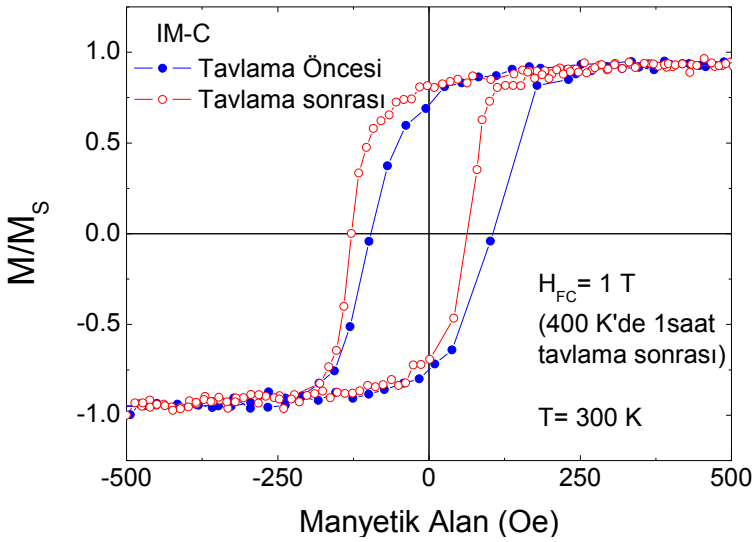
Şekil 43. IM-A örneğinin 180°C'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra, alan altında soğutularak, oda sıcaklığında elde edilen VSM ölçüm sonucu.

İlk büyütülen örnekte EB gözlenmeyince yine aynı şartlarda ancak Co ve IrMn kalınlıklarının daha fazla olduğu ikinci örnek hazırlandı. IM-B olarak isimlendirdiğimiz bu ikinci örnekte IrMn kalınlığı 100 nm, Co kalınlığı ise 20 nm olarak belirlendi. Şekil 44'te IM-B örneğine ait histeresis ölçümleri gösterilmiştir. Örnek 400 K'de 1 saat boyunca örnek düzleminde uygulanan 1 T manyetik alan altında tavlanmış ve aynı manyetik alan altında oda sıcaklığına soğutulup, histeresis ölçümü yapılmıştır. Hem tavlama öncesinde hem de tavlama sonrasında yapılan her iki ölçüm arasında kayda değer bir fark görülmedi ve EB etkisi gözlenmedi.

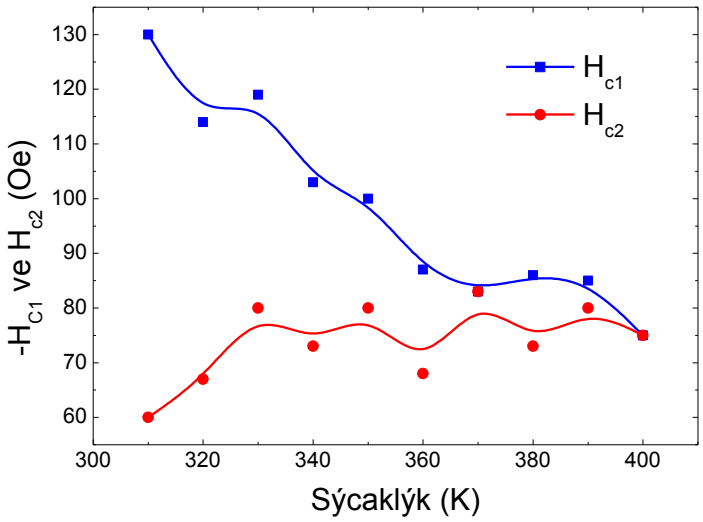


Şekil 44. IM-B isimli örneğin hem tavlama öncesinde hem de 400K'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra soğutularak, oda sıcaklığında elde edilen VSM ölçüm sonuçları gösterilmiştir.

İlk iki örnekte EB görülmediğinden üçüncü örnekte büyütme şartları değiştirildi. IrMn'ın büyütülmesi esnasında alttaş sıcaklığı 500°C'de tutuldu. IM-C olarak isimlendirdiğimiz bu örnekte IrMn ve Co kalınlıkları ilk örnekte olduğu gibi sırasıyla 20 nm ve 5 nm olarak hazırlandı. Şekil 45'te IM-C örneğine ait histeresis ölçümleri gösterilmiştir. Tavlama işlemi için 400 K'de 1 saat boyunca örnek düzleminde uygulanan 1 T manyetik alan altında beklenmiş ve aynı manyetik alan altında oda sıcaklığı değerine kadar soğutulup, VSM'de ölçüm alınmıştır. Tavlama sonrasında yapılan histeresis eğrisi ölçümlerinde zorlayıcı alanlar arasında 60 Oe'lik bir fark gözlendi. Oda sıcaklığında histeresis eğrisinde görülen bu kaymanın ardından örneğin engelleme sıcaklığını bulmak için 300 K ile 400 K aralığında EB etkisini gözlemlemek için ölçümler yapıldı. Bunun için ölçüm yapılacak her bir hedef sıcaklığa gitmeden önce her seferinde örnek 400K'e kadar ısıtıldı ve manyetik alan altında soğutuldu. Şekil 46'da IM-C örneğine ait sıcaklığa bağlı olarak zorlayıcı alanların değişim grafiği verilmiştir. Elde edilen grafiğe göre H_{C1} ve H_{C2} zorlayıcı alan değerleri 400 K sıcaklığına doğru birbirlerine doğru yaklaşmakta ve aradaki fark kapanmaktadır. Ancak örnek için engelleme sıcaklığının tam olarak belirlenebilmesi için daha yüksek sıcaklıklarda ölçüm yapılmasına ihtiyaç vardır.

