

**Al KATKILI CdMnO SEYRELTİK MANYETİK  
YARIİLETKENİN MANYETİK, YAPISAL,  
YÜZEYSEL ve OPTİK ÖZELLİKLERİNİN  
İNCELENMESİ**  
**Mehmet AYDIN**  
**Yüksek Lisans Tezi**  
**Danışman: Yrd. Doç. Dr. Kadir ERTÜRK**

**2014**

**T.C.**  
**NAMIK KEMAL ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**AI KATKILI CdMnO SEYRELTİK MANYETİK YARIİLETKENİN MANYETİK,  
YAPISAL, YÜZEYSEL ve OPTİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Mehmet AYDIN**

**FİZİK ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN: Yrd. Doç. Dr. Kadir ERTÜRK**

**TEKİRDAĞ-2014**

**Her Hakkı Saklıdır**

Yrd. Doç. Dr. Kadir ERTÜRK danışmalığında, Mehmet AYDIN tarafından hazırlanan " Al katkılı CdMnO seyreltik manyetik yarıiletkenin manyetik, yapısal, yüzeysel ve optik özelliklerinin incelenmesi" isimli bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından Fizik Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak oy birliği ile kabul edilmiştir.

Jüri Başkanı : Yrd. Doç. Dr. Beyhan TATAR

*İmza :*

Üye : Yrd. Doç. Dr. Erdal BAYRAM

*İmza :*

Üye : Yrd. Doç. Dr. Kadir ERTÜRK

*İmza :*

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu adına

Prof. Dr. Fatih KONUKCU  
**Enstitü Müdürü**

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Al KATKILI CdMnO SEYRELTİK MANYETİK YARIİLETKENİN MANYETİK,  
YAPISAL, YÜZEYSEL ve OPTİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

**Mehmet AYDIN**

Namık Kemal Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Kadir ERTÜRK

Seyreltik manyetik yarıiletkenler (DMS) manyetik olmayan atomların bir kısmının manyetik atomlarla yer değiştirmesiyle oluşur. Bu amaçla birçok yarıiletkene manyetik atomlar katılanmış ve manyetiklik özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmada sol-gel yöntemiyle hazırlanan  $Cd_{0,95-x}Mn_{0,05}Al_xO$  ( $x=0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10$ ) seyreltik manyetik yarıiletkeninin manyetik, yapısal, yüzeysel ve optik özellikleri incelenmiştir. Elde edilen örneklerin manyetiklik özellikleri titreşimli örnek manyetometresi (VSM) kullanılarak ölçülmüştür. Yapısal özellikleri X-ışınımı toz kırınımı (XRD) kullanılarak ölçülmüş ve kristal örgü yapıları saptanmıştır. Yüzeysel özellikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak ölçülmüş ve örneklerin yüzey analizleri yapılmıştır. Optik özellikleri UV-görünür spektrofotometresi (UV) kullanılarak ölçülmüştür.

**Anahtar Kelimeler:** Seyreltik manyetik yarıiletkenler, Sol-gel, X-ışınımı toz kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), titreşimli örnek manyetometresi (VSM)

2014, 49 Sayfa

## ABSTRACT

MSc. Thesis

### INVESTIGATION OF THE STRUCTURAL, SURFACE, MAGNETIC AND OPTICAL PROPERTIES OF Al-DOPED CdMnO DILUTE MAGNETIC SEMICODUCTORS

Namık Kemal University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Physics

Supervisor: Assist. Prof. Dr. Kadir ERTÜRK

Dilute magnetic semiconductors (DMS) with the nonmagnetic atoms by replacing of part of the magnetic atoms occurs. For this purpose, magnetic atoms doped many semiconductor and magnetics properties were investigated. In this thesis, prepared by sol-gel method  $\text{Cd}_{0,95-x}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_x\text{O}$  ( $x=0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10$ ) of the dilute magnetic semiconductors, magnetic, structural, surface and optical properties were investigated. Magnetization properties of the samples obtained was measured by vibrating sample magnetometer (VSM). Structural properties was measured by X-ray diffraction and crystal lattice parameter was determined. Surface properties was measured by scanning electron microscope (SEM) and the surface of the samples was analyzed. The optical properties was measured by UV-visible spectrophotometer (UV).

**Keywords:** Dilute magnetic semiconductors, Sol-gel, X-ray diffraction (XRD), Scanning electron microscope (SEM), UV-visible spectrophotometer (UV)

2014, 49 Pages

## **TEŐEKKÜR**

Yüksek lisans ve tez çalışmam boyunca gösterdiği destek ve yardımlarından dolayı değerli danışman hocam Yrd. Doç. Dr. Kadir ERTÜRK' e, tez çalışmam boyunca bilgi ve birikimlerini benden esirgemeyen ve bana yol gösteren Uludağ Üniversitesi Öğretim Üyelerinden saygı değer hocam Yrd. Doç. Dr. Aslı Ayten Kaya' ya, deneysel çalışmalarımda bilgi ve birikimini benden esirgemededen yardımcı olan Uludağ Üniversitesi Araş. Gör. Yunus Kaya'ya, ayrıca çalışmalarımızda gereken maddi desteği sağlayan Namık Kemal Üniversitesi BAP başkanlığına, lisans ve yüksek lisans hayatım boyunca desteğini ve yardımını her zaman gördüğüm değerli arkadaşım Ayten ARSLAN'a, öğrenim hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen aileme en içten duygularıyla teşekkür ederim.

## İÇİNDEKİLER

<b>ÖZET</b> .....	i
<b>ABSTRACT</b> .....	ii
<b>TEŞEKKÜR</b> .....	iii
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	iv
<b>ŞEKİL DİZİNİ</b> .....	vi
<b>KISALTMALAR VE SEMBOLLER</b> .....	viii
<b>ÇİZELGE DİZİNİ</b> .....	ix
<b>1.GİRİŞ</b> .....	1
<b>KURAMSAL TEMELLER</b> .....	3
2.1 Seyreltilmiş Manyetik Yarıiletkenler .....	3
2.2 Sol-Gel Yöntemi .....	6
2.2.1 Sol-Gel Oluşumu .....	9
2.2.2 Sol-gel Yöntemleri .....	11
2.2.2.1 Daldırma Yöntemi .....	11
2.2.2.2 Döndürerek Kaplama .....	12
2.2.2.3 Sıvı Püskürtme Yöntemi .....	13
2.2.3 Sol-Gel Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları .....	13
2.3 Histerisis Eğrileri ve Özellikleri .....	14
<b>MATERYAL VE YÖNTEM</b> .....	18
3.1 Giriş .....	18
3.2 Numune Hazırlama .....	18
3.3 X-ışını Toz Kırınım (XRD) .....	20
3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) .....	21
3.5 Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM) .....	22
3.6 UV-Görünür Spektrofotometresi (UV-Vis) .....	24
<b>ARAŞTIRMA BULGULARI</b> .....	26
4.1 Yapısal Özellikler .....	26
4.2 Yüzeysel Özellikler .....	30
4.3 Manyetik Özellikler .....	36
4.4 Optik Özellikler .....	37
<b>TARTIŞMA ve SONUÇ</b> .....	44

<b>KAYNAKLAR</b> .....	46
<b>ÖZGEÇMİŞ</b> .....	49



## ŞEKİL DİZİNİ

Şekil 2.1: Seyreltik Manyetik Yarıiletken yapının beklenen oluşumu.....	3
Şekil 2.2 : %5 Mn içeren bazı p-tipi yarıiletkenlerin Curie sıcaklık değerlerinin karşılaştırılması.....	5
Şekil 2.3: Üç çeşit yarıiletken. (a) Manyetik olmayan yarıiletken, manyetik iyonlar içermiyor, (b) Seyreltilmiş manyetik yarıiletken (DMS), manyetik olmayan yarıiletken ve manyetik geçiş metali (TM) arasında; paramanyetik durumda, (c) DMS; Taşıyıcı katkılanması (deşik eklenmesi) ile ferromanyetik durumda.....	6
Şekil 2.4 : Sol-gel tekniği ile kaplanan ince film üretimi.....	7
Şekil 2.5 : Sol-gel yönteminde yaygınca kullanılan katalizörler.....	9
Şekil 2.6 : Daldırma işlemi ile film oluşumunun şematik gösterimi.....	12
Şekil 2.7 : Döndürmeli Kaplama İşleminin Şematik Gösterimi.....	13
Şekil 2.8 : Ferromanyetik bir malzemenin mıknatıslanarak histerisis eğrilerinin oluşumu.....	16
Şekil 2.9 : Ferromanyetik malzemenin histerisis eğrisi.....	17
Şekil 3.1 : $Cd_{0,95-x}Mn_{0,05}Al_xO$ çözeltisi için numune hazırlama a) $x=0$ b) $x=0,02$ c) $x=0,04$ d) $x=0,06$ e) $x=0,08$ f) $x=0,1$ .....	19
Şekil 3.2 : Bragg Yasasının şematik gösterimi.....	20
Şekil 3.3 : X-ışını toz kırınım metresi.....	21
Şekil 3.4 : Taramalı elektron mikroskobunun çalışma şeması.....	22
Şekil 3.5 : VSM sisteminin temel çalışma mantığının şematik gösterimi.....	24
Şekil 3.6 : UV-Görünür spektrometresi düzeneği.....	25
Şekil 4.1 : $500^{\circ}C$ ve $600^{\circ}C$ de tavllanmış $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$ örneğinin XRD görüntüsü.....	26
Şekil 4.2 : $500^{\circ}C$ ve $600^{\circ}C$ de tavllanmış $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$ örneğinin XRD görüntüsü.....	27
Şekil 4.3 : $500^{\circ}C$ de tavllanmış $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$ ve $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$ örneklerinin XRD görüntüsü.....	28
Şekil 4.4 : $600^{\circ}C$ de tavllanmış $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$ ve $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$ örneklerinin XRD görüntüsü.....	29
Şekil 4.5 : $500^{\circ}C$ de tavllanmış $Cd_{0,95}Mn_{0,05}O$ örneğinin SEM görüntüleri a) $40\mu m$ b) $20\mu m$ c) $10\mu m$ d) $5\mu m$ e) $2\mu m$ .....	31
Şekil 4.6 : $500^{\circ}C$ de tavllanmış $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$ örneğinin SEM görüntüleri a) $40\mu m$ b) $20\mu m$ c) $10\mu m$ d) $5\mu m$ e) $2\mu m$ .....	32
Şekil 4.7 : $600^{\circ}C$ de tavllanmış $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$ örneğinin SEM görüntüleri a) $40\mu m$ b) $20\mu m$ c) $10\mu m$ d) $5\mu m$ e) $2\mu m$ .....	33

Şekil 4.8 : 500°C de tavllanmış $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$ örneğinin SEM görüntüleri a)40µm b)20µm c)10µm d)5µm e)2µm.....	34
Şekil 4.9 : 600°C de tavllanmış $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$ örneğinin SEM görüntüleri a)40µm b)20µm c)10µm d)5µm e)2µm.....	35
Şekil 4.10 : Al katkılanması yapılan CdMnO örneklerinin Histerisis eğrileri .....	37
Şekil 4.11 : 500°C de tavllanmış $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$ örneğinin $(\alpha hv)^2-hv$ değişim grafiği.....	38
Şekil 4.12 : 600°C de tavllanmış $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$ örneğinin $(\alpha hv)^2-hv$ değişim grafiği.....	39
Şekil 4.13 : 500°C de tavllanmış $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$ örneğinin $(\alpha hv)^2-hv$ değişim grafiği.....	41
Şekil 4.14 : 600°C de tavllanmış $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$ örneğinin $(\alpha hv)^2-hv$ değişim grafiği.....	42

## KISALTMALAR VE SEMBOLLER

$H_c$	Koersivite
K	Kelvin
$M_s$	Doyum Mıknatıslanması
Oe	Oersted
$T_c$	Curie sıcaklığı
$\lambda$	Nufuz Etme Derinliđi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
UV	UV-Görünür Spektrofotometresi
XRD	X-ışınımı Toz Kırınımı
VSM	Titreşimli Örnek Manyetometresi

## ÇİZELGE DİZİNİ

Çizelge 4.1: CdMnO örneğine yapılan Al katkılmasının doygunluk mıknatıslanmasına ( $M_s$ ) ve koersiviteye ( $H_c$ ) olan etkisi.....	36
Çizelge 4.2 : 500°C de tavllanmış $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$ örneğinin $(\alpha hv)^2-hv$ değerleri.....	38
Çizelge 4.3 : 600°C de tavllanmış $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$ örneğinin $(\alpha hv)^2-hv$ değerleri.....	40
Çizelge 4.4 : 500°C de tavllanmış $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$ örneğinin $(\alpha hv)^2-hv$ değerleri.....	41
Çizelge 4.5 : 600°C de tavllanmış $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$ örneğinin $(\alpha hv)^2-hv$ değerleri.....	43

## 1.GİRİŞ

Yüksek hızda düşük güç tüketmeleri nedeniyle spintronik malzemeler üzerindeki arařtırmalar son yıllarda hız kazanmaktadır. (Syed Ali K S ve ark) Spintronik cihazlar, mikroelektronikte muazzam gelişmeler oluşturmuştur. Bu gelişmelerin başlıcaları: daha hızlı, başlangıç zamanı daha çabuk ve daha büyük veri depolama kapasiteleridir. Spintronik, spin-geçiş elektroniğinin kısaltılmış halidir. Seyreltilmiş manyetik yarıiletkenler mevcut mikroelektronik cihazların içine entegre edilmesinden dolayı spintronik için ideal bir aday malzeme haline gelmiştir ( Liu H ve ark ). Seyreltilmiş manyetik yarıiletkenler (DMS) yarıiletken alaşımının içindeki manyetik olmayan atomların bir kısmının manyetik atomlarla yer değiştirmesiyle oluşur ( Jiang Y ve ark ).

Teorik sonuçlar geniş bant aralığına sahip yarıiletkenlerin yüksek Curie sıcaklığında çalışmak için umut veren adaylar olduğunu tahmin etmektedir ( Zhicheng Z ve ark ). Günümüzde bant aralığı geniş olan ZnO, TiO<sub>2</sub>, SnO<sub>2</sub>, In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, GaN gibi oksit ve nitrit gibi yarıiletkenlerle seyreltik manyetik yarıiletken çalışmaları yapılmaktadır ( Liu Y ve ark ). Bu yarıiletkenler geçiş metalleri olan Mn, Fe, Co, Ni gibi metallerle katkılanmıştır. Şimdiye kadar spintroniklerin potansiyel kullanımları dolayısıyla iki tür Mn katkılı seyreltik manyetik yarıiletken ailesi incelenmiştir bunlar II-VI (CdTe ve ZnSe) ve III-V (GaAs) bileşikleridir, ayrıca bu malzemelerin Curie sıcaklıkları (T<sub>c</sub>) 110 K altındadır ( Huang C ve ark ). Oda sıcaklığında ferromanyetizma özelliği gösteren filmlerin keşfi spintronik uygulamalarında önemli bir başarı gösterir ( Huang C ve ark ).

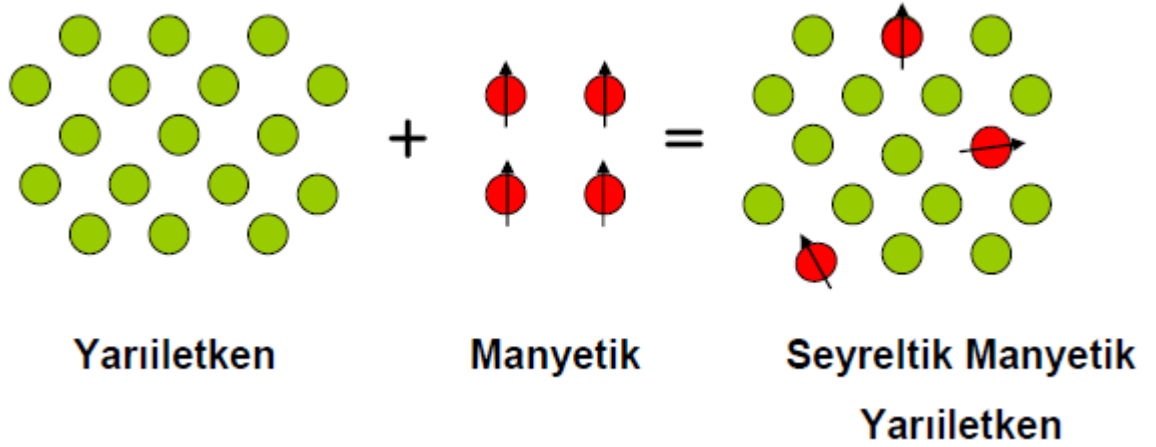
Çalışmamıza konu edilen seyreltik manyetik malzeme üretiminde sol gel yönteminden yararlanılmıştır. Sol-gel yönteminde başlangıç malzemesi olarak bir çözelti (sol) ve bu çözeltiyi kullanarak jel elde edildiği için “Sol-Gel Yöntemi” adı altında toplanmıştır. Bu yöntemle birçok seramik malzeme ve cam üretmek mümkündür. Bunlar: oldukça saf ve küresel biçimli tozlar, ince film kaplamalar, seramik fiberler, mikro gözenekli inorganik zarlar, monolitik seramik ve camlar ya da aşırı gözenekli aerojel malzemelerdir ( Hasançebi 2006 ). Teknolojik olarak sol-gel yönteminin en önemli noktası; katılaşmadan önce sıvı sol ve solüsyonun; daldırma (dipping), döndürme (spinning) ve püskürtme (sprey) metotları ile ince filmlerin hazırlanmasında ideal olmasıdır ( Uzun,2012 ).

Bu tez çalışmasında sol gel yönteminin döndürmeli kaplama yöntemi ile hazırlanmış  $Cd_{0,95-x} Mn_{0,05} Al_x O$  seyreltilmiş manyetik yarıiletken sistemine Kadmiyumun Alüminyum ile kısmi yer değiştirmesinin (  $x=0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10$  ) manyetik, optik ve yapısal özelliklerine etkisi incelenmiştir. XRD, SEM, VSM, ve UV ölçümleri alınarak yorumlanmıştır.

## KURAMSAL TEMELLER

### 2.1 Seyreltilmiş Manyetik Yarıiletkenler

Seyreltilmiş manyetik yarıiletkenler ile olan çalışmalar 1960'ların sonunda elektriksel taşıma ve manyetiklik özellikleri birleştirilerek yeni bir fonksiyonellik kazanması amaçlanarak başladı ( Shim ve Ark 2004 ). Manyetik olmayan yarıiletkenlerin içerisine manyetik atomlar katılarak oluşturulan yeni oluşuma seyreltilmiş manyetik yarıiletken denir. Yarıiletkenden seyreltilmiş manyetik yarıiletken oluşturmak için katılan manyetik atomlar geçiş atomlarıdır. Bu geçiş atomları; Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu'dur.



