



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

**PPy-Co VE PPy-CoNi MALZEMELERİN ELEKTRODEPOZİSYONLA
ÜRETİLMESİ VE MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Dilek VATANSEVER

**Prof. Dr. Mürsel ALPER
(Danışman)**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI**

BURSA - 2017

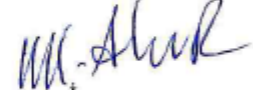
TEZ ONAYI

Dilek VATANSEVER tarafından hazırlanan "PPy-Co ve PPy-CoNi Malzemelerin Elektrodepozisyonla Üretilmesi ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Mürsel ALPER

Başkan: Prof. Dr. Mürsel ALPER

Uludağ Ü. Fen Edebiyat Fakültesi,
Fizik Anabilim Dalı


İmza

Üye: Prof. Dr. Hakan KOÇKAR

Balıkesir Ü. Fen Edebiyat Fakültesi,
Fizik Anabilim Dalı


İmza

Üye: Doç. Dr. Mürşide HACIİSMAİLOĞLU

Uludağ Ü. Fen Edebiyat Fakültesi,
Fizik Anabilim Dalı


İmza

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. AH BAYRAM


Enstitü Müdürü

22.08.2018 (Tarih)

Bilimsel Etik Bildirim Sayfası

U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu, - atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

.././....

İmza

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

PPy-Co VE PPy-CoNi MALZEMELERİN ELEKTRODEPOZİSYONLA ÜRETİLMESİ VE MANYETİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENEMESİ

Dilek VATANSEVER

Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Mürsel ALPER

Bu çalışmada PPy-Co ve PPy-CoNi filmlerin, Ti alt tabaka üzerine polipirolün(PPy) elektropolimerizasyonu yanında Co ve Ni' in elektrodpozisyonuyla üretilmesi ve karakteristik özellikleri araştırıldı. Bu özellikler PPy elektropolimerizasyon akım yoğunluğu, elektrodpozisyon potansiyeli ve çözeltinin Co ve Ni derişimlerine bağılı olarak incelendi. Numunelerin üretimi için 1,0-15,0 mA/cm² arasında değışen PPy akım yoğunluğuna bağılı numunelerin morfolojik yapısı Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yapıldı. Filmlerin bazı bölgelerinde küresel tanecikler bazı bölgelerde ise düz yüzeyler gözlemlendi. Akım yoğunluğu arttıkça taneler arası uzaklığın arttığı, tanelerin şeklinin büyüdüğü ve tane yoğunluğunun azaldığı gözlemlendi. Diğer taraftan Co depozisyon potansiyeline (0,8-1,8 V) bağılı olarak üretilen filmlerde potansiyel arttıkça tanelerin belirgin olan küresel şekilleri bozuldu ve heterojen bir yapıya dönüştü. Çözeltinin Co derişimi (0,0-0,5 M) arasında değıştirildi ve böylece filmin Co içeriğı de değıştı. Filmin artan Co içeriğı ile birlikte tanecik yoğunluğunun azaldığı, boyutunun büyüdüğü, aralarındaki mesafenin arttığı ve taneciklerin daha düzgün küresel şekiller aldığı gözlemlendi. Ayrıca çözeltideki Ni konsantrasyonu da (0,0-1,0 M) arasında değıştirildi ve buna bağılı olarak filmin Ni içeriğinin artmasının morfolojik yapıyı etkilediğı gözlemlendi. Filmlerin elementsel analizleri Enerji Ayırmalı X-ışını (EDX) Spektrometresi ile yapıldı. Üretilen filmlerin içeriğine göre Co, C, N, Au, Pd, Ni ve Ti (alttabaka) elementlerinin hepsinin pikleri elde edildi. Hazırlanan numunelerin Manyetik özellikleri Titreşimli Örnek Magnetometresi (Vibrating Sample Magnetometer-VSM) ile incelendi. PPy akım yoğunluğu arttıkça mıknatıslanmada 150-200 emu/g arasında değışmektedir. Co depozisyon potansiyeli arttıkça mıknatıslanmada artmıştır. İncelenen bütün filmler anizotropik histerisis eğrileri gözlemlendi ve kolay eksen film düzlemine paralel olmaktadır. Diğer taraftan çözeltinin Ni derişimine bağılı olarak Ni-Co filmlerde, Ni içeriğı arttıkça, Co içeriğindeki artışın tersi sonuç verdi.

Anahtar Kelimeler: PPy-Co ve PPy-CoNi filmler, elektrodpozisyon, SEM , EDX, VSM
2017, x + 59 sayfa.i

ABSTRACT

MSc Thesis

ELECTRODEPOSITION OF PPy-Co AND PPy-CoNi MATERIALS AND THEIR MAGNETIC PROPERTIES

Dilek VATANSEVER

Uludağ University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of
Physics

Supervisor: Prof.Dr. Mürsel ALPER

The production and characterization of PPy-Co and PPy-CoNi films prepared by electrodeposition of Co and Ni, and electropolymerization of (PPy) on Ti substrate have been studied. The properties of the films were investigated depending on the PPy electropolymerization current density, the electrodeposition potential and the concentrations of Co and Ni in solutions. The morphological structure was examined by Scanning Electron Microscope (SEM) depending on the PPy current density ranging from 1,0-15,0 mA / cm². The films have the spherical particles in some regions while the flat surfaces appear in other regions. It was observed that the distance between the particles increase as the current density increases. In addition, the particle size gets larger and larger, and the particle density decreases as well. The films produced depending on the Co deposition potential (0,8-1,8 V), as the deposition potential increases, the spherical shapes deformed and transformed into a heterogeneous structure. The Co concentration in the solution was varied between (0,0-0,5 M) and hence the Co content of the films varied. It was observed that the particle density decreases, the size grow, the spacing between them increased with increasing Co content of the films. Furthermore, the concentration of Ni in the solution was also changed between (0,0-1,0 M) and it was observed that the increase in the Ni content of Ni in the film significantly affected the morphological structure. Elemental analyzes of the films were performed with Energy Separated X-ray (EDX) Spectrometer. All elements, including Ti (substrate) depending on the content of all PPy-Co and PPy-CoNi films were observed in the film spectra. The magnetic properties of the samples were examined with a Vibrating Sample Magnetometer (VSM). As the PPy current density increases, the film magnetisation changes from 150 to 200 emu / g. The Co deposition potential increases and hence the Co content of the film increases, as a results of this, the film magnetisation increases. The hysteresis curves are anisotropic for all examined films.

Keywords: PPy-Co and PPy-CoNi films, Electrodeposition, SEM, EDX, VSM

2017, x + 59 pages.

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım sırasında lisans ve yüksek lisansta da danışmanım olan Prof. Dr. Mürsel ALPER' e tüm destek, bilgi paylaşımı ve pozitif düşünceleri için teşekkür ve saygılarımı sunarım. Ders aşamasından tezin yazılıp bitimine kadar her tür konuda yanımda olup destekleyen Doç. Dr. Mürşide HACİİSMAİLOĞLU' na sonsuz teşekkür ederim. Numunelerin VSM ölçümleri için bana yardımcı olan Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi' nden Doç. Dr. Hilal KURU, Prof. Dr. Hakan KOÇKAR ve Doç. Dr. Öznur KARAAĞAÇ' a, Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi' nden Araş. Gör. Kağan ŞARLAR' a teşekkür ederim. SEM ve EDX ölçümlerinde yardımcı olan Bahadır KARADUMAN, numunelerin FTIR ölçümleri için Uludağ Üniversitesi Kimya Bölümü' nden Doç. Dr. Bilgen OSMAN' a teşekkür ederim.

Son olarak da her zaman beni destekleyen, koşulsuz her türlü yanımda olan aileme teşekkür ederim.

Dilek VATANSEVER

14/ 08/ 2017

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
TABLolar DİZİNİ.....	ix
1.GİRİŞ.....	1
2.KURAMSAL BİLGİLER	3
2.1 İletken Polimerler.....	3
2.2 Co ve Ni Metalleri	4
2.3 Kompozit Yapılar.....	5
2.4 Elektrokimyanın Temel Kavramları	6
2.5 Elektrodpozisyon ve Elektropolimerizasyon.....	8
2.6 Manyetik Özellikler	10
3.MATERYAL VE YÖNTEM	13
3.1 Kompozit Filmlerin Hazırlanması	13
3.1.1 Alttabakanın Hazırlanması.....	13
3.1.2 PPy Elektropolimerizasyonu.....	13
3.1.3 Co ve Co-Ni Elektrodpozisyonu	14
3.1.4 Kompozit Filmin Alttabakadan Kaldırılması.....	15
3.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon	15
3.2.1 Dönüşümlü Voltammetri (CV)	15
3.3 Spektroskopik İncelemeler.....	16
3.4 Yapısal Karakterizasyon	19
3.5 Kimyasal Analiz.....	21
3.6 Manyetik Karakterizasyon	21
4.BULGULAR VE SONUÇ	23
4.1 Giriş	23
4.2 PPy-Co Kompozit Filmler	23

4.2.1 PPy-Co Kompozit Filmlerin Üretilmesi	23
4.2.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon	23
4.2.2.1 Dönüşümlü Voltammetri.....	23
4.2.2.2 Akım-Zaman Geçişleri.....	25
4.2.3 Yapısal Karakterizasyon	27
4.2.4 Kimyasal Analiz.....	29
4.2.5 Manyetik Karakterizasyon	32
4.3 PPy- CoNi Kompozit Filmler	38
4.3.1 PPy- CoNi Kompozit Filmlerin Üretilmesi	38
4.3.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon	38
4.3.3 Yapısal Karakterizasyon	40
4.3.3.1 Fourier Dönüşüm Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi.....	40
4.3.3.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	42
4.3.4 Kimyasal Analiz.....	44
4.3.5 Manyetik Karakterizasyon	47
5.TARTIŞMA.....	54
KAYNAKLAR	55
ÖZGEÇMİŞ	57

SİMGELER DİZİNİ

Simge	Açıklama
A	Yüzey Alanı, Amper
B	Manyetik akı yoğunluğu
E	Denge elektrot potansiyeli
E^0	Standart elektrot potansiyeli
a_{ion}	Metal iyonunun aktiflik sayısı
e^-	Elektron yükü
F	Faraday sabiti
H	Manyetik alan şiddeti
H_C	Koersivite
m	Toplam manyetik moment, kütle
m_o	Yörünge manyetik momenti
m_s	Spin manyetik momenti
M	Metal atomu, mıknatıslanma
M^{+n}	Metal iyonu
M_a	Bağlı atomik kütle
M_S	Doyum mıknatıslanması
M_r	Kalıcı manyetizasyon
N	Mol sayısı
n	Değerlik elektron sayısı
R	İdeal gaz sabiti
q	Elektriksel yük
t	Film kalınlığı
V	Potansiyel farkı
μ	Manyetik geçirgenlik
ρ	Özdirenç
μ_0	Boşluğun manyetik geçirgenliği
χ	Manyetik alınganlık

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 İletken polimer çeşitleri	3
Şekil 2.2 (a)Hegzagonal yapı (hcp) (b)Yüzey merkezli kübik yapı(fcc).....	5
Şekil 2.3 Histerisi eğrisi.....	12
Şekil 3.1 Üç elektrotlu elektrokimyasal hücre.....	14
Şekil 3.2 (a)Dönüşümlü voltamogramın elde edilmesinde kullanılan potansiyelin zamanla değişimi (b)Bu potansiyele karşılık gelen akım değişimi.....	16
Şekil 3.3 Fourier Dönüşüm Kızılötesi Spektroskopisi(FTIR)	17
Şekil 3.4 Pirool için Fourier Dönüşüm Kızılötesi Spektroskopisinin grafiğe yansıtılmış hali.....	18
Şekil 3.5 Pirool için laboratuvarda elde edilen FTIR sonucu	19
Şekil 3.6 SEM	20
Şekil 3.7 Titreşimli örnek magnetometresi(Vibrating Sample Magnetometer-VSM).....	21
Şekil 4.1 Pirool için elde edilen CV grafiği	24
Şekil 4.2 0,3 M Co' ın CV eğrisi	25
Şekil 4.3 Farklı akım yoğunluklarında üretilmiş PPy üzerine yapılan Co depozisyon sırasında kaydedilen akım zaman geçişleri	26
Şekil 4.4 PPy tabakası üzerine üretilen Co' ın farklı depozisyon potansiyellerinde akım zaman eğrisi.....	27
Şekil 4.5 PPy-Co akım değişimli seri için(a)1,0 mA/cm ² ,(b) 7,5 mA/cm ² ,(c) 12,0 mA/cm ² ,(d) 15,0 mA/cm ² akım yoğunluklu numuneler için SEM görüntüleri	28
Şekil 4.6 Co depozisyon potansiyeline göre değişiminde(a) 0,8 V,(b) 1,3 V, (c)1,8 V' luk filmlerin SEM görüntüleri.....	29
Şekil 4.7 PPy-Co filmlerin değişen depozisyon akımlarında elde edilen pikler	29
Şekil 4.8 7,5 mA/cm ² lik filmde oluşan iki farklı bölgenin EDX sonucu	30
Şekil 4.9 Co depozisyon potansiyeline göre EDX sonuçları	31
Şekil 4.10 1,3 V potansiyele sahip film için farklı bölge karşılaştırması	32
Şekil 4.11 PPy akım değişimi ile manyetik alana paralel ve dik uygulandığında elde edilen histerisis eğrileri.....	33
Şekil 4.12 Polipiroolün çeşitli akım değişimlerinde PPy-Co filmler için histerisis eğrileri	34
Şekil 4.13 PPy-Co filmlerin doyum ve kalıcı mıknatıslanmasının depozisyon akım yoğunluğu ile değişimi.....	34
Şekil 4.14 Depozisyon akım değişimi ile farklılık gösteren koersivite ve karelik.....	35
Şekil 4.15 PPy-Co filmlerin farklı potansiyellerdeki paralel ve dik histerisis eğrileri.....	36
Şekil 4.16 Farklı depozisyon potansiyellerinde PPy-Co filmlerin paralel ölçümleri için histerisis eğrisi.....	37
Şekil 4.17 Çeşitli Co potansiyellerinde doyum mıknatıslanması ve kalıcı manyetiklik.....	37
Şekil 4.18 PPy-Co filmlerde farklı depozisyon potansiyellerinde görülen koersivite ve karelik eğrileri	38
Şekil 4.19 PPy-CoNi filmlerin Co derişimine göre değişen akım-zaman eğrisi	39
Şekil 4.20 Ni derişimi değişiminde akım-zaman grafiği.....	40
Şekil 4.21 Saf polipirool için FTIR grafiği.....	41
Şekil 4.22 PPy-CoNi filmlerde Ni derişimi değiştiğinde FTIR grafiği	41

Şekil 4.23 Ni derişimi sabitken a)0,0 M b)0,1 M c)0,2 M d)0,5 M Co içeren PPy-CoNi filmlerin SEM görüntüleri	42
Şekil 4.24 Polipirol-CoNi malzemesinde Ni derişimi deęişimli seri (a) 0,0 M Ni, (b) 0,1 M Ni, (c) 0,5 M Ni, (d)1,0 M Ni derişimli numuneler için SEM görüntüleri	43
Şekil 4.25 Co derişimi deęişimi ile oluşan EDX sonuçları.....	44
Şekil 4.26 Çözelti ve filmdeki Co ve Ni miktarlarının grafięi.....	45
Şekil 4.27 0,5 M Co derişimli PPy-CoNi filmin farklı bölgelerinin grafięi.....	46
Şekil 4.28 Çeşitli Ni derişimlerinde elde edilen EDX grafięi.....	46
Şekil 4.29 1,0 M'lık Ni çözeltisinden oluşan PPy-CoNi filmi için farklı bölge karşılaştırması.....	47
Şekil 4.30 PPy-CoNi filmlerin Co derişimi deęişiminde oluşan histerisis eęrileri	48
Şekil 4.31 Ni derişimi sabitken çeşitli Co derişimlerinde üretilen kompozit filmler için histerisis eęrileri	49
Şekil 4.32 Farklı Co derişimlerinde doyum mıknatıslanması ve kalıcı manyetiklik deęerleri	49
Şekil 4.33 Co derişimine karşı koersivite ve karelik deęerleri	50
Şekil 4.34 Ni derişim deęişimiyle elde edilen histerisis eęrileri.....	51
Şekil 4.35 Co derişimi sabitken çeşitli Ni derişimlerinde üretilen kompozit filmler için histerisis eęrileri	52
Şekil 4.36 Farklı Ni derişimlerinde doyum mıknatıslanması ve kalıcı manyetiklik deęerleri.....	53
Şekil 4.37 Ni derişimine baęlı koersivite ve karelik eęrileri.....	53

TABLolar DİZİNİ

Tablo 2.1 25°C' de sulu çözelti içindeki bazı metaller için volt (V) olarak NHE ve SCE' ye göre standart elektrot potansiyelleri (SEP)	7
Tablo 3.1 CoNi depozisyonu için kullanılan çözelti derişimleri	15
Tablo 4.1 PPy-Co filmlerin deęişen akım yoğunluklarında hesaplanan alanlar	30
Tablo 4.2 PPy-Co filmler için deęişen potansiyeller için alan hesabı	31
Tablo 4.3 Çözelti içindeki Co ve Ni miktarları ve yüzdelikleri.....	44



1.GİRİŞ

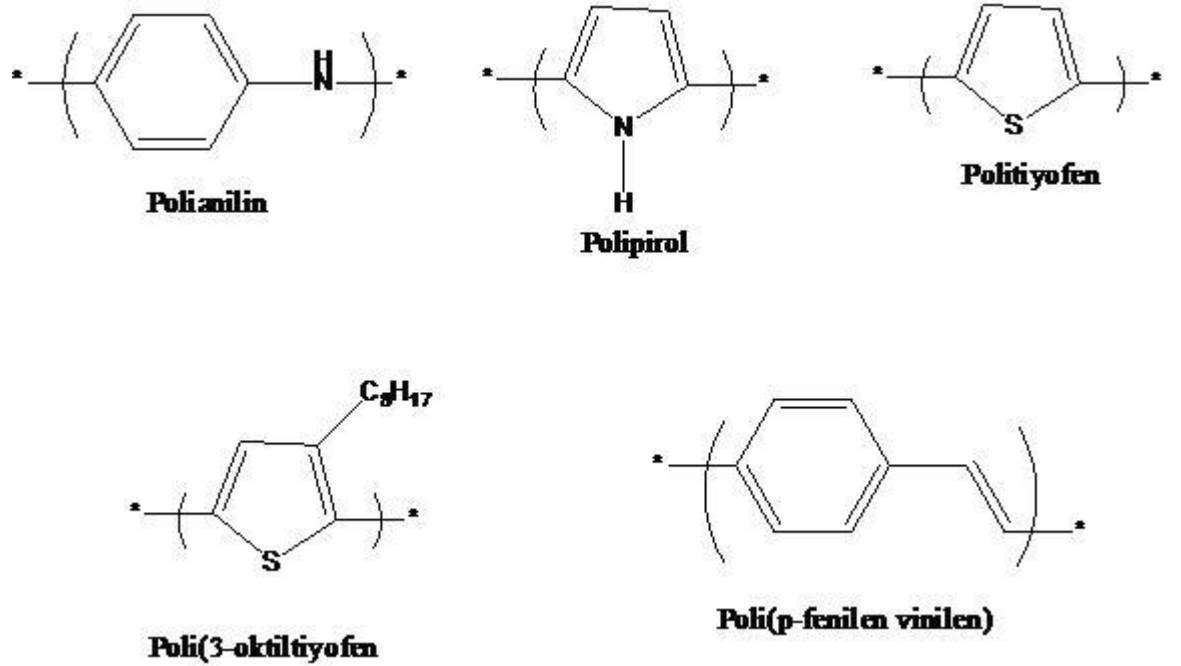
Kompozit malzeme birbirlerinin zayıf yönünü iyileştirerek üstün özellikler elde etmek amacıyla bir araya getirilmiş değişik tür malzemelerden veya fazlardan oluşan bir malzeme sistemidir. Üç boyutlu nitelikteki bu bir araya getirmede amaç, bileşenlerin hiç birinde tek başına mevcut olmayan bir özelliğin elde edilmesidir. Kompozit yapıların diğer malzemelere kıyasla bazı üstün tarafları vardır, örneğin, iyi bir görünüm vermeleri, diğer malzemelerle uyumluluğu, kolay imal edilebilmeleri, yüksek üretim miktarları, düşük maliyet, yüksek kalite, uzun kullanım süresi, iyi verimlilik, yüksek mukavemet, ısı ve ateşe dayanıklılık gibi özellikler sayılabilir. Kompozit malzemeler arasında en çok üzerinde çalışılan yapılardan biri de iletken polimerlerdir. Elektrik akımını iletebilen polimerlere iletken polimer denir. . İletken polimerler 1970'lerin sonunda ortaya çıkmaya başlamıştır. 1977 yılında H. Shirakawa, A.J. Heeger ve A.G. MacDiarmid poliasetilen filmlerin iyot, flor veya klor buharlarına tutularak yükseltildiğinde iletkenliğin 10^8 - 10^9 kat artarak 10^8 - 10^9 S/m düzeyine çıktığını gözlemişlerdir (<http://slideplayer.biz.tr/slide/9827463/>). Bu çalışmaları sayesinde de 2000 yılında Nobel Kimya Ödülünü almışlardır. İletken polimerler aslında katılama yapılarak elde edilenler ve kendiliğinden iletken olup, kimyasal yapıları nedeniyle kendi molekül zincirleri boyunca elektriği iletebilen polimerlerdir (Kalaycı, 2008). İletken polimerler; antistatik kaplama malzemeleri, korozyon önleyici, transistör, sensörler, bilgisayarlar için elektromanyetik koruyucular “Smart Windows”, ışık saçan diyotlarda (LED, OLED) alan etkili transistörler (FET), fotovoltaiik hücreler, süper kapasitörler, cep telefonları ve mini formattaki elektronik ekranlar, iyon seçici elektrotların yapımı, radar algılama sistemleri, çok düşük akımlar üretmeleri ve uzun ömürlü olmaları nedeniyle kalp pilleri gibi cihazlar da yaygın olarak kullanılmaktadırlar. İletken polimerler arasında en çok kullanılan polimer, sahip olduğu elektriksel ve mekanik özellikleri nedeniyle polipiroidür. PPy kararlı ve yükseltgenme indirgenme davranışı gösterir, ince film yapılarında metallerin kümelenmesini engeller ve geniş alan sağlar (Hacıismailoğlu 2015). Kalıcı ve yüksek manyetizasyonu olan maddeler ferromanyetik maddelerdir. Kalıcı manyetizasyon, ferromanyetik maddelerin en belirgin özelliklerindedir (Jiles 1991). Ferromanyetik maddelerden olan Co ve Ni geçiş

metalleridir. Ferromanyetik bir maddenin polimer yapıya ilave edilmesiyle oluşturulan kompozit malzemeler, dayanıklılık yanında manyetik ve elektriksel özellikler de kazanabilirler (Hacıismailođlu 2015). Bu alıřma, elektrodepozisyon tekniđi ile PPy-Co ve PPy-CoNi filmlerin titanyum (Ti) alttabaka zerine bytlmesi, kimyasal, yapısal ve manyetik zelliklerinin incelenmesi ile ilgilidir. Tezin kapsamı Giriř, Kuramsal Bilgi, Materyal ve Yntem, Arařtırma Sonuları ve Tartıřma olmak zere beř blmden meydana gelmektedir. Giriř blmnde konu ile ilgili yapılan alıřmalar hakkındaki bilgilere ilaveten tezin blmleri de tanıtılmaktadır. Blm 2 de, iletken polimerler, Co ve Ni metalleri, kompozit yapılar, elektrokimyanın temel kavramları, elektrodepozisyon ve elektropolimerizasyon, manyetik zellikler hakkında kuramsal bilgiler verilmiřtir. Materyal Yntem blmnde kompozit filmlerin retilmesi, alttabakadan kaldırılması, elektrokimyasal karakterizasyon iin dnřml voltammetri (CV) tekniđi ve akım-zaman geiřleri, yapısal zellikleri iin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Fourier Dnřm Kızıltesi Spektroskopisi (FTIR), kimyasal analizde Enerji Ayırmalı X-ıřını (EDX), manyetik zellikler iinde Titreřimli rnek Magnotometresi (VSM) teknikleri aıklanmıřtır. retilen PPy-Co ve PPy-CoNi malzemelerinin incelenen zelliklerinden elde edilen veriler ve yorumları Arařtırma Sonuları kısmında yer almaktadır. Yapılan alıřmanın kapsamlı bir zet sunuřu Tartıřma blmnde verilmiřtir.

