

194092

KROM KAPLAMA TEKNİKLERİ

Yakup Ali Gerede

Yüksek Lisans Tezi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Haziran-2003

**Anadolu Üniversitesi
Merkez Kütüphane**

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Yakup Ali Gerede'nin **Krom Kaplama Teknikleri** başlıklı Kimya Mühendisliği Anabilim Dalındaki, Yüksek Lisans tezi...16.07.2003 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	Adı Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı)	: Doç. Dr. Süleyman Kaytakoğlu	
Üye	: Prof. Dr. Mehmet Rıza Altıokka	
Üye	: Prof. Dr. Ayşe Eren Pütün	

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 23.07.2003 tarih ve 24/4 sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü
Prof. Dr. Orhan ÖZER
Fen Bilimleri Enstitüsü
M ü d ü r ü

Anadolu Üniversitesi
Merkez Kütüphane

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

KROM KAPLAMA TEKNİKLERİ

Yakup Ali GEREDE

Anadolu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman : Doç. Dr. Süleyman KAYTAKOĞLU

2003, 69 sayfa

Bu tezde, banyo sıcaklığı ve akım yoğunluğunun ST37 standartına uygun DKP saç parçalar üzerine yapılan sert krom kaplamaların yapı ve özelliklerine etkileri incelendi.

Sert krom kaplama deneyleri, üç değişik kromik asit konsantrasyonu ve konvansiyonel, anorganik katalizörlü ve organik katalizörlü olmak üzere üç farklı grupta yapılmıştır. Akım yoğunluğunu sabit tutarak banyo sıcaklığının sert krom kaplama hızına ve akım verim yüzdesine olan etkisi araştırılmıştır. Ayrıca sabit banyo sıcaklığında, farklı akım yoğunluklarının kaplama hızına ve akım verimine etkileri incelendi. Genel olarak tüm banyo tiplerinde sabit akım yoğunluğunda, banyo sıcaklığı yükseldikçe kaplama hızı ve akım verimi düşmekte, ancak sabit banyo sıcaklığında, akım yoğunluğunun artması ile kaplama hızında ve akım veriminde artış olmaktadır.

Anahtar Kelimeler : Sert Krom Kaplama, Kaplama Hızı, Akım Verimi

ABSTRACT

Master of Science Thesis

CHROMIUM PLATING TECHNIQUES

Yakup Ali GEREDE

Anadolu University

Graduate School of Natural and Applied Science

Chemical Engineering Program

Supervisor : Assoc. Prof. Dr. Süleyman KAYTAKOĞLU

2003, 69 pages

In this thesis, the effect of bath temperature and current density on the structure and properties of hard chromium plating made on TS ST37 iron parts were studied.

Hard chromium plating experiments were made with three different chromic acid concentrations and in three different groups like conventional with inorganic catalyst and organic catalyst. The effects of different bath temperatures on hard chromium plating rate and percentage of current efficiency were observed by keeping the current density constant. In addition, at constant bath temperature, the influences of different current density on plating rate and current efficiency were studied. In general, for all bath types at constant current density while bath temperature increases plating rate and current efficiency decreases. However when the bath temperature was kept constant increased current density resulted in increase of plating rate and current efficiency.

Keywords : Hard Chromium Plating, Plating Rate, Current Efficiency

TEŐEKKÜR

Bu alıőmanın yűrűtűlmesinde yapıcı eleőtiri ve yardımlarıyla yol gűsteren tez danıőmanım Do. Dr. Sűleyman Kaytakoėlu'na teőekkűrlerimi sunarım. Ayrıca her tűrlű konuda bana destek olan tűm bűlűm hocalarıma ve araőtırma gűrevlisi arkadaşlarıma teőekkűr ederim.

Hayatım boyunca yanımda olan, maddi ve manevi desteklerini hibir zaman esirgemeyen aileme en iten dileklerle teőekkűr ederim.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş ve Amaç	1
1.2. Krom Metali	2
1.2.1. Dünya genelinde krom cevheri rezervi	3
1.2.2. Dünya genelinde krom cevheri üretimi.....	4
1.2.3. Krom üretim yöntemi ve teknolojisi	6
2. ELEKTROKİMYANIN TANIMI VE ELEKTROLİZ.....	7
2.1. Elektrolizin Tarihçesi	7
3. ELEKTROLİTİK KAPLAMA.....	10
3.1. Metal Kaplama Elektrolitleri.....	11
3.2. Elektrolitik Birikimi Etkileyen Faktörler	15
3.2.1. Akım yoğunluğu.....	15
3.2.2. Dağıtma gücü	16
3.2.3. Katot-anot.....	17
4. KROM KAPLAMA	19
4.1. Krom Kaplamanın Tarihçesi	19
4.2. Krom Kaplama Banyoları	20
4.3. Kromik Asit Banyolarının Katmanlaştırma Mekanizması.....	22
5. MATERYEL VE YÖNTEM.....	24
5.1. Kaplama Deneyinde Kullanılan Araç ve Gereçler	24
5.2. Elektrolitik Yöntemle Krom Kaplama	24

5.2.1. Yüzey temizleme işlemi	24
5.2.2. Sert krom kaplama	25
6. DENEYSEL BULGULAR	27
6.1. Banyo Sıcaklığının Sert Krom Kaplamanın Yapı ve Özelliklerine Etkisi.....	27
6.1.1. 125 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması.	27
6.1.2. 250 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması.	28
6.1.3. 500 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması.	31
6.1.4. 125 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması	32
6.1.5. 250 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması	34
6.1.6. 500 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması	37
6.1.7. 125 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması.....	38
6.1.8. 250 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması.....	40
6.1.9. 500 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması.....	43
6.2. Akım Yoğunluğunun Sert Krom Kaplamanın Yapı ve Özelliklerine Etkisi.....	44
6.2.1. 125 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması.	44
6.2.2. 250 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması.	46
6.2.3. 500 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması.	47
6.2.4. 125 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması	49
6.2.5. 250 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması	50
6.2.6. 500 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması	53
6.2.7. 125 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması.....	54
6.2.8. 250 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması.....	56
6.2.9. 500 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması.....	58
7. SONUÇLAR	60
8. KAYNAKLAR.....	66
9. EKLER.....	68

ŞEKİLLER DİZİNİ

4.1. Haring ve Barrows'a göre akım veriminin sülfat konsantrasyonuna göre değişimi.....	21
5.1. Krom kaplama deneylerinde kullanılan araç ve gereçler.....	24
6.1. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi	28
6.2. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi	28
6.3. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi	29
6.4. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi	30
6.5. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda ve 25 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü.....	30
6.6. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi	31
6.7. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi	32
6.8. 125 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi	33
6.9. 125 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi	34
6.10. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi	35
6.11. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi	35
6.12. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda ve 25 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü.....	36

6.13. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda ve 55 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü.....	36
6.14. 500 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi	37
6.15. 500 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi	38
6.16. 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi	39
6.17. 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi	40
6.18. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi	41
6.19. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi	41
6.20. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda ve 25 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü.....	42
6.21. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda ve 55 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü.....	43
6.22. 500 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi	43
6.23. 500 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi	44
6.24. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi	45
6.25. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi	46
6.26. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi	47

6.27. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi	47
6.28. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi	48
6.29. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi	49
6.30. 125 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi	50
6.31. 125 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi	50
6.32. 250 g/l kromik asitve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi	51
6.33. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi	52
6.34. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve 25 A/dm ² akım yoğunluğunda sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü.....	52
6.35. 500 g/l kromik asitve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi	53
6.36. 500 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi	54
6.37. 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi	55
6.38. 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi	55
6.39. 250 g/l kromik asitve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi	56

6.40. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi	57
6.41. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve 25 A/dm ² akım yoğunluğunda sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü.....	57
6.42. 500 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi	58
6.43. 500 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığına sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi	59
7.1. Farklı tiplerdeki sert krom banyolarında, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi.....	62
7.2. Farklı tiplerdeki sert krom banyolarında, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğunda akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi.....	63
7.3. Farklı tiplerdeki sert krom banyolarında, 55 °C sabit banyo sıcaklığında kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi.....	64
7.4. Farklı tiplerdeki sert krom banyolarında, 55 °C sabit banyo sıcaklığında Akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi.....	65

ÇİZELGELER DİZİNİ

1.1. Dünya krom cevheri üretimi, rezervler ve baz rezervler.....	3
1.2. Dünya krom cevheri üretimi (1994-1997).....	4
4.1. Farklı endüstriyel uygulamalar için krom kaplama kalınlığının ana metalin sertliğine göre seçimi.....	19
5.1. Sıcak yağ alma banyosunun kimyasal bileşimi.....	25
5.2. Elektrikli yağ alma banyosunun kimyasal bileşimi.....	25
5.3. Krom kaplama banyolarının kimyasal bileşimi.....	26
6.1. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	27
6.2. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	29
6.3. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	31
6.4. 125 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	33
6.5. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	34
6.6. 500 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	37
6.7. 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	39
6.8. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	40
6.9. 500 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm ² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	43
6.10. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....	45

- 6.11. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....46
- 6.12. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....48
- 6.13. 125 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....49
- 6.14. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....51
- 6.15. 500 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....53
- 6.16. 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....54
- 6.17. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....56
- 6.18. 500 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri.....58

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş ve Amaç

Endüstride yaygın olarak kullanılan malzemelerin başında demir ve çelik gelmektedir. Bu malzemelerden yapılan parçalar, gerek korozyon ve aşınma dayanımlarının artırılması ve gerekse dış görünüşlerinin güzelleştirilmesi için, dış etkenlere dayanıklı, parlak ve sert metallere kaplanırlar [1]. Kaplama; elektrolitik, sıcak daldırma, sıvı metal püskürtme, metal giydirme ve iyon implantasyon yöntemleriyle yapılmaktadır [2]. Endüstride kullanılan parçalar başta krom olmak üzere alüminyum, bakır, kobalt, nikel, çinko, kadmiyum, kalay ve kurşun gibi saf metallere ya da bunların alaşımları ile kaplanır. Krom kaplanan parçalar daha çok makina endüstrisinde kullanılır. Mühendislik ve dekoratif amaçlı olmak üzere ikiye ayrılan krom kaplama; kromun korozyon ve aşınma direnci ile sertliğinin yüksek, sürtünme katsayısının düşük olması nedenleriyle tercih edilmektedir [3, 4].

Mühendislik amaçlı kaplamalarda krom doğrudan esas metal üzerine kalın bir tabaka halinde (2,5-500 μm) kaplanır [5]. Makinalarda yaygın olarak kullanılan miller, piston segmanları, motor subap itecekleri, içten yanmalı motor silindirleri ile takım tezgahlarına ait bazı parçalar sert krom kaplanırlar [4]. Ayrıca, ucuz ve kolay bulunan metallere üretilen ve yüzey özellikleri iyi olmayan parçalar da krom kaplanarak kullanım süreleri artırılabilir [6].

Dekoratif amaçlı krom kaplamaların en önemli özelliklerinden biri, kaplama yüzeyinin parlak bir görünüme sahip olmasıdır. Ancak, dekoratif amaçlı kaplamalarda krom tabakasının kalınlığı 0,13 μm ile 1,3 μm arasında değişir. Bu kalınlık parça yüzeylerini korozyona ve aşınmaya karşı korumada yeterli olmayabilir [7]. Bu nedenle dekoratif amaçlı krom kaplamalarda parçalar, bakır ve nikel kaplandıktan sonra krom kaplanırlar [5].

Metal kaplamaların endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılması, kaplama endüstrisinde kalite ve ekonomiyi ön plana çıkarmıştır. Buna bağlı olarak, kaplama kalitesi ve hızı ile doğrudan ilgili olan banyo bileşimi ve banyo sıcaklığı, akım yoğunluğu, pH değeri gibi çalışma şartlarının

araştırılması giderek önem kazanmaktadır [8].

Bu çalışmanın amacı, farklı sert krom kaplama teknikleri kullanarak sabit akım yoğunluğunda farklı banyo sıcaklıklarının kaplama hızı ve akım verimine etkisi ile sabit banyo sıcaklığında farklı akım yoğunluklarının kaplama hızı ve akım verimine etkileri incelenerek endüstride düşük akım verimine sahip olan krom kaplamada akım verimi ve kaplama hızının en yüksek olduğu çalışma şartlarını belirlemektir.

1.2. Krom Metali

Yer kabuğunun doğal bileşenlerinden biri olan krom; metalurji, kimya ve refrakter sanayinin temel elementlerinden biridir. Krom metalinin ekonomik olarak üretilbildiği tek mineral ise kromittir. Kromit, mineralojik olarak spinel grubuna ait bir mineral olup, küp sisteminde kristallenir. Teorik formülü $FeCr_2O_4$ olmakla birlikte, doğada bulunan kromit mineralinin formülü $(Mg,Fe)(Cr,Al,Fe)_2O_4$ olarak verilmektedir.

Kromit mineralinin bazı fiziksel özellikleri şöyledir [9]:

Özgül ağırlığı : 4,1 – 4,9 g/cm³

Sertliği : 5.5

Rengi : Parlak siyah

Çizgi rengi : Kahverengi

Genelde manyetik özellik taşımaz.

Kromit minerali ve krom yatakları kökensel olarak ilişkili oldukları ultrabazik kayalar içinde bulunurlar. Ultrabazik kayanın (dunit, serpantinit) oluşturduğu hamura (gang) gömülü kromit kristalleri krom cevherini oluşturmaktadır. Ultrabazik hamur malzemesi içinde kromit kristallerinin ve/veya tanelerinin bulunuş yoğunluğu, sergiledikleri doku ve yapı özellikleri krom cevherinin masif, saçılmış, nodüllü, orbiküler, bantlı, masif bantlı ve saçılmış bantlı gibi nitelendirilmelerini sağlar. Mg, Cr, Fe, Al elementleri kromit mineralini oluşturan elementler olmakla birlikte, gang minerallerinden kaynaklanan silis

de krom cevheri analizlerinin ayrılmaz bir parçasıdır. Krom cevherinin kimyasal bileşimi cevherin sanayideki kullanım alanlarını belirlemektedir. Kimyasal analizlerde SiO_2 , Cr_2O_3 , Al_2O_3 % miktarları ve Cr/Fe oranı çok belirleyici olmaktadır. Kromit mineralinin doğada bilinen en yüksek Cr_2O_3 içeriği % 68'dir [9].

1.2.1. Dünya genelinde krom cevheri rezervi

Dünya krom rezervlerine ilişkin bilgiler ile bazı ülkelerin 1997-1998 yıllarına ait üretimleri Çizelge 1.1'de sunulmuştur. Buna göre, 1999 rakamlarıyla dünya krom cevheri rezervleri; satılabilir derecede cevher olarak (%45 Cr_2O_3) 3 700 000 000 ton, rezerv bazı olarak 7 600 000 000 ton olmak üzere toplam 11.3 milyar tondur. Bu rezervin ülkelere göre dağılımı Çizelge 1.1'de verilmektedir. Bu tablodan görüleceği gibi, krom cevheri rezervlerinin dünya üzerindeki dağılımında büyük bir düzensizlik ve dengesizlik vardır.

Bilinen rezervlerin %75'i Güney Afrika Cumhuriyeti, %9'u Zimbabve ve %7'si Kazakistan'da ve ancak % 9'u diğer 27 dolayında ülkede bulunmaktadır. Dünya krom üreticisi ülkeler göz önüne alındığında, bu üç ülke dışında kalan ülkelerde bulunan rezervlerin nispeten küçük rezervler olduğu bilinmektedir [10].

Çizelge 1.1. Dünya krom cevheri üretimi, rezervler ve baz rezervler (1000 ton) [10]

	Maden Üretimi		Rezervler	Baz Rezervler
	1997	1998	(pazarlanabilir derece)	
ABD	-----	-----	-----	10000
Arnavutluk	-----	-----	6100	6100
Brezilya	330	300	14000	17000
Finlandiya	611	600	41000	120 000
Hindistan	1360	1400	27000	67000
Iran	200	200	2.400	2.400
Kazakistan	1000	1000	410 000	410 000
Rusya	150	130	4000	460 000
Güney Afrika	5780	6000	3 000 000	5 500 000
Türkiye	1750	1700	8000	20000
Zimbabve	680	670	140 000	930 000
Dünya Toplamı	12500	12600	3 687 500	7 585 500

1.2.2. Dünya genelinde krom cevheri üretimi

Dünya krom cevheri üretimi bazı dalgalanmalara karşın, giderek artan bir gelişme sergilemektedir. Dünya üretimi 1960 yılında 4 432 000 ton, 1970 'de 6 053 000 ton, 1980'de 10 211 000 ton, 1990 'da 13 641 000 ton, 1995'de 14 500 000 ton, 1997'de 12 500 000 ton, 1998'de 12 600 000 ton'dur. 1997 -1998 'de 1995'e göre bir miktar düşüş söz konusu ise de bu genel trendi etkilememektedir. Geleceğe yönelik yapılan değerlendirmeler dünya krom üretiminin 2000'li yıllarda 16 milyon ton düzeyine ulaşacağını işaret etmektedir. Dünya krom üretimi ile ilgili bilgiler Çizelge 1.2. de verilmiştir [11].

Çizelge 1.2. Dünya krom cevheri üretimi (1994-1997) (Ton) [11]

Ülkeler	1994	1995	1996	1997(e)
Arnavutluk	(r)118000	(r)160000	(r)143 000	106 000
Brezilya(4/)	359 788	447 963	(r)408 495	330 000
Birmanya(e/)	1000	1000	1000	1000
Çin(e/)	62000	94000	(r)130 000	120 000
Küba	(r)20 000	(r)30 693	(r)37 300	44000
Finlandiya	572 747	597 605	(r)573 904	611000
Yunanistan(e/)	(r)5 000	5000	(r)5 000	5000
Hindistan	909 076	1 536 386	1 363 205	(5/1 363 049
Endonezya(e/)	2500	10000	13300	2156
Iran	(r)354 100	(r)371 100	(r)250 000	200 000
Japonya(e/)	7000	7000	7000	7000
Kazakistan	2 020 000	2871000	1 190 000	1 000 000
Makedonya(e/)	5000	5000	(r)5 000	5000
Madagaskar	90200	(r)106 107	137210	139 700
Umman	6166	5300	15000	15000
Pakistan	6240	(e)17 000	27987	30000
Filipinler	76003	111035	78345	(5/87 500
Rusya	143 000	151 400	76700	150 000
Güney Afrika(6/)	3 599 000	5 085 000	(r)4 970 945	(5/5 779 424
Sudan(e/)	25000	(5/44 988	12000	43000
Türkiye	1270431	2 080 043	(r)1 279 032	1 750 000
Birleşik Arap Em	55000	37000	56000	61000
Zimbabve	516801	707 433	697311	680 000
Toplam	(r)10200000	(r)14 500 000	(r) 11 500 000	12 500 000

(e) : Tahmin edilmiş, (r) :Revize edilmiş.

(1/): Dünya toplamı ve tahmin edilmiş veriler son üç rakama yuvarlatılmıştır.

(2/): Çizelge 25 Haziran 1998'e kadar olan verileri içermektedir.

(3/): Verilen rakamlar pazarlanabilir çıktıyı temsil etmektedir; aksi durumda belirtilmiştir.

(4/): Ortalama Cr₂O₃ içeriği: 1994-%41,3; 1995-%42,2 (revize edilmiş); 1996-%42,2; 1997- %42,6.

(5/): Rapor edilmiş rakam.

(6/): Botsvana'nın üretimini içermektedir.

Krom cevheri üreten belli başlı ülkelerin sayısı 30 dolayındadır. Güney Afrika 1997 yılındaki 5 780 000 tonluk üretimini ile dünya üretiminde % 46 paya ulaşmıştır. 1995 -1998 yılları arasında üretim açısından ikinci ve dördüncü sıralarda yer almıştır.

Dünya krom üretimine yeni giren Hindistan'ın üretim performansı da dikkat çekicidir. Sürekli artan bir üretim hızı ile Hindistan, 1997 yılındaki 1 360 000 ton'luk üretiminiyle, dünya sıralamasında Türkiye'den sonra 3. sırada yer almıştır.

Genellikle krom sanayiinde arz talepten sürekli fazla olmuştur. 1988 -1990 yıllarında talep, arzı geçmiş ve bu durum fiyatların önemli ölçüde artmasına neden olmuştur. Sanayi bu artıştan elde ettiği karı, 1991-1992 yıllarında kapasiteyi artırmakta kullanmıştır. Kapasite artırımını da doğal olarak öncelikle krom üreticisi ülkelerde olmuştur [9].

Kromun başlıca kullanım alanı olan paslanmaz çelik sanayi uzun vadede, yılda bir veya iki ferrokrom tesisine ihtiyaç duyan bir büyüme göstermektedir. Bu talebi karşılamak amacıyla, örneğin Güney Afrika'da yeni tesisler kurulmuş ya da eski tesisler genişletilmiştir. Bununla birlikte Güney Afrika'daki tesislerde aglomerasyon ve fırın beslenmesinde ön ısıtma ve cüruftan kazanımının artırıldığı böylece maliyetin düşürüldüğü bir büyüme şekline de önem verilmiştir. Güney Afrika'da kromit ve ferrokrom üreticileri bu işlem değişikliklerinin finansmanını Asya'daki çelik üreticileri ile yaptıkları ortaklıklarla karşılamışlardır. Kapasitenin büyümesi hammadde arzını güvenceye almıştır. Üreticiler de pazar paylarını güvenceye alıp üretim hızlarını istikrarlı hale getirmiştir [10].