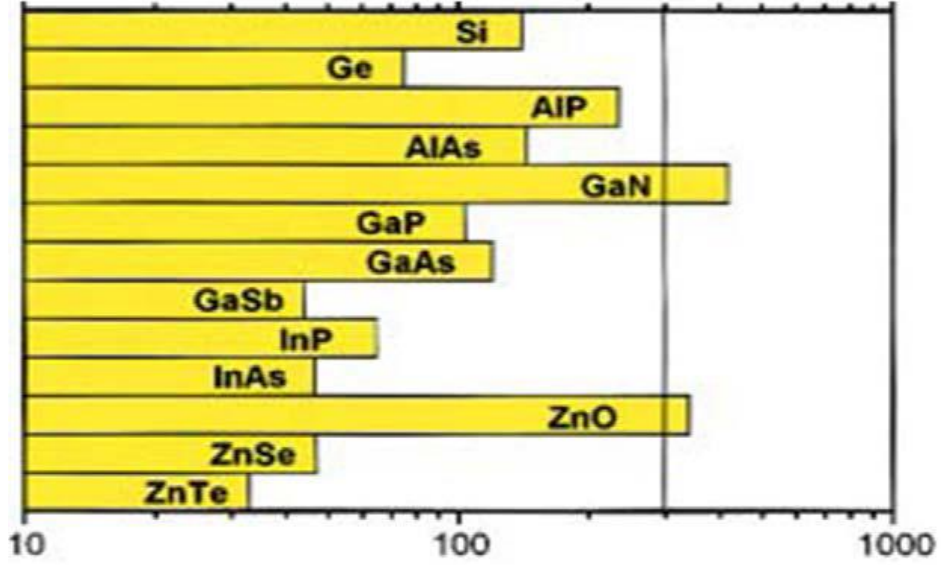
Şekil 2.1: Seyreltik Manyetik Yarıiletken yapının beklenen oluşumu

Elektron temel bir manyetik moment ile ilişkili olan spin denilen içsel açısal momentuma sahiptir. Elektron bu nedenle: Kuzey-Güney yöneliminde verilen bir ölçüm ekseninde, yukarı ve aşağı yalnızca iki yöne kuantize edilmiş bir kuantum mıknatıs gibi düşünülebilir. Son yıllarda bu spin türlerinin oransızlığının yarıiletkenlerde polarize elektron akımlarına neden olduğu görülmektedir. Spin yönelimleri yarıiletkenlerde bilgi kodlama, polarize edilmiş spin elektronları taşıma gerçekleştirebilmekte ve bu nedenle günümüzde bilgi işletim sistemlerinin temelinde olmaya alternatiftir ( Appelbaum 2009 ). Bu tip elektronun spinini ve yükünü kullanan malzemeler ise genel olarak, “spin transferinden kaynaklı elektronik” (spintronik) malzemeler olarak adlandırılmaktadır ( Can 2011 ). Spintronikğin en çok kullanılan örnekleri, bilgisayarlarda sabit disk okuyucu kafalarında ve manyetik RAM’lerde kullanılan, çok katlı nano yapıları manyetik ince filmlerdir.

Seyreltilmiş manyetik yarıiletken çeşitleri arasında  $A^{II}_{1-x} Mn_x B^{IV}$  tipi iki nedenden dolayı dikkat çekmiştir. İlk olarak, yük ve spin konsantrasyonu taşıyıcılar ve Mn iyonları enjekte takviye elemanlarının konsantrasyonlarını değiştirerek, bağımsız bir şekilde kontrol edilebilir. İkincisi ise kalıcı depolama gibi yeni işlevler umut etmektedirler ( Kim Y M ve Ark 2004 ).

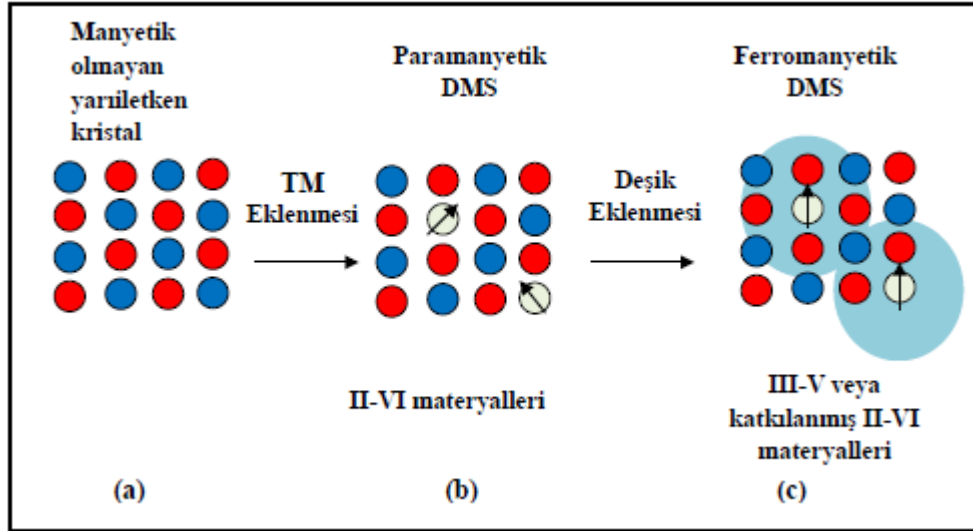
Seyreltilmiş manyetik yarıiletkenlerde Mn katkılanmış GaAs ve InAs ile yoğun şekilde çalışılmıştır ve bu çalışmalar için yayınlanan en yüksek Curie sıcaklığı Mn katkılanmış GaAs için 170 K, Mn katkılanmış InAs için 35 K' dir. Bu nedenle oda sıcaklığının üstünde ya da Curie sıcaklığında yeni seyreltilmiş manyetik yarıiletkenler bulmak için oldukça yoğun ilgi oluşmuştur ( Santos D A A ve Ark ). Dietl ve ark (2000) Curie sıcaklığının üzerinde diyamanyetik yarıiletkenler olan ZnO ve GaN ile yapılan çalışmada % 5 oranında Mn katkılanması sonucunda yüksek sıcaklıklarda seyreltilmiş yarıiletken olarak davrandıkları ve oda sıcaklığının üzerinde manyetik yarıiletken olarak davranış sergilediklerini göstermiştir. Yalnızca çok düşük sıcaklıklarda ferromanyetik özellik gösteren III-V ya da II-VI yarıiletkenlerine bağlı etkisi azaltılmış manyetik yarı iletkenlerden farklı olarak, oksit temelli seyreltilmiş manyetik yarıiletkenler yüksek sıcaklıklarda ve oda sıcaklığının üstünde ferromanyetik özellik göstermektedir ( Maensiri S ve ark 2006 ). Ancak bu seyreltilmiş manyetik yarıiletkenlerin içindeki bu ferromanyetik özelliğin nedeninin tartışmaları halen devam etmektedir (Maensiri S ve Ark 2006 ).





Şekil 2.2 : %5 Mn içeren bazı p-tipi yarıiletkenlerin Curie sıcaklık değerlerinin karşılaştırılması

Yarıiletkenlerde manyetik özellikler hangi katkı maddesinin kullanıldığına ve kullanılan yarıiletkene göre değişiklik gösterebilir. Yarıiletken içerisindeki manyetik değişim kullanılan geçiş metalinin yardımıyla gerçekleşmektedir. Geçiş metallerinin doğada ferromanyetik olmasından dolayı kullanım miktarına bağlı olarak yarıiletkenin manyetik özelliklerini etkiler. Eğer yarıiletken içine yapılan geçiş metali katkısı maddenin özelliklerini etkileyecek kadar çok yapılırsa bu durumda madde kalıcı mıknatıs özelliği gösterecektir (Güney 2012).



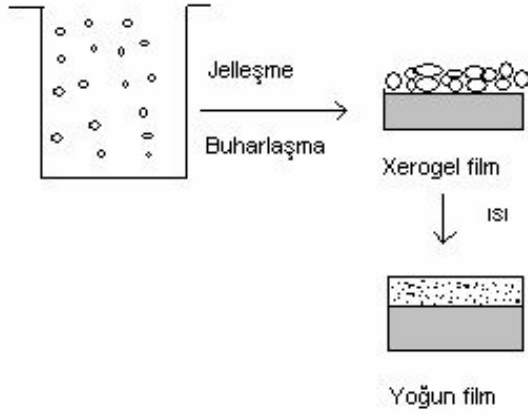
Şekil 2.3 : Üç çeşit yarıiletken. (a) Manyetik olmayan yarıiletken, manyetik iyonlar içermiyor, (b) Seyreltilmiş manyetik yarıiletken (DMS), manyetik olmayan yarıiletken ve manyetik geçiş metali (TM) arasında; paramanyetik durumda, (c) DMS; Taşıyıcı katkılanması (deşik eklenmesi) ile ferromanyetik durumda

Yarıiletkene manyetik özellik kazandırabilecek geçiş metali katkılanması yapıldığında malzeme ferromanyetik özellik kazanmaktadır. Böylece yük ve spin özelliği kazanan yarıiletken teknolojiye çok fazla kullanım alanı bulmaktadır ( Güney 2012 ). Spin ve yük taşıyıcı olarak manyetik kayıt ortamı alanında, daha yüksek veri işleme hızında, gaz sensörlerinde, UV dedektörlerinde ve kalıcı depolama alanlarında kullanılmaktadır ( Liu H ve Ark 2011, Liu E ve Ark 2008, Mandal S K ve Ark 2006 ).

## 2.2 Sol-Gel Yöntemi

Genelde, metal olmayan inorganik maddeler yüksek sıcaklık gerektiren işlemlerle oluşturulurlar. Böylece malzemelerin oluşturulmasında birçok kimyasal yöntem geliştirilerek araştırmalara devam edilmektedir. Bu kimyasal yöntem, başlangıç malzemesi olarak bir sol (çözelti) içerdiği ve bu solü kullanarak bir jel elde edildiği için bu adı almıştır (Turhan 2000).

Bu yöntemde ilk adım metal organik bileşiklerin alkol bazlı çözeltiler içinde çözülmesi ile öncü çözeltinin hidrolize edilmesidir. Daha sonra polimerleşme sonucunda oluşan çözelti dehidrolize edilir. Elde edilen çözelti ince filmlerin üretiminde kullanılan altlıklar üzerine döndürme, daldırma ve sprey teknikleri ile kaplanır. Bu tekniklerin herhangi biri ile elde edilen amorf film genellikle 500 – 800 °C’de tavlanarak kristalleşir ve yoğunlaştırılır. Böylece homojen film elde edilmiş olur (Şener 2006).



Şekil 2.4 : Sol-gel tekniği ile kaplanan ince film üretimi

Kaynaklarda sol-gel kavramına ilk defa 1846 yılında rastlamaktayız. 1939'da SiO<sub>2</sub> ile ilgili bir çalışma, sol-gel yöntemi kullanılarak hazırlanan ikinci yayındır. 1953'den sonra otomobil dikiz aynalarında kullanılarak yaygın hale gelmiştir. Sol-gel yönteminden, 1964 yılından itibaren yansıtımayıcı yüzeylerle ilgili çalışmalar için faydalanılmış ve verim sağlanmıştır. Bilindiği gibi katı maddelerin sıvı içerisindeki süspansiyonuna sol denir. Sol'de yerçekimi etkisi ihmal edilebilir. Moleküller arası kısa menzilli kuvvetlerin yani Van der Waals ve elektriksel itme kuvvetlerinin etkisi yerçekimi kuvvetine oranla daha fazladır. Bu nedenle solü oluşturan malzemelerin dibe çökmesi olmaz ( Özbey 2004).

Bu yöntemde temel özellik, sulu bir çözücü içerisinde metal bileşiklerini, kendi başlangıç birimlerine dağıtmaktır. Bu amaçla çeşitli başlangıç maddeleri (prekürsör) kullanılmaktadır. Sol-jel sentezlenmesi başlangıç maddelerine göre ikiye ayrılır:

- Metal-organik: organik çözücülerde metal alkoksitlerle yapılır.
- İnorganik: sulu çözeltilerde (klorür, nitrat,vb) metal tuzları ile yapılır. Bu yol ucuzdur, ama reaksiyonlarının kontrolü zordur.

### **Metal Alkoksit**

Genel olarak M(OR)<sub>x</sub> formülüyle gösterebiliriz.

M; kaplanacak metal malzemeyi,

R; CH<sub>3</sub> (metil), C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> (etil) gibi alkil grubunu,

X; metalin deęerine gre deęiřen valans durumunu gsterir

Metal Alkoksitlerin, ierdikleri yksek elektro negatif OR grubu nedeniyle reaksiyona katılımları yksektir. OR' de ki alkil grupları deęiřtirmesiyle fiziksel zelliklerde farklılıklar saęlanır (zbey 2004).

### **Alkoller**

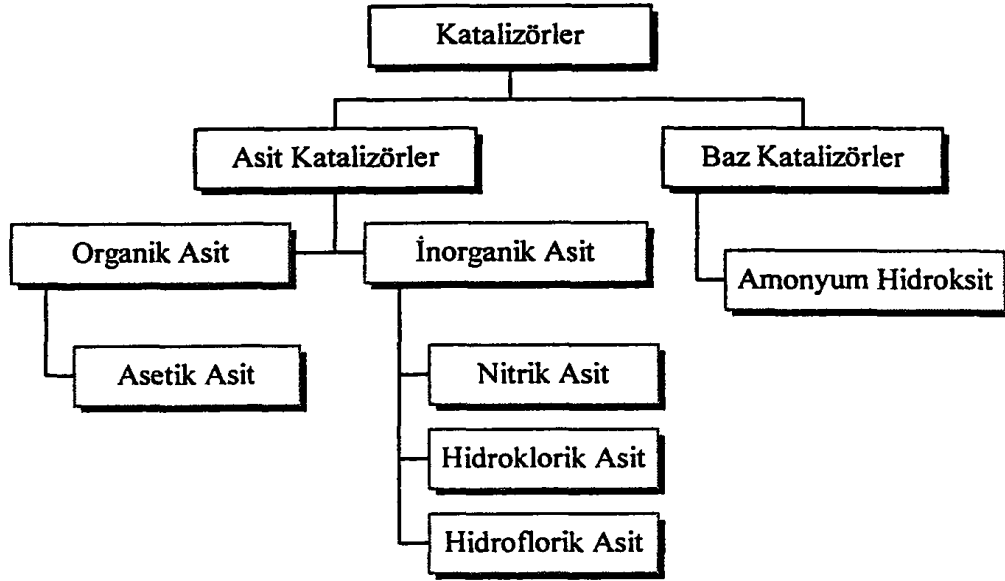
Bir alkil ya da bařka bir molekle OH grubu ekleyerek oluřturulan molekllere denir.

- CH<sub>3</sub>OH metil alkol (metanol),
- C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH etil alkol (etanol),
- C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>OH propil alkol (propanol),
- C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>OH butil alkol (butanol) gibi.

Sol-gel ynteminde genelde bařlangı malzemesi olarak kullanılır ve metal oksitler ile tepkimeye girer ( zbey 2004 ).

### **Katalizrler**

Reaksiyona girmeden sadece hızlandırmada grevli malzemelerdir. Sol-gel ynteminde kullanılan katalizrler asit ve baz olmak zere ikiye ayrılırlar. Bu katalizrler ařaęıdaki řemada belirtilmiřtir ( zbey 2004 ).



Şekil 2.5 : Sol-jel yönteminde yaygınca kullanılan katalizörler

### 2.2.1 Sol-Gel Oluşumu

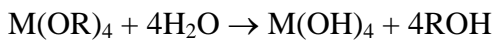
Sol-jel sentezlenmesi zamana bağlı bir dizi işlem adımı ile oluşur. İlk adım çözelti oluşturma adımıdır. Bu adımda çeşitli başlangıç maddeleri uygun çözücülerle reaksiyonu neticesinde homojen çözelti hazırlanır. Tipik olarak çözelti hazırlamadan sonra nihai yoğun ürüne kadar ki sol-jel adımları; hidroliz, polimerizasyon, yoğunlaşma, jelleşme, yıkama ve yaşlandırma şeklindedir. Normal olarak alkoksitler alkolde çözünür ve asidik/bazik ya da nötr şartlarda su ilavesiyle hidroliz olur.

### Hidroliz Reaksiyonu

Hidroliz reaksiyonunu,



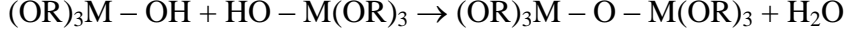
Şeklinde yazılabilir. Burada ROH, bir alkol grubudur. Hidroliz tepkimeleri su ve katalizör (alkol) miktarına bağlı olarak tüm OR grupları OH olana kadar devam edebilir. Yeterli alkol ve su olursa;



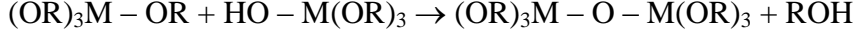
olur (Özbey, 2004).

## Yoğunlaştırma Reaksiyonu

Bu reaksiyonda, hidrolize uğrayan iki malzeme, oksijen köprüsü ile bağlanırlar.



Bileşenlerden biri hidrolize uğramamışsa reaksiyon,



şeklinde gerçekleşir. Reaksiyon sonucu çıkan ürünleri hidrolize uğramış olurlar. Bu ürünler tekrar birleşerek yoğunlaştırma reaksiyonu meydana gelir. Yoğunlaştırma tepkimesi ile büyük silikon bazlı moleküller elde etmek mümkündür. Bu olaya polimerizasyon denilir. Polimer; genel olarak büyük çaplı bir moleküldür ve monomerlerden oluşur (Özbey 2004).

Yoğunlaştırma süresinde ilk olarak karışım çözeltisi sol'e dönüşür. Sol; sıvı içerisinde koloidal katı taneciklerinin kararlı bir süspansiyonudur. Yoğunlaşmanın devam etmesiyle oluşan ilk bağlanmalar, diğer taneciklere de bağlanarak polimerleri oluştururlar. Bu oluşum tüm çözeltideki büyük polimerlerin oluşması ve tüm çözeltinin katı polimer ağları ile kaplanmasına kadar devam eder. Buna da jel denir.

Sol-jel yönteminde polimerizasyon üç adımda oluşur;

1. Monomerlerin polimerizasyonu ile taneciklerin oluşması
2. Taneciklerin büyümesi
3. Taneciklerin bir zincir içerisinde bağlanması ve sonra sıvı içerisinde ağ yapısı oluşması yoluyla kalınlaşarak jelleşmesidir.

Sol-jelde polimerizasyon adımlarının oluşmasında birçok faktör etkilidir;

1. pH
2. Sıcaklık
3. Reaksiyon süresi

4. Konsantrasyon
5. Katalizör ve miktarı
6. H<sub>2</sub>O/Si molar oranı
7. Yaşlandırma sıcaklığı
8. Yaşlandırma süresi

Sol-jel yöntemi, cam, seramik, metal ve plastik altlıkların kaplanarak yüzey özelliklerini iyileştirmek, yeni özellikler kazandırmak (optik, elektronik, kimyasal ve mekanik gibi) amacıyla uygulanan bir kaplama tekniğidir.

### **2.2.2 Sol-gel Yöntemleri**

Sol-gel yöntemiyle yapılan kaplamalar malzeme yüzeyine üç şekilde kaplanabilmektedir. Bunlar daldırma, döndürme ve sıvı püskürtme teknikleriyle yapılabilen yöntemlerdir.