2.KURAMSAL BİLGİLER

2.1 İletken Polimerler

Polimerler genelde yalıtkandırlar ancak elektriği iletebilen polimerlerde bulunmaktadır. İletken polimerlere organik metal ya da sentetik metal de denilmektedir. Üzerinde en çok çalışılan polimer türleri polianilin (Pani), polipirol (PPy), politiyofen, poli(3-oktiltiyofen) ve poli(p-fenilen vinilen)'dir. Şekil 2.1' de bazı iletken polimerler verilmiştir. Metallere göre daha düşük yoğunluklu olan polimerler genelde oda sıcaklığında kullanılır ve yüksek korozyon direncine sahiptir. Metallerin veya yarı-iletkenlerin optik ve elektriksel özelliklerini gösteren, polimerlerin bazı mekanik özelliklerini ve işlenebilirliğini koruyan malzemeler iletken polimerlerdir. Bu malzeme İletken polimerler konusundaki çalışmalar 1950'lerde yapılmaya başlanmıştır (<http://slideplayer.biz.tr/slide/9827463/>).



Şekil 2.1 İletken polimer çeşitleri

İletken polimerler kendi yapısında elektronlarla elektriksel iletkenlik sağlayan, başka bir ifadeyle uygun elektron vericiler ve alıcılarla yük transferinin sağlandığı yapılara bağlı sistemlerdir. Konjuge çift bağlı polimerlerin iletkenliği, katkılama işlemiyle artırılır. Polimer yapısına elektronlar verilerek ya da elektronlar alınarak polimere sırasıyla n-tipi

ve p-tipi katkılama yapılabilmektedir. Yükseltgenme ile polimer zinciri üzerinde pozitif yükler oluştuğu için p-tipi katkılama gerçekleşir, eğer polimer zinciri indirgenirse, negatif yüklü zincirden dolayı n-tipi katkılama görülür (<https://prezi.com/xifkzoyapg0e/iletken-polimerlerin-elektrokromik-cihazlarda-kullanm/>). İletken polimer elde etmenin iki yolu vardır:

1-Kimyasal sentez: monomer uygun bir çözücüde çözülüp katalizör ile bir redoks aracı kullanılıp uygun sıcaklık ve basınç altında gerçekleştirilir. Bu yöntemle istenilen miktarda polimer üretilir ve maliyet olarak da uygundur.

2-Elektrokimyasal sentez(elektropolimerizasyon): monomer uygun çözücü ve destek elektrolitle elektrot yüzeyinde film tabakası olarak elde edilir. Bu işlem oda sıcaklığında gerçekleşir ve homojen filmler oluşturulur. Yöntemle ilgili ayrıntılı bilgi bölüm 2.5' de verildi.

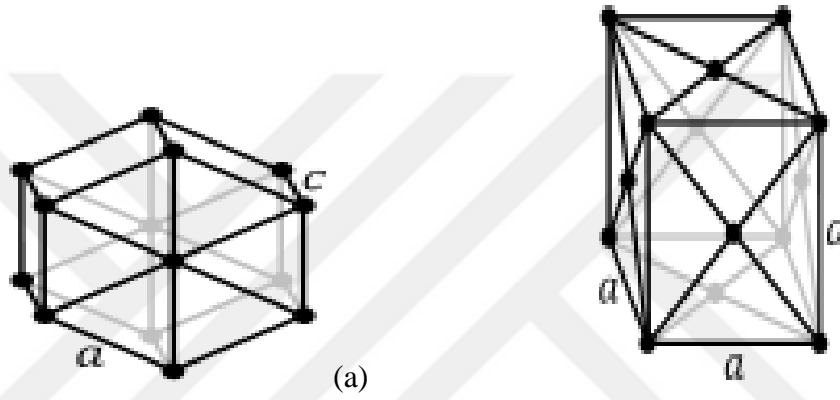
2.1.1 Polipirol(PPy)

PPy, Şekil 2.1' de moleküler yapısı verilen pirol (Py) monomerinin tekrarlanması ile elde edilen bir iletken polimerdir. İletkenliğinin sağlanabilmesi için anyonlar ile katkılama yapıldığından p-tipi bir iletkenlik gösterir. PPy, yüksek iletkenliğe, elektrokimyasal özelliklere, kolay sentezlenebilen, ısı ve çevresel etkilere dayanıklı, işlenebilir ve düşük mekanik özelliklere sahip bir polimer olmakla beraber amorf yapıdadır. Kullanım alanlarından bazıları da; kimyasal, biyolojik sensörler, piller, iyon seçici elektrotlar ve biyokimya araştırmalarıdır. Pirolün ilk elektrokimyasal polimerizasyonu Bocchi tarafından 1968 yılında gerçekleştirildi. Bocchi “siyah pirolü” adlı maddeyi 8 S/cm elektrik iletkenliğinde elde etti. 1979 yılında havanın neminden etkilenmeyen iletkenliği 100 S/cm olan filmler hazırladı. Günümüzde PPy filmleri oda koşullarında 1000 S/cm iletkenliğine sahip olarak hazırlanabilmektedir (<http://www.kimyasanal.com/konugoster.php?yazi>).

2.2 Co ve Ni Metalleri

Kobalt (Co) 1735'te George Brant tarafından keşfedilmiştir ve sert, normal şartlarda gri renkli geçiş metallerinden biridir. Manyetik özellikleri belirgin olduğundan ferromanyetik madde sınıfındadır. Doğadaki kristal yapısı hekzagonal (hcp) yapıdır

(Şekil 2.2.a) (örgü sabiti $a=0,251$ nm ve $c=0,407$ nm). Co yüzey merkezli kübik yapı (fcc) özelliği de göstermektedir (örgü sabiti $a=0,355$ nm). Atom numarası 27 olan Co'ın yoğunluğu $8,990$ g/cm³ ve 20°C 'deki elektriksel direnci $62,4$ nΩm'dir (<http://www.turkcebilgi.com/kobalt>). Nikel (Ni) elementi 1751 yılında Baron Axel Fredrik Cronstedt tarafından saf olarak elde edilmiştir ancak milattan öncede alaşım olarak kullanılmıştır. Oldukça serttir ve yoğunluğu $8,908$ g/cm³ dir. Kristal yapısı fcc olup geçiş metalidir (örgü sabiti $a=0,352$ nm) (Şekil 2.2.b). Atom numarası 28 olup, 20°C'deki elektriksel direnci $69,3$ nΩm'dir (<http://www.turkcebilgi.com/Nikel>).



Şekil 2.2 (a)Hegzagonal yapı (hcp) (b)Yüzey merkezli kübik yapı(fcc)

2.3 Kompozit Yapılar

Kompozit filmler genelde iletken polimer ve metal içermektedir. Polimer ve metal karşılıklı fayda sağlama ilkesiyle bir araya getirilirler. Bu kompozit filmler kapasitörlerde, biyosensörlerde, yapay kaslarda, korozyonu engellemede kullanılır. Polimer olarak en çok yüksek iletkenlik sebebi ile PPy tercih edilirken metal olarakta Pd, Ag, Au, Cu gibi elementler kullanılır. PPy elektropolimerizasyonla üretilir, metaller elektrodepozisyonla polimer yapıya sokulur ve böylece kompozit malzemeler meydana gelir. Bu kompozit filmin özellikleri PPy ve metal arasındaki etkileşime ve depozisyon şartlarına bağlı olarak değişmektedir. Özellikleri etkileyebilecek parametreler sıcaklık, katkılama iyonu, çözelti içeriği ve pH değeri, film içeriği ve polimer kalınlığıdır. Polimer içerikli kompozit filmlerin yüzeysel, elektriksel, manyetik gibi özelliklerini geliştirmek veya iyileştirmek için metaller (Co, Ni, Gd) kullanılır (Hacıismailoğlu 2015).

2.4 Elektrokimyanın Temel Kavramları

Elektrokimya, çözeltiler ve metal ara yüzeyinde gerçekleşen indirgenme-yükseltgenme reaksiyonlarını inceleyen bir bilim dalı olarak tanımlanır. Tüm bu reaksiyonlar elektrokimyasal hücre denilen bir kaptadır. Elektrokimyasal hücre: bir elektrolit çözeltisi, elektrot olarak isimlendirilen en az iki metalik iletken ve elektrotlar arası akımı sağlayacak dış devreden oluşur. Bir elektrokimyasal hücrenin anodunda yükseltgenme, katodunda indirgenme reaksiyonu meydana gelir. Serbest iyonlar içeren ve elektriksel iletkenlik sağlayan çözeltilere elektrolit denir. Elektrolitler, kuvvetli ve zayıf diye iki gruba ayrılırlar. Kuvvetli elektrolitlerde; çözünecek maddenin hemen hemen hepsi iyonlarına ayrışır. Zayıf elektrolitlerde ise çözünecek maddenin az bir kısmı iyonlarına ayrışır. Elektrokimyasal hücreler: elektrolitik ve galvanik(voltaik) olmak üzere iki çeşittir. Elektrolitik hücrelerde tepkime gerçekleşmesi için dışardan elektrik enerjisi verilmesi gerekir. Galvanik hücrelerde ise dışardan elektrik enerjisi vermeye gerek yoktur, çünkü tepkime kendiliğinden gerçekleşir ve elektrik akımı üretilmiş olur. Diğer bir fark da; galvanik hücrede katot potansiyeli anoda göre daha pozitif, elektrolitik hücrede katot potansiyeli anoda göre negatiftir (Kılıç ve ark. 1998). Depozisyon işlemini iyonik hareketler, elektron transferi ve birleşme olarak üç basamakta gösterebiliriz. İyon hareketi uygulanan potansiyel etkisiyle difüzyon veya ısı akışı yönündeki harekettir. Elektron transferi yükseltgenme ve indirgenme sırasında gerçekleşen işlemdir. Birleşme ise serbest elektronların katod üzerinde bir noktada toplanmasıdır.

Bir metalin elektrodepozisyonu, metal iyonları içeren elektrokimyasal hücrenin katodunda metallerin indirgenmesidir ve oluşan tepkime;



şeklindedir. Bu tepkimede M^{n+} metal iyonunu, M metal atomunu, e^{-} elektron yükü ve n değerlik elektron sayısını gösterir. Tüm metallerin çözelti içindeki iyon derişimine bağlı bir indirgenme potansiyeli vardır. Eğer oluşan indirgenme işleminin derişimi 1 molar ise potansiyel referans elektroda göre ölçülür ve buna da standart elektrot potansiyeli (SEP) denir. Genel olarak referans elektrot, standart potansiyeli sıfır kabul edilen

standart hidrojen elektrot (SHE) veya normal hidrojen elektrot (NHE) tur. İdeal bir referans elektrot kullanım açısından kolay ve çözelti içindeki bileşenlerden etkilenmeyecek bir elektrot olmalıdır. Bu yüzden SHE yerine, kullanımı daha çok kolay ve pratik olan doymuş kalomel elektrot (saturated calomel electrode, SCE) tercih edilir. SCE'nin potansiyeli 25°C' de SHE'ye göre 0.242 volt (V)'tur (Kılıç ve ark. 1998). Tablo 2.1 de bazı metallerin SCE ve SHE 'ye göre standart elektrot potansiyelleri (SEP) verilmiştir (Bard ve Faulkner 1980). Standart elektrot potansiyeli daha pozitif olan metal, daha soy metal olarak bilinmektedir. Tablo 2.1 'e göre Cu; Ni, Fe ve Co' dan daha soy, ancak Ag, Au ve Pt'den daha az soy bir metaldir. Bir ya da daha fazla metal iyonu içeren elektrolitlerde daha soy olan metallerin iyonları daha az soy iyonlara göre daha fazla indirgenir. Dolayısıyla daha soy olan metallerin çözelti içindeki derişimleri, daha az soy olanlara göre düşük olsa bile depozit içindeki derişimleri daha yüksek olabilir.

Tablo 2.1 25°C' de sulu çözelti içindeki bazı metaller için volt (V) olarak NHE ve SCE' ye göre standart elektrot potansiyelleri (SEP)

Reaksiyon	SHE'ye göre SEP (V)	SCE'ye göre SEP(V)
$Ag^+ + e^- = Ag$	0,7996	0,5581
$Cu^{++} + 2e^- = Cu$	0,3402	0,0987
$Ni^{++} + 2e^- = Ni$	-0,2300	-0,4715
$Co^{++} + 2e^- = Co$	-0,2800	-0,5215
$Fe^{++} + 2e^- = Fe$	-0,4090	-0,6505
$Zn^{++} + 2e^- = Zn$	-0,7628	-1,0043
$Au^+ + e^- = Au$	1,6800	1,1438
$Pt^+ + e^- = Pt$	1,2000	0,9585
$2H^+ + 2e^- = H_2$	0,0000	-0,4150

Metallerin denge elektrot potansiyelleri, çözültideki iyonlarının derişimlerine bağlı olarak değişebilir. Denge elektrot potansiyeli ile iyon derişimi arasındaki ilişki Nerst bağıntısı ile verilir:

$$E=E^0-(RT/nF)\ln a_{ion} \quad (2.2)$$

Denklemden E denge elektrot potansiyeli, E^0 standart elektrot potansiyeli, R ideal gaz sabiti, T sıcaklık, n değerlik elektron sayısı, F Faraday sabiti, a_{ion} ise metal iyonunun aktivite sayısını temsil eder. Net bir akım elde etmek için elektoda, onun denge değerinden farklı bir potansiyel uygulamak gerekmektedir. Eğer uygulanan elektrot potansiyeli, denge potansiyelinden daha negatifse katodik akım geçer ve elektrodepozisyon gerçekleşir. Uygulanan elektrot potansiyeli, denge potansiyeline kıyasla daha pozitifse anodik akım geçer. Elektrodepozisyonun olduğu bir elektrokimyasal hücre, üçlü bir elektrot sistemi ise, anot yardımcı elektrot (YE), katot çalışma elektrotu (ÇE) ve referans elektrot (RE) dan oluşur. Elektrokimyasal hücreler, aynı metalik iletkenlerdekine benzer olarak yük akışına karşı direnç gösterirler. Bu direnci azaltmak için, referans elektrot (RE) olabildiğince, ÇE'ye yakın bir yere yerleştirilir. Elektrokimyasal hücredeki potentiostat, ÇE ve YE arasındaki potansiyelin değişimi ve kontrolü için kullanılır (Alper 1995, Kılıç ve ark. 1998). İletken polimerlerin elektrokimyasal yöntem ile üretilmesine elektropolimerizasyon yöntemi, metallerin elektrokimyasal yöntem ile üretilmesine elektrodepozisyon yöntemi denir. Bu yöntemler hakkında aşağıda kısaca bilgi verildi.

2.5 Elektrodepozisyon ve Elektropolimerizasyon

İlk ince film 1838'de "elektroliz" yöntemiyle elde edilmiştir.(Sönmezoğlu ve ark., Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi,28(5):389-401). Elektrodepozisyon yönteminin diğer vakum yöntemlerine göre ucuz, uygulaması kolay, istenen geometride depozisyona imkan vermesi, oda sıcaklığı ve basıncında gerçekleştirilebilmesi ve vakum gerektirmemesi gibi bir çok olumlu yönleri vardır. Elektrodepozisyon tekniği ile oluşturulan alaşım filmlerinin özellikleri film kalınlığı, kristal yönelimi, alttabaka seçimi gibi fiziksel parametrelerin yanında depozisyon potansiyelleri, pH, derişim, çözelti sıcaklığı gibi elektrokimyasal parametreler ile de etkilenmektedir. Filmlerin özelliklerinin değişmesi teknolojik uygulamalardaki verimlerini değiştirmektedir (Armyanov 2000, Kelly ve ark. 2000, Pattanaik ve ark. 2002, 2003, Cavalotti ve ark 2003). Depozisyonu etkileyen önemli bir faktör olan çözeltinin pH değeri, çözeltideki

hidrojen iyonlarının derişimi ile belirlenir. İnce film depozit edildikçe pH düşer bu da çözeltideki H⁺ iyonlarının derişiminin arttığını gösterir. Bunun kaynağı da suyun yükseltgenmesi ile anotta hidrojen iyonlarının meydana gelmesidir. Çözelti pH' ı deęiştikçe hidrojen elektrot potansiyeli deęişir. Özellikle düşük pH ve yüksek potansiyelde oluşan hidrojen çıkışı metal iyonlarıyla beraber depozisyona ekleneceğinden film yapısını ve akım verimliliğini etkiler (Brenner 1963). Depozisyonun meydana geldiği katot potansiyeli filmdeki metalik parlaklığı elde edene kadar deęiştirilmelidir. Elektrodepozisyonun baęlı olduęu etmenlerden biride akım yoğunluğudur. Bu da elektrot yüzeyinin birim alanından geçen akım olarak ifade edilir. Bu etmen film morfolojisi ve kristal yapısı üzerinde etkilidir. Genelde düşük akım yoğunlukları kullanılır. Çözelti içindeki katkı maddeleri ise depozisyonun pH'ını ayarlamak ve istenen parlaklığı elde etmek için kullanılmaktadır. Sıcaklık dięer faktörlere göre daha az etkilidir ve epitaksiyel bir büyüme saęlanması için oda sıcaklığında depozisyon yapılmalıdır. İlk olarak elektrokimyasal polimerizasyon metodu 1900 yılında Szarvasy tarafından yapıldı (Selçuk 2010). Rambold'un metilmetakrilatin elektrokimyasal polimerizasyonunu 1947'de doktora tezinde ele alana kadar elektrokimyasal polimerizasyon hakkında önemli bir çalışma yapılamadı. Bu zamandan sonra 1950-70 yılları arasında bu alanda birçok çalışma gerçekleştirildi. İletken polimerlerin ön plana çıktığı ilk önemli çalışma 1970'lerde Chiang tarafından yapıldı. Chiang poliasetilenin iletkenliğini yükseltgen katkılamayla arttırmayı başardı (Selçuk 2010). Elektropolimerizasyon monomer, monomere uyumlu çözücü ve katkılayıcı maddenin birlikte bulunduęu bir çözelti içinde 3 elektrotlu düzenek ile gerçekleşir. Polimerleşme Ç.E.' na pozitif potansiyel uygulanmasıyla çözeltiden akım geçirilerek meydana gelir. Potansiyostatik, potansiyel devre ve galvanostatik metotlar elektropolimerizasyon için kullanılır. Polimerler için istenilen ince film kalınlığını belirledikten sonra bu kalınlık için elde edilmesi gereken elektriksel yükü (q) ve elektrodepozisyonda depozit edilen madde miktarı Faraday Yasası ile belirlenebilir. Çünkü elektrotlardan ayrılan madde miktarı devreden geçen akım miktarı ile doğru orantılıdır. Böylece;

$$q = nF \quad (2.3)$$

bu denklemde q devreden geçen elektriksel yük miktarı, N depozit edilen maddenin mol sayısı, n metalin değerlik elektron sayısını ifade eder. Depozit edilen metalin mol sayısı, kütle (m) ve bağıl atomik kütle (M_a) olarak alınıp film kalınlığı (t) elde edilebilir. Bunlar sonucunda kalınlık;

$$t = \frac{qM_a}{A\rho Fzn} \quad (2.1)$$

ile hesaplanır. Bu denklemde A filmin yüzey alanı, ρ depozit edilen metalin yoğunludur. Sonuçta depozit edilmek istenen maddenin kalınlığı ile ilgili bilgi edinilmiş olur.

2.6 Manyetik Özellikler

Maddelerin manyetik özellikleri atomların manyetik momentlerinden kaynaklanır. Manyetik moment ise çiftlenmemiş elektronlarındaki spin ve elektronların çekirdek etrafındaki yörüngesel açısal momentleri toplamıdır:

$$m = m_o + m_s \quad (2.5)$$

şeklinde verilir. Bu denklemde m_s spin manyetik moment ve m_o yörünge manyetik momentini ifade eder. Miknatıslanma birim hacimdeki manyetik moment olarak tanımlanır ve

$$M = m/V \quad (2.6)$$

olarak verilir. Miknatıslanma ile manyetik alan arasındaki ilişki ise ($M = \chi H$) ile gösterilir. Formüldeki χ manyetik alınganlığın karşılığıdır. Manyetik akı yoğunluğu (B) dış bir manyetik alana tepki olarak oluşur:

$$B = \mu_0 (H + M) \quad (2.7)$$

bu ifadede μ_0 boşluğun manyetik geçirgenliğidir ve değeri $4\pi \times 10^{-7}$ Wb/Am'dir (Jiles 1991). Manyetik alınganlığa bağlı olarak maddeler üç grupta sınıflandırılır; diyamanyetik, paramanyetik ve ferromanyetik maddelerdir. Diyamanyetik maddelerin alınganlıkları negatif ve 10^{-5} mertebesindedir. Manyetizasyonları zayıftır. Manyetik alan uygulanmadığında da net manyetik moment sıfırdır, bunun sebebi çekirdek etrafında

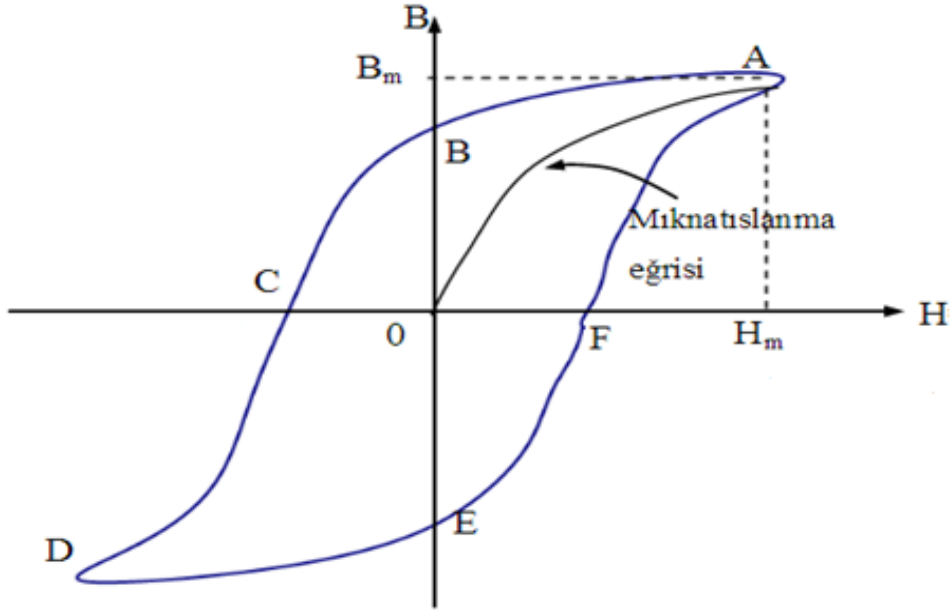
dönen iki elektronun hareketinin birbirine zıt olmasıdır. Eğer manyetik alan uygulanırsa, manyetik alanın tersi yönünde manyetik moment oluşur. Paramanyetik maddelerin (Al, Mn, Pt, ...) alınganlıkları 10^{-3} - 10^{-5} arasındadır. Paramanyetik malzemeler, genellikle çiftlenmemiş bir elektron spinine sahiptir ve bu da, net manyetik momente neden olur. Momentler birbirleriyle zayıf etkileşirler ve manyetik alan uygulanmadığında rastgele yönelmişlerdir. Manyetik alan uygulandığında ise manyetik momentler ısısal etkileri yenerek alan doğrultusunda yönelmeye çalışırlar. Tam bir yönelim için manyetik alanın çok büyük, ısısal etkileri en aza indirebilmek için de sıcaklığın düşük olması gerekir (Chikazumi ve Charap 1964, Cullity 1972, Jiles 1991). Ferromanyetik maddeler, yüksek manyetizasyon özelliği ve yüksek alınganlığa sahiptirler. Bu özelliklerinin kaynağı spin hareketleridir. Dış manyetik alan yokluğunda dahi, manyetizasyon sağlanır. Bu da ferromanyetik maddelerin kendiliğinden manyetizasyon özelliğinin varlığını gösterir. Paralel olarak yönelmiş manyetik momentler domain denen bölgelerde bulunurlar. Farklı yönelime sahip domainlerin ayrıldığı sınıra domain duvarları denir. Bu domainler, gelişigüzel yönelirlerse net bir manyetizasyon oluşturmazlar. Manyetik alan varlığında, tüm domainler manyetik alan yönünde yönelmeye çalışırlar ve tek bir domain gibi davranarak manyetizasyon gerçekleştirmiş olurlar. Bu manyetik alan kaldırılırsa bile, manyetizasyonları devam edecektir.

