



Akımlı Yöntemle Üretilen Fe-W Alaşım Kaplamalar Üzerinde Farklı İş Çevrimlerinin Etkilerinin İncelenmesi

Buse Yavuz^{1*}, Görkem Bulut¹, İbrahim Usta², Sezer Tan^{1,3}, Hasan Algül^{1,3}, Ahmet Alp^{1,3}, Mehmet Uysal^{1,3}

¹Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya Üniversitesi, Türkiye

²Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya Uygulamalı Bilimler Üniversitesi, Türkiye

³Doğal Kaynak ve Atık Değerlendirme Laboratuvarı (DOKADEM), Sakarya Üniversitesi, Türkiye

(1st International Conference on Engineering, Natural and Social Sciences ICENSOS 2022, December 20 - 23, 2022)

(DOI: 10.31590/ejosat.1226767)

ATIF/REFERENCE: Yavuz, B., Bulut, G., Usta, İ., Tan, S., Algül, H., Alp, A & Uysal, M. (2022). Akımlı Yöntemle Üretilen Fe-W Alaşım Kaplamalar Üzerinde Farklı İş Çevrimlerinin Etkilerinin İncelenmesi. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, (45), 184-187.

Öz

Bu çalışmada akımlı Fe-W kaplama yapılmıştır. Wolfram mekanik özellikler açısından kıyaslanacak olunursa çelikten daha sert bir yapıya sahip ve sıcaklıklara karşı yüksek direnç gösterir. Bu özelliklerinden dolayı endüstri uygulamalarında tercih edilen bir kaplama olacaktır. Kaplama yapılan altlık olarak alüminyum tercih edildi. Bunun sebebi ise Alüminyumun korozyon direnci açısından oldukça düşük performans gösteriyor olmasıdır. Yapılan Fe-W kaplama ile korozyon testleri sonucunda bu sorun önemli ölçüde giderilmiştir. Kaplama esnasında farklı elektrodpozisyon değerleri kullanılmıştır. Biriktirme sıcaklığı kristalleşme açısından önemli rol gösterdi. Karakterizasyon testleri sonucunda SEM görüntülerinin elde edilmesinde yüzey morfolojisinin görmek için 3000 büyütmelerde görüntü alındı. Görüntü sonucu granüler morfoloji oluştuğu gözlemlenmiştir. Yapılan Tafel polarizasyon analizi sonucunda artan Ton süresi ile korozyon oranının yaklaşık olarak 5mpy'e kadar düştüğü gözlemlenmiştir

Anahtar Kelimeler: Fe-W kaplama, Korozyon oranı, Scherrer Denklemi, Nodüler morfoloji, İş çevrimi

Investigation of the Effects of Different Duty Cycles on Fe-W Alloy Coatings Produced by Electrodeposition Method

Abstract

In this study, electrodeposition Fe-W coating was applied. When Wolfram is compared in terms of mechanical properties, it has a harder structure than steel and shows high resistance to temperatures. Due to these properties, it will be a preferred coating in industrial applications. Aluminum was preferred as the coated substrate. The reason for this is that Aluminum performs very poorly in terms of corrosion resistance. As a result of the corrosion tests with Fe-W coating, this problem has been significantly eliminated. Different electrodeposition values were used during the coating. The deposition temperature played an important role in crystallization. As a result of characterization tests, images were taken at 3000 magnifications to see the surface morphology in obtaining SEM images. It was observed that granular morphology was formed as a result of the image. As a result of the Tafel polarization analysis, it was observed that the corrosion rate decreased to approximately 5mpy with increasing Ton time.

Keywords: Fe-W coating, Corrosion rate, Scherrer Formula, Nodular morphology, Duty cycle

1. Giriş

Fe-W kaplamaları günümüzde oldukça tercih edilmeye başlanmıştır. Bunun sebepleri ise Fe-W kaplamaların sertliklerinin yüksek olması, korozyona karşı olan dirençleri ve termal dirençlerinin oldukça yüksek olmasıdır. İlerleyen zamanlarda Fe-W kaplamaları krom (Cr) ile yapılan kaplamaların yerini alabileceği öngörülmektedir. Bunun sebeplerinden biri ise Cr kaplamaların çevreye olan olumsuz etkileridir[1]. Fe-W kaplamalar ile Cr kaplamalarda oluşan bu olumsuz etki ortadan kaldırılmaktadır. Fe-W kaplamalar üzerine yapılan araştırmalar günümüzde az sayıda olsa da bu kaplamanın faydaları, olumlu yönleri görüldükçe yaygınlaşmaya ve kullanılmaya başlanmıştır. Fe-W kaplamaları genel olarak ele alacak olursak öncelikle bu kaplamada mekanik özelliklerin artışı genel olarak W ye bağlıdır. Tungsten ve demirin bir araya getirilmesi ile oluşturulan Fe W alaşım matrisinin katkıları oldukça fazladır. Bu çalışmada alüminyum altlık üzerine Fe-W kaplama işlemi akımlı yöntemle gerçekleştirilmiştir

