



**ELEKTROKİMYASAL KAPLAMA YÖNTEMİYLE
BOR-KARBÜR TAKVİYELİ
Ni-Co KAPLAMALARIN ÜRETİMİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Demet YAVUZ

DANIŞMAN

Yrd.Doç.Dr. Yusuf KAYALI

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Mart 2017

Bu tez çalışması **15.FEN.BİL.50** numaralı proje ile **AKÜ-BAPK** tarafından desteklenmiştir.

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ELEKTROKİMYASAL KAPLAMA YÖNTEMİYLE
BOR-KARBÜR TAKVİYELİ
Ni-Co KAPLAMALARIN ÜRETİMİ

Demet YAVUZ

DANIŞMAN

Yrd.Doç.Dr. Yusuf KAYALI

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Mart 2017

TEZ ONAY SAYFASI

Demet YAVUZ tarafından hazırlanan "Elektrokimyasal kaplama yöntemiyle bor-karbür takviyeli Ni-Co kaplamaların üretimi" adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 17/03/2017 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Metaller ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Yrd.Doç.Dr. Yusuf KAYALI

Başkan : Yrd.Doç.Dr. Fatih ÇOLAK
Uşak Ü. Teknik Bilimler MYO,

Üye : Yrd.Doç.Dr. Yusuf KAYALI
Afyon Kocatepe Ü. Teknoloji Fakültesi,

Üye : Yrd.Doç.Dr. Şükrü Ülker
Afyon Kocatepe Ü. Teknoloji Fakültesi,

İmza

Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
..... tarih ve
..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Hüseyin ENGİNAR
Enstitü Müdürü



BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI
Afyon Kocatepe Üniversitesi

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.

17/03/2017

İmza
Demet YAVUZ

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ELEKTROKİMYASAL KAPLAMA YÖNTEMİYLE BOR-KARBÜR TAKVİYELİ Ni-Co KAPLAMALARIN ÜRETİMİ

Demet YAVUZ

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Danışman: Yrd.Doç.Dr. Yusuf KAYALI

Ni-Co esaslı kaplamalar üstün özelliklerinden dolayı endüstriyel ve teknolojik alanlarda geniş uygulama alanlarına sahiptir. Mikro Elektro Mekanik Sistemlerde (MEMS) ve Nano Elektro Manyetik Sistemlerde (NEMS) kullanılan ve kullanım alanına göre kalınlığın μ seviyesinden başlayan ve mm seviyesine kadar kalınlığa ulaşan kaplama tabakalarına ihtiyaç duyulmaktadır. Bahsi geçen uygulamalar için üretilecek kaplamalardan üstün mekanik, manyetik, yüksek aşınma ve korozyon direnci düşük iç gerilim, yüksek termal stabilite gibi özellikler istenmektedir. Ni-Co tabanlı kaplamalar bu tür uygulamalar için iyi bir adaydır.

Bu çalışmada Bakır altlıklar üzerine Ni-Co alaşım ve Ni-Co/B₄C kaplama tabakaları Doğru Akım (DC), Pulse Akım (Basıncı Akım) ve Pulse Reverse Akım (Basıncı Ters Akım) olmak üzere üç farklı akım türünde Watt tipi banyo kullanılarak üretilmiştir. Akım yoğunluğunun farklı akım türlerinde üretilen kaplamaların özelliklerine etkileri incelenmiştir. Üretilen kaplamalar Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve X-ışınları difraksiyonu (XRD) metodu kullanılarak karakterize edilmiştir. Akım türünün ve yoğunluğunun mekanik ve mikroyapısal özelliklere etkileri incelenmiştir.

2017, ii + 57 sayfa

Anahtar kelimeler: Bor-Karbür(B₄C), Ni-Co, Kaplama, Kompozit, Elektrodepozisyon

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

PRODUCTION OF B₄C REINFORCED Ni-Co PLATING BY ELECTROCHEMICAL METHOD

Demet YAVUZ

Afyon Kocatepe University

Graudate School of Natural and Applied Sciences

Metallurgy and Materials Engineering

Supervisor: Yrd.Doç.Dr. Yusuf KAYALI

Due to its superior properties Ni-Co based coatings have wide application areas in industrial and technological fields. Coating layers which are used in Micro Electro Mechanical Systems and Nano Electro Magnetic Systems and whose thickness starts from the nanometer level and reaches to the millimeter level according to the usage area are required. For applications mentioned above, in addition to superior magnetic, mechanical, high abrasion and corrosion resistance, low internal stress and high thermal stability are demanded from these coatings. Ni-Co based coatings are a very good example for such applications.

In this study, Ni-Co coatings and B₄C-reinforced Ni-Co coating layers on copper substrates were produced using Watt type bath in three different current types as DC, Pulse Current (PC) and Pulse Reverse Current (PRC). The effects of current densities on the properties of coatings produced with different current types have been examined. Obtained coatings were characterized using Optical, Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) methods. It has been found that the thickness of the coating layer generally increases with the increase of the current densities. The linearity of the coating thickness graph is deteriorated with the increase of the current density at the high current densities of the PRC current type.

2017, ii + 57 pages

Keywords: B₄C, Ni-Co, Coatings, Composite, Electrodeposition

TEŞEKKÜR

Bu araştırmanın konusu, deneysel çalışmaların yönlendirilmesi, sonuçların değerlendirilmesi ve yazımı aşamasında yapmış olduğu büyük katkılarından dolayı tez danışmanım Sayın Yrd.Doç.Dr.Yusuf KAYALI 'ya ve her konuda öneri ve eleştirileri ile yardımlarını gördüğüm hocalarıma, arkadaşlarıma ve Afyon Kocatepe Üniversitesi Bilimsel Araştırma Komisyonuna 15.Fen.Bil.50 nolu projeyi desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

Bu araştırma boyunca maddi ve manevi desteklerinden dolayı aileme teşekkür ederim.

Demet YAVUZ

AFYONKARAHİSAR, 2017

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	Sayfa
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	ix
1. GİRİŞ.....	1
2. ELEKTROLİZ.....	2
2.1 Elektrolizin Tanımı ve Temel Kavramlar.....	2
2.2 Elektrolitik İletkenlik.....	4
3. ELEKTROMETAL KAPLAMA	4
3.1 Akımsız Kaplamalar	5
3.2 Akımlı Kaplamalar	6
3.3 Elektrometal Kaplamanın Temel Prensipleri	7
3.4 Kaplama Banyosunun Özellikleri.....	8
3.4.1 Kaplama Banyosu (Elektrolit)	8
3.4.2 Kaplama Banyosunda pH	9
3.4.3 Akım Yoğunluğu	10
4. METAL KAPLAMA ÖZELLİKLERİ.....	13
4.1 Kaplama Yüzeyinin Geometrik Parametreleri	13
4.1.1 Kaplama Kalınlığı.....	13
4.1.2 Yüzeyin Üç Boyutlu Yapısı.....	14
4.1.3 Yüzey pürüzlülüğü	14

4.1.4 Yüzey Morfolojisi.....	14
5. BOR KARBÜR (B ₄ C).....	15
5.1 Bor Karbür ve Kristal Yapısı.....	17
5.2 Bor Karbürün Kimyasal Özellikleri	18
5.3 Bor Karbürün Üretimi	18
6. MATERYAL VE METOT	20
6.1 Altlıkların Hazırlanması	21
6.2 Ni-Co Elektrolitik Kaplamalar	21
6.3 Ni-Co\Bor-Karbür Elektokimyasal Kaplama	23
6.4 Kaplama Tabakasının Karakterizasyonu	24
6.4.1 Optik ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi.....	25
6.4.2 X-ışınları Difraktometresi (XRD) Analizi.....	26
6.4.3 Kaplama Kalınlıkları Ölçümleri	27
6.4.4 Yüzey Pürüzlüğü Ölçümü	28
7. BULGULAR	29
7.1 Mikro Yapısal İncelemeler	29
7.2 X-ışınları Analizleri.....	42
7.3 Kaplama Tabakaların Kalınlıkları	45
7.4 Kaplamaların Yüzey Pürüzlükleri	50
8. TARTIŞMA VE SONUÇ.....	52
8.1 Sonuçlar	52
8.2 Öneriler.....	53
9. KAYNAKLAR.....	54
ÖZGEÇMİŞ.....	57

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

Au	Altın
Al ₂ O ₃	Alümina
A	Amper
Å	Angstrom
Cu	Bakır
B ₄ C	Bor Karbür
dm ²	Desimetreka
Ag	Gümüş
HCl	Hidroklorik Asit
C	Karbon
kJ	Kilojul
Co	Kobalt
ms	Milisaniye
nm	Nanometre
SiC	Silisyum Karbür
PVD	Fiziksel Buhar Biriktirme

Kısaltmalar

MWCNT	Çok duvarlı karbon nanotüp
DC	Doğru akım
PC	Pulse akım
PRC	Pulse reserve akım

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 3.1 Akımsız kaplama banyosunun şematik görünümü	6
Şekil 3.2 Elektrolitik kaplamanın şematik görünümü	7
Şekil 3.3 Elektrolitik kaplamada meydana gelen olaylar	9
Şekil 3.4 Polarizasyon eğrisi	12
Şekil 3.5 Anot polarizasyonu	12
Şekil 4.1 Kaplama türlerinin kaplama kalınlığı - sertlik grafiği.....	13
Şekil 5.1 B–C ikili denge diyagramı	16
Şekil 5.2 Bor karbürün yapısı.....	17
Şekil 6.1 Kullanılan kaplama düzeneği.....	20
Şekil 6.2 Kullanılan akım türleri	22
Şekil 6.3 a)Optik mikroskop, b) Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	25
Şekil 6.4 X-ışınları difraktometresi (XRD) analiz cihazı.....	26
Şekil 6.5 Kaplama kalınlık ölçüm cihazı	27
Şekil 6.6 Yüzey pürüzlüğü ölçüm cihazı	28
Şekil 7.1 D.C. akım altında 50°C de 30 dk süre ile 3A/dm ² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi	30
Şekil 7.2 D.C. akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm ² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.	31
Şekil 7.3 D.C. akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm ² +B ₄ C akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi	33
Şekil 7.4 P.C. akım altında 50°C de 30 dk süre ile 3A/dm ² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi	35

Şekil 7.5 P.C. akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm ² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi	36
Şekil 7.6 P.C. akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm ² +B ₄ C akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi	37
Şekil 7.7 PRC akım altında 50°C de 30 dk süre ile 3A/dm ² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi	39
Şekil 7.8 PRC akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm ² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı, b) EDX analizi	40
Şekil 7.9 PRC akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm ² +B ₄ C akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi	41
Şekil 7.10 a) 3A/dm ² b) 7A/dm ² c) 7A/dm ² + B ₄ C akım türlerinde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının X-ışınları grafikleri.....	43
Şekil 7.11 a) DC, b) DC+B ₄ C, c) PC, d) PC+B ₄ C, e) PRC, f) PRC+B ₄ C 3A/dm ² akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının görüntüleri.....	46
Şekil 7.12 a)DC, b) DC+B ₄ C, c) PC, d) PC+B ₄ C, e) PRC, f) PRC+B ₄ C 7A/dm ² akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının görüntüleri.....	47
Şekil 7.13 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının kalınlık ölçümleri	48
Şekil 7.14 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş B ₄ C takviyeli Ni-Co kaplama tabakasının kalınlık ölçümleri	49
Şekil 7.15 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının yüzey pürüzlülük ölçümleri	51
Şekil 7.16 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş B ₄ C takviyeli Ni-Co kaplama tabakasının yüzey pürüzlülük ölçümleri	51

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 5.1 Bor karbürün genel özellikleri	16
Çizelge 6.1 Kaplama banyosunda kullanılan çeşitli katkıların ve kimyasalların banyodaki görevleri.....	21
Çizelge 6.2 Elektrolitik kaplama banyoları çalışma koşulları.....	22
Çizelge 6.3 Deneysel çalışmada kullanılan banyo parametreleri.....	24
Çizelge 7.1 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabaka kalınlığının rakamsal değerleri.....	49

1. GİRİŞ

Elektro kaplama ile ilgili olarak ilk arařtırmalar 1805 yılında, herkes tarafından bilinen kimyacı, Luigi Brugnatelli tarafından yapılmıřtır. Kendisi altın kaplama uygulamasında elektrik pilini kullanarak kaplama iřlemine yapmıřtır. Gümüş ve altın kaplamada iyi yapıřma özelliđine sahip olan aynı zamanda kaplama tabaka kalınlıđı sađlayan potasyum siyanürü kullanıp geliřtiren kiři John Wright' tır. 19.Yüzyılda, deđerli mücevherlerin, estetik ve dekoratif amacı ile kullanılan malzemelerin parlatılması için elektro biriktirme iřlemi yaygın olarak kullanılmaya bařlanmıřtır (Endres *et al.* 2008).İlk nikel kaplamayı R. Boettper, nikel sülfat ve amonyum sülfat çözeltisinde yapmıřtır (İnt.Kyn.1). Elektro kaplama sektörünün hemen hemen hepsinin üretim alanı sulu çözeltilere dayanır. Sulu çözeltileri kullanmada ki avantajları sıralarsak;

- Yüksek kütle transferi
- Elektrolitin yüksek çözünürlüğü
- Yanıcı olmayıřı
- Yüksek iletkenlik
- Maliyet
- Metal tuzlarının yüksek çözünürlüğü

Sulu çözelti, yukarıda belirtilen nedenlerden dolayı kaplama alanlarında daha fazla tercih edilmesine neden olmuřtur (Endres *et al.* 2008). Günümüz de, malzeme metal kaplama uygulaması her alanda kullanılması yaygınlařmıřtır. Metali aşınmaya ve korozyona karřı koruyan, farklı amaçlar için alařımlı ve saf metal kaplama çeřitleri vardır. Bu kaplamalar müřterinin talep ve isteđi dođrultusunda hazırlanır. Elektro kaplama yöntemi, PVD(fiziksel buhar biriktirme) teknolojisine göre daha uygun ekonomik olanak sađlar. Bununla birlikte bu yöntemin çevreye de hiçbir zararı yoktur. Çünkü PVD yönteminde püskürtme ile geliři güzel yapılan kaplama, reaktör duvarlarında da kaplamaya sebep olur. Fakat elektro kaplama tekniđinde, metaller sadece istenilen bölgede kaplanabildiđi için, artık maddeler de en az düzeye inmektedir (Düzgün 2007). Bor elementinin düşük sıcaklıklarda kaplanabilirliđinin arařtırılması, test edilmesi yapacađı önemli katkılar sebebiyle her daim arařtırılmaya deđer olmuřtur. Son

zamanlarda elektrolitik kaplama alanında literatürde kayda değer araştırmalar yapılmıştır. Yapılan bir çalışmaya göre elektrolitik kaplama nikel çözeltisine devamlı karıştırma esnasında SiC tozlarının ilave edilmesi ile kaplama tabakasındaki SiC miktarının artmasına bağlı olarak sertlik değerinin 270 HV' den 450 HV' ye çıkarılmasının mümkün olduğu belirtilmiştir (Kortman 1986). Saf nikel kaplamaların korozyon direnci ise Ni-B₄C kaplamaların iki katıdır. Ni-SiC kaplama ana yapısı kristalin yapı iken, kompozit kaplamalarda, amorf olan nikel yapı içinde, serbest büyüyen kristalin B₄C kalıntıları mevcuttur. İletken B₄C, yüzeyin aktivitesini artırır ve nikelin stabilitesini azaltarak korozyon direncini azaltır. İletken olmayan SiC partikülleri içeren Ni-SiC kaplama yüzeyi, Ni-B₄C'den daha az korozyona uğrar. (Medeliene 2002).

Yapılan literatür çalışmaları incelendiğinde mekanik özellikleri iyileştirmesinden dolayı bu tez çalışmasında katkı malzemesi olarak B₄C tercih edilmiştir. Çalışma esnasında banyo konsantrasyonu, akım miktarı, akım türü (DC, PC ve PRC), akım genişliği gibi çeşitli parametrelerin Bor-Karbür takviyeli Ni-Co kaplamaların mikroyapı, tabaka kalınlığı, pürüzlük gibi fiziksel parametreler üzerindeki etkisi incelenmiştir.

2.ELEKTROLİZ

2.1 Elektrolizin Tanımı ve Temel Kavramlar

Elektroliz işleminin anlaşılması için bazı terimlerin bilinmesi gerekmektedir. Bunlar;

Elektrolit: İçinde serbest iyon bulunduran ortamlardır. Elektrolize uğrayan bir sıvı olup elektrik akımını iletir. Aynı zamanda elektrolit iyonlardan oluşur.

Elektrot: Elektrolit içine batırılan metallerdir. Bulunduğu ortam ile tepkimeye girmemesi gerekir. Bu işlem için özellikle soy metaller (Cu, Ag, Pt, Au) tercih edilir.

Anot: Bir elektroliz içerisindeki üretcin pozitif kutbuna bağlandığı elektrottur. Anyonların yani (-) yüklü iyonların gittiği yerdir.

Katot: Elektroliz kabında üretcin negatif kutbuna bağlı elektrotudur. Katyonların yani (+) yüklü iyonların gittiği ve indirgenmenin olduğu yerdir. (İnt.Kyn.2), (İnt.Kyn.3), (Evcin 2006).

Elektrotlar bataryanın uçlarına iletken tel ile bağlandığında, çözeltideki (+) ile yüklü iyonlar pilin (-) kutbuna bağlı elektroda doğru, (-) yüklü iyonlar ise pilin (+) kutbuna bağlı elektroda doğru harekete geçmiş olurlar. Böylece katot negatif, anot ise pozitif yüklenir (İnt.Kyn.4). Elektrolitteki iyonlar elektrotların kendileri arasında meydana gelen elektrik alanının etkisiyle harekete geçmeye başlarlar. Pozitif iyonlar katottan kendilerini nötrleyecek kadar elektron alır. Negatif iyonlar ise, anoda elektronlarını boşaltarak nötr hale geçerler. Belirli bir süre sonra katottan alınan elektron sayısı ile anoda verilen elektron sayısının eşit hale gelir. Elektrolizde akım, elektrolit dışında iletkendeki serbest elektronların hareketi ile elektrolit içinde de iyon hareketi ile meydana gelir (İnt.Kyn.4).

Elektrik, çözelti sayesinde taşınmış olur. Elektrik taşıyan çözeltilere elektrolit denir (İnt.Kyn.5). Elektroliz elektrik akımı tarafından aşılın bir elektrolitin meydana getirdiği ayrışmaya denir. Elektroliz de; doğru akım kaynağı, elektroliz kabı, elektrolit ve elektrot olması gerekir. Elektroliz, elektrolit içinde oluşan akımın iletilmesiyle birlikte harekete geçer (Yonar 1979).

2.2 Elektrolitik İletkenlik

Yüklü iyonların elektrik akımını taşıması olayına elektrolitik iletkenlik denir. İyonlar elektrolit içinde hareket etmediği zaman elektrolitik iletkenlik gözlemlenmez. Elektrolitik iletkenlikten faydanılarak tuzların ve elektrolit çözeltilerinin elektrolizi yapılır (Evcin 2006).

Elektrik yükü ile yüklü iyonların hareketlerini engelleyici bir etki, akıma karşı direncin olmasına sebep olur. İyonların ortalama kinetik enerjileri sıcaklık yükseldikçe artar ve böylece direnç düşer, iletkenlik ise yükselecektir. Böylece elektroliz devam ederken elektrolit içindeki elektronötrallik korunur. Elektrolitin tüm noktalarından geçen anyonların ve katyonların sayısı birbirine eşit hale gelecektir.