Şekil 2.3' de ferromanyetik maddelerin bazı özellikleri histerisis eğrilerinden elde edilir (Küçük 2002). Bu özellikler ise doyum manyetizasyonu (M_s), kalıcı manyetizasyon (M_r), karelik derecesi (S), koersivite (H_c), başlangıç geçirgenliği, maksimum

geçirgenlik,

histerisis

kayıdır.



Şekil 2.3 Histerisi eğrisi

Histerisis eğrileri manyetik alana karşı oluşan manyetizasyonu gösterir. Manyetik alan arttırıldıkça, bir yerden sonra manyetizasyon değişmez ve en yüksek manyetizasyon değerine ulaşılmış olur. En yüksek manyetizasyon değerinde tüm manyetik momentler manyetik alan yönünde sıralandığından, buna doyum manyetizasyonu (M_s) denir. Manyetik alan kaldırıldıktan sonra maddede kalan manyetizasyon ise, kalıcı manyetizasyon (M_r) olarak tanımlanır. Manyetizasyonu sıfıra indirmek için uygulanan ters manyetik alanda koersivite (zorlayıcılık) alanıdır (H_c). Histeresis eğrisinin karelik derecesi, M_r 'nin M_s 'ye oranı ile verilir. Karelik derecesi numunelerin izotropi ve anizotropi özelliği ile ilgili bilgi edinmemizi sağlar. Histeresis eğrisinin çevrelediği alan değerinden hesaplanan enerjiye histeresis kaybı denir (Chikazumi ve Charap 1964, Jiles 1992) ve malzemede manyetik alanın yarattığı manyetik sürtünmeden kaynaklanan enerji kaybıdır. Histeresis kaybı histeresis eğrisinin çevrim alanına ve frekansa bağlıdır. Çevrim alanında manyetik malzemenin sert ya da yumuşak olması ile alakalıdır. Koersivite değeri 10 kA/m (125 Oe)' nin üzerinde olan maddeler sert manyetik maddeler, 1 kA/m (12,5 Oe)' nin altında olan maddeler ise yumuşak manyetik maddeler olarak sınıflandırılır.

3.MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 Kompozit Filmlerin Hazırlanması

Polimer, Ni ve Co içerikli kompozit filmler, iletken alttabaka üzerine iki aşamada büyütüldü. Öncelikle PPy ince filmler farklı parametrelere göre elektropolimerizasyon yöntemi ile üretildi, onun üzerine Co ve Co-Ni parçacıkların elektrodepozisyonu yapıldı. Daha sonra kompozit filmler, gerekli ölçümler için bir bant yardımı ile alttabakadan kaldırıldı. Bu aşamalar aşağıda ayrıntılı olarak açıklanmıştır.

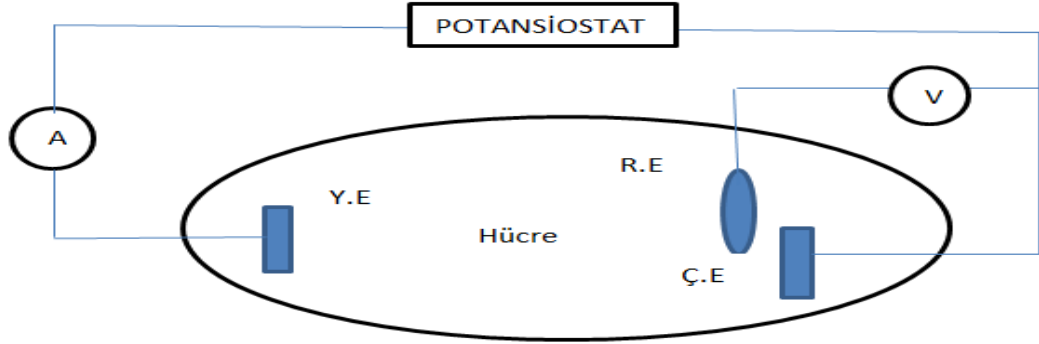
3.1.1 Alttabakanın Hazırlanması

Bu çalışmada alttabaka olarak titanyum (Ti) tercih edilmiştir. Ti alttabaka önce zımpara ile mekaniksel olarak temizlendi, sonra saf su ve %10' luk H₂SO₄ ile yıkandı ve kurulama kağıdı yardımıyla kurulandı. Kurulanan yüzey depozisyon alanı hariç olmak üzere elektriksel olarak yalıtkan özel bir bantla kaplandı. Alttabaka kaplama esnasında oluşabilecek kirlenmelerden temizlenmesi için tekrar saf su ile yıkanarak çözelti içine kondu.

3.1.2 PPy Elektropolimerizasyonu

Kompozit filmleri üretmek için kullanılan sistemin şematik diyagramı, Şekil 3.1' de verilen düzenekteki gibidir. Şekilden de anlaşılacağı üzere, bu depozisyon için üç elektrotlu elektrokimyasal hücre kullanıldı. Elektrokimyasal hücre içinde çalışma elektrotu (Ç.E.) Ti alttabaka, yardımcı elektrot (Y.E.) yüzey alanı 2,5×2,5 cm² olan bir platin levha ve referans elektrot (R.E.) doymuş kalomel elektrot (saturated calomel electrode, SCE)' tur. R.E. homojen bir akım ve potansiyel dağılımını sağlayabilmek için Y.E.' nin olabildiğince uzağına ve tam karşısına yerleştirildi. Potansiyel düşmesini engellemek için R.E, Ç.E' nin olabildiğince yakınına yerleştirildi. Eşitlik (2.3)' e göre istenen kalınlık için gerekli olan yük miktarı hesaplandı ve bu değer bilgisayara

girilerek istenen kalınlığa ulaşıldığında deneyin durması sağlandı. Bu çalışmada üretilen PPy filmlerin kalınlığı 2 μm ' dir.



Şekil 3.1 Üç elektrotlu elektrokimyasal hücre

Tabaka kalınlıkları % 100 akım verimliliğine göre hesaplandı. Bu kalınlıklara beklenen (nominal) tabaka kalınlıkları denir. Ancak akım verimliliği; depozisyon sırasında potansiyel, hidrojen gazı çıkışı ve ara ürün oluşumu gibi istenmeyen olaylar için de harcandığından düşer. Bu sebeple gerçek tabaka kalınlıkları, nominal tabaka kalınlıkları ile akım verimliliğinin çarpımından hesaplanabilir.

3.1.3 Co ve Co-Ni Elektrodepozisyonu

Co ve CoNi parçacıkların depozisyonu için Ti üzerine büyütülmüş PPy ince filmler bir alttabaka olarak kullanıldı. PPy-Co filmlerde Co depozisyonu 0,3 M Co çözeltisi, 3,6 mA' lik akım, -1,3 V depozisyon potansiyeli ve 2 μm PPy alttabaka ile gerçekleştirildi. PPy-CoNi filmleri üretmek için benzer şartlar ve iki ayrı seri çözelti hazırlandı. Çözelti serilerinin birinde Co derişimi sabit tutulup Ni derişimi değiştirilirken diğerinde de Ni derişimi sabit tutulup Co derişimi değiştirildi. Çözelti derişimleri Tablo 3.1' de verildi.

Tablo 3.1 CoNi depozisyonu için kullanılan çözelti derişimleri

Co derişiminin sabit olduđu çözeltiler			Ni derişiminin sabit olduđu çözeltiler		
Çözelti adı	Derişim (0,3 M Co, Sabit)	pH	Çözelti adı	Derişim (0,3 M Ni, Sabit)	pH
N1	0,05 M Ni	5,0	C1	0,05 M Co	4,0
N2	0,10 M Ni	5,0	C2	0,10 M Co	4,0
N3	0,20 M Ni	5,0	C3	0,20 M Co	4,0
N4	0,30 M Ni	5,0	C4	0,30 M Co	4,0
N5	0,50 M Ni	5,0	C5	0,50 M Co	4,0
N6	0,70 M Ni	5,0			
N7	1,00 M Ni	5,0			

3.1.4 Kompozit Filmin Alttabakadan Kaldırılması

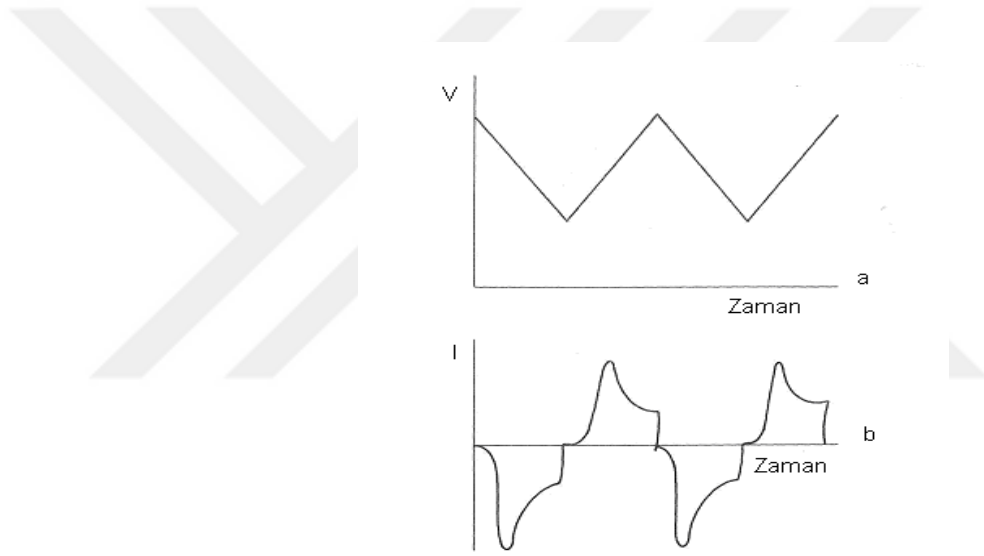
Ti üzerine depozit edilmiş kompozit film çözeltilerden çıkarılıp saf su ile yıkandıktan sonra kurulama kağıdı ile kurulanır ve Ti yüzeyinden sökülür.

3.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon

3.2.1 Dönüşümlü Voltammetri (CV)

Voltammetri, çözeltinin elektrokimyasal karakterizasyonu için kullanılır ve çözeltinin akımı, derişimi, potansiyeli arasındaki ilişkiyi incelemeye yöneliktir. Bu yöntemde akım, uygulanan potansiyelin fonksiyonu olarak ölçülür. Bu sayede oluşan akım – potansiyel grafiklerine voltammogram veya dönüşümlü voltametri (cyclic voltammetry, CV) eğrisi denir. CV tekniğinde depozisyon ve geri çözünme potansiyelleri, limit akım bölgeleri voltammogramlardan yola çıkılarak bulunur. Bir elektrokimyasal hücreye denge potansiyelinde farklı bir potansiyel uygulanacak olursa, elektrokimyasal hücrede meydana gelen tepkime tekrar denge haline dönmek ister. Eğer bu potansiyel taraması ileri yönde belli bir potansiyele ulaştıktan sonra yine doğrusal azalacak şekilde tersine çevrilirse buna dönüşümlü voltametri (cyclic voltammetry, CV) tekniği denir.

Dönüşümlü voltametri de ileri ve geri yöndeki gerilim tarama hızları aynı tutulabildiği gibi farklı tarama hızları da kullanılabilir (Carlierz ve ark. 2005). Bu tersinir tarama bir çok kez de gerçekleştirilebilir. Bu yöntemde, uygulanan potansiyel üçgen dalga şekilli bir potansiyeldir (Kılıç ve ark. 1998). Voltammogramlar sayesinde hücrede indirgenme yükseltgenme işlemlerinin adım sayısı, tersinir olup olmadığı, ürünlerin kararlı olup olmadığı, potansiyelleri, elektrot tepkimesinde rol alan maddelerin yüzeye tutunup tutunmadıkları gibi parametreler hakkında bilgi sahibi olunur. Şekil 3.2.a'da dönüşümlü voltammogram için uygulanan potansiyel biçimi ve Şekil 3.2.b'de potansiyele karşılık gelen akım değişimi verilmiştir (Hibbert 1993). Bu çalışmada CV tekniği ile PPy, Co'ın depozisyon ve geri çözünme potansiyelleri, limit akım bölgeleri belirlendi.



Şekil 3.2 (a)Dönüşümlü voltammogramın elde edilmesinde kullanılan potansiyelin zamanla değişimi (b)Bu potansiyele karşılık gelen akım değişimi

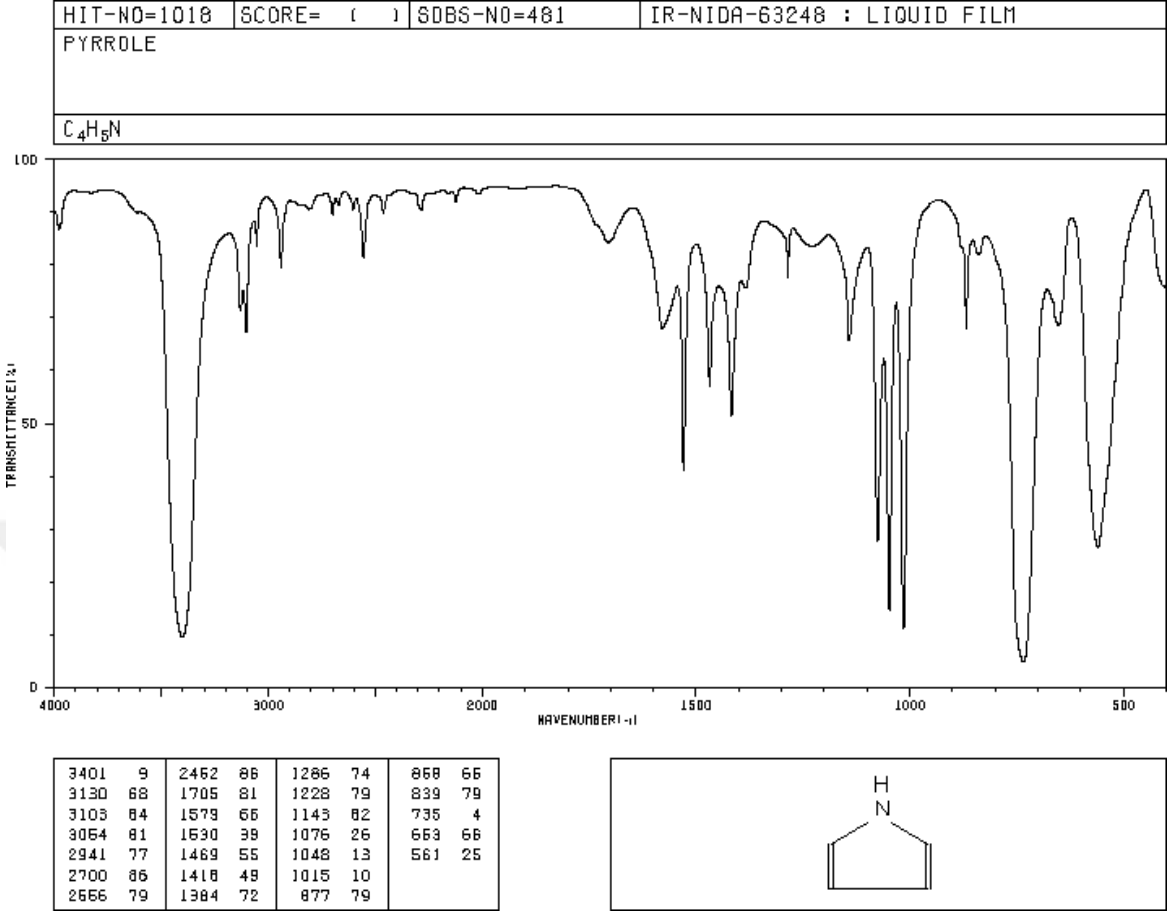
3.3 Spektroskopik İncelemeler

Spektroskopik analizler Fourier Dönüşüm Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi ile gerçekleştirildi. FTIR spektroskopisi ile moleküler bağ karakterizasyonu yapıp, katı, sıvı, gaz halindeki organik bileşiklerin yapısındaki fonksiyonel gruplar, yapıdaki bağların durumu, bağlanma yerleri ve yapının aromatik olup olmadığı belirlemek için kullanılır. Bir Fourier dönüşümü ile veriyi zaman alanından frekans alanına aktarır ve veri değişik frekanslarda oluşan absorpsiyonu (soğurma) veya transmittence' ı (geçirme) grafiğe yansıtılır(Şekil 3.3). Pirol için bu grafik verilmiştir

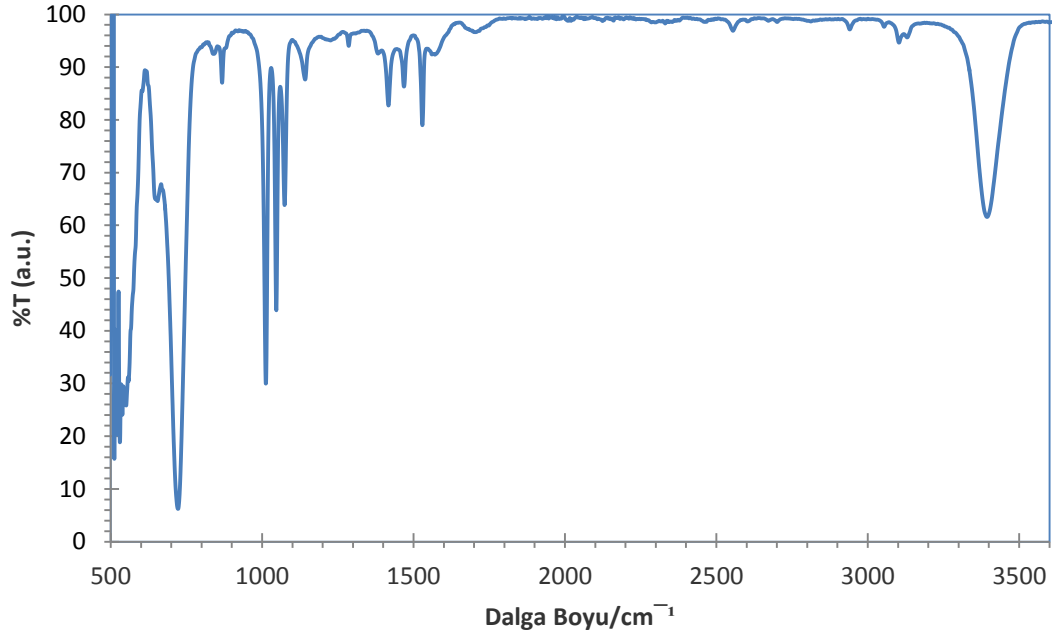
(http://sdfs.db.aist.go.jp/sdfs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi)(Şekil 3.4). FTIR ile ölçüm olmadan önce elmas yüzey alkolle temizlenir ve hava ile kalibrasyonu yapılır. Elmas üzerine konulan numune üzerinden sıkıştırılarak grafik elde edilir. Şekil 3.5’ de laboratuvar ortamında elde edilen pirol için FTIR grafiği verildi. Şekil 3.4 ve 3.5 hemen hemen birbirine yakın çıkmıştır ve istenende budur. Laboratuvar ortamında elde edilen pirolde 3000 ile 2000 dalga boyu/cm⁻² arasında piklerin boyutu daha küçüktür. 1000 dalga boyu/cm⁻² civarındaki üçlü pik grubu Şekil 3.5’ de birbirine çok yakın çıkmış ve net değildir. Şekil 3.5’ de pikler daha geniştir. Tüm bu farklılıkların örneğin deney düzeneğinin düzgün yerleştirilmemesi gibi deneysel hatalardan kaynaklandığını söyleyebiliriz.



Şekil 3.3 Fourier Dönüşüm Kızılötesi Spektroskopisi(FTIR)



Şekil 3.4 Pirol için Fourier Dönüşüm Kızılötesi Spektroskopisinin grafiğe yansıtılmış hali



Şekil 3.5 Pirol için laboratuvarında elde edilen FTIR sonucu

FTIR ile ilgili işlemler Uludağ Üniversitesi Kimya Bölümü'nde bulunan Fourier Dönüşüm Kızılötesi Spektroskopisi ile yapılmıştır.

3.4 Yapısal Karakterizasyon

Kompozit malzemelerin topografik yapısı Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning electron microscopy, SEM) ile belirlenir. Manfred Von Ardenne tarafından geliştirilmiştir. SEM' de geri saçılma elektronları, ikincil elektronlar, X-ışını, auger elektronları ve katotliminisans etki ortaya çıkar. Bu elektronlar dedektörler vasıtasıyla dedekte edilir ve bir sinyale çevrilerek ekrana gönderilir. (Chandler2003, <http://www.mse.iastate.edu/microscopy/home.html> 2010). Çalışma prensibi oldukça küçük bir alana odaklanan yüksek enerjili elektronlarla yüzeyin taranmasıdır. Bu elektronlar yüksek enerjiye ulaştığından çözünürlüğü yüksektir. Bundan dolayı ayırma gücü yüksektir. İletken olan malzemeler SEM' de (Şekil 3.6) incelenebilir ve iletken olmayanlarda uygun bir iletkenle kaplanarak iletken hale getirilmelidir (<https://www.google.com/search?q=sem&biw=1366&bih=657&source=lnms&tbn=isc>

h&sa=X&ved=0ahUKEwjEjvXx0IPQAhVFPBoKHfOzDGkQ_AUIBigB#tbm=isch&q=scanning+electron+microscope).



Şekil 3.6 SEM

Görüntüsü alınacak örnek üzerine yüksek enerjili elektron demeti gönderilir ve yüzey taranır. Bu elektron demeti örneğin yüzeyindeki elektronlar ya da atomlarla çarpıştığında bazı elektronlar geri saçılır. Bu geri saçılmalarda yüzey atomları ve elektronlar arasında; elastik olmayan etkileşimlerle geri saçılma elektronları, X-ışını floresans elektronları, Auger elektronları, ikincil elektronları oluşabilir. Bu elektronlar toplanarak sinyale çevrilip, katot tüpüne görüntü olarak yansıtılır. Genellikle yüzeyden yayılan ikincil elektronlarla yapılan ölçüm şekli kullanılmaktadır. Yörünge elektronları ile gerçekleşen girişimlerde yörüngesinden atılan ya da enerjisi azalan demet elektronları numunenin yüzeyinde toplanır. Bunlara ikincil elektron denir. SEM ile yapılacak ölçümlerde vakum sistemi kullanılır çünkü elektron demeti gaz dolu ortamda üretilemez ve korunamaz. Ölçüm alınacak numune yüzeyleri 10-30 nm kalınlığında AuPd (altın-paladyum) ile kaplandı. Bu kaplama sayesinde iletkenlik sağlandı. 50X, 100X, 200X, 500X, 1000X ve 3000X (çap ölçümü) büyütmelerde, 20 kV' lik hızlandırma voltajında ve 11 mm uzaklıktan ölçümler alındı. Bu tez kapsamında numunelerin SEM çalışmaları Uludağ Üniversitesi Fizik Bölümü' nde bulunan Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır.

3.5 Kimyasal Analiz

Numuneden yayınlanan X ışınları SEM' e monte edilmiş bir enerji dağılım X ışını dedektörü(EDX) ile toplanır. Bir malzemeye yüksek hızla bir elektron demeti gönderildiğinde o malzeme içinde bulunana her element kendine özgü bir X ışını yayınlar. Numuneden yayınlanan X-ışınlarının analiz edilerek malzemeyi oluşturan elementlerin oranları hakkında bilgi edinilmesini sağlar.

