

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BAKIR KAPLAMA BANYOLARININ İYİLEŞTİRİLMESİ

Kimyager Türkan BÖRKLÜ

YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

F.B.E Kimya Anabilim Dalı'nda Analitik Kimya Programında
Hazırlanan

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Göksel AKÇİN

Prof. Dr. Göksel AKÇİN

İSTANBUL, 2002

Prof. Dr. İzzet BOR
MIR

128670
Doc. Dr. Filiz İNER
GİNER

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
SİMGE LİSTESİ.....	iv
KISALTIMA LİSTESİ.....	v
ŞEKİL LİSTESİ.....	vi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	vii
ÖNSÖZ.....	viii
ÖZET.....	ix
ABSTRACT.....	x
1. GİRİŞ.....	1
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	2
3. GENEL BÖLÜM.....	3
3.1 Kaplama.....	3
3.1.1 Kaplamada Uygulanan Aşamalar.....	4
3.1.1.1 Yüzey Temizleme.....	5
3.1.1.1.1 Mekanik Temizleme.....	5
3.1.1.1.2 Elektrolitik Polisaj.....	5
3.1.1.2 Yağ Alma.....	5
3.1.1.2.1 Organik Çözücülerle.....	5
3.1.1.2.2 Alkali Çözücülerle.....	6
3.1.1.2.3 Elektrolitik olarak.....	6
3.1.1.3 Oksit Tabakasının Temizlenmesi.....	6
3.1.2 Kaplama İşlemi.....	6
3.1.2.1 Kaplamaya Etki Eden Faktörler.....	7
3.1.2.1.1 Elektrolit.....	7
3.1.2.1.2 Katot.....	8
3.1.2.1.3 Anot.....	9
3.1.2.1.4 Konsantrasyon ve Karıştırma.....	9
3.1.2.1.5 Filtrasyon.....	10
3.1.2.1.6 Akım Yoğunluğu.....	11
3.1.2.1.7 Sıcaklık.....	11
3.1.2.1.8 pH.....	11
3.1.2.1.9 Kaplama Tankı.....	12
3.1.3 Kaplama Çeşitleri.....	12
3.1.3.1 Pirinç Kaplama.....	12
3.1.3.2 Kadmiyum Kaplama.....	13
3.1.3.3 Altın Kaplama.....	13
3.1.3.4 Gümüş Kaplama.....	13

3.1.3.5	Çinko Kaplama.....	13
3.1.3.6	Krom Kaplama.....	13
3.1.3.7	Nikel Kaplama.....	14
3.1.3.8	Bakır Kaplama.....	14
3.2	Akışa Enjeksiyon Analizi.....	14
3.2.1	Cihaz.....	15
3.2.1.1	Sıvı Ulaştırma Bölümü.....	16
3.2.1.2	Enjeksiyon ve Çok Fonksiyonlu Vana.....	17
3.2.1.3	Taşıma ve Karıştırma Sistemleri.....	17
3.2.1.3.1	Taşıyıcı Kolon.....	17
3.2.1.3.2	Karıştırıcı Reaktör.....	18
3.2.1.4	Detektör.....	18
4.	DENEYSEL BÖLÜM.....	19
4.1	Kullanılan Aletler ve Kimyasallar.....	19
4.1.1	Kullanılan Aletler.....	19
4.1.2	Kullanılan Kimyasallar.....	19
4.2	Banyo Çözeltilerinin Hazırlanması.....	19
4.3	Sistemin Hazırlanması.....	20
4.4	Sistemin Çalışma Şartları.....	21
4.5	Manuel Çalışmalar.....	26
4.6	Sonuçların İstatistiksel İncelemesi.....	32
4.7	Kesiksiz Çalışmalar.....	33
5.	SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	34
	KAYNAKLAR.....	35
	ÖZGEÇMİŞ.....	37

SİMGE LİSTESİ

<i>d</i>	Akım yoğunluğu
<i>i</i>	Akım
<i>S</i>	Yüzey
<i>nm</i>	Nanometre



KISALTMA LİSTESİ

FIA	Flow Injection Analysis
FA	Flow Analysis
SEM	Scanning Electron Microscopy
TEM	Transmission Electron Microscopy
EPA	Environmental Protection Agency
vd.	Ve diğçerleri
PTFE	Poli Tetra Fluoro Etilen
UV	Ultra Viole



ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 3.1 Bir yüzey hazırlama yönteminin uygulama şekli	4
Şekil 3.2 Sürekli filtrasyon için bir düzenleme	10
Şekil 3.3 Bir akış enjeksiyon sistemi	15
Şekil 3.4 Bir kanallı peristaltik pompanın diyagramı	17
Şekil 3.5 Bir düğüm reaktörünün görünümü	18
Şekil 4.1 Geliştirilen sistemin akım şeması	20
Şekil 4.2 Laboratuvarında çalışılan sistem	20
Şekil 4.3 Maksimum dalga boyunun belirlenmesi	23
Şekil 4.4 9.93g/L Cu, 12cm elektrot mesafesi ile yapılan çalışmaların grafikleri	24
Şekil 4.5 9.93g/L Cu, 4cm elektrot mesafesi ile yapılan çalışmaların grafikleri	24
Şekil 4.6 4.96g/L Cu, 12cm elektrot mesafesi ile yapılan çalışmaların grafikleri	25
Şekil 4.7 4.96g/L Cu, 4cm elektrot mesafesi ile yapılan çalışmaların grafikleri	25
Şekil 4.8 9.93g/L Cu, 12cm elektrot mesafesi, 200g/L stok çözelti, 0.7A ve 1.3A çalışmalar ..	28
Şekil 4.9 9.93g/L Cu, 12cm elektrot mesafesi, 200g/L stok çözelti, 2.6A ve 3.3A çalışmalar ..	28
Şekil 4.10 9.93/L Cu, 4cm elektrot mesafesi, 200g/L stok çözelti, 0.7A ve 1.3A çalışmalar	29
Şekil 4.11 9.93g/L Cu, 4cm elektrot mesafesi, 200g/L stok çözelti, 2.6A ve 3.3A çalışmalar ...	29
Şekil 4.12 4.96g/L Cu, 12cm elektrot mesafesi, 150g/L stok çözelti, 0.8A ve 1.6A çalışmalar ..	30
Şekil 4.13 4.96g/L Cu, 12cm elektrot mesafesi, 150g/L stok çözelti, 2.4A ve 3.2A çalışmalar ..	30
Şekil 4.14 4.96g/L Cu, 4cm elektrot mesafesi, 150g/L stok çözelti, 0.8A ve 1.6A çalışmalar ...	31
Şekil 4.15 4.96g/L Cu, 4cm elektrot mesafesi, 150g/L stok çözelti, 2.4A ve 3.2A çalışmalar ...	31
Şekil 4.16 İdeal şartlarda kesiksiz olarak yapılan çalışmanın grafiği	33

ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 3.1 Kaplama banyolarında kullanılan malzemeler ve kullanıldığı yerler.....	7
Çizelge 3.2 Otomatik sıvı analizlerinin sınıflandırılması.....	15
Çizelge 4.1 Referans alınan asidik bakır kaplama banyosunun reçetesi.....	19
Çizelge 4.2 Sistemde çalışılan farklı parametreler.....	22
Çizelge 4.3 Kullanılan stok çözeltiler ve ilave edilmesi gereken miktarlar.....	27
Çizelge 4.4 Bulunan deneysel t değerleri.....	32



ÖNSÖZ

Bu çalışmanın oluşturulmasında bilgileri ve yol göstericiliği ile bana her zaman destek olan ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen Sayın Hocam Prof. Dr. Göksel Akçin'e; engin bilgilerini bizimle her zaman cömertçe paylaşan Sayın Prof. Dr. Hüseyin Afşar'a ve desteğini her zaman hissettiğim Sayın Yrd. Doç. Dr. İktal Koyuncu'ya teşekkürü borç bilirim. Ayrıca hayatımın bu aşamasında da önceden olduğu gibi yardım ve desteklerini benden esirgemeyen değerli aileme ve Kimyager Hakan Budak'a saygılarımı sunarım.



ÖZET

Metal kaplama kalitesi üzerine etki eden önemli faktörlerden biri olan, banyo çözeltisi konsantrasyonu akış analizi yöntemini içeren sistem kullanılarak kesiksiz şekilde sabit tutulmaya çalışılmıştır. Geliştirilen sistem asidik bakır kaplama banyoları üzerinde uygulanmış ve çalışmanın ideal koşulları incelenmiştir.

Bir metal kaplama işleminde, kaplamaya paralel olarak banyo çözeltisinin konsantrasyonunda azalma gözlenmektedir. Bu azalmayı engellemek amacıyla geliştirilen sistemde, banyo çözeltisi akış analizi yöntemi kullanılarak spektrofotometreye ulaştırılmaktadır. Dolayısıyla metal konsantrasyonu sürekli olarak kontrol altında tutulmaktadır. Metal konsantrasyonu azalmaya başladığı anda, spektrofotometreden gelen sinyale duyarlı olarak çalışan karşılaştırmalı devre kontrollü dozlama pompasından yeterli miktarda stok çözelti banyoya ilave edilmektedir. Asidik bakır kaplama banyolarına uygulanan sistemde ilave edilecek yaklaşık çözelti miktarını belirleyebilmek amacıyla; çözelti konsantrasyonu, elektrotlar arası mesafe, banyo sıcaklığı ve uygulanan akım yoğunluğu parametreleri değiştirilerek çalışmalar yapılmıştır. Elde edilen verilerle konsantrasyon ve zaman arasında azalma eğrileri oluşturulmuştur. Stok çözeltiden ilave edilmesi gereken yaklaşık miktarlardaki çözelti hacmi, stok çözeltiden manual olarak ilave edilerek aynı çalışmalar tekrarlanmıştır. Bu verilerin ışığında ideal çalışma koşulları tespit edilmiştir. Bu şartlarda karşılaştırmalı devre kontrollü dozlama pompasıyla kesiksiz çalışma uygulanarak kaplama yapılmıştır. Sürekli çalışan sistem sayesinde kaplama banyosu çözeltinin konsantrasyonunun istenen değerlerin dışına çıkmaması sağlanmıştır.

Anahtar kelimeler : Akış analizi, sürekli, bakır, kaplama

ABSTRACT

Plating bath solution concentration is one of the important factors in terms of the effect on plating quality. This concentration is tried to remain steady by using a process which includes the flow analysis.

