

**T.C.  
YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERDE TAKVİYE MALZEMESİNİN  
YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ**

**GÖKÇE SEZEN**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
MALZEME PROGRAMI**

**DANIŞMAN  
PROF. DR. SİBEL DAĞLILAR**

**İSTANBUL, 2018**

**T.C.**  
**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERDE TAKVİYE MALZEMESİNİN**  
**YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ**

Gökçe SEZEN tarafından hazırlanan tez çalışması 19.06.2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

**Tez Danışmanı**

Prof. Dr. Sibel DAĞLILAR  
Yıldız Teknik Üniversitesi

**Jüri Üyeleri**

Prof. Dr. Sibel DAĞLILAR  
Yıldız Teknik Üniversitesi

Dr. Öğr. Üyesi Işıl KERTİ  
Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Faik Nüzhet OKTAR  
Marmara Üniversitesi



Bu çalışma, Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü' nün 2017-07-02-YL01 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

## ÖNSÖZ

---

Bu çalışmanın tüm aşamalarında yakın ilgisi ve yönlendirici önerileri ile katkıda bulunan başta tez danışmanım ve değerli hocam Prof. Dr. Sibel DAĞLILAR olmak üzere, çalışmalarımın her safhasında desteğini yakından hissettiğim değerli hocam Dr. Öğr. Gör. Işıl KERTİ'ye teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım. Çalışma süreci boyunca her türlü yardımı esirgemeyen değerli arkadaşlarım Metalurji ve Malzeme Yük. Müh. Tuğba Selcen ATALAY ve deneysel çalışmalarımda yardımları için Dr. Müh. Ayfer Kılıçarslan ŞAHİN'e teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Çalışmalarım esnasında kaynak ve fikir alışverişinde bulunduğum tüm arkadaşlarıma ve hayatımın her anında olduğu gibi yüksek lisans sürecinde de desteklerini esirgemeyen İter URUN, Belde PATİR'a; eğitim hayatımın her anında maddi manevi sonsuz emeklerini sunan, her daim bu gururu ve mutluluğu gözlerinde hissettiğim aileme sonsuz teşekkürler.

Mayıs, 2018

Gökçe SEZEN

## İÇİNDEKİLER

	Sayfa
SİMGE LİSTESİ .....	vii
KISALTMA LİSTESİ .....	viii
ŞEKİL LİSTESİ.....	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
ÖZET.....	xii
ABSTRACT .....	xiv
<b>BÖLÜM 1</b>	
GİRİŞ.....	1
1.1    Literatür Özeti .....	1
1.2    Tezin Amacı .....	4
1.3    Hipotez .....	5
<b>BÖLÜM 2</b>	
METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELER .....	6
2.1    MMK Malzemelerde Kullanılan Matris Malzemeleri .....	8
2.2    MMK Malzemelerde Kullanılan Takviye Malzemeleri .....	8
2.2.1    Partikül Takviyeli MMK Malzemeler .....	9
2.2.1.1    Silisyum Karbür (SiC) .....	10
2.3    Matris Malzemeleri ile Takviye Elementi Arasındaki Arayüzey Bağı .....	10
2.4    MMK Malzemelerde Islanabilirlik Davranışı .....	12
2.4.1    Al-SiC Kompozitlerde Islanabilirliğin Önemi .....	13
2.4.2    Islanabilirliği İyileştirme Yöntemleri .....	14
<b>BÖLÜM 3</b>	
AKIMSIZ NİKEL KAPLAMALAR .....	15
3.1    Akımsız Nikel Kaplama Türleri .....	16

3.1.1	Akımsız Nikel Fosfor Kaplamalar .....	17	
3.1.2	Akımsız Nikel Bor Kaplamalar .....	17	
3.1.3	Akımsız Ni-P ve Ni-B Kaplamaların Karşılaştırılması .....	18	
3.1.4	Kaplama Banyosu Bileşenleri.....	18	
3.1.4.1	Nikel İyon Kaynağı.....	19	
3.1.4.2	İndirgeyiciler .....	19	
3.1.4.2.1	Sodyum hipofosfit ( $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).....	20	
3.1.4.2.2	Sodyum borhidrür ( $\text{NaBH}_4$ ) .....	20	
3.1.4.2.3	Hidrazin ( $\text{H}_2\text{N-NH}_2$ ) .....	21	
3.1.4.2.4	Dimetilamin boron (DMAB).....	21	
3.1.4.3	Kompleks Oluşturucular.....	21	
3.1.4.4	Tamponlayıcılar.....	22	
3.1.4.5	Çözelti Sıcaklığı.....	22	
3.1.5	SiC Partiküllerinin Akımsız Nikel Yöntemi ile Kaplanması .....	22	
<b>BÖLÜM 4</b>			
<b>DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....</b>			<b>24</b>
4.1	Deneylerde Kullanılan Malzemeler.....	24	
4.2	Deneylerde Kullanılan Cihazlar .....	25	
4.3	Deneyin Yapılışı .....	27	
4.3.1	Partikül Yüzeyine Uygulanan Ön İşlemler.....	28	
4.3.2	Kaplama Prosesi.....	29	
4.3.2.1	Ni-P Kaplama.....	30	
4.3.2.2	Ni-B Kaplama.....	30	
4.3.2.3	Yapılan Hesaplamalar.....	31	
4.4	Numunelerin Hazırlanması ve Karakterizasyon .....	34	
<b>BÖLÜM 5</b>			
<b>DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA .....</b>			<b>35</b>
5.1	Ni-P Kaplama.....	35	
5.2	Ni-B Kaplama.....	46	
<b>BÖLÜM 6</b>			
<b>SONUÇLAR VE ÖNERİLER .....</b>			<b>58</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>			<b>60</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>			<b>65</b>

## SİMGE LİSTESİ

---

nm	Nanometre
d	Özgül ağırlık
g	Gram
l	Litre
dk	Dakika
ml	Mililitre
T	Sıcaklık
°C	Derece (Santigrat)
μ	Mikrometre γ
γ	Yüzey enerjisi
γ <sub>kb</sub>	Katı buhar ara yüzey enerjisi
γ <sub>ks</sub>	Katı sıvı ara yüzey enerjisi
γ <sub>sb</sub>	Sıvı buhar ara yüzey enerjisi
Mpa	Mega pascal
Θ	Islatma açısı

## KISALTMA LİSTESİ

---

Al-MMK	Alüminyum Metal Matrisli Kompozit
B <sub>4</sub> C	Bor Karbür
EDS	Enerji Dağılımı Spektrometresi
MMK	Metal Matrisli Kompozit
Ni-B	Nikel Bor
Ni-P	Nikel Fosfor
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SiC	Silisyum Karbür



## ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2. 1 Kristal kafes yapıları.....	8
Şekil 2. 2 Bir sıvının katı altlık üzerinde yayılması.....	12
Şekil 2. 3 Sıvı damlatma metoduna göre ıslanabilirlik davranışı.....	13
Şekil 3. 1 Akımsız nikel kaplama ile elektrolitik nikel kaplama arasındaki fark .....	16
Şekil 3. 2 Sodyum hipofosfitin molekül yapısı .....	20
Şekil 3. 3 Sodyum borhidrürün molekül yapısı .....	20
Şekil 3. 4 Hidrazin molekül yapısı.....	21
Şekil 3. 5 Dimetilamin boron molekül yapısı.....	21
Şekil 3. 6 Akımsız nikel kaplama banyosu işlem adımları .....	23
Şekil 3. 7 Akımsız nikel fosfor kaplanmış SiC partiküllerinin SEM görüntüleri.....	23
Şekil 4. 1 SiC tozu .....	24
Şekil 4. 2 SiC malzemesinin SEM görüntüsü ve partikül boyut dağılım grafiği .....	25
Şekil 4. 3 Akımsız nikel kaplamanın yapıldığı manyetik karıştırıcı .....	25
Şekil 4. 4 Kaplama banyosunun pH'ının kontrol edildiği pH metre .....	26
Şekil 4. 5 Numunelerin ve çözeltilerin hazırlanmasında kullanılan hassas terazi.....	26
Şekil 4. 6 Nikel kaplanan partiküllerin kurutulmasında kullanılan etüv .....	26
Şekil 4. 7 Ön İşlem ve Kaplama adımlarının şematik olarak gösterimi .....	28
Şekil 4. 8 Yüzey aktivasyonu ön işlem kademeleri.....	28
Şekil 4. 9 Akımsız kaplama banyosunun şematik gösterimi .....	29
Şekil 4. 10 Numunelerin karakterizasyonunda kullanılan SEM cihazı .....	34
Şekil 5. 1(a) Ni <sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk 500 nm kaplanmış olan SiC partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü. 36	36
Şekil 5. 1(b) Ni <sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk 500 nm kaplanmış olan SiC partiküllerinin EDS analizi .....	36
Şekil 5. 2(a) Ni <sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk 500 nm kaplanmış olan SiC partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü. 37	37
Şekil 5. 2(b) Ni <sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk 500 nm kaplanmış olan SiC partiküllerinin EDS analizi .....	37
Şekil 5. 3 Ni <sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk 500 nm kaplanmış olan SiC partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü.....	38
Şekil 5. 4 Ni <sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk 500 nm kaplanmış olan SiC partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü.....	39



## ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2. 1 MMK Malzemelerin Tek Fazlı Metal Malzemelere Göre Avantajları .....	7
Çizelge 2. 2 MMK Malzemelerin Tek Fazlı Metal Malzemelere Göre Dezavantajları.....	7
Çizelge 2. 3 MMK Malzemeler için Literatürde Kullanılan Takviye Malzemeleri .....	9
Çizelge 2. 4 Silisyum karbürün Tipik Özellikleri.....	10
Çizelge 3. 1 Akımsız Nikel Banyolarında Kullanılan Ni <sup>2+</sup> Kaynakları ve % Ni Oranları....	19
Çizelge 4. 1 Akımsız Ni-P Kaplama Banyosu Bileşenleri.....	30
Çizelge 4. 2 Akımsız Ni-B Kaplama Banyosu Bileşenleri.....	30
Çizelge 4. 3 Teorik Hesaplamalar Sonucu Oluşturulan Ni-P Kaplama Deney Setleri.....	33
Çizelge 4. 4 Teorik Hesaplamalar Sonucu Oluşturulan Ni-B Kaplama Deney Setleri.....	33
Çizelge 5. 1 500 nm Hedef Kaplama Kalınlığı İçin Oluşturulan Ni-P Deney Setleri.....	35
Çizelge 5. 2 300 nm Hedef Kaplama Kalınlığı İçin Oluşturulan Ni-P Deney Setleri.....	40
Çizelge 5. 3 100 nm Hedef Kaplama Kalınlığı İçin Oluşturulan Ni-P Deney Setleri.....	43
Çizelge 5. 4 500 nm Hedef Kaplama Kalınlığı İçin Oluşturulan Ni-B Deney Setleri.....	46
Çizelge 5. 5 300 nm Hedef Kaplama Kalınlığı İçin Oluşturulan Ni-B Deney Setleri.....	51
Çizelge 5. 6 100 nm Hedef Kaplama Kalınlığı İçin Oluşturulan Ni-B Deney Setleri.....	54

## METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERDE TAKVİYE MALZEMESİNİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İYİLEŞTİRİLMESİ

Gökçe SEZEN

Metalurji ve Malzememe Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Sibel DAĞLILAR

Bu çalışma, metal matrisli kompozit malzeme üretimi sırasında sıvı metal ve seramik partiküller arasındaki düşük ıslanma davranışını iyileştirmeyi amaçlamaktadır. Silisyum karbür (SiC) gibi seramik partiküller, kompozit malzemeler için takviye olarak kullanılabilirlikleri nedeniyle büyük ilgi görmektedir. Akımsız (elektroliz) nikel kaplama tekniği seramik partiküllerin yüzey özelliklerinin iyileştirilmesi için mükemmel bir işlemdir. Bununla birlikte partiküllerin zayıf ıslanabilirliği, metal matrisli kompozit malzeme üretiminin en büyük dezavantajlarından biridir. Bu sebeple, seramik takviyeli metal matrisli kompozit malzemelerde seramik partiküller ve metal alt tabakalar arasındaki ıslanma özelliğini geliştirmek için çeşitli yöntemler araştırılmıştır. Bu yöntemler arasında, seramik partiküllerin yüzey özelliklerini geliştirilmesi için akımsız nikel kaplama yöntemi etkili bir yöntemdir. Bu çalışmada otokatalitik kaplama yöntemi ile hipofosfit ve borohidrid banyosu kullanılarak SiC partikülleri Ni-P ve Ni-B kaplanmıştır. Katalitik özelliklerin sağlanması için SiC tozları duyarlı hale getirilmiş ve aktive edilmiştir. Partikül yüzeylerine uygulanan ön işlemlerden sonra iki farklı nikel iyonu kaynağından (nikel klorür, nikel sülfat) elektroliz nikel kaplama gerçekleştirilmiştir. Kaplanmış tozların morfolojileri taramalı elektron mikroskobu ile karakterize edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre,  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  bileşimine oranla,  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$  bileşiminde  $Ni^{2+}$  iyonu ile gerçekleşen Ni-P kaplamasında daha kuvvetli ara yüzey bağı ve daha üniform yapı elde edilmiştir. Ni-B kaplamasında ise SiC yüzeyinde daha kaliteli ve sürekli kaplama tabakası elde edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** akımsız kaplama, silisyum karbür, sodyum hipofosfit, sodyum borohidrid



**ALTERING THE SURFACE PROPERTIES OF THE REINFORCEMENT  
ELEMENTS IN METAL MATRIX COMPOSITE MATERIALS**

Gökçe SEZEN

Department of Metallurgy and Materials Engineering

MSc. Thesis

Adviser: Prof. Dr. Sibel DAĞLILAR

This present work is focused on studying to improve low wetting behaviour between liquid metal and ceramic particles. Ceramic particles such as silicon carbide (SiC) have attracted great attention because of their usability as reinforcement for composite materials. Autocatalytic (electroless) nickel deposition is an excellent process for the enhancement of surface properties of ceramic particles. However poor wettability of particles is one of the major drawbacks of metal matrix composite production. Various methods have been studied to enhance the wetting properties between ceramic materials and metal substrates during ceramic reinforced metal matrix composites. Among these methods autocatalytic nickel deposition is a unique process for the enhancement of the surface properties of ceramic particles. In this study, deposition of nickel–phosphorus (Ni-P) and nickel–boron (Ni-B) layer on SiC particles by way of autocatalytic plating in hypophosphite and borohydride baths was investigated. SiC powders were sensitised and activated respectively in order to ensure catalytic properties. Electroless nickel coating was performed from two different nickel ion sources (nickel chloride, nickel sulfate) following the pretreatments of particle surfaces. Coated powder morphologies were characterised by scanning electron microscopy. The results showed that a better uniformity and bonding were obtained for Ni-P coatings with the  $Ni^{2+}$  source of  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$  as compared to  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ . For Ni-

B coatings, the Ni<sup>2+</sup> source of NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O has provided better quality and continuous coating layer on SiC surfaces.

**Keywords:** Electroless coating, silicon carbide, natrium hypophospite, natrium borohydride



#### 1.1 Literatür Özeti

Silisyum karbür yüksek dayanım, mükemmel sertlik, aşınma ve korozyon direnci nedeniyle Fe-, Al- ve Mg- gibi metal matrisli kompozit malzemeler için en önemli takviye malzemelerinden biridir [1],[2]. Kovalent bağlı SiC seramik tozları bu üstün mekanik özelliklerine ve stabil kimyasal özelliklerine rağmen Al, Ti, Fe ve Mg gibi bileşiklerle oluşturduğu kompozitlerde matris takvize fazı arasında kolaylıkla ortaya çıkan reaksiyonlar nedeniyle oluşturulan kompozit malzemelerin performansı kötü etkilenebilmektedir [3]. SiC partiküllerinin termal, mekanik ve kimyasal özellikleri bu malzemelerin uygulamalarının sıklıkla çalışılmasına neden olduğu gibi bu malzemeleri gelecekteki havacılık uzay ve nükleer uygulamalar için en başarılı aday haline getirmektedir [4],[5]. Silisyum karbür bu uygulama alanlarının yanında metal matrisli kompozit malzeme üretiminde takviye malzemesi olarak da sıklıkla kullanılmaktadır [6],[7]. Ancak özellikle döküm yoluyla üretilen metal matrisli kompozit malzemeler için ergimiş metal matris ile katı seramik takviye malzemesi arasındaki kötü ıslanabilirlik davranışı hala büyük bir önem teşkil etmektedir [8],[9]. Matris takviye ara yüzey bağı kuvvetlendirmek amacıyla son zamanlarda Toptan vd. kimyasal sıvı-buhar reaksiyonu [10], Ferguson ve Hakim vd. atomik katman biriktirme [11],[12],[13], Liu vd. püskürtmeli kurutma [14], Yang vd. hidrotermal yöntem [15], Jiang vd. çekirdek büyümesi [16] ve Kılıçarslan vd. akımsız kaplama [17],[18] gibi çeşitli yöntemlerle takviye malzemesinin yüzey modifikasyonu sağlanmaya çalışılmıştır. Bu yöntemler sıvı metal-takviye malzemesi arasındaki ıslanabilirlik davranışını iyileştirmenin yanı sıra takviye malzemenin manyetik, kimyasal ve elektriksel özelliklerini de iyileştirmektedir.



Bu yöntemler içinde en etkili olanı akımsız kaplama tekniği olarak kabul edilmektedir [19].

Metal kaplı seramik partiküller, bir seramik çekirdeğe ve metalik kabuğa sahip kompozit tozlar olarak tanımlanabilir. Bu partiküllerin elektriksel, kimyasal ve manyetik özellikleri kaplanmamış seramik tozlar ile karşılaştırıldığında daha üstün olduğu gibi aynı zamanda kaplanmamış partiküllere göre ıslanabilirlik davranışları da daha yüksektir. Ergimiş metal ile kaplanmamış seramik partikülleri arasındaki zayıf ara yüzey bağı düşük ıslanma davranışının bir sonucudur. Metalik nikel veya bakır kaplamaları ile matris içerisindeki takviye malzemesinin ıslanabilirliğinin artırılması böylece matris-takviye arasında kuvvetli bir bağ oluşumu sağlanmaktadır [20]. Takviye malzemesi kaplama yöntemleri içinde en etkili teknik düşük maliyeti, kolay kontrol edilebilirliği ve yüksek miktarda üretilebilme kolaylığı bakımından akımsız nikel kaplama tekniğidir. Zhu vd. yaptıkları çalışmalarda akımsız nikel kaplama tekniği ile metalik nikel ile kaplanan SiC partiküllerinin meydana gelen ara yüzey reaksiyonlarına karşı zayıf ıslanma davranışlarında olumlu sonuçlar elde edildiği gözlemlenmiştir [1],[21].

Akımsız nikel kaplama tekniğinin tercih edilmesinin bir diğer nedeni yüksek sünekliliği, kayganlığı ve mükemmel elektriksel özelliğidir [22]. Akımsız nikel kaplama, metal yüzeyinde nikel iyonlarının bir indirgeyici etkisi ile nikel metaline dönüşmesi esasına dayanır. Elektrik akımı kullanılmadan nikel iyonlarının oto katalitik kimyasal indirgeme yöntemi ile elde edilerek metal yüzeyine kaplama işlemine de “akımsız nikel kaplama” denir [23]. Akımsız nikel kaplama tekniği ile kullanılan redükleyici türüne bağlı olarak Ni-P, Ni-B veya saf nikel kaplamalar elde edilebilmektedir [24]. Balaraju ve Hea yaptıkları çalışmalarla akımsız nikel-fosfor kaplamalar nikel-bor kaplama ile karşılaştırıldığında düşük maliyetleri ve indirgeyici ajan olarak kullanılan sodyum hipofosfitin en güçlü redükleyici ajan olması nedeniyle uygulamada daha çok tercih edildiğini öne sürmüşlerdir [24],[25]. İndirgeyici ajan olarak hipofosfit yaygın olarak tercih edilse de nikel kaplamanın içerisinde fosfor ihtiva etmesi nedeniyle nikel-bor ile karşılaştırıldığında onu en cazip redükleyici ajan yapmamaktadır. Sodyum borhidrid akımsız nikel-bor kaplamalar için en güçlü indirgeyici ajan olarak kabul edilmektedir [26].

Zhu vd. [22] B<sub>4</sub>C partiküllerinin akımsız Ni-B kaplanması ile ilgili çalışmalarında indirgeyici ajanın ilave hızının etkisini araştırmıştır. Zhu vd., tek seferde ve çok hızlı indirgeyici ajan ilavelerinde Ni-B tabakasının çok hızlı oluştuğunu ve B<sub>4</sub>C partiküllerinin aglomerasyonuna neden olduğunu belirtmiştir. Bununla birlikte Zhu vd.'nin çalışması redükthanın tek seferde ilavesinin bazı partikül yüzeylerinde daha yoğun kaplamaları oluşturduğunu; redükthan, zamana bağlı olarak nispeten yavaş hızlarda ilave edildiğinde daha homojen kaplamaların elde edildiğini göstermiştir. Ne var ki, Zhu vd. çalışmalarını kompleks yapıcı ajan olarak yalnızca NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sulu çözeltisi içeren akımsız banyoda gerçekleştirmiştir.

Chen vd. [46] yaptıkları çalışmada küçük silisyum karbür tozlarına elektrik akımsız nikel kaplama yöntemini uygulamışlardır. Kaplama sonrası EDS ile yapılan analizlerde nano boyuttaki SiC partiküllerinin davranışlarında akımsız nikel kaplamanın önemli bir etkisinin olduğunu görmüşlerdir. Akımsız nikel kaplama sonucunda küçük karbürlerin Geçirimli Elektron Mikroskopunda atomik yapılarını incelemişlerdir. Kaplanmış silisyum karbür (SiC) partiküllerinin çok sıkı olduğunu görmüşlerdir.

Kretz vd. [1] çalışmalarında alüminyum matrisli kompozitler için 8, 14 ve 70 mikron boyutlarındaki SiC partiküllerini akımsız Ni-P kaplamasını çalışmışlardır. Kaplama işlemi ile SiC partiküllerinin aşınma dayanımlarının arttığını ortaya koymuşlardır. Partikül dağılımına Ni-P kaplama ile takviye fazı güçlendirilmiş kompozitlerin takviye fazına herhangi bir yüzey iyileştirme işlemi uygulanmamış numuneler arasında önemli bir fark olmadığını belirtmiştir.

Zhu vd. [53] yaptıkları çalışmada, bor karbür partikülleri üzerine Ni-B'un otokatalitik kaplama yöntemiyle kaplanmasını araştırmışlardır. Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O, indirgeyici ajan olarak NaBH<sub>4</sub> kullanan Zhu vd. partikül yüzeylerini başarılı bir şekilde Ni-B kaplamışlardır. Kullanılan B<sub>4</sub>C partiküllerinin boyutu yaklaşık olarak 2 mikron mertebesinde olmakla birlikte Ni-B kaplamanın kalınlığının da Ni<sup>2+</sup>:B<sub>4</sub>C oranının ayarlanmasıyla değişebildiğini görmüşlerdir.