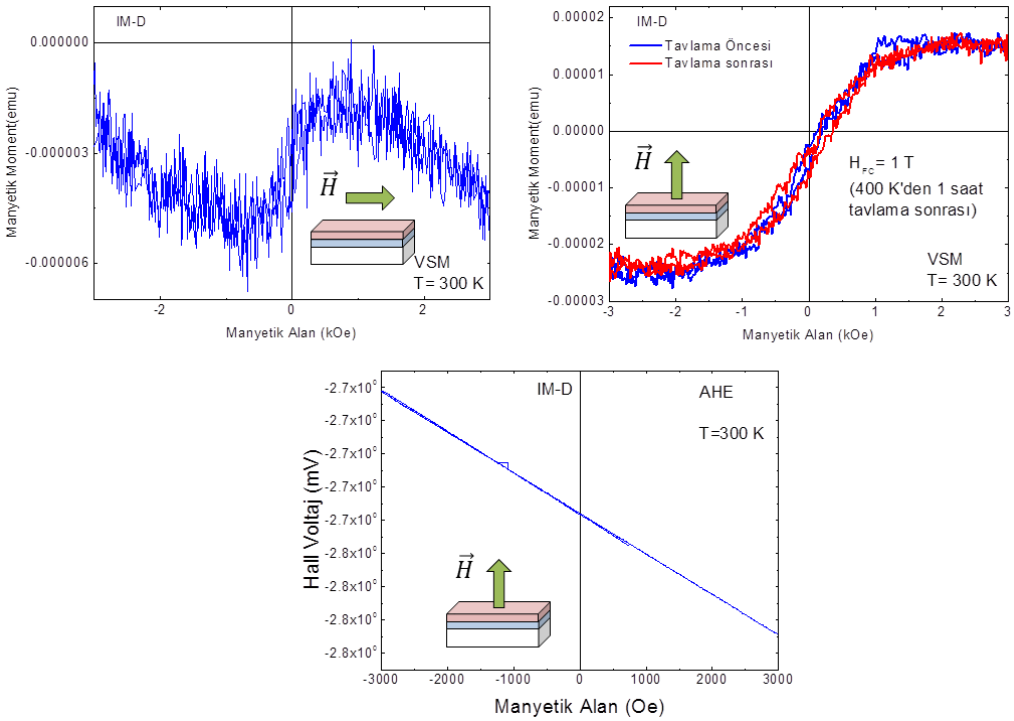


Şekil 45. IM-C isimli örneğin hem tavlama öncesinde hem de 400K'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra soğutularak oda sıcaklığında elde edilen VSM ölçüm sonuçları gösterilmiştir.



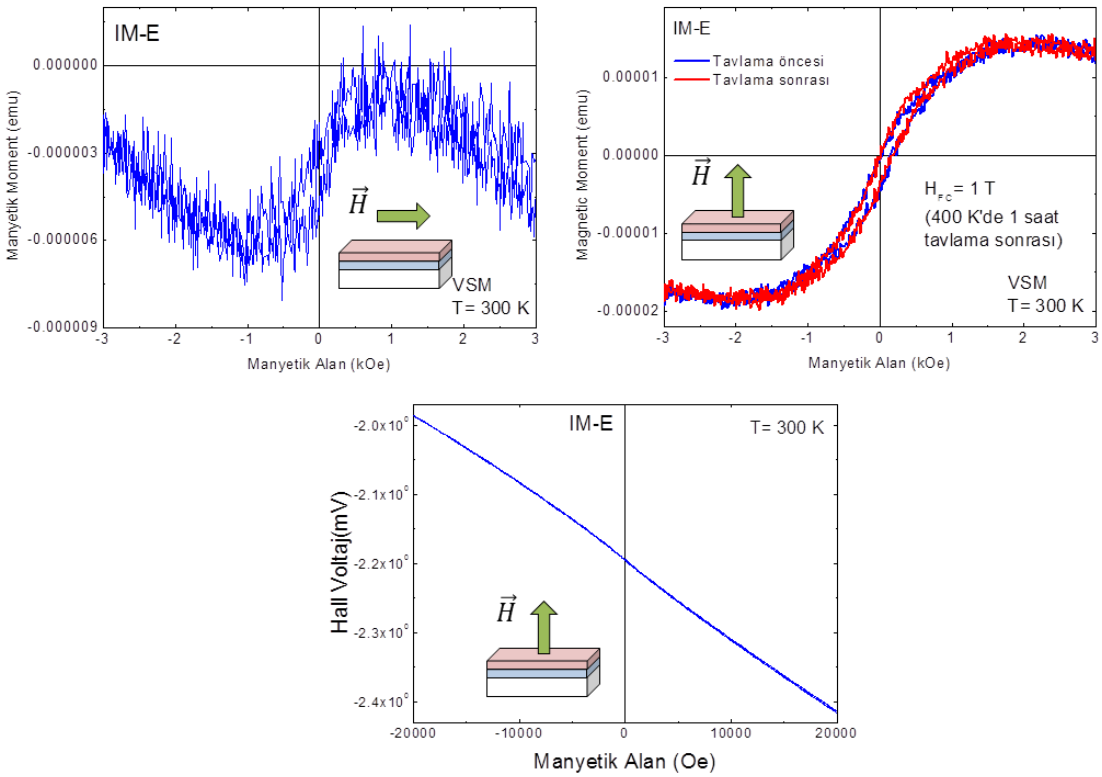
Şekil 46. IM-C isimli örneğe ait sıcaklığa bağlı olarak zorlayıcı alanların değişimi gösterilmiştir.

Üçüncü örnek ile örnek düzleminde EB etkisinin gözlemlenmesinden sonra 500°C'de hazırlanmış IrMn'ın AF malzeme olarak kullanılabileceği anlaşılmış oldu ve IrMn kullanılarak örnek düzlemine dik mıknatıslanmaya sahip örneklerin hazırlanması aşamasına geçildi. Bu amaçla ilk olarak IrMn üzerine 4Å kalınlığına sahip Pt tabakası ve onunda üzerine yine 4Å kalınlığına sahip Co tabakası büyütülerek bir örnek hazırlandı. Şekil 47'de bu örnek (IM-D) için alınmış ölçüm sonuçları verilmiştir.



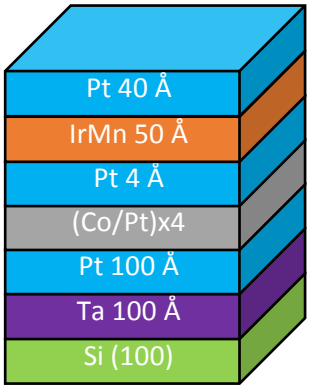
Şekil 47. IM-D isimli örneğin oda sıcaklığında örnek düzleminde (üst solda) ve örnek düzlemine dik (üst sağda) geometrilerde VSM ölçümü ve örnek düzlemine dik (altta) geometride AHE ölçümü gösterilmiştir.

500°C'de hazırlanan IrMn tabakanın yüzeyi çok pürüzlü için, dik mıknatıslanmaya sahip örneklerin büyütülebilmesi için, Pt ve Co kalınlıklarının dördüncü örneğe kıyasla bir miktar artırılmasına karar verildi. Bu amaçla IrMn üzerine 7Å Pt ve 5Å Co büyütüldü. Şekil 48'de bu son örnek için alınmış ölçüm sonuçları gösterilmiştir. Bu örnek ile de oda sıcaklığında hem VSM ile hem de AHE ile yapılan ölçümlerde yine düzgün sonuçlar elde edilemedi.



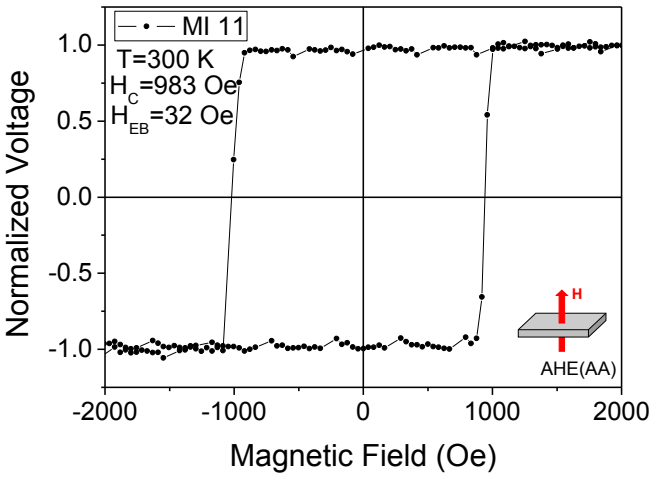
Şekil 48. IM-E isimli örneğin oda sıcaklığında örnek düzleminde (üst solda) ve örnek düzlemine dik (üst sağda) geometrilerde VSM ölçümü ve örnek düzlemine dik (altta) geometride AHE ölçümü gösterilmiştir.

