



OTOMOTİV MÜHENDİSLİĞİ LABORATUVARI



ELEKTROKAPLAMA DENEY LABORATUVARI

AMAÇ

Bu laboratuvar deneyinin amacı, elektrokaplama sürecini göstermek ve ilkelerini anlamaktır.

KAVRAMLAR

- Elektroliz / Elektrokaplama
- Oksidasyon - İndirgenme

ÖĞRENME ÇIKTILARI

- a. Elektrokaplama yöntemi, Faraday yasası, Anot, Katot, Elektrolit, Elektrot kavramlarını bilir,
- b. Deneysel verileri amaç doğrultusunda analiz eder ve yorumlar,
- c. Deneysel sonuçları bir rapor halinde sunar.,

MALZEMELER

- DC Güç Kaynağı
- Bilgisayar Kontrollü Çok Fonksiyonlu AC Güç Kaynağı
- Ultrasonik Karıştırıcı
- Ultrasonik Banyo
- Hassas Tartı
- Portatif pH-MV-Sıcaklık Ölçüm Cihazı
- Manyetik Karıştırıcı
- Nikel Sülfat Çözeltisi
- Nikel Elektrotlar
- Bakır Substratlar
- Pensler
- Beherler
- Timsah Klipsleriyle Kablo Bağlantıları
- Zımpara Kağıtları
- Koruma Gözlüğü
- Koruyucu Eldivenler
- Laboratuvar önlüğü

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ

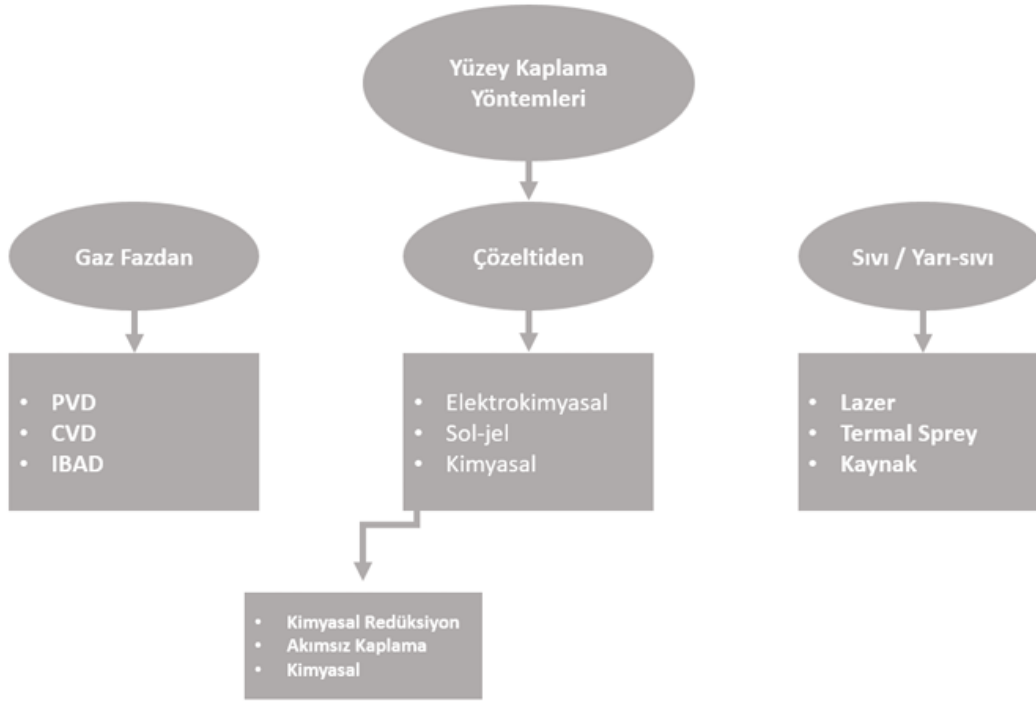
Tüm kimyasalların ciltle temasından kaçının. Elektrik devrelerini ıslak ellerle veya ıslak alanlarda çalıştırmayın. Devreyi tamamlamadan önce alanın kuru olduğundan emin olun. Kimyasal sıçrama gözlükleri, kimyasallara dayanıklı eldivenler ve kimyasallara dayanıklı önlük kullanın. Laboratuvardan ayrılmadan önce ellerinizi sabun ve suyla iyice yıkayın. Tüm laboratuvar güvenlik kurallarına uyun.

GENEL BİLGİ

Elektrokaplama

Gelişen teknoloji ile günümüz endüstrisinde kullanılan malzemelerin sektör ihtiyaçlarına cevap vermemesi ya da arzu edilen özellikleri karşılayamaması araştırmacıları yeni malzeme üretme konusunda araştırmaya teşvik etmiştir. Buna bağlı olarak alaşımlama ve kompozit malzeme üretimi günden güne değer kazanmaktadır. Ancak, alaşımlama ve kompozit malzemenin tamamının aynı kimyasal bileşimden üretilmesi yerine malzeme yüzeylerinin istenilen özellikleri göre modifiye edilmesi

maliyet açısından çok daha ekonomiktir. Metal yüzeylerinin dış ortamların olumsuz etkilerinden korunabilmesi, ortam içerisinde maruz kaldıkları korozyon, yorulma, aşınma ve sürtünme etkilerini en aza indirmek amacıyla farklı yüzey koruma işlemleri uygulanmaktadır. Malzeme yüzeyinin korozyon dayanımı ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesindeki ekonomik ve kolay olan yöntemlerin başında kaplama işlemleri gelir. Ayrıca kaplama işlemleri ile mekanik özellikleri nispeten daha düşük olan malzemeler daha düşük maliyetler ile katma değeri çok daha yüksek malzemelere haline dönüştürülebilir. Sertlik, aşınma, abrazyon ve korozyon dirençleri malzemelerin yüzey özelliklerinin nitrürleme, karbürleme, karbonitrürleme, lazerle sertleştirme, indüksiyonla sertleştirme, alevle sertleştirme, iç oksidasyon, fiziksel ve kimyasal buhar biriktirme, elektrokimyasal depolama gibi çok farklı tekniklerle iyileştirilebilir. Yüzey kaplama yöntemlerinin, kaplanacak malzemenin fiziksel haline göre sınıflandırılması Şekil 1’de gösterilmektedir.