Toptan vd. [37] hacimsel olarak %5-15 arasında değişen miktarlarda bor karbürü döküm yöntemi ile alüminyuma karıştırmıştır. Farklı boyutlardaki borkarbür tozları, 800 ve 920 °C'de ergimiş alüminyum içerisine katılarak döküm yapılmıştır. Bu çalışmada diğer çalışmalardan farklı olarak K<sub>2</sub>TiF<sub>6</sub> kullanılması ile B<sub>4</sub>C ile alüminyum ara

yüzeyinde istenmeyen fazların oluşması engellenmiş, ıslatabilirlik davranışı artırılmış ve homojen dağılım sağlanmıştır. Ayrıca 10 mikrondan küçük B<sub>4</sub>C tozları ile 20 mikron ve daha büyük B<sub>4</sub>C tozlarını karşılaştırıldığında, 20 mikron ve daha büyük B<sub>4</sub>C tozlarının kullanıldığı kompozitlerde daha homojen bir dağılım tespit edilmiştir. İlerleyen çalışmalar sonucunda, %5 ve %10 takviye oranlarında, ıslatma açısından olumlu sonuçlar alındığı, ne var ki %15 takviye oranına çıkıldığında, matris-takviye ara yüzeyinde ıslanmanın yeterli düzeylerde olamadığı görülmüştür.

Hashim vd. [8] alüminyum matris kompozit malzemenin karıştırılmalı döküm yöntemi ile üretiminde SiC partiküllerin ıslatabilirliği artırmak amacıyla yapılan bir çalışmada A359 matris alaşımını kullanılmıştır. Karıştırma yapılmadığında ıslatmanın gerçekleşmediği, magnezyum ilaveli sıvı faz karıştırmasında ise %30-40 oranında ıslatmanın arttığı, magnezyum ilaveli ve ısıl işlem görmüş SiC ile yapılan yarı katı faz karıştırma ise % 66-95 oranında ıslatmanın arttığı belirtilmiştir. Çalışmada mekanik karıştırmanın gerekliliği, alüminyuma %1 oranında Mg ilavesinin ıslatmayı artırdığı ve SiC'ün hacimsel oranının artması ile ıslatmayı düşürdüğü belirlenmiştir.

Zhang vd. [2] yoğunluğu 4,53 g/cm<sup>3</sup> ve 11 mikron çapında metal seramik karışımı Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> tozlarına akımsız bakır kaplama ile ilgili yayınlanan bir çalışmada, kaplama banyosunda; 18g/l CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O, 13ml/l HCHO, 7g/l NaOH, 24g/l EDTA, 15g/l C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>KNa·4H<sub>2</sub>O ve 30 mg/l 2,2-prime-bipyridly kullanmıştır. Kaplama banyosunun pH değeri 13 ve sıcaklığı 65 °C olarak belirlenmiştir. Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> tozları başarı ile Cu kaplanmıştır. Kaplama katmanı ile Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-Cu kompozitlerde ara yüzey adezyonunun arttığı tespit edilmiştir.

## 1.2 Tezin Amacı

Son bir kaç yılda akımsız nikel kaplama yönteminde metal matrisli kompozit malzemelerde takviye elemanının kaplanması altında yeni bir uygulama alanı doğmuştur. Özellikle seramik partikül takviyeli kompozitlerin matris takviye ara yüzeyini kuvvetlendirmek amacıyla takviye malzemesi akımsız kaplama yöntemiyle

kaplanabilmektedir. Bu teknikle kullanılan indirgeyici türüne bağı olarak Ni-B, Ni-P veya saf nikel kaplamalar elde edilebilmektedir.

Bu çalışma ile SiC seramik partikülleri iki farklı nikel iyon kaynağı kullanılarak çeşitli kaplama kalınlıklarında akımsız nikel kaplama yöntemi ile Ni-P ve Ni-B kaplanarak; kaplama morfolojisi, kaplama prosesleri ve kaplama mekanizmasını incelenmesi amaçlanmaktadır.

### **1.3 Hipotez**

Elde edilen sonuçlar doğrultusunda seramik takviye malzemesi olarak kullanılacak olan silisyum karbür'ün akımsız nikel kaplanması için optimum deney koşulları belirlenmeye çalışılacaktır. Bu doğrultuda metal matrisli kompozit üretiminde sıklıkla karşılaşılan matris takviye ara yüzey bağının ve ıslanabilirlik davranışının olumsuz etkilerinin önüne geçilmesiyle mekanik özellikleri iyileştirilmiş metal matrisli kompozit üretime katkı sağlanacaktır.

### METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELER

Metal matrisli kompozit malzemeler son yıllarda gelişmekte olan ve her geçen gün daha çok ilgi çeken malzemelerdir[27]. MMK malzemeleri çekici kılan özelliklerin başında mukavemetlerinin ve elastik modüllerinin yüksek olması, üstün kalite ve performans özelliklerinin yanında yoğunluklarının ve maliyetlerinin düşük olması gelmektedir. Buna karşılık içerdikleri takviye fazlar nedeniyle malzemenin sünekliliği ve tokluğu düşük olmaktadır [28],[29].

MMK malzemelerde matris olarak genellikle alüminyum ve alaşımlarının tercih edilmesinin yanında süper alaşımlar, magnezyum, demir ve titanyum da matris malzemesi olarak kullanılabilir [30]. Spesifik MMK uygulamalarında ise kurşun, bakır ve çinko alaşımları tercih edilmektedir. Üstün mekanik özelliklerinden dolayı alüminyum matrise sahip seramik partikül takviyeli MMK malzemeler mühendislik uygulamalarında çokça tercih edilmektedir.

Takviye fazı; kompozit içinde sürekli veya süreksiz fazlar olmak üzere iki şekilde yer alabilmektedir [31]. Süreksiz takviyeli kompozit malzemelerin üretim maliyeti sürekli fiber takviyeli kompozit malzemelere göre genel olarak daha düşüktür. Fakat süreksiz takviyeli kompozitler mekanik özellikleri bakımından sürekli fiber takviyeli kompozit malzemelere göre daha düşük performans göstermektedirler. Bu nedenle sürekli fiber takviyeli kompozit malzemeler ticari açıdan daha çok kabul görmektedir.

Alüminyum metal matrisli kompozit malzemeler toz metalurjisi, döküm, vorteks metodu, infiltrasyon ve in-situ gibi tekniklerle üretilebilmektedir. Ticari boyutta yapılan üretimlerde yüksek kalite beklentisi her zaman önemini korumaktadır. Bu nedenle

araştırma geliştirme faaliyetleri ile maliyeti düşürme çalışmaları özellikle otomotiv sektöründe kullanılan ürünler için günümüzde hala devam etmektedir. Çizelge 2.1 ve 2.2’de MMK malzemelerin tek fazlı metal ürünlerle karşılaştırıldığında ortaya çıkan bazı avantajları ve dezavantajları verilmiştir [30].

Çizelge 2. 1 MMK Malzemelerin Tek Fazlı Metal Malzemeler ile Karşılaştırıldığında Ortaya Konulan Avantajları [30]

<b>AVANTAJ</b>
Yüksek Mukavemet/Yoğunluk Oranı
Yüksek Rijitlik/Yoğunluk Oranı
Isıl Özellikler
Yorulma Dayanımı
Aşınma Direnci
Düşük Sürünme Direnci
Düşük Isıl Genleşme Katsayısı

Çizelge 2. 2 MMK Malzemelerin Tek Fazlı Metal Malzemeler ile Karşılaştırıldığında Ortaya Konulan Dezavantajları [30]

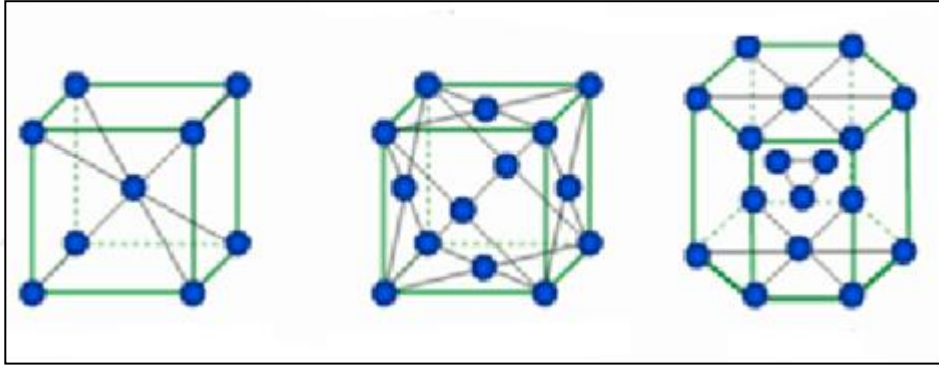
<b>DEZAVANTAJ</b>
Yüksek Maliyet
Sınırlı Servis hizmeti
Kompleks Üretim Tekniklerinin Gerekliliği
İleri Teknolojiye İhtiyaç Duyulması

## 2.1 MMK Malzemelerde Kullanılan Matris Malzemeleri

MMK malzemelerde çeşitli metaller ve bunların alaşımları matris malzemesi olarak kullanılabilir. Bu kompozitler ile monolitik alaşımlarla başarılabilen bir çok mekanik özelliğin sürekli veya süreksiz ikincil faz takviyesi ile elde edilmesi amaçlanmaktadır. Bu amaçla oluşturulan MMK malzemeler yüksek korozyon ve aşınma dayanımı, yüksek rijitlik ve yüksek ısı özelliklerine sahip olurlar. Bu nedenle düşük

yoğunluğa sahip ve ağırlıkça hafif olan metal veya alaşımları MMK kompozitlerde matris malzemesi olarak kullanılmaktadır [31],[32].

Malzemenin kullanılacağı ortam şartları ve malzemedeki beklenen mekanik özellik değerleri göz önüne alınarak hangi metalin tercih edileceğine, saf mı yoksa alaşımlanmış halde mi kullanılacağına karar verilmelidir. Matris malzemesi olarak genellikle yüzey merkezli kübik kristal yapıya sahip Al, Ni, Ag, Au ve Cu, hacim merkezli kübik kristal yapıya sahip olan Fe, V, Nb ve Cr ile hegzagonal kristal yapıya sahip olan Ti, Mg, Zn ve Cd kullanılmaktadır. Fakat bunlardan en yaygın olanı Al ve alaşımları, Ti ve Mg'dir. Matris malzemesi seçilirken takviye fazı ile olan uyumuna ve kullanılacak üretim tekniği ile üretilebilirliğine dikkat edilmelidir. Matris malzemesi olarak kullanılan çeşitli kristal yapıya sahip bu elementlerin kafes yapıları Şekil 2.1'de gösterilmektedir [30],[33].



Şekil 2. 1 Kristal kafes yapıları [30]

## 2.2 MMK Malzemelerde Kullanılan Takviye Malzemeleri

Kompozit malzemelerde takviye fazı olarak son yıllarda yüksek dayanımları nedeniyle seramik partiküller ve fiberlere olan talep plastik veya metal esaslı takviye malzemelerine göre daha fazladır. Kompozit malzemelerde takviye fazının asıl işlevi yükü taşıyan matrisin dayanımını ve rijitliğini arttırmaktır. Yükün matris fazından takviye fazına iletilebilmesi için matris ile takviye fazı arasındaki fiziksel ve kimyasal uyumun yüksek, ara yüzey bağının ise kuvvetli olması gerekmektedir. Takviye ile matrisin ısıl genleşme katsayıları arasındaki uyum kalıcı yapısal gerilmelerin meydana getirilmesi bakımından önem arz etmektedir. Takviye malzemeleri whiskerler (partiküller) ve fiberler olmak üzere iki ana gruba ayrılmaktadır. Fiberler ise kendi

içlerinde sürekli fiberler ve süreksiz fiberler olarak ikiye ayrılmaktadır [34]. Çizelge 2.3'de metal matrisli kompozit malzemelerde literatürde sıklıkla kullanılan takviye malzemeleri listelenmiştir [31].

Çizelge 2. 3 MMK Malzemeler için Literatürde Sıklıkla Kullanılan Takviye Malzemeleri [31]

Sürekli Fiberler	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , B, C, SiC, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , Nb-Ti, Nb <sub>3</sub> Sn
Süreksiz Fiberler ➤Viskerler ➤Kısa Fiberler	SiC, TiB <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiC, Karbon fiberler
Partiküller	SiC, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiC, B <sub>4</sub> C, WC

### 2.2.1 Partikül Takviyeli MMK Malzemeler

Partikül takviyeli MMK malzemeler, yüksek oranda izotropik özellik gösteren ve mikron boyutundaki partiküllerin matris malzemesi içinde dağılması ile elde edilen kompozitlerdir. Metalik matris malzemenin yüksek sıcaklıktaki mekanik özelliklerini, sertliğini ve aşınma direncini arttırmak için genellikle takviye malzemesi olarak oksit, karbür veya nitrür esaslı bileşiklerden yararlanılmaktadır. Partikül takviyeli MMK malzemeler değiştirilebilir mikroyapıları, düşük yoğunlukları ve yüksek mekanik özellikleri ile son yıllarda ilgi çekmektedir [28].

MMK malzemelerde takviye malzemeleri genellikle matris fazına göre daha yüksek mukavemete sahip, daha sert ve aşınma dayanımı daha yüksek malzemelerdir. Takviye malzemesi olarak en çok ileri teknoloji seramikleri (SiC, B<sub>4</sub>C, TiC, WC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vb.) tercih edilmektedir [31]. Özellikle Al matrisli MMK malzemelerde takviye fazı olarak en çok SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tercih edilmesinin yanı sıra çok daha yüksek mukavemete gerek duyulan askeri ve havacılık uygulamalarında maliyeti daha yüksek olmasına rağmen B<sub>4</sub>C'de kullanılmaktadır [28].

#### 2.2.1.1 Silisyum Karbür (SiC)

Silisyumkarbür doğada bileşik olarak bulunmamasına rağmen ana bileşenleri olan silisyum ve karbona doğada çokca rastlanılmaktadır [29]. SiC çok sert olup yüksek



aşındırma özelliğine ve çok yüksek sürünme dayanımına sahiptir. Termal genleşme katsayısının düşük olması nedeni ile termal iletkenliği çok yüksektir. Ana maddesi olan karbon bir soygaz olduğu için matris malzemesi ile kimyasal reaksiyona girmediğinden takviye elemanın bu mekanik özellikleri yüksek sıcaklık şartları altında da stabilitesini korumaktadır [35]. Bu nedenle metal matrisli kompozit malzemelerde takviye malzemesi olarak kullanılan SiC, metal matrisli kompozit malzemenin aşınma dayanımının ve mukavemetinin önemli ölçüde artmasına neden olmaktadır [30]. Çizelge 2.4’de Silisyum karbürün tipik özellikleri verilmiştir [35].

Çizelge 2. 4 Silisyum karbürün tipik özellikleri [35]

Karakteristikler	Değerler
Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	3,1-3,22
% SiC	97,8
% C	0,2-0,8
Eğme Mukavemeti (Mpa) Oda Sıcaklığında	400-410
Sertlik (Vickers)	3100
Renk	Siyah

### 2.3 Matris Malzemesi ile Takviye Elementi Arasındaki Arayüzey Bağı

İki fazın ara yüzey bağı oluşturması durumu fazlar arasındaki ara yüzeyin uyumluluğuna bağlıdır. Böyle bir durumda matris malzemesi ve takviye elemanın uygun seçimi ile ara yüzey bağının oluşturulması elde edilen kompozit malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesinde önemli rol oynar. Bu nedenle takviye elemanı ve matris malzemesinin elastik özellikleri arasındaki büyük farklar zaman zaman ara yüzey bağ kuvvetinin zayıf olmasına neden olmaktadır. Takviye fazının yüksek dayanım ve elastik modul gibi mekanik özelliklerinden kompozit malzemenin tamamında faydalanabilmek için ara yüzey bağ kuvvetinin yüksek olması çok önemlidir. Çünkü kompozit malzemenin mekanik özelliği takviye elemanı ile matrisin çekme dayanımı ve çekme

modülünden, aynı zamanda kimyasal kararlılıkları dolayısıyla oluşan ara yüzey bağının yeterince kararlı olmasından büyük ölçüde etkilenmektedir.

Ara yüzeyin kalitesi kompozit malzemenin kırılma tokluğuna, korozyona ve sulu çözeltilere karşı dayanımına olumlu katkı sağlamaktadır. Zayıf ara yüzey bağına sahip malzemeler genellikle düşük dayanım, düşük elastik modül ve yüksek tokluk gösteren malzemelerdir [34]. Bu mekanik özelliklerinden dolayı zayıf ara yüzey bağına sahip malzemelerde, çatlak ilerlemesi sırasında takviye elemanının matris fazından kolayca ayrılması durumu görülmektedir.

Seramik partikül takviyeli metal matrisli kompozit sistemlerinde kompozit malzemeye ait tüm özelliklerin büyük çoğunluğunun oluşan ara yüzey bağının mekanik özelliklerinden etkilenmesi literatürde bir çok araştırmacı tarafından incelenip kabul edilmiştir [27],[36],[37]. Kuvvetli bir ara yüzey yükün takviye elemanından matris malzemesine homojen bir şekilde dağıtılmasından ileri gelmektedir. Isıl genleşme, yorulma, kırılma tokluğu, rijitlik, sürünme, ısıl iletkenlik gibi özellikler de bu nedenle ara yüzey bağ yapısından etkilenmektedir. Takviye elemanı ile matris malzemesi arasındaki ara yüzey bağını oluşturmak için uygun kompozit üretim metodu ile matrisin takviye elemanları arasında homojen bir şekilde dağılmasını sağlamak gerekir. Bu durumda takviye elemanları matris malzemesi tarafından yüksek oranda ıslanarak boşluksuz bir kompozit üretimi sağlanabilir. Bu nedenle takviye elemanı ile matris malzemesinin üretim metodunun optimize edilmesi çok önemlidir. Ancak özellikle seramik partikül takviye elemanlarının ıslanabilirlik davranışı zayıf ve kompleks olduğundan metal matris tarafından kolaylıkla ıslatılamaz. Eğer sıvı metal katı takviye malzemesi ile etkileşime girer ise ara yüzeyde intermetalik faz oluşturur ve ara yüzey bağının kuvvetine olumsuz yönde etki eder [37],[38].

#### **2.4 MMK Malzemelerde Islanabilirlik Davranışı**

Malzeme bilimi ve mühendisliğinde metal matrisli seramik takviyeli kompozitlerin üretiminde matris ile takviye malzemesi arasındaki ara yüzey bağı büyük önem taşımaktadır. Bu kompozitlerin başarısı matris ile takviye fazı arasında oluşan ara yüzey bağı ile belirlenen ıslanabilirlik davranışına bağlıdır [39]. Özellikle Al-MMK malzemelerde takviye malzemesi olarak seramik esaslı partiküller kullanılması

durumunda bu partiküllerin sıvı alüminyum ile yeterince ıslatılmadığı görülmüştür. Islatılabilirlik davranışı katı yüzeyinde sıvının dağılma kabiliyeti olarak tanımlanır ve katı ile sıvı faz arasındaki temas açısını temsil etmektedir [40].



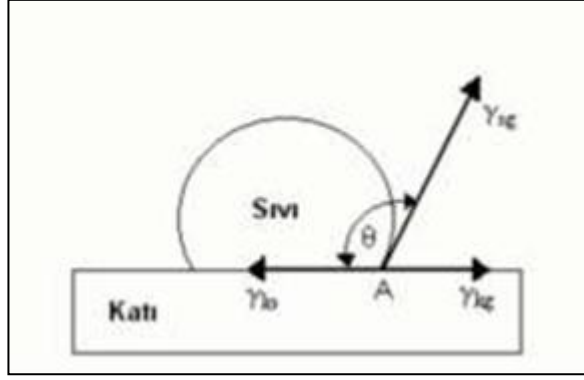
Şekil 2. 2 Bir sıvının katı altık üzerinde yayılması [39]

Şekil 2. 3’de katı seramik altık malzemesine sıvı metalin damlatılması sonucunda bu damlacığın ortaya çıkarmış olduğu geometri görülmektedir. Yüzey enerjileri ve ıslatma açısı arasındaki temel ilişki Thomas-Young eşitliği ile ifade edilir.

$$\gamma_{kb} = \gamma_{ks} + \gamma_{sb} \cos\theta \quad (2.1)$$

Burada  $\gamma_{kb}$  katı-buhar ara yüzey enerjisi,  $\gamma_{ks}$  katı-sıvı ara yüzey enerjisi,  $\gamma_{sb}$  sıvı-buhar ara yüzey enerjisi ve  $\theta$  ıslatma açısıdır. Eşitlik (2.1)’den görüldüğü gibi ideal bir ıslanma için, temas açısı ( $\theta$ ) = 0 olmalıdır. Yani katı yüzeyinin tamamı, sıvı tarafından kaplanmalıdır. Temas açısının  $\theta = 180^\circ$  olduğu durumlarda ıslatma gerçekleşmemektedir. Etkin bir ıslanma için katı-sıvı ara yüzey enerjisi ( $\gamma_{ks}$ ) düşük olmalı, sıvı metal yüzey gerilimi düşmeli ve temas açısı 90 dereceden düşük olmalıdır.  $\theta$ 'nın 90 dereceden düşük olmasını sağlamak için  $\gamma_{kb} - \gamma_{ks}$  değeri pozitif olmalıdır [40]. Bu durum aşağıdaki durumlar sağlandığında mümkün olabilmektedir;

- Katı-sıvı ara yüzey enerjisinin düşürülmesi
- Katı altlığın yüzey enerjisinin yükseltilmesi
- Sıvı metalin yüzey enerjisinin düşürülmesi [41],[42].



Şekil 2. 3 Sıvı damlatma metoduna göre ıslanabilirlik davranışı [37]

Şekil 2.4'de A noktasındaki temas açısı ve ara yüzey kuvvetleri verilmiştir. Islatmanın meydana gelebilmesi için ara yüzey bağ kuvvetinin sıvının yüzey gerilimine üstün gelmesi gerekmektedir [36]. Son yıllarda yapılan araştırmalar takviye fazına uygulanacak çeşitli metalik kaplama teknikleri ile seramik fazın metal matris tarafından ıslanabilirliğinin artırılabilirliğini ortaya koymaktadır [40].

#### 2.4.1 Al-SiC Kompozitlerde Islanabilirliğin Önemi

MMK malzemelerin döküm yoluyla üretimi, maliyetinin düşük olması ve üretim parametrelerinin kolaylıkla değiştirilebilmesine imkan sağladığından kompozit sektöründe yaygın olarak kullanılmaktadır. Takviye fazı ile matris malzemesi arasındaki ara yüzey özellikleri metal matrisli kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin artırılmasında önemli bir etkiye sahiptir. Teoride ise takviye fazının matris malzemesi tarafından ıslatılabilmesi ara yüzeydeki kimyasal reaksiyonların çok hızlı ve az miktarda gerçekleşmesine, fazlar arası difüzyonun çok az veya hiç olmamasına dolayısı ile takviye fazının bozunmamasına bağlıdır [8].