3. ELEKTROMETAL KAPLAMA

1843 yılında elektrolitik yollarla metal kaplama başlamıştır. İlk nikel kaplamayı R.Boettper yapmıştır. Banyo içeriği amonyum sülfat ve nikel sülfattır. Ticari anlamda

nikel kaplamacılığı ise 1849'da başlamıştır. Zamanla banyo içerikleri zenginleşerek karbonlu anotlar tercih edilmeye başlanmıştır. İngiltere'de ilk parlaticı 1912'de kullanılmıştır. Yapılan kaplamanın kalite kontrolü üzerinde Watt's ve De Verter çalışmışlardır (Akarsu 2009). 1935 yılları itibari ile Thompson banyo parametrelerinden pH değerinin kontrolünün önemine değinilir. Schlötter ise parlak nikel banyolarının ticari anlamda kullanılmasını ve önem kazanması başlamıştır. İlk krom kaplamayı 1843'te Antonie Clesar Becquerel uygulamıştır. 1919–1924 yıllarında Sargeut kromik asit çözeltisinin pratik olduğunu belirtmiştir. Kromik asit çözeltisinden ilk krom kaplama işlemi Geuther tarafından yapılmıştır.

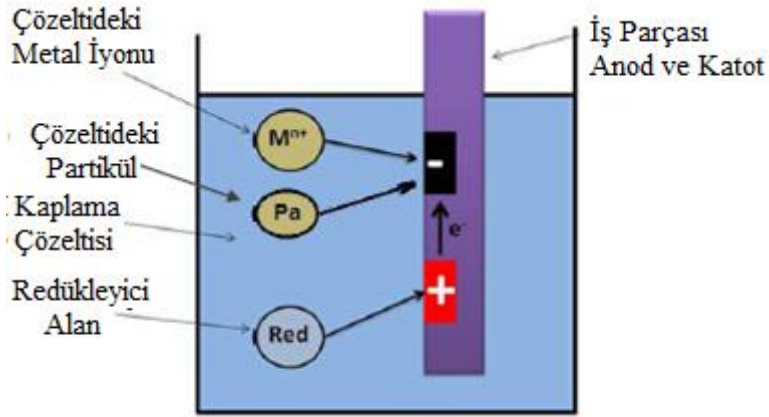
3.1. Akımsız Kaplamalar

Harici elektron kaynağı bu tür kaplamalarda kullanılır. Çözelti sırasında meydana gelen kimyasal reaksiyon sonucunda iyonları indirgemek için elektronlar, açığa çıkmaktadır. Akımsız kaplama yöntemi ile kaplama sistemi Şekil 3.1'de şematik olarak gösterilmektedir. Akımsız kaplama genellikle aşağıdaki gibi iki guruba ayrılarak incelenmektedir:

- 1-İndirgen maddeler içeren banyodan metal biriktirme
- 2- İyon veya yük değişimi ile biriktirme

Akımsız kaplama ile yapılan biriktirme işleminde, kaplanacak metal, metal tuzu banyosuna daldırılarak birinci metalin yüzeyine olan kısmi ataklarla kendiliğinden ikinci metalin birikmesiyle olmaktadır. Reaksiyon numunenin atomlarını ve çözeltinin iyonlarını içerdiğinden, numunenin yüzeyi, kaplanacak çözelti ile kaplandığında kaplama işlemi sona erer. Bu sebeple ilgili olarak uygulanan kaplama kalınlığı düşüktür. Kaplama kalitesi ve kalınlığının az olması sebebi ile bu çeşit birikinti sınırlı alanlarda kullanılabilir.

Son yıllarda özellikle bakır ve nikel içeren kaplamalar önemli hale gelmiştir ve akımla kaplamanın kullanılamadığı durumlarda da kullanılabilir (İnt.Kyn.6), (Demirkesen 1991), (Gleiter 1995), (Gleiter 2000), (İnt.Kyn.7).

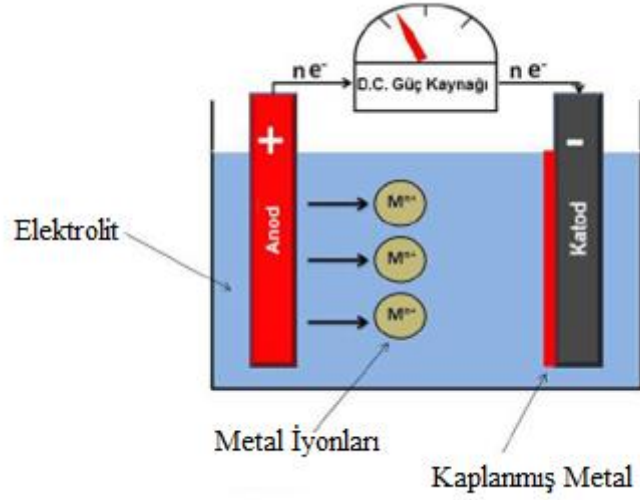


Şekil 3.1 Akımsız kaplama banyosunun şematik görünümü (İnt.Kyn.7).

3.2 Akımlı Kaplamalar

Akımlı kaplama işlemi katodik olarak iyonların serbest bırakılmasına dayanır. Çözeltinin elektrolizi boyunca, katottaki metale iyonlar indirgenir. Dış akım kaynağından gerekli elektronlar sağlanır. Sulu çözelti ile metal kaplama esnasında, genellikle metal hidrat, iyonu olarak bulunmaz, anyonik kompleks olmak ister. Hidrat olan metal iyonu nötürleşirken bir kaç aşamadan geçmektedir. Metal iyonu difüzyon tabakasına geçerken, iyonu çevreleyen su molekülleri tekrar harekete geçerek yönlenmeye başlar.

Helmholtz tabakasının içine giren metal iyonundan su moleküllerini ayırmak için gereken potansiyel değişim yüksektir. Bunun için katot yüzeyinde gerçek nötürleştirme işlemi olduğunda, sadece basit bir suyu alınmış (dehidrasyon) iyon içerir. Öncelikle metal iyonu katot yüzeyine absorbe edildikten sonra yüzey boyunca büyüyeceğin oktağa doğru hareket eder. Böylelikle metal kafesinin içine girmiş olur (Gleiter 2000). Akımla kaplama işleminin şematik görünümü Şekil 3.2' de verilmektedir.



Şekil 3.2 Elektrolitik kaplamanın şematik görünümü (İnt.Kyn.7).

3.3 Elektrometal Kaplamanın Temel Prensipleri

Metalin elektrolitik olarak kaplanması için, yüzeyi kaplanacak olan nesne istenilen elektrolite daldırılır ve katot olarak kullanılır. Anot ise çöken metalden oluşur ve saf (%99.98) olmalıdır. Elektrolitik kaplama esnasında tercih edilen akım türü doğru akım olup düşük voltajlı olmalıdır. Elektrolitik olarak metalik nesnenin farklı metal ile kaplanması çeşitli amaçlar için yapılmaktadır. Bu amaçlardan bazıları:

- Korozyona karşı direncin artırılması,
- Aşınma ve yıpranmaya karşı dayanıklılığın iyileştirilmesi,
- Dekoratif amaçlarla daha iyi bir görünüm (Conde *et al.* 2000).

Elektrokimyasal olarak kaplanan metalin kaplama tabakasının yapısı ve biçimi sadece metalin cinsine göre değil, elektroliz koşulları da etkiler. Bu sebeplerden dolayı kaplama tabakasına etki eden farklı kaplamalar meydana gelebilir.

Metallerin kristal yapıda oldukları metalografik, X ışınları difraksiyon yöntemleri ile incelenmektedir. Metaller kristal yapıda oldukları için katotta herhangi bir metalin

ökmesi ile kristalleşme olduđu akla gelebilir. Bu öken metalin özellikleri kristalin yapısına ve metalin büyüklüğüne göre değışebilir.

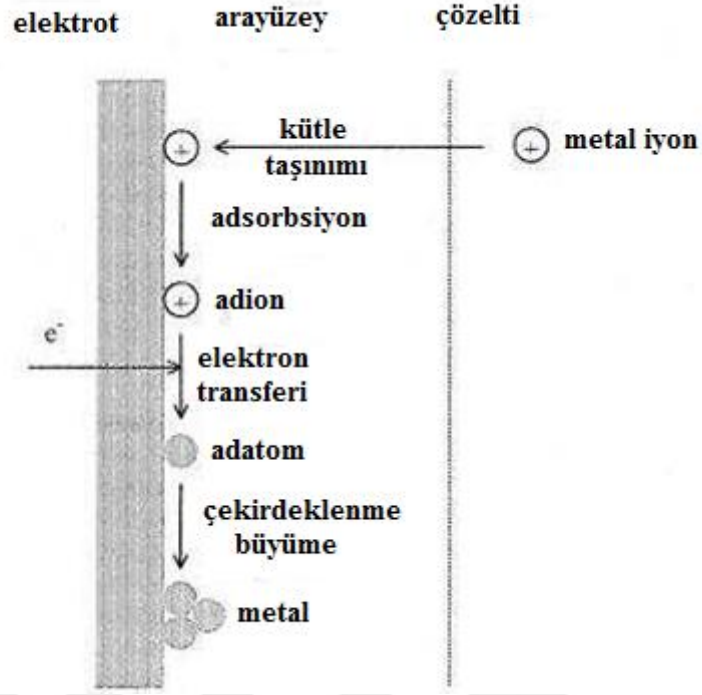
Bu metal kristallerinin meydana gelme biçimi kristallerin oluşum ve büyüme hızına bağılı olarak değışir. Eğer kristallerin büyüme hızı meydana gelme hızından büyük ise oluşan tabaka büyük kristaller halinde olur. Bunun tersi durumunda ise küçük kristaller halinde olur. Kristalin meydana gelmesi kolay olduđu durumlarda küçük kristaller oluşur. Küçük kristalli yapı yapışık ve düzgün ince tabaka oluşmasını sağlar.

3.4 Kaplama Banyosunun Özellikleri

3.4.1 Kaplama Banyosu (Elektrolit)

Kimyasal bir ortamdan elektrik enerjisi ile malzeme yüzeyine uygulanan metal biriktirme olayına elektrolitik kaplama denir. Elektrik enerjisini çözeltiye iletilmesi için katot ve anot olmak üzere elektrotlar mevcuttur. Anot; aşınan bölge, kaplanan malzeme ve enerji kaynağının artı (+) kutbuna, katot ise; kaplanan bölge olup bataryanın eksi (-) kutbu ile bağlantısı sağlanır (İnt.Kyn.2). Bir metalin kaplanması üç adımda gerçekleştiğı söylenebilir:

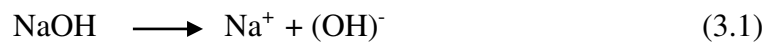
- Çözeltiden ara yüzeye metal iyonlarının transferi,
- Elektrot metalin üzerine metal iyonlarının adsorpsiyonu ve adatomların oluşması için elektrotta elektronların transferi,
- Adatomların yüzey difüzyonu,
- Çekirdeklenme ve büyüme,



Şekil 3.3 Elektrolitik kaplamada meydana gelen olaylar.

3.4.2 Kaplama Banyosunda pH

Su içinde bileşiklerin çözünmesi sonucu meydana gelen çözeltiler hidrojen atomu bulundurlar. Hidrojen oksijene bağlı olması sebebi ile iyonizasyona neden olan kuvvetler daha az etkilidir. Dolayısıyla saf su hidrojen iyonu az sayıda serbest bulundurur. Saf suyun kötü iletken olmasının sebebi budur. Asitler hızlı şekilde iyonize olurlar. Eğer bu hidroklorik asit ise (HCl) hidrojen iyonu konsantrasyonu bir litre suda bir grama kadar yükselir. Baz olarak isimlendirilen ve hidroksil kökü bulunduran maddeler (OH⁻) hidrojen iyonlarıyla tepkimeye girer ve suyu (H₂O) meydana getirirler. Bazların genellikle hepsi kolay bir şekilde iyonize olur. Dolayısı ile suda çözündüklerinde iyi iletkenlerdir (İnt.Kyn.2).



Bazılar da hidroksil iyonlarına göre, asitler ise sahip oldukları hidrojen iyonlarına göre, ayrılırlar. pH'nın 7 ise nötr, pH'nın 7'den büyükse bazik (alkali) ve pH'nın 7'den düşükse asidik şeklinde tanımlanır. Asidik madde eklenerek Kaplama banyosunun pH'ı yükseltilir, bazik veya alkali madde eklenerek azaltılır. Kuvvetli asitlerin tamamı iyonize olurken, zayıf asitler ise az iyonize olurlar. Nitrik, hidroklorik ve sülfürik asitler suda çözündüğünde yüksek miktarda iyonize oldukları için kuvvetli asit olarak adlandırılabilirler. Borik asit ve asetik asit daha az iyonize olurlar. Dolayısı ile borik ve asetik asit zayıf asit olarak adlandırılırlar (İnt.Kyn.2).

3.4.3 Akım Yoğunluğu

Katotta gerçekleşen kaplamanın kimyasal özelliğini ve miktarını değiştirdiğinden dolayı akım yoğunluğunun bilinmesi gerekir. Desimetrekare başına etki eden amper büyüklüğünün kaplamaya etkisi çok önemlidir. Akım yoğunluğu; amperin yüzey alanına bölünmesi ile hesaplanır. Kaplama işleminde hesaplama yüzey alanı ile yapılır. Akım yoğunluğu, kaplama esnasındaki akım şiddetini tanımlar. Akım yoğunluğunun hesaplanması;

$$C = I/A \quad (3.2)$$

C: akım yoğunluğu (A/dm²)

I: Akım (A)

A: toplam alan (dm²)

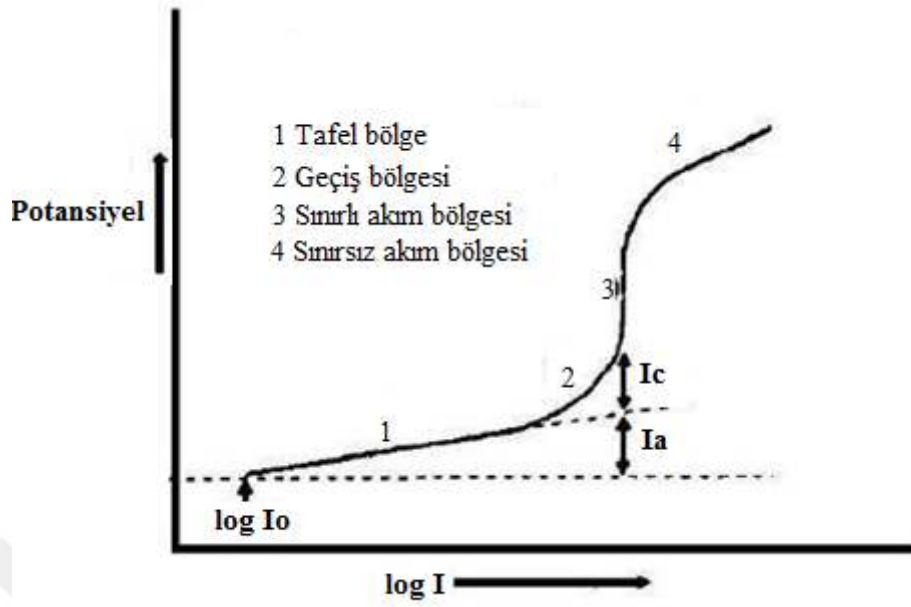
Elektrokimyasal kaplamada alan hesabı net şekilde doğru hesaplanamayabilir, yuvarlayıp en yakın hesaplama yapılmalıdır (İnt.Kyn.2).

3.4.4 Polarizasyon

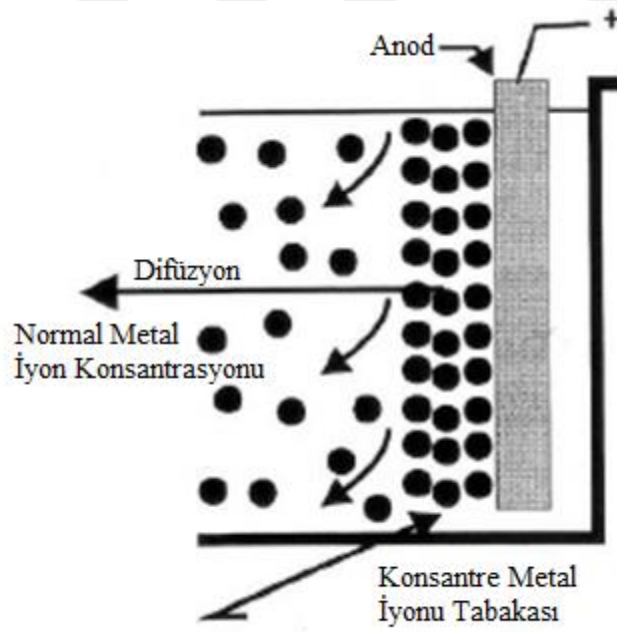
Kaplama banyosunda elektrik akışı sırasında ortaya çıkan direnç anot ve katodun yanındaki çözeltide bulunabilir. Bu durum katot ya da anot polarizasyonu olarak adlandırılır. Kaplamanın yapısını etkileyen katot polarizasyonudur.

Akım yoğunluğu artarsa anotta fazla iyon çözünmüş olur ve iyon bileşimi kaplamanın uygulanmasına kadar yükselir. Böylelikle polarizasyon anotta meydana gelir (Şekil 3.5). Gerilim arttıkça elektrik akımı da artar. Bu olayın sonucunda anodik reaksiyon meydana gelir. Böylelikle gerilim artacak ama akım ilerlemeyecek ve metal çözünmeyecektir. Böylelikle anot polarizasyona uğrayacaktır (İnt.Kyn.2).

Sekil 3.4' te tipik bir akım polarizasyon eğrisi görülmektedir. Aktivasyon polarizasyon bölgesi (I_a), konsantrasyon eğrisi (I_c), anodik ve katodik eğrinin kesiştiği yer (I_o) gösterir (İnt.Kyn.2).



Şekil 3.4 Polarizasyon eğrisi (İnt.Kyn.2).



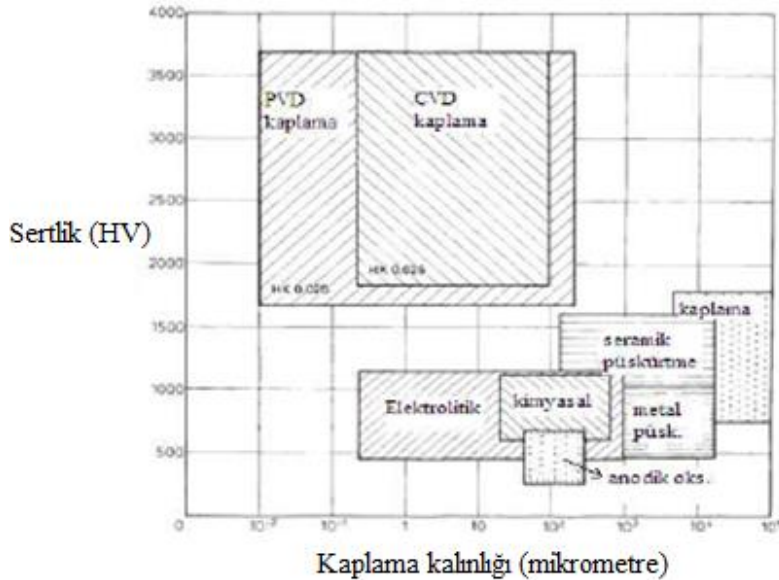
Şekil 3.5 Anot polarizasyonu (İnt.Kyn.2).

4. METAL KAPLAMA ÖZELLİKLERİ

4.1 Kaplama Yüzeyinin Geometrik Parametreleri

4.1.1 Kaplama Kalınlığı

Estetiklik, mekanik dayanım, tekniksel ve kimyasal özellikleri bakımından kaplama kalınlığı önemlidir. Kaplama kalınlığına bağlı olarak porozite, sızdırmazlık, mekanik dayanım ve korozyon direnci malzeme için uygun görülen parametrelerdir. Çeşitli kaplama türleri için, kaplama kalınlığı malzeme üzerinde farklı bir etkiye sahiptir. Örnek verecek olursak, kaplama kalınlığının yüksek olması aşınma direncine bağlı olarak kaplamanın koruma özelliğini de artırır. Bazen de kalınlık; esneklik, estetik, darbe direnci ve adhezyon gibi özellikler için de olumsuz sayılabilir (ör; 0,5 mm kalınlıkta ki sert macun kaplama 0,1 mm kalınlıktakinden daha düşük bir yapışma direncine sahiptir.) Bazı kaplama türleri için kalınlıkların fazla yada az olmasının malzemenin sertlik özelliklerine etkisi Şekil 4.1’de gösterilmektedir (İnt.Kyn.5).



