

# 8. DERS

## ELEKTROMETAL KAPLAMA TEKNİĞİ

KAPLAMA BANYOLARI  
BÖLÜM 3  
KURŞUN, NİKEL, PALADYUM, PLATİN, RODYUM



# ELEKTROMETAL KAPLAMANIN TEMELLERİ II

## 8. DERS

### KAPLAMA BANYOLARI, BÖLÜM 3

#### İÇİNDEKİLER

AÇIKLAMA	SAYFA NUMARASI
<b>KURŞUN KAPLAMA</b>	
KURŞUNUN ÖZELLİKLERİ	1
KURŞUNUN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ	1
KURŞUN KAPLAMA BANYOLARI	1-3
FLUOBORAT BANYOSUNUN KONTROLÜ	3-7
KURŞUN SÜLFAMAT BANYOSU	7-8
ASİTLİ KURŞUN BANYOSUNDA HATA GİDERME	8-9
ALKALİ KURŞUN BANYOSU	9-10
KURŞUN KAPLAMANIN SÖKÜLMESİ	10
<b>NIKEL KAPLAMA</b>	
NIKELİN ÖZELLİKLERİ	11
NIKELİN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ	11
NIKEL KAPLAMA BANYOLARI	12-19
PARLAK NİKEL BANYOLARI	19-23
DOLAPTA PARLAK NİKEL KAPLAMA	23-25
NIKEL BANYOLARININ İŞLETİMİ	26-29
PARLAK NİKELDE HATA GİDERME	30-34
NIKEL ÇÖZELTİLERİNİN ARITILMASI	34-37
PRATİK UYGULAMA TAVSİYELERİ	38-39
ÇÖZELTİ KONTROLÜ VE ANALİZİ	39-42
NIKEL KAPLAMA MALZEMELERİ	42-45
NIKEL KAPLAMANIN SÖKÜLMESİ	45-46
YAŞANMIŞ BAZI NİKEL KAPLAMA TECRÜBELERİ	46-47
<b>PLATİN AİLESİNDEN METALLERLE KAPLAMA</b>	
<b>GİRİŞ</b>	
<b>PALADYUM KAPLAMA</b>	
PALADYUMUN ÖZELLİKLERİ	49
PALADYUMUN KAPLAMA METALİ OLARAK KULLANIMI	49
PALADYUMUN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ	50
PALADYUM KAPLAMA BANYOLARI	50-54
PALADYUM İYODÜR BANYOSU	52
PALADYUM NİTRAT BANYOSU	52
DOLAPTA PALADYUM KAPLAMA	54

# ELEKTROMETAL KAPLAMANIN TEMELLERİ II

## 8. DERS

### KAPLAMA BANYOLARI, BÖLÜM 3

#### İÇİNDEKİLER

AÇIKLAMA	SAYFA NUMARASI
<b>PLATİN KAPLAMA</b>	
PLATİNİN ÖZELLİKLERİ	54
PLATİNİN KAPLAMA METALİ OLARAK KULLANIMI	55
PLATİN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ	55
PLATİN KAPLAMA BANYOLARI	55-58
<b>RODYUM KAPLAMA</b>	
RODYUMUN ÖZELLİKLERİ	58
RODYUMUN KAPLAMA METALİ OLARAK KULLANIMI	58
RODYUMUN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ	59
RODYUM KAPLAMA BANYOLARI	59-61
PLATİN GRUBU METALLERİN SÖKÜLMESİ	59-61
PLATİN KAPLAMADA BAZI PRATİK ÖNERİLER	61-63
YAŞANMIŞ BİR RODYUM KAPLAMA TECRÜBESİ	64
SEÇİLMİŞ REFERANSLAR	64-66
ÇÖZÜLMEMİŞ PROBLEMİN CEVABI	66
8. DERSİN SINAVI	67-68

**KURŞUN KAPLAMA**

SEMBOLÜ: Pb (Plumbum)

ATOM AĞIRLIĞI: 207,2

**KURŞUNUN ÖZELLİKLERİ:** Kurşun, oldukça hafif, mavi beyaz bir metaldir. İşlenilebilir ve yumuşaktır fakat elektriksel iletkenliği kötüdür. Özgül ağırlığı 11,35' dir. Nitrik asit ve sıcak konsantre sülfürik asit haricinde çoğu reaktif tarafından kolay kolay zarar verilemez. Oksijenle tepkimeye girdiğinde değeri 2 ya da 4 olabilir.

**KURŞUNUN KAPLAMA METALİ OLARAK KULLANILIŞI:** Kurşun, paslanmaz ve aşınmaz yapısından dolayı, asitten ve korozyondan etkilenebilecek diğer metaller için çok iyi bir koruyucu tabaka niteliğindedir fakat elektrik sürücü kuvvet dizisinde demirin altındadır. Bundan dolayı demir ve çelik kaplamalarında küçük delik ve çatlak gibi kusurlardan kaçınılmalıdır. Daha önemli başka bir kullanım alanı da elektronik uygulamalarında kullanılan lehimdir\*. Rulman yüzeylerinin kaplanmasında kullanımı önemli ve oldukça yeni bir uygulamadır. Kurşun kaplamanın en sık kullanım alanları, koruma amaçlı uygulamalar ve rulman gibi mühendislik uygulamalarıdır.

**KURŞUNUN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ:** %100 katot veriminde 0,00254 cm kurşunu 9,29 dm<sup>2</sup> yüzeye kaplamak için 6,9 amper-saat enerji gereklidir. Kaplama banyolarında sadece 2 değerli kurşun kaplanabilir. 1 amper saat akımla 100% verimlilikte 3,865 gr kurşun kaplanır ve 9,29 dm<sup>2</sup> yüzey kaplayan 2 gr kurşunun kalınlığı 0,0027 cm.dir.

**KURŞUN KAPLAMA BANYOLARI**

Günümüzde pratik olarak, bütün kurşun kaplamalar asit tipi banyolarda yapılır. Bunlar fluoborat banyo, fluosilikat banyo, sülfamat banyo olarak sınıflandırılabilir. Fluosilikat banyo pratikte sadece kurşun arıtmada kullanılmasına rağmen, standart kaplama uygulamalarında diğer ikisi kadar uygun değildir, çünkü daha kararsız ve silis ile kurşun flüorür kaplama işlemini bozma eğilimindedir. Dahası, bu banyodan elde edilen kaplama diğer ikisinde elde edilen kadar iyi değildir. Sülfamat banyosu iyi sonuç verir, ama hidrolize olan eğilimi çalışma sırasında kararsızlığa sebep olur.

---

\* Lehim, 11. bölümde anlatılacaktır.

## KURŞUN FLUOBORAT BANYOSU

### Reçete 1

(Genel tank kaplama için)

kurşun fluoborat .....	760 gr
metalik kurşun .....	414 gr
serbest borik asit .....	71 gr
tutkal .....	0,85 gr
serbest fluoborik asit .....	11,34 gr
su .....	3,785 lt

### Çalışma Koşulları

Çalışma sıcaklığı: 24 - 38°C.  
Katot akım yoğunluğu: 0,54 - 5,4 A/dm<sup>2</sup>.  
Anot verimi: %100.  
Anot alanının katot alanına oranı: 2' ye 1.  
26,7°C' de çözeltinin bomesi: 21,5 - 22,0.  
Tanka uygulanan ortalama gerilim: 1 - 3 volt.  
Çözeltinin pH derecesi: 1.

**ANOTLAR:** en az %97 saflıkta kimyasal kurşun kullanın.

**TANKLAR VE MALZEMELER:** Fluoboratlar oldukça aşındırıcı olup Koroseal, kauçuk, polipropilen veya teflon kaplı ekipmanlarda tutulmalıdır. Tanklar bu malzemelerden birinden imal edilmiş olabilir.

### Reçete 2

(Dolap kaplama ve kalın, yüksek hızlı tank kaplama için)

kurşun fluoborat .....	1.772 gr
serbest borik asit .....	170 gr
serbest fluoborik asit .....	17 gr
Hidrokinon .....	38 gr
tutkal .....	0,85 gr
su .....	3,785 lt

### Çalışma Koşulları

Çalışma sıcaklığı: 24 - 38°C.  
Katot akımı yoğunluğu: 1,08 - 10,8 A/dm<sup>2</sup>.  
26,7°C' de bomesi: 38,5.  
Çözeltinin pH derecesi: 1 (maksimum).

---

\* Yüksek hızlı karıştırma ile 12,9 A/dm<sup>2</sup> ye kadar olan akım yoğunlukları kullanılabilir.

Dolap işi için dolabın içinden geçen gerilim 6 - 8 volt olmalıdır. Önceden tanımlandığı gibi ekipmanlar kullanın.

**BİR FLUOBORAT BANYOSUNUN HAZIRLANMASI:** Kurşun fluoborat konsantre sıvı olarak satılır. 3,785 lt. 3.515,4 gr. kurşun fluoborat, 48,2 gr. serbest fluoborik asit, 280,7 gr. serbest borik asit ihtiva eder. Örneğin bu konsantre ile 379 litrelik bir banyo hazırlamak için şu yolu izleyin:

### Reçete 1

Kurşun fluoborat konsantresi .....	77,6 lt
Su .....	301 lt
Kemik tutkalı .....	85 gr

Tanka 227 lt. civarında su koyun (kaliteli su kullanın, tercihen klorür ve sülfat oranı düşük olmalı). Gereken miktarda konsantre ekleyin. Ayrı bir yerde az miktarda sıcak suda tutkalı eritin ve buna ekleyin. İsterseniz şimdi gerekli miktardaki suyu ekleyebilirsiniz fakat ben her 1 lt. için minimum 15 gr. olan minimum serbest borik asit içeriği yerine daha yüksek bir değeri tercih ediyorum ve bu yüzden şimdi 5,67 kg. borik asidi minimum miktarda kullanacağınız kaynamış sıcak suyun içinde çözmenizi ve tanka eklemenizi öneririm. Daha sonra banyoyu gereken hacme suyla tamamlayın.

### Reçete 2

Yukarıda anlatılan şekilde hazırlayın. Sadece başlangıçta farklı olarak 181,7 lt. konsantre kullanarak başlayın.

Banyo hazırlandıktan sonra, banyonun pH derecesini, pH test kâğıdı ve fluoborik asit kullanarak uygun değere (0,7 - 1) ayarlayın. Nadiren de olsa, anot polarize olur ve pH derecesinin arttırılması gerekirse kurşun karbonat tuzları kullanılabilir.

### **FLUOBORAT BANYOSUNUN KONTROLÜ**

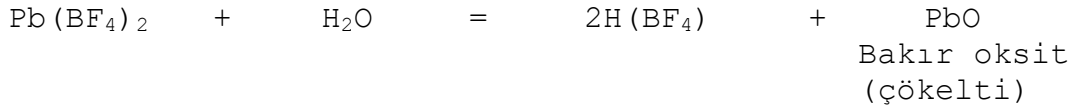
**SICAKLIK:** En iyi kaplama 24 - 38°C aralığında elde edilir. Daha yüksek sıcaklıklar size daha hızlı kaplama işlemi yapmanızı sağlayacak daha yüksek akım yoğunlukları kullanma olanağı sağlar. Eğer ısıtma bobinlerine ihtiyaç varsa Karbate bobinleri kullanın. Dolapta kaplama yapıyorsanız, çözeltinin galonu başına daha yüksek akım yoğunluğu kullanıldığında, çözeltinin sıcaklığı belirtilen aralığın üstüne çıkma eğilimi gösterir. Bu yüzden KARBATE, tantal veya teflon kaplı paslanmazdan yapılmış soğutma bobinleri kullanılmalıdır.

Kurşun bobinler önerilmesine rağmen, kurşunun çözeltide çözünür olarak kullanılması çok uygun değildir. Bipolar etkilerden kaçınmak için ısıtma ve soğutma bobinlerini yerleştirirken dikkatli olun.

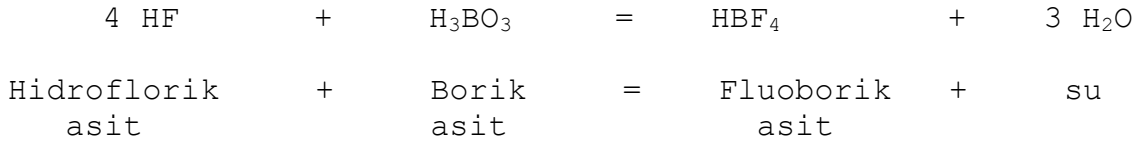
**pH:** Test kâğıdı şeritleri tarafından kontrol edilen banyonun pH derecesinin 1' den yukarı çıkması engellenmelidir. Bunun sebebi bu pH değerinin üstünde banyonun hidrolize olma eğilimi göstermesidir. Kurşun fluoborat şu şekilde gösterilebilir:



Bu tuz suda eritildiği zaman aşağıdaki tepkimenin meydana gelmesi olasılığı vardır:



Ayrıca fluoborik asidin aşağıdaki tepkimeden elde edildiği düşünülürse,



Fluoborik asit suda eridiğinde tepkime sağdan sola doğru gerçekleşme eğilimindedir. Bu şekilde elde edilmiş herhangi bir hidroflorik asit kurşun oksitle birleşip çözünmeyen kurşun florür oluşturacaktır. İlk tepkimenin soldan sağa doğru gerçekleşmesini önlemek için ortamda bir miktar serbest fluoborik asit varlığına, ikinci tepkimenin sağdan sola doğru gerçekleşmesini önlemek için ortamda bir miktar serbest borik asit mevcut olması gereklidir.

Bu durum kaplama banyolarında sıkça kullanılan bir kimya prensibini ortaya koyar: **KÜTLE ETKİ YASASI**

Bu prensibin oldukça basit açıklaması şudur: **EĞER BİR REAKSİYON HER İKİ YÖNDE DE GERÇEKLEŞEBİLİYORSA, REAKSİYON, ELDE EDİLECEK ÜRÜNÜN MİKTARININ AZ OLDUĞU YÖNDE DAHA HIZLI (VEYA DAHA KOLAY) GERÇEKLEŞİR.** Şimdi daha büyük diğer bir detaya değinelim.

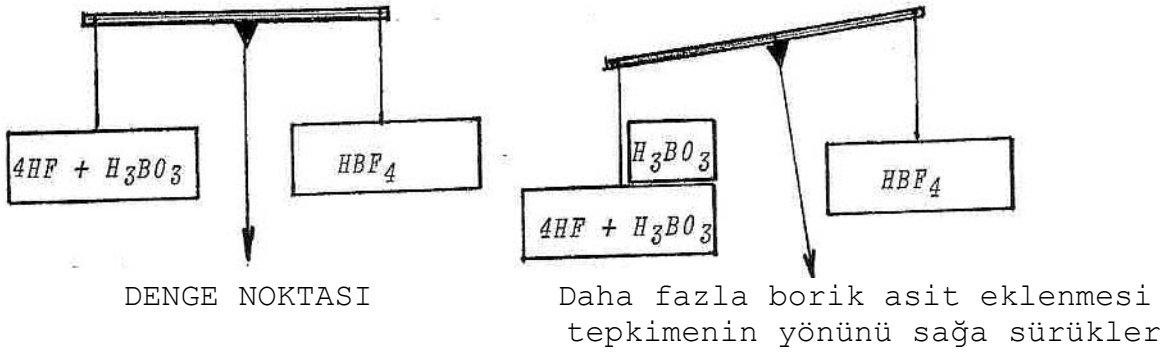
1. şekle bakarsak terazinin göstergesi tepkimenin hangi yöne doğru gerçekleşme eğiliminde olduğunu gösterir. Görülüyor ki hidroflorik asit ve borik asit reaksiyonunda bir yanda bu



iki asit birleşip fluoborik asit oluşturma eğilimindeyken diğer yanda fluoborik asit kendi bileşenlerine ayrışma eğilimindedir. Burada terazinin oku ile gösterilen eğilimler için bir denge noktası vardır. Bir taraftaki reaksiyon sonucunda oluşan üründe aşırılık varsa terazinin kefelere dengesini yitirir ve reaksiyonun yönünü gösteren ok bu dengesizliği ortadan kaldıracak şekilde hareket eder. Diğer bir deyişle, aşırı miktarda borik asit bulunması, tepkimenin daha fazla fluoborik asit oluşacak yönde yürümesini sağlar.

Şekil 1

## KÜTLE ETKİ DENGESİ



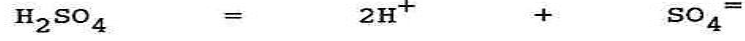
Bu elektrokaplama her zaman kullanılan genel bir prensiptir. Daha önceden gördüğümüz örneğe geri dönecek olursak, asitli bakır banyomuzda bakır sülfat ve sülfürik asit bulunmaktadır.

Bakır sülfat çözüldüğü zaman, bakır ve sülfat iyonlarını oluşturmak için iyonlaşır:



Bu iyonlaşma bir taraftan bakır sülfatın onu oluşturan iyonlarına ayrışmaya çalıştığı, diğer taraftan iyonların bakır sülfat oluşturmak için tekrar birleştiği bir kimyasal reaksiyon olarak düşünülebilir. İyonlaşmış bakır sülfatın içinde bulunduğu bu reaksiyon için bir denge noktası vardır ve denge iyonlaşmamış bakır sülfat olarak kalır. Bakır kaplamak için çözeltide bakır iyonları bulunması gerekirken, bir kerede çok fazla bakır iyonu kullanımı kristal yapıdaki bakır kaplamayı sertleştireceğinden tercih edilmez. Bu yüzden sülfat

içeren diğer bazı bileşikler bakır sülfat çözeltisinin içinde çözülüyorsa, örnek olarak sülfürik asit gibi ( $H_2SO_4$ ), asit iyonlaşır,



Çözeltide aşırı sülfat iyonu olduğundan dolayı, tepkime (1) sağdan sola yönelme eğilimi gösterir. Bakır sülfatın iyonlaşması önlenir. Bu yüzden ki sülfürik asidinkinden daha az bakır iyonu varken, daha iyi bakır kaplaması elde edilir. Bu kütle etki yasası uygulaması MÜŞTEREK İYON ETKİSİ olarak bilinir.

Verdiğimiz bu uzun ara bilgiden sonra kurşun kaplamaya geri dönecek olursak, pH tarafından belirtildiği gibi bazik kurşun bileşiklerinin çökmesini engellemek için yeterli miktarda serbest fluoborik asit mevcut olmalıdır.

**METAL İÇERİĞİ:** Metal içeriği tehlikeli değildir ve bir bome hidrometresi kullanılarak korunabilir. Formülde verilen değerlere yakındır. Daha kesin bilgi için analitik metotlara bakabilirsiniz:

#### **KURŞUN**

1. Banyodan aldığınız 5 mililitre numuneyi, içinde 200 mililitre %10 luk  $H_2SO_4$  çözeltisi bulunan 400 mililitrelik behere koyun.
2. 10 dakika boyunca yavaşça kaynatın. Soğutup çökeltinin dibine oturmasını bekleyin. %1 lik  $H_2SO_4$  ile iki kez yıkayarak, darası alınmış gooch krozesine\* süzün.
3. Kurutun, gooch krozesini porselen bir kroze yerleştirin ve yüksek ateşte 10 dakika yakın. Soğutun ve tartın.

#### **Hesaplama**

$$. . . [gram] PbSO_4 \times 136,6 = . . . [gram/litre] Kurşun$$

**AKIM YOĞUNLUĞU:** Reçete #1' de  $5,4 A/dm^2$ ' ye kadar akım yoğunluğu kullanımı mümkün ise de, kalın bir kurşun kaplaması yapmak istiyorsanız, çözelti devamlı filtre edilmiyor ve karıştırma uygulanmıyor ise, pürüzsüz bir kaplama elde etmek için  $0,5$  ila  $1 A/dm^2$  arasında kalmanız tavsiye edilir. Reçete #2' de, eğer çözelti süzülüyor ve karıştırılıyor ise, kalın kaplama elde etmek için  $5,4 A/dm^2$ ' ye akım kullanabilirsiniz. Karıştırma işlemi tel ve bant kaplama işleminde olduğu gibi oldukça şiddetli yapılmalıdır.

\* Bütün kimyasal satıcılarından temin edilebilen özel bir krozedir.

**KARIŞTIRMA İŞLEMİ:** Eğer çözeltiyi karıştırmak isterseniz, hava kullanmak yerine katot çubuğu hareketini tercih edin. Güçlü bir karıştırma için pompa, veya tel ve bant kaplama işlemlerinde olduğu gibi yüksek hızda malzeme hareketini kullanın.

**TUTKAL İÇERİĞİ:** Tutkal içeriğinin düzenlemesi için deneyim sahibi olmak ve gözlem yapmak gereklidir. İstendiği takdirde bir deney kabında veya Hull Cell kabında kullanılacak az miktardaki çözelti ile test kaplaması yapılabilir. Eğer kurşun kaplama pürüzlü görünüyorsa, kaplama tekrar düzeleneye kadar az miktarda tutkal ekleyin. Daha sonra da ana kaplama tankı için ne kadar tutkal gerektiğini hesaplayın.

**HİDROKİNON İÇERİĞİ:** İnce tanecikli bir kurşun kaplama elde etmek için, 1963' ten beri katkı maddesi olarak hidrokinon kullanılmaktadır. Hidrokinon için şimdilik basit bir analitik test yöntemi bulunmamaktadır. Bu bileşik birkaç gün sonra çözeltinin kırmızımsı bir renge dönüşmesine neden olur. Kaplamanın veya Hull Cell kabı test levhasının görsel kontrolleri bize bu katkı maddesinden ne kadar kullanılması hakkında iyi bir fikir verecektir.

### **KURŞUN SÜLFAMAT BANYOSU**

#### **Reçete**

Kurşun sülfamat $Pb(NH_2SO_3)_2$ .....	850,5 gr
Amonyum sülfamat .....	283,5 gr
Sülfamik asit .....	170,1 gr
Aloin .....	28,35 gr*
Betanaftol .....	2,84 gr
Su .....	3,785 lt

#### **Çalışma Koşulları**

Çalışma sıcaklığı: 23,5 - 49°C.  
 Çözeltinin pH'ı (aralığı): 1,3 - 2.  
 Çözeltinin pH'ı (en uygun): 1,5 (elektrometrik).  
 Katotun akım yoğunluğu: 0,54 - 4,3 A/dm<sup>2</sup>.  
 Katotun verimi: %99.  
 Anot akım yoğunluğu: 0,54 - 5,4 A/dm<sup>2</sup>.  
 Anot verimi: %100.  
 Oda sıcaklığındaki bome: 30 - 33°.  
 Tankın üzerinden geçen gerilim: 3 - 6 volt.  
 Dolap kaplama için gerekli gerilim: 9 - 14 volt.

\* İstendiği takdirde aloin-betanaftol ikilisinin yerine 2-15 gr/lt setiltrimetil amonyum bromür kullanılabilir.

