

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

**ELEKTROLİTİK NANO SiC PARTİKÜL TAKVİYELİ  
NİKEL KOMPOZİTLERİNİN ÖZELLİKLERİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Met. ve Malz. Müh. Fatih KILIÇ**

**Enstitü Anabilim Dalı : MET. VE MALZ. MÜH.**

**Tez Danışmanı : Yrd.Doç. Dr. Serdar ASLAN**

**Haziran 2009**

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ELEKTROLİTİK NANO SiC PARTİKÜL TAKVİYELİ  
NİKEL KOMPOZİTLERİNİN ÜRETİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Met. ve Malz. Müh. Fatih KILIÇ

Enstitü Anabilim Dalı : MET. VE MALZ MÜH.

Bu tez 19 / 06 /2009 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.



Yrd.Doç. Dr. Serdar ASLAN  
Jüri Başkanı



Pror. Dr. Hatem AKBULUT  
Üye



Doç. Dr. Mahmut ÖZACAR  
Üye

## TEŞEKKÜR

Yapmış olduğum çalışmalarında, bana olan her türlü desteği ve yardımları için tez danışmanım Sayın Yrd.Doç. Dr. Serdar ASLAN'a teşekkür ederim.

Bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım Sayın Prof. Dr. Hatem AKBULUT'a ayrıca teşekkürü bir borç bilirim.

Her zaman yardımlarını esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Ahmet ALP'e da şükranlarımı sunarım.

Bu tezde yapılan çalışmaları 106M253 numaralı proje kapsamında destekleyen Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumuna (TÜBİTAK) teşekkür ederim.

Çalışmalarım boyunca benden daima desteğini esirgemeyen değerli dostlarım ve çalışma arkadaşlarım, Sayın Metalurji ve Malzeme Yüksek Mühendisi Harun Gül'e, Sayın Metalurji ve Malzeme Yüksek Mühendisi Arş. Gör. Mehmet UYSAL'a, Sayın Metalurji ve Malzeme Yüksek Mühendisi Arş. Gör. Ramazan KARSLIOĞLU'na Sayın Fizik Bilimi Uzmanı Fuat KAYIŞ'a teşekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü teknikeri Ersan DEMİR'e teşekkür ederim.

Bana her zaman sevgi, hoşgörü ve güvenlerini göstererek desteklerini esirgemeyen aileme ve tüm arkadaşlarıma da teşekkürü bir borç bilirim.

# İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER .....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	vii
TABLolar LİSTESİ.....	xiii
ÖZET.....	xiv
SUMMARY.....	xv
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2.	
KOMPOZİT MALZEMELER.....	3
2.1. Metal matrisli kompozit malzemeler.....	4
BÖLÜM 3.	
NANO METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMLER.....	6
3.1. Nano Metal Matrisli Kompozit Malzemelerin Üretim Yöntemleri..	7
3.1.1. Elektrolitik kaplama.....	7
3.1.2. Toz metalurjisi.....	8
3.1.3. Moleküler seviyede karıştırma.....	9
3.1.4. Plazma sprej kaplama.....	9
3.1.5. Soğuk sprej .....	10
3.1.6. İn situ.....	11
3.2. Nano Metal Matrisli Kompozit Malzemelerin Mekanik Özellikleri	11

## BÖLÜM 4.

ELEKTROLİTİK YÖNTEMLE ÜRETİLEN NANO METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELER .....	14
4.1. Elektrolitik Kaplamalar.....	14
4.1.1. Akımsız Kaplamalar.....	15
4.1.2. Akımlı Kaplamalar.....	16
4.1.2.1. Kaplamanın Kalitesine Etki Eden Faktörler.....	17
4.2. Elektrolitik Nano Nikel Metal Matrisli Kompozit Elektrolitik Kaplamalar.....	20
4.2.1. Üretim Metodları.....	23
4.2.1.1. Elektrolitik Nano Nikel Metal Matrisli Kompozit Akımsız Kaplamalar.....	23
4.2.1.2. Elektrolitik Nano Nikel Metal Matrisli Kompozit Akımlı Kaplamalar.....	26
4.2.2. Elektrolitik Nano Nikel Metal Matrisli Kompozit Kaplamaların Fiziksel Özellikleri.....	28
4.2.2. Elektrolitik Nano Nikel Metal Matrisli Kompozit Kaplamaların Mekanik Özellikleri.....	29
4.2.2. Elektrolitik Nano Nikel Metal Matrisli Kompozit Kaplamaların Aşınma ve Tribolojik Özellikleri.....	31
4.2.2. Elektrolitik Nano Nikel Metal Matrisli Kompozit Kaplamaların Uygulama Alanları.....	32

## BÖLÜM 5.

DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	33
5.1. Deneysel Prosedür.....	34
5.2. Ni-SiC Kompozit Kaplama Banyoları.....	35
5.3. Zeta Potansiyeli Çalışmaları.....	36
5.4. Karakterizasyon Çalışmaları.....	36
5.5. Mikrosertlik Çalışmaları.....	36
5.6. Tane Boyutu Ölçümü.....	37
5.7. Latis Distorsiyonu.....	37
5.8. Sürtünme ve Aşınma.....	37

5.8. Termal Genleşme ve Özdirenç Ölçüm Çalışmaları.....	37
<b>BÖLÜM 6.</b>	
<b>DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....</b>	<b>38</b>
6.1. Ni-SiC Kompozit Kaplamalar.....	38
6.1.1. Ni-SiC kompozit kaplamalarda yüzey aktif maddenin etkisi..	38
6.1.2. Ni-SiC kompozit kaplamalarda seramik partikül konsantrasyonunun etkisi.....	42
6.2. Mikro Sertlik Çalışmaları.....	45
6.3. Latis Distorsiyonu Hesabı.....	46
6.4. Sürtünme ve Aşınma.....	49
6.4.1. Ni-SiC kompozit kaplamalarda yüzey aktif madde miktarının aşınma ve sürtünme özellikleri üzerine etkisi...	49
6.4.2. Ni-SiC kompozit kaplamalarda çözeltideki partikül konsantrasyonunun aşınma ve sürtünme özellikleri üzerine etkisi.....	68
6.5. Termal Genleşme Çalışmaları.....	82
6.6. Özdirenç Çalışmaları.....	83
<b>BÖLÜM 7.</b>	
<b>SONUÇLAR.....</b>	<b>85</b>
8.1. Öneriler.....	86
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>88</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>97</b>

## SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

A	: Amper
A <sup>0</sup>	: Angstrom
C	: Karbon
CNT	: Karbon nano tüp
CTAB	: Cetyltrimethylammonium bromide
DC	: Doğru akım
H	: Hidrojen
HVOF:	: Yüksek hızlı oksî-yakıt
Hz	: Hertz
IEP	: İzoelektrik nokta
L	: Litre
M	: Metal
MMK	: Metal matrisli kompozit
MMNC	: Metal matrisli nanokompozit
N	: Newton
nm	: Nanometre
mg	: Miligram
PC	: Kesikli akım
PE	: Poli etilen
PTFE	: Poli tetra flor etilen
R	: Direnç
S	: Kükürt
Ω	: Ohm
°Bé	: Baume derecesi
µm	: Mikrometre

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Takviye elemanlarının şekline göre kompozitler.....	4
Şekil 3.1.	CNT hacim oranlarıyla a) mukavemetinin değişimi b) akma mukavemeti ve elastik modül değişimi.....	12
Şekil 4.1.	Akımsız Ni-P Kaplamanın Takviyesinde Kullanılan Parçacıkların SEM’de Görünüşü: (a) SiC, (b) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -I, (c) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -S, (d) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -fiber, (e) B.....	25
Şekil 4.2.	Ni-Co/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompozit kaplamaların a) termal genleşme katsayısı b) termal iletkenliği.....	28
Şekil 4.3.	Ni-SiC kompozit kaplamanın DSC eğrisi.....	29
Şekil 5.1.	Kaplama Düzeneginin Şematik Gösterimi.....	34
Şekil 6.1.	A3 kodlu banyodan elde edilen koyu (a) ve açık renk (b) bölgelerin EDS analizleri.....	38
Şekil6.2.	Yüzey aktif maddenin etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların kesitlerinden elde edilen SEM görüntüleri (x 2000, SED); a) 0 mg/l CTAB (A1), b) 100 mg/l CTAB (A2), c) 200 mg/l CTAB (A3), d) 300 mg/l CTAB (A4) ve d) 400 mg/l CTAB (A5).....	39
Şekil 6.3.	Yüzey aktif madde konsantrasyonuna bağlı olarak kaplama içerisine giren SiC miktarı grafiği.....	40
Şekil 6.4.	Yüzey aktif madde konsantrasyonu – Zeta potansiyeli ilişkisi.....	41
Şekil 6.5.	Partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların kesitlerinden elde edilen SEM görüntüleri (x2000, SED); a) 5 g/l SiC (B1), b) 10 g/l SiC (B2), c) 20 g/l SiC (B3) ve d) 30 g/l SiC (B4).....	42
Şekil 6.6.	Partikül konsantrasyonuna bağlı olarak kaplama içerisine giren SiC miktarı grafiği.....	43



Şekil 6.7.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalara ait X-ışını kırınım örgüleri analizi.....	44
Şekil 6.8.	Ni- SiC kompozit kaplamalara ait; yüzey aktif madde miktarı (a) ve çözeltideki partikül konsantrasyonuna bağlı olarak mikro sertlik değişimi grafikleri (kaplamaya giren partikül miktarları hacimce % olarak verilmiştir.).....	45
Şekil 6.9.	Ni- SiC kompozit kaplamalara ait; yüzey aktif madde miktarı (a) ve çözeltideki partikül konsantrasyonu (b) - % Distorsiyon ilişkisi.....	48
Şekil 6.10.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 0 mg/l CTAB (hacimce %1.26 SiC), b) 100 mg/l CTAB (hacimce %1.67 SiC), c) 200 mg/l CTAB (hacimce %8.47 SiC) d) 300 mg/l CTAB (hacimce %10.05 SiC) e) 400 mg/l CTAB (hacimce %11.37 SiC).....	49
Şekil 6.11.	a) Yüzey aktif madde (HPB) konsantrasyonu – Aşınma hızı grafiği b) Yüzey aktif madde (HPB) konsantrasyonu – Sürtünme katsayısı grafiği.....	52
Şekil 6.12.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 0 mg/l CTAB (hacimce %1.26 SiC), b) 100 mg/l CTAB (hacimce %1.67 SiC), c) 200 mg/l CTAB (hacimce %8.47 SiC) d) 300 mg/l CTAB (hacimce %10.05 SiC) e) 400 mg/l CTAB (hacimce %11.37 SiC).....	53
Şekil 6.13.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 0 mg/l CTAB (hacimce %1,26 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	56

Şekil 6.14.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 0 mg/l CTAB (hacimce %1,26 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	57
Şekil 6.15.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 100 mg/l CTAB (hacimce %1,67 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	58
Şekil 6.16.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 100 mg/l CTAB (hacimce %1,67 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	59
Şekil 6.17.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 200 mg/l CTAB (hacimce %8,47 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	61
Şekil 6.18.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 200 mg/l CTAB (hacimce %8,47 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	62
Şekil 6.19.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 300 mg/l CTAB (hacimce %10,05 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	63

Şekil 6.20.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 300 mg/l CTAB (hacimce %10,05 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	64
Şekil 6.21.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 300 mg/l CTAB (hacimce %11,37 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	66
Şekil 6.22.	CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 300 mg/l CTAB (hacimce %11,37 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s.....	67
Şekil 6.23.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 5 g/l SiC (hacimce %4,1 SiC), b) 10 g/l SiC (hacimce %4,54 SiC), c) 20 g/l SiC (hacimce %10,05 SiC) and d) 30 g/l SiC (hacimce %9,32 SiC).....	69
Şekil 6.24.	a) Çözeltideki partikül konsantrasyonu – Aşınma hızı grafiği b) Çözeltideki partikül konsantrasyonu – Sürtünme katsayısı grafiği	71
Şekil 6.25.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 5 g/l SiC (hacimce %4,1 SiC), b) 10 g/l SiC (hacimce %4,54 SiC), c) 20 g/l SiC (hacimce %10,05 SiC) and d) 30 g/l SiC (hacimce %9,32 SiC).....	72
Şekil 6.26.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 5 g/l SiC (hacimce %4.1 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 0.50 mm/s b) 1.0 mm/s c) 1.50 mm/s hız .....	73

Şekil 6.27.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 5 g/l SiC (hacimce %4.1 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 0.50 mm/s b) 1.0 mm/s c) 1.50 mm/s hız .....	74
Şekil 6.28.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 10 g/l SiC (hacimce %4.54 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 0.50 mm/s b) 1.0 mm/s c) 1.50 mm/s hız .....	76
Şekil 6.29.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 10 g/l SiC (hacimce %4.54 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 0.50 mm/s b) 1.0 mm/s c) 1.50 mm/s hız .....	77
Şekil 6.30.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 20 g/l SiC (hacimce %10,05 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 0.50 mm/s b) 1.0 mm/s c) 1.50 mm/s hız .....	78
Şekil 6.31.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 20 g/l SiC (hacimce %10,05 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 0.50 mm/s b) 1.0 mm/s c) 1.50 mm/s hız .....	79
Şekil 6.32.	Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 30 g/l SiC (hacimce %9,32 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 0.50 mm/s b) 1.0 mm/s c) 1.50 mm/s hız .....	80

Şekil 6.33. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 30 g/l SiC (hacimce %9,32 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SED); a) 0.50 mm/s b) 1.0 mm/s c) 1.50 mm/s hız .....	81
Şekil 6.34. Ni ve Ni-SiC (hacimce % 10,05 SiC) kompozit kaplamalara ait termal genleşme eğrileri .....	83
Şekil 6.35. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC (B) kompozit kaplamalara ait öz direnç değerleri (% değerleri kaplama tabasındaki hacimce partikül miktarını göstermektedir).	84

## TABLolar LİSTESİ

Tablo 3.1.	Farklı matriksler içerisinde CNTlerin mukavemet artışına etkisi.....	12
Tablo 5.1.	Kaplama banyosunda kullanılan çeşitli katkıların ve kimyasalların banyodaki görevleri.....	35
Tablo 5.2.	SiC nano partikül ilave edilmiş elektrolitik kompozit kaplama banyoları çalışma koşulları.....	35

## ÖZET

Anahtar Kelimeler: Elektrolitik kompozit kaplama, nano MMK, SiC partikül dağılımı, sertlik, aşınma

Bu çalışmada; Ni/SiC metal matrisli kompozit kaplamalar, nano-SiC partiküller içeren geliştirilmiş bir watt's tipi kaplama banyosu kullanılarak doğru akım kaplama yöntemiyle elde edilmiştir. SiC nano partikül miktarı ve yüzey aktif madde miktarı parametrelerinin optimize edilerek aglomere olmamış ve yüksek hacim oranlı Ni kaplamaların elde edilmesi hedeflenmiştir. Ni kaplamalar düşük yüzey sertliğine sahip oldukları için, bu uygulamayla; kalıplar, takımlar ve otomobiller ile mikro aygıtların farklı parçalarına yeni malzeme sağlaması hedef alınmıştır. Ortalama boyutu 0,1-1  $\mu\text{m}$  olan SiC partiküller çelik altlıklar üzerine Ni matris ile birlikte biriktirilmiştir. Kaplamaların karakterizasyonu taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve X ışını difraksiyonu (XRD) imkanları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen kaplamaların sertliği Ni matris içerisindeki partikül hacmine bağlı olarak 338-571 Hv arasında ölçülmüştür. Yüzey aktif maddelerin zeta potansiyeline etkisi, Ni matris içerisindeki SiC partiküllerinin biriktirilmesi ve dağılımına etkileri incelenmiştir. Kaplama tabakasında artan SiC partikül miktarı ile aşınma dayanımının arttığı, ancak yüzey aktif madde miktarının 300 mg/l üzerinde olması durumunda düştüğü anlaşılmıştır.

# **PROPERTIES OF NANO SiC PARTICLE REINFORCED NICKEL COMPOSITES BY ELECTROCODEPOSITION**

## **SUMMARY**

Keywords: Electrocodeposition, hardness, nano MMC, particle distribution, process optimization, wear

In the present work, Ni/SiC metal matrix composite (MMC) coatings were prepared from a modified Watt's type electrolyte containing nano-SiC particles by direct current (DC) plating method. It was aimed to develop optimum process parameters of SiC content, and surfactant quantity for obtaining non-agglomerated and high volume of ceramic particles in the deposited Ni matrix. Since Ni coatings have low surface hardness, this application is thought to provide new materials for dies, tools and different parts for automobiles and microdevices. SiC nano particles with average particle size of 0,1-1  $\mu\text{m}$  were co-deposited with nickel matrix on the steel substrates. The characterization of the coatings was investigated by scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) facilities. The hardness of the resultant coatings was also measured and found to be 338 – 571 Hv depending on the particle volume in the Ni matrix. The effects of the surfactant on the zeta potential, co-deposition and distribution of SiC particles in nickel matrix were investigated. The wear resistance was found to increase with increasing particle content at the deposited layer, however increasing surfactant ratio beyond 300 mg/l was found to reveal inverse effect.



## BÖLÜM 1. GİRİŞ

Günümüzde özellikle otomotiv, uzay, denizcilik, demiryolu taşımacılığı ve spor malzemeleri gibi endüstriyel sanayi alanlarının birçoğunda, kompozit malzemelerin geleneksel malzemelerin yerine kullanımları gün geçtikçe artarak devam etmektedir. Bu artışın nedeni olarak kompozit malzemelerin, düşük özgül ağırlıklarına karşı sergiledikleri mükemmel dayanım özellikleri gösterilebilir. Bunun yanında istenilen dayanım özelliklerinde farklı kombinasyonlar da üretilebilmeleri, yorulma, tokluk ve yüksek sıcaklıklarda göstermiş oldukları dayanım özellikleri ile oksidasyon ve aşınma dayanımlarının yüksek olması gibi nedenler de kompozitlerin kullanım alanlarının artış nedeni olarak söylenebilir [1].

Kompozit malzemelerin mikron altında ( $10^{-7}$  m) homojen olmayan bir şekilde hazırlanması nanokompozit malzeme olarak isimlendirilmiştir. Nanokompozit malzemelerle, malzemelerin mekanik özellikleri, optik, elektriksel, manyetik ve kimyasal özellikleri gibi birçok fonksiyonel özelliğin diğer malzemelerde görülmeyen bir şekilde iyileştirilmesi ve geliştirilmesi amaçlanmıştır [2].

Dünya ekonomisinde metal kullanımının artışına paralel olarak, bu metallerin tahrip olma tehlikesi de artmaktadır. Modern yüzey teknolojisinin esas amacı; endüstriyel, taşıma ve servis araç gereçlerinin ömrünü arttırmak ve bunlara uygun olarak dekoratif ve fonksiyonel kaplamalar sunmaktır.

Kaplama teknolojilerinde bu yüzden son yıllarda hızlı bir gelişme meydana gelmiştir. Bunun tek nedeni ise kaplamaların malzeme özelliklerine kazandırdığı fonksiyonel üstünlüklerdir. Pratikte bu amaç için nikel büyük kullanım alanına sahiptir. Günümüzde nikel kaplama modern yüzey teknolojisinin en çok kullanılan proseslerinden biri haline gelmiştir [3].

Elektrolitik metal kaplama banyolarından akım geçirilerek elde edilen elektrolitik nikel kaplamalar 19. yüzyıldan beri metal yüzeylerini korozyondan korumak veya onlara dekoratif ve mühendislik özellikleri kazandırmak amacıyla kullanılmaktadır [4].

Kompozit kaplama 1962'de Gazon tarafından literatürde ilk bahsi geçtiğinden günümüze kadar iyice geliştirilmiştir. Bu tür kaplamalar yüksek hızlı oksit-yakıt (HVOF) termal püskürtme, plazma püskürtme, lazerle giydirme, sıcak izostatik presleme, fiziksel ve kimyasal buhar biriktirme yöntemlerinden bir veya birkaçının kombinasyonu şeklindeki tekniklerle üretilebilmektedirler [5]. Kompozit kaplamalar metallerin aşınma direnci, korozyon direnci, sertlik, yüksek sıcaklık dayanımı gibi özelliklerini geliştirmek için yapılmaktadır.

Elektrolitik yöntemle kompozit kaplama üretimi son yirmi yılda geliştirilmiş olup mikron veya nano boyutlardaki partiküllerin bir kaplama çözeltisine ilave edilip, bu partiküllerin katotta alayım ya da metal matriks ile birlikte çöktürülmesi ile elde edilir [5, 6].

$Al_2O_3$ ,  $Si_3N_4$ , SiC,  $CeO_2$ ,  $Cr_2O_3$ ,  $B_4C$ ,  $MoS_2$ ,  $ZrO_2$ ,  $TiO_2$ , WC vb. içeren seramik tozların kullanıldığı literatürde ifade edilmektedir [3-7]. Bunların kullanımındaki genel amaç kaplamanın fiziksel ve mekanik birçok özelliklerinin önemli şekilde iyileştirilmesidir. İlaveten poli tetra flor etilen (PTFE) ve poli etilen (PE) gibi polimer partikülleri de sürtünme katsayısını azaltmak suretiyle kompozit yüzeyini yapışkan olmayan hale getirmek içinde kullanılmaktadır [7].

## **BÖLÜM 2. KOMPOZİT MALZEMELER**

Son yıllardaki gelişmelere bakarak kompozit malzemelerin kullanımlarının hızla yaygınlaştığını ve bu hızın giderek artacağını söylemek mümkün gözükmektedir.

Bu gelişime neden kompozit malzemelerin yüksek dayanım/yoğunluk ve yüksek elastik modülü/yoğunluk oranıdır. Bu nedenle de spesifik uygulama alanlarında kullanımları hızla artmaktadır.

### **Kompozit Malzemeler**

1. şekil ve/veya kimyasal bileşimleri farklı,
2. birbiri içerisinde pratik olarak çözünmeyen,
3. iki veya daha fazla sayıda makrobileşenin

kombinasyonudur.

Kompozit malzeme: Matris + Takviye elemanı

Matris fazının temel görevi, takviye elemanlarını bir arada tutmak ve dışarıdan malzemeye uygulanan yükleri takviye elemanlarına transfer etmektir.

Takviye elemanının temel fonksiyonu ise gelen yükü taşımak ve matrisin rijitlik ve dayanımını arttırmaktır [8,9].

Kompozit malzemeler,

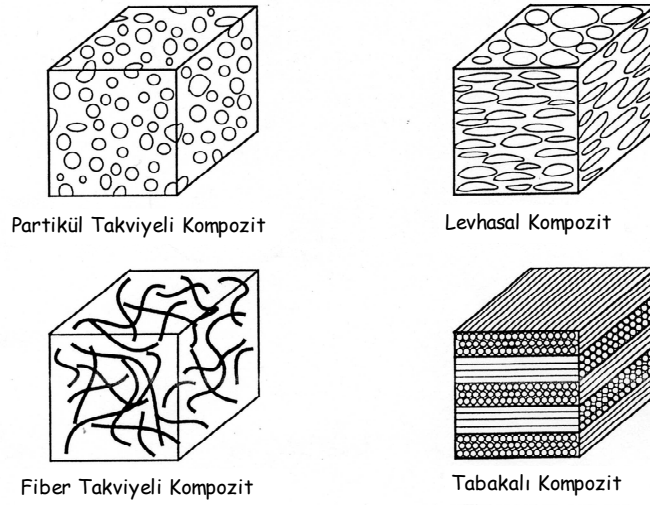
Kullanılan matris malzemesine göre:

4. Metal matrisli kompozitler (MMK)
5. Polimer matrisli kompozitler (PMK)
6. Seramik matrisli kompozitler (SMK)

## 7. Karbon-Karbon kompozitler

Takviye elemanlarının şekline göre:

1. Fiber takviyeli kompozitler,
2. Partikül takviyeli kompozitler,
3. Levhasal kompozitler,
4. Tabakalı kompozitler.



Şekil 5.1 Takviye elemanlarının şekline göre kompozitler [8]

### 2.1. Metal matrisli kompozit malzemeler

Metal Matrisli Kompozit (MMK) malzemeler, genelde iki bileşenden meydana gelmektedirler. Bunlardan biri metal matris (genelde bir metal alaşımıdır), diğeri takviye malzemesidir (genel olarak bir metaller arası bileşik, bir oksit, karbür veya bir nitrür) [20].

Metal matrisli kompozitler, özellikle oksitli ortamlarda ve yüksek sıcaklık uygulamalarında üstün özellik gösterirler.

Alüminyum, Magnezyum, Titanyum, Demir, Nikel, Tungsten ve bunların alaşımları ile bazı süper alaşımlar matris malzemesi olarak kullanılan en yaygın metallerdir.

Takviye olarak kullanılan malzemeler ise; sürekli fiber, kısa fiber, whisker veya partikül şeklinde üretilen, örneğin; bor, karbon, silisyum karbür ve alümina gibi seramikler veya çelik, tungsten gibi bazı tellerdir.

MMK malzemeler hakkında bilgiler daha eski yıllara dayanmasına rağmen, bu malzemelerin kullanımları son yıllarda yaygınlaşmıştır. MMK malzemelerin yerlerine kullanıldıkları metal ve diğer bazı malzemelere göre avantajları vardır [10]. Bunları aşağıdaki gibi sıralamak mümkündür;

1. Yüksek elastik modüle sahiptirler,
2. Yüksek sıcaklıklarda çalışabilirler,
3. Yüksek mukavemet (çekme, basma, aşınma, sürünme ve kayma) gösterirler,
4. Düşük yoğunluk değerleri verirler,
5. Metallerin süneklik ve tokluk, seramiklerin yüksek mukavemet ve yüksek modül özelliklerini birleştirirler,
6. Tekrar üretilebilir mikroyapı ve özelliklere sahiptirler,
7. Sıcaklık değişikliklerine veya termal şoka karşı düşük hassasiyet gösterirler,
8. Yüksek yüzey dayanıklılığı ve yüzey akışlarına karşı düşük hassasiyete sahiptirler,
9. Yüksek elektrik ve termal iletkenlik özellikleri mevcuttur.

## **BÖLÜM 3. NANO METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMLER**

Nanokompozit malzemeler makroskobik boyuttaki bir malzeme içerisine nano partiküllerin ilavesiyle oluşmuştur. Nanoteknoloji ile bu alan giderek büyüme göstermiştir. Nanopartiküllerin matris içerisine eklenmesiyle, özelliklerin nanokompozitlerde önemli bir şekilde arttığı gözlenmiştir. Örneğin karbon nanotüplerin ilavesiyle elektriksel ve termal iletkenlik özelliği gelişmiştir. Farklı nanopartiküllerle optik özellik, dielektrik özelliği veya sertlik, mukavemet gibi mekanik özelliklerin gelişmesi de sağlanabilir. Genellikle nanocisim proses boyunca matris içerisine disperse olur [11].

Metal nano-kristal matris içine nano boyutlu seramik partiküller yada fiberler içeren nanokompozit malzemeler son yıllarda sıklıkla çalışılmaya başlanmıştır [12-14]. Metal matrisli nanokompozitler (MMNC) geniş matris (alüminyum, titanyum, bakır, nikel ve demir vb.) ve ikinci faz partikül (borürler, karbürler, nitürler, oksitler vb.) aralığında üretilebilmektedirler. Stabil nanoboyutlu seramik takviyeler nedeniyle MMNC'ler mükemmel mekanik özellikler sergilerler.

MMNC, sert seramik takviyelerin sünek bir metal veya alaşım matris içerisine ilave edildiği bir malzeme çeşididir. MMNC'ler, kayma ve basma için daha yüksek mukavemete ve yüksek servis sıcaklık kapasitesine yol açan metalik özellikler (süneklik, tokluk) ile seramik karakteristikleri (yüksek mukavemet ve modül) kombine ederler.

Süreksiz takviye içeren MMNC ailesi partiküller, viskerler ve kısa fiberleri içerir. Son zamanlarda, MMNC'lerin bu sınıfı önemli ölçüde ilgi çekmiştir, bunun nedenleri ise; (a) çeşitli takviye tiplerinin karşılanabilir maliyetlerde elde edilebilmesi, (b) tekrar üretilebilir mikroyapı ve özellikler sağlayan çeşitli proses

yöntemlerinin başarılı bir şekilde gelişmiş olması ve (c) bu kompozitleri üretebilmek için standart veya standarda yakın metal işleme metodlarının varlığıdır. Partikül takviyeli kolay üretim, daha düşük maliyet ve izotropik özellikleri nedeniyle özel ilgi görmektedirler. Geleneksel olarak, süreksiz takviyeli MMNC'ler toz metalurjisi, sprey kaplama, mekanik alaşımlama (MA), ve çeşitli döküm teknikleri gibi çeşitli yöntemlerle üretilebilmektedirler. Bütün bu teknikler seramik takviyelerin ergimiş veya toz formdaki metal matrise ilavesine dayanır. Geleneksel MMNC'ler için, takviye fazları kompozit üretiminden önce ayrıca hazırlanır. Bu açıdan, takviye fazının boyutu başlangıç toz boyutu ile sınırlıdır. Üstesinden gelinmesi gereken diğer engeller ise, takviye ile matris arasındaki arayüzey reaksiyonları ve takviyelerin yüzey yapısı nedeniyle matris ile takviye arasındaki zayıf ıslatılabilirliktir.

MMNC malzemelerin özelliklerinin matris-takviye arayüzeyinin doğası kadar takviyelerin boyutu ve hacim oranı tarafından kontrol edildiği iyi bilinmektedir. Optimum mekanik özellikler ince ve termal olarak kararlı seramik partiküllerin metal matris içerisinde homojen olarak dağılmasıyla sağlanır [14].

### **3.1. Nano Metal Matrisli Kompozit Malzemelerin Üretim Yöntemleri**

#### **3.1.1. Elektrolitik kaplama**

Elektrolitik birlikte biriktirme yöntemi nano-kristal yapıları metal matrisli kompozit malzemeler elde etmek için önde gelen yöntemlerdendir [15]. Yöntemin başlıca avantajları şu şekilde sıralanabilir; tamamıyla yoğun numune üretebilme, çok az boyut ve şekil sınırlaması, yüksek üretim hızı ve çok çeşitli kompozitleri nano-kristal olarak elde edebilme. Proses sırasında üretilecek malzemenin tane boyutu; banyo bileşimi, pH, sıcaklık ve akım yoğunluğu gibi kaplama parametreleri vasıtasıyla kontrol edilebilir. Yöntemin bir önemli avantajı da araştırma laboratuvarlarından teknolojiye transferinin kolay olmasıdır [16].

### 3.1.2. Toz metalurjisi

Toz metalurjisi ile nanokompozit üretimi elde edilen malzemenin sağladığı üstün elastik modül, süneklik, akma ve çekme mukavemeti özellikleri nedeniyle tercih edilen bir yöntemdir [17]. Nanokompozit malzemeler geliştirme açısından toz metalurjisi önemli bir yöntem olmasının yanında bazı problemlerde doğurmaktadır; istenilen nano yapının yitirilmesine neden olan tane kabalaşması, nano takviyelerin homojen dağıtılmasındaki zorluklar, nanokompozit tozların yüksek aglomerasyon eğilimi, önemli orandaki partiküller arası sürtünme gibi [18]. Nanokompozit üretiminde halen en yaygın olarak karşılaşılan bir sorun, aktivitesi ve aglomerasyon eğilimi fazla olan nanopartikülleri takviye fazı olarak homojen bir şekilde dağıtmaktır. Aslında, benzeri bir aglomerasyon toz metalurjisinde takviye partiküller matris tane boyutundan küçük olduğunda gözlenir [19]. Literatürde bu sorunu aşmak için en yaygın olarak kullanılan toz metalurjisi ile Nanokompozit elde etme yöntemi “bilyalı değirmen” dir [20-24].

Toz metalurjisi tekniği, üretimde sıkıştırma kuvvetlerinin ve yüksek sıcaklıklarda matrisin yumuşamasının avantajlarını kullanabilmek için sıcak ekstrüzyon kullanıldığında oldukça homojen bir yapı sağlamaktadır [25].

Karbon nanotüp (CNT) takviyeli metal matrisli nanokompozit malzemeler geleneksel toz metalurjisi işlemiyle üretilebilmektedir. Bu işlemde matris tozları ile karbon nano tüpler karıştırılır ve daha sonra sinterleme veya sıcak presleme işlemine tabi tutulur. Bununla birlikte bu teknikte karbon nanotüpler matris içerisine homojen olarak disperse edilememişlerdir. Karbon nanotüpler güçlü bir şekilde aglomere olmaktadır. Bunun sebebi karbon nano tüp içerisinde vander walls bağ kuvvetinin oluşmasıdır. Ayrıca, CNT/metal nanokompozitlerin geleneksel yöntemle üretildiğinde çoğu karbonnanotüpün karıştırma sonrasında metal tozlarının yüzeyine yerleşmektedir. Geleneksel prosesler matris malzemesinden veya toz yüzeyi boyunca difüzyonu engeller, bu yüzden CNTler bozulmadan veya toz yüzeyinden ayrılmadan gerçekleşmez. Sinterleme mükemmel gerçekleşmişse, CNTlerin birçoğu matris tane sınırında konumlanmıştır ve malzeme performansında önemli bir şekilde iyileşme gerçekleşmiştir. Aynı zamanda prosesle ilgili en önemli konu CNT ve matris



arasındaki arayüzey mukavemetidir. CNT/metal ve CNT/seramik nanokompozitlerde arayüzey mukavemetin yüksek olması beklenebilir çünkü CNT ile matris bir bütünlük oluşturmuştur [11].

### 3.1.3. Moleküler seviyede karıştırma

2005 yılında, Cha ve arkadaşları [11] alışılmamış bir prosesle Cu/CNT nanokompozit üretmeyi denemiştir. Sistem temel olarak geleneksel toz metalurjisi yerine bir çözelti içinde matriks malzemesi ve takviyenin moleküler seviyede karıştırılmasıdır. Bu yöntemle CNT/Cu kompozit tozları üretilmektedir. Bu kompozit tozlardan CNT ilk olarak bakır tozları içine yerleşir daha doğrusu onların yüzeylerinin üzerine yerleşir. CNT'lerin homojen bir dağılım sağlamasıyla CNT ve Cu arasında kimyasal bağ oluşur ve bu bağ yüksek arayüzey mukavemeti sağlar. CNT/Cu kompozitleri bu prosesde 4 adımda üretilir. İlk adımda CNT tozlar termal buhar biriktirme yöntemiyle üretilir ve daha sonra etanol veya su ile CNT yüzeyleri birleştirme için uyumlu hale getirilir. İkinci adım da bakır iyonları içeren bakır asetat CNT içinde dağıtılır. Çözelti böylece askıdaki CNTlerden, çözüldükten ve metal iyonlarından oluşmaktadır. Sesli titreşim özelliği kullanılır, bu da çözeltideki bakır iyonlarının dispersiyonuna yardım eder, CNTler bakır iyonlarının arasına girer ve bakır iyonları ile CNT'lerin yüzeyleri arasındaki reaksiyona yardım eder. Üçüncü adımda 100-200C ye kadar ısıtılarak çözelti kurutulur. Proses boyunca çözelti ve iyon atomları toz biçiminde oksitlenmiş CNT'ler üzerine bakır iyonları yer değiştirir. Dördüncü ve son adımda kimyasal kristalin tozlar elde edilir. Tozlar üçüncü adımda genellikle CuO ve Cu<sub>2</sub>O karışımı olarak elde edilir. Bu tozlar 300C de hava da ısıtılarak (CNT/CuO) değiştirilir daha sonra bir hidrojen atmosferi altında indirgenerek CNT/Cu kompozitleri elde edilir. Dördüncü adımdan sonra homojen bir dispersiyon prosesi oluşmaktadır [11].