Şekil 1. Yüzey kaplama yöntemlerinin genel bir sınıflandırılması

Kaplama yöntemlerinden biri olan elektrodopolama yöntemi kullanılarak diğer yöntemlerin olumsuz etkilerinden kurtularak, daha ekonomik kaplamalar elde edilebilmektedir. Elektrokimyasal depolama yöntemi ile çeşitli metaller ve seramik parçacıklar malzeme yüzeylerine biriktirilebilir. Elektrik akımı çözeltideki katyonları azaltarak iletken malzeme üzerinde ince bir tabaka oluşturur. Bu akım anotta katoda doğru iletilir. Her iki düğüm de devre boyunca elektrik akışına izin veren bir tuz çözeltisine tamamen daldırılmıştır. Anotta uygulanan doğru akım, metal iyonlarının oksitlenmesine olanak tanır ve bu da onların çözelti içinde çözünmesine olanak tanır. Bu çözünmüş iyonlar daha sonra metal iyonlarını iletken malzeme üzerine kaplayan katotta indirgenir. Biriktirilen katman kalınlığı, elektrik akımı ve karıştırma hızı (çözeltideki iyonların) gibi çalışma koşulları kontrol edilerek ayarlanabilir. Bu teknoloji genellikle, elektrokimyasal depolama, elektrokaplama veya elektrodopolama olarak isimlendirilebilir.



Elektrokaplama, elektrolit olarak bilinen ilgili metali içeren kimyasal türlerin uygun bir çözücü içerisinde çözüldürüldüğü veya erimiş bir tuz oluşturmak üzere sıvı haline getirildiği bir iyonik iletkenidir. Çözücü çoğunlukla sudur, ancak son zamanlarda seçilmiş elektrokaplama işlemleri için çeşitli organik bileşikler ve diğer iyonik sıvılar kullanılmaktadır. Elektrodepolama işlemi esas olarak elektrolit ve bir karşı elektrot içeren bir kap içine kaplanacak nesnenin daldırılmasından sonra akımı mümkün kılmak için iki elektrodun harici bir güç kaynağına bağlanmasıdır. Kaplanacak nesne, metal iyonlarının metal atomlarına indirgeneceği şekilde güç kaynağının negatif terminaline bağlanır ve bu da sonunda yüzeyde birikintiyi oluşturur.

TEORİK BİLGİ

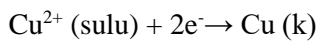
Elektroliz

Elektrik enerjisinin kimyasal bir değişim meydana getirmek için kullanılması olayına Elektroliz denir. Elektrik enerjisi madde içinde elektrik yükünün bir noktadan diğer bir noktaya elektrik akımı şeklinde iletilmesiyle taşınabilir. Elektrik akımının akması için madde içinde yük taşıyıcıları bulunmalıdır. Bu yük taşıyıcılar metallerde elektronlar, elektrolit çözeltilerde (iyonik bileşiklerin sulu çözeltileri) artı ve eksi yüklü iyonlar olabilir. Birinci haldeki iletkenliğe metalik iletkenlik, ikincisine ise elektrolitik iletkenlik denir. Elektrolitler 2. sınıf iletkenlerdir ve elektrolitlerin elektriği iletmesi, her zaman madde değişimi eşliğinde olur. Bir elektrolit çözeltisine iki tane metalik iletken (elektrot) daldırılır. Bunlar 3-4 voltluk bir akım kaynağına bağlanırsa, çözeltiden bir elektrik akımı geçer ; yani çözelti içinde iyonlarla akım taşınır ve her iki elektrotta bazı kimyasal değişimler olur. Bu şekilde elde edilen hücreye elektrolitik hücre denir. Elektrolitik hücrenin anodu (+), katodu ise (-) olarak belirtilir. Elektrik alanı etkisiyle katyonlar daha çok katot civarına, anyonlar ise daha çok anot civarına hareket ederler. Katot civarında yoğunlaşan pozitif yüklü katyonlar oradan elektron alarak indirgenirler. Anot civarında yoğunlaşan negatif yüklü anyonlar ise anoda elektron vererek yükseltgenirler. Buna göre indirgenmenin olduğu elektrot daima katot, yükseltgenmenin olduğu elektrot ise daima anot olarak tanımlanır. Kimyasal değişimler elektrolit çözelti ile elektrot arasındaki ara yüzeyde olur. Elektrolit çözeltisi içinde ise sadece iyon göçü gerçekleşir. Yükseltgenme sırasında anoda bırakılan elektronlar birinci sınıf iletkenler yardımı ile katoda iletilir ve bu elektronlar katotta gerçekleşen indirgenme sırasında kullanılırlar.

İndirgeme Reaksiyonu

İndirgeme, bir kimyasal türün elektron kazanmasıdır. Elektroliz bağlamında katotta indirgeme meydana gelir. Katot, elektrolit çözeltisinden pozitif yüklü iyonları (katyonları) çeker. Bu iyonlar katottan elektron kazanır, bu da nötr atomlar veya moleküller oluşturacak şekilde indirgenmelerine neden olur. İndirgeme yarı reaksiyonu şu şekilde temsil edilebilir:

Örnek: Sulu bakır sülfat (CuSO_4) çözeltisinin bakır elektrotlar kullanılarak elektrolizinde katottaki indirgeme yarı reaksiyonu şöyledir:



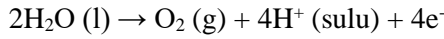


Bu denklem, bakır iyonlarının (Cu^{2+}) katotta iki elektron ($2e^-$) kazanarak katı bakır metali (Cu) oluşturduğunu gösterir.

