

**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**NİKEL KAPLAMA BANYOLARININ
KARAKTERİSTİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Kimya Mühendisi Ahmet Ozan GEZERMAN

**FBE Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında
Hazırlanan**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı: Yrd.Doç.Dr. Burcu ÇORBACIOĞLU (YTÜ)

İSTANBUL, 2007

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ŞEKİL LİSTESİ.....	iv
ÇİZELGE LİSTESİ	v
ÖNSÖZ	vi
ÖZET	vii
ABSTRACT	viii
1 GİRİŞ.....	1
2 KAPLAMA	2
2.1 Metal Kaplamanın Tarihçesi	5
2.2 Bazı Tanımlar	6
2.2.1 Elektrolit (Banyo)	6
2.2.2 Akım Yoğunluğu	8
2.2.3 Katot.....	9
2.2.4 Anot	10
2.3 Ön (Yüzey) İşlemler	11
2.3.1 Sıcak Yağ Alma.....	11
2.3.2 Asidik Temizlik (Asidik Piklaj)	11
2.3.3 Elektrolitik Yağ Alma.....	12
2.3.4 Durulamalar.....	12
3 NİKEL KAPLAMA.....	13
3.1 Nikelin Özellikleri	13
3.2 Nikelin Kaplama Metali Olarak Kullanımı	13
3.3 Nikelin Elektrokimyasal Özellikleri	13
3.4 Nikel kaplama banyolarında komponentlerin görevleri ve çalışma limitleri.....	13
3.4.1 Metalik Nikel.....	14
3.4.2 Nikel Klorür	14
3.4.3 Borik Asit.....	14
3.4.4 Sıcaklık	16
3.4.5 pH	16
3.4.6 Organik Esaslı katkıları	17
3.4.6.1 Parlatici	17
3.4.6.2 Düzeltici (Taşıyıcı)	17
3.4.6.3 Nemlendirici (Islatici).....	17
3.4.7 Katot Akım Yoğunluğu.....	18
3.4.8 Anot Akım Yoğunluğu	18
3.5 Banyo Temizleme Yöntemleri	18
3.5.1 Selektif Temizlik	19
3.5.2 Aktif Karbon	19

3.5.3	Hidrojen Peroksit.....	19
3.6	Nikel Banyolarının İşletiminde Genel Faktörler	20
3.6.1	Çalışma Sıcaklığı.....	20
3.6.2	Metal Tuzu Konsantrasyonu	20
3.6.3	pH	20
3.6.4	Kirleticiler	20
3.6.5	Organik Kirleticiler.....	20
3.6.6	İnorganik Kirleticiler	21
3.7	Nikel Kaplama Elemanları.....	21
3.7.1	Tanklar	21
3.7.2	Isıtıcılar	21
3.7.3	Filtreler.....	21
3.7.4	Anot ve Katot Baraları	21
3.7.5	Karıştırma	22
3.7.6	Anotlar	22
3.8	Nikel Kaplamanın Sökülmesi	22
3.9	Korozyon Testleri (Salt Spray Tests)	22
3.9.1	Nikel Kaplamanın Korozyon Mukavemet Değerleri.....	23
3.10	Hull Cell.....	24
4.	DENEYLER.....	25
4.1	Deney Koşullarının Seçimi	25
4.2	Kimyasalların Seçimi.....	26
4.3	Deney Ön Hazırlığı.....	27
4.4	Hull Cell Testi	27
4.4.1	Taşıyıcı Etkisi.....	27
4.4.2	Parlatıcı Etkisi	29
4.4.3	Islatıcı Etkisi.....	32
4.5	X-Ray Cihazı Sonuçları	32
4.6	Nikel Kaplama Banyo Analizleri	39
4.6.1	Metalik Nikel Analizi	39
4.6.2	Klorür Analizi.....	39
4.6.3	Borik Asit Analizi.....	39
5	SONUÇLAR	40
	KAYNAKLAR.....	41
	ÖZGEÇMİŞ.....	42

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 3.1 Hull Cell kabının genel görünüşü	24
Şekil 4.1 Kale Kilit Fabrikaları metal kaplama tesisi	25
Şekil 4.2 Kale Kilit kaplama tesisi nikel banyosu	26
Şekil 4.3 Nikel banyosu orjinal hali.....	28
Şekil 4.4 5 ml / lt taşıyıcı ilavesi.....	28
Şekil 4.5 10 ml / lt taşıyıcı ilavesi.....	28
Şekil 4.6 15 ml / lt taşıyıcı ilavesi	29
Şekil 4.7 0,3 ml / lt parlaticı ilavesi	30
Şekil 4.8 0,5 ml / lt parlaticı ilavesi	30
Şekil 4.9 0,7 ml / lt parlaticı ilavesi	31

ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 2.1 Çeşitli metallerin kullanım amaçlarına göre sınıflandırılması.....	3
Çizelge 2.2 Çeşitli metallerin kullanıldığı sektörler	3
Çizelge 3.1 Nikel kaplama tesisinde karşılaşılan sorunlar ve muhtemel çözümleri.....	19
Çizelge 4.1 Taşıyıcı ürünün kompozisyonu.....	27
Çizelge 4.2 Parlatıcı ürünün kompozisyonu	29

ÖNSÖZ

Tez çalışmam boyunca bilgi, emek ve tecrübesiyle beni yönlendiren tez danışmanım değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Burcu Didem Çorbacıoğlu'na saygı ve minnetle teşekkürlerimi sunarım. Bu çalışma boyunca bilgilerini benden esirgemeyen Irmak Dış Tic. San. Ve Ltd. Şti. ortaklarından Fethi Dirim'e, varlıklarıyla bana her zaman destek ve moral olan tüm arkadaşlarıma, eğitim hayatım boyunca emeği geçmiş tüm öğretmenlerime teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca, eksilmeyen sevgi, ilgi ve desteğiyle bana güç veren, attığım her adımda büyük payı olan ve bu çalışma ile birlikte ismini ölümsüzleştireceğime inandığım merhum annem Rukiye Gezerman ve aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

ÖZET

Nikel kaplamalar Avrupa’da 1950’li yıllarda endüstride kullanılırken ülkemizde son yıllarda kullanılmaya başlanmış ve endüstriyel kullanım alanı hızla gelişmiştir. Nikel kaplama, kaplama kalınlığının malzeme yüzeyinde eşit olması, karmaşık şekilli parçaların rahatlıkla kaplanabilmesi, iyi korozyon dayanımı ve yeterli kaplama sertliğinden dolayı tercih edilir.

Bu çalışmada, DELTA Firmasının DELTASOL ticari isimli parlatici, taşıyıcı ve ıslatici kullanılarak Kale Kilit Fabrikası için en uygun işletme parametreleri belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Nikel kaplama, elektrolitik kaplama, korozyon

ABSTRACT

Nickel plating processes have been started to employ since last 30 years while in Europe in 1950's industrial application has been increased, rapidly. The nickel plating is preferred for its smooth coating, easy plating ability on hollow parts, good corrosion resistance and adequate hardness.

In this study, the commercial products called DELTASOL of DELTA firm such as brightener, carrier and wetting agent have been used in order to predict optimum working parameters for KALE KİLİT FAB.

Key words: Nickel plating, electrolytic coating, corrosion

1. GİRİŞ

Çelik malzeme ile alüminyum, zamak, pirinç gibi demir dışı metallerin korozyon dayanımlarını artırabilmek ve dekoratif görünüm kazandırmak amacıyla farklı türde metal kaplama uygulamaları sanayide yaygın biçimde kullanılmaktadır. Bu metal kaplamalar arasında ikinci en yaygın olanı nikel kaplamadır (çinko kaplama en yaygın olanıdır). Nikel kaplama bazen tek başına istenen görüntü efektini vermediğinden çoğunlukla nikel üzerine krom kaplanır.

Sert ve yumuşak metaller üzerine çalışılan nikel kaplamalar, kendi kompozisyonları nedeniyle farklı dekoratif görüntü ve korozyon dayanımına neden olmakla birlikte en iyi sonuç sülfat esaslı nikel kaplama üstüne yapılan krom kaplamada elde edilmiştir.

2. KAPLAMA

Yüzey üzerine yapılan her tür işleme yüzey işlem denir. Yapıştırmadan, boyamaya, ısıtma işleminden, kaplamaya kadar son derece geniş bir uygulama alanına sahiptirler. Bu tür işlemler ara işlem olabildiği gibi son işlem (finishing) olarak da uygulanabilir. Bazen hem ara işlem hem de son işlem olarak birkaç aşamada da uygulanabilir. Metal kaplama önemli ve çok yaygın bir yüzey işlemdir ve genellikle son işlem olarak (finishing) uygulanır [1].

Metal kaplama üç amaç için uygulanır:

- Korozyon ya da dış etkenlerden korumak
- Dekoratif görünüm kazandırmak
- Mühendislik (fonksiyonel)

Metal kaplama bu üç amaçtan birine ya da daha fazlasına hizmet etmek amacıyla uygulanır. Korozyondan koruma amacıyla uygulanan en yaygın kaplama çinkodur. Çinko kaplama parçalara aynı zamanda dekoratif görünüm de kazandırır.

Dekoratif görünüm kazandırmak amacıyla en yaygın kaplama nikeldir, ancak korozyondan koruma amacıyla da uygulanmaktadır. Birçok sanayi kolunda kullanılmasına karşı, nikelin dermatolojik zararı nedeniyle Avrupa’da nikel kaplama yasaklanmıştır. Bu amaçla nikel alternatif olarak, dermatolojik sorunu olmayan bakır-kalay alaşım kaplaması uygulanmaktadır. Bu çalışmada dekoratif ve korozyondan koruma amaçlı uygulanan nikel kaplaması incelenecektir.

Çizelge 2.1 Çeşitli metallerin kullanım amaçlarına göre sınıflandırılması

METAL ADI	KULLANIM AMACI
Çinko	Koruma, dekoratif
Nikel	Koruma, dekoratif, mühendislik
Bakır	Dekoratif, mühendislik
Krom	Dekoratif, mühendislik
Kalay	Koruma, dekoratif
Gümüş	Dekoratif, koruma, mühendislik
Rodyum	Dekoratif, mühendislik
Paladyum	Dekoratif, mühendislik
Rutenyum	Dekoratif, mühendislik
Platin	Mühendislik

Çizelge 2.2 Çeşitli metallerin kullanıldığı sektörler

METAL ADI	Makine	İnşaat	Otomotiv	Silah	Havacılık	Promosyon	Elektronik
Çinko	+	+	+		+	+	+
Nikel	+	+	+	+	+	+	
Bakır	+	+	+	+		+	+
Krom	+	+	+	+	+	+	+
Kalay	+						+
Altın				+		+	+
Gümüş	+			+		+	+
Rodyum	+					+	+
Paladyum						+	+
Rutenyum						+	+

Elektrolitik metal kaplama, genel olarak bir elektrolit içinde metal iyonlarını elektrik akımı ile katot üzerine çöktürmektir. Çöktürülen metal iyonları, anot olarak kullanılan metal plakadan indirgenerek elektrolite geçebilir (çözünen anotlu), ya da elektrolit içine dışarıdan bu metalin tuzu olarak ilave edilirler (çözünmez anot). Bir metal kaplama banyosunun (elektrolit) solventi sudur. Elektrolit içinde kaplanacak metal iyonları, iletkenlik sağlayan tuzlar ve kaplanacak metal ile kompleks yapan tuzlar bulunur. Bazen iletkenliği sağlayan tuzlar aynı zamanda metal ile kompleks yapabilirler. Ayrıca değişik amaçlara hizmet eden bazı organik

kimyasallar bulunur. Bu organik katkılar, kaplanacak metalin kristal büyüklüğünü düzenler, yüzeyde akım yoğunluğu dağılımını düzenler, metalin örtücülüğünü artırır, kaplama sırasında çıkabilecek hidrojen gazını yüzeyden uzaklaştırarak yüzeyin elektrolit ile temasının kesilmesini önler. Bu organikler daha birçok özel amaca hizmet ederler. Bunun yanında bazı ek araçlara da gereksinim duyulur, bunlar elektrolitin karıştırılması ve saflaştırılması için gerekli olan ve herhangi bir otomatik kontrol için gerekli olan araçlardır. Elektriksel araçlar ise ana güç kaynağından gerekli düşük gerilim (doğru akım) sağlamak amacıyla bir azaltıcı dönüştürücü (transformer) ve rektifiye edici araçlardır. Bazı hallerde motor jeneratörler de kullanılmaktadır. Bu arada kaplama hücrelerine gerekli gücün istenen oranda verilmesini sağlayacak kontrol sistemlerine gereksinim duyulabilir (Çetinkaya, 2006).