### 3.1.4. Plazma sprey kaplama

Literatürdeki birçok çalışma göstermektedir ki plazma sprey kaplama CNT takviyeli metal ve seramik nanokompozitler üretmek için uygun bir yöntemdir [26-28].

Bakshi ve arkadaşları [27] yaptıkları çalışmada, çelik altlıklar üzerine plazma sprej kaplama metodu ile Al-Si/CNT nanokompozit kaplamışlardır. Öncelikle, Al-Si ötektik alaşım tozları inert gaz atomizasyon yöntemiyle üretmiş; ardından, Al-Si tozlar ve CNT'ler polivinil alkol ile sulu çamur elde etmek için karıştırmışlardır. Hazırlanan sulu çamurlar sprej kurutmaya maruz bırakılmışlardır. Sprej kurutma süresince, bulamaç sıcak gaz akışı altında damlaçıklar halinde plazma odasında atomize olmuşlar ve büyük aglomereler halinde kurutulmuşlardır. Hazırlanan aglomereleri çelik altlıklar üzerine plazma sprej kaplama metodu ile biriktirmişlerdir. Sonuçta, ağırlıkça %5 ve %10 CNT ilave edilen kaplamaların elastik modülünün sırasıyla %19 ve %39 arttığı gözlenmiştir.

### 3.1.5. Soğuk spreyleme

Soğuk gaz dinamik spreyleme (veya soğuk spreyleme) geleneksel termal sprej teknikleriyle karıştırıldığında düşük birikme sıcaklığı nedeniyle nanokristalin metalik malzemelerin biriktirilmesinde önemli bir yöntemdir [29, 30]. Bu yöntemle üretilen kaplamalar yüksek iletkenlik, korozyon direnci ve mukavemet sağlarlar. Soğuk sprej çok düşük porozite seviyesi (<%0,1) nedeniyle toz metalurjisi yöntemine mükemmel bir alternatif olabilir [29]. Literatürde alüminyum, nikel, bakır, kobalt, demir alüminit, alümina, tungsten karbür, titanyum borür, CNT gibi tozların soğuk spreylemede kullanılabildiği görülmektedir [30-33].

Soğuk spreylemenin anlamı; partiküllerin sıcaklığının spreylene malzemelerin ergime noktalarından çok daha düşük olmasıdır. Partiküllerin yüksek hızı (300-1200 m/s) kaplamanın oluşumu için en önemli etkidir. Yüksek sıcaklık spreyleme metodlarında jetin sıcaklığı birkaç binlere ulaşabilir ve bir tozun partikülleri altlığa hareketi sırasında çarpıcı bir biçimde değişir. Birçok araştırmacı soğuk spreyleme ile üretilen metalik kaplamaların nanokristalin yapısından bahsetmiştir [30, 34, 35]. Fiziksel özellikleri benzemeyen iki veya daha fazla çeşit partikülün eşzamanlı spreylene mesisi yüksek kaliteli bir kaplama oluşmasını sağlayamaz. Kompozit tozları elde etmek için, ayrı fazların tozları başlangıç malzemesi olarak kullanıldığında karıştırma ve aglomerasyon gibi özel işlemler gereklidir. Nano yapılı tozlar elde etmek için yüksek enerji mekanik öğütme kullanılabilir [30, 37].

### 3.1.6. İn situ

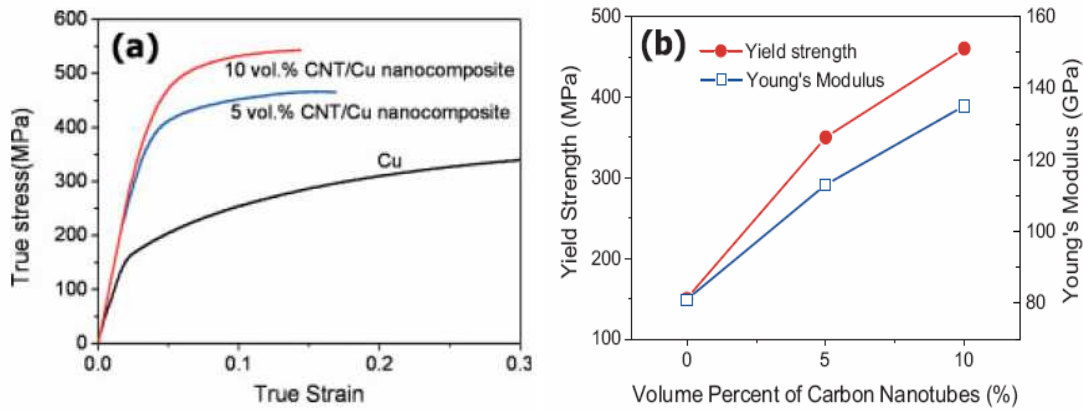
Optimum mekanik özellikleri sağlamak için takviye fazın matris içerisinde homojen dağılması gerekliliği gibi nedenlerden dolayı, kompozit üretimi sırasında elementler veya element ve bileşikler arasındaki kimyasal reaksiyonlar tarafından metal matris içerisinde sentezlenen takviye fazlar içeren in situ MMNC'ler geliştirilmiştir. Geleneksel metotlarla üretilen MMNC'ler ile karşılaştırıldığında çeşitli avantajlara sahiptir: (a) yüksek sıcaklık işlemlerinde daha az bozulmaya neden olan, takviye fazlarının matris içinde termodinamik olarak stabil olarak oluşması; (b) kuvvetli arayüzey bağının sonucu olarak temiz takviye-matris arayüzeyi; (c) daha iyi mekanik özellikler sağlayan, takviye fazlarının matris içinde oluşurken daha homojen ve ince boyutlu olması.

İN situ MMNC'lerin geniş uygulamalar için büyük potansiyeli geçen on yılda çeşitli üretim tekniklerinin geliştirilmesiyle sonuçlandı. Bu yöntemler kullanılarak, in situ nanokompozitler geniş matris (alüminyum, titanyum, bakır, nikel ve demir vb.) ve ikinci faz partikül (borürler, karbürler, nitrürler, oksitler vb.) aralığında üretilmektedirler [14].

### 3.2. Nano Metal Matrisli Kompozit Malzemelerin Mekanik Özellikleri

Metal matrisli nanokompozitler (MMNC) nano boyutlu takviye partiküllerinin matris içerisine ilavesinden dolayı; sertlik, elastik modül, akma mukavemeti, son çekme mukavemeti ve süneklik gibi mekanik özelliklerin nano ve mikro yapı malzemeler arasında dengeli bir şekilde sağlanması açısından gelecek vaat etmektedir [37-40].

Cha ve arkadaşları [11] yaptıkları çalışmada, CNT/Cu nanokompozitlerin mekanik özelliklerini basma testi ile karakterize etmişlerdir (Şekil 3.1.). Aynı prosesle üretilen hacimce %5 CNT takviyeli nanokompozitlerin akma gerilmesi 360 Mpa'dır ve bu da Cu'ın akma gerilmesinin 2,3 katıdır. %10 takviyeli nanokompozitte ise 455 Mpa akma gerilmesi elde edilmiştir ve bu da Cu'ın akma gerilmesinin 3 katıdır. Elastik modülü ise CNT takviyesiyle doğru orantılı olarak artmaktadır.



Şekil 3.1. CNT hacim oranlarıyla a) mukavemetinin değişimi b) akma mukavemeti ve elastik modül değişimi [11]

Tablo 3.1: Farklı matrisler içerisine CNTlerin mukavemet artışına etkisi [11].

Reinforcement		Matrix		Composite		Strengthening efficiency of reinforcement R [a]
Type	Vol. [%]	Type	Yield strength $\sigma_m$ [MPa]	Yield strength $\sigma_c$ [MPa]		
Alumina Particle	10	Zn/Al/Cu	310	380	2.3	
Alumina Fiber	10	Al/12Si/Ni/Cu	210	247	1.7	
SiC Particle	10	Al alloy CW67	340	425	2.5	
SiC Whisker	10	Al alloy AZ91	87	154	7.6	
Carbon Fiber	10	Al alloy A357	360 [b]	499 [b]	3.9	
Carbon Fiber	10	Cu	232 [b]	347 [b]	5.0	
Carbon Nanotube	10	Cu	150	455	20.3	

Diğer mukavemet artışlarıyla 1GPa'a kadar artış sağlanabilirken, nano boyuttaki nano yapılar CNT/Cu nano kompozitin mukavemetini 3GPa'ın üzerine geliştirebilir. Her şeye karşın CNT'nin mukavemet artışına etkisi en mükemmel metal matrisli kompozitlere yapılan takviyede olur. Tablo 3.1.'de çeşitli nano-takviye fazlarının mukavemet artışına etkisi gösterilmektedir [11].

Zhang ve arkadaşları [40, 41] metal matrisli nanokompozitlerin akma mukavemetini belirleyebilmek için bir model geliştirilmiştir. Bu model hazırlanırken a) yük taşıma etkisi, b) matris ve takviye partikülleri arasındaki termal genleşme katsayıları arasındaki farktan kaynaklanan artık plastik gerilmeye bağlı yüksek dislokasyon yoğunluğu ve özellikle c) Orowan sertlik artış mekanizması göz önünde bulundurulmuştur. Modelin uygulanmasının ardından öngörülen veriler ile deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen verilerin uyumlu olduğu sonucuna varılmıştır. Çalışmanın sonunda aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır:

- a) MMNC'lerin akma mukavemeti nanopartiküllerin boyutu ve hacimsel oranı ile matris-nanopartikül arası termal genleşme farkı tarafından yönetilir.
- b) Yük taşıma etkisinin, Orowan ve artan dislokasyon yoğunluğu etkilerine göre daha küçük olduğu belirlenmiştir.
- c) Nanopartiküllerin kritik tane boyutu matrisin Burgers vektörünün yada atom çapının 5,44 katı olarak tespit edilmiştir. Kritik partikül boyutu nanopartiküllerin hacimsel oranından bağımsızdır. Bu boyutun altında düşen partikül boyutu ile akma mukavemeti dikkat çekecek derecede artmaktadır.
- d) Orowan sertleşme mekanizması etkisinin MMNC malzemelerin sertlik artışında önemli rol oynadığı bulunmuştur. Nanopartiküllerin boyutunun düşmesi ve hacim oranının artması ile hem Orowan sertlik artış etkisi, hem de artan dislokasyon yoğunluğu sertlik artış etkisi oldukça artmıştır.
- e) Orowan sertlik artış mekanizması etkisi kritik tane boyutunda maksimuma ulaşır, altında ise bu ektide bozulma gerçekleşir.
- f) Kritik partikül boyutunun altında dislokasyon yoğunlaşması sertlik artış mekanizması daha etkin hale gelir [40, 41].

## **BÖLÜM 4. ELEKTROLİTİK YÖNTEMLE ÜRETİLEN NANO METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELER**

### **4.1. Elektrolitik Kaplamalar**

Elektrolitik kaplama, kompozisyon ve yapıyı değiştirilerek bir bulk malzemenin yüzey özelliklerini uyarlamaya izin verdiği için önemli ve yaygın olarak kullanılan bir teknolojidir. Üretilen kaplamalar araştırmacıların ve tasarımcıların isteklerinin çeşitliliklerini karşılar. Elektrolitik kaplama, birçok uygulama alanında kullanılan düzensiz geometriler için ekonomik olarak verimli ve uygulanabilir konumdadır. Birincil uygulaması istenilen özelliği göstermeyen bir iletken altlık yüzey üzerine metal veya alaşım film kaplanmasını içerir. Tüm prosesi kontrol etmek için kritik temel proses adımlarının fazlalığından dolayı temel işlemler karmaşıktır. Yüzey bilimi, katı hal fiziği, metalurji ve malzeme bilimi, elektronik elektrokimya ve elektrokimyasal mühendislik gibi çoğu bilimsel disiplin elektrolitik kaplama ile ilgilenir. Elektrolitik kaplanmış malzemeler fiziksel ve mekanik malzeme özelliklerinin her ikisini de içeren uygulamalarda kullanılırlar. Fiziksel özellikler; elektrik ve termal iletkenlik, manyetik davranış, termoelektrik etkiler, yoğunluk, erime noktası, ve latis yapısını içerir [42,43]. Mekanik özellikler ise; elastik modül, sertlik, süneklik ve mukavemet gibidir.

Elektrolitik kaplama mikro elektronik endüstrisinde büyüyen ve çok önemli bir üretim teknolojisidir. Bağlantılar, konektörler, manyetik kayıt başları, optikler, opto-elektronikler, sensorlar gibi birçok uygulama alanı bulur. Korozyona karşı koruma, aşınma direnci, termal ve manyetik gibi özellikler içeren inceden kalına üç boyutlu yapıdaki birçok mikro-aygıtın elektrolitik kaplama ile üretimi mümkündür.

Demir grubu alaşımların elektrolitik kaplanması bilgisayar veri depolama ve algılama da kullanımına olan ilgiden dolayı yaygın bir şekilde araştırılmıştır [42-44].

Nikel ve demir ikili alaşımların kaplanması kayıt, hafıza ve depolama aygıtları için kullanışlı bulunmaktadır. Nikel, kobalt ve demir üçlü alaşımları, Permalloy (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)'den daha yüksek bir manyetik akı yoğunluğu ve daha düşük gidergenlik (akısal mıknatıslanım) sahibi olmalarından dolayı yüksek yoğunluklu kayıtlarda kullanılır. Bakır ile beraber nikel, demir ve kobalt içeren nanometrik çok-katmanlı alaşımlar büyük ölçüde mıknatıssal ek-direnç sergilemelerinden dolayı dikkate değer bulunmaktadır. Diğer uygulama alanları ise; lazer housingler, mikrodalga kılavuzları ve mikro-elektro-mekanik sistem teknolojileridir [42].

İndirgeme işlemi için gerekli elektronlar birçok kaynağın herhangi birinden sağlanabilir. Bunun için 2 temel yöntem vardır: akımsız ve akımlı.

#### **4.1.1. Akımsız kaplamalar**

Akımsız kaplama, elektrik akım kaynağı kullanmadan metal biriktirme işlemidir. Metal iyonlarını indirgemek için kullanılan elektronlar, çözeltideki kimyasal reaksiyon sonucunda elde edilir. Akımsız birikme işlemi 2 ana başlık altında incelenebilir.

1- İyon veya yük değişimi ile biriktirme (yer değiştirme reaksiyonları, sementasyon, daldırarak kaplama)

2- İndirgen maddeler içeren banyodan metal biriktirme

Birinci durum, değişim işlemi, ikinci metalin metal tuzu banyosuna kaplanacak metal daldırılarak birinci metalin yüzeyine olan kısmi ataklarla kendiliğinden ikinci metalin birikmesiyle olmaktadır.

İyon değişime bağlı metal biriktirme işleminin pratik uygulamaları sınırlıdır. Reaksiyon numunenin atomlarını ve çözeltilinin iyonlarını içerdiğinden, numune metalinin yüzeyi çözelti metaliyle kaplandığında işlem durmaktadır. Bu nedenden dolayı, bu yolla yapılan kaplama kalınlığı küçüktür [45]. Çoğu durumda, daldırma süresi oldukça kritiktir. Bu yöntemle yapılan birikintinin yapışma özelliği elektrikle

kaplama veya gerçek kimyasal akımsız yöntemler kadar nadiren iyidir. Zayıf birikinti kalitesi ve sınırlı kalınlıktan dolayı bu çeşit birikinti sınırlı uygulama alanına sahiptir. Gerçek akımsız ya da kimyasal metal biriktirme işlemi akımla kaplamanın yerine kullanılacak özelliklere sahiptir ve de kalın birikinti oluşturmak için gerekli olan sürekli metal birikmesine izin vermektedir.

Son yıllarda özellikle bakır ve nikel içeren işlemler çok büyük bir önem kazanmıştır ve akımla kaplamanın uygulanamadığı durumlarda kullanılabilir. Pratik uygulamalara uygun mükemmel kimyasal ve fiziksel özelliklere sahip kaplama yapılabilmektedir [45-47].

#### **4.1.2. Akımlı kaplamalar**

Akımlı metal biriktirme işlemi metal iyonlarını katodik olarak serbest bırakmaya dayanmaktadır. Metal tuzu çözeltisinin elektrolizi boyunca, katotdaki ana metale metal iyonları indirgenir. Ana metal elektron kaynağı olarak, anotla elektronlar için bir alıcı gibi davranır. Gerekli elektronlar dış akım kaynağından sağlanır.

Sulu çözeltiden katodik metal biriktirme durumunda, metal çoğunlukla basit hidrat (sulu bir eriyik, bir veya daha çok su molekülüyle kristal oluşturan bileşim) iyonu olarak bulunmaz, anyonik kompleks olmayı tercih eder. Hidrat metal iyonu nötr olurken birçok adım izlemektedir. Metal iyonu difüzyon tabakasına geçerken, iyonu çevreleyen su molekülleri yeniden yönlendirilir. Sonra, metal iyonları Helmholtz tabakasının içine geçtiğinde, metal iyonundan su moleküllerini ayırmak için gerekli potansiyel değişim oldukça yüksektir. Bunun için katot yüzeyinde gerçek nötrleştirme işlemi olduğunda, sadece basit bir suyu alınmış (dehydration) iyon içerir.

Metal iyonu öncelikle katot yüzeyine çekilir (absorbe edilir). Sonra yüzey boyunca gelişeceği noktaya doğru hareket eder ve metal kafesinin içine dâhil olur [46].



#### 4.1.2.1. Kaplamanın kalitesine etki eden faktörler

İyi bir elektrolitik kaplama için banyo reçetesi, cinsi ve elektrolitte kullanılan parlaticı, parlak taşıyıcı, nemlendirici gibi v.s. adlarla üretici veya temsilci firmalar aracılığıyla satılan kimyasallar da önemlidir. Bu maddelerin kullanımı ve seçimi çok iyi yapılmalıdır. Banyoları, elektrolitleri hazırlarken kullanılacak su da çok önemlidir. En iyisi deiyonize su kullanmaktır [48]. Kaplamanın özellikleri, yapısı ve bileşimi genellikle kaplama parametreleri ile kontrol edilir [49]:

A) Katkı maddeleri: Kaplamanın arzu edilen özelliğe sahip olabilmesi için çözeltilere sıklıkla katkı maddeleri ilave edilir. Bazı inorganik bileşikler çözünmesine rağmen, genelde ilaveler organik ve kolloidal haldedir. İlaveler kullanıldığında parlaticı, seviyeleme için tane düzenleyici, gerilim azaltıcı gibi özellikleri gösterirler. En ciddi etkileri birkaç mg/l den birkaç yüz mg/l ye kadar değişen aralıklarda, küçük konsantrasyonlarda ortaya çıkar. Genelde verimli konsantrasyon aralığı  $10^{-4}$  ile  $10^{-2}$  mol/l'tir. Çoğu ticari ilaveler patentli olduğundan çok fazla sayıda patentli literatür içerir. İlavelerden verim almak için biriktirme sırasında adsorbe olması veya çözeltiliye dahil edilmesi gereklidir. Bu maddeler elektrolit içine çok az (% 0.01) olarak katılır. Ancak bu miktar bile birikimin özelliğinde büyük değişimlere yetecek orandadır [50].

B) Akım yoğunluğu: Galvanoteknikte akım şiddetinin yerine elektrodun birim yüzeyine isabet eden akım şiddeti alınır. Buna akım yoğunluğu denilir.

$$d = i(\text{amper}) / s(\text{dm}^2) = \dots [\text{A} / \text{dm}^2]$$

Akım yoğunluğunun artışının kaplamanın yapısı bakımından iki karşı etkisi vardır. Akım yoğunluğu artınca kristallerin oluşma hızı artmış olur ve kaplama ince yapılı olur. Fakat akım yoğunluğu daha da artınca katot etrafında deşarj olan metal iyonları çözelti içinden gelenlerle yeterince karşılanamadığından katotta bir fakirleşme meydana gelir, bunun sonucu kaplama homojen olmaz ve kalite bozulur, siyah ve süngerimsi kaplamalara yol açar. Katotta fazla hidrojen çıkışı, akım yoğunluğunun

gereğinden fazla artmış olduğuna işarettir [48].

C) Kaplama kontrollerin değişimi: Çalışma şartlarının değişken olmasının etkileri bir dereceye kadar çözelti kompozisyonuna bağlıdır. Ayrıca bu faktörler kendi içinde de birbirine bağlıdır. Kaplamanın özelliklerine ve yapısının üzerine olan etkisini değiştirebilir. Genellikle önceden belirlenemeyip, optimum koşul deneysel olarak belirlenebilir. Elektrolitik kaplamalarda ultrasonik karıştırıcı kullanmanın bazı avantajları şunlardır:

- 1-Kaplamanın hızlı olmasını sağlayan yüksek akım yoğunluğunda çalışma imkanı verir.
- 2-Adhezyonu geliştirir.
- 3-Poroziteyi azaltır.
- 4-Parlaklığı artırır.
- 5-Sertliği artırır (Özellikle krom kaplama için) [48].

D) Konsantrasyon ve karıştırma: Kaplamanın yapısı üzerinde konsantrasyonun etkisi büyüktür. Kristallerin oluşum hızı büyük olacağından ince yapılı ve temel metale iyi bağlanmış, sağlam bir kaplama elde edilir. Katottaki yerel fakirleşmeyi karşılamak amacı ile banyo da kaplanacak malzemeyi hareket ettirmek yararlıdır. Ayrıca banyonun periyodik aralıklarla filtre edilmesi çok faydalıdır. Elektrolite hava ile (düşük basınçta) hareket de verilebilir fakat dipteki tortular, pislik v.s. elektrolitte devamlı sirkülasyon yapacağı için kaplanacak parçaların üzerine yapışma ihtimali vardır [8].

E) Sıcaklık: Sıcaklığın iki karşıt etkisi vardır. Bir taraftan difüzyonu artırdığından kristallerin oluşum hızını artırır ve böylece küçük kristalli yapılar elde edilir. Fakat diğer taraftan katot polarizasyonunu azaltır ve böylece büyük kristallerin oluşumuna ve bunların büyümesine neden olur. Ayrıca hidrojen aşırı gerilimi de azalacağından hidrojen çıkışı kolaylaşacak ve kaplama süngerimsi yapıda olacaktır. Her banyonun çalışma sıcaklığı yaklaşık olarak literatürde belirlenmiş olup, banyoların ilerdeki çalışma talimatlarında gösterilecektir [50].

F) Empürite: Organik empüriteler genellikle zayıf adhezyon, daha kırılğan gerilimli bir yapı ve daha koyu kaplamalara sebep olur. Metalik empüriteler ise, zayıf atış gücü, zayıf yapışma, düşük katot verimi, kırılğan gevrek bir yapı, yanmış ve rengi solgun kaplamalara neden olabilir. Elektrolitteki safsızlıklar istenmeyen özellikte birikimlerin oluşumuna neden olur.

Kaplanacak metalin dışındaki iyonlar, yük bırakma potansiyeline bağlı olarak ya katotta birikebilirler ya da çözültide kalırlar. Katotta birikmeseler bile, birikimin kalitesi üzerinde etkili olurlar. Toz ve metal tanecikleri gibi çözünmeyen safsızlıklar fiziksel olarak katoda etki eder ve kaplamada çukur ve deliklerin oluşumuna neden olur. Bu durum özellikle elektrolitin karıştırılması ve çözünmeyen maddelerin dipte çökmesine olanak verilmediği durumlar için söz konusudur [51].

G) Temel metalin ve elektrolitin tabiatı: Kaplamanın kalitesi üzerinde temel metalin etkisi büyüktür. Özellikle zamak döküm parçalarının kaplaması çok dikkat ister. Dökümün kalitesi ve terkibi çok önemli olup, soğuk ve itinasız bir dökümde yapı "poröz" süngerimsi olduğundan, kaplama sonucunda bir müddet sonra kabarcıklar (kabarmalar) oluşur. Bu kaplamanın kötü oluşundan değil, temel metalin bozuk oluşundandır.

Elektrolitlerin tabiatına gelince, kompleks tuzların elektroliziyle elde edilen kaplamaların normal tuzlarla elde edilenlerden daha üstün olduğu uzun zamandan beri bilinen bir gerçektir. Özellikle kadmiyum, çinko, bakır, altın ve gümüşün kaplamalarında bu metallerin çifte tuzları çözüldürülmek suretiyle "elektrolitler" hazırlanır [8,51].

H) pH: Elektrolitlerin belirtilen pH değerlerinin altında veya üstünde olması kaplama kalitesini hemen etkileyecek ve bozacaktır. Kontinü kaplamalarda yukarıda izah edildiği gibi (dekoratif krom hattında) ara yıkamalara alkali banyolardan asidik kaplamalara geçerken, nötrleme vs. gibi pH değerini etkileyecek faktörlere çok dikkat edilmelidir. pH ayarını yaparken sudkostik ve hidroklorik asit kullanılmamalıdır [48].

#### **4.2. Elektrolitik Nano Nikel Metal Matrisli Kompozit Elektrolitik Kaplamalar**

Parçacık takviyeli metal matris kompozitleri hazırlamak için birçok metot mevcuttur. Bununla birlikte en yaygın kullanılanı kompozit kaplamadır. Kompozit kaplama, bir metal ya da alaşım matris içerisinde, mikron yada mikron altı polimerik, metalik yada metalik olmayan bileşik yada partiküllerin birlikte biriktirildikleri bir metottur. Bu tür kaplamalar, yüksek hızlı oksijen hücresi (HVOF) termal püskürtme, plazma püskürtme, lazerle giydirme, sıcak izostatik presleme, fiziksel ve kimyasal buhar biriktirme yönteminin kombinasyonu gibi tekniklerle üretilmiştir [52,53]. Kompozit kaplamalar metallerin aşınma direnci, korozyon direnci, sertlik, yüksek sıcaklık dayanımı gibi özelliklerini geliştirmek için yapılmaktadır.

Kompozit elektrolitik kaplama; aşınma direnci, yağlama veya korozyon direnci gibi malzeme özelliklerini arttırmak için metalik, metal olmayan bileşikler veya polimer ince partiküllerin kaplama tabakasında biriktirilmesi amacıyla geliştirilmiş bir yöntemdir. Proses boyunca, geleneksel bir kaplama banyosunda çözünmeyen malzemeler askıda tutulur ve büyüyen metal film içerisinde biriktirilir. İkinci faz partiküller; sert oksitler ( $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $SiO_2$ ), karbürler (SiC, WC); elmas, katı yağlayıcılar (PTFE, grafit,  $MoS_2$ ) ve hatta sıvı içeren mikrokapsüller olabilir [54-59]. Genelde, kaplama içerisindeki ikinci faz partiküllerin varlığı, yüksek mikrosertlik, çekme mukavemeti, akma mukavemeti, aşınma ve korozyon direnci, kendinden yağlayıcılık, yüksek sıcaklık inertliği ve kimyasal ve biyolojik uyumluluk gibi birçok fayda sağlar [60-63]. Normal basınç ve ortam sıcaklığı, düşük maliyet, yüksek birikme hızı ve homojen partikül dağılımı özelliklerini bir araya getiren bir teknik olarak elektrolitik kaplama, kompozit üretmek için en önemli tekniklerden biri olarak

görülmektedir [57]. Nano-partiküllerin elde edilebilirliğinin artmasıyla birlikte, nano-partiküllerin elektrolitik ve akımsız biriktirilmesine olan ilgi artmıştır [61,63-65].

Yüksek çekme mukavemeti, iyi tokluk ve korozyon direnci gösteren nikel; aşınma ve sürtünme önleyici direnci için ilave edilen hem sert hem de yumuşak takviye fazlarını dağıtmak için popüler bir seçimdir. Nikel kompozitler aşınmaya ve yüksek sıcaklık oksidasyonuna olan yüksek direncinden dolayı sert kroma bir alternatif olarak dikkate değerler. Ayrıca nikel kaplama otomobil endüstrisinde geniş uygulama alanları bulmaktadır [65]. İlâveten, Ni-SiC kaplamalar geniş ölçüde çalışılmış ve otomobil endüstrisinde silindirlerin iç kısımlarını sürtünmeye karşı koruma amaçlı geniş kullanım elde etmiştir. Bir çok araştırma elektroliz şartları (elektrolitik banyo kompozisyonu, ilavelerin etkisi, pH değeri vb), akım şartları (akım tipi ve akım yoğunluğu) ve takviye partiküllerin özellikleri (boyut, yüzey özellikleri, konsantrasyon ve banyodaki dağılım tipi) gibi elektrolitik biriktirme parametreleri üzerine odaklanmıştır. Genel olarak, kaplama tabakasında biriken SiC partikül miktarının hem artan çözeltideki askıdaki partiküllerin, hem de elektrolitteki ilavelerin konsantrasyonunun artmasıyla arttığı gözlemlenmiştir [54,55,63,66]. Ayrıca partikül boyutundaki düşüşün de aşınma ve korozyon direncini pozitif yönde etkilediği bildirilmiştir. Bu durum esasen pulluklama etkisini ve adhezif aşınmayı zayıflatan ve yüksek sıcaklıklarda matriksdeki tane büyümesini yavaşlatan ince disperse partiküller tarafından metal matriksin sertleştirilmesine bağlanır, böylece iyi mekanik özellikler elde edilir [55,61,63]. Bu nedenle, partikül boyutu elektrolitik birlikte biriktirme prosesinde ve böylece Ni-SiC kompozit kaplamaların mekanik özelliklerinde önemli bir rol oynar [55].

Nano ölçekli parçacıkların bir elektro kaplama prosesi içerisinde üst katmanda biriktirilmesi, gelişmiş malzemeler üretmek için gelecek vaat eden bir yöntemdir. Dispersantlar, daha fazla sertlik ve artan sertliğe karşın düşük kalıntı çekme gerilmeleri sağlayabilirler. Bu nedenle, elektrolitik kompozit nikel filmler, iyi anti-korozif davranış ve aşınma direnci gösterirler. Kompozit malzemeler sünek olarak kalmakta ve nikel matriksin şekil değiştirebilmesi de mümkün olmaktadır. Dağıtılmış faz olarak seramik parçacıklarını içeren metal matriksli kompozitler, özellikle aşınma ve sürtünmeye karşı dayanım amaçlı olarak mühendislik alanlarında oldukça fazla

kullanılmaktadırlar. Hacimce %15'e kadar mikron boyutlu parçacıkların biriktirilmesi yöntemi, birkaç yıldan beri en gelişmiş teknolojidir. Nano boyutlu kompozit kaplamalar, bugünlerde özellikle mikro elektronikler, mikro elektrokimyasal sistemler ve duyarlılık mühendisliğindeki bağlantı elemanları, tümleşik devrelerin ara bağlantıları ve hareket elemanları veya yataklarda son derece ilgi çekmektedir. Burada amaç; korozyon direnci ile birlikte geliştirilmiş aşınma direncine sahip kompozitler üzerine odaklanmaktır [67].

Nano-partiküllerin birlikte biriktirilmesindeki ana zorlukların; yeterli miktarda nano-partikül biriktirmek ve kaplama çözeltisi içindeki askıda duran partiküllerin aglomerasyonunu önlemek olduğu görülmektedir. Geleneksel yöntemdeki bir sorun yüksek yüzey aktifliklerinden dolayı nano-partiküllerin kolayca aglomere olma eğilimleridir [61,68]. Kompozit kaplamanın homojenitesi elektrolit çözeltisindeki iyonik konsantrasyonun düşmesiyle ve ultrasonik enerji uygulanmasıyla yükselir. Ayrıca, elektrolit banyosuna metal katyonik katalizörler ve organik yüzey aktif maddeler ilavesi biriken partiküllerin miktarını ve dağılımını önemli ölçüde iyileştirir [67-69].

Ultrasonik etki altındaki saf metallerin elektrolitik biriktirilmesi birkaç yıldır geleneksel yöntemle göre çeşitli faydalar sağladığı için kayda değer kabul edilmiştir. Bu faydalar arasında artan kaplama sertliği, büyüyen film kalınlığı, iyileşen birikme hızı ve altlığa daha iyi yapışma sayılabilir. Bu etkinin olabilmesi, akustik akıntı, elektrotun sürekli aktivasyonu ve çözeltiden ultrasonik yolla gaz çıkışı ile elektrot yüzeyine aktif parçacıkların (species) artan transferi hadiselerine bağlıdır. Düşük ultra ses frekanslarında çift tabaka kalınlığı azalmaktadır. Kütle transferindeki artış ise, difüzyon kontrollü prosesi kimyasal kontrollü prosese çevirir [67].

## 4.2.1. Üretim Metodları

### 4.2.1.1. Elektrolitik nano nikel metal matrisli kompozit akımsız kaplamalar

Akımsız nikel kaplama ile parçacık durumunda kompozit biriktirme 1960' lara dayanmaktadır (Odekerken 1966) [52]. Akımsız kompozit kaplama, parçacıkların süspansiyonuyla beraber geleneksel indirgeme reaksiyonunu kullanır. Çözünmeyen parçacıkların çözeltiliye, kaplamayla birlikte birikmek üzere katılmasıyla elde edilirler. Banyo termodinamik olarak kararsız ve homojen ayrışmalara (bozunmalara, dekompoze) meyilli olmasına rağmen, küçük parçalara ayrılmış katı parçacık halindeki malzeme akımsız kaplama banyosuna eklenir ve dağıtılır. Bu dağıtılmış parçacıklar filtre edilmez. Bu türden parçacıkları banyoya katılması banyo kararlılığını etkileyecektir. Bu dağıtılmış parçacıkların banyoya eklenmesi yaklaşık 100000 cm<sup>2</sup>/lt' lik ilave bir yüzey alanı yüklenmesi demektir. Yani bu miktar geleneksel AN kaplamada tercih edilen yük miktarının yaklaşık 800 katına karşılık gelir [70]. Kendiliğinden kararsız yüzey alanına bağımlı kaplama banyosu ile çözünmeyen parçacıkların yarattığı olağanüstü yüzey alanı yükü arasındaki bu doğal uyumsuzluk, banyoya bu konuda birtakım patentlere de konu olan parçacık dengeleyicileri (PMS) denen bazı kimyasalların hassas oranlarda ilave edilmesiyle aşılmıştır. Bu patentlerde açıklanan yöntemler tozların zeta potansiyellerini değiştirerek kompozit AN kaplamalarını ticari olarak geçerli hale getirebilmiştir. Zeta potansiyelleri elektrostatik yük ile ilgili bir etkidir [52]. Kaplamayla enerji ve doğal kaynaklar korunarak, gelişmiş aşınma direnci ve yağlayıcılık özelliği elde edilir. Akımsız kompozit kaplama ile çözelti işleme (kullanma) (solution handling) ve israf problemleri aynı zamanda aşınma uygulamalarında kullanılan stratejik malzemelere (krom gibi) olan güven azaltılmıştır.