#### **2.2.2.1 Daldırma Yöntemi**

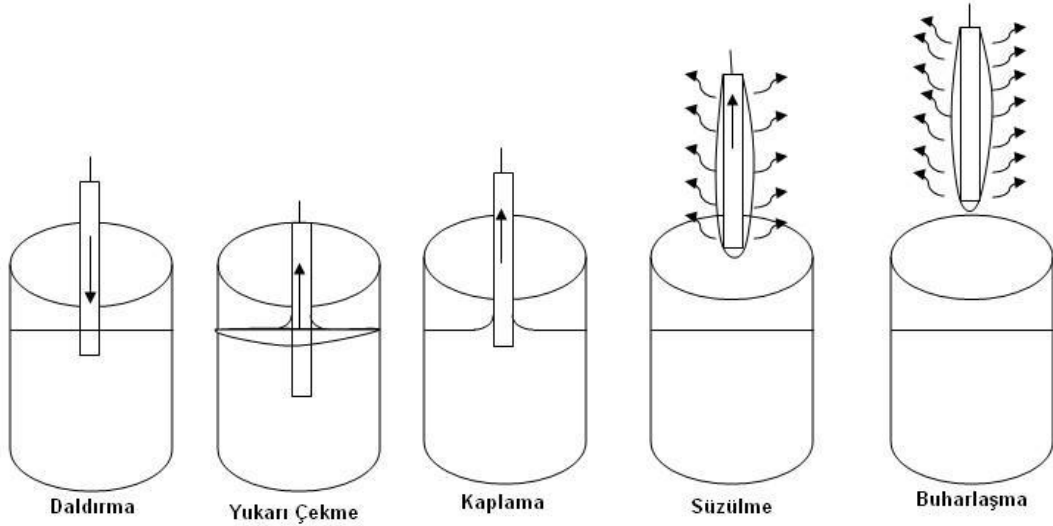
Bu yöntem ile kaplanılacak malzeme, önce hazırlanan çözeltiye daldırılır ve kontrollü bir şekilde dikey tüp fırın içerisine çekilerek kurutulur. Kaplamanın kalınlığını genelde daldırmadan sonra çekme esnasındaki açı ve hız belirlemektedir. Tabi ki bunun yanında çözeltinin derişimi de önemlidir. Kaplama yapmadan önce kaplanılacak malzeme temizlenir. Çözeltinin atmosferde alkolün buharlaşmasıyla derişimi değişmektedir. Çözeltinin atmosferle karşı ağzı kapalı tutulmalıdır. Bu, cam yüzeyine yapılan kaplamanın şeffaflığında önem arz eder (Tıgılı 2000).

Bu yöntemin avantajları;

1. Düzgün bir kaplamanın elde edilebilmesi,
2. Kaplama kalınlığının kolayca kontrol edilebilmesi,
3. Çok katlı kaplamanın yapılabilmesi,

4. Kaplanacak cismin geometrisi ne olursa olsun aynı özelliklerle kaplama elde edilmesi,

5. Değişik optik özellikleri olan bir yöntem olmasıdır (Uzun 2012).



Şekil 2.6 : Daldırma işlemi ile film oluşumunun şematik gösterimi

### 2.2.2.2 Döndürerek Kaplama

Bu yöntemde bir döner disk ortasına da duran kaplanılacak malzemenin yüzeyine çözeltinin damlatılması ile yapılmaktadır. Diskin dönmesinden dolayı çözelti kaplanılacak malzemeye homojen olarak dağılır. Kaplama işlemi bittikten sonra malzeme kurutulur ve daha sonra sinterleme işlemine tabi tutulur (Arslan 2011).

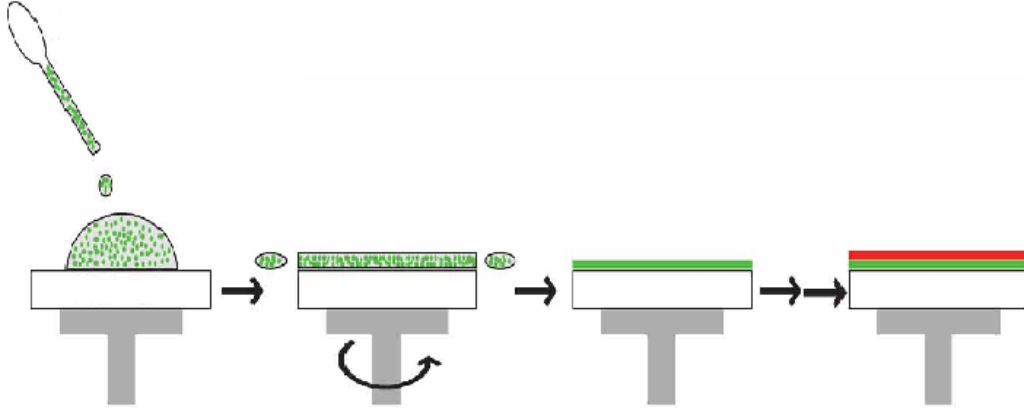
Bu yöntemin avantajları şunlardır:

1. Düzgün kalınlık elde edilir.
2. Kalınlık kontrol edilebilir.
3. Katkı miktarını minimum düzeyde tutmak daha kolaydır.
4. Çözücü veya çözeltinin özelliklerine çok duyarlı değildir.



5. Fazla miktarda numune aynı anda ekonomik bir şekilde kaplanabilir.

6. Kolay bir yöntem olduğundan maliyeti daha ucuz olabilir.



Şekil 2.7 : Döndürmeli Kaplama İşleminin Şematik Gösterimi

### 2.2.2.3 Sıvı Püskürtme Yöntemi

Önceden hazırlanmış ince çözelti bir sprey tabancası yardımıyla önceden ısıtılmış cam yüzeyine püskürtme yapılarak kaplama yapılmaktadır. Çözelti olarak organik çözücüler ve alkol kullanılmaktadır. Bu yöntemde homojen bir kaplama kalınlığına ulaşmak çok zordur (Bazu 2013).

### 2.2.3 Sol-Gel Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları

Avantajları;

- Sol-gel ile üretilen malzemedeki gözenek çapı, yüzey alanı, malzeme kompozit ise destek malzemelerinin matristeki homojen dağılımı kontrol edilebilir (Barlay 2006).
- Yüksek homojenliğe sahip kaplamaların elde edilebilmesi, büyük veya eğimli malzemelerin basit kaplama cihazları ile kaplanabilmesi, düşük ısıl işlem sıcaklıklarının yeterli olması ve diğer metotlarla üretilmeyecek bazı malzemelerin (Örn. organik-anorganik hibrid malzemeler) elde edilebilmesidir (Taşkın 2006).

- İlk aşamadaki kimyasal işlemler düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilebilir. Böylece enerji tasarrufu sağlanır, minimum buharlaşma kayıpları olur, minimum çevre kirlenmesi görülür, reaksiyon kabı ile reaksiyona uğramadığı için saflık düzeyi artar, faz ayrışması ve kristalleşme oluşmaz (Okuyucu 2002).
- Çeşitli kimyasal reaksiyonların kinetiği düşük sıcaklıklarla ve sulu koşullarla kolaylıkla kontrol edilebilir (Bazu 2013).
- Farklı üretim işlemlerini uygulamak mümkündür (Bazu 2013).
- Kaplanan filmin mikro yapısının kolaylıkla kontrol edilmesine olanak sağlar (Bazu 2013).
- Kaplanan malzemenin her yerinde aynı kalınlık elde edilebilir (Bazu 2013).
- Sinterleme sıcaklığı kontrol edilebilir (Bazu 2013).
- Hazırlanan ortamla etkileşimde bulunmaz (Bazu 2013).
- Gerekli alet ve makine çok basittir (Uhlmann ve ark 1997).

Dezavantajları;

- Ham maddelerin pahalı olması, uzun işlem süresi ve yüksek oranda küçülmesi (Bazu 2013).
- Organik çözeltilerin sağlık üzerindeki olumsuz etkileri (Sener 2006) kalıcı ince gözenekler, hidroksiller ve karbonların meydana gelebilir (Okuyucu 2002).
- Filmlerde karbon çözültisi kalır (Bazu 2013).
- İşlem sırasında malzeme kaybı fazladır (Uhlmann ve ark 1997).

### 2.3 Histerisis Eğrileri ve Özellikleri

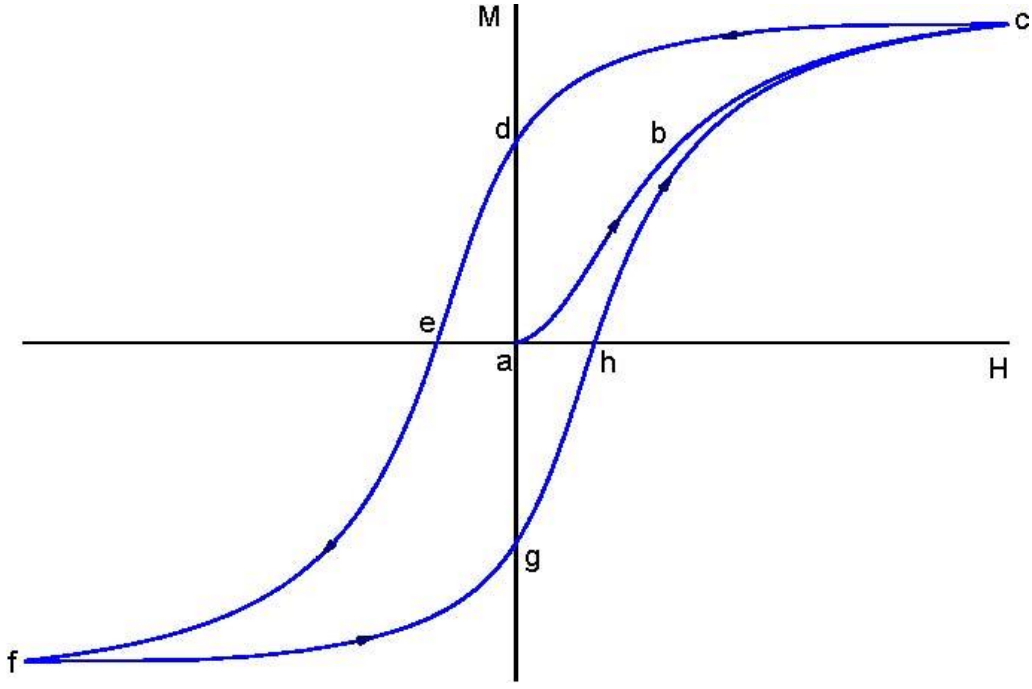
Ferromanyetik malzemelerde manyetik alınganlık doğrusal olarak değişmez. Bu yüzden ferromanyetik malzemelerin manyetik özellikleri histeresis eğrileri yardımı ile belirlenmektedir. Histeresis eğrisi, ferromanyetik bir malzemeye uygulanan dış manyetik alan ile malzemede oluşan manyetik indüksiyon ( $B$ ) ya da mıknatıslanma ( $M$ ) değişimini göstermektedir.

Ferromanyetik malzemeler gelişmiş manyetik özelliklerinden dolayı teknolojiye, sanayide ve elektronikte önemli uygulama alanlarına sahiptirler. Ferromanyetik maddelerin uygulama için elverişliliği, temel olarak oluşturdukları histeresis eğrisinin gösterdiği özellikten belirlenmektedir. Örneğin, transformator çekirdekleri için yüksek geçirgenlik ve düşük histeresis kaybının olması gerekir. Bu sayede elektrik enerjisinin dönüşümü daha verimli olmaktadır (Küçük 2003).

Daha önce mıknatıslanmamış veya mıknatıslanması sıfırlanmış ferromanyetik malzemeye dış bir manyetik alan uygulandığında,  $M$  mıknatıslanması (ya da  $B$  manyetik indüksiyonu) doğrusal olmayan bir şekilde yavaşça artmaya başlar ve Şekil 2.8 'de gösterildiği abc yolunun takip eder. Bu noktadan sonra malzemeye uygulanan manyetik alan ne kadar arttırılırsa arttırılsın, malzemenin  $M$  mıknatıslanması ya da  $B$  manyetik indüksiyonu belirli bir değerde sabit kalacaktır. Bu değere “doyum mıknatıslanması”( $M_s$ ) ya da “doyum manyetik indüksiyonu” ( $B_s$ ) denir. Malzeme manyetik doyuma ulaştığında, malzeme içerisindeki bütün manyetik momentler uygulanan manyetik alanla aynı yönde yönelirler. Doyum mıknatıslanması atomik manyetik momentlerin ( $m$ ) büyüklüğüne ve birim hacimdeki atom sayısına ( $N$ ) bağlıdır.

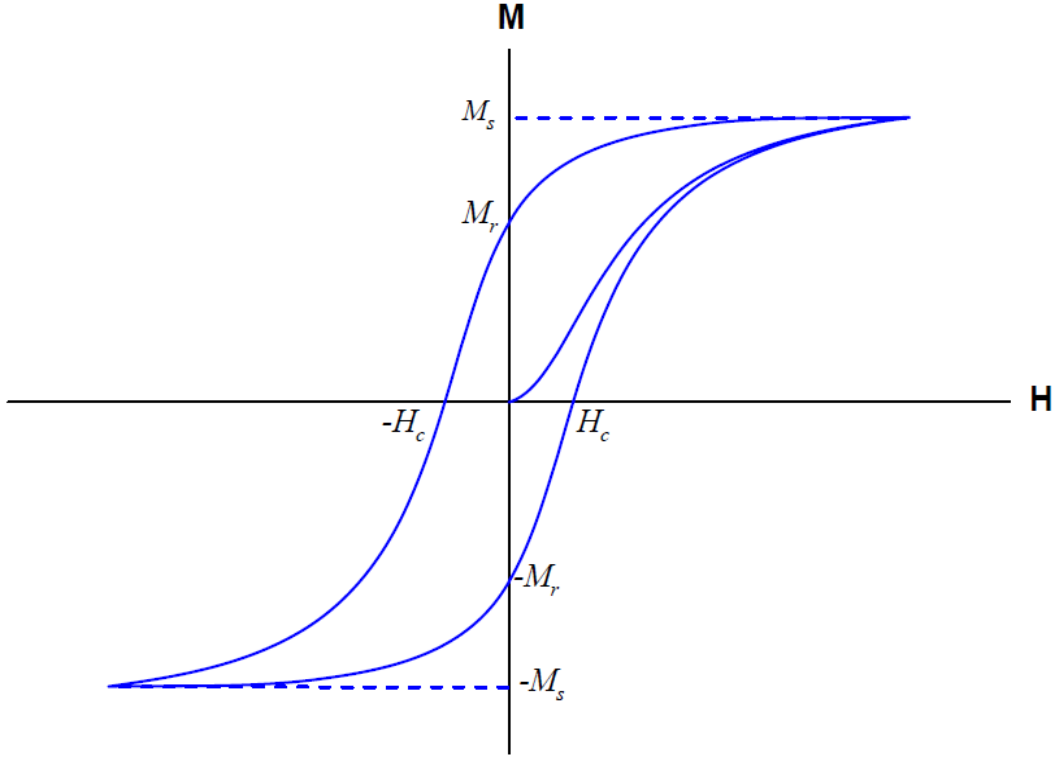
$$M_s = Nm \quad (2.1)$$

Malzeme, manyetik olarak doyuma ulaşmasının ardından manyetik alan azaltılmaya başladığında, mıknatıslanma cdef yolunu izler ve ters yönde doyuma ulaşır. Bu noktadan sonra manyetik alan tekrar arttırılırsa mıknatıslanma fghe yolunu takip eder ve histeresis eğrisi tamamlanmış olur. Ferromanyetik malzemelerin histeresis eğrileri tamamıyla simetriktir (Hacıismailoğlu 2011).



Şekil 2.8 : Ferromanyetik bir malzemenin mıknatıslanarak histeresis eğrilerinin oluşumu

Şekil 2.8’de tipik bir histeresis eğrisi ve bu eğri üzerindeki özel noktalar verilmiştir. Mıknatıslanan bir ferromanyetik malzeme üzerine uygulanan manyetik alan kaldırılrsa bile manyetik momentler kısmen yönelimlerini kaybetmezler, yani üzerlerinde belli bir mıknatıslanma ya da manyetik indüksiyon değeri kalır. Bu değere “kalıcı mıknatıslanma” ( $M_r$ ) ya da “kalıcı manyetik indüksiyon” ( $B_r$ ) denir. Malzeme üzerinde kalan kalıcı mıknatıslanma ya da kalıcı manyetik indüksiyon değerini sıfırlamak için ters yönde bir manyetik alan uygulanması gerekmektedir. Bu manyetik alan değerine “sıfırlayıcı alan” ( $H_c$ ) adı verilmektedir (Cullity ve Graham 2009, Torre 1999).



Şekil 2.9 : Ferromanyetik malzemenin histeresis eğrisi

Ferromanyetik malzemelerin histeresis eğrilerinin çevrelediği alan, o malzemenin manyetik güç kayıplarını vermektedir. Histeresis alanının geniş olması, manyetik güç kayıplarının büyük olduğu anlamına gelmektedir ( Perinçek 2011).

## MATERYAL VE YÖNTEM

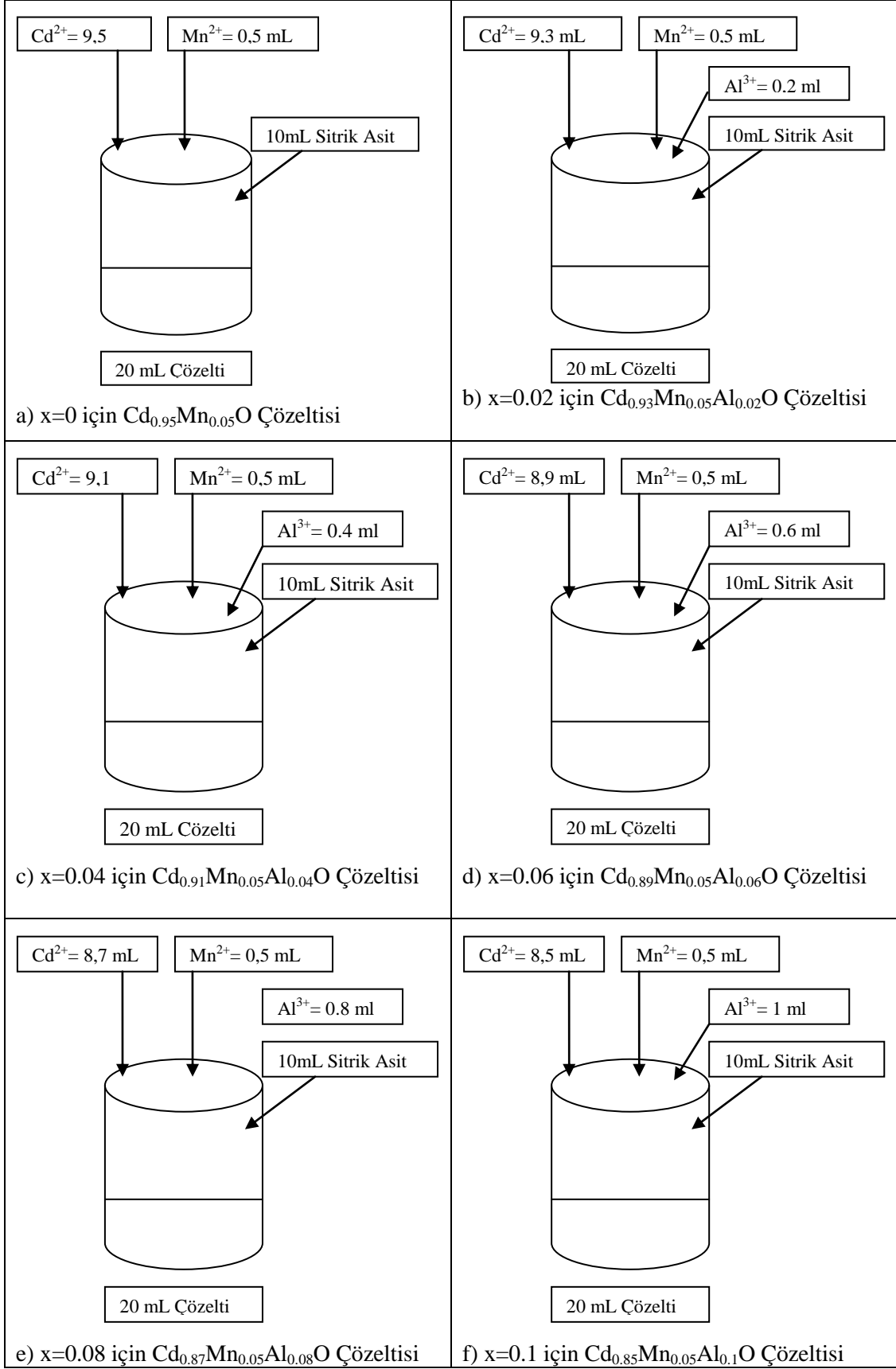
### 3.1 Giriş

Bu çalışmada sol gel yönteminin döndürmeli kaplama yöntemi ile hazırlanmış  $Cd_{0,95-x}Mn_{0,05}Al_xO$  seyreltilmiş manyetik yarıiletken sistemine kadmiyumun Alüminyum ile kısmi yer değiştirmesinin (  $x=0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10$  ) manyetik, yüzeysel, optik ve yapısal özelliklerine etkisi incelenmiştir. Elde edilen örneklerin XRD, SEM, VSM, ve UV ölçümleri alınarak yorumlanmıştır.