Son olarak, örnek düzlemine dik geometride ve oda sıcaklığında EB gözlenmesi için Şekil 49'da gösterilen örnek sistemi büyütülmüştür. IrMn tabakasının en üste büyütüldüğü ve oda sıcaklığında hazırlanan bu örnek sisteminde (MI 11) 4 Å kalınlığındaki Co ve Pt tabakaları birbirini takip ederek dört defa tekrar edilmiştir.

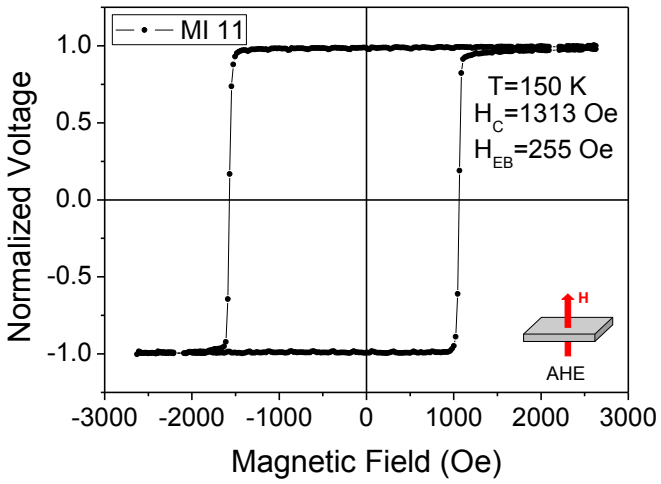


Şekil 49. AF malzeme olarak IrMn'ın kullanıldığı üçüncü grup örnek sistemi gösterilmektedir. Bu örnekte 4 Å kalınlığındaki Co ve Pt tabakaları birbirini takip ederek dört defa tekrar edilmiştir.

Şekil 50'de 4 Å kalınlığındaki Co ve Pt tabakalarının birbirini takip ederek dört defa tekrar edildiği örneğin (MI 11) oda sıcaklığında yapılan AHE ölçümü gösterilmektedir. Şekil 50'de verilen histeresis eğrisinden de görüleceği gibi, oda sıcaklığında örnek düzlemine dik geometride kolay eksen eğrisi gözlenmiş ve 32 Oe değerinde EB ölçülmüştür. Böylece projede hedeflenen en önemli sonuçlardan birine ulaşılmıştır. Aynı örneğin 150 K'de yapılan AHE ölçümlerinden 255 Oe'lik EB değeri elde edilmiştir (Şekil 51).



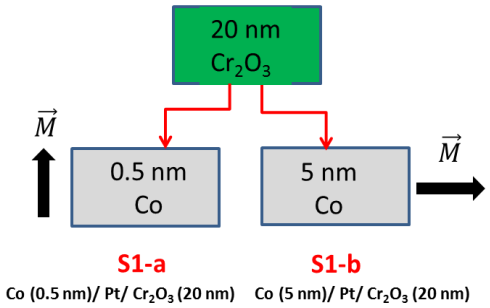
Şekil 50. MI 11 örneğinin 400K'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra, alan altında soğutularak oda sıcaklığında elde edilen AHE ölçüm sonucu gösterilmiştir.



Şekil 51. MI 11 örneğinin 400K'de 1 saat boyunca 1T manyetik alan altında tavlandıktan sonra, alan altında soğutularak 150 K'de elde edilen AHE ölçüm sonucu gösterilmiştir.

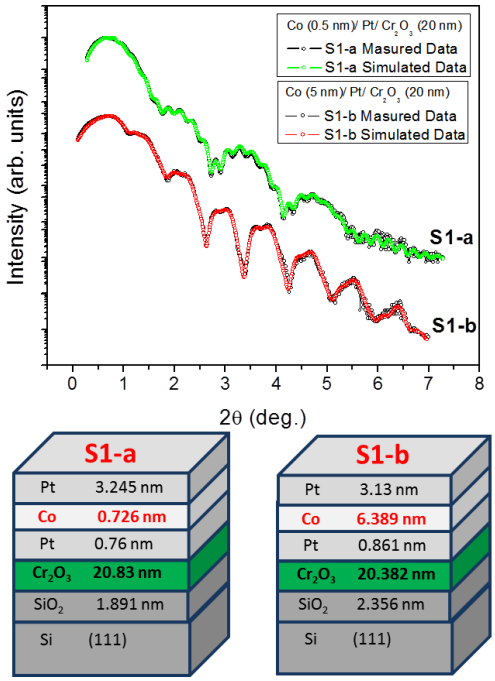
4.3 Dik Mıknatıslanmaya Sahip Co/Cr_2O_3 Tabanlı İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin İncelenmesi

Bu bölümde, proje amacına uygun olarak dik mıknatıslanmaya sahip ve oda sıcaklığı civarında exchange bias etkisi gösteren $Pt/Co/Cr_2O_3$ filmlerin hazırlanması hedeflenmiştir. IrMn tabakasının yerine, AFM Néel sıcaklığı 307 K olan Cr_2O_3 tabakası kullanılarak büyütülen ince filmlerin EB özellikleri incelenecektir. Bu amaçla, ferromanyetik (FM) tabaka kalınlığına bağlı olarak iki adet $Pt/Co/Pt/Cr_2O_3$ ince film Si (111) alttaş üzerine büyütüldü. FM tabaka kalınlıkları 0,5 nm ve 5 nm olarak iki farklı örnek sistemi tasarlandı. Co (0.5nm)/ Cr_2O_3 (20 nm) ince filmi S1-a ve Co (5nm)/ Cr_2O_3 (20 nm) ince filmi S1-b olarak adlandırıldı. Şekil 52'de bu amaçla hazırlanan örnekler şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 52. Farklı mıknatıslanma yönelimlerine sahip $Pt/Co/Pt/Cr_2O_3$ ince filmler.

