



**NiCr İNCE FİLMLEİN ELEKTROKİMYASAL
YÖNTEMLE ÜRETİLMESİ VE ÖZELLİKLERİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Zafer GÜLTEKİN



T.C.
BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NiCr İNCE FİLMLEİN ELEKTROKİMYASAL YÖNTEMLE ÜRETİLMESİ
VE ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

Zafer GÜLTEKİN
0000-0001-9649-0371

Prof. Dr. Mürsel ALPER
(Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

BURSA – 2019

TEZ ONAYI

Zafer GÜLTEKİN tarafından hazırlanan “ NiCr İnce Filmlerin Elektrodpozisyonla Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi ” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Prof. Dr. Mürsel ALPER

Başkan : Prof. Dr. Mürsel ALPER
0000-0001-8220-6851
Uludağ Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi,
Fizik Anabilim Dalı

Üye : Prof. Dr. İlker KÜÇÜK
0000-0002-9555-6903
Uludağ Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi,
Fizik Anabilim Dalı

Üye : Doç. Dr. Öznur KARAAĞAÇ
0000-0003-0789-3801
Balıkesir Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi,
Fizik Anabilim Dalı


İmza


İmza


İmza

Yukarıdaki sonucu onaylarım


Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN
Enstitü Müdürü

.../.../....

Bilimsel Etik Bildirim Sayfası

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

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

beyan ederim.

0.3/09/2019.



Zafer GÜLTEKİN



ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

NiCr İNCE FİLMLEİN ELEKTROKİMYASAL YÖNTEMLE ÜRETİLMESİ VE ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Zafer GÜLTEKİN

Bursa Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Mürsel ALPER

Bu çalışmada, sabit potansiyel ve atmalı ters akımla kaplama (pulse reverse plating - PRP) tekniği kullanılarak farklı potansiyel değerlerinde üretilen Nikel-Krom (NiCr) ince filmlerin, yapısal, optiksel ve korozyon özelliklerinin her iki teknikle üretildiğinde nasıl değişim gösterdiği incelendi. Elektrokimyasal banyoda Ni ve Cr kaynağı olarak; Nikel Klorür (NiCl_2) ve Krom Klorür (CrCl_3) tuzları kullanıldı. Filmlerin üretim potansiyellerinin belirlenebilmesi için dönüşümlü voltammetri (CV) tekniği uygulanarak Standart Kalomel Elektrot (SCE)' ye göre üç değer -1,0, -1,2 ve -1,5V seçildi. Ti alttabaka üzerine belirlenen potansiyellerde büyütülen ince filmlerin analizi X-ışını kırınımı difraksiyonu (XRD), taramalı elektron mikroskobu-enerji ayırmalı X-ışını spektroskopisi (SEM-EDX), Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (FTIR), UV- Görünür Işık Spektrofotometresi ve Tafel ekstrapolasyon yöntemleriyle gerçekleştirildi. Filmlerin yapısal incelemesi, XRD tekniği kullanılarak difraksiyon açısının (2θ) 18° ile 100° arasında $0,2^\circ$ adım aralığında değiştirilmesiyle yapıldı. Filmlerin kimyasal bileşimi ve yüzey morfolojisi, sırasıyla EDX ve SEM ile analiz edildi. XRD analizinden elde edilen veriler neticesinde filmlerin yüzey merkezli (FCC) yapıda kristalize olduğu belirlendi. EDX analizinde de, filmlerin kimyasal bileşiminin % 97' nin üzerinde Ni içermesi FCC yapıyı doğruladığı ve PRP ile üretilen numunelerin sabit potansiyellilere göre daha fazla krom içerdiği görüldü. XRD verilerinden yola çıkarak, kristal yapıya ait düzlemler arası mesafe, örgü parametresi ve tanecik büyüklüğü parametreleri hesaplandı. SEM görüntülerinde ise, PRP ile üretilen numunelerin yüzeyinin, sabit potansiyellilere göre daha homojen, ince taneli ve pürüzsüz olduğu görüldü. 450 – 1600 nm aralığında alınan FTIR spektrumlarından parmak izi bölgesi bağları belirlendi. Elde edilen her FTIR grafiğinin neredeyse aynı olduğu tespit edildi. UV-Görünür Işık spektroskopisi 300 – 800 nm dalga boyu aralığında alındı ve bir genellemeyle sabit potansiyelli numunelerin PRP ile üretilen numunelere kıyasla daha soğurgan olduğu görüldü. Tafel ekstrapolasyon yöntemiyle filmlerin korozyon davranışı incelendi ve sabit potansiyelli filmlerin, PRP' li filmlere göre korozyon direncinin daha iyi olduğu tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: Elektrodpozisyon, NiCr ince film, korozyon, NiCr ince filmlere pulse akımının etkisi.

2019, viii + 54 sayfa.

ABSTRACT

MSc Thesis

PRODUCTION OF NiCr THIN FILMS BY ELECTROCHEMICAL METHOD AND INVESTIGATION OF THE PROPERTIES

Zafer GÜLTEKİN

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

Supervisor: Prof. Dr. Mürsel ALPER

In this study, the structural, optical and corrosion properties of Nickel-Chromium (NiCr) thin films produced at different potential values by using constant potential and pulse reverse plating (PRP) technique have been investigated. The electrochemical bath contains Nickel Chloride (NiCl_2) and Chrome Chloride (CrCl_3). The reduction potentials of NiCr alloy were determined by using the cyclic voltammetry (CV) technique. Based on the CV curve, three different deposition potentials were selected as -1,0, -1,2 and 1,5 V vs Standard Calomel Electrode (SCE). Thin films produced on Ti substrate under the specified conditions were examined by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope-energy dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDX), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), UV-Visible Light Spectrophotometer and Tafel extrapolation method. The structural examination of the films was carried out by changing the diffraction angle (2θ) between 18° and 100° by a step of $0,2^\circ$ using the XRD technique. The chemical composition and surface morphology were analyzed by EDX and SEM, respectively. Using the data obtained from XRD analysis, it was determined that the films crystallized in surface centered (fcc) structure. In EDX analysis, it was seen that the composition of the films contained more than 97% Ni (i.e less than 3% Cr). From the XRD patterns, the interplanar distance, lattice parameter and particle size parameters of the crystal structure were calculated. In SEM images, the surface of the samples produced by PRP technique was more homogeneous, fine grained and smooth than the constant potentials. FTIR spectra were taken between 450-1600 nm and bands in this region were determined. Each graphic obtained from the films was found to be almost identical. UV-Visible Light spectroscopies of thin films were taken in the wavelength range of 300-800 nm and in generally, the constant potential samples were found to be more absorbance than those produced by PRP. The corrosion behavior of the films was investigated by Tafel extrapolation and it was found that the corrosion resistance of the films with constant potential was better.

Key words: Electrodeposition, NiCr thin film, corrosion, effect of pulse current on NiCr thin films.

2019, viii + 54 pages.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans sürecim boyunca gerçekleştirmiş olduğum tüm çalışmalarım sırasında, ne zaman başım sıkışsa sabır ve büyük bir emekle hiçbir yardımdan kaçınmayarak beni aydınlatan ve doğru bir şekilde yönlendirip, yardım eden çok değerli hocam Sayın Prof. Dr. Mürsel ALPER' e sonsuz şükranlarımı ve saygılarımı sunuyorum.

Bu çalışmanın yapılmasında büyük emeği olan, edinmiş olduğu bilgileri ve tecrübeleri benimle paylaşan ve destek olan, kıymetli hocam Sayın Doç. Dr. Mürşide HACIİSMAİLOĞLU' na çok teşekkür ediyorum.

Numunelerimin XRD ve SEM-EDX analizinin yapıldığı Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM)' a, UV-Görünür Işık spektroskopisinin alınmasında yardımcı olan Bursa Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü' nden Sayın Prof. Dr. Ahmet PEKSÖZ' e ve FTIR spektroskopisinin alınmasında yardımcı olan Bursa Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü' nden Sayın Doç. Dr. Bilgen OSMAN' a teşekkürü borç bilirim.

Şartlar ne olursa olsun beni destekleyen ve arkamda duran kıymetli babam Muzaffer GÜLTEKİN ve sevgili annem Meleksima GÜLTEKİN' e teşekkürü borç bilirim, haklarınızı ödeyemem. Değerli ablalarım Dilek ALTUNBİLEK ve Güler ÇELİK' e, her türlü desteklerinden ötürü çok teşekkür ederim.

Son olarak, çalışmalarım boyunca beni destekleyip, yanımda duran enişterime, yeğenlerime ve tüm dostlarıma teşekkür ederim.

Zafer GÜLTEKİN
03/09/2019.

İÇİNDEKİLER

| | Sayfa |
|--|-------|
| ÖZET | i |
| ABSTRACT | ii |
| TEŞEKKÜR | iii |
| SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ | v |
| ŞEKİLLER DİZİNİ | vii |
| ÇİZELGELER DİZİNİ | viii |
| 1. GİRİŞ | 1 |
| 2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ARAŞTIRMASI | 3 |
| 2.1. Metal Alaşımaları ve Kristal Yapıları | 3 |
| 2.2. Ni, Cr ve Alaşımaları | 4 |
| 2.3. Elektrokimya..... | 6 |
| 2.4. Elektrodepozisyon Sürecini Etkileyen Parametreler..... | 10 |
| 2.5. Potansiyel-Akım Eğrileri (Voltammogramlar)..... | 11 |
| 2.6. Metaller ve Alaşımalarının Yapısal ve Optiksel Özellikleri | 12 |
| 2.6.1. X-ışını difraktometresi (XRD)..... | 12 |
| 2.6.2. Taramalı elektron mikroskopu-Enerji ayırmalı X-ışını spektroskopisi (SEM-EDX) | 15 |
| 2.6.3. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrometresi (FTIR)..... | 17 |
| 2.6.4. UV-Görünür Işık spektrofotometresi | 19 |
| 2.7. Korozyonun Tanımı ve Tafel Ekstrapolasyon Metodu | 19 |
| 3. MATERYAL VE YÖNTEM..... | 21 |
| 3.1. NiCr İnce Filmlerin Hazırlanması | 21 |
| 3.1.1. Alttabakanın depozisyon için hazırlanması | 21 |
| 3.1.2. NiCr ince filmlerin üretilmesi..... | 22 |
| 3.1.3. Filmlerin alttabaka üzerinden sökülmesi..... | 24 |
| 3.2. Dönüşümlü Voltammetri..... | 25 |
| 3.3. XRD Analizi | 26 |
| 3.4. SEM-EDX Analizi | 27 |
| 3.5. FTIR Spektroskopisi | 28 |
| 3.6. UV-Görünür Işık Spektroskopisi | 28 |
| 3.7. Tafel Ekstrapolasyon Yöntemiyle Korozyon Analizi | 29 |
| 4. BULGULAR VE TARTIŞMA..... | 30 |
| 4.1. Dönüşümlü Voltametri Bulguları | 30 |
| 4.2. XRD Bulguları..... | 33 |
| 4.3. SEM-EDX Bulguları..... | 37 |
| 4.4. FTIR Analizi Bulguları | 42 |
| 4.5. UV-Görünür Işık Spektroskopisi Bulguları..... | 45 |
| 4.6. Tafel Ekstrapolasyonu Bulguları | 46 |
| 5. SONUÇ | 49 |
| KAYNAKLAR..... | 51 |
| ÖZGEÇMİŞ..... | 54 |

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

| Simgeler | Açıklama |
|------------|---|
| A | Filmin yüzey alanı |
| B | Pik yarı genişliği |
| B | Manyetik alan |
| C | Metal iyonlarının molar konsantrasyonları |
| d | Düzlemler arası mesafe |
| E_{kor} | Korozyon potansiyeli |
| ΔE | Denge elektrot potansiyeli |
| E^0 | Standart elektrot potansiyeli |
| e^- | Elektron yükü |
| F | Faraday sabiti |
| F | Lorentz kuvveti |
| f_a | Metal iyonunun aktiflik katsayısı |
| h | Planck sabiti |
| H^+ | Hidrojen iyonu |
| H_2 | Hidrojen molekülü |
| J_{kor} | Korozyon akım yoğunluğu |
| λ | Dalga boyu |
| M | Metal atomu |
| M_A | Molekül ağırlığı |
| M^{n+} | Metal iyonu |
| n | Değerlik elektron sayısı |
| n | Yansıma mertebesi |
| OH^- | Hidroksit iyonu |
| R | İdeal gaz sabiti |
| R_p | Çözelti direnci |
| p | Momentum |
| ρ | Depozit edilen filmin yoğunluğu |
| q | Depozisyon işlemi sırasında geçen yük miktarı |
| T | Mutlak sıcaklık |
| t | Film kalınlığı |
| t | Tanecik büyüklüğü |
| Θ | Düzleme gelen ve düzlemden yansıyan ışınlarla düzlem arasındaki açı |
| Θ_B | Bragg açısı |
| v | Hız |

| Kısaltmalar | Açıklama |
|--------------------|---|
| BCC | Hacim Merkezli Kübik Yapı |
| CV | Dönüşümlü Voltammetri |
| EDX | Enerji Ayırmalı X-Işını Spektroskopisi |
| FCC | Yüzey Merkezli Kübik Yapı |
| FTIR | Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi |
| HCP | Hegzagonal Sıkı Paket |
| PRP | Pulse Reverse Plating |
| SCE | Doymuş Kalomel Elektrot |
| SEM | Taramalı Elektron Mikrtoskobu |
| SEP | Standart Elektrot Potansiyeli |
| SHE | Standart Hidrojen Elektrot |
| XRD | X-Işını Difraksiyonu |
| UV | Morötesi |



ŞEKİLLER DİZİNİ

| | Sayfa |
|---|--------------|
| Şekil 2.1. Ni ve Cr' un kristal yapıları..... | 4 |
| Şekil 2.2. NiCr ince filmlerin faz diyagramı | 5 |
| Şekil 2.3. a) iki elektrotlu sistem b) üç elektrotlu sistem | 7 |
| Şekil 2.4. Dönüşümlü voltammetride akım – potansiyel grafiğinin şematik gösterimi . | 12 |
| Şekil 2.5. Kristal düzlemlerine gelen ve yansıyan ışınların şematik gösterimi..... | 14 |
| Şekil 2.6. XRD difraktometresinin şematik gösterimi..... | 15 |
| Şekil 2.7. SEM' in şematik gösterimi | 16 |
| Şekil 2.8. FTIR spektrometresinin şematik gösterimi | 18 |
| Şekil 2.9. Tafel polarizasyon eğrilerinin şematik gösterimi..... | 20 |
| Şekil 3.1. Çalışma elektrotu olarak kullanılan Ti alttabakanın şematik gösterimi | 22 |
| Şekil 3.2. Potansiyostat/Galvanostat cihazı ve bilgisayar | 25 |
| Şekil 3.3. XRD cihazı | 27 |
| Şekil 3.4. SEM-EDX cihazı | 27 |
| Şekil 3.5. FTIR spektrometresi..... | 28 |
| Şekil 3.6. UV spektrofotometre..... | 28 |
| Şekil 4.1. Çözeltilerin voltammetri eğrileri..... | 32 |
| Şekil 4.2. Numunelerin akım-zaman grafikleri | 33 |
| Şekil 4.3. Cam altlığın XRD deseni..... | 33 |
| Şekil 4.4. Numunelerin XRD desenleri. a-c sabit potansiyel, d-f puls akımı | 35 |
| Şekil 4.5. Numunelere ait XRD piklerinin karşılaştırması | 36 |
| Şekil 4.6. Numunelerin SEM görüntüleri | 38 |
| Şekil 4.7. NiCr filmlere ait EDX grafikleri..... | 40 |
| Şekil 4.8. NiCr filmlere ait EDX grafiklerinin karşılaştırması..... | 41 |
| Şekil 4.9. Cam altlığın EDX grafiği..... | 41 |
| Şekil 4.10. 450-1600 cm ⁻¹ spektral bölgesinde NiCr filmlerin FTIR spektrumları..... | 43 |
| Şekil 4.11. NiCr filmlerin karşılaştırmalı FTIR spektrumları | 44 |
| Şekil 4.12. NiCr ince filmlerin soğurma spektrumu | 46 |
| Şekil 4.13. Numunelere ait Tafel eğrileri..... | 47 |

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

| | |
|--|----|
| Çizelge 2.1. Farklı referans elektrotların 25 °C' deki potansiyelleri | 9 |
| Çizelge 2.2. Bazı metaller için standart elektrot potansiyeli..... | 9 |
| Çizelge 3.1. Numune isimleri ve depozisyon koşulları | 24 |
| Çizelge 3.2. Çözelti İçerikleri..... | 25 |
| Çizelge 4.1. Numunelerin kristal yapısına ait parametreler | 37 |
| Çizelge 4.2. EDX analizi neticesinde elde edilen % Ni ve Cr miktarları | 42 |
| Çizelge 4.3. NiCr' un FTIR spektrumunda bulunan bazı bant frekans tanımları..... | 45 |
| Çizelge 4.4. Numunelerin E_{kor} ve J_{kor} değerleri | 48 |



1. GİRİŞ

Elektrodepozisyon işlemi, kaplanacak olan malzemenin özelliklerini iyileştirme veya o malzemeye farklı bir takım özellikler kazandırmak için uygulanan bir yöntemdir. Diğer kaplama yöntemlerine göre vakum gerektirmemesi, kolay kullanımı, düşük maliyetli olması ve daha verimli kaplamalar elde edilmesi gibi birçok avantajı nedeniyle araştırmacılar tarafından yaygın olarak kullanılmaktadır (Kanagaraj 2014). Elektrodepozit ince filmler mükemmel fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklere sahiptirler ve bu nedenle manyetik ve/veya elektronik özellikleri olan veya korozyona karşı dirençli filmler elde etmek için birçok alanda sıklıkla kullanılır (Adelkhani ve Arshadi 2009), (Li-jian ve ark. 2008). 1960' lardan bu yana NiCr ince film alaşımların elektrodepozisyonu üzerine bir takım çalışmalar yapılmıştır (Lin ve ark. 1992). Bu çalışmalardan bazılarında pulse akımlı uygulamalar kullanılmıştır. Pulse akımı kullanılarak elde edilen kaplamaların yüzey morfolojik yapısı, sabit potansiyel uygulamalarına göre çok daha homojen, ince tanecikli ve daha az çatlaklıdır.

NiCr alaşımları, yüksek erime noktaları, yüksek elektriksel kararlılık ve yüksek oksidasyon direncinden dolayı yüksek sıcaklık uygulamalarında yaygın olarak kullanılır (Rahman ve ark. 2017). Bazı uygulama alanları, roket motorları, uzay araçları, denizaltılar, nükleer reaktörler, buhar üretim tesisleri, cam sanayi, petrokimyasal araçlar şeklinde ifade edilebilir.

Korozyon özelliklerinin yanı sıra, Ni ve Cr' un optik özellikleri de ayrı bir çalışma konusudur. NiO (Nikeloksit) filmler Güneş pili uygulamalarında kullanılabilirken (Kumar ve ark 2014), siyah Cr kaplamaların görünür ışık bölgesinde üstün foton soğurma katsayısına sahip olması araştırmacıların merakını cezbetmektedir (Abbas 2000).