3.6 Manyetik Karakterizasyon

Titreşimli örnek magnetometresi (Vibrating Sample Magnetometer-VSM), bir manyetik alan içinde belli bir frekansta titreştirilen numunenin manyetik özellikleriyle ilgili bilgi verir(Şekil 3.7). Faraday'ın indüksiyon kanununa göre çalışır. Yani manyetik alan değişimi ile oluşan elektromotor kuvvetini esas alır.



Şekil 3.7 Titreşimli örnek magnetometresi(Vibrating Sample Magnetometer-VSM)

Ölçüm almadan önce kalibrasyon işlemi yapılır ve sonrasında ölçüme geçilir. Manyetik özellikleri incelenecek numune tutucuya yerleştirilip ve dedektör bobinlerinin tam ortasına konur. Numune düzlemine dik ve paralel manyetik alan uygulanır. Manyetik alan elektromıknatıslar tarafından güç kaynağı ile üretilir. Güç kaynağı elektromıknatıslardaki alan kontrolü için bilgisayara bağlıdır. Alan değerlerinin yükselişi ile ısınan elektromıknatıslar su akışı ile soğutulur. Mıknatısların ortasına konan gaussmetre probu manyetik alanı ölçer. Dedektör bobinlerin titreşimi ile sinyal voltajı oluşur ve manyetik alana karşı manyetik moment (m) meydana gelir. Dik ve paralel ölçümler sonrasında elde edilen histerisis eğrilerinden hareketle her numunenin

kolay eksen, zor eksen, doyum manyetizasyonu (M_s), kalıcı manyetizasyon (M_r), koersivite (H_c) ve kalıcı manyetizasyonun doyum manyetizasyonuna oranı olarak ifade edilen karelik derecesi ($S=M_r/M_s$) gibi özellikleri tayin edilebilir. VSM' de ölçüm yapmadan önce saf Ni standart ile kalibrasyon işlemi yapılır. Ni standardın doyum noktasındaki manyetik moment değeri kütesinden yola çıkılarak bulunur ve bobinlerde indüklediği voltaj değeri ölçülür. Bu iki değer ile bir kalibrasyon sabiti bulunur. Numunelerin ölçümleri sırasında bu sabit, okunan voltaj değerlerini moment değerine çevirmek için kullanılır (Lindemuth ve ark 2001, Guertin ve Foner 2003, <http://uweb.txstate.edu/~ab35/manuals/VSM/vsm.pdf> 2010, <http://familyheld.org/Rudy/publications/unpublished/papers/vsm/VMS%20Paper.htm> 2010). Bu çalışmadaki numunelerin manyetik ölçümleri, Balıkesir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nde 2005K120170 nolu DPT projesi ile kurulan ADE EV9 Model VSM kullanılarak yapılmıştır.

4.BULGULAR VE SONUÇ

4.1 Giriş

PPy elektropolimerizasyonunu 0,5 M pirol, 0,5 M oksalic asit ve 50 ml saf sudan hazırlanan çözelti ile gerçekleştirildi ve kompozit film kalınlığı için de 2 μm seçildi. Bu tez kapsamında da Bölüm 2’de de anlatıldığı gibi eşitlik 2.4 ‘de $t=2 \mu\text{m}$, $\rho=1,5 \text{ g/cm}$, $A=0,36 \text{ cm}^2$, $F=96500 \text{ C/mol}$, $z=2,25$, $M_A=87,25 \text{ g/mol}$ şeklinde yerine konuldu ve burdan da yük miktarı 272 mC olarak hesaplanıp her numune için bu yük miktarı kullanıldı.

4.2 PPy-Co Kompozit Filmler

4.2.1 PPy-Co Kompozit Filmlerin Üretilmesi

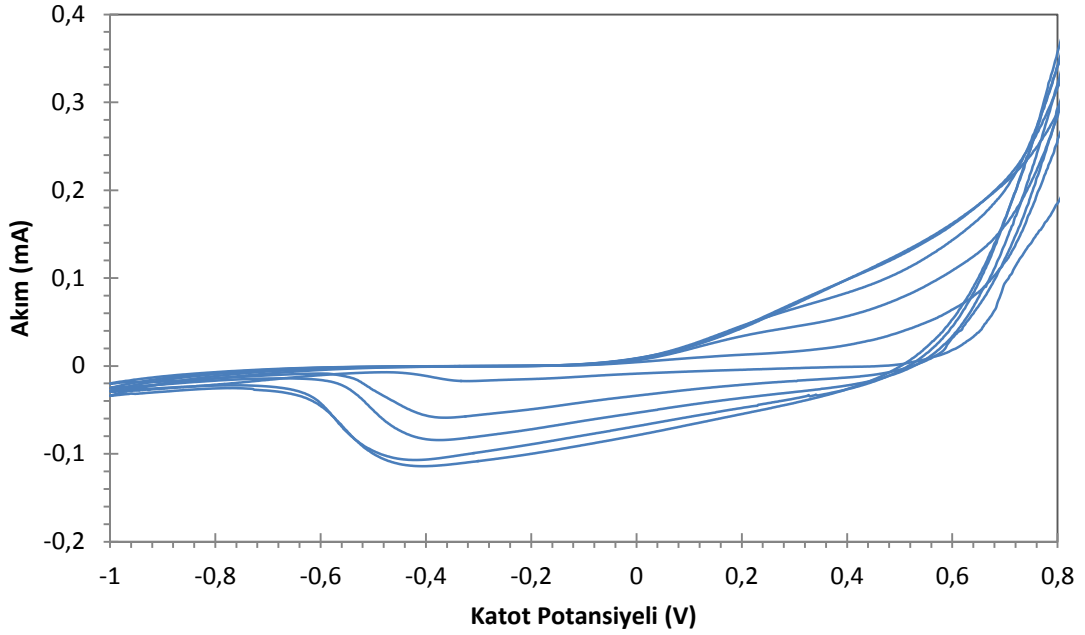
PPy-Co filmler iki ayrı seri halinde üretildi. İlk seride PPy tabakasının üretilmesi sırasında akım yoğunluğu 1,0 - 2,0 - 5,0 - 7,5 - 12,0 - 15,0 mA/cm^2 olarak değiştirildi. Tüm bu işlemler oda sıcaklığında yapıldı. Elektropolimerizasyondan sonra elde edilen polipirol film çözeltiden çıkarılıp saf su ile yıkanıp Co depozisyonu işlemine geçildi. Co depozisyonu 0,3 M CoSO_4 içeren çözelti içinde yapıldı. İkinci seri de 3,6 mA akım yoğunluğunda üretilen PPy tabakasının üzerine 0,8 - 1,0 - 1,3 - 1,5 - 1,8 V’ luk Co depozisyon potansiyellerinde kompozit film oluşturuldu. Co depozisyonu için gerekli yük miktarı 1000 C/cm^2 ‘dir.

4.2.2 Elektrokimyasal Karakterizasyon

4.2.2.1 Dönüşümlü Voltammetri

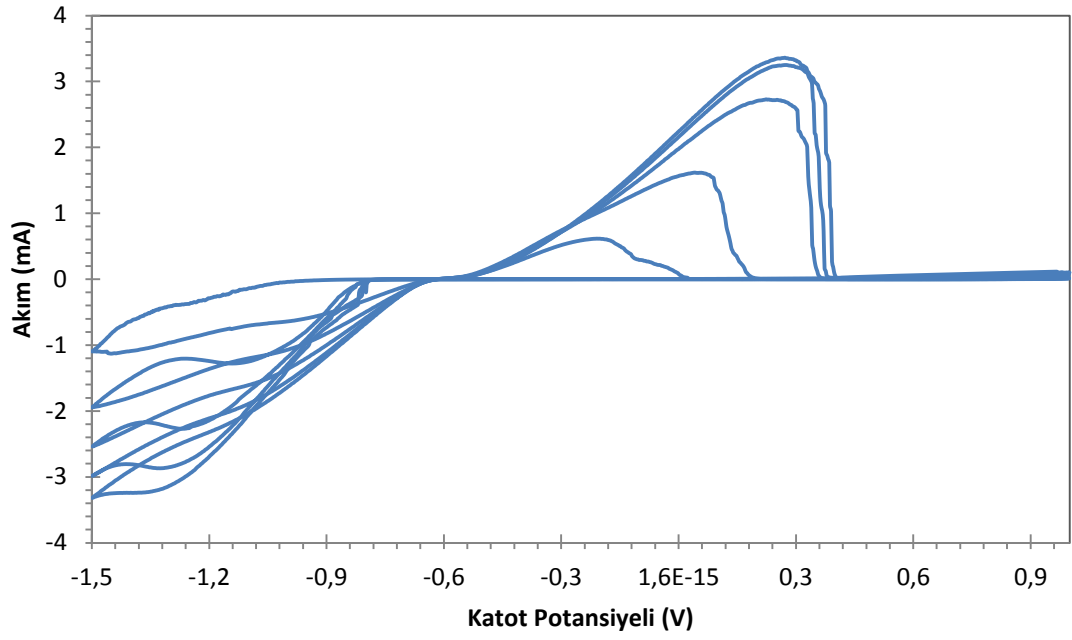
PPy-Co filmlerini üretmek için kullanılan çözeltinin elektrokimyasal karakterizasyonları Bölüm 3.2.1’de anlatılan CV tekniği kullanılarak yapıldı. CV eğrilerini elde etmek için yapılan potansiyel taraması, diğer bileşenler ile tepkimeye girmesi oldukça düşük bir ihtimal olduğu için 0,5 mm çaplı platin bir tel elektrot üzerinde gerçekleştirildi. Bu potansiyel taraması, pozitif potansiyelden (SCE’ ye göre +1,0 V’dan) negatif potansiyele (SCE’ye göre -1,0 V’a) doğru 50 mV/s’lik tarama hızı ile yapıldı.

Şekil 4.1’ de, PPy-Co filmlerin üretilmesinde kullanılan pirol çözeltisinden elde edilen CV grafiği verilmiştir. Şekilde, 0,8 V’ dan başlayarak -0,5 V’ a kadar akımın negatif yönde artış gösterdiği görüldü. Bu da elektropolimerizasyonun gerçekleştiğini yani pirol depozisyonunun oluştuğunun bir göstergesidir.



Şekil 4.1 Pirol için elde edilen CV grafiği

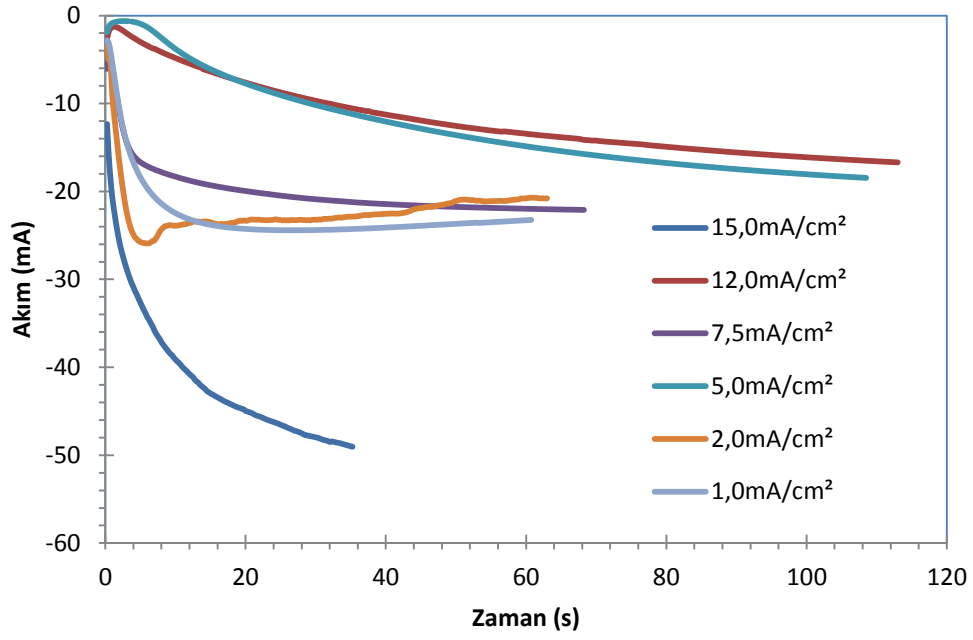
-0,5 V’ tan sonra akım azalmaya meyleder ve -0,7 V civarında hemen hemen bir sabit değere erişir ve bu değerini -1,0 V kadar korur. Akımın sabit kaldığı bölgede elektrodpozisyon işleminin gerçekleşmediği anlaşılır. -1,0 V’ tan sonra, katodik alandaki tarama sonrasın da ve ters yöne, yani anodik bölgeye doğru devam eder. Anodik bölgede de akım giderek arttı. Şekil 4.2’ de ise 0,3 M Co çözeltisinden alınan CV eğrisi görülmektedir. Potansiyel taraması, pozitif potansiyelden (SCE’ ye göre +1,0 V’ dan) negatif potansiyele (SCE’ ye göre -1,5 V’ a) doğru 50 mV/s’ lik tarama hızı ile yapıldı. 1,0 V ile - 0,6 V arasında Co depozisyonu gerçekleşmediğinden akım sıfırdır. Akım - 0,6 V’ tan sonra negatif yönde artmaya başlamıştır.



Şekil 4.2 0,3 M Co' ın CV eğrisi

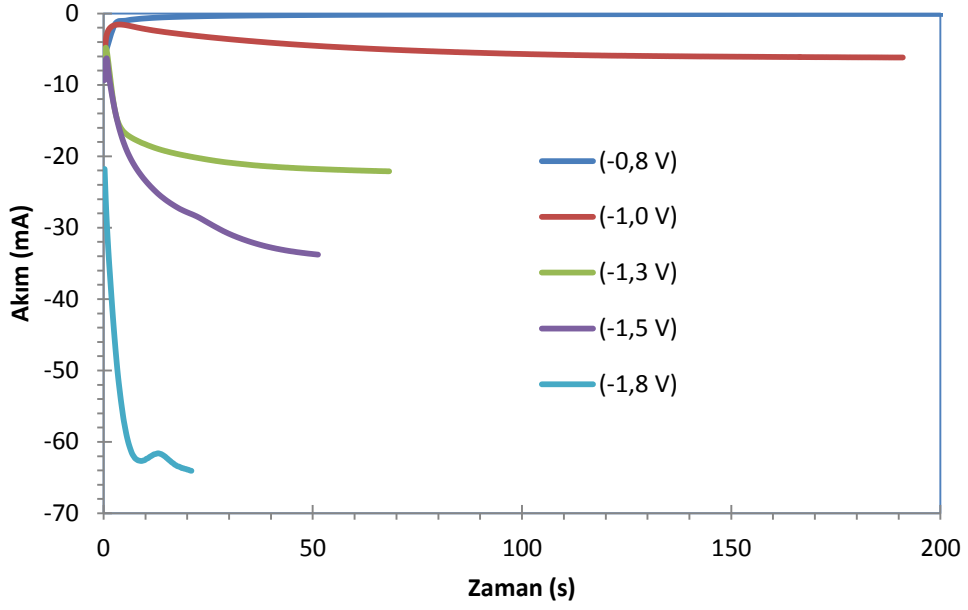
4.2.2.2 Akım-Zaman Geçişleri

PPy-Co filmlerin PPy depozisyon akım değişimi için elde edilen akım-zaman eğrisi verildi(Şekil 4.3). Akım yoğunluğu 1,0 - 2,0 - 7,5 mA/cm² iken yaklaşık -26,0 mA olan akım, 12,0 mA/cm² akım yoğunluğunda -16,0 mA' e yükselmiştir. Akım yoğunluğu 15,0 mA/cm² olduğunda akım -46,0 mA düştüğü gözlemlendi. İstenen yük birikimi sağlanması için geçen süre akım yoğunluğu 1,0 – 2,0 – 7,5 mA/cm² olan filmlerde 70 s civarında iken akım yoğunluğunun 5,0 ve 12,0 mA/cm² olduğu filmlerde ise 110s sürmektedir.



Şekil 4.3 Farklı akım yoğunluklarında üretilmiş PPy üzerine yapılan Co deposizyon sırasında kaydedilen akım zaman geçişleri

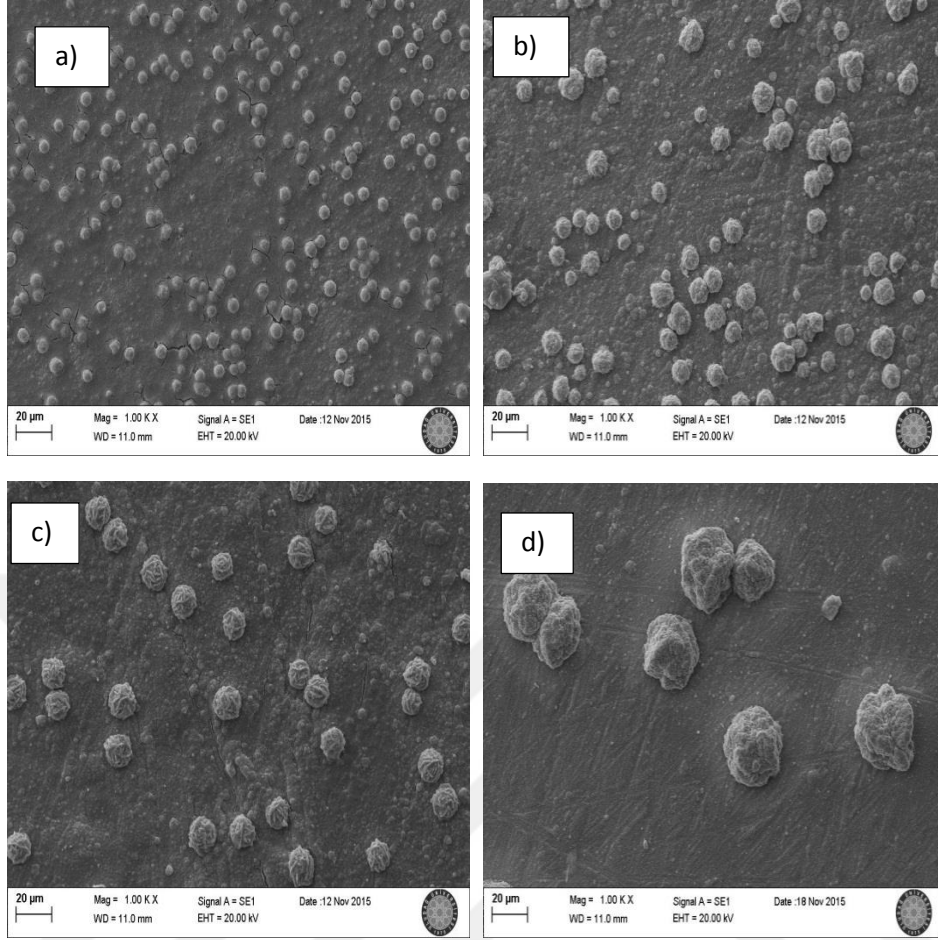
PPy-Co filmlerde Co deposizyon potansiyelini SCE' ye göre -0,8 V ile -1,8 V arasında değiştirdiğinde akım zaman grafiği 0-200 s aralığında verildi (Şekil 4.4). Yapılan deneyler sonucunda -0,8 V' dan daha düşük potansiyelde deposizyon işleminin gerçekleşmediği ve beklenildiği gibi potansiyel azaldıkça akım da düşerek yaklaşık -60 mA oldu. Potansiyel için 1,0 V' tan sonra istenilen özelliklerde filmler 200 s'den daha kısa sürelerde oluştu. -0,8 ve -1,0 V' da belli bir yerden sonra akım sabit kalarak değişmemiştir. Bu da deposizyonun kararlı bir akımda gerçekleştiğine işaret eder.



Şekil 4.4 PPY tabakası üzerine üretilen Co'ın farklı depozisyon potansiyellerinde akım zaman eğrisi

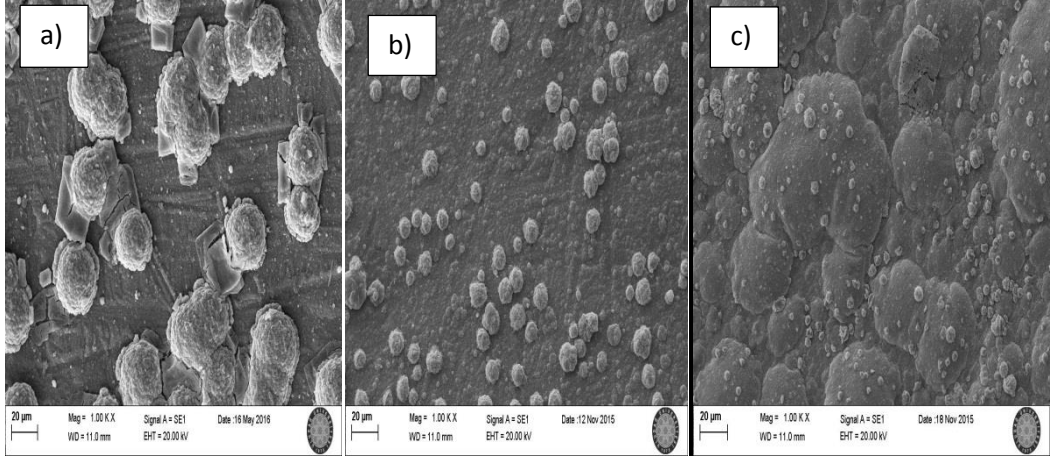
4.2.3 Yapısal Karakterizasyon

PPy-Co numunelerin $20\mu\text{m}$ 'lik alanlarından 1 kX 'lik büyütmede PPy depozisyon akım yoğunluğu ile gelişimlerini gösteren SEM resimleri Şekil 4.5' de verildi. Görüldüğü gibi PPy akımı arttıkça taneler arası uzaklık artıp, taneler giderek büyüdü ve tanecik sayısı azalmıştır. Bununla birlikte 3 kX 'de yapılan ölçümlerde elde edilen tanecik çapları $1,0\text{ mA/cm}^2 - 6,9\mu\text{m}$, $7,5\text{ mA/cm}^2 - 11\mu\text{m}$, $12,0\text{ mA/cm}^2 - 14,7\mu\text{m}$ ve $15,0\text{ mA/cm}^2 - 34,7\mu\text{m}$ 'dir. Akım yoğunluğu arttıkça tanecik çapıda artmaktadır. Akım yoğunluğu artışıyla taneciklerin kümeleşerek ada şeklinde bir büyüme oluştuğu görülmektedir.



Şekil 4.5 PPy-Co akım değişimli seri için (a) $1,0 \text{ mA/cm}^2$, (b) $7,5 \text{ mA/cm}^2$, (c) $12,0 \text{ mA/cm}^2$, (d) $15,0 \text{ mA/cm}^2$ akım yoğunluklu numuneler için SEM görüntüleri

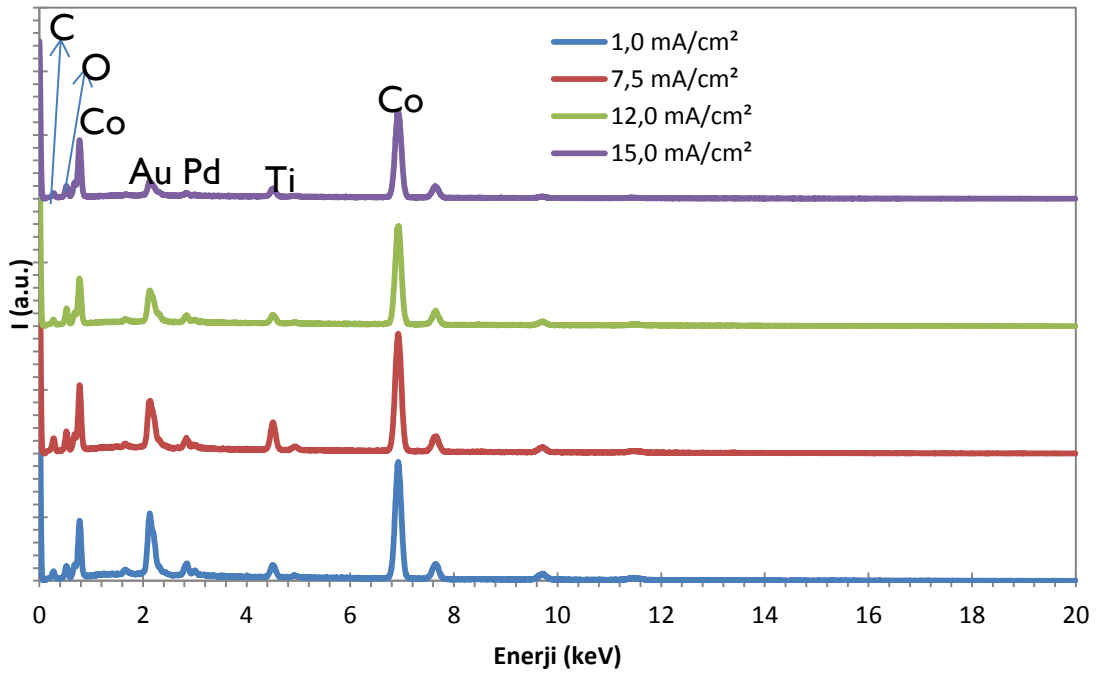
PPy-Co filmlerin 1 kX' lik büyütmede Co deposiyon potansiyelinin değişimine bağlı olarak elde edilen SEM görüntüleri Şekil 4.6' de verilmiştir. Potansiyel arttıkça tanelerin belirgin olan küresel şekilleri bozulmuştur ve heterojen yapı görülmüştür. Tanecik çapları ise 0,8 V - $28,79 \mu\text{m}$, 1,3V - $11\mu\text{m}$ ve 1,8 V - $6,5\mu\text{m}$ ölçüldü. Yani Co deposiyon potansiyeli arttıkça tanecik boyutları küçülmektedir.