Elektrolitik şekillendirme (electroforming), metal birikiminin kullanıldığı bir başka yöntemdir. Bu yöntemle biriken tabakanın kalınlığı, normal kaplamada uygulanandan çok daha fazladır ve yüzeyde biriken metal birikim tamamlandıktan sonra yüzeyden ayrılabilir. Metalin kalınlığı kendi başına yetecek ve dayanıklı olacak şekilde biriktiği yüzeyin geometrik şeklini alacak ölçüde olmalıdır.

Elektrolitik parlatma ise, parlatılacak yüzeyden metalin çözündürülmesi ile sağlanır. Eğer koşullar tam olarak sağlanırsa, çözünme hızı tüm yüzey boyunca homojen değildir ve bu nedenle işlem ilerledikçe düzensiz (çapaklı) kısımlar giderilmiş olur. Yakın zamanlarda elektrokimyasal yolla metal işleme yöntemi geliştirilmiştir. Bu yöntemde elektrolitik parlatmadaki gibi metalin çözündürülmesi ilkesine dayanır, ancak çözündürülen metal miktarı, elektrolitik parlatmadan çok daha fazladır ve işlem metalin belirli bir tarafından diğerine göre daha fazla metal çözündürmek yoluyla, yüzeyde düzensizliğin artırılmasına göre düzenlenmiştir. Bu yolla bazı istenen tip yüzey geometrisi elde edilebilmektedir.

Kaplama sonucunda oluşan metal kristal haldedir. Kristal boyutu ve kristallerin birikim şekli, birikimin adhezyon (yapışma), süneklilik (işlenebilirlik), görünüş, sağlamlık ve diğer özelliklerini belirler. Kaplamanın kristal yapısı kaplama banyosunun özellikleri tarafından belirlenir. Bunlardan en önemlisi elektrolitin kimyasal bileşimi diğer akım yoğunluğudur. Banyonun fiziksel özellikleri de önemlidir. Özellikle sıcaklık, karıştırma, elektrotların büyüklüğü, şekli ve birbirine yakınlığı büyük önem taşır. Anodun kimyasal özellikleri önem taşırken bunun yanında katodun yüzey özellikleri de önemlidir. Bu değişkenin kontrolü, istenen standartta kaplama elde edilmesini sağlar (Saraç, 1995).

Kaplamanın kristal yapısı ile yüzey özellikleri doğrudan ilişkili olup konuya dair Kumar ve

arkadaşları Cr_2O_3 ihtiva eden kobalt ve nikel kaplanmış yüzeyin üzerinde ısı muamelenin etkilerini incelemişlerdir. Isının, kaplama üzerine etkisinin incelendiği bu çalışmada, elektrokimyasal olarak kompozit kaplamadaki kaplama prosesinin esnekliği sebebiyle ve kompozit kaplamanın yüksek dirence sahip olması gereği nedeniyle kaplama özelliklerini geliştirme çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Elektrokimyasal kaplama içindeki ikinci bir faz, kaplama yapısı içersine yüzey özelliklerini geliştirmek adına dâhil edilmiştir. Bu çalışmada yüzeydeki krom oksit ihtiva eden kobaltın ve nikel kaplamanın mekanik davranışı ve yüzey mekanik özellikleri üzerinde bu kaplamaların ısı muamelenin etkileri üzerine çalışılmıştır. Önce yüzeyin mikro sertliği, yüzey aşınması boyunca dış yüzeydeki kayıp çalışılmış sonrasında 100–600 °C arasında ısı muamelesinden sonra sistemin davranışı rapor edilmiştir. 500–600 °C’de ısı işlem görmüş ve kobalt yapısı içerisinde krom oksidin hacmen %12 lik içeriği yüksek aşınma direncini meydana getirdiğini göstermiştir. Bu, kobalt matrisi içerisinde bulunan tabaka gibi camsı yapının şeklini ifade eden bir özelliktir. Yüksek derecede yapışkan ve homojen olan kaplama, yüksek sıcaklık uygulamaları için uygun bulunmuştur (Kumar vd, 2004).

2.1 Metal Kaplamanın Tarihçesi

Bir İtalyan asilzadesi olan Giovanni Galvani 18 y.y’ da elektrik akımı ile iyonların hareket ettiğini bulmuş ve bu yolla metal iyonlarını iki elektrot arasında transfer etmiştir. Bu nedenle metal kaplamanın temelini bulduğu kabul edilmiş ve birçok yerde kullanılan galvaniz kelimesi bu bilim adamının soyadından gelmiştir. Daha sonra bu konuda birçok bilim adamı çalışmış ancak temel teorisini Faraday bulmuştur. Faraday uygulanan akım değeri ile transfer edilen iyonlar arasındaki bağıntıları formüle etmiştir. Kendi adıyla anılan bu kanunlar ile artık tüm kaplama işlemleri günümüzde teorik olarak hesaplanabilmektedir.

Ancak metal kaplama işleminin kullanılmaya başlanması sanayi devriminden sonra 20 yy.da olmuştur. Fakat 20. yüzyılın üçüncü çeyreğinde ve özellikle de son çeyreğinde çok hızlı bir gelişim sağlanmıştır ve hala üzerinde çok yoğun bir biçimde çalışılmaktadır. Metallerin elektrokimyasal birikim ve çözünmesi, birçok sayıda metal işleme yöntemlerinde kullanılır. Bunlardan en yaygın kullanım alanı bulan ve en iyi bilineni, elektrolitik kaplamadır. İletken bir yüzey tabakası sağlanmak koşuluyla, kaplanan yüzey metal ya da metal olmayan bir maddedir (Saraç, 1995).

2.2 Bazı Tanımlar

2.2.1 Elektrolit (Banyo)

Elektrolit, normal olarak kaplanacak metali iyonik halde içeren sulu bir çözeltilidir. Bazı metaller yüksek değerde negatif yük bırakma potansiyeline sahip olduklarından sulu çözeltileri kullanılarak kaplanamazlar, bu tür metallerin sulu çözeltileri kullanılarak kaplama yapmak için yapılacak denemede katotda hidrojen çıkışı olacaktır. Bir hücreye bir gerilim uygulandığında, hücrede geçerli koşullar altında en az negatif değerde yük bırakma potansiyeli için katotda reaksiyon olur. Yük bırakma potansiyelleri iyonik derişim, akım yoğunluğu, sıcaklık vs. gibi etkenlerle değişir. Bu değişimin büyüklüğü farklı türler için farklı değerdedir. Katotta istenen birikimin sağlanabilmesi için elektrolitin durumu önceden düzenlenmelidir. İki prosesin yük bırakma potansiyelleri birbirine çok yakın değerde ise, her ikisi birden oluşur. İki metalin birlikte birikimi alaşım kaplamada kullanılır. Hidrojenin yük bırakma potansiyeli metalinkine yakınsa kaplama ile birlikte hidrojen gazı çıkışı da söz konusu olur. Bu durumla, uygulamada birçok sistem için karşılaşılır ve bu ise akım veriminin düşmesine neden olur. Hidrojen çıkışı kaplamada delik ve gözeneklerin oluşumuna ve bunun sonucu toz halindeki birikimlerin oluşumuna neden olur. Kaplanan metal tarafından hidrojen absorpsiyonu kırılabilirliğe neden olur. Öte yandan hidrojen kabarcıkları, çözeltilde etkili bir karışmayı sağlar (Çetinkaya, 2006).

Elektrolitte metali iyonik halde bulundurmanın en basit yolu, o metalin basit bir tuzunun çözeltisini kullanmaktır. Uygulamada ekonomik yönden başlıca istenen şey kaplama hızıdır. Bu ise yüksek akım yoğunluğu demektir. Katotda derişim polarizasyonunun etkisini azaltmak için çözeltildeki metal iyonu derişiminin yüksek olması gerekir. Aynı zamanda çözeltilde iyi bir iletkenlik sağlamak ve dirençsel kayıpları azaltmak için, çözeltildeki toplam iyonik derişimin de yüksek olması gerekir. Metal tuzu seçiminde bir sınırlayıcı etken ise, metal tuzu anyonunun anotta yükünü bırakmamasıdır. Klorür ve sülfat genellikle kullanılan anyonlardır. Bazı sistemlerde ise fluoroborlar ve bazı organik asitlerin tuzları kullanılmaktadır. Bazı durumlarda metal bir kompleks iyon halinde bulunuyorsa, daha iyi bir kaplamanın elde edildiği saptanmıştır. Bir kompleks iyon; bir basit metal iyonu ile bazı asit anyonların birleşmesi sonucu verdikleri yeni bir negatif yüklü iyondur. Örneğin gümüş iyonları ve siyanür iyonları birleşerek gümüş siyanür iyonunu oluştururlar. Sözü edilen bu kompleks tuzlar, kaplamada genellikle kullanılan kompleks tuz türleridir (Çetinkaya, 2006). pH değeri bazı kaplama banyolarında çok büyük önem taşır. Basit metal tuzlarının kullanımı halinde

çözelti asidik olmalıdır, aksi takdirde alkali çözeltide kaplama metali hidroksit halinde çöker.

Öte yandan siyanür banyoları bazik olmalıdır, bunun nedeni kompleks iyonların çoğu asidik çözeltide kararsız halde bulunur. Hidrojen ya da hidroksil iyonlarının çözeltide bulunması iletkenliği artırır ve bu amaçla bazen asidin aşırısı çözeltiye eklenir. Hidrojen iyonu derişimindeki artış yük bırakma potansiyelinin değişmesine, bu ise katotta hidrojen çıkışına neden olur. pH aynı zamanda kompleks iyonunu yapısını ve basit iyonun hidrasyon derecesini etkileyerek birikimin özelliğini etkilemiş olur. Eğer katotda hidrojen ya da anotta oksijen yükünü bırakmışsa sistem pH'daki değişimleri karşılayacak şekilde düzenlenmelidir. Bazı kaplama banyolarında en uygun pH değerini korumak amacıyla tampon çözeltiler kullanılır. Birikimin özelliklerini iyileştirmek amacıyla elektrolite katkı maddeleri de eklenir. Bunlar etkileri deneysel gözlemler sonucu saptanan, genellikle organik maddeler, bazen de kolloidal maddelerdir. Bu maddeler birikimin içinde çok azalarak kalır (% 0.01). Ancak bu miktar bile birikimin özelliğinde büyük değişimlere yetecek kadardır (Çetinkaya, 2006).

Katkı maddelerinin kullanımındaki ilk uygulamalarda büyük boyuttaki düzensizliklerin giderilmesi amaçlanmıştır. Yakın geçmişte, çok daha küçük boyuttaki düzensizlikleri giderici katkı maddeleri bulunmuştur (Çetinkaya, 2006).