In the metal plating process, the concentration of bath solution decreases with the process of plating. To prevent this decreasing a system is developed in which bath solution is reached to the spectrophotometer by the flow analysis technique. Thus the metal concentration is always remained under control. When the metal concentration begin to reduce the dose pump adds sufficient amount of stock solution to the bath. The dose pump is under control of a comparing circuit which senses the signal of spectrophotometer. Solution concentration, the distance between the electrodes, bath temperature and the current density parameters are changed to determine the quality of solution which then will be added to the acidic Copper plating bath. The reducing curves between concentration and time are graphed with the obtained data. The approximate amount of added solution volume is manually given to the bath and the some procedures are repeated. Thus the optimum study conditions are defined. Then the plating is made as an online study with the comparing circuit.

As a result, the concentration of plating bath solution is remained in the limit of desired value due to the online working system.

Keywords : Flow analysis, online, copper, plating

1. GİRİŞ

Kaplama işlemi, metali korozyona karşı korumak, dekoratif bir görüntü sağlamak ve metalin aşınmaya ve eskimeye karşı dayanıklılığını arttırmak amacıyla yapılır. Kaplamanın türü, yüzeye kazandırılmak istenen özelliğe göre değişir (Develi, 1944). Kullanılan kaplama yöntemi olarak ise elektrolitik kaplama günümüzde sıklıkla kullanılmaktadır.

Elektrolitik kaplama işleminde, kaplamanın kalitesine etki eden önemli unsurlardan biri çözeltideki metal iyonu konsantrasyonudur. Kaplama işlemi sırasında bu miktar sürekli olarak azalmaktadır. Bu olumsuz etkiyi ortadan kaldırmak amacıyla, geniş bir kullanım alanı bulunan akış'a enjeksiyon analizi (FIA) yada (FA) Flow Analiz yöntemini içeren bir sistem geliştirilmiştir (Skoog vd., 1998). Bu sistem sayesinde çözeltideki metal konsantrasyonu sürekli olarak kontrol altında tutulmaktadır. Dolayısıyla çözeltideki metal iyonu konsantrasyonu azalmaya başladığı ilk anda tespit edilerek yeterli miktarda çözelti, stok çözeltiden ilave edilebilmektedir. Böylelikle banyo çözeltisindeki metal konsantrasyonu istenilen düzeyde sabit tutulabilmektedir.

Sunulan çalışmada, bu amaçlar doğrultusunda oluşturulan sistem, asidik bakır kaplama banyosu üzerinde uygulanmış ve çalışmanın ideal koşulları belirlenmeye çalışılmıştır.

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Bu bölümde, kaplama banyoları üzerinde akış enjeksiyon analizi yöntemini (FIA) kullanarak oluşturulan bazı çalışmalara değinilmektedir.

Klor, kaplama endüstrisinde banyo çözeltisinin iletkenliğini arttırmak amacıyla kullanılan bir bileşendir. Klorun kaynağı farklı bileşikler olabilir. Kullanılan banyo çözeltisine göre $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NaCl yada NH_4Cl olabilir (Lowenheim, 1978; Araujo vd., 1994). Banyolarda bulunan yüksek konsantrasyonlu klorun, potansiyometrik titrasyon yöntemiyle tayini, bir ön seyreltme işlemini gerektirmektedir (AOAC, 1984). Bu işlem ise özellikle vakit kaybına ve analiz sırasında Ag/AgCl elektrot kullanıldığı için maliyetin artmasına neden olmaktadır. FIA kullanılarak klor anyonunun, farklı banyolarda ve farklı bileşenlerde miktarı belirlenmiştir. Elde edilen bulgular ışığında, sunulan yöntemin kaplama banyolarında başarıyla uygulandığı sonucuna ulaşılmıştır.

Literatür bilgilerinde akış enjeksiyon sistemi (FIA) kullanılarak yüksek konsantrasyona sahip, az miktardaki örnek otomatik olarak seyreltilmektedir. Ve bu sayede zamandan kazanç sağlanmaktadır. Ayrıca yapılan pek çok çalışmada, klor miktarının belirlenebilmesinde otomatik seyreltmenin gerekliliği gösterilmektedir (Van Staden ve Basson, 1980; Ruzicka ve Hansen, 1986; Van Staden, 1987,1991; Lima vd., 1991; Araujo ve Lima, 1992).

Yine FIA'nın Cu(II) seçici membran kullanılarak, potansiyometrik tayinine dayanan bir yöntem de geliştirilmiştir (Olenic vd., 1997). Bu yöntem bakır kaplama banyolarında, Cu(II) konsantrasyonunun belirlenmesinde kullanılmıştır (Vlasov vd., 1982; Van Staden ve Wagenor, 1987). Banyo analizlerine ait verimlilik çalışmalarının sonuçları, yöntemin verilerinin oldukça iyi olduğunu göstermektedir.

TR TİCARET ODASI
DÜZELTİM VE
KONTROL BİRİMİ

3. GENEL BÖLÜM

3.1 Kaplama

Kaplama, yüzeye iyi bir görünüm kazandırmak ve yüzeyin aşınmaya karşı direncini arttırmak amacıyla uygulanan bir film tabakasıdır (Başakçılardan, 2001). Elektrolitik yolla yapılan metal kaplamacılığı, kaplanacak yüzeye tutunma ve dayanıklılık bakımından en çok tercih edilen yoldur (Berkem, 1993). İletken bir yüzey tabakası sağlamak koşuluyla, kaplanan yüzey metal yada metal olmayan bir madde olabilir.

Metal birikiminin kullanıldığı bir başka yöntem ise elektrolitik şekillendirmedir (Saraç, 1995). Bu yöntemde önce yapılması istenilen eşyanın iletken olmayan bir maddeden örneğin zift, mum veya alçıdan bir kalıbı hazırlanır. Bu kalıp önce bir grafit tabakasıyla veya ince bir metalik tozla yada, kimyasal olarak gümüş nitratin amonyaklı çözeltisi ve diğer yandan formaldehit gibi bir redüktörü eşya üzerine aynı zamanda püskürtmek suretiyle cisim üzerinde redüksiyon yapılarak bir gümüş tabakası elde edilir. Elektrolitik çöktürme sona erince kalıp eritilir yada eşya kırılır. Bu şekilde kaplamanın kalınlığı, genelde uygulanan kaplamadakinden çok daha fazladır (Berkem, 1995).

Bir kaplama birimi başlıca katot, anot, elektrolit ve uygun bir kaplama banyosundan oluşur. Bunun yanında bazı ek araçlara da gereksinim duyulur. Bunlar elektrolitin karıştırılması ve saflaştırılması veya herhangi bir otomatik kontrol için gerekli olan araçlardır. Elektriksel araçlar ise ana güç kaynağından gerekli düşük gerilim (doğru akım) sağlamak amacıyla bir azaltıcı dönüştürücü (transformatör) araçlardır. Bazı hallerde motor jeneratörler de kullanılmaktadır. Bu arada kaplama hücresine gerekli gücün istenen oranda verilmesini sağlayacak kontrol sistemine gereksinim vardır (Saraç, 1995).

Bir metal yüzeyinin elektrolitik olarak kaplanmasında, yüzeyi kaplanacak olan cisim uygun bir elektrolite batırılır ve bir elektrolitik pilde katot olarak kullanılır. Anot ise çöken metalden oluşabilir. Burada kullanılan akım daha öncede belirtildiği gibi doğru akım olup düşük voltajlıdır. Motor-jeneratör grubundan veya redresörden faydalanılabilir. Redresörlerin uygulama şekli 5-15 volt ve 1200-2500 amper verecek şekildedir.

Elektrolitik olarak elde edilen bir metal tabakasının biçim ve yapısı yalnız metalin türüne değil elektroliz şartlarına da bağlıdır. Bununla beraber işleme etki eden çeşitli etkenlerin değerlerini değiştirmek suretiyle aynı metalle çeşitli yapıda tabakalar elde edilebilir.

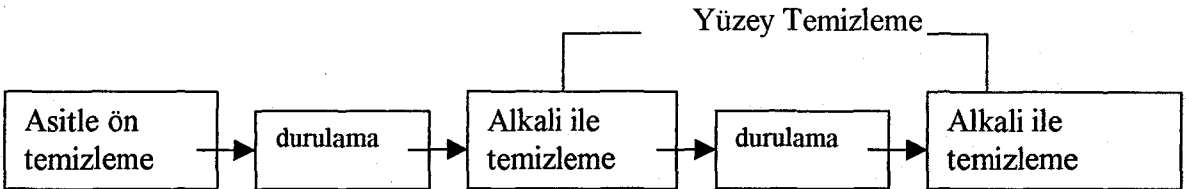
Günümüzde oluşturulan kaplamalar SEM (Scanning Electron Microscopy), TEM (Transmission Electron Microscopy) ve X-ışını difraksiyon analizi yöntemleriyle incelenebilmektedir (Rasmussen vd., 2001). Bu verilerin ışığında, kaplama sonucu oluşan metalin kristal yapıda olduğu belirlenmiştir. Kristal boyutu ve kristallerin birikim şekli, kaplamanın süreklilik, görünüş, sağlamlık ve diğer özelliklerini belirler. Sonuç olarak katotta bir metalin çökmesi bir kristalleşme olarak düşünülebilir. Kristallerin oluşma biçimi iki etkene bağlıdır; 1-Kristallerin oluşum hızı, 2-Kristallerin büyüme hızı. Eğer kristal zerrecilerinin büyüme hızı oluşum hızından çok daha büyük ise çöküntü büyük kristaller halinde; aksi halde küçük kristaller halindedir. Sonuçta, zerrecilerin oluşumunu kolaylaştıran şartlarda küçük kristallerin meydana geldiğini düşünebiliriz. Küçük kristalli yapı gayet düz ve yapışık bir tabaka sağlar. Süngerli yapılar, kristallerin arasına hidrojen gazının yerleşmiş olmasından ileri gelir, yapı az yapışıktır, bu nedenle hidrojen çıkışını önlemek gerekmektedir.

3.1.1 Kaplamada Uygulanan Aşamalar

Bir kaplama işlemi genel olarak sırasıyla şu aşamaları kapsar.

