

NiCoFeCu Orta Entropili Alaşım Kaplamaların Elektrodopolama Yöntemi ile Üretimi

Halil Güvenç¹, Mehmet Demir²

¹İskenderun Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Endüstrisi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, HATAY
²İskenderun Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, HATAY

(Alınış / Received: 13.06.2025, Kabul / Accepted: 28.07.2025, Online Yayınlanma / Published Online: 31.07.2025)

Anahtar Kelimeler

Elektrodopolama,
OEA,
Kaplama,
Taguchi

Öz: Bu çalışmada, NiCoFeCu esaslı orta entropili alaşımların (OEA) üretimi elektrodopolama yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Süreç parametrelerinin kaplama üzerindeki etkileri, Taguchi deney tasarımı yöntemi ile incelenmiş ve optimize edilmiştir. Sıcaklık, pH, akım yoğunluğu ve karıştırma hızı olmak üzere dört temel parametre belirlenmiş; her biri üç seviyede değerlendirilmiştir. Deney tasarımında L9 ortogonal dizisi kullanılarak tam faktöriyel tasarıma kıyasla deney sayısı önemli ölçüde azaltılmıştır. 5754 alüminyum altlık üzerine elde edilen kaplamalar, SEM görüntüleri ile değerlendirilmiş ve parametrelerin yüzey morfolojisi üzerinde belirleyici etkiler gösterdiği saptanmıştır. Homojen ve yoğun yapılı kaplamaların genellikle 45 °C sıcaklık, pH 3.5, 200 mA/cm² akım yoğunluğu ve 100 rpm karıştırma hızı koşullarında olduğu gözlemlenmiştir. Kaplamalardaki element oranlarının ideal değer olan %25 atomik dağılıma yaklaşması hedeflenmiş ve bu doğrultuda gerçekleştirilen doğrulama deneylerinde, fark değeri %29.57 olarak elde edilmiştir. Parametrelerin istatistiksel etkileri ANOVA analizi ile değerlendirilmiş; her ne kadar p-değerleri 0.05'in üzerinde olsa da, akım yoğunluğu ve karıştırma hızının sırasıyla %45.19 ve %43.76 katkı oranlarıyla çıktılar üzerinde belirgin etkiler oluşturduğu görülmüştür. Sonuç olarak, elektrodopolama sürecinde Taguchi yöntemi ile belirlenen optimum parametrelerin, kaplama kalitesini ve metal bileşenlerin eşit oranda biriktirilmesini anlamlı şekilde iyileştirdiği ve bu yaklaşımın zaman ve maliyet açısından verim sağladığı gösterilmiştir.

Production of NiCoFeCu Medium Entropy Alloy Coatings by Electrodeposition

Keywords

Electrodeposition,
MEA,
Coating,
Taguchi

Abstract: In this study, NiCoFeCu-based medium entropy alloys (MEAs) were produced using the electrodeposition method. The effects of process parameters on the coating quality were investigated and optimized using the Taguchi design of experiments. Four key parameters—temperature, pH, current density, and stirring speed—were identified and evaluated at three levels each. By employing the L9 orthogonal array, the number of experiments was significantly reduced compared to a full factorial design. Coatings deposited on 5754 aluminum substrates were analyzed via SEM images, which revealed that the parameters had a decisive impact on surface morphology. It was observed that homogeneous and dense coatings generally formed under conditions of 45 °C temperature, pH 3.5, 200 mA/cm² current density, and 100 rpm stirring speed. Achieving a uniform atomic distribution close to the ideal 25% for each metal was targeted, and validation experiments conducted under the optimal parameter set yielded a minimum deviation of 29.57%. The statistical effects of the parameters were evaluated using ANOVA; although the p-values were above the 0.05 significance threshold, current density and stirring speed exhibited significant influence on output with contribution ratios of 45.19% and 43.76%, respectively. In conclusion, the optimal parameters identified through the Taguchi method notably improved the coating quality and compositional balance, while also enhancing the time and cost efficiency of the electrodeposition process.

1. Giriş

Yüksek entropili alaşımlar (YEA), genellikle beş veya daha fazla elementin, her birinin alaşım içindeki oranı %5 ila %35 arasında olacak şekilde ve çoğunlukla eşit atomik oranlarda birleştirilmesiyle oluşur. Buna karşılık, iki ila dört element içeren ve daha düşük karışım entropisine sahip sistemler ise orta entropili alaşımlar (OEA) olarak sınıflandırılır. YEA'lar, çok sayıda elementin neredeyse eşit oranlarda karıştırılmasıyla oluşur ve yüksek karışım entropisi sayesinde tek fazlı, kararlı yapılar elde edilir. OEA'lar ise daha az sayıda element içerir, bu da entropinin orta seviyede kalmasına ve bazen çok fazlı yapılar oluşmasına neden olabilir. Genel olarak, sistemdeki element sayısı arttıkça karışımdaki atomların olası konfigürasyonları da artar; bu da entropi değerinin yükselmesine ve katı çözelti oluşumunun daha olası hale gelmesine neden olur. [1,2]. OEA'lar, mekanik özellikler, ısı kararlılık ve korozyon/oksidasyon direnci açısından YEA'lar kadar olmasa da geleneksel alaşımlardan daha üstündür. Bu alaşımlar: ergitme ve döküm, toz metalurjisi, katı hal yöntemleri, eklemeli üretim (3D baskı), fiziksel ve kimyasal buhar biriktirme, püskürtme şekillendirme/hızlı katılaştırma teknikleri ve elektrolitik biriktirme (elektropolama) gibi farklı üretim yöntemleri ile üretilebilirler.