Oksidasyon Reaksiyonu

Oksidasyon, bir kimyasal tür tarafından elektron kaybıdır. Elektrolizde anotta oksidasyon meydana gelir. Anot, elektrolit çözeltisinden negatif yüklü iyonları (anyonları) çeker. Bu iyonlar anoda elektron kaybederler, bu da nötr atomlar veya moleküller oluşturacak şekilde oksidasyonlarına neden olur. Oksidasyon yarı reaksiyonu şu şekilde temsil edilebilir:

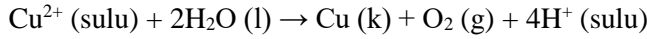
Örnek: Sulu bakır sülfat (CuSO_4) çözeltisinin bakır elektrotlar kullanılarak elektrolizinde, anottaki oksidasyon yarı reaksiyonu şöyledir:



Bu denklem, su moleküllerinin (H_2O) anotta elektron kaybederek oksijen gazı (O_2) ve hidrojen iyonları (H^+) oluşturduğunu gösterir.

Genel Elektroliz Reaksiyonu

Genel elektroliz reaksiyonu, sırasıyla katot ve anotta meydana gelen indirgeme ve oksidasyon yarı reaksiyonlarının birleşimidir. Bu reaksiyonlar, dış devre boyunca elektron akışıyla birleştirilir. Sulu bakır sülfat elektrolizi durumunda genel reaksiyon şu şekilde özetlenebilir:



Bu denklem, bakır iyonlarının katotta bakır metali oluşturmak üzere indirgendiği ve su moleküllerinin anotta oksijen gazı ve hidrojen iyonları oluşturmak üzere oksitlendiği bakır elektrotlar kullanılarak sulu bakır sülfat çözeltisinin elektrolizini temsil eder. Özet olarak elektroliz, sırasıyla katot ve anotta aynı anda meydana gelen indirgeme ve oksidasyon reaksiyonlarını içerir. Bu reaksiyonlar, elektrik akımının elektrolit çözeltisinden geçmesiyle sağlanır ve yeni maddelerin oluşumuyla sonuçlanır.

Faraday'ın Elektroliz Kanunu

Elektroliz olayı M. Faraday (1834) tarafından deney sonuçlarına dayanılarak ve bugün kendi adı ile anılan kanunlarla açıklanmıştır. Faraday elektroliz için iki temel yasa koymuştur.

Birinci Faraday Yasası : Elektroliz sırasında katot veya anotta yani elektrotlarda kimyasal değişikliğe uğrayarak ayrılan madde miktarları devreden geçen elektrik yükü miktarı ile doğru orantılıdır.

İkinci Faraday Yasası : Farklı elektrolitlerin elektrolizi sırasında her hücreden geçen elektrik miktarı aynı ise, her hücre elektrotlarında kimyasal değişikliğe uğrayarak ayrılan maddelerin eşdeğer gram sayıları da aynıdır.



Kısaca bu iki yasayı özetlemek gerekirse ; bir elektrotta değişikliğe uğrayan maddenin kütlesi elektrottan geçen elektrik miktarı ve maddenin eşdeğer kütlesi ile orantılıdır.

$$W = \frac{I \cdot t \cdot M}{F \cdot n}$$

W: Kaplanan malzeme miktarı (g)

I: Devreden geçen akım miktarı (A)

t: Zaman (s)

M: Kaplanacak malzemenin molar kütlesi ($M_{Cu} = 63.54 \text{ g/mol}$)

F: Faraday sabiti (96500 A.s/mol)

n: Kaplanacak malzemenin 1 molünün indirgenmesi için gereken elektron miktarı

Görüldüğü gibi kaplama hızı uygulanan akımla doğru orantılı olarak değişmektedir. Yapılacak kaplamanın kalınlığı ya da istenilen kalınlık için ne kadar süre kaplama yapılması gerektiği yukarıdaki formül kullanılarak hesaplanabilir.

Elektroliz işlemlerinde akım yoğunluğu, devreden geçen akımın elektrolit içine daldırılan katot elektrodunun elektrot içine batan alanına oranı ile hesaplanmaktadır:

Akım yoğunluğu = Devreden geçen akım (A) / Katodun elektrolite dalan kısmının alanı (m^2)

Deneyler sırasında devreden geçen akımın bir kısmı dirençleri yenmek için kullanıldığından, elektrolizle elde edilen ürün teorik üründen daha az olmaktadır. Elde edilen ürünün (M_G) teorik ürüne (M_T) oranının 100 ile çarpılması sonucunda ise $[(M_G / M_T) \times 100]$, % akım verimi elde edilmektedir. Katotta toplanan veya anottan ayrılan madde miktarı Faraday eşitliği ile hesaplanan teorik değere eşit ise akım verimi %100, eşit değil ise %100'ün altında olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca, $[(M_T - M_G) / M_T \times 100]$ işleminin sonucunda çıkan değer ise deneysel % hata payını vermektedir.

$$\text{Akım verimi (\%)} = 100 \times \frac{\text{Biriken ağırlık (g)}}{\text{Teorik ağırlık (g)}}$$

Kaplamaya Etki Eden Faktörler

Kaplama prosesini etkileyen birçok faktör vardır ve bunlar doğrudan olarak kaplama kalitesini belirlemektedir. Bu nedenle, yüksek kaliteli kaplamalar elde etmek için bu parametreler üzerinde düzgün bir şekilde çalışılmalıdır. Kaplama işlemi için optimum koşulu belirlemeye yardımcı olabilir. Kaplama prosesini etkileyen en önemli faktörler aşağıdaki gibidir;

- Yüzey Temizliği
- Akım Şekli, Yoğunluğu, Çevrim Döngüsü
- Banyo Katkı Maddesi ve pH
- Sıcaklık
- Dağılma Gücü



f. Karıştırma Hızı

a. Yüzey Temizliği

Kaplamanın başarısında kaplanacak numunelerin ön yüzey işlemleri ve yüzey hazırlanması çok büyük önem arz etmektedir. Birkaç istisna hariç kaplanacak parçalar, ön işleme tabii tutulmadan bir elektrolitik biriktirme çözeltisine dahil edilemez. Üretilen bir malzemenin yüzeyinde üretim aşamalarından kalan birçok kirlilik mevcuttur. Yabancı maddelerin varlığı kaplamaların yapışmasını, sürekliliğini ve genel dayanıklılığını etkiler.