Bu teknolojiye, takviye parçacık boyutu yaklaşık olarak 10 µm' ye kadar uygun olmaktadır. Fakat parçacık boyutu ile ilgili bir alt sınır söz konusu değildir. Örneğin hassas karşı parçalarla temasın söz konusu olduğu ve buna bağlı olarak çok düşük yüzey pürüzlülüğü ve yüksek aşınma direncinin istendiği bir uygulamaya nanometre boyutunda elmas tozlarla erişilebildiği gözlenmiştir [71].

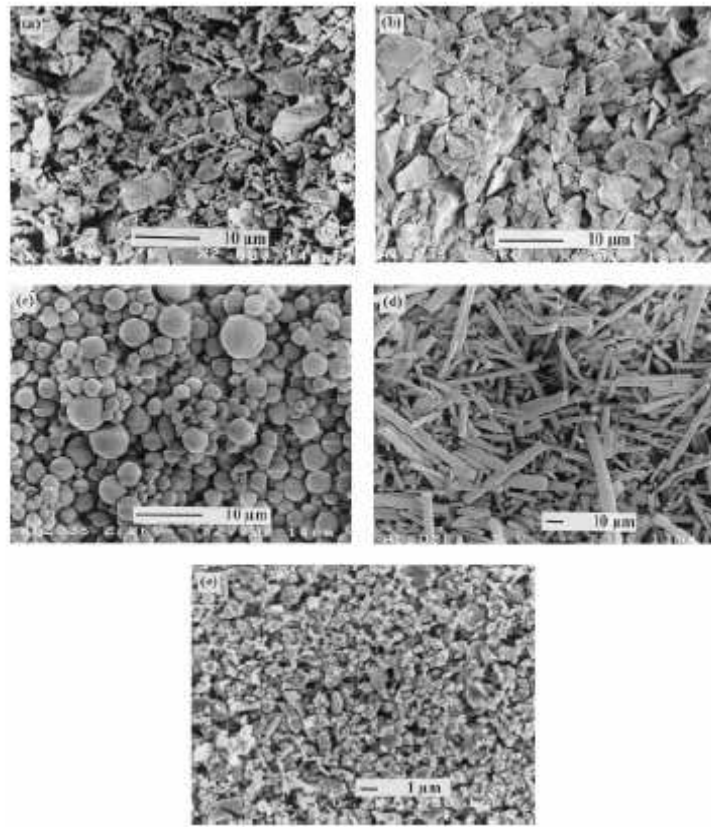
Parçacık boyutuna ve belirli kaplama koşullarına bağlı olarak hacimce % 40' a kadar parçacık yoğunluğuna sahip kaplamalar yapılabilir. Ticari uygulamaların çoğunda % 0–30 parçacık yoğunluğu uygun değerdir [52]. Daha az yoğunluklu parçacık takviyesiyle elde edilmek istenen fayda sağlanamayabilir. Daha yüksek yoğunluklarda ise parçacıklar matrisle yeteri kadar ıslanamadığı için tozların yapışma etkisi yeterli olmayacak ve buna bağlı olarak tozlar yerinden kopabilmektedir. Kaplama bozulacak ve istediğimiz özellikleri (aşınma karşı direnç gibi) karşılayamayacaktır. Bu gözlem, Kompozit-AN kaplamaların tipik aşınma mekanizmalarının tozların kendi aşınmalarından ziyade kendilerini çevreleyen metal matrisin aşınmasına bağlı olduğuna işaret eder. Bu nedenle parçacıkların boyutu, şekli ve yoğunluklarının uygun olarak seçiminin her bir uygulama için optimize edilmesi faydalı olacaktır. Birikintideki parçacık yoğunluğu birçok etkene bağlıdır: banyo kimyası (temel olarak çeşidi ve surfactant miktarı), parçacık özellikleri (yoğunluk, boyut dağılımı) ve işletme koşulları (banyoyu karıştırma, numunenin konumu ve hareketi) [72].

Apachitei ve diğerlerinin aynı parçacık/banyo hacim oranında ve çalışma koşullarında (pH, sıcaklık, karıştırma hızı, çeşidi ve surfactant derişimi) yaptıkları akımsız Ni-P-X esaslı kaplamalarda (X: kullanılan farklı parçacıklar) parçacık derişimini incelemişlerdir (Şekil 4.1). Parçacık derişiminin parçacık tipi ve şekline bağlı olarak değiştiği görülmüştür. Düzensiz şekillerde, borun Ni-P birikintilerde yüksek derişimi bulunmaktadır. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-I ve SiC karşılaştırıldığında bor en küçük boyut ve de en düşük yoğunlukla daha kararlı süspansiyon oluşturmakta bu da birikintide yüksek derişimli parçacıkla sonuçlanmaktadır.

Parçacık şekline gelince (alümina: düzensiz I, küresel S, ve fiberler), küresel alümina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-S) içeren birikinti en yüksek derişimi göstermektedir. Küresel şekiller dar boyut dağılımı ile bu parçacıkların tabakaya tutulması için en iyi şartları sağlamaktadır [70,72]. Fakat Ni-P kaplamalarla karşılaştırıldığında (15.0 µm/saat) daha küçük olduğu görülmektedir. Buda akımsız kompozit kaplamaların daha karmaşık mekanizmalarıyla açıklanabilir. Bu zamana kadar uygulanan kompozit kaplamalarda yapılan mikroskopik incelemeler (SEM) göstermiştir ki tüm kaplama tabakası boyunca parçacıklar homojen dağılımdadır. Bu da kaplamanın bir kısmı



aşınma dahi özelliklerinde değişim olmayacağını göstermektedir [70-72]. İç delikler gibi görüş alanı dışında yerleri bulunan parçalar üzerine geometriden bağımsız bir biçimde kalınlık yönünde doğal olarak üniform birikme meydana getirilebilir. Örneğin düzgün parçacık dağılımı ile çeşitli tıbbi cihazlarda kullanılmakta olan iç çapı 0.5 mm kadar ince metal boruların içine başarıyla uygulanabilmektedir. Bu ayrıcalıklı üniform kaplama oluşturma özelliği sert-krom kaplama veya diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında zaman, malzeme ve maliyet açısından önemli tasarruf sağlamaktadır.



Şekil 4.1. Akımsız Ni-P Kaplamanın Takviyesinde Kullanılan Parçacıkların SEM’de Görünüşü: (a) SiC, (b) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-I, (c) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-S, (d) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-fiber, (e) B [52]

Daha kalın yapılması mümkün olmasına rağmen çoğu ticari uygulamalarda kaplama kalınlığı 10–25  $\mu\text{m}$  arasında değişmektedir [70]. Bütün çalışmalarda akımsız nikel-sert dağıtılmış fazlı kaplamaların sertlik ve aşınma direncine önem verilmiştir. Çoğu durumlarda birikintiler bir ile iki saat arasında 400  $^{\circ}\text{C}$ ’ de ısıl işleme tabi tutulmuştur. Bu sadece birikintinin sertliğini artırmakla kalmaz aynı zamanda dağıtılmış fazların matrise tutunmasını geliştirir. Alüminyum numuneler üzerinde

138–310 MPa, çelik üzerinde 207–414 MPa'lık kayma mukavemetine sahiptirler [52].

#### 4.2.1.2. Elektrolitik nano nikel metal matrisli kompozit akımlı kaplamalar

Kompozit kaplama, 1962'de Grazen tarafından literatürde ilk bahsi geçtiğinden beri yirmi yıl içerisinde iyice geliştirildi. Onun ilk uygulaması SiC/Ni kaplama idi ve Metzger ve arkadaşları tarafından yapılan Wankel motorundaki aşınma direncini iyileştirmek için gerçekleştirildi. 1970'de ve hala SiC/Ni kompozit kaplama otomotiv endüstrisinde aşınma parçaları için başarı ile kullanılmaktadır [6, 67].

Bu yöntemle kompozit kaplama; düşük kurulum ve işletme maliyeti, uygulama sıcaklığının düşük olması, işlem parametrelerinin kolay kontrol edilebilmesi avantajları nedeniyle daha ucuz ve cazip bir yöntem olarak gözükmektedir [5,6]. Bu metot yoluyla bir metal matris içine parçacıkların katılması, akımlı ve akımsız kaplama olmak üzere iki farklı tekniğe dayanmaktadır [8].

Kompozit kaplamaların mazisi daha çok son 20 yıla dayanmakta olup, özellikle son yıllarda oldukça hızlı gelişmektedir. Bu konuda literatürdeki ilk inceleme 1962'de Grazen tarafından yapılmıştır. Bunun ilk uygulaması, 1970'de Metzger tarafından aşınma direncini geliştirmek için yapılmış olup, bu amaçla SiC/Ni kaplaması kullanılmıştır. SiC/Ni kompozit kaplama, otomotiv endüstrisinde aşınan parçalarda başarıyla uygulanmıştır.

Proses süresince çözünmez yapıdaki malzemeler, geleneksel bir kaplama elektrolitinde askıda bırakılır ve büyüyen metal filmde tutulur. İkinci faz malzeme toz, fiber veya kapsüllü parçacıklar olabilir. Kaplama tabakasında bulunan ikincil faz parçacıkları genellikle, artan mikrosertlik, akma mukavemeti, çekme mukavemeti ve aşınma direnci sağlar. Bu kaplamalar birçok endüstriyel uygulama için son derece ilgi çekici olmaya başlamıştır. Seramik tozların yüksek aşınma direnci ve düşük maliyetlerinden dolayı Ni-SiC kompozitler gibi tipik kompozit malzemeler büyük çapta araştırılan ve başarılı bir şekilde ticarileştirilen elektro-codeposition (elektrik olarak birlikte biriktirme-çöktürme) metodu ile üretilmektedirler.

Son zamanlarda, parçacık boyutlarının daha da küçük olarak elde edilebilirliği sayesinde potansiyel MMK uygulamaları genişlemektedir. Mikron altı boyutta parçacıklar, metal matriks içine yalnızca metal parçacık temas yüzeyinin artırılması suretiyle kompozitin homojenitesini geliştirmek için değil, ayrıca kompozit malzemelerin mikro aygıtlarda kullanılması için de bir gereklilik olarak kullanılmaktadır. Bu aygıtlarda kullanılan parçalar mikro boyutlarda olduğundan dolayı, matriks içindeki ikinci faz malzeme, nanometrik boyuta kadar gitgide küçülen ebatta olma zorunluluğundadır. Böylece, ince olarak dağıtılmış parçacıkların elektro çöktürme (elektrodeposition) prosesiyle bir metal matriks içinde biriktirilmesi, kaçınılmaz olarak yeni nesil kompozitlerin yolunu açacaktır. Ayrıca, parçacık boyutundaki düşmenin aşınma direncini pozitif yönde etkilediği de bilinmektedir [54].

Elektrolitik nikel kompozit kaplamalar süneklik, üstün korozyon direnci ve iyi aşınma direnci sağlarlar. Kompozit tabakasının mekanik özellikleri, elektrolitik banyo işleminin türü (Watts nikel banyosu veya nikel sulfamat banyosu), banyo kompozisyonu ve diğer yardımcı işlemler gibi birçok faktöre bağlıdır. Bununla beraber, sertlik ve aşınma direncini yükselten kaplama değişkenleri, aynı zamanda istenilmeyen kalıntı gerilme değerlerini de arttırır.

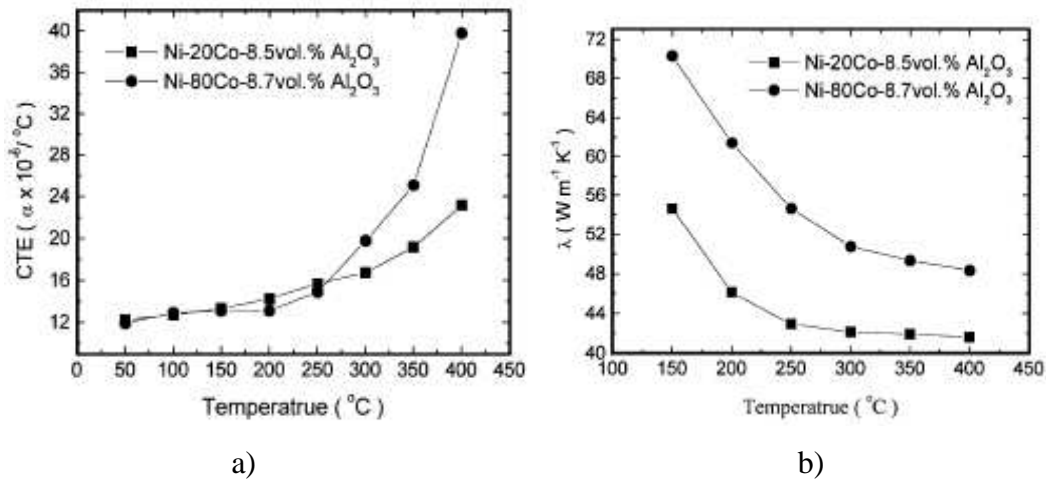
Akımlı elektrolitik nanokompozit üretiminde kaplamadaki partikül miktarını arttırmanın çok çeşitli yolları bulunmaktadır; metal katyonik katalizör ilavesi [73], organik yüzey aktif maddeler ilavesi [54,69], ultrasonik müdahale [74] ve uygulanan akım tipini değiştirmek [75, 76] gibi. Bütün bu metotların arasında anyonik, katyonik ve iyonik olmayan yüzey aktif maddelerin kullanımı nanokompozit kaplamadaki biriken partikül miktarını diğerlerine nazaran önemli miktarda arttırmaktadır. Bununla beraber, aşırı yüzey aktif madde kullanımı katot alanını azaltacak ve kaplamanın daha gevrek olmasına neden olacaktır [66].

#### 4.2.2. Elektrolitik nano nikel metal matrisli kompozit kaplamaların fiziksel özellikleri

Nikel matris içerisine ilave edilen silisyum karbür nano partikülleri kompozit kaplamanın termal ve elektriksel iletkenlik özelliklerini iyileştirirler [77, 78].

Shaigan ve arkadaşlarının 2008 yılında yaptıkları çalışmada [79] ilave edilen  $\text{LaCrO}_3$  ile kaplamanın öz direncinin düştüğünü tespit etmişlerdir. çalışma sonucunda stabil bir düşük alan öz direnci ( $0,005\Omega \text{ cm}^2$ ) elde edilmiştir.

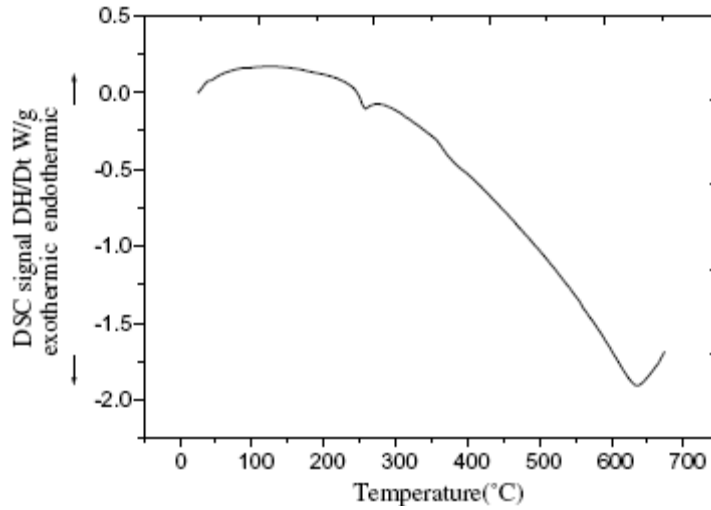
Wu ve arkadaşları [80] 2004 yılında Ni-Co- $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit kaplamaların termal özelliklerini incelemişlerdir. İncelemeler için Ni-20Co-%8,5  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve Ni-80Co-%8,7  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozisyonlarında iki farklı kompozit kaplama ile yapılmıştır. Sıcaklık 250 °C'den düşük olduğu zaman her iki kaplamanın da termal genleşme katsayılarının neredeyse eşit olduğu, bu sıcaklığın üstünde ise Ni-80Co-%8,7  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozisyonunun daha yüksek değerler ulaştığı tespit edilmiştir (Şekil 4.2a). Termal iletkenlik değerlerinin ise Ni-80Co-%8,7  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozisyonunda genelde daha yüksek olduğu görülmüştür (Şekil 4.2b).



Şekil 4.2 Ni-Co/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  kompozit kaplamaların a) termal genleşme katsayısı b) termal iletkenliği [80]

Chan ve arkadaşlarının [81] elektrolitik Ni-SiC kompozit kaplamaların süperplastik deformasyon davranışı üzerine yaptıkları çalışmada ürettikleri kaplamanın termal analizini incelemişlerdir (Şekil 4.3). DSC eğrisi incelendiğinde, ekzotermal pikin

tane büyümesine karşılık geldiği belirtilmiştir. Literatürde nanokristalin nikel için 320 °C civarındaki ekzotermik pik görüldüğü belirtilmiştir [mcfadden]. Bununla beraber, Ni/SiC kompozitte ekzotermal pik yaklaşık 630 °C civarında gözlemlenmiştir. Ötelenmiş ekzotermal pik kaplamadaki tane sınırlarına göç ederek nikel matrisin tane büyümesini geciktiren SiC partiküllerine bağlanabileceği söylenmiştir. Böylece, çalışma için seçilen sıcaklık aralığında muazzam bir tane büyümesi meydana gelmemiş ve nikel matris içerisine biriken nano-SiC partikülleri süperplastik davranışa uygun bir şekilde nikelin termal özelliklerine etki etmiştir [81].



Şekil 4.3 Ni-SiC kompozit kaplamanın DSC eğrisi [81]

#### 4.2.3. Elektrolitik nano nikel metal matrisli kompozit kaplamaların mekanik özellikleri

Kompozit kaplamalar eşsiz özellikleri içerdikleri partiküle bağlıdır ve bu partiküller orijinal metal veya alaşımlarının özelliklerini oldukça arttırabilirler. Örneğin; alümina Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sistemlerinde olduğu gibi sertlik ve aşınma direnci özelliklerini oldukça arttırırlar [43-53]. En yüksek çekme ve akma gerilmesi değerleri biriken parkikül miktarına bağlı olarak metalik nikel ile kıyaslandığında neredeyse iki kat artmıştır [48,49]. Aşınma direncinin de aynı şekilde artan sert partikül içeriği ile arttığı saptanmıştır [52]. Partikül içeren elektrolitik nikelin sünekliği saf nikel nazarında daha düşüktür. Ancak kompozitlerin yüksek

sıcaklıklarda tavlanması daha sünek olmalarını sağlamakla birlikte mukavemetlerini düşürmektedir.

Genel olarak, ikinci faz partiküllerin bulunması mikrosertlik, akma ve çekme mukavemeti ile aşınma direnci özelliklerini arttırmaktadır [63,82-84].

1989'da, Greco [61,62] elektrolitik kompozitlerin oluşumu ve özellikleri üzerine iki inceleme yayınlamıştır. Çalışmada krom oksit, krom karbür, alümina, grafit, elmas, slisyum karbür ve titanya partikülleri hem nikel, hem de bakır matris ile incelenmiştir. Partikül konsantrasyonunun artışı ile elektrokompzitlerin sertliğinin ve mukavemetinin arttığı, ancak bununla beraber sünekliğinin düşüp gevrekliğinin arttığı bildirilmiştir. 1991 ve 1995'de, Verelst ve diğerleri [51,63] nikel-alümina kompozitlerde artan sertlik ve mukavemetin yanında düşen uzama özelliklerini gözlemlemişlerdir. Ayrıca mikron-altı partiküllerin olması durumunda kırılmanın daha düşük olduğunu ve bununla Hall-Petch yasasına göre tane büyümesinin engellenmesinden doğan sertlik artışı etkisine dayandığını belirtmişlerdir.

2007 yılında Srivastava ve arkadaşları [65] nanopartikül içeren kompozit kaplamalardaki sertlik artışının tane incelmelerinden kaynaklanan Hall-Petch sertlik artış mekanizması ile yüksek miktarda partikül birikmesinin neden olduğu Orowan sertlik artış mekanizmalarının bir kompozisyonu olduğunu ortaya koymuştur.

Yapılan birçok çalışmada seramik partiküllerin kaplamadaki hacimsel oranının artmasıyla mikro sertlik değerlerinde artış gözlemlemişlerdir [60,80,85-87]. Wu ve arkadaşları [80] Co-Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sisteminde 320 Hv'den 600 Hv'ye, Yao ve arkadaşları [60] ise Ni-W/SiC sisteminde 500 Hv'den 711 Hv değerine artış elde etmişlerdir.

Wu ve arkadaşlarının [80] 2002 yılında yayınladıkları çalışmada, seramik partiküllerin katot yüzeyinde absorbe edilmesi ile akım veriminin düştüğü ve depozit tabakada hidrojen miktarının önemli ölçüde arttığını ve ardından da hidrojenin geri bırakılmasıyla iç gerilimin arttığını bildirmiştir. İç gerilmelerin giderilmesi için 200°C'nin üzerinde bir ısı işlem gerektiğini öngörmüşlerdir.

#### 4.2.4. Elektrolitik nano nikel metal matrisli kompozit kaplamalar aşınma ve tribolojik özellikleri

Nano seramik partikül takviyeli nikel kompozit kaplamalar ile ilgili literatürde var olan genel yargı, kaplama tabakasında biriken nano partikül miktarı arttıkça aşınma hızının düştüğü yönündedir [63,65,66,87-89]. Takviye partikülleri yalnızca aşındırıcı yüzey ile kaplama arasındaki direkt temasını azaltmaz aynı zamanda Orowan etkisini de meydana getirir [69,90].

Kaplama tabakası içerisinde bulunan partiküller sertliği arttırırlar ve dolaylı olarak da aşınma hızını düşürürler. Archard's önermesinin de belirttiği gibi sertlik ve aşınma hızı ters orantılıdır [91]. Bununla beraber ilave edilen partiküllerin boyutu düştükçe aşınmaya karşı direncin arttığı da bildirilmiştir [61,82].

İyi aşınma direnci genellikle ince-kristalli mikroyapı ve artan mikrosertlikten kaynaklanır. Yapılan son çalışmalar nano-partikül içeren elektrolitik kompozit kaplamaların matrislerinin de nano-yapılı olarak elde edildiğini ortaya koymuştur [84, 92]. Gyftou ve arkadaşlarının [93] yaptığı çalışmada kaplama tabakasına gömülen nano partiküllerin nikelin kristal büyümesini bozduğu ve böylece kristal boyutunu düşürüp sertliği dikkate değer bir ölçüde arttırdığı belirtilmiştir. Ayrıca Qu ve arkadaşları [94] da ikinci faz olarak bulunan  $CeO_2$  partiküllerinin nikel matrisin tane boyutunu düşürdüğünü elde etmişlerdir.

Yapılan çalışmalarda saf metal kaplama ile karşılaştırıldığında nano kompozit kaplamanın sürtünme katsayısının yaklaşık iki kat daha az ve daha stabil olduğu gözlemlenmiştir [65, 95].

Literatürden elde edilen bilgilere göre seramik partikül ile takviye edilmiş nikel matrisli elektrolitik nanokompozit kaplamaların aşınma izi morfolojisi genel olarak şu şekildedir; aşınma izi boyunca koyu ve açık renkli bölgeler bulunmakta ve abrasif aşınmanın tipik bir göstergesi olan çizikler aşınma izi doğrultusunda saptanmaktadır, ayrıca aşınma izinin koyu bölgelerinde aşındırıcı karşı yüzeyden malzeme

transferinin varlığının yanı sıra nikel oksit oluşumunu da gösteren aşınma ürünlerinin oluşturduğu bir tabaka bulunmaktadır [61].

#### **4.2.5. Elektrolitik nano nikel metal matrisli kompozit kaplamaların uygulama alanları**

Elektrolitik yöntemle üretilen nanokompozit kaplamalar son yıllarda oldukça fazla uygulama alanı bulmuştur. Bunlara örnek vermek gerekirse; motor silindirlerinin kaplanması, yüksek basınç valfları, kalıplar, müzik enstrümanlarının üretimi, matkap teçhizatları, otomobil aksesuarları, küçük uçak elektronikleri, mikroelektronik sistemler, duyarlılık mühendisliği uygulamaları, uzay araçları, tıbbi cihazlar, denizcilik, madencilik, tarım ve nükleer alanlar [54,61,63,67,96, 97-99].

Abdel Aal ve arkadaşları [77] 2005 yılında yaptıkları çalışmada ürettikleri nano  $TiO_2$  seramik partikülleri içeren nikel matrisli kompozit kaplamaları yakıt hücresi olarak kullanmayı denemişlerdir. Sonuç olarak kompozit kaplamaların saf metal kaplamalara göre, içerdiği korozyon direnci yüksek  $TiO_2$  partiküller ve nikel matrisin nano boyutlu kristallenmesinden dolayı sıvı yakıtın neden olduğu korozyona direncinin yüksek olduğu saptanmıştır.

Tjong ve arkadaşları [100] yaptıkları çalışmada nanokompozit kaplamaların nano boyuttaki tane yapısının sağladığı yüksek sertlikleri nedeniyle kesme ve şekillendirme takımları, rulmanlar ve motor parçalarında kullanılmaya uygun olduklarını belirtmektedir. Ayrıca aynı çalışmada belirtildiği gibi yüksek mekanik ve tribolojik özellikleri nedeniyle MEMS (mikro-elektro-mekanik sistemler) uygulamalarında kompozit kaplamalar saf metal veya alaşım kaplamalara göre daha geniş bir kullanım bulmaktadırlar.

Teh ve arkadaşları [101] 2005 yılında ortaya koymuşlardır ki, nikel-nanokompozitler düşük sıcaklıkta üretilmeleri, iç gerilmelerinin ve üretim maliyetlerinin düşük olması nedeniyle MEMS uygulamaların için eşsiz özellikler sergilemektedirler.



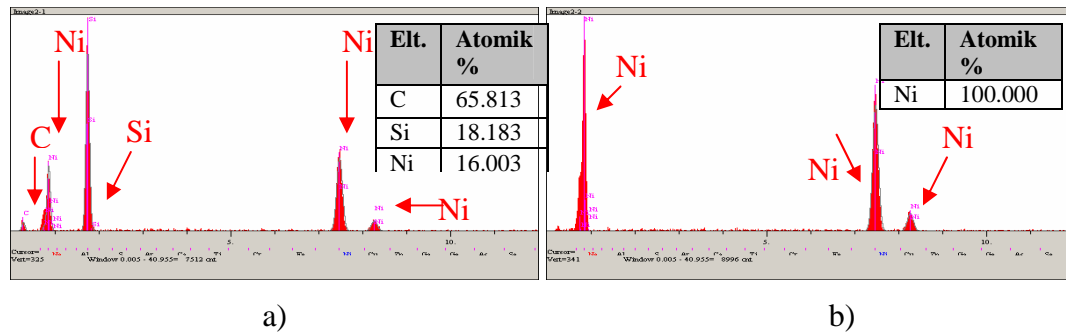
## BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

### 6.1. Ni-SiC Kompozit Kaplamalar

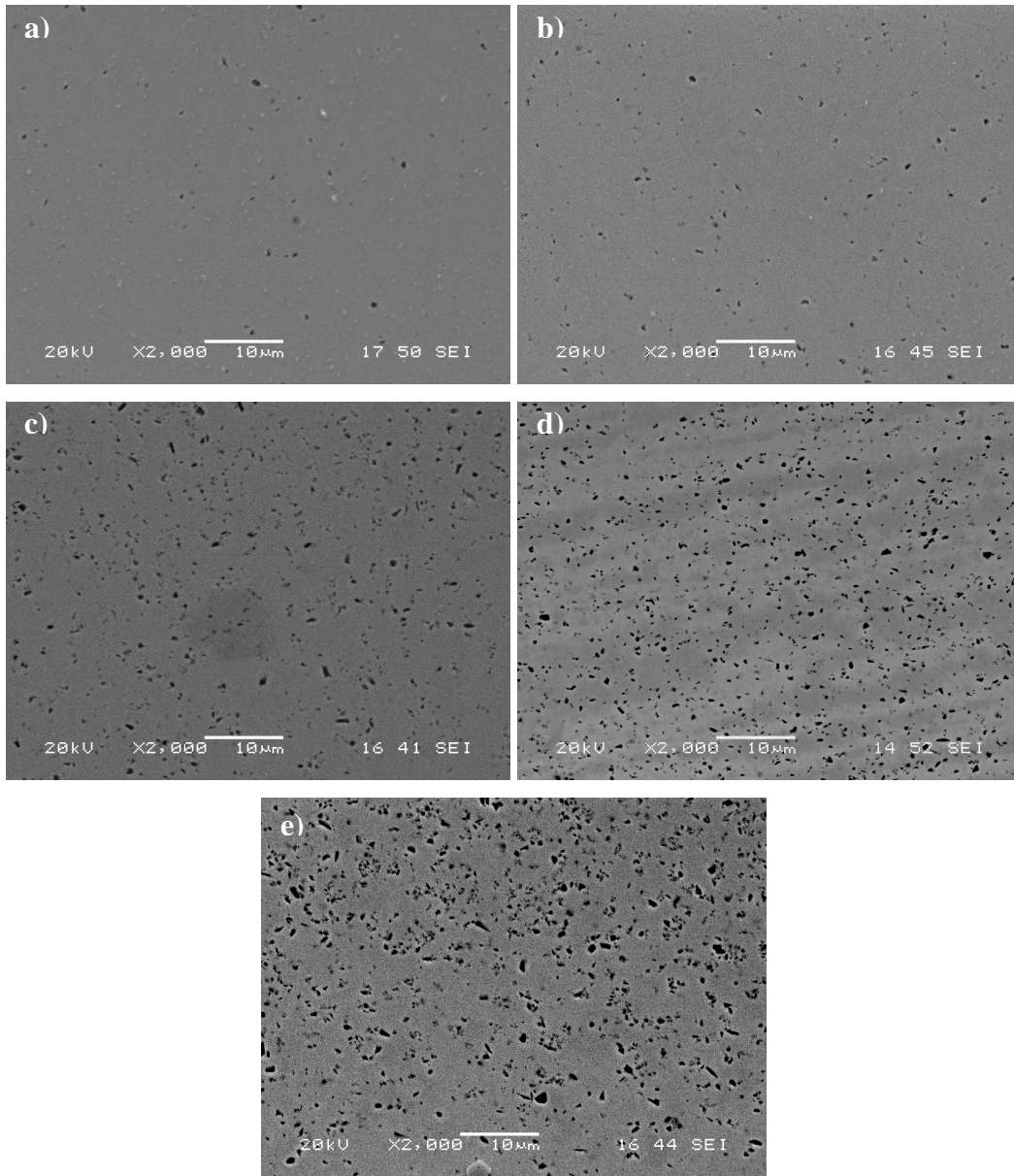
Konu ile ilgili yapılan literatür çalışmalarından faydalanılarak çok sayıda kaplama banyosu denenmiş ve daha uygun sonuçların alındığı silisyum karbür takviyeli kaplamaların karakterizasyonu çalışılmıştır. Silisyum karbür partikül takviyeli kaplamaların üretilmesinde, 0,1-1 µm arası tane boyutuna sahip SiC partiküller kullanılmıştır.

#### 6.1.1. Ni-SiC kompozit kaplamalarda yüzey aktif maddenin etkisi

Tablo 5.2’de verilen banyo bileşimlerinden A1, A2, A3, A4 ve A5 kodlu banyolarda diğer parametreler sabit tutularak, yüzey aktif madde konsantrasyonunun etkisi incelenmiştir. Şekil 6.1’deki 2000 büyütmede kesitten elde edilen EDS analizleri ile daha koyu renkli olarak görülen fazların nano SiC seramik partikül, açık renkli olarak görülen matris fazın ise nikel esaslı olduğu tespit edilmiştir. Uygulanan banyolara yüzey aktif madde olarak kullanılan “Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB)” kimyasalı litreye sırası ile 0, 100, 200, 300 ve 400 mg olacak şekilde ilave edilmesiyle gerçekleştirilen kaplama tabakası üzerine etkisini gösteren SEM görüntüleri Şekil 6.2’de verilmiştir.