2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada akımlı kaplama yöntemi kullanılarak Fe-W kaplama yapılmıştır. Kullanılan alüminyum altlık 6XXX alüminyum serisidir. Alüminyum numune kesme diski yardımı ile 30x30x3 mm boyutunda kesilmiştir. Daha sonra sırasıyla 120-240-400-600-800-1000-1200 yüzeyi SiC zımpara kağıtları ile zımparalanmıştır. Kaplama öncesi Al numune yüzeydeki yağ ve kirlerden arınması için üçlü asit karışımı olan H₂SO₄, HCl, HNO₃ asitlerine ve yüzey oksidasyonunu engellemek için zinkatlama işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem her iki asit de dahil olmak üzere ilk 20 şer saniye daha sonra 10 sn olmak üzere iki defa tekrarlanmıştır ve sonra saf su ile asit tabakası yıkanmıştır. Kaplamanın olacağı altlık alüminyum olduğu için katot olarak seçilmiş ve birikme bunun üzerinde gerçekleşmiştir. Anot olarak grafit kullanılmıştır. Uygun sıcaklığa ulaşıldıktan sonra katot ve anot asılarak çözelti içine daldırıldı. Sisteme akım verilerek kaplama başlatıldı. Banyo bileşiminde bulunan kimyasallar ve çalışma koşulları aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Tablo 1. Akımlı Fe-W alaşım kaplamalara ait banyo bileşimi

Kimyasal	Miktar
Sodyum Tungsten	78 g/L
Sodyum Sitrat	59 g/L
Fosforik Asit	7.69 ml/L
Borik Asit	10.25 g/L
Demir Sülfat	0.1 ml
Banyo hacmi	100 ml

Tablo 2. Akımlı Fe-W alaşım kaplamalara ait banyo çalışma şartları.

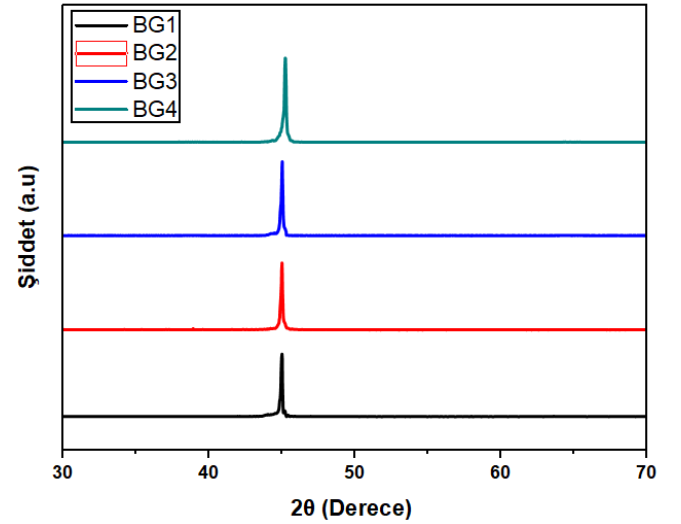
Çalışma Koşulları	
Zaman	50dk
Sıcaklık	60°
ph	5
Akım	1.6A/dm ²

Tablo 3. Akımlı Fe-W alaşım kaplamalara numune kodları ve çalışma parametreleri.

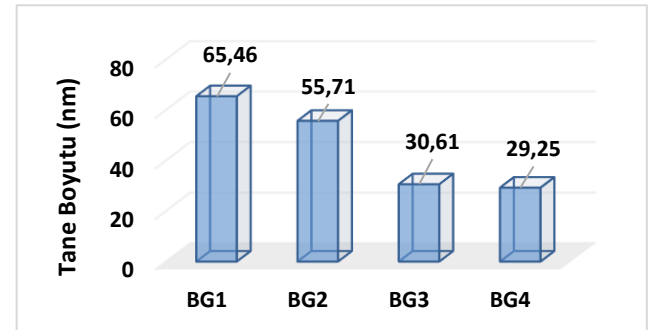
Numune	İş Çevrimi (Ton-Toff)
BG1	20-80
BG2	50-50
BG3	60-40
BG4	80-20

Kaplamanın yüzey morfolojisi için Taramalı Elektron Mikroskopunda (SEM) incelendi. XRD de X-ışını kırınım analizi yapıldı. Analizde Cu K-alfa radyasyonu ve 1.54 Å's dalga boyu kullanıldı. Kaplama yapılan numune korozyon testi için %3,5 NaCl çözeltisi içerisinde bekletildi. Referans elektrot olarak Doygun Kalomel Elektrot kullanıldı.