Sol gel solüsyon ve jelleşme (solution-gelation) kelimelerinin kısaltılmasından oluşmaktadır. Sol, sıvı içerisinde bulunan katı taneciklerden oluşan koloidal süspansiyondur. Jel, bu katı parçacıkların çökmesiyle oluşan katı ile sıvı arasındaki çözeltilidir. Koloidal gözle görünmeyen 500 nm' den küçük parçalardır.

### 3.2 Numune Hazırlama

İlk aşamada  $Cd(NO_3)_2$ ,  $Mn(NO_3)_2$  ve  $Al(NO_3)_3$  çözeltilerinden 100' er mL hazırlandı. Hazırlanan bu çözeltilerle  $Cd_{0,95-x}Mn_{0,05}Al_xO$  seyreltilmiş manyetik yarıiletken sistemi hazırlanmak için  $x=0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10$  olacak şekilde Cd ve Al' nin kısmi yer değiştirmesiyle 10 mL'lik çözelti hazırlandı ve bu çözeltilere 10 mL sitrik asit eklenerek yarım saat oda sıcaklığında karıştırıldı. Ardından elde edilen çözeltilere pH=7 olana kadar amonyak ( $NH_3$ ) ilave edildi. Daha sonra manyetik karıştırıcı 150°C sıcaklığa ayarlandı ve çözeltimiz jel oluşumu gözlenene kadar tekrar karıştırıldı. Oluşan jel 200°C de yarım saat fırınladı. Fırınlanmanın ardından oluşan toz malzeme 500°C ve 600°C de 1'er saat tavlandı.



Şekil 3.1 :  $\text{Cd}_{0.95-x}\text{Mn}_{0.05}\text{Al}_x\text{O}$  çözeltisi için numune hazırlama a)  $x=0$  b)  $x=0,02$  c)  $x=0,04$  d)  $x=0,06$  e)  $x=0,08$  f)  $x=0,1$

### 3.3 X-ışını Toz Kırınım (XRD)

Malzemenin kristal yapısı hakkında bilgi sağlamak için x-ışını toz kırınımı yönteminden faydalanılır. X-ışını toz kırınımı, malzeme üzerine gönderilen elektronların, malzeme içerisindeki atomlar ile etkileşerek kırınımına uğramasını esas alır. 1900'lerin başlarında Debye ve Scherrer'in LiF tozunun kristal yapısını çözümlenmeye çalışmaları toz kırınımı yönteminin başlangıcıdır. İlk zamanlarda XRD yönteminde veriler çeşitli kameralar yardımı ile x-ışını filmlere kaydedilirken bugünlerde çeşitli algılayıcılar kullanılarak veriler sayısal olarak bulunmaktadır.

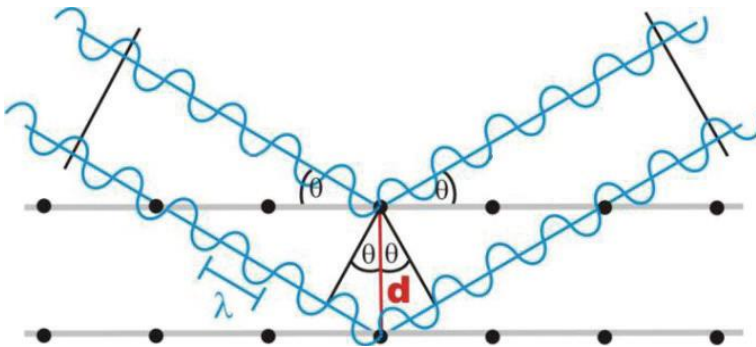
Bu yöntemin temeli Bragg Yasasına dayanır. Aralarında  $d$  kadar mesafe bulunan,  $hkl$  indislerine sahip iki kristal düzlemine  $\theta$  açısı yaparak gelen x-ışınları dalgaları düzlemlerden kırınımına uğrayarak saçılırlar. Kırınım sonucu iki paralel dalga arasında oluşan yol farkı iki düzlem arasındaki uzaklığa ( $d$ ) ve ışının düzleme geliş açısına ( $\theta$ ) aşağıdaki bağıntı ile bağlıdır;

$$\Delta = d_{hkl} \sin(\theta) \quad (3.1)$$

Yansıma sonrasında iki dalga arasındaki yol farkı  $2\Delta$  olacaktır. Yapıcı girişim oluşabilmesi için  $2\Delta = n\lambda$  koşulunun sağlanması gerektiği bilindiğine göre buradan, düzlem sayısına karşılık gelen bir tam sayı,  $\lambda$  ise, ışınının dalga boyuna karşılık gelmektedir. Basit bir matematiksel işlem ile Bragg yasası bu koşullar dahilinde aşağıdaki gibi elde edilir;

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3.2)$$

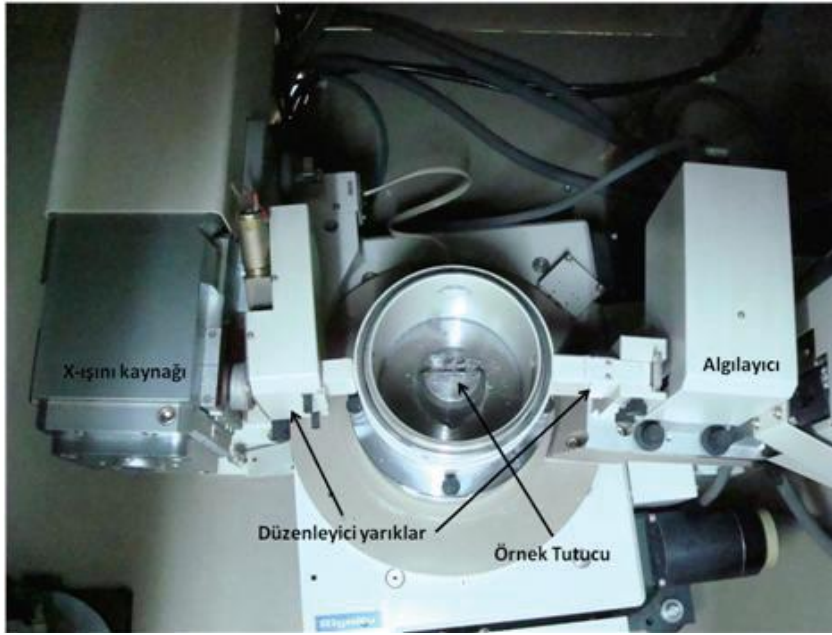
Bragg yasasının geçerli olabilmesi için  $2d \geq \lambda$  koşulunun sağlanması gerekir.



Şekil 3.2 : Bragg Yasasının şematik gösterimi



X-ışını toz kırınımı yönteminde, incelenecek örnek kırılarak veya öğütülerek toz haline getirilir ve ölçüm işlemi yapılır. X-ışını tüpünden çıkan ışın çeşitli yönlendirici sistemlerden geçtikten sonra birbirine paralel demetler şeklinde örneğin üzerine gönderilir. Daha sonra örnekten saçılan x-ışını bir sayaç yardımı ile algılanır. Çeşitli açı değerlerinde detektördeki algılama şiddeti kullanılarak bir x-ışını toz kırınım deseni elde edilir (Ener 2008).

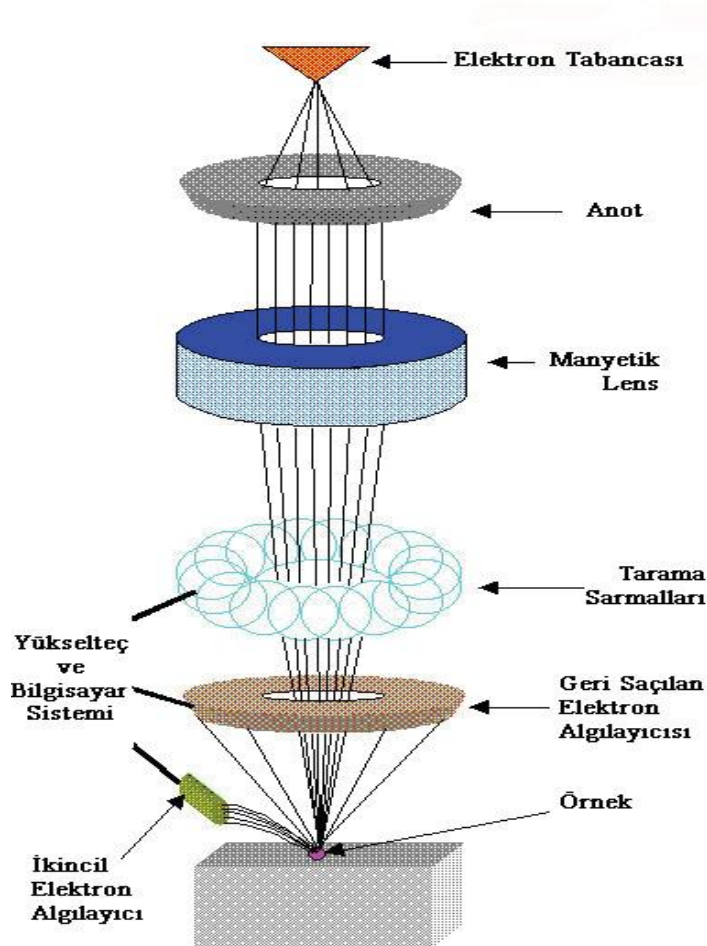


Şekil 3.3 : X-ışını toz kırınım metresi

### 3.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron mikroskobu ile yapılan ölçümler kullanılan malzemelerde ısıl işlem boyunca meydana gelen kristal büyümesi, atomik oranlar ve kristal yapısı gibi özellikler hakkında ayrıntılı bilgi vermektedir. Taramalı elektron mikroskobu yönteminde atomdan elektron saçılması ölçümün temelini oluşturmaktadır. Bu yöntemde bir elektron tabancası tarafından meydana getirilen elektron bir anot ile hızlandırılarak manyetik lensler tarafından birbirlerine paralel hale getirilirler ve ölçüm için kullanılacak olan elektron demeti hazırlanmış olur. Daha sonra bu demet örnek üzerine yönlendirilerek istenilen bölgenin taranmasında kullanılır. Taranması istenen bölgeye odaklanan elektronların bir kısmı geri

saçılırlar ya da ikincil elektronları oluştururlar. Ortaya çıkan bu iki farklı elektron demeti farklı algılayıcılarla algılanır ve ölçüm tamamlanmış olur.



Şekil 3.4 : Taramalı elektron mikroskobunun çalışma şeması

### 3.5 Titreşimli Örnek Manyetometresi (VSM)

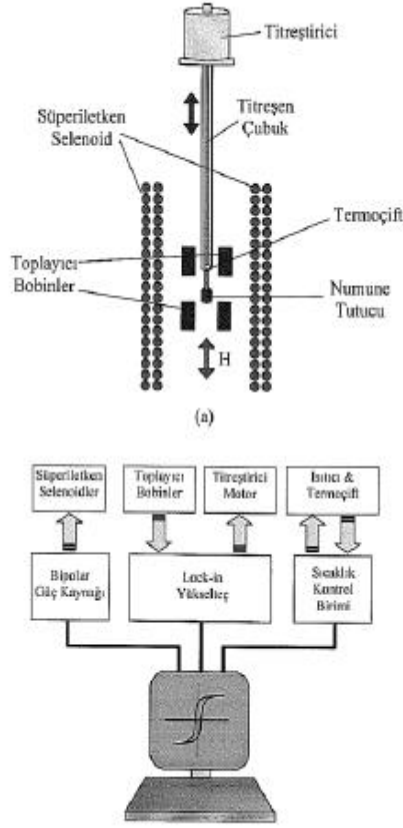
Bütün malzemeler dışardan uygulanan bir manyetik alana karşı tepki gösterirler ve dışardan uygulanan bu manyetik alan malzeme içerisinde bir manyetizasyona neden olmaktadır. Bütün malzemeler kendilerine uygulanan manyetik alana karşı bir manyetizasyona sahiptir. Bu manyetizasyon malzemenin uygulanan manyetik alana karşı göstermiş olduğu duyarlılıkla ilgilidir. Bu da malzemenin doygunluğu olarak adlandırılmaktadır. Manyetizasyonun uygulanan alana oranı, malzemenin doygunluğunun bir ölçüsüdür. Uygulanan alanın hangi sıcaklıkta uygulandığı da önemli bir konudur. Çünkü

düşük sıcaklık fiziğinde kritik  $T_c$  sıcaklığının altında ve üstünde malzeme farklı özelliklere sahiptir ve bu  $T_c$  sıcaklığı faz dönüşümünün gerçekleştiği sıcaklıktır.

Bir VSM sistemi süper iletken selenoid, titreşen numune ve toplayıcı (pick-up) bobinler ile sinyali analiz eden kısımdan oluşmaktadır. VSM sistemi, manyetik alan altında numunenin titreştirilmesi ve böylelikle numunenin manyetik özelliklerine bağlı olarak referans bobinlere göre toplayıcı bobinlerde oluşan sinyalin analizi prensibine göre çalışmaktadır. Manyetik indüksiyon ilkesine göre toplayıcı bobinlerde oluşan sinyalin (voltajın) büyüklüğü, numunenin manyetizasyonu ile ilgilidir. Toplayıcı bobinlerdeki bu sinyal çok küçük bir değerdedir olduğundan, sinyali gürültülerden ayırmak ve analiz etmek oldukça karmaşık süreçler içerir. Bundan dolayı çok küçük sinyali diğer sinyallerden ayırmak ve analiz edebilmek için, elektronik, fizik ve mekanik bakış açısına sahip multi-disipliner cihazların kullanılması zorunludur. Sistemde bu karmaşık problem, lock-in yükselteç kullanılarak çözülmektedir ( Kuşçu 2011 ).

VSM ile tipik örnek ölçümü şu şekilde alınır:

- Manyetik alan şiddeti sabit olmalıdır,
- Örnek titreşir,
- Malzeme tutucudan gelen sinyal, numunenin manyetik momentine dönüştürülür,
- Sabit manyetik alanın şiddeti değişir (Bu değişim sırasında veri alınmaz.),
- Sabit manyetik alanın şiddeti yeni değerine ulaşır.
- Malzeme tutucudan gelen sinyal tekrar örneğin mıknatıslanma değerine dönüştürülür.
- Sabit manyetik alan değerleri belirli aralıklarla değişirken, manyetik alana karşılık gelen manyetizasyon değerleri elde edilir ( Arslan 2013 ).



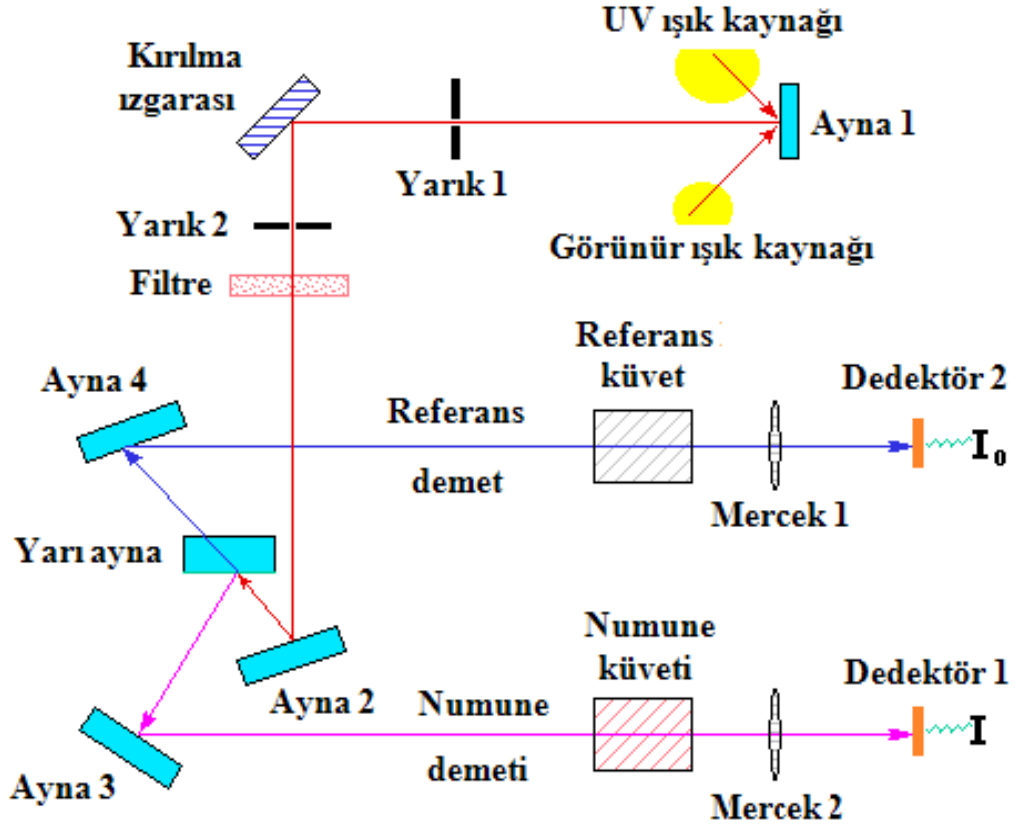
Şekil 3.5 :VSM sisteminin temel çalışma mantığının şematik gösterimi

### 3.6 UV-Görünür Spektrofotometresi (UV-Vis)

UV görünür Spektrofotometresi, bir ışın demetinin bir örnekten geçtikten ya da bir numune üzerinden yansdıktan sonra azalmasının ölçümüdür. Işığın şiddetinin azalması soğurmanın arttığını gösterir. Örneğin derişimi belirli bir dalga boyundaki soğurması ölçülerek bulunur. UV görünür spektrofotometrisi çözeltilerdeki moleküler ya da iyonik iyon ve komplekslerin ölçümünde kullanılır.