Bağımsız Devletler Topluluğu'ndaki ülkelerin ekonomik ve politik reorganizasyonu çabaları diğer ülkelerde talep daralmasıyla sonuçlanmıştır. Bu daralmayı, sonuçta o ülkelerdeki reformların yerleştirilmesiyle güçlü bir talep büyümesi izleyebilir. Asya'da 1997'deki finansal krizle başlayan ekonomik yavaşlama, paslanmaz çeliğe olan talepte azalmaya ve üretilen paslanmaz çeliğin fiyatlarının düşmesine neden olmuş; bu da Kuzey Amerika ve Avrupa'da üretilen paslanmaz çelik fiyatlarını düşmeye zorlamıştır. Dünya pazarında paslanmaz çelik arzındaki fazlalığın üretimde yavaşlama veya düşmeye neden olması, bunun da ferrokroma olan talebe azalma şeklinde yansımaları beklenmektedir [10].

1.2.3. Krom üretim yöntemi ve teknolojisi

Krom yatakları, maden yatağının boyutuna ve topografyaya bağlı olarak açık veya yeraltı işletme yöntemleriyle işletilmektedirler. Geçmiş yıllarda birçok krom yatağı açık işletme yöntemiyle işletilmişse de günümüzde krom yatakları büyük çoğunlukla yeraltı işletme yöntemleriyle işletilmektedir.

Dünyanın en büyük iki üreticisi Güney Afrika ve Kazakistan'dır. Güney Afrika Cumhuriyeti'ndeki krom yataklarının büyük bir kısmı yeraltı madencilik yöntemi ile işletilmektedir. Kazakistan'daki yatakların ise çoğunlukla açık işletme yöntemleriyle işletildiği belirtilmektedir.

Açık işletme yöntemiyle işletilen bir krom yatağı, örneğin Batı Kef (Guleman, Elazığ) yatağında olduğu gibi açık işletmeyle başlayıp, bilahare yeraltı işletmesine dönüştürülebilmektedir. Daha sonra işletme çalışmaları sırasında ortaya konan maden yatağıyla ilgili yeni verilere dayanılarak yeniden açık işletme yöntemine dönülmesine karar verildiği durumlar da söz konusu olabilmektedir.

Krom cevheri, ocak çıkışında çoğu halde elle seçme, elekten geçirme, yıkama yoluyla (gang tabir edilen) silikat minerallerinin cevherin bünyesinden ayıklanması sonucu zenginleştirilebilmektedir. Daha ileri aşamada jığlar, spiraller, sallantılı masalar veya manyetik ayırıcılar yöntemleri ile düşük tenörlü cevherin bünyesindeki silikat gangı temizlenerek kromit mineralinin zenginleşmesi sağlanır; diğer bir ifadeyle konsantre kromit elde edilir.

Konsantre krom cevheri üretiminde en yaygın uygulama, kromit mineraliyle gangı oluşturan olivin, piroksen ve serpantin mineralleri arasındaki yoğunluk farkı esasına dayalı sallantılı masalar yöntemidir. Manyetik separasyon, flotasyon ve ağır sıvı yöntemleri de bazı işletmelerde kullanılan zenginleştirme yöntemleridir [9].

2. ELEKTROKİMYANIN TANIMI ve ELEKTROLİZ

2.1. Elektrolizin Tarihçesi

Elektrokimya klasik olarak, elektriksel ve kimyasal enerjinin birbirine dönüşümünü yani elektrik akımı ile elde edilen kimyasal değişimleri, kimyasal reaksiyonların enerjisinden faydalanarak elektrik enerjisi elde edilmesini ve bunlarla ilişkili olayları inceler [12].

Bir elektrolitten elektrik akımı geçirildiğinde kimyasal bir olayın meydana geldiği eskiden beri bilinmektedir [13]. Bir elektrolit çözelti içinden akım geçirildiğinde iyonlar elektrotlara doğru hareket eder. Elektrotlara ulaştıklarında elektron alır ya da verirler ve kimyasal değişim gerçekleşir. Bir elektrolit içinden akım geçirilerek oluşturulan kimyasal değişime elektroliz adı verilir [12]. Volta 1800'de elektrik pilini keşfettikten sonra suyun, pilin verdiği akım tarafından ayrıştırıldığını ve bir taraftan hidrojen, diğer taraftan da oksijen çıktığını saptamıştır. Davy, akımın bileşik cisimleri parçalayıcı etkisini anlamış ve elektroliz yolu ile erimiş potasyum hidroksitten metalik potasyum elde etmiştir [13].

Bir elektrolitten akımın geçmesi ve elektrolizin mekanizması ilk önce 1806'da Grotthius tarafından açıklanmıştır. Bir elektroliz sırasında akımın taşınmasını sağlayan elektrikle yüklü partiküllerin yani iyonların varlığı ilk olarak Faraday tarafından (1833) ortaya atılmışsa da bunların sayısı ve kökeni hakkında hiç bir fikir ileriye sürülmemiştir. Daha sonra Clausius (1857) elektrolizin oluşumundan önce de sadece elektrolitin suda çözünmesinden, çözeltide iyonların bulunabileceğini açıklamıştır. Ayrıca çözünmüş maddede bağ kopması ile meydana gelen serbest iyonlarla molekülleri arasında dinamik bir dengeye, karşılık olan elektrolit disosyasyon teorisi de Clausius tarafından açıklanmıştır [14].

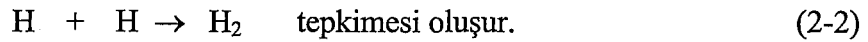
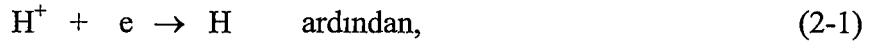
Bir galvanik pilde, negatif elektrod anod, pozitif elektrod ise kattoddur. Bir elektrolitik pilde ise negatif elektrod katod, pozitif elektrod ise anoddur [15].

Faraday geçirilen elektrik miktarının tepkimenin ilerlemesi ile orantılı olduğunu göstermiş ve 96500 kulonun çözeltiden bir ekivalent gram madde

ayrıştırdığını göstermiştir. 96500 kulon'luk elektrik miktarı 1 Faraday olarak ve yukarıda belirtilen iki sonuç Faraday'ın elektroliz yasası olarak bilinir. Elde edilen bu sonuçlara göre tüm iyonlar $1,6 \times 10^{-19}$ kulon'luk elektrik birimi kadar bir elektrik taşırlar Bunun matematiksel ifadesi ise $m = \frac{M \cdot Q}{z \cdot F}$ şeklindedir. Bu bağıntıda m; t süresi boyunca I akımı geçirilmek suretiyle atomik ağırlığı M olan ve elektrotlarda ayrılan elementin kütlesidir. z ise reaksiyon sırasında alınan ve verilen elektron sayısıdır [16].

İyonlar uygun elektrotlara ulaştıklarında elektron alarak ya da vererek yüklerini bırakabilirler, bazı durumlarda oluşan nötral tanecik kararlıdır. Bu durum metal iyonlarının atomlara dönüşmesi halidir. Diğer bir durum ise. yükünü bırakmış iyonlar atom haline dönüşse bile, kararlı değildir ve diğer benzer atomlarla molekül vermek üzere tepkimeye girerler.

Örneğin



Çoğunlukla iyon yalnızca bir atom yerine kovalent bağlı atomlardan oluşabilir ve kimyasal tepkime yükünü bırakmış bu tanecikler arasında olur.

Örneğin;



Yükünü bırakmış iyonlar elektrotun yapıldığı madde ile tepkimeye girebilir. Bazı hallerde iyonlar elektroda ulaştıklarında, elektrot üzerinde yüklerini bırakmazlar bunun yerine elektrottan zıt yüklü iyonlar çözeltiye geçerler, bu durumla bir metal tuzu çözeltisi metal elektrotlar arasında elektroliz edildiği zaman karşılaşılabilir. Metal iyonları bir elektrotta yükünü bırakırken diğer elektrot da diğer iyonik türlerin yükünü bırakması yerine, metal iyonlar halinde çözeltiye geçer.

Elektrotlarda oluşan kimyasal deęişim çözeltilerde derişim deęişimine neden olur. Eđer iyonik türler yüklerini bırakıyorsa tüm derişimde kararlı bir deęişim gözlenir. Ayrıca elektrotların yakınında bölgesel derişimde de deęişimler olur. Çözelti boyunca geçirilen belirli bir elektrik miktarı için, katotta pozitif iyonlar tarafından alınan elektron sayısı, anotta negatif iyonlar tarafından verilen elektron sayısına eşit olmalıdır. Bir çözeltilerde basit bir ideal durum gözönüne alınır, buna göre yalnızca iki tip iyon içerdiği, pozitif ve negatif yüklerin her ikisinin de bir yük taşıdığı, her ikisinin de çözelti boyunca aynı hızla hareket ettiği ve her ikisinde elektroda ulaştığında yükünü bıraktığı varsayılırsa eđer n elektron katottan çözeltilere girerse, n pozitif iyon yükünü bırakacaktır. Aynı sayıda elektron anotta çözeltileri terketmeli ve n negatif iyon yükünü bırakmalıdır. Çözelti boyunca akım geçişi n tane yüklü taneciğın hareketi ile olur, ve bu iyonlar aynı hızla hareket ettiklerinden, n/2 pozitif iyonun bir yönde hareketi ve n/2 negatif iyonun diđer yönde hareketi ile gerçekleşir. Net toplam sonuç her iki iyon sayısında da n/2 'lik bir azalmadır. Benzer azalma anot yakınındaki elektrolit derişiminde de olur. Her iki elektrotta da iyon yükünü bırakır fakat akım taşıma sonucu yalnızca n/2'si elektroda ulaşır. Eđer kararlı bir akım akışı söz konusu ise işlem süreklidir.

Eđer elektrolit bir metal tuzu ve elektrotlar aynı metalden yapılmışsa, negatif iyonlar anoda ulaştıktan sonra elektronlarını vererek yüklerini bırakmayacaklardır, bunun yerine metal, metal elektrot üzerine elektronlarını bırakarak iyonize olacaktır. Bu durum elektrolit derişiminde bölgesel artışlara neden olacak ve bunun sonucu her iki tip iyon elektrotlardan uzağa doğru difüze olacaktır. Farklı iyonlar çözeltilerde aynı hızla hareket etmezler ayrıca pozitif ve negatif iyonların yükleri her zaman aynı değildir. Birçok sistemlerde ikiden fazla iyonik türler bulunmaktadır [17].

3. ELEKTROLİTİK KAPLAMA

18. Asırda elektriğin bulunması ve uygulaması ile metallerin, değerli metallerle kaplanması düşünülmüştür. 1805 yılında İtalyan Brugnatelli elektrik kaynağı olarak kullandığı akü yardımı ile altın kaplamayı başarmıştır.

1840 yılında İngiliz Wright' in altın ve gümüş kaplama için siyanürlü elektroliti bulması, insanlara doğa da oksitlenmeye karşı dayanıklı metallerle dayanıksız metalleri kaplama olanağını sağlamıştır [18].

Metallerin elektrokimyasal birikim ve çözünmesi çok sayıda metal işleme yöntemlerinde kullanılır. Bunlardan en yaygın kullanım alanı bulan ve en iyi bilineni elektrolitik kaplamadır. Metal kaplama yüzeylere elektrolitik birikim yolu ile uygulanır. İletken bir yüzey tabakası sağlanmak koşuluyla, kaplanan yüzey metal yada metal olmayan bir maddedir. Elektrolitik şekillendirme metal birikiminin kullanıldığı başka bir yöntemdir. Bu yöntemde biriken tabakanın kalınlığı normal kaplamada uygulananandan çok daha fazladır ve yüzeyde biriken metal birikim tamamlandıktan sonra yüzeyden ayrılabilir. Metalin kalınlığı kendi başına yetecek ve dayanıklı olacak şekilde ve biriktiği yüzeyin geometrik şeklini alacak ölçüde olmalıdır.

Bir kaplama birimi başlıca bir katot, bir anot, bir elektrolit ve uygun bir kaplama banyosundan oluşur. Bunun yanında bazı ek araçlara da gereksinim duyulur bunlar elektrolitin karıştırılması ve saflaştırılması için gerekli olan ve herhangi bir otomatik kontrol için gerekli araçlardır. Elektriksel araçlar ise ana güç kaynağından gerekli düşük gerilim (doğru akım) sağlamak amacıyla bir azaltıcı dönüştürücü (transformer) ve rektifiye edici araçlardır. Bazı hallerde motor jeneratörler'de kullanılmaktadır. Bu arada kaplama hücrelerine gerekli gücün istenen oranda verilmesini sağlayacak kontrol sistemlerine gereksinim vardır [12].

Kaplama sonucunda oluşan metal kristal haldedir, kristal boyutu ve kristallerin birikim şekli, birikimin adhezyon, süreklilik, görünüş, sağlamlık ve diğer özelliklerini belirler. Birikimin kristal yapısı kaplama hücresinin özellikleri tarafından belirlenir, bunlardan en önemlisi elektrolitin kimyasal bileşimi ve diğeri ise akım yoğunluğudur. Hücrenin fiziksel özellikleride önemlidir, özellikle

sıcaklık, karıştırma ve elektrotların büyüklüğü, şekli ve birbirine yakınlığı önem taşır. Anodun kimyasal özellikleri önemli iken bunun yanında katodun yüzey özellikleri de önemlidir. Bu değişkenlerin kontrolü istenen standartta birikimin elde edilmesini sağlar [19].

3.1. Metal Kaplama Elektrolitleri

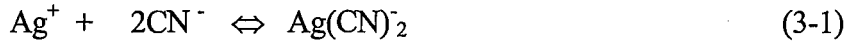
Elektrolit normal olarak kaplanacak metali iyonik halde içeren sulu bir çözeltilerdir. Bazı metaller yüksek değerlerde negatif yük bırakma potansiyeline sahip olduklarından sulu çözeltileri kullanılarak kaplanamazlar, bu tür metallerin sulu çözeltileri kullanılarak birikimleri için yapılacak denemede katotta hidrojen çıkışı olacaktır. Alüminyum bu türün önemli olan bir kaplama metalidir ve alüminyum kaplama ergitilmiş tuz yada sulu olmayan organik elektrolit kullanılarak gerçekleştirilir.

Bir hücreye bir gerilim uygulandığında hücrede geçerli koşullar altında en az negatif değerlerde yük bırakma potansiyeli için katotta reaksiyon olur. Yük bırakma potansiyelleri iyonik derişim, akım yoğunluğu, sıcaklık vs. gibi etkenlerle değişir ve bu değişimin büyüklüğü farklı türler için farklı değerdedir. Katotta istenen birikimin sağlanabilmesi için elektrolitin durumu önceden düzenlenmelidir. İki prosesin yük bırakma potansiyelleri birbirine çok yakın değerlerde ise, her ikisi birden oluşur, iki metalin birlikte birikimi alaşım kaplamada kullanılır. Hidrojenin yük bırakma potansiyeli metalinkine yakınsa kaplama ile birlikte hidrojen gazı çıkışına dolayısıyla akım veriminin düşmesine neden olur. Hidrojen çıkışı birikimde delik ve gözeneklerin oluşumuna ve bunun sonucu toz haldeki birikimlerin oluşumuna neden olur. Kaplanan metal tarafından hidrojen absorpsiyonu kırılmalıya neden olur. Öte yandan hidrojen kabarcıklar, çözeltilerde etkili bir karışmayı sağlar [12].

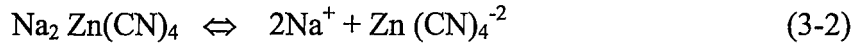
Elektrolitte metali iyonik halde bulundurmanın en basit yolu, o metalin basit bir tuzunun çözeltilisini kullanmaktır. Uygulamada ekonomik yönden başlıca istenen şey yüksek birikim hızıdır, bu ise yüksek akım yoğunluğu demektir. Katotta derişim polarizasyonunun etkisini azaltmak için çözeltildeki metal iyonu

derişiminin yüksek olması gerekir. Aynı zamanda çözeltiye iyi bir iletkenlik sağlamak ve dirençsel kayıpları azaltmak için çözeltideki toplam iyonik derişiminde yüksek olması gerekir. Bu durum ise yüksek çözünürlükteki metal tuzlarının kullanımını sınırlandırılır. Metal tuzu seçiminde diğer bir sınırlayıcı etken ise metal tuzu anyonunun anotta yükünü bırakmaması gerektiğidir. Nitrat, klorür ve sülfatlar genellikle kullanılan anyonlardır aynı zamanda bunların tuzlarının karışımında kullanılır. Bazı sistemlerde ise fluoboratlara ve bazı organik asitlerin tuzları kullanılmaktadır [17].

Bazı durumlarda metal bir kompleks iyon halinde bulunuyorsa daha iyi bir kaplamanın elde edildiği saptanmıştır. Bir kompleks iyon bir basit metal iyonu ile bazı basit anyonların birleşmesi sonucu oluşan yeni bir negatif yüklü iyondur. Örneğin, gümüş iyonları ve siyanür iyonları birleşerek gümüş siyanür iyonunu oluştururlar.



Kompleks iyon çok kararlıdır bu nedenle alkali çözeltide ayrışması çok azdır, ve potasyum gümüş siyanür gibi tuzlar $[\text{KAg}(\text{CN})_2]$ oluştururlar. Altın, çinko ve kadmiyum da siyanürle kompleks tuzlar oluştururlar.



Sözü edilen bu kompleks tuzlar kaplamada genellikle kullanılan kompleks tuz türleridir. Bir kompleks tuz suda çözüldüğünde bir basit katyon ve kompleks anyon oluşur ve gerçekte kaplanacak metal elektrik alanının etkisiyle katotdan uzaklaşır. Katotta birikim, siyanür iyonunun açığa çıkışıyla metalin doğrudan doğruya kompleks iyondan birikimidir. Kompleks iyonlar katoda yük bırakma sonucu oluşan derişim değişimi etkisi altında ulaşırlar. Uygulamada kompleks iyonlar genellikle çözelti içerisinde oluşturulur. Kaplama metali basit siyanür ya da oksit hali ile yeteri oranda potasyum yada sodyum siyanürle birlikte kompleks yapmak üzere çözüldürülür ortamda sodyum ya da potasyum siyanürün aşırısı bulundurulur. Basit tuzların kullanıldığı durumlarda bile kompleks oluşumu söz konusu olabilir; özellikle klorür iyonları kompleks iyon oluşturmaya yatkındırlar [19].

Herhangi bir kompleks oluşumu söz konusu değilse, metal iyonu daima belirli sayıda su molekülleri ile birleşmiş haldedir [17].

Metal tuzunun ve yanında elektrolitin diğer bileşenlerinin bulunduğu kaplama en uygun birikim veren kaplamadır. pH kaplama banyolarında çok büyük önem taşır. Basit metal tuzlarının kullanımı halinde çözelti asidik olmalıdır, aksi halde alkali çözeltide kaplama metali hidroksit halinde çöker. Öte yandan siyanür banyoları bazik olmalıdır, bunun nedeni kompleks iyonların çoğu asidik çözeltide kararsız halde bulunur. Hidrojen ya da hidroksil iyonlarının çözeltide bulunması iletkenliği artırır ve bu amaçla bazen asidin aşırısı çözeltiliye eklenir. Hidrojen iyonu derişimindeki artış yük bırakma potansiyelinin değişmesine, bu ise katotta hidrojen çıkışına neden olur. pH aynı zamanda kompleks iyonun yapısını ve basit iyonun hidrasyon derecesini etkiler bunun sonucu olarak birikimin özelliğini etkiler. Eğer katotta hidrojen ya da anotta oksijen yükünü bırakmışsa sistem pH daki değişimleri karşılayacak şekilde düzenlenmelidir. Bazı kaplama banyolarında en uygun pH değerini korumak amacıyla tampon çözeltiler kullanılır.

Birikimin özelliklerini iyileştirmek amacıyla elektrolite katkı maddeleri de eklenir. Bunlar etkileri deneysel gözlemler sonucu saptanan, genellikle organik maddelerdir, bazıları ise kolloidal maddelerdir. Bu maddeler elektrolit içine çok az olarak katılır, (% 0.01) ancak bu miktar bile birikimin özelliğinde büyük değişimlere yetecek orandadır. Katkı maddelerinin kullanımında ilk uygulamalarda büyük boyuttaki düzensizliklerin giderilmesi amaçlanmıştır. Tutkalın kullanımı sonucu kurşun kaplamada dallanma eğilimini azaltma etkisi gözlenmiş, bu tür birikime yatkın diğer metallerde de aynı etki görülmüştür. Yakın geçmişte, çok daha küçük boyuttaki düzensizlikleri giderici katkı maddeleri bulunmuştur.

Büyük boyutlu düzensizliklerin giderilmesi düzgün fakat donuk bir yüzey verir. Küçük boyutlu düzensizliklerin giderilmesi daha sonra parlatmaya gereksinim göstermeyen parlak yüzey elde edilmesini sağlar. Herhangi bir proseste kullanılan katkı maddelerinin özelliği ve miktarı deneysel olarak saptanmıştır, öte yandan mekanizma çalışmaları bu tür maddelerin birikim prosesinde etkili olduğunu da göstermiştir. Katkı maddeleri birikim yüzeyi tarafından absorplanır, daha ince birikimin oluşmasını ve kristalin büyümesini

önler. Katkı maddeleri birikimin görünümünde olduğu kadar mekanik özellikleri üzerinde de etkilidir, parlak birikimler diğerlerine oranla daha ince tanecikli birikimlerdir [12].