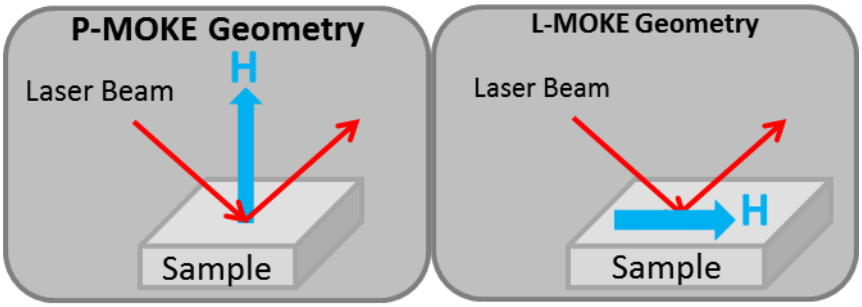
Örneklerin yapısal analizi için X-ışını yansıması (XRR) tekniği kullanıldı. XRR sonuçları "PANalytical X'Pert Reflectivity" programı ile fit edilerek örneklerin gerçek kalınlıkları, yoğunlukları ve tabakalar arası pürüzlükleri belirlendi. Şekil 53'te ölçülen ve fit edilen XRR sonuçları görülmektedir.



Şekil 53. S1-a ve S1-b örneklerinin XRR ölçümleri ve fit sonuçları (üstte). XRR fit sonuçlarına göre belirlenen örnek kalınlıkları (altta).

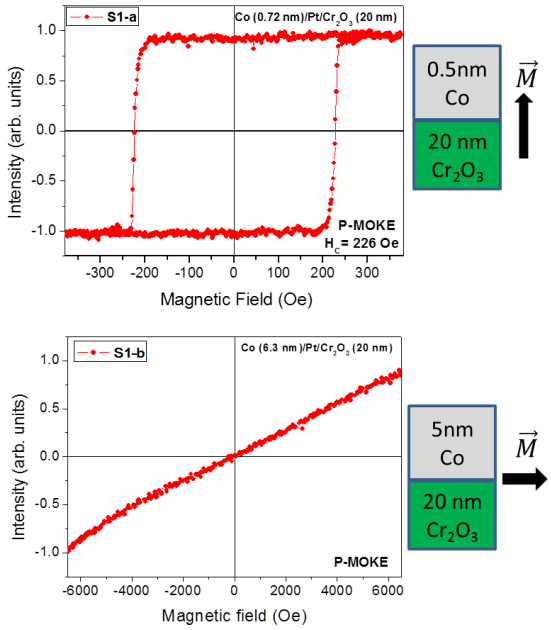
Şekil 53'te görüldüğü gibi AFM tabakasının ölçülen kalınlık değeri beklenen değer ile hemen hemen aynı iken, FM tabaka için ölçülen ve beklen değer arasında 10%'luk bir fark olduğu gözlenmiştir. Bu fark exchange bias alanını önemli derecede etkileyecek bir oran olmadığından göz ardı edilebilmektedir.

Büyütülen filmlerin manyetik karakterizasyonu için, Proje Yürütücüsü ve Bursiyer Doktora Öğrencisi Erdem Demirci tarafından tasarlanan manyeto-optik Kerr etkisi (MOKE) düzeneği ile oda sıcaklığında histeresis ölçümleri yapıldı. MOKE ölçümlerinde dış manyetik alanın örnek düzlemine dik (P-MOKE) ve paralel (L-MOKE) olduğu iki farklı geometri kullanılmıştır (Şekil 54).



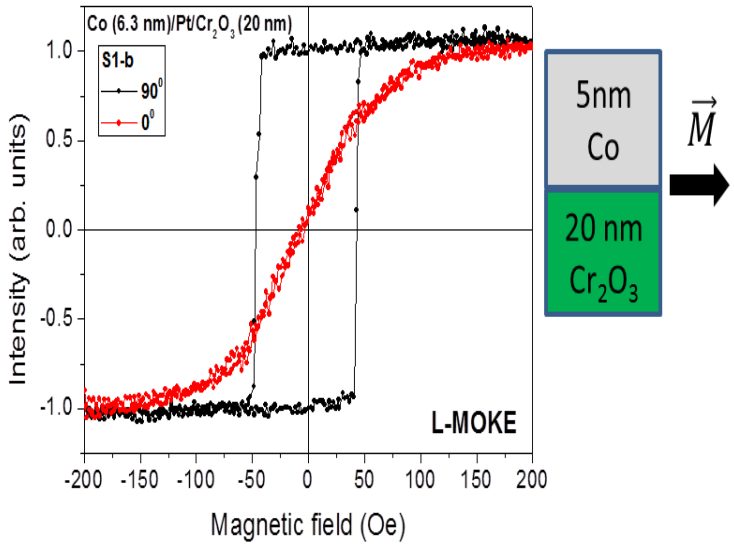
Şekil 54. P-MOKE ve L-MOKE ölçüm geometrileri.

Şekil 55'te S1-a ve S1-b örneklerinin P-MOKE ile yapılan mıknatıslanma ölçüm sonuçları gösterilmektedir. Bu sonuçlara göre 0.5 nm Co tabakasına sahip filmin örnek düzlemine dik mıknatıslanmaya sahip olduğu, 5nm Co kalınlığına sahip filmin mıknatıslanmasının ise örnek düzleminde olduğu belirlenmiştir.



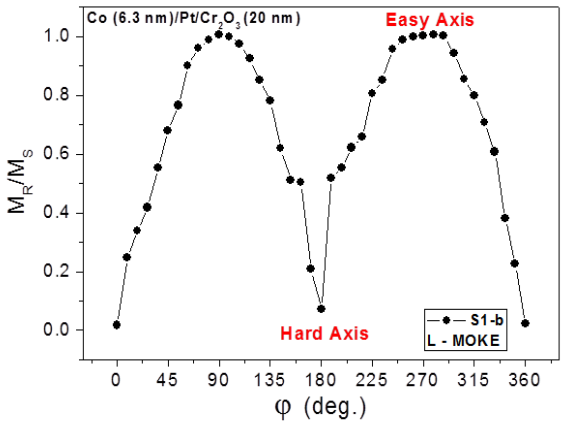
Şekil 55. S1-a ve S1-b örnekleri için P-MOKE ölçümleri.

S1-b örneğinin mıknatıslanmasının kolay yönünü belirlemek için örnek düzleminde açıya bağlı L-MOKE ölçümleri yapılmıştır. L-MOKE geometrisinde 0° (kırmızı) ve 90°'de (siyah) ölçülen S1-b örneğine ait mıknatıslanma eğrileri Şekil 56'da gösterilmiştir. Şekil 56'da açıkça görüldüğü gibi kalın Co tabakasına sahip S1-b filmi örnek düzleminde manyetik anizotropiye sahiptir. Bu durumu detaylı bir şekilde incelemek için S1-b örneğinin mıknatıslanma eğrileri örnek düzlemi açısının fonksiyonu olarak 0°-360° arasında L-MOKE ile ölçüldü.