Spektrofotometre UV ve görünür bölgede çalıştığından iki farklı ışık kaynağı kullanır. Bu ışık demetleri bir prizmadan geçirilerek içerdiği dalga boylarına ayrılır. Her bir monokromatik ışın ayna yardımı ile iki eşit parçaya ayrılır. Bu ışın demetlerinden biri sadece çözücü içeren UV geçirgen bir küvetten geçirilir. Diğer ışın demeti aynı şekildeki küvette, aynı çözücüde örnek malzeme ile oluşturulmuş çözeltilerden geçirilir. Burada küvet ve çözücünden gelecek olan etkileşimler ortadan kaldırılarak sadece numunenin etkileşimleri ortaya çıkarılmaktadır. Sadece çözücü içeren küvetten geçen ışık şiddeti  $I_0$ , numunenin olduğu küvetten geçen ışık şiddeti de  $I$  olarak adlandırılır. Herhangi bir soğurulma gözlenmeyen

dalga boylarında  $I=I_0$  olur ve bu durumda fark sıfır olduğundan cihazda herhangi bir tepki gözlenmez. Eğer numune herhangi bir dalga boyunda ışın soğurma başlarsa  $I_0$  ve  $I$  arasında bir farklılık ortaya çıkar ve bu fark dalga boyuna karşı grafiği elde edilir.



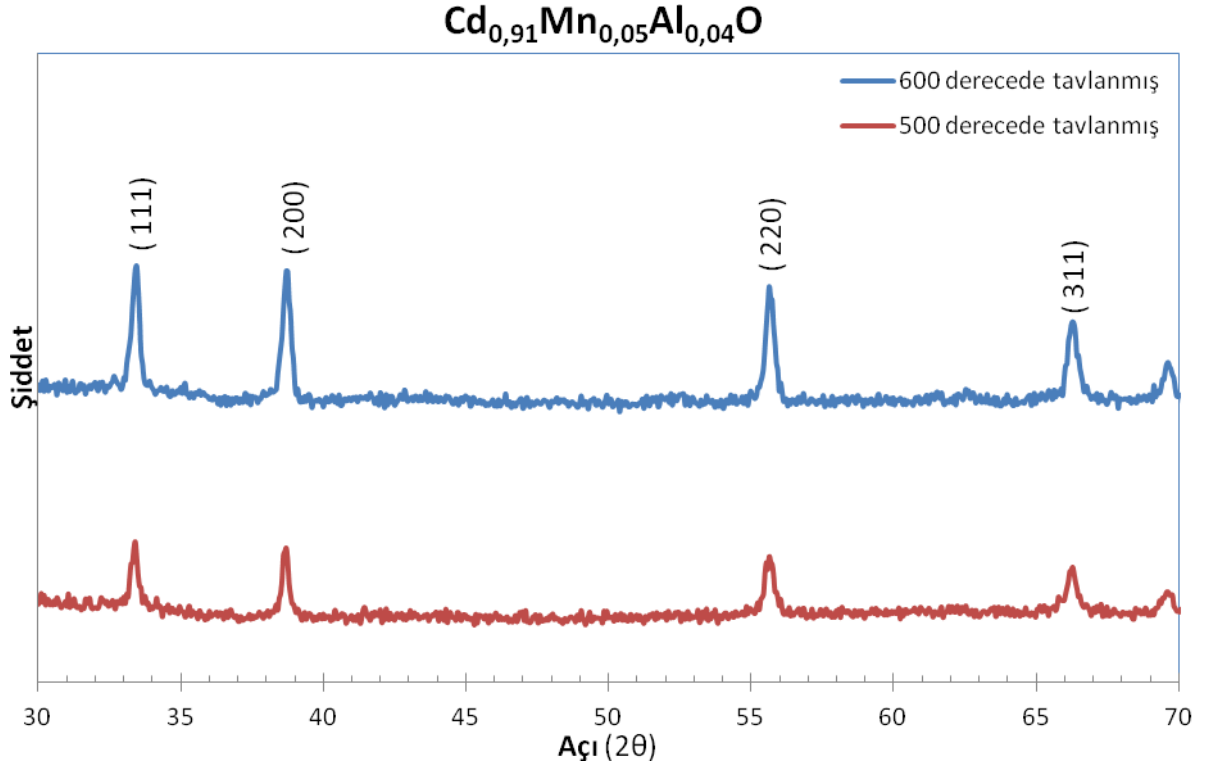
Şekil 3.6 : UV-Görünür spektrometresi düzeneği

UV görünür spektrofotometrisi ölçüm düzeneğinin bileşenleri ışık kaynağı, dalga boyu seçici, numune küveti ve detektördür. Bunlara ek olarak ışığı toplamak, odaklamak, yansıtmak, iki demete bölmek ve numune üzerine belirli bir şiddette göndermek için mercekler, aynalar, ışık bölücüler ve yarıklar da bulunmaktadır.

## ARAŞTIRMA BULGULARI

### 4.1 Yapısal Özellikler

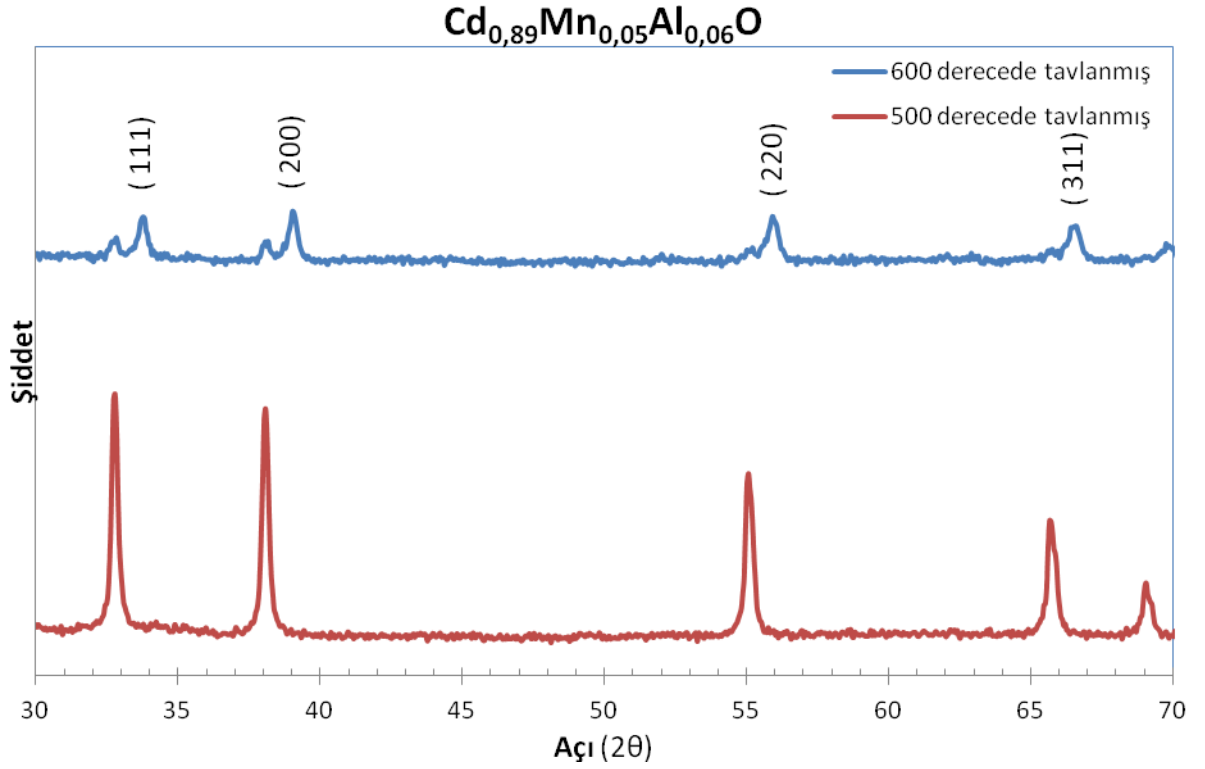
Sol-gel yönteminde döndürmeli kaplama metodu kullanılarak hazırlanan Al katkılı CdMnO örneklerinin yapısal özellikleri XRD tekniği kullanılarak incelenmiştir. Al katkılı CdMnO örneklerinden alınan ilk XRD sonuçlarında bu yapıların amorf yapıda büyüdüğü belirlenmiştir. Daha sonrasında numuneler üzerinde yapılan tavlama işlemleri sonucunda yapıların kristallenerek iyileşme gösterdiği gözlemlenmiştir. Isıl işleme tabi tutulmuş örneklerin XRD grafiklerinde oluşan pikler CdO yapısına ait (111), (200), (220) ve (311) düzlemlerine karşılık geldiği literatürde açıkça görülmektedir. Isıl işlem uygulanmış örneklerin hekzagonal kristal yapıda olduğu belirlenmiştir ve bu örneklere yapılan Al katkılanması hekzagonal kristal yapı üzerinde belirgin bir etkiye neden olmamıştır.



Şekil 4.1 : 500°C ve 600°C de tavllanmış Cd<sub>0,91</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,04</sub>O örneğinin XRD görüntüsü

Şekil 4.1 de 500°C ve 600°C de tavllanmış Cd<sub>0,91</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,04</sub>O örneğinin XRD görüntüsü görülmektedir. Örneğin farklı ısıl işlem sıcaklıklarında alınmış XRD desenleri

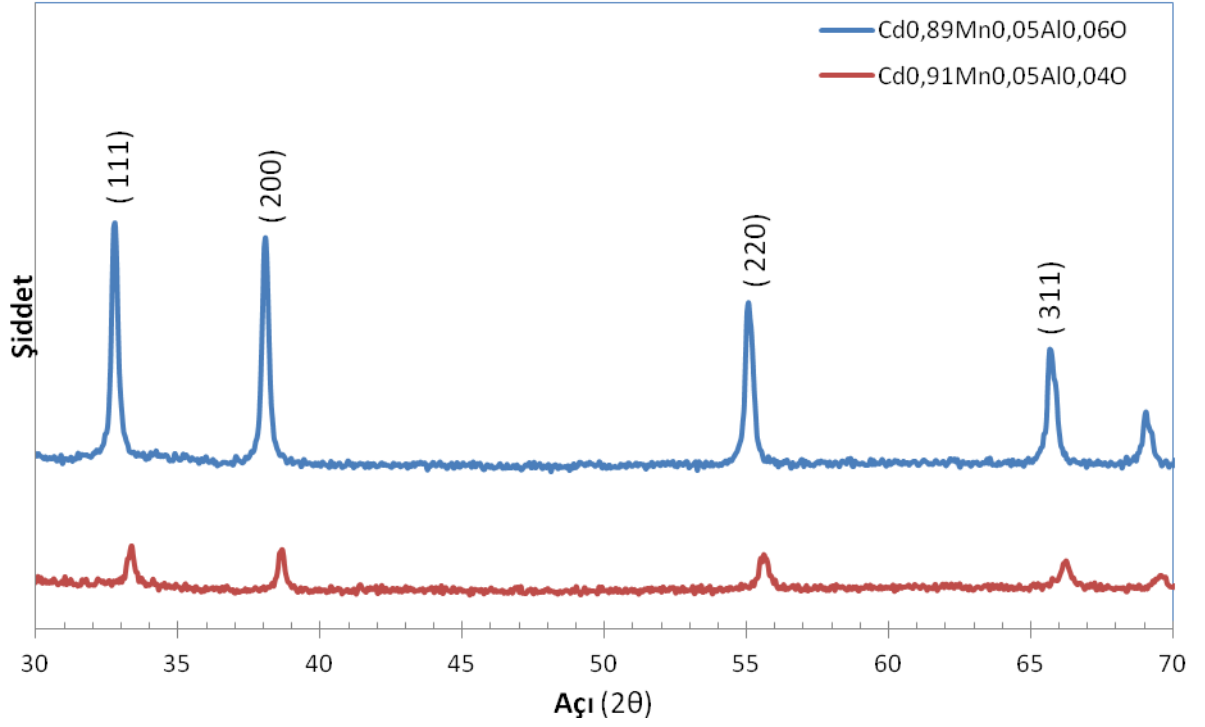
incelendiğinde tavlama sıcaklığı arttıkça  $\text{Cd}_{0,91}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,04}\text{O}$  örneğin pik şiddetlerinde belirgin bir artış görülmüştür. Sonuç olarak  $\text{CdMnO}$  yapısına 0,04 Al katkılanarak hazırlanmış örneklerde tavlama sıcaklığının artmasının bu örneklerin kristal yapısında bir iyileşme sağladığı gözlenmiştir.



Şekil 4.2 : 500°C ve 600°C de tavllanmış  $\text{Cd}_{0,89}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,06}\text{O}$  örneğinin XRD görüntüsü

Şekil 4.2 de 500°C ve 600°C de tavllanmış  $\text{Cd}_{0,89}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,06}\text{O}$  örneğinin XRD görüntüsü görülmektedir. Bu örneklerin herhangi bir ısıl işlem uygulanmadan alınmış XRD sonuçları da incelendiğinde  $\text{Cd}_{0,91}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,04}\text{O}$  örneğinin ki ile aynı şekilde amorf yapıda olduğu görülmüştür. Şekil 4.2 de görüldüğü gibi bu örneklere yapılan ısıl işlem neticesinde yapının kristallendiği ve hegzagonal formda olduğu belirlenmiştir. Fakat  $\text{CdMnO}$  yapısına 0,04 katkısındaki gibi tavlama sıcaklığı artması ile bu yapıda kristalitede bir iyileşme görülmemiştir aksine pik şiddetlerinde bir düşme gözlenmiştir. Aynı şekilde  $\text{CdO}$  yapısına ait olan piklerin konumlarında da belirgin kaymalar gözlenmiştir. XRD desenindeki bu değişimlere yapıdaki Al katkısının artmasıyla birlikte  $\text{CdO}$  kristal örgüsüne katkı ve kusurların neden olduğu stres ve zorlanmaların neden olduğu şeklinde açıklayabiliriz

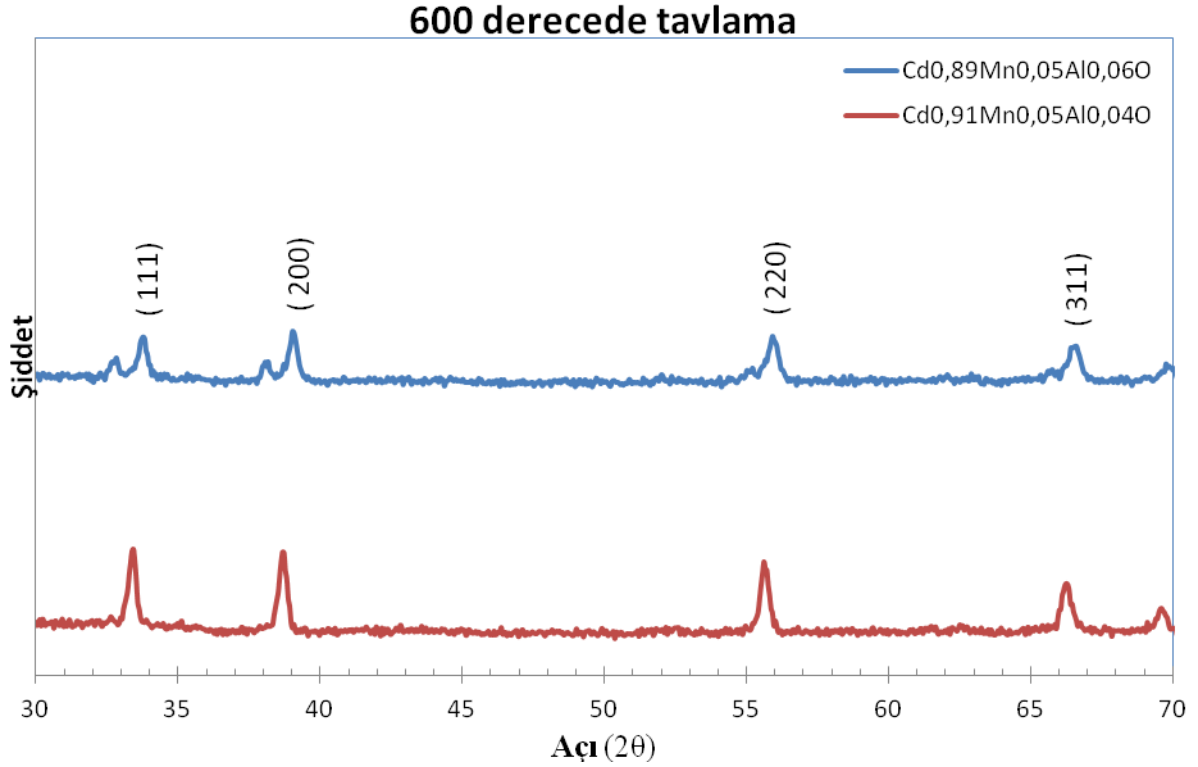
### 500 derecede tavlama



Şekil 4.3 : 500°C de tavllanmış  $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$  ve  $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$  örneklerinin XRD görüntüsü

Şekil 4.3 de 500°C de tavllanmış  $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$  ve  $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$  örneklerinin XRD desenleri görülmektedir. Al katkılanmasının artmasıyla 500°C de (111), (200), (220) ve (311) noktalarındaki piklerin artmış olduğu görülmektedir. Al katkılanmasının artmasıyla 500°C de kristal yapının da arttığı grafikten görülmektedir.





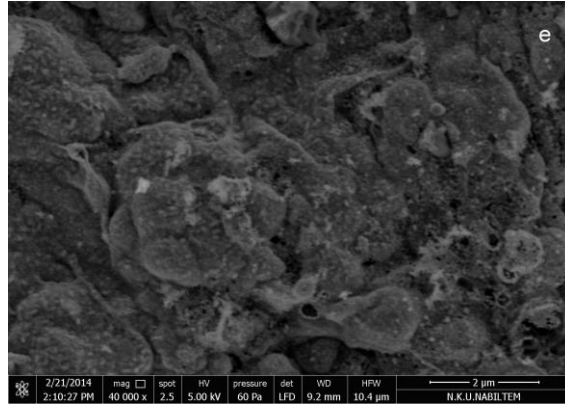
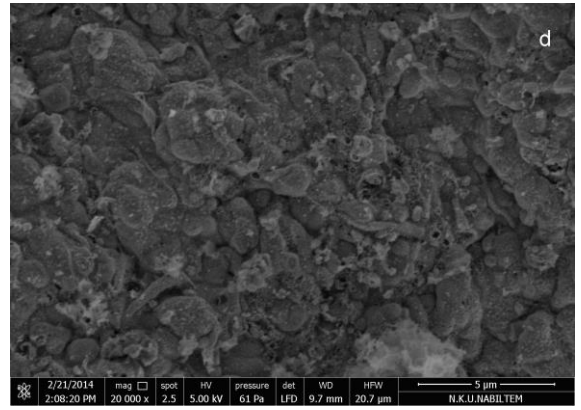
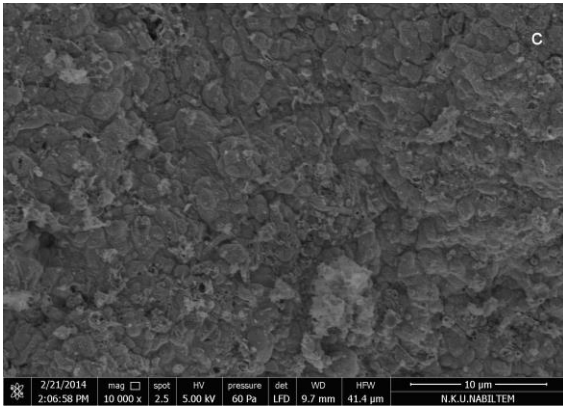
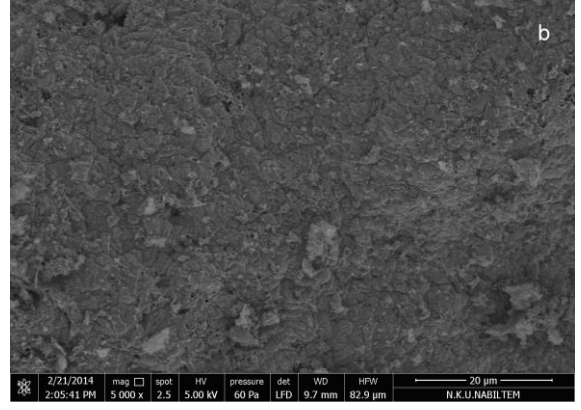
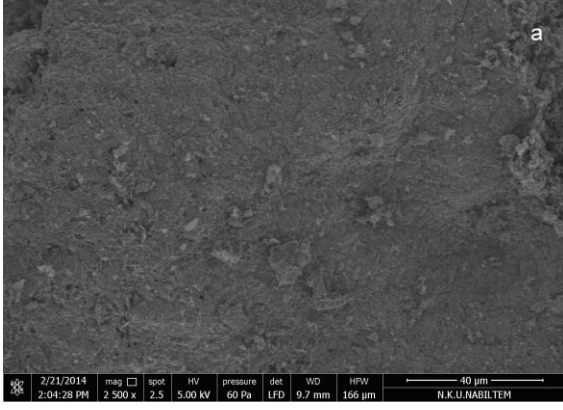
Şekil 4.4 : 600°C de tavllanmış Cd<sub>0,89</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,06</sub>O ve Cd<sub>0,91</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,04</sub>O örneklerinin XRD görüntüsü

Şekil 4.4 de 600°C de tavllanmış Cd<sub>0,89</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,06</sub>O ve Cd<sub>0,91</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,04</sub>O örneklerinin XRD desenleri görülmektedir. Farklı Al katkılanmış iki örneğin XRD desenleri incelendiğinde 600°C de yapılan tavlama işleminin CdO ait kristal örgüde (111) ve (200) düzlemlerine karşılık gelen piklerin kenarlarında yeni iki pik oluşumuna sebep olduğu görülmektedir. Bu oluşan iki yeni pikin yapı içerisine girememiş Al katkılarının sıcaklığın etkisiyle beraber okside olarak yeni bir yapı oluşturduğu veya mevcut yapıda farklı bir faz meydana getirdiğini söyleyebiliriz.

