



Kesikli Akım Elektrobiriktirme Yöntemiyle Üretilen Ni/W-Si₃N₄ Kompozitlerinin Mikroyapı ve Aşınma Özelliklerine Si₃N₄ Konsantrasyonunun Etkisi

Harun Gül^{1*}, Nuri Ergin², Mehmet Uysal³

¹Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya, Türkiye (ORCID ID 0000-0002-4589-3506), harungul@subu.edu.tr

²Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya, Türkiye (ORCID ID 0000-0001-9025-9419), nergin@subu.edu.tr

³Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya, Türkiye (ORCID ID 0000-0002-9396-7450), mehmetu@sakarya.edu.tr

(1st International Conference on Applied Engineering and Natural Sciences ICAENS 2021, November 1-3, 2021)

(DOI: 10.31590/ejosat.1013327)

ATIF/REFERENCE: GÜL, H. (2021). Kesikli Akım Elektrobiriktirme Yöntemiyle Üretilen Ni/W-Si₃N₄ Kompozitlerinin Mikroyapı ve Aşınma Özelliklerine Si₃N₄ Konsantrasyonunun Etkisi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, (28), 1179-1184.

Öz

Bu çalışmada, Ni/W-Si₃N₄ kompozitleri kesikli akım elektrobiriktirme (KEB) yöntemiyle üretilmiştir. Ni/W alaşımlarının saf nikelden çok daha iyi mekanik özelliklere sahip olmasından dolayı Ni/W alaşım matrisli Si₃N₄ partikül takviyeli kompozitler KEB tekniği ile geliştirilmiştir. Banyo çözeltisi içerisindeki dört farklı silisyum nitrid (Si₃N₄) konsantrasyonunun üretilen kompozitlerin mikroyapısı, mikrosertliği ve aşınma özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. KEB tekniği ile üretilen Ni/W-Si₃N₄ kompozitlerin karakterizasyonu taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışını kırınımı (XRD), mikrosertlik test cihazı ve sürtünme aşınma testi ile gerçekleştirilmiştir. Kesikli akım elektrobiriktirme (KEB) yöntemiyle üretilen dört farklı kompozit kaplama arasında 15 g/L partikül konsantrasyonu ile üretilen Ni/W-Si₃N₄ kompoziti en uygun partikül konsantrasyonu olarak tespit edilmiş olup, elde edilen kompozit kaplama ile yaklaşık 800 HV'lik sertlik değerlerine ulaşılmıştır. Ayrıca XRD analizinden scherrer formülü ile alaşım matrisin ortalama kristalin boyutları hesaplanmış ve alaşımın ortalama kristalin tane boyutunun yaklaşık yarı yarıya azaldığı ve 12.14 nm seviyelerine kadar düştüğü tespit edilmiştir. Benzer şekilde yapılan kompozitlerin aşınma performanslarını ortaya koymak için yapılan aşınma testleri sonucunda da sürtünme katsayısının optimum partikül miktarı içeren Ni/W-Si₃N₄ kompozit kaplamalarda 0,45 m değerlerine kadar düştüğü ve aynı kompozit için aşınma hızının ise yaklaşık 1/3 oranında azaldığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Si₃N₄, tungsten, kesikli akım, sertlik, aşınma.

Effect of Si₃N₄ Concentration on Microstructure and Wear Properties of Ni/W- Si₃N₄ Composites Produced by Pulse Current Electrodeposition Technique

Abstract

In this study, Ni/W-Si₃N₄ composites were produced by pulse current electrodeposition (PED) method. Since Ni/W alloys have much better mechanical properties than pure nickel, Si₃N₄ particle reinforced composites with Ni/W alloy matrix were developed with PED technique. The effects of four different silicon nitride (Si₃N₄) concentrations in the bath solution on the microstructure, microhardness and wear properties of the produced composites were investigated. The characterization of Ni/W-Si₃N₄ composites produced by PED technique was carried out by scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD), microhardness tester and friction wear test. Ni/W-Si₃N₄ composite produced with a particle concentration of 15 g/L among four different composite coatings produced by the pulsed current electrodeposition (PED) method was determined as the most suitable particle concentration, and hardness values of approximately 800 HV were reached with the obtained composite coating. In addition, the average crystalline size of the alloy matrix were calculated with the Scherrer formula from the XRD analysis, and it was determined that the average crystalline grain size of the alloy decreased by about half and decreased to the level of 12.14 nm. Similarly, as a result of the wear tests carried out to reveal the wear performance of the composites, it was determined that the friction coefficient decreased to 0.45 μ in the Ni/W-Si₃N₄ composite coatings containing the optimum particle amount, and the wear rate for the same composite decreased by about 1/3.