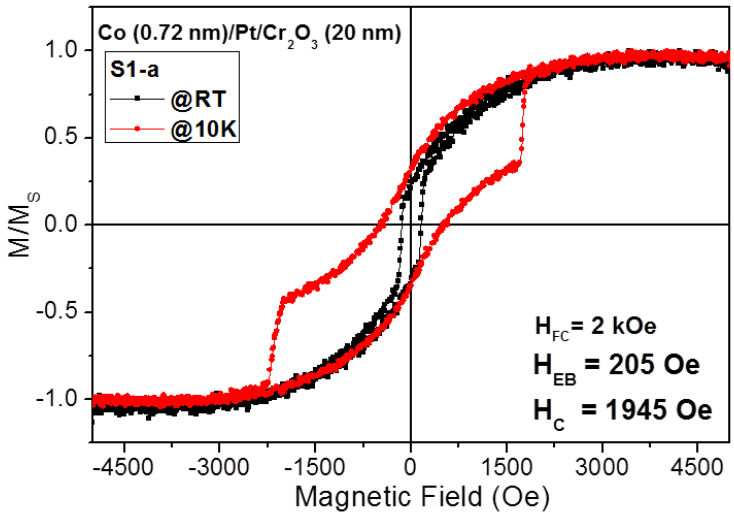
Şekil 56. S1-b örneğine ait 0 ve 90 derecede yapılan L-MOKE ölçümleri gösterilmektedir.

Şekil 57'de S1-b örneğine ait açının fonksiyonu olarak çizilmiş normalize mıknatıslanma grafiği gösterilmektedir. Bu grafikte açıkça görüldüğü gibi 5nm kalınlığa sahip Co filmi örnek düzleminde "uniaxial anisotropy" olarak adlandırılan anizotropiye sahiptir. Co tabakası çoklu kristal (polycrystal) yapıya sahip olduğundan dolayı mıknatıslanmada böyle bir davranış beklenmemektedir. Ancak film büyütme şartlarından kaynaklanan bir yönelim sayesinde Şekil 57'deki gibi anizotropik bir davranış görülmektedir.



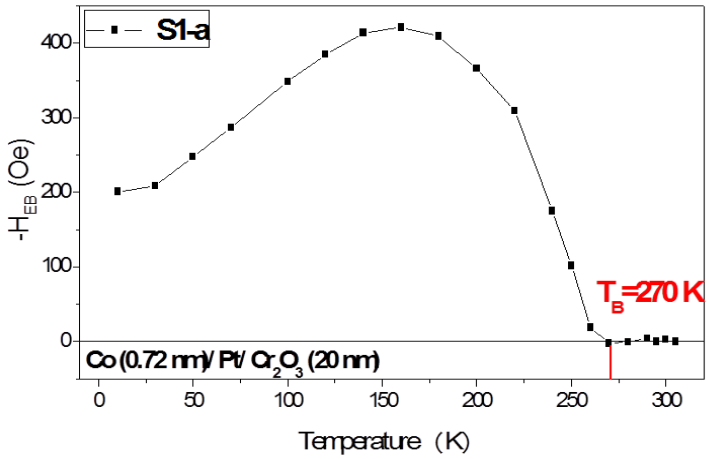
Şekil 57. S1-b örneğinin L-MOKE ile açının fonksiyonu olarak ölçülmüş normalize mıknatıslanma değerleri.

Oda sıcaklığında MOKE ile mıknatıslanmanın kolay eksenleri belirlendikten sonra, titreşimli örnek manyetometresi (VSM) kullanılarak, her iki örneğin kolay eksenlerinde sıcaklığa bağlı mıknatıslanma ve EB ölçümleri yapıldı. Ölçüm yöntemi açısından ilk olarak örnekler, AFM Cr_2O_3 tabakasının Néel sıcaklığı olan 307 K üzerine, yaklaşık 320K'ye kadar ısıtıldı. Daha sonra belirlenen hedef sıcaklığa 2 kOe alan altında soğutuldu ve mıknatıslanma ölçümü yapıldı. Ölçüm sonrası örnekler tekrar 320 K'e kadar ısıtıldı ve başka bir hedef sıcaklığa yine alan altında soğutuldu. Bu işlem farklı hedef sıcaklıkları için her ölçümde tekrarlandı. Şekil 58'de S1-a örneğinin örnek düzlemine dik yönde manyetik alan uygulanılarak ölçülen mıknatıslanma eğrileri gösterilmiştir. Oda sıcaklığında ölçülen histeresis eğrisinde (siyah) zorlayıcı alan değerleri simetrik çıkmıştır. Ancak 2 kOe'lik alan altında 10 K'e kadar soğutulduktan sonar mıknatıslanma eğrisinde (kırmızı) zorlayıcı alan değerleri oldukça genişlemiş ve uygulanan alana zıt yönde bir kayma meydana gelmiştir. Bu kayma miktarı (EB) 205 Oe olarak belirlenmiştir.



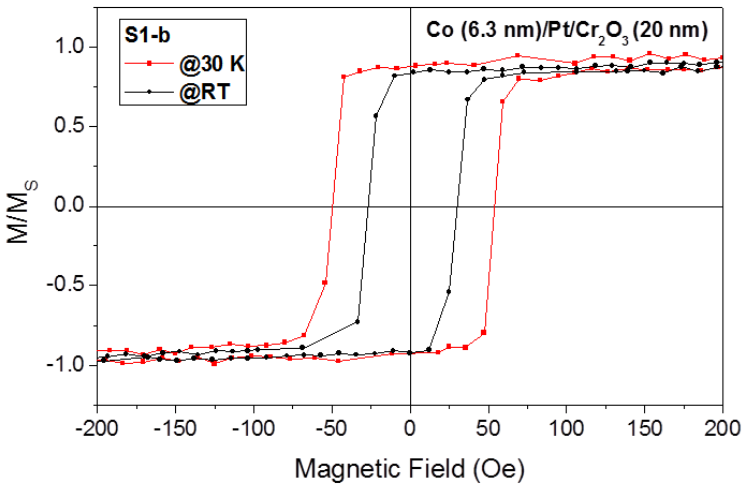
Şekil 58. S1-a örneğinin oda sıcaklığında (siyah) ve 10 K'de (kırmızı) VSM cihazıyla ölçülen mıknatıslanma eğrileri.

Şekil 59'da S1-a örneği için histeresis eğrilerinden belirlenen exchange bias alanları sıcaklığın fonksiyonu olarak çizdirilmiştir. Oda sıcaklığından itibaren sıcaklığın 270 K'e düşmesine kadar exchange bias alanı mevcut değildir. Ancak 270 K sonrası sıcaklığın düşmesiyle exchange bias alanı 150 K'e kadar artmaktadır. Daha sonra sıcaklık 10 K'e düşünceye kadar exchange bias alanı düşmeye başlamaktadır. Exchange bias alanının ilk olarak gözlemlenmeye başladığı kritik sıcaklık değeri olan engelleme sıcaklığı (Blocking Temperature) yaklaşık 270 K olarak belirlenmiştir.



Şekil 59. S1-a örneğine ait farklı sıcaklıklarda ölçülen exchange bias alanları.