Kurşun sülfamat, patentli formu dışında kolayca elde edilen bir şey değildir ve aşağıda tanımlandığı şekilde hazırlanmalıdır:

### **KURŞUN SÜLFAMAT HAZIRLAMA (379 lt = 100 galon banyo için)**

Banyo çözeltisi hazırlamak gereken suyun yaklaşık 2/3' ünü kaynama sıcaklığına kadar ısıtın, aynı şekilde kaynar haldeki 45,36 kg. sülfamik asidi bu suda çözerken, çözeltiyi kaynama sıcaklığında tutmaya özen gösterin. Şimdi, aşırı gazın oluşturabileceği zehir etkisine dikkat ederek 61,24 gr. bazik (saf) kurşun karbonat ekleyin. Hepsi çözülene kadar karıştırın ve ısıtın, daha sonra gerekli miktardaki amonyum sülfamatı içinde eritin. Şimdi gerekli hacme kadar su ekleyip soğumasını bekleyin. pH derecesini test edin ve gerekliyse, pH derecesini 1,5' e getirmeye yetecek miktarda sülfamik asit ekleyin. Eğer pH derecesi 1,3'ten az ise, sabit karıştırma ile banyoya amonyum hidroksit ekleyerek pH derecesini yükseltin. Şimdi gerekli katkı kimyasallarını ekleyin.

Banyoyu hazırlamak için başka bir yöntem de, gerekli kurşun konsantranesine ulaşana kadar, içinde yoğunlaştırılmış amonyum sülfat çözeltisi bulunan geçirgen bir kapta saf kurşun kaplama anot ve katot kullanarak sıcak sülfamik asit-amonyum sülfamat çözeltisini elektroliz etmektir.

### **ASİTLİ KURŞUN BANYOSUNDA HATA GİDERME**

<b>BELİRTİ</b>	<b>MUHEMEL NEDEN</b>
Kaplama koyu, pürüzlü, ve iyi yapışmamış.	organik kirlenme

**ÇÖZÜM:** Her 379 lt. çözelti için 1,814 kg. aktif karbon kullanarak çözeltiyi filtre edin. Sülfamat banyosunda filtreleme için Celite ya da benzeri bir yardımcı filtre tabakası kullanılmalıdır. Fluoborik banyosunda Celite veya diğer asbest tipi diğer filtreler kullanılamaz. Çünkü yavaş yavaş eriyerek banyoyu silis ile kirletirler. Fluoborat banyosunda ön kaplama için parçalanmış selüloz ya da kâğıt hamuru kullanın.

Banyoda tortu oluşumu

\* \* \* \* \*

Fluoborik banyosunda borik asit düşük veya pH 1' in üstündedir. Sülfamat banyosunda pH 1,3'ün altında ise kurşun sülfat çökmesi muhtemeldir.

**ÇÖZÜM:** pH' ı kontrol edin ve düzeltin.

\* \* \* \* \*

Kaplama gücü zayıf, yüksek  
akım yoğunluğu bölgelerinde  
kaplama süngerimsi

Düşük kurşun içeriği

**ÇÖZÜM:** Hidrometre okuması ile kurşun miktarını kontrol edin ve düzeltin.

\* \* \* \* \*

Pürüzlü ve delikli kaplama

Katkı maddeleri az.

**ÇÖZÜM:** Hull cell kabı ya da pilot çözelti testi ile kontrol edin ve gerekli miktarda ekleyin.

\* \* \* \* \*

Koyu kaplama

Bakır iyonu varlığı

**ÇÖZÜM:** Banyo çok hızlı bir şekilde bakırdan arındırılmalıdır. Renk değiştiyse sorun çözülmüştür. Aksi halde değişene kadar gece boyunca banyoya 0,54 A/dm<sup>2</sup> verin.

-----

**KURŞUN KAPLAMA İÇİN HAZIRLIKLAR:** Her iki banyoda da demir ve çelik kaplanabilmesine rağmen yapışma işlemi yeterince iyi olmadığından önerilmez. Demir ya da çelik üzerine kaplama yapılması için bakır ya da kalay önerilir. Kurşun kaplama daha yüksek sıcaklıklarda yapılacaksa, kaplama için daha iyi bir altyapı oluşturulması amacıyla temizleme sürecinin bir parçası olarak malzeme kumlanmalıdır. Kumlama işlemi, kumu malzemeden temizlemek zor olduğu için önerilmemektedir. Çelikte emilen hidrojen iyi yapışmayı önlediği için, uzun süre asitle dağlama yapılmamalıdır.

### ALKALİ KURŞUN BANYOSU

Bu banyo şekline birkaç yıl önce Almanya'da patent alınmıştır. Ama alkali kalay banyolarına benzerliğiyle bazı ilginç olasılıklar sunmasına rağmen, pek rağbet görmemiştir.

#### Reçete

Kurşun oksit (PbO).....	510,3 gr
Roşel tuzu .....	397 gr
Potasyum hidroksit .....	198,5 gr
Jelatin .....	1,7 gr
Su .....	3,785 lt

### Çalışma Koşulları

Çalışma sıcaklığı: 60 - 71°C.  
Katot akım yoğunluğu: 1,08 - 2,15 A/dm<sup>2</sup>.  
Banyo gerilimi: 0,3 - 0,6 volt.

Bu banyo çeşidi hakkında yeterince veri mevcut değildir fakat bazı gözlemcilere göre bu banyoda parlak ve yoğun bir kaplama elde edilir. En azından kurşun kaplama için ilginç bir başlangıç noktası olarak görülebilir.

### **KURŞUN KAPLAMANIN SÖKÜLMESİ**

Kurşun kaplamayı sökmek için aşağıdaki çözeltiler kullanılabilir.

#### Çözelti #1

Hacmen %10 luk p.a. asetik asit  
Hacmen %10 luk hidrojen peroksit (100 hacim)

Bu çözeltiyi toprak bir kaba koyun. Malzeme bu çözeltiye batırıldığında, çözelti kurşunu demir, çelik ve bakırdan daha iyi bir şekilde eritecektir. Çözeltinin aktivitesi yavaşladığında, taze peroksit ekleyerek tekrar hızlandırılabilir.

#### Çözelti #2

Kalın bir kaplamayı sökme işlemi gerçekleştirmek için aşağıdaki şekilde bir çözeltiyi akımlı kullanın.

Sodyum hidroksit ..... 90 gr/lt  
Roşel tuzu ..... 30 gr/lt

Anot olarak malzemeyi, katot olarak ta çeliği kullanarak 2 ila 6 Volt arası gerilim verin. Spreyden sakının.

Şimdi kurşun kaplama konusunu burada bitirip, nikel kaplamaya geçeceğiz. Metal yüzey işlemlerinde nikel kaplama çok önemlidir. Bu yüzden bu konu üzerinde fazlaca duracağız.

**NİKEL KAPLAMA**

Kimyasal sembolü: Ni

Atom ağırlığı: 58,7

**NİKELİN ÖZELLİKLERİ:** Nikel, katı haldeyken 8,9; kaplanmış haliyle 8,85 yoğunluğunda, gümüş renkli bir metaldir. Nikelin valansı (değerliği) 2 ya da 3'tür, ancak kaplama banyolarında değerliği her zaman 2'dir. Nikel korozyona karşı yüksek dirençli, oldukça sert ve fazlasıyla güçlü bir metaldir. Nikelin elektriksel direnci kabaca bakırın beş katıdır.

**NİKELİN KAPLAMA METALİ OLARAK KULLANIMI:** Nikel belki de elektrikle kaplaması en sık yapılan metaldir. Bunun nedeni nikelin muhteşem görüntüsü, korozyona yüksek direnci ve kaplama işlemi ile elde edilen çok sayıda eriyiğin ortaya çıkmasıdır. Nikel cilalı yüzeyi ile kaplanan maddenin sunulabilirliğine çok şey katması özelliği ile dekoratif kaplamada ve korozyona dayanıklı olması özelliği ile korozyona dayanıksız bir maddeyi korumak amacı ile kullanılır. Son yıllarda hızla yaygınlaşan elektronik şekillendirme (Electroforming) nikelin bir başka kullanımınıdır. Bu yöntemde göre maddeler nikel ile kaplanırken uygun şekle sokulur. Ayrıca hasar görmüş makine parçalarının tamiratında da nikel kullanılır.

**NİKELİN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ:** %100 katot veriminde 1 amper-saat elektrik ile 1,1 gr. nikel kaplanır. 9,29 dm<sup>2</sup> lik bir yüzeye 0,000254 cm nikel kaplamak için 1,9 amper-saat gerekecektir. Kaplanan bu nikelin ağırlığı 2,01 gr. olacaktır. Pek çok banyoda gerçek katot akım verimi %90-98 arasındadır.

-----

**ÖRNEK1:** 30,48 cm x 45,72 cm ölçüsündeki bir metal levhanın bir yüzüne 0,0038 cm. kalınlığında nikel kaplanacaktır. İş yapmak için kaç amper-saat gereklidir?

**CEVAP:** Kaplanacak toplam yüzey alanı = 30,48 cm x 45,72 cm yani 13,935 dm<sup>2</sup> dir. 9,29 dm<sup>2</sup> ye 0,000254 cm. kalınlığında nikel kaplamak için 2 amper-saate ihtiyacımız vardır\*. Öyleyse 0,000254 cm. nikeli 13,935 dm<sup>2</sup> alana kaplamak için  $2 \times (13,935/9,29) = 2 \times 1,5$  yani 3 amper-saat gerekir. Biz 0,0038 cm. nikel kaplayacağımız için, %100 verim durumunda  $(0,0038/0,000254) \times 3 = 44,9$  amper-saat sonucunu buluruz.

---

\* Eğer daha doğru bir sonuç elde etmek isterseniz 1,9 değeri kullanılırsa sonuç 42,7 amper-saat olacaktır ve %98 verim durumunda cevap 43,6 amper saattir. Deneyin ve görün.

%98 verim durumunda ise doğru yanıt 44,9/0,98 yani 45,8 amper-saattir. **(Unutmayın ki verim düşükse işi yapmak için çok enerjiye gerek vardır. Verim düştükçe harcanan enerji artar.)**

**ÖRNEK 2:** Toplam alanı 140 inç<sup>2</sup> (9,03 dm<sup>2</sup>)olan bir cisim nikel kaplanacaktır, kaplanacak nikelin ağırlığı 10 gramdır. Nikeli kaplamak için kaç amper-saat gereklidir? Elde edilecek kaplamanın kalınlığı ne kadar olacaktır (ortalama kalınlık)? Eğer kullanılan akım yoğunluğu 30 ASF (3,23 A/dm<sup>2</sup>) ise kaplama işlemi ne kadar sürer?

**CEVAP:** Fit<sup>2</sup> cinsinden toplam alan 140/144'tür. 10 gram nikeli kaplamak 10/1.095 amper saat ya da 9.15 amper saat sürecektir. 10 gram 0.35 ons'a eşittir (bkz: ders 1) 1 fit<sup>2</sup> de 0.0001 inç 0.074 ons ağırlığındadır. Böylece 0.0001 inç 140/144 fit<sup>2</sup> alanda (0.074).(140)/144 = 0.072 ons ağırlığındadır. Böylece ortalama kaplama kalınlığı (0.35/0.072)(0.0001 inç) ya da yaklaşık olarak 0.00049 inç olacaktır. Eğer 30 ASF ve 9.15 amper saat gerekliyse, %100 performans durumundaysa, gereken zaman akım bölü amper saate eşittir. (toplam) 30 ASF de toplam akım = (30)140/144 = 29.2 ve saat olarak gereken zaman = 9.15/29.2 = 0.313 saat ya da 18.8 dakika olur. %98 performans durumunda gereken toplam zaman = 18.8/0.98 ya da 19.2 dakika olur.

**PROBLEM 1:** Çapı 10 inç olan bir küre 0,001 inç kalınlığında nikel tabakasıyla kaplanacaktır. İzin verilen akım yoğunluğu 40 ASF' dir. Akım yoğunluğunun uniform (her yerde aynı) olduğunu düşünerek, banyonun katot veriminin %96 olması durumunda aynı işlem dakika cinsinden ne kadar sürer?

### **NİKEL KAPLAMA BANYOLARI**

Kullanılabilecek birkaç farklı nikel banyo reçetesinden her bir çözelti kompozisyonunun kendine has bir kullanımı vardır. Burada hepsine değinilmeyecektir (dersin sonunda kaynakçada pek çoğuna rastlayacaksınız), ancak ben sizlere en önemli olanlardan birkaçını göstereceğim ve nasıl kullanıldıklarını anlatacağım.

### **MAT BEYAZ NİKEL BANYOSU**

Bu en eski banyo tiplerinden biridir ve pek kullanıcı bulmaz çünkü elde edilen çözelti genellikle mat ve işlenemeyecek kadar kırılıgandır, ayrıca bu tip banyolar yüksek akım yoğunluklarının kullanımına izin vermez.



**Reçete**

Tek Nikel tuzları .....	453 gr
Amonyum klorür .....	85 gr
Borik asit .....	113 gr
Su .....	3,785 lt

**Çalışma Koşulları**

Katot akım yoğunluğu: 1,08 A/dm<sup>2</sup>  
Sıcaklık: oda (21 - 26,7°C)  
Anotlar: %99 haddelenmiş depolarize.  
pH (kolorimetrik): 5.4 - 6.0  
Voltaaj: yaklaşık 2 Volt

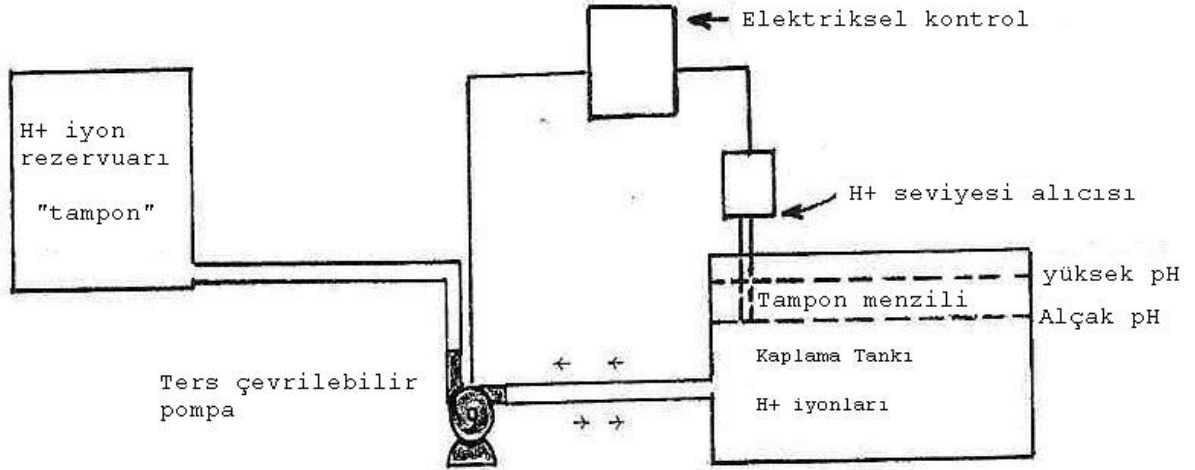
Şimdi isterseniz bu tür bir banyo oluşturabilirsiniz, ancak ben tavsiye etmiyorum. Bu bilgileri tarihsel nedenlerden dolayı verdim. Ve konuyu ilgi çekici kılmayı hedefledim.

İlgi çekici ilk nokta "tek nikel tuzları" terimidir. Sıkça, özellikle eski tip formüllerde tek ve çift nikel tuzları terimiyle karşılaşabilirsiniz. Bu eski moda terimler çoktan kitaplardan çıkarılmış olmalıydı ancak yeni tip kaplama aletlerinin başına bela olmak için hala kullanılmaktadır. Tek nikel tuzları, yedi molekül su ile birleştirilmiş nikel sülfat yerine kullanılan eski tip terimdir. Formülü: NiSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O ve uzun ismi nikel sülfat hepta hidrat'tır (hepta Latince yedi anlamına gelir) "Tek Nikel tuzlarının" içeri bununla sınırlı olsaydı o zaman bu terimi kullanmak yerinde olurdu ancak ne yazık ki çok yaygın bir başka tek nikel tuzu olan ( diğeri kadar tek olan ) nikel sülfat hekza hidrat ( NiSO<sub>4</sub> 6H<sub>2</sub>O ). Daha önce belirttiğimiz gibi, kristalleştirmede kullanılan su miktarı tuzun ağırlığında değişikliklere sebep olur ve bu işin zorlaştığı noktadır. Her koşulda hekza hidrat ile hepta hidratın yerini değiştirebilirsiniz: %100 Hepta hidrat gereken bir koşulda hekza hidratın %95,7'sini kullanarak aynı sonucu elde edersiniz. Çift nikel tuzları ise nikel sülfat ile amonyum sülfat ve 6 molekül suyun kristalleşmesidir (NiSO<sub>4</sub> . (NH<sub>4</sub>)SO<sub>4</sub>. 6H<sub>2</sub>O)

İkinci ilgi çekici nokta ise nikel kaplama çözeltisinin olduğu her yerde genellikle klorür iyonlarının ve borik asidin bulunmasıdır. Klorür iyonları genellikle gereklidir çünkü nikel anotları pasiftir (çözölmeye istekli olmazlar). Klorür iyonlarının olması halinde nikel anotları çözölmeye istekli hale gelirler. Bu durumda klorür iyonları "depolarize edici" görevi görürler (bkz: ders 2). Borik asidin rolü ise tampon mekanizma olmaktır.

İkinci derste de belirtildiği gibi tampon çözülme esnasında çözeltide pH'ın değişmesine karşı koyan maddedir. Borik asit gibi bir tampon nasıl çalışır? En basit açıklama şöyle olacaktır: Borik asit kısmen iyonize olmuş zayıf bir asittir, suda çözülmesi halinde çözeltiye çok az hidrojen iyonu verecektir. Yine de bir şeyler o anda çözeltideki hidrojen iyonlarını ortadan kaldırma görevini üstlenir, örneğin hidrojenin katottan çıkarılması gibi, borik asidin iyonize olmamış kısmı ortadan kaldırılmış hidrojen iyonlarının yerine sürekli yenisi koymak için bir rezervuar görevi görmektedir. Her tampon sistemi kendine ait bir en iyi işleyen pH miktarı vardır (genellikle 2 pH değeri arası). pH aralığında, aralık dışında olan neredeyse tamamen işlevsizdir dolayısıyla artık tampon işlemini yerine getirmez. Borik asit nikel çözeltilerinde en iyi çalışan 4'ten 6'ya bir pH menziline sahiptir. Bu menzilin dışında tam bir tampon mekanizması değildir ancak bir kaplama banyosunda başka işlere yarayabilir. Şekil 2 size tampon mekanizmasının nasıl çalıştığına dair kaba bir fikir verecektir.

**Şekil 2**  
**TAMPON: pH SEVİYESİ KONTROLÜ**



İlgi çekici üçüncü nokta pH'ın 5.4 ile 6 kolorimetrik arasında tutulmasıdır. Kaplama çözeltisinde pH'a ve hidrojen iyon konsantrasyonuna karar verilmesinde farklı birkaç yol olduğunu ders 5'te görmüştük. Ayrıca içinde belirteçler olan (Hidrojen iyonuna duyarlı boyalar) ve farklı pH değerlerinde renk değiştiren pH test kağıtları tüm kaplama amaçları için yeterlidir. Nikel kaplama banyoları pH değişikliklerine oldukça duyarlıdır ve bu yüzden bu tür çözeltilerin pH değerlerinin dikkatle ölçülmesine özen gösterilmelidir.

En doğru metot kaplama banyosunda iki elektrodun arasındaki pH miktarını ölçen pH metrelerdir. İki elektrot arasında üretilen voltaj çözeltideki hidrojen iyonun sayısını ölçmek için doğru ölçektir. Bu şekilde yapılan pH ölçümü belirticilerle kâğıt kullanılarak yapılan Kolorometrik pH ölçümüne karşı ELEKTROMETRİK ölçümdür.

AKILDA TUTULMASI GEREKEN NOKTA KOLOROMETRİK pH ÖLÇÜMÜ ELEKTROMETRİK ÖLÇÜMLE ÖLÇÜLEBİLEN pH'IN  $0.5 (1/2)$ İNİ ÖLÇEBİLECEK KAPASİTEDEDİR. Kâğıtla yapılan ölçüm ancak buna izin vermektedir ve tutan renkler ile ölçüm yapılır. Bu küçük ama kesin fark bizi burada ilgilendirmemektedir. Ancak yine de akılda tutulmalıdır çünkü nikel kaplama banyolarında iki yolun farklı imkânları kullanılacaktır. Nikel kaplama banyoları hakkındaki yazılanlarda ve pek çok formülde pH hem elektrometrik hem de kolorimetrik verilecektir. pH'ın verildiği ancak ölçme aracının verilmediği durumlarda ölçme aracı elektrometrik.

**ÖRNEK 3:** Bir nikel kaplama banyosu formülünde pH elektrometrik 3.5'ten 4'e ölçülmüştür. pH ölçme kâğıtlarının (pH elektrometrik birimlerde değilse) banyoya uygun pH 'ta tutmak için ne miktarda pH okuması gerekir?

**CEVAP:**  $4(3.5+0.5)$ 'ten  $4.5(4+0.5)$  kolorimetrik

**ÖRNEK 4:** Bir kaplama banyosunda pH metot belirtilmeden 2'den 2.5'e ölçülmüştür. Bu miktarda, ölçmek için kullanacağınız test kâğıtlarının ölçme sınırının kaç olması gerekmektedir?

**CEVAP:** 2.5'ten 3.0'a

Bu yan açıklamayı yaptıktan sonra şimdi asıl konumuz olan nikel kaplama banyolarına geri dönebiliriz.

Sıradaki formül oda sıcaklığında işletilmek için müthiş bir formüldür. Bu benim bulduğum tel haline getirilebilir, tamponlanabilir metal tortuları elde etme yöntemidir. Parlak bir kaplama çözeltisi değildir, ancak koruyucu bir nikel tabakası ya da cilalanacak bir tabaka elde etmek mümkündür.

### **TEK NİKEL ÇÖZELTİSİ (MAT)**

#### **Reçete**

nikel sülfat (hepta hidrat) .....	510 gr
nikel klorür (heksa hidrat) .....	283 gr
magnezyum sülfat .....	57 gr
borik asit .....	113 gr
su .....	3,785 lt

#### **Çalışma Koşulları**

Sıcaklık: oda sıcaklığı (22 - 26,7°C)  
Katot akım yoğunluğu: 2,15 A/dm<sup>2</sup>  
pH (kolorometrik): 4.0 - 4.5  
anot katot oranı: 1.5'a 1.

**NİKEL BANYOLARI İÇİN KAPLAMA TANKLARI:** Bu derste anlatılan nikel kaplama banyoları şu tip tanklar ile güvenle oluşturulabilir: kauçuk çizgili çelik, teflon çizgili çelik, polietilin ya da polipropilin (çözeltinin etrafına hava üflenerek) ve/ve ya fiberglas - plastik bileşimleri.

