

TOZ METALURJİSİ İLE ÜRETİLMİŞ DEMİR ESASLI PARÇALARIN AKIMSIZ NİKEL KAPLANMASINDA ASİDİK VE BAZİK ÇÖZELTİLERİN KAPLAMA MİKTARINA ETKİSİ

Ulaş MATİK* Ramazan ÇITAK**

*Zonguldak Karaelmas Üniversitesi, Karabük Teknik Eğitim Fakültesi, Karabük,Türkiye

** Gazi Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Metal Eğitimi Bölümü, Ankara,Türkiye

ÖZET

Toz metalurjisi (T/M) ile üretilmiş demir esaslı parçaların akımsız nikel (AN) kaplanmasında asidik ve bazik kaplama çözeltilerinin kaplama miktarına etkisi incelendi. Ayrıca T/M parçaların gözeneklilik oranlarının kaplama miktarına etkisi de araştırıldı. Bu amaçla, 40 adet numune farklı basınçlar altında preslendi. Preslenen numuneler 1100 °C'de 45 dakika süre ile Ar atmosferinde sinterlenip tartılarak gözeneklilik oranları belirlendi. Numunelerin 20 adedi bazik, 20 adedi de asidik AN çözeltisiyle 30 dak kaplama işlemine tabii tutuldu. Kaplama işlemi sonrası yapılan hassas ağırlık ölçümü ve mikroskopik incelemelerle elde edilen kaplama miktarları belirlendi. İnceleme sonucu asidik çözeltiyle elde edilen kaplama miktarının daha fazla olduğu ve her iki çözeltiyle elde edilen kaplama oranlarının parçanın gözeneklilik oranına bağlı olarak arttığı tespit edildi.

Anahtar Kelimeler: Toz metalurjisi, Akımsız kaplama, Nikel kaplama

EFFECT OF ACIDIC AND ALKALI SOLUTIONS ON COATING AMOUNT IN ELECTROLESS NICKEL COATING OF IRON BASED PARTS PRODUCED BY POWDER METALLURGY

ABSTRACT

Effect of acidic and alkali solutions on coating amount in electroless nickel (EN) coating of iron based parts produced by powder metallurgy (P/M) was investigated. For this aim, 40 specimens were pressed under different pressures. These specimens were sintered at 1100 °C in flowing Ar atmosphere for 45 min and the porosity ratios of specimens were determined. 20 of specimens were acidic EN both coated and the other 20 specimens were alkali EN coated for 30 min after coating processes, coating amount was determined with microscopic investigation and weighting specimens. It has been found that the acidic coating amount was more than that of alkali coating and the amount of coating increased with the porosity ratio.

Key Words: Powder metallurgy, Electroless coating, Nickel coating

1. GİRİŞ

Toz metalurjisi (T/M); çeşitli üretim süreçlerini kullanarak farklı boyut, şekil ve paketleme özelliğine sahip metal ve alaşım tozlarını dayanımlı, hassas ve yüksek performanslı parçalara dönüştüren modern bir üretim yöntemidir [1]. Üretilen parça türü göz önünde bulundurulduğunda üretilen parçaların büyük çoğunluğunu demir esaslı parçalar teşkil etmektedir ve büyük çoğunluğu otomotiv endüstrisi tarafından kullanılmaktadır [2]. T/M parçalarda korozyon problemini çözmede uygulanan yöntemlerden biri AN kaplamadır [3]. Akımsız nikel (AN) kaplama; nikel iyonlarının otokatalitik veya kimyasal indirgeme yöntemi ile elde edilerek malzeme üzerine kaplama tekniğidir. AN kaplama yöntemi mükemmel korozyon ve aşınma direncinin yanı sıra parçanın şekline bağlı olmaksızın her yerde eşit kaplama kalınlığı sağlayan mühendislik kaplama yöntemidir [4, 5]. Bu özellikleri nedeniyle AN kaplamalar petrol, kimya, plastik, optik, madencilik, uçak ve uzay, nükleer, otomotiv, elektronik, tekstil, mutfak ve yiyecek endüstrisi gibi birçok sanayi kolunda