Şekil 4.1 Kaplama türlerinin kaplama kalınlığı-sertlik grafiği (İnt.Kyn.5).

4.1.2 Yüzeyin Üç Boyutlu Yapısı

Kullanılan yöntem ve tekniklere göre kaplama yüzeyinde üç boyutlu yapı meydana gelir. Biriktirme sırasında meydana gelen kusurlar üzerinde oluşan üç boyutlu yapı kontrol edilerek işleme devam edilmelidir (İnt.Kyn.5).

4.1.3 Yüzey Pürüzlülüğü

Çeşitli işlemler ve aşınma sonucunda malzeme yüzeyinde meydana gelen çukur,oluk gibi şekiller yüzey pürüzlülüğünü oluşturur (İnt.Kyn.5). Kaplamalar herhangi bir işlem esnasında veya sonrasında bozulma gösterebilir. Kaplama sonucunda genellikle dekoratif ve estetik görüntü, az miktarda yüzey pürüzlülüğü, aynı zamanda yüzey düzgünlüğünün mümkün olduğunca yüksek olması önemlidir.

4.1.4 Yüzey Morfolojisi

Malzemeyi korozyon ve aşınma gibi tehlikelere karşı yüzeyin morfolojik yapısı korur. Genel olarak yüzeyin topografyası, yüzey morfolojisi için gösterge olarak kabul edilmektedir. Mikroskop kullanımı ile yüzey morfolojileri daha net ve anlaşılır şekilde gözlemlene imkânı sunmaktadır (Yonar 1979).

5. BOR KARBÜR (B₄C)

Bor karbür, en sert malzemelerden olup, metal grubuna girmemektedir. Bor karbürün özellikleri arasında, yüksek sertlik, tepkimelere karşı dayanıklı, ısı dayanımı ve düşük yoğunluk sayılır. İçerik olarak % 80 bor ihtiva etmesi, ergime noktasının yüksek olması ile fiziksel ve kimyasal kararlılığından dolayı nötronların absorbe edilmesinde aktif rol oynar. Bununla birlikte ekonomik olması da avantajları arasındadır. İçeriğinde yüksek bor ihtiva ettiği için farklı bor bileşikleri üreten kaynak olarak görülür (Mordechay and Paunovic 2010). Bu bileşik 1858 yılında bulunmuştur. Ardından 1883'te Joly ve 1894'te Moissan tarafından hazırlanmıştır. Sırasıyla B₃C ve B₆ olarak isimlendirilmiştir (Burakowski and Wierzchon 1999).

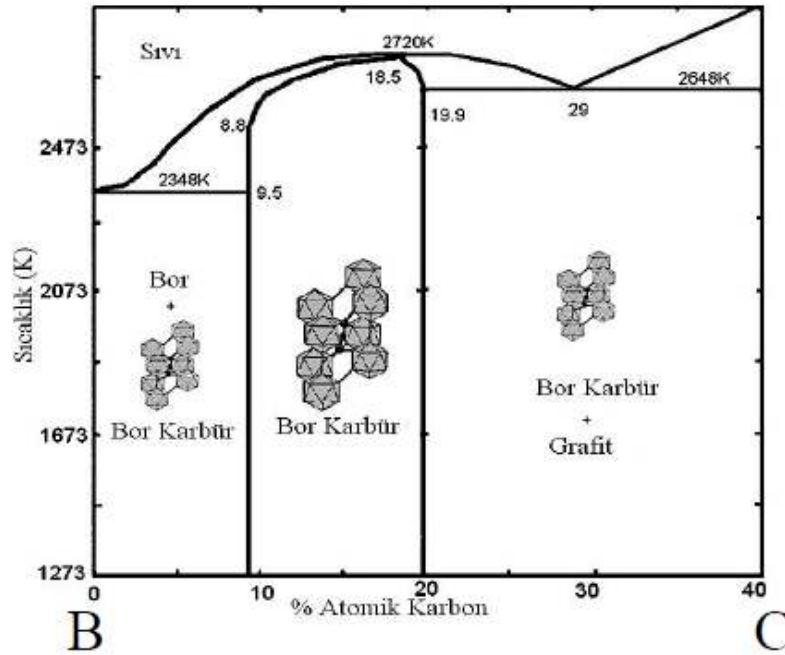
B₄ kompozisyonu ise 1934 yılında Ridgway tarafından bulunmuştur (Mordechay and Paunovic 2010). Bor karbür alümina, elmas ve silisyum karbür gibi, metal olmayıp sert malzeme olan gruptandır. Elmas ve kübik bor nitrürden sonra bilinen en sert malzemelerdendir (Yonar 1979).

Yüksek ergime sıcaklığı nedeniyle yüksek sıcaklık termoelektrik enerji konvertörlerinde, düşük yoğunlukla kombine olmuş yüksek mekanik dayanımı yüzünden zırh malzemelerinde, yüksek nötron kesit alanı sebebiyle nükleer çalışmalarda kalkan ve reaktör kontrol çubuğu olarak kullanılmaktadır (Burakowski and Wierzchon 1999). Bor karbürün özellikleri Çizelge 5.1' de gösterilmiştir.

Çizelge 5.1 Bor karbürün genel özellikleri.

Özellik	Birim	Değer
Sertlik (100g. Knopp)	kgf/mm ²	2900-3580
Vickers Mikrosertlik	GPa	31,5
Kristal Yapı		Rombohedral
Kırılma Tokluğu	MPa.m ^{-1/2}	2,9-3,7
Ergime Sıcaklığı	°C	2450
Isıl Genleşme	°c'	5x10 ⁻⁶
Elektrik iletkenliği (25° de)	S	140
Elastite Modülü	(GPa)	450-470
Kayma Modülü	GPa	186,5
Çekme Mukavemeti	MPa	155
Basma Dayanımı	MPa	2855
Yoğunluk	g/cm ³	2,52

Bor karbür düşük elastisitesi ve difüzyon katsayısı, tane sınırı kaymasına yüksek direnci ve düşük termodinamik yüzey enerjisi sebebiyle düşük sinterleme özelliğine sahiptir. Bu nedenle bor karbür üretimi sırasında difüzyonu arttıracak katkı maddesi ilavesi ve basınç uygulaması gerekir (Mordechay and Paunovic 2010). Şekil 5.1’ de görüldüğü gibi Bor karbür içerisinde karbon atomlarının miktarı % 8,8–20 arasında değişmektedir (Burakowski and Wierzchon 1999).

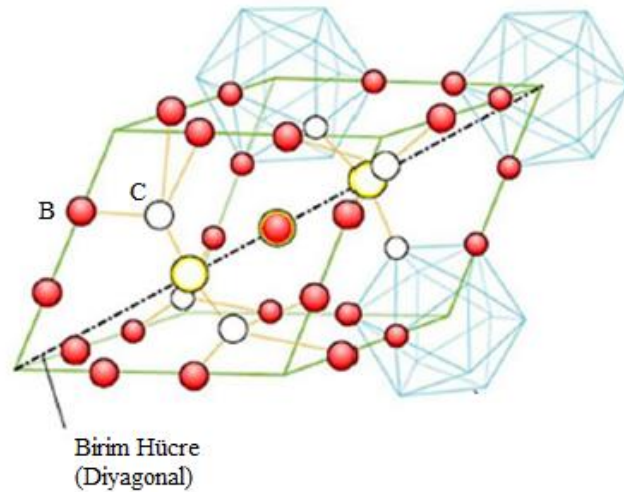


Şekil 5.1 B–C ikili denge diyagramı (Burakowski and Wierzchon 1999).

5.1 Bor Karbür ve Kristal Yapısı

Bor elementinin temel kristal yapı birimi yirmi yüzlüdür (icosahedronlar). Yirmi yüzlüler on iki atomdan oluşan, yirmi yüzlü olan, eşit on iki köşesi bulunan I_{2h} simetrisine sahip kafes yapıdaki polihedronlardır (Conde *et al.* 2000). Bor karbür bileşimlerinin yapısal dağılımı köşegenlerden birisine paralel olarak uzanan bir küp şeklinde görülür (rombohedron). Üç karbon atomu eksen boyunca yerleşmiştir. Köşelerde ise on ikişer adet bor atomu içeren dodekahedronlar bulunur (Şekil 5.2) (Thevenot 1990). Borun kristal yapısının hafif bozulmuş hali olarak da bor karbür kristal yapısı açıklanabilir. Bu yapı genellikle $B_{12}C_3$ veya daha basitleştirilmiş olarak B_4C halinde ifade edilir. Bor karbür %8,8 ile 20 arasında karbon içeren katı bir çözelti olarak tanımlanabilir. Bu oranlar yaklaşık olarak $B_{10,4}C$ ile B_4 bileşikleri arasına denk gelmektedir (Şekil 5.2) (Conde *et al.* 2000).

Bor-karbon faz diyagramında %13,3 karbon ihtiva eden bor karbürün 2375-2400°C arasında karbon ile ötektik yaptığı ve yaklaşık 2490°C’ de ergidiği görülmektedir. Bunlara ek olarak, karbon oranı ile teorik yoğunluk da artmaktadır. Teorik yoğunluk $B_{10,4}$ için 2,465 iken B_4 için 2,52 olmaktadır (Conde *et al.* 2000).



Şekil 5.2 Bor karbürün yapısı (Conde *et al.* 2000).

5.2 Bor Karbürün Kimyasal Özellikleri

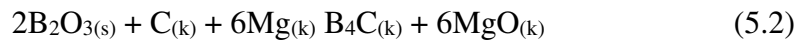
Sadece H₂SO₄, HF, HNO₃ bor karbür karışımlarında çözünabilmektedir. 3A ve 6A sınıfının bazı metalleri, lantanitler ve aktinitler bor ve karbonla güçlü bor karbür fazlarını oluştururlar. 4A ve 5A diborürleri bor karbürle reaksiyona girmezler. Küçük tane boyutlarına sahip bor karbür tozları rutubetli havalarda oksitlenir ve yüzey tabakasında bor oksit, borik asit filmini oluşturur (Schwetz 1999) .

5.3 Bor Karbürün Üretimi

Birçok farklı yöntemlerle bor karbür üretilmektedir. Bu yöntemlerden bazılarını karbotermik redüksiyon, metalotermik redüksiyon, kendinden gerçekleşen yüksek sıcaklık sentezi (SHS), VD ve termal aerosol yöntemi olarak sıralayabiliriz. Bu yöntemlerden endüstride başlıca kullanılanları magnezyotermik redüksiyon ve karbotermik redüksiyon yöntemleridir (Akarsu 2009). Karbotermik redüksiyon yönteminde bor karbür, borik asidin ısıl dönüşüm ile boroksida çevrilmesi ve karbon ile reaksiyonu sonucu 5.1 eşitliğinde belirtilen reaksiyon ile üretilir.



Yüksek miktarda karbon monoksit ortaya çıkaran endotermik reaksiyon sonucunda bor karbür ortaya çıkar. Üretim 1500-2500°C arasında 1812 kJ/mol veya 9,1 kWh/kg enerji harcanarak, elektrik ark fırınlarında veya Acheson fırınlarında gerçekleştirilmektedir. Reaksiyon için başlangıç karışımı bor oksit ve karbondan oluşur. Karbon kaynağı olarak ise grafit veya kok kömürü de kullanılabilir (Akarsu 2009). Magnezyotermik redüksiyon yönteminde ise bor oksidin karbon ile magnezya ısıl redüksiyonunda 5.2 eşitliğinde görülen ekzotermik reaksiyonu ile bor karbür 1000-1800°C arasında üretilmektedir (Ergün 2006).

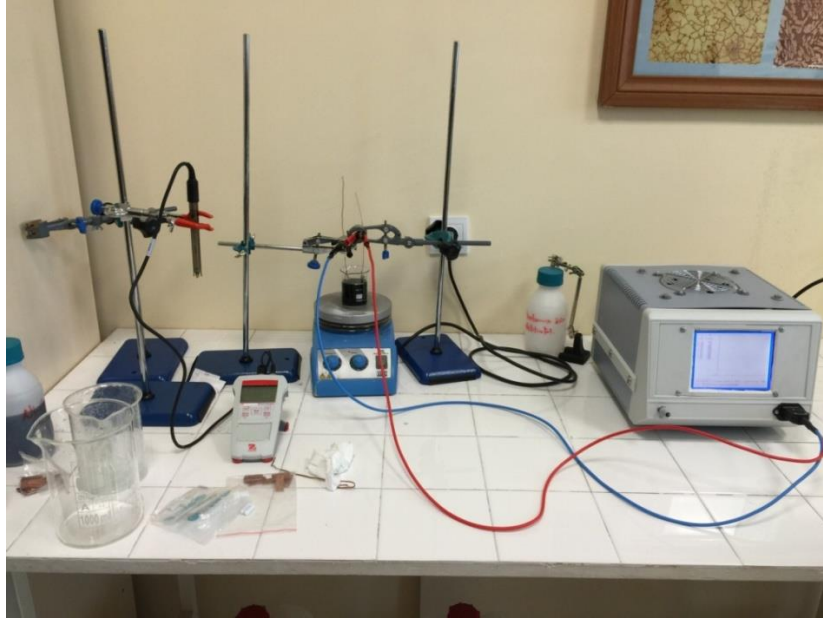


Bu üretim yöntemi direk noktasal ateşleme (termit prosesi) ile ya da hidrojen gazı altında karbon tüp fırınlarda gerçekleştirilir. Mg tane büyümesini önleyici bir inhibitör görevi gibi davrandığından çok ince bor karbür partikülleri elde edilmektedir (0,1-1,5µm). Mg ve reaksiyona girmemiş magnezyum, sülfürik asit çözeltisi kullanılarak liç işlemi uygulanır. Bu liç işlemi sadece Mg değil aynı zamanda yapıdaki artık metal ve tuzları da yapıdan uzaklaştırır. Bu yöntem, pahalı elementel borun termal patlama reaksiyonuna göre daha ekonomiktir (Akarsu 2009).



6. MATERYAL VE METOT

Deneysel çalışmalarda Ni-Co katı eriyik ve Bor-Karbür takviyeli Ni-Co alaşım esaslı kaplamaların üretiminde Watt tipi kaplama banyosu kullanılmıştır. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği laboratuvarında bulunan doğru akım (DC), pulse akım (PC) ve pulse reverse akım (PRC) uygulayabilen ve akım parametrelerinin kontrolünün kolayca sağlayabildiği bir güç kaynağı kullanılmıştır. Kullanılan güç kaynağı Şekil 6.1’ de verilmiştir. Kaplamalar 100 ml’lik cam beher içerisinde ısı ve hız kontrollü manyetik karıştırıcı üzerine kurulmuş düzenek içerisinde yapılmıştır. Katot malzemesi olarak yüksek saflıkta 20x45x2 mm ebatlarında bakır levhalar, anot malzemesi olarak 25x45x3 mm ebatlarında nikel levhalar kullanılmıştır. Kaplama banyosu yüksek saflıkta nikel sülfat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), kobalt sülfat ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), borik asit (H_3BO_3) ve saf su kullanılmıştır. Ni-Co kaplama banyosunun içerisinde 1gr/l bor-karbür ilave edilerek aynı şartlarda Ni-Co/Bor-Karbür kaplama banyosu hazırlanmıştır. Kaplama esnasında birikme meydana gelmemesi için süspansiyon manyetik karıştırıcı ile sürekli karıştırılmıştır. Kaplama düzeneği Şekil 6.1’ de verilmiştir.



Şekil 6.1 Kullanılan kaplama düzeneği.

Bu çalışma esnasında banyo konsantrasyonu, akım miktarı, akım türü (DC, PC ve PRC), akım genişliği gibi çeşitli parametrelerin Bor-Karbür Takviyeli Ni-Co kaplamaların mikroyapı, tabaka kalınlığı, pürüzlük gibi fiziksel parametreler üzerindeki etkisi incelenmiştir.

6.1 Altlıkların Hazırlanması

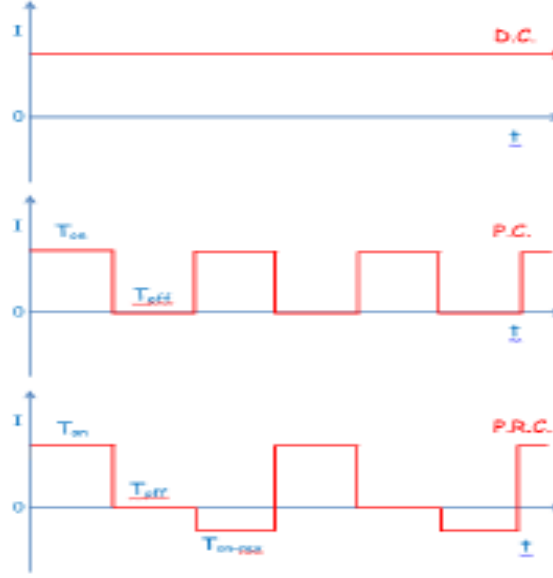
Çalışmalarımızda katot malzemesi olarak 20x45x2 mm ebatlarında yüksek saflıkta bakır levhalar kullanılmıştır. Kaplama tabakasının altlıkla iyi bir birleşme sağlayabilmesi, düzgün ve homojen bir kaplama tabakası elde edebilmek için altlıkların yüzeyi düzgün ve temiz olması gereklidir. İstenilen ebatlarda bakır levhalardan elde edilen katot malzemeleri, zımpara yardımı ile yüzeyleri düzgün ve temiz hale getirilmiştir. Bakır katot yüzeyleri 60, 120, 400 ve 600,1200 numaralı zımpara kağıtları ile zımparalanmıştır. Kaplama öncesi bakır levhalar hacimce % 25 HCl + %75 H₂O çözeltisine daldırılmış 2 sn bekletilmiş sonrasında saf su ile yıkanarak kaplama sistemine yerleştirilmiştir.

6.2 Ni-Co Elektrolitik Kaplamalar

Kaplama çalışmalarında çok sayıda banyo bileşimi denenmiş olup, elektrolit hazırlamada kullanılan nikel sülfat (NiSO₄.6H₂O), kobalt sülfat (CoSO₄.7H₂O) ve diğer banyo kimyasalları ile içerisindeki görevleri Çizelge 6.1’de verilmiştir. Kaplama banyosunda NiSO₄.6H₂O ve CoSO₄.7H₂O bunların yanında başka kimyasallarda kullanılmıştır. Bu tür çalışmalarda banyo pH’ı çok önem arz ettiğinden, pH’ın hızla değişimini engellemek için tampon çözeltiler de kullanılmış ve kaplama esnasında sürekli sıcaklık ve pH ölçümü yapılmıştır. Çalışmada tampon olarak borik asit (H₃BO₃) çözeltisi kullanılmıştır.

Çizelge 6.1 Kaplama banyosunda kullanılan çeşitli katkıların ve kimyasalların banyodaki görevleri.

Kimyasallar	Banyodaki Görevleri
Nikel Sülfat	Nikel Kaynağı
Kobalt Sülfat	Kobalt Kaynağı
Borik Asit	Ph dengeleyici (tampon)



Şekil 6.2 Kullanılan akım türleri.

Yapılan çalışmada öncelikle 3, 5 ve 7 A/dm² olmak üzere üç farklı akım yoğunluğu altında ve doğru akım(DC), pulse akım(PC), pulse reverse akım(PRC) akım türünde olmak üzere üç farklı akım kombinasyonunda toplam 18 adet kaplama numunesi üretilmiştir. Kullanılan elektrolitik kaplama banyoları çalışma koşulları Şekil 6.2' de verilmiştir.

Çizelge 6.2 Elektrolitik kaplama banyoları çalışma koşulları.