Yüzey Pürüzlülüğü Kontrolü: Elektro kaplama işlemi için yüzeyin pürüzlülüğü belirli bir aralıktadır. Gerekirse, mekanik işlemler (örneğin, zımparalama) kullanılarak yüzeyin istenen pürüzlülük seviyesine getirilmesi sağlanabilir.

Yüzey Zımparalama İşlemi: Elektro kaplamanın maksimum koşullarda gerçekleşebilmesi için kullanılan yüzey temizleme yöntemlerinden biri olan zımpara metalik kalıntıların temizlenmesi ve yüzeyin pürüzsüz olması çok önemlidir.

Asidik Temizlik: Bazı durumlarda, numunenin yüzeyindeki oksit tabakalarını temizlemek için asidik bir çözelti kullanılabilir. Asidik temizlik, yüzeydeki pas ve oksitleri çıkararak kaplamanın daha etkili olmasını sağlar.

Alkalin Temizlik: Asidik temizliğin ardından, numune alkalin bir çözelti içinde temizlenebilir. Bu, asidin nötralize edilmesine ve yüzeyin pH dengesinin sağlanmasına yardımcı olur.

Deiyonize Su ile Durulama: Temizlik işlemlerinin ardından numune, deiyonize su veya uygun bir temizleme çözeltisi ile iyice durulanmalıdır. Bu, kimyasal kalıntıların ve diğer kontaminasyonların temizlenmesine yardımcı olur.

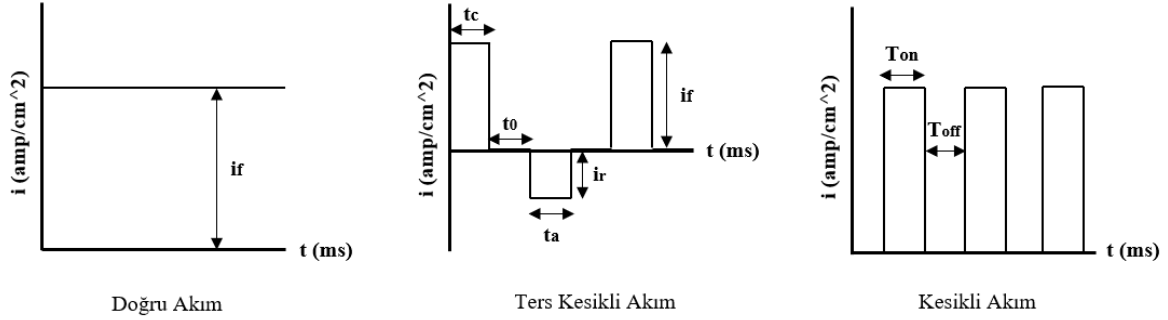
Kurulama: Bu, su damlacıklarının yüzeyde kalmasını önler ve kaplama işleminin daha etkili olmasını sağlar.

Bu adımlar, elektro kaplama numunesinin mekanik yüzey temizliği için genel bir rehberdir. Ancak, spesifik duruma bağlı olarak kullanılacak temizlik yöntemleri ve kimyasallar değişebilir. Bu nedenle, belirli bir elektro kaplama işlemi için belirtilen prosedürleri takip etmek önemlidir.

b. Akım Yoğunluğu

Tanım olarak, akım yoğunluğu katodun birim yüzey alanı başına düşen akımdır. Birim olarak genellikle mA/cm² veya A/dm² olarak kullanılır. Akım yoğunluğu, metal biriktirme sürecinde aktif bir rol oynar. Mevcut kaplamalarda kaplama malzemelerinin özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerden biri uygulanan akımın türüdür ve aşağıdaki gibi alt başlıklarda akım türleri ayrı ayrı incelenecektir. Sıvı kaplamalar uygularken; DC (Doğru Akım) Akım, PC Akım (Kesikli/Darbeli Akım) ve PRC (Ters Kesikli/Darbeli Akım) Akım yöntemleri kullanılmaktadır. Kullanılan akımın türü doğrultucu tarafından belirlenebilir. DC PC ve PRC akım yöntemleri, bazı metallerin, metal alaşımlarının ve metal matrisli kompozitlerin seramik partiküllerle takviye edildikleri kaplama teknikleridir. DC akım yöntemi ile yapılan kaplamalarda akım kesilmeden direkt olarak uygulanır. PC akım yönteminde sabit akım

uygulanmaz ve akım, sisteme belirli bir süre vererek aralıklı olarak uygulanır. PRC akım yönteminde ise anot ve katot akım darbeleri karıştırılarak uygulanır. Süreksiz akım gösteriminde; T_{on} , darbe üretimi sırasında akımın uygulandığı zamandır, T_{off} , akımın kesildiği zamandır. Ters aralıklı akım diyagramında; i_f katot akım yoğunluğunu, i_r anodik akım yoğunluğunu, t_c aralıklı katot akımının uygulandığı zamanı ve t_a aralıklı anodik akımın uygulandığı zamanı temsil eder. Şekil 2' de akım türleri verilmiştir.