Elektropolama, katı bir alt tabaka üzerinde metal katyonlarının elektrik akımı vasıtasıyla doğrudan indirgenmesi yoluyla metalik kaplama oluşturan elektrokimyasal bir yöntemdir. Bu yöntemle, metalik veya metalik olmayan alt yüzeyler üzerine kaplamalar yapılabilir. Günümüzde elektropolama yöntemiyle kaplanmış ürünler günlük yaşamda yaygın olarak kullanılmaktadır. Saatlerde gümüş kaplama, gözlük çerçevelerinde altın kaplama ve otomotiv ile havacılık endüstrilerindeki çeşitli parçalarda uygulanan elektrolitik kaplamalar buna örnektir. Elektropolama işlemi, elde edilen yüzey özelliklerinin diğer yöntemlerle sağlanmasının mümkün olmadığı durumlarda kritik öneme sahiptir. Bu yöntem özellikle korozyon ve aşınma direnci gibi özellikleri nedeniyle tercih edilmektedir. Metalik kaplamaların temel amaçları arasında malzemelerin fiziksel ve kimyasal özelliklerini iyileştirmek, görsel görünümünü korumak ve geliştirmek bulunur. Örneğin; korozyon koruması için bakır, nikel, krom, çinko veya kadmiyum; estetik görünüm için bakır, nikel ve krom; sertlik ve aşınma direnci için krom veya akımsız nikel kaplamalar tercih edilmektedir [3]. Elektropolama parametreleri, yüksek entropili ve orta entropili alaşımlar için önemli farklılıklar gösterebilmektedir [4]. Aliyu ve Srivastava (2022) [5], çoklu bileşen elektropolamanın proses detaylarını inceleyerek optimum parametrelerin kaplama kalitesi üzerindeki etkisini vurgulamıştır. Ayrıca, Freitas ve arkadaşları (2023) [6] ile Haché ve arkadaşları (2023) [7], elektropolamayla elde edilen yüksek entropili alaşım kaplamaların morfolojik özelliklerinin optimizasyonu üzerine odaklanmıştır. Shojaei ve arkadaşları (2022) [8] ise elektropolama yöntemi ile üretilen alaşımların korozyon ve aşınma direnci özelliklerini kapsamlı şekilde değerlendirmiştir.

Elektropolama yönteminin dezavantajlarından biri kaplanacak numunenin iletken olması zorunluluğudur. Ayrıca birden fazla element içeren kaplamaların üretimi, proses parametrelerinin (pH, sıcaklık, akım yoğunluğu, karıştırma hızı vb.) çokluğu sebebiyle kompleks ve deney sayısı açısından fazladır. Çok sayıda deney yapılmasının neden olduğu zaman ve maliyet dezavantajlarını azaltmak amacıyla deney tasarım metotları geliştirilmiştir. Bu çalışmada, söz konusu gereksinimler için Taguchi deney tasarım metodu seçilmiştir. Taguchi yöntemi, üretim süreçlerinde düşük maliyetle yüksek kalite elde etmek amacıyla yaygın kullanılan, sistem tasarımı, parametre tasarımı ve tolerans tasarımı olmak üzere üç aşamalı bir yaklaşımdır. Ortogonal diziler sayesinde daha az deneyle daha geniş kapsamlı analizler gerçekleştirilebilir. Deney sonuçları Sinyal/Gürültü (S/N) oranlarıyla değerlendirilerek, en yüksek S/N oranına sahip parametre seviyeleri ideal olarak belirlenir. Bu yaklaşım, sistemleri kontrol edilemeyen faktörlere karşı daha az hassas hale getirerek kaliteyi artırmayı hedefler [9].

Bu çalışma termokimyasal işlemlere kıyasla zaman, maliyet ve yüksek sıcaklıklarda işlem gerektirmeyen bir yöntem olmasından kaynaklı elektropolama yöntemi ile OEA üretimi tercih edilmiştir. Elektropolama yöntemiyle OEA üretimi; sıcaklık, akım yoğunluğu, pH ve karıştırma hızı olmak üzere dört temel işlem parametresi kullanılarak Taguchi deney tasarımıyla gerçekleştirilmiştir. Her bir parametre üç farklı seviyede değerlendirilmiş ve bu amaçla L9 ortogonal dizisi tercih edilmiştir. Böylece klasik tam faktöriyel deney tasarımında 81 deney gerekirken, yalnızca 9 deneyle kapsamlı analizler yapılabilmiştir. Deneylerde alt tabaka olarak 5754 alüminyum alaşımı kullanılmış ve bu altlık üzerine NiFeCoCu esaslı OEA kaplamaları yapılmıştır. Kaplama sürecinde her bir metalin kaplama içindeki atomik oranının yaklaşık olarak %25 olması hedeflenmiş ve bu hedef doğrultusunda en uygun işlem parametreleri Taguchi deney tasarım metodu ile belirlenmiştir.

2. Materyal ve Metot

Bu çalışmada, süreç parametrelerinin performans üzerindeki etkilerini değerlendirebilmek amacıyla Taguchi deney tasarım yöntemi kullanılmıştır. Deneyisel çalışmalarda, ilgili süreci temsil eden faktörler ve her faktör için

belirlenen seviyeler doğrultusunda ortogonal dizi seçilerek minimum sayıda deney ile maksimum bilgi elde edilmesi hedeflenmiştir. Taguchi yöntemi, deney sayısını önemli ölçüde azaltarak zaman ve maliyet açısından avantaj sağlamakta; aynı zamanda süreç üzerinde en etkili parametrelerin hızlıca belirlenmesine olanak tanımaktadır. Deneylerde kontrol edilebilir parametreler sistematik şekilde değiştirilmiş, kontrol edilemeyen gürültü faktörlerinin etkisi ise en aza indirilmeye çalışılmıştır. Elde edilen çıktı verileri, Taguchi metoduna uygun olarak Sinyal/Gürültü (S/N) oranları ile değerlendirilmiştir. Bununla birlikte, kullanılan Taguchi yönteminin bazı sınırlılıkları da bulunmaktadır. Özellikle, bu yöntem faktörler arası etkileşimleri göz ardı ettiği için, örneğin pH ile sıcaklık veya akım yoğunluğu ile karıştırma hızı gibi parametreler arasındaki etkiler doğrudan değerlendirilememektedir. Bu durum, elde edilen sonuçların yalnızca ana etkilerle sınırlı olduğunu ve sistemin karmaşık davranışlarını tam olarak yansıtmayabileceğini göstermektedir. Ayrıca, Taguchi yöntemi yanıt değişkeninin çok boyutlu olduğu durumlarda yetersiz kalabilir ve etkileşimlerin doğrusal olmadığı sistemlerde sınırlı temsil gücüne sahiptir. Sinyal/gürültü oranları sabit kalıplara dayanmakta olup, bazı özel mühendislik senaryolarında uygun değerlendirme sağlayamayabilir. Az sayıda deney ile genelleme yapılması da bazı durumlarda deneysel güvenilirliği azaltabilmektedir [9, 10]. Bu nedenlerle, sonuçların yorumlanmasında dikkatli olunmalı ve daha karmaşık sistemlerde alternatif yöntemler düşünülmelidir. Bununla birlikte, bu çalışmada belirli ve sınırlı sayıda parametrenin etkisini analiz etmek amacıyla yapılan deney tasarımı, Taguchi yöntemi yerinde ve yeterli bir tercih olmuştur.