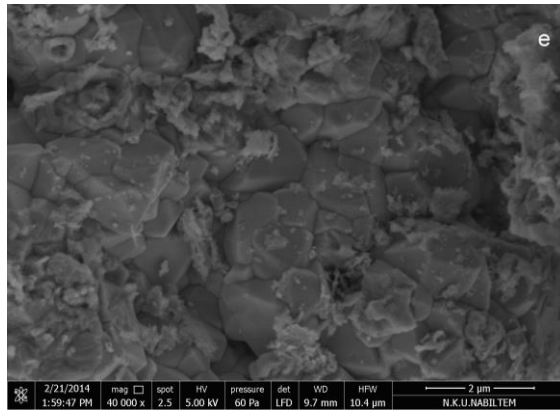
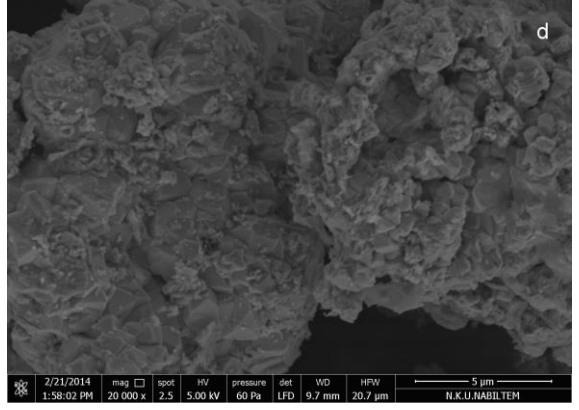
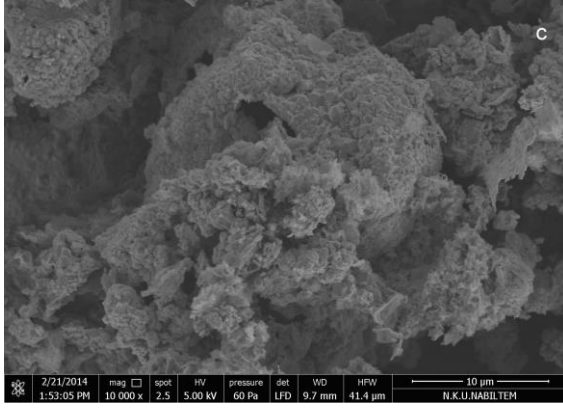
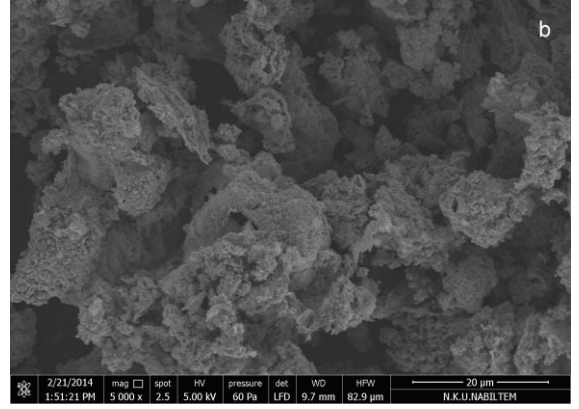
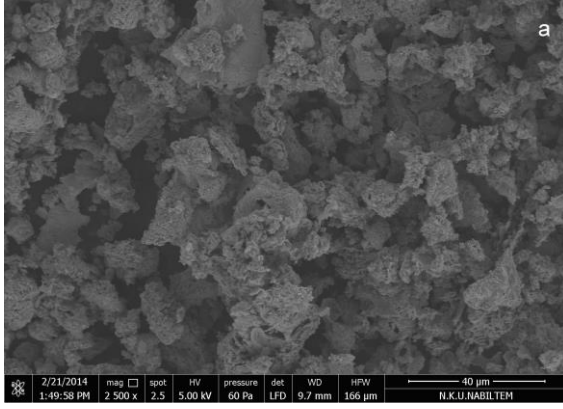
Elde edilen örneklerin XRD grafiklerini genel bir şekilde değerlendirdiğimizde Al katkımasının artmasıyla 500°C de yapılan tavlama ile birlikte kristal yapıyı arttırmıştır fakat 600°C de yapılan tavlama da Al katkısının artmasıyla beraber kristal yapıda belirgin bir stres ve zor getirmiştir.

## 4.2 Yüzeysel Özellikler

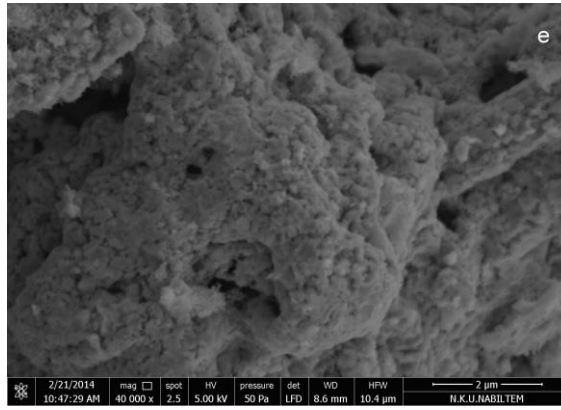
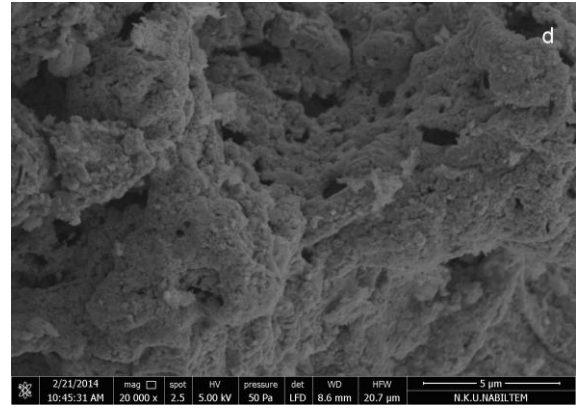
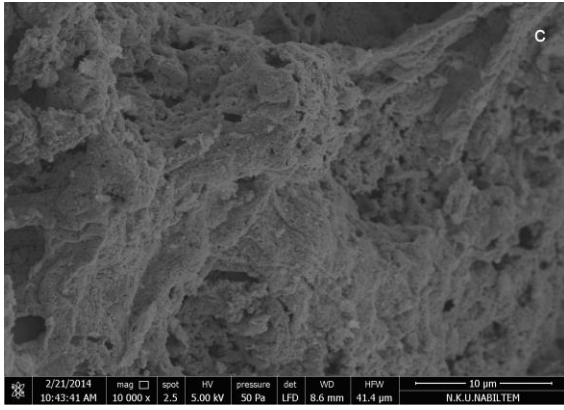
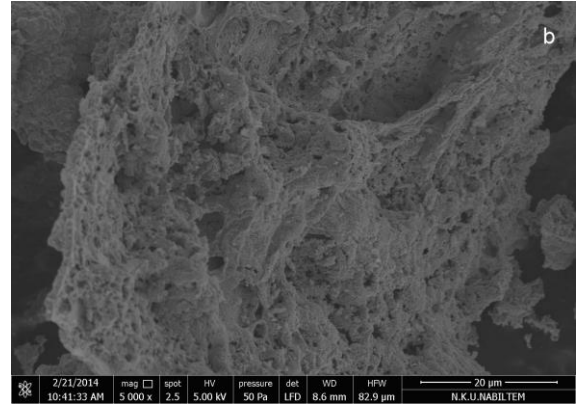
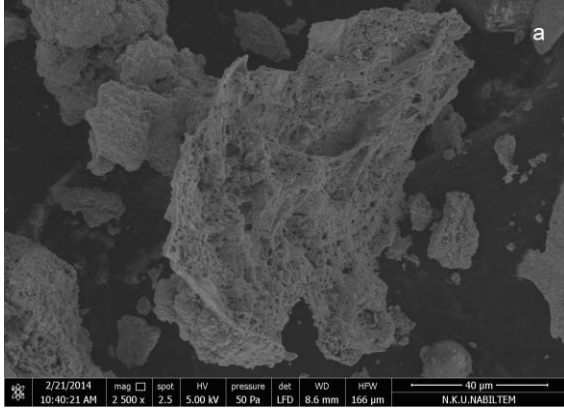
Sol-gel yönteminde döndürmeli kaplama metodu kullanılarak hazırlanan Al katkılı CdMnO örneklerinin yüzeysel özellikleri SEM kullanılarak incelenmiştir. Elde ettiğimiz Al katkılı CdMnO örneklerinin 500°C ve 600°C de tavladıktan sonra SEM görüntüleri alınmıştır. Şekil 4.5 de 500°C de tavllanmış  $Cd_{0,95}Mn_{0,05}O$  örneğinin SEM fotoğrafları 40µm, 20µm, 10µm, 5µm ve 2µm olarak, Şekil 4.6 de 500°C de tavllanmış  $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$  örneğinin SEM fotoğrafları 40µm, 20µm, 10µm, 5µm ve 2µm olarak, Şekil 4.7 de 600°C de tavllanmış  $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$  örneğinin SEM fotoğrafları 40µm, 20µm, 10µm, 5µm ve 2µm olarak, Şekil 4.8 de 500°C de tavllanmış  $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$  örneğinin SEM fotoğrafları 40µm, 20µm, 10µm, 5µm ve 2µm olarak, Şekil 4.9 de 600°C de tavllanmış  $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$  örneğinin SEM fotoğrafları 40µm, 20µm, 10µm, 5µm ve 2µm olarak farklı boyutlarda büyütülmüş şekilleriyle görülmektedir. Bu SEM fotoğraflarından oluşan Al katkılı CdMnO örneklerinin yüksek kristallik gösterdiği ortaya çıkmaktadır. 600°C de tavlanan Al katkılı CdMnO örneklerinin homojen bir yapı gösterdiği SEM fotoğraflarından anlaşılmaktadır. Yaptığımız çalışmada sol-gel yönteminde döndürme metodu kullanılarak hazırlanan Al katkılı CdMnO örneklerinin yüzeysel özellikleri SEM kullanılarak incelenmiş ve bulunan sonuçların Al katkılı CdO (R. Maity ve ark, A A Ziabari ve ark ) gibi daha önceden yapılmış çalışmalarla benzerlikler gösterdiği görülmektedir.



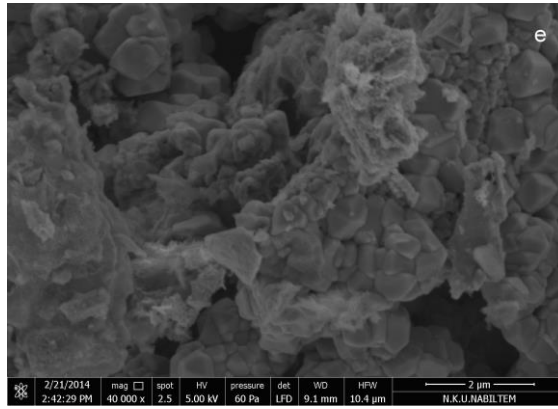
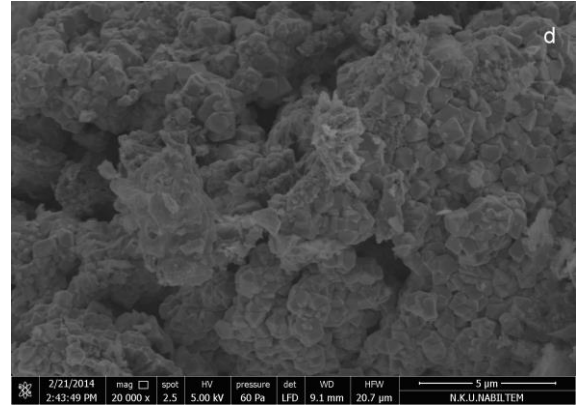
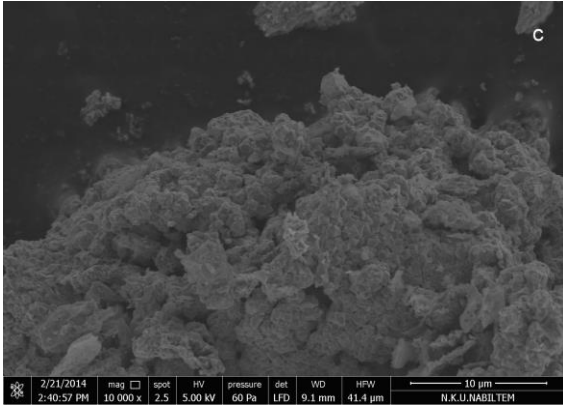
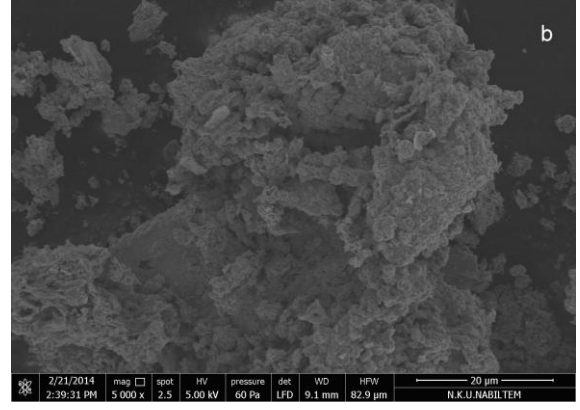
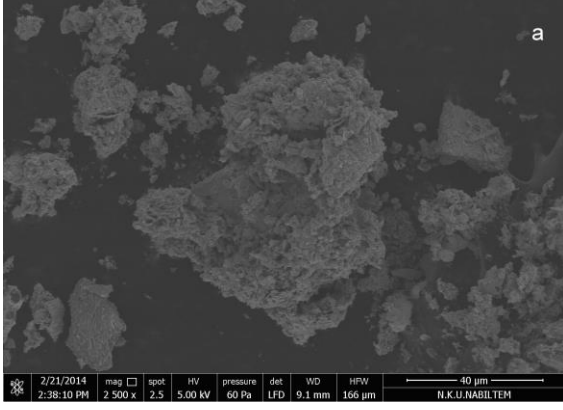
Şekil 4.5 : 500°C de tavlanmış Cd<sub>0.95</sub>Mn<sub>0.05</sub>O örneğinin SEM görüntüleri a)40µm b)20µm c)10µm d)5µm e)2µm



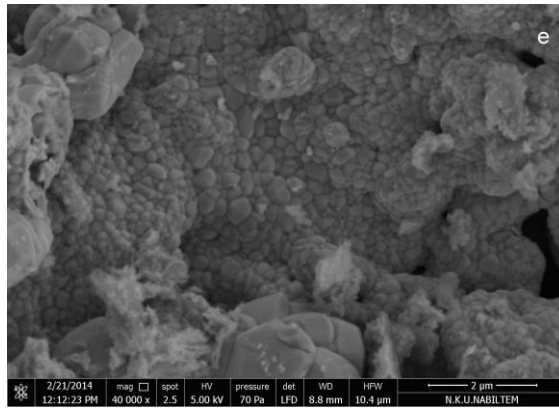
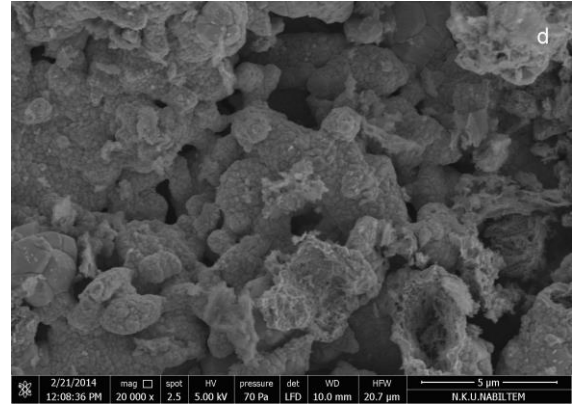
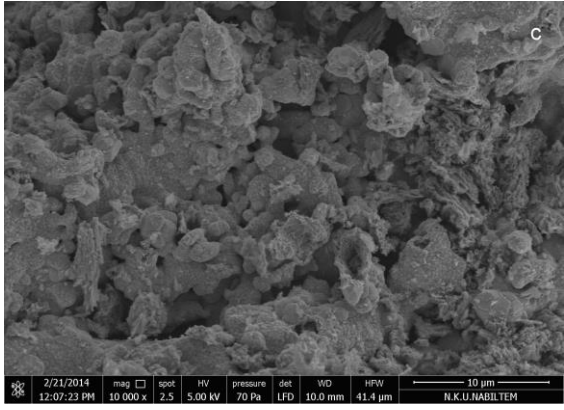
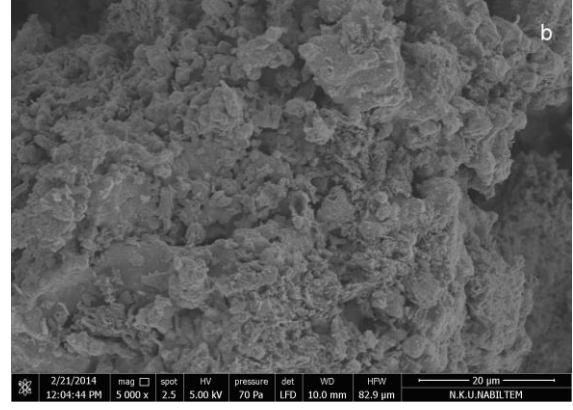
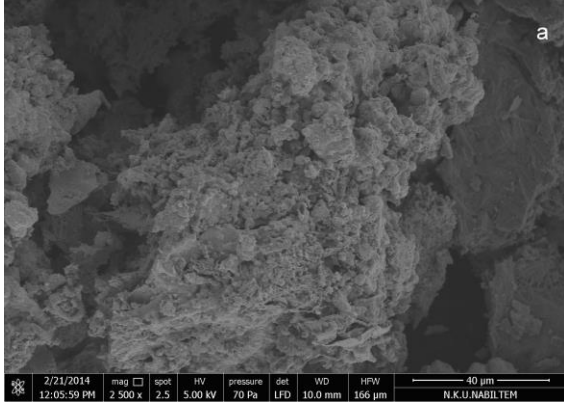
Şekil 4.6 : 500°C de tavlanmış Cd<sub>0,91</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,04</sub>O örneğinin SEM görüntüleri a)40μm b)20μm c)10μm d)5μm e)2μm



Şekil 4.7 : 600°C de tavllanmış Cd<sub>0.91</sub>Mn<sub>0.05</sub>Al<sub>0.04</sub>O örneğinin SEM görüntüleri a)40μm b)20μm c)10μm d)5μm e)2μm



Şekil 4.8 : 500°C de tavlanmış  $Cd_{0.89}Mn_{0.05}Al_{0.06}O$  örneğinin SEM görüntüleri a)40µm b)20µm c)10µm d)5µm e)2µm



Şekil 4.9 : 600°C de tavlanmış Cd<sub>0.89</sub>Mn<sub>0.05</sub>Al<sub>0.06</sub>O örneğinin SEM görüntüleri a)40µm b)20µm c)10µm d)5µm e)2µm

### 4.3 Manyetik Özellikler

Sol-gel yönteminde döndürmeli kaplama metodu kullanılarak hazırlanan Al katkılı CdMnO örneklerinin manyetik özellikleri VSM kullanılarak oda sıcaklığında  $\pm 20$  KOe manyetik alan altında ölçülmüştür. VSM ölçümleri hem Al katkılanmış CdMnO için hem de katkılanmamış CdMnO için alınmıştır. CdMnO örneğine yapılan Al katkılmasının doygunluk mıknatıslanmasına ( $M_s$ ) ve sıfırlayıcı alana ( $H_c$ ) olan etkisi Çizelge 4.1 de gösterilmiştir.