Alüminyum matrisli ve SiC partikül takviyeli kompozit malzemelerin üretiminde ise karşılaşılan en büyük problem yüksek sıcaklık gerektiren üretim yöntemlerinde takviye fazının sıvı metal ile reaksiyona girmesi, düşük sıcaklıklarda ise takviye fazının ıslanabilirlik davranışının çok düşük olmasıdır [43]. SiC gibi kovalent bağ yapısına sahip malzemeler atomların kararlı elektron yapısı nedeni ile sıvı metal ile kolaklıkla etkileşime girmemektedir. Bu yapıdaki malzemelerin atomlar arası bağları kısmen veya tamamen koparıldığında sıvı metal tarafından ıslanma davranışı sıvı metalin katı faz ile kimyasal reaksiyona girmesi ile mümkün olmaktadır [40].

#### 2.4.2 İslanabilirliđi İyileřtirme Yöntemleri

Malzemenin ıslanabilirlik davranıřını arttırmanın temel prensibi, katı-sıvı ara yüzey enerjisini düşürmek, katı altlık malzemesinin yüzey enerjisini arttırmak ve sıvı metalin yüzey enerjisini düşürmektir [43]. Malzemenin ıslanabilirlik davranıřı genel olarak mekanik ve kimyasal yollarla iyileřtirilebilmektedir. Bu amaçla matris malzemesine alařım elementi ilavesi, takviye partiküllere ısıl iřlem uygulanması, takviye partiküllerin kaplanması ve diđer mekanik iřlemler uygulanabilmektedir [40].

Alüminyum matrisli kompozit malzemelerde ıslatılabilirlik davranıřı özellikle takviye malzemesinin yüzey enerjisini düşürmek amacıyla takviyenin kimyasal reaksiyonu ile sađlanabilir. Bunun yanı sıra sıvı alüminyum üzerinde oluřan oksit tabakasının elimine edilmesiyle de ıslatılabilirliđi arttırmak mümkündür. Seramik takviye malzemesinin ıslanabilirliđini etkileyen parametler řu řekilde sıralanmıřtır;

- Sıvı alüminyum alařımının sıcaklıđı
- Sıvı alüminyum ile seramik partikülün temas süresi
- Ortamın atmosfer basıncı

Sıvı metalin sıcaklıđı ile matris-takviye arasındaki temas süresi arttıka genel olarak ıslanabilirlikte artmaktadır. Aynı řekilde vakum altında ya da inert atmosferde gerçekleřtirilen uygulamalarda da ıslanabilirlik artmaktadır [40].

### AKIMSIZ NİKEL KAPLAMALAR

Otokatalitik (akımsız) nikel kaplamaları nikel iyonlarının bir redükleyici ajan etkisi ile metalik nikel dönüşmesi esasına dayanmaktadır. Elektrik akımı olmaksızın nikel iyonunun otokatalitik kimyasal indirgeme yöntemi ile nikel metaline dönüşmesi sonucu altlık malzemenin üzerine metalik nikel kaplanmasına 'akımsız nikel kaplama' denilmektedir. Akımsız nikel kaplama yöntemindeki tek farklılık elektrik akımı kullanılmaması olmayıp, bu yöntemle elde edilen nikel kaplamaların içerdiği nikel miktarı ağırlıkça %88-95 oranındadır. Ayrıca akımsız nikel kaplama yöntemi ile nikel kaplanan malzemelerde kaplama yüzeyinde metalik nikel yanında metal olmayan diğer elementlerde bağlanmaktadır. Bu elementler kaplama yapısı içerisinde yer alarak 'metalik cam' adı verilen amorf bir tabakanın oluşmasına neden olmaktadır [44].

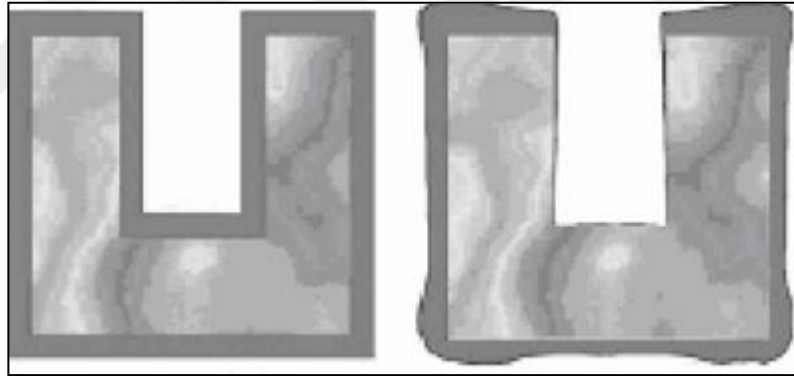
Akımsız nikel kaplamalarda elde edilen nikel tabakası genellikle saf nikel katmanları olmayıp daha çok nikel fosfor veya nikel bor içermektedirler. Akımsız nikel kaplamalar, nikel iyonları içeren nikel tuzlarının sulu çözeltisine daldırılmış ve iletken veya katalitik yüzeye sahip bir malzeme üzerine bir redükleyici ajan etkisiyle nikel iyonunun nikel metaline dönüşmesi prosesidir. Bu işlem sırasında açığa çıkan fosfor veya bor ile birleşen nikel iyonu altlık malzemesi üzerinde intermetalik (camsı) fazı oluştururken indirgenme olayı kendisi de katalitik hale geçen nikel üzerinde devam etmektedir [45].

Akımsız nikel kaplamalar otomotiv sektörü, havacılık ve uzay sektörü, kimyasal işlem sanayi, biyomedikal malzemeler, yüksek korozyon ve aşınma direnci beklentisi olan askeri uygulamalar gibi çok çeşitli sektörlerde geniş kullanım alanı bulmaktadır [46].

Akımsız nikel kaplamaların başlıca avantajları ise şu şekilde sıralanabilir;

- İstenilen her kalınlıkta kaplama yapmak mümkündür.
- Metal ya da metal olmayan yüzeylerde belirli bir ön işlemden sonra altlık malzemesinin yüzeyi katalitik hale getirilerek kaplama prosesi kolaylıkla uygulanabilmektedir.
- Aşınma ve korozyon direnci yüksektir. Çeşitli ısı işlem yöntemleri ile malzeme sertliğini arttırmak mümkündür.
- Kaplama banyosunda kullanılan sulu nikel iyonu çözeltisi sayesinde altlık malzemesinin çözelti ile temas eden her noktasında eş kalınlıkta ve homojen kaplama tabakası elde edilebilir. Elektrolitik kaplamalarda malzemenin erişilemeyen iç kısımlarında da homojen kaplama tabakası elde etmek zordur.

Şekil 3. 1’de akımsız nikel kaplama ile elektrolitik nikel kaplama arasındaki fark şematik olarak gösterilmiştir [47].



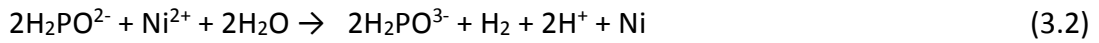
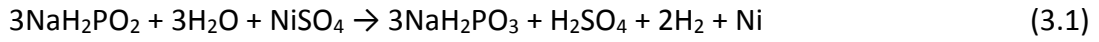
Şekil 3. 1 Akımsız nikel kaplama ile elektrolitik nikel kaplama arasındaki fark [47]

### 3.1 Akımsız Nikel Kaplama Türleri

Akımsız nikel kaplamalarda kullanılan indirgeyici ajan türüne bağlı olarak Ni-P, Ni-B ve saf nikel kaplamalar elde edilebilmektedir [22]. Yöntem metal veya metal olmayan altlık malzemelerinin yüzeyinin katalitik hale getirilmesi ile altlık malzemesinin metalik nikel kaplanmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. Partiküller, fiberler ve hatta tüpler bu yöntem ile kolayca kaplanabilmektedir [40].

### 3.1.1 Akımsız Nikel-Fosfor Kaplamalar

Ticari uygulamalarda akımsız nikel kaplamalar genellikle indirgeyici ajan olarak sodyum hipofosfit ( $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) kullanılan banyolardan elde edilmektedir. Bu banyoların tercih edilmesinin en önemli nedeni bor bileşikleri ve hidrazin içeren banyolara göre maliyetlerinin düşük olmasıdır [48]. Akımsız nikel fosfor kaplamalar ağırlıkça %1-3 oranında fosfor içermektedir. Sodyum hipofosfit içeren banyolarda nikel iyonunun indirgenme reaksiyonları aşağıdaki eşitliklerde görülmektedir [40].



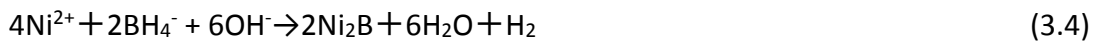
### 3.1.2 Akımsız Nikel-Bor Kaplamalar

Akımsız nikel bor kaplamalar ağırlıkça %1-6 oranında bor içermektedir. Bu kaplamaların akımsız nikel fosfor kaplamalara göre sertlikleri ve aşınma dirençleri çok daha yüksektir. Ancak Nikel-B kaplamaların mekanik özelliklerinin Ni-P kaplamalara göre çok daha yüksek olmasına karşın yüksek maliyetleri nedeniyle ticari alanda kullanım alanları sınırlıdır [49].

Akımsız nikel bor kaplama banyolarında en çok kullanılan bor bileşikleri, sodyum bor hidrür ( $\text{NaBH}_4$ ) ve aminboronlardır. Aminboronlar sodyum bor hidrüre göre daha zayıf indirgeyicilerdir. Ni-B banyolarında redükleyici ajan yanında kullanılan kompleks oluşturuçulardan en önemlisi etilen diamin ( $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ ) birleşimidir. Etilen diamin'in Ni-B banyolarında üç temel fonksiyonu bulunmaktadır. Bunlar;

- $\text{Ni}(\text{OH})_2$  çökeltilerinin oluşmasını önlemek
- Banyo içerisinde, serbest  $\text{Ni}^{2+}$  iyonlarının kontrolünü sağlamak
- Banyonun pH değerinin çok hızlı düşmesini önlemek [40].

Sodyum borhidrür içeren banyolarda Nikel iyonunun indirgenme reaksiyonları aşağıdaki eşitliklerde verilmiştir [50,40].







### 3.1.3 Akımsız Ni-P ve Ni-B Kaplamaların Karşılaştırılması

Akımsız Ni-B kaplamaların sertlikleri ve aşınma dirençleri Ni-P kaplamalara göre oldukça yüksek olup bu kaplamalara mekanik özelliklerini geliştirmek amacıyla kolaylıkla ısıl işlem uygulanabilmektedir. Fakat bu kaplamaların maliyeti Ni-P kaplamalarla karşılaştırıldığında çok daha yüksektir. Akımsız Ni-B ile Ni-P kaplamalar arasındaki temel farklılıklar şu şekilde sıralanabilir.

- Ni-P kaplamalar amorf yapıda iken Ni-B kaplamalar Ni<sub>2</sub>B bileşiği halinde ve kristalin şeklindedir. Bu nedenle Ni-B kaplamalar homojen bileşimlere sahip olmayıp farklı fazlar içerebilirler.
- Akımsız Ni-B kaplamaların korozyon direnci Ni-P kaplamalara göre daha düşüktür.
- Ni-B kaplamaların ergime derecesi çok yüksek olup metalik nikelin ergime derecesine yakındır.
- Eğme testi sonucunda Ni-B kaplamaların süneklik değeri yüksek fosforlu Ni-P kaplamalarla karşılaştırıldığında 5 kat daha kötüdür [23].

### 3.1.4 Kaplama Banyosu Bileşenleri

Kaplamanın fiziksel ve kimyasal özellikleri banyonun formülüne ve işlem koşullarına bağlıdır. Tipik bir akımsız nikel kaplama banyosunun bileşenleri şu şekildedir [49];

- Nikel iyon kaynağı
- Redükleyici ajan
- Kompleks oluşturucu ajan
- Stabilizatör
- pH düzenleyici
- Enerji [49]

Altlık malzemesi üzerinde metalik nikel elde edebilmek için literatürde genellikle tercih edilen katyon, nikel sülfat veya nikel klorür gibi nikel tuz çözeltilerinden gelmektedir.

Nikel asetat ise çok sınırlı uygulamalarda kullanılır [49]. Nikel iyonunun indirgenmesi için literatürde sıklıkla kullanılan redükleyiciler ise, hipofosfit, borhidrür, aminoboranlar ve hidrazindir. Bunların yanı sıra, akımsız nikel kaplama banyolarında, uygun kompleks oluşturucular, stabilizatörler, hızlandırıcılar, tamponlayıcılar, frenleyiciler, pH ayarlayıcılar kullanılmaktadır [40].

Kaplama sırasında meydana gelen reaksiyonlar sonucu, hidrojen iyonunun artması ile çözeltinin asitlik derecesini artar, yani pH değeri düşer. Genellikle kompleks oluşturucu katkı maddeleri, pH' ı sabit tutma yani tamponlama yönünde etki gösterirlerse de zaman zaman banyoya amonyak, hidroksitler ve karbonatlar ilavesi ile pH' ın kontrolü sağlanır. pH' ın fazla düşmesi banyoda metal toplanma hızını büyük oranda azaltır. Özellikle pH değeri 3'ün altında ise çalışamaz [40].

#### 3.1.4.1 Nikel İyon Kaynağı

Akımsız nikel kaplama banyolarında nikel iyon kaynağı olarak kullanılan sulu çözeltiler; nikel sülfat, nikel klorür ve nikel asetatıdır. Bunların bileşimleri ve içerdikleri nikel miktarları Çizelge 2.2'de verilmektedir [49].

Çizelge 3.1 Akımsız nikel kaplama banyolarında kullanılan Ni<sup>2+</sup> iyon kaynakları ve % Ni oranları [40]

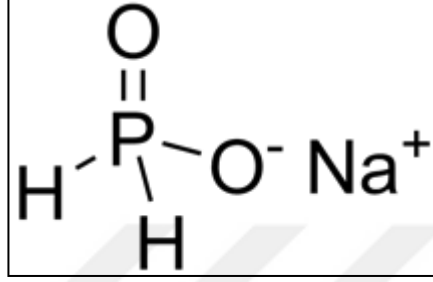
Kimyasal Formülü	Ni oranı
Nikel Sülfat (NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O)	% 23
Nikel Klorür (NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O)	% 24,7
Nikel Asetat (Ni(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O)	% 23,6

#### 3.1.4.2 İndirgeyiciler

Akımsız kaplama banyolarında indirgeyici ajan olarak hipofosfit kullanıldığında Ni-P, bor hidrür kullanıldığında Ni-B ve hidrazin kullanıldığında saf nikel kaplamalar elde edilmektedir. Akımsız nikel kaplama banyolarında literatürde çokca kullanılan redükleyiciler aşağıdaki gibidir [40].

### 3.1.4.2.1 Sodyum hipofosfit ( $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

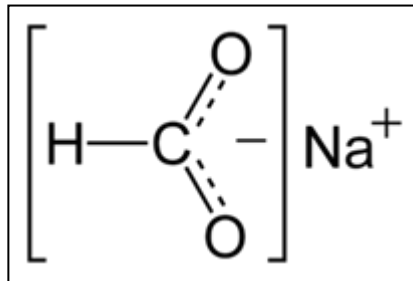
Akımsız nikel-fosfor kaplamalar ağırlıkça %1-13 aralığında fosfor içerir. Elde edilen kaplamaların özellikleri banyonun içeriğine ve banyo parametrelerine bağlıdır. Bu banyolar 80–85 °C sıcaklık ve 8-9 pH aralığında çalışmaktadır. Kimyasal ve fiziksel özelliklerin belirlenmesinde fosfor içeriğinin de rolü vardır. Fosfor içeriğine göre kaplama özellikleri değişiklik göstermektedir [49], [51].



Şekil 3. 2 Sodyum hipofosfitin molekül yapısı [51]

### 3.1.4.2.2 Sodyum borhidrür ( $\text{NaBH}_4$ )

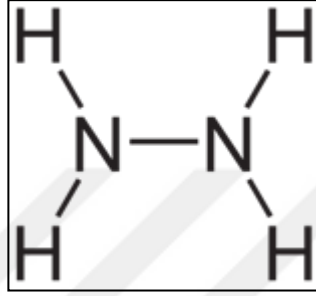
Akımsız nikel kaplamada borohidrit iyonu en güçlü indirgendir. Herhangi bir suda çözülebilen borohidrit kullanılabilir ama optimum sonuçlar elde edebilmek için sodyum borohidrit tercih edilir. Borohidritin indirgediği akımsız nikel birikintileri % 3–8 bor ihtiva eder. Nikel hidroksitin çökmesine engel olmak için 12–14 pH aralığında etkili olan etilendiamin gibi kompleks oluşturucular kullanılmalıdır. Fakat bu kompleks oluşturucuların varlığı reaksiyon hızını azaltmakta böylece birikme hızı da düşmektedir. İndirgeme sırasında çözeltinin pH' ı her zaman düşer ve sürekli alkalin hidroksit ilavesine ihtiyaç duyulmaktadır. Eğer banyonun pH değeri 12' den aşağı düşerse çözelti bozunur [51], [52 ].



Şekil 3. 3 Sodyum borhidrürün molekül yapısı [51]

#### 3.1.4.2.3 Hidrazin (H<sub>2</sub>N-NH<sub>2</sub>)

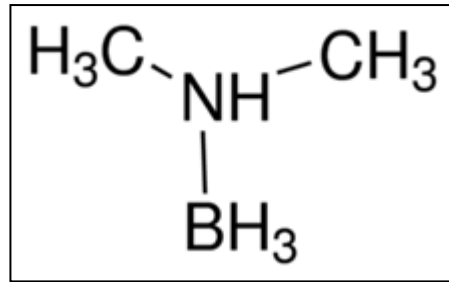
Akımsız nikel birikintileri oluştururken hidrazin de kullanılmaktadır. Bu banyolar 90–95 °C sıcaklık ve 10-11 pH aralığında çalışmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda hidrazinin kararsızlığından dolayı bu banyolar kararsızlığa meyillidirler ve kontrolleri zordur. Hipofosfit ve borohidritin indirgediği nikellerden farklı olarak hidrazinin indirgediği birikintilerin sertliği ısı işlem ile artmaz. Literatürde hidrazinin indirgediği akımsız nikel çok az pratik uygulamaya sahiptir [51], [52].



Şekil 3. 4 Hidrazin molekül yapısı [51]

#### 3.1.4.2.4 Dimetilamin boron (DMAB)

Genellikle amin boron banyoları 6–9 pH aralığında kullanılırlar. Bu banyolar için çalışma sıcaklık aralığı 50–80 °C olmasına rağmen, 30 °C' den daha az sıcaklıklarda kullanılabilir. Bu banyolardan elde edilen birikintilerin bor miktarı % 0.4 ile 5 arasında değişmektedir [51], [52 ].



Şekil 3. 5 Dimetilamin boron molekül yapısı [51]

#### 3.1.4.3 Kompleks Oluşturucular

Kompleks oluşturucu maddelerin görevi akımsız nikel banyo çözeltisinin kendi kendine ayrışmasını engellemek ve indirgemenin yalnızca katalitik yüzey üzerinde meydana gelmesini sağlamaktır. Kompleks oluşturucular sodyum hipofosfitli banyolarda nikel

fosfit çöküşünü engelleyerek banyoyu kararlı kılarlar. Ayrıca tampon görevi yaparak pH'ın ani düşmesini önlerler [40].

Akımsız nikel kaplama banyolarında kompleks oluşturucu ajanların gerçekleştirdiği üç temel görevi bulunmaktadır;

- Çözeltinin pH'ının çok hızlı azalmasını engelleyen bir tampon etki gösterirler.
- Temel tuzlar veya fosfatlar gibi nikel tuzlarının çökmesini önler.
- Serbest nikel iyonların konsantrasyonunu azaltır.

Bunlara ek olarak aynı zamanda kompleks oluşturucu ajanlar kaplama reaksiyonunu da etkilerler ve dolayısıyla oluşan nikel kaplamayı da etkilerler [51].

#### **3.1.4.4 Tamponlayıcılar**

Kaplama sırasında meydana gelen reaksiyonlar, hücre reaksiyonu ile oluşan hidrojen iyonu nedeni ile çözeltinin asitlik derecesini artırır, yani pH değerini düşürür. Genellikle kompleks oluşturucu katkı maddeleri pH'ı sabit tutma yani tamponlama yönünde etki gösterebilirler de zaman zaman banyoya amonyak, hidroksitler ve karbonatların ilavesi ile pH'ın düşürülmesi sağlanır [49].

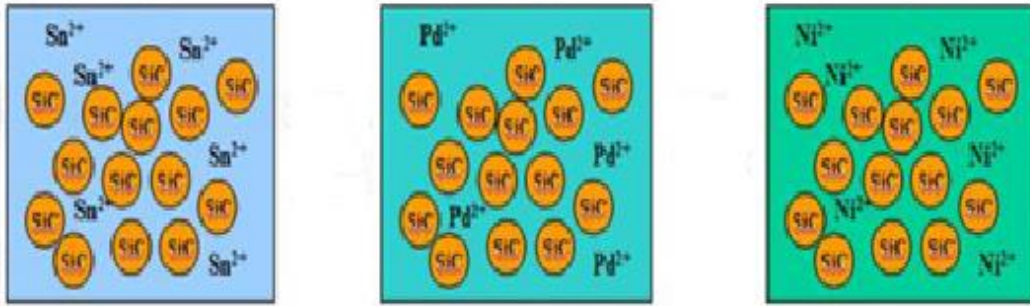
#### **3.1.4.5 Çözelti Sıcaklığı**

Akımsız nikel kaplama prosesi oto katalitik bir reaksiyondur. Katalitik reaksiyonların belirli bir hızda ilerleyebilmeleri için enerjiye gerek vardır. Nikel kaplama banyolarında enerji çözeltinin ısıtılması ile sağlanır. Kaplama işlemi sıcaklığı Ni-P banyolar için 80 °C Ni-B banyolar için 80 °C civarında tutulmalıdır [49].