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

Endüstriyel sistemlerin çoğunda çözünmeyen taneciklerin elektrolitten sürekli olarak filtre edilmesi gerekir. Organik safsızlıklar katkı maddelerinin davrandığı biçimde, aynı mekanizma ile birikimin iyileştirilmesine yardımcı olabilir. Bazı hallerde istenmeyen sonuçları önlemek amacıyla filtrasyonun yanısıra bazen elektrolitin sürekli sirküle edilmesi ve saflaştırılması gereklidir.

Kaplama banyosundaki sıcaklığın yükseltilmesi genellikle metal tuzunun çözünürlüğünü ve çözeltinin iletkenliğini artırır, bu ise daha büyük kaplama hızı sağlayan yüksek akım yoğunluklarının kullanılabilmesi demektir. Sıcaklık birikimin özelliğini etkiler ve sıcaklıktaki artış yetersiz kaplamanın oluşumuna yol açar. Yüksek sıcaklıklar suyun buharlaşması ve duman problemlerini artırır. Kaplama banyolarında yüksek asit derişimi nedeniyle ve siyanür vs'nin ortamda bulunması nedeniyle oluşan duman, tehlikeli durumlar yaratır ve bazen kesin önlemlerin alınmasını gerektirir. Diğer değişkenlerde gözönüne alınarak, en uygun sıcaklık kaplama hızı ve birikim kalitesi arasında en iyi ortak noktayı sağlayacak ve genellikle deneysel olarak saptanan sıcaklıktır. Uygulamada kaplama sıcaklıkları oda sıcaklığından hemen hemen kaynama noktasına kadar değişen bir aralığı kapsar.

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

Hidrojen katotta metalin birikmesi yanısıra açığa çıkıyorsa yüzeyi terk eden kabarcıklar çok etkili bir karışma sağlarlar. Diğer bazı sistemlerde bu etki tankın dibinden hava kabarcıkları göndererek sağlanabilir. Endüstriyel proseslerin çoğunda kaplanan metalin hareketi ve elektrolitin, filtreler boyunca dolaşımı bir karıştırma görevi görür [17].

3.2. Elektrolitik Birikimi Etkileyen Faktörler

Elektrolitik birikimi etkileyen faktörler; akım yoğunluğu, ortamın pH'sı ve iletkenliği, kaplanacak metalin türü, sıcaklık, çalışma gerilimi, dağıtma gücü, kırılma gerilimi, katot ve anot olarak belirtilmektedir. Bu tez kapsamında birikimi etkileyen faktörlerden akım yoğunluğu, dağıtma gücü ve katot ile anot üzerinde durulacaktır.

3.2.1. Akım yoğunluğu

Hücre koşullarında; katot tepkimesi en düşük negatif değere sahip yük bırakma potansiyelindeki tepkimedir. Benzer şekilde anot tepkimesi en küçük pozitif potansiyele sahip tepkimedir. Herhangi bir tepkimenin gerçekleşmesi için uygulanacak gerilimin bu iki değer farkından büyük olması gerekir. Elektrotların polarizasyonu akımla değiştiğinden, akım ve gerilim arasındaki ilişki doğrusal değildir, fakat gerilimdeki artış akımda bir artışa neden olur.

Kaplanan yüzeyi gözönüne alması nedeniyle katottaki akım yoğunluğu önemli bir değişkendir. Belirli bir sürede akım yoğunluğundaki artış, biriken metal miktarındaki artışa neden olur ya da belirli kalınlıktaki birikim için daha hızlı kaplama prosesini sağlar. Kaplama sırasında katot bölgesine metal iyonlarının difüzyonu birikim ile başbaşa gitmediği bir noktaya ulaşılır ve bu noktada bir teorik limit akım yoğunluğu vardır. Uygulamada bu akım yoğunluğuna ulaşılmadan önce birikim yeterli ve istenilen özellikte değildir. Elektrolitik kaplamada limit akım yoğunluğu terimi yeterli birikimin elde edilmediği değer üzerindeki değeri ifade eder. Bu değer üzerinde birikim, koyu ve pudramsı yada süngerimsi görüntüde olabilir.

Limit akım yoğunluğu değeri hücre koşullarına ve metal iyonlarının derişimine bağıdır. Kaplama hızının büyük olması için yüksek derişimler gereklidir. Uygulamada birçok kaplama sistemlerinde katot akım yoğunluğu 1 ile 10 A/dm^2 aralığındadır, fakat bazı özel durumlar için daha yüksek değerler kullanılır. Birikimin kalınlığının yüzeyin her bölgesinde aynı olması için, akım yoğunluğunun katodun bütün noktalarında aynı olması gerekir, bu ise ancak anodun en yakın noktası ile katodun her noktası arasındaki uzaklık aynı ise olasıdır. Uygulama da ise durum bundan farklıdır ve anot ve katodun değişik noktaları arasındaki akımla ilgili direnç farklı, bu yüzden bu noktalardaki akım yoğunluğu farklıdır. Bu tür durumlarda birikimin kalınlığı her noktada aynı değildir. Eğer yalnızca direnç tek etken olsa birikimin her noktada aynı olmaması yalnızca elektrot sisteminin geometrisine bağı olur. Ancak diğer etkenlerde elektrolitte birikimin tekdüzeliğini etkiler buna rağmen kaplama sisteminin geometrik düzenlenişi de önemlidir [12].

3.2.2. Dağıtma gücü

Dağıtma gücü terimi düzensiz bir katot yüzeyinde kaplama sisteminin düzenli bir birikim üretme yeteneğini tanımlamak için kullanılır. Bir elektrolitin dağıtma gücü, akım veriminin akım yoğunluğu ile ve polarizasyonun akım yoğunluğu ile değişimi sağlanarak iletkenlik ile saptanır. Elektrolit iletkenliğindeki daha büyük değişimler, direnç değişiminde daha küçük ve bu nedenle akım yoğunluğunda daha küçük değişimlere neden olur. Metalin birikiminde etkili olan toplam akımın yüzdesi olan akım verimi, akım yoğunluğu ile değişir. Bazı çözeltilerde akım yoğunluğu arttıkça akım verimi de artar bu ise dağıtma gücünün gelişimine neden olur.

Diğer bazı çözeltilerde akım veriminin değişimi dağıtma gücünü azaltıcı yöndedir. Katottaki polarizasyon doğrudan doğruya akım yoğunluğuna bağıdır, anoda yakın bölgelerdeki polarizasyon uzak olanlara göre daha fazladır. Polarizasyonun artırılmasının etkisi, elektrot tepkimesinin gerçekleşmesi için uygulanan gerekli gerilim payının artırılması şeklindedir, bu ise akım miktarının azaltılmasıyla gerçekleşir, bu nedenle polarizasyonun etkisi akım

yoğunluğundaki değişimlerin azalması şeklindedir. Polarizasyonun akım yoğunluğu ile değişiminin daha büyük olması, tüm diğer değişimlerin daha küçük olmasına ve dağıtma gücünün daha büyük olmasına neden olur.

Bazı kaplama çözeltilerinde akımın belirli aralıklarla yön değiştirilmesi yoluyla birikimin daha tekdüze olduğu saptanmıştır. Bu genellikle siyanür çözeltilerinde ve özellikle bakırın kaplanması için uygulanır. Akım yönünün değiştirilmesi katot çevresindeki elektrolit tabakasında bir değişime, yüzeydeki katkı maddelerinden oluşan ince tabakada iyileşmeye, yük çekimi ile tutulan yabancı taneciklerin koparılmasına ve bir miktar metalin çözünmesine neden olur. Bu prosesler difüzyon kontrollüdür ve eğer önemli oranda gerçekleşirse, yön değiştirme zamanı saniye ya da daha fazla büyüklükte olmalıdır. Yön değiştirme zamanı ve akımdaki yön değiştirmenin daha büyük değerleri kaplama prosesinin toplam veriminde daha düşük değerlerin elde edilmesine neden olur. Çoğu kez ters yönde akan elektrik miktarı normal yönde akan miktarın %20'sinden azdır, fakat bazı durumlarda daha büyük yüzde değerlerde kullanılmaktadır [20, 12, 17].

3.2.3. Katot-anot

Kaplama banyosunda kaplanacak metal katot olarak bağlanır. Kaplamadan önce kaplanacak metale bir ön işlem uygulanması daima gereklidir ve bu işlem için gerekli araç ve gereçler kaplama tesisini tamamlayıcı parçalardır. Kaplamadan önce bir metal yüzeyinden yağ ve pisliğin yanısıra aynı zamanda yüzeydeki diğer tabakaların da giderilmesi gereklidir. Temizlemedeki ilk adım yağ ve pisliğin uygun bir organik çözücü kullanılarak temizlenmesidir bu amaçla en fazla kullanılan çözücü trikloretilendir. Parça daha sonra su ile tamamen yıkanır ve temizlemenin tamamlanması için alkali bir çözelti ile temas ettirilir. Bu çözeltinin cinsi temizlenecek metalin türüne göre değişir fakat genellikle kullanılanlar sodyum hidroksit, sodyum karbonat, sodyum fosfat, sodyum metasilikat ve sodyum siyanürdür. Genellikle yağ alma çözeltisi, içerisinde deterjan ya da sabun içerir ve çözelti ısıtılır. Normal olarak temizleme parçanın temizleme çözeltisine daldırılması ya da püskürtme ile yıkanması şeklinde yapılır.

Genel olarak uygulamada, kaplanacak metalin çözünebilir türde anodu

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

Alkali banyoda demir ince bir oksit tabakası ile kaplanır ve nikel de ince bir oksit tabakası ile kaplanmaya yatkındır. Eğer pasifleşme gerçekleşmişse elektrot potansiyeli değişir ve oksijen açığa çıkar. Kaplama biriminde koşullar pasifleşme olmayacak şekilde ayarlanmalıdır. Bu ise elektrolit ve akım yoğunluğunun doğru olarak seçimi ile olasıdır. Anodun cinside başlı başına önemli bir etkidir, diğer elementlerden eser miktarda bulunması genellikle pasifleşme şansını azaltır, örneğin nikel anoda % 0,1 oranında sülfür katılmasında olduğu gibi.

Diğer önemli bir etken anot polarizasyonunun büyüklüğüdür, bu ise toplam gerilimi etkiler. Anodik polarizasyon bazen anotta kontrol edilebilecek miktarlarda diğer maddelerin bulunması ve bunların fiziksel halleri ile azaltılabilir. Aynı zamanda anodun çözünme biçimi de bu yolla kontrol edilebilir. Eğer çözünme düzensiz biçimde ise anot yüzeyinde kırılmalara ve metal taneciklerinin ayrılmasına neden olur, kaplama üzerindeki etkisi bir yana bırakılsa bile, bu tanecikler boşa gidecektir. Bu tanecikler anodun çözünmesi sırasında serbest hale geçen diğer çözünmeyen maddelerle birlikte filtrasyon prosesinde ayrılırlar.

Bazı tür kaplama proseslerinde çözünmeyen türden anot kullanılır. Bunlar için tanecik oluşması problemi söz konusu değildir, ancak metal iyonu derişiminin başka bir kaynaktan beslenerek sabit bir oranda tutulması gerekir. Çözünmeyen türden anot kullanılması halinde anotta gerçekleşen reaksiyon sonucu oksijen gazı açığa çıkmaktadır. Bunun sonucu çözeltinin asiditesinde bir artış söz konusu olur. pH'ın önemli olduğu birikimlerde bu durumu düzeltici önlemlere gerek vardır.

4. KROM KAPLAMA

4.1. Krom Kaplamanın Tarihçesi

1779 yılında krom metalinin Vauquelin [21] tarafından Siberya kırmızı kurşunundaki *crocoite* mineralinin içerisinde bulunması ile birlikte bu metale ilişkin bir çok araştırma yapılmıştır. Elektrolizle krom kaplamaya ilişkin çalışmaların başlangıcı 1840'lı yıllara kadar uzanmaktadır [8]. 1856 yılında Geuther [8], ilk defa kromik asit çözeltisini kullanarak krom kaplama yapmayı başarmıştır. 1905 yılında Carveth ve Curry [17] yaptıkları krom kaplama çalışmalarıyla önemli yol katetmişlerdir. 1923 ve 1924 yıllarında Firik ve Elridge [22] ise günümüzde de kullanılan ilk sülfat katalizörlü krom kaplama banyosunu geliştirmiştir.

Krom kaplamada en önemli gelişme, 1949 yılında yüksek hızlı ve otomatik kontrollü krom kaplama banyolarının bulunması ile sağlanmıştır [23]. Kromun sahip olduğu üstün özellikler, krom kaplamayı endüstriyel uygulamalarda ön plana çıkarmıştır. Bu özelliklerin başında; yüksek sertlik, yüksek korozyon direnci ve düşük sürtünme katsayısı gelmektedir. Krom kaplamanın sertliği, kaplanan metalin sertliği ve kaplama kalınlığı ile yakından ilgilidir. Değişik uygulamalar için, ana metalin sertlik değerlerine göre tavsiye edilen krom kaplama kalınlığı Çizelge 4.1 'de verilmiştir [22].

Çizelge 4.1. Farklı endüstriyel uygulamalar için krom kaplama kalınlığının ana metalin sertliğine göre seçimi [22]

Uygulama alanı	Ana metalin sertliği (RSD-C)	Krom kaplama kalınlığı (μm)
Matkap uçları	62-64	1,3-13
Raybalar	62-64	2,5-13
Torna milleri	60-62	38-205
Pompa milleri	55-62	17-75
Mastarlar	48-58	2,5-38

Krom kaplamalar genel anlamda, "dekoratif krom kaplama" ve "sert krom kaplama" olmak üzere ikiye ayrılır. Dekoratif amaçlı kaplamalarda, genellikle alt kaplama kullanılır ve kaplama kalınlığı oldukça düşüktür. Bu kaplamalarda, alt kaplama olarak daha çok bakır ve nikel kaplamalar kullanılır [22]. Sert krom kaplamaları dekoratif amaçlı krom kaplamalardan ayıran önemli özelliklerin başında, sert krom kaplamada kaplama kalınlığının büyük olması ve kaplamanın doğrudan ana metal üzerine yapılması gelmektedir. Sert krom kaplama, kromun yüksek aşınma dayanımı ve korozyon direnci, düşük sürtünme katsayısı ve ısıya dayanıklılığı gibi özelliklerinden faydalanılmak amacıyla yapılan bir kaplamadır. Endüstriyel krom kaplama olarak da adlandırılan sert krom kaplama; master, matkap, rayba, testere, hadde ve torna milleri, piston ve silindir iç yuvalarının kaplanması gibi uygulamalarda yaygın olarak kullanılır [1, 22].

4.2. Krom Kaplama Banyoları

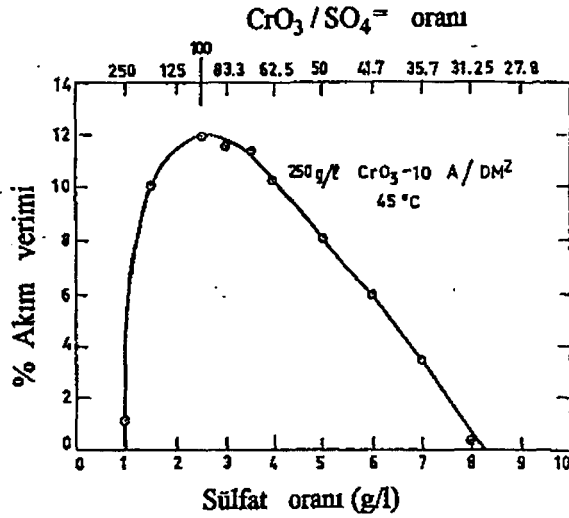
Krom kaplamada, krom iyonları krom oksidin (CrO_3) sulu çözeltisinden sağlanır. Krom oksidin sulu çözeltisi H_2CrO_4 ve $\text{H}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ gibi polikromik asitlerden oluşur ve bu asitler arasındaki dinamik denge; (4-1) reaksiyonu ile ifade edilir.



Söz konusu asitler çözeltide HCrO_4^- , CrO_4^{2-} ve $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ iyonlarına ayrışır [24]. Ancak, krom kaplama yalnız kromik asit çözeltisinde yapılmaz. Kromik asit çözeltisinde yapılan krom kaplama sırasında katotda krom III kromat $[\text{Cr}(\text{OH})\text{CrO}_4]$ olarak adlandırılan sert bir tabaka oluşur ve bu tabaka kromun çökmesini engeller. Ayrıca, saf kromik asit içerisinde yapılan krom kaplamalarda katotda yalnız hidrojen gazı açığa çıkar [7]. Bu nedenlerle, kromun katotda birikmesini sağlamak ve krom III kromat tabakasını gevşetmek amacıyla kromik asit çözeltisine sülfürik asit, florür gibi bazı katalizör maddeler katılır [5,24]. Krom kaplama çözeltilerinde katalizör olarak en çok sülfürik asit kullanılır. Sülfürik asit Cr^{+3} iyonları ile kolayca reaksiyona girerek krom III kromatı $[\text{Cr}_2(\text{H}_2\text{O})(\text{SO}_4)_4]^{2-}$, $[\text{Cr}_2(\text{H}_2\text{O})(\text{SO}_4)_5]^{3-}$, $[\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_6]^{6-}$ iyonlarına ayrıştırır ve sert

tabakanın oluşumunu engeller [24]. Sülfürik asit oranı, kaplama kalitesini ve akım etkinliğini doğrudan etkileyen çözelti bileşenidir [8].

Kaliteli bir kaplama için, kullanılan katalizör maddesi miktarının kromik asit miktarına oranının, belirli sınırlar içerisinde olması gerekir. Harring ve Barrows [8] bu oranı belirlemek amacıyla, kromik asit çözeltisinde sülfirik asit konsantrasyonunu artırarak, akım verimiyle asit konsantrasyonu arasındaki ilişkiyi incelemişlerdir. Akım veriminin sülfat konsantrasyonuna göre değişimini gösteren eğri Şekil 4.1. 'de verilmiştir. Bu çalışmadaki, akım verimi ile sülfat konsantrasyonu arasındaki ilişki, 250 g/l CrO_3 içeren banyo çözeltisinde, 45 °C 'lik çözelti sıcaklığında ve 10 A/dm² 'lik akım yoğunluğunda elde edilmiştir. Akım verimi artan sülfat oranı ile artarak, 1/100 oranında en yüksek değere ulaşmakta ve bu orandan sonra sıfıra düşmektedir. Bu nedenle, kaplama şartlarına bağlı olarak, sülfat/kromik asit oranı 1/50 - 1/250 arasında ve çoğunlukla da 1/100 civarında alınır [8, 22].



Şekil 4.1. Harring ve Barrows 'a göre akım veriminin sülfat konsantrasyonuna göre değişimi [3]

Kaplama işlemi sırasında krom banyolarında büyük ölçüde gaz çıkışı meydana gelir. Çıkan gazlar, küçük kabarcıklar içinde bir miktar banyo çözeltisinde beraberinde sürüklenirler. Bu gazların solunumu, sağlık açısından son derece zararlıdır. Bu nedenle, krom kaplama banyolarında gazların toplanması için ek donanımlara ihtiyaç duyulur. Ancak, bu donanımların hem yatırım

maliyetleri hem de işletme maliyetleri oldukça yüksektir. Bunun için, banyo çözeltisinin üzerini örten sıvılardan faydalanılır. Sıvı tabakası gaz çıkışını tamamen önleyemez ancak, banyo çözeltisinin buharlaşarak azalmasına engel olur. Örtücü sıvı olarak; çeşitli hidrokarbonlar, parafin yağı, ham petrol, balık yağı, susam yağı ve benzerleri kullanılmaktadır [25].

4.3. Kromik Asit Banyolarının Katmanlaştırma Mekanizması

Krom katmanlaşma mekanizması, diğer metallerde olduğundan çok daha komplekstir. Bunun sebebi, yalnızca kromun kompleks anyonlar halinde bulunması (ör: $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) değil bundan başka, kromun çeşitli değerlerde var olması ve üç değerli iyon varlığının bu kompleks yapıyı oluşturmasıdır. Çökelti mekanizmaları üzerine öne sürülmüş hiç bir teori tam olarak tatmin edici değildir [26].

Fakat bazı konular gözden geçirilmiş daha anlaşılır yayınlar yapılmış ve bu çalışmalarda önerilen teoriler üzerine detaylı kaynaklar meydana getirilmiştir. Teorilerin bir çoğu, kromun banyoda $\text{Cr}(6^+)$ durumunda bulunmasına rağmen, çökeltilerinin $\text{Cr}(3^+)$ ve hatta $\text{Cr}(2^+)$ 'den meydana geldiği esası üzerine kurulmuştur [27].

Bir dizi elektrokimyasal reaksiyon, $\text{Cr}(3^+)$ başlangıç oluşumu için öngörülmektedir. Siverman'ın kompleks oluşum teorisine göre; SO_4^{2-} 'nin banyoya eklenmesi, kompleks oluşumuna sebep olur ve oluşan kompleks katyonu çökeltiyi meydana getirir. Kasper'in teorisi, çökeltiyi $\text{Cr}(6^+)$ 'nin direkt azaltılmasıyla meydana getirir ve Ogbura ve Brenner yalnızca altı değerli durumda var olan kromun katotta çökeldiğini göstermiştir. Snavely'nin teorisine göre; katot tabakası içinde oluşmuş ileri derecede hidrid az da olsa metalik kromda bir azalmaya neden olduğunu göstermektedir. Snavely'den önce, Rogers katot tabakaların ve pH'ın önemine işaret etmiştir. En son yapılan araştırmalarda katot tabakaların, özelliklede katalizör anyonların (ör : SO_4^{2-} ve F^-) kompozisyonu ve formasyonu üzerinde durmuştur.