Bu çalışma; elektrodepozisyon tekniği kullanılarak, hekzagonal kristal yapıya sahip Ti (Titanyum) alttabaka üzerine büyütülen NiCr ince filmlerin, korozyon, yapısal ve optik özelliklerinin, sabit potansiyel ve PRP (Pulse reverse plating) tekniği kullanılarak

üretildiğinde yukarıda sayılan özelliklerinin nasıl değiştiğini araştırmak üzere gerçekleştirildi. Çalışma beş temel bölümden oluşmaktadır.

Birinci bölüm, tez konusu hakkında genel bilgilerin verildiği ‘Giriş’ bölümüdür.

İkinci bölüm, kristal yapılar, metal alaşımları ve özellikleri, NiCr alaşımlar ve bu alaşımların karakterizasyonunda kullanılan yöntemler, elektrodpozisyon ve elektrodpozisyon sürecini etkileyen parametrelerin ne olduğu gibi konulardan gerektiği kadar söz edilip NiCr ince filmlerin üretilmesi ve karakterize edilmesi aşamalarının daha iyi anlaşılmasının amaçlandığı ‘Kuramsal Temeller’ bölümüdür.

Üçüncü bölüm, ince filmlerin üretim aşamasına taşınabilmesi için gerekli ön hazırlıklar (alttabakanın temizlenmesi ve elektrodpozisyona hazır hale getirilmesi işlemi vs), üretilen numunelerin hangi şartlar altında hangi cihazlar vasıtası ile üretildiği ve karakterizasyonunun yapıldığı gibi açıklamaların yer aldığı ‘Materyal ve Yöntem’ bölümüdür.

Dördüncü bölüm, karakterizasyonu yapılan NiCr ince filmlerden elde edilen verilerin yorumlanıp, tartışıldığı ‘Bulgular ve Tartışma’ bölümüdür. Bu bölümde tartışılan konular çeşitli tablo ve grafiklerle desteklenmiştir.

Beşinci ve son bölüm, önceki bölümlerden elde edilen bilgiler ışığında araştırma hakkında genel bir bakış açısı sunulup sonuçların kısaca değerlendirildiği ‘Sonuç’ bölümüdür.

2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI

2.1 Metal Alaşımaları ve Kristal Yapıları

Metal ve metal alaşım filmlerinin üretimi ve üretimi esnasında oluşan kristalleşmelerin göz önüne alınması gerekir. Bu nedenle metal ve alaşım ve kristal yapıları hakkında temel bilgileri kısaca aktaralım. Kristal yapı, atomların belirli bir yerleşim düzeni içerisinde bir araya gelerek üç boyutta kendini tekrarlaması ile oluşan periyodik bir yapıdır. Kristal yapının periyodikliği aynı düzlem geometrisine sahip ise tek kristal adını alır. Çoğu katı cisim, genellikle geometrik dizilişlerinde kırılmalar olan, farklı geometrik yapıların bir araya gelmesiyle meydana gelir. Buna polikristal denir. İdeal bir kristal, özdeş atom veya atom öbeklerinin uzayda sonsuza kadar sıralanışıyla meydana getirilir. Ancak doğada kristalin idealini bulmak çok zordur ve mutlaka bu üç boyutlu yapının periyodikliğini bozacak kusurlar bulunur. Bunlar kristal kusurları olarak tanımlanır. Atomlar arasında herhangi bir yerleşim düzeni yoksa böyle yapılar amorf yapı olarak adlandırılır. Amorf yapının küçük bir bölgesinde atomların kurallı ve düzenli dizilişleri görülebilir fakat yapının geneli göz önüne alındığında böyle düzenden bahsedilemez.

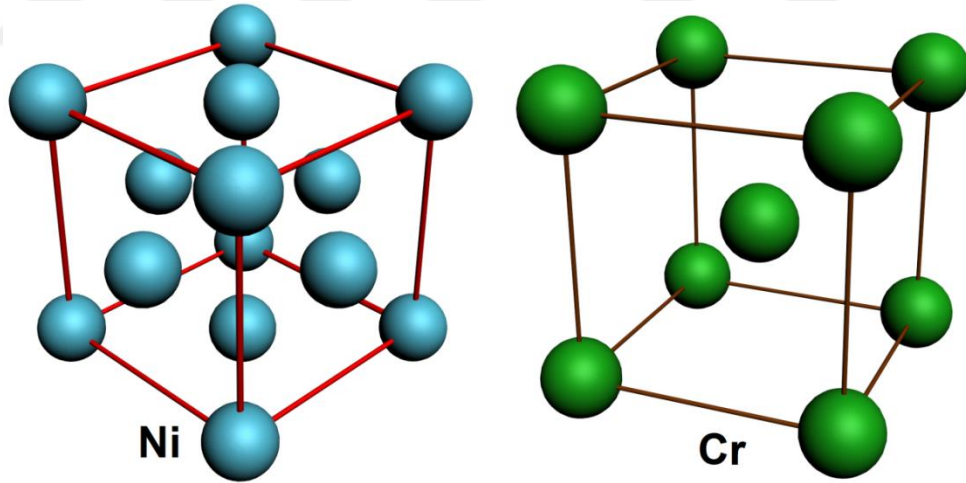
Kristal yapı denilince dikkati hemen simetri çeker. Bir kristali göz önüne aldığımızda atomların iç yerleşiminde çok açık bir simetri özelliği olduğu görülür. Kristallerde gözlenen simetrik özellik sonucu bu tür yapılar amorf yapılardan fiziksel olarak büyük farklılıklar gösterir. Örneğin, amorf bir yapı hangi doğrultuda bir dış zorun etkisi altında kalırsa kalsın hemen hemen aynı direnci gösterir fakat kristal bir yapının dış zorlara karşı göstereceği direnç zorun kristale etki ettiği doğrultuya göre değişkenlik gösterir (Durlu 1992). Buna anizotropi denir. Doğrultuya göre fiziksel özelliklerin değişmesi kristalin elektriksel dirençlerinde, ısı iletiminde, optik sabitlerinde de gözlenebilir.

Her metalin kendine has bir kristal yapısı vardır örneğin Ni Cu Au FCC yapıya sahipken Fe, Cr BCC yapı Co HCP yapıya sahiptir. Metallerin alaşımaları söz konusu olduğunda bir metal diğerinin içinde tamamen eriyerek yani onun kristal yapısını benimseyerek bir katı eriyik oluşturabilir veya ana metal içine başka bir metal ilavesi

belli bir orana kadar kristal yapı bozulmadan korunur fakat daha fazla ilavesi eriyen maddenin kendi fazını veya ikisi birlikte başka bir katı faz oluşturabilir. Katı eriyik oluşumunu konsantrasyonları yanında hazırlama yöntemleri ve diğer çevresel şartlarında etkileyebileceğini de göz önünde bulundurmak gerekir.

2.2 Ni, Cr ve Alaşımları

Nikel, atom ağırlığı $58,7 \frac{g}{mol}$, yoğunluğu $8,0 \frac{g}{cm^3}$ olan yüksek erime noktasına sahip ($1455 \text{ }^\circ\text{C}$), +2 değerliği olup elektriği iletebilen bir elementtir. Yüzey merkezli kübik yapıda (FCC) (Şekil 2.1) kristalize Ni, oda koşullarında katı ve parlak renkli bir metaldir. Yüksek mıknatıslanma özelliği gösterdiği için kompozit mıknatıs yapımında kullanılır (örneğin AlNiCo, Alüminyum-Nikel-Kobalt, mıknatıslar). Elektrokromik çalışmalarda ve güneş gözelerinin yapımı gibi çalışmalarda nikel-oksit filmler yaygınca kullanılır. Bunların dışında yüksek korozyon dayanımı sebebiyle metal kaplama işlemlerinde oldukça yoğun kullanım alanına da sahiptir.

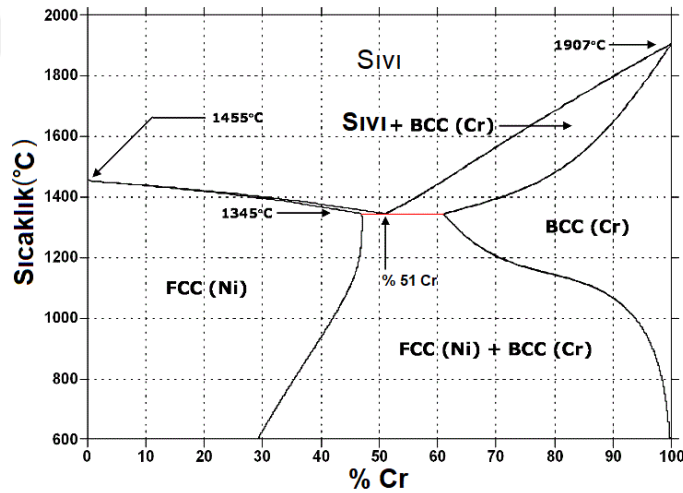


Şekil 2.1 Ni ve Cr' un kristal yapıları

Krom ise, atom ağırlığı $51,99 \frac{g}{mol}$, yoğunluğu $7,14 \frac{g}{cm^3}$ olan $1857 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta eriyen, +3 değerliği bulunan iletken bir elementtir. Krom hacim merkezli kübik yapıya (BCC)

sahiptir (Şekil 2.1). Oda koşullarında katı ve gümüş renklidir. Korozyon direnci oldukça yüksek ve çok sert bir metaldir. Ayrıca siyah krom kaplamaların görünür ışık dalga boyu aralığında düşük yama ve yüksek absorplama katsayısı gibi olağanüstü özelliklerinden dolayı Güneş enerji sistemlerinde yaygınca kullanılmaktadır (Abbas 2000), (Surviliene ver ark 2014).

İki element bir araya gelerek bir alaşım oluşturduğunda özellikleri ana maddeden oldukça farklı olabilir. Ni ve Cr alaşımları endüstriyel uygulamalar için çok farklı katkı oranlarıyla bir araya getirilip çeşitli kullanım alanına sahip alaşımlar oluşturabilirler. Bu çalışmada kullanılan Ni ve Cr, yaklaşık 1400 °C' ye kadar Ni kendi kristal yapısını koruyarak % 30' a kadar Cr' u kabul edebilir ancak daha fazla Cr ilavesi Cr un kendi fazını oluşturmasına ve hem FCC Ni hem de BCC Cr fazlarının birlikte oluşmasına sebep olabilir (Şekil 2.2). Birbiri ile oluşturdukları metalik bağ vasıtası ile farklı özelliklere kavuşan NiCr alaşımları, içlerine ayrı ayrı demir, bakır gibi elementler eklenerek İNKONEL, NİKROM ve MONEL gibi NiCr temelli alaşımlar elde edilebilir.



Şekil 2.2 NiCr ince filmlerin faz diyagramı

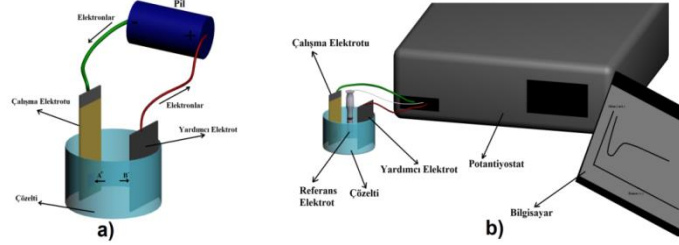
Metal ve alaşım filmlerini üretmek için çok çeşitli yöntemler mevcuttur. Bu yöntemler arasında elektrodpozisyon yöntemi yaygın şekilde kullanılmaktadır.

2.3 Elektrokimya

Elektrokimya, bir elektrokimyasal hücrenin elektrotları üzerinde meydana gelen indirgenme ve yükseltgenme reaksiyonlarıyla ilgilidir. Elektrokimyasal hücre, bir elektrolit çözeltisine temas halinde bulunan ikili veya üçlü elektrot sisteminden ibarettir (Şekil 2.3). İyi bir elektrolitin çözelti ortamında %100 iyonlarına ayrışması istenir. %100 iyonlarına ayrışan elektrolitlere kuvvetli, kısmen iyonlarına ayrışanlarına ise zayıf elektrolitler (asetik asit, amonyak, vb.) denir. Elektrolit çözeltinin hazırlanmasında kullanılan çözücünün protik özelliği, anodik ve katodik gerilim değeri, dielektrik sabiti, polaritesi, viskozitesi, fiyatı ve çevreye verdiği zarar gibi özellikleri de önemlidir (Say ve ark. 2009). Üç elektrotlu sistemde kullanılan elektrotlar çalışma, yardımcı ve referans elektrot olarak adlandırılır. Akım/potansiyel kaynağının pozitif ucuna bağlanan ve yükseltgenmenin meydana geldiği elektrot anot (yardımcı elektrot), negatif ucuna bağlanan ve indirgenmenin olduğu elektrot katot (çalışma elektrotu) olarak isimlendirilir. Elektrokimyasal hücrenin yarı hücre potansiyelini (metal-elektrolit ara yüzündeki potansiyel fark) belirlemek mümkün olmadığı için bu potansiyeli belirlemede kullanılan ve kendi potansiyeli zamanla değişmeyen yarı hücreler yani referans elektrotlar kullanılır. Uluslararası literatürlerce referans elektrot olarak kabul edilen standart hidrojen elektrotun (SHE) standart potansiyelinin sıfır olduğu varsayılmıştır ve SHE pratikte kullanılabilir bir referans elektrot çeşidi değildir. Diğer tüm referans elektrotların potansiyeli SHE' ye göre hesaplanır. Referans elektrot olarak kullanılan elektrotların potansiyelleri ve hücre reaksiyonları çizelge 2.1' de verilmiştir.

Elektrokimyasal ölçümler sırasında elektrokimyasal hücreye harici bir voltaj uygulanarak kimyasal bir tepkimeye zorlanıyorsa, böyle hücrelere elektrolitik hücre veya çözelti kendiliğinden kimyasal reaksiyona sebep olup elektrik akımı meydana getiriyorsa böyle hücrelere de galvanik (voltaik) hücre denir. Bu tür reaksiyonlar, elektrokimyasal reaksiyonlar olarak adlandırılır. Elektrotlarda meydana gelen reaksiyonlar metalin indirgenmesine veya yükseltgenmesine ya da gaz oluşumuna neden olabilir. Hidrojen gazı, tepkime boyunca yüzeydeki gaz derişimini sabit bir

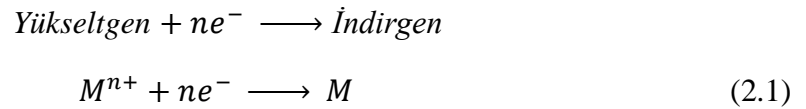
seviyede tutabilmek için elektrot yüzeyine kabarcıklar halinde gönderilir (Skoog ve ark.). Bu durumda elektrot, elektron alıcısı olarak görev yapar ve indirgenir.



Şekil 2.3 a) iki elektrotlu sistem b) üç elektrotlu sistem

Elektrokimyasal bir reaksiyona katılan elementler, barındırdıkları elektron sayısı (n) ile karakterize edilirler. İndirgenme-yükseltgenme reaksiyonlarında rol alan temel nicelik elektronlardır. Buna göre bir atom elektron alarak indirgenebilir veya elektron vererek yükseltgenebilir. Elektrokimyasal hücre içinde bu elektron alma-verme mekanizması hücre içinde bulunan ve reaksiyona katılan maddelerin elektronegatifliği (elektron ilgisi) ile ilgilidir. Bu maddelerden hangisinin elektronegatifliği fazla ise değerinden elektron alır. Buna göre elektron ilgisi yüksek bir maddeye yükseltgen, tersine de indirgen denir.

Bir metalin elektrodpozisyonu, metal iyonlarını barındıran elektrokimyasal hücrenin katodunda metal iyonlarının indirgenmesi ile olur. İndirgen ve yükseltgen türler arasındaki bu reaksiyon:



biçiminde ifade edilir. Burada M^{n+} metal iyonunu, e^- elektronun yükü, n indirgen türden yükseltgen türe aktarılan elektron sayısı (değerlik elektron sayısı) ve M metal atomunu gösterir. Yukarıdaki reaksiyonda, M^{n+} metal iyonu n tane elektron alarak M metaline indirgenmiştir. Her metal kendi iyonlarından meydana gelmiş ve molaritesi 1

olan (daha doğrusu aktifliği 1 olan) çözeltisi içine batırılıp 25°C’ de potansiyeli ölçülürse, elde edilen değere o metalin standart elektrot potansiyeli (SEP) denir. Farklı metaller için SHE ve SCE’ ye göre SEP değerleri Çizelge 2.2’ de verilmiştir. SEP değeri ne kadar pozitif bir değerde ise metal o kadar soydur (Alper 1995). Bu duruma göre Ni elementi Co ve Fe elementlerine göre daha soydur fakat Cu ve Ag elementlerine göre daha az soydur. Elektrokimyasal bir hücre, birden fazla metal iyonları içeriyorsa, elektrodpozisyon işlemi sırasında katot metali üzerinde ilk önce en soy olan metal iyonları metal atomuna indirgenir. Başka bir deyişle Çizelge 2.2’ de gösterilen iyonlar arasında en önce en altta olanlar indirgenir. Bu duruma göre; farklı iyonik elementlerden oluşan bir çözeltideki soy metal iyonlarının konsantrasyonları, diğer iyonların konsantrasyonlarından çok daha az olsa bile alttabaka üzerine büyütülen numunedeki konsantrasyonu daha fazla olabilir. Tüm bunların yanında demir grubunun (Fe, Ni ve Co) üç metalinden birini veya daha fazlasını içeren çözeltilerde tercihen daha az soy metal depoziti görülür, yani anormal bir ko-depozisyon gözlenir. Bu olay Dahms ve Croll’ un geliştirdiği bir model vasıtası ile şu şekilde açıklanabilmektedir (Alper 1995): Bir çözelti oluşturmak için bir çözücü gerekir (su, alkol vs) dolayısıyla çözelti içinde H^+ ve OH^- iyonları mutlaka vardır. Bu sebeple elektrodpozisyon işlemi sırasında uygulanan indirgenme potansiyeliyle katot metali yüzeyinde metal iyonları indirgenirken H_2 gazı çıkışı da meydana gelir ve katot elektrotuna yakın yerde (metal çözelti ara yüzeyinde) gaz çıkışı sebebiyle pH artışı olur. Daha az soy metalin hidroksiti, elektrot yüzeyine tutunarak daha soy metalin katot metali üzerine indirgenmesine engel olur.