#### **3.1.5 SiC Partiküllerinin Akımsız Nikel Yöntemi ile Kaplanması**

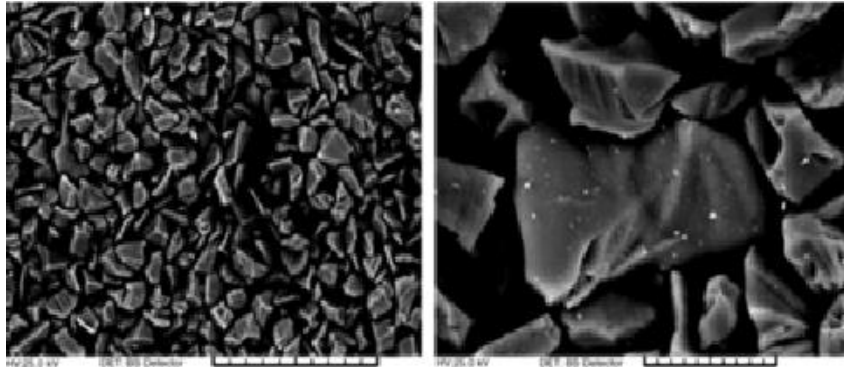
Akımsız nikel kaplama prosesi kimyasal indirgeme reaksiyonu ile bir indirgeyicinin oksitlenmesi ve bunun sonucunda nikel iyonlarının yüzeye indirgenmesi ile gerçekleşir. İndirgenme reaksiyonunun gerçekleşmesi için gerekli elektron hareketi sulu çözelti ile sağlandığından dışarıdan herhangi bir etkiyle elektrik akımı desteği gerekmemektedir. Otokatalitik reaksiyonun başlaması ve devam edebilmesi için kaplanacak altlık

malzemesinin yüzeyinin aktif olması çok önemlidir. İnaktif yüzeylerin aktivasyonu için katalizör olarak en çok paladyum (Pd) tercih edilmektedir. Paladyum iyonlarının indirgenmesi için önce altık malzemesinin yüzeyinin hassaslaştırılması gerekmektedir. Bu amaçla kalay (Sn) iyonları kullanılmaktadır. Bu nedenle akımsız nikel kaplanacak olan SiC gibi yüzeyi inaktif malzemeler önce kalay klorür ( $\text{SnCl}_2$ ) çözeltisi ile hassaslaştırılır ve yüzey duyarlı hale getirilir. Ardından bu altık malzemesi paladyum klorür ( $\text{PdCl}_2$ ) çözeltisine daldırılarak aktive edilir ve kaplama işlemi için nikel banyosuna daldırılır. Banyo kompozisyonu, banyo pH'ı, sıcaklık, süre ve altık malzemesinin yüzey alanı kaplamayı etkileyen parametrelerdir [43]. Şekil 3. 2'de akımsız nikel kaplama banyosunun işlem adımları gösterilmektedir.



Şekil 3. 6 Akımsız nikel kaplama banyosu işlem adımları Sırasıyla; Hassaslaştırma, Aktivasyon, Akımsız Kaplama [43]

Seramik partiküllerinin akımsız nikel kaplanması ile ilgili olarak, Kretz ve arkadaşları 8, 14 ve 70  $\mu\text{m}$  boyutlarındaki SiC partiküllerini akımsız Ni-P kaplamıştır. Şekil 3. 3'de akımsız Ni-P kaplanmış SiC partiküllerinin SEM görüntüleri yer almaktadır görüntülerden de görüleceği üzere partiküller başarıyla Ni-P kaplanmıştır [40].



Şekil 3. 7 Akımsız Nikel Fosfor Kaplanmış SiC (14 mikron) partiküllerinin SEM görüntüleri [1]

### DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Çalışmanın deneysel kısmında; kullanılan malzemelerin özellikleri, uygulanan ön işlemler ile kaplama prosesi açıklanmıştır. Partiküllerin akımsız kaplanması sırasında kullanılan tüm kimyasal malzemeler Merck Firması'ndan tedarik edilmiştir.

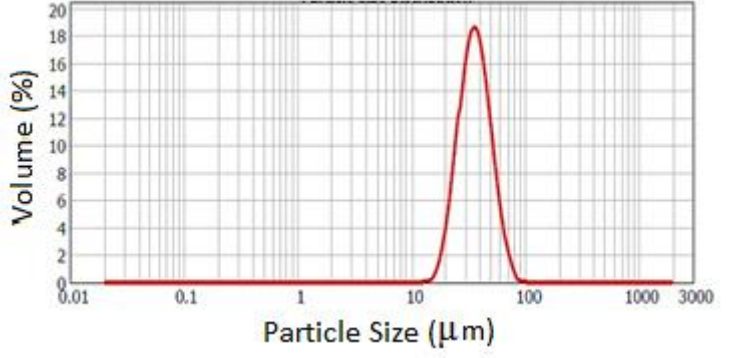
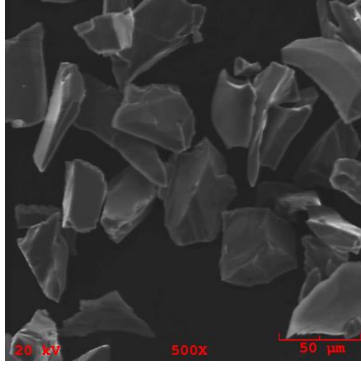
#### 4.1 Deneylerde Kullanılan Malzemeler

Bu çalışmada takviye malzemesi olarak ortalama 35  $\mu\text{m}$  tane boyutuna sahip seramik SiC partikülleri kullanılmıştır. Şekil 4.1'de SiC tozunun görüntüsü verilmiştir.



Şekil 4.1 SiC tozu

Şekil 4.2(a) ve (b)'de SiC partiküllerinin SEM görüntüsü ve boyut dağılım grafiği görülmektedir.



Şekil 4.2 SiC malzemesinin SEM görüntüsü ve partikül boyut dağılım grafiği

#### 4.2 Deneylerde Kullanılan Cihazlar

SiC partiküllerini akımsız nikel kaplama prosesi Şekil 4.3te gösterilen ısıtıcı kontakt termometreli manyetik karıştırıcıda gerçekleştirilmiştir. Akımsız kaplama banyosunun pH ölçümleri Şekil 4.4'te gösterilen Hanna marka pH metre ile gerçekleştirilmiştir. SiC partiküllerinin tartılmasında ve çözeltilerin hazırlanmasında Şekil 4.5'te gösterilen 0,0001 g hassasiyetli terazi kullanılmıştır. Akımsız nikel kaplanan partiküller, Şekil 4.4'de gösterilen etüvde kurutulmuştur.



Şekil 4.3 Akımsız nikel kaplamanın yapıldığı manyetik karıştırıcı





Şekil 4.4 Kaplama banyosunun pH'ının kontrol edildiği pH metre



Şekil 4.5 Numunelerin ve çözeltilerin hazırlanmasında kullanılan hassas terazi



Şekil 4.6 Nikel kaplanan partiküllerin kurutulmasında kullanılan etüv

Akımsız nikel kaplanmış partiküllerin karakterizasyon çalışmaları ve mikroyapısal incelemeleri için JEOL JSM 5410 markalı tarama elektron mikroskobu kullanılmıştır.

### 4.3 Deneyin Yapılışı

Seramik SiC partikülleri akımsız kaplama banyosunda metalik nikel kaplanmadan önce ön işlemlere tabi tutulmuş partikül yüzeyleri ultrasonik banyo kullanılarak katalitik olarak aktive edilmiştir. Partiküller yüzey aktivasyonu sağlandıktan sonra akımsız nikel kaplama banyosunda nakledilmiştir.

İki farklı nikel iyon kaynağı kullanılarak ve çeşitli kaplama kalınlıkları hedeflenerek oluşturulan deney setlerine göre kaplama işlemleri tamamlandıktan sonra hazırlanan numuneler kaplama morfolojisini ortaya çıkarmak amacıyla elektron mikroskopunda incelenerek deneyler tamamlanmıştır.

Bu çalışmada 35 mikron partikül boyutuna ve 0,125 m<sup>2</sup>/g spesifik yüzey alanına sahip SiC partikülleri kullanılmış olup Şekil 4.2(a) ve (b)'de partikül boyut dağılım grafiği ile partikül morfolojisi gösterilmiştir. Şekil 4.2(a)'daki SEM görüntüsünden de anlaşılacağı üzere partiküllerin benzer morfolojik yapıya sahip olduğu görülmektedir.

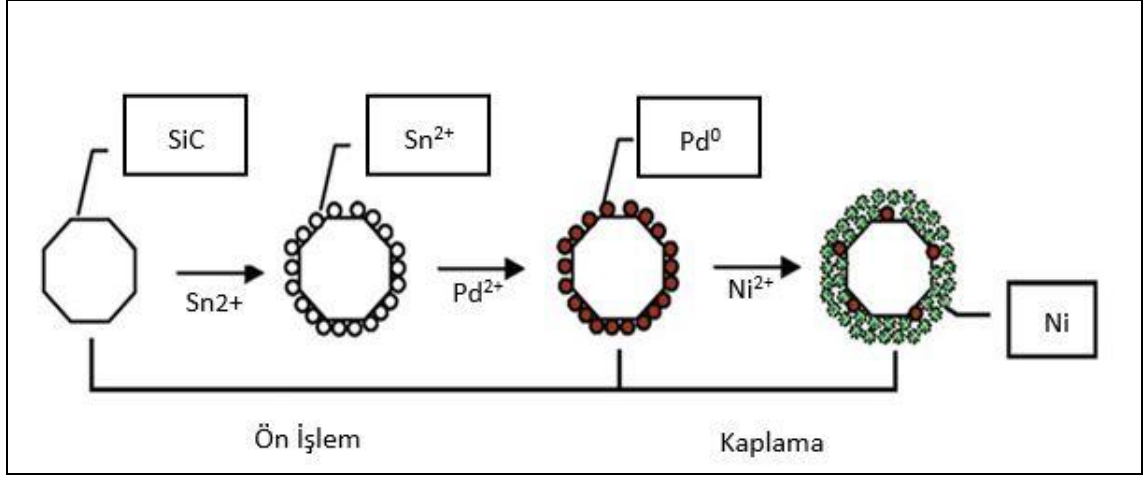
SiC seramik partikülleri üzerine Nikel kaplama mekanizmasını (Ni-P/B) tipik olarak 3 kademeye ayırmak mümkündür. Bu aşamalar;

- Yüzey hassaslaştırma
- Aktivasyon
- Kaplama şeklinde sınıflandırılabilir.

Önce Sn<sup>2+</sup> iyonları yüzeyi hassaslaştırmak için partikül yüzeyine adsorbe olurlar. Ardından Pd<sup>2+</sup> iyonları eşitlik 5.1'e göre Pd<sup>0</sup>'a indirgenmektedir.



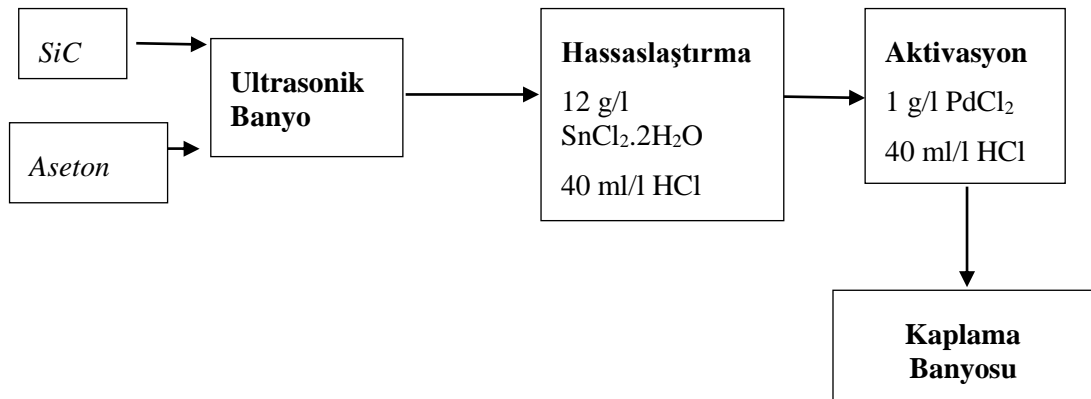
Bu işlem ile partikül yüzeyleri Ni<sup>2+</sup>→Ni<sup>0</sup> dönüşümü için katalitik aktivite kazanmış olurlar. Şekil 4.7'de Nikel kaplama prosesi işlem kademeleri şematik olarak gösterilmektedir [22].



Şekil 4. 7 Ön İşlem ve Kaplama adımlarının şematik olarak gösterimi [22]

#### 4.3.1 Partikül Yüzeyine Uygulanan Ön İşlemler

Seramik partiküllerinin yüzeyleri düşük katalitik aktivite özelliğine sahiptir. Bu sebeple partikül yüzeylerinin akımsız kaplama işleminden önce uygulacak ön işlemler ile hazırlanması gerekmektedir bu çalışmada, partiküllerin katalitik aktivitelerini arttırmak için günümüzde de yaygın kullanılan ön işlem yöntemleri olan hassaslaştırma ve aktivasyon yöntemleri tercih edilmiştir. Şekil 4.8'de ön işlem kademelerinin akış diyagramı ve kullanılan kimyasallar gösterilmektedir.



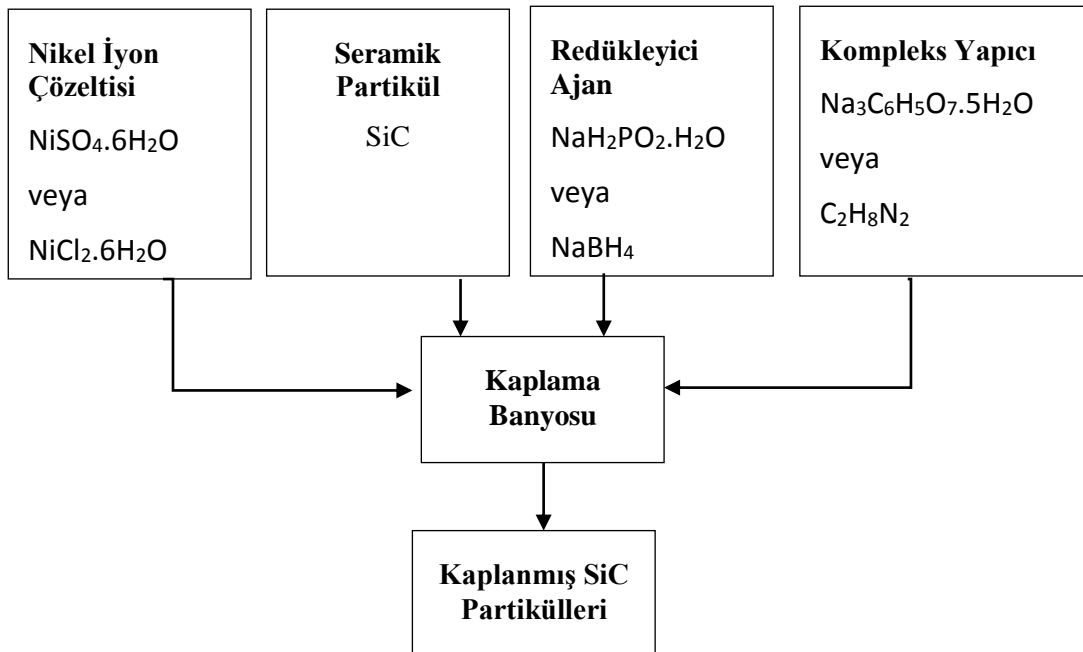
Şekil 4.8 Yüzey Aktivasyonu ön işlem kademeleri

Ortalama tane boyutları belirlenen partiküllerin yüzeylerindeki emrütelerin temizlenmesi için partiküller ultrasonik banyoda 20 dk boyunca oda sıcaklığı altında analitik saflıktaki aseton ile temizlenmiştir. Temizlenen partikül yüzeylerinin katalitik

hale gelmesini sağlamak için partiküller SnCl<sub>2</sub> çözeltisi kullanılarak oda sıcaklığında 15 dakika süre ile hassaslaştırma işlemine tabi tutulmuşlardır. Ardından aynı şartlar altında PdCl<sub>2</sub> çözeltisi kullanılarak aktivasyon işlemine tabi tutulmuşlardır. Hassaslaştırma ve aktivasyon işlemleri kaplama banyosunda olduğu gibi manyetik karıştırıcı kullanılarak yapılmıştır ve böylelikle partikül yüzeyi her boyutta katalitik olarak aktif hale getirilmiştir. Partiküller bu işlem adımlarından sonra deiyonize su ile yıkanıp 105 °C'deki etüvde kurutulduktan sonra kaplama banyosuna aktarılmaya hazır hale getirilmişlerdir.

#### 4.3.2 Kaplama Prosesi

Uygulanan ön işlemler ile yüzeyleri katalitik hale getirilen seramik partiküller kaplama banyolarına transfer edilmiştir. Kaplama banyolarında, Ni<sup>2+</sup> kaynağı olarak nikel sülfat ve nikel klorür; indirgeyici madde olarak ise sodyum hipofosfit ve sodyum borhidrür kullanılmıştır. Alkali kaplama banyosundaki Nikel iyonlarının düzenlenmesi için ise kompleks yapıcı özelliği olan sodyum sitrat ve etilen diamin çözeltilerinden yararlanılmıştır. Şekil 4.9'da akımsız nikel kaplama banyosu şematik olarak tarif edilmektedir.



Şekil 4.9 Akımsız kaplama banyosunun şematik gösterimi

#### 4.3.2.1 Ni-P Kaplama

Banyonun pH değeri kaplama banyosu süresince amonyak çözeltisi kullanılarak 8-9 arasında tutulmuştur. Banyo sıcaklığı ise  $80 \pm 2$  °C 'de tutulmuştur ve banyo kaplama prosesi süresince homojen kaplama kalınlığı elde etmek amacıyla manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Çizelge 4.1'de kaplama banyosu bileşenleri ve bu bileşenlerin konsantrasyonları verilmektedir.

Çizelge 4. 1 Akımsız Ni-P Kaplama Banyosu Bileşenleri

Çözelti	Konsantrasyon
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	55 g/l
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	40 g/l
$\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	20 g/l
$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	120 g/l
$\text{NH}_3$	50 ml/l

#### 4.3.2.2 Ni-B Kaplama

Banyonun pH seviyesi kaplama banyosu süresince sodyum hidroksit çözeltisi kullanılarak 12-14 arasında, banyo sıcaklığı ise  $85 \pm 2$  °C 'de tutulmuştur ve banyo kaplama prosesi süresince homojen kaplama kalınlığı elde etmek amacıyla manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Çizelge 4.2'de kaplama banyosu bileşenleri ve bu bileşenlerin konsantrasyonları verilmektedir.

Çizelge 4. 2 Akımsız Ni-B Kaplama Banyosu Bileşenleri

Çözelti	Konsantrasyon
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	55 g/l
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	40 g/l
$\text{NaBH}_4$	3,8 g/l
$\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$	60 g/l
$\text{NaOH}$	90 g/l

Deney süresi tamamlandığında partiküller deiyonize su ile yıkanarak etüvde kurutulmuştur ve karakterizasyona hazır hale gelmiştir.

#### 4.3.2.3 Yapılan Hesaplamalar

Deney setleri hedeflenen kaplama kalınlıkları için kaplama süresinin ve nikel iyon kaynağının kaplamaya etkisini incelemek amacıyla oluşturulmuştur. Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'te Ni-P ve Ni-B kaplama için oluşturulan deney setlerinin teorik hesaplamaları verilmiştir.

Deneylerde kullanılacak olan nikel çözeltilerinin miktarı teorik olarak hesaplanmış olup bu hesaplama aşağıdaki eşitliklerde gösterildiği gibidir. Hedef kaplama kalınlıklarının hesabı Ni:SiC oranına göre yapılmıştır.

Kullanılan SiC partikül boyutu: 35 mikron

Kullanılan SiC spesifik yüzey alanı: 0,125 m<sup>2</sup>/g

Deney setlerinde kaplama yapılacak SiC miktarı: 3 g

$d_{Ni}=8,9 \text{ g/cm}^3$

NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O molekül ağırlığı: 262,84

NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O molekül ağırlığı: 237,69

NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O çözelti konsantrasyonu: 55 g/l

NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O çözelti konsantrasyonu: 40 g/l

Yapılan teorik hesaplamalarda seramik partikülün şekli kare prizma olarak düşünülmüştür.

Toplam yüzey alanı= Spesifik yüzey alanı (m<sup>2</sup>/g ) x Kaplanacak Partikül Miktarı (g)

Toplam yüzey alanı= 0,125 x 3

Toplam yüzey alanı= 0,375 m<sup>2</sup> = 3750 cm<sup>2</sup>

Toplam hacim = Toplam yüzey alanı x Kaplama kalınlığı

500 nm kaplama kalınlığı için gerekli nikel miktarının hesaplanması;

Toplam hacim = 3750 x 0,00005

Toplam hacim = 1,1875 cm<sup>3</sup>

$M_{Ni} = d_{Ni} \times V_{Ni}$

$M_{Ni} = 8,9 \times 1,1875$

$M_{Ni} = 1,6688 \text{ g}$

Deneylerde kullanılan NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O çözeltisinden 500 nm kaplama kalınlığı elde etmek için banyoya transfer edilmesi gerekli çözelti miktarının hesaplanması;

1000 ml NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O çözeltisinde 12,28 g nikel bulunur ise 1,6688 g nikelin kaplama banyosuna transfer edilmesi için 135,88 ml NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O çözeltisine ihtiyaç vardır.

Deneylerde kullanılan NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O çözeltisinden 500 nm kaplama kalınlığı elde etmek için banyoya transfer edilmesi gerekli çözelti miktarının hesaplanması;

1000 ml NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O çözeltisinde 4,93 g nikel bulunur ise 1,6688 g nikelin kaplama banyosuna transfer edilmesi için 168,96 ml NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O çözeltisine ihtiyaç vardır.

Her iki iyon kaynağıyla tüm kaplama kalınlıklarının elde edilmesi için gerekli olan nikel çözeltisi miktarı yukarıdaki eşitliklerde görüldüğü gibi hesaplanarak Çizelge 4.3 ve Çizelge 4.4'te belirtilmiştir.

Diğer kaplama banyosu bileşenleri Ni:SiC oranına göre hesaplanan nikel iyon kaynaklarının teorik miktarı ile aynı olacak şekilde akımsız kaplama banyosuna transfer edilmişlerdir.