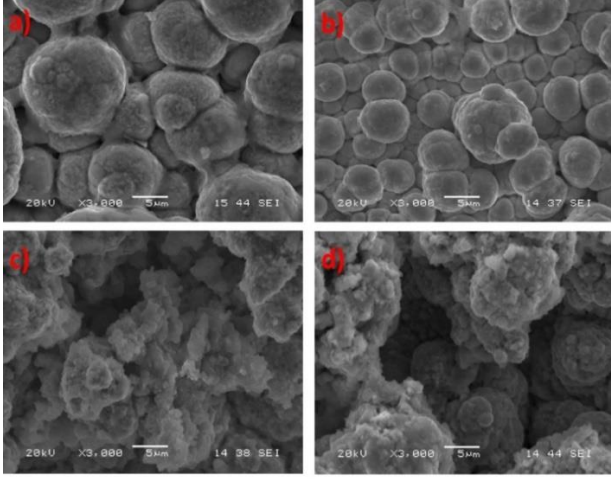
2.1.Bulgular:



Şekil 1: Farklı iş çevrimlerinde üretilen akımlı Fe-W kaplamaların XRD desenleri.



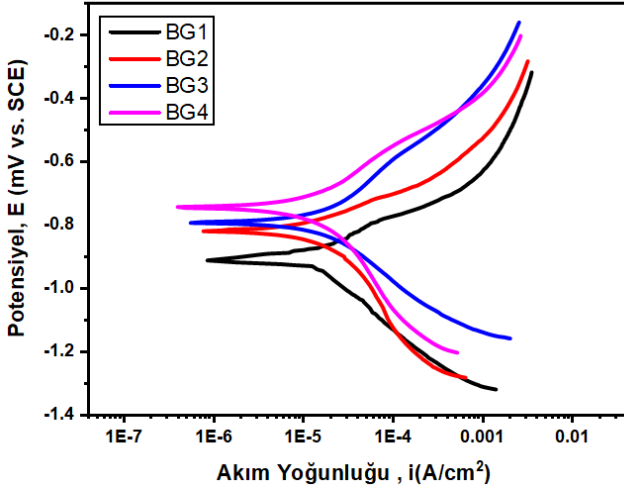
Şekil 2: Scherrer denklemi ile hesaplanan kaplamaların tane boyutu.



Şekil 3: Akımlı Fe-W kaplamaların SEM yüzey görüntüleri (3000x büyütme) (a: BG1, b: BG2, c: BG3, d: BG4).

Tablo 4: EDS sonuçlarına göre farklı iş çevrimlerine sahip Fe-W kaplamaların hacimce yüzde W oranları.

Numune	Fe (%)	W (%)
BG1	74.532	25.468
BG2	71.102	28.898
BG3	58.229	41.771
BG4	35.268	64.732



Şekil 4: Kaplamanın farklı iş çevrimlerine göre Tafel eğrileri.

Tablo 5: Farklı iş çevrimi polarizasyon eğrilerinden elde edilen korozyon oranları.

Numune	Korozyon Oranı (mpy)
BG1	46.99
BG2	35.71
BG3	6.216
BG4	5.144

3. Araştırma Sonuçları ve Tartışma

3.1. Tartışma

Farklı iş çevrimleri (duty cycles) kullanılarak elde edilen Fe-W alaşımlarının X-ışını kırınım analizi Şekil 1'de gösterilmiştir. XRD kırınımına göre 44 derecede (110) düzleminde tek bir demir piki gözlemlenmiştir. XRD sonuçları karşılaştırıldığında farklı iş çevrimi pik şiddetlerini ve genişliğini değiştirdiği sonucuna varılabilir. Kırınım tepe noktalarının genişlemesi, elektrokaplanmış Fe-W' nin tane boyutunun azaldığını gösterir. Yapıdaki W miktarındaki artış ile tane boyutunun azaldığı önceki çalışmalarda bildirilmiştir[2,3]. Sonuç olarak bu çalışmadaki iş çevrimi miktarındaki artış, yapıya daha fazla W miktarının girmesini sağlayarak tane boyutunun küçülmesine neden olmuştur. Bu durumu doğrulamak amacıyla, tane boyutunun ortalama değeri, aşağıda verilen Scherrer denklemi [4] kullanılarak, tepe genişliğinden hesaplanmıştır.

$$\tau = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

burada: β - tepe genişlemesi (radyan cinsinden); λ - dalga boyu (Å cinsinden); τ - Tane boyutu; θ - tepe noktasının açısıdır.