Çözeltideki iyonların konsantrasyonlarına bağlı olarak, verilen bir metalin denge elektrot potansiyeli ($\Delta\varepsilon$) Nernst eşitliği ile verilir:

$$\Delta\varepsilon = \Delta\varepsilon^\circ - \frac{RT}{nF} \ln C f_a \quad (2.2)$$

Burada ε° , standart elektrot potansiyeli (*Volt*), T , mutlak sıcaklık (K), n , değerlik elektron sayısı, F , Faraday sabiti ($96500 \frac{Coulomb}{mol}$), R , ideal gaz sabiti ($\frac{J}{mol.K}$), C , metal

iyonlarının molar konsantrasyonu ve f_a , metal iyonunun aktiflik katsayısıdır. Katot metali üzerine indirgenen M metalinin miktarını veya kalınlığını Faraday yasası aracılığı ile hesaplamak mümkündür:

$$t = \frac{qM_A}{A\rho Fn} \quad (2.3)$$

burada t , filmin kalınlığı, ρ , depozit edilen filmin yoğunluğu, n , metalin değerliği, F , Faraday sabiti, A , filmin yüzey alanı, q , depozisyon işlemi sırasında geçen yük miktarı ve M_A , molekül ağırlığıdır.

Çizelge 2.1 Farklı referans elektrotların 25 °C' deki potansiyelleri

| Referans Elektrot Çeşidi | Sembolü | E_H (V) |
|------------------------------------|---|-----------|
| Standart Hidrojen Elektrot | Pt,H ₂ (P=1 atm) / H ⁺ _{a=1} | 0 |
| Doymuş Kalomel Elektrot | Hg/Hg ₂ Cl ₂ , KCl (doymun) | + 0,244 |
| Gümüş/Gümüş Klorür Elektrot | Ag/AgCl, KCl (0,1 m) | + 0,288 |
| Doymuş Bakır/Bakır Sülfat Elektrot | Cu/CuSO ₄ (doymun) | + 0,316 |

Çizelge 2.2 Bazı metaller için standart elektrot potansiyeli

| Elektrot Tepkimesi | SHE' ye göre SEP (V) | SCE' ye göre SEP (V) |
|---------------------------------|----------------------|----------------------|
| $Fe^{+2} + 2e^- \rightarrow Fe$ | -0,409 | -0,6505 |
| $Co^{+2} + 2e^- \rightarrow Co$ | -0,28 | -0,5215 |
| $Ni^{+2} + 2e^- \rightarrow Ni$ | -0,23 | -0,4715 |
| $2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$ | 0,0000 | -0,2415 |
| $Cu^{+2} + 2e^- \rightarrow Cu$ | 0,3402 | 0,0987 |
| $Ag^+ + e^- \rightarrow Ag$ | 0,7996 | 0,5581 |
| $Au^+ + e^- \rightarrow Au$ | 1,6800 | 1,1438 |

2.4 Elektrodepozisyon Sürecini Etkileyen Parametreler

Elektrodepozisyon işleminde depozisyona etki eden faktörlerin bilinmesi büyük önem arz eder. Bu faktörler üretilen depozit filmlerin özelliklerine doğrudan etki ettikleri için, arzu edilen özelliklere sahip malzemelerin üretilmesi hakkında belirleyici bir rol oynayabilir. Bu faktörlerden en etkili olabileceklerini aşağıdaki şekilde sıralayabiliriz.

Bunlardan birincisi çözelti konsantrasyonu, yani çözeltiyi oluşturan madde miktarlarıdır. Çözelti içindeki madde miktarlarına bağlı olarak depozit edilen madde miktarları değişecektir. Bu değişiklik elde edilen ürünün değişmesine yol açabilir. Bazen çözelti içindeki miktarları az bile olsa depozit içindeki miktarları yüksek çıkabilir, bu durum anormal kodepozisyon olarak isimlendirilir.

Depozisyonu etkileyebilecek diğer bir faktör çözeltinin pH derecesidir. pH, bir çözeltideki hidrojen iyonlarının aktifliğinin eksi logaritması olarak tanımlanır.

$$pH = -\log a_{H_3O^+} \quad (2.4)$$

Sulu çözeltilerde daima H^+ iyonları bulunur. Bu nedenle katot elektrotu üzerine metal atomları indirgenirken aynı anda hidrojen gazı çıkışı da söz konusu olur. Bu istenmeyen bir durumdur ve üretilen filmlerin çatlaklı yapıda olmasına neden olur. pH' ın sabit tutulması için çözeltiye tampon çözeltiler ilave edilmelidir.

Çözelti Sıcaklığı: Elektronik iletimlerde artan sıcaklık elektrik iletimini olumsuz etkilerken elektrolitik iletimlerde sıcaklık artışı iyon aktivitesini arttırdığı için ilettime olumlu katkı sağlar. Artan iyon aktivitesi katot elektrotu üzerinde daha çok metal indirgenmesine neden olur yani akım verimliliği artar.

Akım Yoğunluğu: Kaplama yapılacak yüzey alanından birim zamanda geçen akım miktarı olarak tanımlanır. Akım yoğunluğu doğrudan filmin kalitesini etkileyen faktörlerdendir. Yüksek akım yoğunlukları filmin hızlı büyümesine ve bunun sonucu

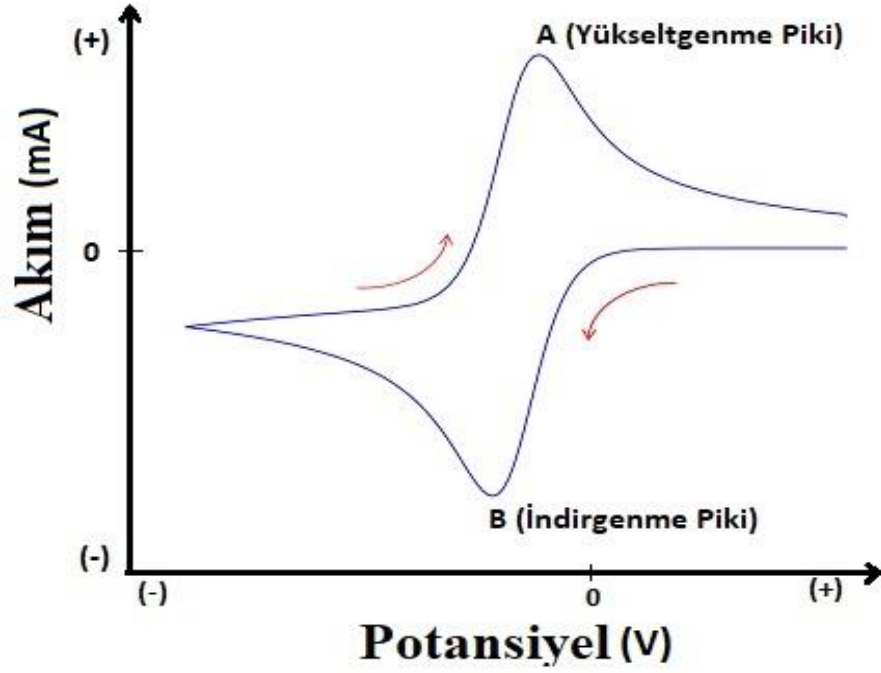
olarak da üretilen filmlerin daha gözenekli yapıda olmasına neden olur, bu yüzden uygun akım yoğunlukları seçilerek filmler üretilmelidir.

Akım Biçiminin Etkisi: Akımın pulse veya sürekli uygulanması da film kalitesini ve özelliklerini etkileyebilir. Örneğin pulse biçiminde uygulanan akım ile daha homojen ve metalik parlaklık görünümüne sahip yüzeylerin elde edildiği bilinmektedir. (Şafak 2005, Lin ve ark 1992).

2.5 Potansiyel-Akım Eğrileri (Voltammogramlar)

Elektrokimyasal reaksiyonlar için potansiyel-akım ilişkisi voltammogram, ya da polarizasyon eğrileri veya akım-potansiyel karakteristikleri olarak isimlendirilir. Akım şiddetinin gerilime bağlı olarak ölçülüp bir grafiğe (Şekil 2.4) aktarılması ve bu grafiğin yorumlanması ile elektrokimyasal olaylar hakkında bilgi alması yöntemine voltammetri denir. Elektrodepozisyonda temel önem taşımaktadır. Bu eğriler deneysel veya teorik olarak elde edilebilir ve değişik elektrokimyasal süreçlerin anahtar özelliklerini açık şekilde gösterebilirler. Genellikle elektrokimyada ve özellikle de metal depozisyon araştırmalarında yaygın şekilde kullanılmaktadırlar. Bir elektrotta meydana gelen farklı süreçler için potansiyel akım karakteristikleri çözelti durumuna ve içeriğindeki maddelerin türlerine göre seçilen iki uç potansiyel değeri arasında ileri-geri bir potansiyel taraması yapılarak elde edilir ve bu şekilde elde edilen eğrilere dönüşümlü voltametri eğrisi denir. Bu eğrilerden faydalanarak çözelti içinde bulunan maddelerin indirgenme potansiyelleri, bunların kaç adımda gerçekleştiği, geri çözünme (ayırışma) potansiyelleri, tersinir olup olmadığı gibi parametreler tayin edilebilir.

Şekil 2.4 ' de tersinir bir çözeltiye ait olan voltammogram eğrisi şematik olarak çizilmiştir. Şekil üzerindeki oklar potansiyelin tarama yönünü göstermektedir. Potansiyel taraması yapılırken Eğri üzerinde iki pik akımı meydana gelir. Bunlardan biri A harfi ile işaretli tepe noktası, çözelti içindeki metalin yükseltgenme potansiyelini gösterirken, B çukur noktası, indirgenme potansiyelini göstermektedir.



Şekil 2.4 Dönüşümlü voltammetride akım – potansiyel grafiğinin şematik gösterimi

2.6 Metaller ve Alaşımlarının Yapısal ve Optiksel Özellikleri

2.6.1 X – ışını difraktometresi (XRD)

Kristal yapı Kesim 2.1’ de tanımlandı, bu yapıları görebilmemiz için en yaygın olarak kullanılan teknik X – ışını kırınımı tekniğidir. Bunun dışında dalga boyları (λ) kristal yapı atomları arasındaki mesafe ile kıyaslanabilir büyüklükte olan birçok ışın (örneğin; nötron ve elektron difraksiyonu) aynı amaç ile kullanılabilir. Bu teknikle, kristal yapının birim hücre özellikleri, kristal yapı içinde atomların diziliş düzeni, kristal yapı kusurları vs gibi pek çok bilgi elde edilebilir.

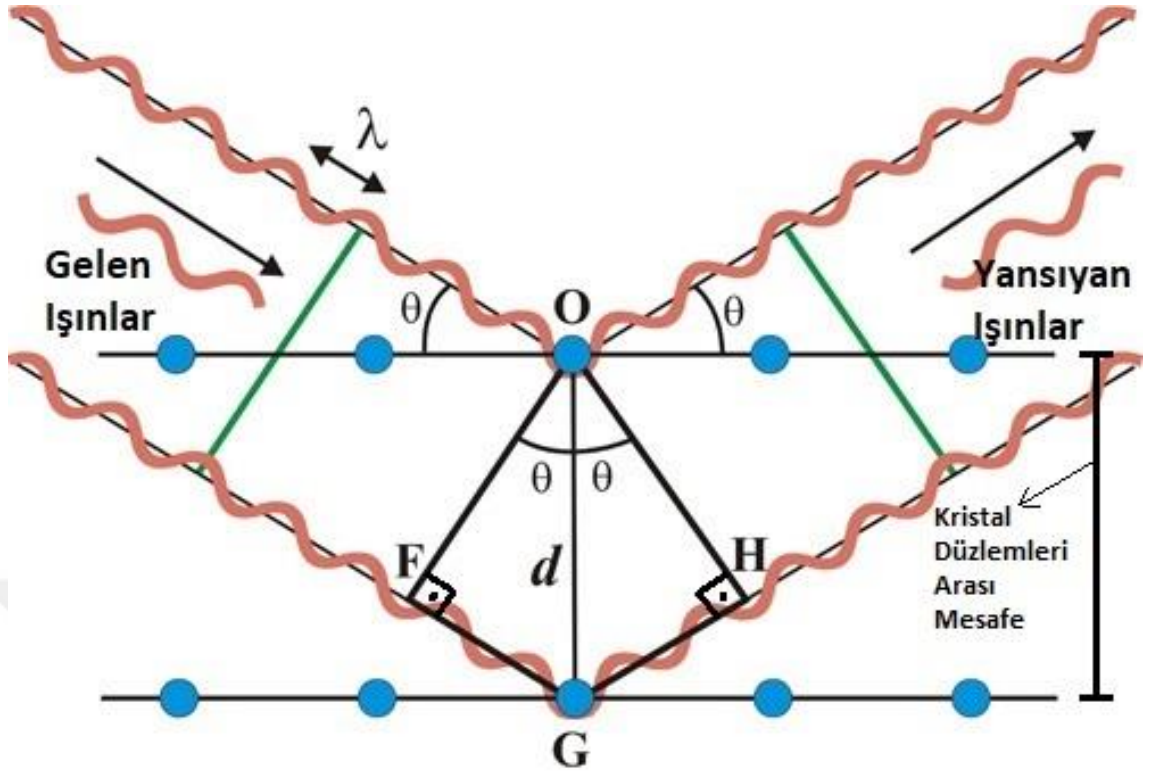
X – ışınları kısa dalga boylu, katılardaki atomlar arası mesafelerle kıyaslanabilir büyüklükte, ($\lambda \cong 1 \text{ \AA}$) elektromanyetik ışınımlardır ve vakum ortamında metal hedeflerin hızlı elektronlar ile bombardımanı sonucunda elde edilir. X – ışınları kristal numune üzerine gönderildiğinde kristal numune atomları tarafından bütün yönlerde

saçılır. Yapının kristalliğinden dolayı saçılan ışınlar arasında belirli bir faz ilişkisi mevcuttur ve buna bağlı olarak yıkıcı ve yapıcı girişimler oluşur. Yıkıcı girişim birçok yönde olurken yapıcı girişim ise yine kristal yapıya bağlı olarak ancak belirli yönlerde olabilir. X – ışını demetlerinin, kristal düzlemleri ile θ açısı yapacak biçimde geldiğini varsayalım (Şekil 2.5). Gelen demetler kristal düzlemleri ile etkileşime girerek düzlemler ile θ açısı yapacak şekilde saçılırlar. Fakat, alt düzlemden yansıyan demet üst düzlemden yansıyan demetten $|FG| + |GH|$ yolu kadar daha fazla yol kat etmektedir ve bu yol farkı $2d\sin\theta$ kadardır. Bu yol farkı, λ dalga boyunun tam katlarına eşit olduğunda, iki demet birbirini kuvvetlendirir ve yapıcı girişim oluşur. Aynı şey, paralel düzlemlerin tamamından olan yansımalar için de geçerlidir (Serway ve Beichner 2011). Buna göre yapıcı girişim koşulu;

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (2.5)$$

ifadesiyle verilir. Bu ifade Bragg Yasası olarak bilinir. Eşitlik (2.5)'de d , düzlemler arası mesafe, θ , düzleme gelen ve düzlemden yansıyan ışınlarla düzlem arasındaki açı, λ , gelen X - ışınının dalga boyu ve n , yansıma mertebesidir. n ' nin en küçük değeri 1 olmalıdır çünkü, $n = 0$ olursa hiçbir yansıma gözlenmez. Eğer numune üzerine dalga boyu bilinen bir ışın yollanıp kırınım açısı ölçülürse, Eşitlik 2.1' den atomik düzlemler arasındaki uzaklık hesaplanabilir.

Bir X – ışını difraktometresinin şematik gösterimi Şekil 2.6' de gösterilmiştir. Kaynaktan çıkan tek dalga boylu X – ışınları numune yüzeyi ile θ açısı yapacak şekilde saçılır. Bu işlemin sonunda saçılan X – ışınlarının oluşturduğu kırınım deseni bir dedektör vasıtası ile kaydedilir. Bir XRD desenindeki pikler, kırınım açısının (2θ) fonksiyonu olarak oluşur. X – ışınlarının madde ile etkileşmesi sonucu kristal yapı, kristalin yönelimi, mevcut fazlar, kristal kusurları, yüzey gerilmeleri hakkında önemli bilgiler elde edilebilir (Aydoğan 2015). Kristal yapısı bilinen bir maddenin örgü sabiti de bulunabilir (Cullity 1978).

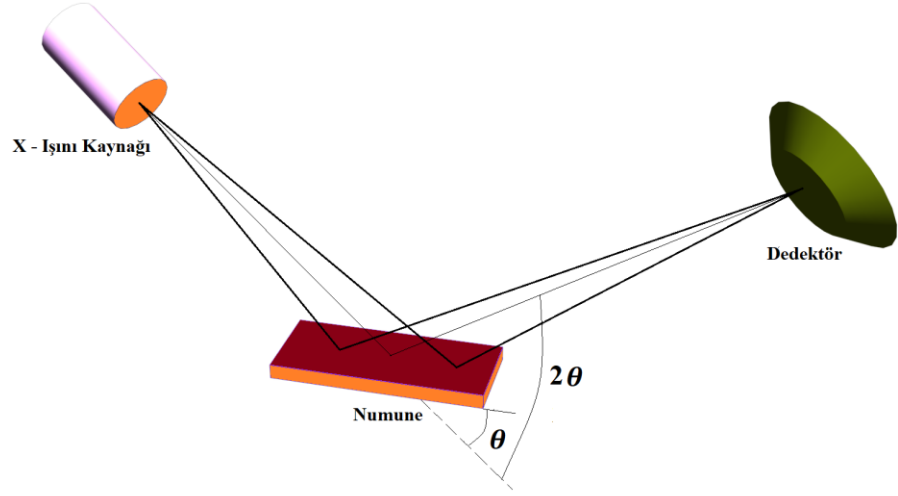


Şekil 2.5 Kristal düzlemlerine gelen ve yansıyan ışınların şematik gösterimi

Bir kristalde incelenen düzleme ait XRD deseninde elde edilen piklerin pik yarı genişliği (B), bu piklere karşılık gelen Bragg açıları (θ_B) ve kullanılan ışığın dalga boyu (λ) kullanılarak, Scherrer denkleminde, kristal düzlemlerine ait tanecik büyüklüğü (t);

$$t = \frac{0.9 \lambda}{B \cos \theta_B} \quad (2.6)$$

ifadesinden bulunabilir.