Katot çubuğu vasıtasıyla ÇALKALAMA izin verilen akım yoğunluğunu arttıracaktır. Parlak kaplama banyolarında çalkalanma genellikle çözelti ve hava üflenerek ya da çözelti pompalanarak sağlanır.

Bahsi geçen banyolarda FİLTRELEME duruma göre ya da sürekli yapılabilir. Parlak, yüksek akım yoğunluğu banyolarında sürekli filtreleme şarttır.

Mümkünse çözeltinin 2/3'ünü kaynayana kadar ısıtın. Borik asit içinde çözün ve nikel sülfat ve nikel klorür ile devam edin. Mümkünse çözeltiyi soğutun ve filtreleyin.

Not: İşlem esnasında çözeltiyi 49°C'a kadar ısıtmak daha kaplamanın daha yumuşak ve biçimlendirilebilir olmasını sağlar.

**WATTS TİPİ NİKEL ÇÖZELTİSİ (GRİ)**

Sıradaki iki reçete Prof. Watts'ın formülü üzerine kurulmuştur ve tüm parlak nikel kaplama çözeltilerine kaynaklık ederler. Daha sonra değineceğimiz parlatma mekanizmalarına buradaki tariflerde yer verilmemiştir. İki reçete de kalın nikel kaplamada kullanılabilir ve muhteşem sonuçlar verirler.

**DÜŞÜK pH WATTS BANYOSU****Reçete**

Nikel sülfat (hepta hidrat) .....	1276 gr
Nikel klorür (heksa hidrat) .....	198,5 gr
Borik asit .....	142 gr
Su .....	3,785 lt

**Çalışma Koşulları**

Çalışma sıcaklığı : 65,6°C.  
pH (elektrometrik) : 2.0 - 3.5.  
Akım yoğunluğu : 4,3 - 8,6 A/dm<sup>2</sup>.  
Anot katot oranı: 1.5'a 1.

Oda ısısında kullanılan metodun aynısını yukarıda tanımlanan banyo için kullanınız.

**YÜKSEK pH WATTS BANYOSU****Reçete**

Nikel sülfat (hepta hidrat) .....	907 gr
Nikel klorür (heksa hidrat) .....	170 gr
Borik asit .....	113 gr
Su .....	3,785 lt

**Çalışma Koşulları**

Çalışma sıcaklığı: 57,2°C.  
Akım yoğunluğu (katot) : 4,3 - 6,45 A/dm<sup>2</sup>  
pH (elektrometrik): 4.5 - 5.5  
Anot katot oranı: 1.5'a 1.

**PINNER - KINNAMAN BANYOSU**

Bu özel banyo ile Watts banyosunda olduğundan daha iyi kaplama elde edilir ve karıncalanma daha az olur.

Bu banyonun özgül direnci Watts tipi banyolara göre oldukça düşük olduğundan, belli bir akım yoğunluğuna ulaşmak için çok daha az elektrik gücü gerektirmesi en üstün yönlerinden biridir. (Watts tipi bir banyonun oda ısısında ortalama direnci 20 ohm cm'dir, böylece güç gereksinimlerinde %50'ye yakın tasarruf söz konusu olacaktır. bkz: ders 1). Bu banyo özellikle aşınmış yüzeyleri tamir etmede faydalıdır, çünkü güçlü ve diğerlerine nazaran daha sert bir nikel kaplama sağlar.

### Reçete

Nikel sülfat (hepta hidrat) .....	765 gr
Nikel klorür (hekza hidrat) .....	680 gr
Borik asit .....	150 gr
Su .....	çözeltiyi 3,785 lt.ye tamamlayacak kadar

### Çalışma Koşulları

Çalışma sıcaklığı: 60°C.  
pH (elektrometrik) : 1.5 - 2.5.  
Katot akım yoğunluğu: 8,6 - 10,76 A/dm<sup>2</sup>.  
Anot katot oranı: 1.5'a 1.

Bu koşullarda kullanılan bir çözelti, ilave bir parlaklaştırıcı kullanılmadan yarı parlak kaplama verecektir.

### **NİKEL SÜLFAMAT BANYOSU**

Nikel sülfamat banyosu, elektrikli şekillendirmede ve kalın yumuşak kaplama elde etmek gerektiğinde kullanılan önemli bir banyo tipidir. Kaplamanın çekme gerilmesi daha düşük olur (Elektrikle kaplanmış metallerin iç gerilmeleri hakkında 14. Ders' te elektrikle kaplamanın özelliklerini test etmeyi ele aldığımız kısımda daha fazla bilgi edineceksiniz.)

### Reçete

Nikel sülfamat (Ni[SO <sub>3</sub> NH <sub>2</sub> ] <sub>2</sub> ) .....	337,5 gr/lt
Nikel klorür (hekza hidrat) .....	15 gr/lt
Borik asit .....	37,5 gr/lt
Eğer gerekiyorsa çukur önleyici (anti-pit) kimyasalı*	

---

\* Yüzey gerilimini 40 dyne/cm<sup>2</sup> nin altına düşürmek için uygun bir nemlendirici veya çözeltinin her galonu için 0,1 - 0,2 ml. %30 luk hidrojen peroksit kullanın. Eğer kaplama çözeltisi çok temiz ve saf ise genellikle çukur önleyici kullanmaya gerek kalmaz.

### Çalışma Koşulları

Çalışma sıcaklığı: 49°C.

pH: 4 - 5.

Akım yoğunluğu : 2,69 - 10,76 A/dm<sup>2</sup>.

Özel önlem: Hidrolizi azaltıp nikel amonyum sülfat açığa çıkaracağından 60°C'nin üstünde ya da pH 3'ün altında çalıştırmayın.

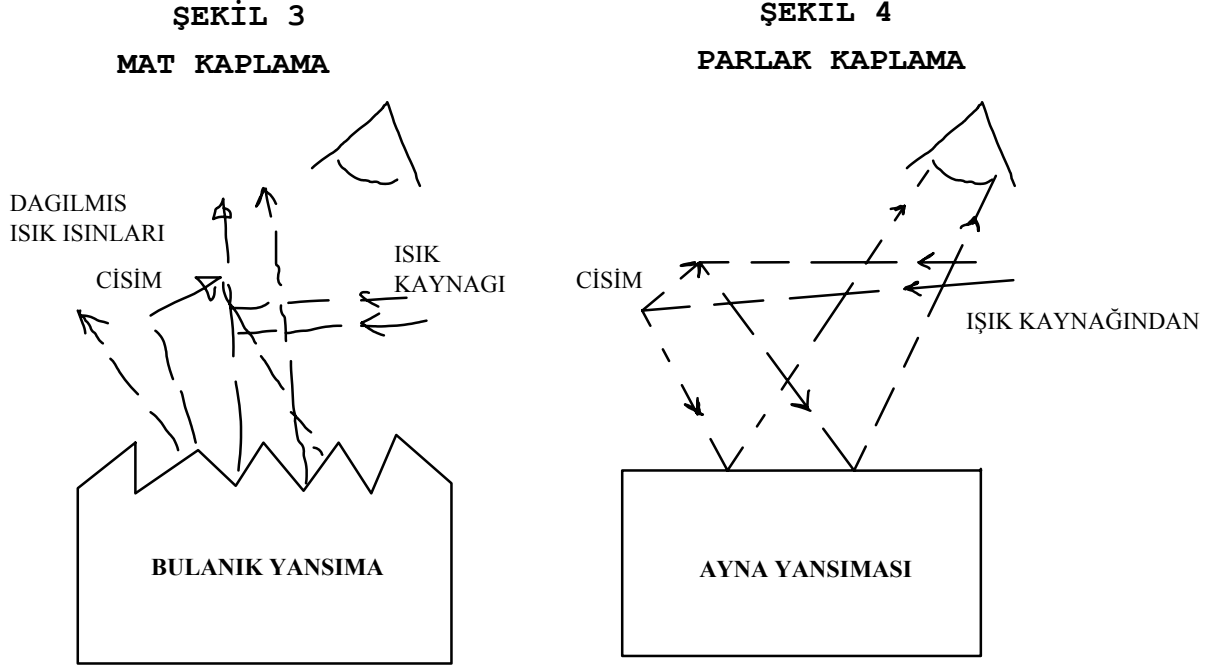
Bu banyonun biraz değiştirilmiş şeklinde nikel bromür kullanılarak, çekme gerilmesi daha düşük kaplama elde edilir. Nikel bromürlü versiyonu ilk kez 1957'de tavsiye edilmiş bir fikirdi ancak, o zamanlar saf nikel bromür elde etmek çok zor olduğu için kullanımı daha sonraya bırakılmıştır. Şu anda halihazırda ticari üreticiler tarafından sağlanmaktadır. 15 gr/lt nikel klorür yerine 22,5 gr/lt nikel bromür kullanın. Bu çözelti de diğerleri gibi dolap kaplamada kullanılabilir.

### **PARLAK NİKEL BANYOLARI**

Son yıllarda ayna parlaklığında metal kaplamalar yapmaya yarayan yeni tip banyolar geliştirilmiştir. Parlak kaplamalar yapma işi kaza sonucu ortaya çıkmıştır. William Millward adında Elkington Kardeşler Kaplama Fabrikası, Birmingham, İngiltere'de çalışan bir işçi, gümüş kaplama banyosuna kazara karbon disülfat düşürmüştür. Aynı biçimde, muhtemelen sonradan uydurulmuş olduğu düşünülse de, nikel parlatma işi de kazara ortaya çıkmıştır. Muhtemelen bir kaplamacı takma dişini kaplama kazanına düşürmüş ve parlak nikel kaplama ortaya çıkmıştır. O zamanlar takma diş ağızdaki yerinde sakız "gum tragachant" denen bir yapışkan madde ile duruyordu, görünüşe göre bu kolloidal maddenin bir parlatma gücü vardı. Ancak bu eski tip parlaticıların sınırlı bir etkisi vardı, tortu kalınlaştıkça parlaklığını yitiriyordu. Daha sonra bilimsel araştırmalar vasıtasıyla daha etkili parlaticılar bulunmuş ve parlak kaplama bugünkü duruma gelmiştir. Bu doğal olarak şu soruyu akla getirir: BİR ÇÖZELTİNİN PARLAK KAPLAMASINI SAĞLAYAN ŞEY NEDİR?

Bu sorunun cevabı hala tam olarak açıklığa kavuşmamıştır ancak belki şu şekilde açıklanabilir. Şekil 3' teki gibi sıradan bir elektro kaplamanın yüzeyini ele alın. Bu kristaller nispeten büyüktür ve yüzleri farklı yönlere bakmaktadır. Şu açıktır ki böyle bir yüzeye çarpan ışık dağılacak ve görüntünün yansımaları net olarak görmek mümkün olmayacaktır.

Peki ya eğer şekil dörtteki gibi, kaplama çözeltisinin mikro dağılımındaki düzeltmelerle daha pürüzsüz bir sonuç elde edilirse? Hala dağılmakta olan ışık vardır, ancak öncekinden daha azdır, ve muhtemelen pürüzsüz yüzeyden yansıyan görüntü hala bulanık olacaktır. Şimdi yapılması gereken kaplamanın kristal boyutunu küçültmektir.



*Parlaklığı sağlamak için yüzey pürüzlülüğü, görünür ışığın dalga boyuna eşit veya daha küçük olmalıdır. \**

Bir şekilde bu başarılabilirse, kristal yüzleri birbirinden biraz farklı yönlerde baksa da ışığın çoğunu ayna yansımalarıyla yansıtacaklar, böylece kesin bir görüntü oluşacaktır. Parlak kaplamanın ana ilkesi budur.

Bazı parlaticıların etkisiyle kristal yüzlerinin sıralandığını (tercih edilen bir doğrultuda dizildiğini) gösteren bazı kanıtlar vardır. Ama başka kanıtlar da bu şekilde yapılmadan da parlak kaplamalar elde edilebildiğini göstermişlerdir.

\* Parlaklık için kıstas, yüzey pürüzlülüğünün hemen hemen görünür ışığın dalga boyu olan 0,4 mikrondan daha az olmasıdır.



Açıkça bellidir ki aşağıdaki üç şeyden en az ikisi parlak kaplama elde etmek için gereklidir 1) İYİ BİR MİKRO DAĞILMA (dengeleme ya da pürüzsüzleştirme) 2) TEK TİP (uniform) KÜÇÜK KRİSTALLER; ve 3) SIRALANMIŞ KRİSTAL YÜZLERİ. Modern parlak nikel banyolarında pürüzsüzlüğü sağlamak için kullanılan katkı kimyasalı, metal yüzeyinin çukur kısımları kaplanana kadar tepelerin kaplanmasını engeller. Aynı zamanda bu katkı kimyasalları kristallerin sadece belli doğrultularda ve daha da önemlisi belli bir boyuta kadar büyümelerini sağlar ki, kristal boyutları arasında sadece çok küçük farklar vardır. Kaplamanın nasıl büyüdüğüne dair 2. derse bakarsanız, pek çok kristal çekirdeğinin şekillendirilmesi gereğini ve bu kristal çekirdeğinin sınırlı bir ölçüde ve kesin yüzlerle büyüyeceğini görürsünüz. Hiç şüphe yoktur ki bazı pürüzsüzleştirici ve parlatici kimyasallar kaplamanın yapısına dahil edilmiştir.

Bu size neden bir banyonun parlak kaplayacağına dair fikir verecektir.

Uygulama reçetelerine tekrar dönmeye önce bu bağlamda son yıllarda nikel kaplamanın korozyona daha dayanıklı olmasını sağlamak için kaydedilen gelişmeleri gözden geçirmekte fayda vardır.

Sizin de gördüğünüz gibi nikel kaplamanın parlak hale gelmesini sağlayan şey ortalama kristal boyutunun büyük oranda küçültülmesidir. Ne yazık ki bu gelişmenin bir bedeli olacaktır, arttırılmış kimyasal aktivite, örneğin, nikelin daha çabuk paslanmasına sebep olacaktır. Bunun sebebi daha küçük kristallerin birim hacimdeki yüzey enerjilerinin büyük kristallere göre daha fazla olmasıdır. (1. dersten hatırlayınız, bir yüzey daima minimum hale gelmek ister, ve büyük bir kristal oluşturmak için birleşen çok sayıda küçük kristalin TOPLAM YÜZEY ALANI öncekinden DAHA KÜÇÜK olacaktır. Bu yüzden küçük kristaller, büyük kristallere göre birim hacim başına daha fazla serbest enerjiye sahiptirler.)\* #

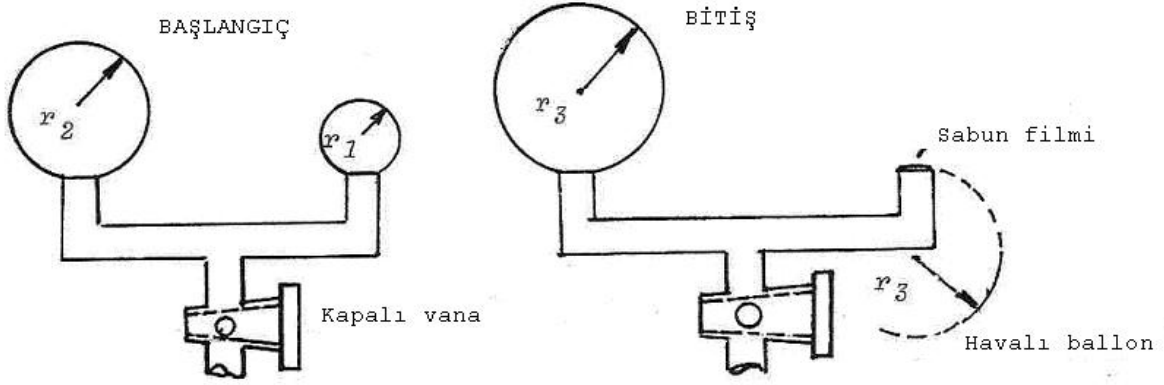
---

\* Şekil 5' te, bu prensibi doğrulamak üzere yapılan ilginç bir deneyde iki ayrı sabun köpüğüne birbirine bağlı iki ayrı pipetten üflenmesi görülmektedir. Biri diğerinden daha büyük iki köpük balonuna birlikte üflenirse ne olur? Küçük balon büyür mü? Bu deney yapıldığında elde edilen sonuç şaşırtıcıdır. Büyük balon daha çok büyürken küçük balon gittikçe küçülür. Bunun sebebi küçük balonun içindeki basıncın büyük balonunkinden daha fazla olmasıdır ve sistemdeki basınç, birim hacimdeki yüzey enerjileri birbirine eşitlenip her iki eğri yüzeyi de aynı olana kadar eşitlenmeyecektir.

# Küçük kristallerden oluşan kaplamalar genellikle büyük bir gerilmeye maruz kalırlar, bu yüzden korozyona karşı dirençleri azdır.

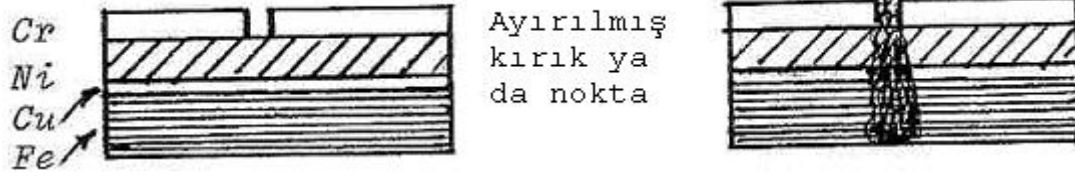
## Şekil 5

## İKİ BALON DENEYİ



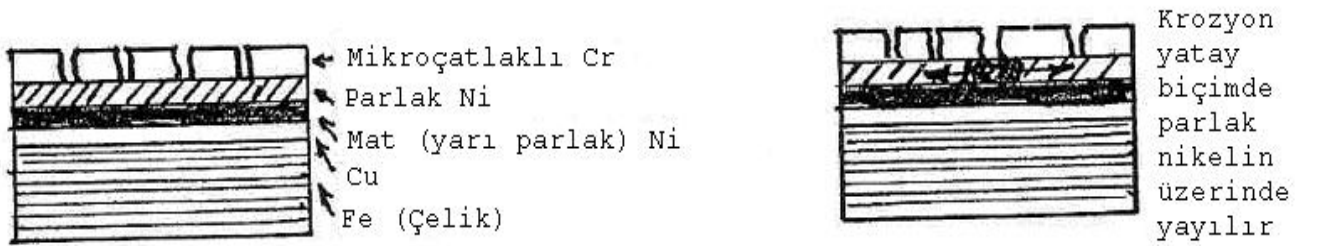
Bu yüzden 4 no.lu enerji prensibine göre (ders 1) küçük kristaller büyük kristallerden daha kararsızdırlar ve küçük kristaller er ya da geç çevreleriyle tepkimeye girecekler, bu da onların serbest enerjilerini düşürecektir. Pek çok metal doğada en az serbest enerjili hallerinde, bileşik ya da tuz olarak bulunurlar (örneğin demir doğada demir oksit olarak bulunur). Bu nedenle aşındırıcı (korozif) bir maddenin bulunduğu bir ortamda küçük kristaller büyük kristallerden daha çabuk saldırıya uğrayacaklardır. Bu korozyona daha dayanıklı çift hatta üç tabakalı nikel kaplamaların geliştirilmesine sebep olmuştur, bu durumda nikel kaplama araba tamponlarında olduğu gibi krom bir tabaka ile kaplanır.

Şekil 6'da gösterildiği gibi üzerine krom kaplanmış bir parlak nikel tabakasında korozyon çukuru oluşabilir. (krom nikelden biraz daha asildir ve bu bileşim, ortamda içinde karbondioksit gibi çözülmüş halde bazı maddeler bulunduran nemin varlığı durumunda küçük bir korozyon hücresi oluşturabilir. Bu durumda nikelin bir kısmı çözünür ve küçük bir çukur oluşur. Eski usül kaplamada tümüyle parlak nikel kaplanmaktaydı ve kaplanmış nikel, çelik veya çeliğin üzerine kaplanmış bakırla direkt temas olana kadar çözünürdü. Çeliğin üzerine kaplanmış bakır açığa çıkmışsa çözülmeye başlar, bundan sonra çelik aşınır ve tamponunuzda bazı küçük mat noktalar görmeye başlarsınız. (bu artık bir problem değildir çünkü otomobillerde artık krom kaplı tampon kullanılmamaktadır.)

**Şekil 6****TEK PARLAK NİKEL KAPLAMA**

Korozyon ayrılmış bir noktayla (çatlak) belirtilmiştir. Parlak nikelden aşağıya doğru inerek demir (ya da çeliğe) ulaşır.

Şimdi en üst kaplama genellikle mikro-çatlaklı haldeki kromdur(bu dersin 6-C kısmına bakınız), onun altında ince bir parlak nikel tabakası bulunur, altında daha kalın bir yarı parlak nikel tabakası bulunmaktadır. Bu şekilde paslanma şekil 7'de gösterildiği gibi direk çeliğe ulaşamaz, kromdan sonra parlak nikel tabakasında yanlara yayılarak devam eder ve büyük kristallere sahip yarı parlak nikel üzerinde durur. Bu sayede çok uzun bir süre arabamızın tamponunda paslı noktalar oluşmayacaktır. Korozyon işleminin süreci ders 15'te daha detaylı verilecektir (tüm programı alan öğrenciler için).

**Şekil 7****DUPLEX (ÇİFT KATLI) SİSTEM**

Şimdi uygulamadaki konulara geri dönelim

**DOLAPTA PARLAK NİKEL KAPLAMA**

Bu çözelti küçük parçaları dolapta parlak nikel ile kaplamak için mükemmeldir. Hareketsiz kaplama için de işe yarasa da elde edilen kaplama biraz gevrek olur.

**Reçete**

Nikel sülfat (hepta hidrat) .....	680 gr
Nikel klorür (heksa hidrat) .....	227 gr
Borik asit .....	113 gr
Kobalt sülfat (hepta hidrat).....	28,5 gr
Kadmiyum klorür .....	1 gr
Para-toluen sülfonamit .....	2 gr
Su .....	3,785 lt

**Çalışma Koşulları**

Çalışma sıcaklığı: 32,2 - 43,3°C.

pH (kolorometrik): 5.5.

Akım yoğunluğu: Katot akım yoğunluğu konu olduğu sürece özel bir tavsiye yapılmayacaktır, çünkü dolapta kaplanan yüzey alanı değişkendir. Ancak dolaba uygulanacak 10 - 12 Volt arasında bir gerilim yaklaşık olarak doğru akım yoğunluğunun elde edilmesini sağlayacaktır.