3.1.1.1 Yüzey Temizleme

Malzemeye uygulanan kaplamanın düzgün olması için yüzey temizleme ve ön kaplama gibi işlemlerin yapılması gerekir. İyi temizlenmemiş bir yüzeye yapılmış en etkin ve maliyetli kaplama bile yüzeye bağlanamaz. Dolayısıyla gerektiği gibi koruyucu bir tabaka oluşturamaz (Başakçılardan, 2001). Sonuçta zaman, malzeme ve enerji kaybına neden olur. Yüzey hazırlama teknikleri; asitle yıkama gibi basit bir işlemde, karmaşık çoklu sistemlere kadar çok çeşitlidir. En sık karşılaşılan ve uygulama alanı bulunan yüzey hazırlama tekniğinin aşamaları Şekil 3.1'de gösterilmektedir (EPA, 1995).



Şekil 3.1 Bir yüzey hazırlama yönteminin uygulaması

Daha geniş bir tanımlamada yüzey temizleme işlemlerini iki ana başlık halinde toplayabiliriz:

3.1.1.1.1 Mekanik Temizleme

Kaplama yapılacak olan malzemenin üstündeki pas, pislik ve pürüzlerin alınması işlemidir. Temizlenecek metal önce polisaj sisteminde temizlemeye tabi tutulur. Polisaj işlemi bugün çok geliştirilmiştir. Tek motorlardan tam otomatik sistemlere geçilmiştir. Polisaj sistemi iplik, plastik, keçe gibi maddelerden yapılmış, bir eksen etrafında hızla dönebilen parçalardan meydana gelmektedir. Polisaj işlemi esasında iki sert cismin birbirlerine sürtünmesidir. Sert cisim maddenin kendisi ise diğeri fiber veya plastik keçedir. Sürtünen kısımlar parlar ve pastan temizlenir (Yalçın ve Abak, 2001).

3.1.1.1.2 Elektrolitik Polisaj

Elektrolitik polisaj (terbiye), bir metalin elektrolitik olarak çözünmesiyle yüzeyinin düzeltilip parlatılması işlemidir. Bu yöntemde metal bir elektrolitik pilde anot olarak kullanılır. Metalin çözünmesi de o şekilde olur ki yüzeydeki pürüzler kalkar ve yüzey düz, parlak bir yapı alır. Bu işlem her metal için ayrı banyolarda yapılır. Kısaca şu şekilde özetleyebiliriz: Özel banyolarda bir metali anot olarak kullanarak metali anodik çözünmeye uğratmak ve yüzeyi düzeltip parlatılmasını sağlamak (Berkem, 1993).

3.1.1.2 Yağ Alma

Malzemenin üzerinde bulunması muhtemel yağ tabakasının kimyasal maddelerle uzaklaştırılması gerekir. Aksi halde çöküntü yapışık olmaz. Organik yağların varlığında bu, alkalilerle sabunlaştırılır, meydana gelen sabun çözülür. Mineral yağlar sabunlaşmazlar. Bunlar başka yöntemlerle temizlenir. Yağları temizlemede kullanılan üç yöntem vardır:

1-Organik çözücülerle, 2-Alkali çözücülerle, 3-Elektrolitik olarak yine alkali çözeltilerle

3.1.1.2.1 Organik Çözücülerle

Trikloroetilen yada perkloroetilen buhar fazında yağlardan temizlenir. Parça demir bir silindirik kaptaki elektrik düzeneği ile ısıtılan çözücü buharları içine asılır. Buharlar parça üzerinde yoğunlaşırken yağ çözünüp akar.

3.1.1.2.2 Alkali Çözücülerle

Yağlar sıcak alkalilerle sabunlaştırılıp yıkanarak çıkarılır. Kullanılabilecek maddeler alkali hidroksitler, alkali karbonatlar, alkali silikatlar ve trisodyumfosfattır. Bunlardan en çok sodyum hidroksit kullanılır. Demir gibi metallerde %10'luk NaOH çözeltisi, çinko, kurşun, kalay ve alaşımlarında %5'lik NaOH çözeltisi kullanılır. Alüminyum metalinin bu sudkostik çözeltisi ile hidrojen gazı vererek çözünmesi başka alkalilerin kullanılmasını gerektirmektedir.

3.1.1.2.3 Elektrolitik Olarak

Elektrolitik yağ çıkarmada çözeltinin bileşimi örneğin litrede 50 g sodyum karbonat, 10 g NaCN şeklindedir. Bu işlemin süresi demir parçalarda 4-5 dakikadır.

3.1.1.3 Oksit Tabakasının Temizlenmesi (Dekapaj)

Yağdan temizlenen metalik parçalar daima ince bir oksit tabakasıyla kaplıdır. Bu tabakanın kaldırılması gerekmektedir. Demir ve çeliğin dekapajı için genellikle hidroklorik asit ve sülfürik asit, döküm parçaları için hidroklorik asit kullanılır. Elektrolitik yolla dekapajda parça, bir sülfürik asit çözeltisinde katot olarak kullanılır. Dekapaj işleminin ardından, yağ alma aşamasından sonra yapıldığı gibi, bol ve devamlı akan su ile yıkama yapılır.

3.1.2 Kaplama İşlemi

Daha önce belirtilen işlemlere tabi tutulmuş olan parçalar hemen elektroliz banyosuna konulup akım geçirilir veya kimi özel hallerde akım altında asılı olarak tutulur. Aksi halde metal yüzeyinde yeniden oksit tabakası oluşmaya başlar. Kaplama işleminin aralıksız devam etmesi gerekmektedir. Birbirini izleyen kaplama banyolarında parçalar havada fazla bekletilmez. Akım kesilmesi durumunda kaplanmış yada yarı kaplı parçalar su (yıkama) banyolarında 5-10 dakika bekletilir. Parça, üzerindeki nemi almak için ince odun talaşı içine sokulup kurutulur veya kimi zaman etüve konur (Berkem, 1993).

Bir kaplama banyosunda kullanılan malzemeler hakkında Çizelge 3.1'de bilgi verilmektedir.

Çizelge 3.1 Kaplama banyolarında kullanılan malzemeler ve kullanıldığı yerler

Sıra Numarası	Madde	Kullanım Yerleri
1	çelik, düşük karbonlu	tanklar, filtreler, pompalar, boru ve bağlantılar
2	dökme demir	pompalar, filtreler, valfler, bağlantılar
3	paslanmaz çelik	tanklar, pompalar, filtreler
4	yüksek silikonlu dökme demir	pompa, boru, bağlantı
5	kurşun, %6 antimon alaşımı	kaplamalar, boru
6	bakır	ısıtma helezonu
7	nikel	ısıtma helezonu
8	karbon	ısıtıcılar
9	cam (ısıtma işlemi)	pompalar, hava atomizerleri
10	kimyasal taş	tanklar, kule yoğunlaştırıcısı
11	sert kauçuk	boru, bağlantı, pompalar
12	denenmiş plastikler	hortumlar, borular, bağlantılar, ısıtma helezonları
13	aside dayanıklı tuğla	iç kaplamalar
14	ağaç	tanklar

3.1.2.1 Kaplamaya Etki Eden Faktörler

Kaplama sonucu oluşan metalin kristal yapıda olduğunu daha önce açıklamıştık. Birikimin kristal yapısına etki eden faktörleri şöyle belirtebiliriz:

Elektrolitin kimyasal bileşimi, akım yoğunluğu, hücrenin fiziksel özellikleri; sıcaklık, karıştırma, elektrotun büyüklüğü, şekli ve birbirlerine uzaklığı (Saraç, 1995).

3.1.2.1.1 Elektrolit

Elektrolit, normal olarak kaplanacak metali iyonik halde içeren sulu bir çözeltilidir. Bazı maddeler yüksek değerinde 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 en göze çarpan metalidir. Alüminyum kaplama ergitilmiş tuz yada sulu olmayan elektrolit kullanılarak gerçekleştirilir (Saraç, 1995).

Elektrolitte metali iyonik halde bulundurmanın en basit yolu o metalin basit bir tuzunun çözeltisini kullanmaktır. Çözeltideki metal iyonu konsantrasyonunun, katotta konsantrasyon polarizasyonunu önlemek için, yüksek olması gereklidir. Aynı şekilde iyi bir iletkenlik ve ohmik düşmeyi azaltmak için çözeltinin iyon konsantrasyonu yüksek olmalıdır. Bu nedenle çözünürlüğü fazla olan metal tuzunun seçilmesi gereklidir. Nitrat, klorür ve sülfatlar, fluoroborat ve kimi organik asit tuzları en fazla kullanılanlardır. Kompleks tuzların elektrolizi ile elde edilen kaplamalar, basit tuzlarla elde edilenlerden daha üstün niteliktedir. Özellikle bakır, gümüş ve altın kaplamalar bu metallerin potasyum siyanür çift tuzlarından elde edilir. Kompleks tuz çözeltilerinden metalin ayrılması iki aşamada olur:



Siyanür banyolarında altın ve bakırın ayrılması da aynı mekanizma ile olur. Gümüş halinde, basit çözeltilerle iğneli ve az yapışık bir kaplama elde edilirken siyanürlü çözeltilerle gayet iyi yapışık, küçük kristalli bir kaplama elde edilir. Kompleks tuzların elektrolizinde basit tuzların elektrolizine göre katot polarizasyonu daha fazla olur. Yani daha yüksek bir gerilim uygulanır ve bu da taneciklerin oluşumunu kolaylaştırır (Berkem, 1993).

3.1.2.1.2 Katot

Kaplama banyolarında kaplanacak metal katot olarak bağlanır. Kaplamadan önce kaplanacak metale bir ön işlem uygulanması gerekir. Daha sonraki bölümlerde açıklanacak olan bu işlemler bir kaplama tesisinin tamamlayıcı parçalarıdır.

Kaplanacak metalin türünün de kaplamanın yapışıklığı bakımından önemi vardır. Kimi metaller öteki metallerle birleşme özelliğine sahiptir. Örneğin bakır böyledir. Bu nedenle bakır, kaplama endüstrisinde destek metal olarak kullanılır. Ni, Fe, Zn, Pb ve Sn gibi birçok metale güçlükle yapışır. Kabuklu şekilde toplanır ve kolayca kopar. Ama nikelin bakır üzerindeki yapışıklığı ötekilere göre daha fazladır (Saraç, 1995).

Kaplanacak parça metalik değilse bunun önce iletken hale getirilmesi gerekir. Bu amaçla uygulanan teknik, parça üzerine uygun bir yapıştırıcı ile metal yada grafit tozunun uygulanması, metalin kimyasal olarak ince bir film halinde çöktürülmesi, metal üzerine püskürtme veya vakumda metalle etme gibi çeşitli işlemleri içerir. Bu işlemler cam, odun ve seramik gibi çeşitli eşyalara uygulanabilir. Ama en geniş uygulama plastik üzerinedir.