Şekil 2.6 XRD difraktometresinin şematik gösterimi

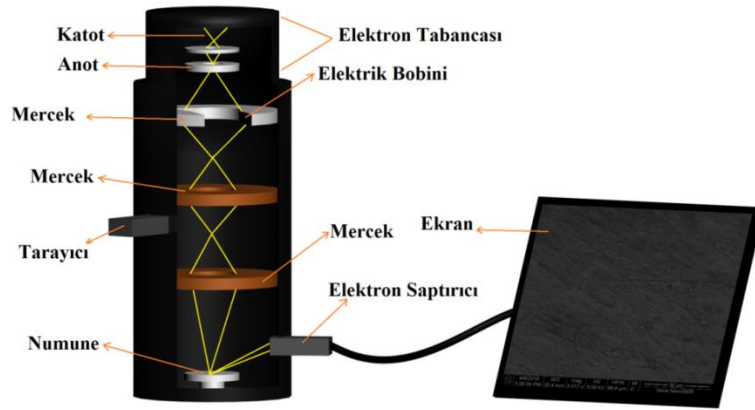
2.6.2 Taramalı elektron mikroskobu-Enerji ayırmalı X-ışını spektroskopisi (SEM-EDX)

Katı cisimlerin yüzeyi hakkında bilgi sahibi olma hususunda kullanılan en önemli bilimsel cihazlardan birisi taramalı elektron mikroskobu (SEM)' dir. Numune yüzeyinden daha büyük görüntü ve daha yüksek çözünürlük elde etme konusunda optik mikroskoplara göre çok daha üstün yanları vardır. Optik mikroskobide morötesi ve kızılötesi arası dalga boyları yüzlerce nanometre genişliğindedir. Taramalı elektron mikroskobunda ise; keV mertebesindeki enerjiye sahip elektron demetleri kullanılır ve elektronların de Broglie dalga boyu $\lambda = h/p$ olduğundan elektronlar yaklaşık $36 keV$ ' lik gerilimi aşınca dalga boyları $0,02 nm$ olur (Köksal ve Köseoğlu 2014). Bu boyuttaki dalga boyuna sahip bir elektron demeti ile atomlar arası mesafeler rahatlıkla incelenebilir. Optik mikroskoplar ile karşılaştırıldığında SEM, optik mikroskoplara göre 100 000 kattan büyük büyütme ve 100 kata kadar daha fazla derinlik bilgisi sağlar (Aydoğan 2015). Bu nedenle elektron mikroskopları daha iyi çözme gücü (Çözünürlük-ayırta edilebilirlik mesafesi) sağlar.

Şekil 2.7 SEM' i şematik olarak göstermektedir. Elektron kaynağı tarafından üretilen yüksek enerjili elektron demetleri bir yayılma deseni oluştururlar. Bu elektron demetlerinin oluşturduğu yayılma desenini kontrol altına almak ve istenilen noktaya odaklayabilmek için elektromanyetik mercekle kullanılır. Yükü e , hızı v olan bir elektron bir B manyetik alanına girdiğinde;

$$F = ev \times B \quad (2.7)$$

şeklindeki Lorentz kuvvetine maruz kalır. Bu kuvvet hıza dik yönde etki ettiğinden elektronların hareket doğrultularını değiştirir ve numune üzerine odaklama sağlanmış olur. Yüksek potansiyel altında hızlandırılmış elektronlardan oluşan bir elektron demeti, görüntüsü alınacak numune üzerine gönderilir ve yüzeyde bir tarama yaptırılır. Yüksek enerjili elektron demeti, numune yüzeyindeki atom veya elektronlarla fiziksel etkileşime girerler. Elektron – malzeme etkileşimi neticesinde X – ışınları, katot ışınması, Auger elektronları, birincil geri saçılan elektronlar ve ikincil elektronlardan bir veya birkaç tanesi oluşabilir (Erkoç 2014).



Şekil 2.7 SEM' in şematik gösterimi

Enerji ayırmalı X-ışını spektroskopisi (EDX), SEM ile birlikte kullanılan ve numunenin kimyasal bileşimi hakkında yarı kantitatif bilgi edinilmesine yarayan bir spektroskopidir. Numune üzerine gönderilen elektron demeti numune atomları ile

etkileşime girer ve numuneden X-ışınları yayınlanır. Yayınlanan bu ışınlar, enerji ayırmalı bir spektrometre aracılığıyla dedekte edilir ve bir bilgisayar vasıtasıyla enerji-yoğunluk grafiği çizdirilir.

2.6.3 Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrometresi (FTIR)

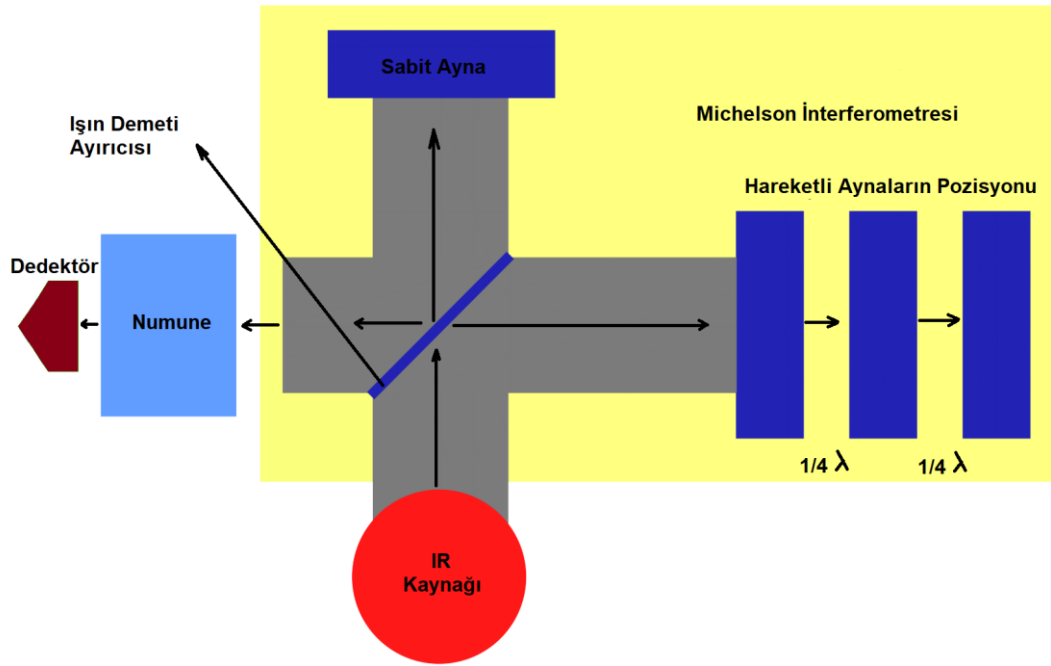
Bir madde elektromanyetik bir ışınla etkileşime girdiğinde bu ışınımı emebilir, geçirebilir, yansıtabilir, saçabilir veya moleküler yapı ve o maddenin enerji seviyesi geçişleri hakkında önemli bilgiler elde edilmesini sağlayan foto ışıldama yapabilir (Munajad 2017). FTIR spektroskopisi, kızılötesi (IR) ışınının soğurulması ile numuneyi oluşturan atomların arasındaki bağların titreşiminin ölçülmesi işlemidir. Kızılötesi ışınının atomik bağların yapısını bozmaya yetebilecek kadar enerjisi yoktur ve dolayısıyla ancak atom kütlelerine, atomik bağların gücüne ve molekül geometrisine bağlı olmak koşuluyla atomlar arası bağların titreşim genliklerini arttırabilirler. Böylece katı, sıvı, gaz ya da çözelti halinde bulunan organik veya inorganik bileşiklerin bünyesinde barındırdığı fonksiyonel gruplar, numunelerdeki atomlar arası bağ durumları, bu atomların bağlanma yerleri, ölçümü alınan numunelerin aynı olup olmadığı vs. gibi incelemeler yapılabilir.

Şekil 2.8' daki gibi numune üzerine gönderilen kızılötesi ışınlar numuneye ait bağların enerjilerine göre belirli dalga boylarındaki ışınları soğurur ya da geçirir. Dedektör numuneye gelen ve numuneden yayınlanan ışınının yoğunluğunu ölçer. Bir bilgisayar vasıtası ile zamanın bir fonksiyonu olarak Fourier dönüşümü kullanılarak dalga sayısına karşı soğurma grafiği çizdirilir.

Kızılötesi radyasyonun dalga boyu $0,78 - 1000 \mu m$ aralığındadır. Dalga boyu cm cinsinden ifade edilirse, dalga sayısı;

$$\frac{1}{\lambda} \quad (2.8)$$

şeklindedir ve ışınının frekansıyla doğru orantılıdır. Kızılötesi bölgesi, yakın ($0,78 - 2,5 \mu m$), orta ($2,5 - 25 \mu m$) ve uzak ($25 - 1000 \mu m$) olmak üzere üç ayrı dalga boyu bölgesine ayrılır. Spektroskopik analizlerde genellikle orta kızılötesi bölgesi kullanılır ve bu bölgenin dalga sayısı ($4000 - 100 \text{ cm}^{-1}$) aralığına karşılık gelir. Bu aralıktan ($1600 - 400 \text{ cm}^{-1}$) arası kısım numune için parmak izi noktası niteliğindedir ve numune hakkında daha detaylı bilgi elde edebilmek için kullanılır.



Şekil 2.8 FTIR spektrometresinin şematik gösterimi

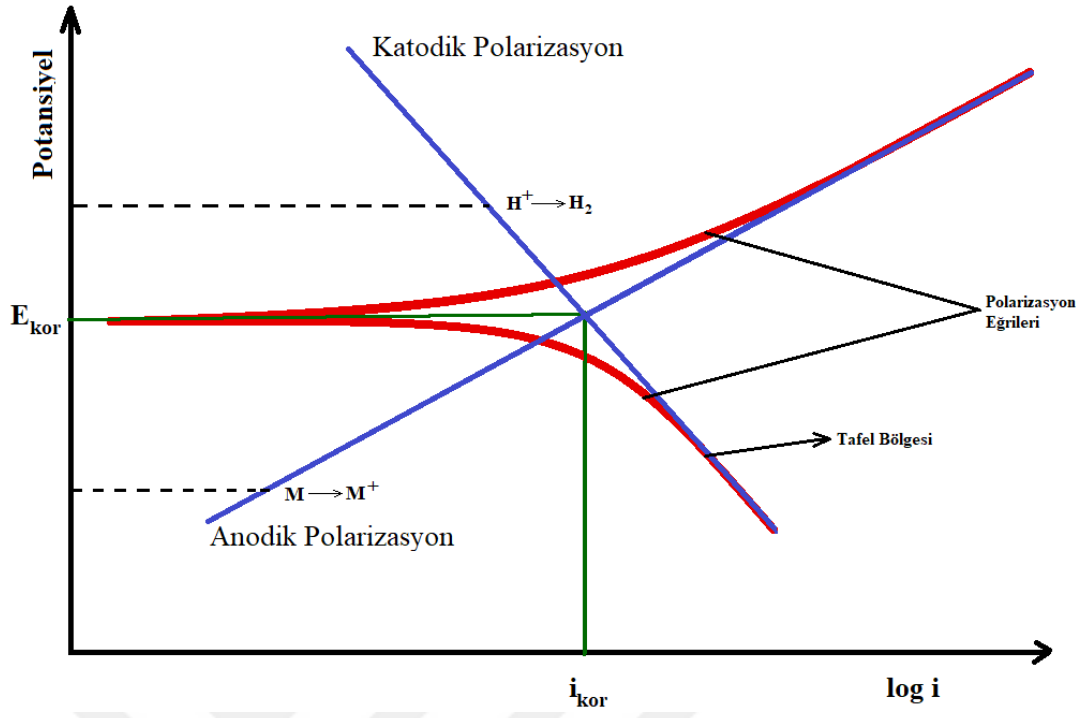
2.6.4 UV-Görünür Işık spektrofotometresi

Bir çok molekül UV-Görünür Işık dalga boyu aralığını soğurur. UV spektrumu $100 - 400 \text{ nm}$ arasında ve görünür ışık spektrumu ise $400 - 700 \text{ nm}$ arasında bulunur. Bir ışık parçacığı bir molekülle çarpışıp soğurulduğunda, molekül uyarılmış bir enerji durumuna yükselir. UV-Görünür Işık, molekülün en üst enerji seviyesinde bulunan bir elektronu daha yüksek bir enerji seviyesine atar ve bu iki enerji seviyesi arasındaki farka bant aralığı denir. Bir fotonun enerjisinin, fotonun soğurulabilmesi için tam olarak

bant aralığı ile uyuşur halde olması gerekir. Bu nedenle, kimyasal yapıları farklı olan moleküllerin enerji bant aralığı ve soğurma spektrumları da farklıdır. UV-Görünür Işık aralığındaki en yaygın geçişler $\pi - \pi^*$ ve $n - \pi^*$ ' dir. π orbitalleri çift bağ nedeniyle ortaya çıkar ve n orbitalleri de bağ yapmayan elektronlar içindir. π^* , bağ yapmayan π orbitalleridir. Dolayısıyla, en iyi UV-Görünür Işık soğurucusu çift bağ içeren moleküllerdir. Birbirine komşu olan ve konjugasyon adı verilen π orbitalleri tipik olarak soğurulmayı arttırır.

2.7 Korozyonun Tanımı ve Tafel Ekstrapolasyon Metodu

Korozyon, metallerin içinde bulunduğu ortamla kimyasal veya elektrokimyasal tepkimeler içine girerek metalik özelliklerini yitirmesi olarak tanımlanabilir. Metaller doğada ekseri olarak bileşik halinde bulunurlar. Fabrikasyon uygulamalarında kullanılabilmek için saflaştırılma işlemlerine tabi tutulup bileşik halden metal haline dönüştürülürler. Bileşik halinde (oksitli ve sülfürlü bileşikler) kararlı olan metaller, metal haline dönüştürülünce kararlılığını yitirir ve daha düşük enerji seviyelerinde bulunabilmek için çevresiyle bileşik oluşturabilme eğiliminde artış olur. Bu olay metallerde korozyonu tetikleyici bir etkidir. Tüm bu durum metallerin fiziksel, kimyasal, elektriksel vb. gibi özelliklerinin olumsuz yönde etkilenmesine sebebiyet verebilir. Böylece metallerin bulunduğu ortam koşullarında korozyona dayanımını veya korozyona uğrama hızını önceden bilebilmek uzun yıllar dayanacak yapılar inşa edebilmek veya aletler yapabilmek adına önemlidir. Korozyon hızını belirlemek için çeşitli yöntemler mevcuttur fakat bunların en kısa sürede ölçülmesi ancak elektrokimyasal metotlar ile mümkündür. Bu yöntemde, sisteme başlangıç ve bitiş potansiyelleri girilir ve bu iki potansiyel değeri arasında belirli potansiyel değişimlerine karşılık akımın yarı logaritmik değeri kaydedilip bir grafik oluşturulur (Şekil 2.9). Elde edilen bu potansiyel-yarı logaritmik akım grafiğindeki eğriler Tafel eğrileridir ve bu eğrilerin çizgisel kısımları geriye doğru ekstrapole edilirse korozyon potansiyeline (E_{kor}) denk düşen bir noktada kesişirler ve bu noktaya denk gelen akım değeri de korozyon akımıdır (I_{kor}) ve korozyon hızını verir.



Şekil 2.9 Tafel polarizasyon eğrilerinin şematik gösterimi

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 NiCr İnce Filmlerin Hazırlanması

Bu çalışmada, NiCr ince filmlerin alttabaka üzerine depozisyonu üç aşamada gerçekleştirilmiştir:

1. Alttabakanın depozisyon için hazırlanması
2. NiCr ince filmlerin üretilmesi
3. İnce filmlerin alttabaka üzerinden sökülmesi

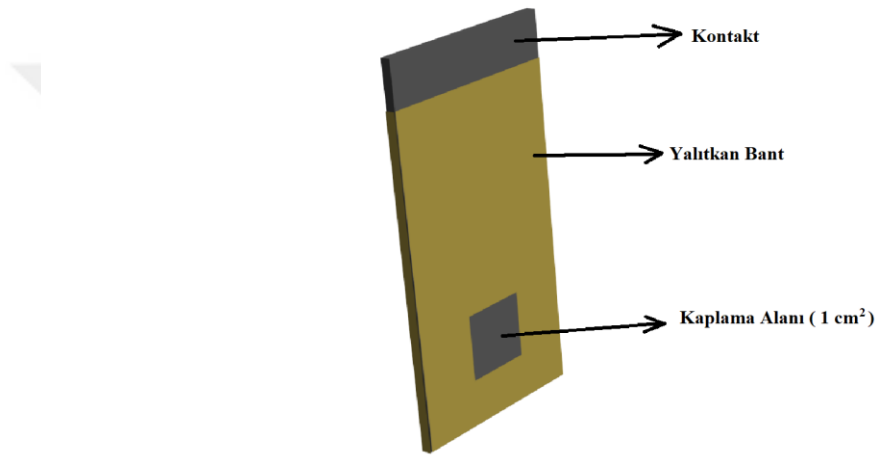
3.1.1 Alttabakanın depozisyon için hazırlanması

Alttabaka üzerine büyütülen filmlerin karakteristikleri seçilen alttabakanın özelliklerine ve depozisyon için hazırlanma yöntemlerine önemli ölçüde bağlıdır. Katı bir elektrot yüzeyi hem geometrik bakımdan hem de enerji bakımından büyük heterojenlik taşır ve dolayısıyla yüzeyin farklı kısımlarındaki kaplama hızı ve kaplama yapısı, yüzeyin farklı yerlerinde farklılıklar gösterir (Zeren 1999). Bu neden ile, alttabakanın film depozit edilecek yüzeyinin çok iyi bir şekilde temizlenmesi ve mümkün mertebe çiziksiz, parlak ve homojen bir görünümde olması sağlıklı ince filmlerin oluşturulması açısından önem arz eder. Bu, yüzeyi pürüzsüz ve homojen filmlerin elde edilmesi için gerekli ön koşullardan birisidir.

Elektrodepozisyon işleminde kullanılan Ti alttabakanın temizlenme prosedürü sırası ile aşağıdaki şekilde gerçekleştirildi:

- Ti alttabaka saf su ile iyice temizlendi.
- Sırası ile 1200, 1500 ve 2000 kumluk zımpara kağıtları ile yüzeyi çiziksiz, parlak ve homojen bir görünüm alana kadar, dairesel hareketler ile saat yönü ve saat yönünün tersi yönde eşit miktarda zımparalandı.
- Oda sıcaklığındaki saf su içine sıvı sabun katılarak elde edilen köpüklü su ile ovularak temizlendi ve ardından saf su ile durulandı.

- 40 saniyelik süre boyunca % 10' luk H_2SO_4 çözeltisi içine daldırıldı ve çıkarılıp saf su ile durulandı.
- Hava üfleyen bir pompa vasıtası ile hava üfletilerek kurulandı.
- Alttabakanın üzeri, ebatları $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$ olan kare yüzeyi açık kalacak şekilde yalıtkan bir bant vasıtası ile kapatıldı (Şekil 3.1).
- Tekrar saf su ile yıkayıp, hava ile kurutulduktan sonra depozisyon işlemi için hazır hale getirildi.



Şekil 3.1 Çalışma elektrotu olarak kullanılan Ti alttabakanının şematik gösterimi

3.1.2 NiCr İnce filmlerin üretilmesi

Bu çalışmada Şekil 2.3b' de gösterilen sistem kullanıldı. Sistem temel olarak üç elektrotlu (çalışma, yardımcı ve referans elektrot) potansiyostat/galvanostat, bilgisayar ve elektrokimyasal hücre' den oluşmaktadır. Çalışma elektrotu olarak ebatları (72 mm x 31 mm x 0,2 mm) olan Ti levha (alttabaka) (Şekil 3.1), yardımcı elektrot olarak ebatları (25 mm x 25 mm x 0,2 mm) olan Pt levha ve referans elektrot olarak da doymuş kalomel elektrot kullanıldı. Yardımcı elektrot olarak kullanılan Pt elektrot çözelti ile reaksiyon vermemesi sebebiyle tercih edilmiştir. Elektrolitik hücre içindeki çalışma ve yardımcı elektrotlarının geometrik yapısı ve birbirlerine olan mesafeleri sağlıklı

kaplamalar elde etmede fazlaca önemli olduđu için kaplama esnasında yardımcı elektrot ile çalışma elektrotunun birbirine olan uzaklıkları yaklaşık 5,5 cm civarında ve referans elektrot çalışma elektrotunun yaklaşık 0,5 cm yakınında tutuldu.