Banyo Kompozisyonu	
NiSO ₄ .6H ₂ O	250 g.l ⁻¹
CoSO ₄ .7H ₂ O	50 g.l ⁻¹
H ₃ BO ₃	40 g.l ⁻¹
Kaplama Parametreleri	
Akım Yoğunluğu	3.0, 5.0 ve 7.0 A/dm ²
Akım Türü	DC, PC ve PRC
pH	4
Sıcaklık	50 ± 0,5
Manyetik Karıştırma	30 dk
Anot	Nikel
Katot	Bakır

6.3 Ni-Co\Bor-Karbür Elektokimyasal Kaplama

Bir önceki bölümde belirtilen Ni-Co kaplama banyosunun içerisine 1gr/l bor-karbür ilave edilerek aynı şartlarda Ni-Co/Bor-Karbür kaplama tabakası üretilmiştir. Bor-karbür takviyeli Ni-Co alaşımlarında da takviyesiz Ni-Co alaşımlarında da olduğu gibi akım miktarının ve akım türünün etkisi incelenmiştir. Kaplama esnasında birikme meydana gelmemesi için mıknatıs yardımıyla karıştırma işlemi sağlanmıştır.

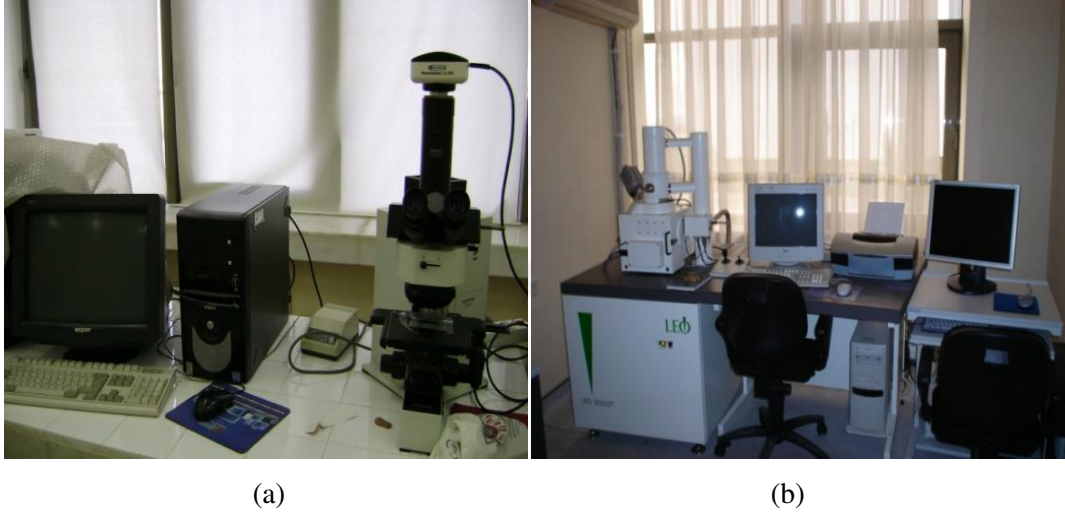
Çizelge 6.3 Deneysel çalışmada kullanılan banyo parametreleri.

Numune No	A/dm²	DC	PC	PRC	B4C	Alan dm²	Akım [A]	PH
1	3	√	—	—	—	0,0430	0,13	4,15
2	3	√	—	—	√	0,0420	0,13	4,07
3	3	—	√	—	—	0,0415	0,12	4,09
4	3	—	√	—	√	0,0416	0,12	4,08
5	3	—	—	√	—	0,0458	0,458/-0.0458	4,08
6	3	—	—	√	√	0,0466	4,66/-0.04	4,04
7	5	√	—	—	—	0,0452	0,23	4,05
8	5	√	—	—	√	0,0448	0,22	4,05
9	5	—	√	—	—	0,0446	0,45	4,04
10	5	—	√	—	√	0,0485	0,24	4,03
11	5	—	—	√	—	0,0399	0,638/-0.04	4,07
12	5	—	—	√	√	0,0408	0,20	4,06
13	7	√	—	—	—	0,0432	0,30	4,13
14	7	√	—	—	√	0,0456	0,31	4,06
15	7	—	√	—	—	0,0431	0,60	4,16
16	7	—	√	—	√	0,0406	0,28	4,10
17	7	—	—	√	—	0,0446	0,98/-0.05	4,13
18	7	—	—	√	√	0,0476	0,33	4,09

6.4 Kaplama Tabakasının Karakterizasyonu

6.4.1 Optik ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

Karakterizasyon işlemi için Olympus BX-60 marka optik mikroskop (Şekil 6.3a) ve LEO 1430 VP marka SEM mikroskobu (Şekil 6.3b) ile incelenmiş ve fotoğrafları çekilmiştir. Deneyler sonucunda elde edilen bor-karbür yapıları literatürle karşılaştırılmıştır. Değişik şartlarda tane morfolojisinin nasıl değiştiği gözlemlenmiştir. Üretilen kaplamaların kesit fotoğrafları da incelenerek, kaplamanın büyüme morfolojisi, kaplama kalınlığına ve büyüme yapısına parametrelerin etkileri incelenmiştir.



Şekil 6.3 a)Optik mikroskop, b) Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).

6.4.2 X-ışınları Difraktometresi (XRD) Analizi

Bruker Marka D8 Advance model x ışınları kırınımı cihazı bakır(Cu) ve molibden(Mo) x ışını tüplerine sahip, fırın sıcaklığı 1500⁰C'ye kadar çıkabilen bir cihaz kullanılmıştır. XRD analizi yapılarak piklerin çözömlenmesibilgisayar yazılım yardımı ile yapılmıştır. Çalışmada üretilen Ni-Co ve Bor-Karbür katkılı Ni-Co kaplama tabakasının kristal yapı karakterizasyonu, incelenmiştir. Ayrıca Bor-Karbür ilavesinin kristal yapıda meydana getirdiği değişimler XRD yardımı ile incelenmiştir. Kullanılan X-ışınları difraktometresi (XRD) analiz cihazı Şekil 6.4'te gösterilmiştir.



Şekil 6.4 X-ışınları difraktometresi (XRD) analiz cihazı.

6.4.3 Kaplama Kalınlıkları Ölçümleri

Kaplama kalınlıkları Positector marka elektromanyetik ölçüm probu ile yapılmıştır. Belirtilen ölçüm probu manyetik ve eddy akımları kullanarak hızlı bir şekilde ölçüm yapmaktadır. Ölçüm öncesi altlık olarak kullanılan kaplanmamış Cu plakalar üzerinde cihaza sıfırlama yapılmıştır. Daha sonra cihaz ile birlikte verilen standartlar Cu altlık üzerine koyularak cihaz kalibre ve test edilmiştir. Bu işlemleri tamamlandıktan sonra numuneler üzerinden beş farklı bölgeden ölçüm alınmıştır. Alınan ölçüm sonuçlarının aritmetik ortalaması alınmıştır. Ayrıca tabaka kalınlıklarının doğruluğunu karşılaştırmak için optik mikroskoba takılı mikrometreye de okutturulmuştur. Tabaka kalınlığı, metalografi numunesinin yüzünden yapılan en az on beş ölçümün ortalaması alınarak tespit edilmiştir.



Şekil 6.5 Kaplama kalınlık ölçüm cihazı.

6.4.4 Yüzey Pürüzlüğü Ölçümü

Yüzey pürüzlüğü ölçümünde iki boyutlu Mahr marka, Perthrometer M2 model yüzey profilometresi kullanılmıştır. Her bir numune için üç farklı ölçüm alınmıştır. Alınan yüzey pürüzlüğü sonuçlarının ortalaması alınmıştır. Şekil 6.6' da kullanılan yüzey pürüzlüğü ölçüm cihazı gösterilmiştir.



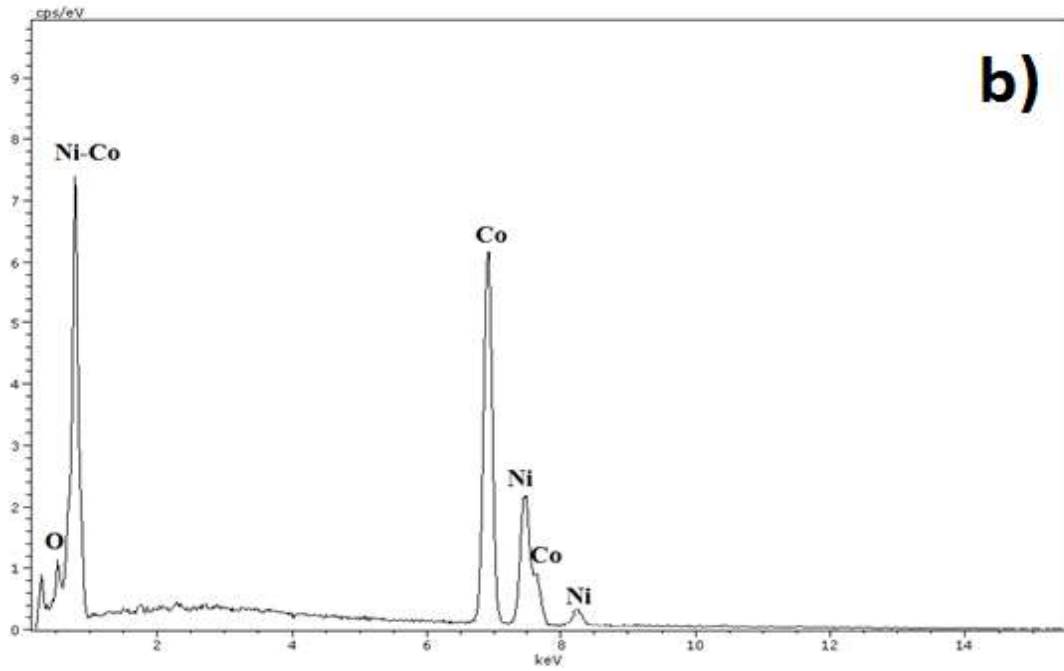
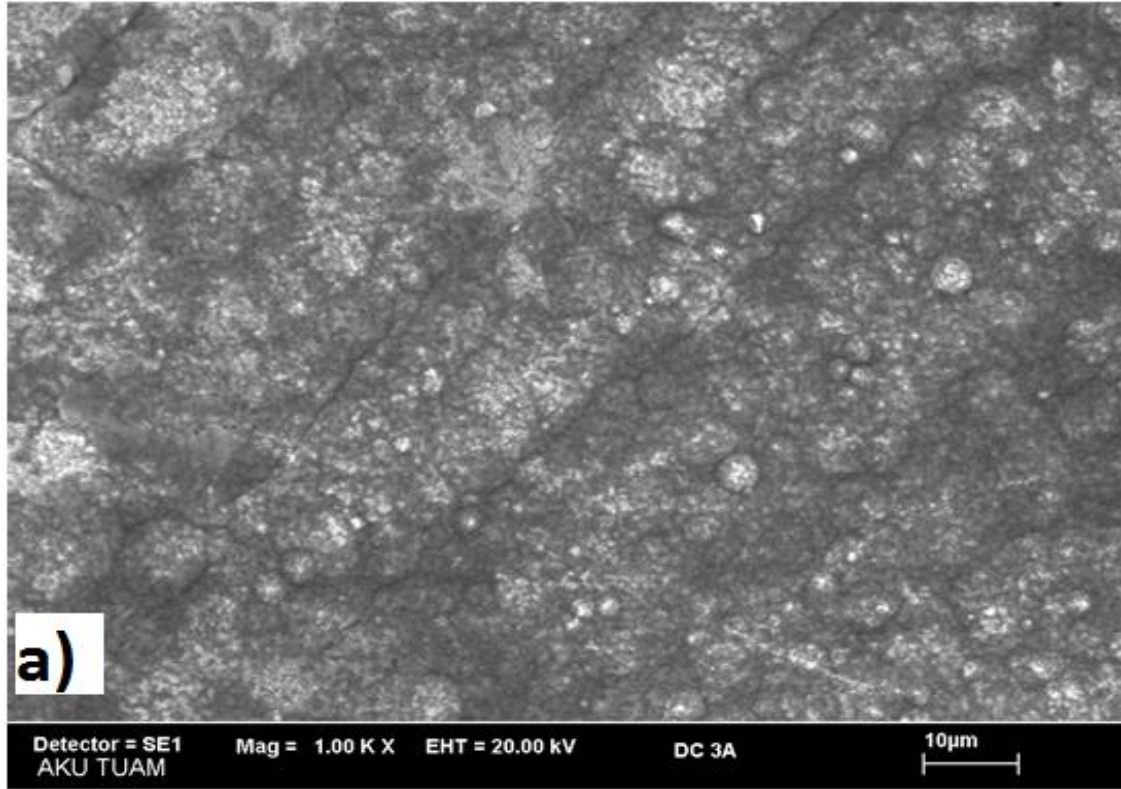
Şekil 6.6 Yüzey pürüzlüğü ölçüm cihazı.

7. BULGULAR

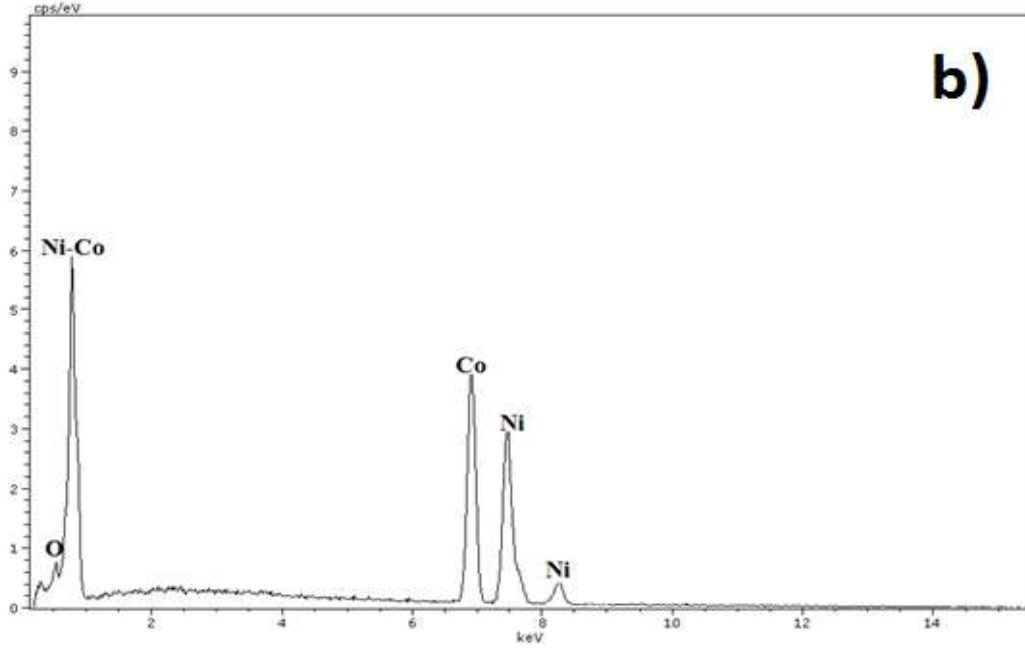
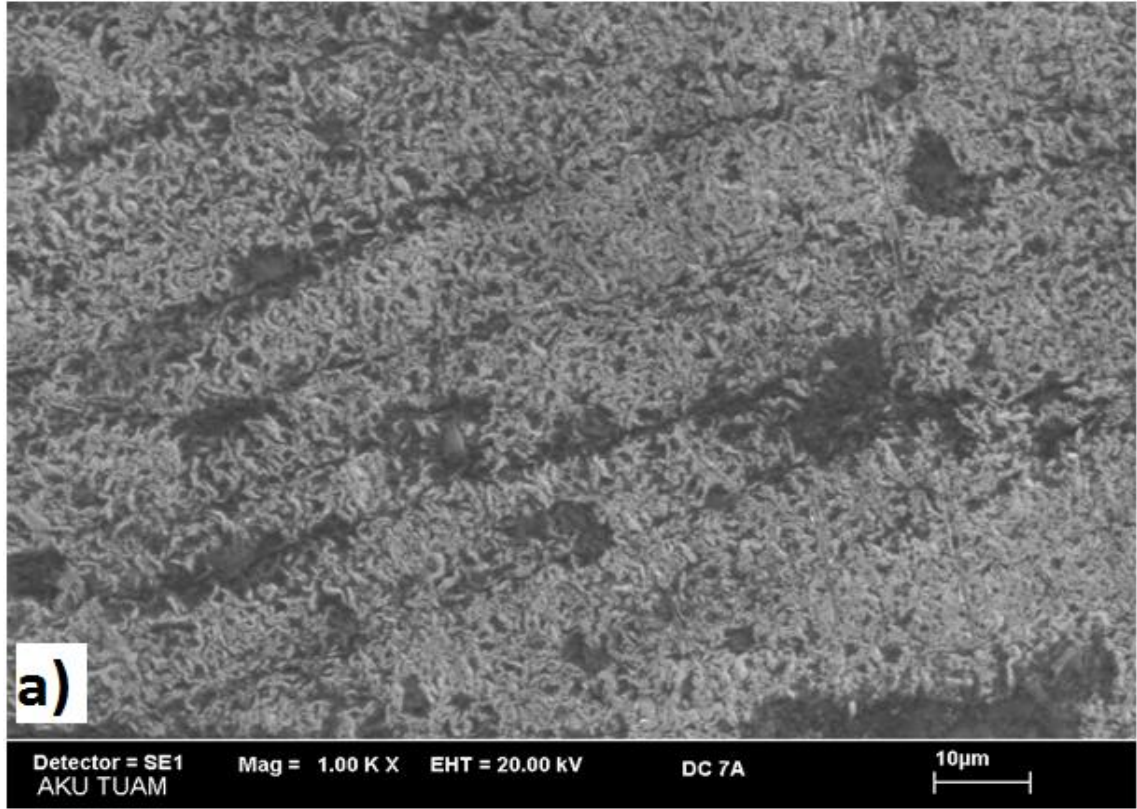
7.1 Mikro Yapısal İncelemeler

Bakır altlık katot malzemesi olarak seçilmiştir. Cu altlıklar yüzey merkezli kübik (YMK) yapıdadır (İnt.Kyn.8). Bu nedenle üretilen kaplama tabakalarının yapı ile uyumlu olması için kaplama tabakasının YMK üretilmesi hedeflenmiştir. Hedefler doğrultusunda YMK yapıda en fazla Co barındıran Ni-Co yapısı üretilmesi için uygun parametreler seçilmiştir. Bunun için banyo sıcaklığı kaplama esnasında 50°C olarak sabit çalışılmıştır. Yapılan literatür çalışmaları temel alınarak DC, PC ve PRC akım altında banyo akım gerilimi 3,5 ve 7A/dm² seçilmiştir. Yapılan incelemelerde DC akım türünde üretilen yüzey özellikleri PC ve PRC akım türünde daha yüksek ortalama akım yoğunluğunda elde edildiği gözlenmiştir (Shi *et al.* 2006).

Şekil 7.1 incelendiğinde DC akım altında 50°C’ de 30dk süre ile 3A/dm² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının SEM fotoğrafı ve EDX analizi görülmektedir. Mikro yapısına bakıldığında tane yapılarının tam net olmadığı ve yer yer oluk şeklinde oksitlerin olduğu gözlemlenmiştir. Akım yoğunluğunun artması ile birlikte belirli büyüme yönlerine sahip tanelerin boyutunun artması gerekirken alınan SEM fotoğrafında bu şekilde bir yapıya rastlanmamıştır (Şekil 7.2). Yapılan EDX sonuçlarına göre yapı içerisinde az miktarda oksit bununla birlikte Ni-Co tabakasının belirgin olduğu görülmektedir.