Şekil 4.6 Co deposizyon potansiyeline göre değişiminde (a) 0,8 V, (b) 1,3 V, (c) 1,8 V' luk filmlerin SEM görüntüleri

4.2.4 Kimyasal Analiz

Çeşitli deposizyon akımlarında PPy-Co filmlerin 1 kX büyütmede tanecik üzerinden alınan Enerji Ayırmalı X-ışını (EDX) Spektrometresi sonuçları grafikte görülmektedir (Şekil 4.7). Akım arttıkça genel olarak Co piki azalış göstermiş yani Co deposizyonu yüzdesel olarak azalmıştır. 0-20 keV enerji aralığında film içeriğinde ki tüm elementlerin pikleri de grafiğe yansıtılmıştır.



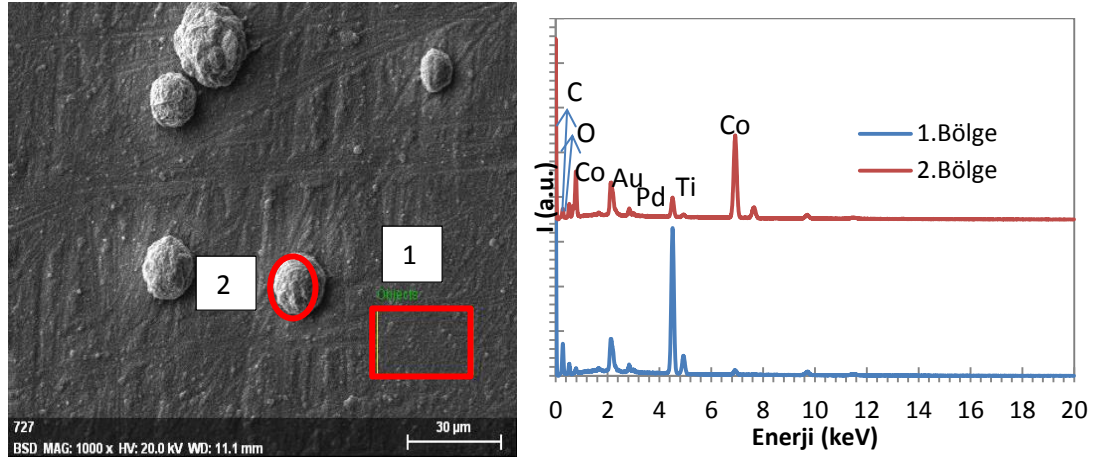
Şekil 4.7 PPy-Co filmlerin değişen deposizyon akımlarında elde edilen pikler

Grafikten yola çıkarak Tablo 4.1’ de görüldüğü gibi piklerin altında kalan alanların hesabı yapıldı ve yüzdelik olarak pikler altındaki alana değer verildi. Beklendiği gibi en büyük alan $7,5 \text{ mA/cm}^2$ ’ lik filmde dir. Grafikte piklerin enerji ekseninde başladığı ve bittiği noktalar arası excel de toplanarak elde edilen alanlardan en büyük alana yüz değeri verilip diğer sayılar için oran orantı ile yüzdelik olarak hesaplandı.

Tablo 4.1 PPy-Co filmlerin değişen akım yoğunluklarında hesaplanan alanlar

Akım yoğunluğu (mA/cm^2)	Piklerin altında kalan alan	Alanların yüzdelik olarak hesabı
1,0	248,04	65,58
7,5	378,21	100,00
12,0	334,95	88,56
15,0	251,95	66,61

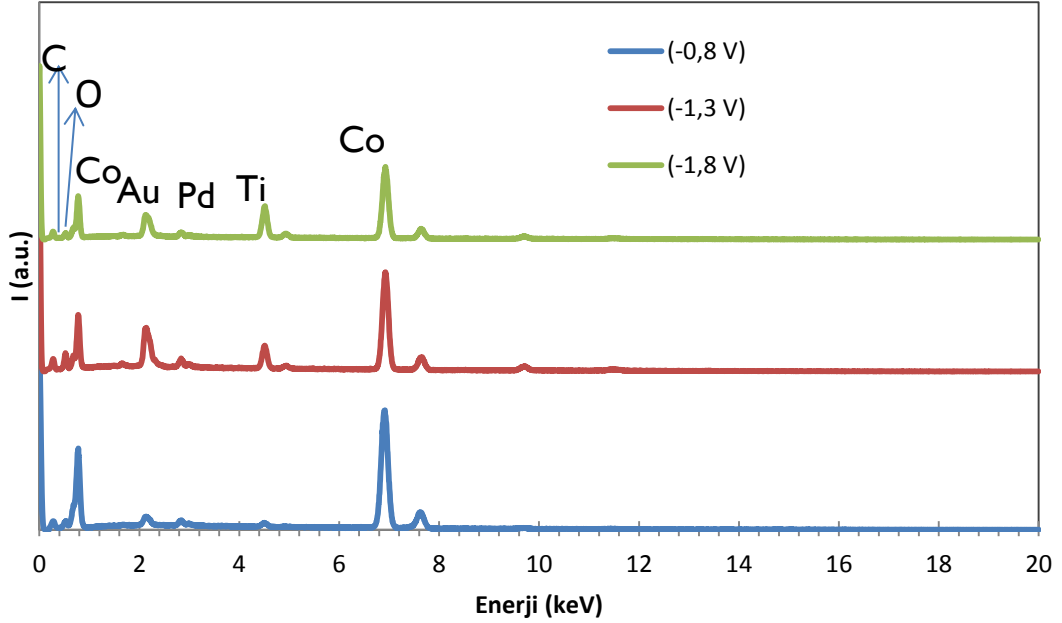
Şekil 4.8’ da ise $7,5 \text{ mA/cm}^2$ ’ lik filmde oluşan iki farklı bölge için elde edilen pikler verildi.



Şekil 4.8 $7,5 \text{ mA/cm}^2$ ’ lik filmde oluşan iki farklı bölgenin EDX sonucu

Sonuçta tanecik üzerinde ve düz alandan alınan ölçüme göre Co pikinin büyüklüğü beklenildiği gibi tanecikte daha fazladır.

PPy-Co filmlerde Co depozisyon potansiyelini deęiřtirdiđimizde Őekil 4.9' deki sonular ile karřılařıldı. Grldđ gibi depozisyon potansiyeli arttıķa Co piki klmřtr.



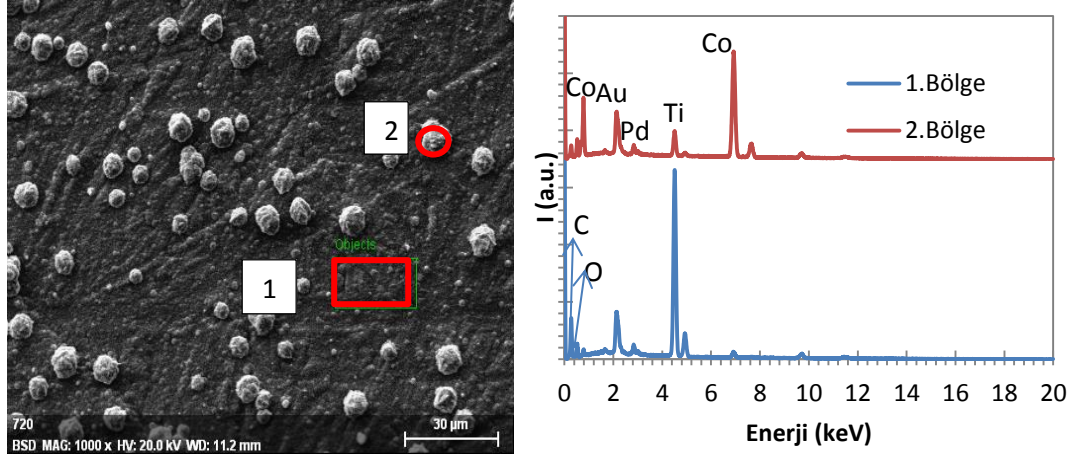
Őekil 4.9 Co depozisyon potansiyeline gre EDX sonuları

Depozisyon potansiyeline gre EDX grafiđinden elde edilen alan hesabı Tablo 4.2' de verildi. Pikler altında kalan alan yukarıda anlatılana benzer Őekilde yapılmıřtır.

Tablo 4.2 PPy-Co filmler iin deęiřen potansiyeller iin alan hesabı

Depozisyon potansiyeli (V)	Piklerin altında kalan alan	Alanların yzdelik olarak hesabı
0,8	452,96	100,00
1,3	386,18	85,25
1,5	241,20	53,25

Őekil 4.10'de 1,3 V potansiyele sahip filmde oluřan iki farklı blge iin 1 kX bytmede tanecik ve dz alandan elde edilen pikler beklenen dođrudur

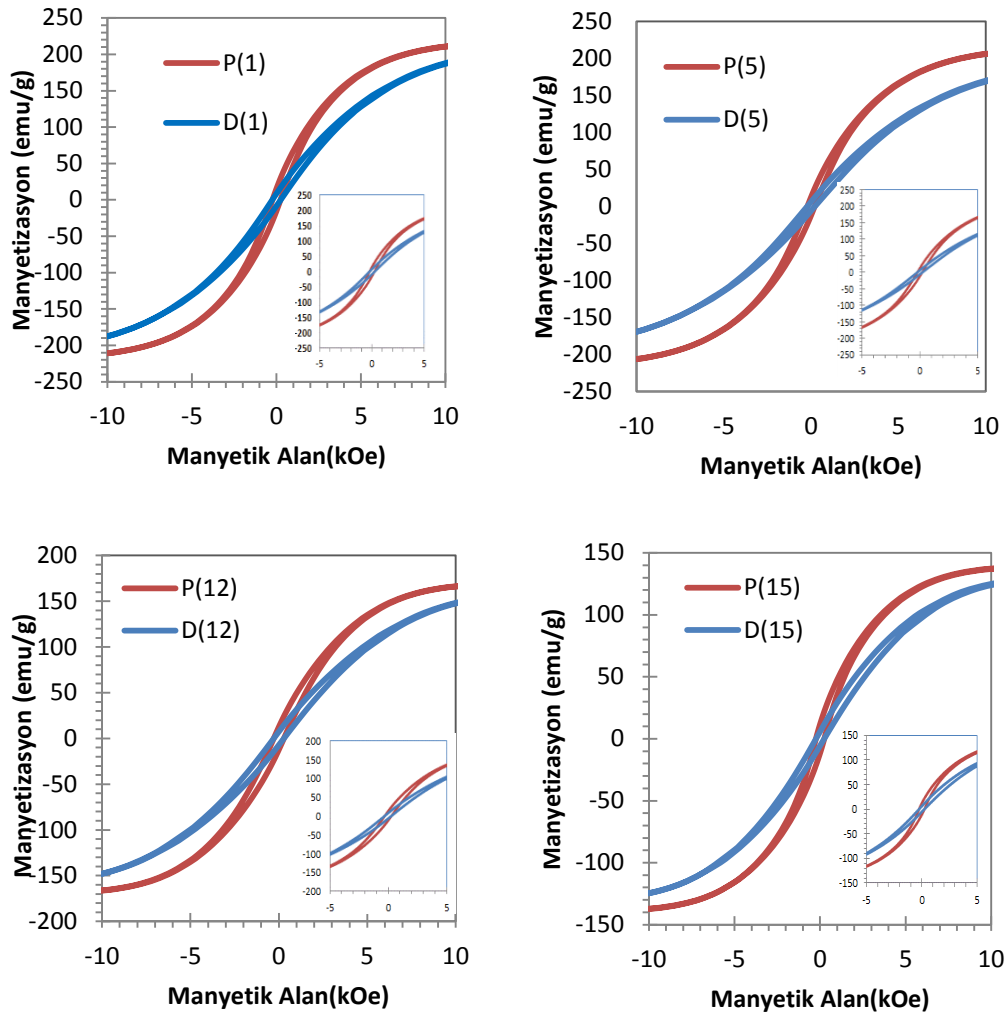


Şekil 4.10 1,3 V potansiyele sahip film için farklı bölge karşılaştırması

PPy-Co filmlerden potansiyeli 1,3 V olan film için tanecik üzerinden ve tanecik olmayan bölgeden alınan EDX sonucunda tanecikte Co piki yüksek çıktı (Şekil 4.10).

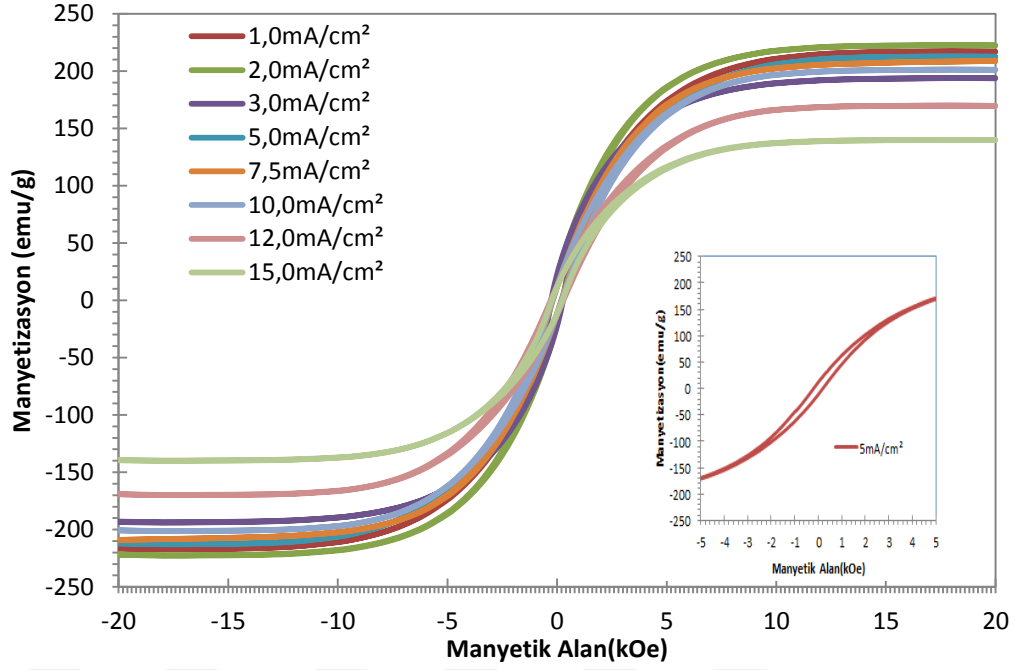
4.2.5 Manyetik Karakterizasyon

Titreşimli Örnek magnetometresi(VSM) kullanılarak sırasıyla 1,0 - 5,0 – 12,0 ve 15,0 mA/cm² polipirol akım yoğunluğunda büyütülen kompozit filmlerin, ±10 kOe arasında uygulanan manyetik alana hem paralel hemde dik yapılan ölçümler sonucunda histerisis eğrileri elde edildi (Şekil 4.11). Şekillerde P(1), 1 mA/cm² akım yoğunluğu için film düzlemine paralel uygulanan manyetik alandaki histerisis eğrisini, D(1) de dik uygulanan manyetik alana ait histerisis eğrisini temsil etmektedir. Aynı şekilde diğer eğrilerde benzer semboller ile gösterilmiştir. PPy-Co filmlerde akım yoğunluğu arttıkça doyum mıknatıslanması ile alakalı olarak yayvanlaşan S harfine benzeyen bir histerisis eğrisi meydana gelmektedir. Kompozit malzemelerin doyuma ulaşması için daha yüksek manyetik alana ihtiyaç vardır. Akım yoğunluğu 1,0 – 7,5 mA/cm² arasında manyetik alan ±10kOe arasında uygulandığında manyetizasyon 200 emu/g iken 12,0 – 15,0 mA/cm² akım yoğunluğunda manyetizasyon 140 emu/g civarındadır.



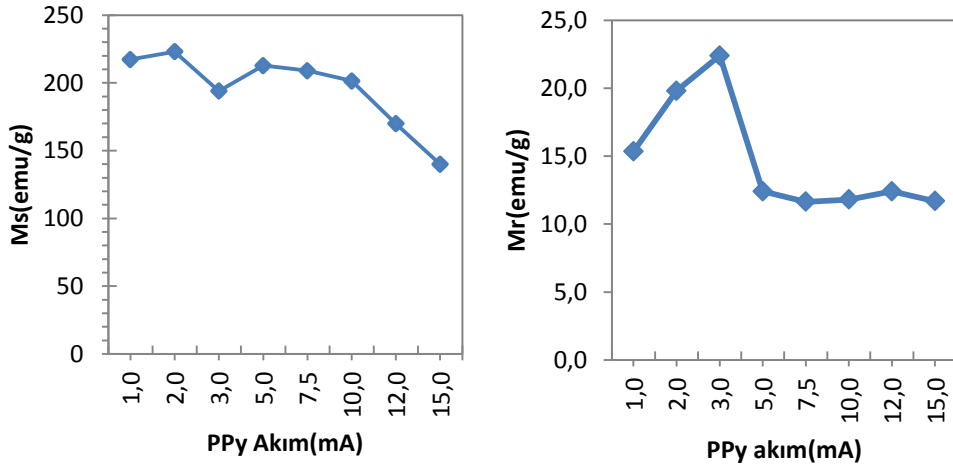
Şekil 4.11 PPy akım değışimi ile manyetik alana paralel ve dik uygulandıđında elde edilen histerisis eğrileri

Şekil 4.12’ da polipirol akım yoğunluđu 1,0-15,0 mA/cm² arasında olan malzemenin paralel ölçümleri sonrasında elde edilen histerisis eğrisi ve bunun içerisinde 5 mA/cm² akım yoğunluklu histerisis eğrisi de verilmiştir. Akım yoğunluđu değışimine karşı Co içeriğinden dolayı manyetik alan ±20 kOe arasında iken mıknatıslanma 100-200 emu/g arasında değışmektedir.



Şekil 4.12 Polipirolün çeşitli akım değişimlerinde PPy-Co filmler için histerisis eğrileri

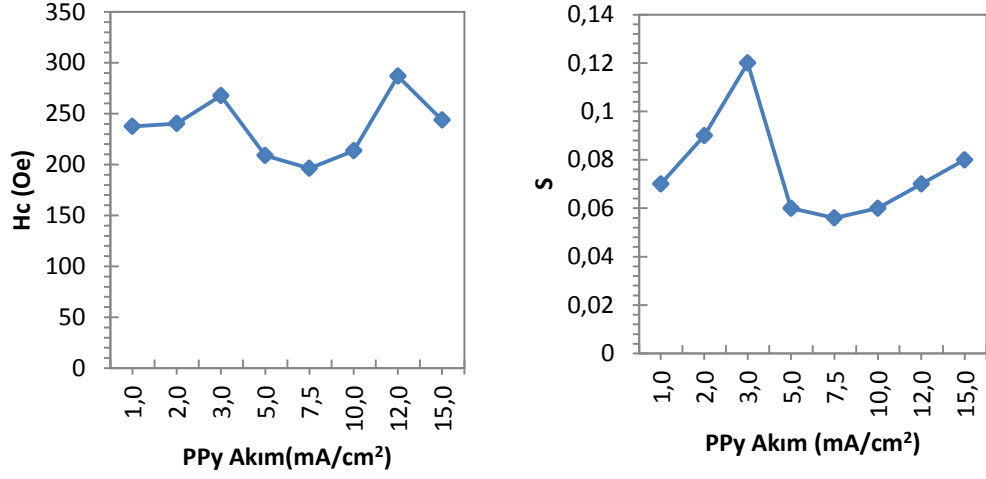
PPy-Co kompozit malzemesinin doyum mıknatıslanması (M_s) ve kalıcı manyetizasyon (M_r) değerleri görülmektedir (Şekil 4.13). Doyum mıknatıslanması ve kalıcı manyetizasyon artan akım yoğunluğu ile genel olarak bir azalmaya meyil göstermektedir. Bununla birlikte kalıcı manyetizasyon eğrisinde iki noktada bir sapma görülmektedir, bu muhtemelen deneysel hatalardan kaynaklanıyor olabilir.



Şekil 4.13 PPy-Co filmlerin doyum ve kalıcı mıknatıslanmasının depozisyon akım yoğunluğu ile değişimi

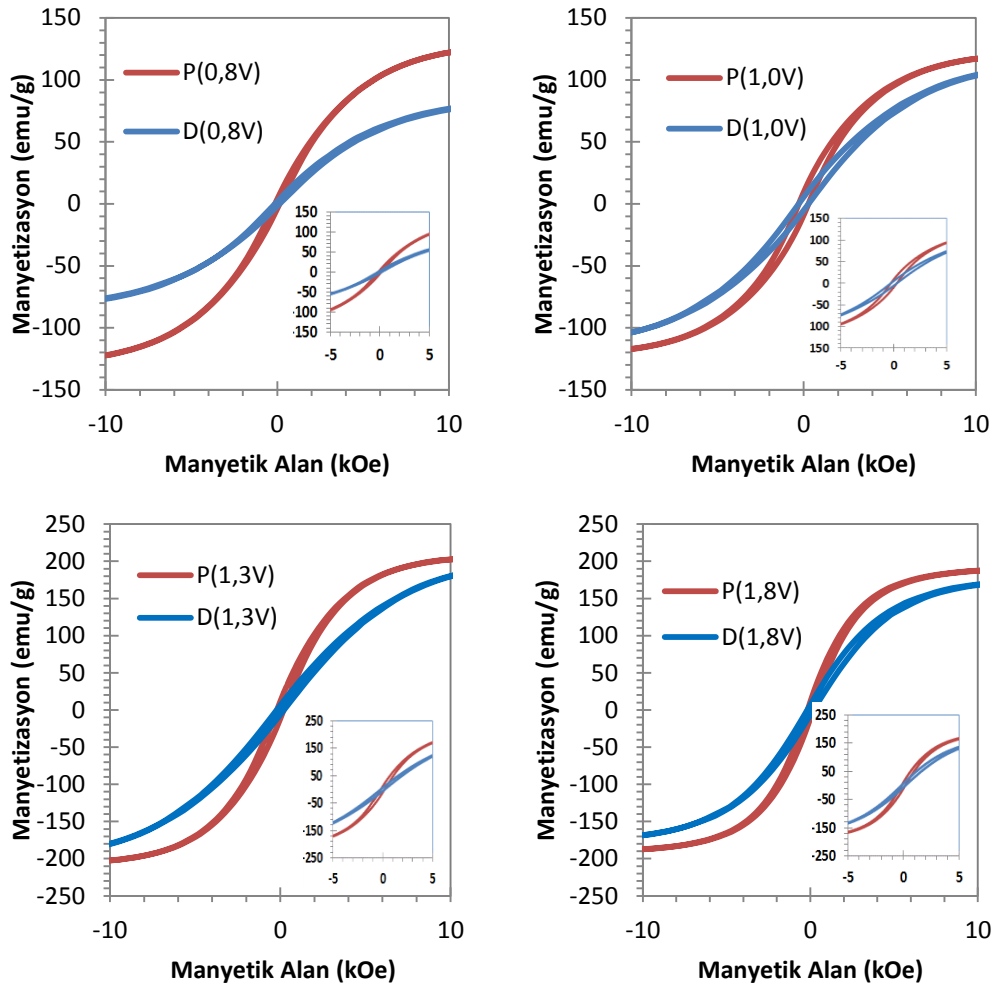
Şekil 4.14'da değişen akım yoğunluğuna karşı koersivite ve karelik değerlerini içermektedir. Koersivite 200-300 Oe arası değişti. Bu değişim Co kaynaklı olduğunun

göstergesidir. Karelilik derecesi depozisyon akımı artışı ile önce artıp sonra azalmış sonrasında tekrar kısmi bir artış olmaktadır.