Numune hazırlamak için kullanılan çözeltilerin elektrokimyasal özelliklerini, metalleri depozit etme ve geri çözünme potansiyellerini tayin etmek için dönüşümlü voltammetri tekniđi kullanıldı. Belirlenen potansiyel değerlerine göre numunelerin hazırlanması işlemine geçildi. Elektrodepozisyon süreçlerinde zikredilen ve depozisyon için belirlenen bütün potansiyel değerleri doymuş kalomel elektroda (SCE) göredir. Bu nedenle bundan sonra sadece potansiyel değerleri yazılacak ve tekrardan kaçınmak için ayrıca SCE' ye göre olduđu belirtilmeyecektir. Aksi belirtilmedikçe bütün potansiyel değerlerinin SCE' ye göre olduđu anlaşılmalıdır.

İnce filmler üretilirken iki tip büyütme modu kullanıldı (Çizelge 3.1). Birincisi sabit potansiyel altında üretilen NC1, NC12 ve NC15 kodlu numunelerdir ve sırası ile -1,0, -1,2 ve -1,5 V sabit potansiyellerinde üretildiler. İkincisi ise, sabit potansiyel altında sırası ile -1,0, -1,2 ve -1,5 V' da üretilen NC1, NC12 ve NC15 kodlu numuneler, çözelti içinden hiç çıkarılmadan üzerine Çizelge 3.1' de belirtilen koşullar altında P1, P12 ve P15 kodlu numuneler PRP tekniđi ile kaplanarak üretildi. Bu teknik, sabit potansiyel ile kaplama yapılırken katotta meydana gelen hidrojen gazı çıkışı sebebi ile film yüzeylerinde oluşan mikro çatlak yapıların oluşumunu en aza çekmek amacı ile uygulandı (Lin ve ark 1992).

Çizelge 3.1 Numune isimleri ve depozisyon koşulları

| Numune Adı | Büyütme Modu | Depozisyon Potansiyeli (V vs SCE) | Açıklama | Kalınlık |
|----------------------|---|-----------------------------------|---|--|
| NC1 | Potansiyostatik (Potansiyel Kontrollü) | -1,0 | Sabit Potansiyel | 5,0 µm |
| NC12 | | -1,2 | | |
| NC15 | | -1,5 | | |
| P1 | Potansiyostatik+Galvanostatik | -1,0 | Katodik Akım: -100 mA, 20s Anodik Akım: 4,0 µA, 0,2s | 5µm(Potansiyostatik) + 1 µm(Galvanostatik) |
| P12 | | -1,2 | | |
| P15 | | -1,5 | | |
| Tampon Tabaka | Potansiyostatik (Potansiyel Kontrollü) | -1,0 | Sabit Potansiyel | 0,5 µm |

3.1.3 Filmlerin alttabaka üzerinden sökülmesi

İnce filmlerin alttabakadan sökülebilmesi için Çizelge 3.2’ de gösterilen tampon tabaka çözeltisi (Çözelti-6) hazırlanıp Ti alttabaka üzerine 0,5 µm kalınlığında kaplandı ve NiCr ince filmler bu tabaka üzerine Çizelge 3.1’ de belirtilen şartlar altında depozit edildi. Böyle bir tampon tabaka olmadan, doğrudan Ti alttabaka üzerine kaplanan NiCr ince filmleri, filme zarar vermeden alttabaka üzerinden farklı teknikler kullanarak sökme işleminde başarılı olunamadığı için böyle bir yol izlendi. Kaplama yapıldıktan sonra elde edilen filmler bir jilet vasıtası ile rahatça Ti yüzeyinden kazınarak ölçümler için uygun hale getirildi.

Çizelge 3.2 Çözelti İçerikleri

| Çözelti Adı | Çözelti İçeriği | Madde Miktarı (g/L) | Çözelti Miktarı (ml) | pH |
|-------------|---|--------------------------|---------------------------|------|
| Çözelti-1 | NiCl ₂ .6H ₂ O | 30 | 50 | 0,75 |
| | CrCl ₃ .6H ₂ O | 100 | | |
| | NH ₄ Br | 15 | | |
| | NH ₄ Cl | 50 | | |
| | C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇ .2H ₂ O | 60 | | |
| | CH ₂ O ₂ (%98) | 41,85 | | |
| | H ₃ BO ₃ | 30 | | |
| Çözelti-2 | NiCl ₂ .6H ₂ O | 30 | 50 | 4,41 |
| Çözelti-3 | CrCl ₃ .6H ₂ O | 100 | 50 | 2,35 |
| Çözelti-4 | NiCl ₂ .6H ₂ O | 30 | 50 | 3,14 |
| | NH ₄ Cl | 50 | | |
| Çözelti-5 | NiCl ₂ .6H ₂ O | 30 | 50 | 3,50 |
| | NH ₄ Br | 15 | | |
| Çözelti-6 | NiSO ₄ | 131,43 | 50 | 3,87 |
| | H ₃ BO ₃ | 12,37 | | |

3.2 Dönüşümlü Voltammetri

Bu çalışmada Ni-Cr ince filmlerin depozisyon potansiyelini ve çözeltinin elektrokimyasal özelliklerini belirlemek için Dönüşümlü Voltammetri (CV) tekniği kullanıldı. Bu analiz Bursa Uludağ Üniversitesi Fen – Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Nanomalzemeler Araştırma Laboratuvarı’ nda bulunan AMETEK firması tarafından geliştirilen Versastat 4 cihazı ile gerçekleştirildi (Şekil 3.2). Sistem istenilen hızda ileri ve geri yönde tarama yapabilen Potansiyostat/Galvonostat cihazı ile akım ve voltajı kaydeden bir bilgisayardan oluşmaktadır. Elektrolitik hücre ise üç elektrotlu bir sistemden oluşmuş olup, doymuş kalomel elektrot (SCE) referans elektrot olarak, ebatları 25 mm x 25 mm x 0,2 mm olan platin plaka yardımcı elektrot olarak ve çapı 0,5 mm olan platin tel elektrot ise çalışma elektrotu olarak kullanıldı. Potansiyel taraması, katot yönünde + 0,5 V değerinden – 2 V değerine kadar ve – 2,0 V’ da tarama yönü değiştirilerek anodik yönde – 2,0 V değerinden + 0,5 V değerine kadar ve tarama hızı 50 mV/s olacak şekilde 10 döngü alınarak yapıldı.



Şekil 3.2 Potansiyostat/Galvanostat cihazı ve bilgisayar

3.3 XRD Analizi

Bu çalışmada, üretilen NiCr filmlerin yapısal özellik tayini, filmlerin kristal yapısının depozisyon potansiyeliyle nasıl değiştiğini araştırmak amacıyla XRD analizi kullanılarak gerçekleştirildi. Ti alttabaka üzerine büyütülen ve bir jilet vasıtası ise alttabaka üzerinden kazınan filmlerin XRD ölçümleri mikroskop lamelleri (altlık) üzerine konulmak suretiyle gerçekleştirildi. Buradaki amaç düzgün kristal yapısı bulunan Ti alttabakanın NiCr filmlerin XRD desenine etkisini engelleyebilmek için amorf yapıya sahip camın kullanılmasıdır. Her NiCr ince filmlerin XRD ölçümü, Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM)' da bulunan Bruker D8 Advance marka cihaz (Şekil 3.3) ile, kırınım açısının (2θ) 18° ile 100° arasında $0,2^\circ$ adım aralığında değiştirilmesiyle alındı ve bu elde edilen kırınım desenleri bilgisayar vasıtası ile kaydedildi. Ayrıca her ihtimale karşı cam altlığında boş haldeyken XRD ölçümü alındı ve bu çalışmaya eklendi.



Şekil 3.3 XRD cihazı

3.4 SEM-EDX Analizi

Numunelerin SEM-EDX ölçümleri Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi (UNAM)' da bulunan NOVA NANOSEM 430 cihazı (Şekil 3.4) tarafından çeşitli büyütme altında alındı. Ayrıca bir numunenin SEM görüntüsü ise Uludağ Üniversitesi' nde bulunan Zeiss marka SEM cihazı ile çeşitli büyütme alınarak kaydedildi.



Şekil 3.4 SEM-EDX cihazı

3.5 FTIR Spektroskopisi

Numunelerin FTIR analizi Bursa Uludağ Üniversitesi Kimya Bölümü' nde bulunan Perkin Elmer Spectrum 100 FTIR spektrometre cihazı kullanılarak 450-4000 nm aralığında alınmıştır (Şekil 3.5).



Şekil 3.5 FTIR spektrometresi

3.6 UV-Görünür Işık Spektroskopisi

Üretilen NiCr ince filmlerin optik spektrum ölçümleri Uludağ Üniversitesi Fizik Bölümü Güneş Gözesi Araştırma ve Karakterizasyon Laboratuvarı' nda bulunan spektrofotometre (SHIMADZU UV-2600) kullanılarak 200-1100 nm aralığında alınmıştır (Şekil 3.6).



Şekil 3.6 UV spektrofotometresi

3.7 Tafel Ekstrapolasyon Yöntemiyle Korozyon Analizi

Bu çalışma Bursa Uludağ Üniversitesi Fizik Bölümü Nanomalzemeler Laboratuvarı'nda bulunan ve Şekil 3.2' de gösterilen sistem ile gerçekleştirildi. Korozyon hızının tayini Tafel ekstrapolasyon yöntemi kullanılarak bulundu. Değişik potansiyel değerlerinde elde edilen kaplamaların korozyon özellikleri oda sıcaklığında, % 3,5' lik NaCl çözeltisi ortamında, sabitlik kriteri $4,5 \mu\text{Vs}^{-1}$ ve $E_{\text{kor}} \pm 15 \text{ mV}$ (vs açık devre potansiyeli) olacak şekilde ve $1,0 \text{ mVs}^{-1}$ değişimlerle polarizasyon eğrileri elde edilmiştir.



4. BULGULAR VE TARTIŞMA

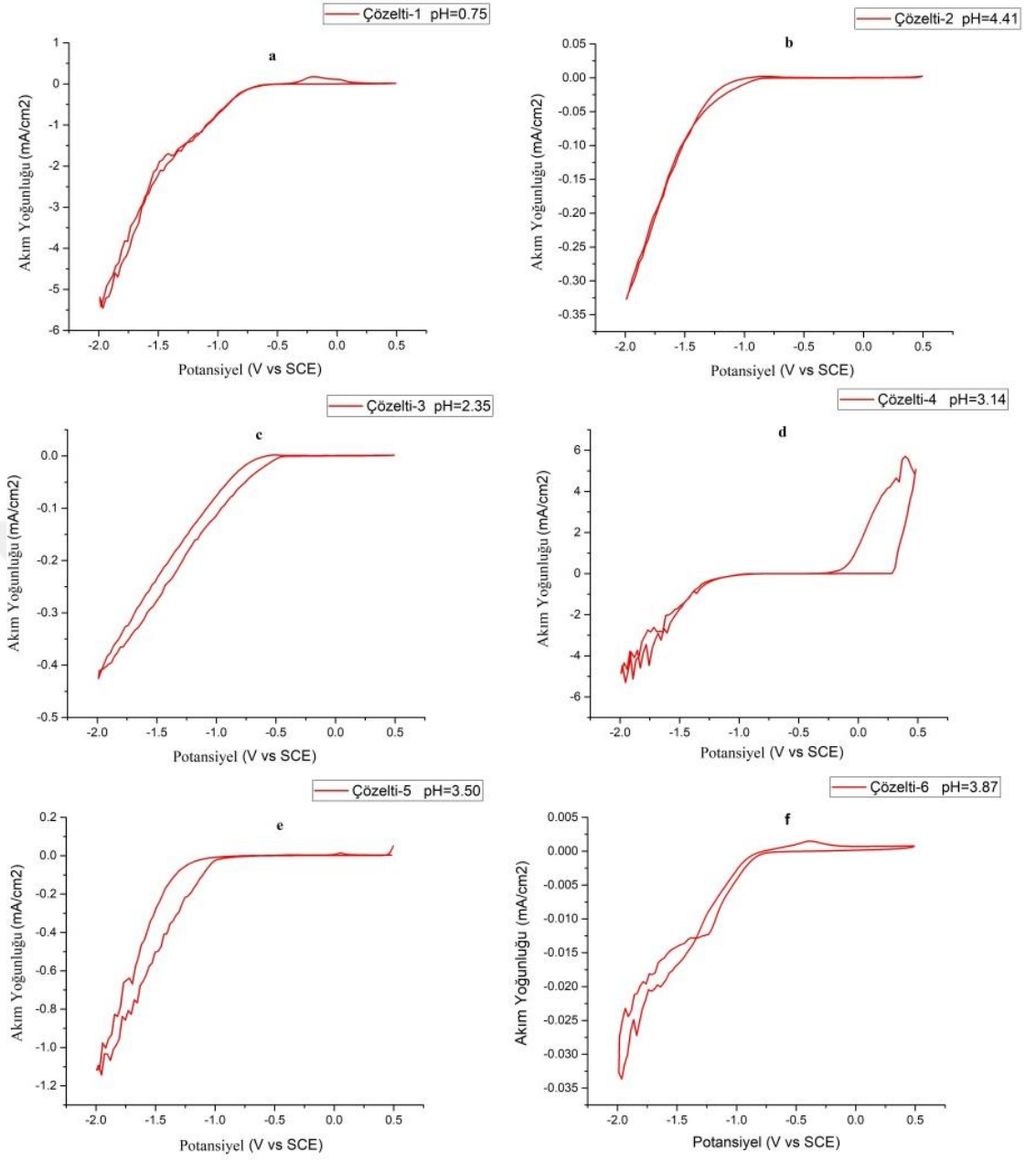
4.1 Dönüşümlü Voltammetri Bulguları

Şekil 4.1' de toplamda altı ayrı çözeltilerden elde edilen voltammetri eğrileri görülmektedir. Bu çözeltilerin içerikleri Çizelge 3.2' de verilmiştir. Şekil 4.1f' de Çözelti-6' nın voltammetri eğrisi gösterilmektedir. Bu çözelti tampon tabaka çözeltisidir ve daha önce de bahsedildiği gibi NiCr ince filmleri Titanyum alttabaka üzerinden rahatça sökebilmek için Titanyum alttabaka üzerine önce 500 nm Ni kaplanıp ardından belirlenen şartlarda NiCr kaplanmıştır. + 0,5 V değerinden yaklaşık olarak - 0,65 V civarlarına kadar akımda herhangi bir değişiklik yoktur. Potansiyel katodik olarak daha da arttırılmaya devam ettikçe yaklaşık - 0,65 V değerinden sonra katodik akımda - 2,0 V değerine kadar ani artış meydana gelir. Bu durum, nikelin katot yüzeyinde indirgenildiğini göstermektedir. Potansiyel - 2,0 V değerinden geri dönüp anodik yönde arttırılmaya başlandığında akım da sıfıra yaklaşır ve yaklaşık - 0,83 V civarında sıfırlanır. Potansiyel daha pozitif değerlere çekildikçe - 0,4 V civarlarında küçük bir piklenme meydana gelmiştir. Bunun sebebi oksitlenme olabilir.

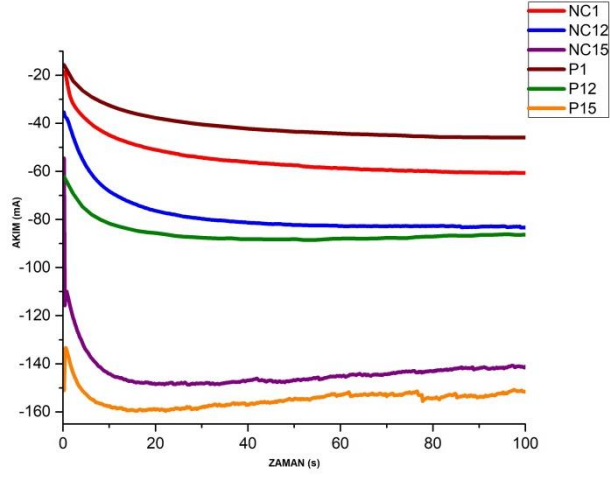
Çözelti-2' nin (Şekil 4.1b) voltammetri eğrisi incelendiğinde, katodik yönde + 0,5 V değerinden yaklaşık - 0,65 V değerine kadar herhangi bir akımın oluşmadığı görülebilir. Ancak katodik yönde - 0,65 V' tan sonra artan potansiyel ile orantılı olarak katodik akımda da artış söz konusudur. Akımdaki bu artış Ni^{+2} ve H^+ iyonlarının katot elektrotu yüzeyinde indirgenmesinden kaynaklanır ve Ni^{+2} iyonları Ni metaline dönüşür. Tarama anodik yöne döndüğünde ise artan akım potansiyelin azalması ile azalmaktadır. Potansiyel yaklaşık olarak - 0,83 V civarında olduğunda akım sıfırlanır ve + 0,5 V' a kadar bu değerini korur ve döngü tamamlanır. Dikkat edilirse bu eğride geri çözünme piki yoktur, bunun sebebi nikelin pasif bir madde oluşu ve geri çözünme piki vermemesinden dolayıdır. Çözelti-3' ün (Şekil 4.1c) voltammetri eğrisi incelendiğinde, katodik yönde + 0,5 V değerinden yaklaşık olarak - 0,3 V civarlarına kadar herhangi bir akımın oluşmadığı görülebilir ancak yaklaşık - 0,3V değerinden sonra küçük bir piklenme görülür bu krom-oksit oluşumuna tekabül edebilir. - 0,385 V

değerinden sonra ise anodik akımda bir artış başlar ki bu noktadan sonra krom ve hidrojen iyonlarının metal katot üzerine indirgenmesi başlar. Bu indirgenme $-2,0$ V değerine kadar artarak, $-2,0$ V değerinden dönerek anodik yönde yaklaşık $-0,6$ V değerine kadar ise azalarak devam eder. Potansiyel yaklaşık $-0,6$ V değerine ulaştığında akım sıfırlanır ve $+0,5$ V değerine kadar bir değişim göstermez. Şimdi Çözelti-1' in voltammetri eğrisini inceleyelim: Eğriye bakıldığında nikel ve kromun metal yüzeyine indirgenmesi neredeyse Çözelti-2 ve Çözelti-3 ile aynıdır ancak döngü anodik yöne doğru tamamlanmaya yakın yaklaşık olarak $-0,185$ V ve $+0,0170$ V civarında maksimum noktasına ulaşan iki ayrı pik oluşumu görülmektedir. Bu pik oluşumunun sebebinin bulunması için Çözelti - 4 (Şekil 4.1d) ve Çözelti-5 (Şekil 4.1e), hazırlandı ve voltammetri eğrileri alındı. Elde edilen sonuçlar bu pik oluşumunun özellikle $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve NH_4Cl (Çözelti - 4) arasında ve kısmen de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve NH_4Br (Çözelti-5) arasında oluşan bir kompleks yapıdan kaynaklanabileceğini gösterdi.