Şekil 60'ta S1-b örneğinin oda sıcaklığında ve 30 K'de VSM ile ölçülen mıknatıslanma eğrileri gösterilmektedir. Oda sıcaklığında ölçülen histeresis eğrisinde (siyah) zorlayıcı alanlar birbirlerine eşittir. 2 kOe'lik alan altında 30 K'e kadar soğutulduktan sonra ölçülen mıknatıslanma eğrisinde (kırmızı) zorlayıcı alanlar sıcaklığın düşmesiyle genişlediği görülmektedir. Ancak histeresis eğrisinde uygulanan alan yönünde veya alana zıt bir kayma (EB) meydana gelmemiştir.

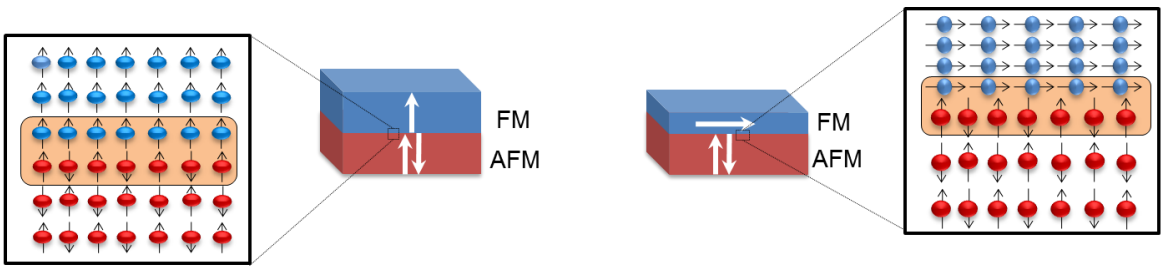


Şekil 60. S1-b örneğinin oda sıcaklığında (siyah) ve 30 K'de (kırmızı) VSM cihazıyla ölçülen mıknatıslanma eğrileri.

Bu durumu açıklamak için AFM/FM arayüzeyindeki manyetik momentlerin birbirleriyle olan değiş-tokuş etkileşmesi göz önüne alınabilir. Değiş-tokuş enerjisi formülü (4) kullanılarak AFM ve FM tabakaların spinleri arasındaki φ açısı değerine göre exchange bias etkisi değerlendirilebilir.

$$E_{ex} = -2J_{ex}S_{FM}S_{AFM}cos\varphi \qquad (4)$$

Şekil 61'de gösterildiği gibi, eğer AFM ve FM tabakaların manyetik momentleri arasındaki φ açısı 0° veya 180° ise $cos\varphi \neq 0$ olacaktır. Bunun anlamı, denklem 4'e göre E_{ex} değerinin sıfırdan farklı olması, dolayısıyla sistemde bir değiş-tokuş etkileşmesi yoluyla exchange bias etkisinin ortaya çıkmasıdır. Ancak φ açısı 90° ise $cos\varphi = 0$ olacağından, E_{ex} enerjisi de 0 olacaktır. Böylece değiş-tokuş etkileşmesi olmaması sebebiyle exchange bias alanı gözlemlenmeyecektir. AFM Cr_2O_3 tabakasının spin ekseninin örnek düzlemine dik olduğu göz önüne alınırsa, S1-b örneğinde EB etkisinin gözlenmemesi denklem 4 ile açıklanabilir.



Şekil 61. S1-a (sol) ve S1-b (sağ) örnekleri için FM ve AFM tabakaların manyetik momentlerinin şematik gösterimi.

5. TARTIŞMA/SONUÇ

Sonuç olarak, bu proje kapsamında dik mıknatıslanmaya sahip Co/Pt/CoO, Co/Pt/IrMn ve Co/Pt/Cr_2O_3 olmak üzere üç farklı örnek sisteminde exchange bias etkisi gözlenmiş ve exchange biasın elektrik alan altındaki davranışı incelenmiştir.

Proje kapsamında hazırlanan bütün örnek sistemlerinde 4 Å - 5 Å kalınlığındaki Co ve Pt tabakaları Angström seviyesindeki hassasiyetle büyütülmüş ve örnek düzlemine dik mıknatıslanma gözlenmiştir. Bununla birlikte, antiferromanyetik tabaka olarak CoO ve Cr_2O_3 kullanılan örnek sistemlerinde 270 K'in altındaki sıcaklıklarda dik EB etkisi gözlenmiştir. IrMn'lı örnek sisteminde ise oda sıcaklığında dik EB etkisi oluşturulmuştur.

Projenin en önemli adımlarından biri olarak, Co/Pt/CoO örnek sisteminde farklı yalıtkan tabakalar kullanılarak EB'ın elektrik alanla kontrolü konusunda çalışmalar yapılmıştır. Yalıtkan tabaka olarak MgO ve Apiezon N Grease kullanılarak yapılan ölçümlerde +300 V uygulandığında oluşan elektrik alan ile Co/Pt/CoO sistemindeki exchange bias değeri 133 Oe kadar artırılmıştır. Böylece projede önerisinde hedeflenen bilimsel sonuca ulaşılmıştır.

Bununla birlikte, proje konusunda çalışan 4 yüksek lisans (Ahmet Yağmur, Ertuğrul Karaca, Ayşe Sönmez, Ayşe Canlı) ve 2 doktora (Erdem Demirci, Mustafa Öztürk) öğrencisine tez yaptırılmıştır.

Bunlara ek olarak, proje çalışmalarının sonuçları uluslararası dergilerde 4 adet makale olarak yayınlanmış (Demirci vd., 2014; Akdoğan vd., 2015; Demirci vd., 2015; Öztürk vd., 2016), birçok uluslararası ve ulusal konferanslarda sözlü ve poster olarak sunulmuştur.

KAYNAKLAR

Akdoğan, N. et al. 2015. Interface induced manipulation of perpendicular exchange bias in Pt/Co/(Pt, Cr)/CoO thin films, J. Magn. Magn. Mater., 373, 120.

Akdoğan, N. et al. 2011. Field cooling-induced magnetic anisotropy in exchange biased CoO/Fe bilayer studied by ferromagnetic resonance, J Magn Magn Mater, 323, 346-350.

Ali, M. et al. 2003. Antiferromagnetic layer thickness dependence of the IrMn/Co exchange-bias system, Phys Rev B, 68, 21.

Baibich, M. N. et al. 1988. Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices, Phys Rev Lett., 61, 2472-2475.

Berkowitz, A. E. & Takano, K. 1999. Exchange anisotropy: a review, J. Magn. Magn. Mater., 200, 552.

Binasch, G., Grunberg, P., Saurenbach, F. & Zinn, W. 1989. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer Exchange, Physical Review B Condensed Matter, 39, 4828-4830.

Boukari, H. et al. 2002. Light and electric field control of ferromagnetism in magnetic quantum structures, Phys Rev Lett, 88, 20.

Chiba, D., Yamanouchi, M., Matsukura, F. & Ohno, H. 2003. Electrical manipulation of magnetization reversal in a ferromagnetic semiconductor, Science, 301, 943-945.

Chiba, D., Matsukura, F. & Ohno, H. 2006. Electric-field control of ferromagnetism in (Ga,Mn)As, Appl Phys Lett, 89, 16.