Büyük boyutlu (makroskopik) düzensizliklerin giderilmesi, düzgün fakat donuk bir yüzey verir. Küçük boyutlu (mikroskopik) düzensizliklerin giderilmesi daha parlak yüzey elde edilmesini sağlar. Kullanılan katkı maddelerin özelliği ve miktarı deneysel olarak saptanmıştır, öte yandan mekanizma çalışmaları bu tür maddelerin proses üzerinde de etkili olduğunu göstermiştir. Katkı maddeleri kaplama yüzeyi tarafından absorplanır, daha ince birikim oluşturarak kristalin büyümesini önler. Katkı maddeleri kaplamanın görünümünde olduğu kadar mekanik özellikler üzerinde de etkilidir. Parlak birikimler, diğerlerine oranla daha ince tanecikli birikimlerdir.

Elektrolitteki safsızlıklar istenmeyen özellikte birikimlerin oluşumuna neden olur. Kaplanacak metalin dışındaki iyonlar, yük bırakma potansiyeline bağlı olarak ya katotda birikebilirler ya da çözeltide kalırlar. Katotta kaplanmasalar bile, kaplamanın kalitesi üzerinde etkili olurlar. Toz ve metal tanecikleri gibi çözünmeyen safsızlıklar fiziksel olarak katoda etki eder ve kaplamada çukur ve deliklerin oluşumuna neden olur. Bu durum özellikle elektrolitin karıştırılması ve çözünmeyen maddelerin dipte çökmesine olanak verilmediği durumlar için söz konusu olur.

Endüstriyel sistemlerin çoğunda çözünmeyen taneciklerin elektrolitten sürekli olarak filtre edilmesi gerekir. Bu gibi hallerde istenmeyen sonuçları önlemek amacıyla filtrasyonun yanı sıra elektrolitin hazırlanması sırasında saflığının sağlanması yeterli olabilir, fakat elektrolitin sürekli sirküle edilmesi ve saflaştırılması gereken durumlarda söz konusudur (Çetinkaya, 2006).

Kaplama banyosundaki sıcaklığın yükseltilmesi genellikle metal tuzunun çözünürlüğünü ve çözeltinin iletkenliğini artırır, bu ise daha büyük kaplama hızı sağlayan yüksek akım yoğunluklarının kullanılabilmesi anlamına gelebilir. Sıcaklık kaplamanın özelliğini etkiler. Yüksek sıcaklıklar suyun buharlaşması duman problemlerini artırır. Kaplama banyolarındaki yüksek asit derişimi nedeniyle oluşan duman tehlikeli durumlar yaratır ve bazen kesin önlemlerin alınmasını gerektirir (Palin, 1969).

Diğer değişkenler de göz önüne alınarak, en uygun sıcaklık; kaplama hızı ve kalitesi arasında en iyi ortak noktayı sağlayan ve genellikle deneysel olarak saptanan sıcaklıktır. Uygulamada kaplama sıcaklıkları 50 – 60 °C arasındadır.

Termal konveksiyon akımları kaplama banyolarında bir miktar karıştırma sağlar. Karıştırma metal iyonlarının katoda ulaşma hızını artırır ve derişim polarizasyonunu azaltır.

Hidrojen katotda metalin birikmesi yanı sıra açığa çıkıyorsa, yüzeyi terk eden kabarcıklar çok etkili bir karışma sağlar. Diğer bazı sistemlerde bu etki tankın dibinden hava kabarcıkları göndererek sağlanabilir. Endüstriyel proseslerin çoğunda kaplanan metalin hareketi ve elektrolitin filtreler boyunca dolaşımı bir karıştırma görevi görür.

Eğer elektrolit filtre edilmemişse, katı taneciklerin çözeltide süspansiyon halde kalması problemler doğurur. Mekanik karıştırma pek yaygın değildir, fakat katodik hareket çok yoğun kullanılan bir yöntemdir.

2.2.2 Akım Yoğunluğu

Hücre koşullarında katot tepkimesi en düşük negatif değere sahip yük bırakma potansiyelindeki tepkimedir. Benzer şekilde anot tepkimesi en küçük potansiyele sahip tepkimedir. Herhangi bir tepkimenin gerçekleşmesi için uygulanan gerilimin bu iki değerin farkından büyük olması gerekir.

Elektrotların polarizasyonu akımla değiştiğinden, akım ve gerilim arasındaki ilişki doğrusal değildir, fakat gerilimdeki artış akımda da bir artışa neden olur.

Kaplanan yüzeyin göz önüne alması nedeniyle katoddaki akım yoğunluğu önemli bir değişkendir. Belirli bir sürede akım yoğunluğundaki artış, kaplanan metal miktarındaki artışa neden olur ya da belirli kalınlık için daha hızlı kaplama prosesini sağlar. Elektrolitik kaplamada limit akım yoğunluğu terimi, yeterli birikimin elde edilmediği değerin üzerindeki değeri ifade eder. Bu değerin üzerinde kaplama, koyu ve pudramsı veya süngerimsi görüntüde olabilir.

Limit akım yoğunluğu değeri banyo koşullarına ve metal iyonlarının derişimine bağlıdır. Kaplama hızının büyük olması için yüksek derişimler gereklidir. Uygulamada birçok kaplama sistemlerinde katot akım yoğunluğu $1 - 10 \text{ A/dm}^2$ aralığındadır. Kaplama kalınlığının yüzeyin her bölgesinde aynı olması için, akım yoğunluğunun katodun bütün noktalarında aynı olması gerekir. Bu ancak anodun en yakın noktası ile katodun her noktası arasındaki uzaklık aynı ise olasıdır. Uygulamada ise durum bundan farklıdır. Anot ve katodun değişik noktaları arasındaki akımla ilgili direnç farklı, bu yüzden de bu noktalardaki akım yoğunluğu farklıdır. Bu tür durumlarda birikimin yoğunluğu her noktada aynı değildir (Koehler, 1944).

2.2.3 Katot

Kaplama banyosunda kaplanacak metal katot olarak bağlanır. Kaplamadan önce kaplanacak metale bir ön işlem uygulanması daima gereklidir ve bu işlem için gerekli araç ve gereçler kaplama tesisini tamamlayan kısımlardır. Bir metal yüzeyinin kaplamadan önce sadece yağ ve pislikten değil aynı zamanda yüzeydeki oksit tabakasından da arındırılması gerekmektedir. Temizlemedeki ilk adım yağ ve pislğin uygun bir çözücü kullanılarak temizlenmesidir. Parça daha sonra su ile tamamen yıkanır. Bu çözeltinin cinsi temizlenen metalin türüne göre değişir, fakat genellikle kullanılanlar sodyum hidroksit, sodyum karbonat, sodyum fosfat, sodyum meta silikat gibi tuzlardır. Genellikle çözelti bir yüzey aktif içerir ve ısıtılır. Normal olarak temizleme, parçanın temizleme çözeltisine daldırılması ya da püskürtme ile yıkama şeklinde tarif edilir.

Temizleme işlemlerinde elektrolitik yağ alma ayrıca sık başvurulmuş bir yoldur. Bir elektrolitik banyoda parça katot ya da anot haline getirilir, hidrojen ya da oksijen çıkışı ile temizleme işlemi olur. Bu banyolarda diğer elektrot olarak paslanmaz ya da çelik sac kullanılır ve en fazla gaz çıkışını sağlamak amacıyla yüksek akım yoğunluğu uygulanır.

Katodik ve anodik temizlemenin her ikisinin de bazı yararlı ve sakıncalı tarafları vardır. Bazı proseslerde polarite belirli süre aralıklarıyla değiştirilir. Alkali işlemde sonra parça yıkanır ve asit içerisine daldırılır.

Asit içerisinde daldırma alkali ile yıkama sırasında oluşan herhangi bir oksit tabakasının giderilmesini ve kaplama için daha uygun bir yüzeyin oluşmasını sağlar.

2.2.4 Anot

Genel olarak uygulamada kaplanacak metalin çözünebilen türü de anot olarak kullanılabilir. Bu yolla metal iyonu derişimi sürekli olarak sabit tutulur. Elektrolitte sabit bir metal iyonu derişiminin sağlanması, anottaki akım veriminin katottaki ile aynı olmasına bağlıdır. Eğer böyle bir durum söz konusu değilse, belirli aralıklarla derişimde düzeltme yapmak gerekir. Anodun pasifleşmesi önlenmesi gereken bir durumdur. Bazı koşullar altında anodik tepkime metal üzerinde çözünmeyen ince bir tabakanın oluşumuna neden olur. Klorür çözeltisinde bulunan bakır anot, yüksek akım yoğunluklarında ince bir oksit tabakası tarafından pasif hale gelir.

Alkali banyoda demir, ince bir oksit tabakası ile kaplanır. Nikel de ince bir oksit tabakası ile kaplanmaya yatkındır. Eğer pasifleşme gerçekleşmişse elektrot potansiyeli değişir ve oksijen açığa çıkar. Kaplama biriminde koşullar pasifleşme olmayacak şekilde ayarlanmalıdır. Bu ise elektrolit ve akım yoğunluğunun doğru olarak seçimi ile mümkündür. Kullanılacak anodun cinsi çok önemli bir etkindir. Diğer elementlerden eser miktarda bulunması bazen pasifleşme şansını azaltır (Saraç, 1995).

Diğer önemli bir etken anot polarizasyonunun büyüklüğüdür, bu ise toplam gerilimi etkiler. Anodik polarizasyon bazen anot da kontrol edilebilecek miktarlarda diğer maddelerin bulunması ve bunların fiziksel halleri ile azaltılabilir.

Aynı zamanda anodun çözünme biçimi de bu yolla kontrol edilebilir. Eğer çözünme düzensiz biçimde ise, anot yüzeyinde kırılmalara ve metal taneciklerinin ayrılmasına neden olur. Kaplama üzerindeki etkisi bir yana bırakılsa bile, bu tanecikler boşa gidecektir. Bu tanecikler anodun çözünmesi sırasında, serbest hale geçen diğer çözünmeyen maddelerle birlikte filtrasyon prosesinde ayrılırlar. Filtrasyon yerine kullanılabilecek diğer bir yöntem ise, gözenekli torba ya da uygun bir diyafram kullanılarak anodun, birimin diğer bölgelerinden ayrılmasını sağlamaktır. Bu amaçla sentetik iplikten dokunmuş dokuma bezi kullanılır ve bu ise elektrolitten pek etkilenmez.

Birkaç kaplama işlemi için çözünmeyen türden anot kullanılır. Bunlar için tanecik oluşması problemi söz konusu değildir, ancak metal iyonu derişiminin başka bir kaynaktan beslenerek sabit bir oranda tutulması gerekir. Çözünmeyen türden anot kullanılması halinde anot

tepkimesi oksijen gazının açığa çıkmasıdır ve bunun sonucu olarak çözeltinin asitliğinde önemli bir artış söz konusudur. pH'ın önemli olduğu birikimlerde bu durumu düzeltici önlemlere gerek vardır (Lowenheim, 1974).

2.3 Ön (Yüzey) İşlemler

Kaplanacak parça yağ, kir ve oksitlerden tamamen arındırılmış olmalıdır. Bu nedenle parça kaplanmadan önce temizlenmelidir.

2.3.1 Sıcak Yağ Alma

Bu amaçla önce alkali ortamda sıcak yağ alma işlemi uygulanır. Parçalar kaplamaya gelmeden önce birçok fiziksel işlemde geçerler. Örneğin kesme, preslerde şekillendirme gibi işlemler yapılır. Bu tür işlemlerin parçaya hasar vermeden ve hatasız yapılabilmesi için parçalar yağlanır. Ayrıca parçalar fiziksel işleme tabi tutulmadan önce metal parçalar üreticiler tarafınca paslanmaya karşı yağlanırlar, bu türden yağlar sıcak yağ alma banyolarında temizlenirler.