3.1.2.1.3 Anot

Genel olarak uygulamada kaplanacak metalin çözünebilen 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.

Ayrıca anodun çözünme biçimi düzensizse anot yüzeyinde kırılmalara ve metal taneciklerinin ayrılmasına neden olur. Bu tanecikler anodun çözünmesi sırasında serbest hale geçen diğer çözünmeyen maddelerle birlikte filtrasyon prosesinde ayrılır. Filtrasyon yerine kullanılabilen diğer bir yöntemde ise gözenekli torba yada diyafram kullanılarak anodun, birimin diğer bölümlerinden ayrılması sağlanmaktadır. Bu amaçla sentetik iplikten dokunmuş dokuma bezi kullanılır ve bu elektrolitten daha az etkilenir (Berkem, 1993).

Bazı kaplama işlemleri için çözünmeyen türden anot kullanılır. Bunlar için tanecik oluşumu söz konusu değildir. Ancak metal iyonu derişiminin başka bir kaynak tarafından beslenerek sabit tutulması gerekir.

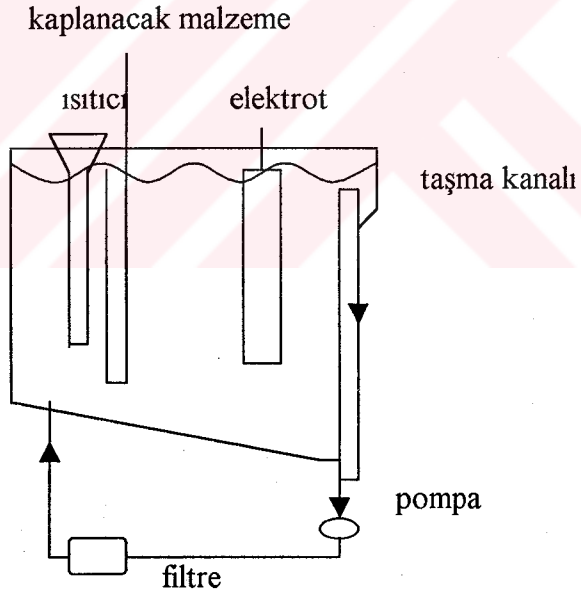
3.1.2.1.4 Konsantrasyon ve Karıştırma

Kaplamanın yapısı üzerine konsantrasyonun etkisi büyüktür. Katottaki yerel fakirleşmeyi karşılamak amacıyla banyonun karıştırılması yararlıdır. Öte yandan karıştırma kaplamanın gücünü azalttığı gibi çamur ve safsızlıkların banyoda asılı kalmasına da neden olabilir. Dolayısıyla kaplamanın kalitesinin bozar. Bu nedenle banyoyu süzmek yararlı ve gerekli bir işlemdir.

3.1.2.1.5 Filtrasyon

Genellikle kaplama banyolarında filtrasyon işlemine gerek vardır (Yalçın ve Abak, 2001). Elektrolitteki safsızlıklar istenmeyen özellikte birikimlerin oluşumuna neden olur. Kaplanacak metalin dışındaki iyonlar, yük bırakma potansiyeline bağlı olarak ya katotta birikebilirler yada çözültide kalırlar. Katotta birikmeseler bile, birikimin kalitesi üzerine etkili olurlar. Toz ve metal tanecikleri gibi çözünmeyen safsızlıklar da fiziksel olarak katoda etki ederler. Kaplamada çukur ve deliklerin oluşmasına neden olabilirler. Bu durum özellikle elektrolitin karıştırıldığı ve dolayısıyla, çözünmeyen maddelerin dipte çökmesine olanak verilmediği durumlar için söz konusudur.

Endüstriyel sistemlerin çoğunda çözünmeyen taneciklerin elektrolitten sürekli olarak filtre edilmesi gerekir. Bazı hallerde istenmeyen sonuçları önlemek amacıyla filtrasyonun yanısıra elektrolitin hazırlanması sırasında saflığın sağlanması yeterlidir. Fakat bazen elektrolitin sürekli sirküle edilmesi ve saflaştırılması gerekir (Saraç, 1995). Bu amaçla geliştirilmiş bir düzenek şekil 3.2'de görülmektedir.



Şekil 3.2 Sürekli filtrasyon için bir düzenleme

3.1.2.1.6 Akım Yoğunluğu

Burada elektrotların birim alanına isabet eden akım şiddeti yani akım yoğunluğu dikkate alınır. Birim alan dm^2 olarak düşünülür.

$$d = i / S \text{ (amper / } dm^2 \text{)} \quad (3.3)$$

Akım yoğunluğunun artışının kaplamanın yapısı bakımından iki karşı etkisi vardır. Akım yoğunluğu artınca kristallerin oluşum hızı artmış olur ve çöküntü ince yapılı olur. Akım yoğunluğu daha da artınca katot dolayında deşarj olan metal iyonları, çözelti içinden gelenlerle yeterince karşılanamadığından katot dolayında bir fakirleşme meydana gelir ve bunun sonucunda kaplama homojen olmaz ayrıca kötü kalitede olur. Siyah ve süngerli yapıdaki kaplamalara yanmış denir. Katotta hidrojen çıkışı, akım yoğunluğunun artmış olduğuna işaret eder. Kaplama sırasında akım yoğunluğu devreye yerleştirilen bir ampermetre ile kontrol edilebilir.

3.1.2.1.7 Sıcaklık

Kaplama banyosundaki sıcaklığın artırılması genellikle metal tuzunun çözünürlüğünü ve çözeltinin iletkenliğini artırır. Bu ise daha büyük kaplama hızı sağlayan yüksek akım yoğunluklarının kullanılabilmesi demektir.

Yüksek sıcaklık suyun buharlaşması ve duman problemlerini artırır. Kaplama banyolarındaki yüksek asit konsantrasyonu nedeniyle ve siyanür vb.'nin ortamda bulunması nedeniyle oluşan duman tehlikeli durumlar yaratır ve kesin önlemlerin alınması şarttır. Diğer değişkenlerde göz önüne alınarak, en uygun sıcaklık, kaplama hızı ve birikim kalitesi arasında en iyi ortak noktayı saptayacak ve genellikle deneysel olarak saptanacak olan sıcaklıktır. Uygulamada kaplama sıcaklıkları oda ısısından kaynama noktasına kadar değişken bir aralığı kapsar.

3.1.2.1.8 pH

pH kaplama banyolarında çok büyük önem taşır. Kaplama çözeltileri asidik, nötral ve alkali olmak üzere üçe ayrılır. Basit metal tuzlarının kullanımı halinde çözelti asidik olmalıdır. Aksi halde alkali çözeltilerde kaplama metali hidroksiti halinde çöker. Öte yandan siyanür banyoları bazik olmalıdır. Bunun nedeni kompleks iyonların çoğunun asidik çözeltide kararsız halde bulunmasıdır. Hidrojen yada hidroksil iyonlarının çözeltide bulunması iletkenliği artırır

ve bu amaçla bazen asidin aşırısı çözeltiye eklenir. Hidrojen iyonu konsantrasyonundaki bu artış, yük bırakma potansiyelinin değişmesine ve bu da katotta hidrojen çıkışına sebep olur.

pH aynı zamanda kompleks iyonun yapısını ve basit iyonun hidrasyon derecesini etkiler. Bunun sonucu olarak da birikimin özelliği etkilenir. Eğer katotta hidrojen yada oksijen yükünü bırakmışsa sistem pH'deki değişimleri karşılayacak şekilde düzenlenmelidir. Bazı kaplama banyolarında uygun pH değerini korumak için tampon çözeltiler kullanılabilir.

3.1.2.1.9 Kaplama Tankı

Aranan başlıca özellik kaplama banyosunun bulunduğu kabın elektrolit tarafından etkilenmeyen bir maddeden yapılmış olmasıdır. Çelik tanklar alkali elektrolitler için, kurşun kaplı çelik yada tahta tanklar asit elektrolitler için kullanılır.

Kaplama banyolarında aranan bir başka özellik banyonun, çalışması gereken sıcaklığa uygun olmasıdır. Hatta banyo kabının şekli ve büyüklüğü de önem taşımaktadır. Soğuk çalışılan küçük banyolar için camdan yapılmış kaplar kullanılır (Develi, 1944). Bu kaplamalar hem alkali hem de asidik banyolar için elverişlidir. Cam kırılabilir olması nedeniyle en çok 10–15 L'lik banyolar için kullanılabilir.

3.1.3 Kaplama Çeşitleri

Kullanılan amaca göre farklı kaplama çeşitleri kullanılmaktadır. En çok kullanılan kaplama çeşitleri pirinç kaplama, kadmiyum kaplama, çinko kaplama, krom kaplama, nikel kaplama ve bakır kaplamadır. Bunlar hakkında kısaca şu şekilde bilgi verebiliriz.

3.1.3.1 Pirinç Kaplama

Pirinç kaplama günümüzde oldukça sık kullanılan bir alaşımdır. Pirinç kaplamanın en önemli avantajı çelik ve plastik üzerine iyi bağlanabilme özelliğine sahip olmasıdır. Bunun yanı sıra pirinç kaplama pek çok dekoratif eşyada kullanılmaktadır. Tipik bir pirinç kaplama banyosu siyanür bazlıdır. Kaplama banyosunun içindeki en önemli maddeler sodyum siyanür, bakır siyanür ve çinko siyanürdür. Bunların yanında amonyak ve karbonatta kullanılır. Bazı durumlarda kaplama renginin sabit olması ve tampon görevi görmesi için sodyum karbonat eklenir. Kaplamanın rengini ve alaşımın bileşimini kontrol eden en önemli faktör ise siyanür/çinko oranıdır. Kaplama verimliliği banyodaki bakır içeriği ile kontrol edilir.

3.1.3.2 Kadmiyum Kaplama

Kadmiyumun toksik olması sebebiyle kullanımı sınırlanmıştır. Bu nedenle birçok kaplayıcı kadmiyum yerine çinko kaplamayı tercih etmektedir. Kadmiyumun korozyon direnci çok yüksektir. Banyo içeriğinde ise sodyum siyanür, kadmiyum, sodyum hidroksit ve sodyum karbonat vardır. İyi bir kaplama için sodyum siyanür/kadmiyum oranı 5/1 olmalıdır.