Mıknatıslanması sıfır olan bir ferromanyetik malzemeye manyetik alan uygulandığında manyetik momentler alanla aynı yöne yönelirler, uygulanan dış manyetik alanı arttırdığımızda momentlerin hepsi manyetik alanla aynı yönde dizilirler ve mıknatıslanma doyuma ulaşır. Bu noktadan sonra manyetik alan daha fazla artırılrsa da mıknatıslanma değeri değişmeyecek ve sabit kalacaktır bu değere de doygunluk mıknatıslanması ( $M_s$ ) denir.

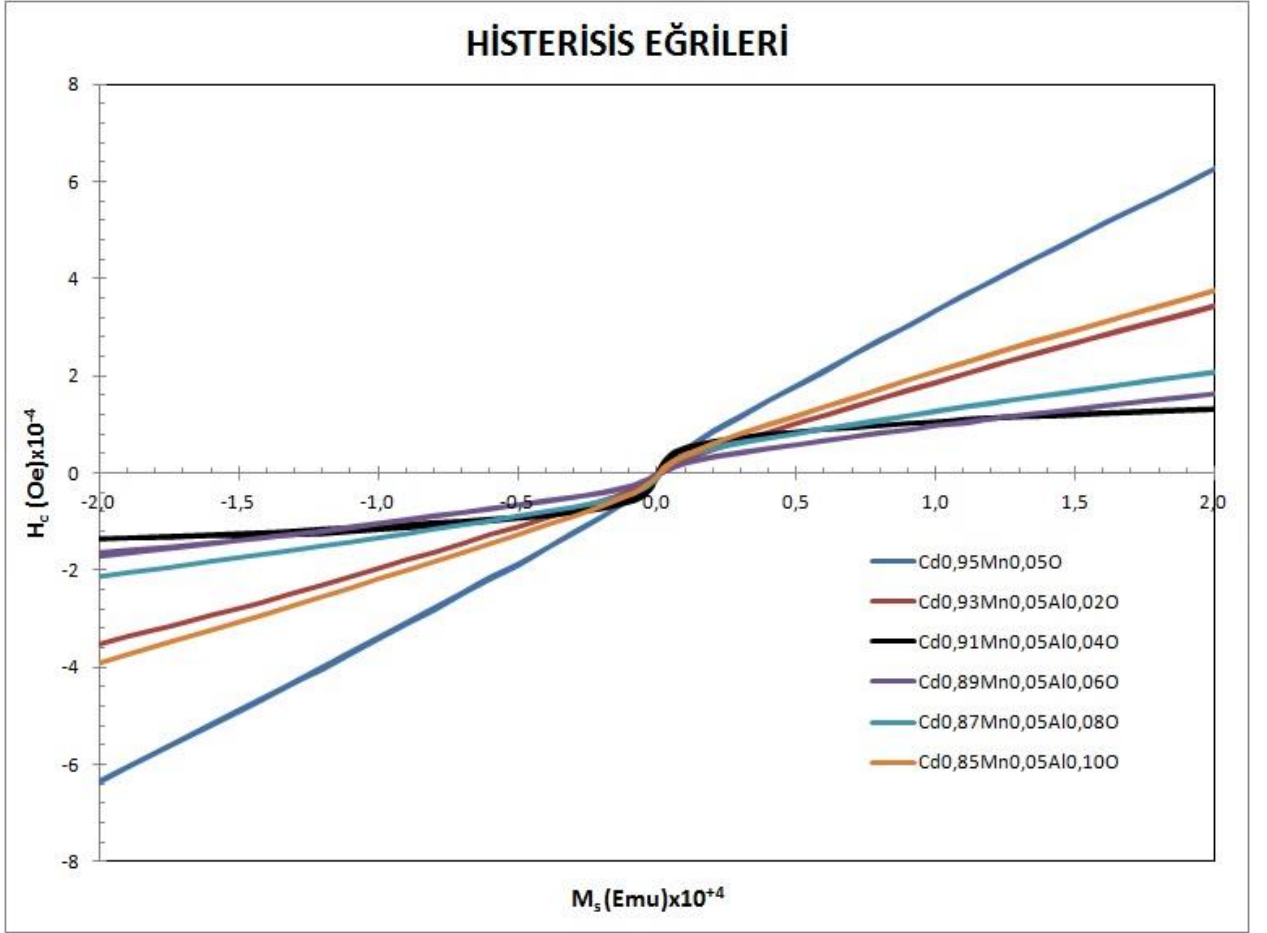
Ferromanyetik malzemelerin sahip olduğu mıknatıslık değerini sıfıra indirmek için malzemeye uygulanan ters manyetik alana sıfırlayıcı alan (koersivite  $H_c$ ) denir. Mıknatıslanmaya karşı koyduğu için zorlayıcı alan olarakta bilinir.

Doygunluk mıknatıslanması ( $M_s$ ) ve zorlayıcı manyetik alan ( $H_c$ ) için tavlannmamış altı örnekteki M-H değerleri sırasıyla  $1,36 \times 10^{-4}$  ve  $6,85 \times 10^{-4}$  emu, 30,225 ve 62,722 Oe arasındadır. Al katkılı CdMnO örneklerinde  $M_s$  ve  $H_c$  değerleri önemli ölçüde artmıştır. Şekil 4.10 da Al katkılanan CdMnO örneklerinin histeresis eğrileri gösterilmiştir.

Çizelge 4.1: CdMnO örneğine yapılan Al katkılmasının doygunluk mıknatıslanmasına ( $M_s$ ) ve koersiviteye ( $H_c$ ) olan etkisi

Örnekler	$M_s(\text{emu}) \times 10^{-4}$	$H_c(\text{Oe})$
$\text{Cd}_{0,95}\text{Mn}_{0,05}\text{O}$	6,85	51,494
$\text{Cd}_{0,93}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,02}\text{O}$	3,79	41,149
$\text{Cd}_{0,91}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,04}\text{O}$	1,36	30,225
$\text{Cd}_{0,89}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,06}\text{O}$	1,78	62,722
$\text{Cd}_{0,87}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,08}\text{O}$	2,23	58,297
$\text{Cd}_{0,85}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,10}\text{O}$	4,15	46,264



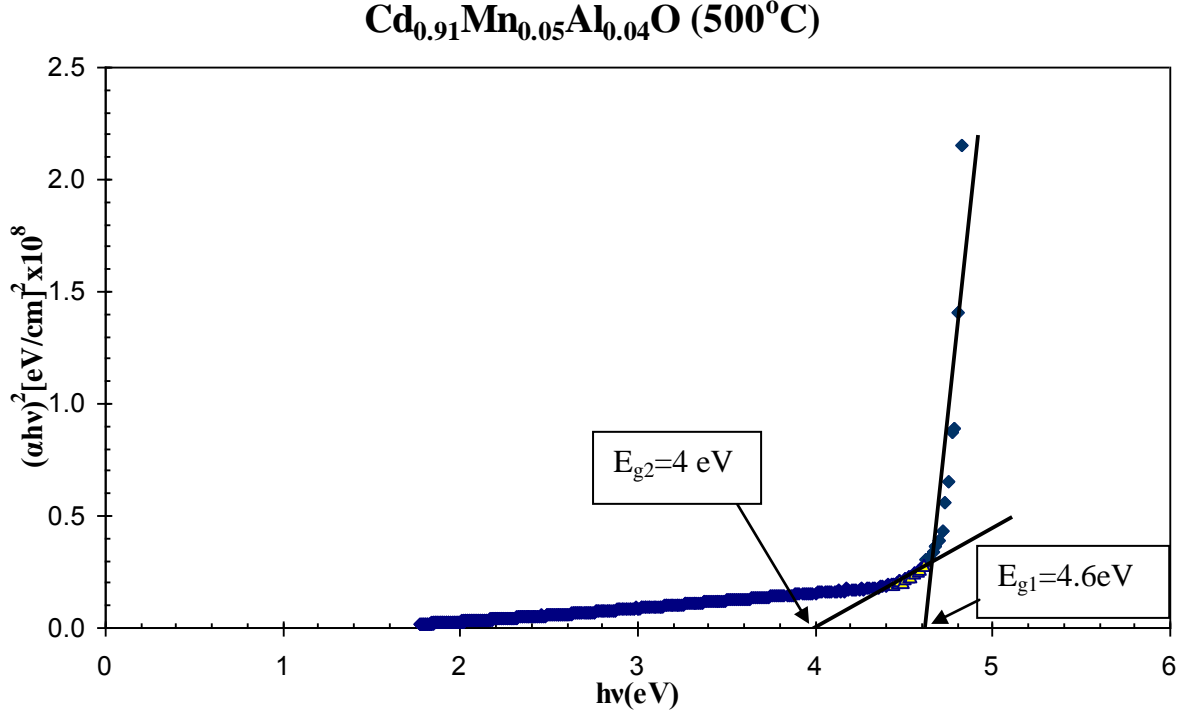


Şekil 4.10 : Al katkılanması yapılan CdMnO örneklerinin Histerisis eğrileri

#### 4.4 Optik Özellikler

Sol-gel yönteminde döndürmeli kaplama metodu kullanılarak hazırlanan Al katkılı CdMnO örneklerinin optik özellikleri UV-Vis tekniği kullanılarak incelenmiştir. Çalışmamızda 500°C ve 600°C de tavllanmış  $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$  ve  $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$  örneklerinin yasak-bant aralığını hesaplamak için optik yöntem kullanılmıştır. Bunun için  $(\alpha hv)^2 - hv$  değişim grafikleri çizilmiştir. Bu grafiklerde lineer kısmının doğrultusunda hv eksenini kestiği noktanın enerji değeri seyreltik manyetik yarıiletkenin yasak-bant aralığı olarak belirlenmiştir. Şekil 4.11 de 500°C de tavllanmış  $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$  örneğinin  $(\alpha hv)^2 - hv$  değişim grafiği görülmektedir. Grafiğin verileri Çizelge 4.2 de verilmiştir. Bu grafik incelendiğinde; lineer soğurma katsayısının 4-4,6 eV enerji aralığında arttığı görülmektedir. Burada hv eksenini kesen iki doğrunun olduğu görülmektedir. Bu doğruların hv eksenini kesen noktaların enerji değerleri 4 eV ve 4,6 eV olarak bulunmuştur. Bu iki enerjiden 4,6 eV'

luk enerji  $\text{Cd}_{0,91}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,04}\text{O}$  örneğinin yasak-bant aralığını ve diğer enerji ise bant sarkmalarından kaynaklan enerji aralığını temsil etmektedir.

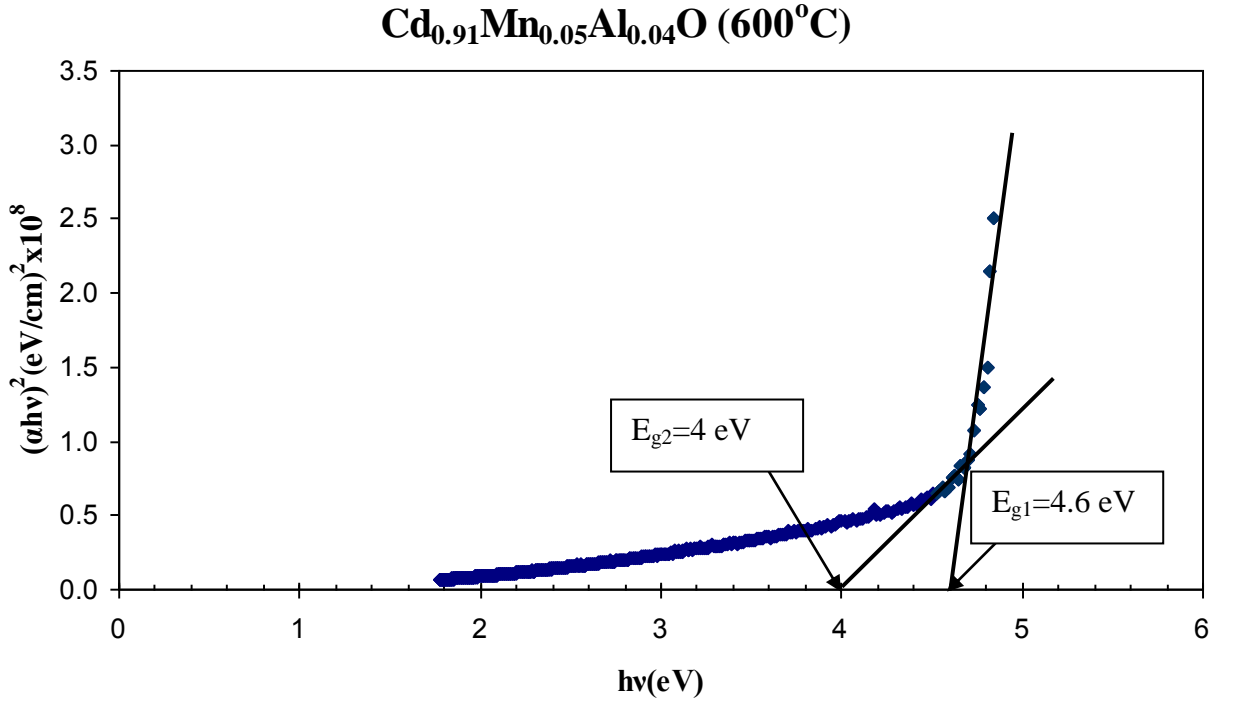


Şekil 4.11 : 500°C de tavllanmış  $\text{Cd}_{0,91}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,04}\text{O}$  örneğinin  $(\alpha hv)^2$ - $h\nu$  değişim grafiği

Çizelge 4.2 : 500°C de tavllanmış  $\text{Cd}_{0,91}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,04}\text{O}$  örneğinin  $(\alpha hv)^2$ - $h\nu$  değerleri

$h\nu$ (eV)	$(\alpha hv)^2$ [eV/cm]² x 10 <sup>8</sup>
1,7	0,18
2,0	0,29
2,5	0,56
3,0	0,88
3,5	1,25
4,0	1,54
4,5	2,17
4,8	21,52

Şekil 4.12 600°C de tavllanmış  $\text{Cd}_{0.91}\text{Mn}_{0.05}\text{Al}_{0.04}\text{O}$  örneğinin  $(\alpha h\nu)^2$ - $h\nu$  değişim grafiği görülmektedir. Grafiğin verileri Çizelge 4.3 de verilmiştir. Bu grafik incelendiğinde; lineer soğurma katsayısının 3,5-4,6 eV enerji aralığında arttığı görülmektedir. Burada  $h\nu$  eksenini kesen iki doğrunun olduğu görülmektedir. Bu doğruların  $h\nu$  eksenini kesen noktaların enerji değerleri 4 eV ve 4,6 eV olarak bulunmuştur. Bu iki enerjiden 4,6 eV' luk enerji  $\text{Cd}_{0.91}\text{Mn}_{0.05}\text{Al}_{0.04}\text{O}$  örneğinin yasak-bant aralığını ve diğer enerji ise bant sarkmalarından kaynaklan enerji aralığını temsil etmektedir.

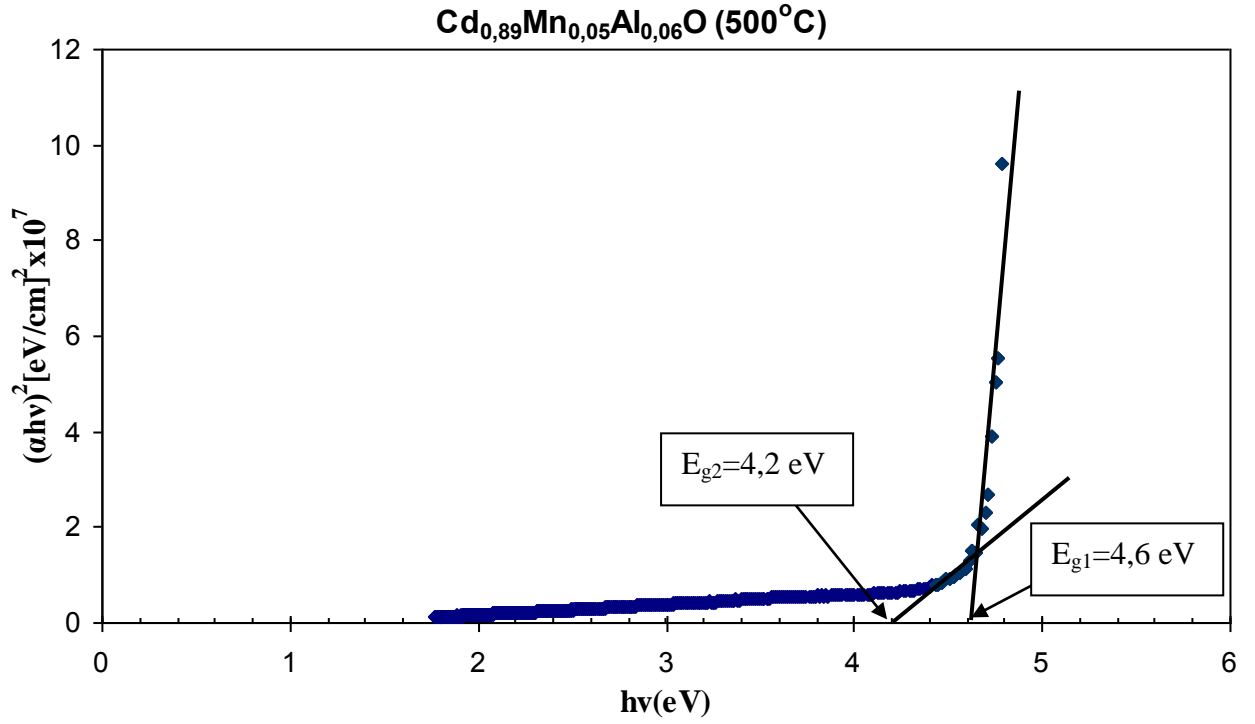


Şekil 4.12: 600°C de tavllanmış  $\text{Cd}_{0.91}\text{Mn}_{0.05}\text{Al}_{0.04}\text{O}$  örneğinin  $(\alpha h\nu)^2$ - $h\nu$  değişim grafiği

Çizelge 4.3 : 600°C de tavlanmış Cd<sub>0,91</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,04</sub>O örneğinin (αhv)<sup>2</sup>-hv değerleri

hv (eV)	(αhv) <sup>2</sup> [eV/cm] <sup>2</sup> x10 <sup>7</sup>
1,7	0,67
2,0	0,89
2,5	1,56
3,0	2,34
3,5	3,30
4,0	4,59
4,5	6,45
4,8	24,99

Şekil 4.13 500°C de tavlanmış Cd<sub>0,89</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,06</sub>O örneğinin (αhv)<sup>2</sup>-hv değişim grafiği görülmektedir. Grafiğin verileri Çizelge 4.4 de verilmiştir. Bu grafik incelendiğinde; lineer soğurma katsayısının 4,5 eV enerjiden sonra arttığı görülmektedir. Burada hv eksenini kesen iki doğrunun olduğu görülmektedir. Bu doğruların hv eksenini kesen noktaların enerji değerleri 4,2 eV ve 4,6 eV olarak bulunmuştur. Bu iki enerjiden 4,6 eV' luk enerji Cd<sub>0,91</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,04</sub>O örneğinin yasak-bant aralığını ve diğer enerji ise bant sarkmalarından kaynaklan enerji aralığını temsil etmektedir.