2.3.2 Asidik Temizlik (Asidik Piklaj)

Parçalar her ne kadar yağlansa da, ortam koşullarının çok farklı olması nedeniyle çoğu zaman paslanırlar. Kaplamanın iyi yapışmasını sağlamak amacıyla bu pasın giderilmesi gerekir. Bu amaçla 20 – 50 % asit içeren banyolar kullanılır. Bu banyolara piklaj (pickling) banyosu adı verilir.

Yukarıda da bahsedildiği gibi piklaj banyosunun en yoğun metal kirliliği demirdir. Demir kirliliği, parça üzerindeki temizlenen pas ve aşınan demirin bir sonucudur. Banyodaki demir kirliliğini azaltmanın tek yolu, demir parçanın aşınmasını engellemektir. Bu amaçla banyoda asitle birlikte uygun bir inhibitör kullanılmalıdır. İnhibitör demir parçanın asitle aşınmasını engelleyerek hem banyonun kirlenmesini geciktirir, hem de asit sarfiyatının azalmasını sağlar.

İnhibitör demir parça üzerinde geçici bir tabaka oluşturarak asidin demirle temasını keser, böylece asit sadece parça üzerindeki pası söker. Burada önemli olan inhibitörün parça yüzeyine yapışarak asidin metalle temasını kesmektir, ancak pas üzerine yapışmamalıdır, aksi takdirde temizlik gerçekleşmeyecektir.

2.3.3 Elektrolitik Yağ Alma

Gözle bakıldığında tam düz gibi görülen parçalar aslında düz değildir. Mikroskop altında incelendiğinde düz sanılan parçaların yüzeyinde mikro çukurcukların olduğu gözükür. Sıcak yağ alma banyolarının kompozisyonunda kullanılan kimyasallar genellikle büyük moleküler yapılı olmaları ve yağ tuttuktan sonra daha da şişmeleri sonucu, bu banyolarda mikro çukurcuklar tam temizlenemeyebilirler. Bu amaçla parçalar elektrolitik yağ alma işlemine alınır. Bu banyolar alkali karakterdedir. Bu banyoda işi yapan aslında sudur. Burada su elektroliz olarak katot üzerinde hidrojen gazı çıkar. Hidrojen gazı tüm en küçük molekül olup bu mikro çukurcuklar içinde de oluşur. Oluşan hidrojen gazı yukarı doğru çıkarken yüzeyi temizler ve varsa yağı da sürükler. Ortamdaki az miktarda kimyasal da bu yağı çözer ve emülsifiye eder.

2.3.4 Durulamalar

Banyolar arasında durulamanın iyi yapılması gerekir. Aksi takdirde taşınma ile banyolar kirlenecektir. En etkin durulama akan suyla yapılır. Bu durumda yıkama suyu hep taze olur ve kullanılan su atılmış olur. Böylece bir sonraki banyoya kimyasal yerine sadece su taşınmış olur.

3. NİKEL KAPLAMA

3.1 Nikelin Özellikleri

Kimyasal sembolü: Ni

Atom ağırlığı: 58,7 g/mol

Nikel, katı haldeyken $8,9 \text{ g/cm}^3$, kaplanmış haliyle $8,85 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğunda, gümüş renkli bir metaldir. Nikelin valansı (değerliği) 2'dir. Nikel korozyona karşı yüksek dirençli, oldukça sert ve fazlasıyla güçlü bir metaldir. Nikelin elektriksel direnci kabaca bakırın beş katıdır.

3.2 Nikelin Kaplama Metali Olarak Kullanımı

Nikel çinkodan sonra elektrikle kaplaması en sık yapılan metaldir. Bunun nedeni nikelin dekoratif görüntüsü, korozyona yüksek direncidir. Nikel parlak yüzeyi ile dekoratif kaplamada ve korozyona dayanıklı olması özelliği ile de korozyona dayanıksız bir maddeyi koruma amacı taşır. Son yıllarda hızla yaygınlaşan elektronik şekillendirme (Electroforming) nikelin bir başka kullanımudur. Bu yöntemde göre maddeler nikel ile kaplanırken uygun şekle sokulur. Bazen hasar görmüş makine parçalarının tamiratında da nikel kullanılır.

3.3 Nikelin Elektrokimyasal Özellikleri

% 100 katot veriminde 1 amper-saat ($A \cdot h$) elektrik ile 1,1 g nikel kaplanır. 1 dm^2 lik bir yüzeye 25 mikron nikel kaplamak için 2 amper-saat gerekecektir. Kaplanan bu nikelin ağırlığı 2,1 gram olacaktır. İyi çalışan banyoda gerçek katot akım verimi % 95 – 98 arasındadır.

3.4 Nikel Kaplama Banyolarında Komponentlerin Görevleri ve Çalışma Limitleri

Tüm dünyada bazı istisnalar hariç WATT tipi banyolar kullanılır. WATT tipi banyolar NiSO_4 , nikel klorür ve borik asitten oluşur. Bu tuzların miktarı 60 – 80 g/lt metalik nikel, 18 – 25 g/lt klorür ve 30 – 40 g/lt borik asit olacak şekilde ayarlanır. Banyo içerisindeki tuzlar haftada bir ya da iki kere bir kimyasal yöntem ile analizi yapılmalıdır. Fakat bu süre banyonun çalışma yoğunluğuna göre değişir.

3.4.1 Metalik Nikel

Banyo içerisindeki nikel iyonlarının büyük kısmı nikel sülfat tarafından sağlanır. Geriye kalan küçük miktar ise nikel klorür tarafından sağlanır. Tavsiye edilen değerler içerisinde çalışıldığı takdirde yüksek kalite ve yanmanın olmadığı bir kaplama elde edilir. Düşük nikel konsantrasyonu katot verimi azalacaktır. Bunun sonucunda ise istenen kaplama kalınlıklarını elde etmek için daha uzun süreler kaplama gerekecektir. Düşük nikel miktarının diğer sonucu ise, yüksek akım bölgelerinde oluşan pittingdir.

Banyonun değerleri istenen oranlara getirildiğinde bu problemin ortadan kalktığı görülür. Bunu yanı sıra banyo içerisindeki nikel konsantrasyonun fazlalığında ise dumanlı bir kaplama görülür.

Yüksek tuz konsantrasyonlarında çalışıldığında seviyelenme özelliğinde azalmalar görülür. Çalışma tuz değerleri ortalama olarak belirlenmiştir. Kolay şekilli parçalarda ortalama akım yoğunluklarında çalışan banyolarda düşük nikel konsantrasyonunda çalışılabilir. Bunun yanı sıra kompleks, zor parçalarda yüksek akım yoğunluklarında çalışılması gerektiğinde yanma problemi görüldüğünde nikel konsantrasyonu arttırılmalıdır.

3.4.2 Nikel Klorür

Klorür banyonun iletkenliğini ve anodun pasifleşmesini önleyerek daha kolay çözünmesini sağlamak amacıyla kullanılır. Yüksek konsantrasyonlarda sünekliği azaltır. Düşük konsantrasyonlardaki çalışmaların sonucunda sarma gücünde azalma görülecektir. Mümkün olabilecek en yüksek süneklikte çalışabilmek için nikel klorür değeri 20 – 22 g/lt olmalıdır.

3.4.3 Borik Asit

Borik asit banyo çözeltisinin pH tamponlayıcısıdır. En belirgin özellik olarak;

- Yüksek akım bölgelerindeki pitting (karıncalanma, noktacıklanma) ve yanmayı engeller
- Kaplamanın sünek olmasını sağlar
- Katodun verimli çalışmasını sağlar

Borik asit konsantrasyonu istenen değerlerde olduğu zaman banyonun pH değerinin artışı minimum değerlere düşürür. Diğer açıdan bakıldığında metal hidroksitlerin oluşumu minimum değerler düşer. Bu da büyük önem taşımaktadır. Çünkü dikkat edilmediği takdirde

hidroksit bileşikleri kaplama içine dâhil olacaklardır. Bunu sonucunda yanma ve ya kırılgenlik görülecektir.

Düşük konsantrasyonlardaki çalışmalarda yukarıda belirttiğimiz problemler oluşacaktır. Borik asitin çözünürlüğü banyo içerisindeki diğer malzemelerin konsantrasyonlarına bağlı olduğu gibi çalışma sıcaklığına bağlıdır. Normal koşullarda bu oranı sağlamak güçtür. Bu yüzden bazı kaplamacılar bu olayı çözümlmek için yeni yollar keşfetmişlerdir. Kaplama tankının köşesine çalışmayı engellemeyecek biçimde asılmış ve içinde borik asit bulunan bir anod torbası kullanılmaktadırlar. Böylelikle banyonun içerisindeki konsantrasyon düştüğü zaman ilave malzemeler çözülecek ve konsantrasyon doyma noktasının altında olacaktır.

Eğer konsantrasyonun değeri yüzey pürüzlülüğünü oluşturacak değere ulaşacak olursa çözelti içerisindeki borik asit fazlalığını almak için banyo yaklaşık 30 °C ye kadar soğutulduktan sonra filtre edilmelidir. Bununla beraber çözelti içerisindeki borik asit miktarı normal değerine ulaşana kadar herhangi biri ilave yapılmadan çalışılır.

Sonuç olarak borik asit fazlalığında çökmeler oluşacağından pitting ve yüzey pürüzlülüğü yaşanacaktır. Eksikliğinde ise katot yüzeyinde oluşan hidroksit filminden dolayı pürüzlülük görülür (Satıcıoğlu, 2006).

Literatürde laboratuvar koşullarında yapılan çalışmalar doğrultusunda, Malonik asit içeren elektrolitten nikelin elektrokimyasal kaplanması isimli çalışmada, borik asit yerine malonik asit ya da saksinik asit içeren sülfat banyolarından elektrokimyasal nikel kaplaması, farklı akım yoğunlukları, pH ve çözelti sıcaklıkları altında çalışılmıştır. Bu parametrelerin değiştirilmesi ile tampon kapasitesi ve yeni banyonun kaplama gücünü incelemek mümkün olmuştur. Bu banyolardan elde edilen nikel kaplamanın sertlik ve parlaklık gibi fiziksel özellikleri ve kaplama prosesinin akım verimi incelenmiştir. Kaplamanın optimum şartları belirlenmiş ve borik asit yerine malonik asit ile nasıl bir sonuç elde edildiği gösterilmiştir. Elektrolit kararlıdır ve bilinen parlaticıların kullanımında herhangi bir sakınca doğurmamıştır (Gamburg vd., 2001).

3.4.4 Sıcaklık

Yüksek sıcaklıklarda çalışmanın bir sonucu olarak katkıların (parlatıcılar) verimli çalışması düşer ama bunun yanı sıra yanma limitini arttırır. Düşük sıcaklıklarda çalışma sonucunda ise yanma limiti ve borik asit çözünmesi düşer.

3.4.5 pH

Normal koşullarda tavsiye edilen pH değeri aralığı 3.8 – 4.2 dir. Eğer banyo bu değerler içinde ise mükemmel bir seviyelenme parlaklık elde edilir. Banyodaki katot verimliliği ise % 95 – 98 dir. Üretimdeki bu farklılığın bir sonucu olarak hidrojen iyonlarının nötrlenmesinden dolayı pH daima artma eğilimindedir. Bundan dolayıdır ki banyo pH değerini istenen aralıkta tutabilmek için düzenli aralıklarla sülfürik asit ilavesi yapılır.

Çok yüksek pH değerlerinde çalışmanın sonucunda pürüzlü bir kaplama oluşur. Bunun nedeni ise metalik kirlilikler yaklaşık olarak pH değeri 5 in üzerindeki değerlerde hidroksit olarak çökme eğilimindedir. Bu yüzden yüksek pH değerlerinde çalışmanın sonucu olarak kırılğan, gevrek bir kaplama elde edilir. Bu işlemten sonra yapılacak dekoratif krom kaplamada yüzeydeki organik katkıların baskınlığından dolayı krom alma verimi düşer.