Kaplamaların kristal boyutu Şekil 2'de grafik olarak sunulmuştur. XRD verileri ile kıyaslandığında tane boyutları tutarlı bir sonuç göstermiştir. Tungsten oranındaki artış yeni çekirdekleyici bölgeler oluşturarak tane boyutunu düşürmüştür [5].

Şekil 3 farklı iş çevrimlerinde üretilen akımlı Fe-W kaplamalara ait yüzey görüntülerini göstermektedir. Görüntüler yapının granüler halden nodüler hale geçtiğini göstermektedir. Artan T_{on} süresi ile bölgesel olarak büyümeler gerçekleşmiştir. Bunun sebeplerinden biriside yapıda artan T_{on} süresi ile birlikte kaplama tabakası içerisinde bulunan W içeriğinin artmasıdır. W elementi kaplama tabakasında ekstra çekirdekleyici bölgeler oluşturmuştur ve yoğun olarak bulunduğu noktalarda bolca Fe çekirdeklenmesine neden olmaktadır. Artan T_{on} süresi ile birlikte kaplama tabakası içerisinde bulunan W oranının değişimi Tablo 4'te EDS analizi ile desteklenmektedir.

Şekil 4, farklı iş çevrimleri kullanılarak elde edilen Fe-W kaplamalarının potansiyodinamik polarizasyon eğrilerini göstermektedir. Potansiyodinamik polarizasyon eğrilerine bakıldığında korozyon hızı en düşük olan numune BG4 kodlu numuneye aittir. Bu en yüksek iş çevrimine sahip kaplamadır. Korozyon oranı en düşük olan numunenin akım yoğunluğu $29.80 \times 10^{-5} \text{ A/cm}^2$ olarak bulunur. BG4 iş çevrimi kullanılarak üretilen numunenin korozyon direnci diğer numunelere kıyasla daha yüksektir. Bunun ana nedeni yapıda daha fazla tungsten miktarının bulunması ve tane boyutunun diğer numunelere göre daha küçük olmasıdır. Ayrıca korozyon direncinin artmasının diğer bir nedeni W atomlarının difüze olmasından kaynaklanmaktadır. [5]. Bu çalışmada korozyon direncinin artmasının temelde 2 sebebi vardır. Bunlardan biri azalan tane boyutu bir diğeri ise W miktarıdır. Artan W miktarı ile birlikte yapıda daha fazla W içeriği EDS analizinde gözlemlendi. Korozyon testi esnasında tungsten tercihen yüzeye doğru hareket etmiştir ve yüzeyde oksitli yapılar oluşturmuştur[3].

4.Sonuç

Farklı iş çevrimleri kullanılarak dört farklı Fe-W kaplama başarılı bir şekilde alüminyum altlık yüzeyine indirgenmiştir.

Artan T_{on} süresi ile birlikte yapıya ait tane boyutu önemli ölçüde azalmıştır. Tane boyutundaki bu azalma, kaplama tabakası içerisindeki W oranının artışıyla açıklanabilir. Artan W oranı ile yeni çekirdekleyici bölgelerin oluşumu tetiklenmektedir.

Artan T_{on} süresi ile birlikte korozyon oranı önemli ölçüde düşmüştür. Tane morfolojisinin küçülmesi ve W oranının artan T_{on} süresi ile birlikte yapı içerisinde daha fazla oranda bulunması bu sonucu ortaya çıkarmıştır. Artan W oranı ile W atomları yüzeye doğru hareket ederek korozyon esnasında oksitli yapı oluşumuna sebebiyet vermiş ve korozyon için pasif bir tabaka oluşturmuştur.

Kaynakça

- [1] S. Wang, C. Zeng, Y. Ling, J. Wang, G. Xu, Phase transformations and electrochemical characterizations of electrodeposited amorphous Fe–W coatings, *Surf. Coatings Technol.* 286 (2016) 36–41. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.12.011>.
- [2] A. Nicolenco, N. Tsyntsaru, H. Cesiulis, Fe (III)-Based Ammonia-Free Bath for Electrodeposition of Fe-W Alloys, *J. Electrochem. Soc.* 164 (2017) D590–D596. <https://doi.org/10.1149/2.1001709JES/XML>.
- [3] K.R. Sriraman, S. Ganesh Sundara Raman, S.K. Seshadri, Corrosion behaviour of electrodeposited nanocrystalline Ni-W and Ni-Fe-W alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 460–461 (2007) 39–45. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.02.055>.
- [4] A.L. Patterson, The scherrer formula for X-ray particle size determination, *Phys. Rev.* 56 (1939) 978–982. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.56.978>.
- [5] A. Akyol, H. Algul, M. Uysal, H. Akbulut, A. Alp, A novel approach for wear and corrosion resistance in the electroless Ni-P-W alloy with CNFs co-depositions, *Appl. Surf. Sci.* 453 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.05.152>.