Şekil 2. Akım Türleri

DC Akımlı Biriktirme

DC kaplama işlemi genellikle kısa kaplama süreleri olan kalın kaplamalar için tercih edilmektedir. Ancak çift tabakadaki konsantrasyon ile potansiyelin düşmesi nedeniyle kaplamada tane sınırı kaymaları, düzensiz kompozisyon ve yapısal hasarlar meydana gelebilmektedir. Metal iyonlarının altlık yüzeyinde indirgenmesi için kaplama sırasında katot yüzeyinde oluşan iyon tabakasından difüze olması gerekir. Çift tabaka kalınlığının artması ve yüzeye ulaşan metal iyonlarının az olması kaplamaya giren hidrojen miktarını artırmak ve kaplamanın tıkanmasına neden olmaktadır. DC kaplama prosesinde akım yoğunluğu dalga biçimi doğrusaldır. DC kaplamada akım döngü çevrim süresi %100 olduğundan, ortalama akım yoğunluğu tepe akım yoğunluğuna eşittir. Bir DC elektrolit çözeltisindeki iki elektrot DC akım kaynağının çıkışına bağlı olur. Katot, metalin bir yarı iletken veya grafit gibi metalik olmayan bir iletken olabileceği bir metal veya alaşım üzerine yerleştirilir. Sistemin çalışması için önce elektrik devresi tamamlanır ve daha sonra metal katyonları çözeltiden ayrılırken anyonları ayırmak için anotta bir veya daha fazla stabilizasyon işlemi oluşturulur. Bu nedenle, çözeltideki toplam yük nötr tutulur. Burada anot iki katmana ayrılmıştır ve bunlardan birincisi bakır gibi metallere yapılarak bakır iyonları anotta çözülür ve katotta çözelti toplanmasına izin verir. İkinci yöntem ise, titanyum kaplı platin anot kullanılarak katot yüzeyinde bakır sülfat metal tuzları gibi çözeltideki metal iyonlarının indirgenmesiyle elde edilmektedir.

PC Akımlı Biriktirme

Pulse elektrodpozisyonda potansiyel veya akım iki farklı değer arasında hızlı bir şekilde değiştirilir. Bu eşit genlik ve süreye sahip bir dizi darbe ile sonuçlanır. Her darbe bir potansiyel veya akımın uygulandığı ON-time (T_{on}) ve sıfır akımın uygulandığı OFF-time (T_{off}) değerleridir. Biriken film bileşimini ve Darbe genliğini düzenleyerek atomik sıradaki kalınlık ve genişlik kontrol etmek mümkündür. Tane çekirdeklerinin başlamasını desteklerler ve birim alandaki tane sayısını büyük ölçüde artırarak geleneksel olarak kaplanmış kaplamalardan daha iyi özelliklere sahip daha ince taneli bir kaplama oluşturur. Pulse akım yöntemiyle kaplama, birikintilerin kalitesini doğru akıma göre daha iyi iyileştiren modern bir elektrokimyasal yöntemdir. Pulse kaplama durumunda, herhangi bir elektrodpozisyon işleminde olduğu gibi, tabakanın mikro yapısı kristalleşme ve büyümeye bağlıdır. Kristalizasyon sırasında, yüzeydeki atom popülasyonu uygulanan yüksek akım yoğunluğu nedeniyle doğru akım biriktirme durumundan daha yüksektir ve bu da kaplamada daha küçük bir tane boyutu ile



sonuçlanır. Öte yandan elektrolitten kaynaklanan çeşitli türlerin adsorpsiyonu ve desorpsiyonu, yeni kristalitlere katılmalarını etkileyen yeni atomların yüzey difüzyonunu belirler. Bu, birikintinin mikro yapısında ve özelliklerinde bir değişikliğe neden olur. Darbeli elektrodepozisyon işlemi, sürekli işleme göre bir avantaja sahiptir, yani darbeli akım elektrodepozisyon, daha yüksek oranda tane çekirdeklenmesini indükler ve kaplamaların tortu özelliklerine fayda sağlayan daha rafine bir tane yapısı ile sonuçlanır. Darbeli elektrokimyasal biriktirmede, iyonlar, yük transferinin gerçekleştiği elektrikli arayüzden geçer, ardından katot malzemesinin kristal kafesine dahil olurlar. Bununla birlikte, atomlar genellikle büyüme aşamalarından uzakta adsorbe olur, bu nedenle bir kristal kafese dahil olma yüzey difüzyonuna ihtiyaç duyar. Öte yandan, yüzey difüzyonu sırasında nano yapıları ince filmlerin yapısını, fiziksel ve kimyasal özelliklerini etkileyebilecek yüzeysel ayrışmalar meydana gelebilir. Darbeli kaplamalı kaplamalar, daha kompakt tabakalar oluşturur ve yüzey kaplamasında, doğru akımla kaplanmış kaplamalara göre daha az stres uygular, bu nedenle, pulse akımlı kaplamalar üzerinde geliştirilen oksit filmin, doğru akım kaplamalı kaplamalara göre daha kararlı bir form sergiler. Darbe akımları, durağan olmayan akım dalgalarını ve aralıklı olarak kullanılan akımları içermektedir. Mevcut uygulamalar, tüm akımın bir yönde aktığı tek kutuplu dalga (PC) ve anodik ve katot darbelerinin karıştırıldığı iki kutuplu dalga (PRC) şeklinde olabilir. Kesikli akım kaplaması sırasında üç farklı parametre değişim göstermektedir. Bu parametreler birbirinden bağımsızdır ve bunlar: tepe akım yoğunluğu (I_p), darbe başlangıç zamanı (t_{on}) ile darbe durma zamanıdır (t_{off}). t_{on} ve t_{off} , kaplama akımının uygulandığı ve durdurulduğu süre olarak ifade edilebilir. I_p , tepe akım yoğunluğu veya maksimum akım yoğunluğu iken t_{on} ve J_A , ortalama akım yoğunluğudur. Aralıklı akımda (PC), iş çevrimi (γ), bir döngü için alınan toplam zamanın yüzdesine karşılık gelmektedir ve Denklem aşağıda gösterildiği gibidir.

$$\zeta. D. = \frac{t_{on}}{t_{on} + t_{off}}$$

PC tekniklerinin kavramları

Elektro Kaplamada, işlem devam ederken katot etrafında negatif yüklü bir tabaka oluşur. DC kullanıldığında, bu tabaka belirli bir kalınlığa yüklenir ve iyonların parçaya ulaşmasını engeller. Pulse akımlı kaplamada bu katmanın biraz boşalmasına neden olmak için çıkış periyodik olarak kapatılır. Bu iyonların katmandan ve parçaya daha kolay geçişini sağlar. Banyodaki yüksek akım yoğunluğu alanları, düşük akım yoğunluğu alanlarına göre iyonların daha fazla tükenmesine neden olur. Toff sırasında, iyonlar banyodaki tükenmiş bölgelere göç eder. Darbe tonu oluştuğunda, parçaya çökeltme için daha eşit dağıtılmış iyonlar mevcuttur.