Çalışmada altlık olarak, kimyasal bileşimi Tablo 1'de verilen 5754 Alüminyum alaşımı kullanılmıştır. Alt tabakanın kaplama alanı kontrollü bir deney ortamı sağlamak amacıyla 1 cm² ile sınırlandırılmıştır. Elektropolama işlemlerinde karşıt elektrot olarak platin tel, referans elektrot olarak ise Ag/AgCl elektrot tercih edilmiştir.

Tablo 1. Al altlığın EDS Tablosu

	<i>C-K</i>	<i>O-K</i>	<i>Mg-K</i>	<i>Al-K</i>	<i>Cl-K</i>	<i>Cr-K</i>	<i>Mn-K</i>
Al ALTLIK	9,27	6,69	3,05	80,57	0,27	0,06	0,10

Altlığın yüzey hazırlığı, kaplama ile alt tabaka arasındaki aderansı artırmak ve kaplama sırasında oluşabilecek olumsuzlukları minimize etmek açısından kritik öneme sahiptir. Yüzey hazırlığı, yüzeydeki kir, yağ ve oksit tabakalarını temizlemek üzere çok aşamalı olarak gerçekleştirilmiştir. İlk olarak alt tabaka yüzeyi sırasıyla 600, 800, 1000 ve 1200 numaralı zımpara kağıtları ile mekanik olarak zımparalanmıştır. Ardından, yüzey önce aseton, ardından metanol ile detaylı şekilde temizlenmiş, her temizlik aşamasının ardından saf suyla durulanmıştır. Son aşamada, yüzey aktivasyonunu artırmak ve oksit tabakasını gidermek amacıyla %20'lik hidroklorik asit (HCl) çözeltisinde 10 saniye aşındırılmış ve son olarak saf suyla tekrar durulanarak elektropolama işlemine hazır hale getirilmiştir.

Elektropolama işlemleri, Watts tipi elektrolit banyolarında gerçekleştirilmiştir. Tüm kaplamalar, sabit akım koşullarında 3600 saniye süreyle; 50, 100 ve 200 mA/cm² akım yoğunluklarında, karıştırmasız, 100 ve 200 rpm karıştırma hızlarında, 25, 35 ve 45 ± 1 °C sıcaklıklarda uygulanmıştır. Banyo sıcaklıkları, kendinden ısıtmalı karıştırıcı sistem tarafından otomatik olarak kontrol edilmiştir; hedef sıcaklık değerine ulaşıldığında ısıtma durmakta, sıcaklık istenilen değerin altına düştüğünde ise tekrar devreye girmektedir. Bu sistem ±1 °C toleransla çalışacak şekilde ayarlanmıştır. Her deney öncesinde, pH değerleri sülfürik asit (H₂SO₄) ve sodyum hidroksit (NaOH) ile ayarlanarak 1.5, 2.5 ve 3.5 seviyelerinde sabitlenmiştir. Banyoda kullanılan metal kaynakları sırasıyla: nikel sülfat (NiSO₄) ve nikel klorür (NiCl₂) [Ni kaynağı], demir sülfat (FeSO₄) [Fe kaynağı], kobalt sülfat (CoSO₄) [Co kaynağı] ve bakır klorür (CuCl₂) [Cu kaynağı] şeklindedir. Bu bileşikler sırasıyla NiSO₄: 50 g/L, NiCl₂: 45 g/L, FeSO₄: 20 g/L, CoSO₄: 20 g/L ve CuCl₂: 10 g/L konsantrasyonlarında banyoya eklenmiştir. Ayrıca kompleks yapıcı olarak sitrik asit, pH tamponlayıcı olarak borik asit ve kaplama morfolojisini iyileştirmek amacıyla katkı maddesi olarak sakkarin (1 g/L) ile sodyum dodesil sülfat (SDS, 0.2 g/L) eklenmiştir. Kimyasal bileşenler, yukarıda belirtilen sırayla banyo çözeltisine dahil edilmiştir. Elde edilen kaplamaların yüzey morfolojileri, Ultra Kuru EDS Dedektörlü Thermo Scientific Apreo S taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile 2500× büyütmede incelenmiş; aynı cihaz kullanılarak enerji saçılım spektroskopisi (EDS) analizleri gerçekleştirilmiştir.

3. Bulgular

Elektropolama yöntemi ile elde edilen kaplama kalitesi, banyo kompozisyonu, pH, akım yoğunluğu, sıcaklık, karıştırma hızı ve kaplama süresi gibi parametrelere bağlıdır. Bu çalışmada elektropolama koşulları, literatürden belirlenen dört temel parametre (pH, sıcaklık, akım yoğunluğu, karıştırma hızı) göz önünde tutularak Taguchi L9 ortogonal dizisi ile tasarlanmıştır [11]. Her parametre için üç farklı seviye belirlenmiş ve Tablo 2'de gösterilmiştir.