Çizelge 3.1' de isimleri ve üretim koşulları verilen numunelerin akım - zaman grafikleri Şekil 4.2' de verilmiştir. Potansiyel arttırıldıkça filmlerin metal plaka üzerine indirgenme hızları da artış göstermektedir. Elektrodepozisyon işlemi sırasında akımın neredeyse kararlı bir şekilde kalması depozisyon işleminin sağlıklı bir şekilde yerine getirildiğini ve yüzeyi düzgün filmler oluştuğunu göstermektedir .



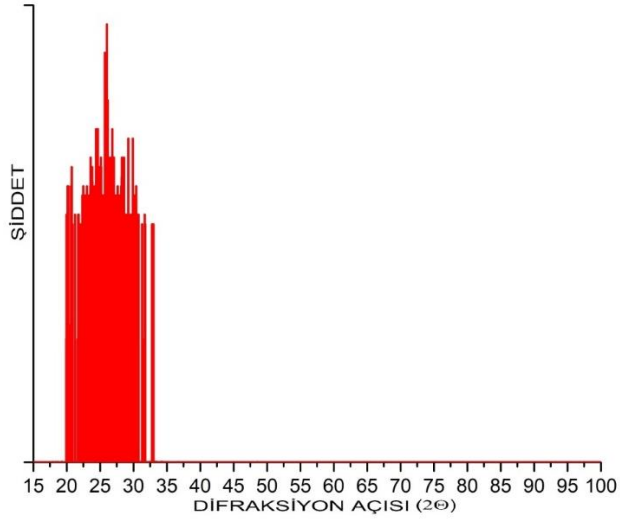
Şekil 4.1 Çözeltilerin voltametri eğrileri



Şekil 4.2 Numunelerin akım-zaman grafikleri

4.2 XRD Bulguları

Şekil 4.3' de cam altlığın XRD deseni görülmektedir ve numunelere olan etkisini göstermek amacıyla XRD ölçümü alınmıştır. Şekilden de görülebileceği üzere yaklaşık $2\theta = 33^\circ$ ' den sonra hiçbir pik vermemiştir ve dolayısıyla numunelerin XRD desenleri üzerine dikkate değer bir etkisi söz konusu olmasa da, grafiklerindeki amorf yapının bu cam altlıktan kaynaklandığını belirtmek gerekir.

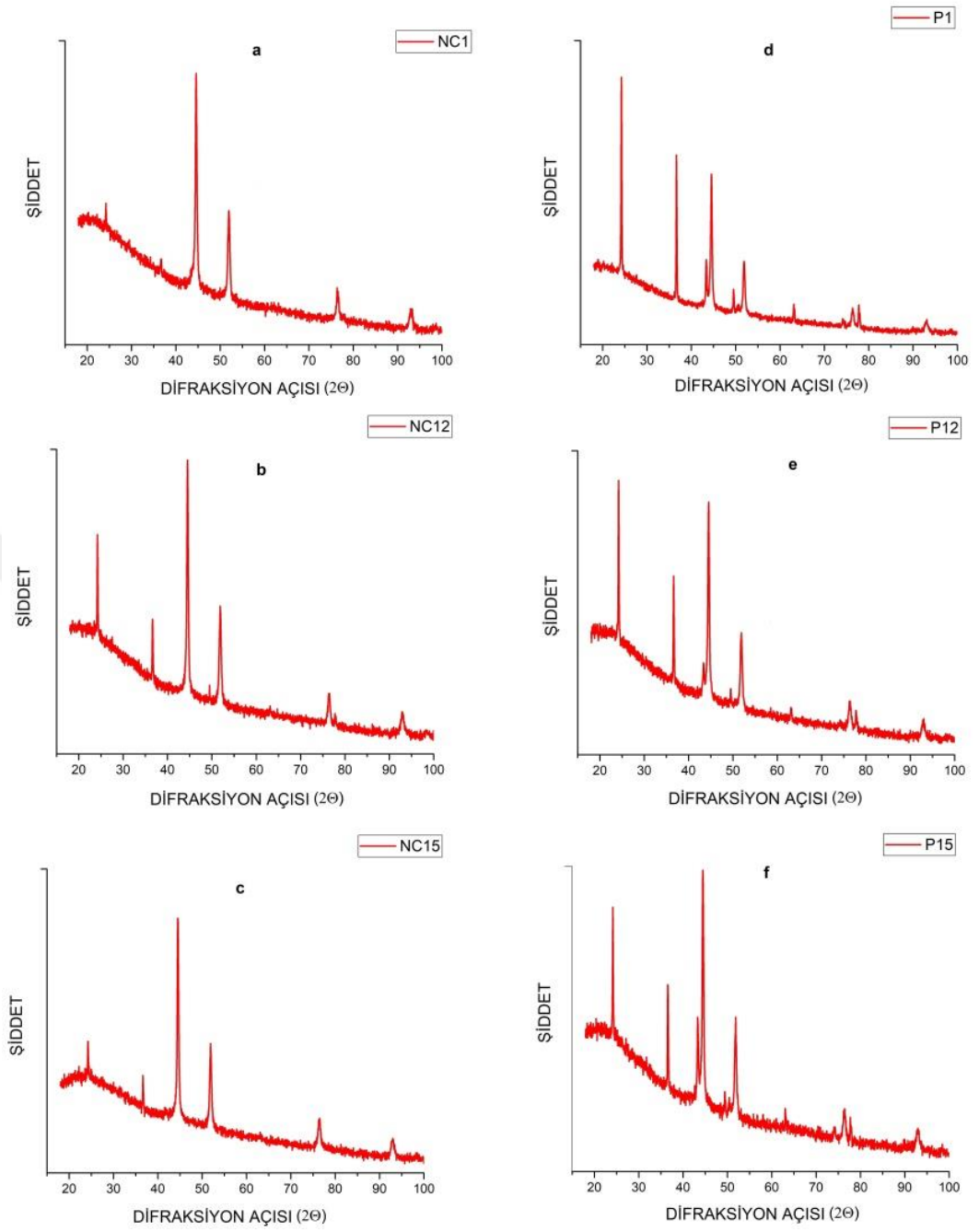


Şekil 4.3 Cam altlığın XRD deseni

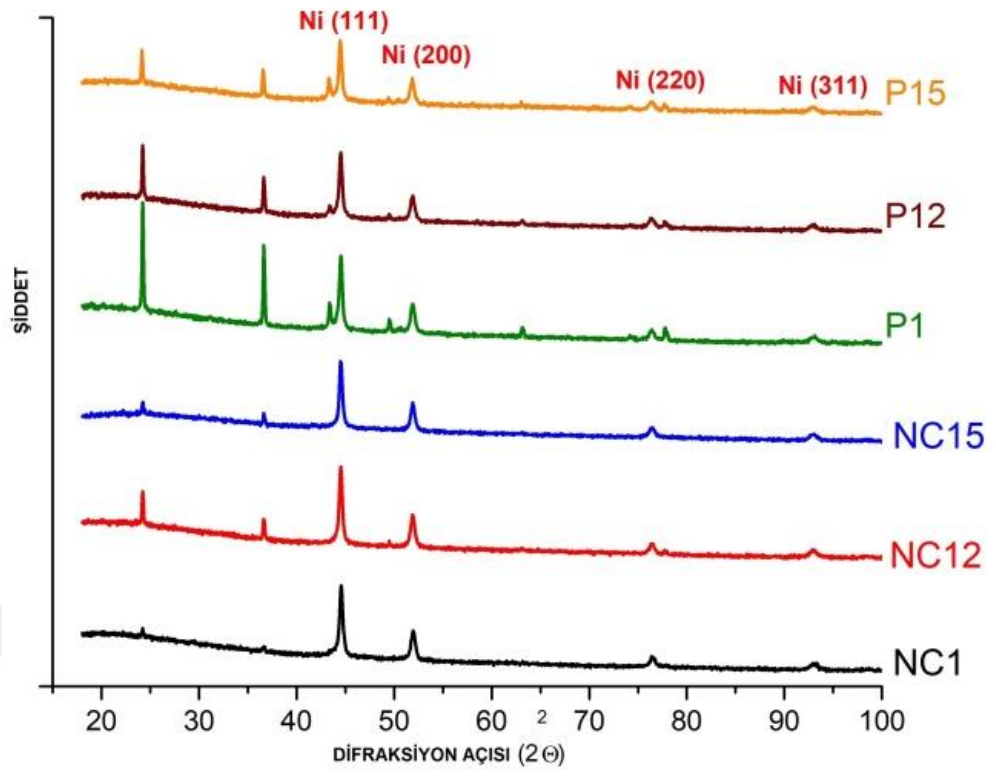
Şekil 4.4' de NC ve P kodlu numunelerin XRD desenleri görülmektedir. Çizelge 3.1' deki şartlarda üretilen NC kodlu numunelerin kırınım deseninde görülen pikler nikel için ayırt edici piklerdir ve filmlerin FCC yapıda kristalize olduğunu göstermektedir. Bu pikler NC kodlu her üç numune içinde yaklaşık olarak aynı kırınım açıları olan; $2\Theta_{111} = 44,584^\circ$, $2\Theta_{200} = 51,950^\circ$, $2\Theta_{220} = 76,372^\circ$ ve $2\Theta_{311} = 93,113^\circ$ civarlarında beliren (111), (200), (220) ve (311) düzlemlerinden gelen piklerdir. Bunların dışında yaklaşık $2\Theta = 25^\circ$ civarındaki pik NiCrO_4 ve Cr_2O_3 , $2\Theta = 36^\circ$ civarında beliren pik NiCrO_4 , NiCr_2O_4 ve Cr_2O_3 oluşumundan kaynaklanabilir (Dudziak ve ark 2017). Kırınım desenlerinden elde edilen (111), (200), (220) ve (311) düzlemlerinin düzlemler arası uzaklıkları, bu filmlerin örgü sabitleri ve Scherrer bağıntısı (Eşitlik 2.6) ile hesaplanan tane büyüklüğü Çizelge 4.1' de her numune için ayrı ayrı verilmiştir.

P kodlu numunelerin XRD desenleri NC kodlulara kıyaslanırsa farklılıklar gösterdiği görülebilir. Elde edilen kırınım desenindeki pikler nikel için ayırt edicidir ve numunenin FCC yapıda kristalize olduğunu gösterir. Bu pikler, şiddetlerine göre sırasıyla $2\Theta_{111} = 44,584^\circ$, $2\Theta_{200} = 51,910^\circ$, $2\Theta_{220} = 76,411^\circ$ ve $2\Theta_{311} = 93,113^\circ$ civarlarında beliren (111), (200), (220) ve (311) pikleridir. Ayrıca yaklaşık $2\Theta = 25^\circ$ civarında beliren pik NiCrO_4 ve Cr_2O_3 , $2\Theta = 36^\circ$ civarında beliren pik NiCrO_4 , NiCr_2O_4 ve Cr_2O_3 , $2\Theta = 43^\circ$ civarında oluşan pik Cr_2O_3 , $2\Theta = 49^\circ$ civarında beliren pik NiCrO_4 , $2\Theta = 63^\circ$ civarında oluşan pik NiCr_2O_4 ve Cr_2O_3 ve $2\Theta = 75^\circ$ ve 77° civarında oluşan iki pik Cr_2O_3 oluşumundan kaynaklanabileceğine ilişkin açıklamalara literatür taraması yapılırken sıkça rastlanılmıştır. Bazı çalışmalarda ise, $2\Theta = 43^\circ$, $2\Theta = 49^\circ$, $2\Theta = 64^\circ$, $2\Theta = 78^\circ$ civarında beliren küçük iki pikin Cr' a ait sırasıyla (110), (520), (220) ve (510) pikleri olduğu da bildirilmiştir (Li-jian ve ark. 2007), (Zhang ve ark. 2004).

P ve NC numunelerine ait düzlemler arası mesafe, örgü sabitleri ve tanecik büyüklükleri Tablo 4.1' de verilmiştir. NC ve P kodlu numuneleri arasında kıyaslama yapıldığında, $2\Theta = 25^\circ, 36^\circ, 43^\circ, 49^\circ, 63^\circ, 75^\circ$ ve 77° civarında oluşan piklerden açıkça görüleceği gibi, P numunelerinde NC' lere göre bu açılara karşılık gelen pik şiddetleri artış göstermektedir (Şekil 4.5). Bunun sebebi, PRP tekniği uygulanan numunelerde daha fazla nikel ve krom depolanmasına bağlandı.



Şekil 4.4 Numunelerin XRD desenleri. a-c sabit potansiyel, d-f puls akımı



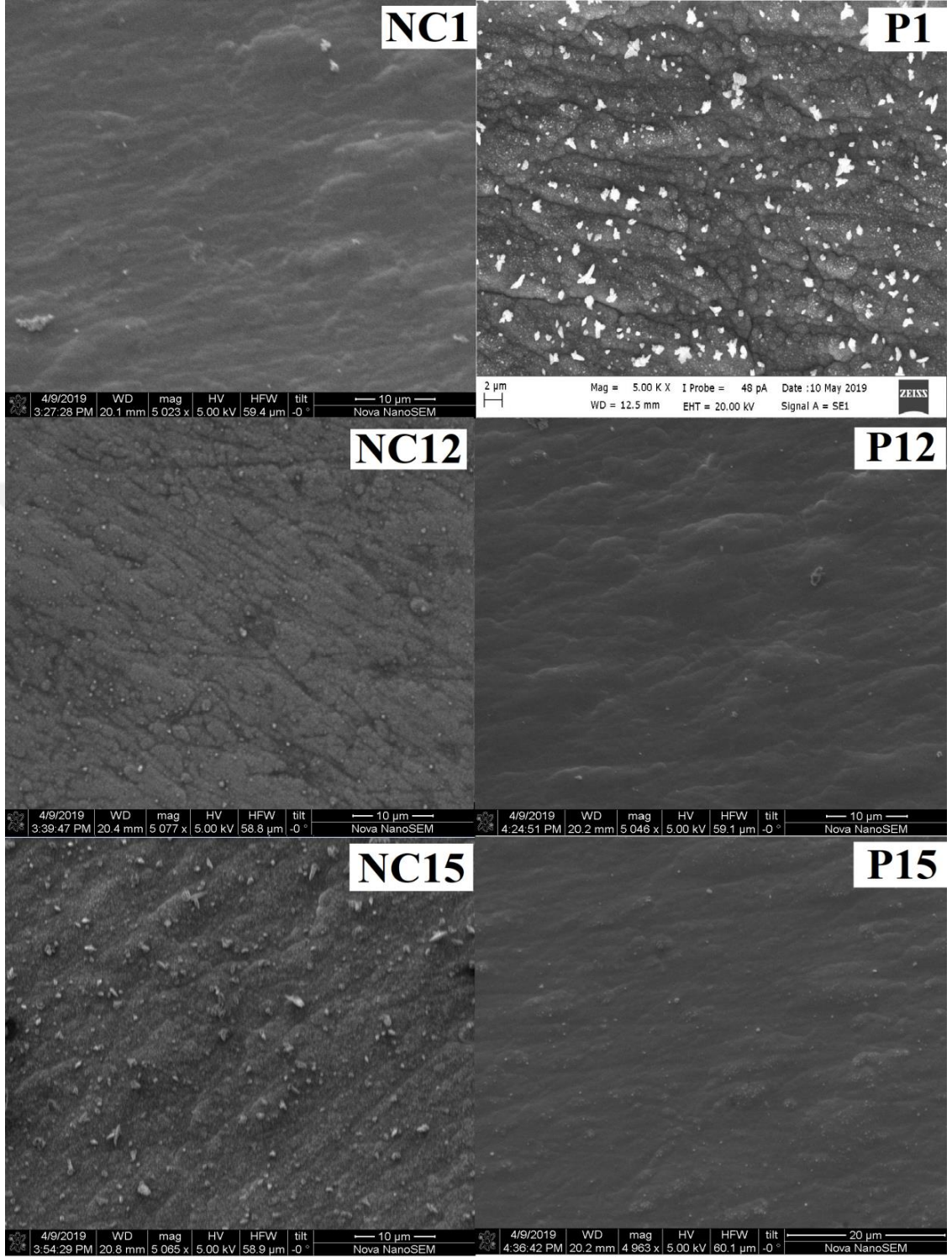
Şekil 4.5 Numunelere ait XRD piklerinin karşılaştırması

Çizelge 4.1 Numunelerin kristal yapısına ait parametreler

| Numune Adı | Ortalama Örgü Sabiti (a_{ort}) (nm) | Düzlemler Arası Uzaklık (nm) | Ortalama Tanecik Boyutu (t_{ort}) (nm) |
|------------|--|--|---|
| NC1 | 0,3519 (\pm 0,0002) | $d_{111} = 0,2030$ $d_{200} = 0,1758$ $d_{220} = 0,1246$ $d_{311} = 0,1060$ | 19,64459 |
| NC12 | 0,3521 (\pm 0,0003) | $d_{111} = 0,2032$ $d_{200} = 0,1760$ $d_{220} = 0,1244$ $d_{311} = 0,1062$ | 17,86089 |
| NC15 | 0,3538 (\pm 0,0052) | $d_{111} = 0,2032$ $d_{200} = 0,1760$ $d_{220} = 0,1243$ $d_{311} = 0,1083$ | 18,61176 |
| P1 | 0,3519 (\pm 0,0001) | $d_{111} = 0,2030$ $d_{200} = 0,1760$ $d_{220} = 0,1245$ $d_{311} = 0,1060$ | 17,29506 |
| P12 | 0,3520 (\pm 0,0001) | $d_{111} = 0,2032$ $d_{200} = 0,1760$ $d_{220} = 0,1244$ $d_{311} = 0,1061$ | 17,96493 |
| P15 | 0,3523 (\pm 0,0010) | $d_{111} = 0,2036$ $d_{200} = 0,1760$ $d_{220} = 0,1244$ $d_{311} = 0,1062$ | 17,40631 |