Çok düşük pH değerlerinde çalışmanın sonucunda banyonun çözünmüş metalik safsızlıklara karşı toleransı arttırır. Bu durum fayda sağlayıcı bir unsur olmasına rağmen çok düşük pH değerlerinde çalışmanın bir sonucu olarak parlaklık kesilir ve seviyelenme düşer. Bundan dolayı bu durumdan kaçınılmalıdır.

Düşük banyo pH değeri iki şekilde yükseltilir;

- Herhangi bir asit ilavesi yapılmadan kaplamanın normal değerine ulaşana kadar kaplama işlemi devam ettirilir.
- Nikel karbonat ilave edilir.

Hatalı yapılan ilavelerin sonucunda son derece pürüzlü bir kaplama yüzeyi elde edilir. İlave olarak çok yüksek pH değerlerinde çalışmanın sonucun yanma, yüzey pürüzlülüğü ve düşük anod çözünürlüğü ortaya çıkar.

3.4.6 Organik Esaslı Katkılar

3.4.6.1 Parlaticı

Kaplamaya parlaklık verir ve seviyelenmeyi (homojen kaplama dağılımı) artırır. Eksikliğinde orta akım yoğunluğu bölgelerinden yüksek akım yoğunlu bölgelerine doğru parlaklıkta azalma oluşur. Bununla beraber seviyelenmeyi de azalacaktır. Yapılacak seviyelenme ilavesi sonucunda çok küçük ilerlemeler kaydedilecektir. Hiçbir şekilde 0,2 ml/lt den fazla ilaveler bir defada yapılmamalıdır. Fazlalığında ise metal dağılımı (sarma gücü) düşecek ve kırılğan bir yapı oluşacaktır. Fazlalığı çalıştırarak alınmalıdır.

Kaplanan metalin kırılğanlığı ile ilgili olarak Lingzhong ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışma mevcuttur. Bu çalışmada zımpara yağlarının etkisi altında nano tanecikli gerginleştirilmiş nikel esaslı kaplama mekanizması ve sürtünme karakteristikleri incelenmiştir. Makine parçalarının dış cephe dirençlerini geliştirmek için Al_2O_3 , TiO_2 , Si_3N_4 , elmas nano partiküllü gerginleştirilmiş nikel esaslı kaplamalar, nikel metal matrisi ile nano partikül haline getirilmiş parçaların kaplanması ile hazırlanır. Nano partiküllerin farklı türlerinin etkisi ya da nano partikül içeriği, çözelti içerisindeki, aşınma yağları şartları altında kompozit kaplamanın sürtünme özellikleri üzerinde bir test makinesi üzerinde çalışılarak test edilmiştir. Tarayıcı bir elektron mikroskobu giyim mekanizmasını ortaya koymaktadır. Sonuçlar göstermektedir ki kompozit kaplamaların tamamı daha iyi bir mikro yapıya sahiptir ve yüksek orandaki mikro sertliği saf nikel kaplama ile karşılaştırılmaktadır. Ancak sadece n- baklava biçimli Ni ve n- Al_2O_3 / Ni kompozit kaplamalar sürtünme özelliklerini iyileştirmektedir. Bunlar arasında Al_2O_3 kompozit kaplama, en yüksek maliyet performansına sahiptir. Çözelti içerisindeki optimum Al_2O_3 nano partikül içeriği 20 g/l dir. Kompozit kaplamanın direnç mekanizması, plastik deformasyon, sürtme ve mikro darbeye göre tasarlanmıştır (Lingzhong vd., 2004)

3.4.6.2 Düzeltici (Taşıyıcı)

Parlaticı sisteminin temelini oluşturur, sünekliği sağlar. Fazlalığının hiçbir negatif yada pozitif bir etkisi yoktur. Eksikliğinde ise yüksek akım bölgelerinde parlaklığı düşürür. Ayrıca eksikliğinde parlaticı ve seviyelenme katkısının dozajlanmasında zorluklarla karşılaşılır.

3.4.6.3 Islaticı

Hidrojen gazı çıkışı sırasında oluşan pittingi (noktacıklanma) kontrol altında tutmak için kullanılır. Saflaştırıcı yerine kullanılacağı düşünülmemelidir. Nemlendiricinin safsızlıkların kaplama üzerinde oluşturduğu etkilerin saklanması etkisi göstermediği gibi banyo içerisine

taşıma ile girmiş yağları emülsifiye özelliği yoktur. Çok iyi şekilde ön işlemi yapılmış parçaların üzerinde oluşmuş noktacıklar ve çatlaklar nemlendirici eksikliğinde ortaya çıkar.

3.4.7 Katot Akım Yoğunluğu

Katot akım yoğunluğu, kaplama tankındaki katot bölümlerinin birim yüzey alanına verilen akıma denir. Önerilen kompozisyonlarda çok geniş akım yoğunluklarında yanma görülmeden çalışılabilir. Yüksek nikel konsantrasyonu ile kurulan banyolarda yüksek çalışma akımlarında çalışılabilir. Bununla beraber yüksek konsantrasyonlarda katkı (parlatıcılar) ilavesi gereklidir.

3.4.8 Anot Akım Yoğunluğu

Anod akım yoğunluğunun hesaplanması ile katot akım yoğunluğu hesaplanması arasında bir fark yoktur. Uygulanan akım şiddetinin banyodaki toplam anod yüzeyine bölünmesi ile bulunur.

Eğer titanyum bir anod sepeti kullanılıyor ise sepete uygulanacak akım yoğunluğu $3,5 \text{ A/dm}^2$ altında tutulmalıdır. Bu değer tavsiye edilen üst limittir.

Düşük akım yoğunluğunda (çok geniş anod yüzeyi-düşük akımlar için) çalışmak bir problem yaratmaz. Ama toplam metal konsantrasyonu çalışma boyunca artar. Ama çok yüksek akım yoğunluğunda (çok düşük anod alanı) dolayı anod pasiflenmesine neden olur. Aşırı yüksek anodik akım yoğunluğunda çalışıldığında anotlardan kaplamaya olumsuz etkisi olan klor gazı çıkışı görülebilir.

Önce parlatıcı tüketiminde biraz artma görülür. İkinci olarak oluşan klor gazı anod torbasındaki plastik bağlara da zarar vererek torbanın delinmesine ve anottan kaynaklanan çamurun banyoya geçmesine neden olur. Bu durumda pürüzlü kaplama oluşur (Satıcıoğlu, 2006).

3.5 Banyo Temizleme Yöntemleri

Nikel kaplama banyoları diğer banyolar gibi kullandıkça kirlenir. Bu tür kirlilikler genellikle kaplamayı olumsuz etkiler bazende kaplamanın kesilmesine neden olur. Bu nedenle nikel banyoları düzenli aralıklarla temizlenmelidir. Bu amaçla aşağıdaki işlemler uygulanır.

3.5.1 Selektif Temizlik

Metalik kirlilikler, katodik olarak 0,05 – 1,0 A/dm² akım yoğunluğunda geniş katot alanı kullanılarak alınabilir. Bu işlem için katot olarak kıvrımlı (zikzak şeklinde) şekillendirilmiş sac levhalar kullanılabilir. Yüksek sıcaklık ve karıştırma uygulanarak yapılan Selektif işlemi ile nikel kaplama banyolarında daha iyi bir metal kirlilik alımı sağlanmaktadır.

3.5.2 Aktif Karbon

Banyodaki organik kirlilikleri temizlemek amacıyla uygulanır. Aktif karbon 5–10 g/ lt olacak şekilde, güçlü bir karıştırma eşliğinde elektrolite ilave edilir. Elektrolit gece boyunca dinlendirilir. Ve sonra tam olarak temizlenene dek filtre edilir. Kömürleşme işleminin, kaplama tankından ayrı bir tankta uygulanması tavsiye edilir.

3.5.3 Hidrojen Peroksit

Kaplama banyosundaki demir kirliliğini uzaklaştırmak için uygulanır. Hidrojen peroksit (%30) demiri çöktürmek için oksidasyon ajanı olarak kullanılmaktadır. 0,3 – 1,0 ml / lt konsantrasyonlarında ilave edilir (Yılmaz, 2007).

Çizelge 3.1 Nikel kaplama tesisinde karşılaşılan sorunlar ve muhtemel çözümleri

PROBLEM	NEDENİ	ÇÖZÜMÜ
Orta ve yüksek akım yoğunluğu bölgesinde bulutlu görünüm	- düşük parlaticı - düşük pH - organik kirlilik - metal kirliliği	- parlaticı ilave edilir - pH ayarlanır - aktif karbon işlemi uygulanır - selektif temizlik uygulanır
Yüksek akım bölgelerinde yanma	- yüksek pH değeri - düşük tuz miktarı - yetersiz karıştırma - kötü askılama	- pH ayarlanmalı - analiz ile eksiklik tamamlanır - karıştırma düzenlenir - askılama düzeltilir
Alçak akım yoğunluğu bölgelerinde bulutlu görünüm	- düşük parlaticı - düşük pH	- parlaticı ilave edilir - pH ayarlanır
Alçak akım yoğunluğu bölgelerinde mat (koyu) kaplama	- aşırı parlaticı miktarı - metalik kirlilik (Cu, Zn , Pb, Cd) - düşük taşıyıcı miktarı - aşırı karıştırma	- selektif yapılır - selektif yapılır - taşıyıcı ilave edilir - karıştırma hızını düşürülür

3.6 Nikel Banyolarının İşletiminde Genel Faktörler

3.6.1 Çalışma Sıcaklığı

Çalışma sıcaklığını arttırmak kaplamayı yumuşatır ve zor kırılır hale getirir. Ayrıca tüm diğer şartlar aynı kaldığı halde kaplamada yanma oluşmadan daha yüksek akım yoğunluklarının kullanılabilmesine fırsat verir. Diğer taraftan sıcaklığı düşürmek daha sert ve kolay kırılır kaplamalar verir. Yüksek ısı aynı zamanda yüksek metal tuzu konsantrasyonuna fırsat verir [2].

3.6.2 Metal Tuzu Konsantrasyonu

Metal tuzu konsantrasyonunun artırılması daha yüksek akım uygulanmasını yani kaplamanın hızlanmasını sağlar ancak dağıtma gücünü azaltır. Daha pürüzsüz ve daha iyi mekanik özellikleri olan kaplamalar vermekle beraber kaplamanın kırılabilirliği - gevrekliği azalır [2].

3.6.3 pH

Düşük pH değeri genellikle kaplamada soyulma ve çatlama olmadan daha yüksek akım yoğunluklarının kullanılabilmesini sağlar. Ayrıca anod verimini artırır böylece pH daha uzun süre sabit kalacağından banyoyu sürekli nikel tuzları ekleyerek tamamlamak gerekmez. pH'ı yükseltmekse özellikle düşük akım yoğunluklarında karıncalanmayı (pitting) azaltır, katot verimini artırır ve dağıtma gücünü yükseltir [2].

3.6.4 Kirleticiler

Nikel banyoları kirleticilerden kolay etkilenirler. Küçük miktardaki kirliliklerin etkisi şaşırtıcı biçimde büyük olabilir. Örneğin, 0,01 g/lt bakır, kaplamanın alçak akım yoğunluğu alan kısımlarının daha koyu ve kırılabilir hale gelmesine neden olabilir. Oda sıcaklığında çalışan mat nikel çözeltileri bu tür kirletici maddelerin bazılarına karşı çok daha duyarsızken, parlak nikel çözeltileri aşırı duyarlıdır [2].