Keywords: Si₃N₄, tungsten, pulse current, hardness, wear.

* Sorumlu Yazar: harungul@subu.edu.tr

1. Giriş

Son yıllarda nikel esaslı kaplamalar, mekanik işlemlerde/parçalarda kullanılmak üzere güçlendirilmiş kaplama tabakası (kompozit kaplama) olarak yaygın bir şekilde araştırılmaktadır (Xia vd., 2021). Nikel esaslı kaplamaların rulmanlar, dişliler, petrol, doğal gaz, ve uçak sanayi gibi farklı endüstrilerde uygulama alanına sahip olduğu bilinmektedir. Bu amaçlara ve uygulama alanlarına yönelik olarak nikel esaslı kaplamaların mikrosertliğini, aşınma dayanımını ve korozyon direncini arttırmak için TiN, TiO₂, SiC, Al₂O₃, BN, WC, ve elmas gibi ikinci faz seramik parçacıklar tercih edilmektedir (Xia vd., 2021; Xia vd., 2020; Gul vd., 2012).

Özellikle son yıllarda yapılan araştırmalar Ni/W alaşım kaplamaların saf nikel kaplamalara göre çok daha iyi mekanik ve korozyon özelliklerine sahip olduğunu ortaya koymaktadır (Gyawali vd., 2016; Goldasteh vd., 2014; Indyka vd., 2014). Yüksek sertleştirme kabiliyeti ve korozyon direncine olan olumlu etkisinden dolayı W ilavesi önemli bir etken olarak karşımıza çıkmaktadır. Ni-W alaşımında daha yüksek W içeriği birçok uygulama için istense de, tungsten içeriğini %30'un üzerinde elde edilmesi ise bazı teknik sınırlamalara/sorunlara yol açmaktadır. Ni-W katı çözeltilsinin tungsten içeriği arttıkça, kaplama tabakasının mukavemeti ve biriktirmenin katot akım verimliliği azalır (Gyawali vd., 2016; Brenner vd., 1963).

Benzer şekilde Ni-W alaşım matrisi içerisine partiküllerin dahil edilmesi, kaplama özelliklerinin daha da arttığını göstermiştir. Kaplama özelliklerindeki bu artış, kompozitin dispersiyon sertleşmesi, mikroyapısal değişiklikler, matrisin tane modifikasyonu vb. ile ilgili olabilir (Gyawali vd., 2016; Li vd., 2018). Özellikle Ni-W matris içerisine SiC (Yao vd., 2007), La₂O₃ (Han vd., 2009), B₄C (Li vd., 2021), MoS₂ (Cardinal vd., 2009), Al₂O₃ (Allahyarzadeh vd., 2016), ve ZrO₂ (Li vd., 2020) gibi partiküllerin dahil edilmesi çalışmaları söz konusu olmakla birlikte alaşım matris içerisine Si₃N₄ seramik partiküllerinin ilave edilmesinin etkisinin incelendiği detaylı bir çalışma bulunmamaktadır. Ayrıca Si₃N₄ partiküllerinin kimyasal olarak inert, kararlı ve mekanik olarak yüksek mukavemetli bir seramik olduğu bilinmektedir. Bu nedenle yapı içerisine Si₃N₄ partikülleri kaplamaların mikroyapı, sertlik ve aşınma özelliklerini belirlemek amacıyla ilave edilmiştir.

Bununla birlikte Ni/W alaşımlarının üretimi için kimyasal çöktürme, plazma püskürtme ve elektrodepozisyon dahil olmak üzere çok sayıda farklı teknikler kullanılmıştır (Li vd., 2021). Bunlar arasında elektrobiriktirme, alaşımların veya metal esaslı kompozitlerin üretimi için oldukça basit, elverişli ve ekonomik bir tekniktir (Li vd., 2021; Gül vd., 2014; Gül vd., 2009). Elektrobiriktirme, doğru akım elektrobiriktirme (DEB) ve kesikli akım elektrobiriktirme (KEB) olarak sınıflandırılmaktadır. DEB ile karşılaştırıldığında, KEB tekniği ile daha ince kristalin tane yapısına ve daha homojen mikro yapıya sahip kompozitler üretilir (Gül vd., 2014). DEB ve KEB proseslerinde; kompozit kaplama işlemlerinde çözeltideki seramik partikül konsantrasyonu, metal esaslı kompozitlerin üretilmesinde, homojen bir mikroyapı eldesinde ve yüksek hassasiyete ve dirence sahip özelliklerin eldesinde etkin bir rol oynadığı ortaya konmuştur. (Gül vd., 2014; Gül vd., 2009). Bu nedenle, çözeltideki partikül konsantrasyonunun metal esaslı kompozitler üzerindeki etkisinin araştırılması potansiyel uygulama alanlarının artırılması ve ortaya çıkarılması açısından oldukça önem arz etmektedir. Sonuç olarak, son zamanlarda çok sayıda çalışma,