uygulanmaktadır [6]. AN kaplama yönteminde ise kaplama reaksiyonu parçanın çözeltiyle temas ettiği yüzeyde gerçekleşmekte ve üniform kaplama kalınlığı sağlamaktadır. Ayrıca elde edilen kaplama Ni-P bileşiminde olup amorf bir dokuya sahiptir. Kaplama dokusu kristal veya toz dokusunda olmadığından zamanla kristal yapıdaki boşlukların meydana getireceği galvanik hücrelerin oluşmasına imkan vermez. Amorf dokusundan ve pasifliğinden dolayı saf nikel ve krom alaşımları ile karşılaştırıldığında süper korozyon direncine sahiptir [7]. AN kaplamanın özellikle elektrolitik kaplama yöntemine göre önemli dezavantajlarından biri kaplama hızının düşük olmasıdır. AN kaplamanın bu dezavantajını ortadan kaldırmak amacıyla farklı bileşimlere ve çalışma parametrelerine sahip çözeltiler hazırlanmaktadır. Çözelti bileşimi ve çalışma parametreleri doğrudan kaplama özelliklerini etkilemektedir. AN kaplama çözeltilerinde kaplama hızına çözeltinin bileşimi başta olmak üzere, pH değeri, banyo sıcaklık, çözeltinin tazeliği gibi çeşitli faktörler etki etmektedir [5]. Özellikle asidik çözeltilerde kaplama hızına etki eden faktörler, çözeltinin pH değeri ve sıcaklığıdır. Çözeltinin pH değerinin ve sıcaklığının artması kaplama hızını arttırmakta fakat çözelti içerisinde reaksiyon ürünlerini hızla arttırması sonucu, kaplama kalitesini ve çözelti bileşimini olumsuz yönde etkilemektedir [4]. Yapılan çalışmada asidik ve bazik AN çözeltilerinin kaplama miktarları karşılaştırıldı ve toz metal parçaların gözenekli yapısının kaplama miktarına etkisi incelendi. Bu amaçla farklı yoğunluklarda hazırlanan toz metal numunelerin yarısı asidik diğer yarısı bazik AN kaplama çözeltileriyle kaplanarak bu metotlara göre kaplama miktarları kıyaslanarak karşılaştırıldı. Bu amaç için hem ağırlık ölçümleri hem de TS 1542 [8] deki metot kullanılarak metalografik inceleme yapıldı.

2. DENEYSEL ÇALIŞMA

2.1 Numunelerin Hazırlanması

Hazır olarak temin edilen atomize demir tozlarına (Höganas ASC 100.29), ağırlıkça % 0.5 oranında grafit ilave edilerek silindirik tahrikli karıştırıcıda 175 dev/dak hızla döndürülerek 30 dakika karıştırıldı. Toz karışımı 4x11x66 mm boyutlarında farklı gözeneklilik oranları elde etmek amacıyla beş farklı basınçta ve her kademesi sekiz numuneden oluşan toplam 40 numune tek eksenli olarak preslendi. Preslenen kompaktların boyutları 0,01 mm ve ağırlıkları 0,0001 g hassasiyetle belirlenerek ham yoğunlukları tespit edildi. Ham kompaktlar akan argon atmosferinde 5 °C/dak hızla 1100 °C'ye kadar ısıtılarak bu sıcaklıkta 45 dak sinterleme işlemine tabii tutuldu, daha sonra aynı soğuma hızı ve atmosfer altında oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Kompaktların boyut ve ağırlıkları tespit edilerek sinterleme sonrası yoğunlukları belirlendi.

Hazırlanan numuneler kaplama işleminden önce sinterleme sonrası yüzeyde mevcut kalıntıların giderilmesi ve daha iyi yüzey kalitesi elde etmek amacıyla mekanik temizleme işlemine tabii tutuldu. Bu işlemde telli polisaj makinesi (RPM 3600) kullanıldı. Telli polisaj işleminden sonra 220 numara granül emdirilmiş keçe kullanılarak yüzeyler parlatıldı. Son işlem olarak yüzeylerde kalabilecek el yağlarını gidermek amacıyla numuneler benzinle yıkandıktan sonra saf su ile yıkanıp kurutuldu.

2.2 Numunelerin Asidik ve Bazik AN Kaplanması

AN kaplama işlemi için asidik ve bazik olmak üzere iki kaplama çözeltisi hazırlandı. Seçilen AN kaplama çözeltilerinin bileşim ve çalışma parametreleri Tablo 1 ve Tablo 2'de verilmiştir. Çözeltilerin hazırlanmasında saf su kullanılmıştır.