3.1.3.3 Altın Kaplama

Uzun zamandır altın kaplama, mücevherat ve dekoratif malzemelerin kaplanmasında kullanılmaktadır. Günümüzde altının elektriksel kontak özelliği nedeniyle elektronik endüstrisinde kullanım alanı bulunmaktadır. Ayrıca altın kaplama kimya endüstrisinde reaktörlerde ve ısı deęiřtiricilerde kullanılmaktadır. Kaplama çözeltisi yine siyanür bazlıdır.

3.1.3.4 Gümüş Kaplama

Gümüş kaplama elektronik endüstrisinde ve dekoratif malzemelerin kaplanmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu uygulamaların çoğunda gümüş, bakır ve bakır alařımları üzerine kaplanır. Banyolar genellikle siyanür bazlıdır.

3.1.3.5 Çinko Kaplama

Çinko kaplama birçok deęişik uygulama alanına sahiptir. Çinkonun daha ucuz olması, sürekli kaplamaya elverişli olması nedeniyle demir ve çeliğın kaplanmasında sıkça kullanılır. Çinko kaplama üç çeşit çözelti ile hazırlanabilir. Bunlar siyanür banyosu, asit klorür banyosu ve alkali (siyanürsüz) banyodur.

3.1.3.6 Krom Kaplama

Kaplamada amaç uzun süreli güzel görünüm ise krom kaplama iyi bir seçimdir. Korozyon direncinin önemli olduđu durumlarda nikel kaplama üzerine krom kaplama yapılır. Genel olarak kullanılan krom kaplama banyosunun içeriğinde kromik asit ve sülfat vardır ve kromik asit-sülfat oranı 100/1 (ağırlıkça) olmalıdır. Bu çözeltilerdeki fazla olan sülfat, kaplama kalitesini etkileyebilir. Bu sorun baryum karbonat eklenmesiyle ortadan kaldırılmalıdır.

3.1.3.7 Nikel Kaplama

Nikel kaplama korozyon direncini sağlamak gümüş, krom veya altın kaplamaya yardımcı olmak için yapılır. Banyoların içeriğini nikel sülfamat, nikel klorür ve borik asit oluşturur.

3.1.3.8 Bakır Kaplama

Bakır, kaplanacağı metalin cinsine göre iyi bir korozyon direnci sağlar. Çoğu zaman alt kaplama amaçlı kullanılır ve kirleticilerin yüzeye yapışmalarını önlemek üzere bariyer görevi görür. Bakır kaplama korozyon direncini arttırmak için yapılırsa da, yüzey atmosfere maruz kaldığında matlaşır ve lekelenir. Bu nedenle sürekli ve etkin bir yüzey istendiğinde bakır kaplama tek olarak kullanılmamalıdır. Bakır kaplama genellikle alt kaplama ve ön kaplama işlemidir (Persson, 1996). Bakır kaplama çalışma parçasının görünümünü, boyutlarını ve elektriksel iletkenliğini değiştirir.

Bakır kaplama banyosu siyanür bazlı ve siyanürsüz olarak hazırlanır. Siyanür bazlı banyoda potasyum siyanür, potasyum hidroksit ve bakır siyanür kullanılır. Siyanürsüz kaplama banyosunda ise sülfürik asit ve bakır sülfat bulunur. Bakırın yüzeye bağlanmasını hızlandırmak için özel bağlayıcı maddeler kullanılabilir. Siyanürsüz bakır kaplamada daha sık banyo analizi gerekli olmakla birlikte bu tür banyolar daha kolay kontrol edilirler ve daha ekonomiktirler.

3.2 Akış'a Enjeksiyon Analizi (FIA)

FA yöntemi ile, ayırma ve zenginleştirme işlemlerine ilişkin kayda değer gelişmeler FIA'nın ortaya çıkışını takiben başlamıştır. FIA'nın başlangıcı ise birtakım uzun araştırmalara dayanır. Bu araştırmaların amacı, laboratuvarlarda sıvılarla yapılan çalışmaların bilgisayar çağına uyum sağlayacak verimliliğe ulaşabilmesidir (Fang, 1993). Verimlilik aşamalarının gelişimindeki önemli aşamalar ve kimya laboratuvarlarının otomatikleştirilmesine ait bilgiler Çizelge 3.2'de verilmiştir. Bu şema aynı zamanda otomatik sıvı analizleri ve bunların sınıflandırılma projelerine ait bilgileri de sunmaktadır.

Çizelge 3.2 Otomatik sıvı analizlerinin sınıflandırılması

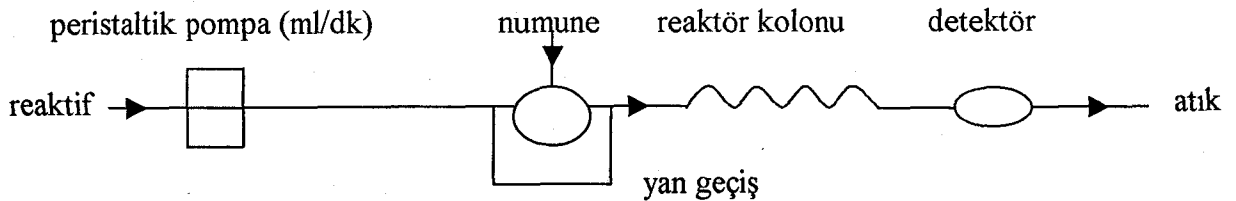
Otomatik Sıvı Analizleri	
<u>Kesikli Sistemler</u>	<u>Kesintisiz Akan Analizörler</u>
- İletme banthı analizörler	- Hava bölmeli kesintisiz akan analizörler
- Örnek bölmeli analizörler	- FI analizörler
- Santrifüjlü analizörler	

Skeeg (1957) tarafından sürekli analiz yönteminin ortaya koyulması, laboratuvarların otomatikleştirilmesinde önemli bir gelişme olmuştur. Bu sistem Technicon tarafından Auto Analyzer adı altında satışa sunulmuş ve otomatik sıvı analizlerinde FIA' nın icadından önce oldukça geniş kullanım alanı bulmuştur.

FIA'nın şu andaki kullanım şekli 1970'li yılların ortalarında Danimarka'da Ruzicka ve Hansen (Fang vd., 1992), Amerika Birleşik Devletlerinde ise Steward tarafından geliştirilmiştir (Ruzicka ve Hansen, 1975; Steward vd., 1976). Akış enjeksiyon yöntemi bu yıllarda teşhis amacıyla kan ve idrardaki maddelerin otomatik ve rutin tayinleri için klinik laboratuvarlarında yaygın bir şekilde kullanılan kesikli-akış işlemlerinden yararlanılarak geliştirilmiştir (Skoog, 1998).

3.2.1 Cihaz

Akış enjeksiyon sisteminin en basit tipine ait bir akış diyagramı Şekil 3.3'de gösterilmektedir (Ruzicka ve Hansen, 1988).



Şekil 3.3 Bir akış enjeksiyon sistemi

Sıvı örnek hareket eden bölmesiz bir yere enjekte edilmekte ve uygun sıvı ile harekete geçirilmektedir. Enjekte edilen örnek, sürekli olarak adsorbansını, elektrot potansiyelini yada

herhangi bir fiziksel parametresini ölçebilecek bir detektöre ulaştırılmaktadır. FIA' nın tekniği örnek enjeksiyonu, dağılımın kontrolü ve doğru zamanlama olarak belirtilmiştir. Bunlara üç temel prensip veya FIA' nın köşe taşları denilir (Fang, 1993).

Hava bölmesinin olmaması ve örneğin sürekli akan sıvı içine enjekte edilişi, kısa süreli alınan veri sinyalinin nedenidir. Her ne kadar FIA' daki bu özelliğin geçersizliği bazı yayınlarda dile getirilmişse de bu durum FIA' nın en göze çarpan özelliğidir (Ruzicka ve Hansen, 1988). Geliştirilen FIA sistemlerinin gaz bölmeli ve süreksiz olanları ile yapılan çalışmalarda analit miktarı her zaman iyi tespit edilememiştir. Ancak yöntemin tekrarlanabilirliği oldukça iyidir.

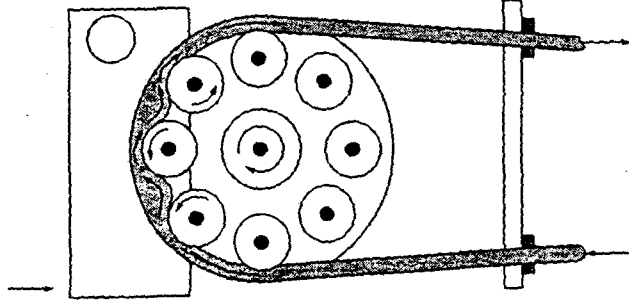
Akış enjeksiyon analizinin genel bölümlerini şöyle belirtebiliriz:

- a- Sıvı ulaştırma bölümü
- b- Enjeksiyon ve çok fonksiyonlu vana
- c- Taşıma ve karıştırma sistemleri
- d- Detektör

3.2.1.1 Sıvı Ulaştırma Bölümü

Sıvı ulaştırma bölümü veya itici güç oluşturan bölüm tüm akan analiz sistemlerinin temel parçasıdır. Akış enjeksiyon sistemleri, aslında düşük itme gücü ile çalışan sistemlerdir. Analizin yapıldığı kolonun içindeki basınç birkaç bar düzeyindedir (Korophack ve Winn, 1984). Bundan dolayı diğer sistemlerde olduğu gibi yüksek itme gücü oluşturan pahalı aletler gerektirmez. Akış enjeksiyon analizinin bir başka kullanışlılığı, itici gücün kontrolünün kolaylıkla yapılabiliyor olması ve bu güçte herhangi bir değişimin olmamasıdır.

Peristaltik pompa FIA' da sıvı itme gücü oluşturmak için en çok kullanılan alettir. Şekil 3.4'de bir peristaltik pompanın yapısı gösterilmektedir (Karlberg ve Pacey, 1989). Ancak pompanın akış hızının kararlılığının uzun süre sağlanamaması ve pompanın dayanıklılığının organik çözücüler ve yüksek konsantrasyonlu güçlü asitler karşısında az olması gibi nedenler peristaltik pompanın dezavantajları olarak göze çarpmaktadır. Tüm bunlara rağmen peristaltik pompa ile çalışırken karşılaşılan sorunlar, üstesinden gelinebilecek düzeydedir.