çözeltideki partikül konsantrasyonunun DEB veya KEB ile kaplanmış kompozitlerin mikro yapısı, mikrosertliği ve aşınma direnci üzerindeki etkilerini araştırmıştır. Gül ve ark. (Gul vd., 2012), bir çalışmada SiC konsantrasyonunun DEB ile biriktirilmiş Ni-SiC kompozitlerin aşınma direnci üzerindeki etkisini araştırmış, başka bir çalışmada (Gül vd., 2014) ise KEB yönteminin Ni-Al₂O₃ kompozitinin aşınma davranışı üzerine etkisini araştırmıştır.

Si₃N₄ partikülleri, yüksek mukavemet, iyi mikrosertlik, kimyasal kararlılık ve yüksek aşınma ve korozyon performansları sağlayan inorganik nitrür seramik malzemelerdir (Liu vd., 2021). Bu üstün özelliklerinden dolayı, Si₃N₄ partikülleri, son yıllarda daha yaygın bir şekilde kompozit kaplama çalışmalarında takviye fazı olarak kullanılmıştır. Ancak, şimdiye kadar KEB teknikleri ile üretilen Ni/W-Si₃N₄ kompozitlerine Si₃N₄ konsantrasyonunun etkisi ile ilgili özellikle mikroyapı ve aşınma performansı özelliklerini inceleyen detaylı çalışma sayısı oldukça azdır.

Tüm bu sebeplerden dolayı bu çalışmada, çözeltideki Si₃N₄ konsantrasyonunun etkisi incelenen Ni/W-Si₃N₄ kompozitlerinin üretimi için KEB yöntemi ile Ni/W-Si₃N₄ kompozitleri hazırlanmış ve kompozitlerin mikro yapıları, mikrosertlikleri ve aşınma özellikleri, taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışını kırınımı (XRD), lineer (reciprocating) aşınma testleri ile incelenmiştir.

2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada, Ni/W-Si₃N₄ kompozitleri çelik altlık üzerine kesikli akım elektrobiriktirme (KEB) tekniği ortalama tane boyut aralığı 1-5 µm olan Si₃N₄ partikülleri kullanılarak gerçekleştirildi. Ni/W-Si₃N₄ kompozitleri üretmek için kullanılan elektrolitik kaplama banyosunun bileşenleri ve kaplama koşulları Tablo 1'de verilmektedir.

Yukarıda verilen kaplama banyosu kullanılarak yapılan kaplama işlemi öncesinde altlıklar yaklaşık 2 dakika boyunca % 25'lik H₂SO₄ solüsyonunda aktive edilmiştir. Kaplama işleminde kullanılan elektrolit kaplama işlemi öncesinde sürekli olarak manyetik karıştırıcı ve ultrasonik homojenizatör yardımı ile karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Ultrasonik karıştırma işlemi UP400S cihazı ile 20 KHz ve 60W'lık bir güçle gerçekleştirilmiştir. Ardından kaplama işlemine geçilmiş %50 iş çevrimi ve 10 A/dm² akım yoğunluğu koşullarında KEB tekniği kullanılarak üretimler gerçekleştirilmiştir. KEB tekniği kullanılarak gerçekleştirilen kaplamalarda çözeltideki Si₃N₄ seramik partiküllerinin konsantrasyonunun etkisi incelenmiş ve sırasıyla dört farklı konsantrasyon 5 g/L Si₃N₄, 10 g/L Si₃N₄, 15 g/L Si₃N₄ ve 20 g/L Si₃N₄ içeren Ni/W-Si₃N₄ kompozitleri başarılı bir şekilde üretilmiştir.