PC tekniklerinin avantajları

- Pulse akım sadece difüzyon tabakasındaki metal iyonlarını yenileyerek sınırlayıcı akım yoğunluğunu Toff sırasında önemli ölçüde artırır.
- Pulse akımla darbe parametrelerinin değiştirilmesi, istenen bileşime, yapıya, gözenekliliğe ve hidrojen içeriğine sahip tortular elde edilebilir.
- Pulse akımlı kaplama, katkı maddesi ihtiyacını azaltır.

PC tekniklerinin dezavantajları

- Çoğu durumda, bir doğru akım ünitesinden bir darbe doğrultucunun maliyeti çok daha yüksektir.

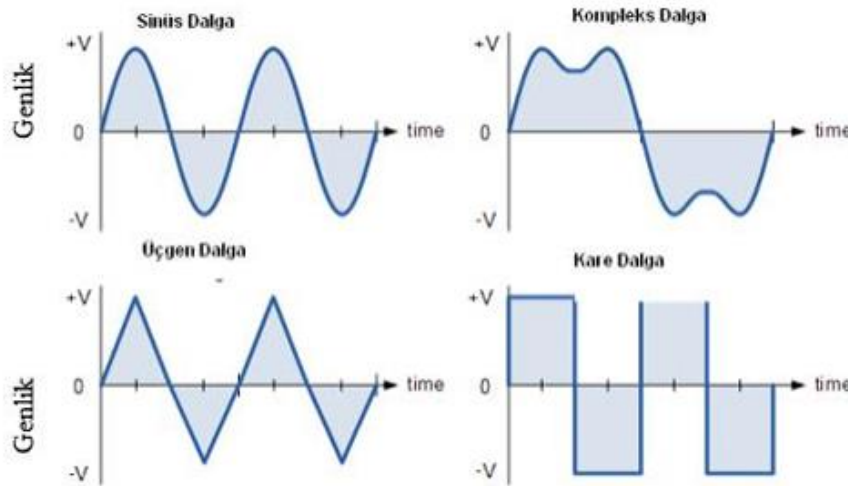
- Bu teknoloji, bir kişinin önceden düşünmesini ve planlamasını gerektirir ve en iyisini elde etmek için takip edilmesi gereken bir dizi prosedür sonuçlar vardır.
- Kimyasal üreticiler için katkı maddesi gereksinimi azaltılır.

PRC akımlı biriktirme

PRC tekniği, belirli bir süre boyunca katot ve anot darbelerinden oluşan bir dalga şeklindedir. PRC tekniği, PC tekniğindeki ile aynı dağılık dolgu etkisini üretir ve tek tip bir kaplama oluşturabilir. Yüksek PRC işleminde kullanılan parametrelere işlem sırasında daha fazla dikkat edilmesi gerekmektedir. PRC tekniğinde, parçacık boyutu dağılımı ve parçacık boyutu gibi yapısal özellikler, katot darbe akımına anodik bir darbe ve ortalama akım (-IA) ve zaman denklemleri eklenerek ayarlanabilmektedir. PRC tekniği aşağıdaki denklemlerde verilmiştir.

AC akımlı biriktirme

Akımın tek yönde aktığı DC ve PC elektro kaplamanın aksine, alternatif akım periyodik olarak yönünü tersine çeviren akım türü olarak adlandırılan alternatif akım (AC), elektrokaplama benzersiz avantajlar sunar. Alt tabaka yüzeyinde kaplamada kusurlara yol açabilecek gaz kabarcıklarının oluşumunun azaltılmasına yardımcı olur. Ek olarak, AC elektro kaplama daha sağlam bir film sağlayabilir, çünkü akımın değişken doğası kaplama malzemesinin daha iyi çapraz bağlanmasını ve yapışmasını destekler. Şekil 3'te alternatif akım türleri verilmiştir.



Şekil 3. Alternatif akım türleri

c. Banyo Katkı Maddeleri ve pH

Banyo içerisindeki katkı maddelerinin metal biriktirmeye farklı etkileri vardır. Bunlar, tane inceltme, dentrit ve pürüzlülük önleme, dengeleme, askıda bırakma, ıslatma ve topaklamayı engelleme gibi faydalardır. Ayrıca bu katkı maddeleri iç stresi azaltmak, kaplamayı düzeltmek ve kaplamanın parlaklığını değiştirmek gibi etkilere de sahiptir. Topaklamayı engellemek ve kompozit kaplamada parçacıkların ıslanabilirliğini arttırmak için yüzey aktifleştiriciler kullanılır. Pürüzlülük önleyiciler, yüzeyi ince bir film tabakasıyla kaplayarak yüzeydeki çatlakların büyümesini engellerler. Tortudaki



çukurların veya gözeneklerin önlenmesi, ıslatıcı maddelerin veya yüzey aktif maddelerin temel amacıdır. Ancak çözeltideki katkı maddeleri büyüyen birikim tabakalarıyla birlikte depolanırlar ve sonuç olarak kaplamada soruna sebep olabilmektedirler. pH'ın partikül katkısı üzerindeki etkisi, parçacıkların doğasına bağlıdır. Ayrıca iç stresi yönetmek için azalan pH tercih edilir. Çözelti pH değeri, hidrojen gelişimi ve hidroksit çökeltileri üzerindeki etkisi nedeniyle önemli bir rol oynar.