Çizelge 4. 3 Yapılan Teorik Hesaplamalar Sonucu Ni-P Kaplama için Oluşturulan Deney Setleri

Kaplama Banyosu	Takviye Malzemesi	Partikül Boyutu	Spesifik Yüzey Alanı (m <sup>2</sup> /g)	Malzeme Miktarı (g)	Kaplama Kalınlığı (nm)	Kaplama Süresi (dk)	Nikel İyon Kaynağı	Nikel Miktarı
Ni-P	SiC	35	0,125	3	500	30	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	168,96
Ni-P	SiC	35	0,125	3	500	30	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	135,88
Ni-P	SiC	35	0,125	3	500	10	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	168,96
Ni-P	SiC	35	0,125	3	500	10	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	135,88
Ni-P	SiC	35	0,125	3	300	30	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	101,37
Ni-P	SiC	35	0,125	3	300	30	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	81,53
Ni-P	SiC	35	0,125	3	300	10	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	101,37
Ni-P	SiC	35	0,125	3	300	10	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	81,53
Ni-P	SiC	35	0,125	3	100	30	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	33,79
Ni-P	SiC	35	0,125	3	100	30	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	27,18
Ni-P	SiC	35	0,125	3	100	10	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	33,79
Ni-P	SiC	35	0,125	3	100	10	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	27,18

Çizelge 4. 4 Yapılan Teorik Hesaplamalar Sonucu Ni-B Kaplama için Oluşturulan Deney Setleri

Kaplama Banyosu	Takviye Malzemesi	Partikül Boyutu	Spesifik Yüzey Alanı (m <sup>2</sup> /g)	Malzeme Miktarı (g)	Kaplama Kalınlığı (nm)	Kaplama Süresi (dk)	Nikel İyon Kaynağı	Nikel Miktarı
Ni-B	SiC	35	0,125	3	500	30	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	168,96
Ni-B	SiC	35	0,125	3	500	30	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	135,88
Ni-B	SiC	35	0,125	3	500	10	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	168,96
Ni-B	SiC	35	0,125	3	500	10	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	135,88
Ni-B	SiC	35	0,125	3	300	30	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	101,37
Ni-B	SiC	35	0,125	3	300	30	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	81,53
Ni-B	SiC	35	0,125	3	300	10	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	101,37
Ni-B	SiC	35	0,125	3	300	10	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	81,53
Ni-B	SiC	35	0,125	3	100	30	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	33,79
Ni-B	SiC	35	0,125	3	100	30	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	27,18
Ni-B	SiC	35	0,125	3	100	10	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	33,79
Ni-B	SiC	35	0,125	3	100	10	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	27,18



#### 4.4 Numunelerin Hazırlanması ve Karakterizasyon

Akımsız nikel kaplama yöntemiyle Ni-P ve Ni-B kaplanan SiC partiküllerinin yüzey morfolojilerini incelemek için taramalı elektron mikroskobu (SEM- JEOL JSM-5410) kullanılmıştır. 4.10'de numunelerin hazırlanmasında ve morfolojik olarak incelenmesinde kullanılan taramalı elektron mikroskobu görülmektedir.



Şekil 4.10 Numunelerin karakterizasyonunda kullanılan SEM cihazı

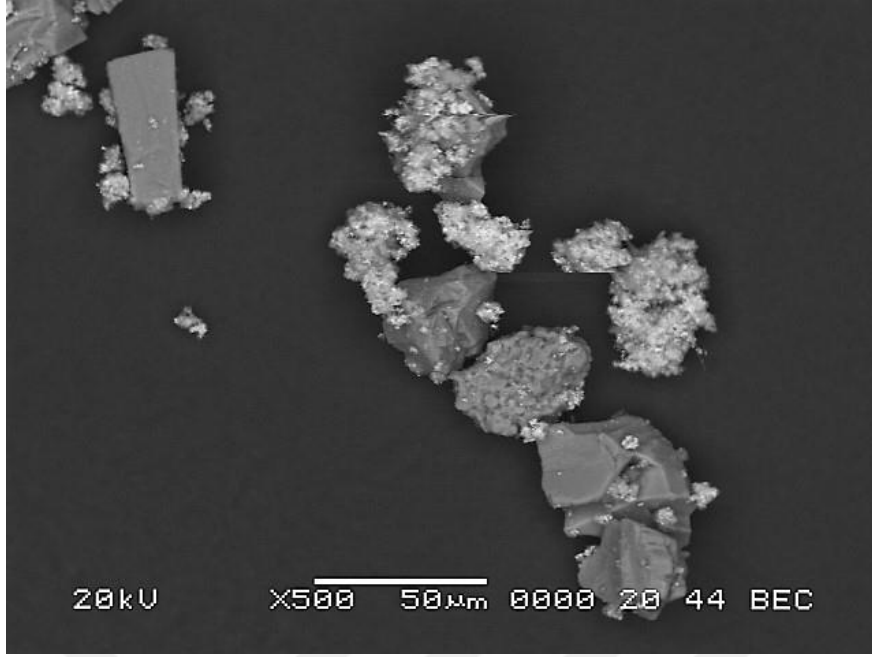
**DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA****5.1 Ni-P Kaplama**

Çizelge 5. 1’de 500 nm kaplama kalınlığı hedeflenen kaplama banyosuna transfer edilecek  $Ni^{2+}$  iyon çözeltilerinin teorik hesabı ve değişen kaplama süresine ve değişen nikel iyon kaynağına göre oluşturulan deney setleri verilmektedir.

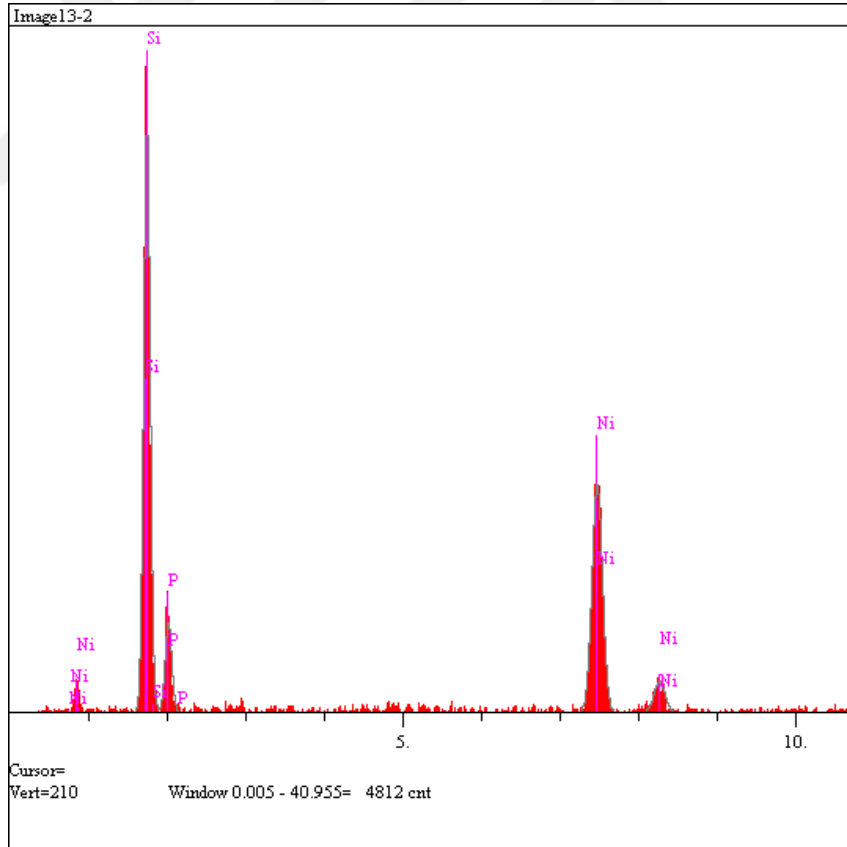
Çizelge 5. 1 500 nm Ni-P kaplama kalınlığı hedeflenmiş kaplama banyosuna göre oluşturulan deney setleri

Kaplama Banyosu	Takviye Malzemesi	Partikül Boyutu	Spesifik Yüzey Alanı ( $m^2/g$ )	Malzeme Miktarı (g)	Kaplama Kalınlığı (nm)	Kaplama Süresi (dk)	Nikel İyon Kaynağı	Nikel Miktarı
Ni-P	SiC	35	0,125	3	500	30	$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	168,96
Ni-P	SiC	35	0,125	3	500	30	$NiSO_4 \cdot 6H_2O$	135,88
Ni-P	SiC	35	0,125	3	500	10	$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	168,96
Ni-P	SiC	35	0,125	3	500	10	$NiSO_4 \cdot 6H_2O$	135,88

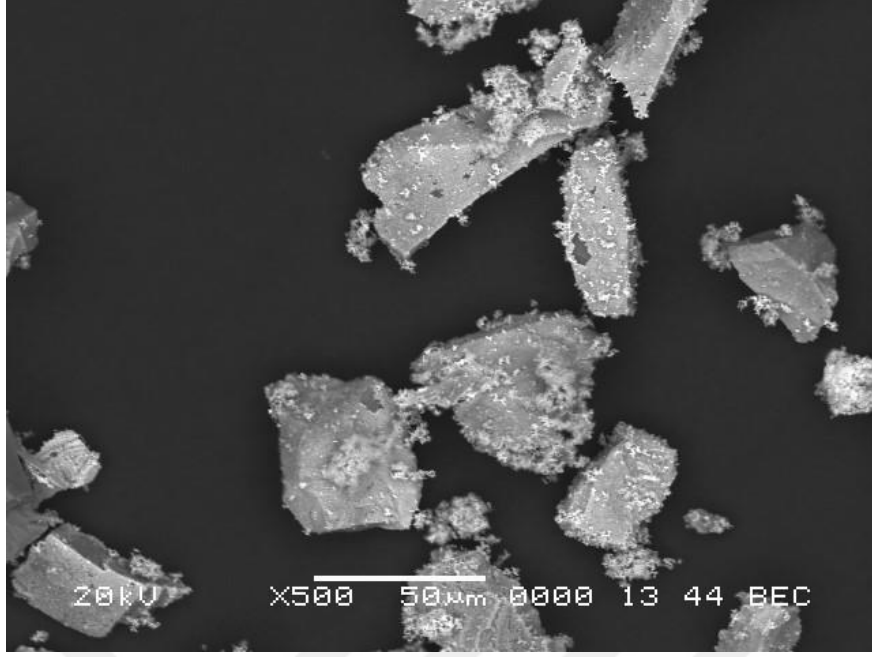
Şekil 5.1(a) ve Şekil 5.2(a)’da  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak sırasıyla  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  ve  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.



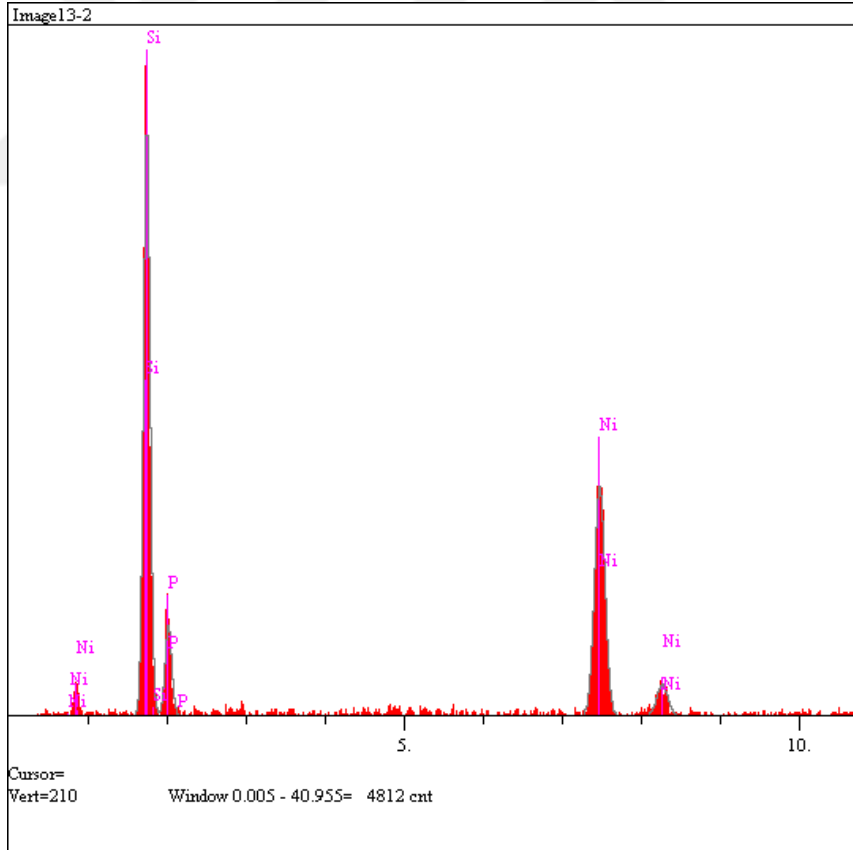
Şekil 5.1(a)  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5.1 (b)  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin EDS analizi



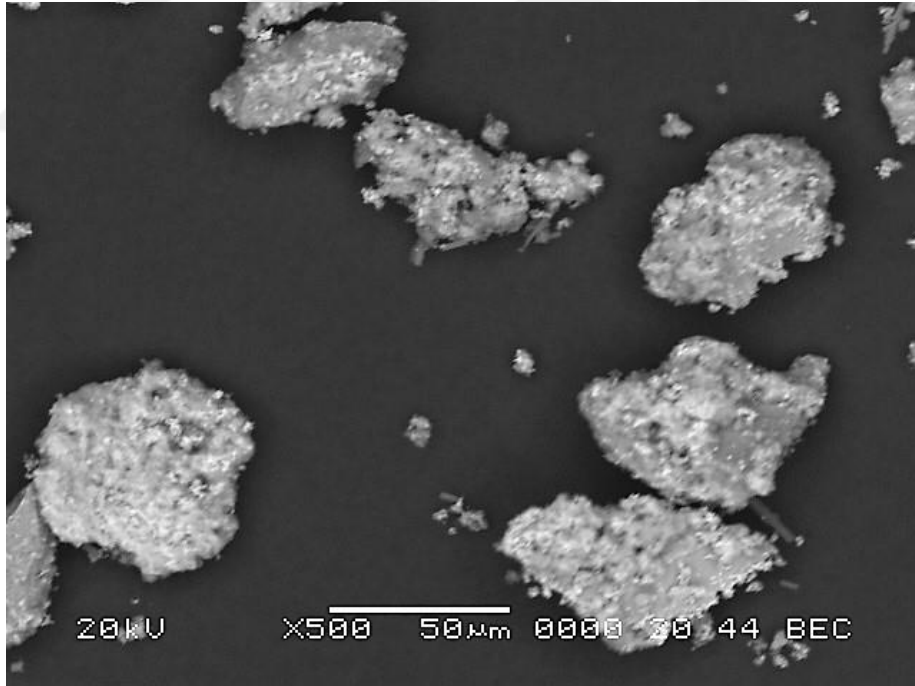
Şekil 5.2(a)  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



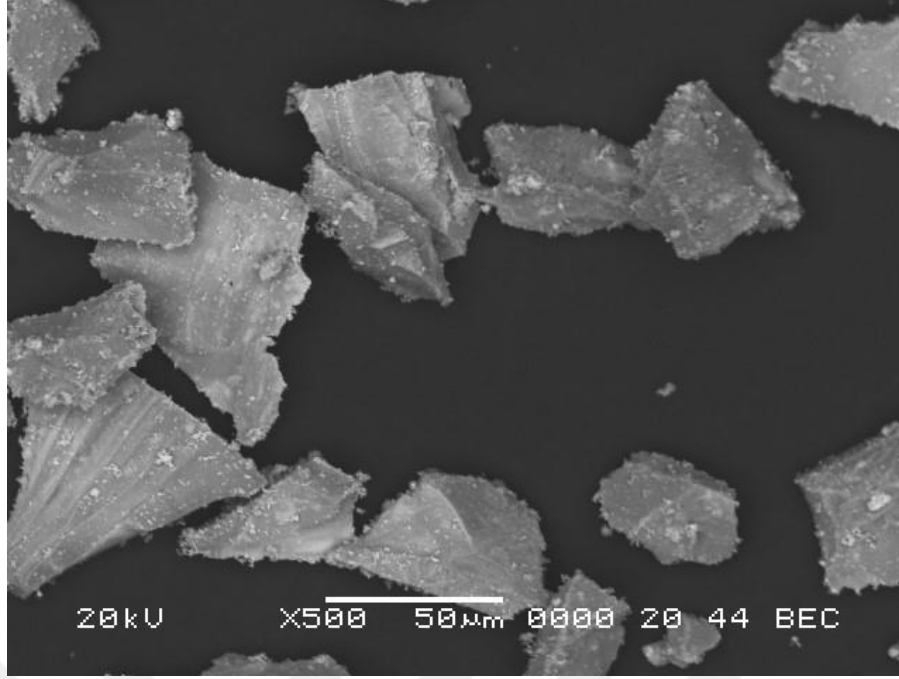
Şekil 5.2 (b)  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin EDS analizi

500 nm kaplama kalınlığı hedeflenerek akımsız Ni-P kaplanan SiC partiküllerinin Şekil 5.1(a) ve 5.2(a)'daki SEM görüntüleri incelendiğinde  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$  kullanılan kaplama banyosunda partikül yüzeylerinin tamamının başarılı bir şekilde kaplandığı ve kaplamanın nispeten homojen bir yapıya görülmektedir.  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  kullanılan kaplama banyosunda ise bazı partiküllerin Ni-P tabakasıyla kaplanamadığı görülmüştür. Bununla birlikte Şekil 5.1 (b)'deki EDS analizi incelendiğinde Ni-P kaplama tabakasının varlığı saptanmaktadır.  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  kullanıldığı durumda bazı partikül yüzeylerinde kaplama görülememesinin nedeninin kaplama banyosundaki manyetik karıştırıcının kaplama süresinin uzunluğu etkisiyle mekanik darbeler sonucunda partikül yüzeyinden kaplamayı sıyırması olabileceği düşünülmektedir.

Şekil 5.3 ve Şekil 5.4'de  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak sırasıyla  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  ve  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.



Şekil 5.3  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk boyunca olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5.4  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4.6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

Şekil 5.3 ve 5.4’de iki farklı  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı kullanılarak 10 dk boyunca kaplama banyosunda tutulan SiC seramik partiküllerinin SEM görüntüleri görülmektedir. SEM görüntülerinden de görüleceği üzere her iki  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı ile başarılı kaplamalar elde edilmiştir.  $NiSO_4.6H_2O$  sulu çözeltisi kullanıldığı durumda partiküller yüzeyinde oluşan Ni-P kaplama tabakası literatürdeki diğer çalışmalar ile de karşılaştırıldığında başarılı bir şekilde elde edilirken  $NiCl_2.6H_2O$  sulu çözeltisinin kullanıldığı kaplama banyosunda banyo içerisinde serbest halde ve partikül yüzeyinde Ni-P kaplama tabakası haricinde metalik nikel birikmesi de saptanmıştır. SEM görüntüleri incelendiğinde partikül yüzeylerinde oluşan kaplama tabakasının yüzeyden ayrılarak bazı partiküllerin açıkta kalmasına bu görüntülerde rastlanmamaktadır.

A. Kılıçarslan çalışmasında  $B_4C$  partiküllerini 750 nm, 500 nm ve 50 nm kaplama kalınlığı hedefleyerek ve  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4.6H_2O$  kullanarak 30 dk’lık kaplama banyosunda Ni-P kaplamayı başarılı şekilde elde etmiştir. A. Kılıçarslan redüktan ilave hızının kaplamaya etkisini de araştırarak redükleyici ajanın banyoya yavaş yavaş eklenmesi durumunda nispeten daha homojen kaplamalar elde edildiğini göstermiştir [40]. A. Kılıçarslan’ın çalışmaları göz önünde bulundurularak tüm deney

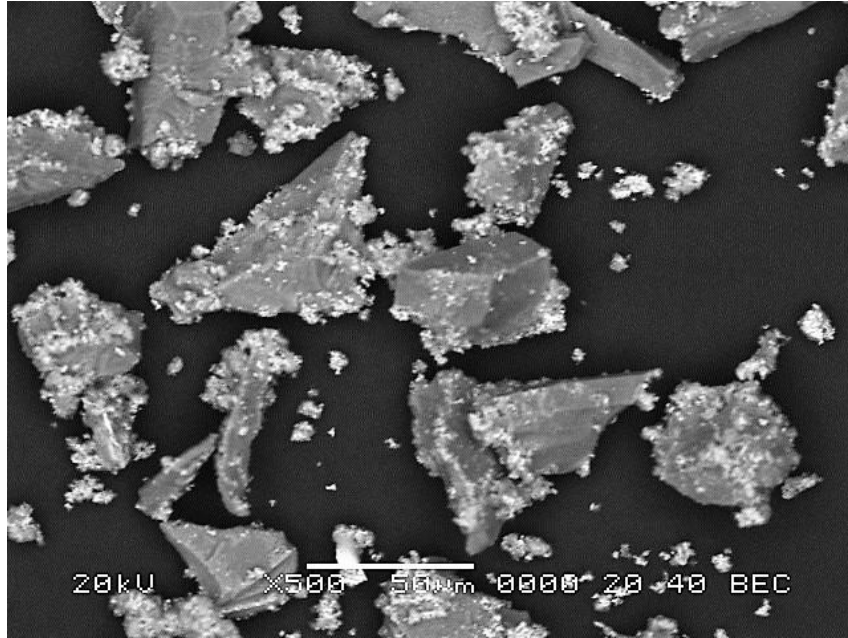
setlerinde redükthan ilavesi banyoya kaplama süresi boyunca homojen miktarda eklenerek gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 5. 2’de 300 nm kaplama kalınlığı hedeflenen kaplama banyosuna transfer edilecek  $\text{Ni}^{2+}$  iyon çözeltilerinin teorik hesabı ve değişen kaplama süresine göre oluşturulan deney setleri verilmektedir.

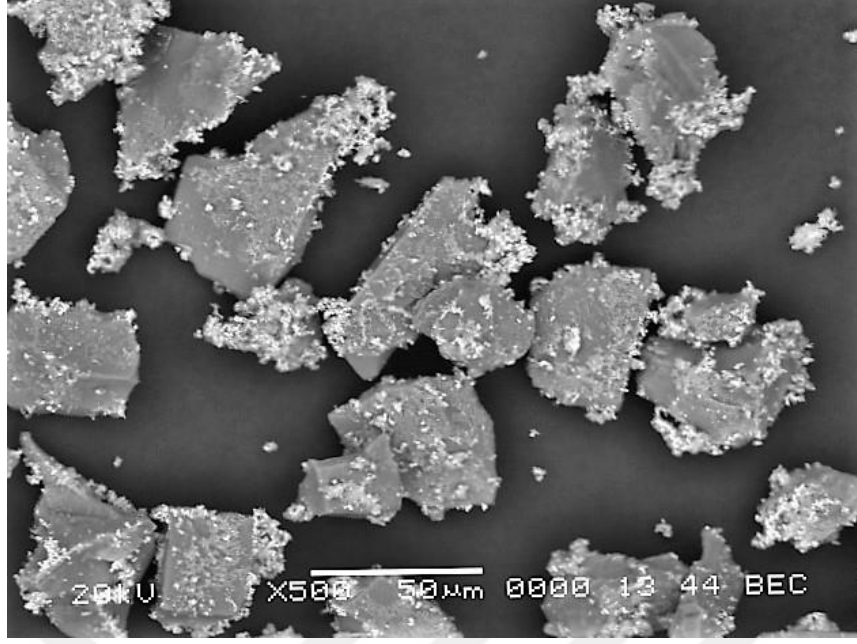
Çizelge 5. 2 300 nm Ni-P kaplama kalınlığı hedeflenmiş kaplama banyosuna göre oluşturulan deney setleri

Kaplama Banyosu	Takviye Malzemesi	Partikül Boyutu	Spesifik Yüzey Alanı ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Malzeme Miktarı (g)	Kaplama Kalınlığı (nm)	Kaplama Süresi (dk)	Nikel İyon Kaynağı	Nikel Miktarı
Ni-P	SiC	35	0,125	3	300	30	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	101,37
Ni-P	SiC	35	0,125	3	300	30	$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	81,53
Ni-P	SiC	35	0,125	3	300	10	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	101,37
Ni-P	SiC	35	0,125	3	300	10	$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	81,53

Şekil 5.5 ve Şekil 5.6’de  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak sırasıyla  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.