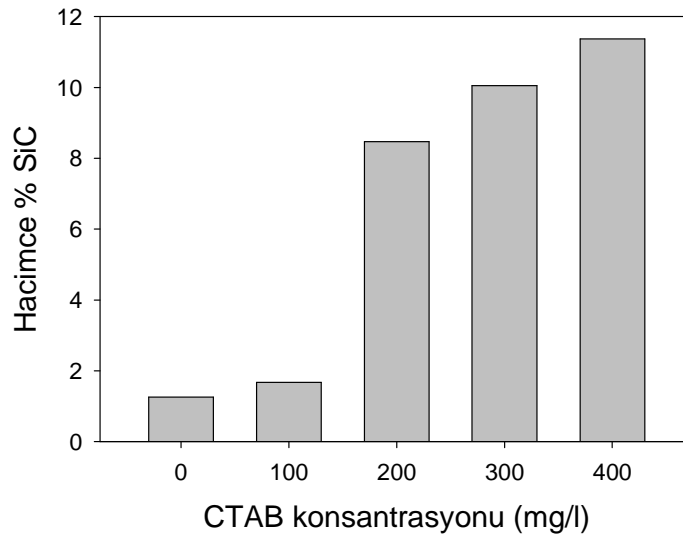
Şekil 6.1. A3 kodlu banyodan elde edilen koyu (a) ve açık renk (b) bölgelerin EDS analizleri



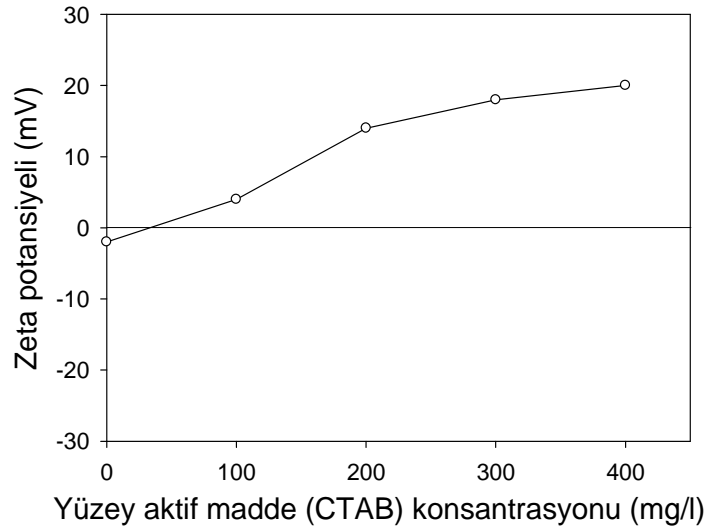
Şekil 6.2 Yüzey aktif maddenin etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların kesitlerinden elde edilen SEM görüntüleri (x 2000, SEI); a) 0 mg/l CTAB (A1), b) 100 mg/l CTAB (A2), c) 200 mg/l CTAB (A3), d) 300 mg/l CTAB (A4) ve e) 400 mg/l CTAB (A5)

İlave edilen yüzey aktif madde konsantrasyonunun belirli bir değerin üzerine (200 mg/l) ulaşmasıyla birlikte kaplama içerisine giren hacimce % SiC miktarının arttığı anlaşılmıştır. Ayrıca bu durum Şekil 6.3’de verilen grafikte de açıkça görülmektedir. Şekil 6.2 incelendiğinde artan yüzey aktif madde miktarına bağlı olarak kaplamadaki partiküllerin aglomerasyonunun azaldığı ve homojenliğin arttığı tespit edilmiştir. Buradan da ilave edilen partikül miktarına bağlı olarak partiküllerin yüzey alanına yetecek miktar yüzey aktif maddenin çözeltiye ilavesiyle, partiküllerin aglomerasyonunun da engellenebildiği aşıkardır. Böylece ortaya çıkan daha homojen

partikül dağılımı ve aglomere olmamış yapının kaplama kalitesini de arttıran bir sonuç olduğu ileri sürülebilir. Artan yüzey aktif madde miktarının partikül/çözelti arayüzey geriliminin artmasına ve dolayısıyla yüzey yüklerinin değişmesine yol açtığı tahmin edilmektedir. Benzer sonuçlar literatürde farklı çalışmalarda da gözlenmiştir. Nitekim, Li Chen ve arkadaşları [69] tarafından; kaplamaya giren partikül miktarının artmasının, absorbe edilen moleküller veya iyonlar, dolayısıyla çözeltideki partiküllerin artan elektroforetik göçü sayesinde partiküllerin yüzey yüklerinin modifikasyonu ile ilgili olduğu şeklinde açıklanmıştır. Burada “absorbe edilen moleküller veya iyonlar” sözüyle kastedilmek istenen; çözeltideki seramik partiküller üzerine biriken yüzey aktif madde (CTAB) molekülleridir. Çözeltiye ilave edilen CTAB konsantrasyonunun artması ile doğal olarak seramik partiküllerin etrafını kaplayan CTAB moleküllerinde de artma görülmüştür. Böylece partiküllerin yüzey gerilimleri artmış olmaktadır. Bu yöntem ile seramik partiküller arasındaki aglomerasyon (topaklanma) eğilimi önlenmiş olup çözelti içerisindeki partiküllerin askıda kalması sağlanmıştır. Buna bağlı olarak da elektroliz sırasında askıda kalan partiküllerin nikel matris içerisine birikmesi (electrodeposition) sağlanmaktadır.



Şekil 6.3. Yüzey aktif madde konsantrasyonuna bağlı olarak kaplama içerisine giren SiC miktarı grafiği

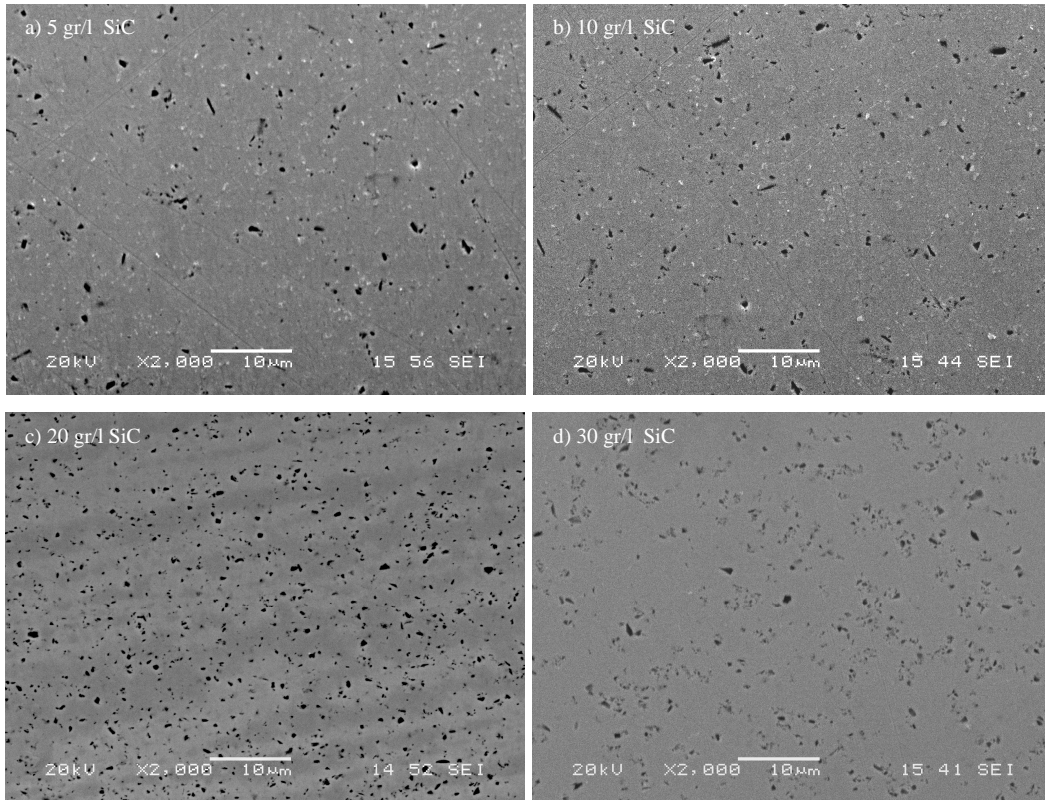


Şekil 6.4. Yüzey aktif madde konsantrasyonu – Zeta potansiyeli ilişkisi

Yüzey aktif madde (CTAB) konsantrasyonunun SiC partiküllerinin kaplamada birikmesine etkisini göstermek için, CTAB'ın zeta potansiyeli üzerine etkisi Şekil 6.4.'de gösterilmiştir. Partiküllerin zeta potansiyeli, CTAB miktarı arttıkça artmıştır. Zeta potansiyeli değerinin mutlak değer olarak artışı (negatiflik ve pozitiflikten bağımsız olarak), çözelti içerisindeki partiküllerin birbirlerine karşı olan çekim kuvvetinin, yüzey yüklerinin artması sureti ile azalmasını ve böylece partiküllerin askıda kalmasını sağlamaktadır. Bu bilgiyi doğrular biçimde; yapılan çalışmalarda artan yüzey aktif madde (CTAB) ilavesinin SiC partiküllerinin zeta potansiyelini arttırdığı ve metal matriks içine partiküllerin daha homojen birikmesini sağladığı belirlenmiştir. CTAB miktarının yüksek olması partikül – elektrolit arasındaki yüzey gerilimini arttırmakta ve partiküllerin elektrolitte asılı kalmasına yol açmaktadır. Dolayısıyla askıda kalan partiküller daha yoğun miktarda kaplama tabakasına girmektedirler (Şekil 6.2.d). Benzer şekilde Filatre ve arkadaşları [102] da artan CTAB katyonik yüzey aktif maddesinin miktarı ile zeta potansiyelinin artacağını ve zeta potansiyelinin artmasının da partiküller ile katot arasında ekstra bir adhezyon kuvveti sağlayarak kaplama tabakasında biriken partikül miktarını arttıracığını bildirmiştir.

### 6.1.2. Ni-SiC kompozit kaplamalarda seramik partikül konsantrasyonunun etkisi

Tablo 5.2’de verilen banyo bileşimlerinden B1, B2, B3 ve B4 kodlu banyolarda diğer parametreler sabit tutularak, çözelti içerisine ilave edilen seramik partikül konsantrasyonunun etkisi incelenmiştir. Bu banyolara sırası ile litrede 5, 10, 20 ve 30 g olacak şekilde SiC partikülleri ilave edilerek, kaplamanın özellikleri üzerine etkisi incelenmiş, yapılan SEM çalışması sonuçları Şekil 6.5’de verilmiştir.

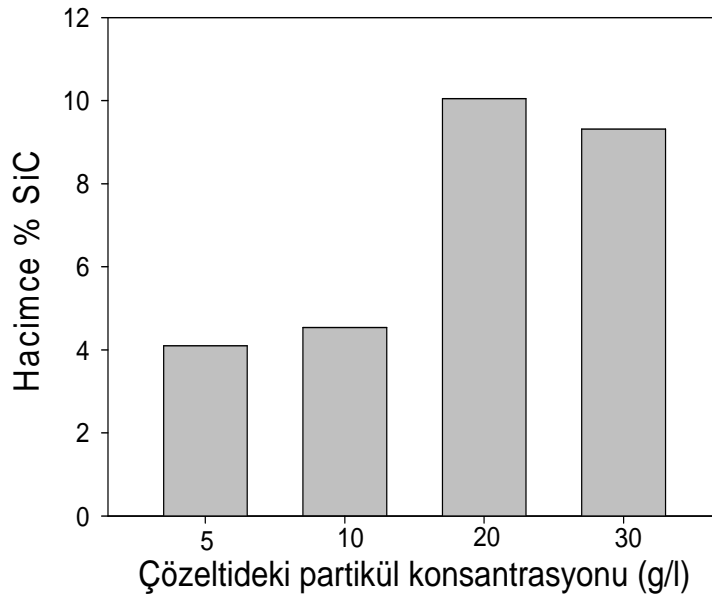


Şekil 6.5. Partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların kesitlerinden elde edilen SEM görüntüleri (x2000, SEI); a) 5 g/l SiC (B1), b) 10 g/l SiC (B2), c) 20 g/l SiC (B3) ve d) 30 g/l SiC (B4)

Partikül konsantrasyonunun etkisinin incelendiği Ni-SiC kompozit kaplama çalışmalarında, çözeltiliye ilave edilen SiC partikül konsantrasyonunun artışı ile kaplamada nikel matris içerisine giren partikül miktarının arttığı, Şekil 6.5’deki SEM görüntülerinden açık bir şekilde anlaşılmaktadır. Ayrıca Şekil 6.6’da verilen partikül konsantrasyonu kaplamadaki hacimce % SiC miktarı ilişkisini gösteren veriler bu sonucu desteklemektedir.

Görülmektedir ki çözelti içerisinde ilave edilen partikül miktarının 20 g/l değerine kadar artırılmasıyla kaplama tabakasına giren miktar hacimce %10 civarına arttırılabilmektedir. Ayrıca biriken partikül miktarının 20 g/l değerinde maksimuma ulaştığı ve sonrasında çözeltideki SiC konsantrasyonu artmasına rağmen (30 g/l) kaplama tabakasındaki hacimce % partikül miktarının azaldığı belirlenmiştir.

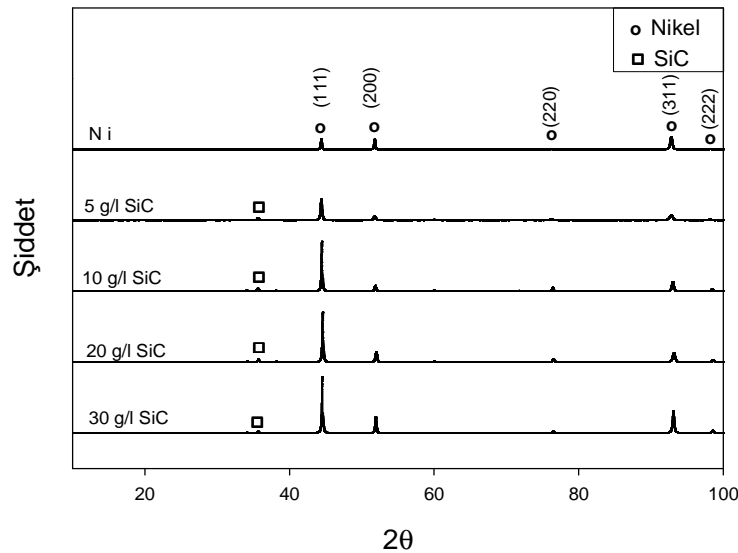
Lee ve arkadaşlarının [103] yaptığı çalışmada; çözeltideki SiC içeriğinin maksimum partikül birikmesine neden olduğu ve ardından biriken SiC partiküllerinin sayısı katot yüzeyine yaklaşan SiC partiküllerinin sayısı ile eşitlendiğinde kararlı bir dengeye ulaştığını söylemişlerdir. Maksimum birikebilen SiC miktarına karşılık gelen çözeltideki SiC içeriğinin üzerinde, askıda bulunan partiküller kaplama banyosu içerisinde aglomere olabilmektedirler. Bundan dolayı, nikel matris içerisine biriken SiC partikül miktarının düşme eğilimi gözlenmektedir. Farklı bir kaynaktan da benzer bir eğilim bildirilmiştir [88]; kaplama çözeltisindeki SiC içeriğinin yüksek değerlerinde, aglomere olan partiküller nikel matris içerisine birikmeye karşı koymuşlar ve katod yüzeyinde çözeltiden SiC akışına karşı bir bariyer oluşturmuşlardır.



Şekil 6.6. Partikül konsantrasyonuna bağlı olarak kaplama içerisine giren SiC miktarı grafiği

Banyodaki partikül içeriğinin 20 g/l SiC değerine kadar (20g/l SiC dahil) biriken partikül miktarı önemli derecede artmıştır. Bu artışı eğilimi banyodaki SiC partiküllerinin içeriğinin artmasıyla katot yüzeyine ulaşan partikül sayısının artmasına bağlanabilir. Yalnızca bu yeterli bir süre zarfında katot yüzeyine bağlı kalan partiküller başarılı bir şekilde nikel matris içerisine biriktirilebilir. Bu nedenle, büyüyen nikel matris içerisine SiC partiküllerin yakalanması hem çözeltideki partiküllerin katod yüzeyine temasta bulunma hızına hem de nikel birikme hızına bağlıdır. Kaplama banyosundaki SiC içeriğinin artmasıyla katot yüzeyine temasta bulunan SiC partiküllerinin sayısı artmasına rağmen, büyüyen nikel filmin partikülleri yakalama kapasitesi neredeyse aynı kalır [74]. Sonuç olarak, çözeltideki partikül konsantrasyonunun 20 g/l SiC değerinin üzerinde olduğu durumlarda limitli bir birikme görülmesinin nedenini bu şekilde açıklamak mümkün olabilir.

Lee ve arkadaşları [103] tarafından ifade edildiği gibi, partiküller etrafında iyonik bulut oluşturan kaplama banyosundaki nikel iyonlarının ve protonlarının SiC partikül yüzeyi üzerine adsorpsiyonu meydana gelir. İyonik bulutun büyüklüğü elektroforetik davranışa etki eder, örneğin nikel iyon ve protonlarının adsorpsiyonunun artması elektroforez (electrophoresis) hızı artırır.



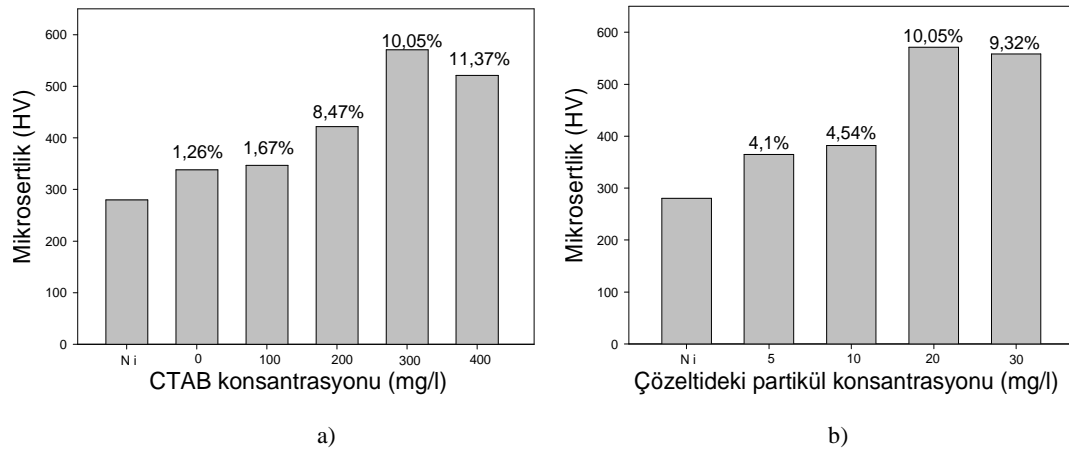
Şekil 6.7 Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalara ait X-ışını kırınım örgüleri analizi

Şekil 6.7’de partikül miktarına bağlı olarak X-ışını kırınım örgüleriyle ortaya çıkan değişim karşılaştırmalı olarak görülebilmektedir. Birçok araştırmacı tarafından da

tespit edildiği gibi, nikel kaplamayla kıyaslandığında kompozit kaplamadaki (200) nikel kırınım pikinin şiddeti azalmakta ve pik genişliği artmaktadır [64, 65]. Bu durum SiC partiküllerinin kaplama banyosu içerisine ilave edilmesiyle Ni-SiC kompozit kaplamaların tane boyutunun düşmesine bağlanabilir. SiC partikülleri daha fazla çekirdeklenme bölgesi sağlar ve böylece kristal büyümesini geciktirir, buna bağlı olarak kompozit kaplamanın nikel matriksi daha küçük kristal boyutlarına sahip olur [64]. Bu durum kaplamaların minimum sertlik ve maksimum sünekliği ile ilişkili olan [110] tekstürüne bağlı olabilir. Ni-SiC kompozit kaplamalarda (200) yönünün azalmasıyla (111), (222) ve (311) yönlerinde artış gözlemlenmiştir.

## 6.2. Mikro Sertlik Çalışmaları

Elde edilen Ni- SiC kompozit kaplamaların mikro sertlik çalışmaları Şekil 6.8'de verilmiştir.



Şekil 6.8. Ni- SiC kompozit kaplamalara ait; yüzey aktif madde miktarı (a) ve çözeltideki partikül konsantrasyonuna bağlı olarak mikro sertlik değişimi grafikleri (kaplamaya giren partikül miktarları hacimce % olarak verilmiştir.)

Takviyesiz nikel kaplama ve SiC takviye edilmiş nikel metal matrisli kompozit kaplamaların mikrosertlikleri Şekil 6.8'de gösterilmiştir. Şekil 6.8a ve 6.8b incelendiğinde kaplama tabakasının sertliğinin yüksek oranda biriken SiC miktarına bağlı olduğu görülmektedir. Hacimce % 10,05 SiC içeren kompozit kaplama mikro sertliği 280 Hv olan saf nikel kaplama ile kıyaslandığında 571 Hv değerine çıkmış olması son derece önemli bir veridir.



Hou ve arkadaşlarının [63] açıkladığı gibi, çözeltiye yüzey aktif madde ilavesi gerçekten de önemli ölçüde nikel kaplamanın sertliğinin artmasına neden olmaktadır. Ayrıca, bu durumun nedeni çok açık olmamakla beraber, daha sert matris yüksek aşınma direnci doğurduğundan dolayı yüzey aktif madde içeren nikel kaplamaların saf nikel göre daha yüksek sertlik değerleri vermesi ümitlendiricidir [63].

Kaplamada artan seramik partikül miktarı ile yüzey geriliminin artmasının birçok nedeni vardır. Bu nedenler aşağıdaki gibi sıralanabilir:

1. Bilindiği gibi mikron altı partiküllerin metallere ilave edilmesinde dispersiyon, dolayısıyla orowan sertlik artış mekanizması devreye girmektedir. Partiküllerin etrafında dislokasyon halkalanması ve çapraz kayma ile kayma gerilmelerinde artış sağlanmaktadır.
2. Nikel ve seramik partikülün termal genişleme katsayıları farkı yüksek olduğundan özellikle partiküller etrafında dislokasyon yoğunluğu artış gösterir.
3. Seramik partiküller heterojen çekirdekleyici olarak davranabildiklerinden nikelin tane boyutunu çok önemli derecede düşürebilmektedir [67].

Çözeltideki partikül konsantrasyonunun artmasıyla ise kaplamaya giren partikül miktarında artış olması gayet doğaldır. Buna bağlı olarak da yukarıda ifade edilen sebeplerle sertlikte artış meydana gelmektedir.

### **6.3. Latis Distorsiyonu Hesabı**

X-ışını kırınım örgülerinden latis parametresinin hesaplanması kafes parametresinde meydana gelen değişim latis distorsiyonu olarak verilmiştir. X-ışını kırınım örgülerinden her bir düzlem için hesaplanan % distorsiyon değerlerinin kaplama parametreleri ile olan ilişkisi grafik şeklinde gösterilmiştir (Şekil 6.9).

Yüzey merkezli kübik kristal yapısına sahip malzemeler için latis parametresi [104]

$$a^2 = (\lambda^2 / 4 \sin^2\theta)(h^2 + k^2 + l^2) \quad \text{ile hesaplanmaktadır.} \quad (6.1)$$

Bu formül yolu ile bulunan latis parametresinden % Distorsiyon değerleri hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Distorsiyon} = 100 [ (a_0 - a_1) / a_0 ] \quad (6.2)$$

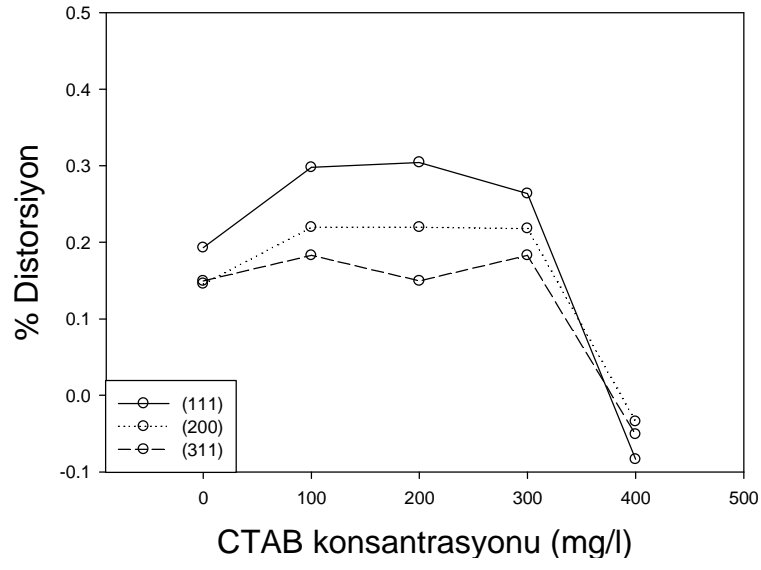
$a_0$  : metalik nikel kaplamanın kafes parametresi

$a_1$  : silisyum karbür takviyeli kompozit kaplamanın kafes parametresi

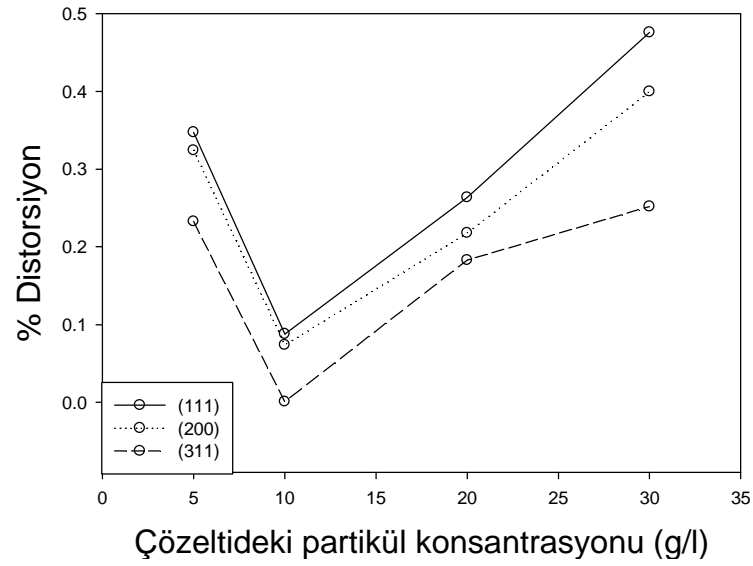
Şekil 6.9'da (a) yüzey aktif madde (CTAB) ve (b) çözeltideki partikül konsantrasyonu - % distorsiyon ilişkisini gösteren grafik verilmiştir.

X-ışını kırınım örgülerinden yapılan hesaplamalar sonucu Şekil 6.9a.'dan da görüldüğü üzere yüzey aktif madde (CTAB) konsantrasyonu başlangıçta 300 mg/l değerine kadar pozitif distorsiyon davranışına neden olmuştur. Bu konsantrasyonun üzerinde latis distorsiyon değerleri keskin bir şekilde negatif hale gelmişlerdir. Düzlemlerin her birinde distorsiyon varlığı açıkça görülmektedir. CTAB konsantrasyonunda meydana gelen artışın kaplama tabakasına giren partikül miktarında da artışa neden olması latiste meydana gelen distorsiyonun sebebi olarak açıklanabilir. C-Ni denge diyagramına bakıldığında nikelin 1025°C'de ağırlıkça % 1,6 karbona kadar çözdüğü görülmektedir. Bu çalışmada kaplama banyo sıcaklığı 45°C'de sabitlenmiştir. Nikelin oda sıcaklığında karbon çözünürlüğü ile ilgili denge diyagramında bilgi bulunmamaktadır. Ancak bu çalışmada yüzey aktif maddenin iyonize olduğu göz önüne alındığında karbon iyonlarının ara yer elementi olarak nikel içinde çözünmesinin muhtemel olduğu iddia edilebilir bu nedenle latis distorsiyonunun pozitif yönde olduğu ortaya çıkmaktadır.

Şekil 6.9b de ise başlangıçta 5 g/l partikül konsantrasyonu bütün kristal düzlemlerinde negatif distorsiyon gözlemlenmesine neden olmuştur. Bununla beraber, bu değer üstündeki konsantrasyonlarda yükselen bir latis distorsiyonu eğilimi gözlemlenmiştir. Bu ani düşüş ve ardından gerçekleşen pozitif latis distorsiyonunun nedeni çok açık değildir.



a)



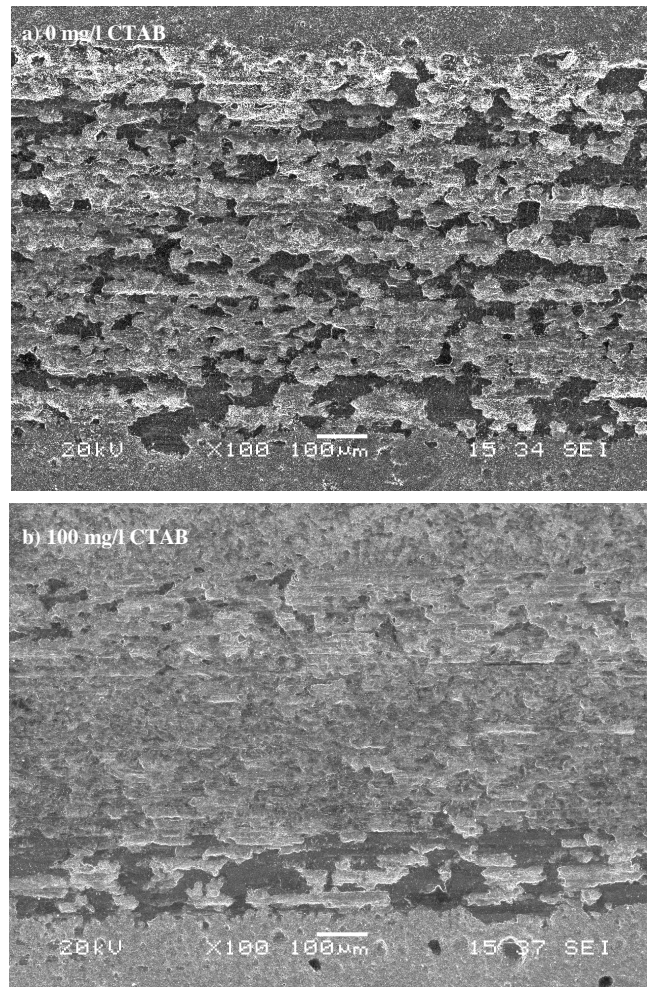
b)

Şekil 6.9. Ni- SiC kompozit kaplamalara ait; yüzey aktif madde miktarı (a) ve çözeltideki partikül konsantrasyonu (b) - % Distorsiyon ilişkisi

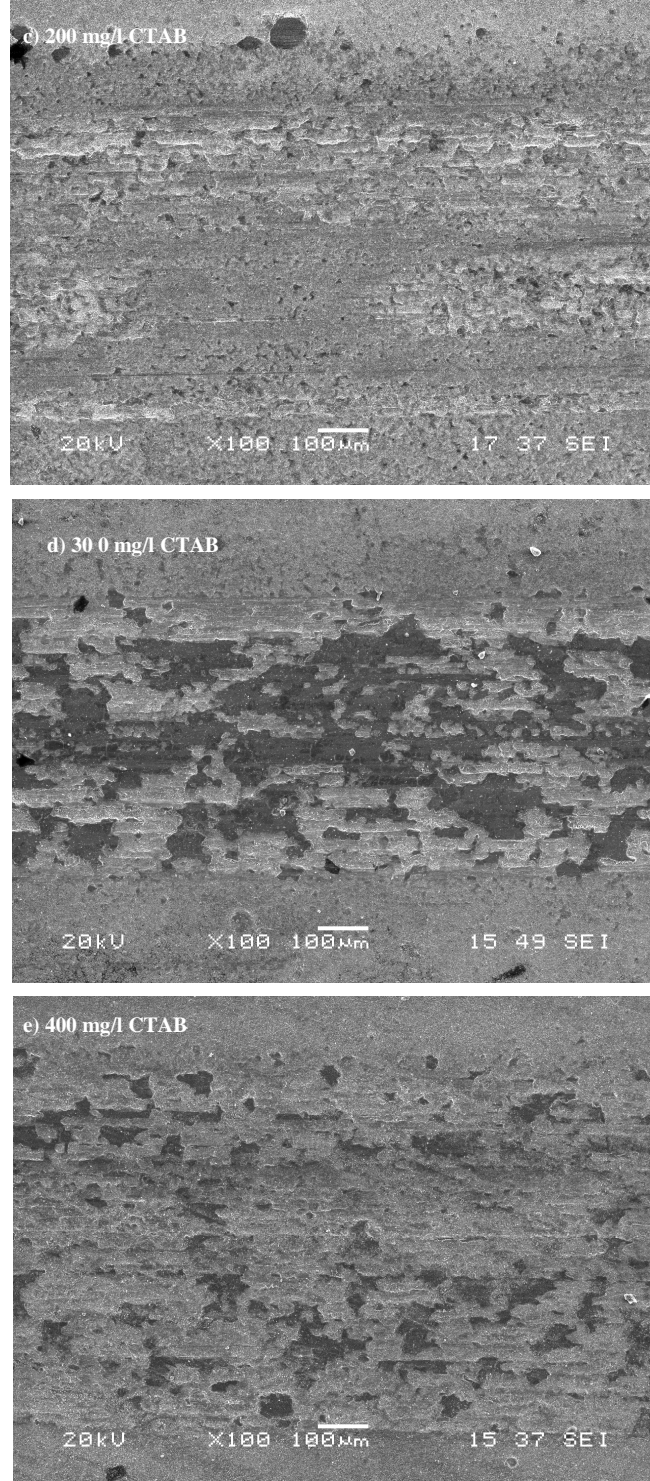
## 6.4. Sürtünme ve Aşınma

### 6.4.1. Ni-SiC kompozit kaplamalarda yüzey aktif madde miktarının aşınma ve sürtünme özellikleri üzerine etkisi

Ni-SiC kompozit kaplamaların 50 mm/s ile gerçekleştirilen aşınma deneyleri sonunda yüzeylerinde oluşan aşınma izi SEM görüntüleri Şekil 6.10'da verilmiştir.



Şekil 6.10. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların 50 mm/s hız ile yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 0 mg/l CTAB (hacimce %1.26 SiC), b) 100 mg/l CTAB (hacimce %1.67 SiC), c) 200 mg/l CTAB (hacimce %8.47 SiC) d) 300 mg/l CTAB (hacimce %10.05 SiC) e) 400 mg/l CTAB (hacimce %11.37 SiC)



Şekil 6.10. Devam

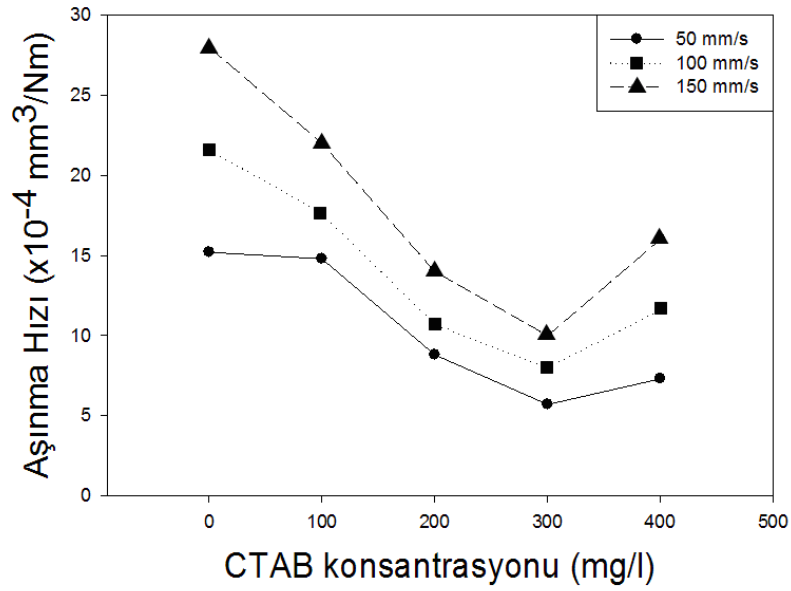
10 mm çapındaki bilyanın kaplama tabakası üzerinde 1N yük altında hareket ettirilmesiyle yapılan aşınma deneyinde oluşan izin çapı malzemenin aşınma miktarını göreceli olarak ortaya koymaktadır. İz genişliğinin artışı bilyanın üzerinde çalıştığı yüzeye daha fazla gömüldüğüne ve dolayısıyla aşındırıldığına işaret

etmektedir. Bu nedenle Şekil 6.10'de yüzey aktif madde (kaplamada artan partikül oranı) oranına göre düşük büyütmede (x100) çekilen aşınma izlerinin görüntüsü sunulmaktadır.