Dolap işinde çalışmak için birim alanda sahip olduğu açıklık miktarı (deliklerin toplam alanı) çok olan dolaplar seçin\*, böylece elektriksel direnci azaltmış olursunuz. Ayrıca malzemenin bir araya toplanmasını engelleyici önlemler alınız, "yuva oluşması" durumunda bazı kısımlara normalinden fazla akım yoğunluğu verilirken diğer kısımlara ise gerekenden çok daha az verilir. Kaplanan malzeme ile hattın negatif tarafı (katot) arasındaki temas olabildiğince iyi olmalıdır yoksa kaplama bozuk ve çizikli olabilir. Eğer çözeltiyi tankta kaplama yapmak için kullanıyorsanız, 2,69 - 4,3 A/dm<sup>2</sup> katot akım yoğunluğunda iyi çalışacaktır. Dakikada 1,8 - 3 mt. katot çubuğu hareketiyle karıştırma uygundur.

**PARLAK NİKEL BANYOSU****Reçete**

Nikel sülfat (hepta hidrat) .....	322 gr/lt
Nikel klorür (heksa hidrat) .....	45 gr/lt
Borik asit .....	37,5 gr/lt
Para-toluen sülfonamit .....	1 gr/lt
Kloral hidrat .....	0,6 gr/lt

---

\* Delik boyutları küçük parçalar düşmeyecek ya da tıkamayacak boyutta olmalıdır.

**Çalışma Koşulları**

Çalışma sıcaklığı: 60°C.

Akım yoğunluğu: 5,38 A/dm<sup>2</sup>.

pH (elektrometrik): 4.

Çukur önleyici (antipit): Yüzey gerilimini 35 dyn/cm<sup>2</sup> ye düşürmek için, Duponol M. E. veya muadili.

**WEISBURG'UN PARLAK NİKELİ\***

Bu patentli çözelti oldukça parlak kaplamalar veren bir yöntemdir. Diğer ticari parlak nikellerden karmaşık organik bileşimler içermemesi yönüyle ayrılır.

**Reçete**

Nikel sülfat (hepta hidrat) .....	907 gr
Nikel klorür (heksa hidrat) .....	113 gr
Nikel format .....	170 gr
Kobalt sülfat (hepta hidrat) .....	14 gr
Formaldehit .....	935 gr
Borik asit .....	113 gr
Su .....	3,785 lt

**Çalışma Koşulları**

Çalışma sıcaklığı: 63°C.

pH (elektrometrik): 3.7.

Akım yoğunluğu (katot): 4,3 - 6,45 A/dm<sup>2</sup>.

Anot katot oranı: 1.5' e 1.

Sizlere burada örnek olarak verdiğimiz bazı parlak nikel kaplama reçeteleri halen kendi kaplama çözeltilerini kendileri yapan kişiler tarafından kullanılmakta olup, son yirmi yılın eğilimi patentli parlak nikel banyoları kullanma şeklinde olmuştur. Bunun nedenlerini anlamak çok zor değildir. Birincisi, onların araştırma departmanları daha iyi parlaticılar ve formüller geliştirmişlerdir. İkincisi, bu parlaticılar daha dayanıklı ve kontrol edilmesi daha kolaydır. Üçüncüsü, eğer bir problemle karşılaşırsanız firmadan her zaman yardım alabilirsiniz - ya da size yardım edene kadar başının etini yiyebilirsiniz. Tabi tüm bu faydaların bir fiyatı vardır, nikel kaplamanın maliyeti biraz artmaktadır. Ancak pek çok kaplamacı bu küçük maliyet artışını faydalarını düşünerek tercih etmişlerdir.

---

\* Bu banyo yavaş yavaş demode olmaktadır. Fakat İngiltere' de belli bir oranda kullanılmaktadır.

**NİKEL BANYOLARININ İŞLETİMİNDE GENEL FAKTÖRLER**

**ÇALIŞMA SICAKLIĞI:** Çalışma sıcaklığını arttırmak kaplamayı yumuşatır ve zor kırılır hale getirir. Ayrıca tüm diğer şartlar aynı kaldığı halde kaplamada yanmaya sebebiyet vermeden 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.

**METAL TUZU KONSANTRASYONU:** Metal tuzu konsantrasyonunun arttırılması daha iyi bir dağılma gücü (tabi bazı istisnalar hariç), biraz daha pürüzsüz ve daha iyi mekanik özellikleri olan kaplamalar verir (örneğin kaplamanın kırılabilirliği - gevrekliği azalır ve kaplamada daha az gerilme oluşur.) Aynı zamanda daha yüksek akım yoğunluklarının kullanımına fırsat verir.

**pH:** pH'ı düşürmek genellikle kaplamada soyulma ve çatlama olmadan daha yüksek akım yoğunluklarının kullanılabilmesini sağlar. Ayrıca anot verimini arttır böylece pH daha uzun süre sabit kalacağından banyoyu sürekli nikel tuzları ekleyerek tamamlamak gerekmez. pH'ı yükseltmekse özellikle düşük akım yoğunluklarında iken karıncalanmayı (çukurlaşma) azaltır, katot verimini arttırır ve dağılma gücünü yükseltir.

**KİRLETİCİLER:** Nikel banyoları, özellikle de parlak nikel banyoları kirleticilerden çok kolay etkilenirler. Konsantrasyon açısından düşünüldüğünde önemsenmeyecek kadar az miktarlardaki maddelerin etkileri şaşırtıcı biçimde büyük olabilir. Örneğin, bir galon nikel kaplama çözeltisine karışmış 0,03 gr bakır, kaplamanın düşük akım yoğunluğu alan kısımlarının daha koyu ve kırılabilir hale gelmesine neden olabilir. Bu konuyu takiben verilecek olan sorun giderme tablosundan ve sizden yapmanız istenecek olan deneylerden de görebileceğiniz üzere, çok küçük miktarların büyük zararları olabilir. Oda sıcaklığındaki mat nikel çözeltileri bu tür kirletici maddelerin bazılarına karşı çok daha duyarsızken, parlak nikel çözeltileri aşırı duyarlıdır. Bu yüzden nikel kaplamada ve tüm diğer kaplamala işlerindeki en önemli kural:

**KAPLAMA SORUNLARINI ÖNLEMELERİNİN İÇİN KİRLENMEYE KARŞI TEDBİR ALIN.**

**KİRLENMENİN KAYNAKLARI:** Kaplama odasında pek çok kirlenme kaynağı bulunabilir. Fakat bu kaynakların çoğu ev temizliği ve mühendislik önlemleri ile ortadan kaldırılabılır. Şu olası kaynakları göz önüne alın:

**ORGANİK KİRLETİCİLER:** 1. Kaplama hattı tankların uygunsuz sıralanmış olması nedeniyle kaplama çözeltisi tarafından kirletilmesi, 2. Eğer kullanılıyorsa bir pompadan ya da ısı değiştiriciden sızan yağ veya gres, 3. Kalitesiz parlaticı veya nemlendirici kullanılmışsa bunların bozulması, 4. Kalitesiz askı yalıtım kaplaması, 5. Gerekli durulamanın yapılmaması nedeniyle malzemenin üzerinde önceki banyo çözeltisinden gelen artıklar, 6. Malzeme üzerindeki polisaj veya parlatma artıklarının tamamen temizlenmemiş olması, 7. Yanlış anot torbaları, 8. Özellikle polisaj ve parlatma işlemlerine yakın yerde kaplama yapılırken hava ile gelen toz, 9. Eğer kullanılıyorsa hava kompresöründen sızan yağ veya gres.

**İNORGANİK KİRLETİCİLER:** (Bunlar genellikle metal tuzlarıdır.) 1. Kalitesiz su, 2. Daha önceki işlemde kullanılan banyo veya daldırmalardan malzeme üzerinde kalan artıklar, 3. Kalitesiz anotlar, 4. Kalitesiz kaplama tuzları ve kimyasallar, 5. Kötü çalışma tekniği.

**KAPLAMA BANYOSU KİRLENMEKTEN NASIL KORUNULABİLİR:** Yukarıda anlatılmış olan, kirlenme ile ortaya çıkan kaplama sorunlarından korunmak iyi bir temizlik ve mühendislik meselesidir. Bazı temel hususlar:

1. PARLAK NİKEL KAPLAMA İŞİ YAPARKEN, KAPLAMA HATTINDA MÜŞTERİSİ OLDUĞUNUZ FİRMANIN YA DA BENİM TAVSİYE ETKİLERİM HARİCİNDE TANK MALZEMELERİ KULLANMAYIN. ONAYLANMADIĞI SÜRECE DEĞİŞİKLİKLER YAPMAYIN.
2. ÇÖZELTİ İLE HERHANGİ BİR ŞEKİLDE TEMAS EDEN EKİPMAN VE MALZEMELERİN SADECE TAVSİYE EDİLENLERİNİ KULLANIN.
3. YEREL SU İDARESİNİ YA DA SAĞLIK HİZMETLERİNİ ARAYARAK SU KAYNAKLARINIZI ANALİZ ETTİRİN, BU YETKİLİLER PARA ALMADAN BU HİZMETLERİ VERMEKTEDİR.

Su, içinde çözülmüş tuzlara göre sertliği göz önünde bulundurularak aşağıdaki gibi sınıflandırılır:

**TABLO 1**

<b>SU TİPİ</b>	<b>SERTLİK ORANI*</b>
YUMUŞAK	0 - 55 ppm
HAFİF SERT	56 - 100 ppm
ORTA SERT	101 - 200 ppm
ÇOK SERT	201 - 500 ppm

\* milyonda parçacık sayısı - parts per million (ppm)

Milyonda parçacık sayısı (ppm) terimi bahsi geçen miktarların çok düşük olmaları durumunda yüzdelerin verilmesi için kullanılır. Yani 100 ppm ağırlık olarak %0.01'e denktir. Örneğin, bir su analizi suyun içindeki kalsiyum oranını 200 ppm olarak veriyse, bunun anlamı su içindeki kalsiyumun ağırlıkça konsantrasyonu %0.02'dir ve suyun her bir gramında 0.0002 gram kalsiyum mevcuttur.

Eğer şebeke suyunuz hafif sert sınıflamasının üzerindeyse, özellikle parlak nikel kaplama çözeltilerinde damıtılmış ya da deiyonize su kullanın. Deiyonize su sadece kaplama banyolarında değil ayrıca durulama tanklarında da kullanılmalıdır, eğer deiyonize edilmiş su bu temizlikte kullanılmazsa kirlilik devamlı olarak bir diğer işleme aktarılacaktır. Eğer parlak nikel kaplama yapmıyorsanız orta derecede sert su kullanabilirsiniz.

4. KAPLAMA BANYOSUNA GİRMEDE ÖNCE TÜM ALETLERİN TEMİZLENMİŞ VE DURULANMIŞ OLMASI GEREKİR.
5. EĞER MÜMKÜNSE CİLALAMA VE PARLATMA İŞLEMLERİNİ KAPLAMA İŞLEMLERİNDEN BİR BÖLME ARACI İLE AYRI TUTUN.
6. DOĞRU BİR DURULAMA SİRALAMASI İZLEYİN, BÖYLECE DİĞER ÇÖZELTİLERDEN KİRLİLİK AKTARILMAZ.
7. BİR TANKIN İÇİNDE DÜŞEN BİR MADDEYİ DERHAL ÇIKARTIN VE METAL ISITMA SARGILARI İLE TANKTA KAPLANAN MALZEMEDEKİ BİPOLAR ETKİLERDEN KAÇININ. ÇÖZELTİ İÇİNDE ÇÖZÜNMEYECEK BİR METAL OLSA BİLE, EĞER DÜŞEN MADDE BİPOLAR HALE GELİRSE REAKSİYONA GİRECEKTİR.
8. TÜM KAPLAMA TUZLARININ VE KİMYASALLARIN DOĞRU SAFLIKTA OLDUĞUNDAN EMİN OLUNUZ.
9. ANOTLARIN %99+ NİKEL OLDUĞUNDAN EMİN OLUN.

**DENEY 1:** Sayfa 16'da verildiği gibi bir galonluk mat nikel çözeltisi hazırlayın. Çözeltiyi 200 mm.lik bir behere neredeyse tam olarak dolduracak kadar dökün. Beherinizi yoksa sıradan bir su bardağı kullanabilirsiniz. Şekil 8'de belirtildiği gibi #18 ya da #24 çapında bakırdan ya da elinizde mevcut çapta veya kalınlıkta bakırdan şeritler oluşturun. Gösterildiği gibi bir devre kullanın. Eğer bir redresörünüz varsa pil yerine elektrik enerji kaynağı olarak onu kullanın.

Tüm bakır şeritlerini önce süngerle ya da deterjanla hafifçe ovun, daha sonra ders 4'te tavsiye edildiği gibi bir temizleyiciyle elektrikli temizliğini yapın, daha sonra temiz suyla iyice durulayın.

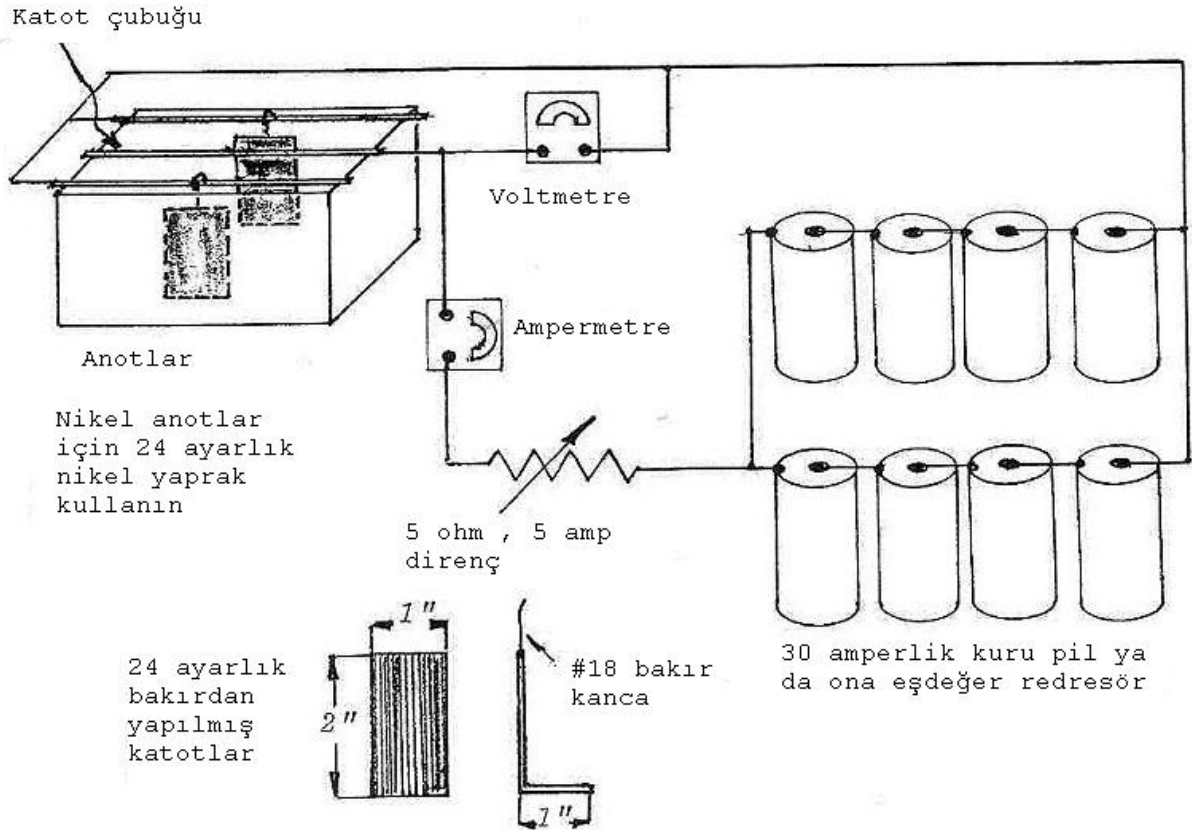


- 1) Bir şeridi kaplayın (kaplamanın rengine ve 0.5 amper ile 5 dakika kaplandıktan sonra şerit üzerindeki renk değişikliklerine dikkat edin).
- 2) Başka bir şeridi 200 ml. taze çözeltiyle, 1 amperde 5 dakika kaplayın. Deneyi 2 amper ile tekrarlayın.
- 3) Yeni bir bardak çözeltiye 1 gram bakır sülfat ekleyin ve çözün. Şimdi 0,5 amperde 5 dakika kaplayın, ne tür değişiklikler gözlemlediniz?
- 4) 200 ml.lik yeni bir çözeltide bir aspirin çözün. 0,5 amper ile bir bakır şeridini 5 dakika kaplayın. Etki ne oldu? Bu, aspirinin baş ağrılarını giderdiği gibi bazen de baş ağrılarına sebep olabileceğinin kanıtıdır.

Tüm bu deneylerde reosta ile akımı ayarlayarak sabit tutun. Şeritler üzerinde çalıştıktan sonra şeritleri ileri geri esneterek kaplamada nasıl çatlamar olduğunu gözlemleyin. Hangi kaplamalar daha gevrek?

### Şekil 8

#### DENEYSSEL NİKEL DÜZENEGİ



**PARLAK NİKELDE HATA GİDERME**

NOT: BU TABLO PARLAK NİKEL İÇİN HAZIRLANMIŞ OLMAKLA BERABER MAT NİKEL İÇİN DE KULLANILABİLİR.

BELİRTİ	MUHTEMEL NEDENİ
Koyu, kırılğan kaplamalar Düşük akım yoğunluklarında Koyu sisler	banyoda, bakır, kurşun, kadmiyum ya da çinko bulunması

**Çözüm:** Dalgalı, sahte katotlar kullanarak banyoyu elektroliz edin (bakırdan yapılmış katotlar işe yarayacaktır), katot akım yoğunluğu 0,2 ila 0,3 amper/dm<sup>2</sup> olmalıdır. (DİKKAT: sahte katotları, bu işlemin haricinde hiçbir işte kullanmayın, daha sonra anot olarak kullanılmaları saflığı bozacaktır.) Çözeltide bulunan bakır ya da çinkonun miktarına göre bu işlem iki saat hatta 8 saat boyunca sürebilir. Çözeltinin dibinde hiçbir pirinç maddenin olmadığını kontrol edin. Bakır ve çinkonun nereden karışmış olabileceğini kontrol edin.

\* \* \* \* \*

Düşük ve orta akım yoğunluklarında beyaz dumanlanma. "tuz ve biber" sertliği	Aluminyum ve silikon bileşikleri buna neden olabilir
---	--

**Çözüm:** yüksek pH arıtma yöntemini kullanın.

\* \* \* \* \*

Başka türlü açıklanamayan Kaplama pürüzlülüğü	Kalsiyum tuzları mevcut örneğin: sülfat
--	--

**Çözüm:** Kalsiyumu E.D.T.A. ile karıştırın. Kalsiyumu ortadan kaldırmak için bir (deiyonizer) iyon ayrıştırıcı kullanın.

\* \* \* \* \*

Kırılğan, çatlayan kaplamalar, Pürüzlü ve mat görünümlü	banyoda demir bulunması (özellikle 3,8'in üzerinde pH seviyesine sahip)
--	--

**Çözüm:** Sahte katotlarla 0,54 A/dm<sup>2</sup> de elektroliz edin ya da bir sonraki bölümde tavsiye edilen arıtma prosedürünü kullanınız.

Gevrek, çatlayan kaplamalar

Amonyum bulunması, sodyum ya da potasyum iyonları ya da Organik maddeler. Borik asidin az olması Hidrojen peroksitin bulunması.

**Çözüm:** Eğer problem sodyumun, amonyumun ya da potasyumun iyonlarının karışmış olmasından kaynaklanıyorsa reçine ile filtreleme faydalı olacaktır. Ya da çözeltinin 1/3'ünü boşaltıp yerine saf su koyabilirsiniz. Eğer organik maddelerden kaynaklanıyorsa, bir sonraki bölümde tanımlanacağı şekilde aktif karbon ile çözeltiyi filtreleyin. Eğer nadir bulunan borik asidin azlığından kaynaklanan bir sorun varsa, çözeltiye borik asit ekleyin ve analizlerde gösterildiği gibi eksikliği giderin.

\* \* \* \* \*

Banyo dağılması kötü

**Düşük pH' lı banyoda ise:**

- a) Metal içeriği çok düşük
- b) Akım yoğunluğu çok düşük
- c) Isı çok düşük
- d) Peroksit girişi olmuştur
- e) Demir vardır.
- f) Organik maddeler vardır.

**Çözüm:** (1) metal miktarlarını analiz edin ve uygun konuma getirin (2) akım yoğunluğunu arttırın (3) ısıyı yükseltin (4) hidrojen peroksidi yok etmek için geçici olarak ısıyı yükseltin (5) daha önce anlatıldığı gibi demiri yok edin (6) daha anlatıldığı gibi organikleri yok edin.

**Yüksek pH' lı banyoda ise:**

- a) bakır ya da çinko kirlenmesi vardır.
- b) Peroksit girişi olmuştur.
- c) Akım yoğunluğu çok fazladır.

**Çözüm:** (1) daha önce anlatıldığı gibi bakır ve çinkoyu ortadan kaldırın (2) daha önce anlatıldığı gibi peroksidi ortadan kaldırın (3) akım yoğunluğunu arttırın.

\* \* \* \* \*

Düşük katot performansı  
(gazlanma), koyu çizgiler  
Soyulma.

(1) eğer noktalı bir kaplama olması ya da kaplama olmaması durumunda, banyoda heksavalent krom olarak

- krom\* vardır. (Bu aynı zamanda yapışmaya neden olur)
- (2) pH çok düşüktür.
  - (3) metal konsantrasyonu çok düşüktür.
  - (4) akım yoğunluğu çok yüksektir.

**Çözüm:** (1) çözeltide ne kadar krom olduğunu kontrol edin. Demir kromu hızlandırabilecek kromla yer değiştirmek için doğru olarak ölçülmüş miktarda demir karbonatını karışıma ekleyin. 0,26 gr/lt heksavalent formundaki kromu ortadan kaldırmak için, 5,34 gram kurşun karbonat ekleyin. Bu yolla sunulduğunda 1 gram kromik asidi ortadan kaldırmak için yalnızca miktarın yarısı olan 2,67 gramını kullanın. Daha önceden de belirtildiği gibi demirin sürekli artması elektroliz etme ile ortadan kaldırılabilir. Krom yalnızca askıları durularken dikkatsiz olduğunuz ya da çözeltiler birbirine çok yakın olduğu yerlerde nikel çözeltinizin içine dahil olacaktır ve püskürtmede yeterli azaltmaya ve havalandırma sistemine sahip olmanıza engel olacaktır. (2) pH'ı uygun işleme oranına yükseltin. (3) metal içeriğini doğru değere yükseltin. (4) akım yoğunluğunu yükseltin.

\* \* \* \* \*

- Kaplama yanık görünüyor
- 1) Metal içeriği düşüktür.
  - 2) Çalışma sıcaklığı düşüktür.
  - 3) Klorür miktarı düşüktür.
  - 4) Akım yoğunluğu çok yüksektir.
  - 5) Fazla peroksit vardır.