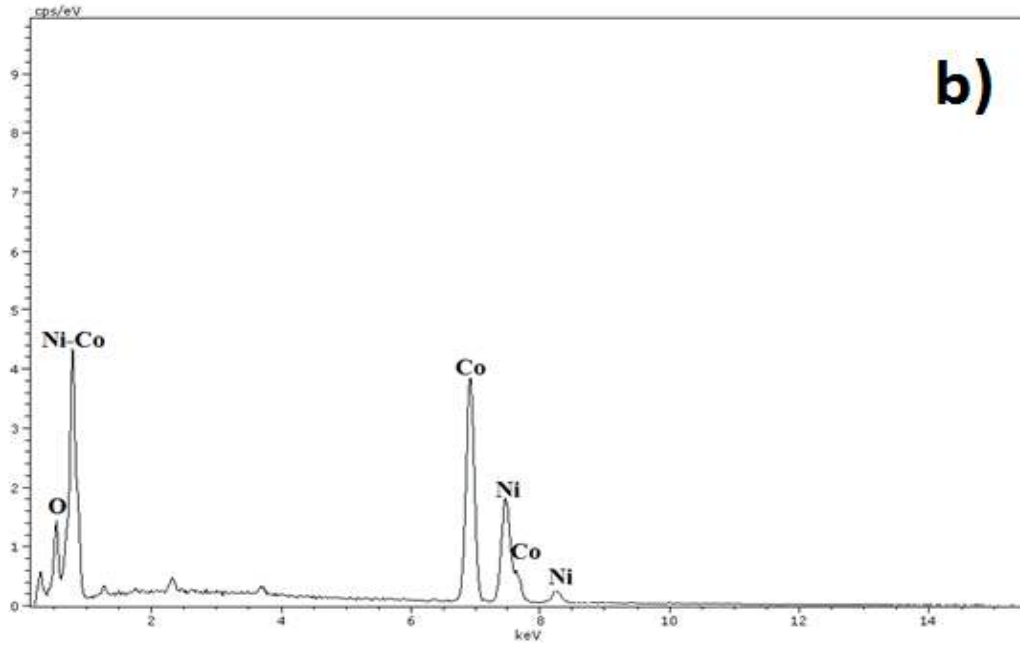
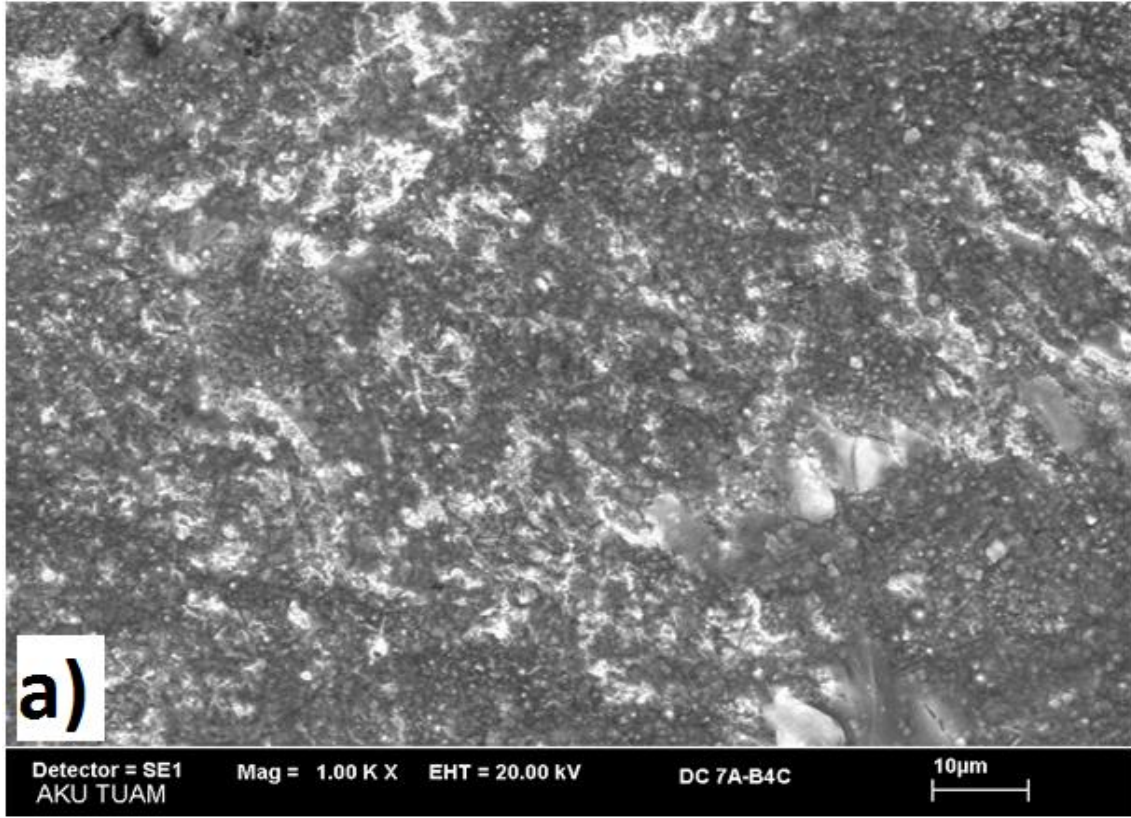
Şekil 7.1 D.C akım altında 50°C de 30 dk süre ile 3A/dm² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.



Şekil 7.2 D.C akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.

DC akım altında 50°C' de 30dk süre ile 7A/dm² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının mikro yapısı incelendiğinde Ni-Co tabakasının azaldığı gözlemlenmiştir. DC akım altında 50°C' de 30dk süre ile 7A/dm² + B₄C akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının mikro yapısı incelendiğinde Ni-Co miktarının daha da azaldığı görülmüştür (Şekil 7.3).

Bundan önceki bölümde B₄C yapısından ve elektriksel, kimyasal, fiziksel özelliklerinden bahsedilmişti. Yüksek sertlik, tepkimelere karşı dayanıklılık, ısı dayanımı ve düşük yoğunluk özelliklerinin etkilerini görebilmek için Ni-Co kaplamaların yanında B₄C takviyeli Ni-Co matrisli kaplamalar üretilmiş ve sonuçları kıyaslanmıştır. Kaplama banyosu içerisinde çeşitli oranlarda B₄C takviyeli Ni-Co matrisli kompozit kaplamaların SEM ile elde edilen yüksek çözünürlüklü fotoğrafları Şekil 7.3 ve Şekil 7.6' da verilmiştir. Şekil 7.3 ve Şekil 7.6 incelendiğinde B₄C ilavesinin mikro yapı, tane morfolojisi ve tane boyutunu değiştirdiği açıkça gözükmemektedir. Akım yoğunluğu 3A/dm² olan kompozit tabakanın yüzey SEM fotoğrafı incelendiğinde küresel şekilli tanelerin bir araya gelerek büyük tane topluluklarını oluşturduğu tespit edilmiştir (Şekil 7.3).

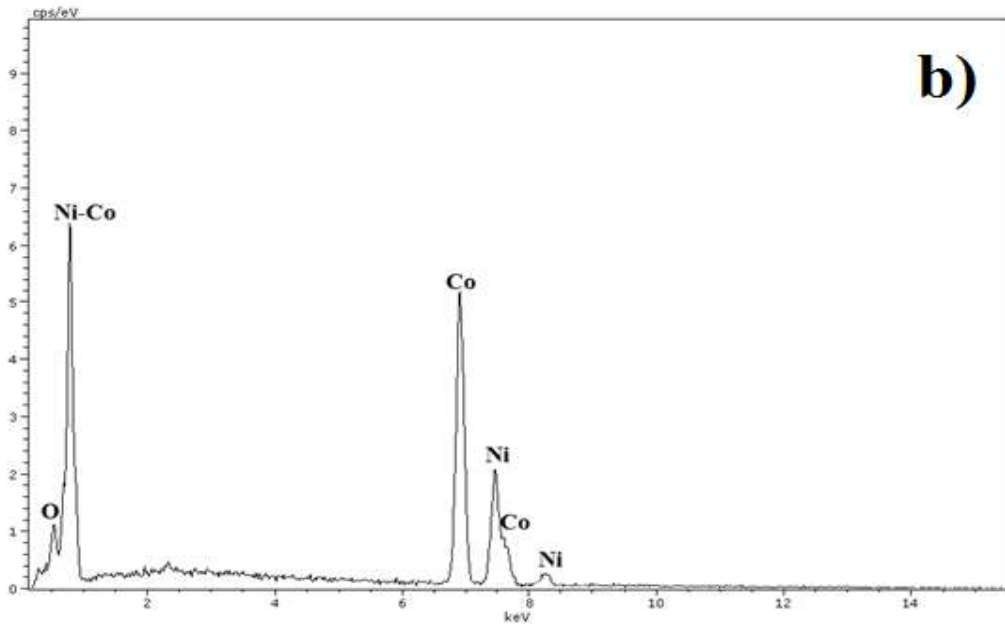
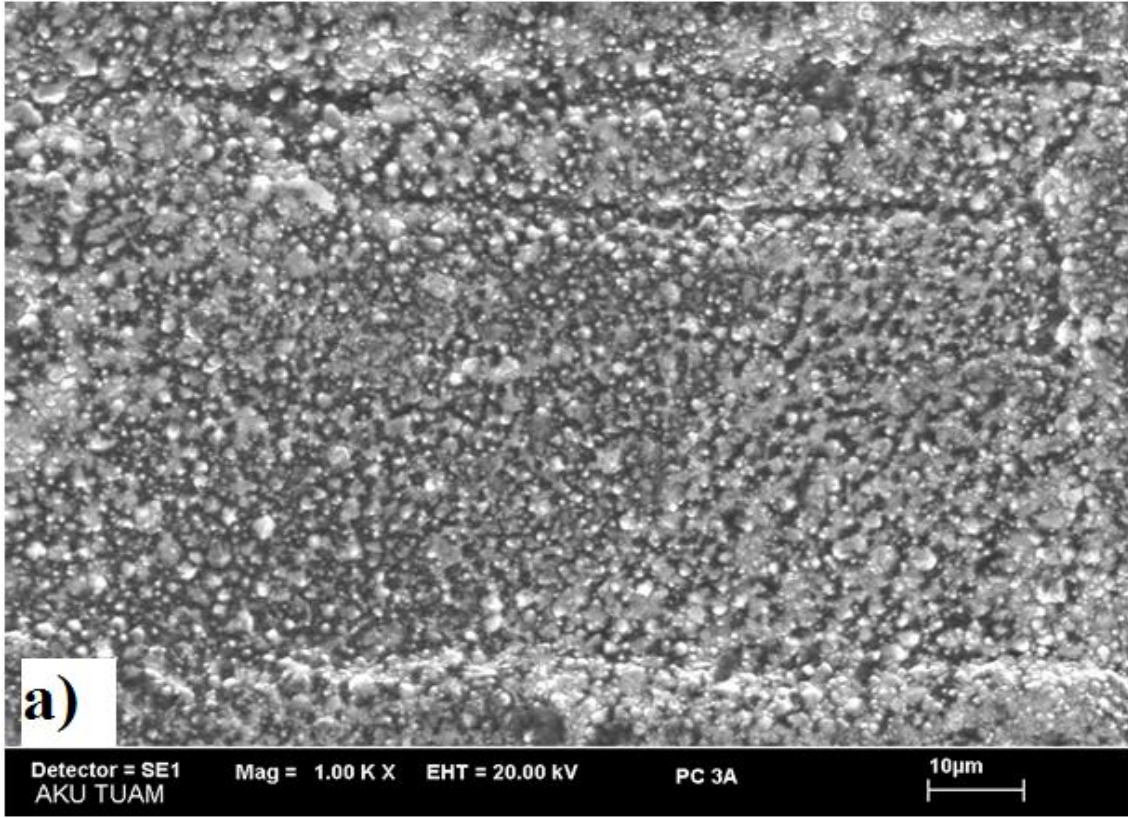


Şekil 7.3 D.C akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm² +B₄C akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.

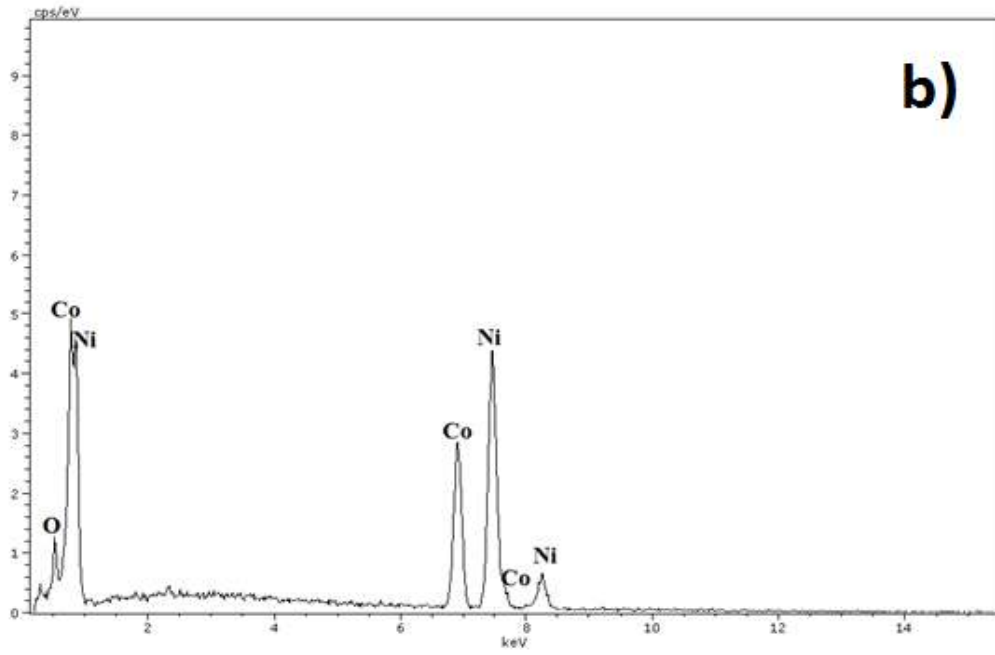
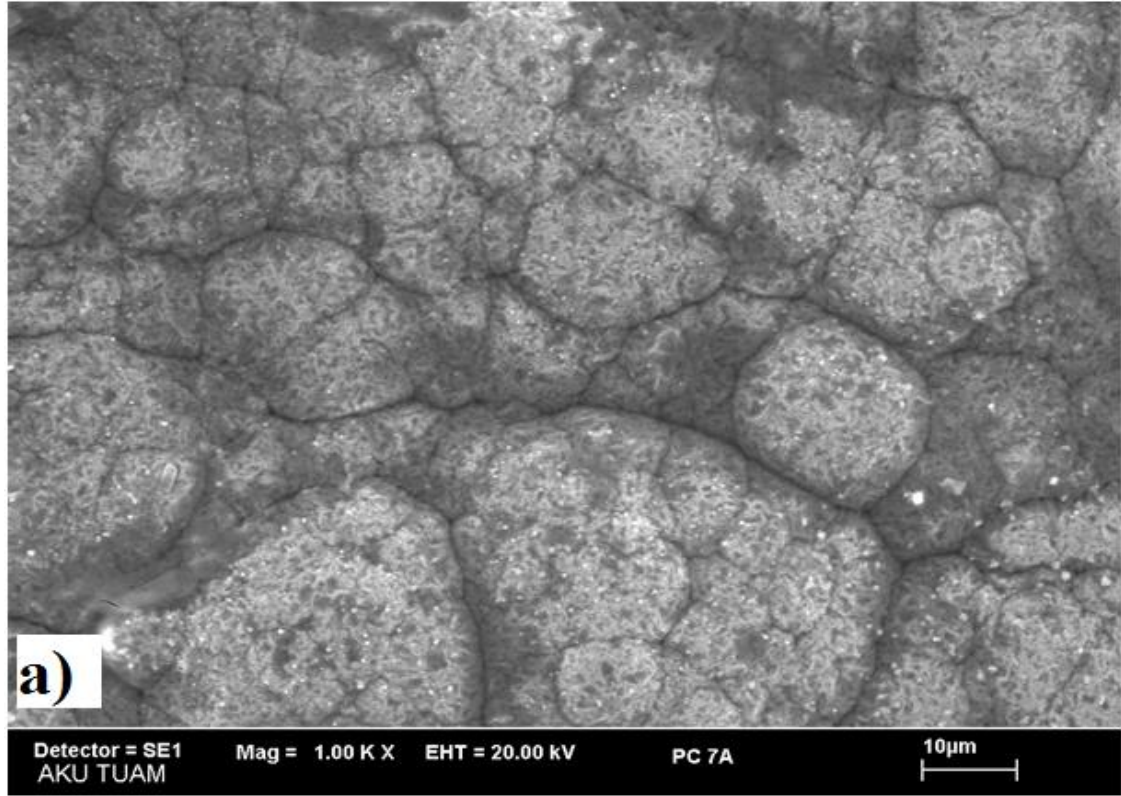
Pulse (darbeli) akım ve bu akım türünün yapı üzerindeki iyi etkileri son yıllarda ilgi odağı olmasına neden olmuştur. Jan Steinbach ve arkadaşları DC ve PC akım türünün nano Ni-Al₂O₃ kaplamalar üzerindeki etkilerini incelemiştir. Çalışmalarında homojen bir kompozit yapının üretiminde DC akım türünün yeterli olmadığını belirtmişlerdir. Pulse akım türünde katot yüzeyinde birikme esnasında pulse akım boşluklarının tane büyümesinde sınırlayıcı faktör olduğunu bildirmişlerdir. Bu durumun birikim esnasında yapıda büyük partiküllerin oluşumu ve partikül birikme işleminin engellediğini belirtmişlerdir (Steinbach and Ferkel 2001).

Pulse periyodu 10 ms olan PC akım altında 50°C de 30dk süre ile ortalama 3, 5 ve 7A/dm² akım uygulanarak Ni-Co kaplamalar üretilmiştir. Pulse akım altında üretilen kaplamaların yüksek büyütme SEM fotoğrafları Şekil 7.4, Şekil 7.5 ve Şekil 7.6’ da verilmiştir. Şekil 7.4 incelendiğinde yapının polihedronlar şeklinde olduğu görülmektedir. Ortalama akım yoğunluğunun artması ile birlikte bir kısım tanelerin boyutlarının arttığı, bir kısmının boyutların ise küçüldüğü, dolayısı ile taneler arasındaki boyut farkının arttığı SEM fotoğraflarından anlaşılmaktadır. Akım yoğunluğun artması ile birlikte yapılan EDX analizlerinde ise Ni-Co miktarının azaldığı gözlemlenmiştir.