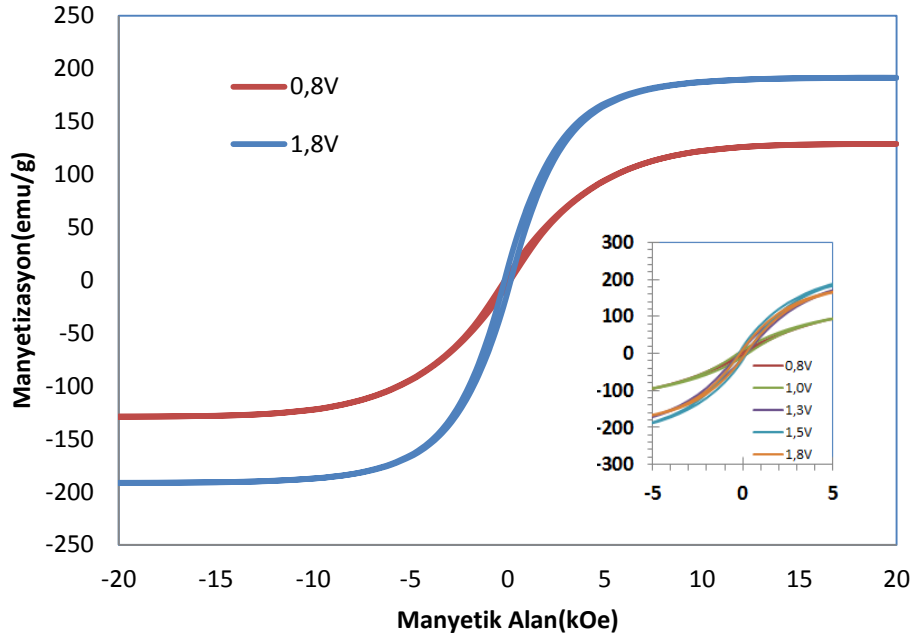
Şekil 4.14 Depozisyon akım değişimi ile farklılık gösteren koersivite ve karelilik

PPy-Co filmlerin farklı potansiyellerdeki numunelerinin manyetik alana paralel ve dik yapılan ölçümleri sonucu elde edilen histerisis eğrileri aşağıdadır (Şekil 4.15). Potansiyel 0,8 - 1,0 - 1,3 ve 1,8 V arası değişirken anizotropik eğilim gözlenirken, eğriler de yayvanlaşan S şeklini almıştır. PPy-Co filmin 0,8 V - 1,8 V arasında Co potansiyelinde genel olarak manyetik alan paralel ve dik uygulandığında 10 kOe'ten büyük alanlarda (>10 kOe) doyuma ulaşmıştır. Külçe (bulk) Ni ve Co' tın doyum mıknatıslanma değerleri sırasıyla, 480 ve 1420 emu/cm³ iken; koersivite değerleri 150 ve 20 Oe' tir (Jiles, 1991).



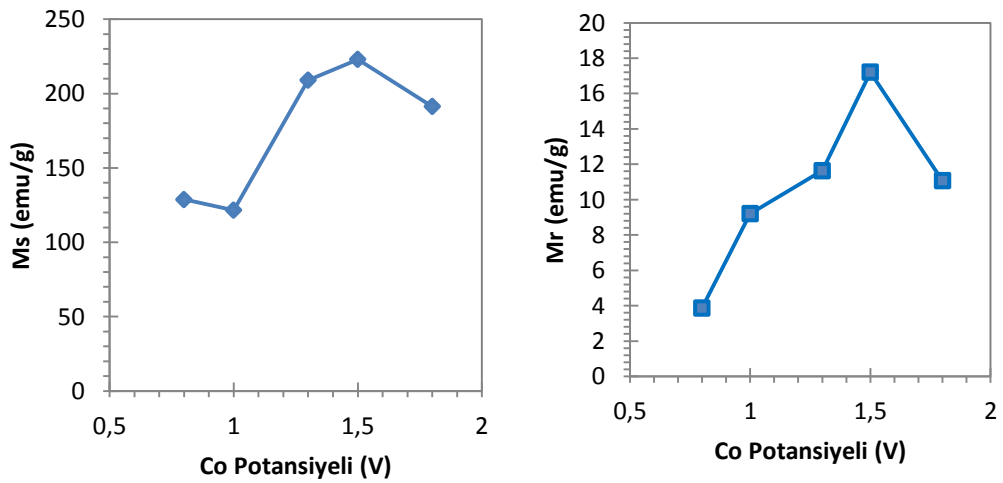
Şekil 4.15 PPy-Co filmlerin farklı potansiyellerdeki paralel ve dik histerisis eğrileri

Şekil 4.16’de değişen Co depozisyon potansiyeliyle paralel ölçümlerden elde edilen histerisis eğrisi ve 0,8 – 1,8 V’ luk ince filmlerin histerisis eğrisi mevcuttur. Ayrıca ± 5 kOe arasındaki değişimde tüm numuneler için verildi. Burada 0,8 – 1,0 V arasında 90 emu/g olan manyetizasyon potansiyelinin 1,8 V artmasıyla birlikte artarak 150 – 200 emu/g arasında değiştiği gözlemlendi. Böylece bu artış potansiyel artışının depozisyonu arttırdığı ve Co için yüksek manyetizasyon sağladığı görüldü. 1,0 V ve 1,8 V’ luk numunelerde deneysel hatalardan dolayı oluşmuş bir dengesizlik olsada Co potansiyelinin artışının, mıknatıslanma değerini genel olarak arttırdığı söylenebilir. Bu durumda da depozisyon potansiyelinde büyük artışlar doyum mıknatıslanma değerini külçe değere yaklaştırabilir.



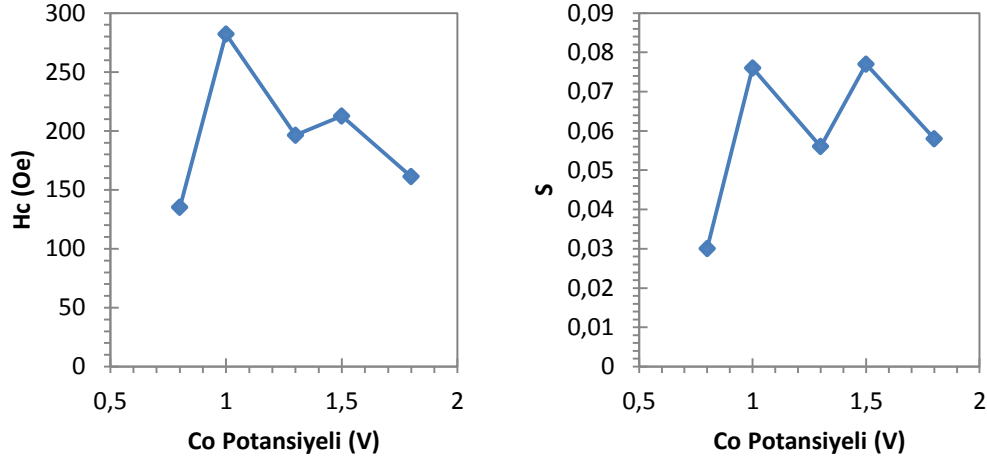
Şekil 4.16 Farklı depozisyon potansiyellerinde PPy-Co filmlerin paralel ölçümleri için histerisis eğrisi

Doymuş mıknatıslanması ve kalıcı manyetiklik eğrileri Şekil 4.17’de görülmektedir. M_s ve M_r değerleri doymuş momenti (emu) Co ve Co-Ni ‘nin sahip olduğu ve Faraday kanunu ile hesaplanan düşük kütleyle (g) bölümüyle elde edilir. M_s ise 1,0 V üzerinde oldukça hızlı bir artış göstermiştir. M_r değeri 0,8 V ile 1,5 V arası sert bir şekilde artmış ve 1,8 V ile azalmıştır. Bu farklılık PPy tabaka ve Co atomları arası zayıf etkileşim ya da engellenmiş büyük Co tanelerinin boyutuyla alakalı olabilir (Hacıismailoğlu 2015).



Şekil 4.17 Çeşitli Co potansiyellerinde doymuş mıknatıslanması ve kalıcı manyetiklik

Şekil 4.18'de da kompozit filmlerin koersivitenin ve karelik değerinin Co potansiyeline göre değişimi gösterilmiştir. Hc değerleri potansiyel değişimiyle 135,1 – 282,1 Oe arasında değişmektedir. Karelik ise düzgün bir değişim olmamakla birlikte 0,03 ile 0,05 arasında dalgalanma göstermiştir.



Şekil 4.18 PPy-Co filmlerde farklı deposizyon potansiyellerinde görülen koersivite ve karelik eğrileri

4.3 PPy- CoNi Kompozit Filmler

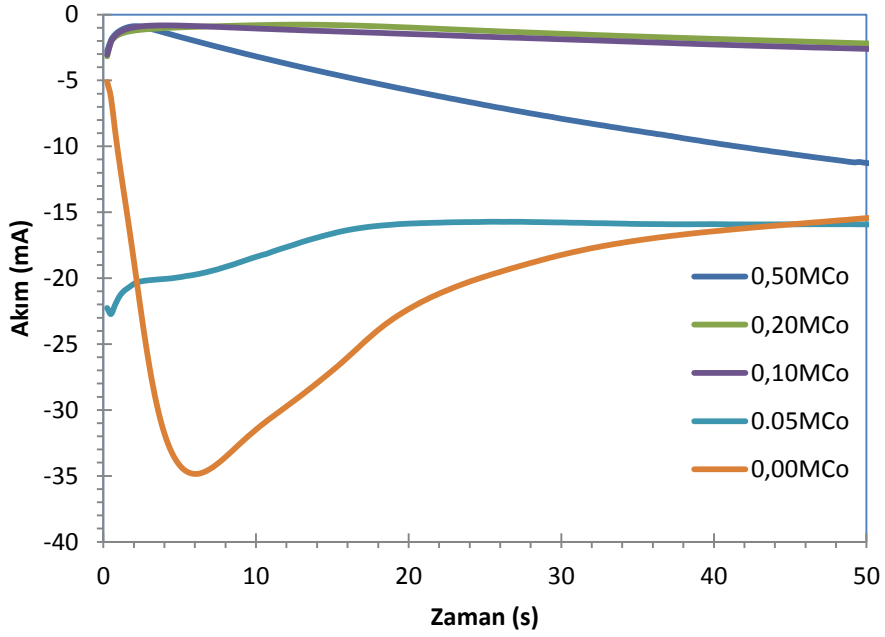
4.3.1 PPy- CoNi Kompozit Filmlerin Üretilmesi

Bu seride üretilen kompozit filmler için 2 µm kalınlığında PPy alt tabakalar kullanıldı. Filmleri üretmek için Ni derişimine ve Co derişimine bağlı olarak bir seri çözelti hazırlandı. Birinci grup çözeltiler 0,30 M Ni sabit alınıp 0,00 - 0,05 - 0,10 - 0,20 - 0,30 ve 0,5 M Co içeren, ikinci grupta ise Co derişimi 0,30 M' da sabit tutulup Ni derişimi 0,00 - 0,05 - 0,10 - 0,20 - 0,30 - 0,50 - 0,70 ve 1,00 M olan çözeltilerdir. Akım değeri 3,6 mA, 1,3 V' luk katot potansiyeli uygulanarak hazırlanan kompozit filmlerin elektrokimyasal, kimyasal, yapısal ve manyetik özellikleri incelendi.

4.3.2 Elektromikyasal Karakterzasyon

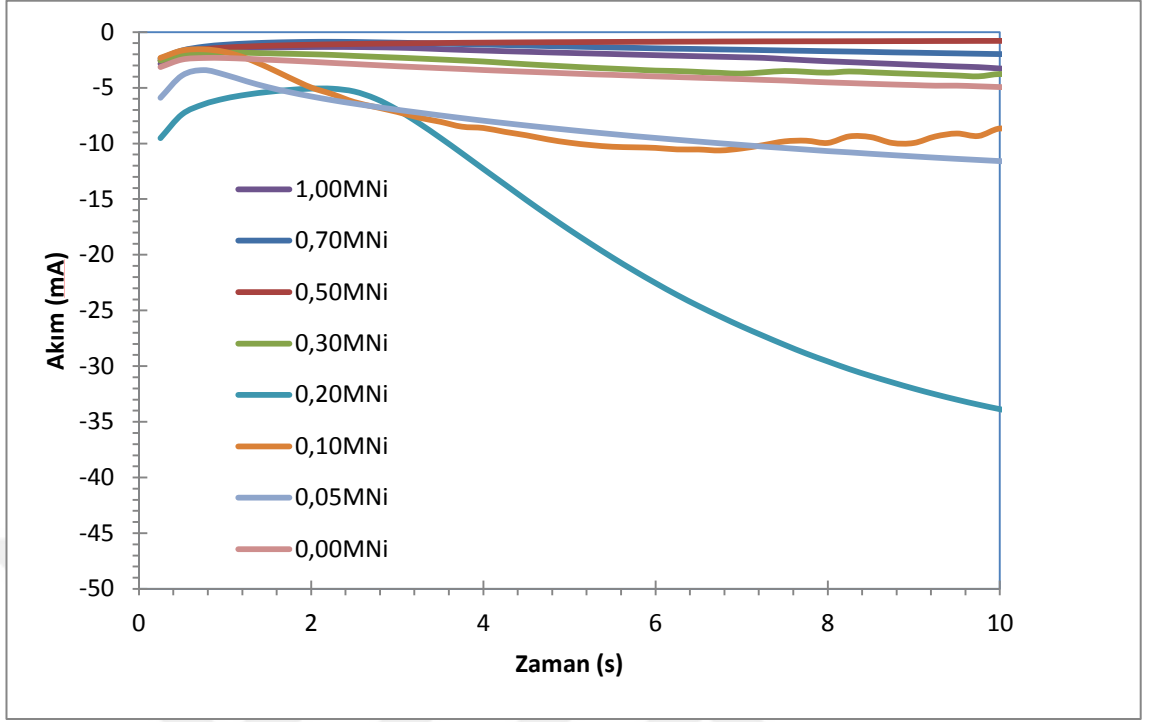
PPy-CoNi filmlerin Ni derişimi 0,30 M sabit tutulup Co derişimini 0,00 – 0,5 M arasında değiştirildiğinde elde edilen akım-zaman geçişleri Şekil 4.19' de gösterilmiştir. Co içermeyen çözeltide negatif yönde hızlı bir akım artışını takip eden bir maksimum

değerden (pik) sonra azalarak kararlı bir duruma erişmektedir. Co içeren çözeltilerde akım daha sabit ve kararlıdır. Diğer taraftan Co derişimi arttıkça akım azalmaktadır. Co derişimi 0,20 ve 0,10 M olduğunda istenen özelliklerde film elde edilmesi 360 s kadar sürmektedir ancak daha anlaşılır bir görünüm için ilk 10 s deki akım-zaman grafikleri verilmiştir. Kullanılan bütün çözeltiler için belli bir noktadan sonra akım değerleri değişmedi. Bu da depozisyonun kararlı akım değişiminde gerçekleştiğini gösterdi. Co derişiminin artışı ile akım giderek sıfır eksenine doğru yaklaşmaktadır.



Şekil 4.19 PPY-CoNi filmlerin Co derişimine göre değişen akım-zaman eğrisi

PPy-CoNi filmlerde Ni derişim değişiminde elde edilen akım-zaman grafiği (Şekil 4.20) görülmektedir. Şekilden görüldüğü gibi düşük Ni derişimli çözeltilerde akım geçişleri hızlı bir şekilde bir maksimum değere erişip sonra azalmakta ve kararlı hale gelmektedir. Ni derişimi 0,30M olana kadar akım negatif yönde artarken 0,30-0,70M Ni içinse akımda azalma olmaktadır. Ni derişimi 0,00 M olan film için özellikler 170 s civarında sağlandı. Ancak derişimi daha açık görebilmek için ilk 10 s deki akım-zaman eğrileri verildi.

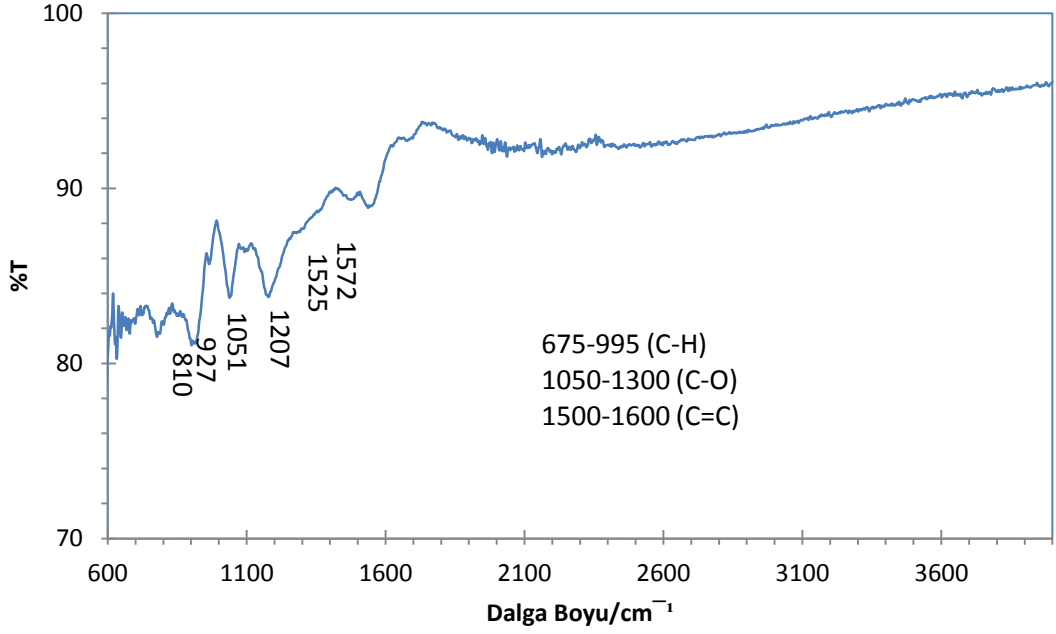


Şekil 4.20 Ni derişimi deęişiminde akım-zaman grafięi

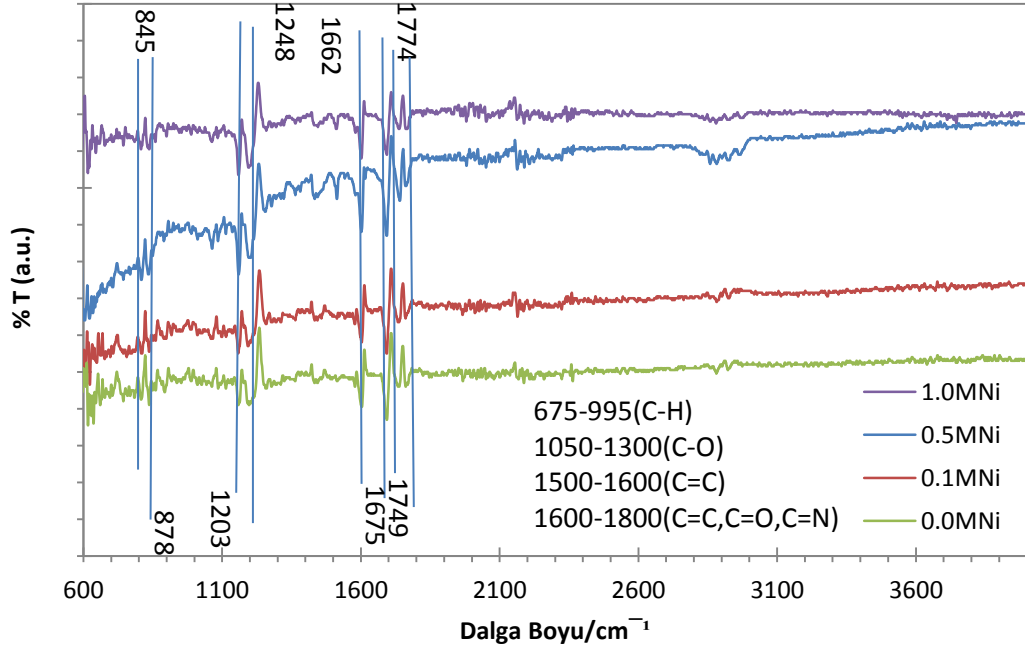
4.3.3 Yapısal Karakterizasyon

4.3.3.1 Fourier Dönüşüm Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi

Şekil 4.21' de saf PPy için elde ettiğimiz FTIR grafięi verildi. PPy-CoNi filmlerin Ni derişiminin deęişimiyle elde edilen Fourier dönüşüm kızılötesi (FTIR) spektroskopisinin grafięe yansımış hali Şekil 4.22' de görölmektedir. 400-1300 arası oluşan pikler parmak izi denen bölgede yer alır ve bunlar o filme ait özellikleri yansıtır. 675-995 arası pikler C-H, 1050-1300 arasındaki pikler C-O, 1600-1800 arasındaki piklerde C=C, C=O, C=N bağına aittir.