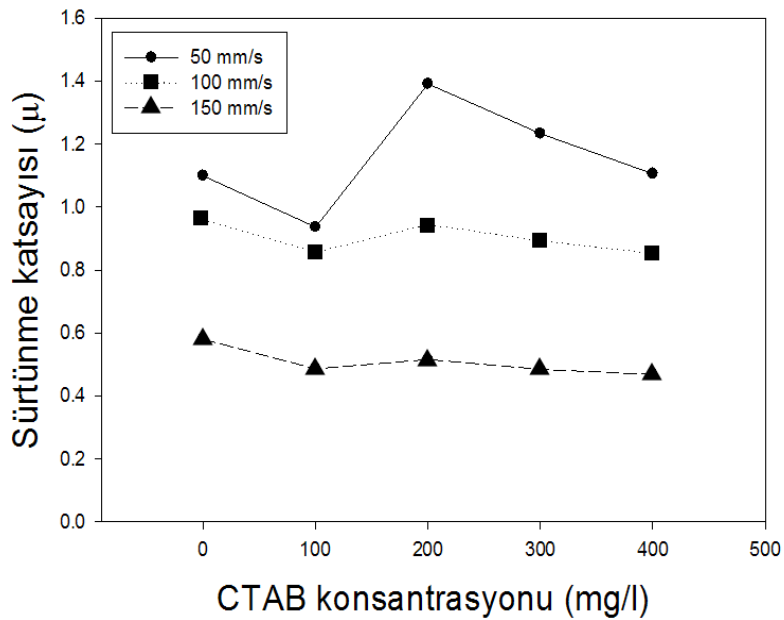
Yüzey aktif madde konsantrasyonunun etkisi incelenen kompozit kaplama çalışmalarında çözeltideki partikül konsantrasyonu 20g/l değerinde sabit tutulmuştur. Değiştirilen CTAB konsantrasyonuna bağlı olarak aşınma yüzey durumunu gösteren SEM fotoğrafları Şekil 6.10'da, aşınma hızı ve sürtünme katsayısı değişimi ise Şekil 6.11'de verilmiştir. CTAB kullanımıyla kaplama tabakasındaki SiC partikül miktarı artmasından dolayı, matrisin sertleşmesi sonucu aşınma kaybının azaldığı Şekil 6.11a'da görülmektedir. 300 mg/l CTAB konsantrasyonunda üretilen kompozit kaplamadan elde edilen kesit görüntüsünde yüksek miktarda partikül birikmesinden dolayı en düşük aşınmış yüzey görülmektedir. Bu durumda, CTAB tarafından etkili bir şekilde SiC partiküllerinin disperse edilmesi aglomerasyonu önemli ölçüde düşürmüştür. Bu etki grafiksel olarak Şekil 6.11a da gösterilmiştir. Ayrıca kaplama tabakasındaki SiC kompozisyonu, çözeltideki katot yüzeyine gömülme şansı yüksek olan daha küçük ve iyi disperse olmuş SiC partikülleri tarafından artırılmıştır.

Şekil 6.10a-6.10e'deki düşük büyütme resimleri incelendiğinde, Ni-SiC kompozit kaplamaların düşük abrasiv aşınma gösterdiği fark edilebilmektedir. Şekil 6.10a'da görüldüğü üzere CTAB ilavesi olmaksızın üretilen numunenin en geniş boyutta adheziv aşınma ve basma ve kayma gerilmelerinin kombinasyonu ile kayma yönünde geniş yivler oluşturan şiddetli deformasyon gösterdiği anlaşılmaktadır. Çözeltideki artan CTAB konsantrasyonu kaplama tabakasındaki biriken partikül miktarının artmasına bağlı olarak aşınma miktarının ve plastik deformasyonun düşmesine sebep olmuştur. Bununla beraber, CTAB konsantrasyonu 400 mg/l konsantrasyonuna ulaştığında aşınmanın artış eğilimine girdiği Şekil 6.10e ve 6.11a'da gösterilmektedir. Ni-%10,05 SiC kompozit kaplamalar Archard'ın kanununa [105] uygun şekilde minimum aşınma direncine sahiptirler (Şekil 6.8a ve 6.11a'yı karşılaştırınız). Nano kompozit kaplamaların mikrosertliği artan nano-SiC yüzdesi ile artar. Ni-SiC nano kompozit kaplamaların saf nikel ile karşılaştırıldığında mikrosertliğinin artması ve aşınma hızının düşmesi net bir biçimde anlaşılabilir. Burada nikel matris içerisinde biriken SiC nano-partiküller tane-

inceltme ve dispersiyon sertleşmesi etkileri yoluyla nikel tanelerinin büyümesini ve yük altında matrisin plastik deformasyonunu sınırlar. Tane-incelmesi ve dispersiyon sertleşmesi etkileri artan nano-SiC içeriği ile kuvvetlenir, böylece Ni-SiC kompozit kaplamaların mikrosertliği ve aşınma direnci artan nano-SiC içeriği ile artar [105].

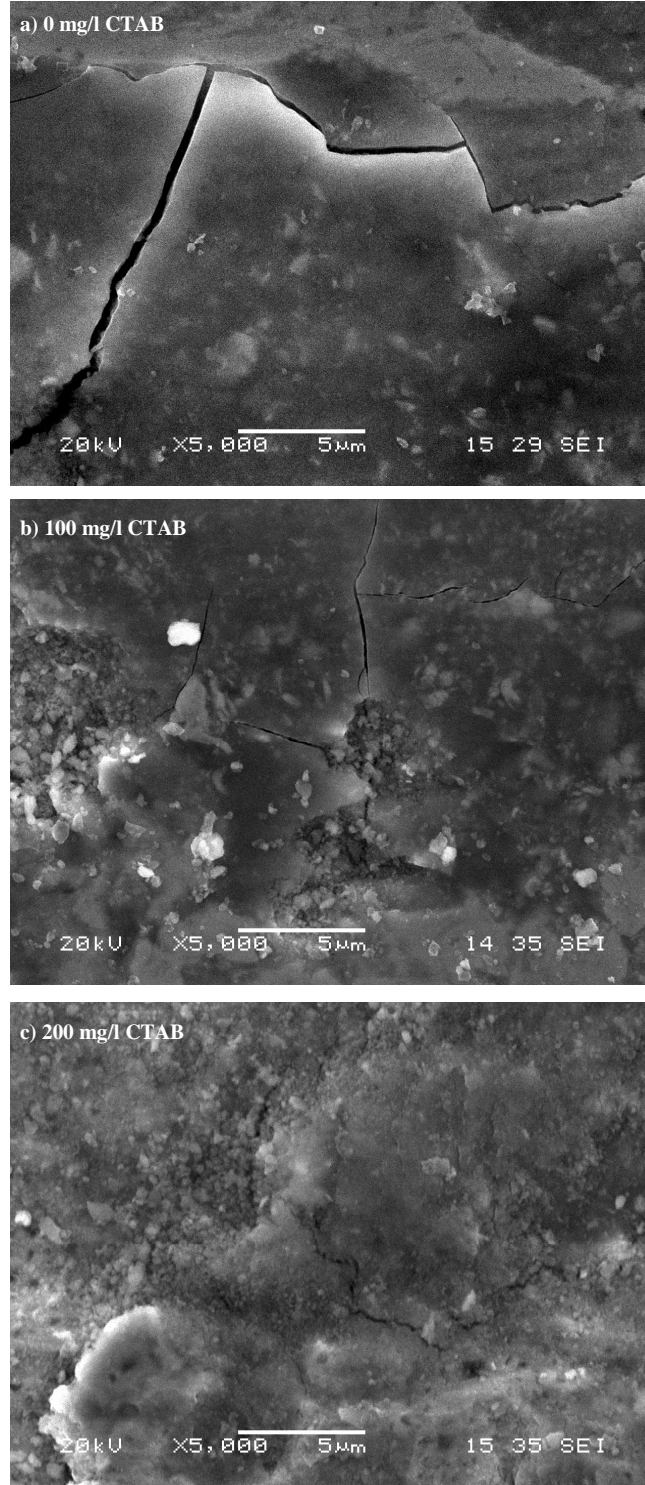


a)



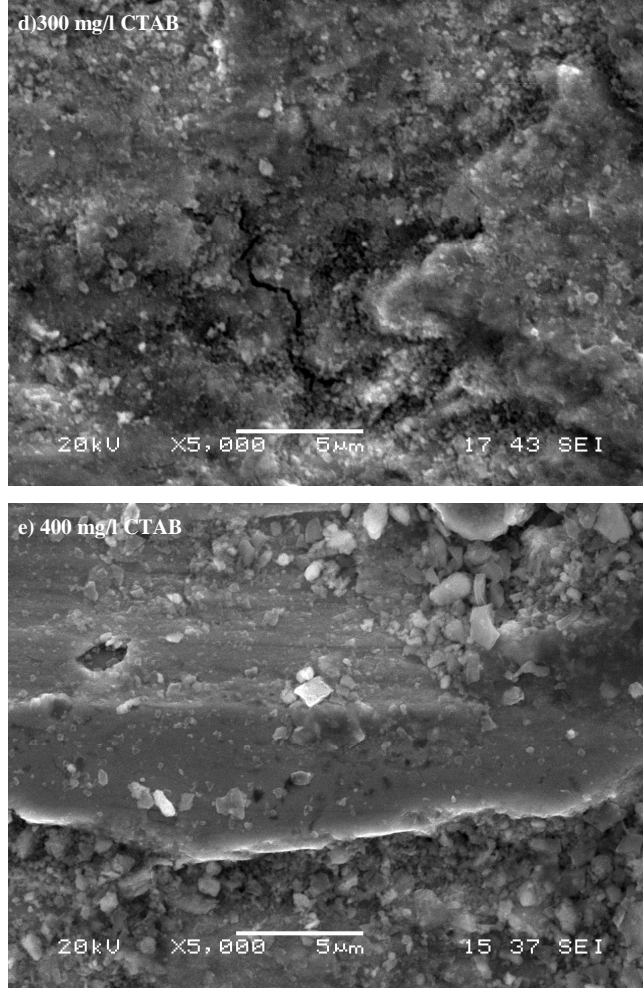
b)

Şekil 6.11. a) Yüzey aktif madde (CTAB) konsantrasyonu – Aşınma hızı grafiği b) Yüzey aktif madde (CTAB) konsantrasyonu – Sürtünme katsayısı grafiği



Şekil 6.12. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların 50 mm/s hız ile yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 0 mg/l CTAB (hacimce %1.26 SiC), b) 100 mg/l CTAB (hacimce %1.67 SiC), c) 200 mg/l CTAB (hacimce %8.47 SiC) d) 300 mg/l CTAB (hacimce %10.05 SiC) e) 400 mg/l CTAB (hacimce %11.37 SiC)





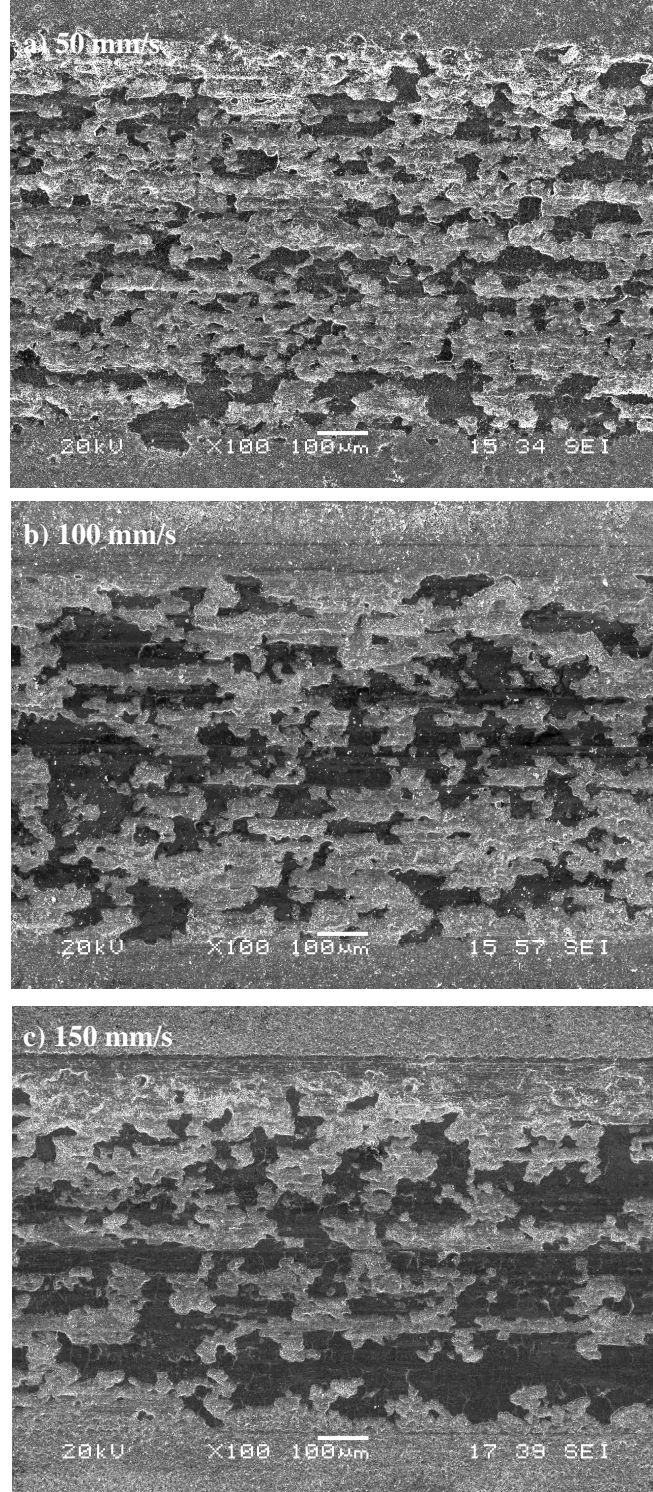
Şekil 6.12. Devam

Şekil 6.12’de Ni-SiC kompozit kaplamalarına ait aşınma izlerinin yüksek büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. CTAB ilavesi olmadan üretilen kaplamanın yüksek büyütme aşınma izinin morfolojisinden anlaşılacağı gibi; kaplama yüzeyinde etkiyen kuvvetler nedeniyle oluşan plastik deformasyon çatlak oluşumuna neden olmuştur (Şekil 6.12a). 100 mg/l CTAB içeren kaplamanın aşınma yüzeyi de benzer yüzey morfolojisine sahip olmakla beraber daha az miktarda plastik deformasyon göstermekte olup daha az miktarda çatlak içermektedir (Şekil 6.12b). 200 ve 300mg/l CTAB konsantrasyonuna ait kompozit kaplamalarının aşınma izlerinin görüntüsü benzer olup aşınma morfolojisi kaplamanın SiC içeriğine çok fazla bağlı olmadığı görülmektedir (Şekil 6.12c ve 6.12d).

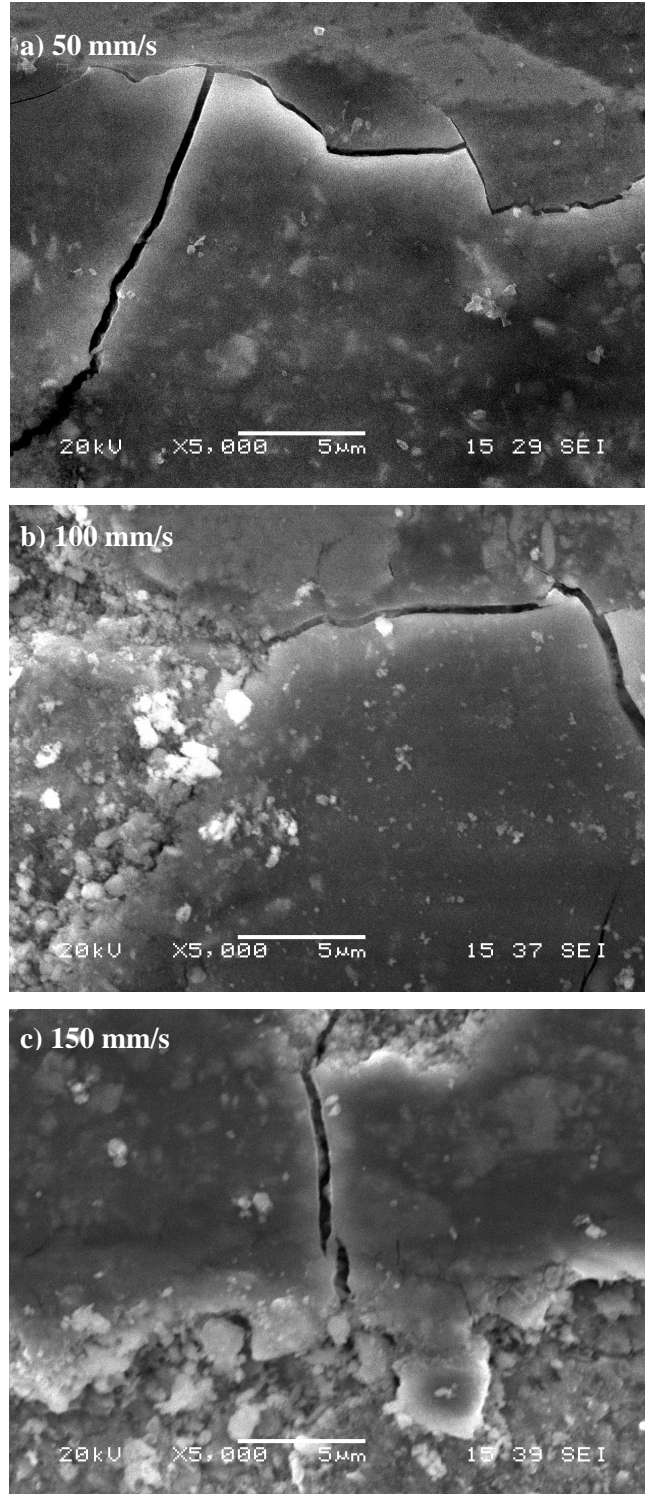
Aşınma ürünlerinin varlığı daha yüksek aşınma kayıplarına neden olmaktadır. Bu yüzden 400mg/l CTAB konsantrasyonuna sahip kompozit kaplamanın aşınmaya karşı direnci, 300mg/l CTAB konsantrasyonuna sahip kompozit kaplamadan daha zayıftır. Şekil 6.12e’de 400mg/l CTAB konsantrasyonuna sahip kompozit kaplamanın aşınma izine ait yüzey görüntüsü görülmektedir. Aşınma izine bakıldığında önemli bir miktarda abrasiv yivin kayma yönüne paralel olacak şekilde yan yana bulunduğu gözlemlenmektedir. Abrasiv yivlerin oluşumu nikel matris ile aglomere olan partiküller arasındaki zayıf bağlardan kaynaklanmaktadır. Elektrolitik kompozit kaplama şartları altında, zayıf bağlı aglomere olmuş partiküller kompozit kaplama tabakasının kırılabilirliğini arttırmaktadır. Bunun sonucunda aşındırıcı parça kolaylıkla kompozit kaplama yüzeyini hasara uğratabilmekte ve böylece aşınma kayıplarını arttırmaktadır.

Şekil 6.13’de yüzey aktif madde konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan CTAB ilavesi yapılmadan üretilen A1 nolu numuneye ait farklı aşınma hızlarındaki aşınma izlerinin düşük büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Şekil incelendiğinde kayma hızı arttıkça aşınan miktarın arttığı görülmektedir. Bu sonuç Şekil 6.11a’da verilen yüzey aktif madde (CTAB) konsantrasyonu – aşınma hızı grafiği ile de uyumludur. Benzer bir durum Li ve arkadaşları [106] tarafından da tespit edilmiştir; aşınma testlerinde uygulanan kayma hızı arttırıldığında kompozit kaplamanın aşınma hızı artmakta ve sürtünme katsayısı düşmektedir.

Şekil 6.14’de CTAB ilavesi yapılmadan üretilen A1 nolu numuneye ait farklı kayma hızlarına ait aşınma izlerinin yüksek büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Kayma hızı arttırıldığında mikroçatlaklarla kendini gösteren bir plastik deformasyon artışı gözlemlenmiştir. Ayrıca 100 ve 150 mm/s hızlarında numune yüzeyinde tabaka halinde kalkmaların daha fazla ve belirgin olduğu tespit edilmiştir.

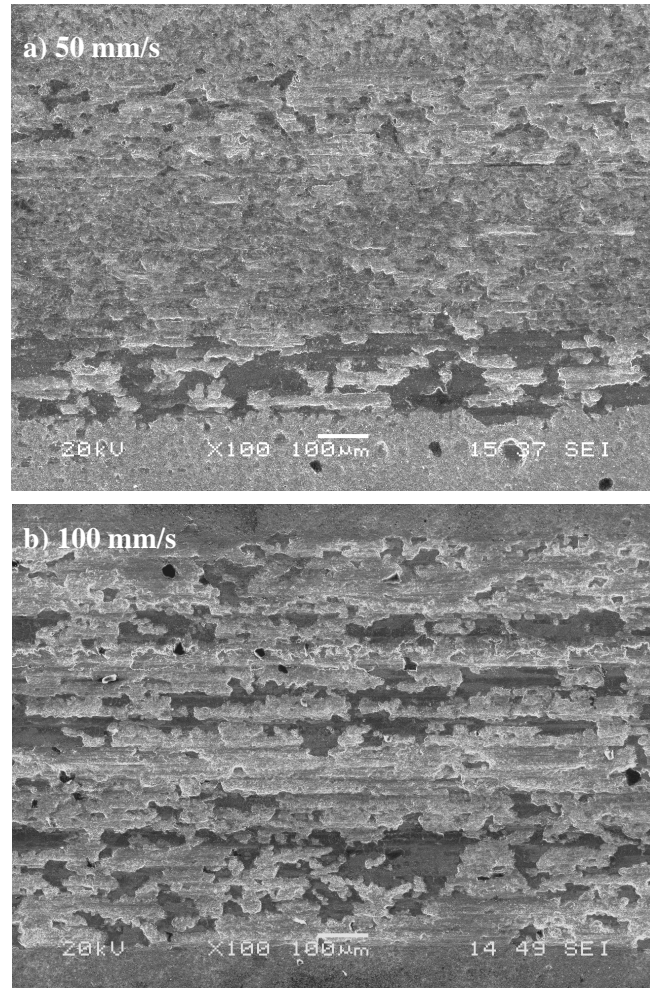


Şekil 6.13. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 0 mg/l CTAB (hacimce %1,26 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s

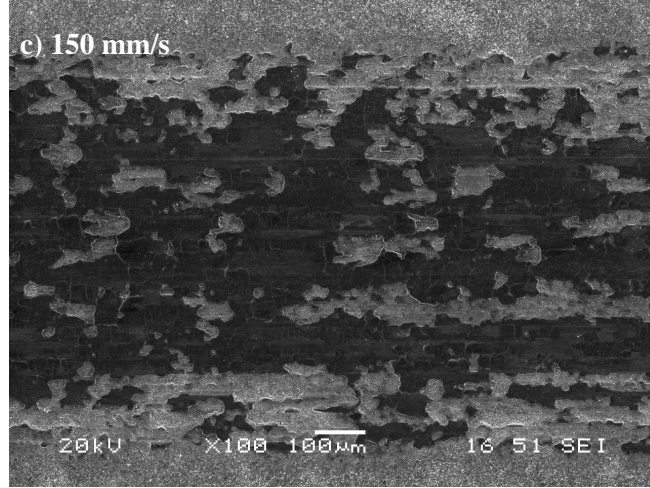


Şekil 6.14. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 0 mg/l CTAB (hacimce %1,26 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s

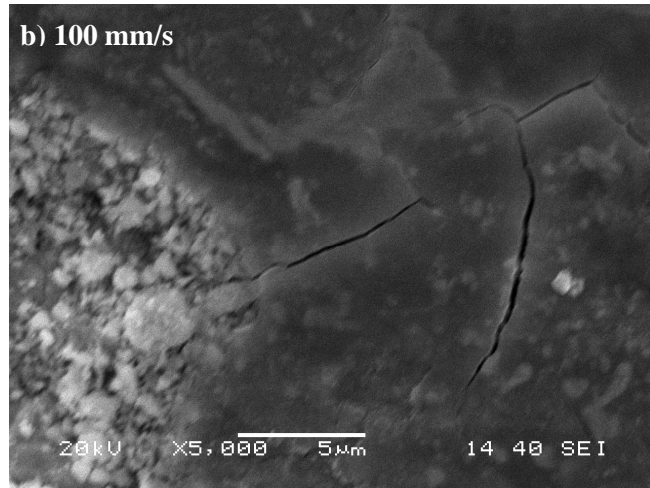
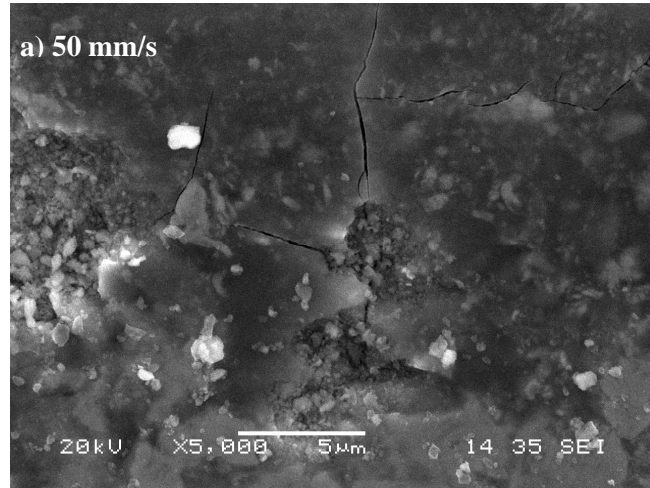
Şekil 6.15’de yüzey aktif madde konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 100 mg/l CTAB ilavesi ile üretilen A2 nolu numuneye ait farklı kayma hızlarındaki aşınma izlerinin düşük büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Şekillerden anlaşılacağı gibi kayma hızı kaplama yüzeyindeki aşınma izinin genişliği artmaktadır. İz genişliği 50mm/s hız ile yapılan deneyde 930 µm iken, 150mm/s hız ile yapılan deneyde 1120 µm olmuştur. Aşınma izi genişliğinin artması kaplamada meydana gelen aşınmanın arttığını göstermektedir. Şekil 6.16’da ise 100 mg/l CTAB ilavesi ile üretilen kaplamaya ait farklı aşınma hızlarındaki ait aşınma izlerinin yüksek büyütme SEM görüntülerinden de görülebileceği gibi kayma hızı arttırıldığında kaplama yüzeyindeki mikroçatlak oluşumu artmaktadır. Bu mikroçatlakların birleşmesi sonucunda da, tabakalar halinde kaplamanın yüzeyden ayrıldığı belirlenmiştir.



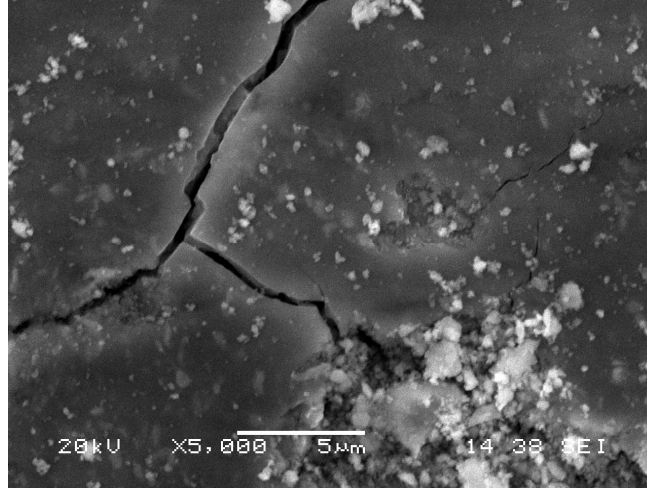
Şekil 6.15. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 100 mg/l CTAB (hacimce %1,67 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s



Şekil 6.15. Devam



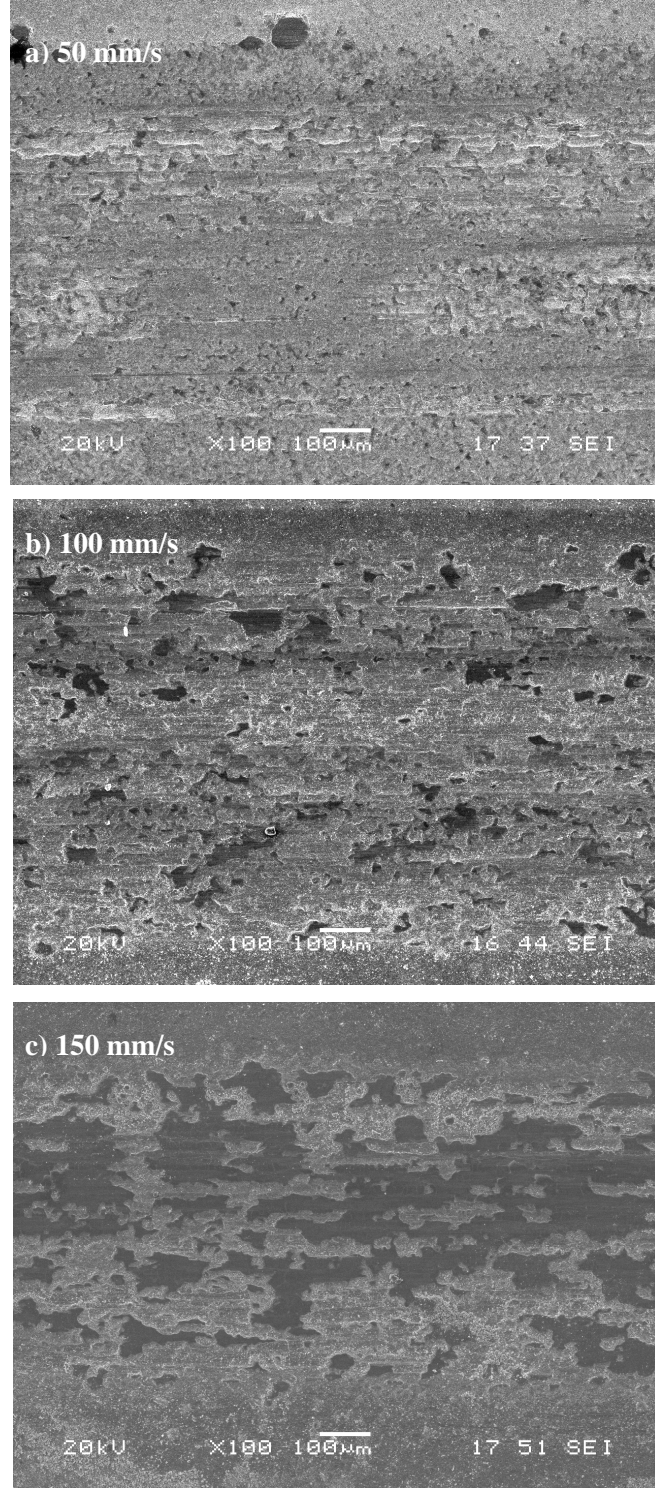
Şekil 6.16. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 100 mg/l CTAB (hacimce %1,67 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s



Şekil 6.16. Devam

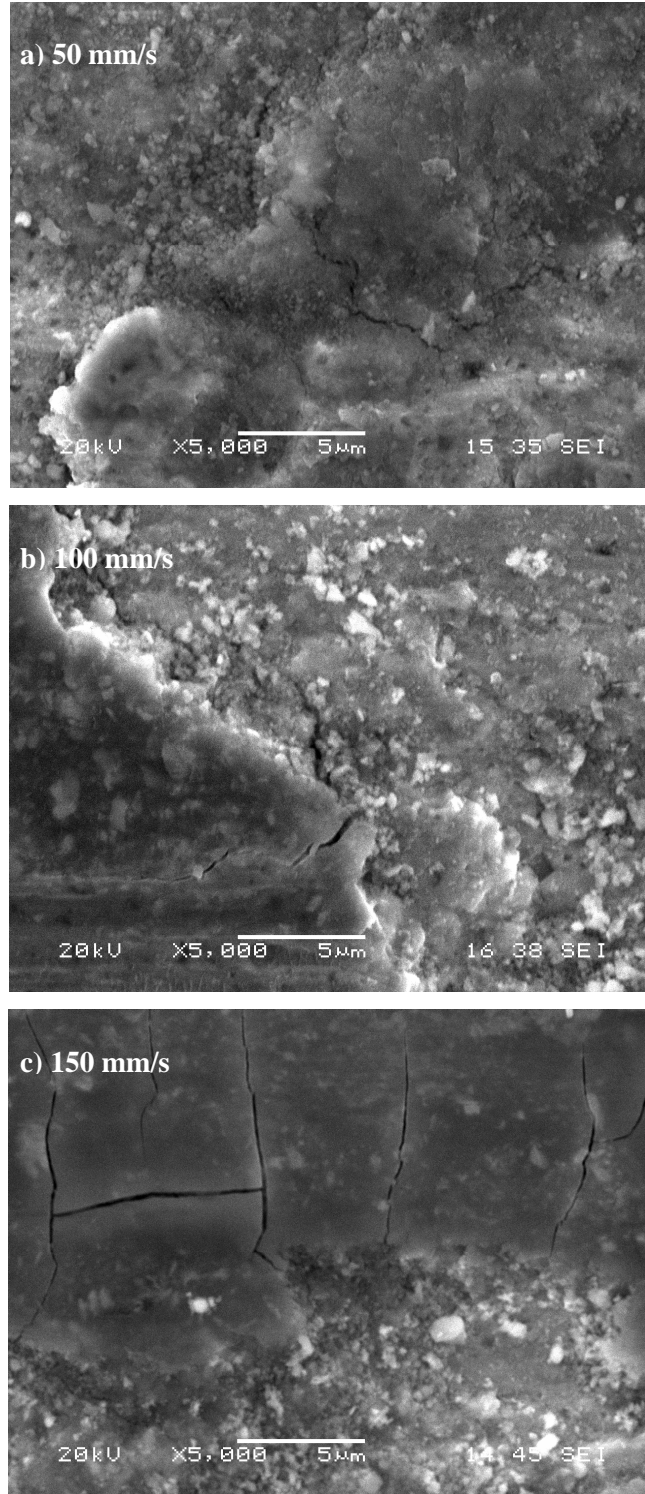
Şekil 6.17’de yüzey aktif madde konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 200 mg/l CTAB ilavesi ile üretilen A3 nolu numuneye ait farklı kayma hızlarındaki aşınma izlerinin düşük büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. İz genişliği 50mm/s hız ile yapılan deneyde 623  $\mu\text{m}$  iken, 150mm/s hız ile yapılan deneyde 970  $\mu\text{m}$  olmuştur. 50mm/s hız ile yapılan deneyde aşınma hızı yaklaşık  $9 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  iken, hız 150mm/s’ye artırıldığında aşınma hızı yaklaşık  $14 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ’ye artmıştır.

Şekil 6.18’de ise 200 mg/l CTAB ilavesi ile üretilen kaplamaya ait farklı kayma hızlarına ait yüksek büyütme aşınma yüzeylerine bakıldığında tüm numunelerde adheziv aşınmanın olduğu, mikroçatlakların artan kayma hızı ile daha belirgin hale geldiği görülmektedir. Adheziv olarak yüzeye yapışan aşınma ürünleri veya matriksin plastik deformasyonu sonrasında mikroçatlaklar meydana gelmekte ve bu mikroçatlaklar birleşerek delemantasyon türü bir mekanizma ile yüzeyden madde kaybına neden olduğu anlaşılmaktadır.