Şekil 3.4 Bir kanallı peristaltik pompanın diyagramı

3.2.1.2 Enjeksiyon ve Çok Fonksiyonlu Vana

Diğer akışkan yöntemlerinde kullanılanlardan oldukça farklı yapıda vanalar kullanılır. Başka sistemlerde olduğu gibi yüksek basınca karşı gelebilecek vanalar gerekmez. Akışa enjeksiyon sistemindeki vanaların diğer fonksiyonlarla eş zamanlı olarak çalışması çok önemlidir. Bunlar çok sık harekete geçerler. Bu nedenle burada kullanılan vanalar çok yönlü olmalıdır. Çeşitli çözücülerin kullanımına dayanıklı ve su sızdırmaz olmalıdırlar. İlk zamanlarda oluşturulan membran tip ve sandeviç tip vanalar ile daha sonraları üretilen üç katmanlı vana ve altı bölmeli vana kullanılabilen vana çeşitleridir.

3.2.1.3 Taşıma ve Karıştırma Sistemleri

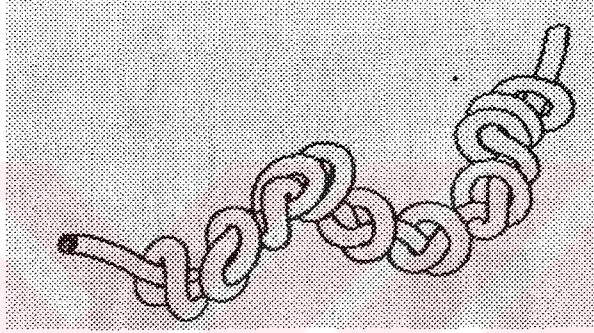
Başlıca iki bölümden oluşur.

3.2.1.3.1 Taşıyıcı Kolon

Taşıyıcı kolonlar, herhangi bir akış analiz sisteminin önemli bir parçasıdır, sistemdeki değişik bölümler arasında bağlantıyı sağlar. Akış enjeksiyon analizinde 0,35-1,0 mm çapında Poli Tetra Fluoro Etilen (PTFE) tüpler çok amaçlı olarak kullanılabilir. Dış çapı o kadar önemli değilse de, mekanik dayanıklılığın sağlanması bakımından 0,5 mm' den ince olmamalıdır. Tüplerin daha küçük çaplı olanları pek tavsiye edilmez. Akan kütlede herhangi bir tıkanıklığa neden olabilir. 0,5-0,7 mm arasında olanları pek çok amaca uygun olarak kullanılabilir. 1,0 mm' den daha geniş çaplı boruların kullanımı akış engellerinin artmasına neden olur.

3.2.1.3.2 Karıştırıcı Reaktör

Karıştırma reaktörlerinin başlıca amacı iki veya daha fazla bileşeni tekrarlanabilecek şekilde karıştırmaktır. Reaktör genellikle taşıyıcı kolonlarda olduğu gibi PTFE tüplerden yapılabilir. Tüpler çeşitli akış yönlendirmelerine göre; dolandırma, düğüm veya örgü şeklinde olabilir. Bu özellikler karıştırma özelliğini artırır. Dolandırma reaktörleri 10 mm çapında olabilir. Ancak düğüm ve örgü reaktörlerinin kullanımı daha geniştir. Şekil 3.5'de bir düğüm reaktörü gösterilmektedir. Dolandırmalı reaktörde akışkan iki boyutlu hareket ettirilebilirken, buna karşın düğüm reaktörlerinde üç boyutlu olarak hareket edebilmektedir. Bu nedenle üç boyutlu ismini almıştır.



Şekil 3.5 Bir düğüm reaktörünün görünümü

3.2.1.4 Detektör

Akış Analizi sistemlerinde en sık kullanılan detektörlerden biri UV görünür bölge spektrofotometresi'dir. Sağladığı ışığın şiddeti yeterli güçtedir. Sıradan bir kesikli spektrofotometre kolayca akışkan spektrofotometresine dönüştürülebilir. Sadece eski küvetinin akış hücresi ile değiştirilmesi gerekmektedir.

Ayrıca atomik absorpsiyon spektrofotometresi ve elektrokimyasal detektörler de kullanılabilir.

4. DENEYSEL BÖLÜM

4.1 Kullanılan Alet ve Kimyasallar

4.1.1 Kullanılan Aletler

Kaplama banyolarında bakır tayininde Shimadzu Double-Beams Spectrofotometre UV-150-02 kullanıldı. Sıvı ulaştırma bölümü olarak Watson Marlow 302S tipi pompa ile akış hızı 16,6ml/dk. olacak şekilde ayarlandı. Karıştırıcı ve ısıtıcı olarak Chiltern Hotplate Magnetic Stirrer H S31 kullanıldı. Elektroliz hücresi olarak biri 7,5 L diğeri 2,5 L hacminde iki cam küvet kullanıldı. Anot olarak 50 cm² yüzey alanına sahip grafit elektrot, katot olarak 50 cm² yüzey alanına sahip bakır elektrot kullanıldı. Askı olarak polistirenden yapılmış düzenek kullanıldı. Güç kaynağı olarak redresör ve akım ayarlayıcısı olarak Standart Electric Works, type 2000 doğru akım ampermetresi kullanıldı.

4.1.2 Kullanılan Kimyasallar

Banyo çözeltisi CuSO₄.5H₂O (göztaşı)'nın % 99,999 saflıktaki tuzunun çözülmesi ile hazırlandı. Ayrıca asidik bakır kaplama banyosu reçetesi kullanıldığı için derişik H₂SO₄ (Merck) ve denemeler boyunca destile su kullanıldı.

4.2 Banyo Çözeltilerinin Hazırlanması

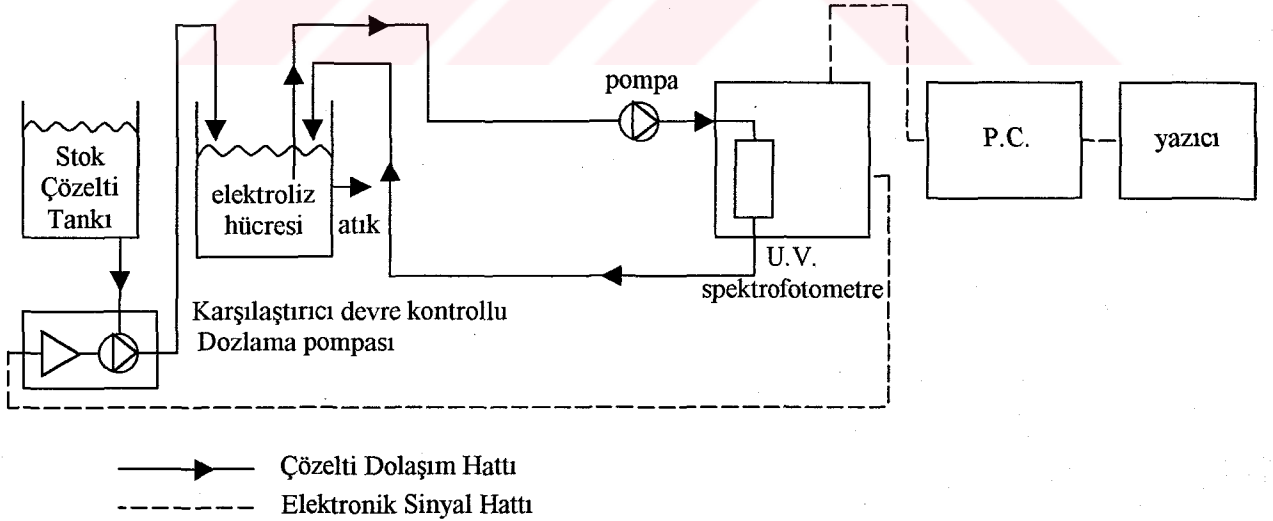
Kaplama banyosu çözeltileri referans alınan ve Çizelge 4.1'de belirtilen reçeteye uygun olarak hazırlandı (Clifton ve Phillips, 1942; Blum ve Hogaboom, 1949; Peters, 1950; Lowenheim, 1963; Graham, 1971). CuSO₄.5H₂O konsantrasyonu 39 g/L ve 19,5 g/L olacak şekilde hazırlandı. H₂SO₄ 30 g/L ve 15 g/L olacak şekilde banyo çözeltilerine eklendi.

Çizelge 4.1 Referans alınan asidik bakır kaplama banyosunun reçetesi

CuSO ₄ .5H ₂ O (g/L)	:	195 – 247.5
H ₂ SO ₄ (g/L)	:	30 – 75
Potansiyel (V)	:	<6
Akım Yoğunluğu (asf*)	:	20 – 100
Akım Yoğunluğu (A/dm ²)	:	2.1 – 10.7
Sıcaklık (C°)	:	21 – 49

4.3 Sistemin Hazırlanması

Daha önceden belirtilen cihazlar Şekil 4.1’de gösterildiği biçimde bağlantılar yapıldı. Daha sonra kaplama hücresine, hazırlanan banyo çözeltisi ilave edildi. Anot ve katot, askıya yerleştirildikten sonra, kaplama hücresine konup, redresörün uçları anot ve katoda bağlanarak elektroliz başlatıldı. Laboratuarda çalışılan sistem Şekil 4.2’de belirtilmektedir.



Şekil 4.1 Geliştirilen sistemin akım şeması



Şekil 4.2 Laboratuvarda çalışılan sistem

4.4 Sistemin Çalışma Şartları

Kaplama işlemi, referans alınan reçetedeki parametreler dikkate alınarak gerçekleştirilmiştir. Bu değerlerin ışığında akım yoğunluğu, elektrotlar arası mesafe, çözelti konsantrasyonu, çözelti hacmi ve sıcaklık değiştirilerek, birer saatlik çalışmalar yapılmıştır. Uygulanan farklı parametreler Çizelge 4.2’de gösterilmektedir.

Çizelge 4.2’de;

I numaralı çalışmalarda çözelti hacmi, elektrotlar arası mesafe ve sıcaklık sabit tutulmuştur. Uygulanan akım değiştirildiğinde, akım yoğunluğu ve potansiyel değişimleri gözlenerek kaplama işlemi incelenmiştir.

II numaralı çalışmalarda çözelti hacmi ve sıcaklık sabit tutularak, elektrotlar arası mesafe değiştirilmiş, yine bir önceki çalışmada kullanılan akım değerleri uygulanarak akım yoğunluğu ve potansiyel değerlerinin değişimine paralel biçimde kaplama işlemi incelenmiştir.