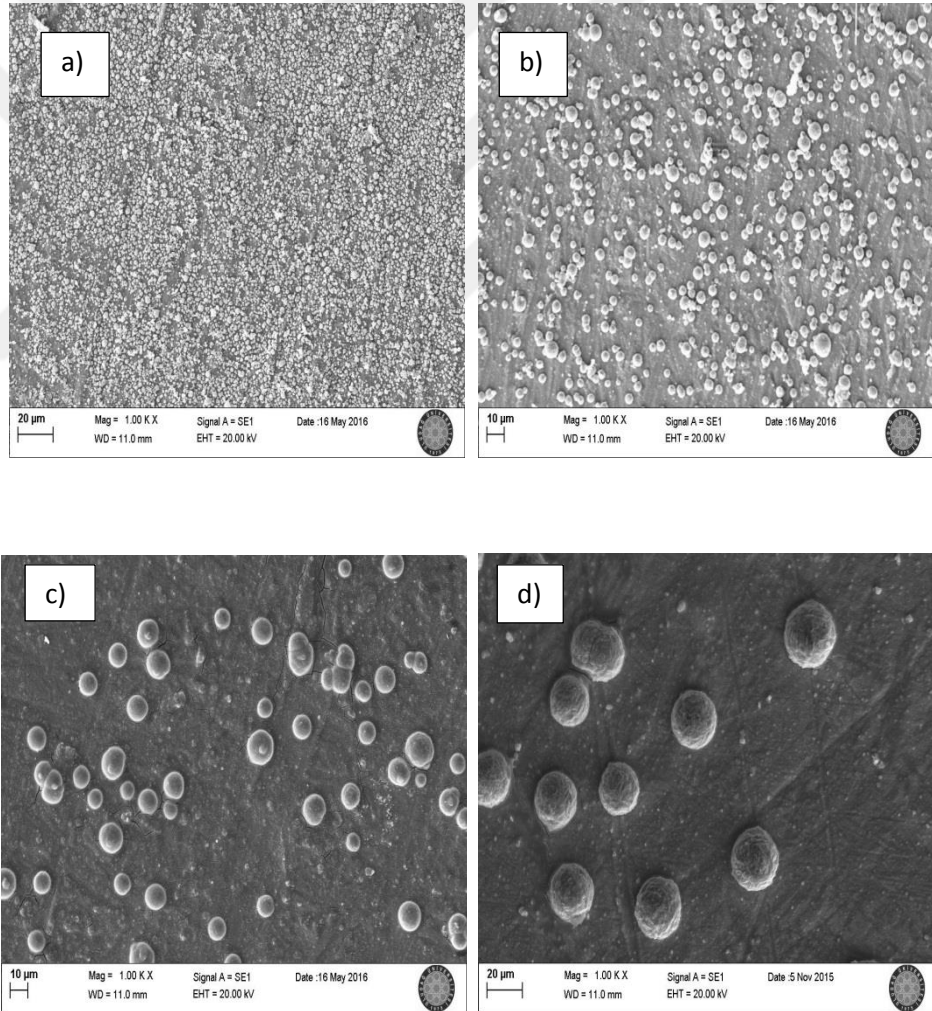
Şekil 4.21 Saf polipirol için FTIR grafiği



Şekil 4.22 PPy-CoNi filmlerde Ni derişimi deęiřtięinde FTIR grafięi

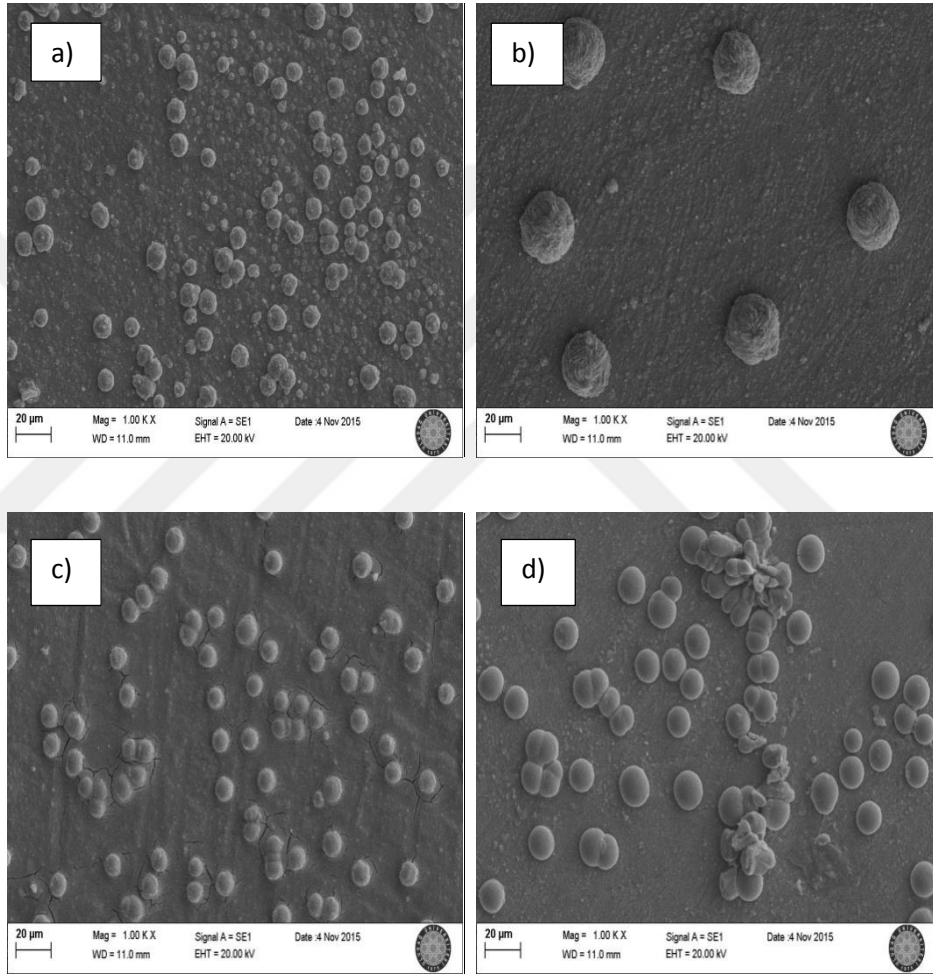
4.3.3.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Şekil 4.23' de PPy-CoNi filmlerin Ni derişimini (0,3 M) sabit tutup Co derişiminin 0,00 – 0,50 M arası deęiştiginde SEM görüntüleri yer almaktadır. Şekilden görüldüğü gibi düşük Co derişimli çözeltilerden hazırlanan filmlerde tanecik dağılımı hemen hemen homojen ve küçük parçacıklar halindedir. Co derişimi arttıkça tanecikler büyümeye ve adalar biçiminde küreselleşmeye meyletmektedirler. Co derişimine baęlı olarak ölçülen tanecik boyutları çap olarak 0,0 M için 2,8 µm, 0,1 M - 4,8 µm, 0,2 M - 10,3µm ve 0,5 M - 24,2µm' dir.



Şekil 4.23 Ni derişimi sabitken a)0,0 M b)0,1 M c)0,2 M d)0,5 M Co içeren PPy-CoNi filmlerin SEM görüntüleri

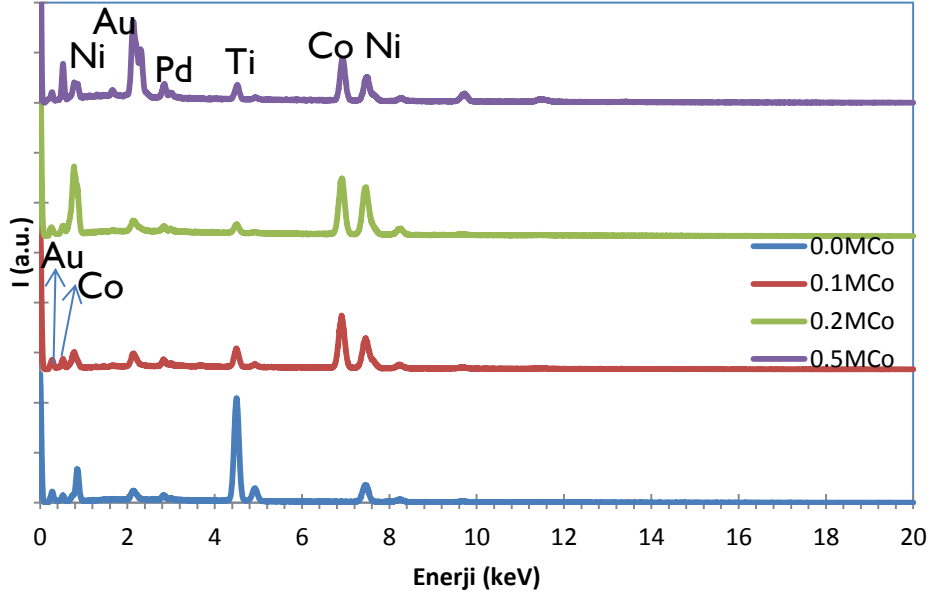
Co deriřimi (0,3 M) sabit tutulup Ni deriřimi arttıķa tanecikler daha belirgin kresel Őekli ve taneciklerin kumelenmeye bařladı(Őekil 4.24). Ni taneli halde bir brymeye neden olur (Alper ve ark. 2004). Ni deriřimlerine gcre aplarda 0,0 M – 8,7μm, 0,1 M – 30,0 μm, 0,5 M – 10,0 μm ve 1,0 M - 13,3 μm olarak olldy. Co deriřiminin deęiřtirildięi filmlerde Ni deriřimli filmlere gcre tanecikli kresel yapı daha belirgin ve ap olarak da daha bryyktyr. Aynı zamanda Ni deriřimli filmlerde daha homojen bir yapılanma vardır.



Őekil 4.24 Polipirol-CoNi malzemesinde Ni deriřimi deęiřimli seri (a) 0,0 M Ni, (b) 0,1 M Ni, (c) 0,5 M Ni, (d)1,0 M Ni deriřimli numuneler iin SEM gcrntyleri

4.3.4 Kimyasal Analiz

EDX toplu grafiğinde 0,0 – 0,1 – 0,2 ve 0,5 M Co için kimyasal analizde film yapısındaki tüm elementlerin (Ni, Co, Ti, Pd, Au) pikleri 0 - 20 keV enerji aralığında görüldü(Şekil 4.25).



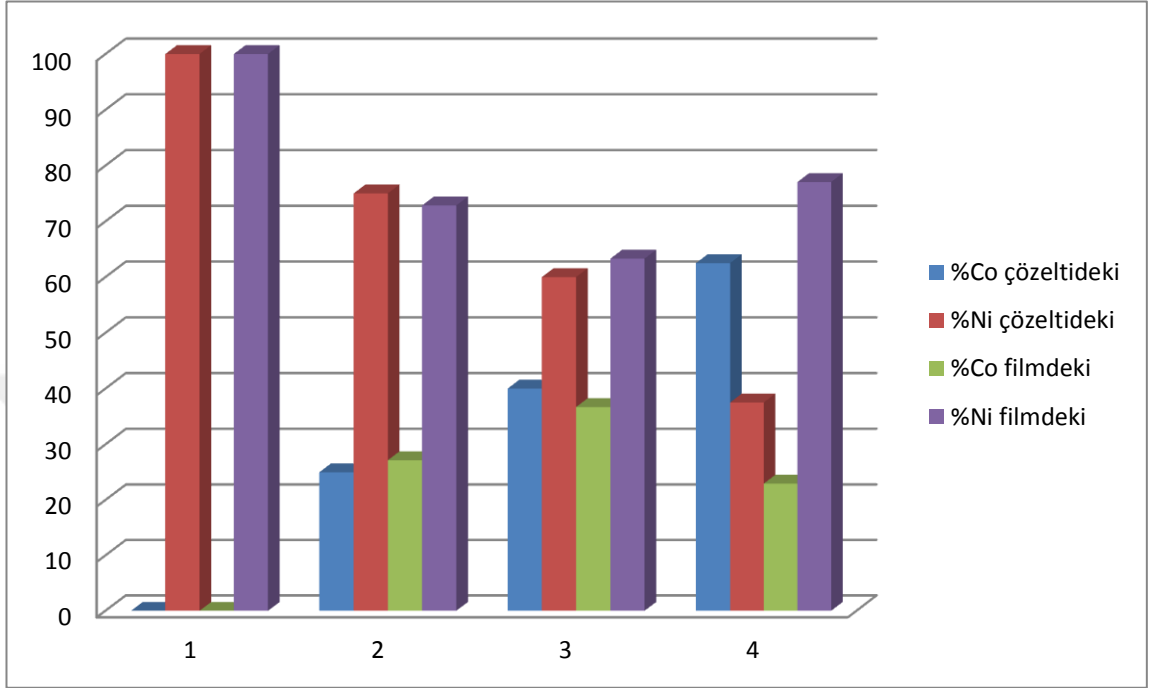
Şekil 4.25 Co derişimi deęişimi ile oluşan EDX sonuçları

Tablo 4.3 çözeltiler ve filmlerden elde edilen alan hesabının verdiği miktarlar uyumlu olduğu görüldü. Molarite deęişimine göre filmin Ni ve Co içerikleri yüzde olarak Tablo 4.1' dekiner benzer şekilde hesaplandı.

Tablo 4.3 Çözelti içindeki Co ve Ni miktarları ve yüzdeleri

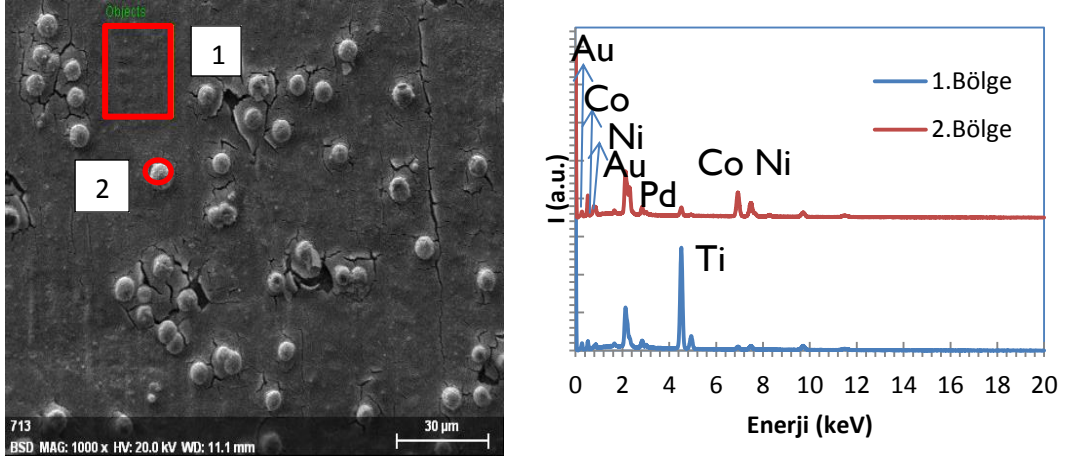
Co (çözelti M)	Ni (çözelti M)	Çözelti içinde %Co	Çözelti içindeki %Ni	Grafik altında kalan filmdeki toplam Co ve Ni	Filmdeki %Co	Filmdeki %Ni
0,0	0,3	0,0	100,0	510,96	0,0	100,0
0,1	0,3	25,0	75,0	638,18	27,2	72,8
0,2	0,3	40,0	60,0	1006,57	36,7	63,3
0,5	0,3	62,5	37,5	803,04	23,0	77,0

Yukardaki tablolardan elde edilen sonuçlara göre Şekil 4.26' de çözelti ve filmdeki Co ve Ni miktarları karşılaştırıldı.



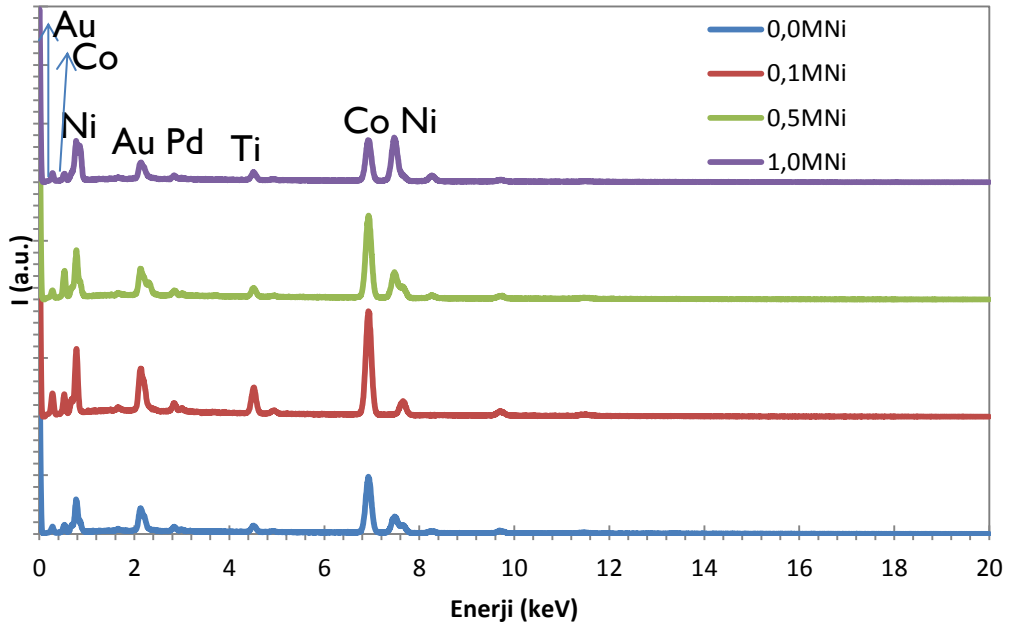
Şekil 4.26 Çözelti ve filmdeki Co ve Ni miktarlarının grafiği

Şekil 4.27' de 0,5 M Co için iki farklı bölgeden elde edilen EDX sonucu görülmektedir. Birinci bölgede tanecik olmadığından beklenildiği gibi Co ve Ni piki oldukça küçük, ikinci bölgede ise tanecikteki EDX sonucunda daha yüksek pikler elde edildi. İkinci bölgede tanecik de beklendiği gibi Co derişimi Ni' e göre büyük olduğu için EDX sonucunda Co piki de daha büyüktür.

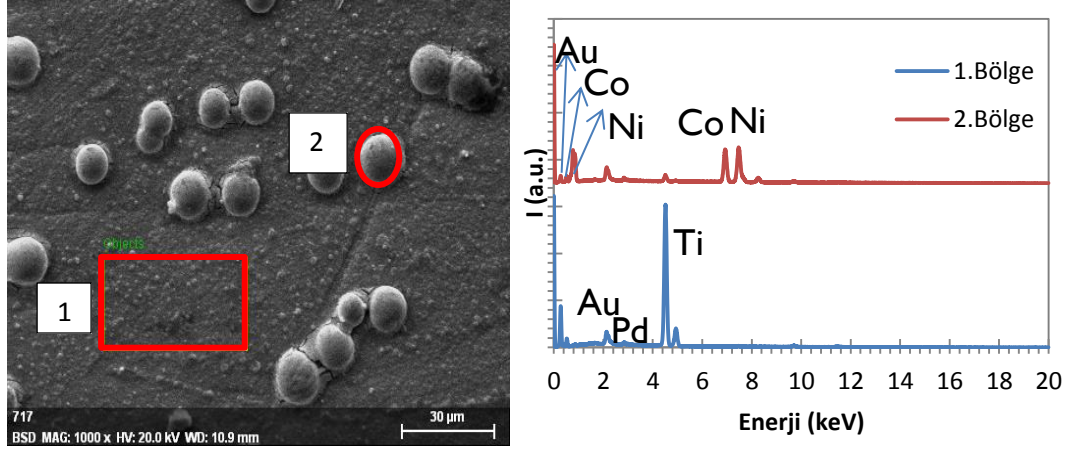


Şekil 4.27 0,5 M Co derişimli PPy-CoNi filmin farklı bölgelerinin grafiđi

Co sabitken 0,0 – 0,1 – 0,5 ve 1,0 M olarak deđişen Ni derişimine göre EDX sonuçları Şekil 4.28’ de verilmiştir. 1,0 M Ni için düz alan ve tanecik olmak üzere farklı bölgeden ölçüm alınmıştır(Şekil 4.29). Tanecik üzerinden alınan sonuçta Co ve Ni piki beklenildiđi gibi 1. bölgeye göre daha yüksektir.



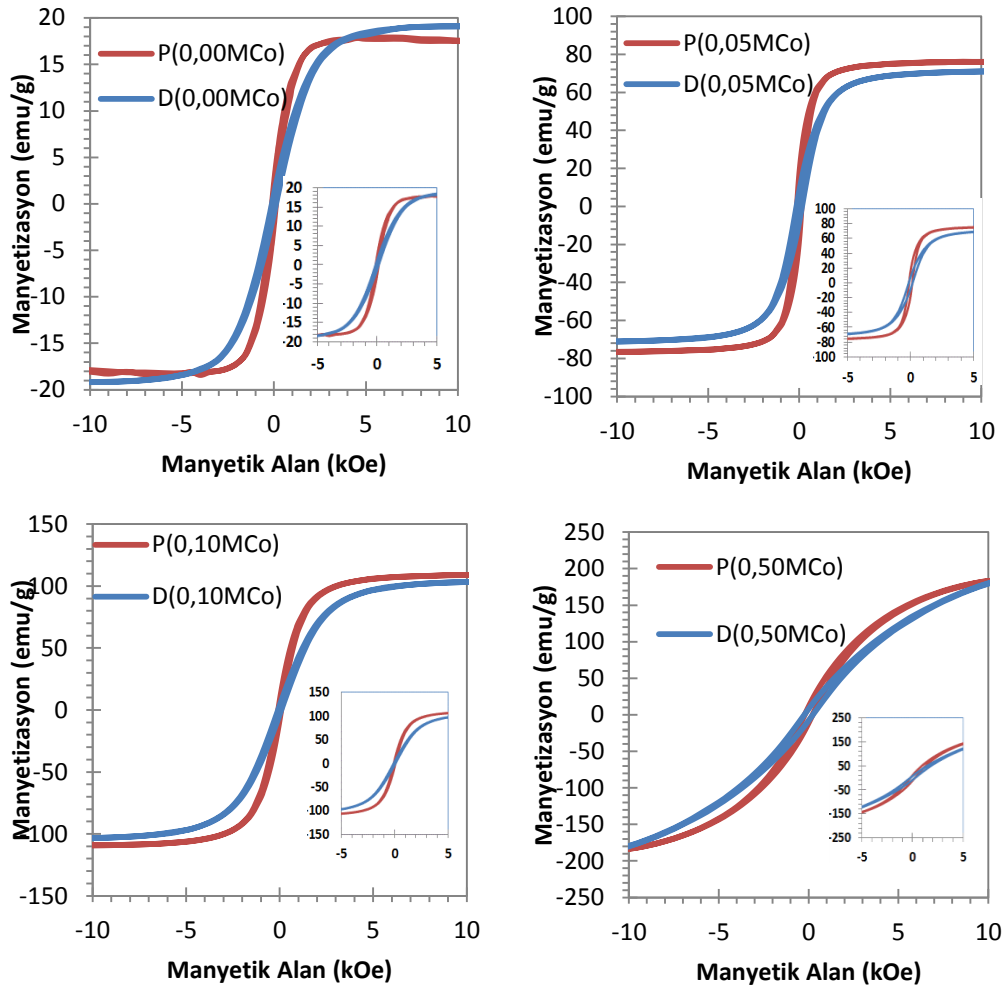
Şekil 4.28 Çeşitli Ni derişimlerinde elde edilen EDX grafiđi



Şekil 4.29 1,0 M'lık Ni çözeltisinden oluşan PPy-CoNi filmi için farklı bölge karşılaştırması

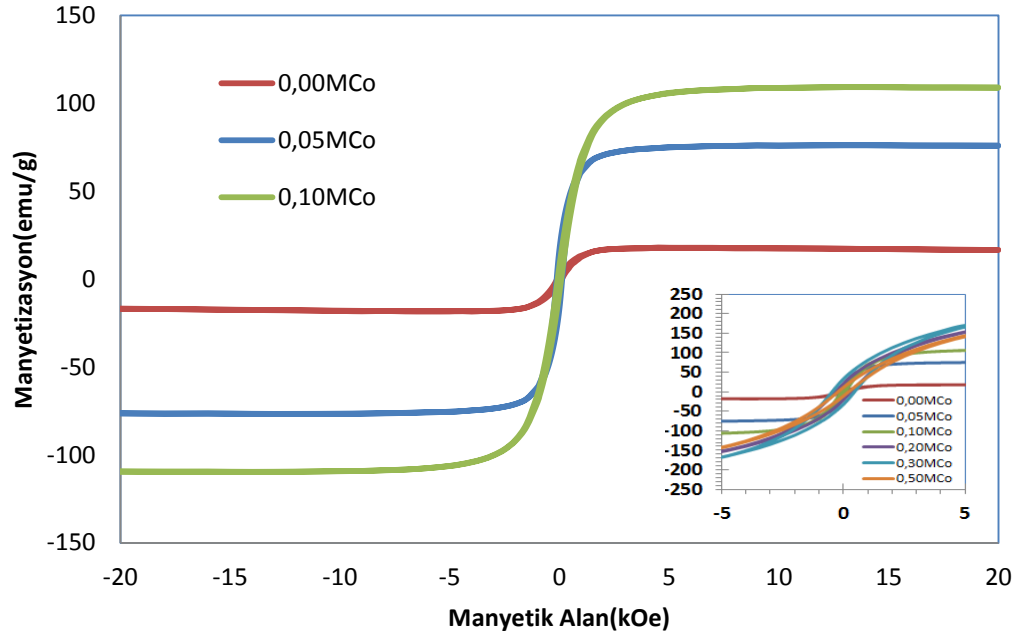
4.3.5 Manyetik Karakterizasyon

Çözeltideki Ni derişimi sabit 0,3 M olup farklı Co derişimlerine sahip çözeltilerden büyütülen kompozit filmlerin Titreşimli Örnek magnetometresi (VSM) ile manyetik davranışları incelendi. Şekil 4.30' de manyetik alan film düzlemine hem paralel hem de dik yapılan ölçümler sonucunda elde edilen histerisis eğrileri verilmektedir. Co derişimi arttıkça histerisis eğrisi giderek yayvanlaşan S harfine benzeyen şekilde bir deęişim gösterdi. Genellikle manyetik alan 5kOe'den sonra doyuma ulaştı ancak yüksek derişimli Co filmler için doyum manyetizasyonu daha yüksek alanlara doğru kaymaktadır.