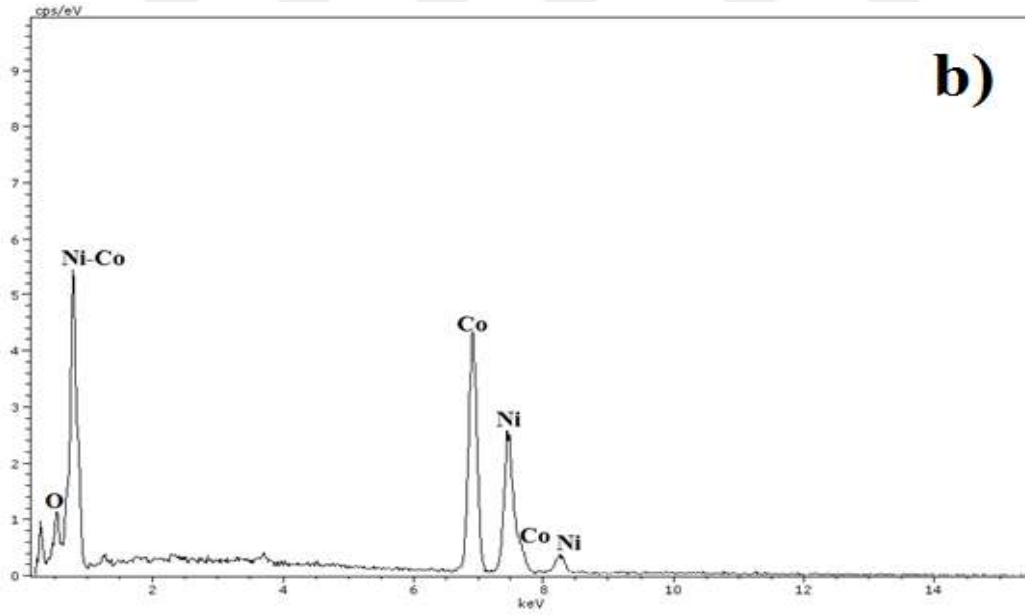
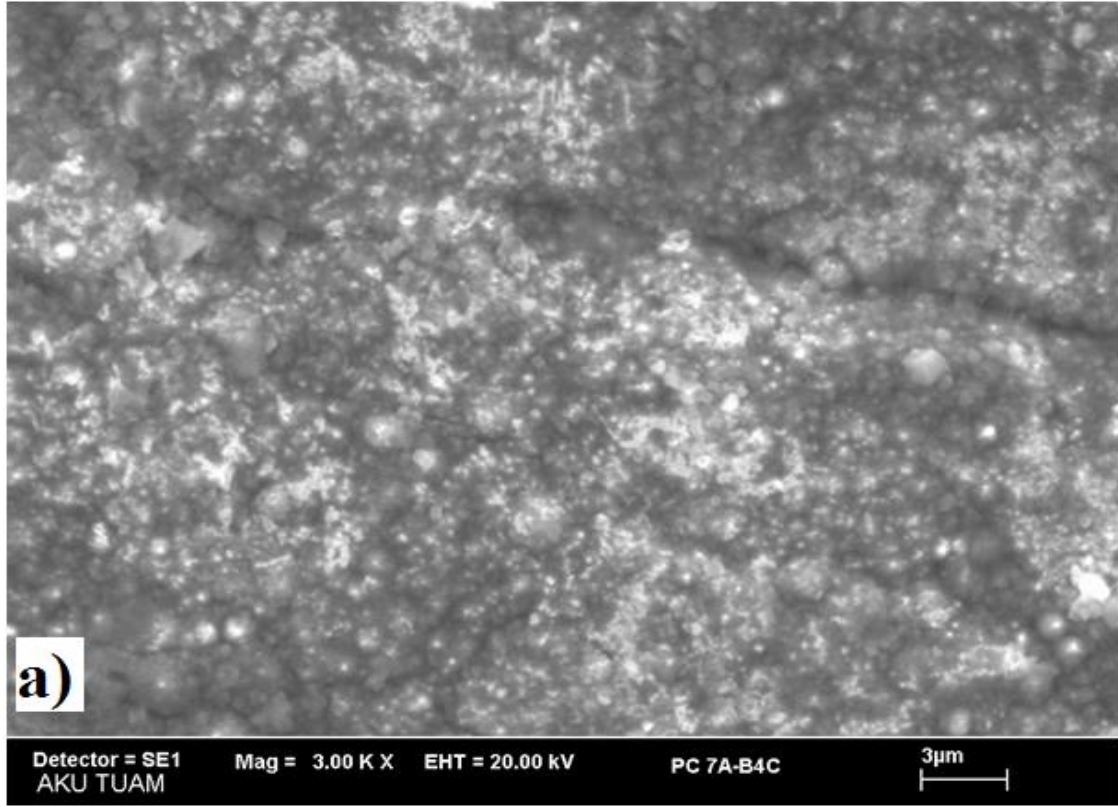
Şekil 7.4 incelendiğinde ortalama akım yoğunluğu 3A/dm² ile üretilen numunenin tanelerinin küresel forma yakın olduğu ve ince taneli olduğu gözükmemektedir. Ortalama akım yoğunluğu 7A/dm² ye çıktığında küresel formdaki tanelerin büyüdüğü SEM fotoğrafından anlaşılmaktadır (Şekil7.5).



Şekil 7.4 P.C akım altında 50°C de 30 dk süre ile 3A/dm² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.



Şekil 7.5 P.C akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.

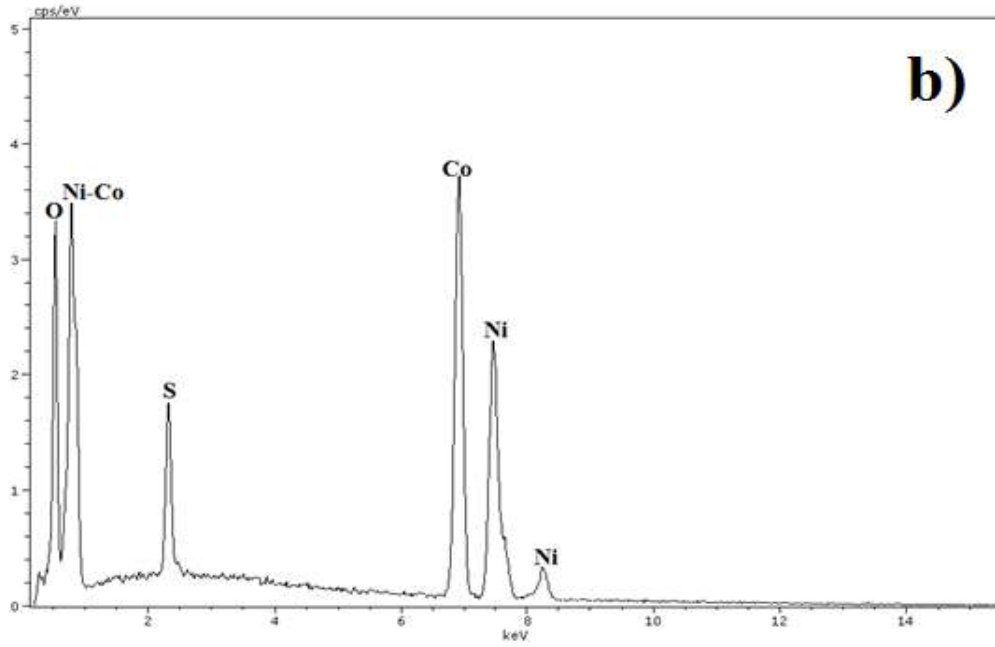
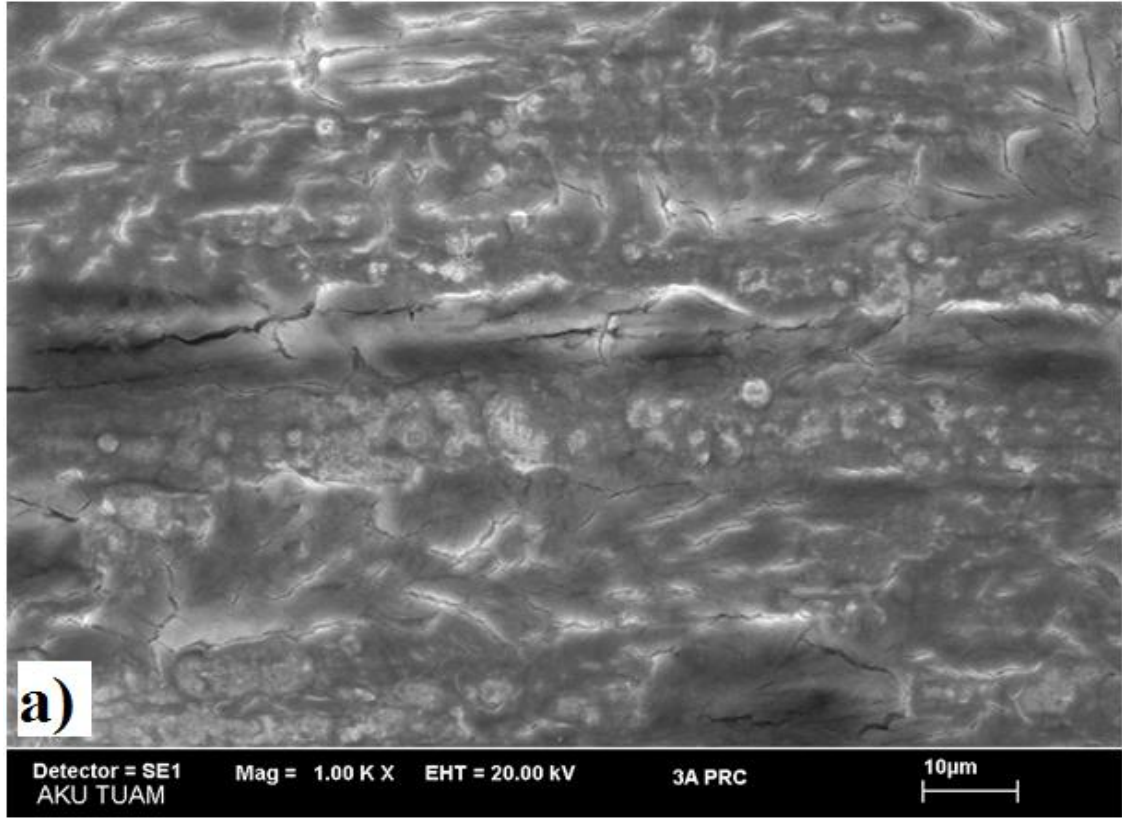


Şekil 7.6 P.C akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm²+B₄C akım yoğunluğunda üretilmiş Ni- Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.

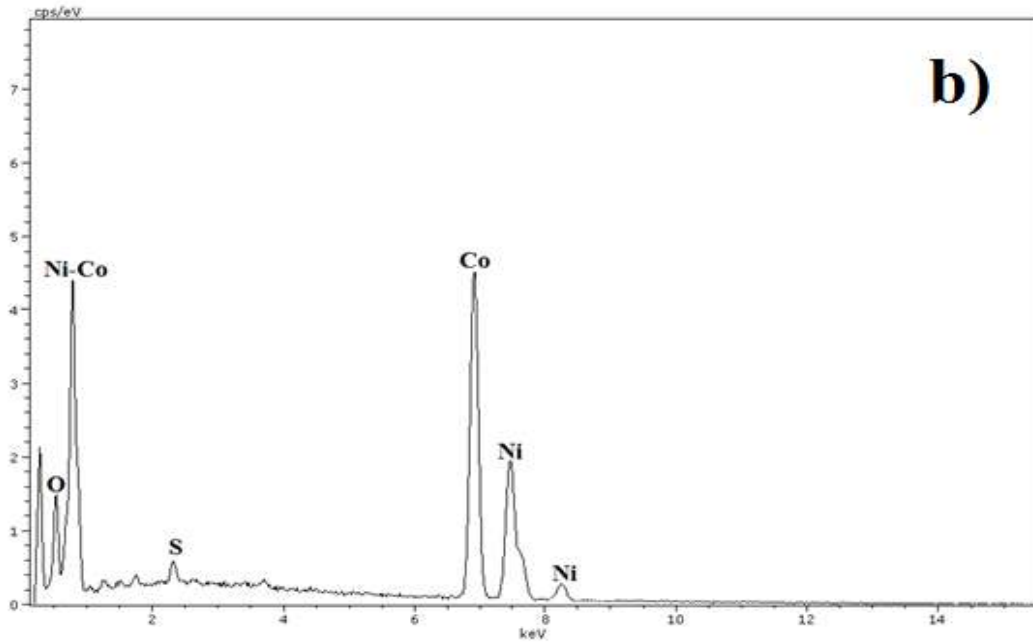
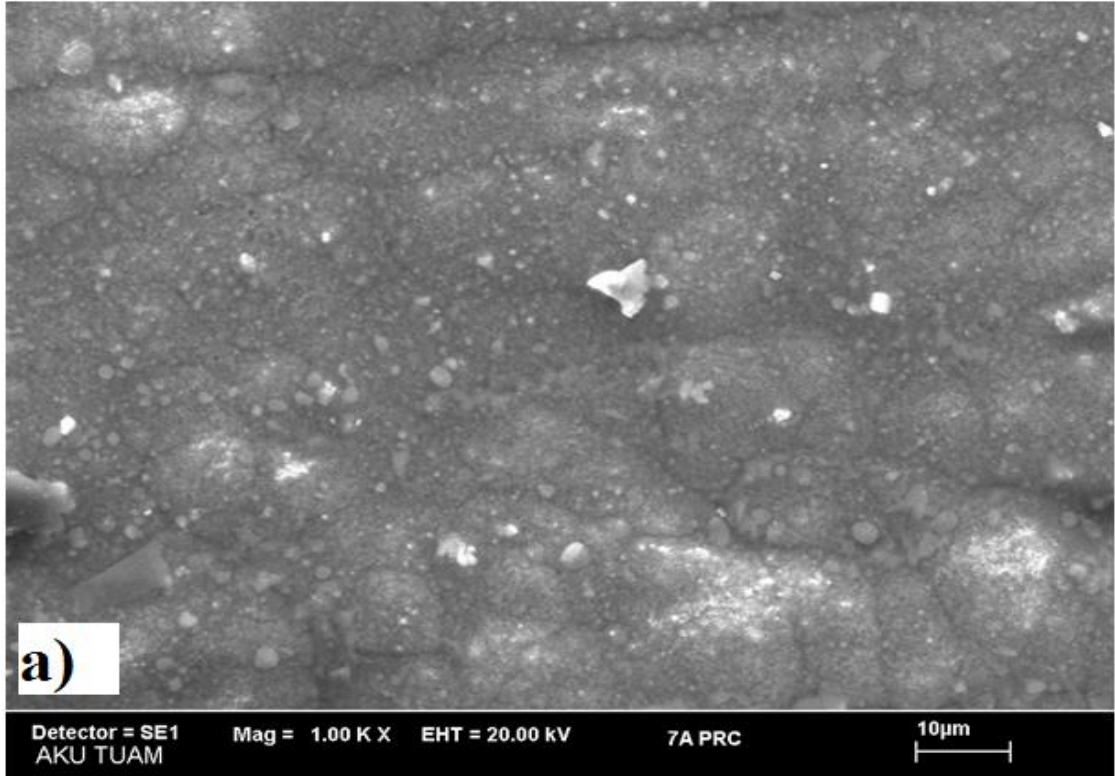
Çok yakın zamanda PRC kaplamalar üzerine birkaç çalışma yapılmıştır (Lee *et al.* 1999). Chang ve arkadaşlarının Al_2O_3 takviyeli Ni-Co matrisli kompozitlerin PRC altında elektrodpozisyon yöntemi kullanılarak üretilmesi konusunda yaptığı çalışmada; PRC' nin yüksek pik akım yoğunluğunun yanında pozitif ve negatif pulse özellikleri taşıdığı; bundan dolayı konsantrasyon polarizasyonunu elimine ettiği için DC ve PC ye göre daha kompakt bir yapı sağladığını tespit etmişlerdir. Bunun neticesinde beklenen Ni-Co esaslı kompozitlerde daha iyi sonuçlar verdiğini belirtmişlerdir (Chang *et al.* 2006).

PRC ile yapılan çalışmalarda daha önce yukarıda sonuçları verilen DC ve PC yöntemlerinde kullanılan banyo bileşimi ve parametreleri kullanılmıştır. PC de olduğu gibi pulse periyodu ms ve reverse (ters) akım(-Ton) ise ve 10 ms periyodlarda, 50°C sıcaklıkta 30 dakika süre ile 3, 5 ve 7 A/dm² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının yüzey SEM fotoğrafları Şekil 7.7, Şekil 7.8, Şekil 7.9' da verilmiştir.

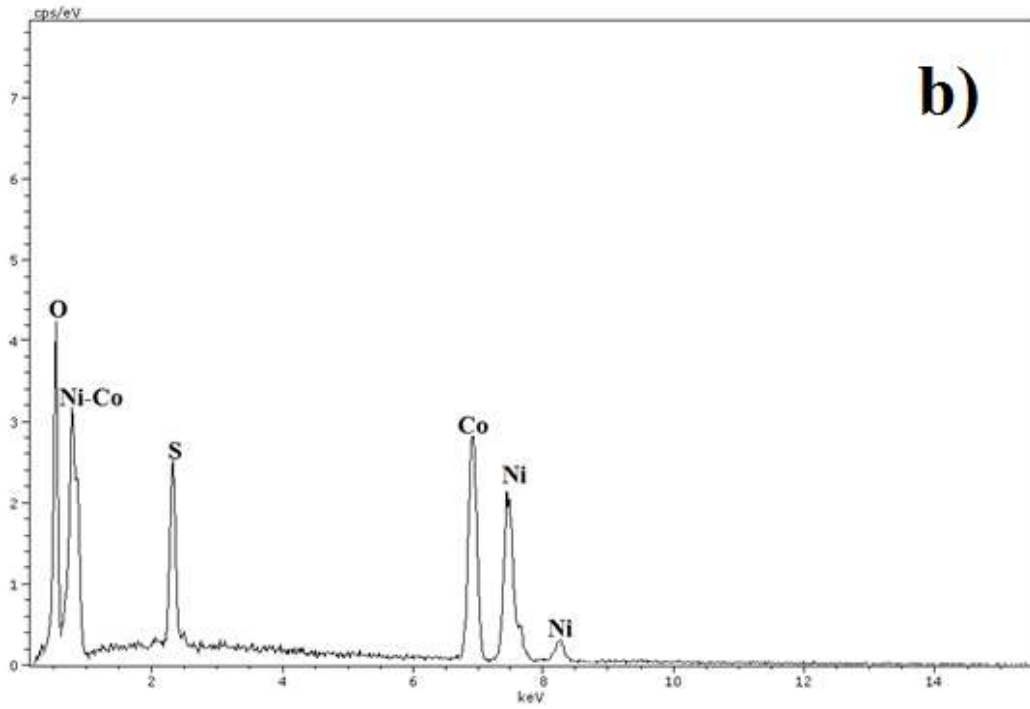
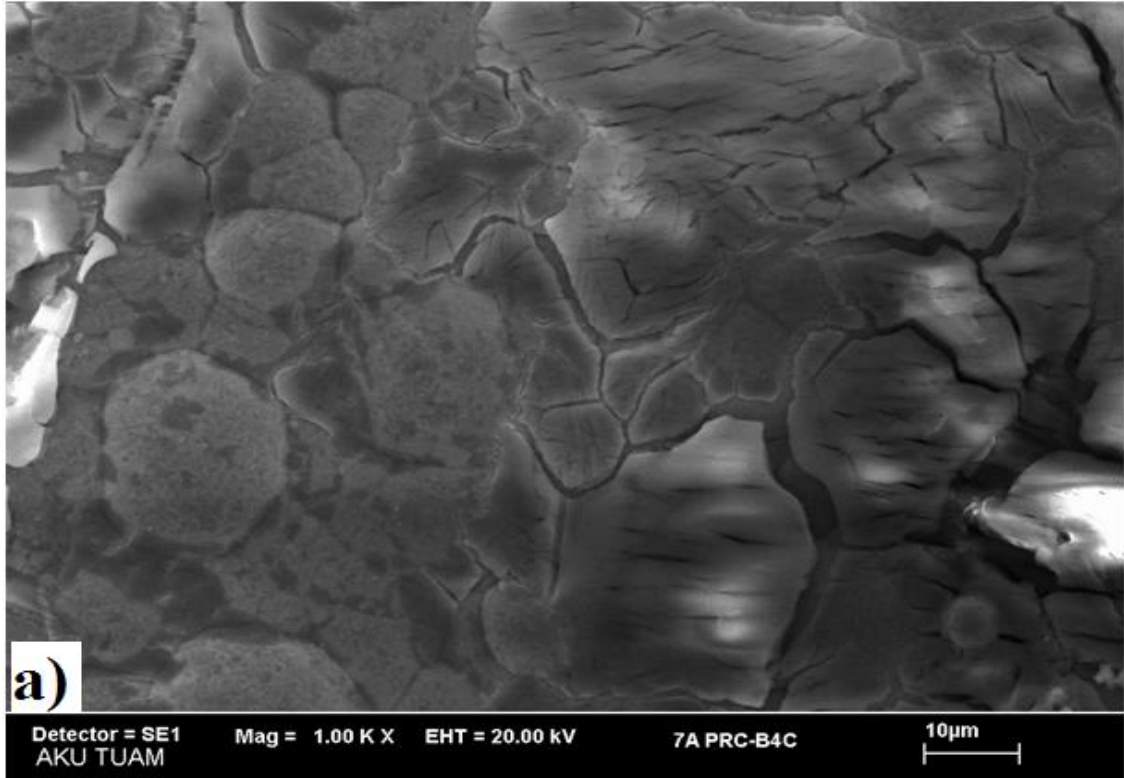
Şekil 7.8 incelendiğinde ortalama akım yoğunluğu 3 A/dm² ile üretilen numunenin tanelerinin küresel forma yakın olduğu ve ince taneli olduğu gözükmemektedir. Ortalama akım yoğunluğu 7 A/dm² çıktığında küresel formdaki tanelerin büyüdüğü SEM fotoğrafından anlaşılmaktadır (Şekil 7.8).