Tablo 2. Elektropolama parametreleri ve seviyeleri

Deney Faktörleri	Birimi	Seviye		
		I	II	III
pH	-	1,5	2,5	3,5
Sıcaklık	°C	25	35	45
Akım yoğunluğu	mA/cm ²	50	100	200
Karıştırma Hızı	dev/dk	0	100	200

Üç seviyeli bu dört parametre tam faktöriyel bir deney tasarımı ile yapılacak olsaydı, $3^4=81$ deney ile yapılması gerekmektedir. NiCoFeCu orta entropili alaşım kaplamanın, atomik olarak yüzde oranlarının birbirlerine en yakın şekilde olması amacıyla elektropolama parametrelerinin etkilerini tanımak ve doğrulamak için ise Taguchi yaklaşımı L9 dizisini önermiştir. Önerilen L9 dizisinin faktör seviyeleri Tablo 3'te verilmiştir

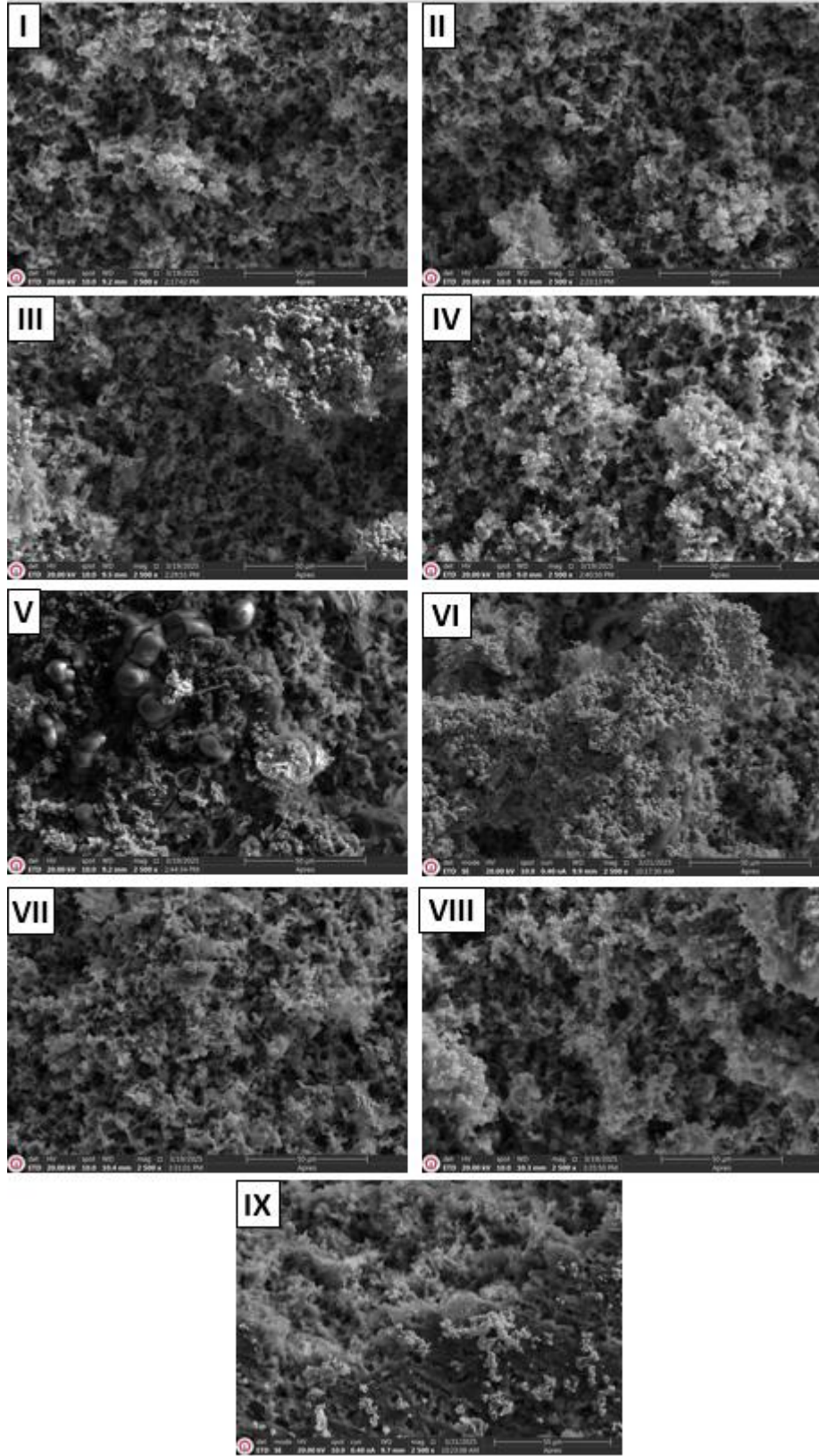
Tablo 3. L9 dizisi deney parametreleri

Deney Adı	Deney Parametreleri			
	pH	Sıcaklık	Akım Yoğunluğu	Karıştırma Hızı
OEA 1	I	I	I	I
OEA 2	I	II	II	II
OEA 3	I	III	III	III
OEA 4	II	I	II	III
OEA 5	II	II	III	I
OEA 6	II	III	I	II
OEA 7	III	I	III	II
OEA 8	III	II	I	III
OEA 9	III	III	II	I

Elektropolama yöntemi üretim şartları Taguchi deney tasarım metodu kullanılarak değerlendirilmiştir. Seçilen değerlere literatür gözetilerek aralıklar verilmiştir [5] 2-4 Sayıda esas alaşım elementinden oluşan alaşımlar orta entropili alaşımlar olarak adlandırılmaktadır. Bütün çoklu element içeren alaşımlarda karışım entropisi, element oranlarının eşit konsantrasyonlarda olması durumunda maksimuma ulaşmaktadır [1,2]. OEA'larda deney tasarım metodu ile tespit edilmeye çalışılan durum ise her bir metalin kaplama içerisinde eşit miktarlarda katılımını görmektir.