**Çözüm:** Yanık kaplamanın en yaygın sebebi çok yüksek akım yoğunluğuna ulaşmasıdır. Çalışma yüzeyine akımın daha tekdüze dağıtmak için akım yoğunluğunu düşürmeyi deneyin ya da koruma kullanın. (2) ısıyı yükseltin (3) klorür miktarını uygun değere çıkarın. (4) metal miktarını uygun değere çıkarın (5) çökeltiyi ısıtarak peroksit girişini ortadan kaldırın.

\* \* \* \* \*

- Karıncalı kaplama
- 1) Fazla demir vardır.
  - 2) Borik asit çok düşüktür.

---

\* Eğer kromun biçimini değiştirmek için var olan azaltma metodu çok tatmin edici değilse krom trivalent alüminyum ve gümüşe yaptığı gibi dumanlanma ve pürüzlülüğe neden olabilir.

- 3) Yüzey gerilimi çok yüksektir.
- 4) Peroksit tedavisi gerektiren kirleticiler mevcuttur.

**Çözüm:** (1) daha önce açıklandığı gibi demiri ortadan kaldırın. (2) Borik asit miktarını arttırın. (3) Çoğu parlak nikel, yüzey gerilimini arttıran nemlendirme mekanizmalarının kullanımındadır (bkz: ders 2). Önlem için firmanın tavsiye ettiği ve yüzey gerilimini uygun noktaya indiren standart metodu kullanın. Çoğu parlak nikel genellikle oranı 35'ten 45 Dyne'e çıkan baş belası yüzey gerilimleri içerir. Duruma göre bir nikel banyo parlak olsun ya da olmasın, sonraki bölümde açıklanacağı gibi, çukurlanmayı ortadan kaldırmak için bir hidrojen peroksit tedavisine gerek duyar.

\* \* \* \* \*

Pürüzlü kaplama

- 1) pH çok yüksektir.
- 2) Borik asit düşüktür.
- 3) Akım yoğunluğu çok yüksektir.
- 4) Klorür iyonu düşüktür.
- 5) Anot parçacıkları ya da koyu çamur.
- 6) Bazik formda demir.
- 7) Kaplama tuzlarından çözünemez madde ve toz.

**Çözüm:** (1) pH'ı kontrol edip normal seviyeye getirin. (2) borik asit miktarını arttırın. (3) akım yoğunluğunu düşürmeyi deneyin ya da yüksek noktada koruyun. (4) klorür iyonunu kontrol edin ve doğrulamak için arttırın. (5) koruyucu anotta materyali doğru gözenek boyutu ve çeşidinde sürdürün. Banyoyu yeterli sıklıkta filtreliyor musunuz? (6) eğer pH oranı çok yükselirse, var olan demir hidroksit gibi çökebilir, bu da kısmen sürece ve pürüzlü yüzeylere neden olacaktır. pH'ı düşürün ve çözeltiyi filtreleyin. (7) uygun derecede bir filtreleme yardımı kullanarak çözeltiyi filtrele. Kaplama tuzlarınızın özelliklerini belirleyiniz. Sırf ucuza getirmek için şüpheli dereceleri kullanmayın.

\* \* \* \* \*

Çıkmıntılı ve benekli kaplama

Organik kirleticiler mevcuttur

**Çözüm:** Bir sonraki bölümde tarif edildiği şekilde çözeltiyi deaktive karbon içinden geçirip filtre edin. Olası tüm giriş kaynaklarını kontrol edin. Organik madde nereden geliyor?

\* \* \* \* \*

pH'ın kontrol edilmesi zor (1) Borik asit düşük.  
Anormal sıçramalar gösteriyor. (2) Anotlar polarlanmıştı  
(3) Asidik ya da bazik madde ile kirlenme.

**Çözüm:** (1) Borik asit içeriği banyodan kaldırın. (2) Aşağıdaki az polarlanmış anotlara bakın. (3) Tüm sıvıları kontrol edin. Yetersiz durulama ya da ayrıştırma, daldırıp çıkarma ya da asitli maddelerden bazik madde oluşumuna sebebiyet verebilir.

\* \* \* \* \*

Anotlar polarize olmuş. (1) Anotun geçerli yoğunluğu çok yüksektir.  
Çözünmüyor. (2) pH çok yüksektir.  
(3) Anotlar saf değildir.  
(4) Klorür iyonları çok düşüktür.

**Çözüm:** (1) Anotlardaki geçerli yoğunluğu azaltın ya da anot ekleyerek anot sahasını çoğaltın. (2) pH'ı doğru uca indirgeyin. (3) Anotlar üzerindeki belirtileri kontrol edin. Bilinmeyen anotlardan sakının.: (4) Sudaki klorürü test edin. Miktar yetersizse anotlar yenmeyecek ya da çözünmeyecektir.

---

### NIKEL ÇÖZELTİLERİNİN ARITILMASI

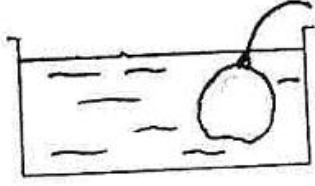
Daha önce de belirtildiği gibi, parlak nikel kaplama banyoları kirleticilere karşı çok duyarlıdır; bu tür parlak nikel çözeltileri ile kaplama işinde devamlı iyi sonuçlar alınmak isteniyorsa, banyo uygun bir şekilde ayarlanmalı, çalıştırılmalı ve arıtılmalıdır. Mat nikel çözeltileri söz konusu olduğunda, onları uzun zaman ve fazla bir hatayla karşılaşmadan çalıştırabilirsiniz. Bu bağlamda parlak kaplamadan daha az dikkat gerektirirler. Parlak nikel kaplamaya başlamadan önce çözeltinizi arıtmanız için size bir arıtma prosedürü vereceğim. Mat nikel kaplamanın böyle bir şeye ihtiyacı yoktur, mat nikel kaplamayı, istediğiniz takdirde, hazırlar hazırlamaz çalıştırabilirsiniz.

#### İŞLEM:

1. Nikel ve borik asit tuzlarının hepsi sıcak suda (60-71°C derece) çözüldükten sonra suya nikel karbonat ekleyerek ve

plastik bir çubuk ya da suyu kirletmeyecek başka bir çubuk ile iyice karıştırarak çözeltinin pH'ını yükseltin. pH (elektrometrik) 5,2-5,6 arasında oluncaya kadar nikel karbonat ekleyin ve karıştırın. Dilerseniz nikel karbonat eklemek için aşağıda şekil 9' da gösterildiği gibi bir metot uygulayabilirsiniz.

### Şekil 9 pH' IN YÜKSELTİLMESİ



Kaplama sarnıcında, nikel karbonat ya da nikel hidrosit çantalarını tehir ediniz. Daha hızlı hareket için sallayınız. İyi derecede temiz ve yıkanmış muslin kullanınız.

2. Şimdi kaplama suyunun beher litresi için 0,53 ml. konsantre hidrojen peroksit (100 hacim ya da %30 luk çözelti) ekleyin. (DİKKAT: BU MİKTARDA PEROKSİT YANIKLARA YOL AÇABİLİR. PLASTİK ELDİVEN KULLANIN!) Karıştırın ve çözeltinin sıcaklığını 74°C dereceye kadar yükseltip 2,5 - 3 saat boyunca çözeltiyi bu sıcaklıkta tutun.

3. Celite filtre yardımcı tabakası koyduğunuz filtrenizle çözeltiyi süzün; nikel çözeltileri için özel Celite filtre yardımcı tabakasını satıcınızdan temin edebilirsiniz. Hazırlama tankındaki çözeltiyi kaplama tankına filtre edin.

4. Şimdi pH'ı 2,5 - 3,5 elektrometrik seviyesine kadar düşürün ve aşağıda belirtilen direktiflere göre hazırlanmış olan aktif karbonu filtrenizde ön filtre olarak kullanarak çözeltiyi bir kez daha filtre edin:

- 20-40 lt.lik bir çömleğin içinde su ile hazırlayacağınız Celite çamurundan (slurry), filtrenizin tabakaları üzerine yaklaşık 3 mm. kalınlığında Celite filtre yardımcı tabakasını yerleştirin.
- Saflaştırılacak nikel çözeltisinin her 379 lt.si için çömleğin içine 2,27 kg. aktif karbon karıştırın ve çamur kıvamına gelmesi için su ilave edin. Filtreyi bu çamur ile kaplayın.
- Bir miktar nikel çözeltisini filtre edin ancak başlangıçta bunun kaplama tankına geri gitmesine izin vermeyin. Çözelti temiz olarak gelene kadar önce bir çömleğin içine, tamamıyla temiz gelmeye başladığında tanka aktırın.

(DİKKAT: Kolay akması için karbon çamuru ince olmalıdır.)

5. Bir sonraki bölümde belirtildiği gibi saf sülfürik ya da hidroklorik asit ekleyerek pH'ı doğru değere ayarlayın.\*

6. Kıvrımlı taklit katotlar kullanarak 0,54 amper/dm<sup>2</sup> akım yoğunluğunda kaplama çözeltisini elektroliz edin. Çözeltinin galonu başına en az 5 amper-saat elektrik enerjisi kullanın.

---

**ÖRNEK 5:** 379 lt.lik bir çözeltiye 500 amper-saat uygulama yapılmalıdır. Tankta bulunan 185 dm<sup>2</sup>' lik taklit katot ile 0,54 A/dm<sup>2</sup>'de, toplam akım 100 amper (0,54 x 185 = 99,9 A) ve uygulamanın toplam zamanı 500 A-saat/100 A = 5 saat olacaktır.

---

7. Şimdi gerekli parlatici ve nemlendiricileri ekleyin, pH'ı doğru değere getirin ve çalıştırmaya hazırlanın.

Bu uygulama verildiğinde ve siz de önerilen kontrol metotlarını dikkatle takip ederseniz, kazara herhangi bir kirlenme olmadıkça bu karmaşık yöntemi bir daha uygulamak zorunda kalmazsınız. Kirlenmenin kaçınılmaz olarak oldukça sık olduğu şartlarda çalışıyorsanız, parlak nikelde kirlenme riskine karşı bir tür sigorta olarak sürekli filtreleme ve arıtma sistemi kullanmanızı tavsiye ederiz.

### **SÜREKLİ ARITMA YÖNTEMİ**

Büyük otomatik kaplama tesislerinde sürekli arıtma sistemi kullanılması şiddetle tavsiye edilir. Böyle bir sistemde kaplama tankının bir parçası olarak imal edilmiş ya da onun yanına konmuş yardımcı bir tank vardır. Kaplama tankındaki çözelti bir filtreye pompalanarak devamlı olarak atılır. (filtre, yardımcı filtre tabakası ya da alfa selüloz + az bir miktar aktif karbon -her 1.000 lt. çözelti için 120 gr.- içerir.)

---

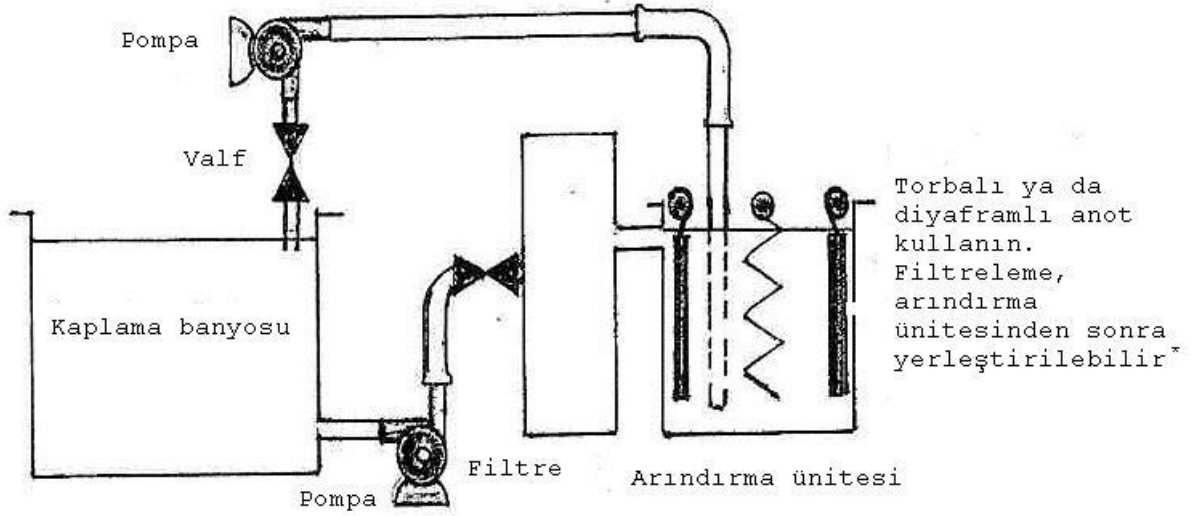
\* Bu, çözeltideki karbondioksit gazını serbest bırakacaktır. Çözeltiyi normal çalışma sıcaklığının yaklaşık 10 derece üstünde ısıtın ve kaplamanın gevrek olmasına sebep olabilecek karbondioksiti gidermek için karıştırma uygulayın.



Yardımcı tanktaki kaplama çözeltisi bir dizi engelden geçer. Tanktan geçerken  $0,54 \text{ A/dm}^2$ 'de  $90^\circ$  kıvrımlı katotlar ile arıtılır ve nihayet ana kaplama tankına geri pompalanır. Geri dönüş akıntısı bent tipi oluklarla yerçekimi vasıtası ile yapılabilir. Şekil 10' da bu tür bir şematik düzenek görülmektedir.

Şekil 10

## KAPLAMA BANYOSUNDA SÜREKLİ ARITMA



Aktif karbon uygulamasının (organik kirleticilere saldırarak) sadece kirleticileri uzaklaştırmakla kalmadığı, aynı zamanda işe yarayan kimyasalları da (parlatıcı, nemlendirici) uzaklaştırdığı unutulmamalıdır! Bu yüzden, dışarı çıkartılanın devamlı olarak ya da belli sürelerle tamamlanmasını sağlamanın belli bir maliyeti olacaktır. Eğer yoğun bir organik kirlenme varsa, biraz masraflı da olsa yine de iyi bir tedbir olacaktır. Çok az bir kirlenme söz konusu ise ve kirleticilerden çok banyo kimyasalları dışarı alındıysa, genel işletme süresince karbon tabakası kullanılmamalıdır. Ancak uzun bir süre sonra organik kirlilik biriktiğinde karbon uygulaması yapılmalıdır. Karbon tabakası ile bu şekilde sürekli arıtma yapılırken akılda tutulması gereken bir diğer önemli husus da bu tabakanın değiştirilmesi gerektiğidir. Aktif karbon çok fazla kirletici tutabilir. Eğer aşırı kirlenirse daha fazla tutamaz ve artık çözeltiyi arıtamaz.

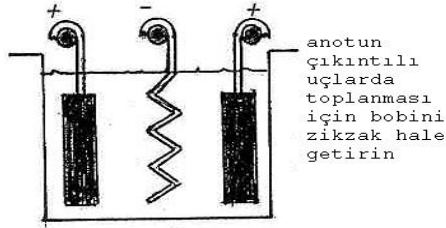
\* Daha fazla detay için ders 19'daki "Sistem Mühendisliği Açısından Kaplama" (The Systems Engineering Approach to Plating) konusuna bakın.

**PRATİK UYGULAMA TAVSİYELERİ**

**METALİK KİRLİTİCİLERİ TEMİZLEME YÖNTEMİ:** Metalik kirleticileri uzaklaştırmada faydalı olacak olan aşağıdaki temizleme prosedürünü kullanınız. Mat bir nikel çözeltisi, Şekil 11'de gösterildiği gibi çözeltinin her litresi için 1,32 amper-saat uygulanan kıvrımlı suni katotlar ile elektrolize edilir ve zararlı metal kirleticilerin birçoğu temizlenir.

**ŞEKİL 11****ARITMA**

Dalgalı katotun kap mesafesi 3" kadar olmalıdır. Güçlüce karıştırın ki katışik maddeler anotla daha uygun bir temasa geçsinler. Bobinlerin genişliği 6" olmalıdır.



Kıvrımlı katot kullanılmasının sebebi gayet açıktır. Bu katotlarla yüksek noktalarda yüksek akım yoğunluğu, alçak noktalarda alçak akım yoğunluğu elde edilir ve katot alanından ve toplam akımdan da saptanacağı gibi, ortalama akım yoğunluğu, diyelim ki  $0,54 \text{ A/dm}^2$  olmasına rağmen,  $5,4$  ile  $0,01 \text{ A/dm}^2$  arasındaki değerlerde akım yoğunluğu elde edilir. Bu yüzden bu, GENİŞ BİR AKIM YOĞUNLUĞU aralığı verir. Bazı kirleticiler düşük akım yoğunluklarında, bazıları yüksek akım yoğunluklarında kaplanır. Bu da çözeltinin kolay bir işleme temizlenmesine imkan verir.

**pH KONTROLÜ:** Bir çözeltinin pH'ını değiştirmek için; pH'ı düşürmek isterseniz sülfürik asit veya hidroklorik asit; pH'ı yükseltmek isterseniz nikel karbonat ya da nikel hidroksit kullanılır. Eğer pH'i değiştirmek zorundaysanız bunu yaparken izlenecek en iyi yöntem; çözeltiyi iyice karıştırın ve çözeltiden alacağınız bir litre numuneyi bir deney şişesine ya da uygun bir kaba alın. Şimdi devamlı karıştırdığınız deney tüpüne 100 mililitrelik ölçekli kaptan birkaç damla asit ekleyin, ekleme yaparken pH'ı şeritli test kağıdı ile kontrol edin. pH doğru dereceye ulaştığında seviyeyi okuyarak, 100 mililitrelik ölçekli kaptan ne kadar asit koyduğunuzu tespit edin. Kullandığınız asit miktarını kaplama tankınızda bulunan çözeltinin hacmi ile (kaç litre ise) çarparsanız, size yaklaşık olarak kullanmanız gereken asit miktarını verecektir. Mesela, tankınızda 1.000 galon ya da 3.785 litre çözelti varsa ve deneyde pH'ı düzenlemek için 0,2 mililitre asit kullanmışsanız, banyonuzun pH'ını düzeltmek için yaklaşık  $0,2 \times 3.785 = 757$  mililitre aside ihtiyacınız olacaktır. Bu değer

yaklaşık bir değer olduğu için hepsini eklemeyin, 700 mililitre civarında ekleyin. Aksi takdirde pH çok fazla düşerse, bu kez de yükseltmek için fazladan uğraşmanız gerekebilir. Bu miktarı ekledikten sonra iyice karıştırın ve banyonun pH değerinin istediğiniz değere yakın olup olmadığını test edin. Şimdi devamlı karıştırmayla, dengeli bir şekilde doğru pH değerini elde etmek için gerekli olan ilaveyi yapın. pH'ı yükseltmek için, daha önce gösterildiği gibi bir çanta içinde bekletilmekte olan nikel karbonat ya da hidroksit kullanımını iyi sonuçlar verecektir.

**DEMİRİ GİDERME:** Çözeltiniz yüksek miktarda demir ile kirletildiyse, bundan kurtulmanın en iyi yolu arıtma başlığı altında gösterildiği gibi pH'ı yükseltmek ve sonra da her çözeltinin her 100 lt.si için 1,25 ml. hidrojen peroksit eklemektir. Daha küçük miktarlar için yukarıda  $0,54 \text{ A/dm}^2$  de gösterildiği gibi bir yol izleyebilirsiniz.

**KARINCALANMA:** Bunu kontrol etmek için yukarıda belirtildiği gibi banyonuza peroksit ilavesi yapın. Mümkünse pH'ı değiştirmeden çözeltiyi ısıtın. Sonra uygun bir anti-pit bileşiği (nemlendirici) kullanın.

### ÇÖZELTİ KONTROLÜ VE ANALİZİ

Mat nikel çözeltisinde çalışırken kontrol edilmesi gereken önemli etmenler pH, nikel içerik ve klorürlerdir. Bir parlak nikel çözeltisi ise bu etmenlerin yanında genellikle, borik asit içeriği, parlatici ve yüzey gerilimi kontrolünü gerektirir. Parlak bir nikel banyoyu çalıştıracaksanız, hiç şüphesiz tedarikçiden tam kontrol tarifnameleri alacaksınız. Bu tarifnamelere şiddetle uyulmalıdır. Aşağıda mat nikel çözeltilerinin analizi için önerilen metotlar bulunmaktadır- bunlar çoğu parlak nikel çözeltisine de uygulanabilir.

**pH:** Uygun türden bir pH kâğıdı ya da pH-metre kullanın. (Çoğu tedarikçide satılmaktadır.)

**KLORÜR:** Şekil 12'de gösterildiği gibi doldurulmuş bir beherden cam bir tüp yardımı ile 5 ml. numune alın. 5 ml. almak için 5 ml.lik bir pipet ve bir pipet güvenlik ağızlığı kullanın. (Şekil 13'e bakın.)



1) 5 ml. örneği 250 ml.lik erlene koyun. 50 ml. kadar su doldurun ve üzerine potasyum kromat kristali ekleyip çözülene kadar çalkalayın.

2) Şimdi 1/10 N gümüş nitrat çözeltisi ile doldurulmuş olan 50 mililitrelik büretten sürekli salladığınız erlene yavaşça gümüş nitrat çözeltisi ekleyin. (Sol elinizi büretin arkasında ve vananın üzerinde tutun böylece kontrol edebilmeniz kolaylaşır. Sağ elinizle de erleni tutun.)

3) Nikel çözeltisi önce sarımsı yeşil bir renge dönüşecektir. Çözeltiye gümüş nitrat eklemek gümüş klorür çökmesini başlatacak ve hepsi çökeline bir sonraki gümüş nitrat damlası çözeltiyi kırmızıya dönüştürecektir. Kuvvetli nikel çözeltilerinde renk değişiminin gözlemlenmesi biraz daha zor olup, belirgin bir kırmızılık yerine kırmızımsı kahverengi bir renk elde edilir. İlk kalıcı kırmızımsı kahverengi renk TİTRASYON BİTİM NOKTASINDA elde edilir.

KULLANILAN GÜMÜŞ NİTRAT MİKTARI 2,367 İLE ÇARPILIRSA, ÇÖZELTİDE LİTRE BAŞINA NİKEL Klorür HEKZAHİDRAT MİKTARI GRAM CİNSİNDEN BULUNUR.

---

**ÖRNEK 6:** Titrasyon bitim noktasına ulaşmak için 12,50 mililitre gümüş nitrat gereklidir. Banyoda litre başına ne kadar nikel klorür bulunmaktadır?

---

$$12,50 \times 2,367 = 29,59 \text{ (gram/lt)}$$

---

**EK NOT:** pH düşük ise klorür testi doğru sonuç vermeyecektir. Seyreltilmiş çözeltinin pH'ını kontrol edin, eğer düşükse (4,5'ten az ise) , pH 4,5'in üstüne çıkıncaya kadar birkaç damla amonyak (%2 lik çözelti) ekleyin.