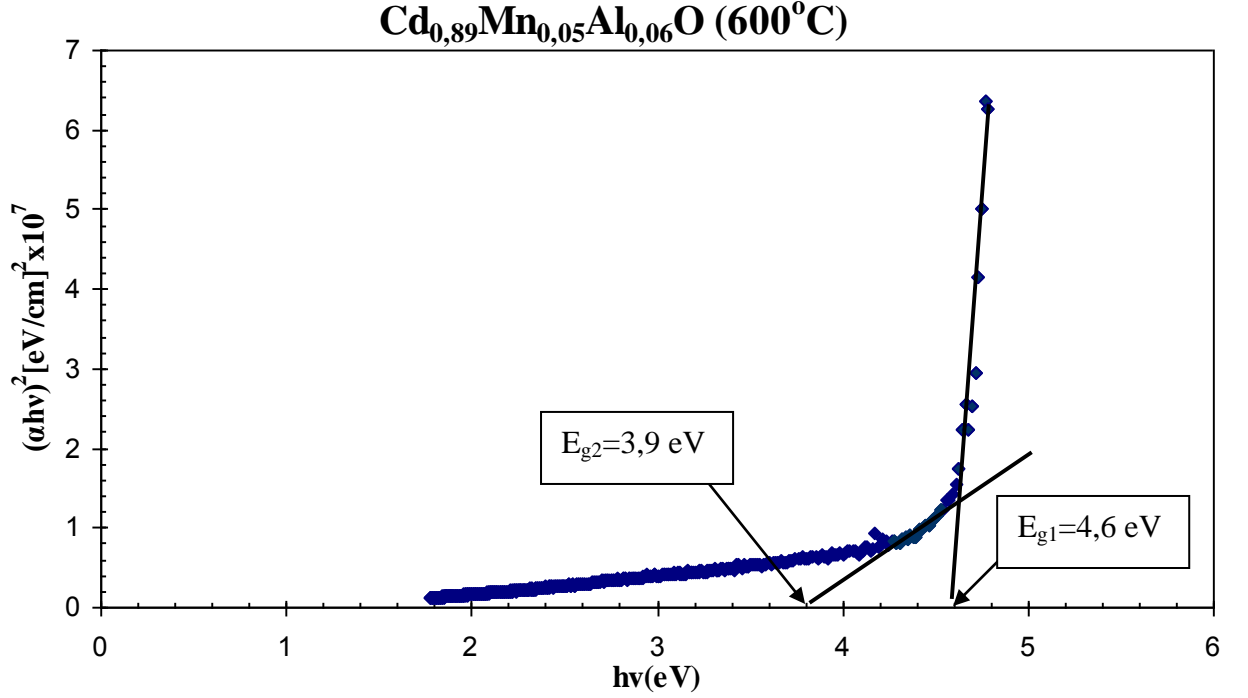


Şekil 4.13: 500°C de tavllanmış Cd<sub>0,89</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,06</sub>O örneğinin  $(\alpha hv)^2$ - $h\nu$  değişim grafiği

Çizelge 4.4 : 500°C de tavllanmış Cd<sub>0,89</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,06</sub>O örneğinin  $(\alpha hv)^2$ - $h\nu$  değerleri

$h\nu$ (eV)	$(\alpha hv)^2$ [eV/cm] <sup>2</sup> x 10 <sup>7</sup>
1,7	0,12
2,0	0,17
2,5	0,27
3,0	0,39
3,5	0,51
4,0	0,59
4,5	0,93
4,7	9,63

Şekil 4.14 600°C de tavllanmış  $\text{Cd}_{0,89}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,06}\text{O}$  örneğinin  $(\alpha h\nu)^2$ - $h\nu$  değişim grafiği görülmektedir. Grafiğin verileri Çizelge 4.5 de verilmiştir. Bu grafik incelendiğinde; lineer soğurma katsayısının 4,5 eV enerjiden sonra arttığı görülmektedir. Burada  $h\nu$  eksenini kesen iki doğrunun olduğu görülmektedir. Bu doğruların  $h\nu$  eksenini kesen noktaların enerji değerleri 3,9 eV ve 4,6 eV olarak bulunmuştur. Bu iki enerjiden 4,6 eV' luk enerji  $\text{Cd}_{0,91}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,04}\text{O}$  örneğinin yasak-bant aralığını ve diğer enerji ise bant sarkmalarından kaynaklan enerji aralığını temsil etmektedir.



Şekil 4.14 : 600°C de tavllanmış  $\text{Cd}_{0,89}\text{Mn}_{0,05}\text{Al}_{0,06}\text{O}$  örneğinin  $(\alpha h\nu)^2$ - $h\nu$  değişim grafiği

Çizelge 4.5 : 600°C de tavllanmış Cd<sub>0,89</sub>Mn<sub>0,05</sub>Al<sub>0,06</sub>O örneğinin (αhv)<sup>2</sup>-hv değerleri

hv (eV)	(αhv) <sup>2</sup> [eV/cm] <sup>2</sup> x10 <sup>7</sup>
1,7	0,12
2,0	0,17
2,5	0,27
3,0	0,40
3,5	0,54
4,0	0,67
4,5	1,16
4,7	6,28

## TARTIŞMA ve SONUÇ

Yaptığımız çalışmada  $Cd_{0,95-x}Mn_{0,05}Al_xO$  ( $x=0, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10$ ) seyreltik manyetik yarıiletken tozlar sol-gel yöntemi kullanılarak sentezlendi. Oluşturulan tozların X-ışını kırınım difraksiyon analizi ölçümleri alınarak yapısal özellikleri incelendi. Yapılan XRD analizleri sonucunda hazırlanan  $Cd_{0,95-x}Mn_{0,05}Al_xO$  seyreltik manyetik yarıiletken tozların amorf yapıda olduğu belirlenmiş ve bu tozlara uygulanan ısıl işlem neticesinde örneklerin hegzagonal kristal yapıda kristallendiği görülmüştür. Isıl işlem uygulanmasıyla birlikte bu tozların XRD desenleri incelendiğinde elde edilen piklerin CdO kristal örgüsüne ait olduğu ve onun (111), (200), (220) ve (311) düzlemlerine karşılık geldiği belirlenmiştir. Tavlama sıcaklığını  $500^{\circ}C$  den  $600^{\circ}C$  ye arttırdığımızda  $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$  örneğinin kristal yapısında bir iyileşme gözlemlenmiştir.  $Cd_{0,89}Mn_{0,05}Al_{0,06}O$  örneği için alınan XRD sonuçlarında tavlama sıcaklığının  $500^{\circ}C$  den  $600^{\circ}C$  e çıkartılmasıyla XRD deseninde de ekstra pikler ve ayrıca CdO ait olan piklerin pozisyonlarında belirgin kaymalar görülmektedir. Al katkılanmasının ve tavlama sıcaklığının birlikte artması kristal yapıda katkı ve kusurların neden olduğu stres ve zorları ortaya çıkarmıştır.

SEM ölçümleri yapıldı. SEM fotoğrafları incelendiğinde filmlerin yüzeyi üzerinde gelişigüzel dağılım gösteren ve homojenliği bozan beyaz bölgeler olduğu görüldü. Bu beyaz bölgeleri çözelti oluşumu esnasında tam çözünme sağlayamamış parçacıkların oluşturduğunu düşünmekteyiz. Farklı atom yarıçaplarına sahip elementlerin atomlarının birbiri arasına sıkışarak homojenliği bozmuş olabileceği de ayrıca düşünülmektedir. Aynı zamanda üretim esnasında oluşan ve homojenliği bozan kusurlar bu görünüme neden olabilmektedir. Tavlama sıcaklığı artırıldığında daha homojen bir yapıya geçildiği ve safsızlıkların azalması etkisi ile de daha düzgün bir yapı elde edildiği de gözlemlendi. Tavlama sıcaklığını  $500^{\circ}C$  den  $600^{\circ}C$  ye arttırdığımızda örneklerimizin SEM fotoğraflarında da kristal yapının iyileştiğini gözlemledik.

Doygunluk mıknatıslanması ( $M_s$ ) ve zorlayıcı manyetik alan ( $H_c$ ) için tavlamanın altı örnekteki M-H değerleri sırasıyla  $1,36 \times 10^{-4}$  ve  $6,85 \times 10^{-4}$  emu, 30,225 ve 62,722 Oe arasında bulundu. Al katkılanan örneklerdeki  $M_s$  ve  $H_c$  değerlerinin önemli ölçüde arttığı görüldü. Özellikle  $Cd_{0,91}Mn_{0,05}Al_{0,04}O$  örneğinde manyetik özelliklerin oluştuğunu gözlemledik. Bu örneğimizin doygunluk mıknatıslanmasının ( $M_s$ )  $1,36 \times 10^{-4}$  emu, zorlayıcı manyetik alanın ( $H_c$ ) 30,225 Oe olduğunu gördük.

Örneklerin optik özellikleri incelendi ve yasak-bant aralıkları 4.6 eV civarında bulundu. Bu sonucun örneklerdeki kusurlardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Elde edilen



grafiklerden örneklerin enerji deęerleri, yasak bant aralıkları, bant sarkmalarından kaynaklı enerji aralıkları ve deformasyon ve katkı malzemelerinden dolayı oluşan safsızlık bandının enerjisi bulundu.

## KAYNAKLAR

- Appelbaum I (2009). A Haynes–Shockley experiment for spin-polarized electron transport in silicon. *Solid-State Electronics*, 53:1242–1245
- Arslan A (2013).  $\text{Bi}_{1.75}\text{Pb}_{0.25}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_{3-x}\text{Sn}_x\text{O}_{10+\delta}$  Süperiletken Sisteminin Termal, Yapısal, Mekanik, Elektriksel ve Manyetik Özelliklerinde Cu-Sn Kısmi Yerdeğişimi Etkisinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Arslan Y (2011). Anti-Bakteriyel Filmlerin Cam Üzerine Sol-gel Yöntemi ile Kaplanması. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Bazu T (2013). Sol-gel Yöntemi ile Kaplanarak Kendini Temizleyen Yüzeylerin Elde Edilmesi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Can M M (2011). Co Katkılı ZnO Seyreltik Manyetik İnce Filmlerin Sentezi ve Fiziksel Özellikleri. Doktora Tezi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Cullity B.D., Graham C.D. (2009). *Introduction to magnetic materials*. Wiley & Sons, 554, New Jersey.
- Dietl, T, Ohno H, Matsukura F, Cibert J, Ferrand D (2000). Zener Model Description of Ferromagnetism in Zinc-Blende Magnetic Semiconductors. *Science*, 287:5455-1019.
- Ener S (2008).  $\text{Gd}_5\text{Si}_{2.05-x}\text{Ge}_{1.95-x}\text{Sb}_{2x}$  Sisteminin  $2x=0, 0.01, 0.03, 0.05$  ve  $0.08$  Bileşikleri İçin Yapısal ve Manyetokalorik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek lisans tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Ergü Ö B (2006). Sol-gel yöntemiyle farklı asit oranlarında alümina-zirkonya kompozit malzeme üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Güney H (2012). ZnO'nun Seyreltilmiş Manyetik Yarıiletken Olarak Elektrokimyasal Yöntemle Büyütülmesi ve Karakterizasyonu. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, Türkiye.
- Hacıismailoğlu M C (2011). Nano-Kristal Toroid Manyetik Çekirdeklerde Histeresis Eğrisinin Modellenmesi. Doktora Tezi, UÜ. Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Bursa.
- Huang C, Guo Y, Liu X, Wang Y (2006). Structural and optical properties of  $\text{Ti}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_2$  films prepared by sol–gel spin coating. *Thin Solid Films*, 505:141 – 144
- Hasağçebi Ö (2006). Sol-gel yöntemiyle hazırlanan bakır oksit ince filmlerin elektriksel, yapısal ve optiksel özelliklerinin incelenmesi. *Y. Lisans Tezi*, Ankara Üniv. Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.

- Jiang Y, Wang W, Jing C, Cao C, Chu J (2011). Sol–gel synthesis, structure and magnetic properties of Mn-doped ZnO diluted magnetic semiconductors. *Materials Science and Engineering B*, 176:1301– 1306
- Kim Y M, Yoon M, Park W, Park Y J, Lyou J H (2004). Synthesis and magnetic properties of  $Zn_{1-x}Mn_xO$  films prepared by the sol-gel method. *Solid State Communications*, 129 :175–178
- Kuşçu F (2011). Co ve Fe Tabanlı Bazı Metalik Cam Malzemelerin Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyon, Türkiye.
- Küçük İ (2003). Çalışma frekansına ve geometrik yapıya bağlı olarak toroid çekirdeklerin manyetik özelliklerinin deneysel ve kuramsal incelenmesi. Doktora Tezi, UÜ. Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Bursa.
- Liu E, Xiao P, Chen J S, Lim B C, Li L (2008). Ni doped ZnO thin films for diluted magnetic semiconductor materials. *Current Applied Physics*, 8 :408–411
- Liu H, Fei L, Yang J, Jin X, Liu Y, Liu X, Gao M (2011). Influence of annealing temperature on structural, optical and Magnetic properties of  $Zn_{0.95}Cu_{0.02}Cr_{0.03}$  powders. *Solid State Communications* ,151:1864–1868
- Liu H, Yang J, Hua Z, Liu Y, Yang L, Zhang Y, Cao J (2011). Cu-doping effect on structure and magnetic properties of Fe-doped ZnO powders. *Materials Chemistry and Physics*, 125 :656–659
- Liu Y, Yang Y, Yang J, Guan Q, Liu H, Yang L, Zhang Y, Wang Y, Wei M, Liu X, Fei L, Cheng X (2011). Intrinsic ferromagnetic properties in Cr-doped ZnO diluted magnetic semiconductors. *Journal of Solid State Chemistry*, 184:1273–1278
- Maity R, Chattopadhyay K K (2006). Synthesis and characterization of aluminum-doped CdO thin films by sol–gel process. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 5:597–606
- Mandal S K, Nath T K (2006). Microstructural, magnetic and optical properties of ZnO:Mn ( $0.01 \leq x \leq 0.25$ ) epitaxial diluted magnetic semiconducting films. *Thin Solid Films*, 515: 2535–2541
- Mensiri S, Sreesongmuang J, Thomas C, Klinkaewnarong J (2006). Magnetic behavior of nanocrystalline powders of Co-doped ZnO diluted magnetic semiconductors synthesized by polymerizable precursor method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 301:422–432
- Okuyucu H (2002). Yterbiyum-baryum-bakır oksit süperiletken seritlerin sol-gel metodu ile üretimi ve karakterizasyonu. Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye
- Özbey E P (2004). Sol-gel Yöntemiyle Hazırlanan  $SiO_2-TiO_2$  Esaslı Yansıtmacı Kaplamalar. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.

- Perinçek F (2011). Fe-Co Temelli Metalik Cam İnce Filmlerin Manyetik ve Yapısal Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ, Türkiye.
- Santos D A A, Macedo A M (2012). Study of the magnetic and structural properties of Mn-, Fe-, and Co-doped ZnO powder. *Physica B*, 407:3229–3232
- Shim I B, Kim C S (2004). Doping effect of indium oxide-based diluted magnetic semiconductor thin films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 272–276 :1571–1572
- Syed Ali K S, Saravanan R, İsrail S, Açıkgoz M, Arda L (2010). Localized ferromagnetic charge ordering through charge density analysis in nano sized diluted magnetic semiconductor  $\text{Co}^{2+}:\text{ZnO}$ . *Physica B*, 405:1763–1769
- Şener D (2006). Sol-Gel Yöntemiyle Hazırlanan Metal Oksit İnce Filmlerin Elektriksel, Yapısal ve Optiksel Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Taksın D (2006). Sol-gel metoduyla hazırlanan metaloksit filmlerin yapısal ve elektriksel karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Tıgılı S (2000).  $\text{ZrO}_2\text{-TiO}_2$  İnce Filmlerin Oluşturulması ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Torre E.D. (1999). *Magnetic hysteresis*. IEEE Press, 215, New York.
- Turhan İ (2000).  $\text{TiO}_2\text{-VO}_2$  İnce Filmlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu. Y. Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Türkiye.
- Uhlmann D R, Suratwala T, Davidson K, Boulton J M, Teowee G (1997). Sol-Gel derived coatings on glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 218: 113-122.
- Uzun Ş (2012). Sol-gel Yöntemiyle Büyütülen İndiyum Katkılı Çinko Oksit Filmlerin Elektriksel ve Optiksel Özelliklerinin İncelenmesi. Y. Lisans Tezi, Ankara Üniv. Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Zhicheng Z, Yongping Z, Fachun L, Heng L, Zhinan H, Zhigao H (2006). Effects of Samarium Doping on Optical Properties of  $\text{Zn}_{0.9}(\text{Co}_{1-x}\text{Sm}_x)_{0.1}\text{O}$  Diluted Magnetic Semiconductor. *Journal Of Rare Earths*, Vol. 24: p.270
- Ziabari A A, Ghodsi F E, Kiriakidis G (2012). Correlation between morphology and electro-optical properties of nanostructured CdO thin films: Influence of Al doping. *Surface & Coatings Technology*, 213:15–20

## **ÖZGEÇMİŞ**

Mehmet AYDIN 1986 yılında Tekirdağ'da doğmuştur. Lise Öğrenimini Tekirdağ Çerkezköy HFZ Anadolu lisesinde tamamlayıp Muğla Üniversitesi Fizik Bölümünden 2010 yılında mezun olmuş ve aynı yıl Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nde Fizik Anabilim Dalı'nda yüksek lisans eğitimine başlamıştır.