Si₃N₄ takviyeli kompozit kaplamaların eldesinde en önemli sorunlardan biri aglomerasyon yani topaklanma problemidir. Bu nedenle, Si₃N₄ partiküllerin kaplama tabakası içerisinde homojen dağılımını sağlamak ve yapı içerisine daha fazla partikül ilave edebilmek için, manyetik ve ultrasonik karıştırmaya ilave olarak yüzey aktif madde ilavesi de söz konusu olmuştur. Yüzey aktif madde ilavesi olarak SDS kullanılmış aynı zamanda karıştırma işlemleri yapılarak kaplama aşamasına geçilmiştir. KEB tekniği ile elde edilen Ni/W-Si₃N₄ kompozit kaplamaların yüzey morfolojisini ve mikroyapısını incelemek için taramalı elektron mikroskobu (JEOL-JSM 6060 LV) ile, faz bileşenlerini incelemek için ise, Rigaku marka D/MAX/2200/PC model X-ışını cihazı ile XRD analizi yapılmıştır. Ayrıca elde edilen Ni/W-Si₃N₄ kompozit kaplamalar sürtünme aşınma testlerine tabi tutulmuş olup, aşınma

dirençleri ve tribolojik özellikleri test edilmiştir. Ayrıca tüm kompozit kaplamaların kristalin tane boyutları scherrer formülü kullanılarak hesaplanmıştır. Kristalin tane boyutu hesaplamalarında kullanılan scherrer formülü aşağıda verilmiştir (Gul vd., 2012).

λ = kullanılan X-ışınının dalga boyunu,

w = Ölçümü yapılan pikin maksimumun yarısındaki radyan cinsinden genişliğini,

θ = Bragg difraksiyon açısını, ifade etmektedir.

$$D = \frac{0,9 \lambda}{w \cos\theta}$$

Formülde;

D = Ortalama tane boyutunu,

Tablo 1. Kesikli akım elektrobiriktirme (KEB) tekniği ile Ni/W-Si₃N₄ kompozit kaplama üretiminde kullanılan banyo bileşimi ve çalışma koşulları.

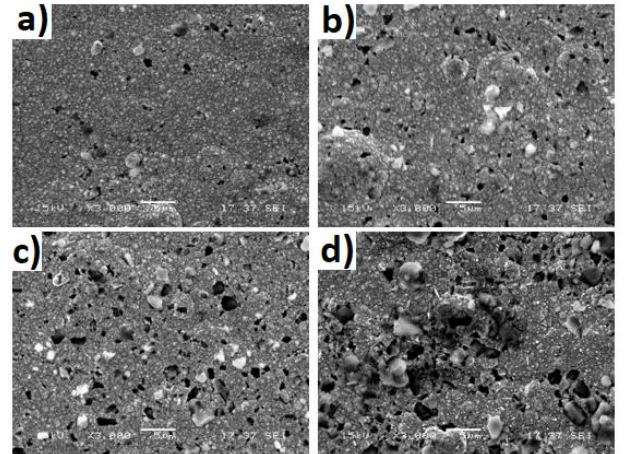
Banyo Bileşenleri ve çalışma koşulları	S1	S2	S3	S4
Nikel Sülfat (g/L) NiSO ₄ .7H ₂ O	16	16	16	16
Sodyum Tungstat (g/L) Na ₂ WO ₄ .2H ₂ O	46	46	46	46
Sodyum Sitrat (g/L) Na ₃ C ₆ H ₅ O ₇ .2H ₂ O	147	147	147	147
Sodyum Bromür (NaBr)	16	16	16	16
Sodyum Dodecyl Sülfat (SDS) (g/L)	0,1	0,1	0,1	0,1
Amonyum Klorür (g/L) NH ₄ Cl	25	25	25	25
Partikül Konsantrasyonu Si₃N₄ (g/L) (1-5 µm)	5	10	15	20
İş çevrimi	% 50	% 50	% 50	% 50
PH	8,5	8,5	8,5	8,5
Akım Yoğunluğu (A/dm ²)	10	10	10	10
Sıcaklık	75	75	75	75
Kaplama Süresi (saat)	1	1	1	1

3. Araştırma Sonuçları ve Tartışma

Literatürde kesikli akım elektrobiriktirme tekniği ile üretilen kompozit kaplamalar hakkında çalışmalar söz konusu olmasına rağmen, çözeltideki Si₃N₄ konsantrasyonunun etkisinin incelendiği KEB tekniği ile üretilmiş çalışmalara ait detaylı tartışma yer alan çalışma sayısı az olduğundan dolayı bu çalışma da KEB tekniği ile üretilmiş Ni/W-Si₃N₄ kompozitlerine partikül konsantrasyonunun mikroyapı ve aşınma performanslara etkisinin araştırılması amaçlanmıştır. Tablo 1’de de verilen banyo bileşimi kullanılarak üretilen kompozit kaplamalarda 4 farklı Si₃N₄ konsantrasyonu ile kaplama işlemleri gerçekleştirilmiştir. Sırasıyla 5 g/L Si₃N₄, 10g/L Si₃N₄, 15 g/L Si₃N₄ ve 20 g/L Si₃N₄ içeren Ni/W-Si₃N₄ kompozitleri tabloda da belirtildiği üzere kesikli akım kullanılarak üretilmiştir. Üretilen Ni/W- Si₃N₄ kompozitlerin mikroyapı incelemeleri taramalı elektron mikroskobu aracılığı ile kaplama yüzey morfolojileri incelenerek gerçekleştirilmiş olup, elde edilen SEM görüntüleri şekil 1’de verilmiştir.