3.6.5 Organik Kirleticiler

Kaplama hattında bazı işletme hataları, eğer kullanılıyorsa bir pompadan ya da ısı değiştiriciden sızan yağ, kalitesiz parlatıcı veya nemlendirici ve bunların bozulması, nikel öncesi yetersiz durulama, malzeme üzerindeki polisaj veya parlatma artıklarının tamamen temizlenmemiş olması, eğer kullanılıyorsa hava kompresöründen sızan yağ veya gres kaplama üzerine olumsuz etki yapacaktır [2].

3.6.6 İnorganik Kirleticiler

Kullanılan tuzların safsızlığı, kalitesiz su, daha önceki işlemlerden taşınmalar, kalitesiz anotlar inorganik kirletici kaynaklarıdır [2].

3.7 Nikel Kaplama Elemanları

3.7.1 Tanklar

Nikel kaplama tankları, elektrolitin asidik olması nedeniyle polipropilen, polietilen gibi aside dayanıklı malzeme ile kaplı çelikten olmalıdır [2].

3.7.2 Isıtıcılar

Banyo 50 – 60°C sıcaklıkta çalışır. Bu nedenle banyo çalışma sıcaklığına ısıtılmalıdır. Bu amaç için elektrikli daldırma ısıtıcıları kullanılabilir. Elektrolitin asidik olması nedeniyle bu daldırma ısıtıcıları asitlere dayanıklı materyallerden yapılmalıdır. En uygun olan materyaller teflon, cam, kuvars kaplı ısıtıcılardır. Bazı işletmelerde banyo eşanjörle ısıtılır. Eşanjör sisteminin elektrolitle temas eden kısımları asitlere dayanıklı malzemeden yapılmalıdır [2].

3.7.3 Filtreler

Çoğu metal kaplama banyolar gibi nikel banyolarında filtre edilmelidir. Filtrasyon işlemi mümkünse sürekli yapılmalıdır. Büyük banyolarda sürekli filtrasyon olabilir gerekli iken daha küçük banyolarda aralıklı olabilir. Seçilen filtre ünitesinin çözeltiyle temas eden pompa, filtre elemanı, kullanılan boru parçaları çözeltinin hareketine ve asiditesine dayanıklı malzemeden olmalıdır. Filtre ünitelerinde kullanılan en yaygın malzeme polipropilendir.

Filtrasyon işlemi sürekli yapılacaksa filtrasyon kapasitesi banyo çözeltisini saatte iki defa filtre edebilecek şekilde seçilmelidir [2].

3.7.4 Anot Ve Katot Baraları

Anod ve katotların asıldığı çubuklara bara adı verilir. Genellikle pirinç malzemeden yapılır[2].

3.7.5 Karıştırma

Parlak nikel banyosu en iyi sonuçları alabilmek için karıştırılmalıdır. Karıştırma ya katot çubuğunu ileri geri hareket ettirerek, ya çözeltiyi pompalayarak ya da çözeltiye hava üfleyerek elde edilir. En kolayı dakikada 180 ila 300 cm ileri geri hareket eden karıştırıcıdır. En az karışık olanı budur ve çözelti sık sık filtre edilmiyorsa tortuyu hareket ettirmediğinden en iyi yöntemdir [2].

3.7.6 Anotlar

99,99 % saflıkta nikel anod kullanılmalıdır. Düz plaka en yaygın kullanılan anod şeklidir. Titanyum sepetinin içine konmuş anot külçeleri de kullanılabilir. Dolap kaplama için özel eğri şekilli olan anotlar kullanılabilir. Banyoya tortu kaçmaması için bu anotlar polipropilen torba içinde kullanılmalıdır. Standart uygulamada anotların iki ucu delinir ve titanyum çengele tutturulur. Tanktaki çözelti seviyesi anodun üst kenarından 2–3 cm yukarda olmalıdır. Anod uzunluğu kullanılan tankın derinliğine bağlıdır. Anodun alt ucu tankın dibinden 5 cm kadar yukarısında olacak kadar uzun olmalıdır [2].

3.8 Nikel Kaplamanın Sökülmesi

Sökme çözeltisi kompozisyonu

Derişik Sülfürik asit.	5 lt
Gliserin.	30 ml
Bakır sülfat(Göz taşı).. . .	85 gr
Su.	3 lt

25 – 30 °C de kullanılır. Ters akımda tanka 6 Volt uygulanır. Oda sıcaklığında, su ve gliserin karıştırılır, üzerine bakır sülfat eklenir ve çözülür. Daha sonra asit dikkatlice ilave edilir [2].

3.9 Korozyon Testleri (Salt Spray Tests)

Bazen bir kaplamanın korozyon mukavemetinin ölçülmesi istenir. Ancak bunun doğrudan denenmesi için doğal ortamda paslanmasının beklenmesi gerekir ki buda yıllar boyu sürebilir. Bu nedenle uluslararası normlara sahip hızlandırılmış korozyon testleri uygulanır. Bunlardan en yaygın ve en iyi bilineni, tuz püskürtme test kabinlerinde yapılan paslandırma testidir. Bu amaçla belirli geometrik yapıya sahip plastik kabinler kullanılır. Bu kabinlerin içinde sabit

klematik koşullar oluşturulur ve belirli açıyla kabine içine konan parçalara % 5'lik tuzlu su püskürtülür. Bu işlem sırasında parçanın kaç saatte paslandığı gözlenir ve raporlanır (Çetinkaya, 2006).

Korozyon direnci ile ilgili olarak birçok çalışma mevcuttur. Bunlardan biri azokatyonik sürfaktanlar kullanılarak Ni / SiC kompozit kaplama ve kaplamanın dış direnci çalışmasıdır. Bu çalışmada nikel ile birlikte SiC partiküllerinin kodepozisyonunda katyonik sürfaktan içeren birer azobenzen grubun hidrofobik kuyruk uzunluğunun tesiri çalışılmıştır. Çalışmalar göstermiştir ki kuyruk kısaltıkça SiC partiküllerinin miktarı kodepozit içerisinde daha uzun kuyruklu bir sürfaktana göre fazladır.

SiC nin farklı hacim yüzdeleri ile kaplamayı niteliği, kuru kayma şartları altında çalışılmış ve kaplamanın iç cephe performansını derecesi, yüzey alanı ve yüzey alanındaki iz derinliği temelinde değerlendirilmiştir. Ni/ SiC kompozit kaplamanın dış cephe direnci, kodepozit içerisindeki SiC partiküllerinin miktarındaki artış ile %52 ye kadar artmıştır. Hacmen %71,5 içeren kaplamayı aşınma performansı herhangi bir partikülü içermeyen nikel kaplamaya göre çok daha zayıftır (Shrestha vd., 2003).

3.9.1 Nikel Kaplamanın Korozyon Mukavemet Değerleri

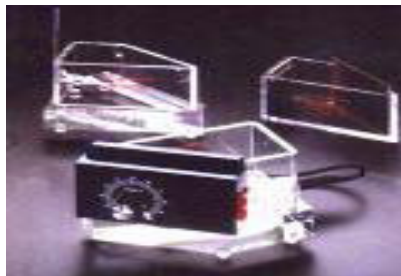
Nikel kaplamalı malzemelerin korozyon dayanımı üzerine yapılan çalışmalardan biri de karbon içeriği yüksek olan çelik üzerine nikel kaplanmış politipen'in elektrokimyasal sentezi ve korozyon performansı çalışmasıdır. Burada asetonitril içeren lityum perklorat çözeltisi içerisinde nikel kaplanmış yüksek karbonlu hafif çelik elektrotlar üzerine politipen'in elektrokimyasal polimerizasyonu incelenmiştir. 1 mikron kalınlıktaki nikel tabakası, uygun bir banyo çözeltisinde galvano statik olarak elde edilir. Sonrasında politipen filmin sentezi, 0,1 M asetonitril–lityum perklorat çözeltisinden periyodik voltametre tekniği kullanılarak elde edilir. En üstte polimer tabakası olsun ya da olmasın nikel kaplı örneklerin korozyon performansı, % 3,5 NaCl çözeltisi içerisinde elektrokimyasal empedans spektroskopisi ve anodik polarizasyon eğrileri kullanılarak incelenmiştir. Nikel kaplama burada bir fiziksel bariyer gibi davranır ve korozyona karşı karbonlu çeliği korur. Fakat bu bariyer zamanla zayıflar ve karbonlu çeliği koruma konusunda zayıf düşer. Karbonlu çeliğin en üstüne yapılan politien kaplama korozyon direncini önemli ölçüde arttırdığı ve agresif çevre koşullarına karşı mükemmel bir koruma sağladığı görülmüştür (Tüken vd., 2005).

Korozyon dayanımı üzerine yapılan çalışmalardan biri de B₄C ve SiC ilavelerinin nikel kaplamanın korozyon, kimyasal, morfolojik ve fiziksel özellikleri üzerine etkileriyle ilgilidir.

Çalışmada mikro sertlik, iç stres, elektron tarama mikroskobu ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi ölçümleri, saf nikel kaplama ile birlikte Ni-B₄C ve Ni-SiC kompozit kaplamaları karşılaştırmada kullanılır. Nikel elektro kaplama üzerinde birleştirilmiş karbürün etkisi, yüzey morfolojisi, fiziksel ve kimyasal gerilim ve nikel kaplamanın korozyon dayanımı çalışılmıştır. Nikel kaplamanın özellikleri Ni-SiC ve hatta Ni- B₄C nin özelliklerinden farklıdır. Mikro sertlikleri Ni- SiC kaplamasınınkinden daha düşüktür. Ancak korozyon dayanımı Ni-B₄C kaplamadan iki kat daha fazladır. Birleştirilmiş karbür ün fiziksel özellikleri ve kaplama yüzeyinin özellikleri arasındaki bağlantıdan şu sonuç çıkar: B₄Cnin iletkenliği nedeniyle, yüzeyin aktivitesi artar ve stabilizesi azalır. Sonuç olarak, hidrofobik metalik nikelin korozyon dayanımı yeteneği azalır, sertlik ve korozyon direnci matrisi iletken olmayan SiC partikülleri ile şekillendirilmiştir. Yüksek sıcaklık nikel kompozitinin entegrasyonunu değiştirmez (Medeliene, 2002).

3.10 Hull Cell

A. Hull adında Amerika 'lı bir bilim adamı 1937 yılında anod-katot mesafesi ile parça üzerindeki akım yoğunluğu arasındaki ilişkiyi incelemiş ve aralarındaki ilişkiyi formüle etmiştir. Bu amaçla Hull özel bir kap tasarlamış ve bu kaba Hull Cell ve yapılan bu teste de Hull Cell testi demiştir. Hull Cell, metal bir plaka üzerine katodik kaplama yaparak, kaplama ve banyo karakteristiğini değerlendirmek için tasarlanmış minyatür bir kaplama ünitesidir. Kaplanan katot plakasının yorumlanması ile parlaklık, kaplamanın homojenliği, örtücülük, dağıtma gücü, kirlilik ve kaplama banyosunun kimyası hakkında bilgiler alınır. Hull Cell, belirli bir kaplama banyosunda önerilen işletme parametreleri içinde gerçekte neler olup bittiğini tam olarak yansıtır. Kaplanan örnek ve Hull Cell Cetveli kullanılarak, banyo tahrip edilmeden araştırma, önleyici bakım, hata düzeltme ve kalite kontrol işlemleri hızlı bir şekilde test edilmiş olur. Bu çalışmada kaplamalar Hull Cell Kabı ile yapılmıştır (Çetinkaya, 2006).



Şekil 3.1 Hull Cell kabının genel görünüşü

4. DENEYLER

Burada kaplamadaki nikel oranının artması veya azalması, kaplama kalınlığının artması ya da azalması kaplamanın mat veya parlak olması gibi parametreler incelenmiştir.