4.3 SEM-EDX Bulguları

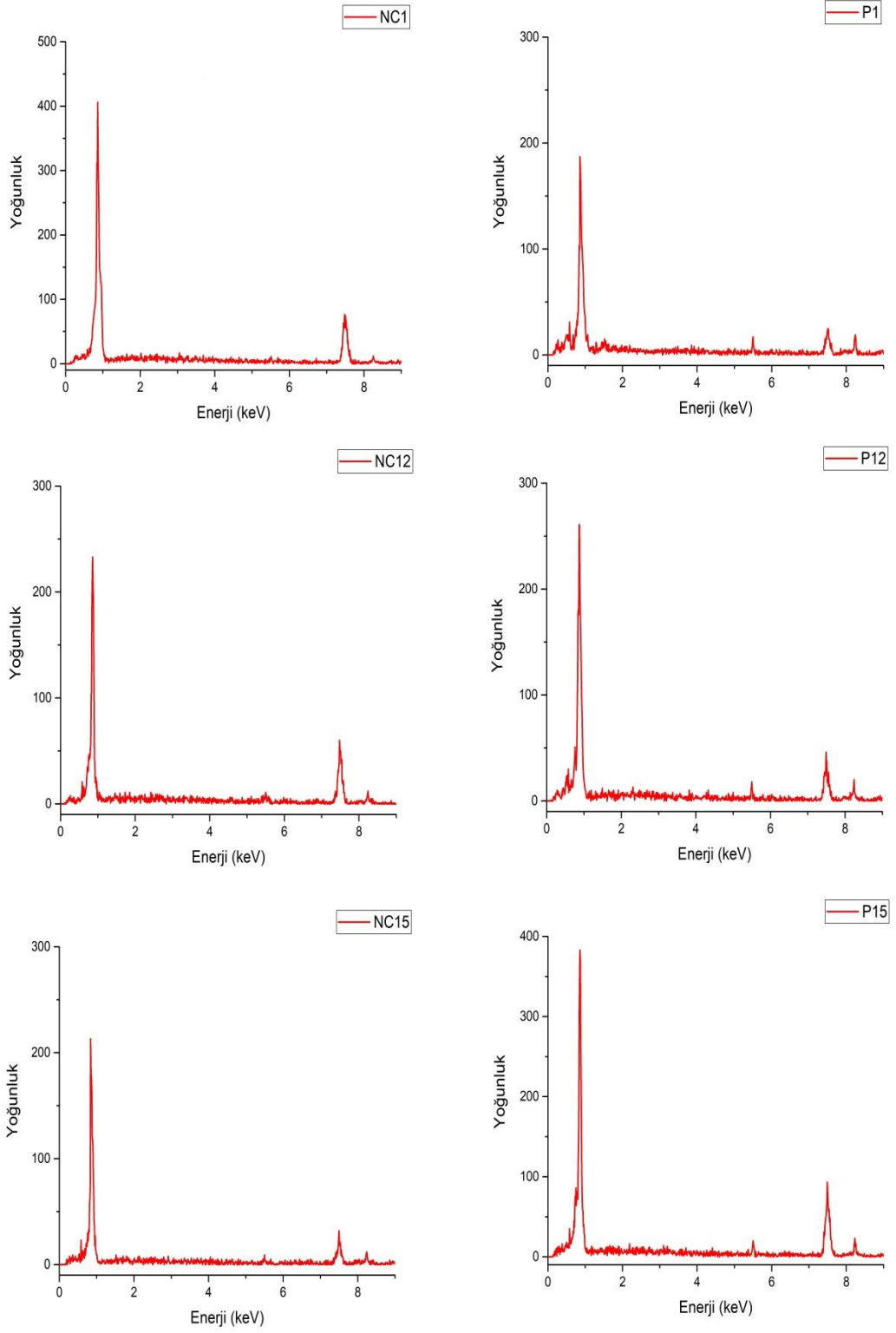
Şekil 4.6' da, Çizelge 3.1' de belirtilen şartlar altında üretilmiş filmlerin SEM görüntüleri gösterilmektedir. NC kodlu numunelerin yüzeylerine bakıldığında yüzeylerin pürüzlü ve partiküllü yapılara sahip olduğu ve kaplama potansiyeli arttıkça bu pürüzlü yapıların daha da arttığı görülmektedir. PRP tekniği uygulanan numunelerde daha homojen, pürüzsüz yüzeyler elde edilmiştir.



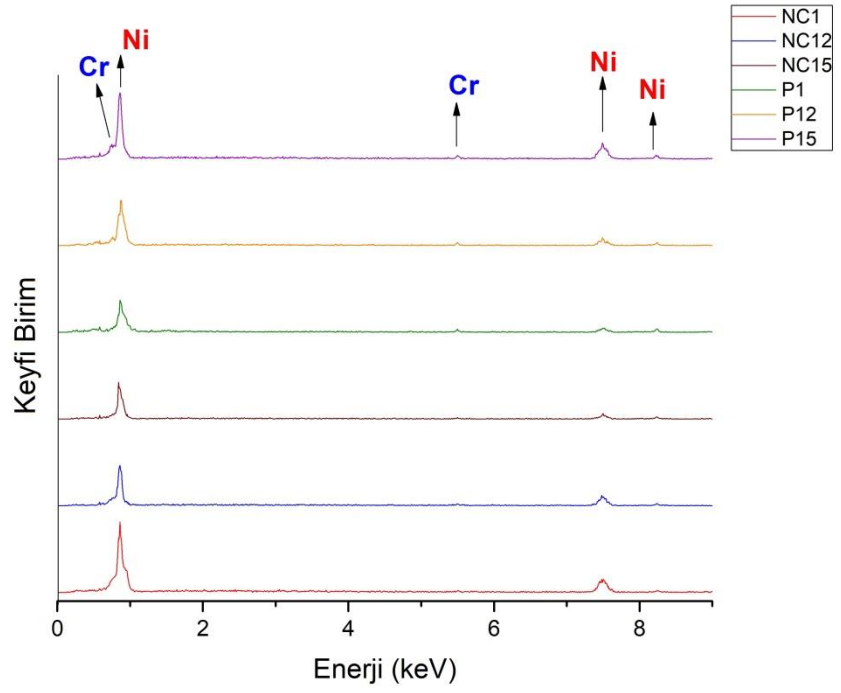
Şekil 4.6 Numunelerin SEM görüntüleri

EDX grafikleri, SEM' den elde edilen görüntülerin (Şekil 4.6) tam orta kısımlarından alınan ölçüm neticesinde elde edilmiştir (Şekil 4.7). Şekil 4.8' de numunelere ait EDX grafikleri karşılaştırmalı olarak verilmiş ve numunelerin EDX analizi cam altlık üzerinde yapıldığı için Şekil 4.9' da da cam altlığın EDX grafiği ayrıca verilmiştir. Şekil 4.6' daki görüntülerin orta kısımlarında bulunan siyah kısımlar, Ni elementinin yoğun olduğu bölgelerdir. Bu bölgelerin üzerinde bulunan açık renkli noktasal kısımların ise Cr elementine ait olduğu düşünülmektedir. EDX analizinin neticesi olarak filmlerin bileşiminin ağırlıkça % oranları Çizelge 4.2' de verilmiştir. P kodlu numunelerin NC' lere kıyasla daha fazla Cr içeriğine sahip olduğu Çizelge 4.2' den net bir şekilde görülebilir. Bu durum PRP işleminden kaynaklanmaktadır (Lin ve ark. 1992).

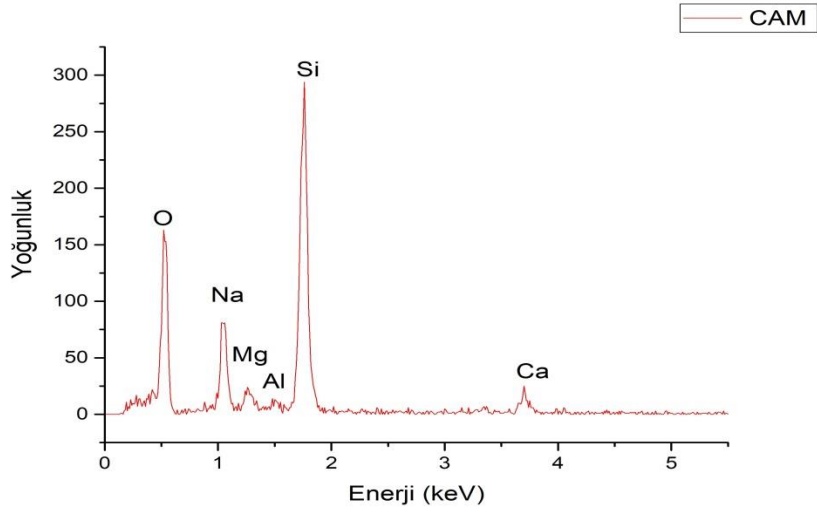




Şekil 4.7 NiCr filmlere ait EDX grafikleri



Şekil 4.8 NiCr filmlere ait EDX grafiklerinin karşılaştırması



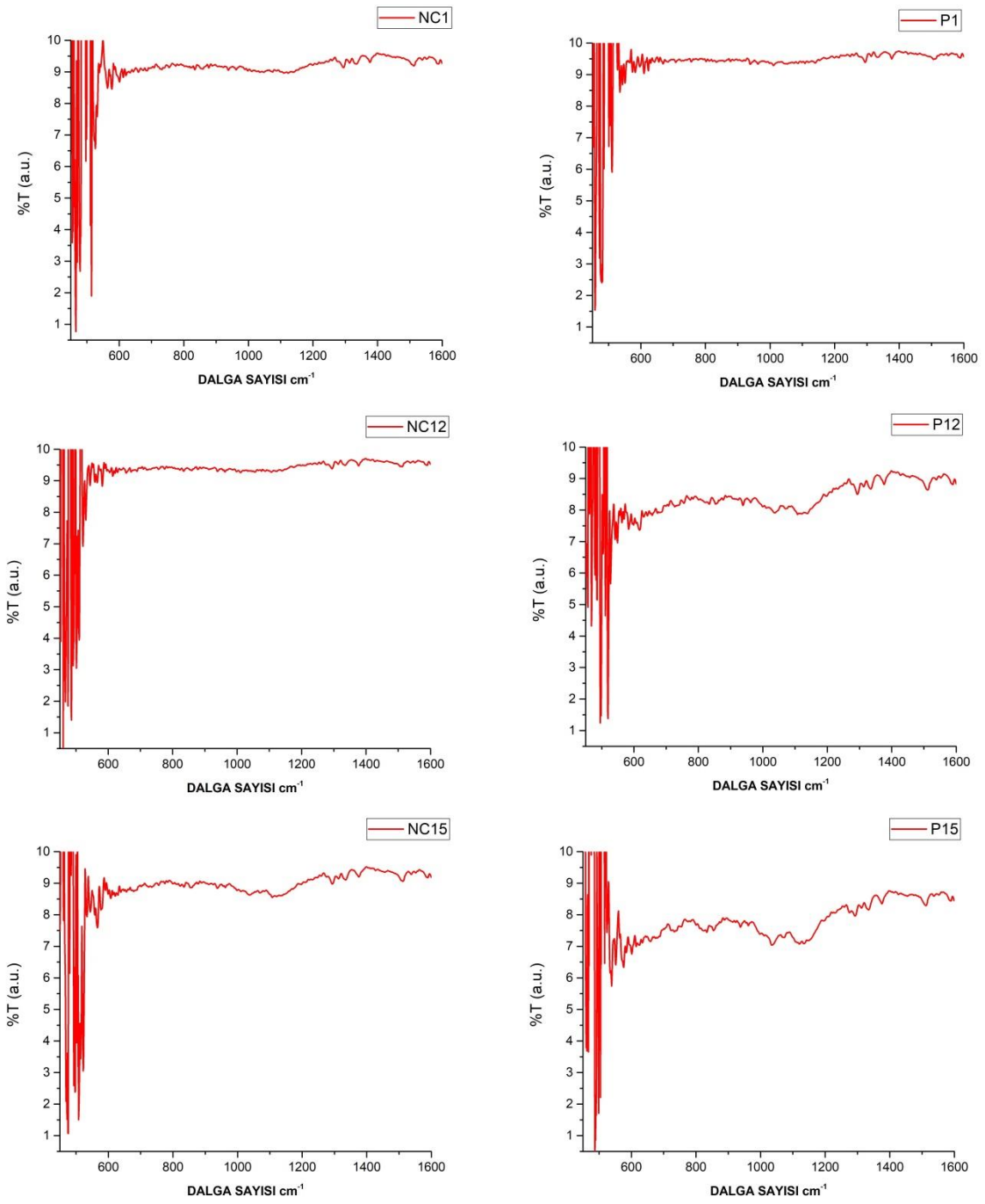
Şekil 4.9 Cam atlığın EDX grafiği

Çizelge 4.2 EDX analizi neticesinde elde edilen % Ni ve Cr miktarları

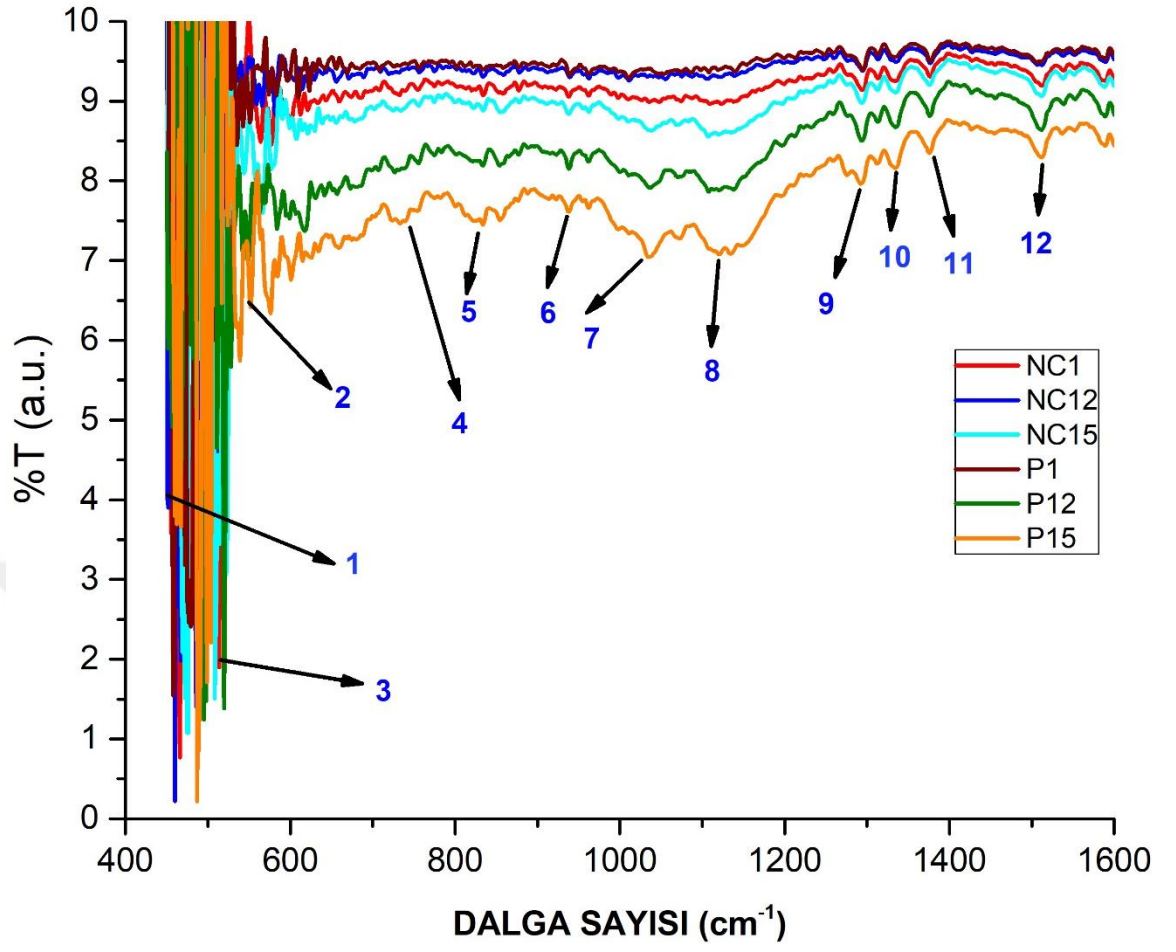
| Numune Adı | % Ni | % Cr |
|------------|-------|------|
| NC1 | 98,43 | 1,36 |
| NC12 | 97,11 | 2,34 |
| NC15 | 98,27 | 1,23 |
| P1 | 97,08 | 2,69 |
| P12 | 97,17 | 2,03 |
| P15 | 98,11 | 1,72 |

4.4 FTIR Analizi Bulguları

Şekil 4.10' da NiCr filmlere ait ayrı FTIR spektrumu ve Şekil 4.11' de ise bu spektrumların karşılaştırmalı hali verilmiştir. Grafiklerin birbirine çok benzer çıkması her numunenin birbirine eş olduğunu göstermektedir. NiCr filmler için parmak izi aralığı olarak tabir edilebilecek bölge $450 - 1600 \text{ cm}^{-1}$ arasında oluşan piklerdir. Bu piklerin $450 - 580 \text{ cm}^{-1}$ arasında kalan kısmının daha detaylı bir şekilde görüntülenebilmesi için Şekil 4.11 üzerinde büyütülerek verilmiştir. Elde edilen pikler grafik üzerinde numaralandırılıp detayları Çizelge 4.3' de verilmiştir (AL-Obaidi ve ark. 2013).



Şekil 4.10 450-1600 cm⁻¹ spektral bölgesinde NiCr filmlerin FTIR spektrumları



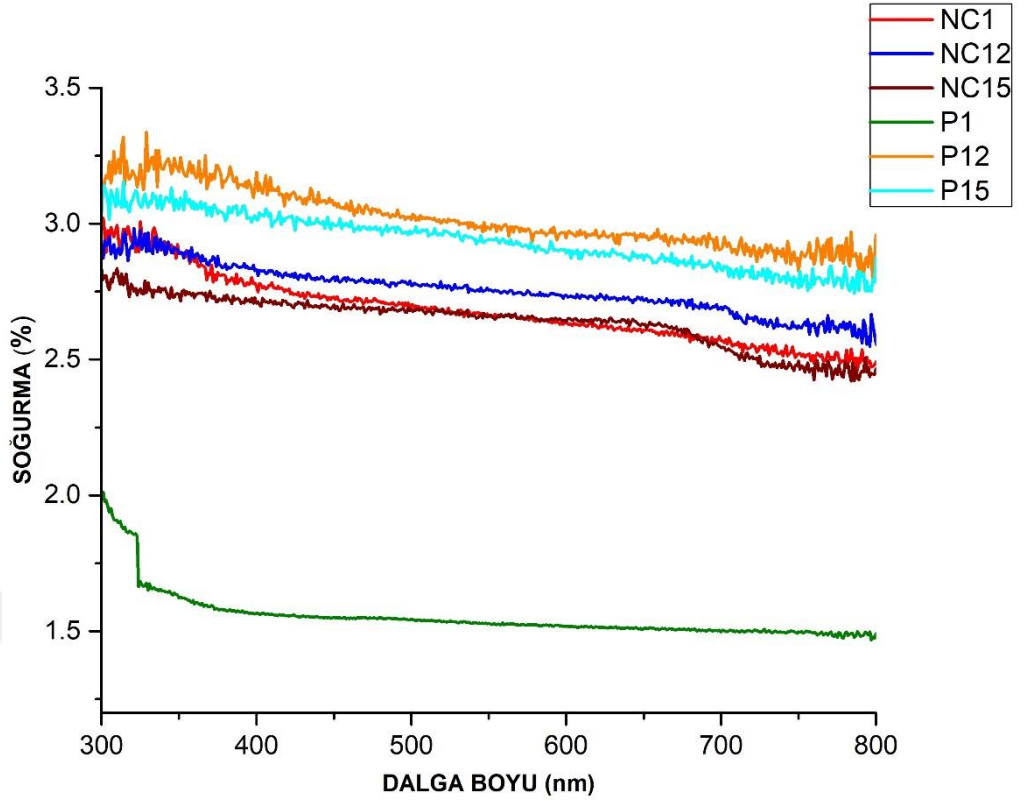
Şekil 4.11 NiCr filmlerin karşılaştırmalı FTIR spektrumları

Çizelge 4.3 NiCr' un FTIR spektrumunda bulunan bazı bant frekans tanımları

| Bant | Dalga Sayısı (cm^{-1}) | Grup | |
|-------------|--|-------------|-------------------|
| 1 | 450 | Ni-O | Gerilme |
| 2 | 543 | Ni-N | Gerilme |
| 3 | 515 | Cr-O | Gerilme |
| 4 | 743 | C-H | Bükülme |
| 5 | 836 | C-Cl | Gerilme |
| 6 | 945 | O-H | Bükülme |
| 7 | 1038 | C-O | Gerilme |
| 8 | 1121 | C-O | Gerilme |
| 9 | 1299 | N-O | Simetrik Gerilme |
| 10 | 1333 | O-H | Bükülme |
| 11 | 1375 | C-H | Bükülme |
| 12 | 1518 | N-O | Asimetrik Gerilme |

4.5 UV-Görünür Işık Spektroskopisi Bulguları

Şekil 4.12 farklı depozisyon şartlarında üretilen NiCr ince filmlerin soğurma spektrumlarını göstermektedir. Şekil 4.12' de görüldüğü üzere % soğurma değerleri çok düşüktür. Bunun sebebi filmlerin metalik parlaklıkta olması ve üzerine düşen ışığın büyük çoğunluğunu yansıtmasıdır. Eğer soğurma değerlerine bakılırsa, 300 – 800 nm dalga boyu aralığında P1 numunesi istisna olmak koşuluyla, P kodlu numuneler NC' lere kıyasla daha soğurgandır. Bu sonuç, P' lerin NC' lerden daha kalın olmasına yoruldu. P kodlu numuneler arasında en soğurgan P12 iken, NC' lerde NC15 numunesidir.