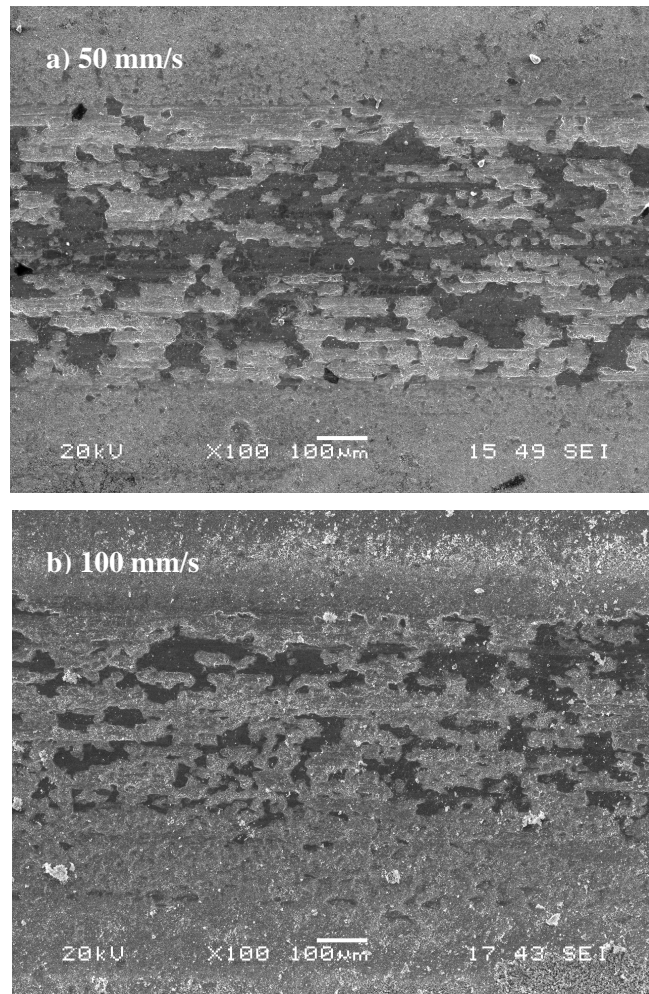
Şekil 6.17. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 200 mg/l CTAB (hacimce %8.47 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s



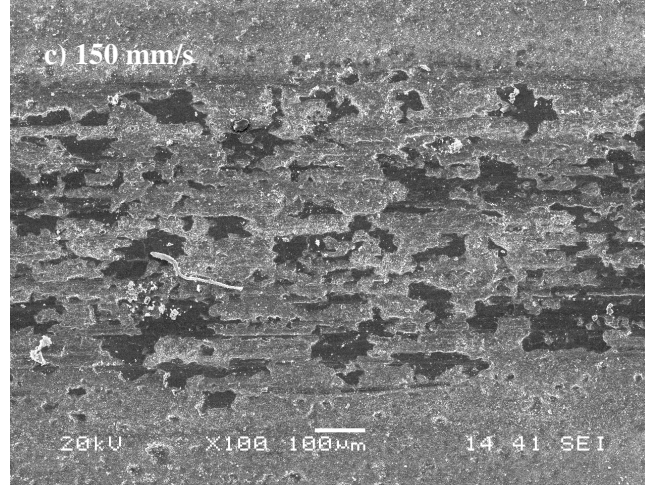


Şekil 6.18. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 200 mg/l CTAB (hacimce %8.47 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s

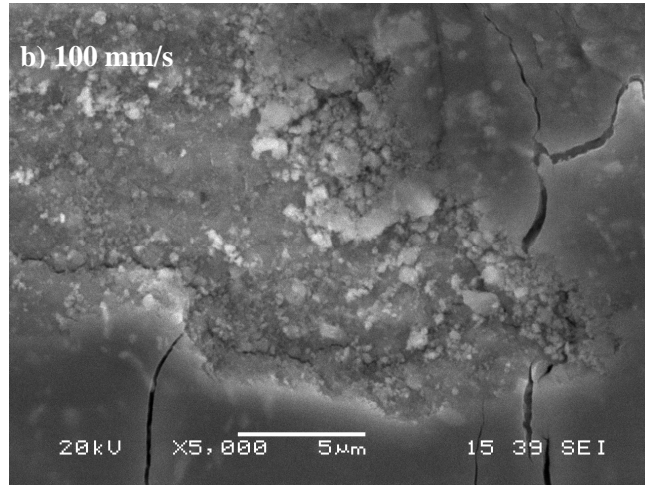
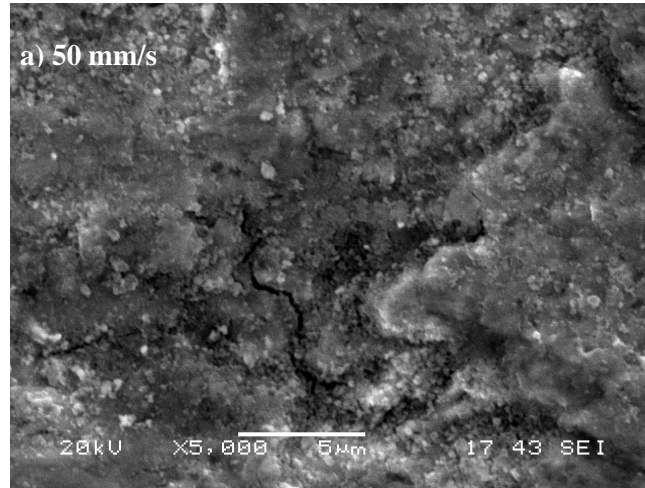
Şekil 6.19'de yüzey aktif madde konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 300 mg/l CTAB ilavesi ile üretilen A4 nolu numuneye ait farklı kayma hızlarındaki aşınma izlerinin düşük büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Daha önce Şekil 12.c ve 12.d yorumlanırken bahsedildiği üzere 200 mg/l ve 300 mg/l konsantrasyonlarında üretilen kompozit kaplamaların aşınma sonrası morfolojileri benzerlik göstermektedir. Bu konsantrasyonda da aynı şekilde kayma hızı artışına bağlı olarak mikro çatlaklar ile kendini gösteren bir plastik deformasyon artışı vardır (Şekil 6.19).



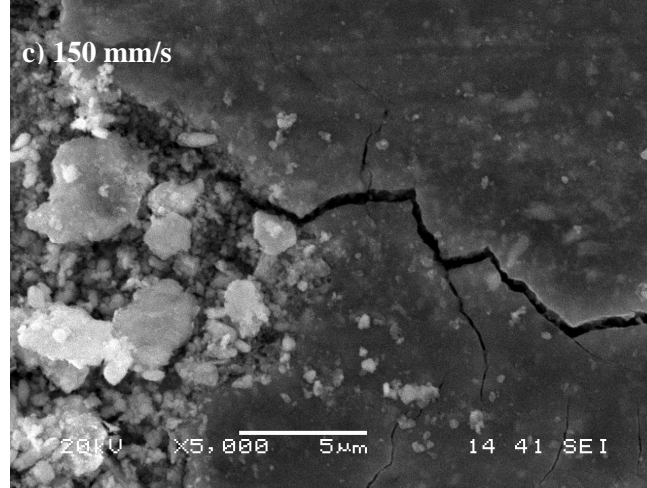
Şekil 6.19. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 300 mg/l CTAB (hacimce %10,05 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s



Şekil 6.19. Devam

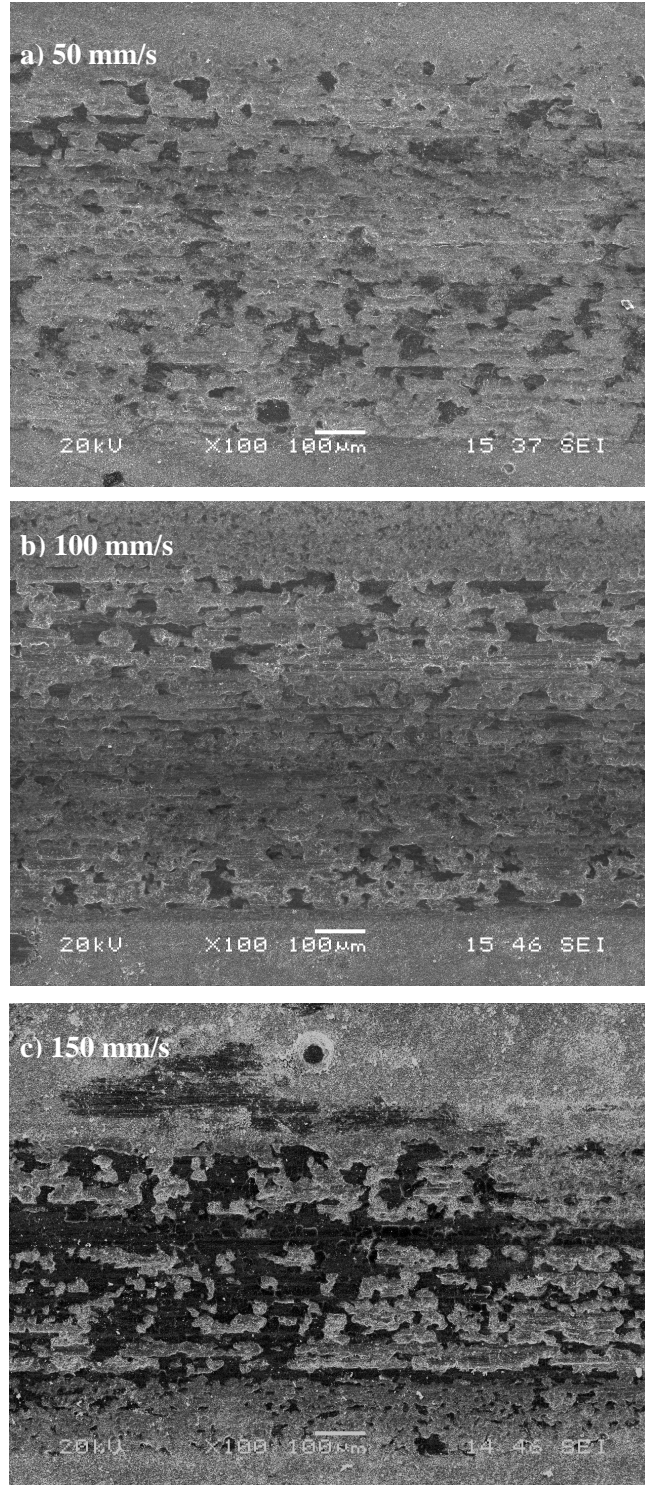


Şekil 6.20. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 300 mg/l CTAB (hacimce %10,05 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s

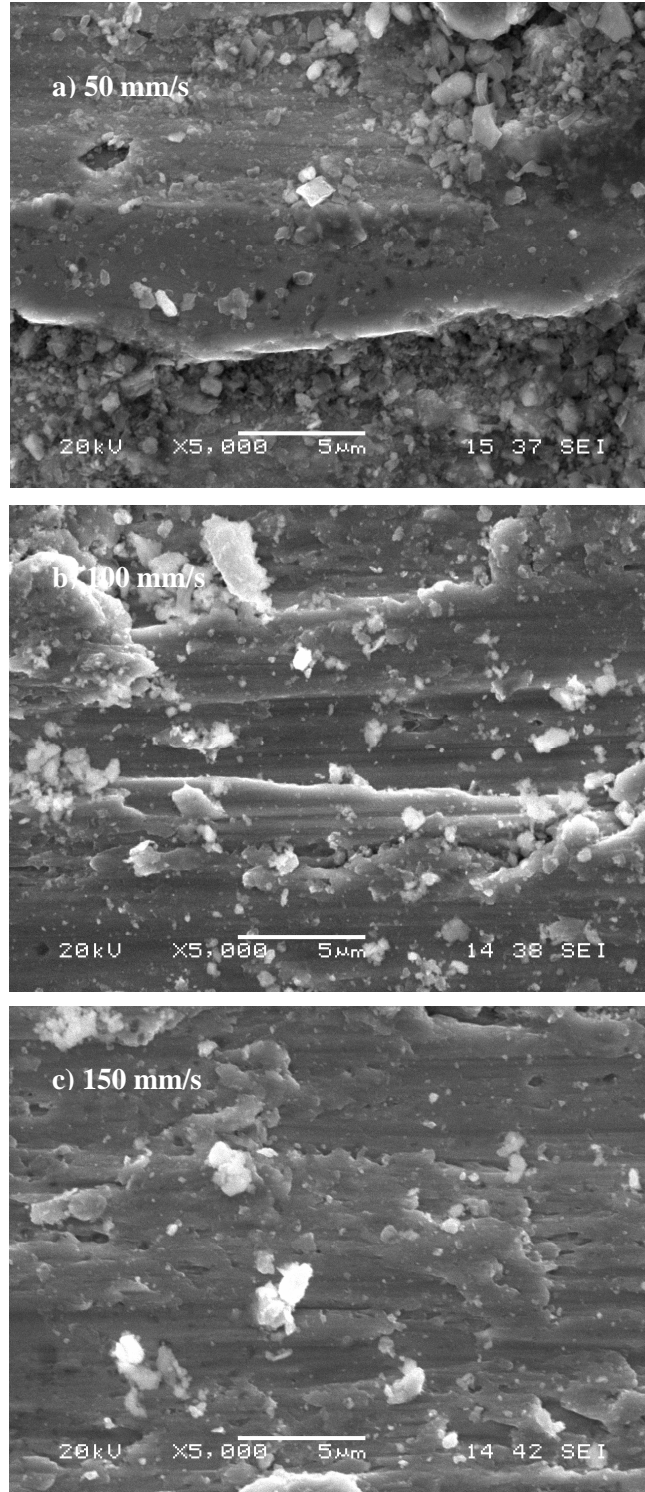


Şekil 6.20. Devam

Şekil 6.21’de yüzey aktif madde konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 400 mg/l CTAB ilavesi ile üretilen A5 nolu numuneye ait farklı kayma hızlarındaki aşınma izlerinin düşük büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Yukarıda bahsedildiği gibi 400 mg/l CTAB konsantrasyonu ile yapılan kaplanın matris-partikül arayüzey bağı yeterince kuvvetli değildir ve bu nedenle aşınma deneyleri sırasında kaplama içerisinde biriktirilen SiC partikülleri kolayca kaplamadan ayrılıp abrasiv aşındırıcı gibi davranmaktadır. Aşınma ürünlerinin varlığı daha yüksek aşınma kayıplarına neden olmaktadır. Şekil 6.22’de verilen aşınma izlerine bakıldığında önemli bir miktarda abrasiv yivin kayma yönüne paralel olacak şekilde yan yana bulunduğu gözlemlenmektedir. Kayma hızı arttırıldıkça abrasiv yivlerin miktarında ve derinliğinde artış gözlenmektedir.



Şekil 6.21. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 400 mg/l CTAB (hacimce %11,37 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s

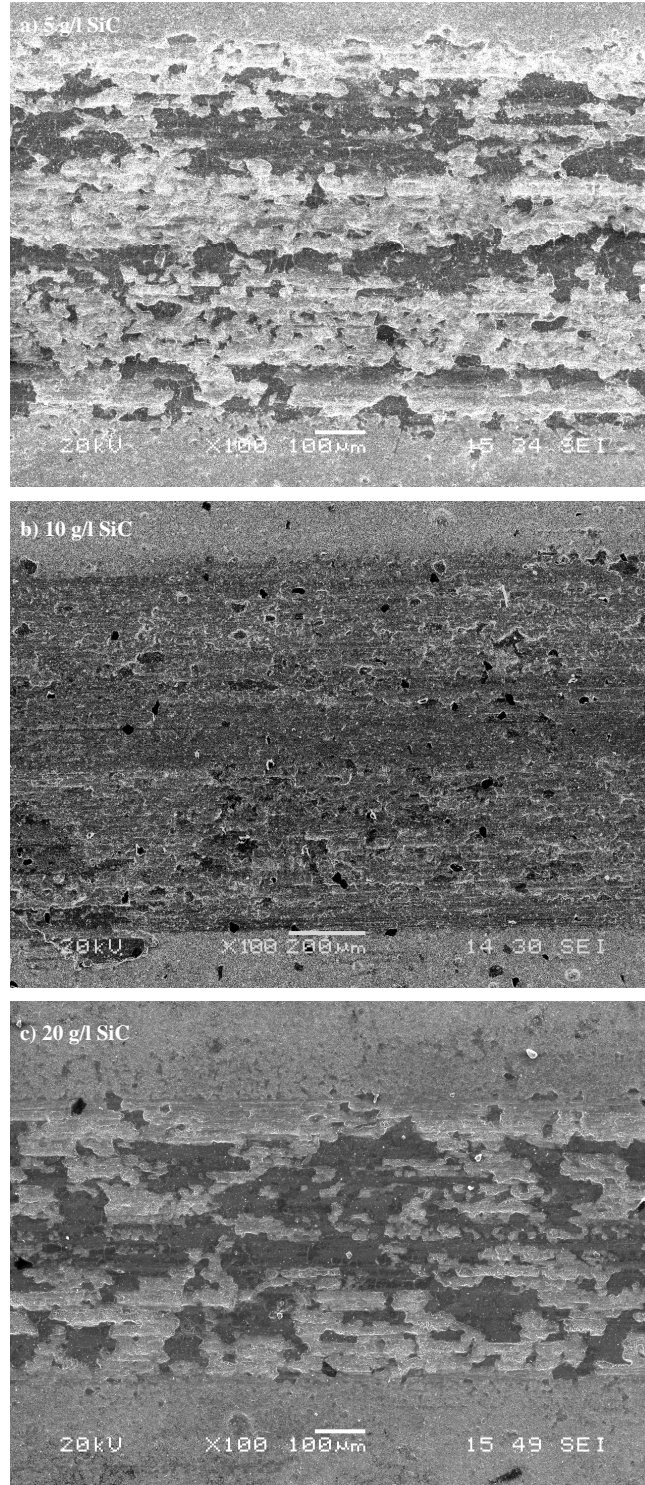


Şekil 6.22. CTAB konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 400 mg/l CTAB (hacimce %11,37 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s

#### 6.4.2. Ni-SiC kompozit kaplamalarda çözeltideki partikül konsantrasyonunun aşınma ve sürtünme özellikleri üzerine etkisi

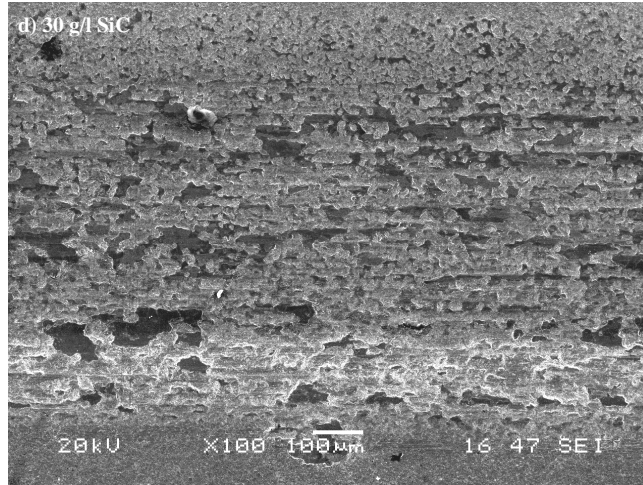
Şekil 6.23, partikül konsantrasyonunun etkisinin incelendiği kompozit kaplamalara ait 50 mm/s hız ile yapılan aşınma yüzeylerinin düşük büyütme SEM görüntülerini göstermektedir. Şekil 6.23 aşınma miktarının ve aşınma iz genişliğinin çözeltideki partikül konsantrasyonunun artışına bağlı olarak 20g/l partikül konsantrasyonuna kadar azaldığını göstermektedir. Ancak 30g/l partikül konsantrasyonuna sahip kompozit kaplamada plastik deformasyon miktarı daha yüksektir. Çözeltideki partikül konsantrasyonuna bağlı olarak kaplama tabakasındaki partikül içeriği de artmış ve nikel matristen kopan zayıf bağlı partiküller aşınma miktarında bir miktar artışa neden olmuştur (Şekil 6.24a).

Metal matrisli kompozitlerde aşınma direnci büyük ölçüde matris içerisindeki partikül miktarına bağlıdır. Şekil 6.24a'da da çözeltideki partikül konsantrasyonu (kaplamadaki partikül miktarına bağlı olarak) ile aşınma hızı arasındaki ilişki verilmiştir. Sonuçlar göstermektedir ki aşınma hızı kaplamadaki partikül içeriğinin artışına bağlı olarak azalmaktadır. Maksimum %10,05 partikül içeren ve çözeltideki partikül konsantrasyonu 20g/l olan kompozit kaplama en yüksek aşınma direncini göstermiştir. Literatürde yapılan pek çok çalışmada metal matris içerisine ilave edilen sert seramik partiküllerin kaplama tabakasının sertliğini ve aşınma direncini arttırdığını ortaya koymuştur [61,63,64,107]. Bu durum kaplama içerisine dağıtılan ince taneli seramik partiküllerin matrisin sertliğini artırması ile açıklanabilir. Dağıtılmış seramik partiküller pulluklama etkisini ve adhesiv aşınmayı azaltır. Yüksek sıcaklıklarda tane büyümesini geciktirir, böylece mekanik özelliklerde artış sağlanabilir. Bununla beraber, partiküller mikronaltı olmalı ve dispersiyon sertleşmesi görülebilmesi için homojen dağıtılmalıdır [80].



Şekil 6.23. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların 50 mm/s hız ile yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 5 g/l SiC (hacimce %4,1 SiC), b) 10 g/l SiC (hacimce %4,54 SiC), c) 20 g/l SiC (hacimce %10,05 SiC) ve d) 30 g/l SiC (hacimce %9,32 SiC)



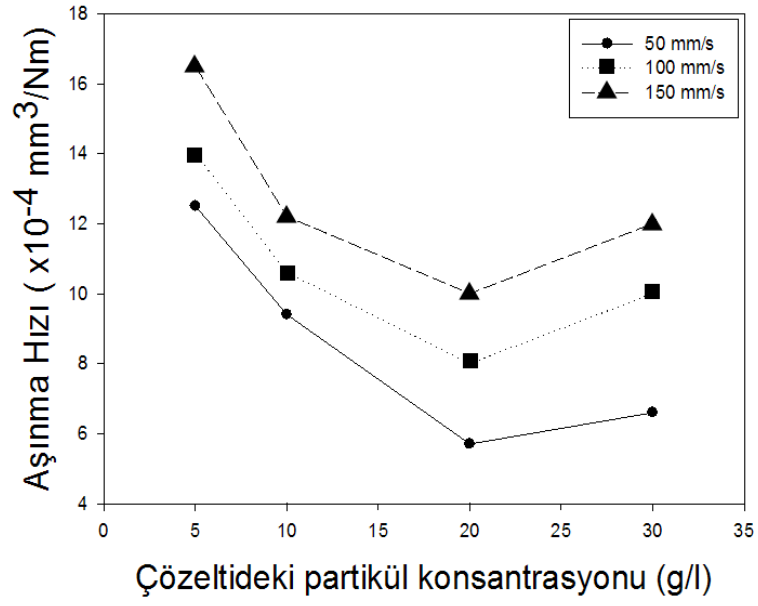


Şekil 6.23. Devam

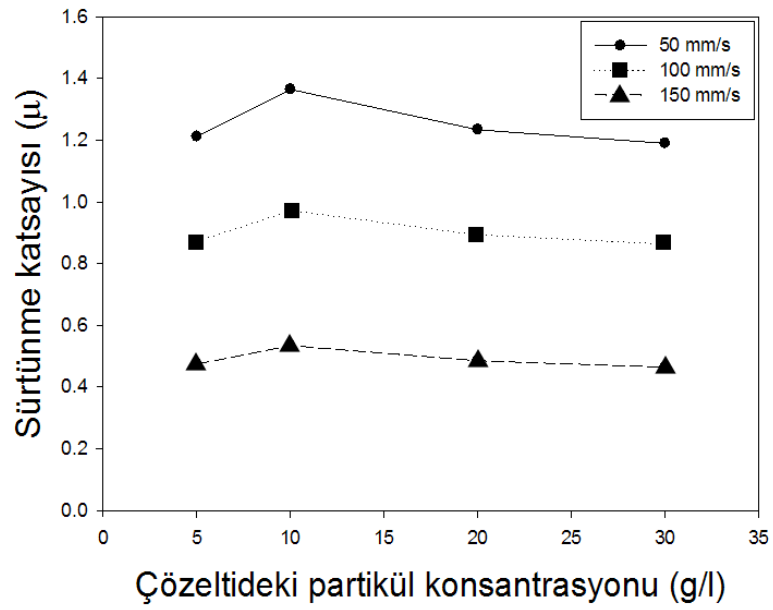
5 g/l partikül konsantrasyonu ile üretilen kaplamada aşınma hızı yaklaşık olarak  $12 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  iken, partikül konsantrasyonunun 20 g/l değerine artırılmasıyla  $5,5 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  seviyesine düşürülmüştür. Böylece aşınma direnci partikül konsantrasyonuna bağlı olarak yaklaşık 2,2 kat artmıştır.

Çözeltideki partikül konsantrasyonunun artması ile sürtünme katsayısı artma eğilimi göstermektedir (Şekil 6.24b). Ancak 10g/l konsantrasyonun üzerinde sürtünme katsayısı düşüş göstermektedir. Ayrıca artan kayma hızı ile kaplamaların sürtünme katsayılarında düşüş gözlenmiştir.

Şekil 6.25’de verilen yüksek büyütme aşınma yüzey görüntülerinden, üretilen kompozit kaplamaların farklı aşınma mekanizmaları gösterdiği anlaşılmaktadır. Düşük partikül konsantrasyonuna ait kaplamanın aşınma yüzeyi, aşınma ürünlerinin meydana getirdiği hasarı ve ardından mikro çatlakların varlığıyla anlaşılan plastik deformasyon sertleşmesi görülmektedir. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun artmasıyla deformasyon sertleşmesinin miktarında azalma ve aşınma mekanizmasında adhezivden küçük yivler ile görülen abrasiv aşınmaya bir geçiş davranışı görülmektedir. Partikül konsantrasyonunun 20 g/l olduğu durumda aşınma yüzeyi oldukça düzgün görünmektedir. Bununla beraber, konsantrasyon 30 g/l değerine çıkarıldığında genellikle abrasiv mekanizma öne çıkmaktadır.

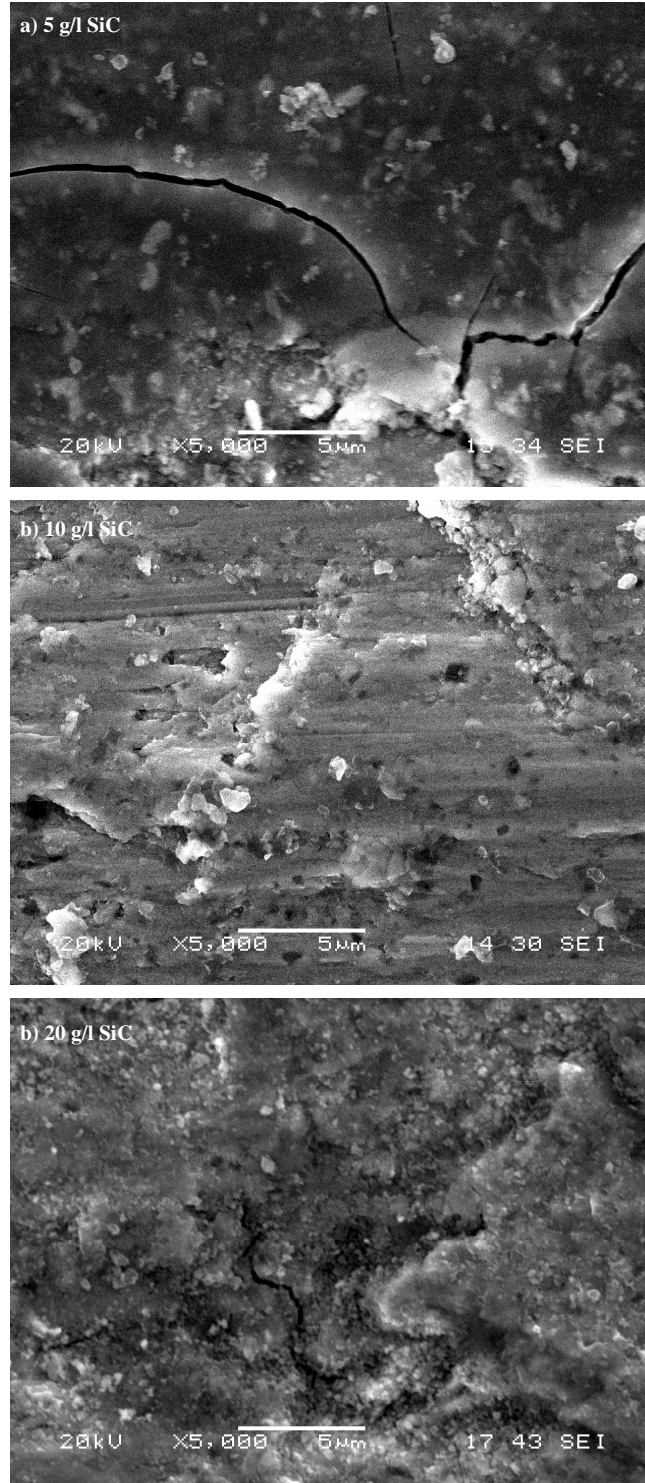


a)

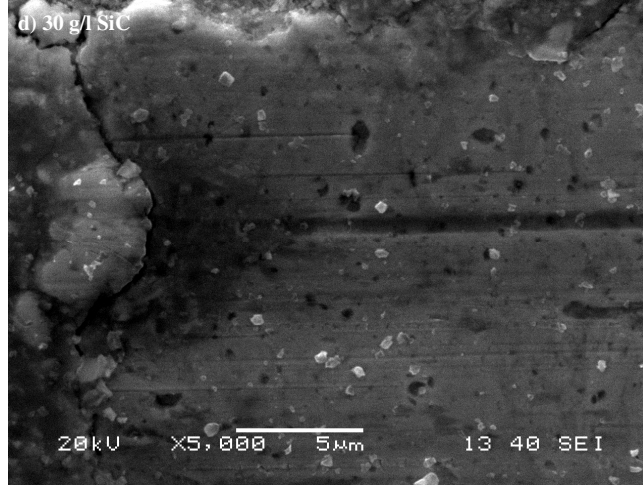


b)

Şekil 6.24. a) Çözeltideki partikül konsantrasyonu – Aşınma hızı grafiği b) Çözeltideki partikül konsantrasyonu – Sürtünme katsayısı grafiği

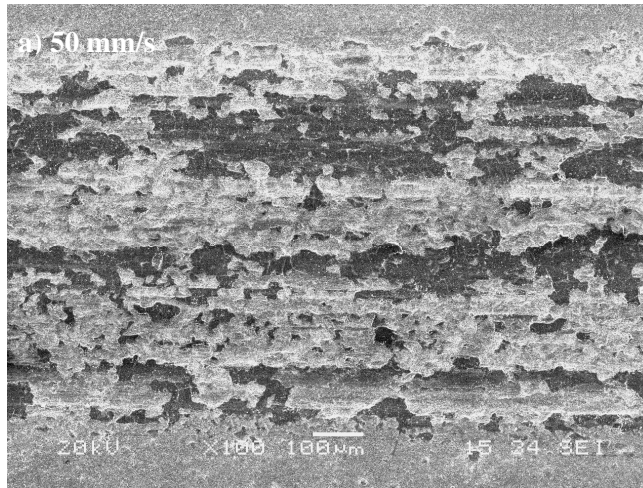


Şekil 6.25. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamaların 50 mm/s hız ile yapılan aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 5 g/l SiC (hacimce %4,1 SiC), b) 10 g/l SiC (hacimce %4,54 SiC), c) 20 g/l SiC (hacimce %10,05 SiC) ve d) 30 g/l SiC (hacimce %9,32 SiC)

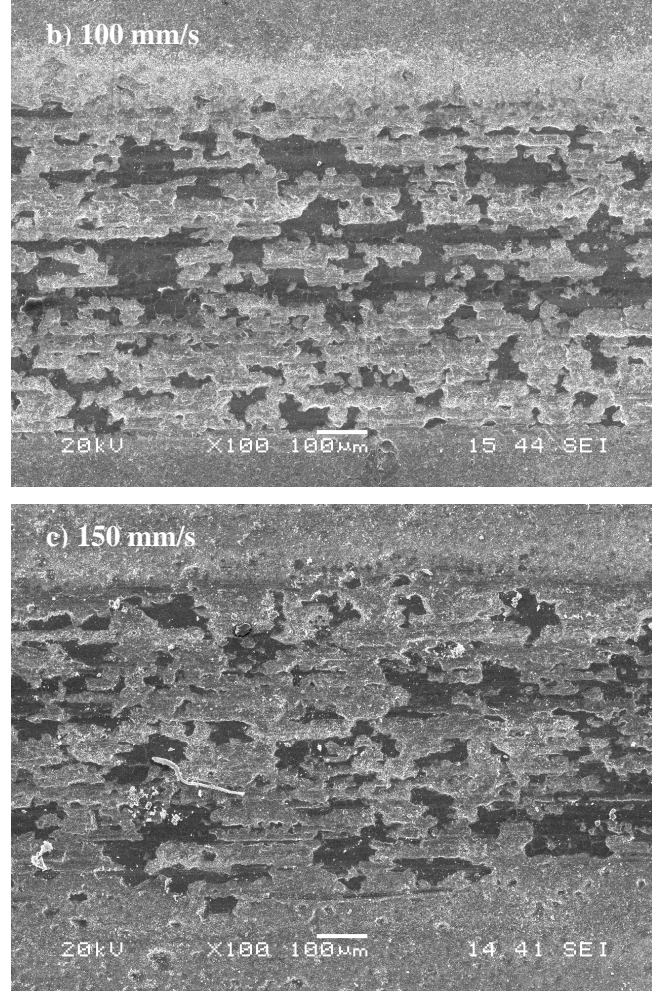


Şekil 6.25. Devam

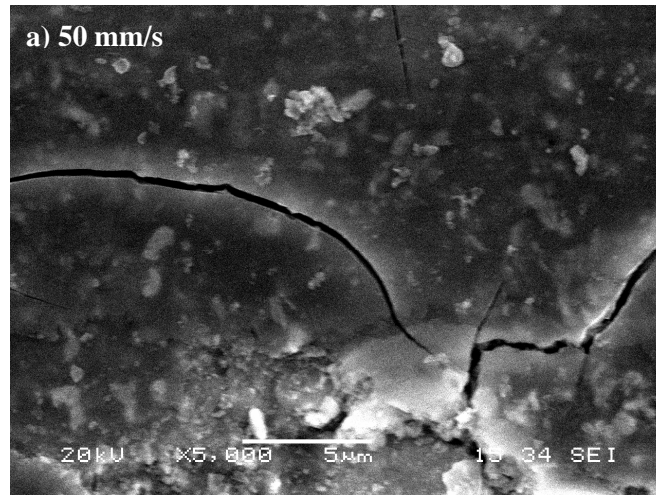
Şekil 6.26’de çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 5 g/l  $Al_2O_3$  partikül ile üretilen B1 nolu numuneye ait farklı aşınma hızlarındaki aşınma izlerinin düşük büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Şekil incelendiğinde aşınma hızı arttıkça plastik deformasyonun arttığı görülmektedir. Şekil 6.27’de verilen yüksek büyütme mikroyapılar incelendiğinde ise mikroçatlakların arttığı görülmektedir.