Chiba, D. et al. 2008. Magnetization vector manipulation by electric fields, Nature, 455, 515-518.

Chiba, D. et al. 2011. Electrical control of the ferromagnetic phase transition in cobalt at room temperature, Nature Materials, 10, 853-856.

Chu, Y. H. et al. 2008. Electric-field control of local ferromagnetism using a magnetoelectric multiferroic, Nature Materials, 7, 678-678.

Daughton, J. M. 1997. Magnetic tunneling applied to memory, J Appl Phys, 81, 3758-3763.

Demirci, E. et al. 2015. Investigation of spin canting phenomena in perpendicularly exchange biased Pt/Co/Pt/Cr_2O_3 thin films, Thin Solid Films, 591, 72.

Demirci et al., 2014. Temperature-dependent exchange bias properties of polycrystalline Pt_xCo_{1-x}/CoO bilayers, Thin Solid Films, 550, 595–601.

Demirci, E. et al. 2012. Thickness and temperature dependence of exchange bias in Co/CoO bilayers, J Supercond Nov Magn, 25, 2591–2595.

Devasahayam, A. J. & Kryder, M. H. 1999. The dependence of the antiferromagnet/ferromagnet blocking temperature on antiferromagnet thickness and deposition conditions, J Appl Phys, 85, 5519-5521.

Endo, M., Kanai, S., Ikeda, S., Matsukura, F. & Ohno, H. 2010. Electric-field effects on thickness dependent magnetic anisotropy of sputtered MgO/Co(40)Fe(40)B(20)/Ta structures, Appl Phys Lett, 96, 21.

Goennenwein, S. T. B. et al. 2008. Piezo-voltage control of magnetization orientation in a ferromagnetic semiconductor, Phys Status Solidi-R, 2, 96-98.

Kiwi, M. 2001. Exchange bias theory, J Magn Magn Mater, 234, 584-595.

Lang, X. Y., Zheng, W. T. & Jiang, Q. 2007. Dependence of the blocking temperature in exchange biased ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers on the thickness of the antiferromagnetic layer, Nanotechnology, 18, 15.

Lottermoser, T. et al. 2004. Magnetic phase control by an electric field, Nature, 430, 541-544.

Maruyama, T. et al. 2009. Large voltage-induced magnetic anisotropy change in a few atomic layers of iron, Nature Nanotechnology, 4, 158-161.

Meiklejohn, W. & Bean, C. P. 1956. Phys. Rev., 102, 1413.

Moodera, J. S., Kinder, L. R., Wong, T. M. & Meservey, R. 1995. Large magnetoresistance at room temperature in ferromagnetic thin film tunnel junctions, Phys Rev Lett, 74, 3273-3276.

Nogues, J. & Schuller, I. K. 1999. Exchange bias, J. Magn. Magn. Mater., 192, 203.

Nogues, J. et al. 2005. Exchange bias in nanostructures, Phys Rep, 422, 65-117.

Nowak, G. et al. 2007. Structural and magnetic properties of stoichiometric epitaxial CoO/Fe exchange-bias bilayers, Phys. Rev. B, 75, 174405.

Ohno, H. et al. 2000. Electric-field control of ferromagnetism, Nature, 408, 944-946.

Overby, M., Chernyshov, A., Rokhinson, L. P., Liu, X. & Furdyna, J. K. 2008. GaMnAs-based hybrid multiferroic memory device, Appl Phys Lett, 92, 19.

Öztürk, M. et al. 2016. Coexistence of perpendicular and in-plane exchange bias using a single ferromagnetic layer in Pt/Co/Cr/CoO thin film, Europhysics Letters (EPL), 114, 17008.

Öztürk, M. et al. 2012. Effect of exchange bias on magnetic anisotropies in Fe/CoO bilayers, J Supercond Nov Magn, 25, 2597–2603.

Parkin, S. S. P. et al. 1999. Exchange-biased magnetic tunnel junctions and application to nonvolatile magnetic random access memory (invited), J Appl Phys, 85, 5828-5833.

Radu, F. et al. 2006. Soft X-ray resonant magnetic scattering studies on Fe/CoO exchange bias system, J. Magn Magn. Mater., 300, 206.

Radu, F. & Zabel, H. 2008. Magnetic Heterostructures; Advances and Perspectives in Spinstructures and Spintransport, Series. Springer Tracts Modern Physics, 227, 97.

Van der Zaag, P. J. et al. 2000. The blocking and Neel temperature in exchange-biased Fe3O4/CoO multilayers, Physica B, 276, 638-639.

Weisheit, M. et al. 2007. Electric field-induced modification of magnetism in thin-film ferromagnets, Science, 315, 349-351.

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Doç. Dr. NUMAN AKDOĞAN
Proje No:	112T857
Proje Başlığı:	Dik Mıknatıslanmaya Sahip Pt/Co/Coo Ve Pt/Co/Irmn Ince Filmlerde Exchange Bias Etkisinin Elektrik Alan Ile Manipülasyonu.
Proje Türü:	1001 - Araştırma
Proje Süresi:	36
Araştırmacılar:	FİKRET YILDIZ, SİNAN KAZAN
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	GEBZE TEKNİK Ü. TEMEL BİLİMLER F. FİZİK B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	01/04/2013 - 01/04/2017
Onaylanan Bütçe:	441880.0
Harcanan Bütçe:	339941.46
Öz:	Bu projede, ferromanyetik (FM) metal ile antiferromanyetik (AF) tabakalar arasındaki exchange bias (EB) etkisinin elektrik alan ile kontrolü konusunda çalışmalar yapılmıştır. Bunun için örnek düzlemine dik mıknatıslanmaya sahip FM/AF yapısındaki örnekler alttaş üzerine önce sürekli bir film yapısında büyütülmüş ve yapısal ve manyetik özellikleri XPS, XRD, VSM, MOKE ve FMR teknikleri ile belirlenmiştir. Ardından AHE ölçüm geometrisinde elektrik alan altında ölçümler yapılmıştır. FM/AF örnek sisteminde, AF tabaka olarak, önce düşük sıcaklıklarda çalışma kolaylığı sağlayan CoO ve Cr2O3 kullanılmış, daha sonra buradan elde edilen deneyimlerle teknolojik uygulamalarda önemli role sahip IrMn kullanılmıştır. Her üç örnek sisteminde de ferromanyetik katman olarak 4-5 Angström kalınlığındaki çok ince Co tabakası kullanılmıştır. Co/Pt/CoO, Co/Pt/Cr2O3 ve Co/Pt/IrMn yapısındaki ince filmlerde dik exchange bias gözlenmiş ve +300 Volt kapı gerilimi uygulanan Co/Pt/CoO örneğinde EB 133 Oe kadar artırılmıştır. Sonuç olarak, proje önerisinde hedeflenen bilimsel sonuçlara ulaşılmış, EB?ın elektrik alan ile manipülasyonu ve FM/AF ara yüzeylerdeki etkileşmeler hakkında ileri düzeyde bilgiler elde edilmiş ve EB sistemlerinin yeni nesil çok fonksiyonlu cihaz uygulamaları için uygunluğu araştırılmıştır. Ayrıca, proje çalışmaları kapsamında 4 yüksek lisans ve 2 doktora tezi yaptırılmış, 4 bilimsel makale uluslararası dergilerde yayınlanmış, ulusal ve uluslararası konferanslarda birçok sözlü ve poster sunumu yapılmıştır.
Anahtar Kelimeler:	Exchange biasın elektrik alan ile kontrolü, anormal Hall etkisi, örnek düzlemine dik mıknatıslanma.
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır