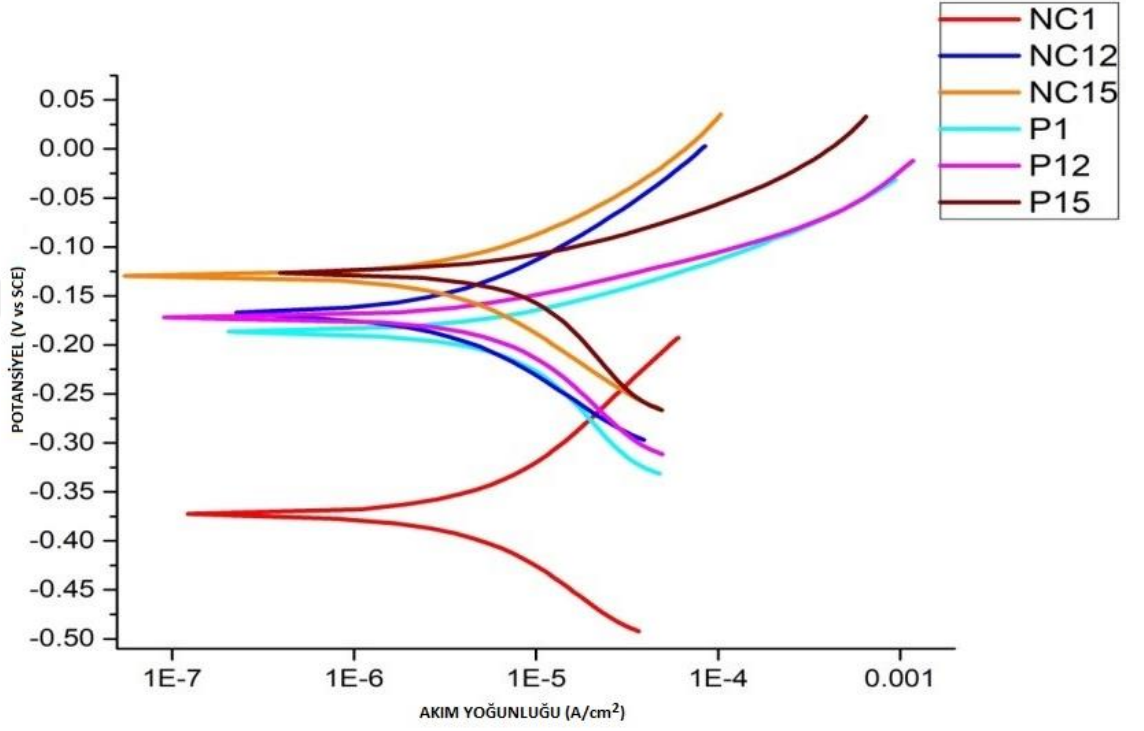
Şekil 4.12 NiCr ince filmlerin soğurma spektrumu

4.6 Tafel Ekstrapolasyonu Bulguları

Şekil 4.13 numunelerden elde edilen Tafel eğrilerini göstermektedir. Tafel Ekstrapolasyon yöntemiyle korozyon akımları ve potansiyel değerleri elde edilip Çizelge 4.4' e not edilmiştir.

Şekil 4.13' deki polarizasyon eğrileri incelendiğinde, numunelerin deney sırasında bir süreliğine katodik davranış sergileyip korozyona karşı direndiği fakat daha sonra anodik tarafa geçiş yaparak korozyona uğradığı görülebilir. Literatürde korozyon potansiyeli sifıra daha yakın olan ve korozyon akım yoğunluğu da en düşük olan numunelerin korozyon direncinin daha yüksek olduğu belirtilmektedir. Çizelge 4.4' e göre P kodlu numunelerin NC kodlu numunelere kıyasla daha düşük korozyon potansiyeline sahip olduğunu söyleyebiliriz ancak korozyon akım yoğunluklarına baktığımızda NC kodlu

numunelerin korozyon akım yoğunluklarının daha düşük olduğu görülür. Bu durumda Çizelge 4.4' e göre korozyona en dayanıklı numunenin NC12 olduğu söylenebilir. Bir genelleme yapacak olursak artan kaplama potansiyeline karşılık E_{kor} ve J_{kor} değerlerinde azalma eğilimi görülmektedir.



Şekil 4.13 Numunelere ait Tafel eğrileri

Çizelge 4.4 Numunelerin E_{kor} ve J_{kor} değerleri

| Numune Adı | E_{kor} (V vs SCE) | J_{kor} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$) | R_p ($\text{k}\Omega.\text{cm}^2$) |
|-------------------|--|--|---|
| NC1 | -375,13229 | $4,2207 \pm 0.2223$ | 7,13746 |
| NC12 | -169,3434 | $3,0034 \pm 0.0487$ | 8,18822 |
| NC15 | -131,28399 | $3,4206 \pm 0.1067$ | 6,69954 |
| P1 | -185,80354 | $6,2180 \pm 0.1543$ | 3,2169 |
| P12 | -170,67884 | $4,7833 \pm 0.1646$ | 3,3928 |
| P15 | -126,25057 | $7,3717 \pm 0.0682$ | 2,75374 |

5. SONUÇ

Elektrodepozisyon tekniđiyle üretilen NiCr ince filmlerin çözeltileri, gerekli literatür taraması yapılarak Çizelge 3.2' de verilen kimyasallar vasıtasıyla oluşturuldu. Filmlerin Ti alttabaka üzerine en uygun şartlar altında indirgenebilmesi için dönüşümlü voltammetri tekniđiyle, en uygun bulunan indirgenme potansiyeli değeri belirlendi. Yapılan çalışmalar neticesinde kaplamaların alttabaka üzerine metalik parlaklıkta depozit edildiđi görüldü. Fakat gerek çözeltilerin pH' ının fazla asidik olması (pH' ı sabit tutabilmek için tampon çözeltiler kullanılmıştır) gerekse de sabit potansiyellerde kaplama yapılırken katot metali yüzeyinde H^+ iyonlarının gaz şeklinde çıkışı, film yüzeylerinde çatlaklı yapıların oluşmasına sebebiyet vermiştir. Bu durumun giderilmesi adına tekrar bir literatür taraması yapılmış ve Pulse Reverse Plating (PRP) şeklindeki bir teknikten yararlanarak yüzeyi daha düz ve homojen bir görünüme sahip filmler elde edildi. Bu çalışmanın amacı, farklı depozisyon potansiyelleri altında filmlerde meydana gelen değışmelerin ne şekilde olduğunu incelemektir.

Filmlerden elde edilen XRD piklerinden yola çıkarak numunelerin kristal yapısının FCC yapıda olduđu ve PRP tekniđiyle üretilen filmlerin, sabit potansiyelli filmlerden daha fazla krom içerdiđi görüldü. XRD piklerini kullanarak kristal yapının örgü parametreleri, düzlemler arası uzaklıkları ve ortalama tanecik boyutları gibi parametreler hesaplanıp çizelge şeklinde sunuldu.

SEM görüntüleme, filmlerin yüzeyinin 5000X kat büyütülmeleriyle elde edilen görüntüler bir arada verilmiş ve aralarındaki farkların karşılaştırılması neticesinde PRP' li numunelerin daha kaliteli yüzey görüntüsüne sahip olduđu belirlendi.

EDX verileri, SEM görüntülerinin tam orta kısımlarından alınarak elde edildi ve elde edilen % Cr değeri, PRP' li numunelerde Cr içeriğinin daha fazla olduđu saptandı. FITR analizinde numunelerin ayrı ayrı ve karşılaştırmalı grafikleri verilip, grafikler arasında benzerlikten dolayı her numunenin aynı içeriğe sahip olduđu belirlendi. Bunun dışında, grafiğin bazı kısımları numaralandırılıp tekabül ettiđi bağ

yapıları tablo şeklinde verildi. 450-550 cm^{-1} arası bölgede nikel-oksit (NiO) ve krom-oksit (CrO) yapılarına rastlanıldı.

UV-Görünür Işık spektroskopisiyle alınan ölçümler, numunelerin metalik parlaklıkta olması neticesiyle yüksek yansıtıcı özellik sergilediğini göstermektedir. Şekil 4.12' de görüldüğü gibi bir miktar soğurma özelliği gösteren filmler için, sabit potansiyel ile kaplanan numunelerin PRP tekniğiyle kaplanan numunelere nispeten daha soğurucu özellikte olduğundan bahsedilebilir.

Korozyon ölçümleri Tafel ekstrapolasyon yöntemi ile gerçekleştirildi. Elde edilen veriler neticesinde çizilen polarizasyon eğrilerinden yola çıkarak numunelere ait korozyon potansiyeli ve korozyon akım yoğunlukları belirlendi ve bir çizelge şeklinde bu çalışmaya eklendi. Bulgular PRP' li numunelerin korozyon potansiyelinin sıfıra daha yakın olduğunu göstermesine karşılık, aynı durumun korozyon akım yoğunluğu söz konusu olduğunda geçerli olmadığını gösterdi. Korozyon akım yoğunluğu değerleri sabit potansiyelli numunelerde daha küçük değerlere sahiptir. Böylece sabit potansiyelli numunelerin korozyona karşı daha dirençli olduğu belirlendi.

KAYNAKLAR

- Abbas, A. 2000.** Solchrome Solar Selective Coatings an Effective Way for Solar Water Heaters Globally. *Pergamon*, 19: 145-154.
- Adelkhani, H., Asrhadi, M., R. 2009.** Properties of Fe-Ni-Cr Alloy Coatings by Using Direct and Pulse Current Electrodeposition. *Elsevier*, 476: 234-237.
- Alper, M. 1995.** Electrodeposited Magnetic Supperlattices. Ph. D. Thesis (unpublished), University of Bristol, 1-62
- AL-Obaidi, O., H., S., Musa, T., M., Al-jibouri, M., N. 2013.** Preparation Characterization and Kinetic Study of Metal Complexes Derived from N₅ Acyclic Ligand. *African Journal of Chemistry Education*, 1: 1-7.
- Aydođan, Ő. 2015.** Katihal Elektroniđi. Nobel Akademik Yayıncılık Eđitim Danıřmanlık Tic. Ltd. Őti, Ankara, 244 s.
- Bard, A. J., Faulkner, L. R. 2001.** Electrochemical Methods Fundamentals and Applications (2. ed.). John Wiley & Sons, New York, 833 pp.
- Bettotti, P. 2014.** Hybrid Materials for Integrated Photonics. *Hindawi*, 2014: 1-24.
- Chandra, S., Kumar, A., Tomar, K., P. 2011.** Synthesis of Ni Nanoparticles and Their Characterizations. *Journal of Saudi Chemical Society*, 18: 437-442.
- Cullity, B. D. 1978.** Elements of X-Ray Difrraction (2. ed.). Addison-Wesley, London, 555 pp.
- Dudziak, T., Witkowska, M., Ratuszek, W., Chruscie, K. 2017.** XRD Phase Investigations of Steam Oxidized Fe and Ni Rich Cr Alloys. *Prace Instytutu Odlewnictwa*, 57: 265-276.
- Durlu, T. N. 1992.** Katihal Fiziđine Giriř (2. baskı). Set Ofset Ltd, Ankara, 313 s.
- El-Kemary, M., Nagy, N., El-Mehasseb, I. 2013.** Nickel Oxide Nanoparticles: Synthesis and Spectral Studies of Interractions with Glucose. *Elsevier*, 16: 1747-1752.
- Erkoç, Ő. 2014.** Nanobilim ve Nanoteknoloji. ODTÜ Geliřtirme Vakfı Yayıncılık ve İletiřim A.Ő., Ankara, 113 s.
- Gou, J., Wang, J., Li, W., Gu, D., Jiang, Gou, J., Wang, J., Li, W., Gu, D., Jiang, Y. 2015.** Study on Optical Properties of Nanostructured NiCr Film Prepared by Magnetron Sputtering and RIE for Terahertz Applications. *Springer*, 36: 838-844.

- Gürü, M., Yalçın, H. 2010.** Elektrokimya ve Uygulamaları. Palme Yayıncılık, Ankara, 272 s.
- Hymavathi, B., Kumar, B., R., Rao, T., S. 2015.** Investigations on Physical Properties of Nanostructure Cr Doped CdO Thin Films for Optoelectronic Applications. *Elsevier*, 10: 285-291.
- Jaswal, V., S., Arora, A., K., Kingler, M., Gupta, V., D., Singh, J. 2014.** Synthesis and Characterization of Chromium Oxide Nanoparticles. *Oriental Journal of Chemistry*, 30: 559-566.
- Kim, K., T., Jung, I., S., Mah, J., P., Sohn, K., R. 2005.** Investigation of the Fiber-to-Planar Waveguide Coupler as a Sensor for Measuring the Optical Properties of Metal Films. *Elsevier*, 117: 82-87.
- Köksal, F., Köseoğlu, R. 2014.** Nanobilim ve Nanoteknoloji. Nobel Akademik Yayıncılık Eğitim Danışmanlık Tic. Ltd. Şti, Ankara, 368 s.
- Kumar, M., V., Muthulakshmi, S., Paulfrit, A., A., Pandiarajan, J., Jeyakumaran, N., Prithivikumaran, N. 2014.** Structural and Optical Behaviour of Thermally Evaporated p-Type Nickel Oxide Thin Film for Solar Cell Applications. *ChemTech*, 6 : 5174-5177.
- Li-jian, X., Zhu-ging, G., Jian-xin, T., Quan-guo, H., Nong-yue, H., Jing-jing, D. 2007.** Ni-Cr Alloy Electrodepositing Technology on Fe Substrate and Coating Performance. *Springer*, 14: 181-185.
- Lin, K.L., Hsu, I. M., Chang, J. T. 1992.** Elektroplating of Ni-Cr on Steel with Pulse Plating. *ASM International*, 1: 359-362.
- Marchetti, L., Perrin, S., Wouters, Y., Martin, F., Pijolat, M. 2010.** Photoelectrochemical Study of Nickel Base Alloys Oxide Films Formed at High Temperature and High Pressure Water. *Elsevier*, 55: 5384-5392.
- Munajad, A., Subroto, C., Suwarno. 2018.** Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy Analysis of Transformer Paper in Mineral Oil-Paper Composite Insulation under Accelerated Thermal Aging. *Energies*, 364: 1-12.
- Rahman, M., T., Mireles, K., Chavez, J., J., G., Wo, P., C., Marcial, J., Kessler, M., R., McCloy, J., Ramana, C., V., Panat, R. 2017.** High Temperature Physical and Chemical Stability and Oxidation Reaction Kinetics of Ni-Cr Nanoparticles. *The Journal of Physical Chemistry*, 121: 4018-4028.
- Say, R., Uysal, Ü. D., Şahin, M., Diltemiz, S. E., Özcan, A., Ersöz, A., Özcan, A.A., Şahin, Y. 2009.** Analitik Kimya (1. baskı). Anadolu Üniversitesi Web – Ofset Tesisleri, Eskişehir, 247 s.

Serway, R. A., Beichner, R. J. 2011. Fen ve Mühendislik İçin Fizik Elektrik ve Manyetizma – Işık ve Optik 2 (5. baskı). Palme Yayıncılık, Ankara, 1243 s.

Skoog, D. A., Holler, F. J., Nieman, T. A. 1998. Enstrümantal Analiz İlkeleri (1. baskı). Bilim Yayıncılık, Ankara, 849 s.

Surviliene, S., Cesuniene, A., Juskenas, R., Selskiene, A., Bucinskiene, D., Kalinauskas, P., Juskevicius, K., Jurevicius, I. 2014. The use of trivalent chromium bath to obtain a solar selective black chromium coating. *Applied and Surface Science* , 305: 492-497.

Şafak, M. 2005. Co/Cu Alaşım Filmlerinin Elektrodpozisyonu ve Özelliklerinin İncelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi*, UÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Bursa.

Tharamani, C., N., Murulidharan, V., S., Mayanna, S., M. 2007. Deposition and Dissolution of Cr-P Alloy: A Cyclic Voltammetric Approach. *International Journal of Electrochemical Science*, 2: 734-746.

Whaley, R., D., Dagenais, M., Datta, M. 2002. Design and Fabrication of Thin Film Resistive Heaters for Hybrid Optoelectronic Packaging. *IEEE Transactions on Advanced Packaging*, 25: 495-502.

Zeren, M. A. 1999. Elektrokimya. Birsen Yayınevi Ltd. Şti, İstanbul, 374 s.

Zhang, Y., Peng, ., Wang, F. 2004. Development and Oxidation at 800 °C of a Novel Electrodeposited Ni-Cr Nanocomposite Film. *Elsevier*, 58: 1134-1138.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Zafer GÜLTEKİN
Doğum Yeri ve Tarihi : Bursa – 17.03.1988
Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim Durumu
Lise : Bursa Çınar Lisesi (2005)
Lisans : Bursa Uludağ Üniversitesi (2016)

Çalıştığı Kurum/Kurumlar :
Oyak Renault Otomobil Fabrikaları A.Ş. (Operatör)
Bursa Teknik Üniversitesi (Öğretim Elemanı)
Bursa Uludağ Üniversitesi (Araştırma Görevlisi)

İletişim (e-posta) : zafergultekin@uludag.edu.tr
zafergultekin1@gmail.com