Şekil 5.5  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

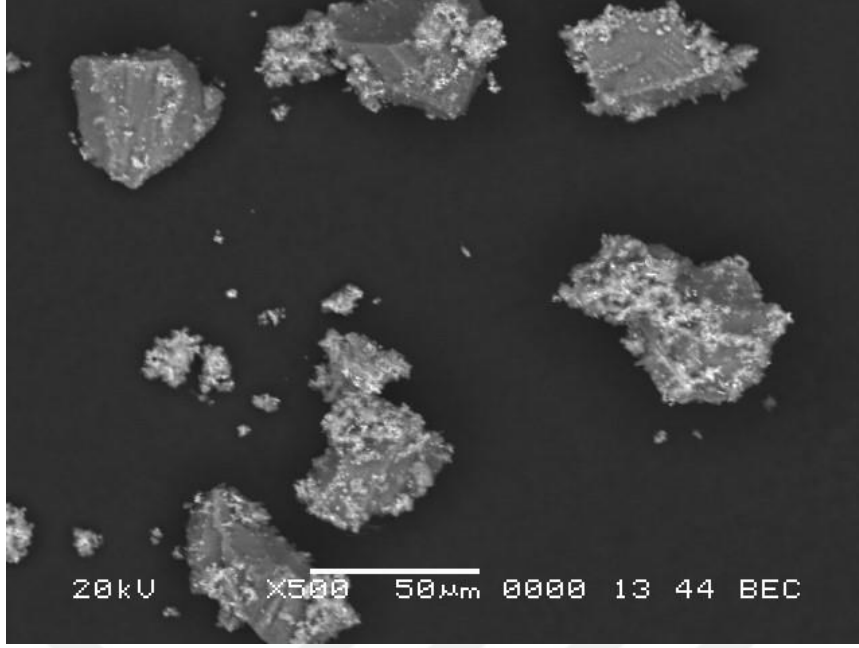


Şekil 5.6  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4.6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

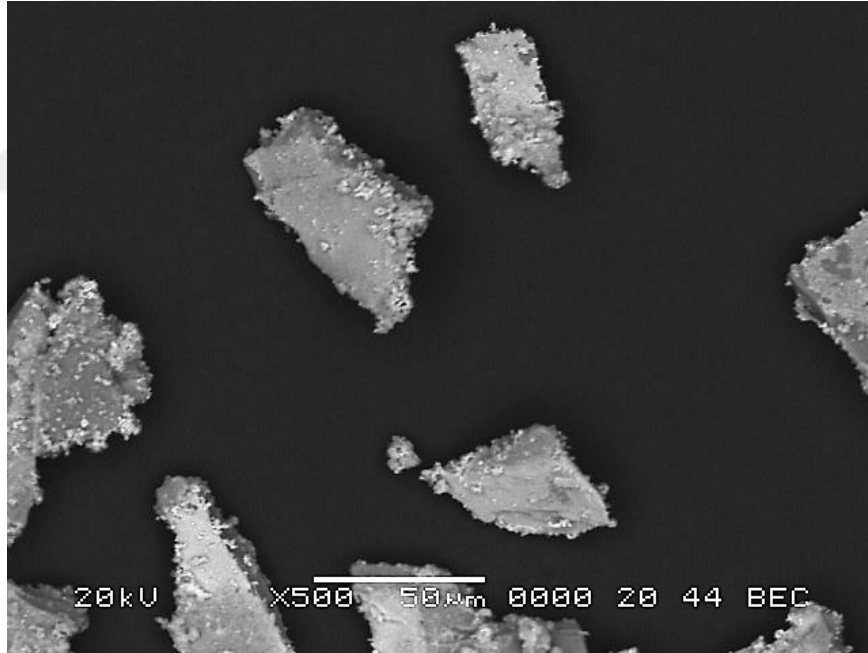
Şekil 5.5 ve Şekil 5.6'da yer alan SEM görüntüleri 300 nm hedef kaplama kalınlığı için 30 dk boyunca banyoda tutulan silisyum karbür partiküllerde  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4.6H_2O$  kullanıldığı durumda partiküllerin başarılı bir şekilde Ni-P kaplandığını ve uniform bir yapıya sahip olduklarını göstermektedir.  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiCl_2.6H_2O$  kullanılan kaplama banyosuna ait SEM görüntüleri incelendiğinde benzer kaplama morfolojisi kendini göstermekle birlikte bazı partiküllerin yüzeylerinde yer yer nikel fosfat çekirdeklenmelerinin başladığı; partiküllerin keskin köşelerine bakıldığında ise bu yüzeylerin kaplanamadan kaldığı tespit edilmiştir.

Şekil 5.7 ve Şekil 5.8'de 30 dk süreli kaplama banyosuyla aynı sıcaklık ve pH şartları altında  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak sırasıyla  $NiCl_2.6H_2O$  ve  $NiSO_4.6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.





Şekil 5.7  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiCl_2.6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5.8  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4.6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

Şekil 5.7 ve 5.8'deki SEM görüntüleri incelendiğinde 300 nm kaplama kalınlığı hedeflenmiş olan banyolarda 10 dk boyunca partiküller akımsız Ni-P kaplama prosesine tabi tutulduklarında partiküllerin Ni-P tabakasıyla kaplandığı ancak  $Ni^{2+}$  iyon kaynağına bağlı olarak özellikle  $NiCl_2.6H_2O$  sulu çözeltisi kullanılan kaplama banyolarında kaplama

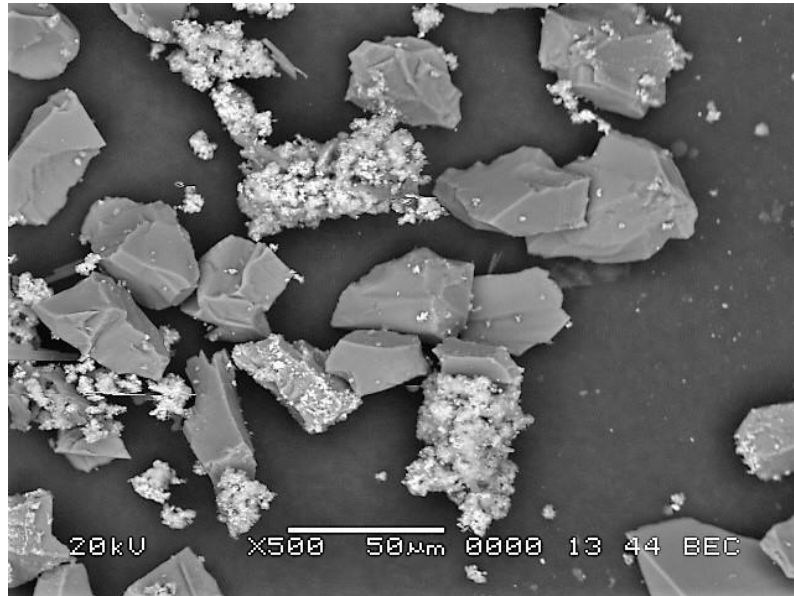
süresinin kısalığının da etkisiyle partiküllerin tamamının homojen bir şekilde kaplanamadığı görülmüştür.  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sulu çözeltisi içeren kaplama banyosunda ise partiküllerin tamamı başarılı bir şekilde Ni-P tabakasıyla kaplanmışlardır.

Çizelge 5. 3'de 100 nm kaplama kalınlığı hedeflenen kaplama banyosuna transfer edilecek  $\text{Ni}^{2+}$  iyon çözeltilerinin teorik hesabı ve değişen kaplama süresine göre oluşturulan deney setleri verilmektedir.

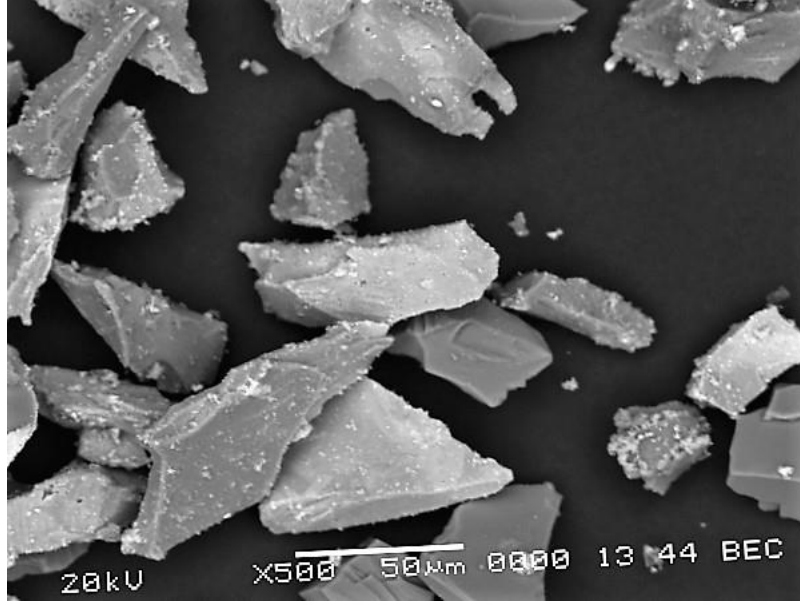
Çizelge 5. 3 100 nm Ni-P kaplama kalınlığı hedeflenmiş kaplama banyosuna göre oluşturulan deney setleri

Kaplama Banyosu	Takviye Malzemesi	Partikül Boyutu	Spesifik Yüzey Alanı ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Malzeme Miktarı (g)	Kaplama Kalınlığı (nm)	Kaplama Süresi (dk)	Nikel İyon Kaynağı	Nikel Miktarı
Ni-P	SiC	35	0,125	3	100	30	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	33,79
Ni-P	SiC	35	0,125	3	100	30	$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	27,18
Ni-P	SiC	35	0,125	3	100	10	$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	33,79
Ni-P	SiC	35	0,125	3	100	10	$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	27,18

Şekil 5.9 ve Şekil 5.10'da  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak sırasıyla  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.



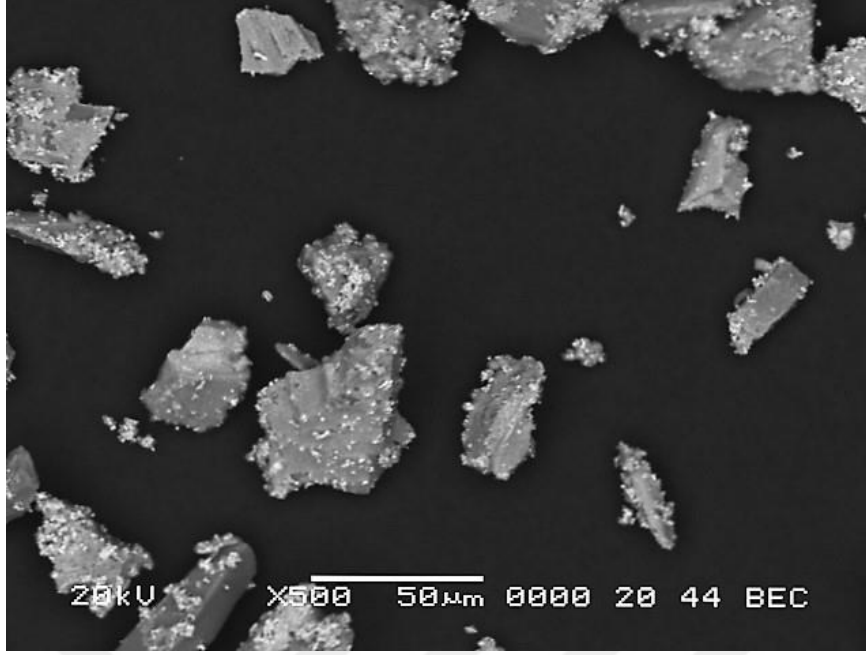
Şekil 5.9  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



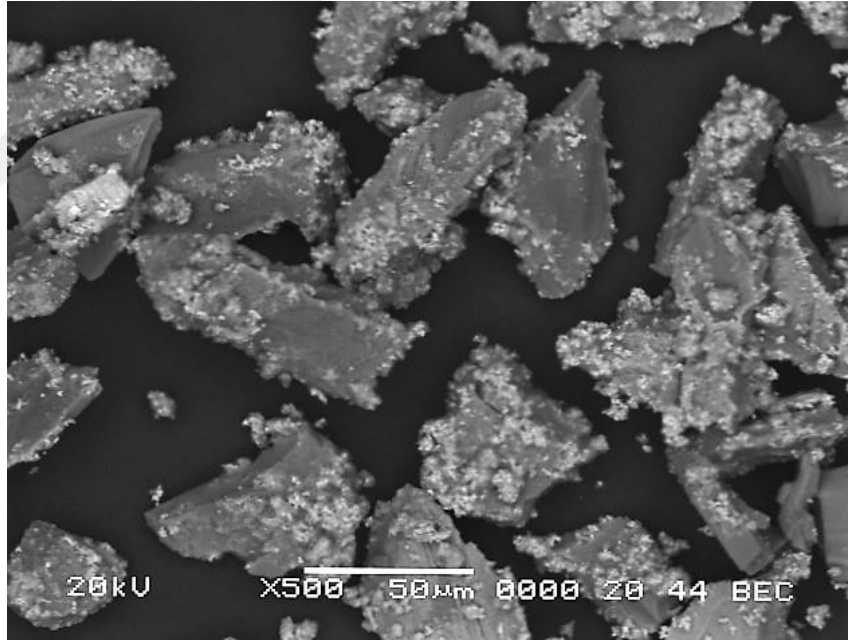
Şekil 5.10  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4.6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

Şekil 5.9 ve 5.10'daki SEM görüntüleri incelendiğinde hedeflenen kaplama kalınlığının çok ince olması nedeniyle partiküller başarılı bir şekilde Ni-P tabakası ile kaplanamamıştır. Bunun yanı sıra ortamda kaplanmadan birikmiş serbest nikelin varlığı ve yer yer nikel yığılmalarının olduğu gözlenmiştir. Bunun durumun nedeni hedeflenen kaplama kalınlığının Ni:SiC oranına göre hesaplanması sonucu banyoya transfer edilen banyo bileşenlerinin miktarının düşüklüğüne karşın kaplama süresinin uzunluğu ve dolayısıyla banyo kimyasalların dekompoze olması ve kaplama reaksiyonlarının tamamlanamadan banyo stabilitesinin bozulmasıdır. 100 nm gibi düşük kaplama kalınlıklarında optimum kaplama süresinin belirlenebilmesi için aynı deney şartları tekrarlanmış fakat bu sefer kaplama süresi 10 dk olarak tutulmuştur.

Şekil 5.11 ve Şekil 5.12'da  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak sırasıyla  $NiCl_2.6H_2O$  ve  $NiSO_4.6H_2O$  kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.



Şekil 5.11 Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5.12 Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılmış Ni-P banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

Şekil 5.11 ve 5.12'de kaplama banyosunda 10 dk süreyle Ni-P kaplanmış SiC partiküllerinin SEM görüntüleri görülmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde 100 nm hedef kaplama kalınlığı için kaplama süresinin 10 dk tutulması durumunda partiküllerin Ni-P tabakasıyla kaplanabildiği ancak hedef kaplama kalınlığının çok ince olması

nedeniyle partikül yüzeyinde oluşan kaplamanın homojen olmadığı yüzeyde sık aralıklarla tutunarak biriktiği görülmüştür. 100 nm hedef kaplama kalınlığı için optimum kaplama süresi bu nedenle bu çalışmadaki deney setleri için 10 dk olarak saptanmıştır.

Elde edilen SEM görüntüleri incelendiğinde akımsız Ni-P kaplama banyoları için  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$  sulu çözeltisi tercih edilen banyolarda  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  sulu çözeltisi tercih edilen kaplama banyolarına oranla partiküller üzerinde oluşan Ni-P kaplamanın sürekliliğinin ve homojenitesinin daha yüksek olduğu görülmüştür. Ayrıca Ni-P kaplama banyosu için optimum kaplama süresinin yüksek kaplama kalınlıklarında 30 dk civarında olması, 100 nm gibi düşük kaplama kalınlıklarında ise banyo kimyasallarının dekompoze olmasını önlemek için daha kısa süreli kaplama banyolarında çalışmanın daha iyi sonuçlar vereceği deney setlerinden çıkarılabilecek bir diğer sonuçtur.

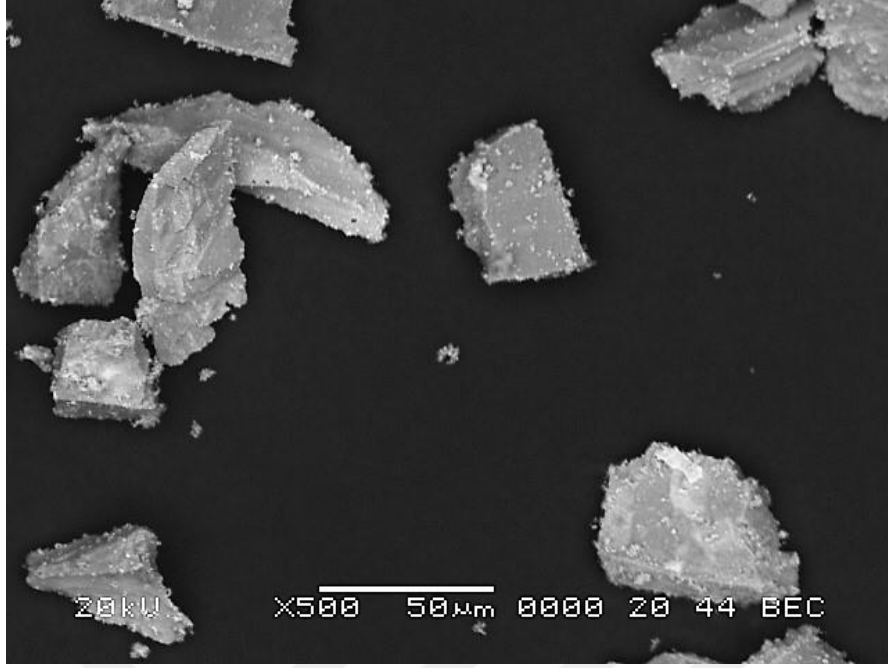
## 5.2 Ni-B Kaplama

Çizelge 5. 4'de 500 nm kaplama kalınlığı hedeflenen kaplama banyosuna transfer edilecek  $Ni^{2+}$  iyon çözeltilerinin teorik hesabı ve değişen kaplama süresine göre oluşturulan deney setleri verilmektedir.

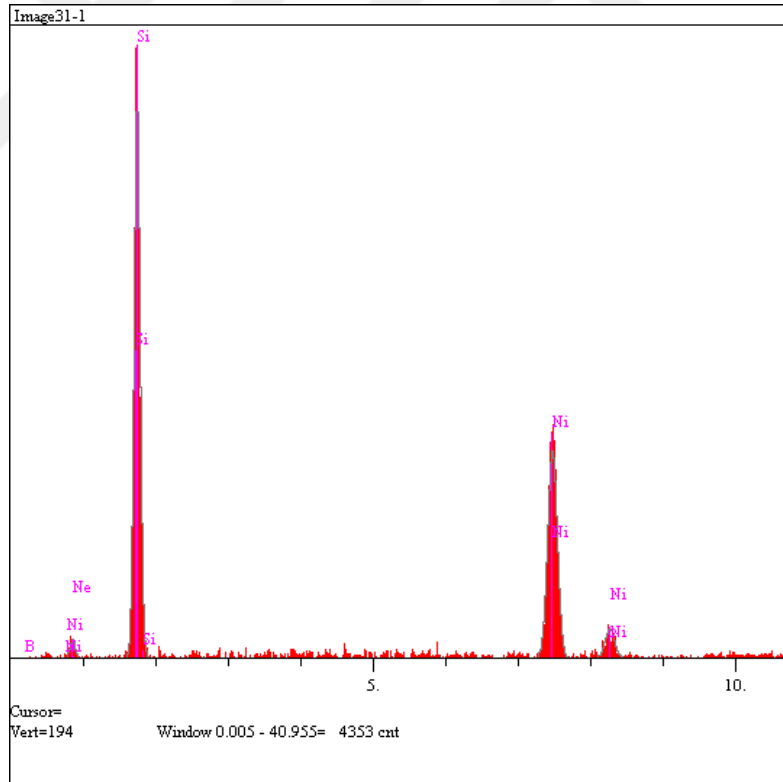
Çizelge 5. 4 500 nm Ni-B kaplama kalınlığı hedeflenmiş kaplama banyosuna göre oluşturulan deney setleri

Kaplama Banyosu	Takviye Malzemesi	Partikül Boyutu	Spesifik Yüzey Alanı ( $m^2/g$ )	Malzeme Miktarı (g)	Kaplama Kalınlığı (nm)	Kaplama Süresi (dk)	Nikel İyon Kaynağı	Nikel Miktarı
Ni-B	SiC	35	0,125	3	500	30	$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	168,96
Ni-B	SiC	35	0,125	3	500	30	$NiSO_4 \cdot 6H_2O$	135,88
Ni-B	SiC	35	0,125	3	500	10	$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	168,96
Ni-B	SiC	35	0,125	3	500	10	$NiSO_4 \cdot 6H_2O$	135,88

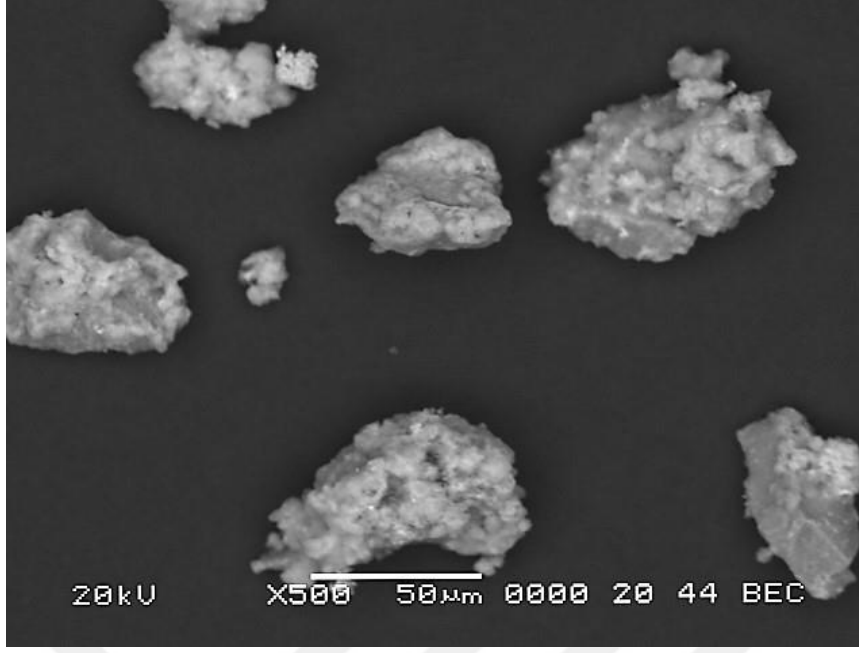
Şekil 5.13(a) ve Şekil 5.14(a)'da  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak sırasıyla  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  ve  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$  kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.