Belirgin olarak çökeltinin kütle elektrolit içindeki iyonlardan değil katot tabaka içindeki komplekslerden meydana geldiği söylenebilir [28]. Muhtemelen krom iyonları, katot tabaka içine CrO_4^{2-} anyonları şeklinde girmektedir. Buradan da kromkromat katyonları oluşmaktadır. Metalik krom daha sonra katmanlarına

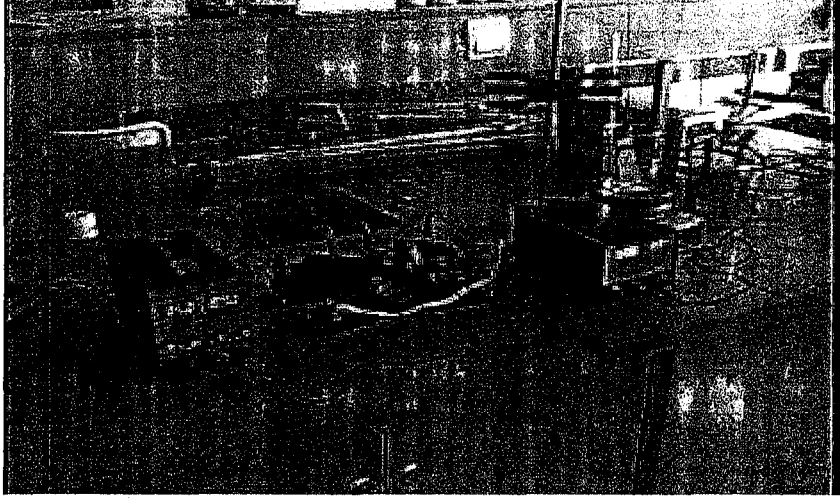
ayrılmaktadır. Sülfat iyonları, kasyon komplekslerinin oluşumunda değişim iyonları görevini üstlenir. Daha önce de belirtildiği gibi, çökelti içerisinde ilk başta sadece altı değerlikli durumda kromun bulunması bu reaksiyonu kaçınılmaz kılar. Ryon, son azaltmanın $Cr^{3+} \rightarrow Cr^{2+}$ ve $Cr^{2+} \rightarrow Cr^0$ reaksiyonunu mümkün kılacağı sonucuna ulaşmıştır [26].

Sıcaklık, akım yoğunluğu veya banyo kompozisyonunun herhangi birindeki bir değişme, tabakanın karakterinde bir değişmeyle sonuçlanacak ve buradan da akım verimi ve katman karakterinde değişmeye sebep olacaktır [26,28].

5. MATERYEL VE YÖNTEM

5.1. Kaplama Deneyinde Kullanılan Araç ve Gereçler

Krom kaplama deneylerinde, değişik ebatlarda hull cell tabir edilen özel kaplama üniteleri, cam beher, ısıtıcı, karıştırıcı, termometre, pH ölçer ve iki adet doğru akım güç kaynağı kullanılmıştır. Bu araç ve gereçlerden bazıları Şekil 5.1 'deki fotoğrafta görülmektedir.



Şekil 5.1. Krom kaplama deneylerinde kullanılan araç ve gereçler

5.2. Elektrolitik Yöntemle Krom Kaplama

5.2.1. Yüzeyleme işlemi

Bu çalışmada ana malzeme olarak ST37 standartına uygun DKP sac kullanılmıştır. Söz konusu malzemeden değişik uzunluk ve genişliğe sahip örnekler, kimyasal bileşimleri Çizelge 5.1.ve Çizelge 5.2 de verilen sıcak ve elektrikli yağ alma banyolarında temizlendikten sonra kurulanmıştır. Örnekler daha sonra oda sıcaklığında tutulan %10'luk H_2SO_4 (%10 H_2SO_4 - saf su) çözeltisine 15 saniye süreyle daldırılmış ve saf suda yıkanarak kaplamaya hazır hale getirilmiştir.

Sıcak yağ alma çözeltisi için çalışma koşulları 75-95 °C ve 5-10 dakikadır. Elektrikli yağ alma işlemi ise iki basamaktan oluşmaktadır. Birinci basamakta katodik yağ alma 8-10 A/dm² akım yoğunluğunda ve 40-120 saniye sürede gerçekleştirilirken ikinci basamakta anodik yağ alma 5-8 A/dm² akım yoğunluğunda ve 10-30 saniye süre ile yapılmaktadır[29,30].

Çizelge 5.1. Sıcak yağ alma banyosunun kimyasal bileşimi [30]

Banyo bileşenleri	Bileşim oranı (g/l)
Sodyum karbonat (Na_2CO_3)	18
Trisodyum fosfat ($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)	10
Sodyum hidroksit (NaOH)	50
Sodyum Glukonat ($\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NaO}_7$)	10

Çizelge 5.2. Elektrikli yağ alma banyosunun kimyasal bileşimi [30]

Banyo bileşenleri	Bileşim oranı (g/l)
Sodyum karbonat (Na_2CO_3)	30
Trisodyum fosfat ($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)	22
Sodyum hidroksit (NaOH)	40
Sodyum Glukonat ($\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NaO}_7$)	8

5.2.2. Sert krom kaplama

Sert krom kaplama deneyleri, kimyasal bileşimi Çizelge 5.3.de verilen maddelerin saf suda çözündürülmesi ile hazırlanan 1000 ml, 250 ml ve 125 ml'lik kaplama banyolarında yapılmıştır. Anot olarak % 7 oranında kalay içeren kurşun elektrot kullanılmıştır.

Deneyler belirli bir sıra ile gruplandırılarak yapılmıştır. Buna göre ilk olarak 125-250-500 g/l kromik asit miktarları baz alınarak sadece sülfat içeren konvansiyonel krom banyoları ile çalışılmıştır. Bir sonraki deney grubu aşamasında ise aynı kromik asit miktarları alınarak silikoflorür ve stronsiyum sülfat ilaveleri ile kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Son olarak ise yine aynı kromik asit miktarları üzerinden organik sülfonik asit ilaveleri ile sabit bir akım yoğunluğunda banyo sıcaklıklarının değişmesinin kaplama hızı ve akım verimine etkileri ile birlikte sabit bir sıcaklıkta farklı akım yoğunluklarının kaplama hızına ve akım verimine etkileri incelenmiştir.

Krom kaplama banyolarında taşıma ile birlikte kaplama ile kromik asit ve sülfat miktarlarında azalmalar gerçekleşir. Derişim değişikliklerinin önlenmesi amacıyla periyodik olarak kromik asit ve sülfat analizleri yapılmış ve gerekli

ilaveler banyolara eklenerek derişimler sürekli kontrol altında tutulmuştur.

Çizelge 5.3. Krom kaplama banyolarının kimyasal bileşimi

Deney Grup No	Banyo bileşenleri	Bileşim oranı (g/l)
1	Kromik asit (CrO_3)	125
	Sülfürik asit (H_2SO_4)	1,25
2	Kromik asit (CrO_3)	250
	Sülfürik asit (H_2SO_4)	2,5
3	Kromik asit (CrO_3)	500
	Sülfürik asit (H_2SO_4)	5,0
4	Kromik asit (CrO_3)	125
	Sodyum silikoflorür (Na_2SiF_6)	10
	Stronsiyum sülfat (SrSO_4)	3,25
5	Kromik asit (CrO_3)	250
	Sodyum silikoflorür (Na_2SiF_6)	20
	Stronsiyum sülfat (SrSO_4)	7,50
6	Kromik asit (CrO_3)	500
	Sodyum silikoflorür (Na_2SiF_6)	40
	Stronsiyum sülfat (SrSO_4)	15
7	Kromik asit (CrO_3)	125
	Sülfürik asit (H_2SO_4)	1,25
	Metan sülfonik asit	1,5-12
8	Kromik asit (CrO_3)	250
	Sülfürik asit (H_2SO_4)	2,5
	Metan sülfonik asit	6
9	Kromik asit (CrO_3)	500
	Sülfürik asit (H_2SO_4)	5
	Metan sülfonik asit	12

Sert krom kaplama deneyleri; örneklerin 25 A/dm^2 'lik sabit akım yoğunluğunda 25,30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 75 °C'lik banyo sıcaklıklarında ve sabit bir sıcaklıkta (55°C) 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, A/dm^2 lik akım yoğunluklarında kaplanmasıyla gerçekleştirilmiştir. Akım yoğunluğunun ve sıcaklığın sabit tutulan değerleri ilgili literatürden seçilmiştir[3,12,29,31].

6. DENEYSEL BULGULAR

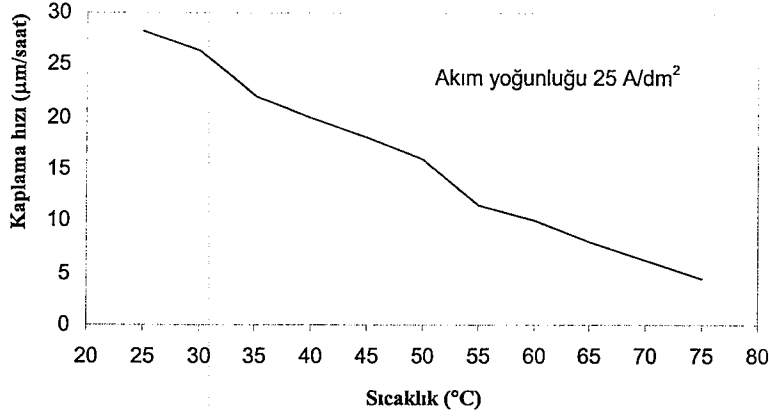
6.1. Banyo Sıcaklığının Sert Krom Kaplamanın Yapı ve Özelliklerine Etkisi

6.1.1. 125 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması

125 g/l kromik asit ve 1,25 g/l sülfirik asit ile hazırlanan banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.1'de ve kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.1'de verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan banyo sıcaklığı ile azaldığı görülmektedir. 45°C ve 50°C'lik banyo sıcaklıklarında krom kaplanan örneklerin yüzeyleri parlak, diğer sıcaklıklarda kaplanan örneklerin yüzeyleri ise mat görünüm sergilemektedir.

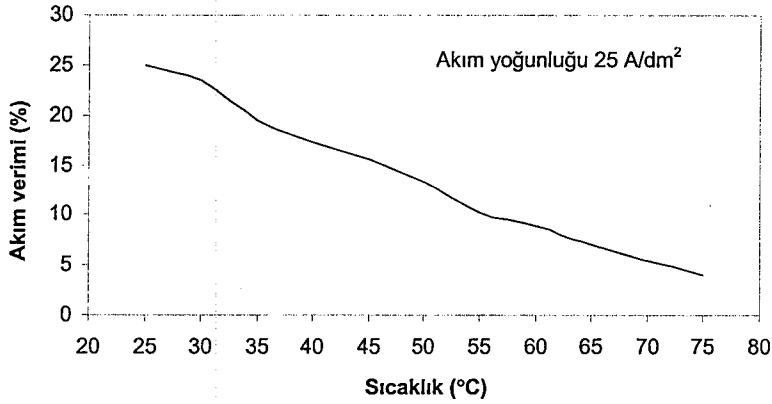
Çizelge 6.1. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Banyo sıcaklığı (°C)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	25	28,2	25,02
2	30	26,4	23,43
3	35	22	19,52
4	40	19,4	17,21
5	45	17,5	15,53
6	50	15	13,31
7	55	11,5	10,2
8	60	10	8,87
9	65	8	7,1
10	75	4,5	3,99



Şekil 6.1. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

125 g/l kromik asit, 1,25 g/l sülfirik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda, akım veriminin banyo sıcaklığına göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.2.' de gösterilmektedir. Grafikten de görüldüğü üzere akım verimi, sabit akım yoğunluğunda, banyo sıcaklığının yükselmesi ile düşmektedir.



Şekil 6.2. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

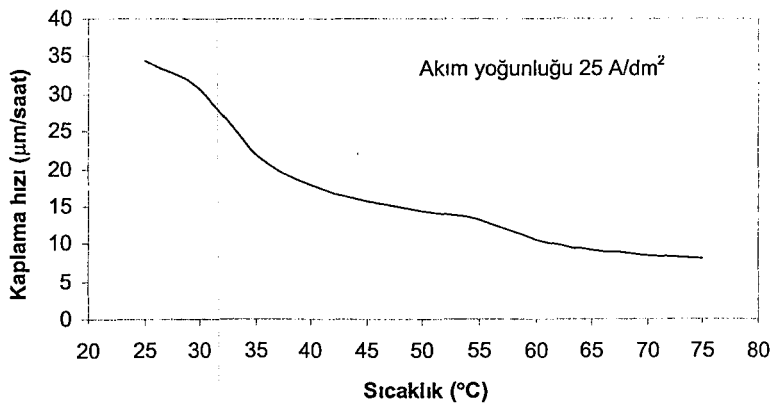
6.1.2. 250 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması

250 g/l kromik asit ve 2,5 g/l sülfirik asit ile hazırlanan banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.2'de ve kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren grafik ise Şekil 6.3'de verilmiştir. Bu

şekilden; kaplama hızının artan banyo sıcaklığı ile azaldığı görülmektedir. 50°C ve 55°C'lik banyo sıcaklıklarında krom kaplanan örneklerin yüzeyleri parlak, diğer sıcaklıklarda kaplanan örneklerin yüzeyleri ise mat görünüm sergilemektedir.

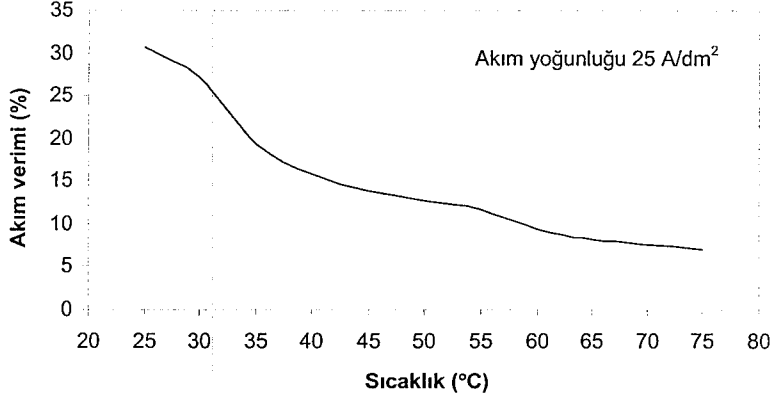
Çizelge 6.2. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Banyo sıcaklığı (°C)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	25	34,5	30,61
2	30	30,6	27,15
3	35	21,8	19,34
4	40	17,91	15,89
5	45	15,75	13,98
6	50	14,3	12,69
7	55	13,25	11,76
8	60	10,5	9,32
9	65	9,25	8,21
10	75	8	7,1



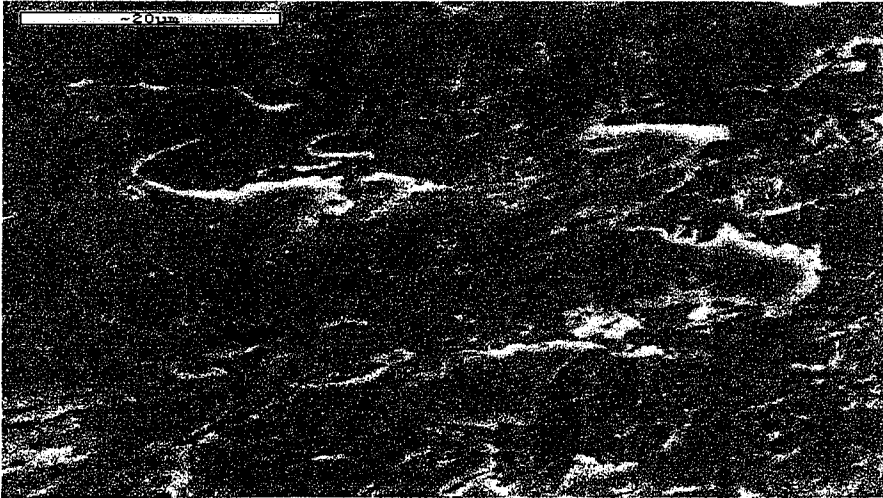
Şekil 6.3. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

250 g/l kromik asit, 2,5 g/l sülfirik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda, akım veriminin banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren eğri Şekil 6.4'de gösterilmektedir. Grafikten de görüldüğü üzere akım verimi, sabit akım yoğunluğunda, banyo sıcaklığının yükselmesi ile düşmektedir. Ancak söz konusu azalma doğrusal nitelikte değildir.



Şekil 6.4. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

250 g/l kromik asit, 2,5 g/l sülfirik asit bileşimindeki banyoda 25 A/dm² akım yoğunluğunda ve 25 °C banyo sıcaklığında kaplanan sert krom örneğinin taramalı elektron mikroskobunda yüzey görünümü incelemesi yapılmış ve örneğin fotoğrafı Şekil 6.5' de verilmiştir.



Şekil 6.5. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda ve 25 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü

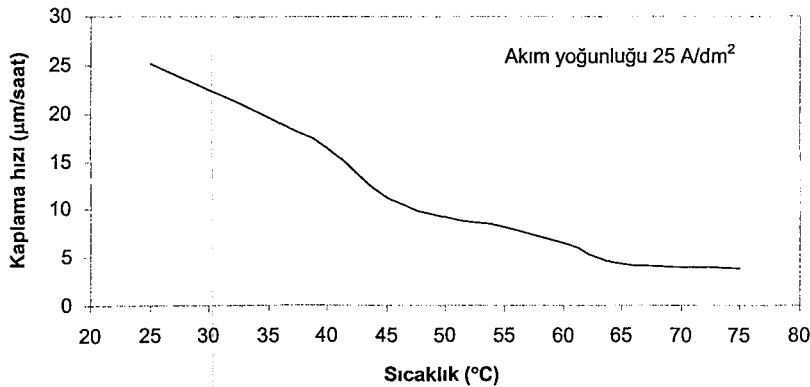
6.1.3. 500 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması

500 g/l kromik asit ve 5 g/l sülfirik asit ile hazırlanan banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.3'de verilmiştir.

Çizelge 6.3. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

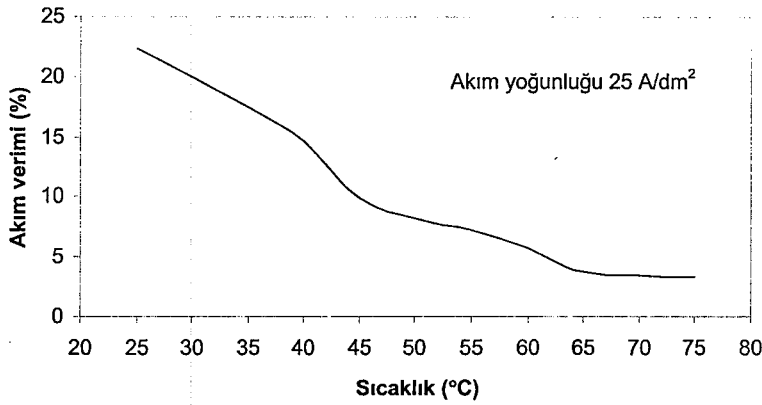
Örnek numarası	Banyo sıcaklığı (°C)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	25	25,21	22,37
2	30	22,5	19,97
3	35	19,65	17,44
4	40	16,5	14,64
5	45	11,24	9,97
6	50	9,3	8,25
7	55	8,15	7,23
8	60	6,5	5,77
9	65	4,3	3,82
10	75	3,85	3,42

Kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren eğri Şekil 6.6'da verilmiştir. Bu şekilden kaplama hızının artan banyo sıcaklığı ile azaldığı görülmektedir.



Şekil 6.6. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

500 g/l kromik asit, 5 g/l sülfirik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda, akım veriminin banyo sıcaklığına göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.7' de verilmiştir. Grafikten de görüldüğü üzere akım verimi, sabit akım yoğunluğunda, banyo sıcaklığının yükselmesi ile düşmektedir. 50°C lik banyo sıcaklığında krom kaplanan örneklerin yüzeyleri parlak olmasına rağmen diğer sıcaklıklarda kaplanan örneklerin yüzeyleri ise matdır.



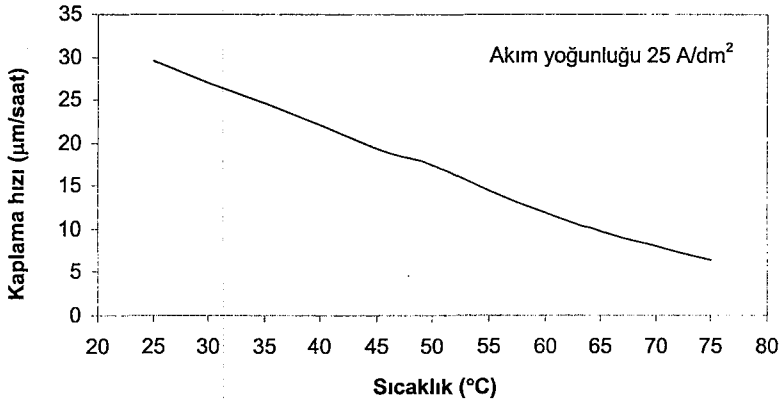
Şekil 6.7. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

6.1.4. 125 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması

Konvansiyonel krom banyosu çalışmalarından sonra kaplama hızı ve aynı zamanda akım verim yüzdesi değişimini incelemek amacıyla katalizör olarak anorganik kimyasallar kullanarak sert krom kaplama çalışmaları yapılmıştır. Bu amaçla çalışmaların ilkinde 125 g/l kromik asit, 10 g/l sodyum silikoflorür ve 3,25 g/l stronsiyum sülfat kullanılarak hazırlanan banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında örnekler sert krom kaplanmış ve elde edilen kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.4'de ve kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.8'de verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan banyo sıcaklığı ile azaldığı görülmektedir. 45°C ve 50°C'lik banyo sıcaklıklarında krom kaplanan örneklerin yüzeyleri parlak, diğer sıcaklıklarda kaplanan örneklerin yüzeyleri ise mat görünüm sergilemektedir.