Şekil 7.7 PRC akım altında 50°C de 30 dk süre ile 3A/dm² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.



Şekil 7.8 PRC akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm² akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.

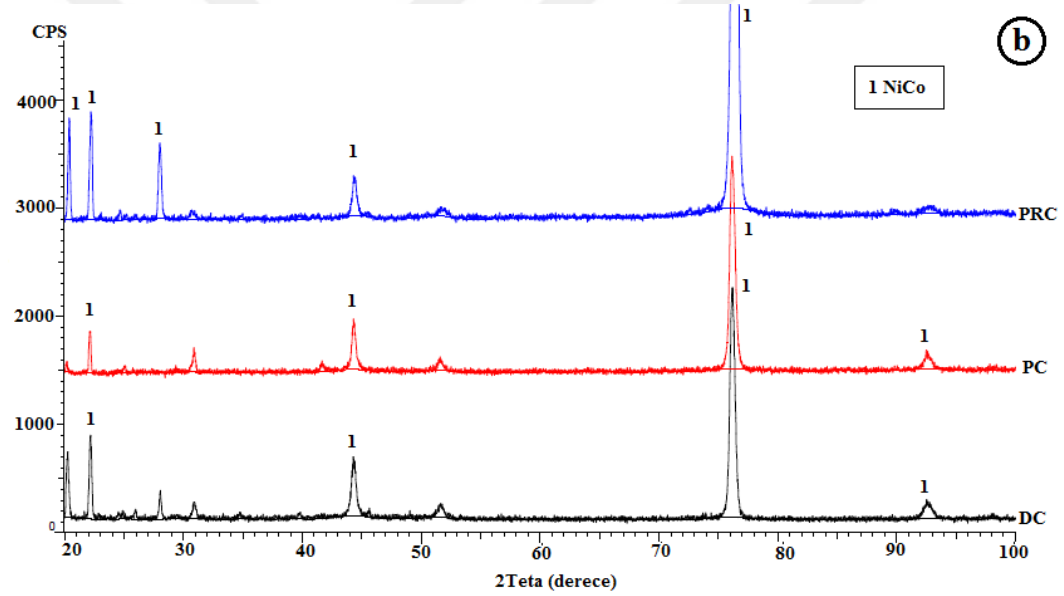
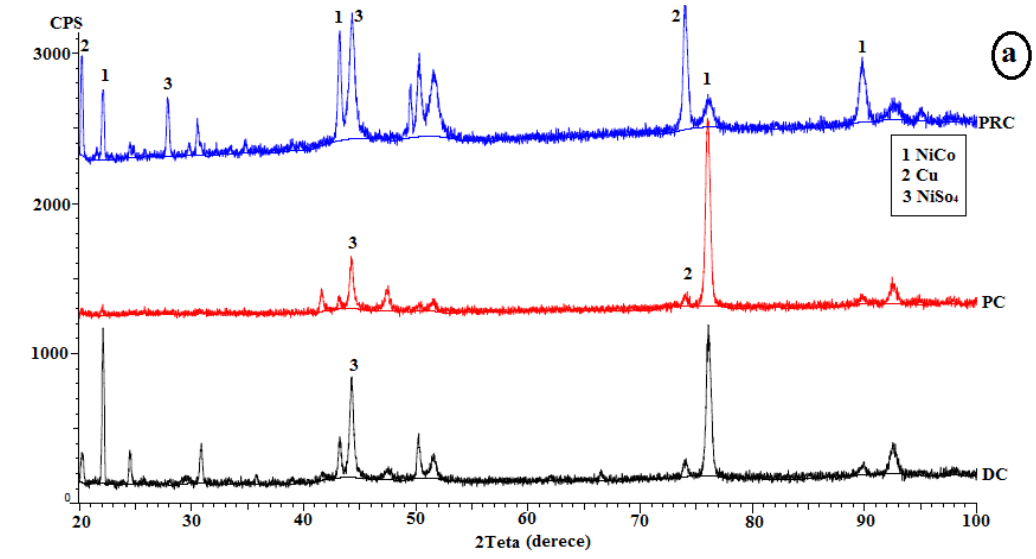


Şekil 7.9 PRC akım altında 50°C de 30 dk süre ile 7A/dm²+B₄C akım yoğunluğunda üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının a) SEM fotoğrafı b) EDX analizi.

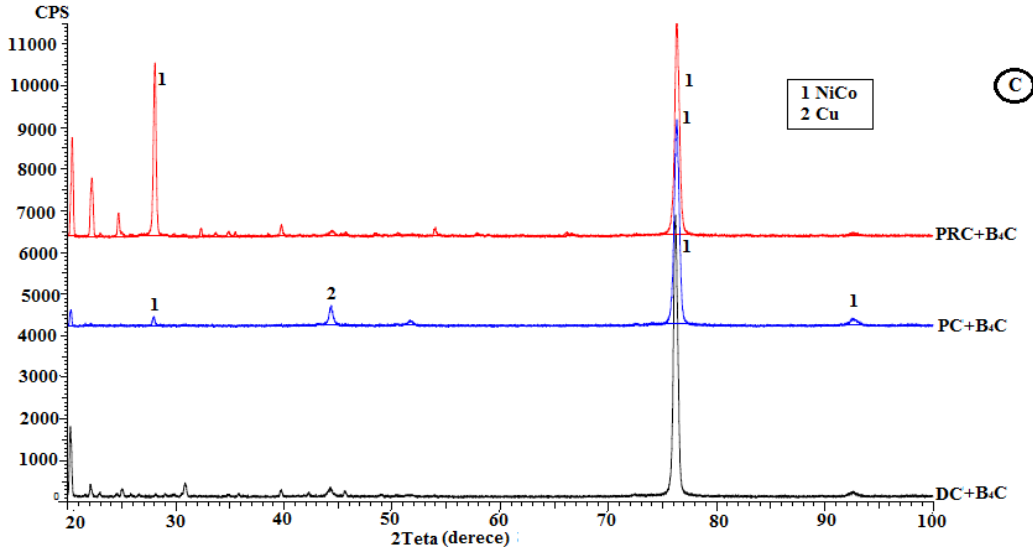
7.2 X-ışınları Analizleri

XRD analizindeki ışının dalga boyu 1,54059 Å' dur. X-ışınları ile Ni-Co ve Ni-Co/B₄C kaplama tabakaları karakterize edilmiştir. Ni-Co kaplama tabakasının XRD analizi sonuçları Şekil 7.10' da verilmiştir. Şekil 7.10'a göre Ni-Co ağırlıklı olarak büyüdüğü görülmüştür. Ni-Co büyüme incelendiğinde akım yoğunluğunun 3 A/dm² den 7A/dm² çıkması ile birlikte tercihli büyümenin arttığı görülmektedir (Şekil 7.10b,c). Akım yoğunluğu 7A/dm² çıkması ile birlikte büyüme artmış ve zaman zaman bakır piklerine rastlanmıştır (Şekil 7.10a). DC akım altında üretilmiş katkısız Ni-Co kaplama tabakasının en yüksek Ni-Co oranının 7A/dm² de elde edildiği görülmüştür (Şekil 7.10b).

Şekil 7.10a incelendiğinde 3A/dm² akım yoğunluğunda DC akım türünde Ni-Co miktarının şiddeti PC akım türüne göre daha azdır. PRC akım türünde ise çözülen Ni-Co miktarı fazla olduğundan dolayı şiddeti DC ve PC akım türüne göre daha az olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 7.10b incelendiğinde Ni-Co pikinin şiddeti en fazla PRC akım türünde gözlemlenmiştir. Yapılan XRD sonuçlarına göre grafiklerde B₄C'e rastlanmamıştır. Bunun nedeni çözeltinin homojen olarak karışmamasından kaynaklı kaplama tabakasının içine nüfuz etmemesi olarak tahmin edilmektedir. Takviye edilen B₄C kaplamaya karışmayıp çözeltinin içinde kaldığı gözlemlenmiştir. Bu nedenle kaplama tabakasında sadece Ni-Co tabakasına rastlanmıştır (Şekil 7.10).



Şekil 7.10 a) 3A/dm² b) 7A/dm² c) 7A/dm² + B₄C akım türlerinde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının X-ışınları grafikleri.



Şekil 7.10 (Devam) a) $3A/dm^2$ b) $7A/dm^2$ c) $7A/dm^2 + B_4C$ akım türlerinde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının X-ışınları grafikleri.

DC, PC ve PRC akım türleri kıyaslandığında; DC akım türünde ağırlıklı büyüme $7A/dm^2 + B_4C$ akım türünde meydana gelmiştir. PC de $7A/dm^2 + B_4C$ akım türündeki pikin şiddeti diğer piklere göre daha yüksektir (Şekil 7.10c). PRC akım türünde ise akım yoğunlukları DC ve PC ye göre düşük olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 7.10).

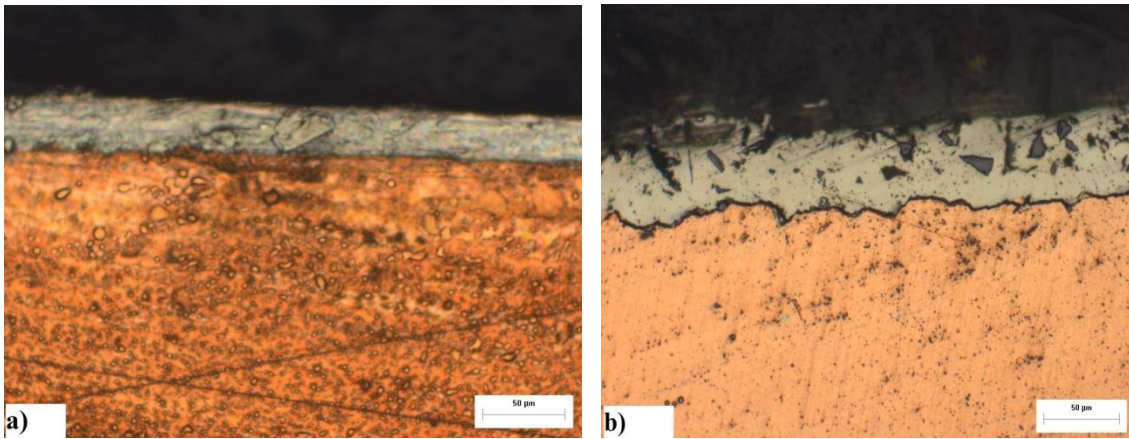
Bakhit ve arkadaşları yaptıkları bir çalışmada elektrodpozisyon yöntemi kullanarak SiC takviyeli Ni-Co alaşımı üretmişlerdir (Borkar 2010). Şekil 7.10'a benzer olarak yapı içerisine ilave edilen SiC' ün büyüme düzlemlerini değiştirmedeğini ancak pik şiddetini düşürdüğünü bildirmişlerdir (Borkar 2010). Shi ve arkadaşları elektrodpozisyon yöntemi ile ürettikleri Ni-Co-karbon nanotüp kompozit kaplamaların kristal yapısını XRD kullanarak analiz etmişlerdir (Borkar 2010).

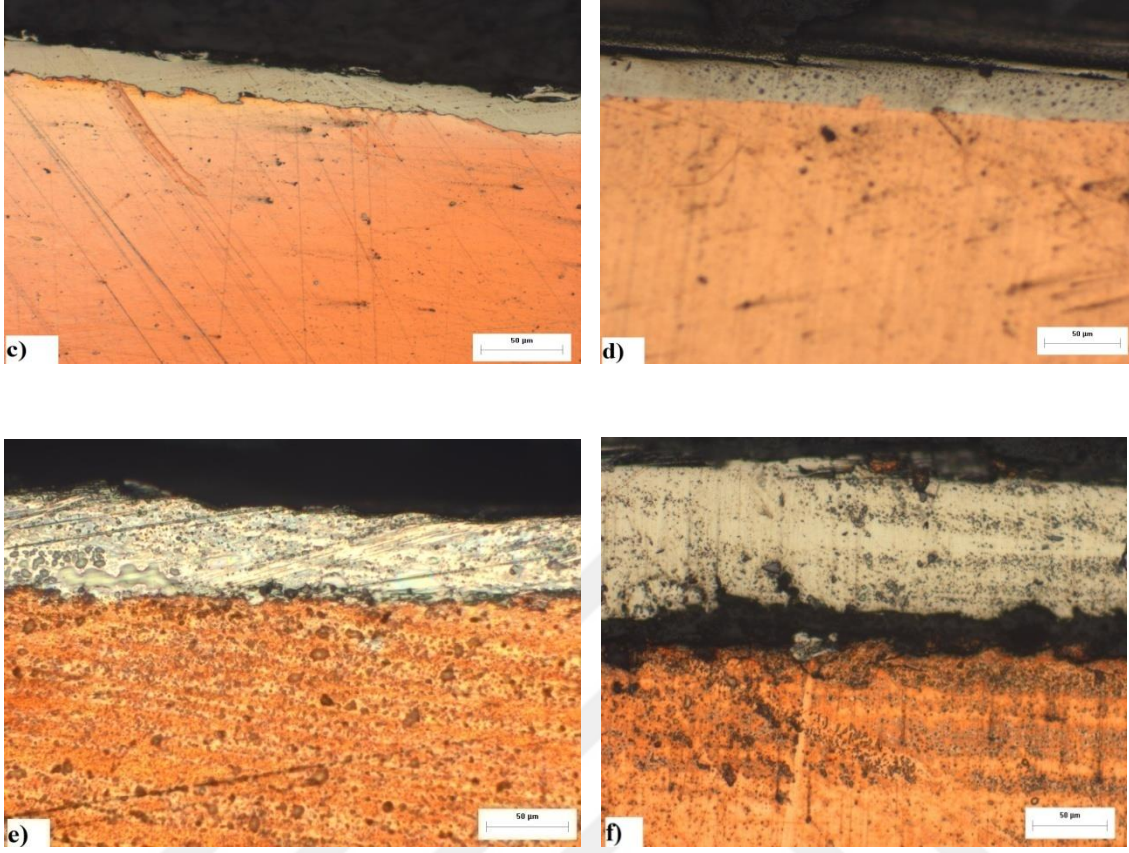
B_4C ilavesinin elektrodpozisyon prosesi sırasında meydana gelen kristal büyümesi ve yeni tane çekirdekleşmesi rekabetinde yapı içerisine giren B_4C yeni çekirdekleşme alanları oluşturduğu için proses esnasında daha fazla çekirdek oluşumu söz konusu olduğunu, bunda tane boyutunda küçülmeye neden olduğunu belirtmişlerdir (Shi *et al.* 2006).

7.3 Kaplama Tabakaların Kalınlıkları

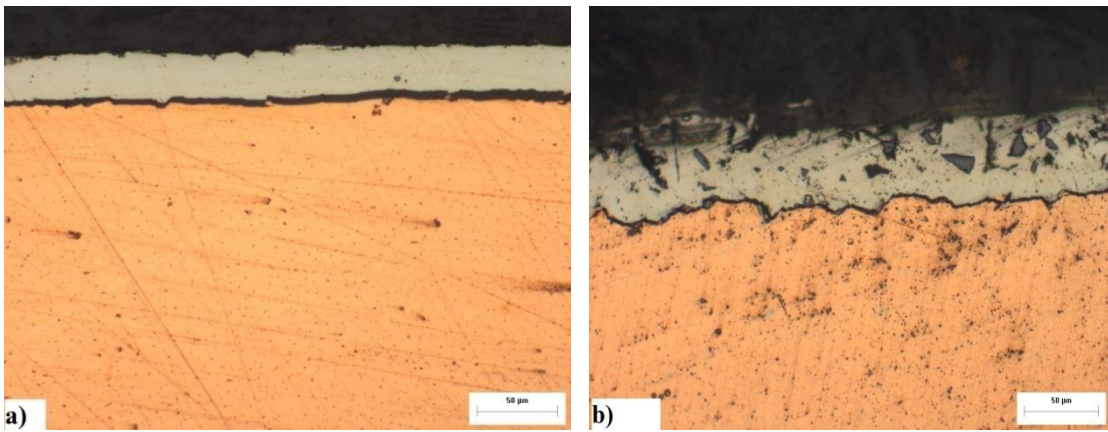
Kaplama kalınlıkları Positector marka elektromanyetik ölçüm probu ve optik mikroskoba takılı mikrometre ile ölçüm yapılmıştır. Belirtilen ölçüm probu manyetik ve eddy akımları kullanarak hızlı bir şekilde ölçüm yapmaktadır. Ölçüm öncesi altlık olarak kullanılan kaplanmamış Cu plakalar üzerinde cihaza sıfırlama işlemi yapılmıştır. Daha sonra cihazı ile birlikte verilen standartlar Cu altlık üzerine koyularak cihaz kalibre ve test edilmiştir. Bu işlemler tamamlandıktan sonra numuneler üzerinden beş farklı bölgeden ölçüm alınmıştır. Alınan ölçüm sonuçlarının aritmetik ortalaması alınmıştır.

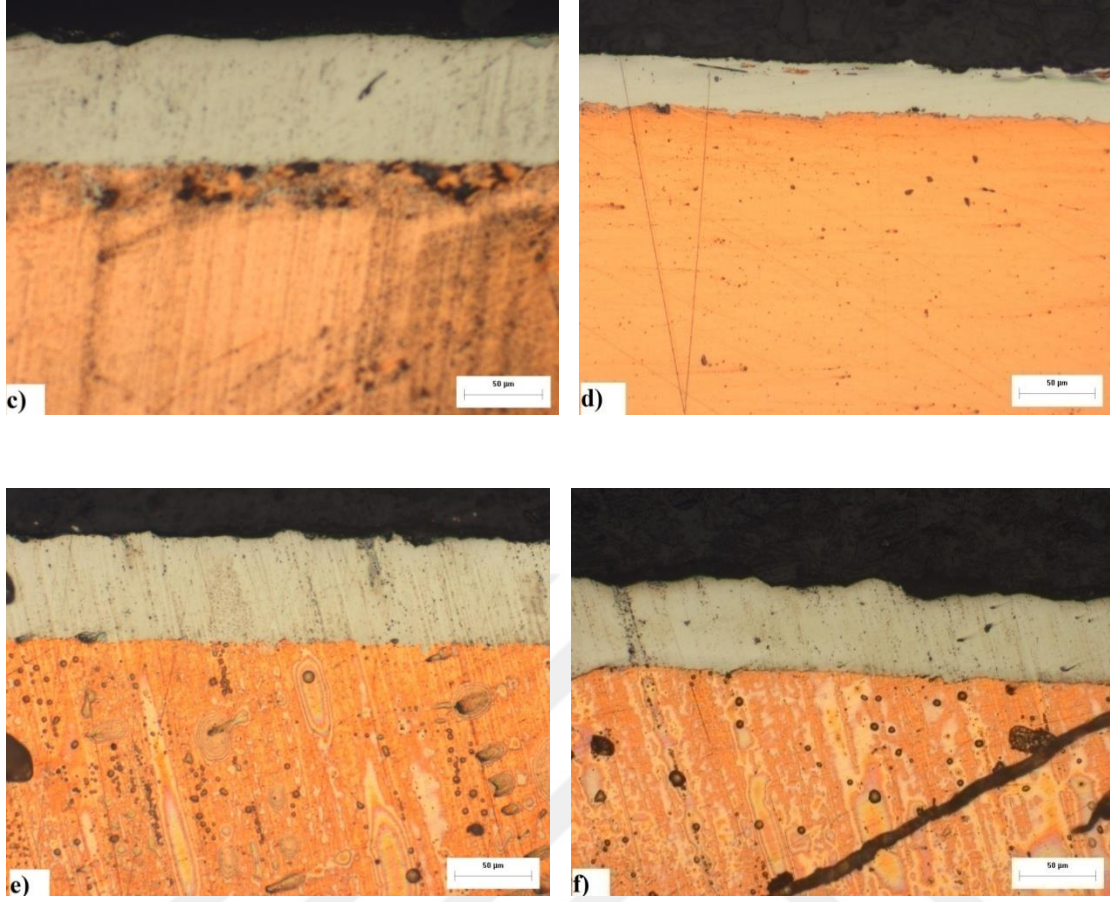
$3A/dm^2$ ve $7A/dm^2$ akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının görüntüleri incelendiğinde akım yoğunluğu arttıkça çözülen nikel miktarı artar dolayısı ile kaplama tabakasının daha kalın olduğu görülmektedir. Aynı zamanda akım yoğunluğun artması ile tabakada meydana gelen pürüzlü yapının da arttığı görülmektedir. Kaplama tabakasının yüzey pürüzlüğü başlığı altında daha detaylı bilgi verilmiştir. B_4C takviyeli yapılan akım türlerinde kaplama tabakasının daha kalın olduğu incelenmiştir (Şekil 7.11, Şekil 7.12).