4.1 Deney Koşulları Seçimi

Nikel kaplama banyolarının karakteristiklerinin incelenmesi isimli çalışmada deney ortamı olarak Kale Kilit ve Kalıp Sanayi A.Ş. Kimya Laboratuvarı ve Kaplama Tesisi seçilmiştir. Kale Kilit A.Ş. metal kaplama tesisinde bulunan 1 tonluk parlak nikel banyoları haricinde kaplanacak olan metalin cinsine göre aynı hacimde siyanürlü bakır banyosu, kromik asit banyosu, asitli çinko banyosu, sülfatlı piring ve siyanürlü piring banyoları mevcuttur.



Şekil 4.1 Kale Kilit Fabrikaları metal kaplama tesisi

4.2 Kimyasalların Seçimi

Tüm nikel proseslerinde WATT tipi banyolar kullanıldığı için inorganik kompozisyonlar birbirine benzer. Bu amaçla yapılan deneylerimizde ana kompozisyon aşağıdaki gibidir:

260 g/lt $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

67 g/ lt $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

45 g/lt H_3BO_3 olarak belirlenmiştir.

Böylece banyonun analitik kompozisyonu aşağıdaki gibi olur:

75 g/lt metalik nikel (Ni^{2+})

20 g/lt klorür (Cl^-)

45 g/lt H_3BO_3

Yapılacak olan nikel kaplamanın parlak olabilmesi için DELTA Firmasının ürettiği ticari isimli parlaticı, taşıyıcı ve ıslatıcı ayrı ayrı kullanılmıştır. Bunun sebebi ise; KALE Kilit Fabrikasının DELTA Firması ile çalışmasıdır.



Şekil 4.2 Kale Kilit kaplama tesisi nikel banyosu

4.3 Deney Ön Hazırlığı

Kaplama deneyleri Hull Cell kaplarında yapılacaktır. Bundan sonra Hull Cell kaplarından kısaca HC olarak söz edilecektir. HC çalışmaları 50 °C’ de ve karıştırmasız olarak yapılmıştır. Her çalışmada tek bir yüzü 0,7 dm² (10 cm x 7 cm) alana sahip parlak çelik plakalar kullanılmıştır. Bu plakalara 10 dakika süre ile 1,0 amper akım uygulanması hedeflenmiş ancak yeteri kadar kaplama kalınlığı elde edilmediği için yukarıdaki ana kimyasal kompozisyon ile 10 dakika 2 amperde çalışılmıştır. Plakalar kaplanmadan önce elektrolitik yağ alma banyosunda temizlenmiş, akan musluk suyu altında durulanmış daha sonra % 10’luk sülfürik asit banyosunda nötralize edilerek yine musluk suyu altında yıkanmıştır. Bu plakalar kurutulmadan Hull Cell işlemine alınmıştır.

4.4 Hull Cell Testi

4.4.1 Taşıyıcı Etkisi

Taşıyıcı ürünün kompozisyonu BASF Firmasından alınmıştır.

Çizelge 4.1 Taşıyıcı ürünün kompozisyonu

TAŞIYICI KOMPOZİSYONU	100 KG ÜRÜN İÇİN
Sodyum sakarin	25,0 kg
Sodyum allyl sülfonat % 35 lik	6,7 kg
Su	68,3 kg

Taşıyıcı kimyasaldan (DELTASOL) 5 ml/lt, 10 ml/lt, 15 ml/lt miktarları ile çalışmalara başlanmıştır. Daha sonraki çalışmalarda sarf edilecek miktar ve diğer etkenler düşünülerek bu miktar daha sonra % 10 daha arttırılarak 11 ml/lt olarak kararlaştırılmıştır. Çözelti içine 11 ml/lt taşıyıcı ilave edilerek Hull Cell ile bir plaka kaplanmıştır. Sonuçta elde edilen kaplama mat olmuştur. Yapılan X- Ray ölçümünde alçak akım bölgesinden yüksek akım bölgesine doğru 1 –5 mikronluk bir kalınlıkta nikel içeren bir kaplama elde edilmiştir. 11 ml/lt ile çalışmalar uygun sonuç verince maliyet sebebi ile 11 ml/lt en uygun taşıyıcı konsantrasyonu olarak belirlenmiştir.



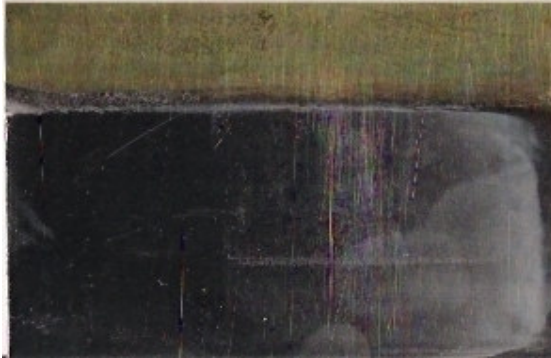
Akım Yoğunluğu	2 A/dm ²
Süre	10 dk
Sıcaklık	50 °C
NiSO ₄ .6H ₂ O	260 g/lt
NiCl ₂ .6H ₂ O	67 g/lt
H ₃ BO ₃	45 g/lt

Şekil 4.3 Nikel banyosu orjinal hali



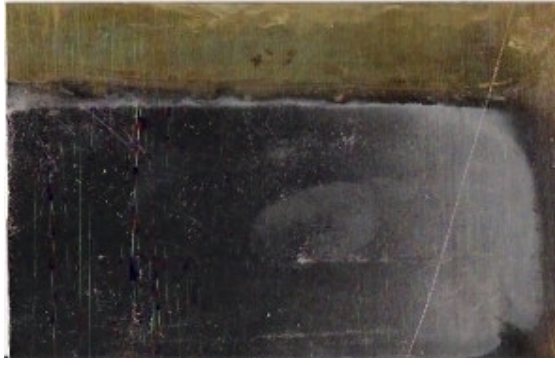
Akım Yoğunluğu	2 A/dm ²
Süre	10 dk
Sıcaklık	50 °C
NiSO ₄ .6H ₂ O	260 g/lt
NiCl ₂ .6H ₂ O	67 g/lt
H ₃ BO ₃	45 g/lt

Şekil 4.4 5 ml / lt taşıyıcı ilavesi



Akım Yoğ.	2 A/dm ²
Süre	10 dk
Sıcaklık	50 °C
NiSO ₄ .6H ₂ O	260 g/lt
NiCl ₂ .6H ₂ O	67 g/lt
H ₃ BO ₃	45 g/lt

Şekil 4.5 10 ml / lt taşıyıcı ilavesi



Akım Yoğunluğu	2 A/dm ²
Süre	10 dk
Sıcaklık	50 °C
NiSO ₄ .6H ₂ O	260 g/lt
NiCl ₂ .6H ₂ O	67 g/lt
H ₃ BO ₃	45 g/lt

Şekil 4.6 15 ml / lt taşıyıcı ilavesi

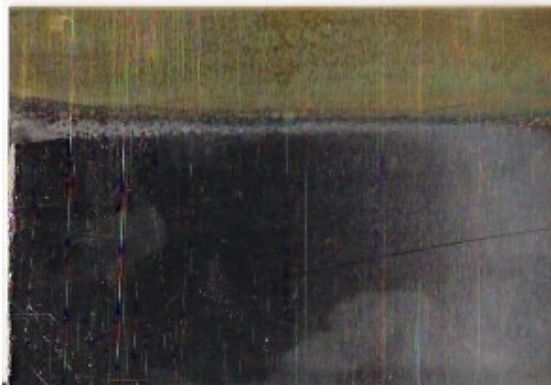
4.4.2 Parlaticı Etkisi

Parlaticı ürünün kompozisyonu BASF Firmasından alınmıştır.

Çizelge 4.2 Parlaticı ürünün kompozisyonu

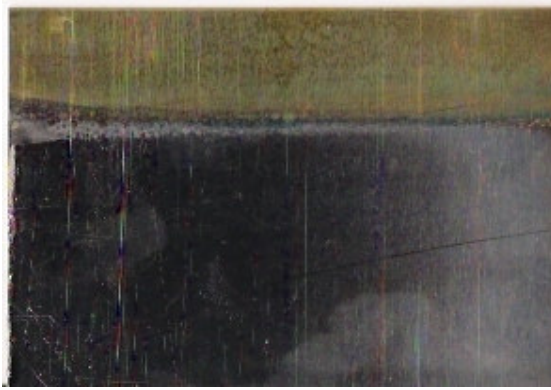
PARLATICI KOMPOZİSYONU	100 KG ÜRÜN İÇİN
Golpanol PPS	7,6 kg
Golpanol PA	3,8 kg
Golpanol DEP	1,9 kg
Golpanol PS	8,6 kg
Sodyum Sakarin	10,0 kg
Su	68,1 lt

Burada da parlaticı miktarları 0,3g/lt, 0,5g/lt ve 0,7 g/lt alınmıştır. Kullanım miktarı 0,5 g/lt olarak belirlenmiştir. Banyoya her seferinde 6 g/lt Ni²⁺ ilave edilmesiyle kaplamanın parlaklığının azalmaya başladığı gözlenmiştir. Bu sebeple Ni²⁺ konsantrasyonunun 75 g/lt olarak tutulmasına karar verilmiştir. Kaplamada nikel oranının çok yükselmesi kaplamanın kırılgan olmasına neden olmaktadır. Kullanılan kompleksan ve ıslatıcıların miktarları ayrı ayrı çalışmalar ile belirlenmiştir. Ancak daha sonra yapılacak ilavelerde herhangi bir karışıklığa, dolayısıyla aralarındaki oranın bozulması riskine karşı bu kimyasallar gerekli oranda karıştırılarak bir ilave katkısı oluşturulmuştur. Böylece bu karışımdan ne kadar ilave edilirse edilsin, aralarındaki oran bozulmamış olacaktır.



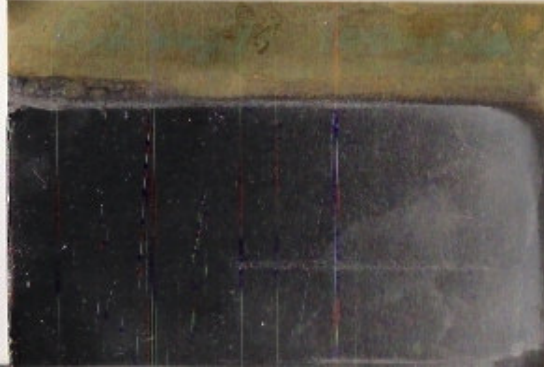
Akım Yoğunluğu	2 A/dm ²
Süre	10 dk
Sıcaklık	50 °C
NiSO ₄ .6H ₂ O	260 g/l
NiCl ₂ .6H ₂ O	67 g/l
H ₃ BO ₃	45 g/l

Şekil 4.7 0.3 ml/lit parlaticı ilavesi



Akım Yoğunluğu	2 A/dm ²
Süre	10 dk
Sıcaklık	50 °C
NiSO ₄ .6H ₂ O	260 g/l
NiCl ₂ .6H ₂ O	67 g/l
H ₃ BO ₃	45 g/l

Şekil 4.8 0,5 ml / lt parlaticı ilavesi



Akım Yoğ.	2 A/dm ²
Süre	10 dk
Sıcaklık	50 °C
NiSO ₄ .6H ₂ O	260 g/lt
NiCl ₂ .6H ₂ O	67 g/lt
H ₃ BO ₃	45 g/lt

Şekil 4.9 0,7 ml / lt parlatici ilavesi

4.4.3 Islatici Etkisi

Islatici için kompozisyon 4 ml/lt olarak BASF Firmasından alınmiştir.