Tablo 1. Asidik AN Kaplama Çözeltisinin Bileşimi Ve Çalışma Parametreleri.

Nikel klorür	23,8 g/l
Sodyum hipofosfit	29,7 g/l
Asetik asit	34,4 g/l
Sodyum Hidroksit	pH için
pH	5
Sıcaklık	80 °C

Tablo 2. Bazik AN Kaplama Çözeltisinin Bileşimi Ve Çalışma Parametreleri.

Nikel klorür	45 g/l
Sodyum hipofosfit	11 g/l
Amonyum klorür	50 g/l
Sodyum sitrat	100 g/l
Amonyum hidroksit	pH için
pH	8,5
Sıcaklık	90 °C

Beş farklı gözeneklilik oranlarında hazırlanan numunelerin 20 adedi Tablo 1’de bileşimi verilen asidik AN kaplama banyosunda diğer 20 adedi ise Tablo 2’de bileşimi verilen bazik AN kaplama banyosunda 30 dakika kaplama işlemine tabii tutuldu. Kaplama işlemi süresince her 5 dakikada bir pH kontrolü yapılarak gerektiğinde, banyo sıcaklığını etkilemeyecek şekilde az miktarlarda bazik banyo için amonyum hidroksit (NH_3OH^-), asidik banyo içinse saf suda çözünmüş %10’luk sodyum hidroksit (NaOH^-) ilavesi yapıldı. Kimyasaldan bağımsız olarak kurulan ısıtma düzeneğiyle kaplama işlemi süresince banyo sıcaklığı ± 2 °C sıcaklık aralığında sabit tutuldu. Kaplama reaksiyonu sırasında numune yüzeylerine yapışan hidrojen gaz kabarcıklarının yüzeyden uzaklaştırılması, çözelti bileşiminin ve banyo içerisindeki ısı dağılımının homojen olarak sağlanması amacıyla çözelti içerisinde sirkülasyon sağlandı. Bu amaçla havalı bir karıştırma tertibatı kullanıldı. Kaplama işlemi sonrası 0,0001 g hassasiyetinde ağırlık ölçümü yapıldı. Kaplama işlemi öncesi ve sonrası elde edilen ağırlık değerleri karşılaştırılarak kaplanan malzeme miktarı tespit edildi.

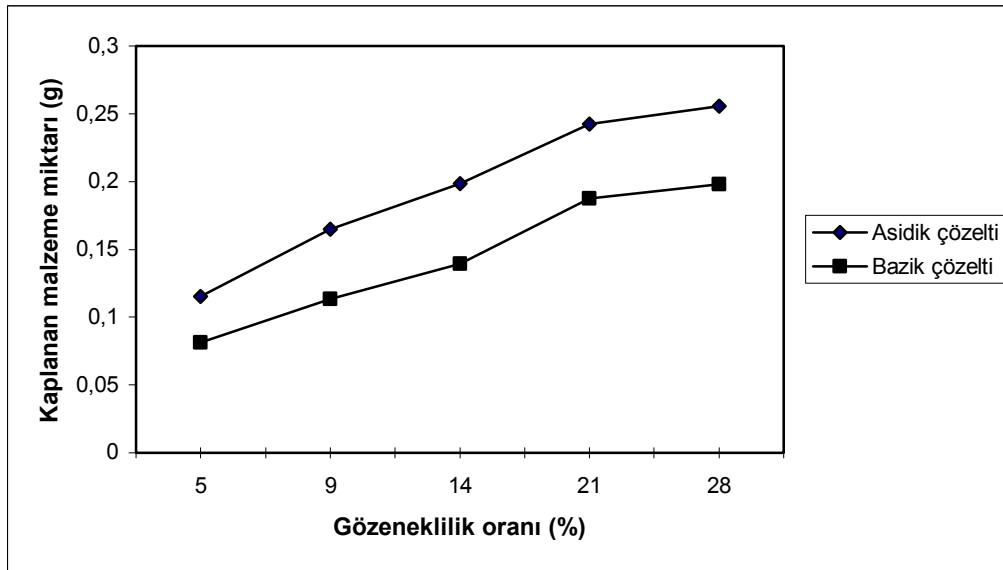
3. DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA

3.1 Kaplanan Malzeme Miktarı

Tablo 3 ve Şekil 1’de asidik ve bazik banyolarda AN kaplanmış numunelerin gözeneklilik oranına bağlı kaplanan malzeme miktarları verilmiştir. Hem asidik hem de bazik AN kaplanan numunelerde gözeneklilik oranının artmasıyla birlikte kaplanan malzeme miktarı da artmıştır. Gözeneklilik oranının kaplanan malzeme miktarında az da olsa bir artışa yol açmasının, yüzeye açık gözeneklerin kaplanan yüzey alanını artırmasından ve kaplamaların bu gözeneklere dolarak kaplamayı ağırlık olarak artırmasından kaynaklandığı sanılmaktadır. Ayrıca aynı süre kaplama işlemi uygulanmasına karşın kaplanan malzeme miktarları karşılaştırıldığında asidik çözeltiyle elde edilen miktarın bazik çözeltiye oranla daha fazla olduğu görülmektedir (Tablo 3 ve Şekil 1). Kaplanan parçaların boyutları aynı olmasına karşın asidik çözeltiyle elde edilen kaplama miktarının fazla olması asidik çözeltinin indirgeme reaksiyonunun bazik çözeltiye oranla daha fazla olduğunu göstermektedir. Ayrıca kaplama miktarına etki eden faktörlerden biri olan çözelti sıcaklığı göz önünde bulundurulduğunda asidik kaplama çözeltisinin sıcaklığının bazik çözeltiye oranla düşük olmasına rağmen kaplama miktarı daha fazladır.

Tablo 3. Asidik Ve Bazik Çözeltilerde AN Kaplanmış Yapışkanlık Deney Numunelerinin Gözeneklilik Oranına Bağlı Kaplanan Malzeme Miktarları.

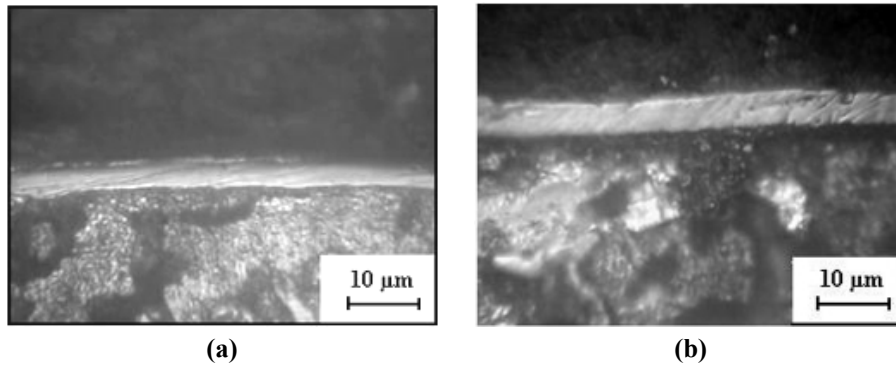
Gözeneklilik oranı (%)	Asidik çözeltiyle elde edilen kaplanan malzeme miktarı (g)*	Bazik çözeltiyle elde edilen kaplanan malzeme miktarı (g)*
5	0,1152	0,0813
9	0,1651	0,1133
14	0,1983	0,1393
21	0,2423	0,1876
28	0,2554	0,1978
* Dört numunenin ortalama değerini ifade etmektedir		



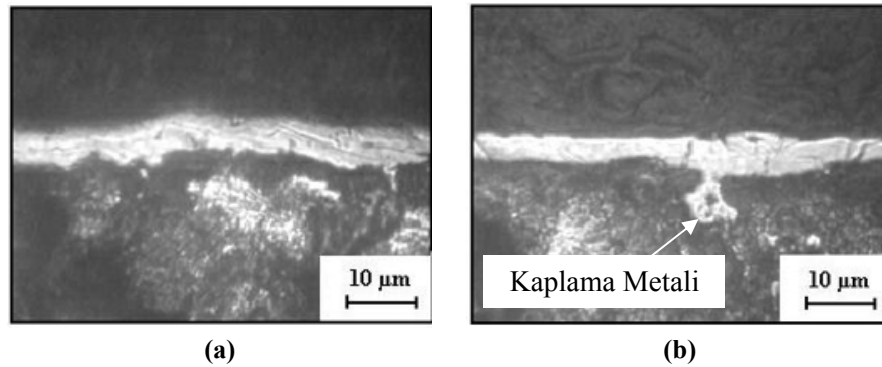
Şekil 1. Asidik Ve Bazik Çözeltilerde AN Kaplanmış Yapışkanlık Deney Numunelerinin Gözeneklilik Oranına Bağlı Kaplanan Malzeme Miktarları.