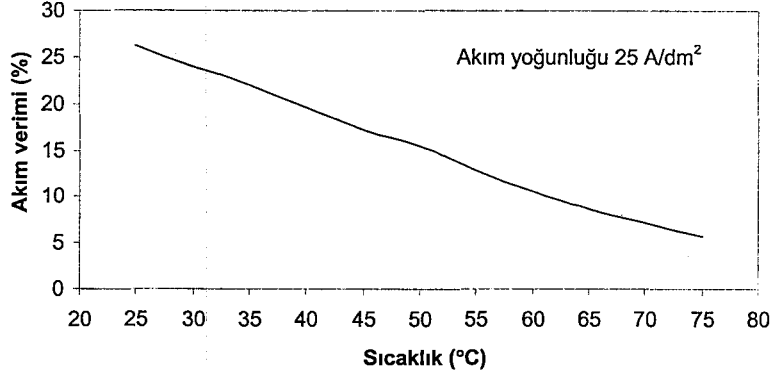
Çizelge 6.4. 125 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Banyo sıcaklığı (°C)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	25	29,55	26,22
2	30	27	23,96
3	35	24,72	21,94
4	40	22,15	19,65
5	45	19,3	17,13
6	50	17,44	15,48
7	55	14,53	12,89
8	60	12	10,65
9	65	9,7	8,61
10	75	6,5	5,77



Şekil 6.8. 125 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

125 g/l kromik asit, 10 g/l sodyum silikoflorür ve 3,25 g/l stronsiyum sülfat bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda, akım veriminin banyo sıcaklığına göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.9'da gösterilmektedir. Grafikten de görüldüğü üzere akım verimi, sabit akım yoğunluğunda, banyo sıcaklığının yükselmesi ile düşmektedir.



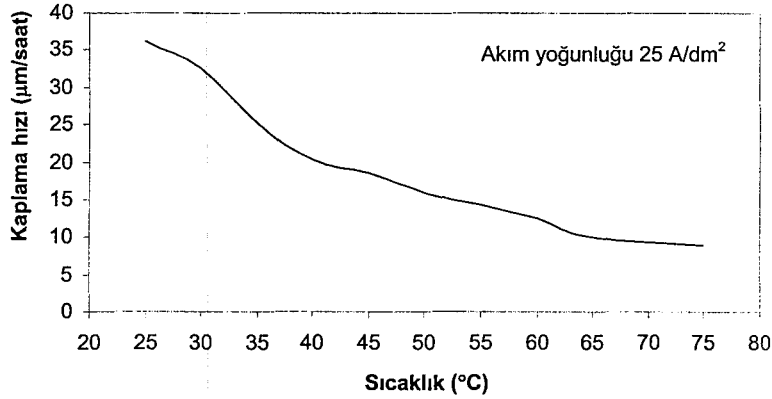
Şekil 6.9. 125 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

6.1.5. 250 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması

250 g/l kromik asit, 20 g/l sodyum silikoflorür ve 7,50 g/l stronsiyum sülfat ile hazırlanan banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örnekler için kaplama hızları ve akım verim yüzdesi Çizelge 6.5'te ve kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren grafik ise Şekil 6.10'da verilmiştir. Bu şekilde kaplama hızının artan banyo sıcaklığı ile azaldığı görülmektedir. 50°C ve 55°C'lik banyo sıcaklıklarında krom kaplanan örneklerin yüzeyleri parlak, diğer sıcaklıklarda kaplanan örneklerin yüzeyleri ise mat görünüm sergilemektedir.

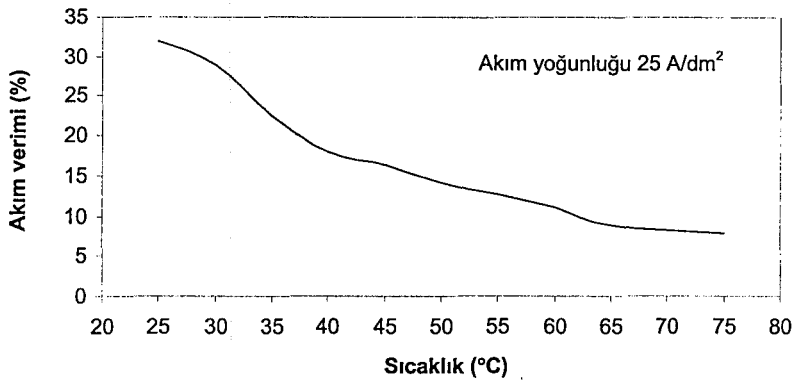
Çizelge 6.5. 250 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örnekler için kaplama hızları ve akım verim yüzdesi

Örnek numarası	Banyo sıcaklığı (°C)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	25	36,12	32,05
2	30	32,7	29,02
3	35	25,25	22,41
4	40	20,32	18,03
5	45	18,5	16,42
6	50	15,9	14,11
7	55	14,4	12,78
8	60	12,5	11,09
9	65	10	8,87
10	75	8,91	7,91



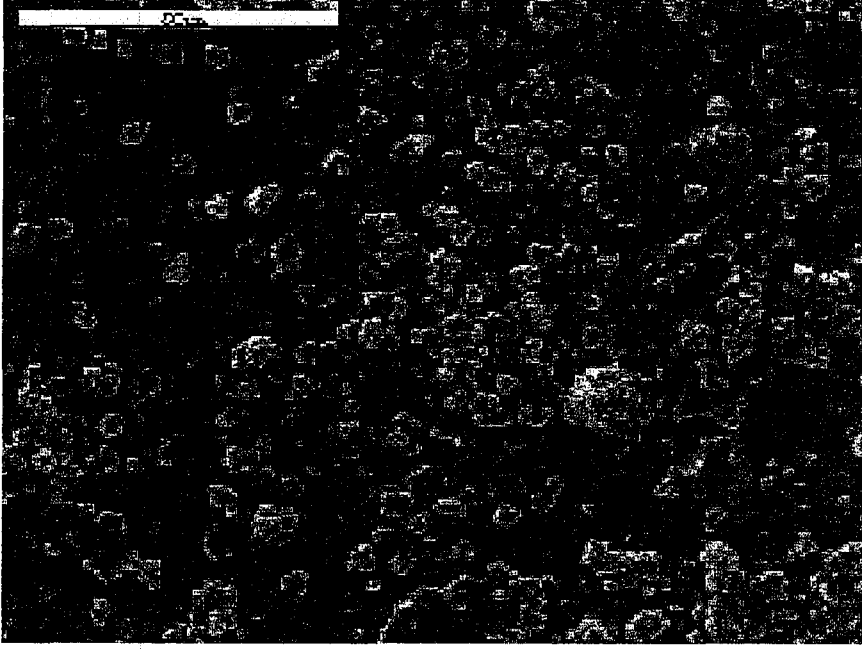
Şekil 6.10. 250 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

250 g/l kromik asit, 20 g/l sodyum silikoflorür ve 7,50 g/l stronsiyum sülfat bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda, akım veriminin banyo sıcaklığına göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.11'de gösterilmektedir. Grafikten de görüldüğü üzere akım verimi, sabit akım yoğunluğunda, banyo sıcaklığının yükselmesi ile düşmektedir.

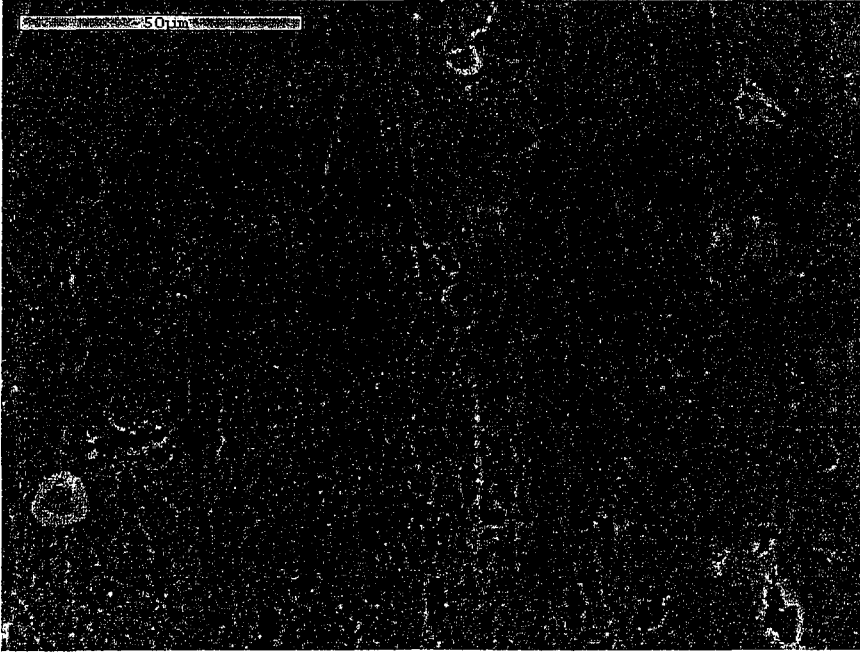


Şekil 6.11. 250 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

250 g/l kromik asit, 20 g/l sodyum silikoflorür ve 7,50 g/l stronsiyum sülfat bileşimindeki banyoda 25 A/dm² akım yoğunluğunda ve 25 °C ve 55 °C banyo sıcaklığında kaplanan sert krom örneklerinin taramalı elektron mikroskobunda yüzey görünümü incelemesi yapılmış ve örneğin fotoğrafları Şekil 6.12 ve Şekil 6.13' de verilmiştir.



Şekil 6.12. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda ve 25 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü



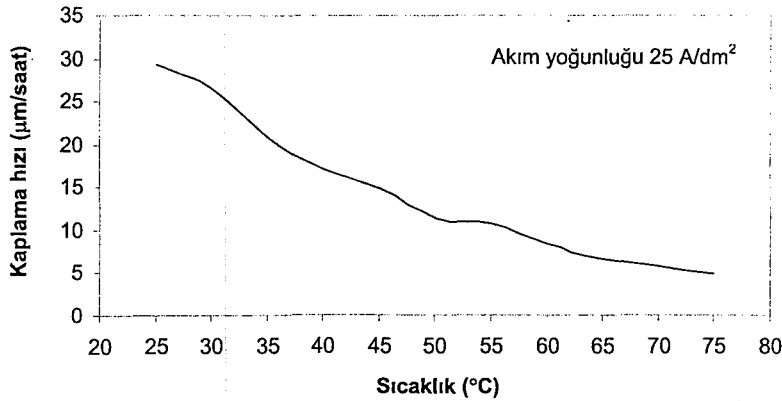
Şekil 6.13. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda ve 55 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü

6.1.6. 500 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması

500 g/l kromik asit, 40 g/l sodyum silikoflorür ve 15 g/l stronsiyum sülfat ile hazırlanan banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.6'de ve kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.14'de verilmiştir. Bu şekilden; kaplama hızının artan banyo sıcaklığı ile azaldığı görülmektedir.

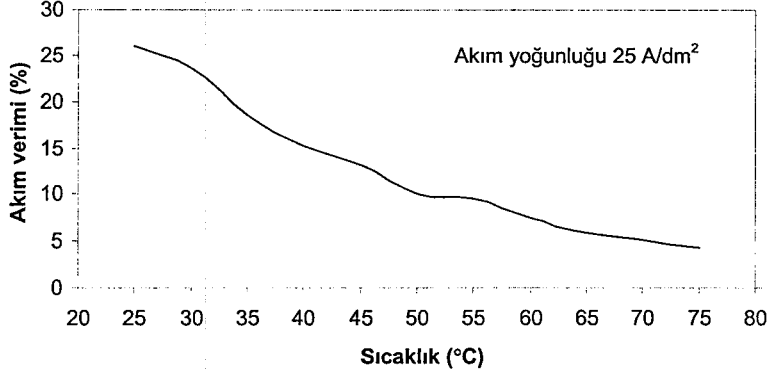
Çizelge 6.6. 500 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Banyo sıcaklığı (°C)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	25	29,32	26,02
2	30	26,5	23,51
3	35	20,93	18,57
4	40	17,2	15,26
5	45	14,87	13,19
6	50	11,43	10,14
7	55	10,7	9,49
8	60	8,5	7,54
9	65	6,6	5,86
10	75	4,93	4,37



Şekil 6.14. 500 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

500 g/l kromik asit, 40 g/l sodyum silikoflorür ve 15 g/l stronsiyum sülfat bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda, akım veriminin banyo sıcaklığına göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.15' de gösterilmektedir. Grafikte de görüldüğü üzere akım verimi, sabit akım yoğunluğunda, banyo sıcaklığının yükselmesi ile düşmektedir.



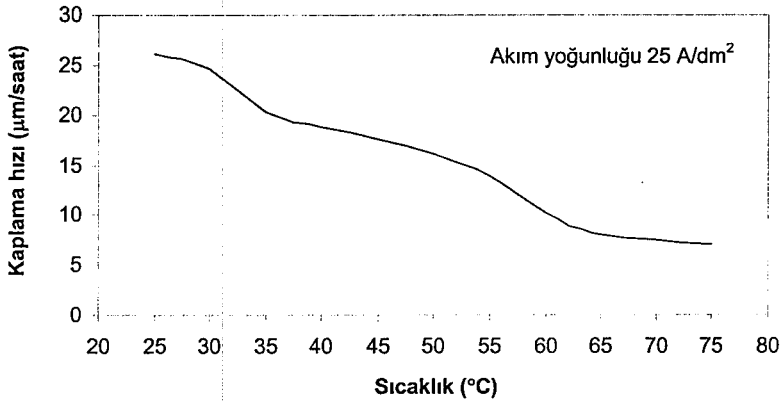
Şekil 6.15. 500 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

6.1.7. 125 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması

Konvansiyonel ve anorganik katalizörlü sert krom kaplama çalışmalarından sonra organik katalizörlerin kaplama hızı ve akım verimi yüzdelere etkilerini incelemek amacıyla organik sulfonik asitlerden metan sulfonik asit seçilmiştir. Optimum metan sulfonik asit konsantrasyonunu belirlemek için 125 g/l kromik asit, 1,25 g/l sülfirik asit ve 1,5, 3, 6, 12 g/l metan sulfonik asit kullanılarak ön denemeler yapılmıştır. Bu ön çalışmalar sonucunda 3 g/l organik sulfonik asit konsantrasyonunun diğer derişimlere nazaran daha iyi sonuç vermesi nedeniyle 125 g/l kromik asit, 1,25 g/l sülfirik asit ve 3 g/l metan sulfonik asit ile hazırlanan banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında örneklere sert krom kaplanmış ve elde edilen kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.7'de ve kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.16'de verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan banyo sıcaklığı ile azaldığı görülmektedir. 45°C ve 55°C'lik banyo sıcaklıklarında krom kaplanan örneklerin yüzeyleri parlak, diğer sıcaklıklarda kaplanan örneklerin yüzeyleri ise mat görünüm sergilemektedir.

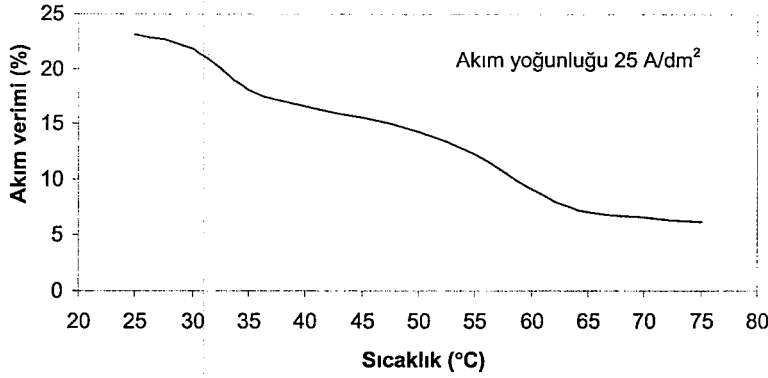
Çizelge 6.7. 125 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Banyo sıcaklığı (°C)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	25	26,1	23,16
2	30	24,6	21,83
3	35	20,32	18,03
4	40	18,75	16,64
5	45	17,6	15,62
6	50	16,09	14,28
7	55	13,84	12,28
8	60	10,2	9,05
9	65	8	7,1
10	75	6,99	6,2



Şekil 6.16. 125 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

125 g/l kromik asit, 1,25 g/l sülfirik asit ve 3 g/l organik sulfonik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda, akım veriminin banyo sıcaklığına göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.17'de gösterilmiştir.



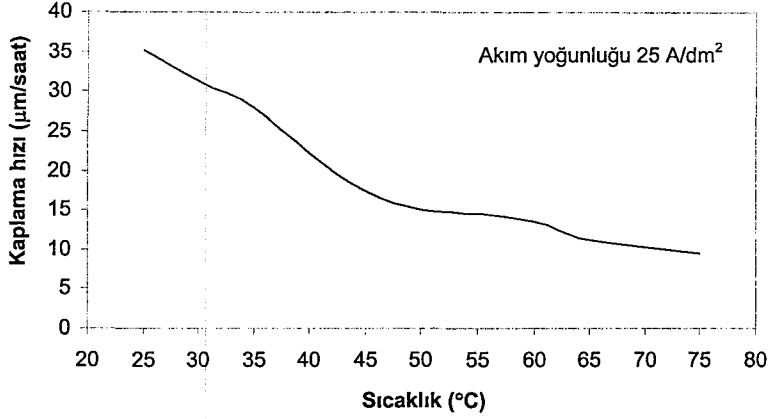
Şekil 6.17. 125 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

6.1.8. 250 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması

250 g/l kromik asit, 2,5 g/l sülfirik asit ve 6 g/l metan sulfonik asit ile hazırlanan banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.8'de ve kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.18'de verilmiştir.

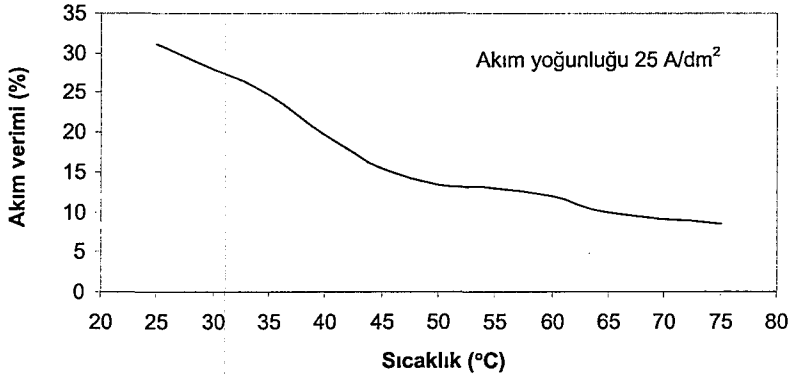
Çizelge 6.8. 250 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Banyo sıcaklığı (°C)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	25	35,2	31,23
2	30	31,4	27,86
3	35	27,84	24,7
4	40	22,2	19,7
5	45	17,36	15,4
6	50	15,08	13,38
7	55	14,6	12,96
8	60	13,55	12,02
9	65	11,2	9,94
10	75	9,5	8,43



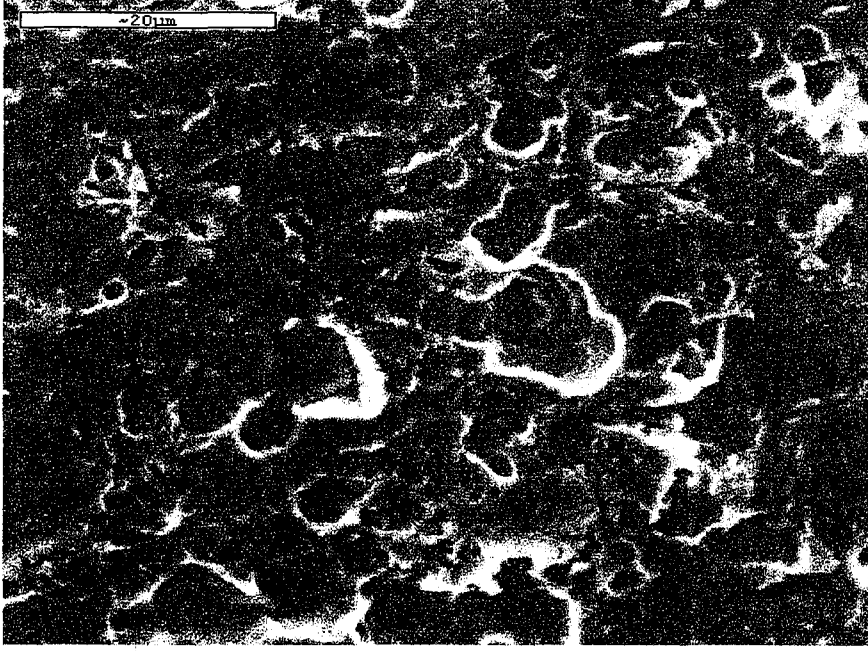
Şekil 6.18. 250 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

250 g/l kromik asit, 2,5 g/l sülfirik asit ve 6 g/l metan sulfonik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda, akım veriminin banyo sıcaklığına göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.19'da gösterilmektedir.