Kaplama içerisindeki element oranları EDS analizleri ile tespit edilmiştir. EDS ile kaplama içerisindeki elementlerin net miktarlarını, ağırlık olarak yüzdeleri ve atomik olarak yüzdeleri tespit edebiliriz. OEA'larda baz alınan ağırlık atomik ağırlıktır. Bu sebeple değerlendirme sürecinde dört element olduğu için her bir elementin kaplama içerisinde varacağı nihai hedef %25 olarak ele alınmıştır. Bu durumun EDS sonuçları ile değerlendirilmesinde Denklem 1 baz alınmıştır.

$$Fark = |25-Ni| + |25-Fe| + |25-Cu| + |25-Co| \quad (1)$$



Şekil 1. Al altlık üzerine biriktirilen kaplamaların SEM resimleri

Elementlerin atomik ağırlık olarak EDS deneyleri sonucu elde edilen değerler dikkate alınmıştır. Denklem içinde element kısaltmaları ile kastedilen değerler kaplama içerisindeki atomik ağırlıklarına karşılık gelmektedir. EDS analizlerinde % atom olarak sadece kaplama metalleri dikkate alınmıştır. Orta entropili alaşım üretiminde yine atomik olarak %25'e en yakın olacak Denklem 1 kullanılarak hesaplama yapılmıştır. Tablo 4'te EDS sonuçlarına göre atom yüzdeleri verilmiştir. Şekil 1'te bu deneylere ait SEM görüntüleri verilmiştir. Taguchi deney tasarımı doğrultusunda farklı işlem parametreleri ile elde edilen NiCoFeCu orta entropili alaşım kaplamalara ait SEM

görüntüleri incelendiğinde, kaplama yüzey morfolojilerinde önemli farklılıklar gözlemlenmiştir. Görüntüler, kaplamaların pH, sıcaklık, akım yoğunluğu ve karıştırma hızı gibi parametrelere duyarlı olarak değişen yapısal karakteristiklerini açıkça yansıtmaktadır.

Bazı kaplamalarda yoğun, homojen ve kompakt yapılar (I, IX) oluşmuşken; bazı örneklerde ise dağınık, gözenekli veya topaklı morfolojiler (III, IV) ortaya çıkmıştır. Homojen yapıların genellikle daha iyi parametre kombinasyonlarıyla (örneğin yüksek sıcaklık ve optimum akım yoğunluğu) elde edildiği; gözenekli ve düzensiz yapıların ise düşük iyon difüzyonu, yetersiz karıştırma ya da yüksek gaz çıkışı gibi olumsuz etkilere bağlı olarak geliştiği anlaşılmaktadır (V, VIII). Özellikle bazı görüntülerde gözlemlenen küresel kabarcık yapıları (C), hidrojen çıkışı gibi elektrokimyasal reaksiyonların kaplama süreci üzerindeki etkisini göstermektedir [12-14]. Sonuç olarak, SEM analizleri, deney parametrelerinin kaplama kalitesi ve yüzey yapısı üzerinde belirleyici rol oynadığını kanıtlamaktadır. En homojen ve sıkı kaplamalar (özellikle IX), genellikle yüksek sıcaklık, optimum pH ve yeterli karıştırma hızı kombinasyonlarında elde edilmiştir. Bu nedenle SEM görüntüleri, deneysel tasarımın doğrulanması ve ideal kaplama şartlarının belirlenmesi açısından kritik öneme sahiptir.

Tablo 4. Metallerin % Atom bilgileri

	<i>Fe-K</i>	<i>Co-K</i>	<i>Ni-K</i>	<i>Cu-K</i>
<i>OEA 1_Al</i>	18,04	6,59	25,73	49,64
<i>OEA 2_Al</i>	16,23	15,4	39,92	28,45
<i>OEA 3_Al</i>	12,36	28,24	54,76	4,63
<i>OEA 4_Al</i>	13,04	2,55	16,18	68,23
<i>OEA 5_Al</i>	8,45	10,35	41,21	40
<i>OEA 6_Al</i>	15,9	28,2	51,43	4,47
<i>OEA 7_Al</i>	31,16	8,06	28,88	31,9
<i>OEA 8_Al</i>	7,79	4,81	22,28	65,12
<i>OEA 9_Al</i>	14,08	16,33	40,9	28,69

Taguchi yönteminde sonuçlar değerlendirilirken üç farklı şekilde değerlendirme yapılır: Büyük olan daha iyi, nominal olan daha iyi ve küçük olan daha iyidir. Taguchi metodunda "Smaller is Better" (küçük olan daha iyidir) ifadesi, performans kriterinin daha küçük olmasının tercih edildiği durumlar için kullanılır. Bir sistemin ya da prosesin çıktısında daha küçük değerler daha iyi performans gösterdiği anlamına gelir. Denklem 1 kullanılarak hesaplanan farkın en küçük değeri ideal OEA (Her bir metalin atom ağırlığı olarak %25 oranında biriktirilmesi) üretimi için geçerlidir [15]. S/N oranlarının tespitinde Denklem 2 kullanılmıştır.

$$\frac{S}{N} = -10 \log_{10} \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2 \right) \quad (2)$$

y_i : Her bir deneydeki çıktı (ölçüm değeri)

n: Ölçüm sayısı

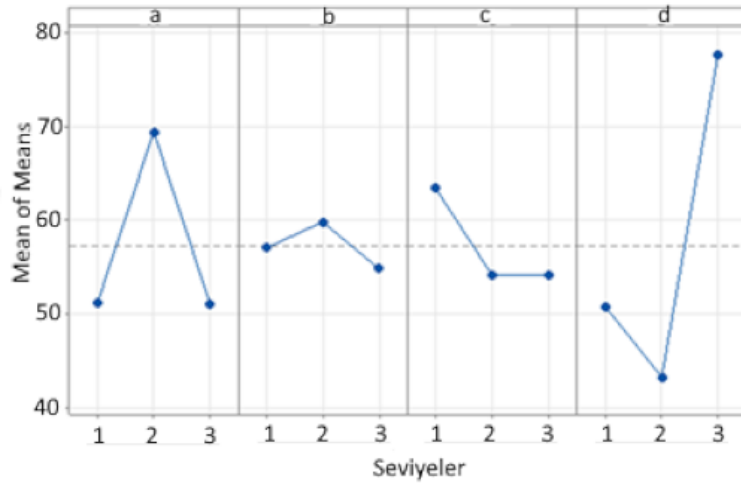
Denklem 2 kullanılarak 4 farklı parametrenin 3 farklı kademesi tercih edilmiş ve alüminyum altlık üzerine NiCoFeCu orta alaşımlı kaplamalar elde edilmiştir. Tablo 5'te deney tasarım metodundan elde edilen sonuçlar verilmiştir.