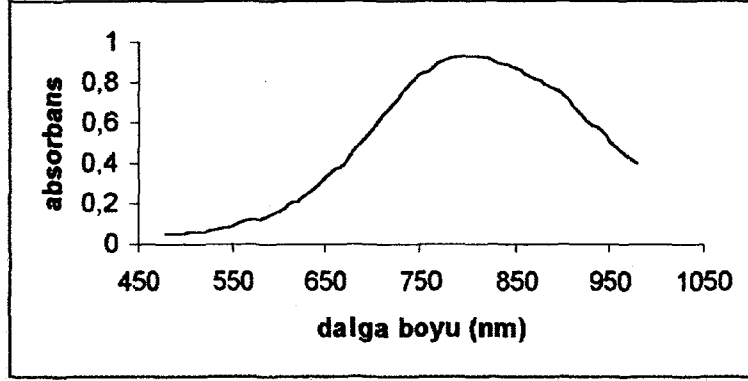
III numaralı çalışmalarda çözelti konsantrasyonu, hacmi ve sıcaklık değiştirilmiş yine farklı akım değerleri uygulanmış ve akım yoğunluğu, potansiyel değişimleri incelenerek kaplama yapılmıştır.

IV numaralı çalışmalarda çözelti konsantrasyonu ve sıcaklık sabit tutularak elektrotlar arası mesafe değiştirilmiş, yine aynı akım değerleri uygulandığında akım yoğunluğu ve potansiyel değişimleri gözlemlenerek kaplama işlemi incelenmiştir.

Çizelge 4.2 Sistemde çalışılan farklı parametreler

Çalışma Numarası	Konsant. (Cu) (g/L)	Çözelti Hacmi (L)	Elektrot Mesafesi (cm)	Sıcaklık (C°)	Akım Şiddeti (A)	Akım Yoğunluğu (A/dm ²)	Potansiyel (V)
I	9.93	4.5	12	14±2	0.7	1.4	3
	9.93	4.5	12	14±2	1.3	2.6	4
	9.93	4.5	12	14±2	2.6	5.2	5.5
	9.93	4.5	12	14±2	3.3	6.6	6
II	9.93	4.5	4	14±2	0.7	1.4	2.75
	9.93	4.5	4	14±2	1.3	2.6	3
	9.93	4.5	4	14±2	2.6	5.2	4
	9.93	4.5	4	14±2	3.3	6.6	5
III	4.96	2.0	12	37±2	0.8	1.6	3
	4.96	2.0	12	37±2	1.6	3.2	3.5
	4.96	2.0	12	37±2	2.4	4.8	5.5
	4.96	2.0	12	37±2	3.2	6.4	6.5
IV	4.96	2.0	4	37±2	0.8	1.6	2.5
	4.96	2.0	4	37±2	1.6	3.2	3
	4.96	2.0	4	37±2	2.4	4.8	4
	4.96	2.0	4	37±2	3.2	6.4	5.5

Kaplama işlemine paralel olarak pompa yardımıyla spektrofotometre'ye ulaştırılan banyo çözeltisi, Şekil 4.3'de sunulan çalışma ile bulunan maksimum dalga boyu olan, 800 nm'de absorbands değeri kaydedilerek, yeniden kaplama hücresine gönderildi.



Şekil 4.3 Kullanılacak maksimum dalga boyunun belirlenmesi

Belirtilen işlem bir saat boyunca kesintisiz olarak tekrarlandı. Elde edilen absorbands değerlerinden, Denklem 4.1'de gösterilen Beer Yasasından faydalanılarak bir a değeri hesaplandı.

$$A = a \cdot b \cdot c \quad (4.1)$$

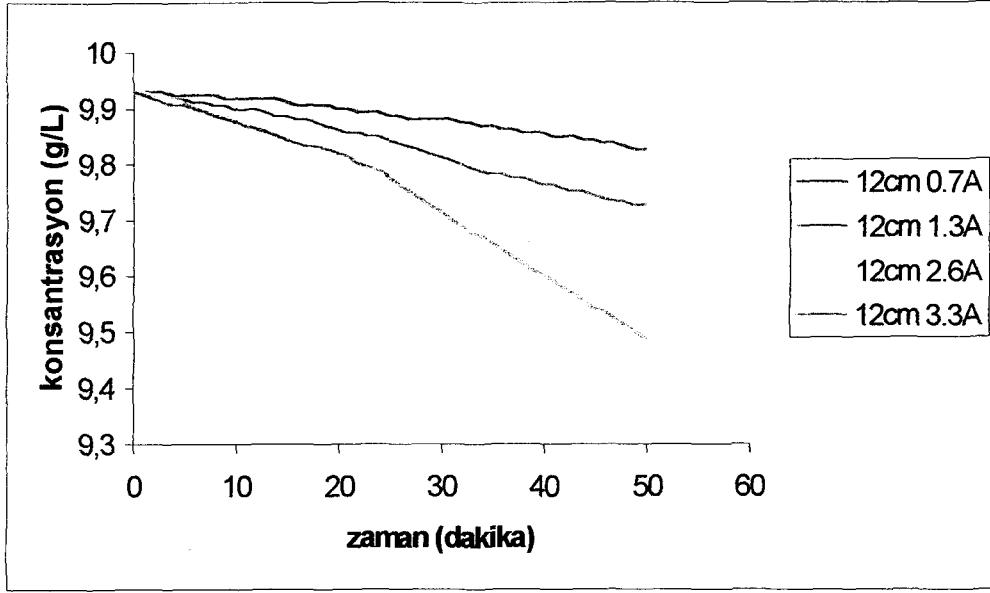
A: Absorbans

a: Absorptivite kat sayısı

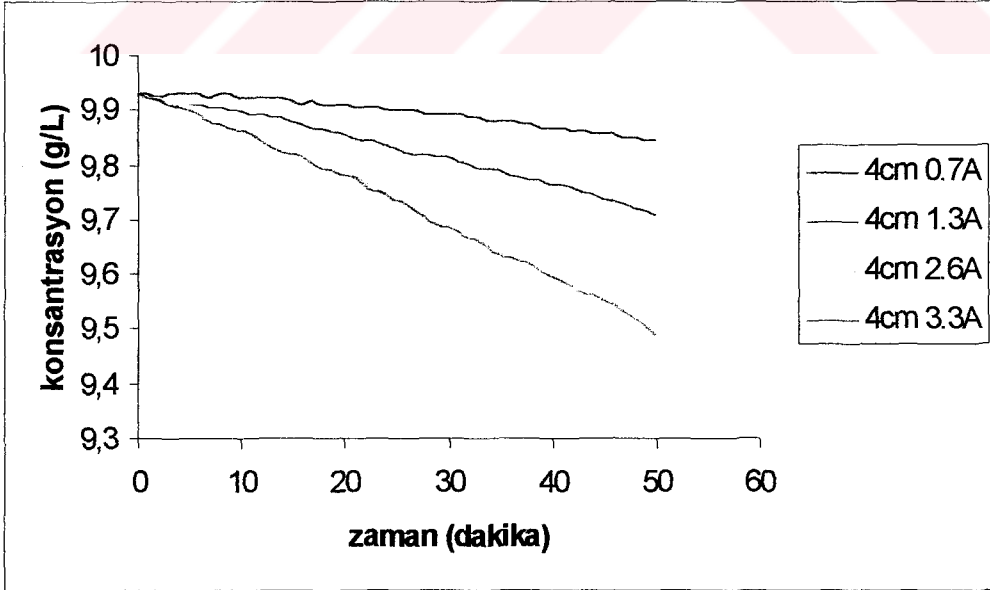
b: Küvet kalınlığı (cm)

c: Konsantrasyon (g/L)

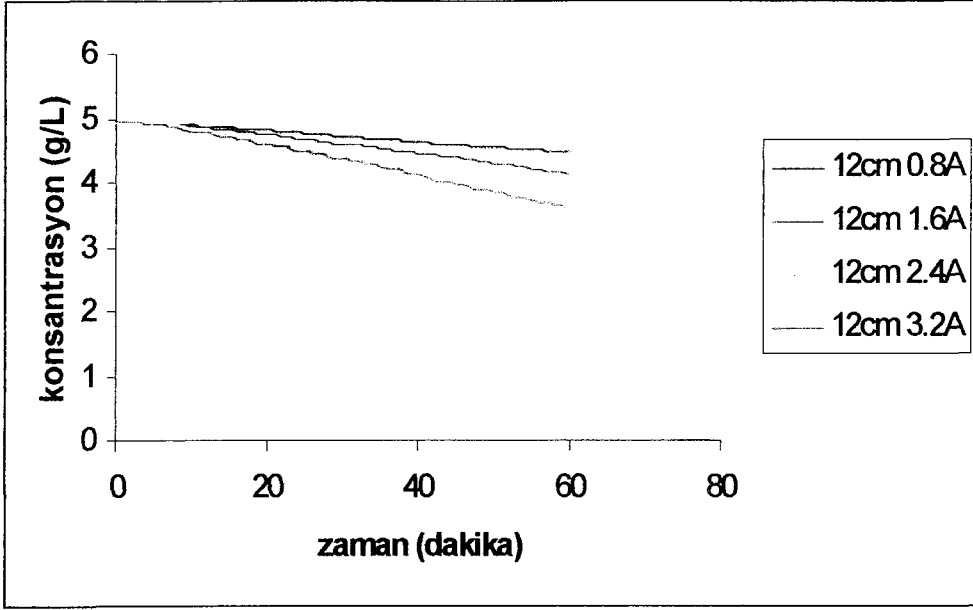
Bu değer kullanılarak, bulunan absorbands değerlerinden konsantrasyona (g/L) geçildi. Ve sonuçta konsantrasyon (g/L) ve zaman (dakika) arasında grafikler oluşturuldu. Bu grafikler Şekil 4.4, Şekil 4.5, Şekil 4.6 ve Şekil 4.7'de gösterilmektedir.