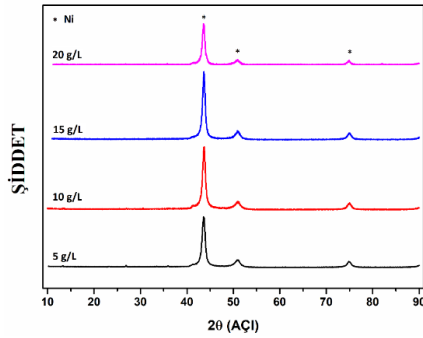
Şekil 1 incelendiğinde düşük konsantrasyonlardaki (şekil 1a) kompozit kaplamalarda Si₃N₄ seramik partiküllerinin kaplama yapısına oldukça az oranda girdiği gözlenmiştir. Artan partikül konsantrasyonu ile kaplama yapısına giren partikül miktarında artış olduğu görülmüştür. Mikroyapılar dikkatle incelendiğinde daha yüksek konsantrasyon olan 10g/L Si₃N₄ konsantrasyonunda 5g/L Si₃N₄ konsantrasyonuna göre daha fazla partikülün yapıya girdiği görülmüştür. Ancak en yüksek konsantrasyon olan 20 g/L Si₃N₄ konsantrasyonunda topaklanma/aglomerasyon problemleri ortaya çıkmıştır. En yüksek konsantrasyonda yapı içerisinde giren

partikül miktarı oldukça iyi olmasına rağmen bariz topaklanmalar görülmüştür. Bunun sebebi olarak da artan konsantrasyon ile birlikte yüzey aktif madde miktarının yetersiz gelmesine bağlı olarak aglomerasyon oluşumunun söz konusu olduğu düşünülmektedir. Literatürde de yapılan çalışmalarda benzer şekilde yüzey aktif madde miktarının yetersiz gelmesi sonucu aglomerasyon oluşumunun söz konusu olabildiğini gösteren çalışmalar mevcuttur (Gül vd., 2009). Ayrıca bu tür aglomerasyon-homojensizlik problemlerinin özellikler üzerindeki olumsuz etkisi de düşünüldüğünde elde edilen yapının fiziksel özellikler açısından negatif etki yaratacağı açıktır.



Şekil 1. Farklı konsantrasyonlarda Si₃N₄ içeren Ni/W-Si₃N₄ içeren kompozit kaplamalara ait yüzeylerin SEM görüntüleri a) 5 g/L Si₃N₄ b) 10 g/L Si₃N₄ c) 15 g/L Si₃N₄ d) 20 g/L Si₃N₄

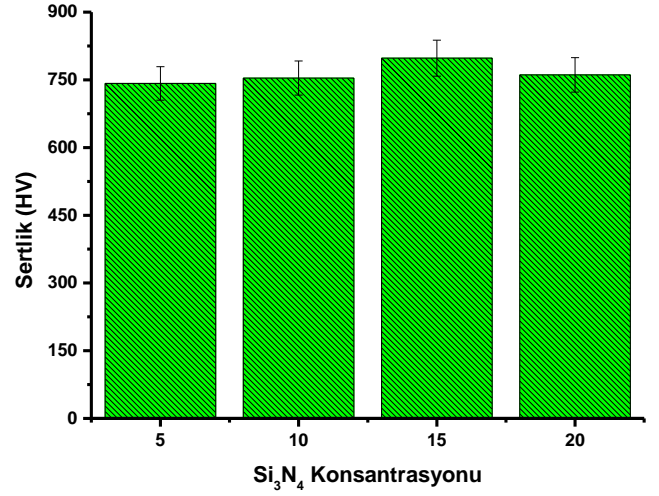
Farklı Si_3N_4 konsantrasyonunda üretilen kompozit kaplamaların faz bileşenlerini incelemek amacıyla XRD analizi yapılmış ve elde edilen sonuçlar Şekil 2’de karşılaştırılmıştır. XRD analizleri incelendiğinde artan partikül konsantrasyonu ile yaklaşık $2\theta=43^\circ$ derecelerde yer alan nikel pikinin şiddetinin arttığı görülmektedir. Aynı zamanda XRD analizleri incelendiğinde elde edilen nikel piklerinin ötelenmesi anlaşılmaktadır. Meydana gelen ötelenmenin sebebinin yapı içerisine giren seramik partiküllerin latise distorsiyona uğratması olduğu düşünülmektedir. Benzer şekilde seramik partikül ilavesinin latiste distorsiyona neden olduğu ve buna bağlı olarak xrd analizinde piklerde kaymalar olduğu literatür çalışmalarından da anlaşılmaktadır. Ayrıca Si_3N_4 seramik partiküllerinin varlığının xrd analizinde görülmemesinin ise ağırlıkça %5’in altından kalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ancak xrd piklerinde meydana gelen kaymaların latisteki distorsiyondan kaynaklandığı düşünüldüğünde seramik partiküllerin yapı içerisine girmiş olduğu xrd analizinden de anlaşılmaktadır.