Tablo 5. Al altlık için seviye ve faktör değerlerinin atanması ve deneysel sonuçlar

Deney Adı	Deney Parametreleri				FARK	S/N Oranı (dB)
	pH	Sıcaklık (°C)	Akım Yoğunluğu (mA/cm ²)	Karıştırma Hızı (rpm)		
OEA 1_Al	1,5	25	50	0	50,74	-34,1070
OEA 2_Al	1,5	35	100	100	36,73	-31,3004
OEA 3_Al	1,5	45	200	200	66,01	-36,3922
OEA 4_Al	2,5	25	100	200	86,46	-38,7363
OEA 5_Al	2,5	35	200	0	62,41	-35,9051

OEA 6_Al	2,5	45	50	100	59,26	-35,4552
OEA 7_Al	3,5	25	200	100	33,88	-30,5989
OEA 8_Al	3,5	35	50	200	80,24	-38,0878
OEA 9_Al	3,5	45	100	0	39,18	-31,8613

Şekil 2’de Taguchi metodu kullanarak elde edilen grafikler verilmiştir. Burada A: Sıcaklık, B: pH, C: Akım ve D: Karıştırma hızını temsil etmektedir. Şekil 2 grafiği bir Ana Etki Grafiği (Main Effects Plot for Means)’dir ve dört farklı faktörün (A, B, C, D) her bir seviyesinin ortalama üzerindeki etkisini göstermektedir. Grafikte her faktör (A, B, C, D) için 3 seviye yer almaktadır. Her faktör **için** en altta kalan (en düşük ortalamaya sahip) seviye, tercih edilmesi gereken seviyedir [12]. Buna göre; sıcaklık için Seviye 3 (45 °C), pH için Seviye 3 (3,5), Akım için Seviye 3 (200 mA/cm²) ve karıştırma hızı için ideal şart seviye 2 (100 rpm) değeri minimum değeri vermiştir.



Şekil 2. Al altlık üzerine biriktirilen numunelerin ortalama performans (FARK değeri) üzerindeki etkilerini gösteren ana etki grafiği.

Tablo 6. Ortalamalar için Yanıt Tablosu

Seviye	A	B	C	D
1	51,16	57,03	63,41	50,78
2	69,38	59,79	54,12	43,29
3	51,10	54,82	54,10	77,57
Delta	18,28	4,98	9,31	34,28
Rank	2	4	3	1

Şekil 2’de verilen grafiğin değerlerini gösterir tablolar, Tablo 6’da verilmiştir. Bu değerler, sistemin daha öngörülebilir çıktılarla çalışmasını sağlarken, deneysel tekrarlanabilirliği artırmak açısından kritik önemdedir. Özellikle karıştırma hızı parametresinde Seviye 2’nin seçilmesi, 200 rpm seviyesinde görülen varyans artışını minimize etmek açısından anlamlıdır. Bu bağlamda, proses parametrelerinin sadece ortalama performansa göre değil, aynı zamanda deneysel kararlılığa göre optimize edilmesi gerektiği bir kez daha doğrulanmıştır.

Tablo 7. Varyans Analizi

Kaynak	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	%P
A	2	8,86	4,43	0,13	0,884	2,658487
B	2	26,16	13,08	0,41	0,683	8,384458
C	2	93,17	46,58	2,21	0,191	45,19427
D	2	91,34	45,67	2,14	0,199	43,76278
HATA	6	210,667	35,111			

Tablo 7’de verilen ANOVA sonuçlarına göre, incelenen dört farklı parametrenin sistem çıktısı üzerindeki etkileri yüzdelik (%) katkı oranlarıyla hesaplanmıştır. Analiz sonuçlarına göre kaplamaların performansına en fazla etki eden parametre, %45,19 ile akım yoğunluğu (Faktör C) olarak belirlenmiştir. Bu parametreyi %43,76 ile karıştırma hızı (Faktör D) takip etmektedir. Sırasıyla daha düşük etkiye sahip olan diğer parametreler ise %8,38

ile pH (Faktör B) ve %2,66 ile sıcaklık (Faktör A) olarak gözlemlenmiştir. P-değerleri incelendiğinde, tüm faktörlerin 0.05 eşik değerinin üzerinde olduğu görülmektedir. Bu durum, istatistiksel olarak faktörlerin anlamlı bir etki göstermediğine işaret etmektedir. Ancak, özellikle akım yoğunluğu ve karıştırma hızı faktörlerinin yüksek F-değerleri ve toplam varyans üzerindeki yüksek yüzdelik katkıları, bu iki parametrenin pratikte sistem çıktısı üzerinde belirleyici rol oynadığını göstermektedir. Ayrıca, bu çalışmada elde edilen tahmin modelinin güvenilirliği, R^2 değeri ile değerlendirilmiştir. Modelin R^2 değeri %97,49 olup, bu değer modelin deneysel verilerle oldukça uyumlu olduğunu ve yüksek düzeyde açıklayıcılık sağladığını göstermektedir. Taguchi yöntemi yalnızca istatistiksel değil aynı zamanda mühendislik bakış açısıyla değerlendirme yapılmasını önerir. Dolayısıyla, her ne kadar p-değerleri istatistiksel anlamlılık göstermese de, bu parametrelerin pratikte sistem performansı üzerinde belirleyici olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Bu durum, Taguchi metodolojisinin mühendislik problemlerinde optimize parametrelerin belirlenmesinde hala güçlü ve faydalı bir araç olduğunu ortaya koymaktadır [16, 17].