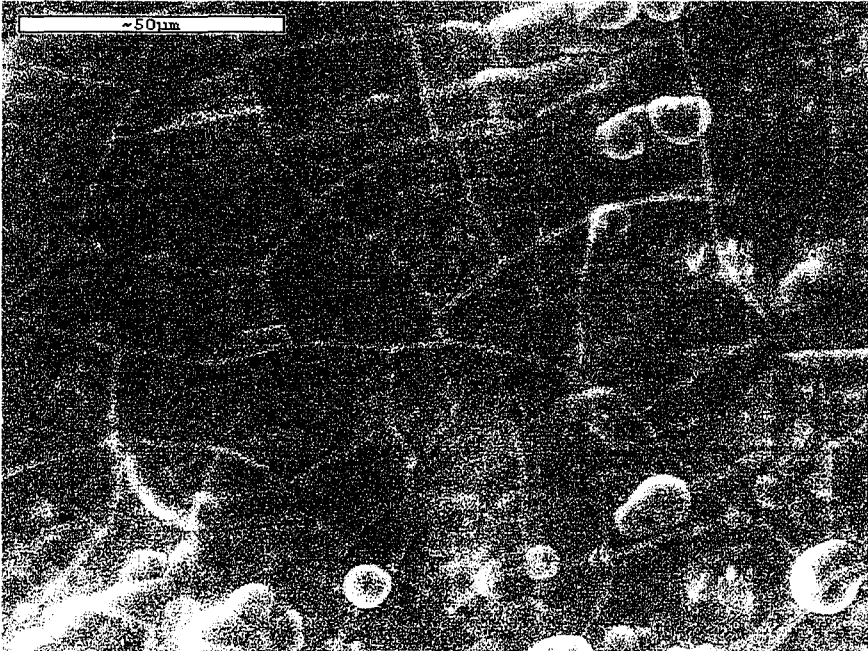


Şekil 6.19. 250 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

250 g/l kromik asit, 2,5 g/l sülfirik asit ve 6 g/l metan sulfonik asit bileşimindeki banyoda 25 A/dm² akım yoğunluğunda ve 25 °C ve 55 °C banyo sıcaklığında kaplanan sert krom örneklerinin Camscam S4 taramalı elektron mikroskopunda yüzey görünümü incelemesi yapılmış ve örneğin fotoğrafları Şekil 6.20 ve Şekil 6.21' de verilmiştir.



Şekil 6.20. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda ve 25 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü



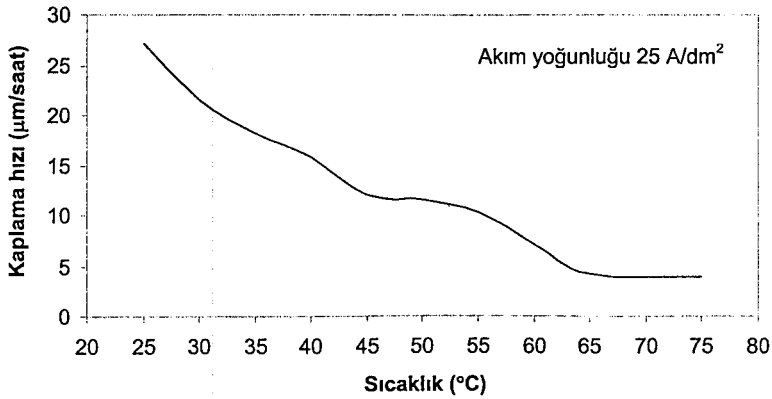
Şekil 6.21. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda ve 55 °C banyo sıcaklığında sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü

6.1.9. 500 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması

500 g/l kromik asit, 5 g/l sülfirik asit ve 12 g/l organik sulfonik asit ile hazırlanan banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.9'da ve kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.22.'de verilmiştir.

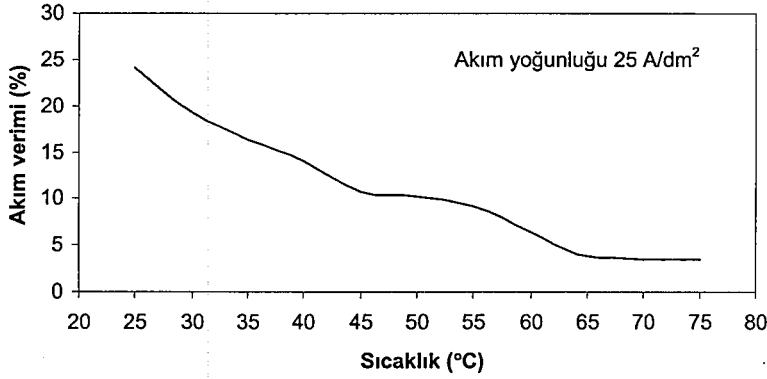
Çizelge 6.9. 500 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklıklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Banyo sıcaklığı (°C)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	25	27,1	24,05
2	30	21,6	19,17
3	35	18,32	16,26
4	40	15,92	14,13
5	45	12,04	10,68
6	50	11,55	10,25
7	55	10,36	9,19
8	60	7,2	6,39
9	65	4,3	3,82
10	75	3,94	3,5



Şekil 6.22. 500 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

500 g/l kromik asit, 5 g/l sülfirik asit ve 12 g/l organik sulfonik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda, akım veriminin banyo sıcaklığına göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.23'de gösterilmektedir.



Şekil 6.23. 500 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda sert krom kaplama akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

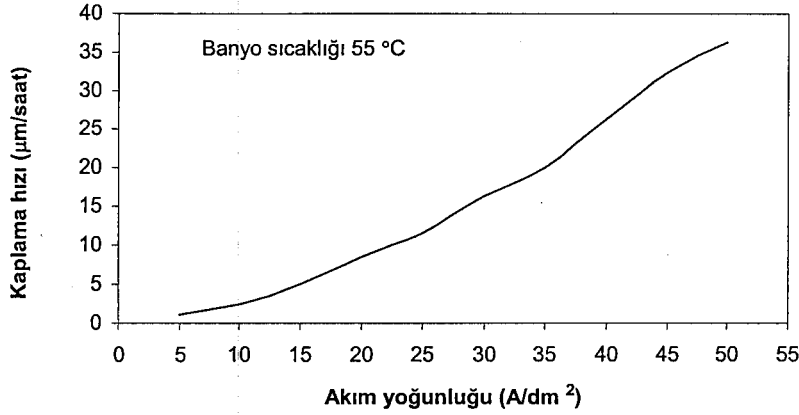
6.2. Akım Yoğunluğunun Sert Krom Kaplamanın Yapı ve Özelliklerine Etkisi

6.2.1. 125 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması

Sabit akım yoğunluğu ve farklı banyo sıcaklığı çalışmalarından sonra akım yoğunluğunun sabit sıcaklıktaki banyoda kaplanan örnekler üzerindeki etkisini incelemek amacıyla 125 g/l kromik asit ve 1,25 g/l sülfirik asit ile hazırlanan banyoda 55°C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örnekler için kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.10'da ve kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.24'de verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan akım yoğunluğu ile arttığı görülmektedir. 25 A/dm²'lik akım yoğunluğunda krom kaplanan örneklerin yüzeyleri parlak, diğer akım yoğunluklarında kaplanan örneklerin bazılarının kısmen, bazılarının da tamamen mat görünümde oldukları gözlenmiştir. Akım yoğunluğu arttıkça örneklerin yüksek akım bölgeleri olan kenar ve köşelerinde yanmalar ve birikme fazlalığı ile oluşan kaplama kalınlığının homojen olmadığı belirlenmiştir. Yüksek akım yoğunluğu elde edebilmek amacıyla katotlar, 0,1 dm² gibi küçük alanlarda seçilmiştir.

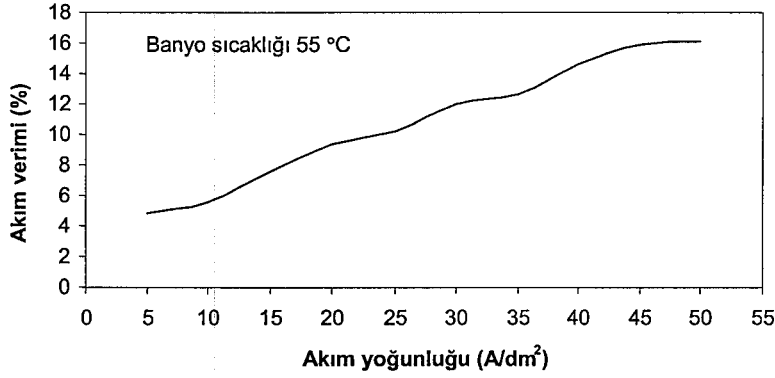
Çizelge 6.10. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	5	1,1	4,88
2	10	2,5	5,55
3	15	5,1	7,54
4	20	8,4	9,32
5	25	11,5	10,2
6	30	16,2	11,98
7	35	20	12,68
8	40	26,4	14,64
9	45	32,3	15,92
10	50	36,2	16,06



Şekil 6.24. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi

125 g/l kromik asit, 1,25 g/l sülfirik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 55 °C sabit banyo sıcaklığında, akım veriminin akım yoğunluğuna göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.25'de gösterilmektedir. Grafikten de görüldüğü üzere akım verimi, sabit akım banyo sıcaklığında, akım yoğunluğunun yükselmesi ile artmaktadır.



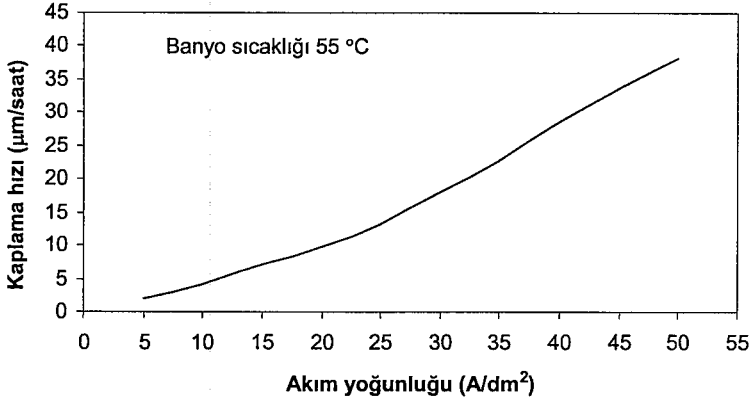
Şekil 6.25. 125 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

6.2.2. 250 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması

250 g/l kromik asit ve 2,5 g/l sülfirik asit ile hazırlanan banyoda 55°C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.11'da ve kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.26'de verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan akım yoğunluğu ile arttığı görülmektedir.

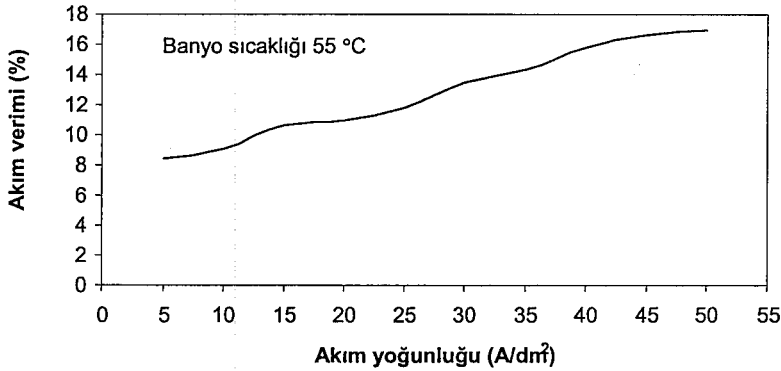
Çizelge 6.11. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	5	1,9	8,43
2	10	4,1	9,1
3	15	7,2	10,65
4	20	9,9	10,98
5	25	13,25	11,76
6	30	18,2	13,46
7	35	22,65	14,36
8	40	28,5	15,81
9	45	33,78	16,65
10	50	38,13	16,92



Şekil 6.26. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi

250 g/l kromik asit, 2,5 g/l sülfirik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 55 °C sabit banyo sıcaklığında, akım veriminin akım yoğunluğuna göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.27’de gösterilmektedir. Grafikten de görüldüğü üzere akım verimi, sabit akım banyo sıcaklığında, akım yoğunluğunun yükselmesi ile artmaktadır. 20 A/dm² ve 25 A/dm²’lik akım yoğunluğunda krom kaplanan örneklerin yüzeyleri parlak, diğer akım yoğunluklarında kaplanan örneklerin bazılarının kısmen, bazılarının da mat görünümde oldukları gözlenmiştir.



Şekil 6.27. 250 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

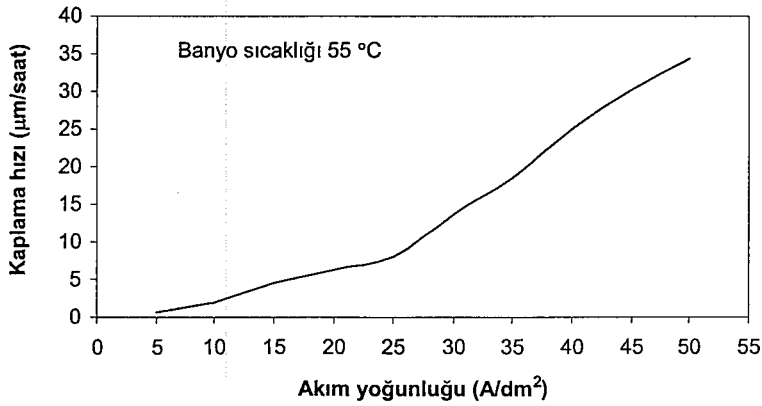
6.2.3. 500 g/l Kromik asit ile hazırlanan konvansiyonel banyo çalışması

500 g/l kromik asit ve 5 g/l sülfirik asit ile hazırlanan banyoda 55°C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.12’de ve kaplama hızının

akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.28'de verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan akım yoğunluğu ile arttığı görülmektedir. 15, 20, 25 A/dm²'lik akım yoğunluğunda krom kaplanan örneklerin yüzeyleri parlak, diğer akım yoğunluklarında kaplanan örnekler ise mat görünümde oldukları gözlenmiştir.

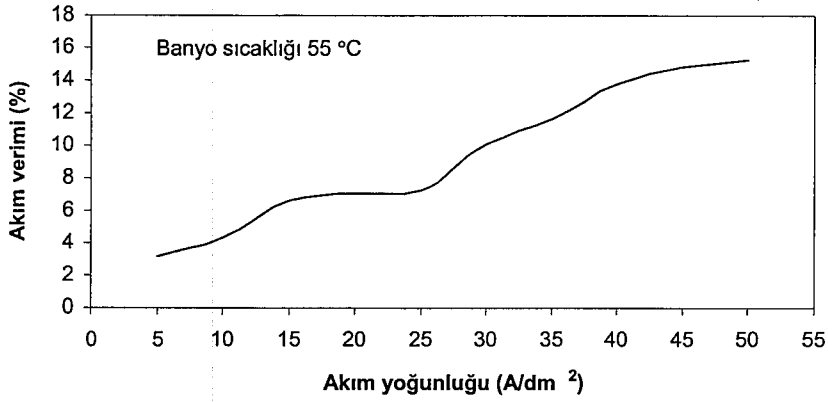
Çizelge 6.12. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	5	0,7	3,11
2	10	1,95	4,33
3	15	4,5	6,66
4	20	6,35	7,04
5	25	8,15	7,23
6	30	13,6	10,06
7	35	18,4	11,66
8	40	24,92	13,82
9	45	30,2	14,89
10	50	34,44	15,25



Şekil 6.28. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi

500 g/l kromik asit, 5 g/l sülfirik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 55 °C sabit banyo sıcaklığında, akım veriminin akım yoğunluğuna göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.29' da gösterilmektedir.



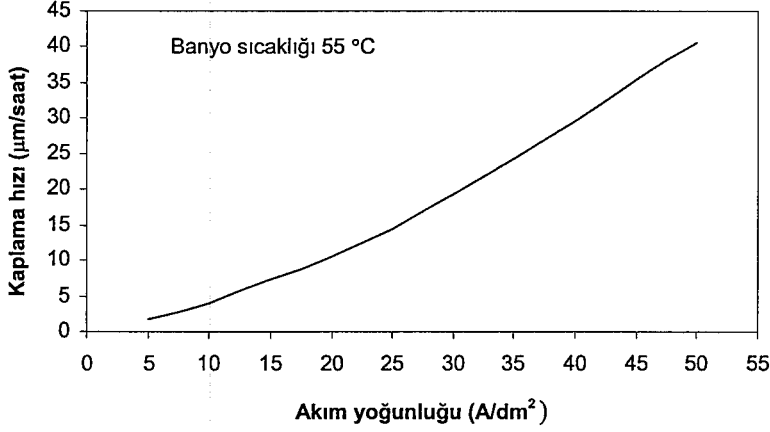
Şekil 6.29. 500 g/l kromik asitli konvansiyonel banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

6.2.4. 125 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması

125 g/l kromik asit, 10 g/l sodyum silikoflorür ve 3,25 g/l stronsiyum sülfat ile hazırlanan banyoda 55 °C sabit banyo sıcaklığında ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örnekler için kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.13'de ve kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.30' da verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan akım yoğunluğu ile arttığı görülmektedir.

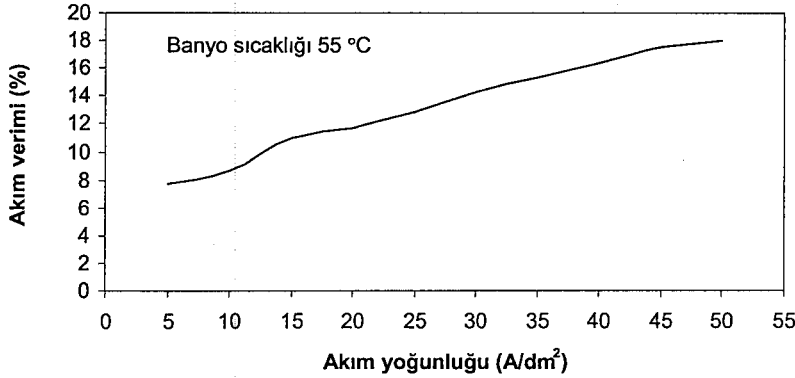
Çizelge 6.13. 125 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örnekler için kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	5	1,75	7,76
2	10	3,88	8,61
3	15	7,42	10,97
4	20	10,5	11,65
5	25	14,53	12,89
6	30	19,32	14,29
7	35	24,25	15,37
8	40	29,6	16,42
9	45	35,47	17,49
10	50	40,5	17,97



Şekil 6.30. 125 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi

125 g/l kromik asit, 10 g/l sodyum silikoflorür ve 3,25 g/l stronsiyum sülfat bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 55 °C sabit banyo sıcaklığında, akım veriminin akım yoğunluğuna göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.31'de gösterilmektedir. Grafikten de görüldüğü üzere akım verimi, sabit akım banyo sıcaklığında, akım yoğunluğunun yükselmesi ile artmaktadır.



Şekil 6.31. 125 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

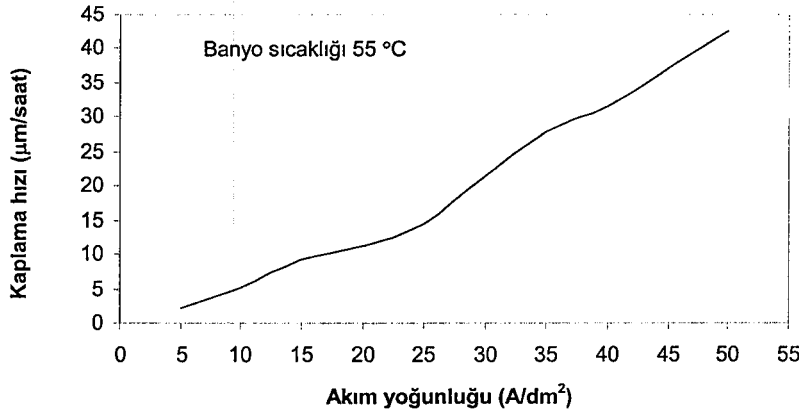
6.2.5. 250 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması

250 g/l kromik asit, 20 g/l sodyum silikoflorür ve 7,5 g/l stronsiyum sülfat ile hazırlanan banyoda 55 °C sabit banyo sıcaklığında ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklerle ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.14'de ve kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimini

gösteren eğri ise Şekil 6.32'de verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan akım yoğunluğu ile arttığı görülmektedir.

Çizelge 6.14. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

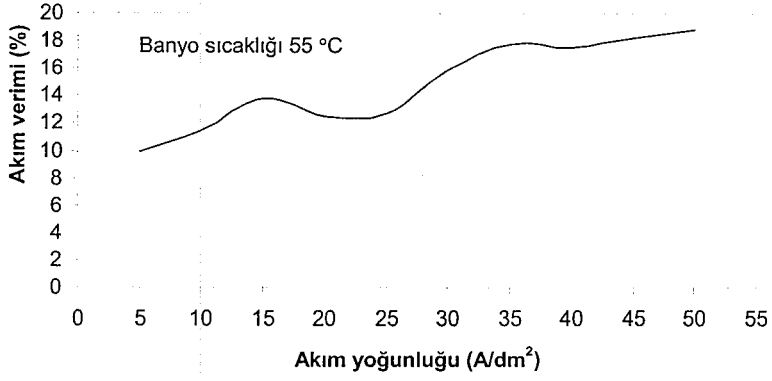
Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	5	2,25	9,98
2	10	5,15	11,42
3	15	9,36	13,84
4	20	11,3	12,53
5	25	14,4	12,78
6	30	21,55	15,94
7	35	27,95	17,72
8	40	31,6	17,53
9	45	37,11	18,29
10	50	42,5	18,86



Şekil 6.32. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi

250 g/l kromik asit, 20 g/l sodyum silikoflorür ve 7,5 g/l stronsiyum sülfat bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 55 °C sabit banyo sıcaklığında, akım veriminin akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren eğri Şekil 6.33'de gösterilmektedir. Grafikten de açıkça görüldüğü üzere sabit sıcaklıkta artan akım

yoğunluğu ile akım verimi doğrusal olarak artmamaktadır.