TÜBİTAK

Projeden Yapılan Yayınlar:	1- Investigation of spin canting phenomena in perpendicularly exchange biased Pt/Co/Pt/Cr2O3 thin films (Makale - İndeskli Makale), 2- PtCo/CoO İnce Filmlerde PtCo Kalınlığının Manyetik Anizotropilere ve Exchange Bias Üzerine Etkisinin İncelenmesi (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 3- [Ni/Pt/CoO]x Çok Katlı Filmlerde Kaydırma Etkisi (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 4- Layer number dependence of exchange bias in [Ni/Pt/CoO]x Multilayers (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 5- [Ni/Pt/CoO]1,2,3,4 İNCE FİLMLERDE KAYDIRMA ETKİSİNİN TABAKA SAYISINA BAĞLI OLARAK İNCELENMESİ (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 6- Pt/Co/Pt/Cr2O3 İnce Filmlerde Spin Canting Olayının İncelenmesi (Bildiri - Ulusal Bildiri - Sözlü Sunum), 7- Investigation of spin canting phenomena in perpendicularly exchange biased Pt/Co/Pt/Cr2O3 thin films (Bildiri - Ulusal Bildiri - Sözlü Sunum), 8- Double exchange bias effect in Pt/Co/Cr/CoO thin film (Bildiri - Ulusal Bildiri - Sözlü Sunum), 9- Pt/Co/Cr/CoO Çok Katlı İnce Filminde Çift Geometrili Exchange Bias Etkisi (Bildiri - Ulusal Bildiri - Sözlü Sunum), 10- Poster Ödülü (Ödül - Ulusal Ödül - Diğer), 11- PtCo/CoO İNCE FİLMLERİN MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN PtCo KALINLIĞINA BAĞLI OLARAK İNCELENMESİ (Tez (Araştırmacı Yetiştirilmesi) - Yüksek Lisans Tezi), 12- [Ni/CoO]x Çok Katlı İnce Filmlerin Yapısal ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi (Tez (Araştırmacı Yetiştirilmesi) - Yüksek Lisans Tezi), 13- Temperature-dependent exchange bias properties of polycrystallinePtCo/CoO bilayers (Makale - İndeskli Makale), 14- Interface induced manipulation of perpendicular exchange bias in Pt/Co/(Pt,Cr)/CoO thin films (Makale - Diğer Hakemli Makale), 15- Temperature-dependent exchange bias properties of polycrystalline PtxCo1-x/CoO bilayers (Makale - Diğer Hakemli Makale), 16- Perpendicular exchange bias in magnetic multilayers (Bildiri - Ulusal Konferans - Davetli Konuşmacı), 17- İnce Filmlerde Exchange Bias Etkisinin Sıcaklığa Bağlı Davranışının İncelenmesi (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 18- Çok Katlı İnce Filmlerde Kaydırma Etkisinin İncelenmesi (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 19- Tuning exchange bias in PtCo/CoO multilayers (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 20- Structural and Magnetic Properties of Exchange Biased [Ni/CoO]n Multilayers (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 21- PtCo/CoO İnce Filmlerin Yapısal ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 22- Structural and magnetic properties of exchange biased Pt/Co/(Pt,Cr)/CoO multilayers (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 23- Interface effects in exchangebiased Co/(Pt,Cr)/CoO thin films (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 24- Exchange bias properties of Pt/Co/X/CoO/Pt multilayers (X=Pt, Cr) (Bildiri - Ulusal Bildiri - Poster Sunum), 25- Manipulation of exchange bias in PtCo/CoO multilayers (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 26- Manipulation of exchange bias in PtCo/CoO multilayers (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 27- Manipulation of exchange bias in PtCo/CoO multilayers (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 28- Temperature-dependent exchange bias properties of Pt/Co/Pt/Cr2O3 Thin Film (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 29- Structural and magnetic properties of exchange biased Co/(Pt,Cr)/CoO thin films (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 30- Interface induced manipulation of perpendicular exchange bias in Co/CoO thin films (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 31- Tuning exchange bias in Pt/Co/(Pt,Cr)/CoO thin films (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 32- Temperature-dependent exchange bias properties of polycrystalline PtxCo1-x/CoO bilayers (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum), 33- Temperature dependent studies of exchange biased [Co/CoO]n multilayers (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum),

TÜBİTAK

	34- Exchange bias properties of [Co/CoO]n multilayers (Bildiri - Ulusal Bildiri - Sözlü Sunum), 35- Temperature-dependent exchange bias properties of polycrystalline PtxCo1-x/CoO bilayers (Bildiri - Ulusal Bildiri - Sözlü Sunum), 36- Interface induced manipulation of perpendicular exchange bias in Pt/Co/(Pt,Cr)/CoO thin films (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum), 37- Dik Mıknatıslanmaya Sahip Örnek Sistemlerinde Kaydırma Etkisinin Araştırılması (Tez (Araştırmacı Yetiştirilmesi) - Yüksek Lisans Tezi), 38- ÇOK KATLI İNCE FİLMLERDE KAYDIRMA (EXCHANGE BIAS) ETKİSİ (Tez (Araştırmacı Yetiştirilmesi) - Yüksek Lisans Tezi), 39- Coexistence of perpendicular and in-plane exchange bias using a single ferromagnetic layer in Pt/Co/Cr/CoO thin film (Makale - İndeskli Makale), 40- Simultaneous observation of perpendicular and in-plane exchange bias in Pt/Co/Cr/CoO thin film (Bildiri - Ulusal Bildiri - Sözlü Sunum), 41- Extraordinary temperature dependence of PEB in ultra-thin Co (6Å)/Pt (8Å)/Cr2O3 (0006) layered structure (Bildiri - Ulusal Bildiri - Sözlü Sunum), 42- Co/CoO TABANLI İNCE FİLMLERDE EXCHANGE BIAS'IN ELEKTRİK ALAN İLE KONTROLÜ (Tez (Araştırmacı Yetiştirilmesi) - Doktora Tezi), 43- MANYETOELEKTRİK Cr2O3 TABANLI İNCE FİLM SİSTEMLERİNDE DİK EXCHANGE BIAS ETKİSİNİN İNCELENMESİ (Tez (Araştırmacı Yetiştirilmesi) - Doktora Tezi), 44- Manipulation of exchange bias in Pt/Co/M/CoO/Pt multilayers (M=Pt, Cr) (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Poster Sunum),

TÜBİTAK