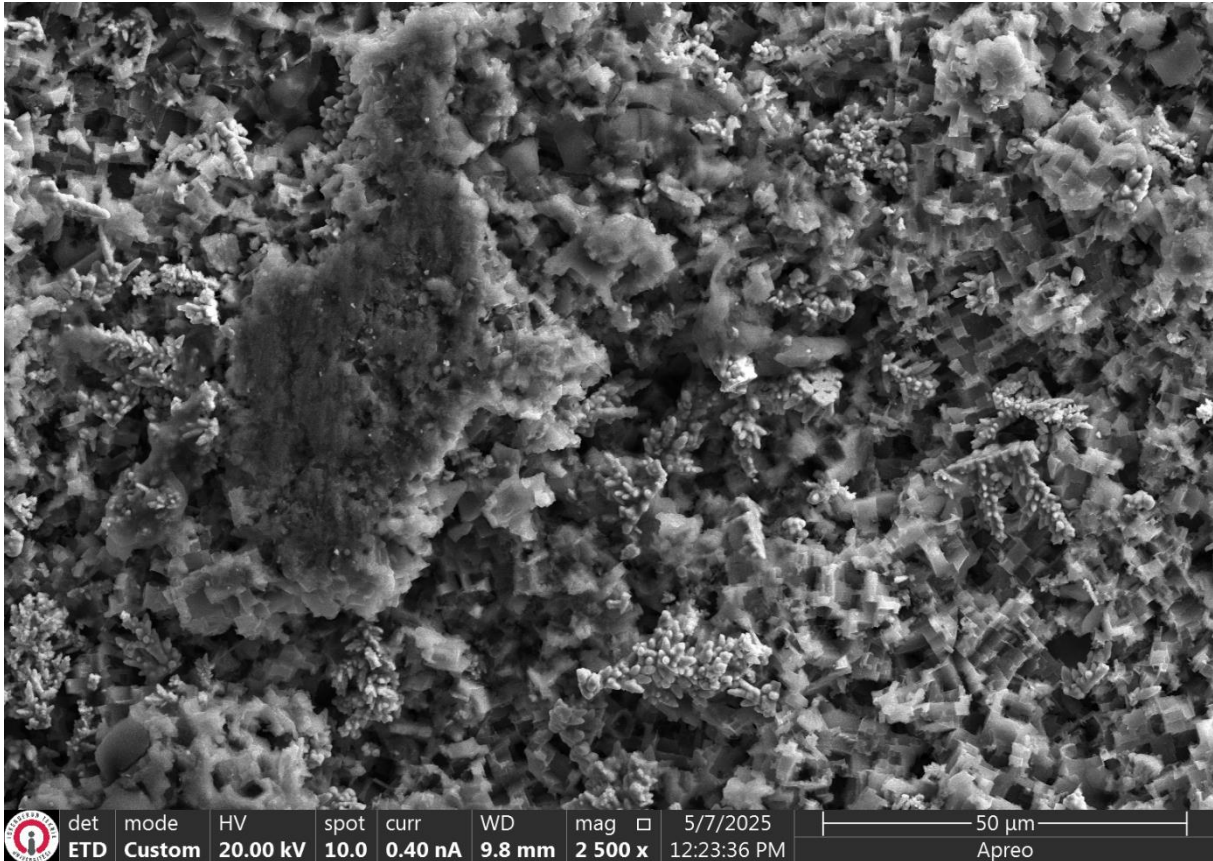
3.1. Doğrulama deneyi

Doğrulama deneyi için OEA'ların atomik olarak %25 biriktirilmesi hedefine en yakın sonuçları veren parametreler olan sıcaklık 45 °C, pH 2.5, karıştırma hızı 100 rpm ve akım yoğunluğu 200 mA/cm² değerlerinde deneyler yapılmıştır. Doğrulama deneyi 3 tekrarlı yapılmıştır ve ortalamaları dikkate alınmıştır. Üretilen numunelerden ortalamaya en yakın olan seçilerek, EDS ve SEM görüntüleri alınmıştır. EDS sonuçlarına göre elde edilen veriler Tablo 8'de verilmiştir. Tabloya göre 4 farklı metalde birbirine oldukça yakın biriktirilmiştir. Taguchi yönteminin önerdiği 9 deneye göre ise fark düşük çıkmıştır ve bu durumda yöntemin ve deneylerin doğruluğunu ispat etmektedir.

Tablo 8. Doğrulama deneyi EDS sonuçları

	<i>Fe-K</i>	<i>Co-K</i>	<i>Ni-K</i>	<i>Cu-K</i>	<i>FARK</i>
Doğrulama Deneyi	21,41±0,18	19,91±0,27	39,78±0,57	18,89±0,47	29,57

Doğrulama deneyine ait kaplamanın SEM görüntüsü Şekil 3'te sunulmuştur. Yapılan SEM analizleri, uygulanan deney parametrelerinin kaplama morfolojisi ve yüzey kalitesi üzerinde belirleyici bir etkisi olduğunu ortaya koymaktadır. En yoğun ve homojen kaplama yapıları, yüksek sıcaklık, uygun pH değeri ve yeterli karıştırma hızı kombinasyonu ile elde edilmiştir. Bu bağlamda, SEM görüntüleri hem deneysel tasarımın geçerliliğini doğrulamak hem de ideal kaplama koşullarını belirlemek açısından önemli bir kanıt sağlamaktadır.