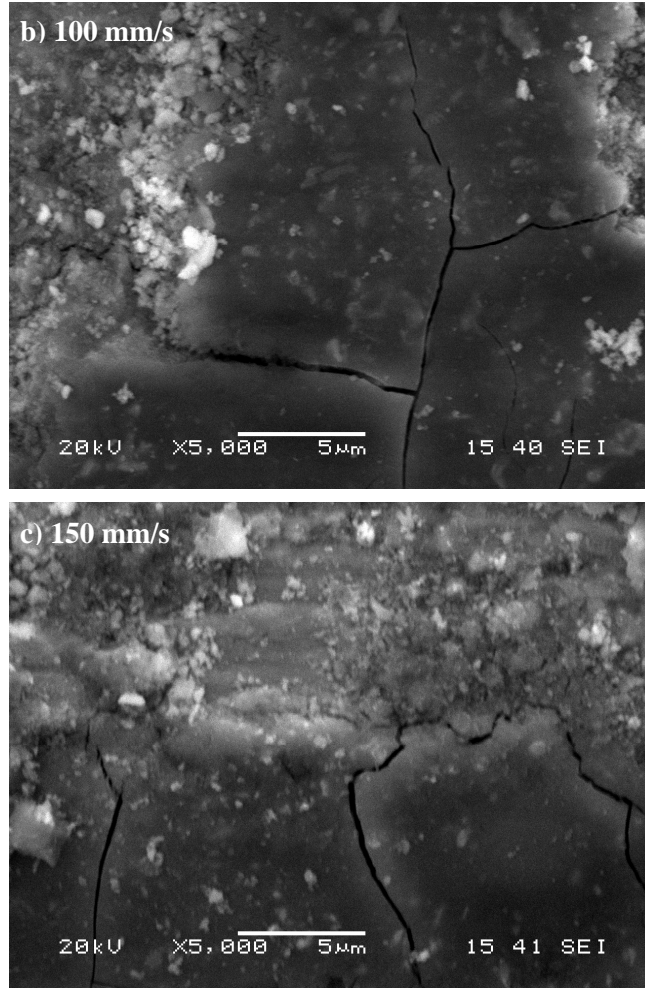
Şekil 6.26. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 5 g/l SiC (hacimce %4.1 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s hız



Şekil 6.26. Devam

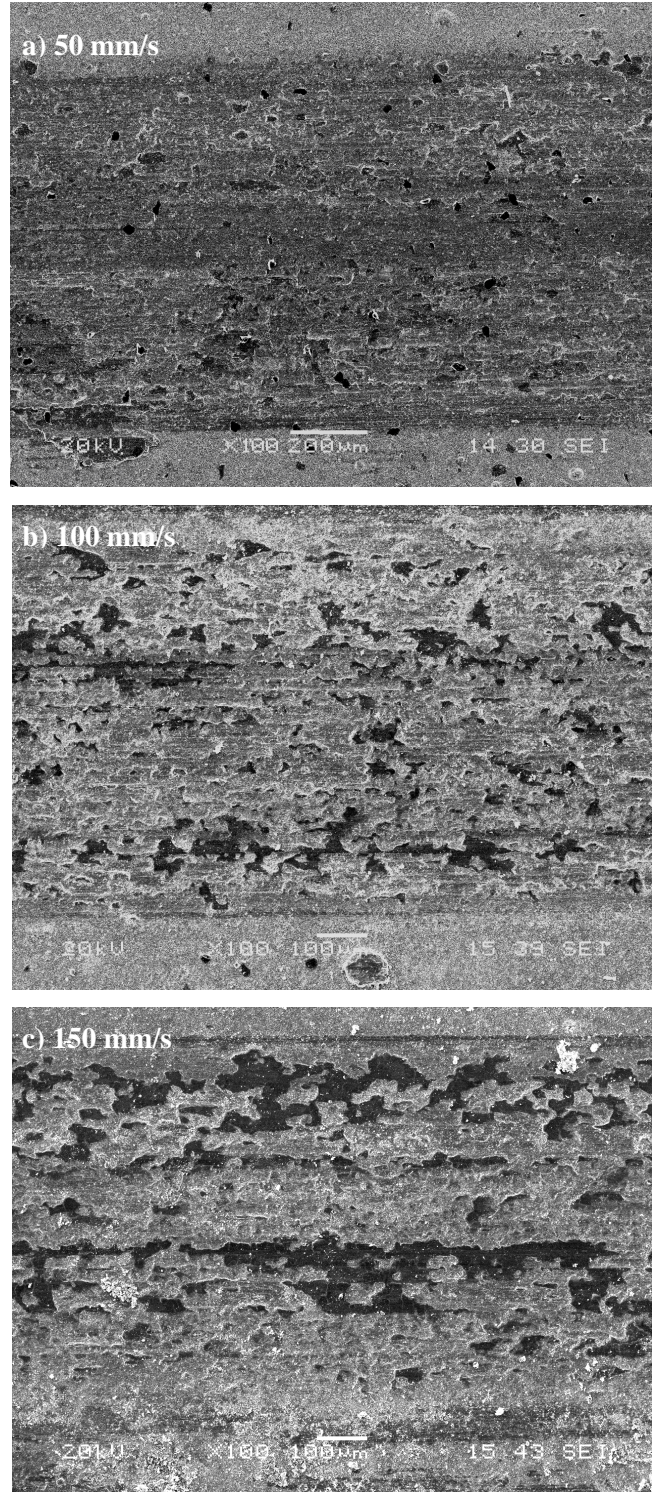


Şekil 6.27. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 5 g/l SiC (hacimce %4.1 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s hız

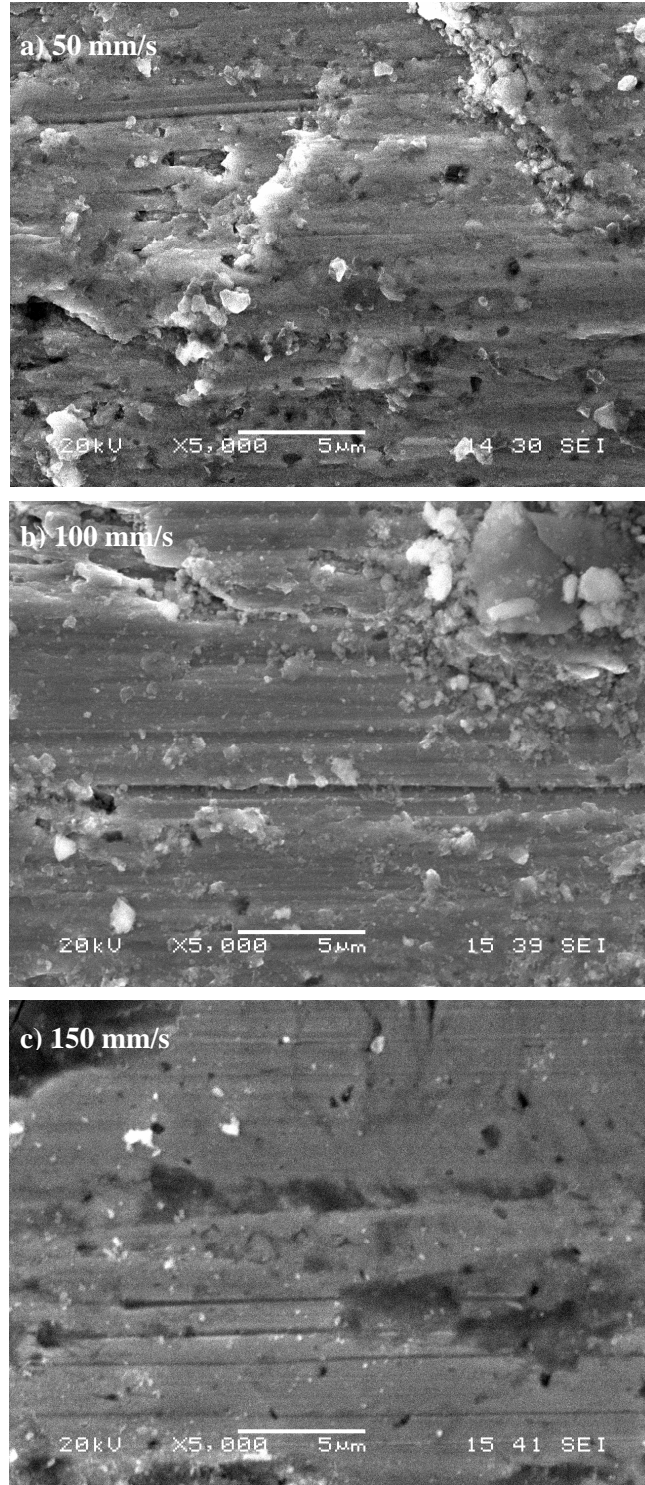


Şekil 6.27. Devam

Şekil 6.28'de çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 10 g/l  $Al_2O_3$  partikül ile üretilen B2 nolu numuneye ait farklı aşınma hızlarındaki aşınma izlerinin düşük büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Şekil 6.29'da verilen yüksek büyütme SEM görüntüleri incelendiğinde ise abarasisiv yivlerin benzer bir şekilde varlığı görülmektedir. Bu benzerlik aşınma hızı sonuçlarının yakın olmasına bağlanabilir; 50 mm/s hız ile yapılan deneyde aşınma hızı  $9,4 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ , 100 mm/s'de aşınma hızı  $10,6 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ve 510 mm/s hız ile yapılan deneyde aşınma hızı  $12,2 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 'ye yükselmiştir.



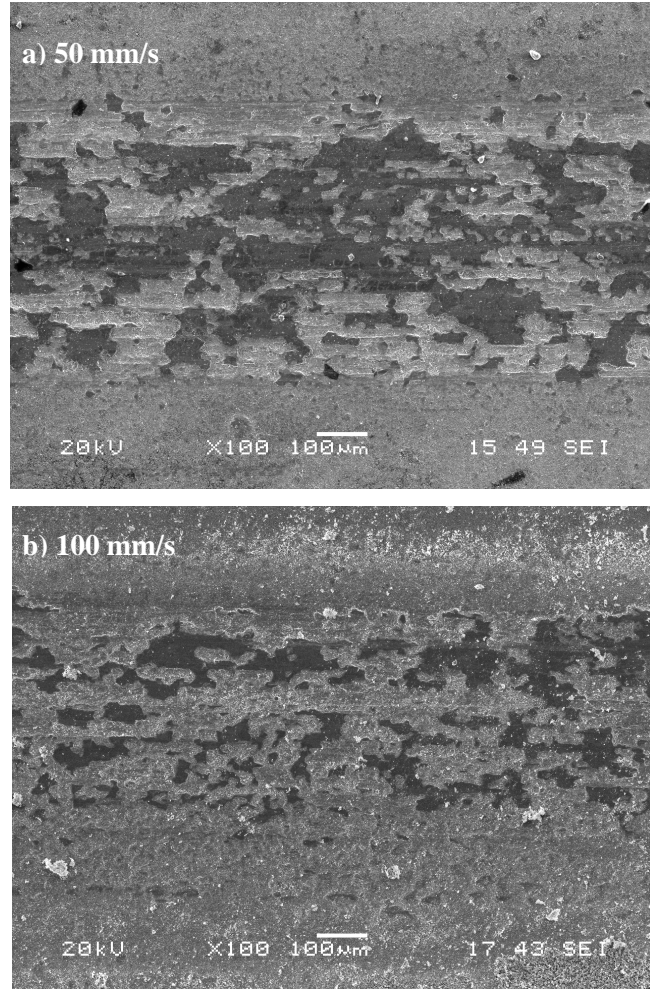
Şekil 6.28. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 10 g/l SiC (hacimce %4,54 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s hız



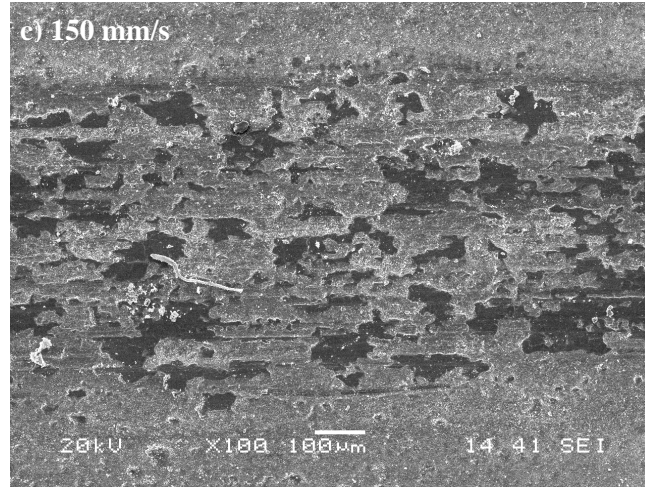
Şekil 6.29. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 10 g/l SiC (hacimce %4,54 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s hız



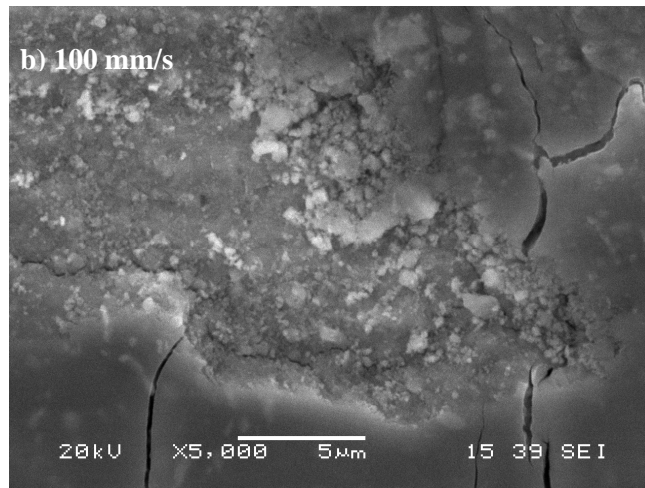
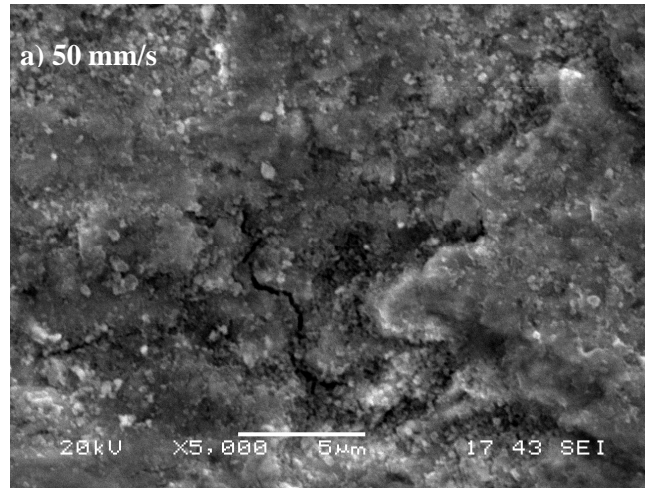
Şekil 6.30'da çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 20 g/l  $Al_2O_3$  partikül ile üretilen B3 nolu numuneye ait farklı aşınma hızlarındaki aşınma izlerinin yüksek büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Şekil 6.31'de verilen yüksek büyütme SEM görüntüleri incelendiğinde aşınma deney hızının düşük olduğu durumda oldukça düz bir aşınma morfolojisi gözlenirken, deney hızı arttırıldığında mikroçatlaklar meydana gelmektedir.



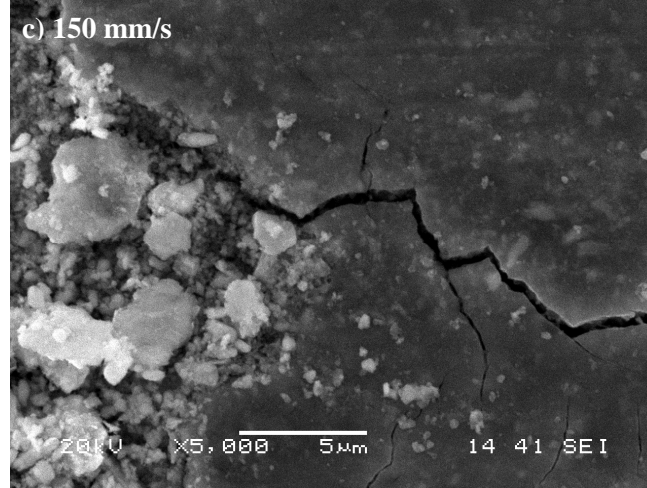
Şekil 6.30. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 20 g/l SiC (hacimce %10,05 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s hız



Şekil 6.30. Devam

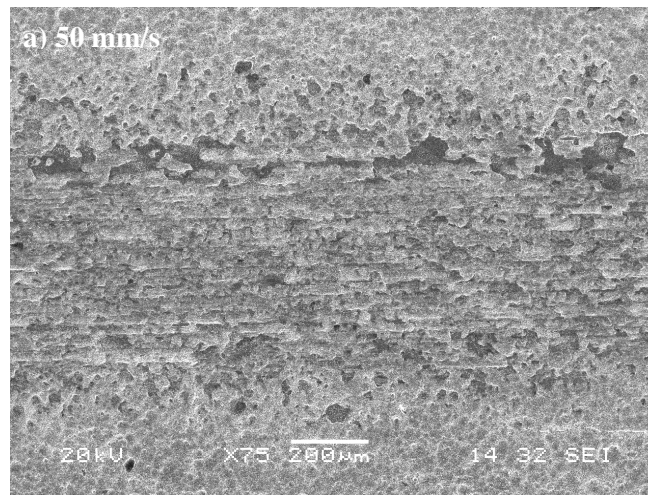


Şekil 6.31. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 20 g/l SiC (hacimce %10,05 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s hız

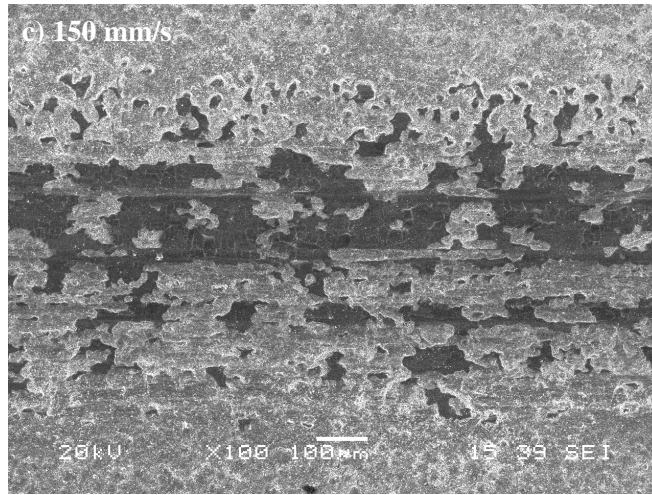
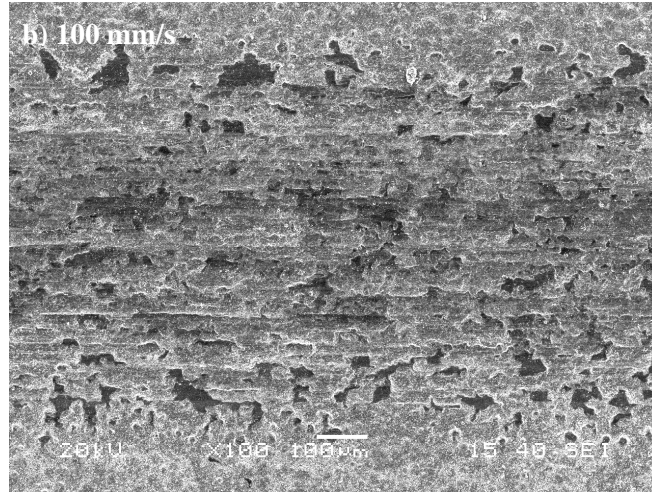


Şekil 6.31. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 20 g/l SiC (hacimce %10,05 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s hız

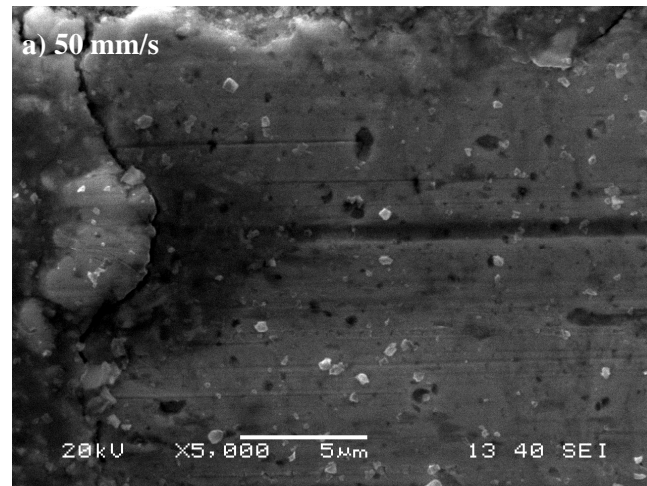
Şekil 6.32’de çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 30 g/l  $Al_2O_3$  partikül ile üretilen B4 nolu numuneye ait farklı aşınma hızlarındaki aşınma izlerinin yüksek büyütme SEM görüntüleri gösterilmektedir. Şekil 6.33’de verilen yüksek büyütme SEM görüntüleri incelendiğinde aşınma deney hızı arttırıldıkça abrazif yivlerin miktarında önemli derecede artış olduğu görülmektedir.



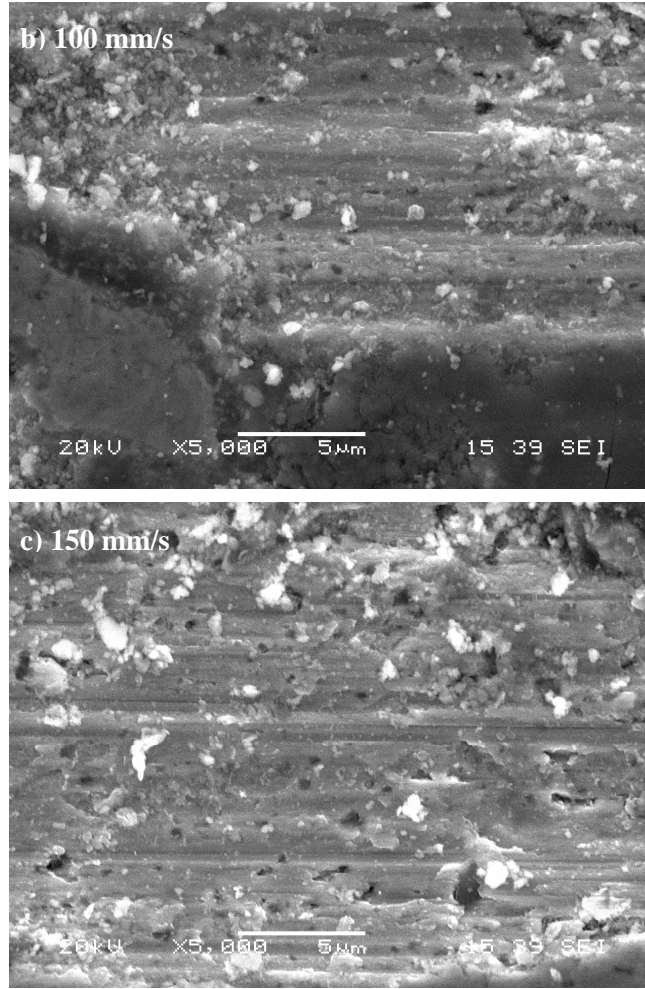
Şekil 6.32. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 30 g/l SiC (hacimce %9,32 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x100, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s hız



Şekil 6.32. Devam



Şekil 6.33. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC kompozit kaplamalardan 30 g/l SiC (hacimce %9,32 SiC) konsantrasyon ile hazırlanan numunenin aşınma deneyleri sonucu elde edilen SEM görüntüleri (x5000, SEI); a) 50 mm/s b) 100 mm/s c) 150 mm/s hız

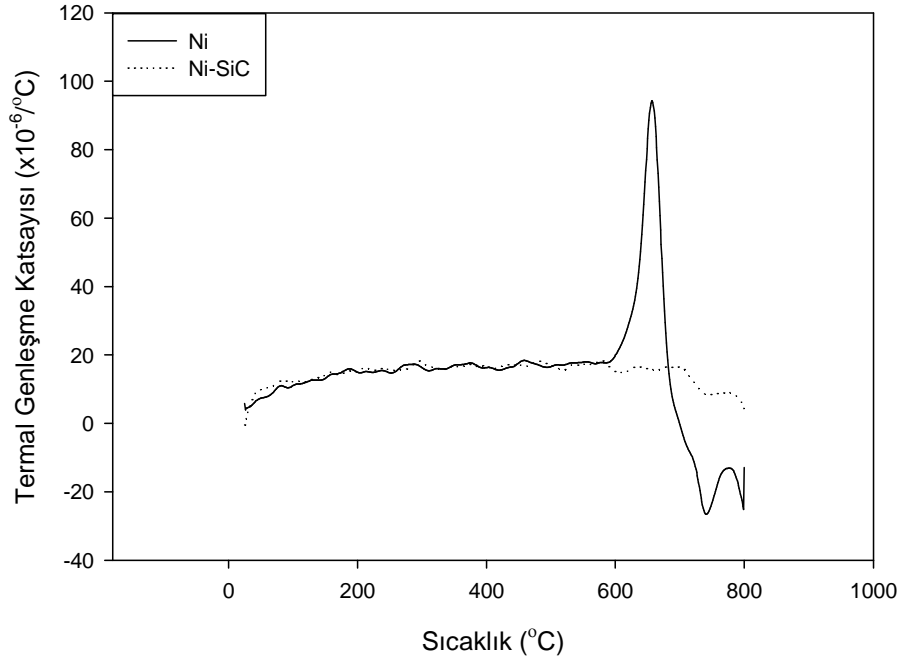


Şekil 6.33. Devam

### 6.5 Termal Genleşme Çalışmaları

Saf nikel ve hacimce %10,05 SiC içeren Ni-SiC kaplamalara ait termal genleşme eğrileri (termal genleşme katsayısı-sıcaklık) Şekil 6.34’de verilmiştir. Şekildeki termal genleşme eğrileri asında tam olarak Ni kaplamanın termal genleşme davranışını temsil etmemektedirler. Şekil 6.34’e bakıldığında takviyesiz Ni ve seramik nano partikül takviyeli kompozit kaplamaların termal genleşme katsayıları arasında önemli bir farklılık ortaya çıkmamaktadır. Ancak sıcaklık artışı ile kompozitlerde daha yüksek sıcaklıklarda lineer davranışın bozulduğu anlaşılmaktadır. Termal genleşme eğrileri incelendiğinde lineerliğin bozulduğu kısımlar o sıcaklıkta kaplamanın altlık yüzeyinden ayrıldığı ifade etmektedir. Nikel kaplama ile kompozit kaplama karşılaştırıldığında; nikel kaplamanın yaklaşık olarak

600 °C civarında altlık yüzeyinden ayrıldığı gözlenirken kompozit kaplamada bu sıcaklığın 800 °C üzerine yükseldiği anlaşılmaktadır



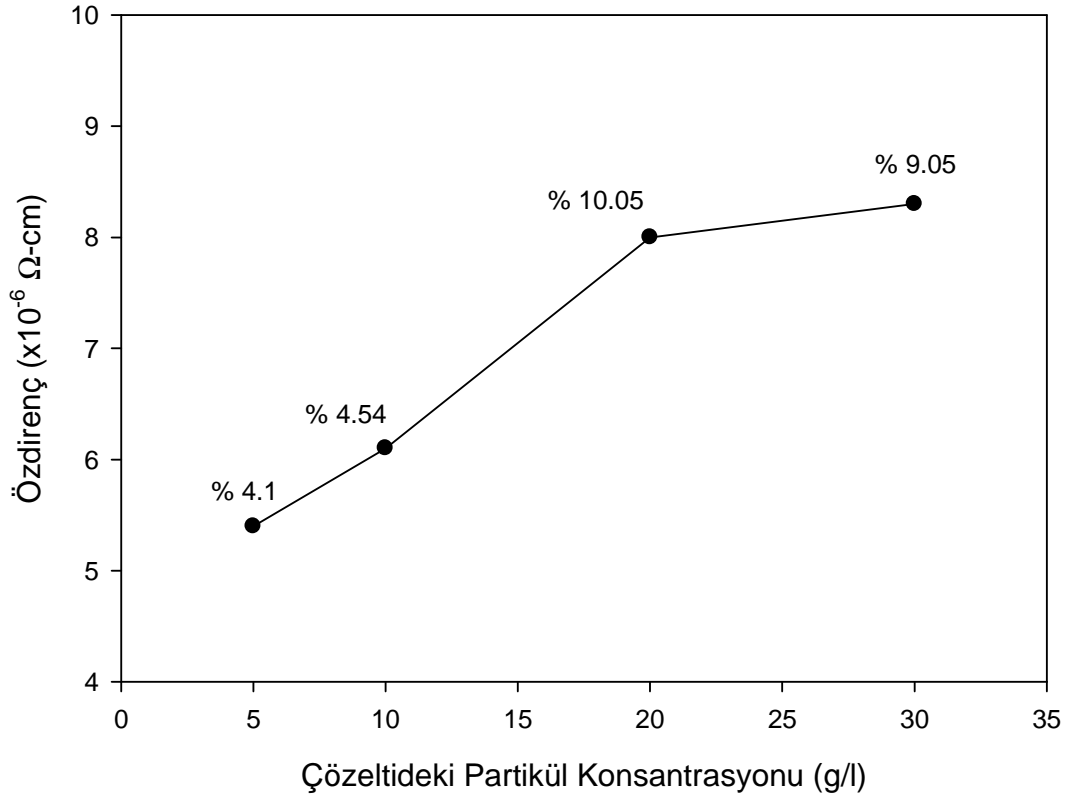
Şekil 6.34 Ni ve Ni-SiC (hacimce % 10,05 SiC) kompozit kaplamalara ait termal genleşme eğrileri

## 6.6 Özdirenç Çalışmaları

Özdirenç ölçüm çalışmaları daha önce B genel başlığı altında verilen çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisinin incelendiği kaplama çalışmalarına uygulanmıştır. Burada amaç partikül konsantrasyonuna bağlı olarak özdirenç değerlerindeki değişimi gözlemlemektir. Bu amaçla yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar Şekil 6.35’de verilmiştir.

Yapılan özdirenç ölçüm çalışmalarında çözeltideki partikül konsantrasyonunun artışına bağlı olarak özdirenç değerinin arttığı görülmüştür. Bu artışın kaplama tabakasında biriken hacimce % SiC partikül miktarı ile 20 g/l konsantrasyonuna kadar neredeyse doğru orantılı olduğu söylenebilir. Artan SiC oranı ile Ni matriste özdirençin artışı beklenen bir durumdur. Metallerde ilave edilen dispersiyon fazları özellikle bu çalışmada olduğu gibi mikrometre altı boyutta ise orowan mekanizması gereği dislokasyon yoğunluğunun artışına sebebiyet vermektedir. Bunun yanında

partikül oranının artması ile lastiste distorsiyonların da olduğu daha önce ifade edilmişti. Nitekim 30 g/l konsantrasyonunda üretilen kompozit kaplamada öz direncin neredeyse sabit kaldığı açıkça görülmektedir.



Şekil 6.35. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni-SiC (B) kompozit kaplamalara ait öz direnç değerleri (% değerleri kaplama tabasındaki hacimce partikül miktarını göstermektedir)

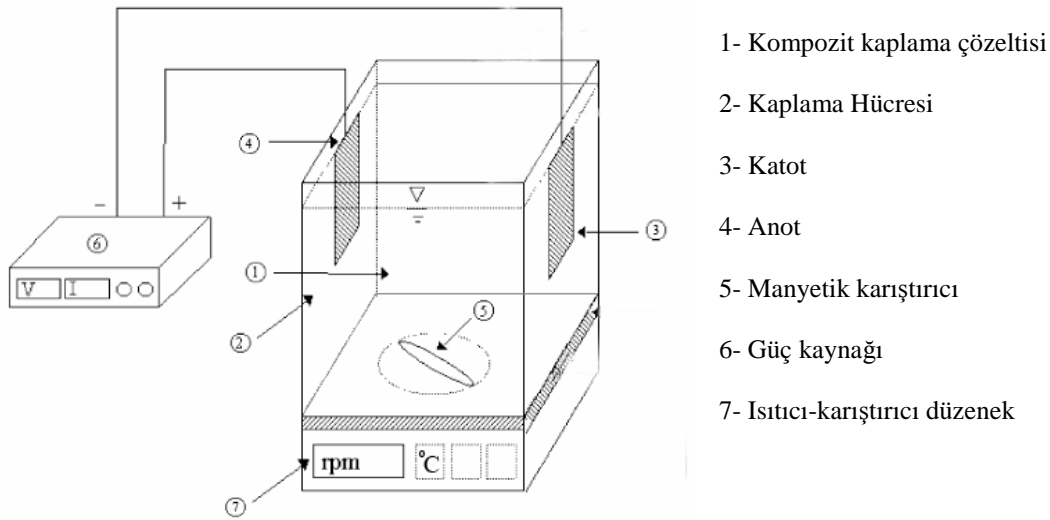
## **BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR**

Kaplama banyolarında metalik ve ince (küçük) seramik partiküllerin elektrolitik olarak birlikte biriktirilmesi ile nano kompozit kaplamaların üretiminin incelenmesi son yıllarda oldukça fazla çalışılmaktadır. Elektrolitik nano kompozit malzemelere olan ilgi, nano-kompozit kaplamaların yüksek aşınma direnci, yüksek sıcaklıkta iyi korozyon ve oksidasyon direnci kaplanmış yüzeylerdeki kendinden yağlayıcılık gibi özelliklerinden dolayı son 20 yıl boyunca hızla artmıştır. Elektrolitik nano kompozit kaplamalar üzerine yapılan araştırmalarda; kaplamaların üretimi için banyonun kompozisyonu, partiküllerin konsantrasyonu, sıcaklık, akım yoğunluğu gibi optimum şartları belirleme yönünde çalışmalar yapılmıştır [64].

Metal matris kompozit kaplamalar elektrolitik bir banyo metal matrisi içerisinde polimerik veya seramik ince partiküllerinin biriktirilmesi yolu olan elektro-biriktirme yöntemi ile üretilebilir. Elektro biriktirme; ikinci bir işlem olmaksızın basit bir adımda nano kompozit kaplama üretmek için düşük sıcaklıkta yapılan işlemdir [91]. İşlem süresince, bu çözünmeyen partiküller bir geleneksel kaplama elektrolitinde askıda tutulur ve kaplama tabakasına biriktirilir. İkincil faz malzeme olarak partikül, fiber ya da kapsül şeklindeki partiküller kullanılabilir [63]. Elektrolitik olarak hazırlanan nikel matris yüksek yoğunluklu minimum poroziteye sahip, korozyon ve aşınma dirençlerinden dolayı kimyasal, mekanik ve elektronik endüstrisinde geniş kullanım alanına sahiptir [91].