d. Sıcaklık

Çözelti sıcaklığının birbirine zıt iki etkisi vardır. Bir yandan difüzyonu arttırdığı için kristallerin oluşum hızını artırır böylece küçük kristalli yapılar elde edilebilir. Ancak katot polarizasyonunu azalttığı için ise büyük kristalli yapıların oluşmasına sebep olabilir. Viskozite tortulaşma gibi çözeltinin çeşitli fiziksel özelliklerine de etkisi vardır. Aynı zamanda sıcaklık artışı banyo bileşenlerinin hidroliz oranını, buharlaşma oranını ve katkıların depolanma oranını artırmaktadır. Bu karşılıklı etkilerden dolayı, bir banyo için çalışma sıcaklığının tespit edilmesi zorlaştırmaktadır. Bu sebeple çalışmalarda sıcaklık deneysel olarak saptanmaktadır. Elde edilebilecek en doğru sonuçlar için sıcaklık, ideal değere göre ± 2 °C aralığında sabit tutulmalıdır. Bu parametreler arasında kaplamaya en çok etki eden akım türleri olarak doğrudan ve darbeli akımla elektrokaplama, metalleri ve alaşımları elektrokaplama için bugüne kadar kullanılmış iki yöntemdir. Şekil 2, tipik bir doğru akım kaplama diyagramını göstermektedir. Bu tip kaplamada potansiyel veya akım zamanla sabittir; yani, açık zaman akımının toplam süreye oranı veya görev döngüsü %100'dür.

e. Dağılma Gücü

Elektrolitik kaplamada, kaplamanın sadece görünümünün ve özelliklerinin istenilen şekilde olması yeterli değildir. Aynı zamanda kaplamanın, malzemenin tüm yüzeyinde aynı kalınlıkta olması da gereklidir. Ekonomik bakımdan kaplamanın minimum kalınlıkta olması istenir. Düzgün olmayan şekillendirilmiş bir malzeme (dekoratif amaçlı) üzerinde oldukça düzgün bir kaplamanın elde edilmesi için çözeltinin (elektrolitin) gösterdiği özelliğe dağılma gücü (throwing power) denir. Bu adlandırma kaplama gücü (covering power) terimiyle daha iyi mana kazanır.

f. Karıştırma Hızı

Karıştırma hızı, parçacık katkısının mekanizmasını kontrol eden önemli parametrelerden biridir. Kaplama banyosunda homojen sıcaklığın muhafaza edilmesi hem iyonların hem de parçacıkların elektrolit içinde asılı kalmasını sağlamak ve hücre içerisinde taşınımına yardım etmek karıştırmanın kullanılmasının ana nedenleridir. Aynı zamanda kaplama kalınlığının tek düzeligi içinde doğru bir karıştırma önemlidir. Ancak çok hızlı veya çok yavaş karıştırma ise kaplamaya olumsuz olarak etkileyebilir.



DENEYSSEL ÇALIŞMALAR

Elektro kaplama deneyleri, genellikle bir laboratuvar ortamında belirli bir malzemenin yüzeyine ince bir metal tabaka uygulamak amacıyla gerçekleştirilir. Elektro kaplama deneylerini gerçekleştirmek için temel adımlar şunlardır :

Kaplama Malzemesi Seçimi

Kaplama malzemesi olarak kullanılacak metal belirlenmelidir. Genellikle kullanılan kaplama metalleri arasında altın, gümüş, nikel, bakır vb. bulunmaktadır.

Yüzey Temizliği ve Elektrolit Hazırlığı

Kaplanacak altlık numune kaplama öncesi gerekli yüzey temizliği yapılır. Elektro kaplama için bir elektrolit solüsyonu hazırlanmalıdır. Bu solüsyon, kaplama işlemi sırasında metal iyonlarını içermelidir. Elektrolit, kaplama metalinin tuzlarından oluşabilir.

Deney Düzeni Hazırlığı

Elektro kaplama hücresi oluşturulmalıdır. Bu hücre, anot (kaplama yapılacak malzemeyi taşıyan elektrot), katot (kaplama metalini taşıyan elektrot) ve elektrolit solüsyonunu içermelidir.

Elektro Kaplama Hücresinin Montajı

Malzeme ve kaplama metaline uygun elektrotlar hücre içerisine yerleştirilmelidir. Elektrotlar, elektro kaplamanın yapılacağı şekilde konumlandırılmalıdır.

Kaplamaya Başlama

Elektro kaplama hücresi çalıştırılarak, akım uygulanmaya başlanmalıdır. Bu sırada kaplama metalinin katot üzerinde birikmesi sağlanır.

Kaplama Süresi ve Akım Kontrolü

Kaplama süresi ve akım yoğunluğu, istenen kaplama kalınlığı ve özelliklere göre belirlenmelidir. Bu parametrelerin kontrolü, kaplama işleminin başarıyla tamamlanabilmesi için önemlidir.

Kaplamanın İncelenmesi

Kaplama işlemi tamamlandıktan sonra kaplanan malzeme incelenmelidir. Kaplama kalınlığı, yüzey düzgünlüğü, adherans (yapışma) gibi özellikler değerlendirilmelidir.

Sonuçların Analizi

Deneyin sonuçları analiz edilerek, elektro kaplama sürecinin başarılı olup olmadığı değerlendirilmelidir. Gerekirse, deneyler tekrarlanabilir ve parametreler ayarlanabilir. Bu temel adımlar, elektro kaplama deneylerini gerçekleştirmek için kullanılabilir. Ancak, deneylerin spesifik gereksinimleri, kullanılan malzeme ve kaplama metaline bağlı olarak değişebilir. Bu nedenle, deneyleri gerçekleştirmeden önce literatürü incelemek ve deney planını özenle hazırlamak önemlidir.