**NİKEL İÇERİK:** 250 mililitrelik erlene pipetle çektiğiniz 2 ml. çözelti örneğini koyun. Buna 90 ml. saf su ve 10 ml. konsantre amonyak hidroksit ekleyin. Şimdi yaklaşık 0,5 gram müreksit indikatör karışımı katın (100 gram kuru sodyum klorür ile karıştırılmış 0,2 gram kuru indikatör tozu). Çözeltiyi rengi yeşilimsiden koyu mavi mora değişene kadar 0,115 M (Molar) standart EDTA (Etilen Diamin Tetraasetik Asidin disodyum tuzu) ile titre edin. Kimyasal satıcınızdan bu güçte bir çözelti satın alabilirsiniz. Ya da yaklaşık olarak bu güçte bir çözeltiyi kendiniz hazırlamak isterseniz, tam olarak 43,0 gram saf EDTA' yı (dihidrat) bir balon jofede saf suyla 1 litreye seyreltin. Eğer EDTA doğru molariteye sahipse titrasyonla bulunan nikel miktarını veren formül:

$$\text{Metalik nikel} = 3,37 \times \dots \text{ ml. kullanılan } 0.115 \text{ M EDTA} \\ \text{(gr/lt)}$$

Kendi EDTA çözeltinizi hazırlıyorsanız, çok isterseniz (sadece daha kesin sonuç istendiğinde gereklidir) 0.1 M standart nikel çözeltisine karşı titre ederek standardize edebilirsiniz.

Yukarıda tanımlanan kompleksimetrik titrasyon ile elde edilen değer, nikel sülfat ve nikel klorüre dönüştürmek isteyeceğiniz, banyoda mevcut olan nikel metalinin miktarını ons olarak verecektir. Eğer klorür ayarlamasını da yerine getirdiyse kalan her şeyi kolayca çözümleyebilirsiniz. Aşağıda bunu nasıl yapacağınızı gösteren küçük bir kimya dersi bulunmaktadır:

Nikel klorür heksahidrat'ın formülü  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  ve molekül ağırlığı 237' dir (5. Ders Sayfa 5-37'deki atom ağırlık tablosuna bakın). Bu tuzun 1 onsunda 59/237 veya 0.25 ons metalik nikel vardır. 1 ons nikel sülfat heptahidrat  $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ 'da ise 59/280 ya da 0.21 ons nikel bulunmaktadır. Buraya kadar tamam mı? Şimdi bunu nasıl bir araya getireceğimizi gösteren bir örnek üzerinde çalışacağız.

---

**ÖRNEK 7:** Klorür titrasyonu her galonda 4.00 ons nikel klorür hexahidrat bulunduğunu gösteriyor. Toplam nikel titrasyonu ise 5 ons metalik nikel gösteriyor. Nikel sülfat heptahidrat miktarı nedir?

İlk olarak klorürde ne kadar nikel mevcut olduğunu bulmalısınız. Bu da ;  $4 \times 0.25 = 1$  onsa tekabül eder.

İkinci olarak, ne kadar nikel arttığını belirlemelisiniz, bu durumda  $5 - 1 = 4$  ons nikel artar.

Üçüncüsü, kalan nikeli, 0.21' e bölerek sülfat heptahidrata dönüştürmelisiniz. Bu durumda  $4 / 0.21 = 19$  ons nikel sülfat heptahidrat bulunur.

---

NOT: Banyoda kobalt mevcut ise, nikelin kompleksimetrik metodla titrasyonundan elde edilecek sonuç nikel ile kobaltın toplamını vereceğinden yanlış olacaktır. Genellikle mevcut kobalt miktarı oldukça küçük olduğundan metod pek çok durumda güvenle kullanılabilir. Herhangi bir şüphe varsa tedarikçinize ya da dersin sonundaki referans listesinde bulabileceğiniz daha kapsamlı analiz metodlarına başvurun.

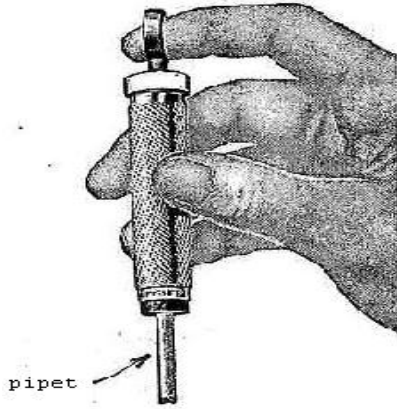
**BORİK ASİT:** 1. Beherden 5 ml.lik bir örnek alın ve 200 ml.lik bir erlene koyun.

2. 25 mililitrelik saf gliserin ve 1 ml. bromkresol moru indikatörü ekleyin. Çalkalayıp karıştırın, karıştırmaya yardımcı olması için 5 ml. saf su ekleyin.

3. Bir büreti 0.1 N (normal) sodyum hidroksit çözeltisi ile doldurun ve çözeltinin rengi koyu yeşilden mora değişene kadar büretteki standart çözeltiden behere yavaş yavaş ve dikkatlice ekleyin. Bu TİTRASYONUN BİTİŞ NOKTASIDIR.

ONS/GALON OLARAK BORİK ASİT MİKTARI, ML. OLARAK KULLANILAN STANDART SODYUM HİDROKSİT MİKTARININ 0.166 İLE ÇARPIMINA EŞİTTİR.

### Şekil 13 NİKEL ANALİZİ İÇİN UYGUN ALETLER



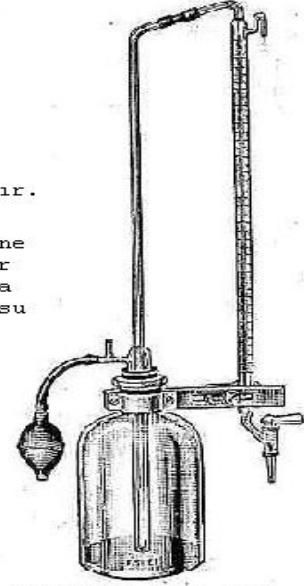
pipet

Güvenli pipet ağzı

Güvenli pipet ağzı tüm kaplam çözeltilerinin örneklemede kullanılmalıdır.

Su deposu ölçü tüpü, yerine getirilmesi sık sık tekrar edilen analizler olduğunda uygundur. Aynı bir su deposu ve deney tüpü her ayıraç için kullanılmalıdır.

Illustration Courtesy Fisher Scientific Co.



rezervuar ölçü tüpü

### NİKEL KAPLAMA MALZEMELERİ

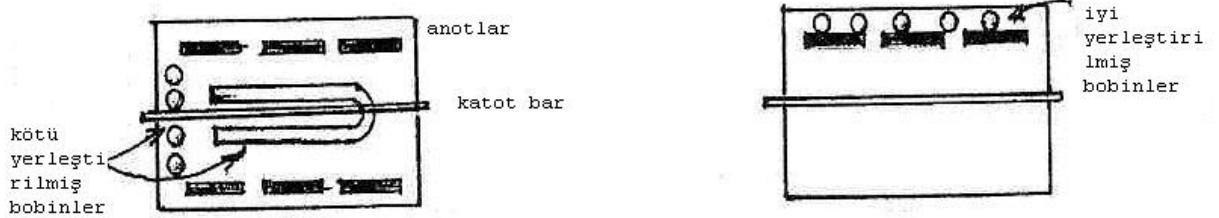
**TANKLAR:** Ticari açıdan nikel kaplama tankları, nikel çözeltileri ile çalışabilmek için, kauçuk, Koroseal, polietilen ya da teflon astarlı olarak ÇELİKten imal olmalıdır. (Dikkat: Eğer tescilli bir parlak nikel kullanıyorsanız tank astarına ilişkin satıcınızın tavsiyelerini dikkate alın.) Cam astarlı tanklar da kullanmak mümkündür ancak ilk tür daha tavsiye edilebilirdir. Eğer çözelti 110°C fazla ısıtılmayacaksa Lusit (parlak) tanklar küçük skalada işe yarar. Tahta ya da kurşun kenarlı tahta, kurşunun klorür içinde çözünmeye meyilli olmasından ve tahta bileşiminin çözelti tarafından süzülerek kırılğanlığa yol açmaya meyilli olmasından ötürü bu iş için tavsiye edilmez.

**ISITICILAR:** Oda sıcaklığındaki bir nikel çözelti ile çalışmadığınız sürece çözeltiyi çalışma sıcaklığına ısıtmak gerekli olacaktır. Bu amaç için elektrik, gaz ya da buhar daldırma ısıtıcıları kullanabilirsiniz. Bu daldırma ısıtıcıları sıradan metallere ya da materyallerden

yapılamaz aksi takdirde bunlar çözelti içinde çözülüp çözeltiyi bozarlar. Isıtıcı bobinleri için uygun olan materyaller KARBATE, tantal, vikor cam, kuvars ya da çelik kaplı teflondur. Duriron bobinleri belli tür parlak nikel çözeltilerde de kullanılabilir. Isıtıcı bobinleri iki kutuplu etki elde edilebilecek şekilde yerleştirilmemelidir, örneğin aşağıdaki şekil 14'te görüldüğü gibi bu bobine kimyasal olarak zarar verebilir. Çözeltinin devamlı olarak süzgeçten geçirileceği daha geniş tip donanımlar için dış ısıtma sisteminden faydalanılabilir (ısı takası). Bu konuya dair daha fazla bilgi 19. derte mevcuttur.

### Şekil 14

#### ISITICI BOBİNLERİNİN YERLEŞTİRİLMESİ



Çift kutup etkisini önlemek için ısıtıcı bobinleri, metal olmayanlar kullanılmadıkça anotlar ile katotklar arasına yerleştirilmemelidir.

**FİLTRELER:** Daha önce de üzerinde durulduğu gibi en iyi nikel kaplamalar temiz çözeltilerden elde edilir; bu ayrıca diğer tip kaplamalar için de geçerlidir. Bu yüzden nikel kaplama çözeltisini mümkün olduğunca sık filtreden geçirmek akıllıca olur. Geniş donanımlarda sürekli filtrasyon olabilir, parlak nikelin daha küçük donanımlarında aralıklı ve kesik kesik olabilir, donuk nikel çözeltilerinde ise ara sıra olabilir. Seçilen süzgeç pompaları ve süzgeçlerle birleşmede kullanılan boru parçaları çözeltinin hareketine dayanıklı materyalden olmalıdır. Sert kauçuk ya da reçine, polipropilen, cam borulama, çelik kenarlı kauçuk, kauçuk diyafram valfları tipik materyalleridir. Pompanın kendisine gelindiğinde kauçuk ya da içi pompa ile kaplı plastik en iyisidir. Bu ayrıca bileşimin süzgeç kısmını da içerir. Kauçuk kaplama tasvip edilen bir türdür.

Eğer nikel kaplama çözeltisi bir defada ve zaman zaman filtre edilecekse, kaplama çözeltinizi uygulama tankının dışına pompalayabileceğiniz ve iki saat ya da daha az bir sürede filtre edip tekrar kaplama tankına geri basabilecek

kapasitede olanını seçmenizde fayda vardır. Bu, banyonun çalışmadığı süreyi en aza indirger. Eğer sürekli filtrasyon yapılacak ise, pompalama kapasitesinin zaman zaman filtreleme yapmak için seçeceğinizden daha büyük olmasına ihtiyacınız vardır! Bu şaşırtıcı bir durum gibi görünse bile aslında değildir. Sebebine gelince, filtrenin her pislik parçasını yakaladığını varsayarsak, kaplama çözeltinizi uygulama tankının dışına ve tamamen temizlenip, bu esnada hiç kirlenmediğini varsayarak tekrar kaplama tankının içine pompalamak için geçecek zamanı düşünün.

Diğer taraftan çözelti devamlı olarak filtre ediliyorsa, filtre edilip temizlenmiş olan çözelti filtre edilecek kirli çözelti ile karışarak tekrar filtreye gönderilir. Bu da kaplama çözeltisini temizleme süresini artırır. Bir örnek bunu daha iyi anlamanıza yardımcı olacaktır.

7200 galonluk bir nikel tankınızın olduğunu ve kirli parçacıkları temizlemek için kısım kısım filtrasyon yapmak istediğinizi varsayalım. Filtre pompanız her saniyede ortalama 1 galon basıyor (gal/sn). Öyleyse tanktaki tüm çözeltiyi kaplama tankına geçerek temizlemek  $7200 \text{ (gal)} / 1 \text{ (gal/sn)} = 7200$  saniye ya da 2 saat alacaktır.

Sürekli filtrasyonda temiz çözelti kirli olanla karıştığından %100 arıtma elde edemeyiz. Burada aradığımız pisliliğin %99'unu temizlemenin ne kadar zaman alacağıdır (ki bu tüm pratik uygulamalarda için %100 temizlik ile aynıdır.) Sürekli filtrasyonda aşağıdaki ilişki mevcuttur:\*

$$I = I_0 e^{-kt}$$

Burada I, t saniye süresi sonunda banyoda kalan kirlilik miktarı,  $I_0$  çözeltide başlangıçta bulunan kir miktarı, e sayısı doğal logaritmanın tabanı olan 2.718, k ise galon/sn. cinsinden ortalama filtreleme hızının galon cinsinden tank hacmine oranıdır. Buradaki durumda  $k = 1/7200'$  dür. Çözeltideki kir seviyesinin öncekinin %1'ine inmesini istiyoruz. Öyleyse:

$$I/I_0 = 0.01 = (2.718)^{-t/7200}$$

Bu denklemi logaritmaları alarak çözersek (sizden bunu yapmanız istenmiyor!) 9.2 saat sonucuna ulaştığımızı görürüz! Yani sürekli filtrasyonda tam olarak 1 gal/sn. filtrasyon hızında çalışarak 9.2 saatte temizlenen banyonuz, bir defada temizleme yapılsaydı aynı temizliğe 2 saatte ulaşacaktı.

---

\* Detaylı bilgiyi 19. derste bulabilirsiniz.



Eğer bir defada yapılan temizleme işlemindekiyle aynı sürede (2 saat) filtrasyon yapmanızı sağlayacak daha büyük kapasitede bir filtre satın almak isterseniz, akış hızı 4.6 gal/sn olmalıdır. Tabi ki bu çok fazla şey istemek olurdu. Orta bir yol bulmanız gerekiyor, örneğin maddi durumunuzun izin vereceği en hızlı filtrasyon oranı olan bir tane satın alın!

**ANOT VE KATOT BARALARI:** Bu baralar iyi bir şekilde nikelle kaplanmış bakırdan olmalıdır. Bu, çözeltiden bakır çubuklar üzerine bulaşabilecek pisliği önleyecektir.

**KARIŞTIRMA:** Mat nikel banyoları karıştırma gerektirmez fakat daha hızlı kaplama yapmak istiyorsanız, ya da parlak nikel banyosu kullanıyorsanız en iyi sonuçları alabilmek için karıştırma gerekli olacaktır. 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 süzgeçten geçirilmiyorsa tortuyu hareket ettirmedeğinden en iyi yöntemdir. Bazı parlak nikeller sadece hava ile üretilebilecek güçlü bir karıştırma gerektirirler. Tedarikçiniz hangisini kullanmanız gerektiğini ve bunu nasıl tedarik edebileceğinizi anlatacaktır.

**ANOTLAR:** Tüm işlerin %99' u için en iyi nikel anot türü yuvarlak, depolarize edilmiş anottur. En yaygın olan türü oval kesit alanına sahip olanıdır. Titanyum selenin içine konmuş anot külçeleri de kullanılabilir. Dolap kaplama için özel eğri şekilli olan anotlar bulunabilir. Daha az miktarda tortu oluşturması için bu anotları kalın pamuk torbaların içinde kullanın. Standart uygulamada anotların iki ucu delinir ve nikel ya da titanyum çengele tutturulur. Tanktaki çözelti seviyesi anotun üst ucundan 1/2 ila 1 inç yukarıda olmalıdır. Anot uzunluğu kullanılan tankın derinliğine bağlıdır. Yaklaşık bir ölçü olarak anot, alt ucu kaplanan malzemenin alt ucunun kabaca 2 inç yukarısında olacak kadar uzun olmalıdır. (Neden?)

### **NİKEL KAPLAMANIN SÖKÜLMESİ**

Bazen kusurlu kaplanmış nikel kaplamayı soyup temizleme ihtiyacı duyarsınız. Burada bazı sökme metotları bulunmaktadır:

---

\* Banyoya verilen havada yağ ve kir bulunmamalıdır.

**ÇELİKTE YA DA DEMİRDEN NİKEL SÖKME****Reçete**

Sülfürik asit .....	5 lt
Gliserin .....	30 ml
Bakır sülfat .....	85 gr
Su .....	3 lt
Çalışma sıcaklığı .....	25,6°C

Ters akımda tanka 6 Volt uygulayın. Oda sıcaklığı. Suyu ve gliserini karıştırın, bakır sülfatı ekleyip çözün ve dikkatlice asidi ilave edin. Taş çömlükte bekletin. Kurşun katotlar kullanın.

İyi bir havalandırma başlığınız bulunuyorsa, aşağıdakilerde de aynı amaç için konsantre edilmiş nitrik asit kullanabilirsiniz:

**Reçete**

Konsantre nitrik asit .....	3,785 lt
Hidroklorik asit .....	3 ml

İyi havalandırma altında korumalı çanağa koyun. (Parlak daldırmanın bulunduğu 4. derse bakın). Bu oda sıcaklığında kullanılan bir daldırmadır. ASİTLİ DALDIRMALAR İLE DAHA ÖNCEDEN BİR TECRÜBENİZ YOKSA KULLANMAYIN.

**PİRİNÇ YA DA BAKIRDAN NİKEL SÖKME:** Yukarıdaki sülfürik asit akımlı sökmesini kullanın.

**ÇİNKO YA DA ALUMİNYUMDAN NİKEL SÖKME:** Konsantre sülfürik asit daldırması kullanın (66° Bomeli asit). Ayrıca sadece alüminyum için, daha önce verilmiş olan nitrik asitli daldırmayı kullanabilirsiniz.

**YAŞANMIŞ BAZI NİKEL KAPLAMA TECRÜBELERİ**

**TECRÜBE #1:** Parlak nikel kaplanan tampon parçalarında düzensiz bir pürüzlülüğe rastlanmıştır. Banyonun hazırlanmasında ve ikmalinde sıradan çeşme suyu kullanılmıştır. Su ikmalinden sonra kalsiyum tuzlarının çökeleceği kesindir. Belli bir süre sonra pürüzlülük ortadan kalkacaktır. İyon değiştirici önerilmişti ancak kaplama hattında böyle bir düzenleme yapmak çok uzun bir süre alacaktı. Banyo tedarikçisinin bu önerisinin yerine, nikel çözeltisine 7,5 gr/lt nikel flüborat katıldı ve kapasitesi arttırılmış sürekli filtrasyon ünitesi kuruldu. Bu düzenleme son derece yararlı oldu. Eğer su kalsiyum içeriyorsa

kalsiyum floroborat dibe çöker ve filtrenin yardımcı tabakasında süzülür. Çöp karıştırıcı olarak iş görmesi için zaman zaman banyoya az miktarda (3,75 - 7,5 gr/lt) floroborat ilavesi yapıldı. Bu iyi bir çözüm olmakla beraber en başında deiyonize su kullanmak daha iyi olurdu! 19.derste kaplama odasındaki su konusunda verilen notlara bakın. Bu arada, kalsiyumdan kaynaklanan bu ince pürüzlülük korozyonu (aşınma) hızlandırır!

**TECRÜBE #2:** Banyo teknisyeni bir süredir kullanımda olan bir nikel banyosunda pH'nın düşmekte olduğunu tespit etmişti. Kaplama hattında banyoya asit karıştıracak bir ön asit daldırması yapılmadığından, teknisyen pH'ın neden düştüğünü açıklayamamakta idi. Bu konudaki uzun bir rahatsızlıktan sonra başka hiçbir şey yapmadan nedenlerini DÜŞÜNME kararı almıştı. Sonra birden kafasına dank etti. Anot torbaları! Baktığında çoğunun kötü bir şekilde tıkanmış olduğunu gördü. O andan itibaren anot çantalarının düzenli aylık periyotlarla yıkanmasını ve temizlenmesini sağlayan bir tarife yaptı! Eğer anot sepetleri kullanıyorsanız yeterli anot alanınızın olduğunu sağlama almak için bu sepetlerin ebat ve sayılarını artırmaya dikkat etmelisiniz!

**TECRÜBE #3:** Bir parlak nikel banyosu teknisyeni alçak akım yoğunluğu alanlarında kaplamanın bulanık olduğunu fark etmişti. Bu bakır benzeri ağır bir metaldi (bu tür bulanıklığa sebep olan en güçlü metallerden biri) ve spektrografik test de bunu doğruladı. Ancak bakır nereden geliyordu? Kaplama tankı üzerinde yapılan titiz incelemeler katot barasının bakır kontak tekerleği üzerine sürtünerek tanka devamlı olarak bakır tozu dökülmesine sebep olduğunu gösterdi. Teknisyen bu sorunu nasıl çözdü? Bu sefer sizin önerinizi bekliyorum - Dersin sonundaki kısa sınav için üzerinde düşünün.

**TECRÜBE #4:** Yeni bir parlak nikel banyosu henüz kurulmuştu. Bir kaç hafta sorunsuz çalıştıktan sonra hem yüksek akım hem de alçak akım yoğunluklarında yavaş yavaş beyaz bir dumanlanma belirmeye başladı. Banyo içeriği oluşturan tüm malzemeler doğru bir şekilde test edildiği için, tesis şefi duruma hazırlıklıydı. Tüm bu hengamenin ortasında ELEKTROMETAL KAPLAMANIN TEMELLERİ II' yi henüz bitirmiş ve işe yeni alınmış olan bir işçi çok çok basit bir soru sordu. "Kauçuk kenarlı yeni kaplama tankı, kaplama banyosunda kullanılmaya başlamadan önce yıkanmış mıydı?" HAYIR! İşte sebebi buydu. Banyoya yapılan bir karbon tedavisi tüm günü kurtardı. Buradan alınacak ders şu: Kullanmaya başlamadan önce organik tank kenarlıklarını kontrol etmeyi unutmayın. Kaplama çözeltisini yıkayıcı gibi kullanmak pahalıya mal olabilir!

**PLATİN AİLESİNDEN METALLERLE KAPLAMA**

Platin metaller kimyasal olarak platinle yakından ilişkilidir. Maden ocağından çıkartıldıklarında genellikle bu metalle bir arada bulunurlar. Kolay oksitlenmediklerinden ve başka bir elementle birleşmediklerinden dolayı asil metallerdir. Diğer bir deyişle kimyasal saldırıya direnirler.