Aşağıda Şekil 5.1'de basit bir kaplama düzeneğinin şematik gösterimi yer almaktadır. Burada kaplamaya yardımcı olarak da kullanılan homejenizatör, temizleme düzeneği gibi sistemler gösterilmemiştir.





Şekil 5.1. Kaplama Düzeneginin Şematik Gösterimi

### 5.1. Deneysel Prosedür

Elektrolitik nikel matriksli kompozit kaplama çalışmalarında çelik altlıklar kullanılmıştır. 3x3,5cm boyutlarında kesilen altlıklar, zımpara ve gerektiğinde parlatma kademelerinden geçirilerek yüzeyleri hazırlanmıştır. Kaplama öncesi altlıklar alkali ve asidik temizleme işlemlerine tabi tutulmuştur. Alkali temizleme için hacimce % 20 NaOH-%80 H<sub>2</sub>O konsantrasyonuna sahip çözelti, asidik temizleme için ise hacimce % 40 HCl-% 60 H<sub>2</sub>O konsantrasyonuna sahip çözelti kullanılmıştır. Temizleme sonrası saf su ile bolca durulanan parçalar bekletilmeden kaplama banyosuna iletilmiştir.

Kompozit kaplama çalışmalarında çok sayıda banyo bileşimi hazırlanmış olup, kullanılan kimyasalların saflığı yüksek kalite (pure) olarak seçilmiştir. Çözeltilerin hazırlanmasında iki kere damıtılmış saf su 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 (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>) çözeltisi kullanılmıştır. Kaplama öncesi banyo çözeltisine ilave edilen seramik partiküllerinin aglomerasyonunu önleme amacıyla, çözelti manyetik olarak karıştırma ve ultrasonik



Tablo 5.2’de verilen banyo bileşimleri alümina partikül ilaveli kompozit kaplamalar için olup, burada A genel başlığı altında verilen banyolarda farklı yüzey aktif madde konsantrasyonları, B genel başlığında ise çözelti içerisine ilave edilen partikül konsantrasyonlarının etkileri incelenmiştir.

### **5.3. Zeta Potansiyeli Çalışmaları**

Zeta potansiyel ölçümlerinde Malvern marka Zetasizer Nano Series Nano-ZS model cihaz kullanılmıştır. Yapılan zeta potansiyeli ölçüm çalışmalarında bölüm 5.2’de belirtilmiş olan A genel başlığı altında verilen banyoların zeta potansiyel değerleri ölçülmüştür. Bu ölçümlerle de yüzey aktif madde konsantrasyonunun zeta potansiyeli üzerine etkisi tespit edilmeye çalışılmıştır.

### **5.4. Karakterizasyon Çalışmaları**

Kaplama sonrası numunelerin karakterizasyonu için SEM-EDS ve X-ışını kırınım örgüsü analizleri yapılmıştır. SEM-EDS çalışmalarında JEOL marka JSM 6060 LV model analiz cihazı kullanılmıştır. SEM analizi çalışmalarında geri yansıyan (BEI) elektronlarla yüksek çözünürlüklü mikroyapılar elde edilemediğinden, ikincil elektronlar (SEI) ile mikroyapı görüntüleri analiz edilip fotoğraflanmıştır. X-ışını kırınım örgüleri Rigaku marka D/MAX/2200/PC model cihaz ile elde edilmiştir. X-ışını kırınım örgüleri 1°/dk lık hızda ve 10-90° aralığında ölçülmüştür.

### **5.5. Mikrosertlik Çalışmaları**

Farklı banyo bileşimlerinden elde edilen kaplamalar için mikrosertlik çalışmaları yapılmış olup Leica VMHT marka cihazda gerçekleştirilen ölçümlerde, Li Chen ve arkadaşlarının da çalışmasında olduğu gibi 50 gramlık yükler 15 saniye süreyle uygulanmıştır [48]. Elde edilen izlerden sertlik değerleri okunmuştur. Her bir numuneye en az 5 adet ölçüm uygulanmış ve ortalamaları Vickers sertlik değeri olarak kaydedilmiştir. Ölçülen sertlik değerlerinin standart sapmaları da ayrıca hesaplanmıştır.

### 5.6. Tane Boyutu Ölçümü

Üretilen kompozit kaplamaların nikel tane boyutları X-ışını kırınım örgülerinden Scherrer formülüyle hesaplanması suretiyle tane boyutunun kaplamaların özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir.

### 5.7. Latis Distorsiyonu

Farklı deney şartlarında üretilen kompozit kaplamalarda meydana gelen latis distorsiyonu her bir düzlem için x-ışını dataları kullanılarak hesaplanmış ve bunun nedenleri açıklanmaya çalışılmıştır.

### 5.8. Sürtünme ve Aşınma

Aşınma ve sürtünme deneyleri 50, 100, 150 mm/sn hızlar ile 1N yük ve 200 m mesafe şartlarında gitmeli gelmeli (reciprocal) aşınma CSM Tribometer adlı aşınma deneyi cihazında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sürtünme katsayısı ve aşınma hızı değerleri SEM-EDS analizleri ile birlikte yorumlanmıştır.

### 5.9. Termal Genleşme ve Özdirenç Ölçüm Çalışmaları

Termal genleşme deneyleri UNITHERM MODEL 1161 marka cihazda gerçekleştirilmiştir. Termal genleşme deneyleri Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Ni-SiC elektrolitik kompozit kaplama numunelerine uygulanmış ve elde edilen sonuçlar grafik şeklinde verilmiştir. Termal genleşme deneyleri 1°C/dk'lık hız ile 800°C'ye çıkılarak gerçekleştirilmiştir. Termal genleşme çalışmaları için kompozit kaplanmış numuneler 10x20 mm ebatlarında kesilmiş ve termal genleşme cihazına Şekil 2.2'de şematik olarak gösterildiği gibi yerleştirilmiştir. Alümina çubuklar Ni kaplanmış tabaka üzerine yerleştirilmiştir.

Özdirenç ölçüm işlemleri, dört noktalı uç yöntemine göre ölçüm yapan PRO 4 marka cihazda gerçekleştirilmiştir. Özdirenç ölçme deneyleri Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Ni-SiC elektrolitik kompozit kaplama numunelerine uygulanmıştır.

## BÖLÜM 7. SONUÇLAR

Yapılan çalışmalardan anlaşıldığı üzere metal matris içerisine seramik partiküllerin ilavesi nano kompozit kaplamaların sertliğini ve aşınma direncini geliştirmektedir. Zhou ve arkadaşları [108], nano partiküllerin matris içerisine gömülmesinin nikel kristallerinin büyümesi üzerine etkili olduğu, tane boyutunu küçülttüğü ve kaplamaların sertliğini önemli ölçüde artırdığını rapor etmişlerdir. Qu ve arkadaşları [94] da yaptıkları çalışmada ikinci faz olarak nano-boyutlu CeO<sub>2</sub> partiküllerinin varlığının nikel matrisin tane boyutunu düşürdüğünü göstermişlerdir. Bu nedenle, seramik takviyeli nano kompozitlerin yüksek mikrosertlik değerleri nikel matrisin tane boyutunun düşmesinden kaynaklanabilir. Metal matrisli kompozitlerin sertliği ve diğer mekanik özellikleri matrisin mekanik karakteristiklerinden bağımsız olarak ikinci faz partiküllerinin boyutu ve miktarına bağlıdır. Bu partiküllerin boyutu ve miktarına bağlı olarak dispersiyon-sertleşmesi veya partikül-sertleşmesi mukavemet artış mekanizmalarından biri devreye girmektedir. Dispersiyon ile sertleştirilmiş bir kompozit, 0.01 – 1.0 µm boyut aralığındaki ince partiküllerin dağıtılması ile dislokasyon-partikül etkileşimi yada Orowan sertlik artış mekanizması olarak tanımlanır [108]. Bu durumda, matris galen yükü taşır ve ince partiküllerde dislokasyon hareketini engeller [109]. Böylece yapılan nano kompozit kaplama deneylerinde sertlikteki artış, metal matris içindeki dislokasyon hareketini engelleyen kompozit kaplamadaki seramik partiküllerden kaynaklanan dispersiyon-sertleşmesi etkisine bağlanabilir [63]. Aşınma deneyleri sırasında, matris içerisindeki yük transferini sağlayan gömülü seramik partiküller giderek matristen ayrılma eğilimi gösterirler ve sonuç olarak termal plastik deformasyon ve abraziv aşınma azalır. Ayrıca kompozit kaplamanın sürtünme katsayısının saf nikel kaplamadan yüksek olmasının sebebi de bunun bir sonucudur.

Yapılan kompozit kaplama çalışmaları sonucu elde edilen verilerden alınan sonuçlar her bir kaplama parametresinin önemini göstermiş ve bu parametrelerin etkileri belirlenmiştir:

1. Nano (100-1000 nm) SiC partikül takviyeli Ni metal matrisli kompozitler doğru akım elektrolitik kaplama ile hacimce %11,37 partikül konsantrasyonu değerine kadar başarı ile üretilmiştir.
2. Artan yüzey aktif madde (CTAB) içeriği nikel matriste nano partiküllerin segregasyonsuz dispersiyonu ile kaplamadaki hacimce % SiC miktarını arttırmıştır.
3. Nano SiC takviyeli elektrolitik kaplamaların mikrosertlik değerleri üstün dağılım etkisi sayesinde 571 Hv değerine kadar yükseltilmiştir.
4. Kaplamadaki SiC hacimce oranının 400 mg/l değerine kadar artan yüzey aktif madde (CTAB) konsantrasyonu ile arttığı gözlenmiştir.
5. Çözeltideki partikül konsantrasyonunun artması ile 20 g/l partikül konsantrasyonu değerine kadar kaplamada biriken hacimce % SiC miktarı artmış, bu değer üzerinde ilave yapıldığında ise düşüş göstermiştir.
6. Artan yüzey aktif madde (CTAB) ve çözeltideki partikül konsantrasyonu ile nikel matriste latis distorsiyonu meydana gelmiştir.
7. Kaplamaların aşınma direnci 300 mg/l değerine kadar artan yüzey aktif madde içeriği ile artmıştır, ancak bu konsantrasyonun üzerinde aşınma direnci düşmeye başlamıştır.
8. Üretilen Ni-SiC nanokompozit kaplamalar takviyesiz nikel film ile karşılaştırıldığında daha yüksek sürtünme katsayısı ve daha iyi aşınma direnci göstermişlerdir.
9. Kompozit kaplamaların tamamında kayma hızı arttırıldığında aşınma hızının arttığı, bunun yanı sıra sürtünme katsayısının azaldığı belirlenmiştir.

### 8.1. Öneriler

Yapılan bu deneysel çalışmalara ilave olarak kaplama parametreleri açısından farklı karıştırma hızı ve sıcaklık parametreleri de deneysel olarak incelenebilir. Yapılan karakterizasyon çalışmalarına ilave olarak TEM (geçirimli elektron mikroskobu ) ve

korozyon testleri gerçekleştirmek de yararlı olabilir. Kompozit kaplama çalışmalarında doğru akım (DC) redresörler yerine kesikli akım (PC) redresörler kullanılarak kaplama çalışmaları yapılabilir.

Ayrıca kompozit kaplama çalışmalarında, aynı anda birden fazla partikül SiC, TiO<sub>2</sub>, WC vb ilavelerde yapılarak hibrit örneğin Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC kompozit kaplamalar araştırma konusu olarak incelenebilir.

## KAYNAKLAR

- [1] SUR, G., ŞAHİN, Y., GÖKKAYA, H., Ergimiş Metal Karıştırma ve Basınçlı Döküm Yöntemi ile Alüminyum Esaslı Tanecik Takviyeli Kompozitlerin Üretimi, J. Fac. Eng. Arch. Gazi Univ.,20, 2, 233-238, 2005
- [2] <http://www.aist.go.jp/NIMC/overview/v18.html>, Mayıs 2009
- [3] RIEDEL, W., Electroless nickel plating, ASM International, 40-126, England, 1991
- [4] ÇAKIR, F. A., Akımsız nikel kaplamalar ve uygulamaları, Yüzey İşlemler Dergisi, 2, 76-83, 1997
- [5] STROUMBOULI, M., GYFTOU, P., PAVLATOU, E. A., PYRELLIS, N. S., Codeposition of ultrafine WC particles in Ni matrix composite electrocoatings, Surface & Coatings Technology, 195, 325-332, 2005
- [6] DONG, Y.S., LIN P.H., WANG, H.X., Electroplating preparation of Ni-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> graded composite coatings using a rotating cathode, Surface & Coatings Technology, 200, 3633- 3636, 2006
- [7] WANG, S.C., WEI, W.C.J., Kinetics of electroplating process of nano-sized ceramic particle/Ni composite, Materials Chemistry and Physics, 78, 574-580, 2003
- [8] GÜL, H., Elektrolitik Nano Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Takviyeli Nikel Matrisli Kompozitlerin Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2008
- [9] ASLAN, S., SiC ve Grafit takviyeli çinko alüminyum hibrit kompozit malzemelerin aşınma davranışlarının incelenmesi, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2005
- [10] GÜLTEKİN, D., Metal matrisli kompozit fren diski balatası üretimi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, , Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2007
- [11] CHA, S.I., KIM, K.T, ARSHAND, S.B., MO, C.B, HONG, S.H, Extraordinary Strengthening Effect Of Carbon-Nanotubes in Metal Matrix Nanocomposites Processed by Molecular Level Mixing, Advanced Materials, 17, 13377-1381, 2005



- [12] HANNULA, S.P., KOSKINEN, J., HAIMI, E., NOWAK, R., Mechanical Properties of Nanostructured Materials, Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology, American Scientific Publishers, 2004, ABD
- [13] DE CICCO, M., TURNG, L.S., LI, X., PEREPEZKO, J.H., Semi-Solid Casting of Metal Matrix Nanocomposites", Solid State Phenomena, 116-117, 478-483, 2006
- [14] AJAYAN, P.M., SCHADLER, L.S., BRAUN, P.V., Nanocomposite Science and Technology, Wiley-VCH, 2003, ABD
- [15] ERB, U., Electrodeposited nanocrystals: synthesis, properties and industrial applications, Nanostructured Materials, 6, 533, 1995.
- [16] GODDARD, W.A., BRENNER, D.W., LYSEVSKI, S.E., IAFRATE, G.J., Handbook of Nanoscienc, Engineering, and Technology, CRC Press LLC, ABD, 2003
- [17] VISWANATHAN, V., LAHA, T., BALANI, K., AGARWAL, A., SEAL, S., Challenges and advances in nanocomposite processing techniques, Materials Science and Engineering R, 54 (2006) 121–285
- [18] DABHADE, V.V., RAMA MOHAN, T.R., RAMAKRISHNAN, P., Sintering behavior of titanium–titanium nitride nanocomposite powders, Journal of Alloys and Compounds, 453, 215–221, 2008
- [19] LIU, Y.Q., CONG, H.T., WANG, W. SUN, C.H., CHENG, H.M., Al nanoparticle-reinforced nanocrystalline Al matrix composites: Fabrication and mechanical properties, Materials Science and Engineering A, 505, 151–156, 2009
- [20] ESAWI, A.M.K., MORSI, K., SAYED, A., ABDEL GAWAD, A., BORAH, P., Fabrication and properties of dispersed carbon nanotube–aluminum composites, Materials Science and Engineering A, 508, 167–173, 2009
- [21] DENG, C.F., WANG, D.Z., ZHANG, X.X., LI, A.B., Processing and properties of carbon nanotubes reinforced aluminum composites, Materials Science and Engineering A, 444, 138–145, 2007
- [22] ZHOU, S.M., ZHANG, X.B., DÌNG, Z.P., MÌN, C.Y, XU, G.L., ZHU, W.L, Fabrication and tribological properties of carbon nanotubes reinforced Al composites prepared by pressureless infiltration technique, Composites: Part A, 38, 301–306, 2007
- [23] PEREZ-BUSTAMANTE, R., ESTRADA-GUEL, I., ANTUNEZ-

- FLORES, W., MIKI-YOSHIDA, M., FERREIRA, P.J., MARTÍNEZ-SANCHEZ, R., Novel Al-matrix nanocomposites reinforced with multi-walled carbon nanotubes, *J. Alloys and Compounds* 450, 323–326, 2008
- [24] ESAWI, A., MORSI, K., Dispersion of carbon nanotubes (CNTs) in aluminum powder, *Composites: Part A*, 38, 646–650, 2007
- [25] PRASAD, Y.V.R.K., RAO, K.P., GUPTA, M., Hot workability and deformation mechanisms in Mg/nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite, *Composites Science and Technology*, 69, 1070-1076, 2009
- [26] BAKSHI, S.R., SINGH, V., BALANI, K., McCARTNEY, D.G., SEAL, S., AGARWAL, A., Carbon nanotube reinforced aluminum composite coating via cold spraying, *Surface & Coatings Technology*, 202, 5162–5169, 2008
- [27] BAKSHI, S.R., SINGH, V., BALANI, K., McCARTNEY, D.G., SEAL, S., AGARWAL, A., Aluminum composite reinforced with multiwalled carbon nanotubes from plasma spraying of spray dried powders, *Surface & Coatings Technology*, 203, 1544–1554, 2009
- [28] BALANI, K., ZHANG, T., KARAKOTI, A., LI, W.Z., SEAL, S., AGARWAL, A., In situ carbon nanotube reinforcements in a plasma-sprayed aluminum oxide nanocomposite coating, *Acta Materialia*, 56, 571-576, 2008
- [29] SUDHARSHAN PHANI, P., VISHNUKANTHAN, V., SUNDARARAJAN, G., Effect of heat treatment on properties of cold sprayed nanocrystalline copper alumina coatings, *Acta Materialia*, 55, 4741–4751, 2007
- [30] KIM, J.S., KWON, Y.S., LOMOVSKY, O.I., DUDINA, D.V., KOSAREV, V.F., KLINKOV, S.V., KWON, D.H., SMUROV, I., Cold spraying of in situ produced  $\text{TiB}_2\text{-Cu}$  nanocomposite powders, *Composites Science and Technology*, 67, 2292–2296, 2007
- [31] WANG, H.T., LI, C.J., YANG, G.J., LI, C.X., Effect of heat treatment on the microstructure and property of cold-sprayed nanostructured  $\text{FeAl/Al}_2\text{O}_3$  intermetallic composite coating, *Vacuum*, 83, 146–152, 2009
- [32] JODOIN, B., AJDELSZTAJN, L., SANSOUCY, E., ZÚÑIGA, A., RICHER, P., LAVERNIA, E.J., Effect of particle size, morphology, and hardness on cold gas dynamic sprayed aluminum alloy coatings, *Surface & Coatings Technology*, 201, 3422–3429, 2006
- [33] LIMA, R.S., KARTHIKEYAN, J., KAY, C.M., LINDEMANN, J., BERNDT, C.C., Microstructural characteristics of cold-sprayed nanostructured  $\text{WC-Co}$  coatings, *Thin Solid Films* 416, 129–135, 2002
- [34] VAN STEENKISTE, T.H., SMITH, J.R., TEETS, R.E., Aluminum

- coatings via kinetic spray with relatively large powder particles, *Surface Coatings Technology*, 154, 237–252, 2002
- [35] KANG, H.K., KANG, S.B., Tungsten/copper composite deposits produced by a cold spray. *Scripta. Mater.*, 49, 1169–1174, 2003
- [36] KIM, H.J., LEE, C.H., HWANG, S.Y., Fabrication of WC–Co coatings by cold spray deposition, *Surf. and Coat. Tech.*, 191, 335–340, 2005
- [37] SEKINO, T., NIIHARA, K., Microstructural characteristics and mechanical properties for Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/metal nanocomposites, *Nanostructured Materials*, 6, 663-666, 1995
- [38] HWANG, S., NISHIMURA, C., Compressive mechanical properties of mg-ti-c nanocomposite synthesised by mechanical milling, *Scripta Materialia*, 44, 2457–2462, 2001
- [39] LÜ, L., LAI, M., LIANG, W., Magnesium nanocomposite via mechanochemical milling, *Comp. Sci. Tech.* 64, 2009–2014, 2004
- [40] ZHANG, Z., CHEN, D.L., Contribution of Orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites, *Materials Science and Engineering A*, 483–484, 148–152, 2008
- [41] Zhang, Z., Chen, D.L., Consideration of Orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites: A model for predicting their yield strength, *Scripta Materialia*, 54, 1321–1326, 2006
- [42] ESTRADA M.E., Model-based framework for alloy Electrodeposition processes, Yüksek Lisans Tezi, Louisiana State University, The Department of Chemical Engineering, 2007
- [43] DINI, J.W., *The Materials Science of Coatings and Substrates*. New Jersey: Noyes Publications, 1993, ABD
- [44] OSAKA, T., Electrodeposition of highly functional thin films for magnetic recording devices of the next century, *Electrochimica Acta*, 45, 20, 3311-3321, 2000
- [45] GUIDRY, D.J., Tribological behavior of nanostructured nickel, Yüksek Lisans Tezi, Louisiana State University, The Department of Mechanical Engineering, 2007
- [46] GLEİTER, H., Nanostructured materials: basic concepts and microstructure, *Acta Materialia*, 48, 1, 1-29, 2000
- [47] GLEİTER, H., Nanostructured materials: state of the art and perspectives, *NanoStructured Materials*, 6, 3-14, 1995
- [48] BERK, V., Yüzey işlem teknolojileri 1, *Elektrokimya Sanayi*, 4-42,

İstanbul, 2004

- [49] HU, C., CHANG, C., Anodic stripping of zinc deposits for aqueous batteries: effects of anions, additives, current densities, and plating modes, *Materials Chemistry and Physics*, 86, 195–203, 2004
- [50] UYSAL, M., Elektrolitik kalay kaplama ve oksidasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2007
- [51] SARAÇ, S., Metal kaplama ve elektrokimyasal teknolojiler, İTÜ Fen Edebiyat Fakültesi, Çağlayan Kitabevi – Beyoğlu/İstanbul, 1995
- [52] KAYA, B., Nano kompozit kaplama, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2007
- [53] BOZDANA, A.T., On the Mechanical Surface Enhancement Techniques in Aerospace Industry A Review of Technology, *Aircraft Engineering and Aerospace Technology*, 77, 279-292, 2005
- [54] GER, M.D., Electrochemical deposition of nickel/SiC composites in the presence of surfactants, *Mat. Chem. and Phy.* 87, 67–74, 2004
- [55] GYFTOU, P., PAVLATOU, E.A., SPYRELLIS, N., Effect of pulse electrodeposition parameters on the properties of Ni/nano-SiC composites, *App. Surf. Sci.*, 254, 5910–5916, 2008
- [56] SURENDER, M., BALASUBRAMANIAM, R., BASU, B., Electrochemical behavior of electrodeposited Ni–WC composite coatings, *Surf. & Coat. Tech.* 187, 93– 97, 2004
- [57] SHI, L., SUN, C., LIU, W, Electrodeposited nickel–cobalt composite coating containing MoS<sub>2</sub>, *App. Surf. Sci.*, 254, 21, 6880-6885, 2008
- [58] SHI, L. SUN, C.F., ZHOU, F. LIU, W.M. Electrodeposited nickel–cobalt composite coating containing nano-sized Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, *Mat. Sci. and Eng. A* 397 (2005) 190–194
- [59] BURZYŃSKA, L., RUDNIK, E., KOZA, J., BŁAŻ, L., SZYMAŃSKI, W. Electrodeposition and heat treatment of nickel/silicon carbide composites, *Surf. & Coat. Tech.* 202 (2008) 2545–2556
- [60] YAO, Y., YAO, S., ZHANG, L., WANG, H., Electrodeposition and mechanical and corrosion resistance properties of Ni–W/SiC nanocomposite coatings, *Mat. Lett.*, 61, 67–70, 2007
- [61] GARCIA, I., FRANSAER, J., CELIS, J.P., Electrodeposition and sliding wear resistance of nickel composite coatings containing micron and submicron SiC particles, *Surf. and Coat. Tech.*, 148, 171–178, 2001
- [62] POMPEI, E., MAGAGNIN, L., LECIS, N., CAVALLOTTI, P.L.,

- Electrodeposition of nickel–BN composite coatings, *Electrochimica Acta*, 54, 9, 2571–2574, 2009
- [63] HOU, K.H., GER, M.D., WANG, L.M. KE, S.T., The wear behaviour of electro-codeposited Ni–SiC composites, *Wear*, 253, 994–1003, 2002
- [64] VAEZI, M.R., SADRNEZHAAD, S.K., NIKZAD, L., Electrodeposition of Ni–SiC nano-composite coatings and evaluation of wear and corrosion resistance and electroplating characteristics, *Coll. and Surf. A: Physicochem. Eng. Aspects*, 315, 176–182, 2008
- [65] SRIVASTAVA, M., GRIPS, V.K.W., JAIN, A., RAJAM, K.S., Influence of SiC particle size on the structure and tribological properties of Ni–Co composites, *Surf. & Coat. Tech.*, 202, 310–318, 2007
- [66] FENG, Q., LI, T., YUE, H., QI, K., BAI, F., JIN, J., Preparation and characterization of nickel nano- $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite coatings by sediment co-deposition, *App. Surf. Sci.*, 254, 2262–2268, 2008
- [67] LAMPKE, T., WIELAGE, B., DIETRICH, D., LEOPOLD, A., Details of crystalline growth in co-deposited electroplated nickel films with hard (nano)particles, *App. Surf. Sci.*, 253, 2399–2408, 2006
- [68] NIU, Z.X., CAO, F.H., WANG, W., ZHANG, Z., ZHANG, J.Q., CAO, C.N., Electrodeposition of Ni-SiC nanocomposite film, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 17, 9-15, 2007
- [69] CHEN, L., WANG, L., ZENG, Z., ZHANG, J., Effect of surfactant on the electrodeposition and wear resistance of Ni–  $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite coatings, *Mat. Sci. and Eng. A*, 434, 319–325, 2006
- [70] MALLORY, G.O., HAJDU, J.B., *Electroless Plating: Fundamentals and Applications*, American Electroplaters and Surface Finishers Society, 1990, ABD
- [71] GÜLMEZ, T., İkinci kuşak kalıp malzemelerin geliştirilmesi: seramik takviyeli metal matriksli karma malzemeler, *Polymetal*, 2004, İstanbul
- [72] APACHİTEİ, I., DUSZCZYK, J., KATGERMAN L., OVERKAMP P.J.B., Particles co-deposition by electroless nickel, *Scripta Materialia*, 38, 9, 1383– 389, 1998
- [73] WANG, L., GAO, Y., LIU, H., XUE, Q., XU T., Effects of bivalent Co ion on the co-deposition of nickel and nano-diamond particles, *Surface & Coatings Technology*, 191, 1– 6, 2005
- [74] LEE, D., GAN, Y.X., CHEN, X., KYSAR, J.W., Influence of ultrasonic

- irradiation on the microstructure of Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CeO<sub>2</sub> nanocomposite thin films during electrocodeposition, *Mater. Sci. Eng. A*, 447, 209–216, 2007
- [75] CHANG, L.M., AN, M.Z., SHI, S.Y., Microstructure and characterization of Ni-Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite, *Mater. Chem. and Physics*, 100, 395–399, 2006
- [76] CHEN, L., WANG, L., ZENG, Z., XU, T., Influence of pulse frequency on the microstructure and wear resistance of electrodeposited Ni–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coatings, *Surface & Coatings Technology*, 201, 599–605, 2006
- [77] ABDEL AAL, A., EL-SHEIKH, S.M., AHMED, Y.M.Z., Electrodeposited composite coating of Ni–W–P with nano-sized rod- and spherical-shaped SiC particles, *Materials Research Bulletin*, 44, 151–159, 2009
- [78] FAN, J.Y., WU, X.L., CHU, P.K., Low-dimensional sic nanostructures: Fabrication, luminescence, and electrical properties, *Progress in Materials Science*, 51, 983–1031, 2006
- [79] SHAIGAN, N., IVEY, D.G., CHEN, W., Oxidation and electrical behavior of nickel/lanthanum chromite-coated stainless steel interconnects, *Journal of Power Sources*, 183, 651–659, 2008
- [80] WU, G., LI, N., ZHOU, D., MITSUO, K., Electrodeposited Co–Ni–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite coatings, *Surf. Coat. Tech.*, 176, 157–164, 2004
- [81] CHAN, K.C., WANG, C.L., ZHANG, K.F., PANG, G., Superplastic deformation behavior of the electrocodeposited Ni/SiC composite, *Scripta Materialia*, 51, 605–609, 2004
- [82] HOU, K.H., HWU, W.H., KE, S.T., GER, M.D., Ni–P–SiC composite produced by pulse and direct current plating, *Materials Chemistry and Physics*, 100, 54–59, 2006
- [83] FERKEL, H., MÜLLER, B., RIEHEMANN, W., Electrodeposition of particlestrengthened nickel films, *Mater. Sci. Eng. A*, 234, 23, 474–476, 1997
- [84] LAMPKE, T., LEOPOLD, A., DIETRICH, D., ALISCH, G., WIELAGE, B., Correlation between structure and corrosion behaviour of nickel dispersion coatings containing ceramic particles of different sizes, *Surface & Coatings Technology*, 201, 3510–3517, 2006
- [85] LI, J., SUN, Y., SUN, X., QIAO, J., Mechanical and corrosion-resistance performance of electrodeposited titania–nickel nanocomposite coatings, *Surface & Coatings Technology*, 192, 331–335, 2005
- [86] LEKKA, M., KOUMOULIS, D., KOULOUMBI, N. BONORA, P.L.,

- Mechanical and anticorrosive properties of copper matrix micro- and nano-composite coatings, *Electrochimica Acta*, 54, 2540–2546, 2009
- [87] XUE, Y.J., JIA, X.Z., ZHOU, Y.W., MA, W, LI Z.S., Tribological performance of Ni–CeO<sub>2</sub> composite coatings by electrodeposition, *Surface & Coatings Technology*, 200, 5677 – 5681, 2006
- [88] ABDEL AAL A., IBRAHİM, K.M., ABDEL HAMİD Z., Enhancement of wear resistance of ductile cast iron by Ni–SiC composite coating, *Wear*, 260, 1070–1075, 2006
- [89] BENEÀ, L., BONORA, P.L., BORELLO, A., MARTELLI, S., Wear corrosion properties of nano-structured SiC–nickel composite coatings obtained by electroplating, *Wear*, 249, 995–1003, 2002
- [90] SHRESTHA, N.K., SAKURADA, K., MASUKO, M., SAJI, T., Composite coatings of nickel and ceramic particles prepared in two steps, *Surf. and Coat.Tech.*, 140, 175-181, 2001
- [91] ARUNA, S.T., GRIPS, V.K.W., RAJAM, K.S., Ni-based electrodeposited composite coating exhibiting improved microhardness, corrosion and wear resistance properties, *J. of Alloys and Comp.*, 468, 546-552, 2009
- [92] BROOMAN, E.W., Compliant electrodeposited and electroless nano-structured and nano-composite coatings to replace chromium coatings, *Galvanotechnik*, 12, 2843, 2005
- [93] STROUMBOULI, M., GYFTOU, P., PAVLATOU, E.A., SPYRELLIS, N., Codeposition of ultrafine WC particles in Ni matrix composite electrocoatings, *Surface & Coatings Technology*, 195, 325– 332, 2005
- [94] QU, N.S., ZHU, D., CHAN, K.C., Fabrication of Ni–CeO<sub>2</sub> nanocomposite by electrodeposition, *Scripta Mater.*, 54, 1421–1425, 2006
- [95] WANG, L., GAO, Y., XUE, Q., LIU, H., XU, T., Microstructure and tribological properties of electrodeposited Ni-Co alloy deposit, *Applied Surface Science*, 242, 326–332, 2005
- [96] SURENDER, M., BASU, B., BALASUBRAMANIAM, R., Wear characterization of electrodeposited Ni–WC composite coatings, *Tribology International*, 37, 743–749, 2004
- [97] SZCZYGIEL, B., KOLODZIEJ, M., Composite Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings and their corrosion resistance, *Electrochimica Acta*, 50, 4188–4195, 2005
- [98] HU, F., CHAN, K.C., Equivalent circuit modelling of Ni–SiC

- electrodeposition under ramp-up and ramp-down waveforms, *Mat.Chem. and Phys.*, 99, 424–430, 2006
- [99] ABDEL AAL, A., ZAKI, Z.I., ABDEL HAMID, Z., Novel composite coatings containing (TiC– Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) powder, *Mat. Sci. and Eng. A*, 447, 87–94, 2007
- [100] TJONG, S.C., CHEN, H., Nanocrystalline materials and coatings, *Materials Science and Engineering R*, 45, 1–88, 2004
- [101] TEH, K.S., CHENG, Y.T., LIN, L., MEMS fabrication on nickel-nanocomposite: film deposition charecterization, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 15, 2205-2215, 2005
- [102] FILIÂTRE, C., PIGNOLET, C., FOISSY, A., ZEMBALA, M., WARSZYNSKI, P., Electrodeposition of particles at nickel electrode surface in a laminar flow cell, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 222, 55 -63, 2003
- [103] LEE, H.K., LEE, H.Y., JEON, J.M., Codeposition of micro- and nano-sized SiC particles in the nickel matrix composite coatings obtained by electroplating, *Surf. & Coat. Tech.*, 201, 4711–4717, 2007
- [104] MISBAH-UL, I., HASHMI, K.A., RANA, M.U., ABBAS, T., Measurement of exchange interaction in Ti-substituted Ni-ferrites, *Solid State Communications*, 121, 51-54, 2002
- [105] SHI, L. SUN, C., GAO, P., ZHOU, F., LIU, W., Mechanical properties and wear and corrosion resistance of electrodeposited Ni–Co/SiC nanocomposite coating, *Applied Surface Science*, 252, 3591–3599, 2006
- [106] LI Q., SONG G.M., ZHANG Y.Z., LEI T.C., CHEN W.Z., Microstructure and dry sliding wear behavior of laser clad Ni-based alloy coating with the addition of SiC, *Wear*, 254, 222–229, 2003
- [107] CHOU, M.C., GER, M.D., KE, S.T., HUANG, Y.R., WU, S.T., The Ni–P–SiC composite produced by electro-codeposition, *Materials Chemistry and Physics*, 92, 146–151, 2005
- [108] ZHOU, Y., ZHANG, H., QIAN, B. Friction and wear properties of the co-deposited Ni–SiC nanocomposite coatings *Applied Surface Science*, 253, 8335–8339, 2007
- [109] MULLER, B., FERKEL, H., Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-nanoparticle distribution in plated nickel composite films, *Nanostruct. Mater.*, 10, 1285, 1998



## ÖZGEÇMİŞ

Fatih KILIÇ, 13.12.1983 de Balıkesir’de doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Balıkesir’de tamamladı. 2001 yılında başladığı Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Müh. bölümünü 2006 yılında bitirdi. 2006 yılında Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsünde başladığı yüksek lisans eğitimine halen devam etmektedir.