Şekil 6.33. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

250 g/l kromik asit, 20 g/l sodyum silikoflorür ve 7,50 g/l stronsiyum sülfat bileşimindeki banyoda, 55 °C banyo sıcaklığı ve 25 A/dm²'lik akım yoğunluğunda kaplanan sert krom örneğinin Camscan S4 taramalı elektron mikroskobunda yüzey görünümünü incelemesi yapılmış ve örneğin fotoğrafı Şekil 6.34'de verilmiştir.



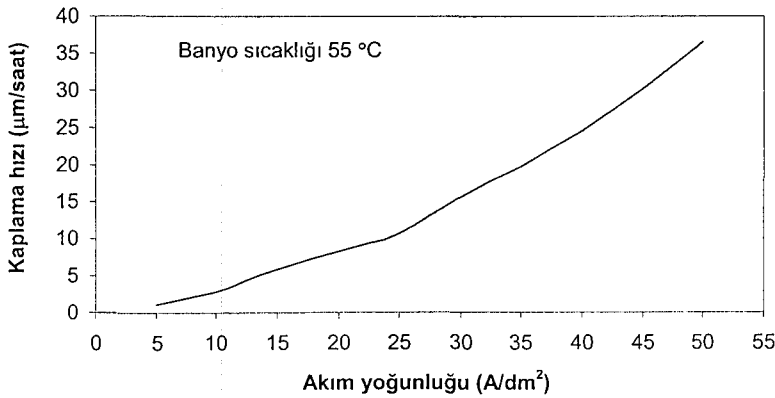
Şekil 6.34. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve 25 A/dm² akım yoğunluğunda sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü

6.2.6. 500 g/l Kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışması

500 g/l kromik asit, 40 g/l sodyum silikoflorür ve 15 g/l stronsiyum sülfat ile hazırlanan banyoda 55 °C sabit banyo sıcaklığında ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örnekler için kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.15'de ve kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.35' de verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan akım yoğunluğu ile arttığı görülmektedir.

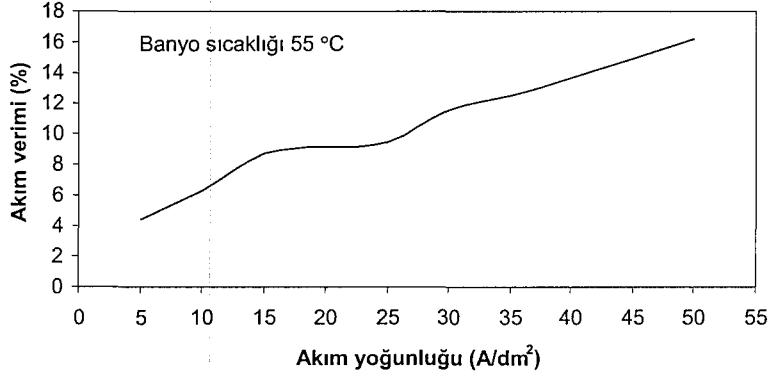
Çizelge 6.15. 500 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örnekler için kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	5	1	4,44
2	10	2,86	6,34
3	15	5,9	8,73
4	20	8,25	9,15
5	25	10,7	9,49
6	30	15,64	11,57
7	35	19,77	12,53
8	40	24,6	13,64
9	45	30,25	14,91
10	50	36,5	16,19



Şekil 6.35. 500 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi

500 g/l kromik asit, 40 g/l sodyum silikoflorür ve 15 g/l stronsiyum sülfat bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 55 °C sabit banyo sıcaklığında, akım veriminin akım yoğunluğuna göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.36'da gösterilmektedir.



Şekil 6.36. 500 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

6.2.7. 125 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması

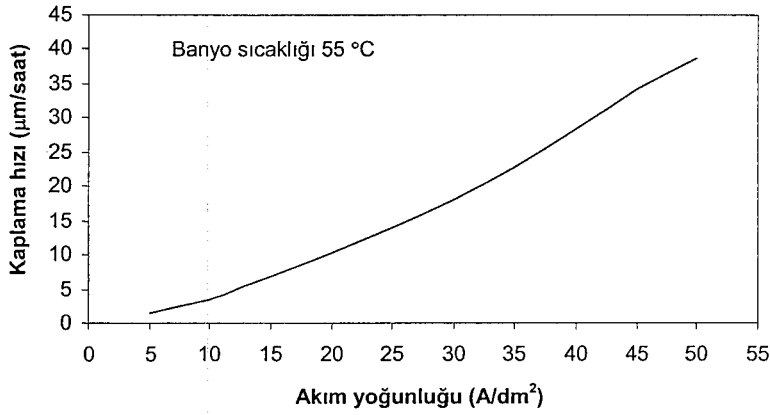
125 g/l kromik asit, 1,25 g/l sülfirik asit ve 3 g/l metan sulfonik asit ile hazırlanan banyoda 55 °C sabit banyo sıcaklığında ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.16'de verilmiştir. Kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren eğri Şekil 6.37' de ve akım veriminin akım yoğunluğuna göre değişimi gösteren eğri ise Şekil 6.38' de gösterilmiştir.

Çizelge 6.16. 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

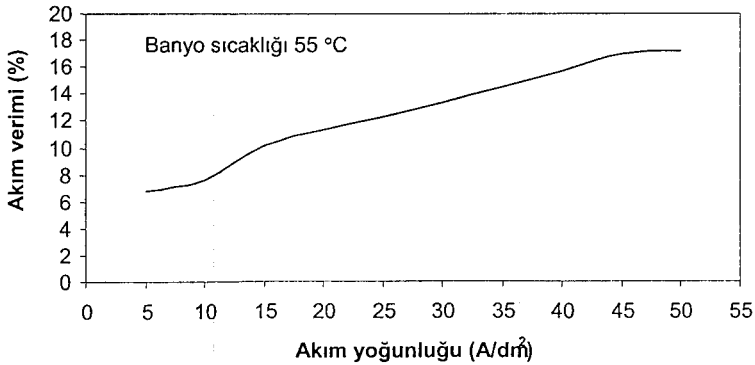
Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	5	1,52	6,74
2	10	3,41	7,56
3	15	6,9	10,2
4	20	10,25	11,37
5	25	13,84	12,28

Çizelge 6.16. (Devam) 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
6	30	18,1	13,38
7	35	22,85	14,48
8	40	28,25	15,67
9	45	34,3	16,91
10	50	38,75	17,19



Şekil 6.37. 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi



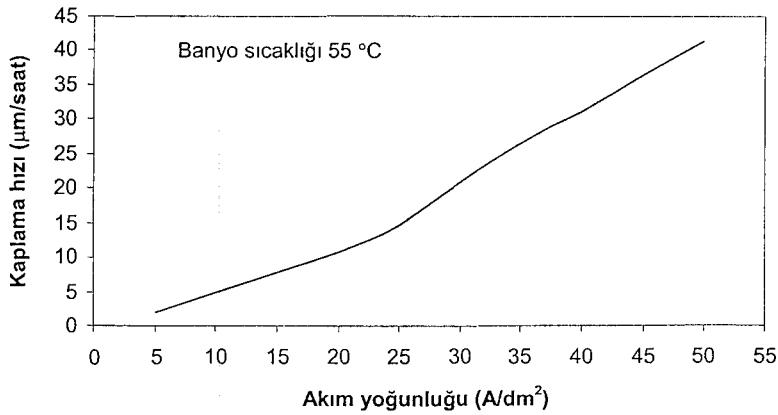
Şekil 6.38. 125 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

6.2.8. 250 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması

250 g/l kromik asit, 2,5 g/l sülfirik asit ve 6 g/l metan sulfonik asit ile hazırlanan banyoda 55 °C sabit banyo sıcaklığında ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.17'de ve kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.39' da verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan akım yoğunluğu ile arttığı görülmektedir.

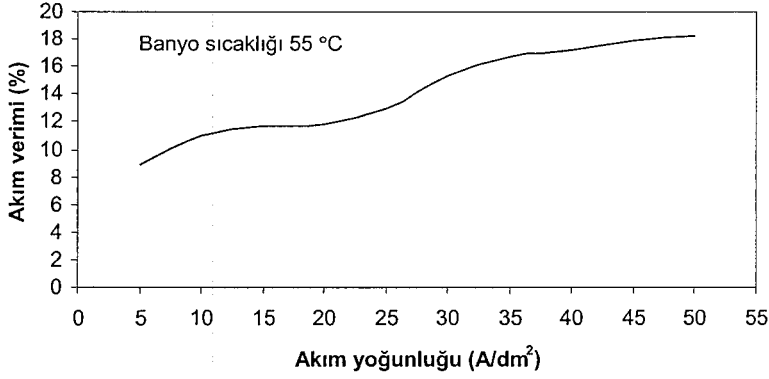
Çizelge 6.17. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	5	2	8,87
2	10	4,95	10,98
3	15	7,9	11,68
4	20	10,67	11,84
5	25	14,6	12,96
6	30	20,75	15,34
7	35	26,45	16,76
8	40	31	17,19
9	45	36,4	17,94
10	50	41,23	18,29



Şekil 6.39. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi

250 g/l kromik asit, 2,5 g/l sülfirik asit ve 6 g/l metan sulfonik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 55 °C sabit banyo sıcaklığında, akım veriminin akım yoğunluğuna göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.40'da gösterilmektedir.



Şekil 6.40. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

250 g/l kromik asit, 2,5 g/l sülfirik asit ve 6 g/l metan sulfonik asit bileşimindeki banyoda, 55 °C banyo sıcaklığı ve 25 A/dm²'lik akım yoğunluğunda kaplanan sert krom örneğinin Camscan S4 taramalı elektron mikroskopunda yüzey görünümü incelemesi yapılmış ve örneğin fotoğrafı Şekil 6.41'de verilmiştir.



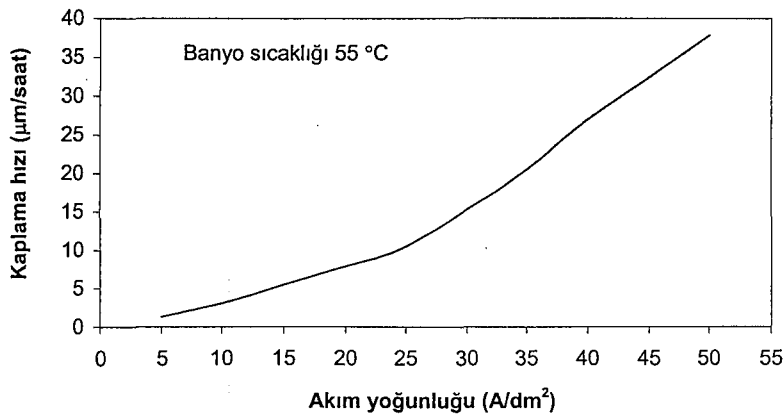
Şekil 6.41. 250 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve 25 A/dm² akım yoğunluğunda sert krom kaplanan örneğin yüzey görünümü

6.2.9. 500 g/l Kromik asit ve organik katalizörlü banyo çalışması

500 g/l kromik asit, 5 g/l sülfirik asit ve 12 g/l metan sulfonik asit ile hazırlanan banyoda 55 °C sabit banyo sıcaklığında ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri Çizelge 6.18'de ve kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren eğri ise Şekil 6.42'de verilmiştir. Bu grafikten kaplama hızının artan akım yoğunluğu ile arttığı görülmektedir.

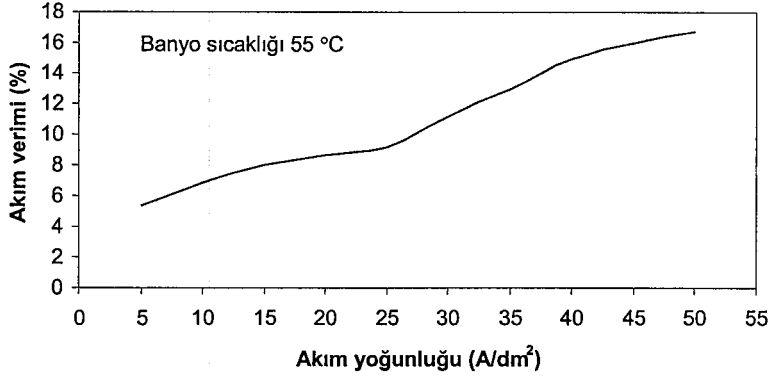
Çizelge 6.18. 500 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında sert krom kaplanan örneklere ait kaplama hızları ve akım verim yüzdeleri

Örnek numarası	Akım yoğunluğu (A/dm ²)	Kaplama hızı (µm/saat)	Akım verimi (%)
1	5	1,2	5,32
2	10	3,06	6,79
3	15	5,93	8,02
4	20	7,5	8,6
5	25	10,36	9,19
6	30	15,14	11,2
7	35	20,45	12,96
8	40	26,9	14,92
9	45	32,4	15,97
10	50	37,82	16,78



Şekil 6.42. 500 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi

500 g/l kromik asit, 5 g/l sülfirik asit ve 12 g/l metan sulfonik asit bileşiminden oluşan bu deney grubuna ait 55 °C sabit banyo sıcaklığında, akım veriminin akım yoğunluğuna göre değişimi gösteren eğri Şekil 6.43'de gösterilmektedir.



Şekil 6.43. 500 g/l kromik asit ve organik katalizörlü banyoda, 55 °C sabit banyo sıcaklığında sert krom kaplama akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

7. SONUÇLAR

Bu çalışmada, banyo sıcaklığı ve akım yoğunluğunun krom kaplama hızı ve akım verimini etkileyen en önemli faktörler olduğu görüldü. Bu durum, elektroliz sırasında banyoda oluşan hidrojen ve oksijen iyonlarının miktarlarında meydana gelen değişime göre açıklanabilir. Elektroliz sırasında banyoda oluşan hidrojen iyonlarının katoda, oksijen iyonlarının ise anoda hareket etmesi sonucunda katotta hidrojen, anotta ise oksijen iyonu konsantrasyonu artar. Bunun sonucunda katot ve anottaki hidrojen ve oksijen konsantrasyonu farklılaşır ve elektroliz hücresinde bir pil oluşur. Sonuçta sistemde uygulanan gerilime ters yönde bir elektromotor kuvveti meydana gelir. Meydana gelen elektromotor kuvveti, elektrik akımına karşı bir direnç oluşturarak akım etkinliğinin azalmasına yol açar. Akım etkinliğinin azalması da kaplama banyosunda oluşan krom iyonlarının azalmasına ve dolayısıyla kaplama hızının azalmasına neden olur. Kaplama hızının artan akım yoğunluğu ile artması ise, yüksek akım yoğunluklarında akım etkinliğinin artması nedeniyle banyoda oluşan krom iyonları miktarının artmasından kaynaklanmaktadır.

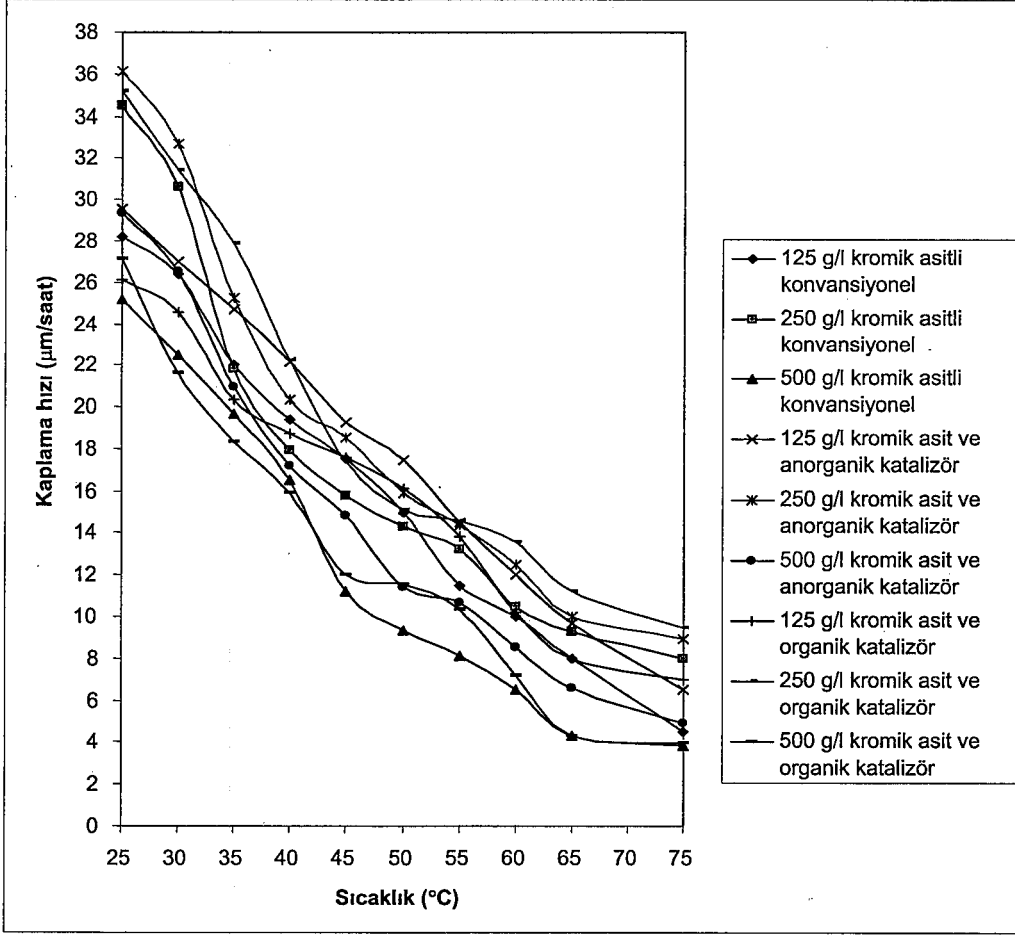
Sert krom kaplamaların, kaplama banyosunda oluşan hidrojen iyonunun kaplama tabakasına yerleşmesi nedeniyle genelde ince taneli oldukları gözlenmiştir. Şöyle ki; kaplama sırasında banyoda meydana gelen hidrojen iyonları kaplama tabakasına yerleşerek krom hidrür oluşturur ve bu hidrürlerin ayrışması sonucunda da bir miktar hidrojen gazı açığa çıkar. Geri kalan hidrojen atomları ise kaplama tabakasında kalır ve belirli bölgelerde hidrojen molekülü haline geçerek yüksek basınçların oluşmasına neden olur. Oluşan yüksek basınçlar da kaplamayı plastik deformasyona uğratarak dislokasyon yoğunluğunun artmasına ve bu da kaplama sırasında çekirdekleşme hızının artmasına neden olur. Çekirdekleşme hızının artması ise birim alanda oluşan tane sayısının artmasına ve tanelerin büyüklüğünün azalmasına yol açar.

Bazı şartlarda yapılan krom kaplamalarda, kaplama tabakasında mikro çatlakların meydana geldiği gözlenmiştir. Bu durum, kaplama tabakasında değişik bileşimlere sahip kararsız krom hidrürlerin oluşmasından kaynaklanmaktadır.

Oluşan hidrürler ya hegzagonal (Cr_2H veya CrH) yada yüzey merkezli kubik (CrH veya CrH_2) yapıya sahip olurlar. 25 °C sıcaklıktaki normal kaplama koşullarında bile oluşabilen hegzagonal yapıli hidrürler, oluşur oluşmaz hacim merkezli kubik yapıli kroma dönüşürler. Bu dönüşüm sırasında bir miktar hidrojen gazı açığa çıkar. Hegzagonal ya da yüzey merkezli kubik yapıli krom hidrürlerin hacim merkezli kubik yapıli kromu oluşturması kaplama tabakasında %15'den daha yüksek oranda hacimsel küçülmeye yol açabilir. Daralma nedeniyle meydana gelen iç gerilmeler kaplama tabakasının akma mukavemetinin üzerine çıkması durumunda kaplamada yüzeye dik doğrultuda çatlaklar oluşmaktadır.