Şekil 2. Ni/W- Si_3N_4 kompozit kaplamalara ait XRD analizi sonuçları

Şekil 3’te ise Ni/W- Si_3N_4 kompozit kaplamalara ait mikrosertlik testleri sonuçları verilmiştir. Grafik incelendiğinde artan partikül konsantrasyonu ile birlikte sertlikte artışlar meydana geldiği anlaşılmaktadır. Ancak en yüksek konsantrasyon olan 20 g/L partikül konsantrasyonunda aglomerasyondan kaynaklı olarak sertlikte bir miktar düşüş meydana gelmiştir. Sertlik değerlerine bakıldığında artan Si_3N_4 konsantrasyonuna bağlı olarak sırasıyla 742, 754, 798 ve 761 HV sertlik değerleri elde edildiği görülmüştür. Saf nikel kaplamanın yaklaşık 280

HV’lik bir sertliğe sahip olduğu düşünüldüğünde W ilavesi ile birlikte Si_3N_4 ilavesinin sertlik artışında önemli bir rol oynadığı anlaşılmıştır. Ayrıca seramik partikül ilavesinin matris tane boyutunun küçülmesine sebep olduğu da düşünüldüğünde sertlik artışının sebepleri daha iyi anlaşılmaktadır.



Şekil 3. Farklı konsantrasyonlarda Si_3N_4 içeren Ni/W- Si_3N_4 içeren kompozit kaplamalara ait mikrosertlik değerleri a) 5 g/L Si_3N_4 b) 10 g/L Si_3N_4 c) 15 g/L Si_3N_4 d) 20 g/L Si_3N_4

Tablo 2’de farklı Si_3N_4 konsantrasyonları ile üretilen Ni/W- Si_3N_4 kompozit kaplamalara ait aşınma test sonuçları ve matrisin ortalama kristalin boyutları verilmiştir. Sonuçlar kompozit kaplama işleminde artan partikül konsantrasyonunun sürtünme katsayısının azalmasına sebep olduğu anlaşılmaktadır.

Ancak aglomerasyon görülen en yüksek Si_3N_4 konsantrasyonunda (20 g/L) sürtünme katsayısının toplanmadan kaynaklı partikül-matris arayüzey bağ mukavemetinin düşmesine bağlı olarak arttığı tespit edilmiştir. Benzer davranışın aşınma hızı verilerinde de görüldüğü kompozit kaplamalarda artan partikül konsantrasyonu ile aşınma hızı yaklaşık 1/3 oranında azalmıştır.

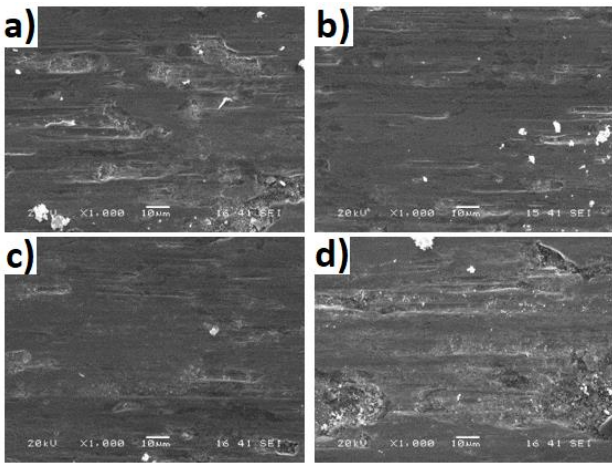
Tablo 2. Ni-W/ Si_3N_4 kompozit kaplamalara ait aşınma hızı, sürtünme katsayısı ve kristalin boyutu verileri