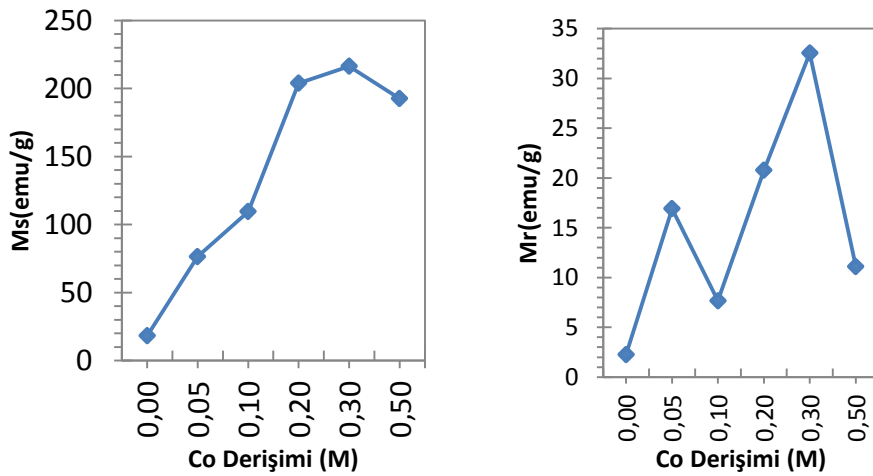
Şekil 4.30 PPy-CoNi filmlerin Co derişimi deęişiminde oluřan histerisis eęrileri

Şekil 4.31' te Ni derişimi sabit tutulurken Co derişimine baęlı olarak PPy-CoNi kompozit malzemesinin paralel ölçümleri sonucu oluřan ve ayrıca ± 5 kOe arasındaki histerisis eęrileri görülmektedir. Genel olarak artan Co derişimi ile manyetizasyon artmaktadır ve 0,2 M Co' tan itibaren manyetizasyon deęeri 140 – 180 emu/g arasında olmaktadır.



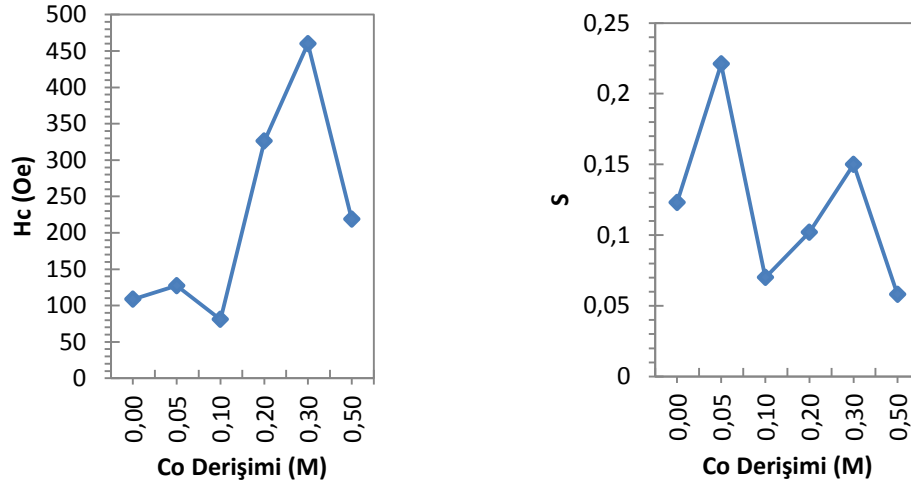
Şekil 4.31 Ni derişimi sabitken çeşitli Co derişimlerinde üretilen kompozit filmler için histerisis eğrileri

Şekil 4.32’de ise çeşitli Co derişimlerinde PPy-CoNi kompozit malzemesinin doyum mıknatıslanması (M_s) ve kalıcı manyetizasyon (M_r) Co derişimi ile deęişimi gösterilmiştir. Doyum mıknatıslanması Co derişimi arttıkça artmıştır. Kalıcı manyetiklik ise 0,1 M Co haricinde artmıştır. 0,1 M’lık filmde ise deneysel hatalar sonucu bir azalma olabilir.



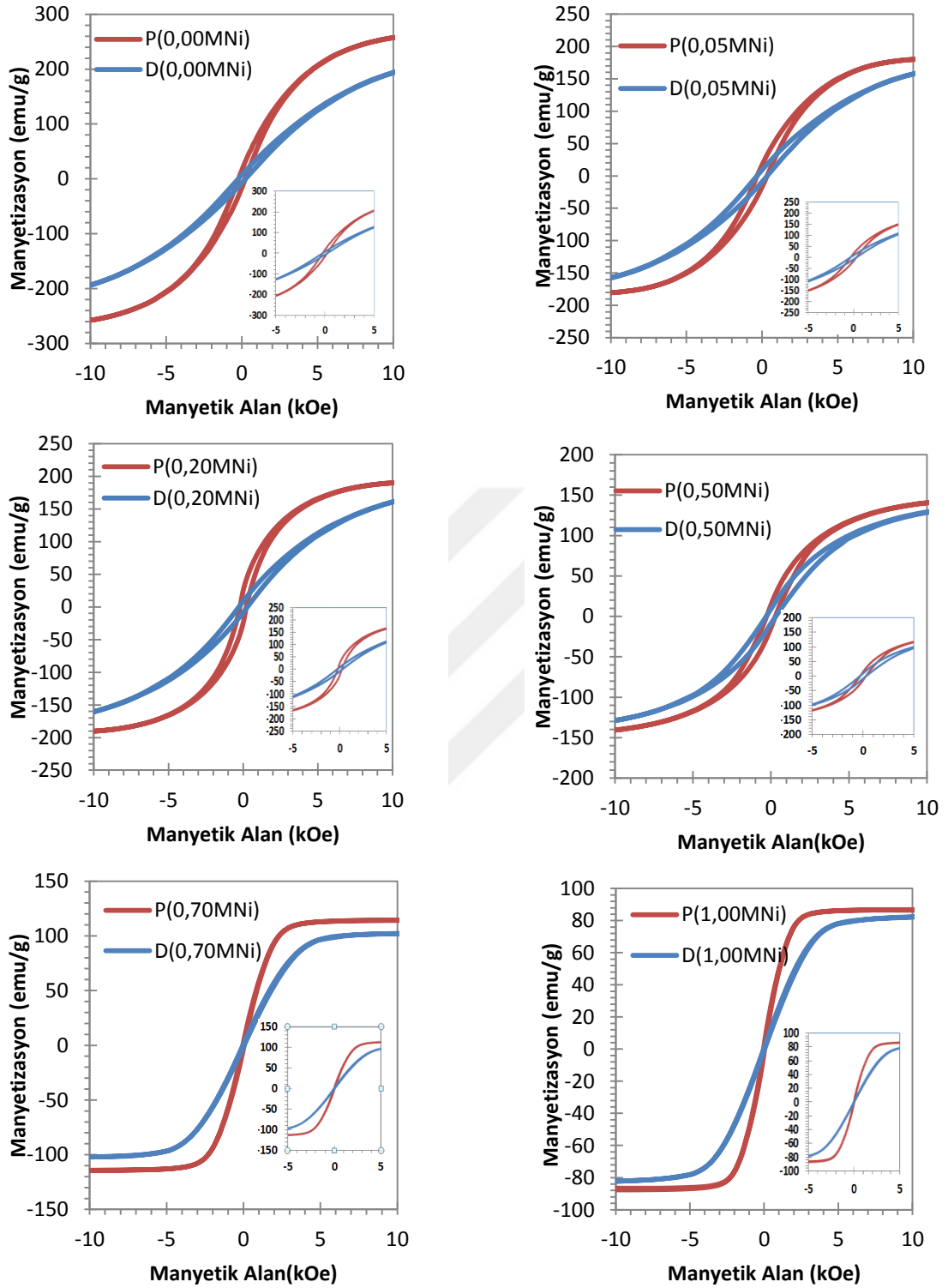
Şekil 4.32 Farklı Co derişimlerinde doyum mıknatıslanması ve kalıcı manyetiklik deęerleri

Co derişiminin deęiřimi koersivite (H_c) ve karelik derecesi (S) üzerinde yarattığı etki Şekil 4.33' de incelendi. 0,0 M' dan itibaren azalan koersivite 0,1 M' dan sonra hızlı bir artış göstermiştir. Koersivite deęeri 470 Oe'de kadar yükselmiştir. Karelik derecesi ise 0,1 M Co' da ani bir azalış göstermiş sonrasında artmıştır.



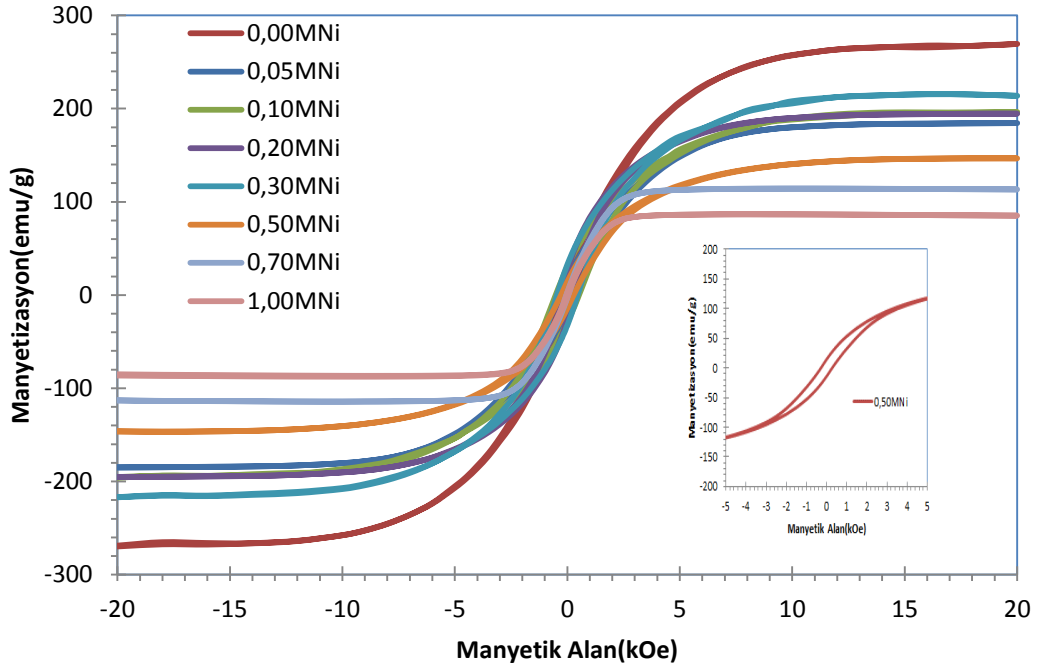
Şekil 4.33 Co derişimine karşı koersivite ve karelik deęerleri

Çeşitli Ni derişimlerinde büyütülen kompozit filmlerin, manyetik alana hem paralel hemde dik yapılan ölçümler sonucunda histerisis eęrileri elde edildi (Şekil 4.34). Ni derişimi arttıkça dikleşen S harfine benzeyen bir deęişim görüldü. Histerisis eęrileri genel olarak anizotropiktir.



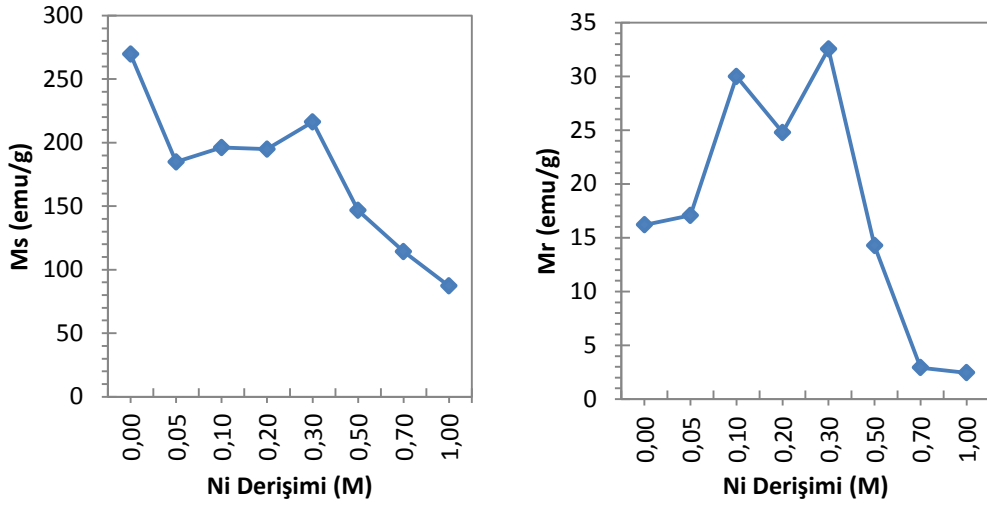
Şekil 4.34 Ni derişim deęişimiyle elde edilen histerisis eęrileri

Şekil 4.35’ de 0,5 M Ni ve farklı derişimlerdeki histerisis eęrisi verildi. Ni derişimi arttikça manyetizasyon azaldı ve 80 - 220 emu/g arasında deęişim gösterdi.



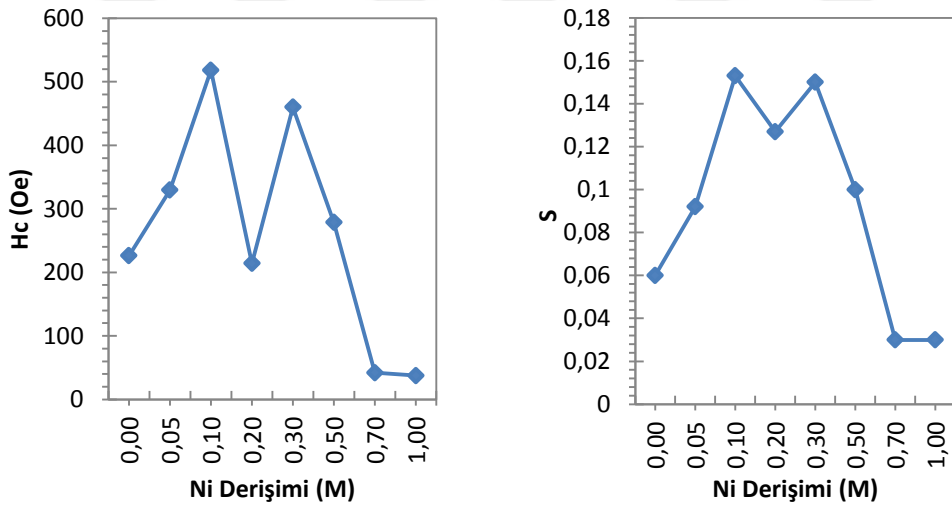
Şekil 4.35 Co derişimi sabitken çeşitli Ni derişimlerinde üretilen kompozit filmler için histeresis eğrileri

PPy-CoNi kompozit malzemesinin deęişen Ni derişimin de doyum mıknatıslanması (M_s) ve kalıcı manyetiklik (M_r) deęerleri görölmektedir(Şekil 4.36). EDX sonuçlarında da görüldüğü üzere Ni derişimi arttıkça yüzde miktarıda artmış ve bununla bağlantılı olarakta doyum mıknatıslanması derişim artışı ile azaldı çünkü Ni için doyum mıknatıslanması düşüktür buda bu sonucu beklenen bir sonuç haline getirdi. Kalıcı manyetiklikte önce artıp sonra azaldı ve sabit kaldı.



Şekil 4.36 Farklı Ni derişimlerinde doyum mıknatıslanması ve kalıcı manyetiklik değerleri

Ni derişiminin deęişimi koersivite (H_c) ve karelik derecesi (S) üzerinde yarattığı etki ise Şekil 4.37’de gösterilmiştir. 0,0 M’ dan itibaren koersivite değerlerinde dalgalanmalar olmuştur. Karelik değerlerinde ise önce belirgin bir artış ve sonrasında azalma görüldü.



Şekil 4.37 Ni derişimine baęlı koersivite ve karelik eęrileri

5.TARTIŞMA

Bu tez kapsamında PPy-Co ve PPy-CoNi filmlerin, Ti alt tabaka üzerine 2µm kalınlığında polipirolün(PPy) elektropolimerizasyonu, Co ile Ni geiş metallerrinin elektrodepozisyonuyla retildi. Elektrokimyasal depozisyon sreleri, yapısal, morfolojik ve manyetik zellikleri incelendi. Bu zelliklerin, PPy elektropolimerizasyon akım yoęunluęu, Co depozisyon potansiyeli, Co ve Ni derişimi ile nasıl etkilendikleri araştırıldı. Elektrokimyasal karakterizasyon, CV teknięi ve akım zaman geişleri esas alınarak yapıldı. Co, Ni, PPy iin hazırlanan ozeltelerin akıma karşı potansiyel deęerlerini ieren CV eęrileri elde edildi. Bu eęrilerden depozisyonun gerekleştii potansiyeller/akımlar tayin edildi. Filmlerin depozisyon sreleri akım-zaman geişleri kullanılarak analiz edildi. Bu srelerin Ni ve Co derişimlerine baęlı farklılıklar gsterdięi tespit edildi. Filmlerin yapısal karakterizasyonları Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yapıldı. 1 - 15 mA/cm² arasındaki deęerlerde PPy akım yoęunluęu deęiştirilerek retilen filmler iin akım yoęunluęu arttıka tanecikler arasındaki uzaklıklar artış gstermekte, birim alana dşen tanecik sayısı da azaldı ve taneciklerin kresel biimde giderek bydę grld. Co depozisyonu 0,8 - 1,8 V arasında deęiştirildięinde potansiyel arttıka tanelerin belirgin olan kresel şekilleri bozuldu ve heterojen bir yapı oluştı. ozeltideki Co derişimi 0,0 - 0,5 M arası deęişirken ve bu yzden filmdeki Co miktarındaki artışta baęlı olarak birim alana dşen paracık sayısı azalmakta ve boyutları yine kresel biim olarak bymektedir. Ni derişimi 0,0 – 1,0 M arasında iken derişim iinde benzer davranışlar gzlendi. Kimyasal karakterizasyonları ise Enerji Ayrırmalı X-ışını (EDX) Spektrometresi ile yapıldı. Tm PPy-Co ve PPy-CoNi filmlerin ierięine gre Co, C, N, Au, Pd, Ni ve Ti (alttabaka) elementlerinin pikleri elde edildi. Sonrasında piklerin altındaki alan hesaplandı. Alanlarının yzdeleri bulunarak miktarları karşılaştırmalı olarak incelenerek uyumlu olduęu gzlendi. Numunelerin manyetik lmleri Titreşimli rnek Magnetometresi (VSM) ile yapıldı. İncelenen btn filmler iin kolay eksenin film dzleminde olduęu bulundu. PPy akım yoęunluęu artışı ile genel olarak mıknatıslanma 150-200 emu/g arasında deęişmektedir. Co depozisyon potansiyeli arttırıldıęında mıknatıslanmada bir artış olmakta ve izotropik hale gelen histerisis eęrileri gzlenmektedir. Benzer sonuçlar Ni derişimine baęlı olarak da elde edildi.

KAYNAKLAR

Alper, M. 1995. Electrodeposited Magnetic Supperlattices. Ph. D Thesis, University of Bristol, U.K.

Anonim, Scanning electron microscope. <https://www.google.com/search?q=sem&biw=1366&bih=657&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwjEjvXx0IPQAhVFPBoKHfOzDGkQAUIBigB#tbn=isch&q=scanning+electron+microscope> (Eriřim tarihi: 2016).

Anonim, 2004. Spectral Database for Organic Compounds SDDBS. http://sdbs.db.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/direct_frame_top.cgi (Eriřim tarihi: 2015).

İleri Polimerik Arařtırmalar Laboratuvarı 2016. <https://prezi.com/xifkzoyapg0e/iletken-polimerlerin-elektrokromik-cihazlarda-kullanm/>. (Eriřim tarihi: 2016).

Anonim. <http://www.turkcebilgi.com/kobalt>. (Eriřim tarihi: 2015).

Armanyov, S. 2000. Electrochemica Acta, 45, p.3323.

Bard, A.J. , Faulkner, L.R. 1980. Electrochemical Methods, Fundamentals and Applications, John Wiley & Sons, New York, p. 718.

Brenner, A. 1963. Electrodeposition of Alloys, Vol. 2, Academic Press, New York. 589 p.

Carlierz, D., Terrier, C, Arm, C. and Ansermet, J., 1964. Preparation and Magnetic Properties of Fe₃O₄ Nanostructures Grown by Electrodeposition. Electrochem. and Solid-State Letters, 8: 43.

Cavallotti, P.L., Vicezno, A., Bestetti, M., Franz, S. 2003. Surface Caotings&Technology, 169-170, p. 76.

Chandler, G.W. 2003. Electron techniques/ scanning electron microscopy. In: E.N. Kaufmann, Characterization of Materials, Vol. 2, John Wiley&Sons, New Jersey, p.1049-1063.

Chikazumi, S., Charap, S.H. 1964. Physics of Magnetism, Robert E. Krieger Publising Company, Malabar-Florida, 553 p.

Cullity, B.D., 1978. Elements of X-Ray Diffraction (2. ed.), Addison-Wesley, London, 555 p.

Guertin, R.P., S. Foner. 2003. Magnetism and magnetic measurements/ magnetometry. In: E.N. Kaufmann, Characterization of Materials, Vol. 1, John Wiley&Sons, New Jersey, p.533-534.

Haciismailođlu, M. 2015. Effects of the PPy layer thickness on Co-PPy composite films. *Applied Surface Science*, (356): 817-826.

Hibbert, D.B. 1993. Introduction to Electrochemistry. The Macmillan Pres Ltd., London, 350 p.

Jiles, D. 1991. Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, Chapman and Hall Publishers, London and New York, First edition, 440 p.

Kalaycı, G., 2008. Polianilin/Aktif Karbon Kompozit Maddesinin Sentezi, Karakterizasyonu ve İletken Film Yapımı. *Yüksek Lisans Tezi*, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Kahramanmaraş.

Kelly, J.J., Bradley, P.E., Landolt, D. 2000. Additive Effects during Pulsed Deposition of Cu-Co Nanostructures. *Electrochem. Soc.*, 147, p.2975.

Kılıç, E., Köseoğlu, F., Yılmaz, H. 1998. Enstrümantal Analiz Teknikleri. Bilim Yayıncılık, Ankara.565-657 s.

Küçük F., 2002. Manyetik Malzemelerde Kayıpların Ölçülmesi ve Modellenmesi. Yüksek lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi

Lindemuth, J., J. Krause, B. Dodrill. 2001. Finite Sample Size Effects on the Calibration of Vibrating Sample Magnetometer. *IEEE Trans. Magn.* 37 (4):2752-2754.

Pattanaik, G.R., Pandya D.K., Kashyap, S.C. 2002. J. Preparation of Cu-Co Alloy Thin Films on n-Si by Galvanostatic DC Electrodeposition *Electrochem. Soc.*, 149, p.C369

Pattanaik, G.R., Pandya, D.K., Kashyap, S.C. 2002. *Thin Solid Films*, 433, p. 247

Selçuk, S. 2010. İletken Zeolit/Polipirol Kompozitinin Hazırlanması, Karakterizasyonu ve Nem İle Sıcaklığa Karşı Sensör Özelliğinin İncelenmesi. *Y.Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Ana Bilim Dalı.

Sönmezoğlu ve ark., Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi,28(5):389-401

Gürses Ahmet, İletken Polimerler. <http://slideplayer.biz.tr/slide/9827463/>. (Erişim tarihi:2015)

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Dilek VATANSEVER

Doğum Yeri ve Tarihi : Kırcaali/ 01.06.1987

Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl) Lise : Bursa Cumhuriyet Lisesi/2006

Lisans : Uludağ Üniversitesi/2008

Yüksek Lisans : Uludağ Üniversitesi/2013

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl : -

İletişim (e-posta) : d.vatansever@yahoo.com.tr

Yayınları* : -