3.2 Kaplama Kesitlerinin Mikroskobik İncelenmesi

Mikroskobik çalışma sonucunda numune gözeneklilik oranlarının farklı olmasına karşın bazik çözeltiyle elde edilen kaplama kalınlıklarının hemen hemen aynı olduğu ve yaklaşık 6 μm kaplama kalınlığının elde edildiği tespit edildi. Ayrıca gözeneklerin iyi temizlendiği numunelerde kaplama metalinin bu gözeneklere nüfuz ederek doldurduğu görülmektedir (Şekil 3-b).

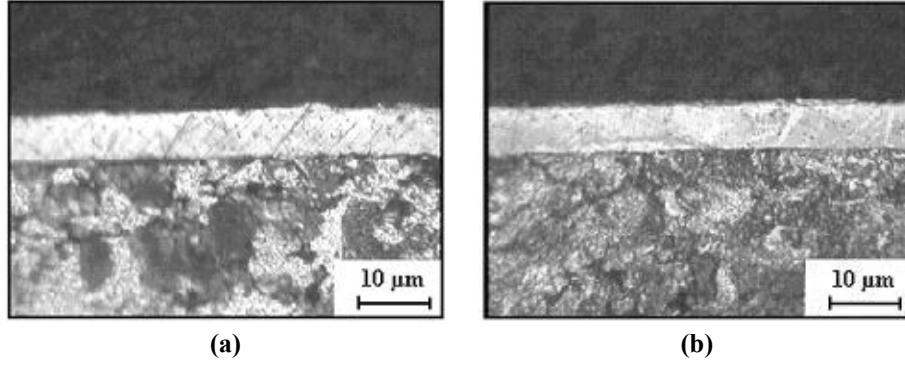


Şekil 2. Bazik AN Kaplanmış (A) %5, (B) %9 Gözenekli Numunelerin Mikroskobik Görüntüleri.

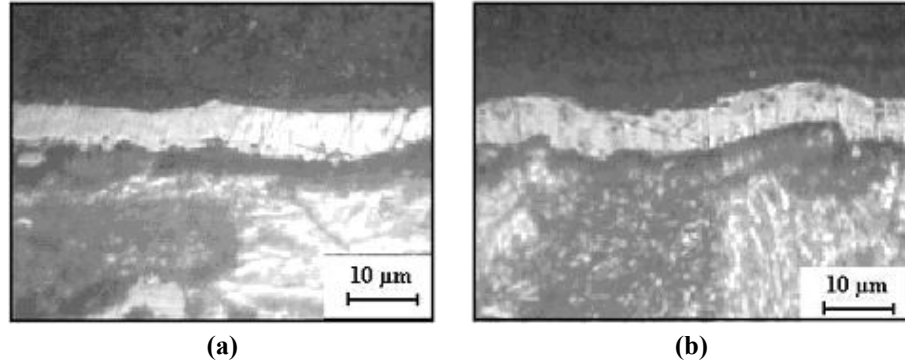


Şekil 3. Bazik AN Kaplanmış (A) %21, (B) %28 Gözenekli Numunelerin Mikroskobik Görüntüleri.

Asidik AN kaplanmış farklı gözeneklilik oranlarına sahip numunelere ait kaplama kesit görüntüleri Şekil 4–5’te verilmiştir. Farklı gözeneklilik oranına sahip numunelerin kaplama kalınlıklarının hemen hemen aynı olduğu ve yaklaşık 8 μm kaplama kalınlığının elde edildiği tespit edildi. Ayrıca gözeneklilik oranının artmasına bağlı olarak kaplama metalinin yüzeye açık gözeneklere nüfuz ederek doldurduğu görülmektedir (Şekil 5).