Bu aile şu metalleri içerir: **İRİDYUM, PALADYUM, PLATİN, OSMİYUM, RODYUM, RUTENYUM**. Aileyi oluşturan bu altı metalden sadece PALADYUM, PLATİN ve RODYUM herhangi bir ölçüde ticari amaçlı kaplanabilir. Diğer üç metal üzerinde de deneysel çalışmalar yapılmakta olup, çok özel kullanımlar için bu metallerin kaplanabildiği bazı banyo patentleri vardır. Bu bağlamda oldukça az iş yapıldığı için konuyu sadece ticari amaçla kaplaması yapılan platin metallerle sınırlandıracağız. Yine de ailenin ihmal edilmiş bu üç üyesi, elektrokaplama kullanım açısından büyüleyici olasılıklar sunmaktadır.

Örneğin, elektrikle kaplanmış osmiyumun sertliği 1500 DPN'ye (elmas piramit sayısı- 14. derse bakın) yakındır. Bu şu anlama geliyor: osmiyum, sert krom ya da nitride edilmiş çelikten daha serttir. Bu, muazzam bir yüzey dayanma direnci anlamına gelir. Bu size bir fikir verdi mi? Platin ailesinin bu ilginç üç üyesinin kaplaması hakkında daha fazla bilgi edinmek isterseniz, ders sonundaki referansların bazılarında yola çıkarak derin bir araştırma yapabilirsiniz.

Tüm platin metallerin elektrokaplaması ile ilgili olarak ortak bir fiziksel güçlük karşılaşılr. Kaplamalar genellikle aşırı gergindir. Nadiren de olsa gerginlik 100.000 psi' a kadar yükselebilir. Bu kadar yüksek gerginlik aşırı gevrekliğe ve kaplamanın soyulmasına yol açar. Zararlı olan bu gerginliği en aza indirmek için özel tedbirler alınmalı ve özel katkı maddeleri kullanılmalıdır.

Bu metallerin elektrokaplama kullanımının en büyük dezavantajı ekonomik kaynaklıdır yani *fiyattır*. Normalde altın ölçüt olarak kullanıldığında, 1 ons paladyum altının %30-40'ı, platin %125'i, rodyum %80'i kadardır. Altının ons başına 400 ila 500 \$ tuttuğunu göz önüne alırsak ne demek istediğimiz daha iyi anlaşılır! Yine de özel uygulamalarda rodyum ve platin vazgeçilmezdir. Neyse ki çok ince tabakalar çeşitli amaçlar için yeterli ve elverişlidir. Kaplamayı mikron kalınlığında yapmak fiyatı oldukça düşürür.

Örneğin, 1 desimetrekarelik yüzeye 1 mikron rodyum kaplamak metal fiyatı açısından yaklaşık 2.15\$ tutacaktır. Bu metallere çalışırken akılda tutulması gereken aptalca hatalar yapılmaması gerektiğidir! Aksi takdirde çok pahalıya mal olabilir. Pekala şimdi bu serinin ilk metali olan paladyum ile başlayalım.

### **PALADYUM KAPLAMA**

SEMBOL: Pd (Paladyum)

ATOM AĞIRLIĞI: 106.4

**PALADYUMUN ÖZELLİKLERİ:** Paladyum çelik beyazı bir metaldir. Normal sıcaklıklarda havada kararmaz. Özgül ağırlığı 12.1 dir. İşlenebilir ve yumuşak bir metaldir. Tavlanmış durumda oldukça yumuşak bir metal türüdür. Kaplandığında nikel kaplama ile karşılaştırılabilecek bir sertliğe sahiptir. Elektriksel direnci gümüşünkünden kabaca 7 kat daha büyüktür. Diğer platin ailesi metalleri ile birlikte bulunur. 2 ya da 4 değerliklidir.

**PALADYUMUN KAPLAMA METALİ OLARAK KULLANIMI:** İkinci Dünya Savaşı öncesinde paladyum, kaplama olarak çok yaygın kullanılmıyordu. Çünkü beyaz metal olmasına rağmen bu beyazlık gümüşün ya da rodyumunkine yakın bile değildir. Dahası, havada kararmamasına rağmen bazı asitler tarafından bozulmaya karşı hassastır. Savaş boyunca, nikel ve rodyum çok az bulunur olduğundan, paladyum kaplama yeni bir dal olarak kuyumculukta altın kaplama öncesinde ve bazı durumlarda rodyum kaplama öncesinde astar olarak kullanıma girdi. Savaştan sonra nikel ve rodyumun tekrar iyi derecede mevcut olması sonucu paladyum kaplama sahneden çekildi. Son yıllarda, baskı devre kartlarında lehimin gerekli olduğu yerlerde üstteki altın kaplama ile alttaki ana metal (genellikle bakır) arasındaki difüzyonu engellemek için ara tabaka olarak denenmiştir. Nikel kaplamanın ara tabaka olarak daha uygun ve ucuz olduğu görülmüştür. Buna göre, yeni kullanım alanları geliştirilmedikçe ya da keşfedilmedikçe paladyum kaplama silik kalmaya mahkum görünüyor. Bu hiç de doğru görünmemektedir! Örneğin, kaplanmış paladyumun ince poröz (gözenekli) zarı otomobillerin emisyon temizliğini arttırmak için mükemmel bir katalizör olabilir. Buna benzer *bir fikir* paladyum kaplamanın gözde olmasını sağlayabilir. Belki de bunu yapacak kişi sizsiniz!

**PALADYUMUN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ:** Paladyum, paladik durumdan (paladyum içeren bileşikli durumdan) çökertilir (2 değerlikli). %100 katot veriminde 1 dm<sup>2</sup> yüzey üzerine 10 mikron kaplanması 1,1 amper-saat gerektirir. 1 amper-saat 1.99 gram metal kaplayacaktır. Katot verimi, kullanılan kaplama çözeltisine ve şartlarına bağlı olarak %40 ila %100 arasında değişebilir.

### **PALADYUM KAPLAMA BANYOLARI**

Paladyum çoğunlukla asit tipi banyolarda, özel durumlarda ise alaşım formunda alkali çözeltilerde kaplanır. Daldırma (yer değiştirme ya da çimentolama) ve kimyasal azaltma (elektriksiz kaplama) vasıtası ile de tortu bırakabilir. Şimdi ticari olarak kullanılan birkaç elektrokaplama banyosu tarif edilecektir.

*Bu banyo kalın kaplamalar ve elektrikli şekil verme işlerinde kullanılır.*

### **ASİTLİ KLORÜR BANYOSU**

#### **Reçete**

Paladyum klorür (PdCl <sub>2</sub> .2H <sub>2</sub> O) .....	340 gr
Amonyum klorür .....	170 gr
Tartarik asit .....	85 gr
Hidroklorik asit .....	28,4 gr
Su .....	3,785 lt

#### **Uygulama Verileri**

Çalışma sıcaklığı .....	60°C
pH (elektrometrik) .....	0,5'ten az
Katot akım yoğunluğu .....	kariştirmasız 1,08 A/dm <sup>2</sup> kariştirmalı 1,6-2,15 A/dm <sup>2</sup>
Katot akım verimliliği .....	%100
Anot akım yoğunluğu .....	1,08 A/dm <sup>2</sup>
Anot akım verimliliği .....	%100

**ANOTLAR:** Oksitleme şartları altında eritilmiş, soğuk çekilmiş saf paladyum.

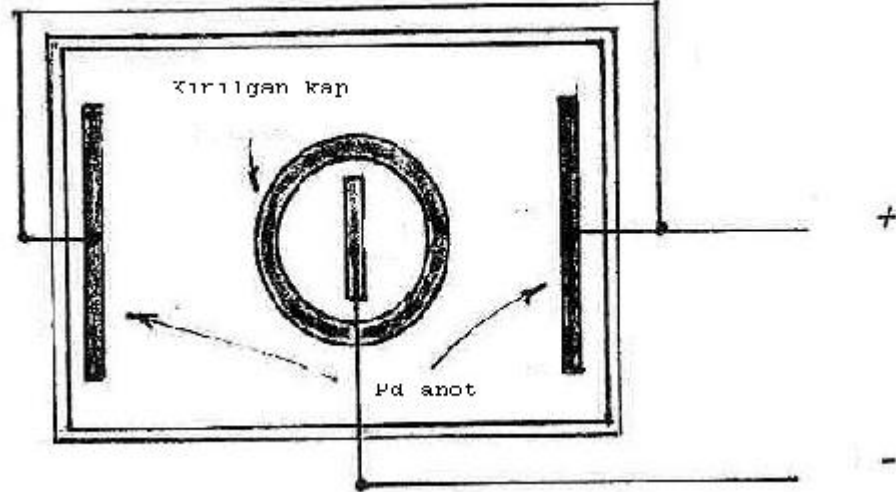
**TANK:** Kauçuk veya teflon kaplamalı çelik, ısıya dayanıklı cam veya kırılmaya karşı polipropilen ya da polietilen bir kap içerisinde korumalı vicor kullanın.

**ISITMA:** Az miktardaki çözeltileri ısıtmak için su banyosudan yararlanmanız tavsiye edilir. Daha büyük miktardaki çözeltiler için vicor, ısıya dayanıklı cam bobinler ya da teflon bobinler tavsiye edilir.

**BANYONUN HAZIRLANMASI:** Amonyum klorür ve tartarik asidi ihtiyaç duyulan suyun 2/3'ünde eritin ve ardından hidroklorik asit ekleyin. Ardından paladik klorürde eritip işarete kadar tamamlayın. Çözelti dönüşümlü olarak, paladyum anotları ile geçirgen kap metodu kullanılarak ve 1:1 hidroklorik asit çözeltisi içeren geçirgen (poröz) bir kabın içindeki bakır bir katot ile hazırlanabilir.

### ŞEKİL 15

#### PALADYUM ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANIŞI



**KONTROL:** Bu banyoyu çalıştırırken dikkatle izlenmesi gereken önemli nokta, daima 0,5 ya da altında tutulması gereken pH' tır. Bu seviyenin üzerinde, çözülemeyen paladyum bileşikleri çökmesi ile birlikte hidroliz başlar. Verimi artıracığı ve ve spreylere kayıplarına neden olacağından izin verilen akım yoğunluğunun aşılmaması da önemlidir. Ayrıca banyo, bakırı direkt olarak kaplamak için kullanılabilir. Birlikte, önce çok kısa bir süre nikel ve/veya gümüş kaplanması akıllıca olur. Çinko, pirinç ve daha az asil metaller durumunda ise kalın bir nikel kaplama gereklidir. Bu paladyum kaplamanın koyu ve kırılğan (gevrek) olmasına yol açan, diğer metaller tarafından batırma vasıtası ile kaplanmasını ve kirletilmesini önler.

**MALZEMENİN ÜZERİNDE KALAN SIZINTI:** Tıpkı altın kaplamada olduğu gibi platin ailesinden tüm metalleri kaplarken, malzeme kaplandıktan sonra üzerinde kalmış olan banyo sızıntısını geri

kazanmak için, kaplama tankından sonra bir sızıntı tankı üzerinde biraz bekleterek süzülmesi sağlamak çok önemlidir. Burada biriken banyo çözeltisi kaplama banyosunun buharlaşma kayıplarını önlemek için kullanılabilceği gibi, konsantre hale getirilip arıtıcıya geri gönderilerek bir gelir elde edilebilir.

### PALADYUM İYODÜR BANYOSU

#### REÇETE:

Paladyum İyodür ( $PdI_2$ )-----	56,7 gr
Sodyum İyodür -----	453,6 gr
Tartarik Asit -----	113 gr
Su -----	3,785 lt

#### UYGULAMA VERİLERİ:

Uygulama sıcaklığı-----	Oda sıcaklığından $60^{\circ}C$ 'ye
pH derecesi-----	1 - 3 (kolorimetrik)
Katot Akım Yoğunluğu-----	1,08 A/dm <sup>2</sup>
Anot Akım Yoğunluğu-----	1,08 A/dm <sup>2</sup>
Katot Verimi-----	yaklaşık %90

**ANOTLAR:** Paladyum

**TANK** : Klorür banyosundakiyle aynı.

Bu çözelti uzun bir süre boyunca oldukça parlak bir kaplama yapılmasını sağlar. En iyi yapıma biçimi içinde güçlü bir sodyum iyodür çözeltisi bulunan geçirgen kap yöntemiyle elde edilir.

Kalın kaplamalar için karıştırma tavsiye edilir.

### SODYUM PALADYUM NİTRAT BANYOSU

#### REÇETE:

Sodyum Paladyum Klorür ( $Na_2PdCl_4 \cdot 2H_2O$ )---	38 gr
Sodyum nitrat-----	38 gr
Sodyum klorür-----	199 gr
Su-----	3,785 lt



**UYGULAMA VERİLERİ :**

Çalışma sıcaklığı-----	60°C
pH-----	4 - 5
Katot Akım Yoğunluğu-----	1,08 A/dm <sup>2</sup>
Katot Verimi-----	%99
Anot Akım Yoğunluğu-----	1,08 A/dm <sup>2</sup>
Anot Verimi-----	%99

**ANOTLAR:** Paladyum

**TANK:** Klorür banyosundakiyle aynı.

**KONTROL:** pH hidroklorik asitle düşürülerek ve sodyum karbonatla yükselttilerek ayarlanmalı, verilmiş olan değerlerde tutulmalıdır. Uzun bir süre boyunca oldukça parlak bir kaplama yapılmasını sağlar. Dumanlanma meydana gelirse yumuşak bir şeyle kolayca parlatılabilir. Bu reçete çok ince ve parlak kaplama için iyidir.

En iyi sonuç için parçaların iyi bir gümüş astar kaplamaya sahip olması gerekir.

Askıların kaplanması işlemini olabildiğince çabuk tamamlayabilmek için normal akım yoğunluğunun 2-3 katında çok kısa süre kaplamanız akıllıca olacaktır. Ardından akım yoğunluğunu normal çalışma değerine düşürün. Bu kaplama banyosunun kirlenmesini önlemeye yardımcı olur.

Paladyum güçlü bir hidrojen gazı emicisidir, bu yüzden paladyumla kaplama yapılırken hidrojen gazı açığa çıkaran akım yoğunluklarını kullanmaktan kaçınılmalıdır. Hidrojen gazının daha sonra salınması çekme gerilmesinin artması gibi bazı zorluklara sebep olabilir.

Paladyum banyolarında karşılaşılan başlıca sorun, dikkatsiz uygulama sonucunda temel metallere kaynaklanan kirlenmedir. Bu banyoların arıtılması çok zordur (rodyum kaplama başlığı altında anlatılmış olanlara bakın), bu yüzden malzemenin her yerinin nikel ve/veya gümüşle yeterince kaplandığından emin olmadan onu paladyum banyosuna koymayın! Çözeltinin içine kirlenmeye neden olacak bir madde taşınmamasına dikkat edin. Banyolar dikkatle kullanılırsa arıtıcıya geri gönderilmeden önce uzun süre çalışabilir.

**DOLAPTA PALADYUM KAPLAMA**

İngiltere'de telefon ve elektronik parçalar için hatırı sayılır boyutta kullanılan banyo türü sülfamat banyosudur. Bu banyo P tuzu olarak da adlandırılan, paladlı diamino dinitrit ile, yani paladyum tuzu ile hazırlanır.

**REÇETE:**

P tuzu olarak Paladyum----- litre başına 10-25 gr.  
Amonyum sülfamat----- litre başına 420 gr.  
pH'ı 8.0' a getirmek için amonyum hidroksit

**UYGULAMA VERİLERİ:**

Sıcaklık----- 26,7-32°C  
Dolap akım yoğunluğu----- 0,2 A/dm<sup>2</sup>  
Katot verimi----- %70  
2,5 mikron kalınlığında kaplamak için gerekli süre yaklaşık 60 dakikadır.

Bu banyonun İngiliz kullanıcıları 5 mikron kalınlığın şiddetli atmosferik ve nem testlerini geçmek için yeterli olduğunu bulmuşlardır.

**ANALİTİK KONTROL:** Platin ailesinden metallerin analizleri oldukça karmaşık yöntemlerle yapılır ve bu yüzden, eğer sağlam bir kimya bilgisi altyapınız yoksa buna teşebbüs etmemenizi öneririm. Hidrometreden elde ettiğiniz verileri kullanarak kabataslak bir kontrol sistemi düzenleyebilir ya da daha yakın bir kontrol için kitabın sonunda referanslar bölümünde verilmiş olan tedarikçilerin bazıları tarafından sağlanan test kitlerini kullanabilirsiniz. Eğer kimyasal analiz yapmakta kararlıysanız analitik referanslara başvurun. pH kontrolü dersin başka yerlerinde de bahsedilen pH test kâğıdıyla usulünce yapılabilir.

**PLATİN KAPLAMA**

Sembol: Pt (Platin)

Atom Ağırlığı: 195.2

**PLATİNİN ÖZELLİKLERİ:** Platin kalay beyazı rengindedir. İşlenebilir ve yumuşak bir metaldir ve özgül ağırlığı 21.45'tir. Atmosferik korozyona ve çoğu kimyasal reaktifin saldırısına karşı tamamen dayanıklıdır. Elektriksel iletkenliği gümüşün kabaca 1/6'sı kadardır. 2 ya da 4 değerliklidir.

**PLATİNİN KAPLAMA METALİ OLARAK KULLANIMI:** Platin, kaplama metalini olarak küçük ölçüde kuyumculukta ve oldukça yaygın olarak da kimyasal donanımların korunması amacıyla kullanılır. Günümüzde elektriksel temas noktalarının ve aşındırıcı elektrolitlerin içine konulduğunda erimemeleri için anotların kaplanmasında önerilmekte ve kullanılmaktaysa da, platinin kullanımı oldukça sınırlıdır.

**PLATİNİN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ:** Çoğu banyoda platin platinik durumda (platin içeren tuz) veya 4 değerlikli halde iken kaplanır ve %100 verimlilikte, 25 mikron platin 9,3 dm<sup>2</sup> lik yüzeye kaplamak için 27,8 amper-saat elektrik gerekir. Amper-saat başına 1,82 gr. platin kaplanır. Katot verimi genellikle %10 ile %20 arasındadır. Hidroksil türü banyoların verimi daha yüksektir.

**PLATİN KAPLAMA BANYOLARI**

Platin hem asidik hem de alkali tip banyolarda kaplanabilir.

**FOSFORİK ASİT BANYOSU****REÇETE:**

Platin di-amino nitrat	
(Pt(NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (HO <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> )-----	21 gr
Fosforik asit (%85)-----	425 gr
Su-----	3,785 lt

**UYGULAMA VERİLERİ:**

Sıcaklık-----	60°C
Tanktan geçen gerilim-----	2,5 volt
pH-----	1 ya da daha az

**ANOTLAR:** Platin

**TANK:** Metalle kaplanmış ısıya dayanıklı cam (Payreks) (Sıcak suyla banyo ısıtma)

Bu çözelti, 0,54 A/dm<sup>2</sup> ya da daha düşük akımda kullanıldığında kısa süreli (flaş) kaplama ya da daha kalın kaplamalar için uygundur.

### AMONYUM NİTRAT BANYOSU

#### REÇETE:

Platin diamino nitrat-----	10 gr.
Amonyum nitrat-----	100 gr.
Sodyum nitrat-----	10 gr.
Amonyak-----	50 cc.
Su-----	1 litre

#### UYGULAMA VERİLERİ:

Sıcaklık-----	95°C
Tank gerilimi-----	4-5 volt
Katot Akım Yoğunluğu-----	5,4-10,8 A/dm <sup>2</sup>
Katot Akım verimi-----	%10-%25

**ANOTLAR:** Platin ya da ağır platin kaplama bakır

**TANK:** Metalle kaplanmış ısıya dayanıklı cam (Payreks) ya da vicor, teflon astarlı çelik, polipropilen ya da polietilen kullanın.

**ISITMA:** Su banyosu ısıtma ya da teflon ısıtma bobini kullanın.

**UYGULAMA:** pH seviyesini 6,5'la 7 arasında tutun. Daha düşük değerlerde kaplama biraz daha parlak olur fakat bu değer altında yapılan kaplama soyulabilir. Daha kalın kaplamalar için daha düşük akım yoğunlukları kullanın fakat 30 ila 60 saniye içinde kaplamanın yapılacağı flaş işinde yukarıda önerilen akım yoğunluğu kullanılmalıdır. Uygulamada, nitrit iyonu oluşabilir ve bu olduğunda platinin iyonlaşmasını tamamen bastıracağı için platin kaplanması bütünüyle durabilir. Bu durumda eğer çözeltide platin metali mevcut olduğundan eminseniz, fazla nitriti ayrıştırıp nitrojen gazı ve su haline getirerek yok etmek için biraz amonyum nitrat ekleyip kaynatın. O zaman banyo yeniden doğru şekilde çalışacaktır.

**HİDROKSİL BANYOSU****REÇETE:**

Potasyum heksahidroksi platinat (K <sub>2</sub> Pt(OH) <sub>6</sub> .2H <sub>2</sub> O)-----	85 gr
Potasyum Hidroksit-----	28,4 gr
Potasyum Oksalat-----	28,4 gr
Potasyum Sülfat-----	199 gr
Su-----	3,785 lt

**UYGULAMA VERİLERİ:**

Sıcaklık-----	60 ila 77°C
Tank Gerilimi-----	1 ila 6 volt
Katot akım yoğunluğu-----	0,8 A/dm <sup>2</sup>
Katot Verimi-----	%90

**TANK:** Metalle kaplanmış ısıya dayanıklı cam (Payreks) ya da vicor, teflon astarlı çelik, polipropilen ya da polietilen kullanın.

**ANOTLAR:** Platin ve platin kaplı bakır (21,5 gr/cm<sup>2</sup>)

**UYGULAMA KONTROLÜ:** Günlük eklemeleri yaparak kostiği belirtilen düzeyde tutun. Kostiği kalay ve diğer kaplama derslerinde açıklanan La Motte Sulfo Orange yöntemiyle kontrol edin. Bir süre sonra karbonat oldukça yüksek bir miktara ulaşacaktır. Karbonat miktarı litre başına 60 gr'ı aştığında sülfürik asit ekleyerek banyonun çökmesini sağlayın. Bu platini de çökeltcektir. Çökeltiyi filtre edin ve kostik potasın içinde çözerek çözülebilir hekza tuzunun tekrar oluşmasını sağlayın, banyoyu önceki gibi hazırlayın.

**HEKZA PLATİN TUZUNUN HAZIRLANMASI:** Bu tuz, potasyum platinik klorürle tam çökelmeyi sağlamasına neden olacak kadar potasyum karbonatın (fazlası tuzu çözecektir) tepkimesini sağlayarak elde edilebilir. Daha sonra süzün ve seyreltik asetik asitle yıkayın ve çok az bir miktar daha kostik potası içinde çözün.