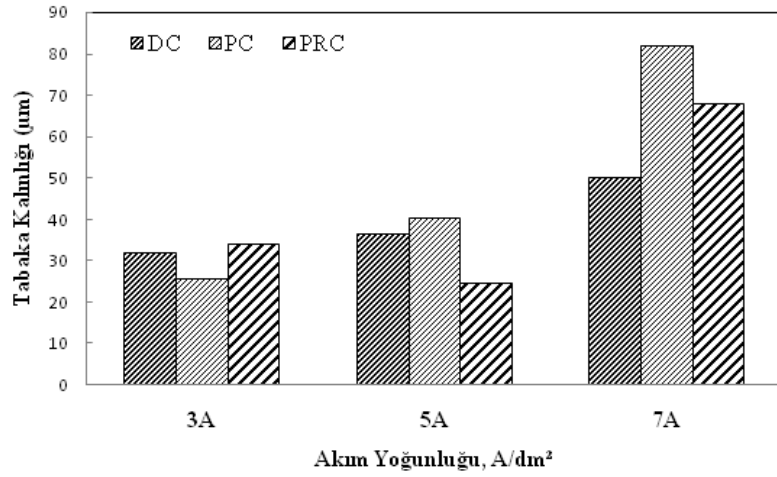
Şekil 7.11 a) DC, b) DC+B₄C, c) PC, d) PC+B₄C, e) PRC, f) PRC+B₄C 3A/dm² akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının 250x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.





Şekil 7.12 a)DC, b) DC+B₄C, c) PC, d) PC+B₄C, e) PRC, f) PRC+B₄C 7A/dm² akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının 250x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.

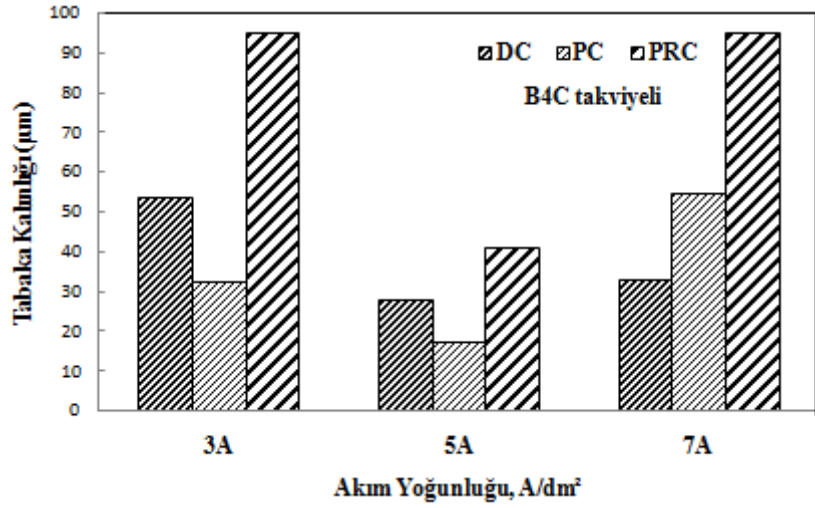
Kaplama tabakalarının kalınlıkları ölçüm probu kullanılarak ölçülmüş ve sonuçlar Şekil 7.13’de verilmiştir. Bu yöntemde manyetik ve eddy akımlarını kullanarak kaplama kalınlığı ölçümü yapılmaktadır. Şekil 7.13 incelendiğinde genellikle akım yoğunluğunun artması ile birlikte kaplama tabakasının kalınlığının arttığı görülmektedir. PRC akım türünde doğrusal bir artış olmamasının nedeni tahmin edilememiştir.



Şekil 7.13 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının kalınlık ölçümleri.

B₄C ilavesi ile üretilen kaplama tabakasında da durum benzerdir. Ancak B₄C katkılı kaplama tabakası ile katkısız tabakaların kalınlıkları karşılaştırıldığında; aynı şartlarda üretilmiş tabakanın kalınlığının yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bunun nedeni olarak kaplama esnasında yapı içerisine giren B₄C'ün tane büyümesini sağlaması, tane boyutunun daha büyük olmasıdır. B₄C'ün Ni-Co büyüme yönlerini etkilemesi sonucunda taneler farklı yönlerde büyümektedir. Kplama tabakasının farklı yönlerde büyümesi ile aynı şartlarda üretilen kaplama kalınlığında artış meydana gelmiştir (Şekil 7.14).

Borkar yaptığı bir çalışmada aynı şartlarda üretilen Ni ve Ni/MWCNT kaplama tabakalarının kalınlıklarını karşılaştırmış ve Ni kaplama tabakasının kalınlığının daha fazla olduğunu tespit etmiştir (Borkar 2010).



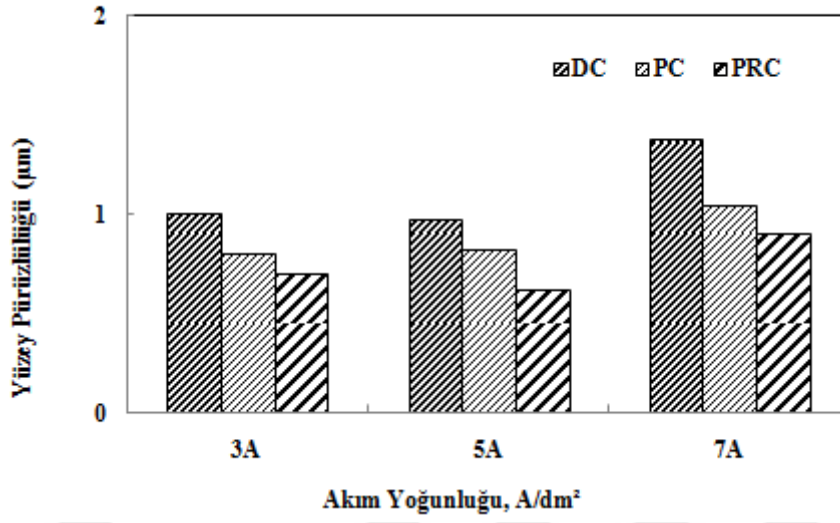
Şekil 7.14 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş B₄C takviyeli Ni-Co kaplama tabakasının kalınlık ölçümleri.

Çizelge 7.1 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabaka kalınlığının rakamsal değerleri.

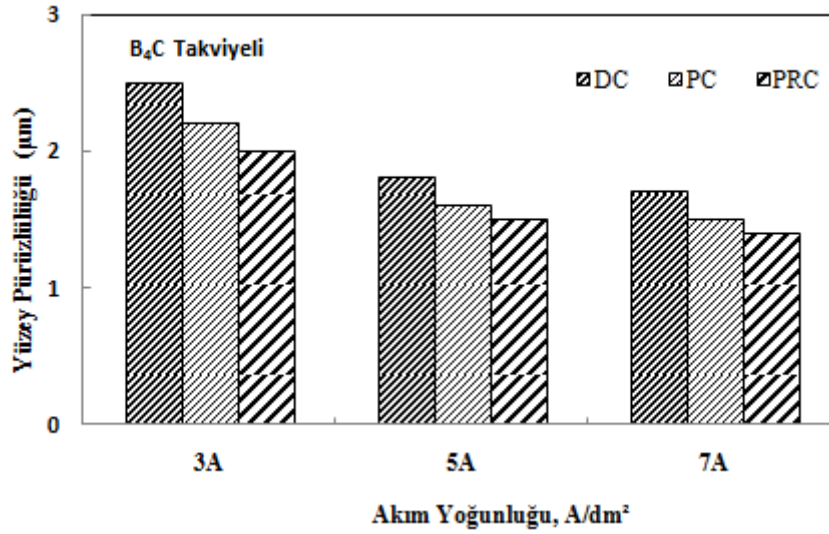
Akım Türü	3A	5A	7A
DC	31,7	36,4	50
PC	25,5	40,2	81,7
PRC	34	24,5	67,8
DC+B ₄ C	53,8	28,2	33
PC+B ₄ C	32,5	17,4	55
PRC+B ₄ C	95	41,131	95

7.4 Kaplamaların Yüzey Pürüzlükleri

Yüzey pürüzlülüğü sonuçları Şekil 7.15 ve Şekil 7.16'da grafik olarak verilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü grafiği incelendiğinde DC, PC ve PRC kaplamaların tümünde genellikle ortalama akım yoğunluğu 3A/dm^2 den 5A/dm^2 ye çıkması ile birlikte yüzey pürüzlülüğünde düşüş görülmüştür. Ortalama akım yoğunluğunun 5A/dm^2 üzerine çıkması ile birlikte yüzey pürüzlülüğünde ciddi bir artış meydana gelmiştir. Ancak bu değişim ile ortalama akım yoğunluğunun arasında lineer bir ilişki yoktur. Bunun nedeni akımın artmasından kaynaklı çözünen nikel miktarının fazla olması ve doğal olarak çözülen nikelin kaplama tabakasında fazla biriktirme oluşturduğu için kaplama tabakasının yüzey pürüzlülüğünü artırmıştır. DC, PC ve PRC akım türlerinde üretilen kaplamaların yüzey pürüzlükleri kıyaslandığında; en yüksek yüzey pürüzlülüğü DC de en düşük ise PRC de olduğu görülmektedir. Bu durumun nedeni daha öncede belirttiğimiz gibi PRC akım türünde oluşan partiküllerin daha küçük tane boyutuna bundan dolayı daha düzgün istif yoğunluğuna ve daha kompakt bir yapıya sahip olmasıdır.



Şekil 7.15 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş Ni-Co kaplama tabakasının yüzey pürüzlülük ölçümleri.



Şekil 7.16 DC, PC ve PRC akım türünde üretilmiş B₄C takviyeli Ni-Co kaplama tabakasının yüzey pürüzlülük ölçümleri.

8. TARTIŞMA VE SONUÇ

8.1 Sonuçlar

Bu tez çalışmasında elektrokimyasal kaplama yöntemi kullanılarak bakır altlıklar üzerine nikel-kobalt ve B₄C katkılı nikel-kobalt kaplamalar başarılı bir şekilde üretilmiştir. Optimum parametreler kullanılarak 3, 5 ve 7 A/dm²' de olmak üzere üç farklı akım yoğunluğunda ve DC, PC ve PRC olmak üzere üç farklı akım türünün Ni-Co ve Ni-Co/B₄C kaplama tabakalarına etkileri incelenmiştir. Üretilen kaplamalar Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), X-ışınları Difraksiyonu (XRD), Kaplama Kalınlığı Ölçüm Probu, Yüzey Profilometresi, yöntemleri kullanılarak analiz edilmiştir.

Bu tez çalışmasında başlangıçta hedeflenen; akım türünün değişimi ve B₄C katkısı Ni-Co kaplama tabakasının yapı, yüzey, mukavemet gibi özellikleri geliştirilmiştir. Bunların yanında aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

- Akım yoğunluğunun değişiminin Ni-Co ve Ni-Co kaplama tabakasının tane morfolojisini değiştirdiği görülmüştür.
- Ni-Co kaplamaların üretiminde akım türünün DC, PC ve PRC şeklinde değişimi, tane yapısını değişmesine neden olmuştur.
- B₄C ilavesinin tabaka kalınlığını arttırdığı görülmüştür.
- Yapı içerisine giren B₄C nano boyutta olduğu için XRD analiz incelemelerinde rastlanmamıştır. EDX analizi sonucunda Ni, Co yapı içerisine homojen dağıldığı takviyesiz Ni-Co tabakasında en yüksek Ni-Co miktarının ortalama akım yoğunluğunun 3A/dm² olduğu durumlarda görülmüştür. Ortalama akım miktarının 3A/dm² üzerinde olduğu durumlarda ortalama akım yoğunluğunun artması ile birlikte yapı içerisindeki Ni-Co miktarının azaldığı gözlemlenmiştir. 3A/dm² PRC akımın EDX analizi incelendiğinde çözelti homojen şekilde karışmadığı için yapı içerisinde kükürt gözlemlenmiştir.

- 3A/dm^2 akım yoğunluğunda elde edilen XRD analizi incelendiğinde NiSO_4 pik şiddeti de gözlemlenmiştir.
- Akım yoğunluklarının artması ile birlikte kaplama tabakasının kalınlığının genel olarak arttığı tespit edilmiştir. PRC akım türünde yüksek akım yoğunluklarında akım yoğunluğunun artması ile birlikte kaplama kalınlığı grafiğindeki lineerlik bozulmuştur. B_4C katkılı kaplama tabakası ile katkısız tabakaların kalınlıkları karşılaştırıldığında; aynı şartlarda üretilmiş katkısız tabakanın kalınlığının daha az olduğu görülmektedir.
- En düşük yüzey pürüzlüğü DC ve PC akım türlerinde ve ortalama akım yoğunluğunun 3A/dm^2 ve 5A/dm^2 olduğu şartlarda elde edilmiştir. B_4C katkısı yüzey pürüzlülüğünü artırmıştır.

8.2 Öneriler

- Ni-Co kaplama elektrolitinin içerisine Fe, Sm gibi manyetik özelliklere sahip elementler ilave edilip etkileri incelenebilir.
- Ni-Co kaplama üretiminde 5A/dm^2 ye yakın ara akım yoğunluğunun etkileri incelenebilir.
- Sıcaklık pH gibi farklı banyo parametrelerinin etkileri incelenmelidir.
- Banyo içerisine seramik veya metal tozları ilave edilerek sonuçları incelenebilir.
- Üretilmiş yapıları korozyon ve tribolojik özellikleri incelenebilir.

9.KAYNAKLAR

- Akarsu, C. (2009). Titanyum Diborür Katkılı Sıcak Preslenmiş Bor Karbür- Silisyum Karbür Kompozitlerinin Özelliklerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Borkar, R T. (2010). Electrodeposition of Nickel Composite Coatings. Yüksek Lisans Tezi Mechanical Engineering Mumbai University Mumbai, Maharashtra, India.
- Burakowski, T.V. and Wierzchon, T. (1999). Surface engineering of metals: principles, equipments, *Technologies*.498-507.
- Chang, L. M. AN, M. Z. S. Y., and Shi (2006).Microstructure and characterization of NiCo/Al₂O₃ composite coatings by pulse reversal electrodeposit. *Materials Chemistry and Physics*,**100(2-3)**: 395-399.
- Conde, O., Silvestre, A. J. And Oliveira, J. C. (2000). Influence of carbon content on the crystallographic structure of.
- Demirkesen, E.(1991). Kompozit Malzemeler. İTÜ Kimya Fakültesi, 1.Baskısı.1-5.
- Düzgün, E.(2007). Hetero çok çekirdekli komplekslerden elektrokimyasal yöntemler yardımıyla hazırlanan malzemelerin incelenmesi, Kimya anabilim dalı, Ankara.
- Endres, F., Abbott, A. P. and MacFarlane, D. R. (2008). Electrodeposition from ionic liquids. (1-3). Weinheim: WILEY-VCH Verlag Gmb Hand Co. KGaA.
- Ergün, N. (2006). Reaktif Sıcak Presleme Yöntemiyle B₄/Si Kompozitlerinin Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Evcin, A. (2006). Afyon Kocatepe Üniversitesi Kaplama Teknikleri Ders Notları.

- Gleiter, H.(2000). Nanostructured materials: basic concepts and microstructure. *Acta Materialia*, **48(1)**:1–29.
- Gleiter, H.(1995). Nano structured materials: state of the art and perspectives. *Nanostructured Materials*,**6(1–4)**:3–14.
- Kortman, W.(1986). En çok uygulanan yüzey işlemleri-karşılaştırmalı bir bakış, Çeviren: Yüksel, M.*Metalurji Dergisi*, **44**: 13-25
- Lee, W.-H., Tang, S.-C. and Chung, K.-C.(1999).Effects of direct current and pulse-plating on the co-deposition of nickel and nanometer diamond powder. *Surface and Coatings Technology*, **120–121**: 607–611.
- Medeliene, V.(2002). The influence of B₄C and SiC additions on the morphological, physical, chemical and corrosion properties of Ni coatings, *Surface and Coatings Technology*,**154**: 104-111.
- Mordechay, S. and Paunovic, M. (2010). Modern Electroplating University Of Windsor, Windsor Ontario.
- Özkan, İ. (2006). Nanoteknolojik yöntemler ile malzemenin yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi, Yüksek lisans tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Schwetz, K. A. (1999). Boroncarbide, boronnitride, and metal boride, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Sixth Editions, Wiley Verlag GmPH. Weinheim, Germany.
- Shi, L., Sun, C. F., Gao, P., Zhou, F., and Liu, W. M. (2006). Electrodeposition and characterization of Ni–Co carbon nanotubes composite coatings. *Surface and Coatings Technology*, **200(16–17)**: 4870–4875.

Steinbach, J. and Ferkel, H. (2001). Nano structured Ni-Al₂O₃ films prepared by DC and pulsed DC electroplating. *Scripta Materialia*, **44(8-9)**: 1813–1816.

Thevenot, F. (1990). Boron carbide-A comprehensive view. *Journal of the European Ceramic Society*, **6**: 205-225.

Yonar, Kenan İ.(1979) , Galvanoteknik, Milli Eğitim Basımevi, İstanbul.

İnternet Kaynakları

1. <http://www.galvanoteknik.org/form/dosyalar>, 13.01.2004
2. www.forumturka.net/forum/archive/index.php/t-75387.html, 21.05.2007
3. <http://www.fenveteknoloji.net>, 21.05.2007
4. <http://www.aof.edu.tr/kitap/ioltp/2282/unite14.pdf>, 24.04.2007
5. <http://www.galvanoteknik.org/form/Dosyalar>, 17.04.2008
6. <http://etd.lsu.edu/docs/available/etd-0419102-111029/>, 22.11.2013
7. <http://www.ultiemet.co.uk/index.php/electroless-plating>, 22.11.2013
8. <http://en.wikipedia.org/wiki/Copper>, 12.12.2013

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Demet YAVUZ
Doğum Yeri ve Tarihi : KARABÜK, 08.08.1990
Yabancı Dili : İngilizce
İletişim (Telefon/e-posta) : demety40@gmail.com

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Anadolu Meslek Lisesi, 2004-2007
Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi, Metal Öğretmenliği, 2009-2013
Yüksek Lisans : Afyon Kocatepe Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, 2013-2017

Yayınları (SCI ve diğer) : Nusrettin BARUT, **Demet YAVUZ**, Yusuf KAYALI, Borlanmış AISI 5140 ve AISI 420 Çeliklerinin Difüzyon ve Adhezyon Davranışlarının İncelenmesi, AKU J. Sci. Eng.14 (2014) 015701vol 14(1) (1-8), DOI: 10.5578/fmbd.7356.