DENEYİN YAPILIŞI

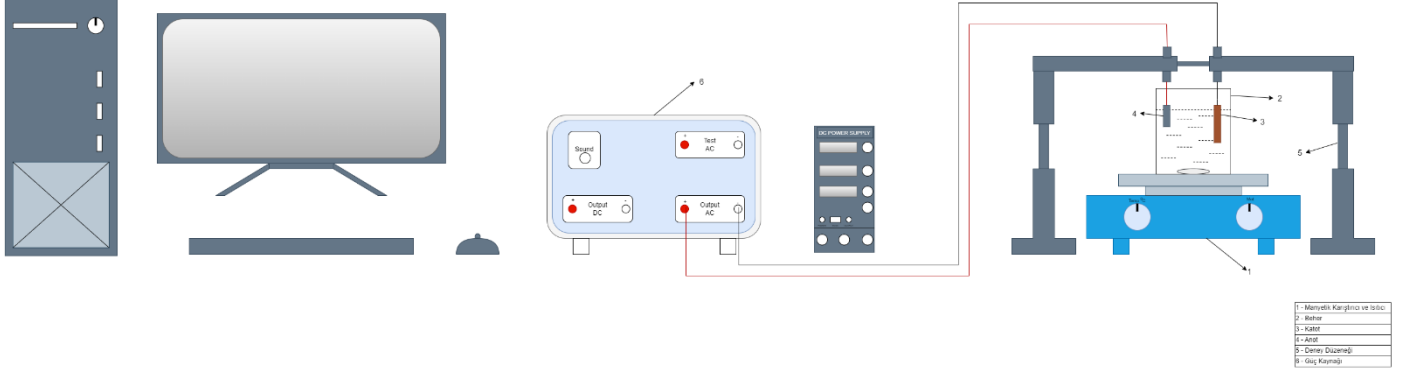
1. Anot olarak Ni levha ($40 \times 15 \text{ mm}^2$) ve dikdörtgen bakır altlık ($30 \times 15 \text{ mm}^2$) kullanacaktır.
2. Bakır altlığı, pürüzsüz bir yüzey elde etmek için önce zımpara kağıtlarıyla (100 arasında 2000 grit) parlatılır.
3. Bakır altlığı kaplarken belirli bir alanda çalışmak için altlık numunenin belirli yüzeyi oje gibi yalıtkan malzeme ile maskelenir.
4. Parlatılan ve maskelenen bakır levhalar, ultrasonik banyo ile yağdan arındırma için 30 dakika süreyle derişik asetona konulur.
5. Sonra altlık numune distile su ile durulanır.
6. Bakır altlık hazırlanması işleminin son adımı olarak, yağı alınmış alt tabakaların yüzeyi, HCl çözeltisine daldırılarak aktive edilir.
7. Sonra altlık numune distile su ile durularak kaplama işlemine hazır hale getirilir.
8. Ni-B/ZrC kaplamayı elde etmek için, indirgeyici ajan ve bor kaynağı olarak temel çözeltisine uygun miktarda Trimetilamin boran (TMAB) ilave edilir. Kaplama banyosu, Nikel Sülfat (nikel kaynağı), Nikel Klorür Hekzahidrat (nikel kaynağı ve iletkenlik), Trimetilamin boran (indirgeyici madde ve bor kaynağı), borik asittir (kompleksleyici madde), Zirkonyum Karbür (takviye parçacığı), Sodyum Dodesil Sülfat (SDS) (yüzey aktif madde), Sakarin (tane inceltici). Kimyasallar Çizelge 1. verilen miktarda hazırlanır.
9. ZrC tozu ilk olarak homojen karışım oluşturmak için ve elektrokaplama banyosunda nanopartiküllerin dispersiyonunu güçlendirmek için oda sıcaklığında çevrim değeri 1, genlik değeri %70, ultrasonik frekans 20 kHz'de, 30 dakika ultrasonik karıştırma yapılır.
10. Banyo pH'ını $4 \pm 0,1$ 'e ayarlamak için NaOH veya Borik Asit çözeltisi kullanılır.
11. Anot, kaplama banyosunda altlık ile paralel olarak yerleştirilir.
12. Kaplamaların biriktirilmesi gerçekleştirmek için banyo çözeltisi manyetik karıştırıcı kullanılarak $50 \pm 1^\circ\text{C}$ 'a ayarlanır.
13. Kaplama boyunca manyetik karıştırıcı ile 300-500 rpm'de şiddetli bir şekilde çalkalanır.
14. Güç kaynağı çalıştırılır ve cm^2 'e 50 mA olacak şekilde ayarlanır.
15. 30 dakika süre tutularak kaplama işlemi gerçekleştirilir.

Çizelge 1. Banyo Bileşenleri

Sr. No	Banyo Bileşenleri (Kimyasallar)	Miktar
1	Nikel-Sülfat-Hekzahidrat (Nikel Kaynağı)	250 g/L
2	Nikel-Klorür-Hekzahidrat (Nikel Kaynağı ve İletkenlik)	40 g/L
3	TMAB (Bor Kaynağı)	3-6-9 g/L
4	Borik Asit (Kompleksleyici madde)	35 g/L
5	Zirkonyum Karbür (Takviye Parçacığı)	0-2-4-6 g/L
6	Sodyum Dodesil Sülfat (SDS) (Yüzey Aktif Madde)	0.1 g/L
7	Sakarin (Tane İnceltici)	0.5 g/L

Çizelge 2. Operasyon parametreleri

Sr. No	Çalışma Koşulları	Parametreler
1	Elektrolit Banyosu pH'ı	4 ± 0.1
2	Sıcaklık	$50 \pm 2^\circ\text{C}$
3	Manyetik Karıştırıcı Kullanarak Banyo Çalkalama	$400 \pm 50 \text{ rpm}$
4	Zaman (Kaplama biriktirme)	30 dk
5	DC Akım Yoğunluğu	50 mA/cm^2



Şekil 4. Deney Düzenegi