Numune	Sürtünme Katsayısı (m)	Aşınma hızı (mm^3/Nm)	Tane boyutu (nm)
Ni-W/ Si_3N_4 (S1)	0.72	$42 \cdot 10^{-6}$	23,76
Ni-W/ Si_3N_4 (S2)	0.64	$38 \cdot 10^{-6}$	19,12
Ni-W/ Si_3N_4 (S3)	0.45	$15 \cdot 10^{-6}$	12,14
Ni-W/ Si_3N_4 (S4)	0.59	$31 \cdot 10^{-6}$	17,38

Ortalama kristalin boyutları ise artan partikül konsantrasyonu ile yaklaşık 12.15 nm değerlerine kadar düşmüştür. Tane boyutunda meydana gelen bu azalma artan partikül konsantrasyonunun ortalama kristalin boyutunun

azalmasına sebep olması ile açıklanabilir. Literatürde de yapılan çalışmalarda artan partikül miktarının kaplama tabakasına giren partikül miktarını artırdığı ve dolayısı ile yeni çekirdekleyici bölgeler olarak davranmasıyla tane boyutunun azaldığı ifade edilmiştir (Gül vd., 2014). Bu durum aynı zamanda şekil 3'te verilen sertlik artışlarının da bir sebebi olarak görülmekte ve sertlik artış sebeplerinden biri de tane boyutunda meydana gelen azalma olarak ifade edilmektedir.

Şekil 3'te verilen sertlik değerlerinin aşınma performansına olan etkisini ve seramik partikül Si_3N_4 ilavesinin aşınma hızı ve sürtünme katsayısına etkisini ortaya koymak için aşınma testleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 4'te farklı Si_3N_4 konsantrasyonu ile üretilen Ni/W- Si_3N_4 kompozit kaplamaların aşınma testi sonrası elde edilen aşınma izi SEM yüzey görüntüleri yer almaktadır. Şekil 4 dikkatle incelendiğinde düşük partikül konsantrasyonunda abrasiv yivlerin ve delemasyonların varlığı görülmüştür.



Şekil 4. Farklı konsantrasyonlarda Si_3N_4 içeren Ni/W- Si_3N_4 içeren kompozit kaplamalara ait aşınmış yüzeylerin SEM görüntüleri a) 5 g/L Si_3N_4 b) 10 g/L Si_3N_4 c) 15 g/L Si_3N_4 d) 20 g/L Si_3N_4

Artan partikül konsantrasyonu ile birlikte ise daha düz bir yüzey elde edildiği ve delemasyonun oldukça azaldığı görülmüştür. En yüksek konsantrasyonda ise aglomerasyonun partikül ara yüzey bağ mukavemeti üzerindeki olumsuz etkisinden kaynaklı olarak abrasiv yivlerin arttığı delemasyonun söz konusu olduğu anlaşılmaktadır.

Tablo 2'de verilen sürtünme katsayısı ve aşınma hızı verileri de meydana gelen bozulmayı destekleyen sonuçlar olarak ortaya çıkmıştır. Artan sürtünme katsayısı ve aşınma direncindeki düşüş şekil 4c'de verilen aşınma izi görüntüsünü desteklemektedir.

4. Sonuç

Ni-W/ Si_3N_4 kompozit kaplamaları kesikli akım elektrobirikirme (KEB) tekniği ile başarılı bir şekilde üretilmiştir. Elde edilen kompozit kaplamaların özelliklerine ait sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- Dört farklı Si_3N_4 seramik partikülleri içeren kaplamalarda yüzey görüntüleri incelendiğinde optimum konsantrasyon değerinin 15 g/L olduğu SEM yüzey görüntülerinden anlaşılmaktadır. Homojenlik ve partikül miktarı açısından en iyi yüzey görüntüsü 15 g/L partikül

konsantrasyonu kullanılarak üretilen kompozit kaplamadan elde edilmiştir.

- Üretilen kompozit kaplamaların faz durumları XRD analizi ile değerlendirilmiş ve tüm kompozitlerin başarılı bir şekilde üretildiği ve kompozit kaplamalar ile XRD analizinde nikel piklerinde kaymalar/ötelenmeler olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca XRD analizlerinden scherrer formülü ile ortalama kristalin tane boyutları hesaplanmış ve 15 g/L Si_3N_4 seramik partikülleri içeren kaplamaların 12,14 nm ile en düşük tane boyutuna sahip olduğu tespit edilmiştir.

- KEB tekniği kullanılarak yapılan üretimler sonucu yapılan sertlik ölçümlerinde sertlik değerlerinin nikel kaplamaların sertliği olan yaklaşık 280 HV'lik sertlik değerlerinden yaklaşık 800 HV'lik sertlik değerlerine çıktığı belirlenmiştir. En yüksek sertlik değeri de 15 g/L Si_3N_4 partikülleri içeren kompozit kaplamadan ölçülmüştür.