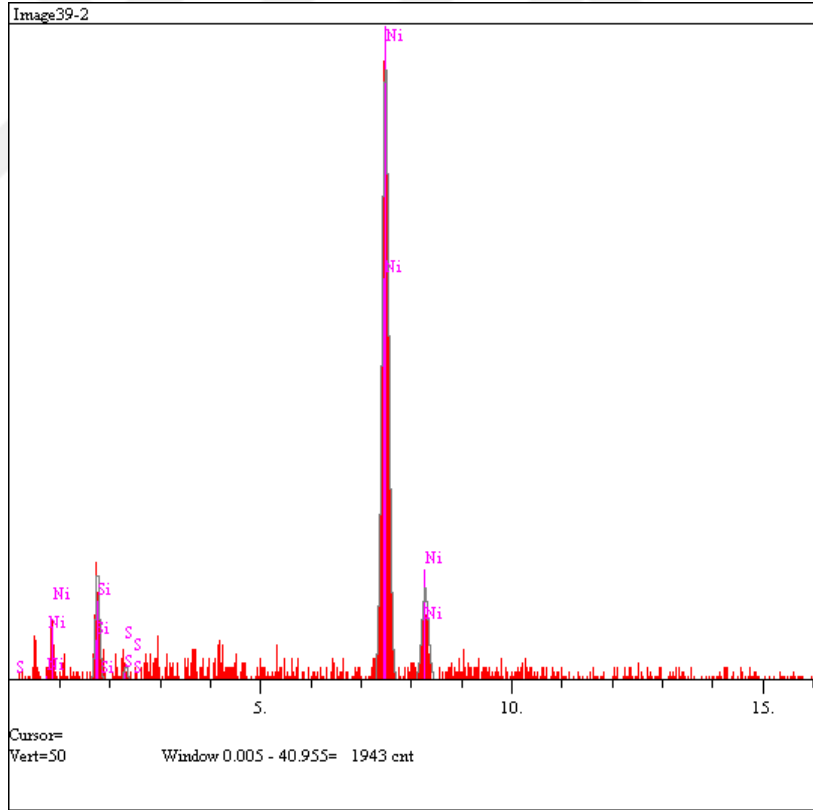
Şekil 5.13 (a)  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5.13 (b)  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin EDS analizi



Şekil 5.14 (a)  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5.14 (b)  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin EDS analizi

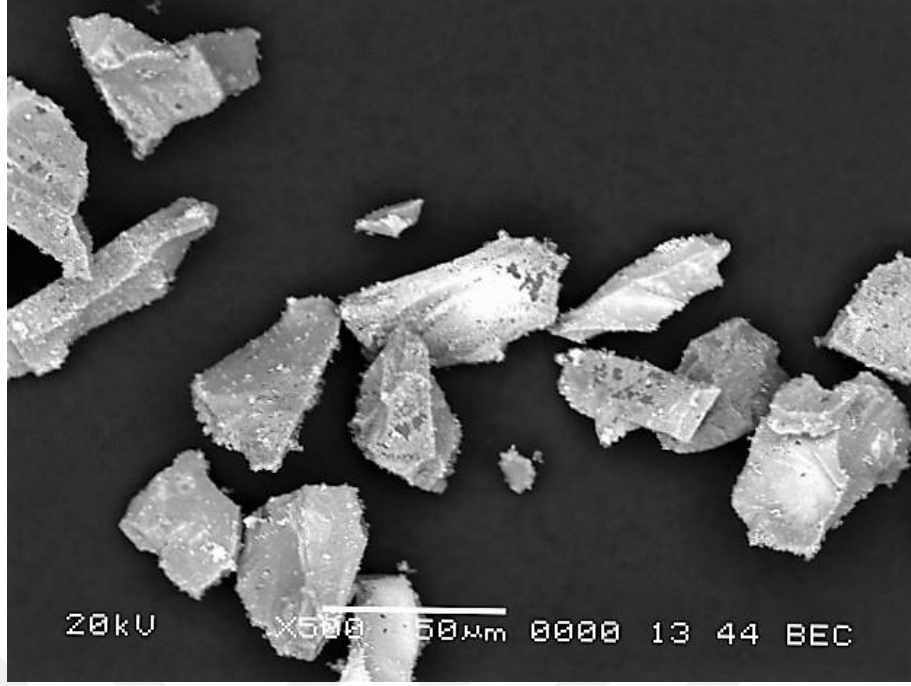
Şekil 5.13 (a) ve 5.14 (a)'de 500 nm hedef kaplama kalınlığında 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC partiküllerinin kullanılan nikel iyon kaynağına göre SEM görüntüleri görülmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde partikül yüzeylerinin başarılı bir şekilde Ni-B tabakasıyla kaplandığı görülmektedir. Ancak Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanıldığı kaplama banyosunda partikül yüzeyinde Ni-B tabakası haricinde metalik nikel birikmelerinin de olduğu saptanmıştır. Nikel iyon kaynağı olarak NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sulu çözeltisi kullanılan kaplama banyosunda ise kaplama sürekliliğinin ve uniformluğunun daha yüksek olduğu SEM görüntülerinden anlaşılmaktadır.

Şekil 5.13 (b) ve 5.14 (b)'de ise 500 nm hedef kaplama kalınlığında 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC partiküllerinin kullanılan nikel iyon kaynağına göre EDS analizleri görülmektedir. EDS analizlerinden de görüleceği üzere her iki nikel iyon kaynağı kullanıldığı durumda da partiküllerin üzerinde Ni-B kaplamanın varlığı gözlenebilmektedir.

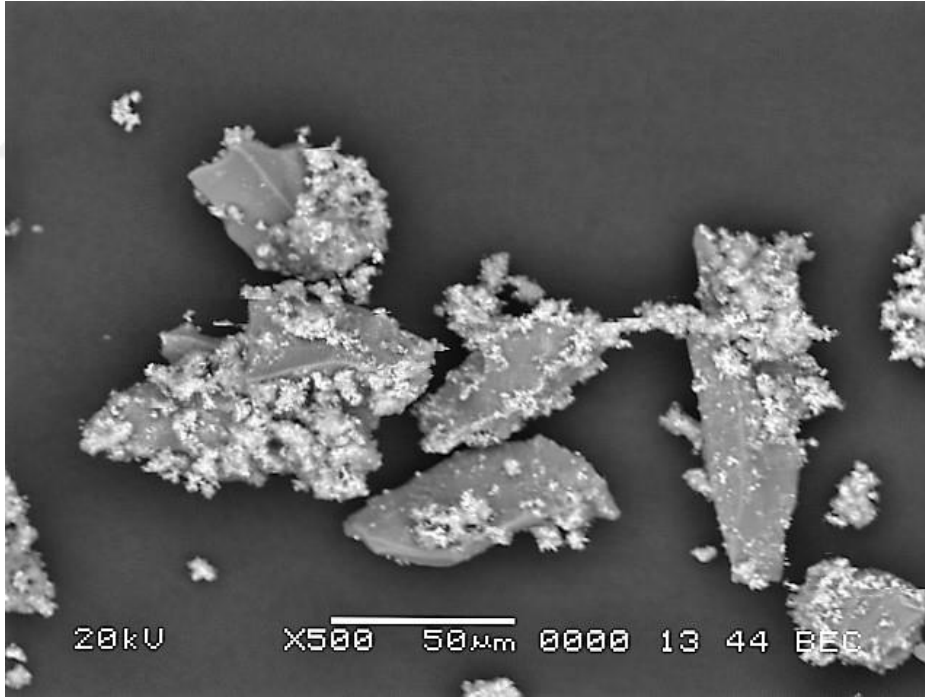
Zhu vd. B<sub>4</sub>C partiküllerinin akımsız Ni-B kaplanması ile ilgili çalışmalarında redükthan ilave hızının etkisini araştırmıştır. Tek seferde ve çok hızlı redükthan ilavelerinde Ni-B tabakasının çok hızlı oluştuğunu ve B<sub>4</sub>C partiküllerinin aglomerasyonuna neden olduğunu ortaya koymuştur. Bununla birlikte Zhu vd.'nin çalışması redükthanın tek seferde ilavesinin bazı partikül yüzeylerinde daha yoğun kaplamaların oluşmasına neden olurken; redükthan, zamana bağlı olarak nispeten yavaş hızlarda ilave edildiğinde daha homojen kaplamaların elde edilebildiğini göstermiştir. Zhu çalışmalarını nikel iyon kaynağı olarak olarak yalnızca NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sulu çözeltisi içeren akımsız banyoda gerçekleştirmiştir. Bu çalışmada redükthan ilave hızı tüm deney setlerinde sabit tutularak değişen nikel iyon kaynağının Ni-B kaplamaya etkisi araştırılmıştır [22].

Şekil 5.15 ve Şekil 5.16'da Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak sırasıyla NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O ve NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılmış Ni-B banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.





Şekil 5.15  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  kullanılmış Ni-B banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5.16  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$  kullanılmış Ni-B banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

Şekil 5.15’de kaplama banyosunda  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiCl_2.6H_2O$  kullanılmış ve 500 nm kaplama kalınlığı hedeflenmiştir. 10 dk kaplama banyosunda tutulan SiC partikülleri başarılı bir şekilde Ni-B kaplanmıştır. Şekil 5.16’de kaplama banyosunda  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4.6H_2O$  kullanılmış banyo parametreleri ve diğer banyo bileşenleri sabit tutulmuştur. SEM görüntüleri incelendiğinde partiküllerin Ni-B ile kaplandığı ancak Ni-B kaplamanın partiküllerin tamamında görülemediği bazı partiküllerin üzerinde Ni-B kaplamanın olduğu ancak kaplama tabakasının süreksiz bir yapıda olduğu saptanmıştır.

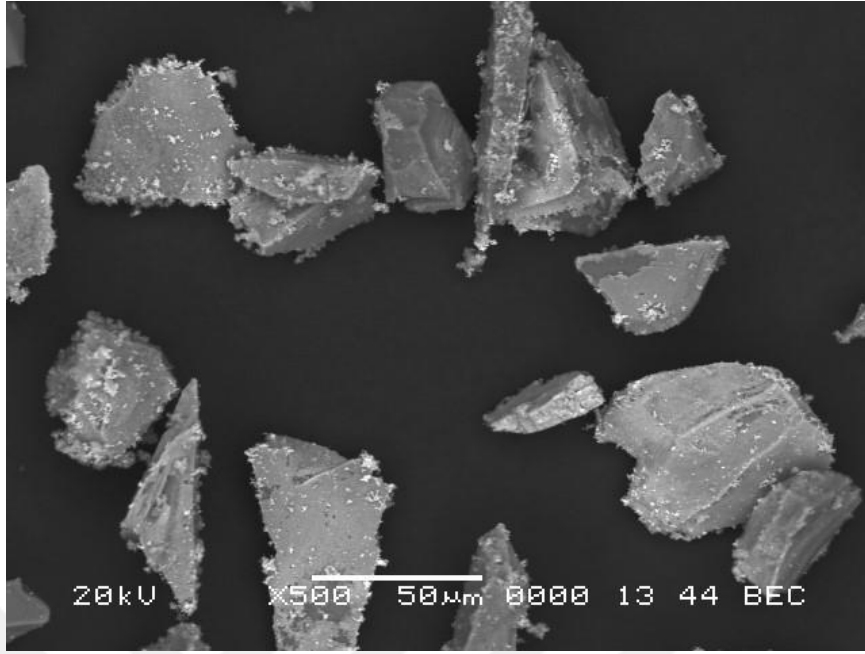
Zhu vd., yaptıkları bir diğer çalışmada , bor karbür partikülleri üzerine Ni-B’un akımsız kaplama yöntemiyle kaplanmasını araştırmışlardır.  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4.6H_2O$ , indirgeyici ajan olarak  $NaBH_4$  kullanan Zhu vd. partikül yüzeylerini başarılı bir şekilde Ni-B kaplamışlardır ve çalışma sonucunda Ni-B kaplamanın kalınlığının da  $Ni^{2+}:B_4C$  oranının ayarlanmasıyla değişebildiğini görmüşlerdir [53]. Bu çalışmada ki tüm deneysel hesaplamalar bu yöntem esas alınarak oluşturulmuş ve banyo bileşenleri Ni:SiC oranına göre hesaplanarak banyoya transfer edilmiştir.

Çizelge 5. 5’de 300 nm kaplama kalınlığı hedeflenen kaplama banyosuna transfer edilecek  $Ni^{2+}$  iyon çözeltilerinin teorik hesabı ve değişen kaplama süresine göre oluşturulan deney setleri verilmektedir.

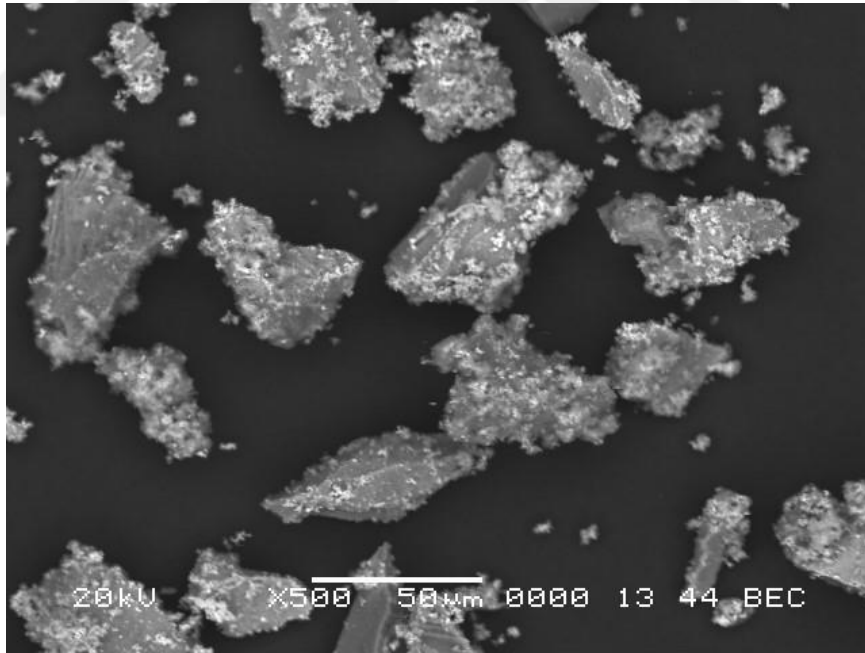
Çizelge 5. 5 300 nm Ni-B kaplama kalınlığı hedeflenmiş kaplama banyosuna göre oluşturulan deney setleri

Kaplama Banyosu	Takviye Malzemesi	Partikül Boyutu	Spesifik Yüzey Alanı ( $m^2/g$ )	Malzeme Miktarı (g)	Kaplama Kalınlığı (nm)	Kaplama Süresi (dk)	Nikel İyon Kaynağı	Nikel Miktarı
Ni-B	SiC	35	0,125	3	300	30	$NiCl_2.6H_2O$	101,37
Ni-B	SiC	35	0,125	3	300	30	$NiSO_4.6H_2O$	81,53
Ni-B	SiC	35	0,125	3	300	10	$NiCl_2.6H_2O$	101,37
Ni-B	SiC	35	0,125	3	300	10	$NiSO_4.6H_2O$	81,53

Şekil 5.17 ve Şekil 5.18’de  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak sırasıyla  $NiCl_2.6H_2O$  ve  $NiSO_4.6H_2O$  kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.

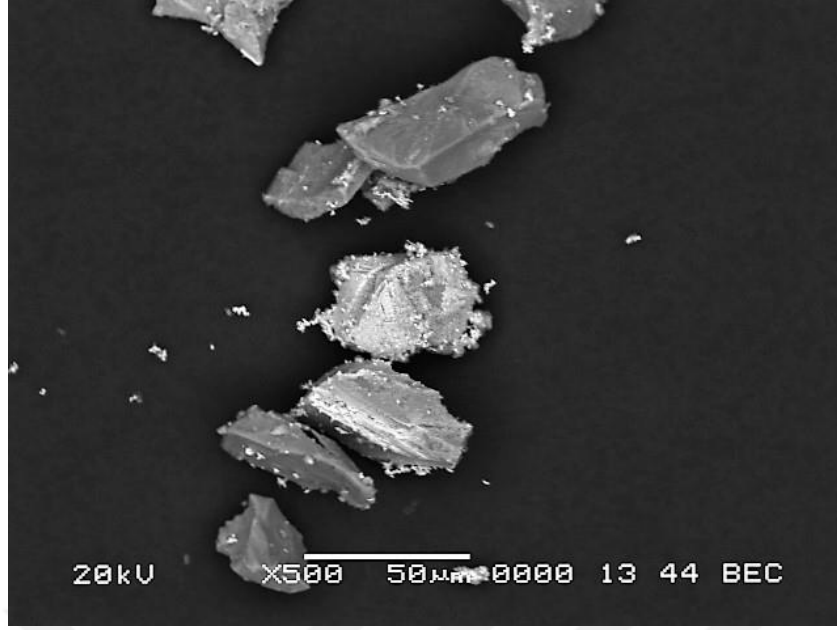


Şekil 5.17  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

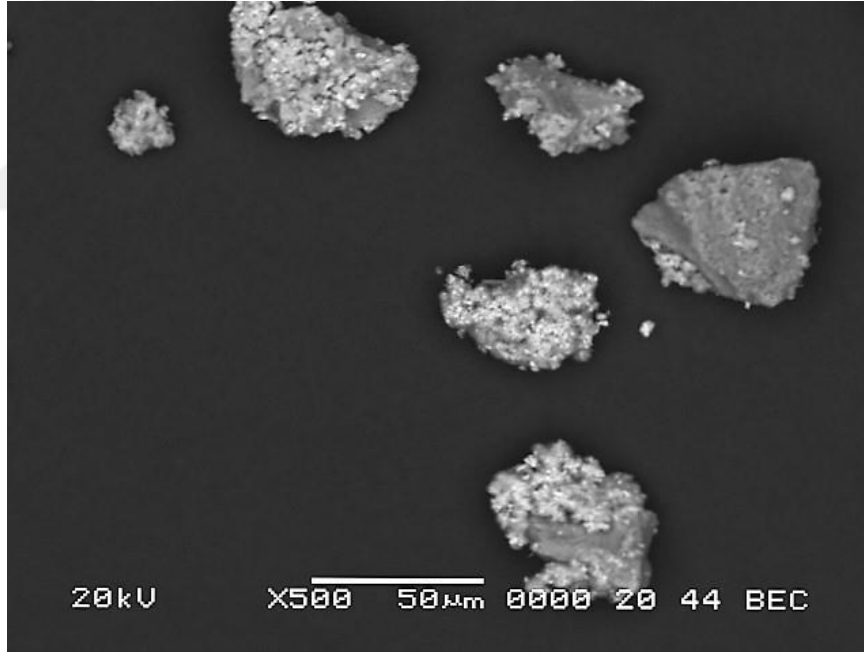


Şekil 5.18  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

Şekil 5.19 ve Şekil 5.20'da  $\text{Ni}^{2+}$  iyon kaynağı olarak sırasıyla  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ve  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  kullanılmış Ni-B banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.



Şekil 5.19  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  kullanılmış Ni-B banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5.20  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$  kullanılmış Ni-B banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

Şekil 5.17 ve 5.28'de 300 nm kaplama kalınlığı hedeflenen kaplama banyosunda seramik partiküller 30 dk boyunca tutulmuşlardır. Deney sonucunda partiküllerin başarılı bir şekilde Ni-B tabakasıyla kaplandığı görülmektedir. Şekil 5.19 ve 5.20'de 300 nm kaplama kalınlığı hedeflenen kaplama banyosunda seramik partiküller 10 dk

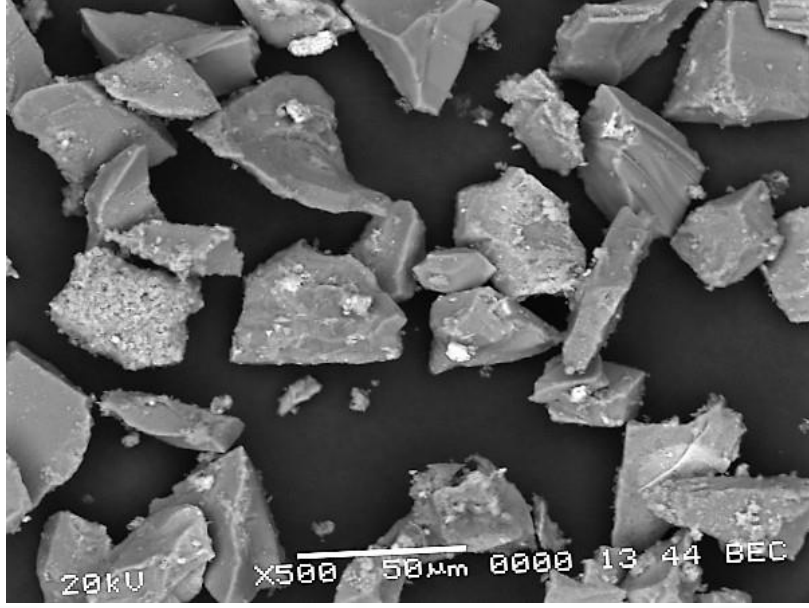
boyunca kaplama mekanizmasının gerçekleşmesi adına banyoda tutulmuşlardır. Sırasıyla 30 dk ve 10 dk kaplama banyosunda Ni-B kaplanmış SiC partiküllerinin SEM görüntüleri incelendiğinde her iki kaplama süresinde de partikül yüzeyleri Ni-B tabakası ile kaplanabildiği görülmektedir. Ancak kaplama süresinin 10 dk olarak tutulduğu deneylerde kaplanan partikül miktarının daha düşük olduğu saptanmıştır. Yüksek hedef kaplama kalınlıklarında 10 dk gibi kısa kaplama süresi tercih edildiğinde redüktanın ilavesinin tamamlanmasından sonra kaplama mekanizmasını gerçekleştirecek olan reaksiyonların tamamlanması için çok az süre kalması kaplama mekanizmasının tamamlanmasına ve dolayısıyla bazı partiküllerin kaplanamadan kalmasına neden olmuştur.

Çizelge 5. 6'de 100 nm kaplama kalınlığı hedeflenen kaplama banyosuna transfer edilecek Ni<sup>2+</sup> iyon çözeltilerinin teorik hesabı ve değişen kaplama süresine göre oluşturulan deney setleri verilmektedir.