**PLATİN KAPLAMA İLE İLGİLİ GENEL NOTLAR:** Dikkat edilmesi gereken şudur ki tüm bu banyolarda anot verimliliğinden söz edilmemektedir. Bunun nedeni bu banyolarda anot verimliliğinin 0 olmasıdır, yani anotlar çözünmez. Bir iki istisna hariç diğer tip anotlar kullanılamaz, çünkü bunlar çözünerek banyoyu kirletir ve bozarlar. Bundan dolayı banyoyu ikmal etmek için platin tuzları kullanılmalıdır. Banyoda kullanımı sözkonusu olan platin tuzunu kullanın ve yaklaşık olarak kapladığınız

kadarını ekleyin. Kapladığınız miktarı kabataslak tespit etmek için her gün bir test levhasını belli bir akımda belli bir süre kaplayın. Kaplamadan önce ve sonra test levhasını tartılması size çözeltinin gr/amper-saat olarak kaplama oranını verir. Gün boyunca kullanmış olduğunuz amper-saat sayısını tahminen hesaplayın ve bu rakamdan kullanılan platinin gram miktarını bulun, çıkan sonuca göre ikmal yapın.

Altın alaşımları, nikel, paladyum ve gümüş hariç çoğu metalle birlikte platin kaplarken, esas metalin platin kaplama banyosunu kirletip bozmaması için, metale platin kaplamadan önce nikel kaplama işlemi uygulanması tavsiye edilmektedir.

### **RODYUM KAPLAMA**

SEMBOL: Rh (Rodyum)

ATOM AĞIRLIĞI: 102.9

**RODYUMUN ÖZELLİKLERİ:** Rodyum mavi-beyaz renkte, parlak sonlandırılabilir özelliği olan bir metaldir. Özkütlesi 12.4, birleşim değeri 3'tür. Hemen hemen tüm medyada tamamıyla aşınmayan bir metal olarak bilinir. İletkenliği platinden ya da paladyumdan daha iyidir, elektriksel direnci gümüşünkünden 3 kat daha fazladır.

**RODYUMUN KAPLAMA METALİ OLARAK KULLANIMI:** Rodyum ticari amaçla ilk defa 1930'larda beyaz altının üzerine uygulanan flaş (kısa süreli) rodyum kaplamanın altının kararmasını önlediği ortaya çıktığında kaplandı. Kullanımı zamanla genişleyerek günümüzde kostüm süslemeciliğinde, som altın kuyumculuğunda ve hatta elmasların üzerine yerleştirildiğinde daha yansıtıcı bir görüntü verdiği için yansıtıcı kaplama olarak platin kaplanması yaygınlaştı. Rodyum ayrıca uzun süre aynı yüksek yansıtma özelliğini sürdürdüğü için, ayna ve ışıldaklar için reflektör kaplamaya kadar geniş bir alanda kullanılmaktadır. Gümüşün %90 ya da daha fazla orandaki yansıtıcı özelliğiyle karşılaştırıldığında %78 oranında yansıtma oranına sahip olmasına karşın, gümüş aşamalı olarak kararır ve yansıtıcı özelliğini kaybeder. Rodyumun son 20 yılda öne çıkan bir başka geniş çaplı kullanımı da özellikle, iyi iletkenliği, kararmama özelliği ve yüksek erime noktasının paha biçilmez bir önem taşıdığı özellikle baskı devre üzerindeki elektriksel kontak yerlerinin kaplanmasıdır.

Günümüzde rodyum platin ailesinden metallerin en pahalısı olmasına rağmen, özellikle 10 dm<sup>2</sup> yüzeyin kaplanması sadece birkaç cent'e mal olacak kadar ince olabilen parlak (flaş) kaplamada yaygın olarak kullanılmaktadır.\*

**RODYUMUN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİ:** %100 verimde 25 mikron rodyumu 1 dm<sup>2</sup> yüzeye kaplamak için 2,47 amper-saat elektrik gereklidir. 1 amper-saat ile 1,28 gr. rodyum kaplanır.

### RODYUM KAPLAMA BANYOLARI

Rodyum, klorür ve sülfat gibi basit tuzlarla kaplanabilmesine rağmen, bu tip banyolardan elde edilen kaplama pürüzlü ve süngerimsi olduğu için tatmin edici değildir ve parlaklığı düşüktür. Rodyum kaplama günümüzde çoğunlukla rodyum kaplama konsantreleri olarak satılan, rodyum fosfat ve sülfat bileşikleriyle yapılmaktadır. Tipik reçeteler aşağıdaki gibidir:

### SÜLFAT TİPİ BANYO

#### REÇETE:

Sülfürik asit-----	35 gr.
Bileşik olarak hazırlanmış metalik rodyum-	2 gr.
Su-----	1 litre

#### UYGULAMA VERİLERİ:

Sıcaklık-----	43-49°C
Akım Yoğunluğu-----	1,1-8,6 A/dm <sup>2</sup>
Tank gerilimi-----	2,5-5 volt

### FOSFAT TİPİ BANYO

#### REÇETE:

Fosforik asit-----	40 cc.
Bileşik olarak rodyum metali-----	2 gr.
Su-----	1 litre

**UYGULAMA VERİLERİ:** Yukarıdaki gibi.

---

\* Preslenmiş rodyumun troy ons'u 360.00 \$ dolara tırmandığından, maliyet birkaç cent'in üzerine çıkmak durumundadır!

Her iki çözelti için de katot verimi, çoğunlukla düşük metal içerik yüzünden oldukça düşüktür fakat, çok yüksek maliyetli oldukları için bu çözeltiler yüksek metal içerikli olarak kullanılamazlar.

**ANOTLAR:** Platin ve platin kaplı titanyum.

**TANK:** Metal kaplı payreks, polipropilen ya da teflon kaplı çelik.

**ISITMA:** Tankın etrafında sıcak su ceketli ya da teflon veya kuvars ceketli daldırma ısıtıcı.

Altın alaşımları, gümüş, platin ve paladyum hariç diğer bütün metallere parlak nikel ya da cilalanmış nikel astar kaplanmış olmalıdır.

Bu banyolardaki gerçek kaplama oranı kullanılan her amper-saat elektrik başına 120 ila 300 miligram rodyum arasında değişir, bu yüzden verim %10 ile %25 arasında olacaktır.

Rodyum kullanılan rodyum bileşiğinin üreticisi tarafından temin edilen basit bir renkölçer test aletiyle test edilir. İhtiyaç duyulduğunda, bileşik olarak eklenir. Bu yavaş yavaş banyodaki bileşik iyonlarını artıracak ve belli bir süre sonra kaplama oranını aşamalı olarak düşürecektir.

Tatmin edici bir kaplama kalitesi için her 1 dm<sup>2</sup> başına yaklaşık 15,5 miligram rodyum kaplanması gereklidir. Aksi takdirde kaplama daha ince hale gelir. 1 mg/cm<sup>2</sup> yaklaşık olarak 0,82 mikron kalınlığındadır.

Bu banyoları hazırlarken asidi suya daima rodyum bileşiğini eritmeden önce ekleyin. Bu yapılmazsa rodyum bileşiği hidrolize olur ve belli bir miktarı işe yaramayan *rodyum tortusu* halinde israf edilmiş olur.

Kimi esas metallerin banyoda bulunması banyoyu tamamen tahrip eder, bu yüzden rodyum kaplamada herhangi bir sebeple ortaya çıkacak kirlenmeden sakınma konusunda çok dikkatli olunmalıdır. **(1)** Eğer kaplanan esas metallerden biriyse, metale önce mutlaka nikel kaplama uygulayın. **(2)** Tanka hiçbir zaman bir şey düşürmeyin. **(3)** Banyo hazırlama ve durulama için mutlaka saf su kullanın. Mümkün olduğunca tamamen yalıtılmış kaplama askıları kullanın.

1 litre rodyum çözeltisinin içinde sadece 0.07 gr. çinko bulunması yansıtıcılık özelliğini hemen düşürecektir, bu çıplak gözle görülebilir ve dahası kaplamayı donuk hatta karanlık bir hale dönüştürecektir.



Herhangi bir nedenden dolayı çözeltide çinko miktarı artarsa, bunu küçük bir uygulamayla çözeltiden ayrılabilir olacak olsanız bile çözeltinin arıtıcıya döneceği kesindir. Bu uygulama ile ilgili ayrıntıları **PLATING 55, S:612'** de (1968) bulabilirsiniz.

### **KUSURLU RODYUM, PLATİN VE PALADYUM KAPLAMALARIN SÖKÜLMESİ**

Kusurlu platin metal kaplamaların sökülmesi isteniyorsa, eğer platin ailesi metali ince kaplanmışsa ve genelde yapıldığı gibi nikel kaplama üzerine uygulandıysa, aşağıdaki çözelti ile oldukça kolay bir biçimde yapılabilir:

Sülfürik asit(konsantre)-----	2,85 lt
Su-----	0,95 lt

Asidi suya çok dikkatli bir şekilde ekleyin ve ekleme sırasında sürekli karıştırın.

Ahşap bir tankın içinde bulunan bir su banyosuna yerleştirilmiş kapaklı bir kabın içinde muhafaza edin. Daldırma ısıtıcıyı kullanarak kullanılan çözeltiyi 38°C'ye kadar ısıtın ve temizlenecek parçayı anot olarak yerleştirin, bakır katotlarla birlikte kullanın. Soyma tankı boyunca gerilim 6 ila 7 volt olmalıdır. Bütün bağlantılar sıkıca yapılmalıdır. Akımın geçişi banyoyu yeterince ısıtacağından çözeltiyi önceden ısıtmak gerekmez. Gaz çıkışı başlamışsa veya voltmetre uygulanan gerilimin tam değerini göstermeye başlamışsa ve ampermetre çok küçük bir akım gösteriyorsa soyma işlemi tamamlanmış demektir. Platin metali ince soymuk taneleri halinde soyma tankının dibine düşecektir. Bu tabakalar daha sonra toplanarak yıkanıp kurutulabilir ve arıtıcıya gönderilip gelir elde edilebilir. Sıradan parlak kaplamalar için soyma süresi 50 ila 75 dakika sürecektir.

### **PLATİN KAPLAMADA BAZI PRATİK ÖNERİLER**

Platin metallere ilgili bu bölümü kapatmadan önce, size bu kaplama banyolarının uygulanmasıyla ilgili olarak bazı pratik önerilerde bulunmak istiyorum. Bunlardan bazıları size gereksiz görünebilir ve çünkü daha önce de belirtilmişti. Bununla birlikte bu tekrara tahammül edilebilir çünkü size ya da patronunuza büyük miktarda para kazandırabilir. Aslında bu-

radaki fikirlerin çoğu başka herhangi bir kaplama işleminde uygulayacağınız ya da uygulamanız gerekenlerle aynıdır. Uygulanmalarını zorunlu kılan şey, eğer uygulamada başarısız olursanız, maliyettir.

*Akılda tutulması gereken ilk ve en önemli şey ıskartaya çıkanlara maddi gücünüzün yetmeyeceğidir:* İskarta üç şekilde kayıp verdiğiniz anlamına gelir. Birincisi, soyulan platin metal parçası normalde soyma işleminden sonra kullanılamaz hale gelir. İkincisi, temizlenmiş platin için arıtıcıdan geri kazandığınız paranın, başlangıçta aynı miktar platin metal için ödediğiniz miktardan çok daha az olmasıdır. Üçüncüsü de harcadığınız zaman ve emektir.

O zaman en önemli nokta, çoğu platin metal kaplama çözeltisinin organik ve inorganik bozulmadan özellikle etkilenebilir olduğunu akılda tutarak, *uygulamanın ayrıntıları konusunda özenli ve dikkatli olmaktır.* Organik kirleticiler genellikle önceki derslerde bahsedilen aktif karbon sağıltımıyla giderilebilir. İnorganik kirleticilerin giderilmesi ise daha zahmetlidir. Bu yüzden temizliğe (Çözeltiyle birlikte gelen herhangi bir şey temiz olmalı, kirletici olmamalıdır) ve değişkenlerin kontrolüne önem verilmelidir. Aşağıda bazı temel noktalar verilmiştir:

1. Tüm banyolar kimyasal saflıkta (C.P. veya p.a. olarak da gösterilir) kimyasallardan hazırlanmalıdır.

2. Tüm durulamalar (kaplama öncesi ve kaplama sonrası) ve kaplama banyolarının kendileri saf suyla veya tamamen deiyonize (TD - Totally Deionized) suyla yapılmalıdır. Saf su daha fazla tercih edilir.

3. Durulama tankları da dahil olmak üzere tüm tanklar temiz ve kullanılan kimyasallara karşı eylemsiz olmalıdır.

4. Çözelti için tercih edilen ısıtma yöntemi su ceketli olmalıdır. Eğer daldırmalı ısıtma kullanılması gerekiyorsa, o zaman teflon bobin önerilir. Kuvars kaplı elektrikli ısıtıcılar da uygundur.

5. Kullanımda olmadıkları zamanlarda hattaki tüm tanklar kapalı tutulmalıdır. Durulama tankları da buna dahildir.

6. Kaplama banyosuna giren tüm parçalar **T-E-M-İ-Z**, yeterli derecede nikel ve/veya gümüş kaplanmış ve aktive edilmiş (ve de gerektiği gibi durulanmış) olmalıdır. Eğer bir platin metal

kaplama işlemi planlıyorsanız, doğru temizlik, yanma ve aktivasyon banyolarına ve hattaki durulamaları sağladığınızdan emin olmanız gerekir.

7. Kimyasal analizle kaplama çözeltisi kontrolü, katot verimi testleri ya da Hull Cell kabıyla yapılan kontroller sık aralıklarla uygulanmalıdır.

8. Bir amper-saat metre (tercihen elektronik) de dâhil olmak üzere doğru ölçü aletleri kullanın.

9. Rahat bir şekilde kontrol edilebilen bir güç kaynağı kullanın.

10. Çözeltileri aktif karbon aracılığıyla düzenli bir şekilde süzün (**Önemli:** Tümüyle kullanılmış aktif karbonu saklayın, bazı değerli metaller (genellikle çok az bir miktar olmasına rağmen) karbon tarafından emilmiş olabilir).

11. Tüm askıların gerektiği gibi kullanıldığından ve kirlenmeye neden olmayan bir kaplama maddesiyle tamamen kaplandığından emin olun.

12. Kaplanacak alan için gerekli amper-saat miktarını ve *bilinen* katot veriminin ne kadar olduğunu dikkatle hesaplayın. Eğer gerekirse pilot testler yapın. ÖNCE PLANLAYIN, ondan sonra uygulayın.

13. Kaplama banyosundan sonra gelen ilk durulamadan önce malzemenin üzerinde kalan banyo sıvısının akması için en az bir süzüntü tankı kullanın (karıştırarak). İki tank kullanılması daha iyi olur.

14. Süzüntü suyunu yeterince sık değiştirin. Süzüntü suyu kaplama banyosundan buharlaşmayla eksilen suyu ikmal etmek için kullanılır. İkinci süzüntü suyu ile birinci süzüntüye su ikmali yapın. Kaplama banyosundaki eksilen suyu ikmal ettikten sonra ilk tankta ne kadar su kalmışsa, bu dikkatlice başka bir yere aktarılmalı ve arıtıcıya geri götürmek için öz ortaya çıkana kadar kaynatılmalıdır. Bu aşamada ikinci süzüntü tankı ilk tanka boşaltılmalı ve ikinci tank tekrar taze saf su ile doldurulmalıdır. Bu işlem dikkatli bir şekilde, kaplama tankının içine giren parçanın boyutuna ve üzerinde kalan süzüntünün hacmine dayanan bir temel üzerinde muntazaman uygulanmalıdır. Bunun için dersin sonundaki referanslara bakınız.

Bu dersin sonuna geldik. Dersin kısa sınavını hemen referans listesinin arkasında bulabilirsiniz. Başarılar!

Az kalsın unuttuyordum. Rodyum kaplama yapılırken yaşanmış bir tecrübeyi anlatmak için referans listesinden biraz yer çalıyorum.

**YAŞANMIŞ BİR RODYUM KAPLAMA TECRÜBESİ** : Gümüş üzerine rodyum kaplayan bir kaplamacı, iki soğuk durulamayı (13°C) takiben sülfürik aside daldırma, saf suyla durulama ve rodyum kaplama yapmakta idi. Kaplanan malzemenin yüzeyi donuk görünüyordu, kaplama ustasının suratı ise daha da donuk görünmekteydi! Soğuk su ile yapılan durulama işlemleri kaplamanın üzerindeki parlaticıyı gidermediği için, parlaticı filminin üzerine kaplanan rodyum ne yazık ki mat görünüşe sebep olmuştu. Kaplamacı soğuk suyla yapılan iki durulama işleminin ardından akımsız bir sıcak durulama banyosu ekledi ve sorun ortadan kalktı.

## **SEÇİLMİŞ REFERANSLAR**

### **Kurşun Kaplama**

#### ***Yazı***

K. S. Indiar & H. V. Udepa, *Metal Finishing*, 69, Jan. 94 (1971). Sülfamat banyolarında kurşun kaplama.

#### ***Rehber Kitap***

*Metal Finishing Guidebook & Directory*, 2003 Edition, Metals Finishing Publications, 360 Park Avenue South, New York, NY 10010, (212) 633-3199

### **Nikel Kaplama**

#### ***Yazı***

H. R. Johnsten, et al, *Metal Finishing*, 71, Oct. 55(1973). İnce tabakalı kaplamalar.

S. H. Wu, et al, *Plating*, 59, 1033(1972). Otomatik arıtma yöntemi.

N. C. Maffei & P. R. Davis, *Metal Finishing*, 69, March 56(1971). Sülfamat kullanılarak geliştirilmiş banyolar.

W. J. Regan, *Electroplating*, 24, Feb. 5(1971). Farklı nikel kaplama sistemlerinde korozyon direnci.

J. K. Dennis & J. J. Fuggle, *Trans. Ins. Met. Fin.*, 48, 75 (1970). Kirleticilerin etkisi.

## SEÇİLMİŞ REFERANSLAR (Devam)

### *Kitap*

*Modern Electroplating*, 4. baskı, Düzenleyenler: M. Schlesinger & M. Paunovic. American Electroplaters & Surface Finishers Society (AESF), 12644 Research Parkway, Orlando, FL 32826-3298' den temin edilebilir. Metal Finishing Publications' tan da temin edilmesi mümkündür.

*Nickel and Chromium Plating*, 3. baskı, J. K. Dennis & T. E. Such, Butterworth & Co., Ltd. ASM International, Metals Park, OH 44073' ten temin edilebilir.

### *Rehber Kitap*

*Metal Finishing Guidebook & Directory* , 2003 Edition, MetalsFinishing Publications, 360 Park Avenue South, New York, NY 10010, (212) 633-3199.

## Platin Metaller

### *Yazı*

#### İridyum Kaplama

G. A. Conn, *Plating*, 52, 1258 (1965)

C. J. Tyrell, *Trans. Inst. Met. Fin.*, 43, 161 (1965)

#### Osmiyum Kaplama

L. Greenspan, *Plating*, 59, 137 (1972)

#### Paladyum Kaplama

J. M. Stevens, *Trans. Inst. Met. Fin.*, 46, 26 (1968)

#### Rodyum Kaplama

P. C. Baldwin, *Plating*, 55, 612 (1968)

## **SEÇİLMİŞ REFERANSLAR (Devam)**

### Rutenyum Kaplama

G. A. Conn, *Plating*, 56, 1039 (1969).

G. S. Reddy & P. Taimsalu, *Trans. Inst. Met. Fin.*, 47, 187 (1970)

### ***Rehber Kitap***

*Metal Finishing Guidebook & Directory*, 2003 Edition, Metals Finishing Publications, 360 Park Avenue South, New York, NY 10010, (212) 633-3199.

### ***Kitaplar***

*Modern Electroplating*, 4. baskı, Düzenleyenler: M. Schlesinger & M. Paunovic. American Electroplaters & Surface Finishers Society (AESF), 12644 Research Parkway, Orlando, FL 32826-3298' den temin edilebilir. Metal Finishing Publications' tan da temin edilmesi mümkündür.

*Metals Handbook*, 10. baskı, Cilt 5, ASM International, Metals Park, OH 44073.

## **ÇÖZÜLMEMİŞ PROBLEMİN CEVABI**

1. (sayfa 12) 0.5 saat ya da 30 dakika.

**8.DERSİN SINAVI**

- (10) 1. Kütle etki prensibini ve genel iyon etkisi ile bağımlıyı açıklayınız. Elektrokaplamaadaki önemi nedir?
- (10) 2. Kurşun banyosundan alınan 10 mililitre örneğin sülfat çökeltisi 0,4850 gr. gelmektedir. Bu banyoda kurşun konsantrasyonu (gr/Lt cinsinden) nedir?
- (15) 3. 0,10 M standart nikel çözeltisinin EDTA çözeltisiyle titrasyonu EDTA çözeltisinin 0,280M kuvvetinde olduğunu göstermektedir. 1 mililitre nikel banyosu örneğini titre etmek için 40,50 mililitre EDTA kullanılıyorsa, banyonun litresinde kaç gram nikel bulunur? Bütün nikelin  $\text{NiSO}_4$  formunda olduğu varsayılırsa, banyoda kaç gr/Lt  $\text{NiSO}_4$  bulunur? Eğer klorür titrasyonu 30 gr/Lt nikel klorür heksahidrat bulunduğunu gösteriyorsa,  $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  formundaki toplam nikel miktarı (gr/Lt. cinsinden) nedir?
- (10) 4. Nikel banyosunun kirlenmesini önlemek için alınması gereken önlemlerden birkaçını açıklayınız.
- (10) 5. Otomatik bir kaplama hattında nikel tankında kaplama süresi 15 dakikadır. Her koldaki yük alanı  $18,6 \text{ dm}^2$  dir. Kullanılan akım yoğunluğu  $4,3 \text{ A/dm}^2$  dir. Banyonun katot verimi ise % 90'dır. Nikel kaplamanın ortalama kalınlığı ne olur?
- (10) 6. (a). Nikel kaplamadaki Tecrübe #2' yi gözönüne alın. pH'ın düşmeye devam etmesinin nedenini kendi sözcüklerinizle açıklayınız. (b) Tecrübe #3' ü gözönüne alın. Kaplama ustası siz olsaydınız, çalışma şartlarını düzeltmek için ne yapardınız?
- (10) 7. Paladyum kaplama dolabından 20 Amperlik bir akım geçmektedir. Gümüş kaplı bakır parçalar halindeki yükün toplam alanı  $74,3 \text{ dm}^2$  dir. Katot verimi de %60 ise, parçalara ortalama 5 mikron paladyum kaplamak için ne kadar zaman gerekir?
- (10) 8. Yarıküre şeklindeki ince çeperli reflektörün parlak nikel kaplı iç yüzeyine rodyum kaplanıyor. İstenen özelliğe göre en az 7,5 mikron rodyum kaplanması gerekiyorsa, ve askıda bu reflektörlerden 10 tanesinin birlikte kaplanması için  $3,23 \text{ A/dm}^2$  akım yoğunluğu gerekiyorsa, tam yükte 250 Amper akım kapasitesi olan redresörle bir seferde kaç adet tam yüklü askı kullanılabilir? Katot verimi %20 olsa idi bu kalınlıkta kaplama yapmak ne kadar sürerdi?