Şekil 4. Asidik AN Kaplanmış (A) %5, (B) %9 Gözenekli Numunelerin Mikroskopik Görüntüleri.



Şekil 5. Asidik AN Kaplanmış (A) %21, (B) %28 Gözenekli Numunelerin Mikroskopik Görüntüleri.

Yapılan çalışmada T/M yöntemi ile elde edilen farklı yoğunluktaki demir esaslı numunelerin, asidik ve bazik AN çözeltileriyle başarıyla kaplanabildiği görüldü. Asidik ve bazik çözeltilerin kaplama miktarları karşılaştırıldığında yapılan hassas ağırlık ölçümleri ve mikroskopik çalışma neticesinde asidik çözeltiyle elde edilen kaplama miktarının daha fazla olduğu tespit edildi. Bu sonuç asidik AN kaplama çözeltisinin kaplama hızının daha fazla olduğunu göstermektedir. Hem asidik hem de bazik çözeltiyle elde edilen kaplamada, gözeneklilik oranının artmasına bağlı olarak kaplanan malzeme miktarında bir artış olduğu görüldü (Tablo 3, Şekil 1). Gözeneklilik oranının kaplanan malzeme miktarında az da olsa bir artışa yol açmasının, yüzeye açık gözeneklerin kaplanan yüzey alanını artırmasından ve kaplamaların bu gözeneklere dolarak kaplamayı ağırlık olarak artırmasından kaynaklandığı sanılmaktadır. Bazik AN çözeltisiyle kaplanmış %5 ve %9 gözenekli numunelere ait Şekil 2 ile %21 ve %28 gözenekli numunelere ait Şekil 3’te verilen mikroskopik görüntüler karşılaştırıldığında bu durum daha iyi anlaşılabacaktır. AN kaplamaları diğer kaplama yöntemlerinden ayıran en önemli özellik, kaplama çözeltisinin malzemenin her noktasına nüfuz edebilmesi ve böylece iyice temizlenmiş en küçük gözenekleri dahi kaplama metali ile doldurabilmesidir. Özellikle Şekil 3-b’de iyi temizlenmiş yüzeye açık gözeneklerin kaplama metali ile dolduğu görülmektedir. Kaplama kalınlıklarının hemen hemen aynı olmasına karşın kaplama miktarındaki artış bu düşüncüyü doğrulamaktadır.

4. SONUÇ

Her iki metot karşılaştırıldığında asidik AN kaplama metodunda nispeten daha fazla kaplama elde edilmektedir. Asidik ortamlarda nikel tuzları daha hızlı çözünmekte ve buna bağlı olarak kaplama miktarı da artmaktadır. Ayrıca gözenekler her iki metoda da kaplama miktarının artmasına yol açmaktadır. Bu metotların kaplama kalitesine etkisi ise başka bir makalemizin konusu olacaktır.

KAYNAKLAR

1. Matik, U. “Toz Metalurjisi ile Üretilmiş Demir Esaslı Parçaların Akımsız Nikel Kaplanabilirliği ve Yorulma Dayanımına Etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, **Zonguldak Karaelmas Üniversitesi**, Fen Bilimleri Enstitüsü, Zonguldak, 2003.
2. EPMA, European Powder Metallurgy Association, **www.epma.com**, 2004.
3. Singh D. and Dube R. K. “Electroless Nickel Coating of Sintered Iron Compacts”, **Powder Metallurgy**, Vol. 38, 52-54, 1995
4. Fields W. D., Duncan, R. N., Zickgraf, J. R. “Electroless Nickel Plating”, **Plating and Electropolishing**, 219-243, 1984.
5. Riedel, W., Electroless Nickel Plating, ASM International, Metals Park Ohio, USA/**Finishing Publications Ltd.**, Stevenage, Hertfordshire, England, 1991.
6. Parker, K. “Recent Advances in Electroless Nickel Deposits”, **8th Interfinish Conference**, Basel, 1972.
7. Erbil, T., “İki Yeni Mühendislik Yüzey İşlemi: Electroless Nickel ve Hard Anodizing”, **Metalurji Dergisi**, Sayı 86, s. 42-46, 1993.
8. TS 1542 “Metalik ve Oksit Kaplamalar, Kaplama Kalınlığının Ölçümü- Mikroskopik Metot”, **TSE**, 2000.