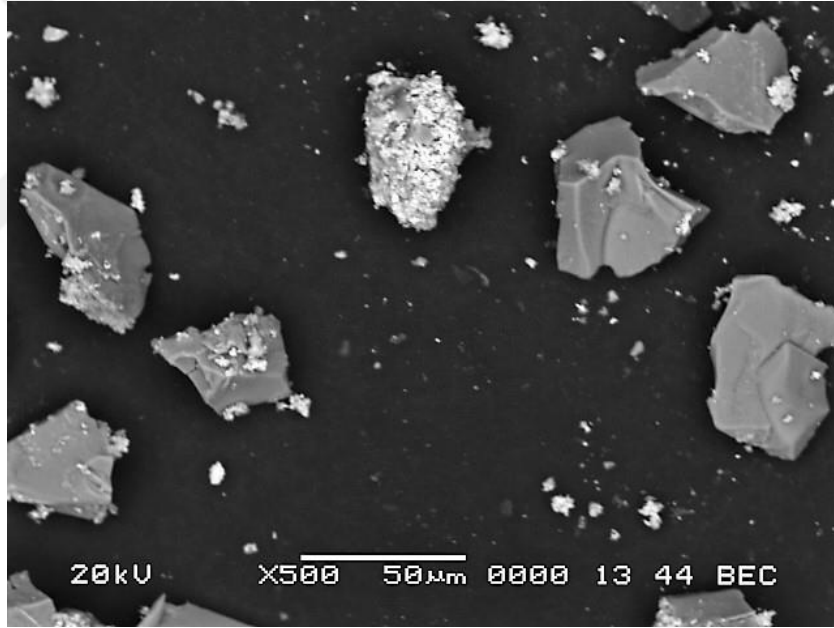
Çizelge 5. 6 100 nm Ni-B kaplama kalınlığı hedeflenmiş kaplama banyosuna göre oluşturulan deney setleri

Kaplama Banyosu	Takviye Malzemesi	Partikül Boyutu	Spesifik Yüzey Alanı (m <sup>2</sup> /g)	Malzeme Miktarı (g)	Kaplama Kalınlığı (nm)	Kaplama Süresi (dk)	Nikel İyon Kaynağı	Nikel Miktarı
Ni-B	SiC	35	0,125	3	100	30	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	33,79
Ni-B	SiC	35	0,125	3	100	30	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	27,18
Ni-B	SiC	35	0,125	3	100	10	NiCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	33,79
Ni-B	SiC	35	0,125	3	100	10	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	27,18

Şekil 5.21 ve Şekil 5.22'da Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak sırasıyla NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O ve NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.

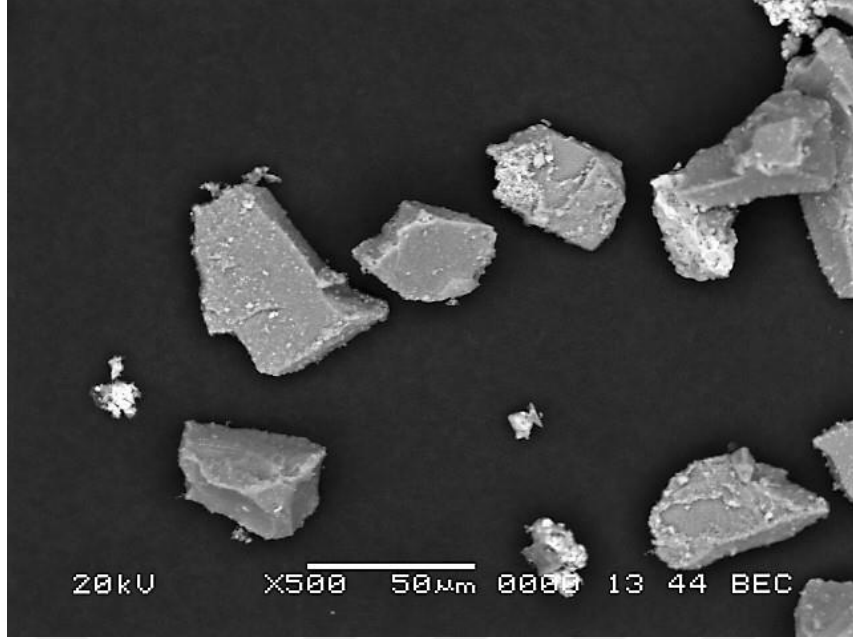


Şekil 5.21 Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

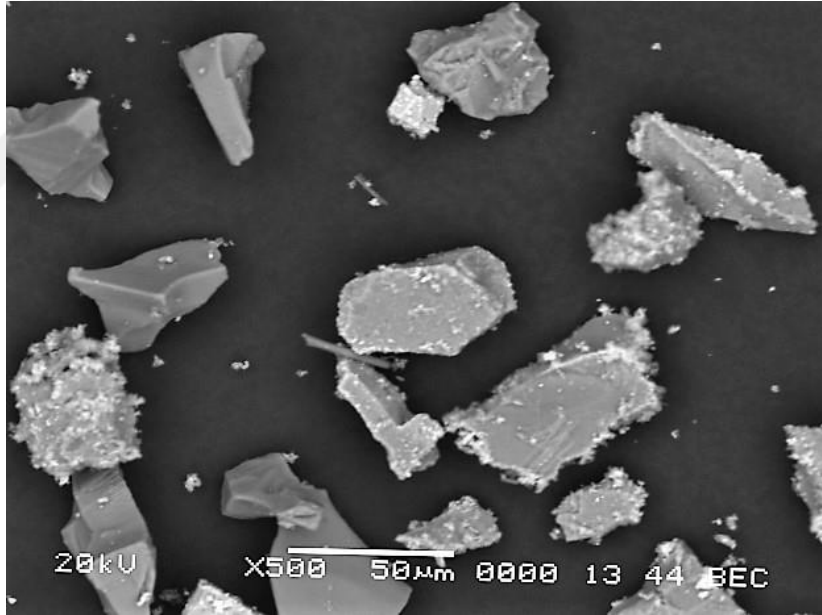


Şekil 5.22 Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılmış Ni-B banyosunda 30 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

Şekil 5.23 ve Şekil 5.24'da Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak sırasıyla NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O ve NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılmış Ni-B banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüleri görülmektedir.



Şekil 5.23 Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılmış Ni-B banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 5.24 Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılmış Ni-B banyosunda 10 dk boyunca kaplanmış olan SiC seramik partiküllerinin 500x büyütmedeki SEM görüntüsü

SEM görüntüleri incelendiğinde Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağının ya da kaplama süresinin Ni-B kaplamaya etkisi tam olarak belirlenememiştir. Hedeflenen kaplama kalınlığının çok düşük olması nedeniyle yeterli olmaması bu kaplama kalınlığı için Ni-B kaplama morfolojisinin değerlendirilmesine engel olmuştur.

Tüm deney setleri incelendiğinde akımsız Ni-B kaplamalar için Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sulu çözeltisi kullanıldığında elde edilen kaplamalarda kaplama tabakasının seramik partikül yüzeyinde başarılı bir şekilde oluşabildiği ve sürekli bir kaplamanın elde edilebileceği belirlenmiştir. Ayrıca EDS sonuçları incelendiğinde Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O kullanılması durumunda Ni-B kaplamalar elde edilebileceği görülmektedir.





### SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışma SiC seramik tozlarının akımsız Ni-P ve Ni-B kaplanması sırasında Ni<sup>2+</sup> kaynağının ve kaplama süresinin kaplama morfolojisi üzerine etkilerini değerlendirmek amacıyla yürütülmüştür. Deneysel çalışmalar sonucunda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

- SiC tozları NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O ve NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O olmak üzere iki farklı Ni<sup>2+</sup> nikel iyon kaynağı ve H<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O ve NaBH<sub>4</sub> indirgeyici ajanları kullanılarak başarılı bir şekilde akımsız Ni-P ve Ni-B kaplanmıştır.
- Ni-P kaplama için kullanılan Ni<sup>2+</sup> iyon kaynakları karşılaştırıldığında, NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O'nun kullanıldığı kaplama banyolarında seramik partikül üzerinde oluşan kaplama tabakasının altlık malzemesine daha iyi bağlandığı ve sürekli bir yapıya sahip olduğu düşünülmektedir.
- Ni-B kaplama için NiCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O sulu çözeltisinin Ni<sup>2+</sup> iyon kaynağı olarak kullanılması durumunda SiC üzerinde oluşan kaplama tabakasının homojenitesinin daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.
- Ni-P ve Ni-B kaplama mekanizmaları karşılaştırıldığında Ni-P kaplamaların daha sürekli bir yapıya sahip olduğu, Ni-B kaplamalarda ise daha homojen ve uniform kaplama elde edildiği gözlenmiştir.
- Hedef kalınlığı 100 nm olarak belirlenen akımsız Ni-P ve Ni-B kaplanan SiC partiküllerinin SEM görüntüleri kaplama tabakasına kaplama süresinin ve kullanılan nikel iyon çözeltisinin kaplama banyosuna etkisi konusunda net bilgi

vermemektedir. Hedef kaplama kalınlığının çok düşük olması kaplama morfolijisinin incelenmesini imkansız kılmıştır.

- SiC partiküllerinin optimum kaplama süresi 100 nm'den yüksek hedef kaplama kalınlıkları için 30 dk olarak belirlenmiştir.
- Bazı partiküllerin yüzeylerinde oluşan kaplama tabakasının yer yer yüzeyden sıyrıldığı görülmüştür. Bu duruma özellikle uzun süreli kaplamalarda manyetik karıştırıcının mekanik bir etkisi olduğu düşünülmektedir.

Sonuç olarak metal matrisli kompozit malzeme üretiminde karşılaşılan matris takviye ara yüzeyindeki ıslatma problemini gidermek amacıyla akımsız nikel kaplama yönteminde Ni-P kaplamalar için  $Ni^{2+}$  iyon kaynağı olarak  $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ , Ni-B kaplamalar için ise  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  kullanılması önerilmektedir. SiC partiküllerinin 100 nm'den yüksek hedef kaplama kalınlıkları için optimum kaplama süresi 30 dk olarak belirlenmiştir. Düşük hedef kaplama kalınlığı istenildiği durumda banyo bileşenlerinin dekompoze olmasının önüne geçebilmek için kaplama süresinin daha kısa tutulması gerekmektedir. Ni-P ve Ni-B kaplı SiC seramik tozları metal matrisli kompozit malzeme üretiminde takviye malzemesi olarak değerlendirildiğinde olumlu sonuçlar vereceği düşünülmektedir.

## KAYNAKLAR

---

- [1] Kretz, F., Gacsi, Z., Kovacs, J. ve Pieczonka, T., (2004). "The electroless deposition of nickel on SiC particles for aluminum matrix composites", *Surface and Coatings Technology*, 575: 180-181.
- [2] Zhang, HJ., Wu, XW., Jia, QL. ve Jia, XL., (2007). "Preparation and microwave properties of Ni-SiC ultrafine powder by electroless plating", *Materials & Design*, 28: 1369-1373.
- [3] Wang, ZW., Wang, TJ., Wang, ZW. ve Jin, Y., (2004). "Organic modification of ultrafine particles using carbon dioxide as the solvent", *Powder Technology*, 139: 148-155.
- [4] Bartulia, C., Valentea, T. ve Tuluib, M., (2002). "Plasma spray deposition and high temperature characterization of ZrB<sub>2</sub>-SiC protective coatings", *Surface and Coatings Technology* 155: 260-273.
- [5] Bhatt, RT., Choi, SR., Cosgriff, LM., Fox, DS. ve Lee, KN., (2008). "Impact resistance of environmental barrier coated SiC/SiC composites", *Materials Science and Engineering A476*: 8-19.
- [6] Grosjean, A., Rezrazi, M., Takadoun, J. ve Berçot, P., (2001). "Hardness, friction and wear characteristics of nickel-SiC electroless composite deposits", *Surface and Coatings Technology* 137: 92-96.
- [7] Apachitei, I., Tichelaar, FD., Duszczyk, J. ve Katgerman, L., (2002). "The effect of heat treatment on the structure and abrasive wear resistance of autocatalytic NiP and NiP-SiC coatings", *Surface and Coatings Technology*, 149: 263-278.
- [8] Hashim, J., Looney, L. ve Hashmi, MSJ., (2001). "The enhancement of wettability of SiC particles in cast aluminium matrix composites", *Journal of Materials Processing Technology*, 119: 329-335.
- [9] Kang, HK. ve Kang, SB., (2006). "Thermal decomposition of silicon carbide in a plasma-sprayed Cu/SiC composite deposit", *Materials Science and Engineering*, A428: 336-345.
- [10] Toptan, F., Kılıçarslan, A., Karaaslan, A., Cigdem, M. ve Kerti, I., (2010). "Processing and microstructural characterisation of AA 1070 and AA 6063 matrix B<sub>4</sub>Cp reinforced composites", *Materials & Design*, 31: 87-91.

- [11] Ferguson, JD., Buechler, KJ., Weimer, AW. ve George, SM., (2005). "SnO<sub>2</sub> atomic layer deposition on ZrO<sub>2</sub> and Al nanoparticles: pathway to enhanced thermite materials", *Powder Technology*, 156: 154–163.
- [12] Hakim, LF., George, SM. ve Weimer, AW., (2005). "Conformal nanocoating of zirconia nanoparticles by ALD in a fluidized bed reactor", *Nanotechnology*, 16(7): 375–385.
- [13] Ferguson, JD., Weimer, AW. ve George, SM., (2000). "Atomic layer deposition of ultrathin and conformal Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films on BN particles", *Thin Solid Films*, 371: 95–104.
- [14] Liu, SQ., Tao, WH., Li, J., Yang, ZX. ve Liu, FT., (2005). "Study on the formation process of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–TiO<sub>2</sub> composite powders", *Powder Technology*, 155: 187–192.
- [15] Yang, CC., Chen, SY. ve Cheng, SY., (2004). "Synthesis and physical characteristics of ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanocrystalline and ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/Eu core–shell structure via hydrothermal route", *Powder Technology*, 148: 3–6.
- [16] Jiang ZJ. ve Liu CY. (2003). "Seed-mediated growth technique for the preparation of a silver nanoshell on a silica sphere", *Journal of Physical Chemistry*, B107: 12411–12415.
- [17] Chen, XH., Xia, JT., Peng, JC., Li, WZ. ve Xie, SS., (2000). "Carbonnanotube metal matrix composites prepared by electroless plating", *Composites Science and Technology*, 60: 301–306.
- [18] Ang, LM., Hor, TSA., Xu, GQ., (2000). "Decoration of activated carbon nanotubes with copper and nickel", *Carbon*, 38: 363–372.
- [19] Luo, L., Wu, Y., Li, J. ve Zheng, Y., (2011). "Preparation of nickel coated tungsten carbide powders by room temperature ultrasonic-assisted electroless plating", *Surface and Coatings Technology*, 206: 1091–1095.
- [20] Khosroshahi, NB., Khosroshahi, RA., Mousavian, RT. ve Brabazon, D., (2014). "Effect of electroless coating parameters and ceramic particle size on fabrication of a uniform Ni-P coating on SiC particles", *Ceramics International*, 40: 12149–12159.
- [21] Zhu, SL., Tang, L., Cui, ZD., Wei, Q. ve Yang, XJ., (2011). "Preparation of copper-coated b-SiC nano particles by electroless plating", *Surface and Coatings Technology*, 205: 2985–2988.
- [22] Zhu, X., Dong, H. ve Lu, K., (2008). "Coating different thickness nickel–boron nano layers onto boron carbide particles", *Surface and Coatings Technology*, 202: 2927–2934.
- [23] Krishnan, KH., John, S., Srinivasan, KN. (2006). "An overall aspect of electroless Ni-P depositions", *Metallurgical and Materials Transactions*, A 37(A): 1917–1926.
- [24] Balaraju, JN., Sankara, Narayanan, TSN. ve Seshadri SK., (2009). "Electroless Ni-P composite coatings", *Journal of Applied Electrochemistry*, 33: 807–816.

- [25] Hea, P., Huanga, S., Wanga, H. (2014). "Electroless nickel–phosphorus plating on silicon carbide particles for metal matrix composites", *Ceramics International*, 40: 16653–16664.
- [26] Riedel, W., (1991). *Electroless Nickel Plating*, Finishing Publications Ltd., Stevenage, UK.
- [27] Akbulut, H., (1995). Alümina Fiber Takviyeli Al-Si Metal Matriksli Kompozitlerin Üretimi ve Mikroyapı-Özellik İlişkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [28] Mertgenç, E., Yalçın, Y., (2004). Savurma Döküm Yöntemi ile Metal Matriksli Kompozit Malzeme Üretiminin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyon.
- [29] Ekerer, F. A., Demir, A., (2007). Alümina SiC Partikül Destekli T/M Al-Matriksli Kompozitlerin Üretilmesi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- [30] Soy, U., Demir, A., (2009). SiC/B4C Takviyeli Metal Matriks Kompozit Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- [31] Chawla, N., Chawla, K.K., (2006). *Metal Matrix Composites*, Springer Science & Business Media, Inc., New York, ABD.
- [32] Şen, O., (2005). TiO<sub>2</sub> Partikül Takviyeli Alüminyum Matriksli Kompozit Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Manisa.
- [33] Kopeliovich, D., (2007). "Brazing Magnesium Alloys and Magnesium Matrix Composites", *Materials Engineering, Substances & Technologies*.
- [34] Yanıkçı, G., Karaaslan, A., (2006). Silisyum Karbür Takviyeli Alüminyum Matriksli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi ve Döküm Yöntemiyle Üretilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [35] Ergün, N., Şahin, F., Yücel, O., (2006). Borkarbür-Silisyum Karbür Kompozitlerinin Reaktif Sıcak Presleme ile Üretilmesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [36] Kerti, I., (1998). Gaz Enjeksiyon ve Elementel Karbon İlavesi Yöntemleri ile TiC Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Üretimi, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [37] Toptan, F., (2006). Alüminyum Matrisli B4C takviyeli Kompozitlerin Döküm Yöntemi ile Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [38] Şahin, Y., (2000). *Kompozit Malzemelere Giriş*, Gazi Üniversitesi, Gazi Kitabevi, Ankara.

- [39] Yüzey ve Yüzey İşlemleri, [www.immunosurface.com/pages/surfaces and surface treatment](http://www.immunosurface.com/pages/surfaces%20and%20surface%20treatment), 1 Aralık 2016.
- [40] Kılıçarslan, A., Kerti, I., (2009). Al-B4C Kompozitlerde Islatılabilirliği Arttırmak Amacıyla B4C Partiküllerinin Yüzey Özelliklerinin Değiştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [41] Candan, E., (2002). "Effect of Alloying Elements to Aluminium on the Wettability of AL/SiC System", Turkish Journal Engineering Environmental Science, 26:1-5.
- [42] Çanakçı, A., (2006). AA2024 Matrisli B4C Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Vorteks Yöntemiyle Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- [43] Tekmen, Ç., (2006). Metal Matrisli Kompozitlerin Sıkıştırılmalı Döküm Yöntemi ile Üretimi, Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- [44] Çam, E., (2009). Akımsız Nikel Kaplama Banyolarının Karakteristiklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [45] Kahriman, A., Avcı, E., (2005). "Akımsız Nikel Kaplamalar Tarihiçesi, Gelişimi ve Banyo Bileşenleri", Yüzey İşlemler Dergisi, 42:50-54.
- [46] Chen, L. G., Lin, S. J., (2001). "Effect of Nickel Coating on the Interfacial Shear Strengths of SiC Fiber Reinforced 7075 Aluminum Composites", Journal of The Electrochemical Society, 149 (8) 383-389.
- [47] Çolak, F., (2004 ). Kimyasal Metotla Nikel Kaplanmış Tungsten Karbür Tozları Kullanılarak Seramik-Metal Kompozit Malzeme Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyon.
- [48] Yazıcıoğlu, Y., (2007). "İleri Teknoloji Kaplamalarının Metalik Malzemeler Üzerine Uygulanması ve Fonksiyonel Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [49] Yönetken, A., (2008). "Seramik-Metal Tozlarının Akımsız Nikel Kaplanarak Toz Metalurjisi Tekniği ile Kompozit Üretimi", Doktora Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyon.
- [50] Chiba, A., Haijima, H., Sasak, Y., Wu, W. C., (2005). "Electroless Deposited Ni-B Film From Alkaline Bath Under Sonication", Materials Forum Volume, 29:248-51.
- [51] Sarpün, A., (2009 ). "Akımsız Nikel Kaplama Tekniğinde Banyo Tiplerinin Etkisinin Araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyon.
- [52] Kaya, B., (2007). "Nano Kompozit Kaplama", Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

- [53] Zhu, X., (2008). "Morphology and Composition of Nickel-Boron Nanolayer Coating on Boron Carbide Particles", Journal of Material Science, 43:4247-4256.



## ÖZGEÇMİŞ

### KİŞİSEL BİLGİLER

**Adı Soyadı** :Gökçe SEZEN  
**Doğum Tarihi ve Yeri** :12.04.1990, Fatih  
**Yabancı Dili** : İngilizce  
**E-posta** : gokcesezen1@gmail.com

### ÖĞRENİM DURUMU

Derece	Alan	Okul/Üniversite	Mezuniyet Yılı
Lisans (Çift Anadal)	Kimya Bölümü	İstanbul Üniversitesi	2013
Lisans	Metalurji ve Malzeme Mühendisliği	İstanbul Üniversitesi	2012
Lise	Fen	Samiha Ayverdi Anadolu Lisesi	2008

### İŞ TECRÜBESİ

Yıl	Firma/Kurum	Görevi
2016-	Assan Alüminyum Sanayi ve Ticaret A.Ş.	Tedarik Zinciri Mükemmellik Kıdemli Uzmanı
2015-2016	Assan Alüminyum Sanayi ve Ticaret A.Ş.	Üretim Planlama Uzmanı
2014-2015	Mapikart Tanıtım Hizmetleri ve Dış Ticaret A.Ş.	Planlama Mühendisi



## **YAYINLARI**

### **Makale**

1. Dađlılar S., Sezen G., Kerti I., Kılıçarslan A., (2016), "Autocatalytic Ni-P and Ni-B Deposition on SiC Powders", Emerging Materials Research, 5:147-152.

### **Bildiri**

1. Dađlılar S., Sezen G., Kerti I., Electroless Nickel Boron Deposition onto the SiC and B<sub>4</sub>C Ceramic Reinforced Materials, ICMET 2016: 18th International Conference on Materials Engineering and Technology Proceedings, pp. 469, 2016.
2. Dađlılar S., Sezen G., Kerti I., Kılıçarslan A., Autocatalytic Ni-P and Ni B Deposition on SiC Ceramic Particles, TMS 2015: 144th Annual Meeting & Exhibition, Annual Meeting Supplemental Proceedings, pp. 1493-1498, 2015.
3. Dađlılar S., Sezen G., Kerti I., Kılıçarslan A., Autocatalytic Ni-P and Ni-B Deposition on B<sub>4</sub>C Ceramic Particles, VI. International Metallurgical Congress, Metallurgy, Materials, Environmental (MME) Proceedings, 2014.

### **Proje**

1. MMK Malzemelerde Takviye Malzemesinin Yüzey Özelliklerinin İyileştirilmesi, 2014-07-02-YL01, YTÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü, 2014