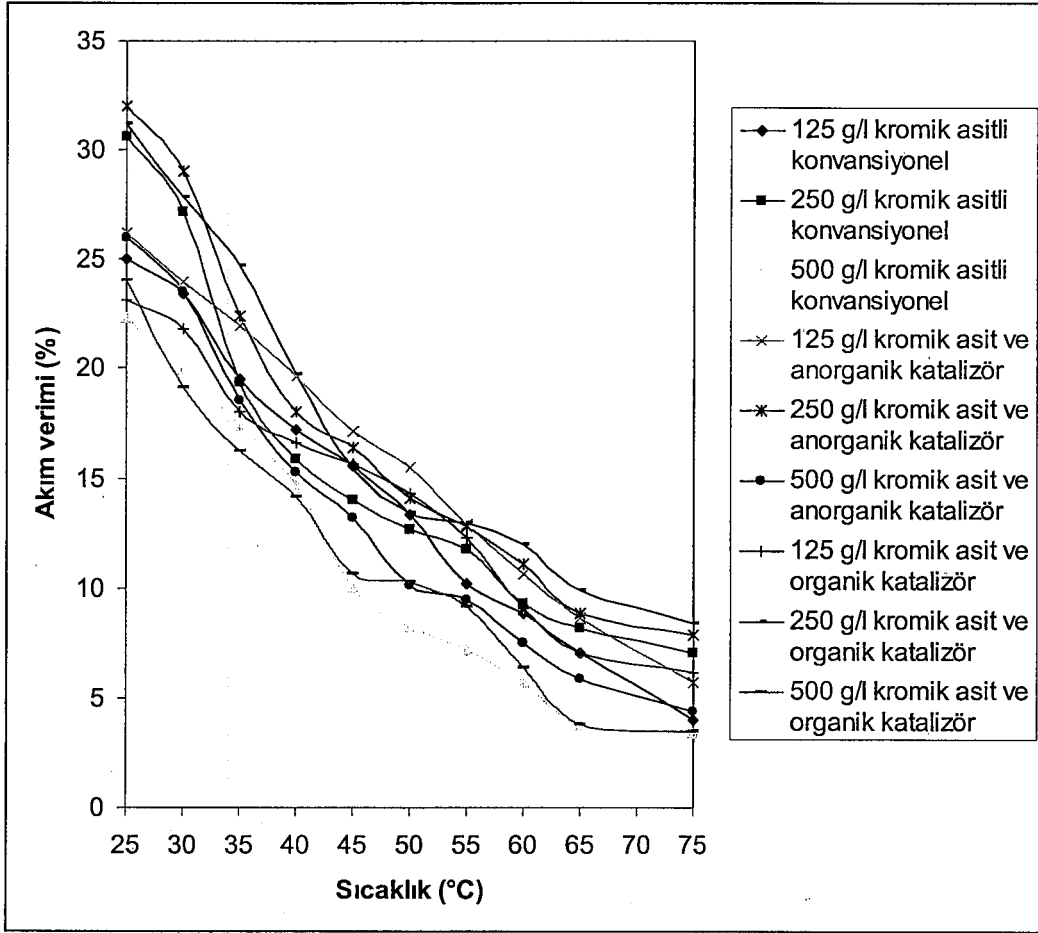
Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda kaplama hızına etki eden faktörlerin başında banyo tipi ve banyo sıcaklıkları geldiği görülmüştür. En yüksek kaplama hızı 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışmasında 25 °C banyo sıcaklığında elde edilmiştir. Tüm banyo tiplerinden elde edilen veriler Şekil 7.1'de birleştirilerek grafik halinde sunulmuştur. Genel olarak en iyi kaplama hızı verilerinin anorganik ve organik katalizörlü banyolardan elde edildiği görülmektedir. Sadece kromik asit içeren bir banyoda krom kaplama elde etmek mümkün değildir. Bunun nedeni ise banyoya verilen akımın sadece katotda hidrojen ve anotta ise oksijen birikimine yol açmasıdır. Krom kaplama ancak katalizörler yardımı ile banyoda akımla birlikte krom metalinin ayrışması ile olmaktadır. Deneysel veriler ışığında 250 g/l kromik asit ve anorganik sodyum silikoflorür ve stronsiyum sülfat karışımı katalizör içeren banyoda kaplama hızı en yüksek seviyede olmasına rağmen sıcaklığın yükselmesi ile kaplama hızının azalması diğer banyo tiplerine nazaran bu tip banyoda daha da fazla olmaktadır.

Organik katalizörlü banyo çalışmalarından elde edilen kaplamalarda yüzey parlaklığı diğer tip banyolara göre daha fazladır. Diğer tiplerdeki banyolarda genel olarak parlak kaplamalar sadece 50-55 °C banyo sıcaklıklarında elde edilirken, organik katalizörlü banyo tipinde özellikle de 250 g/l kromik asit ihtiva eden banyoda 35, 40, 45, 50, 55 ve 60 °C banyo sıcaklıklarında parlak kaplamalar elde edilmiştir.



Şekil 7.1. Farklı tiplerdeki sert krom banyolarında, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda kaplama hızının banyo sıcaklığına göre değişimi

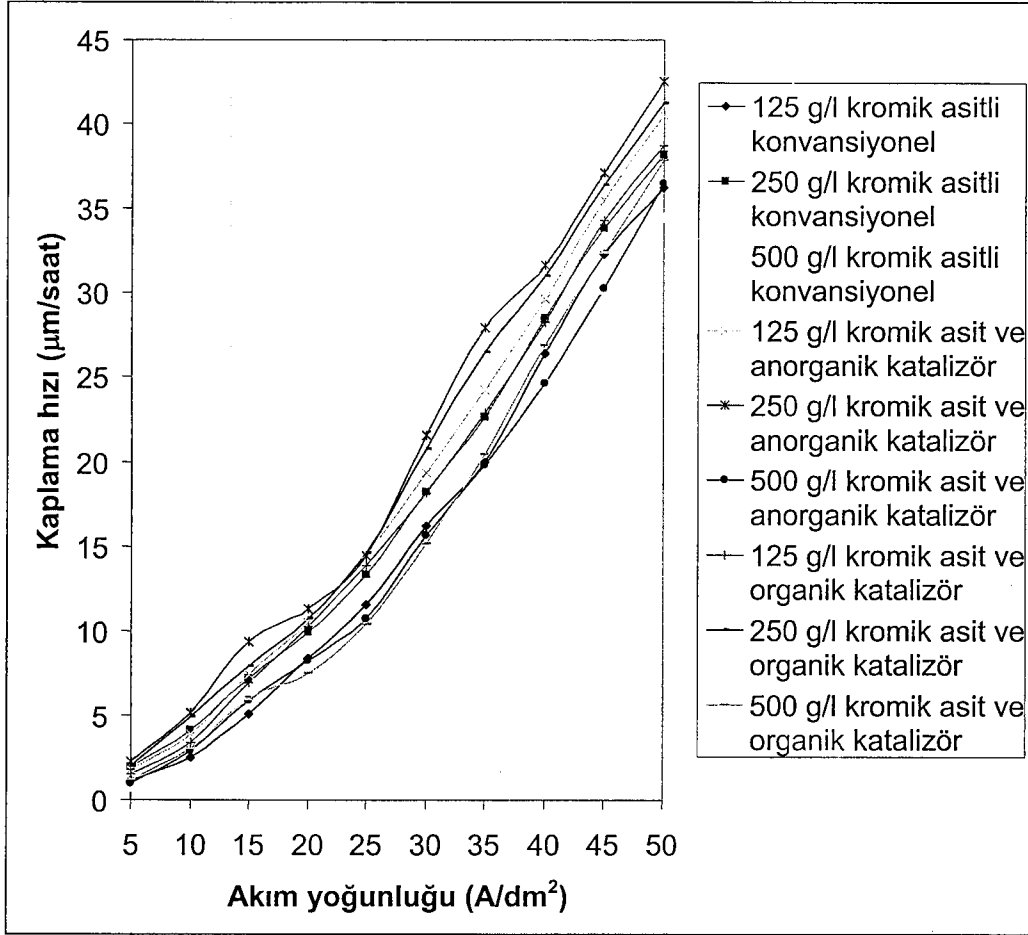
Krom kaplama banyoları genellikle düşük verimli banyolardır. Özellikle endüstride uygulama alanları bulan sert krom kaplama banyolarında gerçek akım verimi en fazla % 15'lere çıkabilmektedir. Laboratuvar şartlarında yapılan deneyler sonucunda akım verimi % 32,06 ya kadar yükseltilebilmiştir. Şekil 7.2'de konvansiyonel, anorganik ve organik katalizörlü banyo tiplerinden elde edilen veriler birleştirilerek tüm değerleri içeren bir grafik oluşturulmuştur. Grafikten de açıkça görüldüğü üzere tüm banyo tiplerinde derişim ve içeriğe bağlı olmaksızın banyo sıcaklığı arttıkça akım verimi düşmektedir. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda 25 °C banyo sıcaklığında elde edilen kaplamanın akım verimi % 32,06'dır. Konvansiyel krom banyolarına nazaran katalizörlü banyolarda akım verimi daha yüksektir. Ancak sıcaklığın artmasıyla katalizörlü banyolarda verim düşme oranı konvansiyonel banyolara göre daha fazladır.



Şekil 7.2. Farklı tiplerdeki sert krom banyolarında, 25 A/dm² sabit akım yoğunluğunda akım verim yüzdesinin banyo sıcaklığına göre değişimi

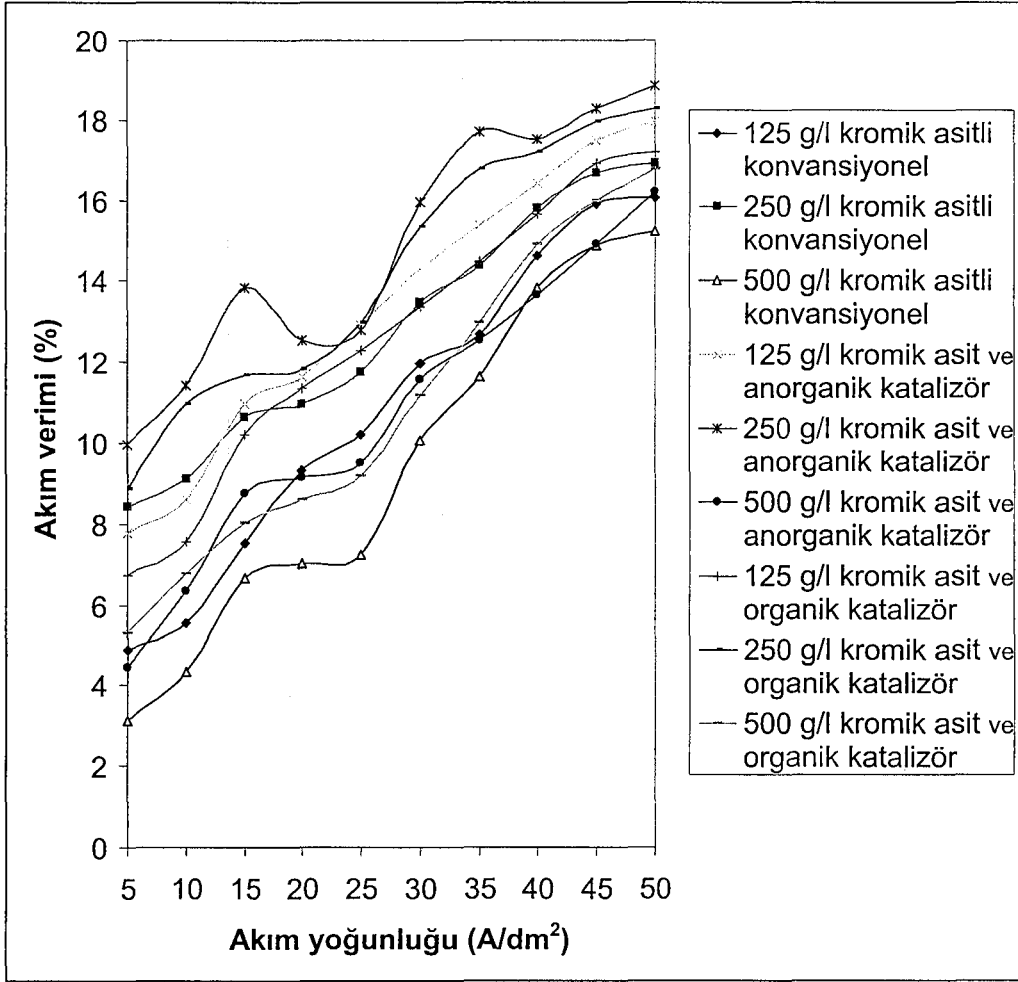
Akım yoğunluğu ise banyo sıcaklığı gibi kaplama hızına ve akım verimine etki eden en önemli parametrelerden birisidir. Konvansiyonel, anorganik ve organik katalizörlü banyolardan elde edilen sabit banyo sıcaklığında farklı akım yoğunluklarına karşı kaplama hızları Şekil 7.3’de verilmiştir. Grafikte de görüldüğü üzere akım yoğunluğunun artmasıyla kaplama hızı da artmaktadır. 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyo çalışmalarından elde edilen kaplama hızları, tüm akım yoğunluklarında diğer tip banyolardan elde edilen değerlere nazaran daha yüksektir.

Akım yoğunluğu arttıkça krom kaplanan örneklerin kenar ve köşelerinde belirgin birikintilerin meydana geldiği görülmüştür. Bu durum, elektrolitik kaplamada elektriksel alan çizgilerinin parçanın keskin kenar ve köşelerinde daha yoğun olmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 7.3. Farklı tiplerdeki sert krom banyolarında, 55 °C sabit banyo sıcaklığında kaplama hızının akım yoğunluğuna göre değişimi

Sabit banyo sıcaklığında akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimini gösteren grafik ise Şekil 7.4'de verilmiştir. Akım yoğunluğunun artması ile akım verimi de artış göstermektedir. Grafikten de görüldüğü üzere 55°C sabit banyo sıcaklığında akım verimi artışı çok yüksek oranlarda gerçekleşmemektedir. En yüksek akım verimi 250 g/l kromik asit ve anorganik katalizörlü banyoda 50 A/dm² akım yoğunluğunda gerçekleşerek % 18,86 olmuştur. Konvansiyonel banyolara nazaran katalizörlü banyolarda daha yüksek akım verimleri elde edilmiştir. Tüm bu değerler incelendiğinde sert krom banyolarında sabit akım yoğunluğunda banyo sıcaklığının kaplama hızı ve akım verimine etkisi banyo tipine nazaran daha fazladır. Ancak sabit banyo sıcaklığı ve farklı akım yoğunluklarında ise akım yoğunluğunun kaplama hızı ve akım verimine etkisi banyonun tipine daha fazla bağlıdır. Sonuç olarak katalizörlü banyolar, konvansiyonel banyolara oranla daha fazla tercih sebebi olacaktır.



Şekil 7.4. Farklı tiplerdeki sert krom banyolarında, 55 °C sabit banyo sıcaklığında akım verim yüzdesinin akım yoğunluğuna göre değişimi

KAYNAKLAR

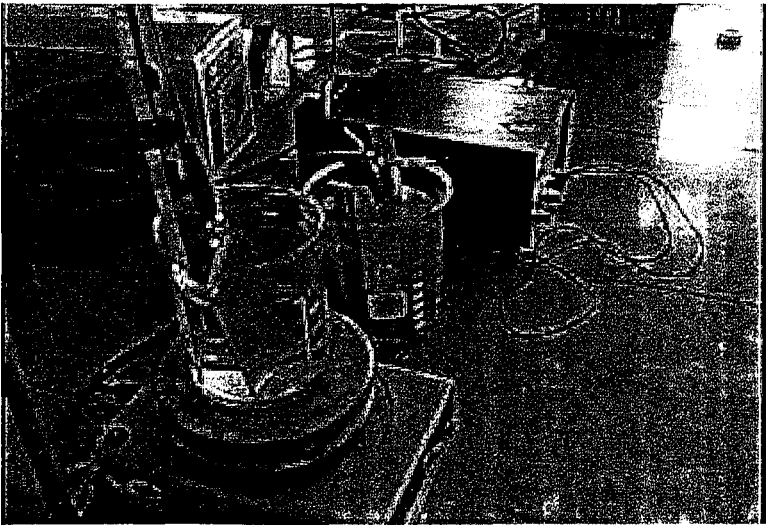
- [1] DUBPERNELL, G., *Metals Handbook*, American Society for Metals, Ohio, USA (1985).
- [2] ÇAKIR, A., *Metalik Korozyon İlkeleri ve Kontrolü*, T.M.M.O.B., Makina Mühendisleri Odası, Yayın No: 131, Bileşim Matbaacılık, Ankara (1990).
- [3] JAMES, H. ve LINDSAY, J., *Decorative and Hard Chromium Plating, Plating and Surface Finishing*, 84, 50-51 (1997).
- [4] LOWENHEIM, F.A., *Modern Electroplating*, The Electrochemical Society Inc., New York (1963).
- [5] GUFFIE, R.K., *Hard Chromium Plating*, Products Finishing, 74-79 (1989).
- [6] PLETCHER, D. ve WALSH, F.C., *Industrial Electrochemistry*, Second Edition, Chapman-Hall, Co., New York (1990).
- [7] WEINER, R. ve WALMSLAY, A., *Chromium Plating*, Finishing Publications Ltd., Teddington (1980).
- [8] DUBPERNELL, G., *Electrodeposition of Chromium from Chromic Acid Solutions*, Pergamon Press Inc., New York (1972).
- [9] D.P.T., VIII. 5 Yıllık Kalkanma Planı ÖİK Krom Raporu, (2001).
- [10] USGS., *Mineral Commodity Summaries*, Mineral Information, (1999).
- [11] PABB, F.J., *Chromium*, USGS-Mineral Information, (1997).
- [12] SARAÇ, S.A., *Metal Kaplama ve Elektrokimyasal Teknolojiler*, Çağlayan Kitabevi, İstanbul (1995).
- [13] BERKEM. A.R., *Fiziko Kimya*, Cilt 1, İ.Ü. Yayınları, İstanbul (1979).
- [14] BERKEM. A.R., *Fiziko Kimya*, Cilt 2, İ.Ü. Yayınları, İstanbul (1979).
- [15] BERKEM. A.R., *Elektro Kimya*, İ.Ü. Yayınları, İstanbul (1993).
- [16] UYANIK, G., *Fizikokimya*, Karadeniz Teknik Üniversitesi Basımevi, (1992).
- [17] İSFENDİYAROĞLU, A. ve SARAÇ, S.A., *Elektro Kimyanın Endüstriyel Uygulamaları*, İ.Ü. Yayınları, İstanbul (1980).
- [18] YONAR, İ.K., *Galvanoteknik*, Milli Eğitim Basımevi, İstanbul (1979)
- [19] BERKEM, A.R., *Elektro Kimya Laboratuar Uygulaması*, İ.Ü. Yayınları, İstanbul (1978).

- [20] DENNIS, J.K. ve SUCH, T.E., *Nickel and Chromium Plating*, London (1986).
- [21] MANDICH, N.V., *Chemistry and Theory of Chromium Deposition*, Plating and Surface Finishing, 108-109 May (1997).
- [22] DUBPERNELL, G., *Electroplating*, London (1974).
- [23] BRASSARD, J., *Decorative Chromium Electroplating-A Process in Transition*, Metal Finishing, **86**, 105-108 (1988).
- [24] KHUN, A.T., *Industrial Electrochemical Processes*, Elsevier Publishing Co., New York (1971).
- [25] DEVELİ, S., *Galvanoteknik*, Milli Eğitim Basımevi, 2. baskı, İstanbul (1947).
- [26] WILEY, J., *Modern Electroplating*, New York (1963).
- [27] SILVERMAN, J., *Metal Finishing*, London (1960).
- [28] HOAREN, P.J., *Electrochemistry*, London (1979).
- [29] GREENWOOD, J.D., *Hard Chromium Plating*, Taylor&Francis, 3. baskı, New York, (1981).
- [30] Langbein-Pfanhauser Werke AG., *Taschenbuch Für Galvanotechnik*, LPW Galvanotechnik, 12. baskı, (1970).
- [31] PUIPPE, J.C., *Theory and Practice of Pulse Plating*, AESF, Orlando, (1986)

EKLER

Ek-1

Sıcak yağ alma ve elektrikli yağ alma banyolarının fotoğrafları



Ek-2

Kromik Asit Analiz Yöntemi

Banyodan 10 ml bir balon jojeye alınır ve saf su ile 500 ml'ye tamamlanır.

Seyreltik çözeltiden pipetle 10 ml bir erlene alınır.

10 ml hidroklorik asit ve 10 ml %10'luk potasyum iyodür ilave edilir.

5-6 damla doymuş ve taze hazırlanmış nişasta çözeltisi damlatılır.

0,1 N Sodyum tiyosülfat çözeltisi ile yeşil renge kadar titre edilir.

Sarfiyat x 16,67 = g/l kromik asit

0,1 N Sodyum tiyosülfat çözeltisinin hazırlanması ve ayarlanması

25 g sodyum tiyosülfat pentahidrat bir balon jojeye alınarak az miktarda saf suda çözülür. Çözelti bir gece bekletildikten sonra potasyum iyodat ile ayarlanır.

Kurutulmuş potasyum iyodattan 250 ml'lik bir erlene dikkatle tartarak 0,1-0,2 gramlık bir numune alınır ve 50-75 ml saf suda çözülür. Üzerine 3 g potasyum iyodürün 10 ml sudaki çözeltisi ile 20 ml 6N H₂SO₄ çözeltisi ilave edilir.

Erlen karanlık ve serin bir yerde 3-5 dakika bekletilir ve daha sonra nişasta indikatörlüğünde koyu mavi çözelti renksiz hale gelinceye kadar titre edilir.

$N_1 \text{ ml}_1 = \text{g/meg} = (\text{gram olarak KIO}_3) / (\text{KIO}_3 \text{ molekül ağırlığı} / 6000)$

Sülfat Analizi

20 ml banyo çözeltisi ölçekli santrifüj tüpüne doldurulup 8 dakika 1500-2000 devirde santrifüjlenir. Çıkan tüpe 2,5 ml 1:1 HCl ilave edilir.

Tüpün berrak kısmından 10 ml alınarak 2,5 ml 300g/l'lik BaCl₂ çözeltisinden eklenir ve tüpün ağzı kapatılarak 2 dakika çalkalanır ve 5 dakika kendi halinde bırakılır.

1500-2000 devirde tekrar 8 dakika santrifüjlenir.

Oluşan BaSO₄ çökeltisi ölçekli tüpte okunarak H₂SO₄ miktarı hesaplanır.