4.5 X-Ray Cihazı Sonuçları

X-Ray Dal Cihazı (Fischer Instruments GmbH, 2002), kaplama kalınlığını ölçüp, kaplamadaki Ni yüzdeleri, ortalama değerler, en yüksek ve en düşük değerler ile, standart sapma gibi verileri elde eden cihazdır.

Nikel kaplama banyosundan elde edilen demir üzeri nikel kaplamanın Helmut Fischer Marka X –Ray kaplama kalınlığı ölçüm cihazı ile ölçülen kaplama kalınlığı aşağıdaki gösterildiği şekilde ifade edilmiştir.

X-RAY 1. Deney 5 ml/lt taşıyıcı miktarının kalınlık üzerindeki etkisi

HELMUT FISCHER GmbH + Co. KG

Industriestrasse 21

71069 Sindelfingen



Fischerscope® XRAY XDL-B

Product: 1 /Ni/Fe

Dir.: Fischer

Block: 3.7.1

Application: 1 /Ni/Fe

n= 1 Ni 1 = 11,3 μm n= 2 Ni 2 = 15,1 μm n= 3 Ni 3 = 16,8 μm Mean 14,42 μm Standard deviation 2,837 μm

C.O.V. (%) 19,68

Range 5,54 μm

Number of readings 3

Min. reading 11,3 μm Max. reading 16,8 μm

Measuring time 10 sec

HELMUT FISCHER GmbH + Co. KG

Industriestrasse 21

71069 Sindelfingen



Fischerscope® XRAY XDL-B

Product: 1 /Ni/Fe Dir.: Fischer Block: 3.7.2

Application: 1 /Ni/Fe

n= 1 Ni 1 = 10,5 μm n= 2 Ni 2 = 12,5 μm n= 3 Ni 3 = 14,9 μm Mean 12,6 μm Standard deviation 3,254 μm

C.O.V. (%) 17,85

Range 6,25 μm

Number of readings 3

Min. reading 10,5 μm Max. reading 14,9 μm

Measuring time 10 sec

X-RAY 2. Deney 10 ml/lt taşıyıcı miktarının kalınlık üzerindeki etkisi**HELMUT FISCHER GmbH + Co. KG**

Industriestrasse 21

71069 Sindelfingen



Fischerscope® XRAY XDL-B

Product: 1/Ni/Fe

Dir.: Fischer

Block: 3.7.3

Uygulama: 1 /Ni/Fe

n= 1 Ni 1 = 11,7 μm n= 2 Ni 2 = 13,2 μm n= 3 Ni 3 = 16,2 μm Mean 13,7 μm Standard deviation 2,453 μm

C.O.V. (%) 7,6

Range 2,54 μm

Number of readings 3

Min. reading 11,7 μm Max. reading 16,2 μm

Measuring time 10 sec

HELMUT FISCHER GmbH + Co. KG

Industriestrasse 21

71069 Sindelfingen



Fischerscope® XRAY XDL-B

Product: 1/Ni/Fe Dir.: Fischer Block: 3.7.4

Uygulama: 1 /Ni/Fe

n= 1 Ni 1 = 15.8 μm n= 2 Ni 2 = 16,0 μm n= 3 Ni 3 = 18,6 μm Mean 16,79 μm Standard deviation 1,596 μm

C.O.V. (%) 9,5

Range 2,87 μm

Number of readings 3

Min. reading 15,8 μm Max. reading 18,6 μm

Measuring time 10 sec

X-RAY 3. Deney 15 ml/lt taşıyıcı miktarının kalınlık üzerindeki etkisi**HELMUT FISCHER GmbH + Co. KG**

Industriestrasse 21

71069 Sindelfingen



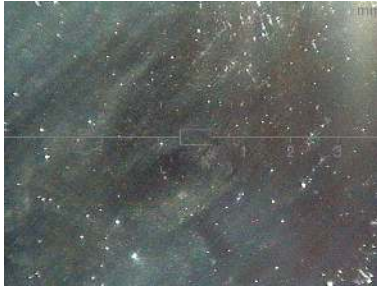
Fischerscope® XRAY XDL-B

Product: 1 /Ni/Fe

Dir.: Fischer

Block: 3.7.5

Application: 1 /Ni/Fe

n= 1 Ni 1 = 15,4 μm n= 2 Ni 2 = 18,9 μm n= 3 Ni 3 = 18,6 μm Mean 17,62 μm Standard deviation 1,939 μm

C.O.V. (%) 11.01

Range 3,52 μm

Number of readings 3

Min. reading 15,4 μm Max. reading 18,6 μm

Measuring time 10 sec

HELMUT FISCHER GmbH + Co. KG

Industriestrasse 21

71069 Sindelfingen



Fischerscope® XRAY XDL-B

Product: 1 /Ni/Fe Dir.: Fischer Block: 3.7.6

Application: 1 /Ni/Fe

n= 1 Ni 1 = 11,6 μm n= 2 Ni 2 = 12,2 μm n= 3 Ni 3 = 13,4 μm Mean 12,4 μm Standard deviation 1,76 μm

C.O.V. (%) 11.01

Range 3,75 μm

Number of readings 3

Min. reading 11,6 μm Max. reading 13,4 μm

Measuring time 10 sec

KALE Kilit Fabrikasında kilit parçaları üzerine yapılan nikel kaplamasının kalınlık değerlerinin 10–20 mikron olması standardı vardır. Bu sebeple yapılmış olan 6 tane X- RAY Analizi uygunluk testinden geçmiştir.

4.6 Nikel Kaplama Banyo Analizleri

Gerekli Malzemeler:

25 % Amonyak çözeltisi

10 % Potasyum kromat çözeltisi

Müreksit indikatörü

Borik asit tampon çözeltisi

0.1 M EDTA

0.1 N Gümüş nitrat

0.1 N sodyum hidroksit

4.6.1 Metalik Nikel Analizi

Banyodan pipetle 1 ml numune alınıp bir erlene koyulur. Üzerine 100 ml saf su, 10 ml amonyak ve az miktarda müreksit indikatörü ilave edilir. EDTA ile menekşe renge kadar titre edilir.

Sonuç: Sarfiyat x 5.87 = . . . g/lt metalik nikel (70,44 g/lt olarak bulunmuştur)

4.6.2 Klorür Analizi

Banyodan pipetle 1 ml numune alınıp bir erlene konur. Üzerine 100 ml saf su, 4 – 5 damla potasyum kromat çözeltisi ilave edilir. Gümüş nitrat ile kahve kıvıllı renge kadar titre edilir.

Sonuç: Sarfiyat x 3.55 = . . . g/l klorür (24,85 g/lt olarak bulunmuştur)

4.6.3 Borik Asit Analizi

Banyodan pipetle 1 ml numune alınıp bir erlene konur. Üzerine 25 ml borik asit tampon çözeltisi koyulur. Sodyum hidroksit ile menekşe renge kadar titre edilir.

Sonuç: Sarfiyat x 6.2 = . . . g/lt borik asit (37,2 g/lt olarak bulunmuştur).

5. SONUÇLAR

Laboratuar koşullarında yapılan çalışmalarda parlaticı taşıyıcı ve ıslatıcı kimyasalların etkileri tek tek görülmüştür. Bu çalışmalarda taşıyıcının nikelin plaka yüzeyine daha iyi oturmasını, sarma gücünü artırdığı ve tüm plaka bölgelerinde aynı orada kaplama kalınlığı verdiği gözlenmiştir. Parlaticının plaka üzerinde özellikle düşük akım bölgesinde kaplama girişkenliğini kesmekle birlikte akım verimini düşürmekte pH değerinin yükselmesine neden olmakta, kırılganlığı arttırmakta ve plakayı istenen parlaklığa getirmektedir. Islatıcı ise plakanın her tarafına aynı etkiyi vermekle birlikte en çok etkiyi alçak akım bölgesinde göstermektedir. Yapılan deneysel çalışmalar ile her üç organik kimyasal için bir optimum miktar belirlenmiştir. Buna göre taşıyıcı için optimum miktar taşıyıcı için 11 ml/lt, parlaticı için 0,5 ml/lt ve ıslatıcı için 4 ml/lt olarak belirlenmiştir.

Yapılan tüm çalışmaların sonucunda bir nikel kaplama banyosu için ana kompozisyon;

260 g/lt $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

67 g/lt NiCl_2

45 g/lt H_3BO_3

İlave katkıları olarak ise;

11 ml/lt taşıyıcı

0,5 ml/lt parlaticı

4 ml/lt ıslatıcı

İşletme parametreleri ise sıcaklık 45°C – 55°C , akım yoğunluğu $1\text{--}5 \text{ A/dm}^2$ olarak belirlenmiş, kaplama hızı ise 0,44 mikron/dakika (2 A/dm^2) olarak ölçülmüştür.

KAYNAKLAR

Çetinkaya, E. ., (2006), “Çinko-Nikel Alaşım Kaplamalarının Karakteristiklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi , İstanbul.

Gamburg, Yu.D. vd., (2001), “The Electrochemical Desorption of Nickel from Electrolytes Containing Malonic Acid”, Surface & Coating Technology, 150: 95-100.

Koehler, W.A., (1944), “Principles and Applications of Electrochemistry”, John Wiley and Sons Inc.

Kumar, K. vd, (2004), “Effect of Heat Treatment on Cobalt and Nickel Electroplated Surfaces with Cr₂O₃ Dispersions”, Applied Surface Science, 227:383–386.

Lingzhong, D. vd., (2004), “Study of Tribological Characteristics and Wear Mechanism of Nano-Particle Strengthened Nickel-Based Composite Coatings under Abrasive Contaminant Lubrication”, Wear, 257: 1058-1063.

Lowenheim, F.A., (1974), Ed. 3rd Edition, John Wiley and Sons Inc.

Medeliene, V., (2002), “The Influence of B₄F and SiC Additions on the Morphological, Physical, Chemical and Corrosion Properties of Ni Coatings”, Surface&Coating Technology, 154: 104-111.

Palin, G.R., (1969), “Electrochemistry for Technologists”, Pergamon Press.

Saraç, A.S., (1995), “Metal Kaplama ve Elektrokimyasal Teknolojiler”, Çağlayan Kitabevi.

Satıcıoğlu, F.,(2006),” Nikel Kaplama Banyolarında Komponentler ve Çalışma Limitleri “, Yüzey İşlemler Sanayi Kataloğu, 22-25, İstanbul.

Shrestha, N.K. vd., (2003), “Composite Plating of Ni/SiC Using Azo-Cationic Surfactants and Wear Resistance of Coatings”, Wear, 254: 55-564.

Tüken, T. vd., (2005), “Electrochemical Synthesis of Polythiophene on Nickel Coated Mild Steel and Corrosion Performance”, Applied Surface Science 239: 398-409.

Yılmaz , P.,(2006) ,”Kaplama Tesisinde Karşılaşılabilecek Sorunlar Ve Çözümleri”, Yüzey İşlemler Sanayi Kataloğu,36-44, İstanbul.

İNTERNET KAYNAKLARI

[1] www.imagineering-inc.com

[2] www.galvanoteknik.org

ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi 03.07.1978

Doğum yeri Mersin

Lise 1992-1995 Salim Yılmaz Lisesi

Lisans 1996-2000 Cumhuriyet Üniversitesi Mühendislik Fak.
Kimya Mühendisliği Bölümü

Yüksek Lisans 2004-2007 Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Müh. Anabilim Dalı Programı

Çalıştığı kurum(lar)

2002-2003 Erim Tekstil San.ve Tic. A.Ş.
2003-2004 Kuzey Ambalaj ve Kağıt San. Tic. A.Ş.
2004-2006 Kale Kapı Pencere Tic. ve San. A.Ş.
2006-2007 Kale Kilit ve Kalıp San. A.Ş.
2007-Devam ediyor Toros Tarım San. ve Tic. A.Ş.