Şekil 3. Doğrulama deneyine ait kaplamanın SEM görüntüsü

4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada, NiCoFeCu esaslı orta entropili alaşımların elektropolama yöntemiyle üretimi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Elektropolama sürecine ait sıcaklık, pH, akım yoğunluğu ve karıştırma hızı gibi dört temel parametre, Taguchi deney tasarımı kullanılarak optimize edilmiş ve bu sayede deney sayısı azaltılırken süreç verimliliği artırılmıştır. Uygulanan L9 ortogonal dizisi ile gerçekleştirilen deneylerde, optimum parametre kombinasyonu (sıcaklık: 45 °C, pH: 2.5, akım yoğunluğu: 200 mA/cm², karıştırma hızı: 100 rpm) belirlenmiş; bu koşullarda kaplamalar üretilmiştir. Kaplamaların SEM görüntüleriyle değerlendirildiğinde homojen, yoğun ve pürüzsüz bir yüzey yapısına sahip olduğu tespit edilmiştir. ANOVA analizine göre p-değerleri istatistiksel anlamlılık sınırı olan 0.05'in üzerinde yer alsa da, özellikle akım yoğunluğu ve karıştırma hızının sırasıyla %45.19 ve %43.76'lık katkı oranları ile sistem performansı üzerinde belirgin etkileri olduğu ortaya konmuştur. Bu sonuç, yalnızca istatistiksel değerlendirmelere değil, aynı zamanda mühendislik yorumlarına da dayalı çok yönlü bir analiz gerekliliğini vurgulamaktadır. Ayrıca, EDS analizleri doğrulama deneylerinde her bir metalin alaşımdaki hedef oranı olan %25 atomik yapıya oldukça yakın değerler (%29,57) elde edildiğini göstermiştir. Bu bulgular, orta entropili alaşımların kaplama teknolojilerinde uygulanabilirliğini ve elektropolama yönteminin bu alandaki potansiyelini açıkça ortaya koymaktadır. Sonuç olarak, bu çalışma NiCoFeCu esaslı OEA kaplamalarının üretiminde elektropolamanın başarılı bir yöntem olduğunu göstermiştir. Taguchi yöntemi ile yapılan sistematik optimizasyon süreci, sadece yüksek kaliteli kaplamalar elde etmeyi sağlamakla kalmamış, aynı zamanda deneysel zaman ve maliyetleri de ciddi ölçüde azaltmıştır. Bu yaklaşımın, ileri işlevsel kaplama sistemleri geliştirme çalışmalarına sağlam bir temel oluşturabileceği değerlendirilmektedir.

Teşekkürler

Bu çalışma, TÜBİTAK tarafından desteklenen "Elektropolama Yöntemi ile Sistematik Orta/Yüksek Entropili Alaşım Kaplamaların Biriktirilmesi" (Proje No: 223M596) adlı TÜBİTAK 1001 Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Projelerini Destekleme Programı kapsamında gerçekleştirilmiştir. Yazarlar, proje kapsamında sağlanan finansal destek ve altyapı olanakları için TÜBİTAK'a teşekkürlerini sunar.

Kaynakça

- [1] Erdoğan, A. (2018). Yüksek Entropili Alaşımlar: Özellikleri ve Uygulama Alanları. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 6(3), 597–610.
- [2] George, E. P., Raabe, D., & Ritchie, R. O. (2019). High-entropy alloys. *Nature Reviews Materials*, 4(8), 515–534.
- [3] Bahrami Mousavi, S., Rastegari, S., & Zamanian, A. (2012). Effect of process parameters on Ni-Co alloy coatings using Taguchi approach. *Materials Research*, 15(2), 204–209.
- [4] Azem, F. A., Birlik, I., Delice, T. K., & Dalmış, R. (2024). Corrosion Performance of Electrodeposited Ni Nanocomposite Coatings Reinforced with Metal Oxide Particles. *Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi*, 26(76), 28-33.
- [5] Aliyu, A. M., & Srivastava, V. C. (2022). Multicomponent electrodeposition of high-entropy alloy coatings: Process, properties and perspectives. *Surface and Coatings Technology*, 435,
- [6] Freitas, E. S., Souza, C. A. C., & Da Silva, R. A. G. (2023). High-entropy alloy coatings produced by electrodeposition: A review of recent advances. *Journal of Alloys and Compounds*, 926,
- [7] Haché, M., Côté, D., & Gauthier, M. (2023). Recent advances in the electrodeposition of high-entropy alloys: Fundamentals, techniques, and applications. *Electrochimica Acta*, 445,
- [8] Shojaei, S., Mirzaee, O., & Hadianfard, M. J. (2022). Electrodeposition and characterization of high-entropy alloy coatings for corrosion and wear resistance. *Journal of Materials Science & Technology*, 117, 42–54.
- [9] Bhushan, R., & Rai, R. N. (2021). Optimization of wire electric discharge machining parameters using Taguchi method and Grey Relational Analysis. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 32, 18930–18947.
- [10] Saxena, K. K., & Arif, A. F. M. (2021). Application of Taguchi–ANOVA approach for optimization of multiple performance characteristics in abrasive water jet cutting of CFRP composites. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 43(7), 366.
- [11] Şirvancı, M. (1997). Taguchi Yöntemi ile Kalite İyileştirme. İstanbul: Alfa Basım Yayım.
- [12] Li, W., Liu, P., & Liaw, P. K. (2018). Microstructures and properties of high-entropy alloy films and coatings: a review. *Materials Research Letters*, 6(4), 199-229.

- [13] Wang, S., Xue, Y., Ban, C., Xue, Y., Taleb, A., & Jin, Y. (2020). Fabrication of robust tungsten carbide particles reinforced CoNi super-hydrophobic composite coating by electrochemical deposition. *Surface and Coatings Technology*, 385.
- [14] Jeyaraj, S., K. P. Arulshri, S. Ramesh, and G. Muthukumaran. 2018b. "Experimental Investigations and Effects Studies on Electrodeposited Ni-Cr Composite Coating Using Robust Design Approach." *Materials Today: Proceedings* 5(2):6999–7008.
- [15] Aydın, E. (2023). Taguchi Optimizasyon Metodunun İmalat Mühendislięi Alanında Kullanımı: Minitab Örneęi. *Uludaę Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi*, 28(3), 1049-1068.
- [16] Chen, Y., Wen, X., Li, H., Zhu, F., Fang, C., Li, Z., ... & Jiang, W. (2023). Effects of deposition current density, time and scanning velocity on scanning jet electrodeposition of Ni-Co alloy coating. *Journal of Manufacturing Processes*, 101, 458-468.
- [17] Yu, S. H., Kao, C. P., Ma, C. W., Fang, J. K., Yang, P. F., & Yu, S. H., Kao, C. P., Ma, C. W., Fang, J. K., Yang, P. F., & Chang, H. C. (2024). Application of the Taguchi method to minimize the non-uniformity of copper deposition in electroplating with numerical model. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 156, 105379.