- Tüm kompozit kaplamalar aşınma performansları açısından değerlendirilmiş ve sürtünme katsayıları ile aşınma hızları karşılaştırılmıştır. Sürtünme katsayısının artan partikül miktarı ile birlikte 0,45 m değerine kadar azaldığı ve benzer şekilde aşınma hızı değerlerinin de 1/3 oranında azalarak $45 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ değerinden $15 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ değerlerine gerilediği gözlenmiştir.

Kaynakça

- Allahyarzadeh M., Aliofkhaezrai M., Rouhaghdam A.S., Torabinejad V. (2016). Electrodeposition of Ni-W- Al_2O_3 nanocomposite coating with functionally graded microstructure, J. Alloys Compd. 666, 217–226.
- Brenner A. (1963). Electrodeposition of tungsten alloys containing cobalt, nickel, and/or iron A. Brenner (Ed.), Electrodeposition of Alloys, Academic Press, New York, 347-412.
- Cardinal M.F., Castro P.A., Baxi J., Liang H., Williams F.J. (2009). Characterization and frictional behavior of nanostructured Ni-W-MoS₂ composite coatings, Surf. Coat. Technol, 204,85-90.
- Goldasteh H., Rastegari S. (2014). The influence of pulse plating parameters on structure and properties of Ni-W-TiO₂ nanocomposite coatings, Surf. Coat. Technol, 259 393-400.
- Gül H., Kılıç F., Aslan S., Alp A., (2009). Akbulut H. Characteristics of electro-co-deposited Ni- Al_2O_3 nanoparticle reinforced metal matrix composite (MMC) coatings', Wear, 267, 976-990.
- Gul H., Kılıç F., Uysal M., Aslan S., Aalp A. Akbulut H. (2012). Effect of particle concentration on the structure and tribological properties of submicron particle SiC reinforced Ni metal matrix composite (MMC) coatings produced by electrodeposition, App. Surf. Sci, 258, 4260-4267.
- Gül H., Uysal M., Akbulut H., Alp A. (2014). Effect of PC electrodeposition on the structure and tribological behavior of Ni- Al_2O_3 nanocomposite coatings, surf and coat. Tech. 258, 1202-1211.
- Gyawali G., Joshi B., Tripathi K., Lee S. W. (2016). Preparation of Ni-W- Si_3N_4 composite coatings and evaluation of their scratch resistance properties, Ceram. Inter, 42, 3497-3503.
- Han B., Lu X. (2009). Effect of La₂O₃ on microstructure, mechanical and tribological properties of Ni-W coatings Chin. Sci. Bull. 54, 4566-4570.

- Indyka P., Beltowska-Lehman E., Tarkowski L., Bigos A., García-Lecina E. (2014). Structure characterization of nanocrystalline Ni–W alloys obtained by electrodeposition, *J. Alloy. Compd.* 590, 75-79.
- Li B., Zhang W. (2018). Microstructural, surface and electrochemical properties of pulse electrodeposited Ni–W/Si₃N₄ nanocomposite coating, *Ceram. Inter.* 44, 19907-19918.
- Li B., Zhang W., Mei T., Du S., Li D., Miao Y. (2020). Influence of zirconia and ceria nanoparticles on structure and properties of electrodeposited Ni-W nanocomposites, *Compos. Struct.* 235, 1-10.
- Li H., He Y., Luo P., Fan Y., Yu H., Wang Y., He T., Li Z., Zhang H. I. (2021). Influence of pulse frequency on corrosion resistance and mechanical properties of Ni–W/B₄C composite coatings, *Coll. and Surf. A: Physico. and Eng. Asp.* 629, 1-15.
- Liu H., Wang H., Yu W., He Y., Xia F., Ma C., Shakoor A. (2021). Effect of TiN concentration on microstructure and properties of Ni/W–TiN composites obtained by pulse current electrodeposition, *Ceram. Inter.* 47, 24331-24339.
- Xia F., Li C., Ma C., Li Q., Xing H. (2021). Effect of pulse current density on microstructure and wear property of Ni–TiN nanocoatings deposited via pulse electrodeposition, *App. Surf. Sci.* 538, 1-9.
- Xia F., Li Q., Ma C., Zhao D., Ma Z. (2020). Design and properties of Ni–TiN/SiC nanocoatings prepared by pulse current electrodeposition, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 15, 1813-1829.
- Yao Y., Yao S., Zhang L., Wang H. (2007). Electrodeposition and mechanical and corrosion resistance properties of Ni–W/SiC nanocomposite coatings, *Mater. Lett.* 61, 67-70.