Şekil 4.4 9.93 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 12 cm elektrot mesafesi ile yapılan çalışmalar



Şekil 4.5 9.93 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 4 cm elektrot mesafesi ile yapılan çalışmalar



Şekil 4.6 4.96 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 12 cm elektrot mesafesi ile yapılan çalışmalar



Şekil 4.7 4.96 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 4 cm elektrot mesafesi ile yapılan çalışmalar

4.5 Manuel Çalışmalar

Burada, elde edilen azalma eğrilerinden dakikada ilave edilmesi gereken stok çözelti hacmi tespit edilmeye çalışıldı. I, II, III ve IV numaralı çalışmalarda sabit konsantrasyonda stok çözelti kullanıldı. Okunan absorbans değerlerinden teorik olarak ilave edilmesi gereken teorik çözelti hacmi denklem 4.2'den faydalanılarak belirlendi.

$$M_1 V_1 = M_2 V_2 + M_3 V_3 \quad (4.2)$$

M_1 : Banyo çözeltisinin başlangıç konsantrasyonu

V_1 : Banyo çözeltisinin başlangıç hacmi

M_2 : Banyo çözeltisinin elektroliz sonundaki konsantrasyonu

V_2 : Banyo çözeltisinin elektroliz sonundaki hacmi

M_3 : Stok çözelti konsantrasyonu

V_3 : Stok çözeltiden ilave edilmesi gereken hacim

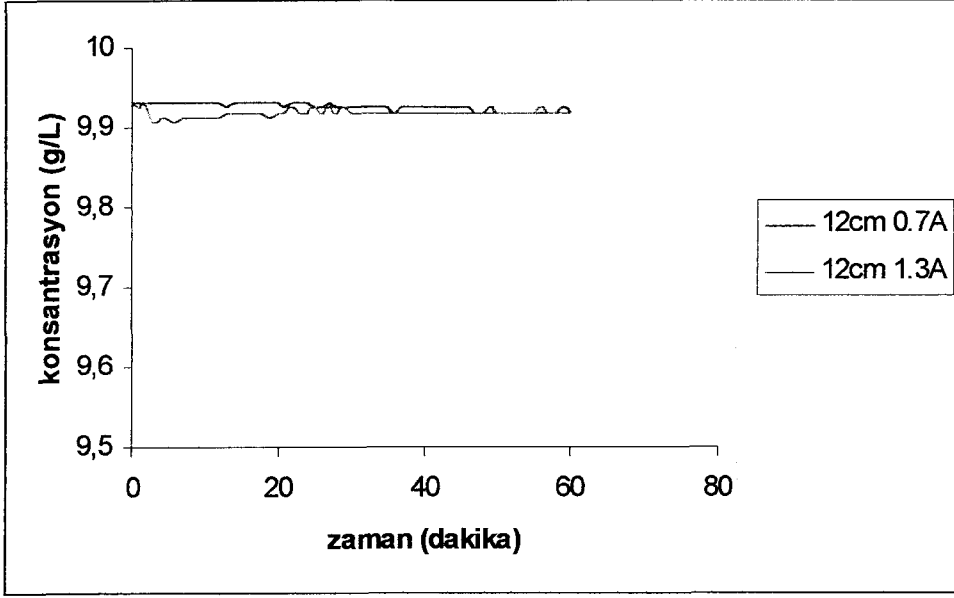
Belirlenen hacimler ve kullanılan stok çözeltilerin konsantrasyonları Çizelge 4.3'de gösterilmektedir. Bu veriler ışığında gerçekleştirilen birer saatlik çalışmaların, yine konsantrasyon ve zaman arasında oluşturulan grafikleri Şekil 4.8, Şekil 4.9, Şekil 4.10, Şekil 4.11, Şekil 4.12, Şekil 4.13, Şekil 4.14 ve Şekil 4.15'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.3 Kullanılan stok çözeltilerden ilave edilmesi gereken miktarlar

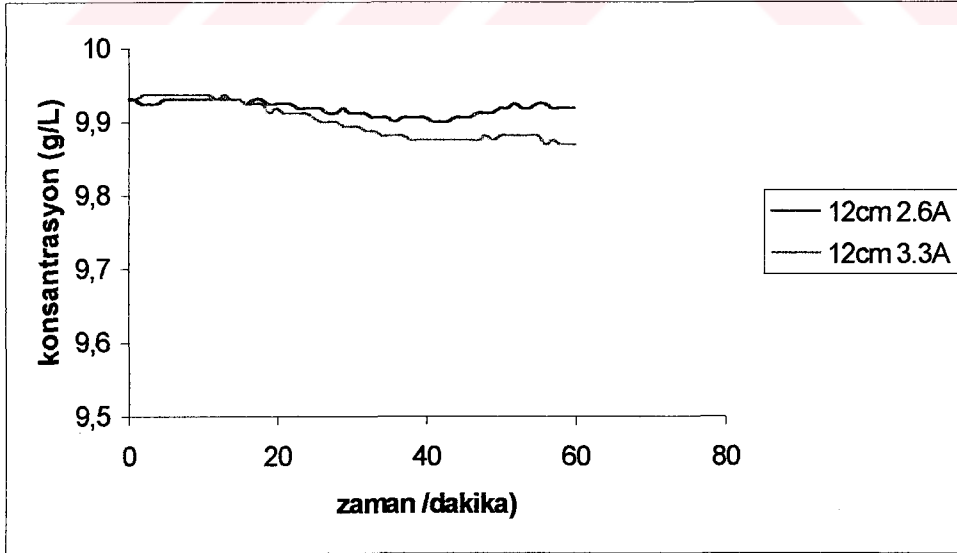
Banyodaki Cu konsantr (g/L)	Elektrot mesafesi ve Akım değeri (cm ve A)	Ortalama değışen absorbans değeri	Kullanılan stok çözelti konsantr. CuSO ₄ 5H ₂ O (g/L)	Stok çözelti konsantr. Cu (g/L)	İlave edilmesi gereken çözelti miktarı (ml)	
9.93	I	12 – 0.7	0.00030	200	50.9	0.2
		12 – 1.3	0.00070	200	50.9	0.5
		12 – 2.6	0.00118	200	50.9	0.8
		12 – 3.3	0.00144	200	50.9	1.0
	II	4 – 0.7	0.00023	200	50.9	0.15
		4 – 1.3	0.00072	200	50.9	0.5
		4 – 2.6	0.00166	200	50.9	1.0
		4 – 3.3	0.00144	200	50.9	1.0
4.96	III	12 – 0.8	0.00150	150	38.2	0.5
		12 – 1.6	0.00252	150	38.2	0.8
		12 – 2.4	0.00392	150	38.2	1.3
		12 – 3.2	0.00415	150	38.2	1.4
	IV	4 – 0.8	0.00130	150	38.2	0.4
		4 – 1.6	0.00267	150	38.2	0.9
		4 – 2.4	0.00415	150	38.2	1.4
		4 – 3.2	0.00442	150	38.2	1.5

* Kesiksiz çalışmada, yaklaşık her 10 dakikalık zaman diliminde, bu miktar kadar azalma gözlemlenmiştir.

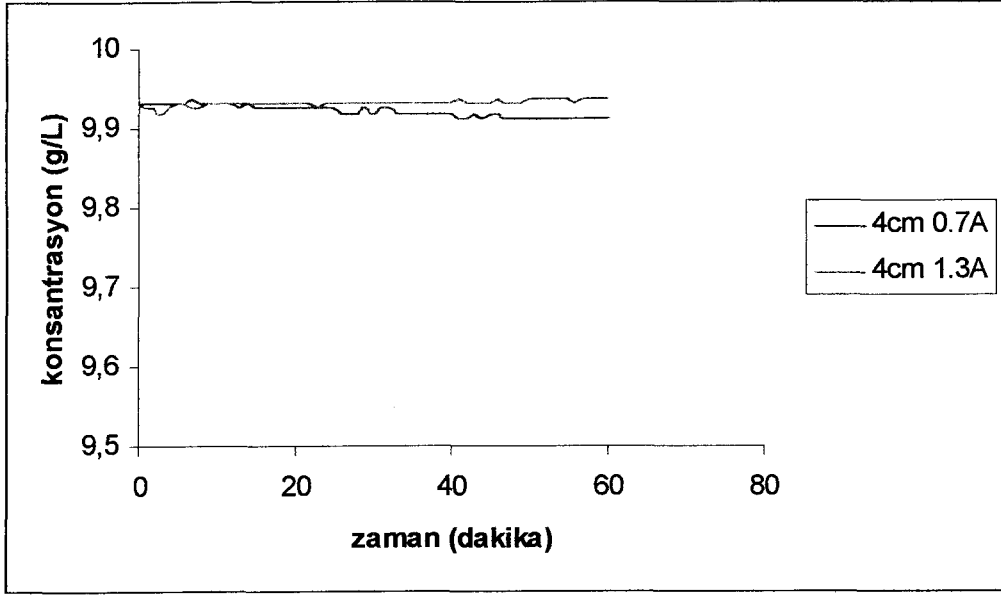
** Kesiksiz çalışmada, yaklaşık her 10 dakikalık zaman diliminde, bu miktar kadar çözeltinin ilave edildiği gözlemlenmiştir.



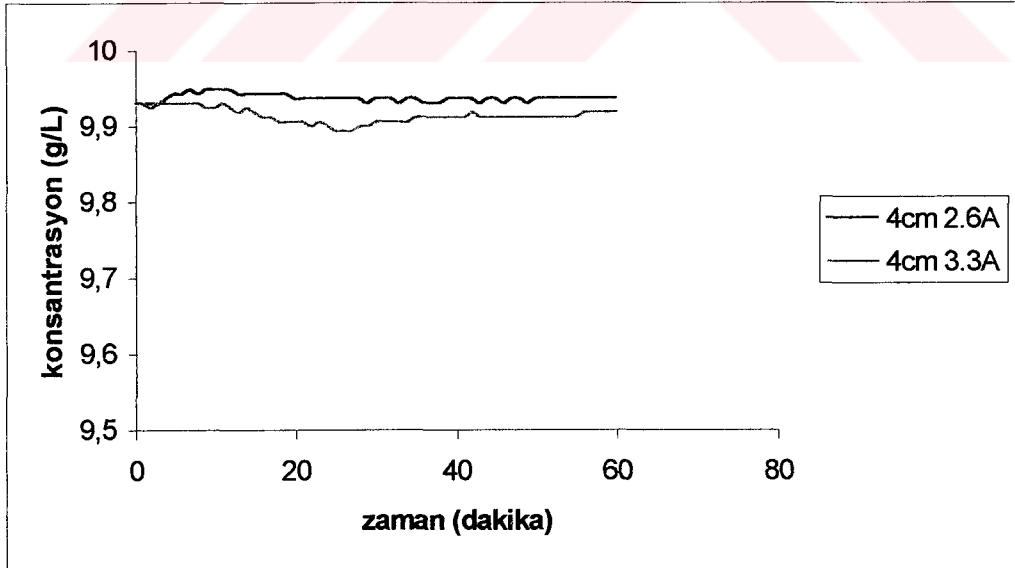
Şekil 4.8 9.93 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 13 cm elektrot mesafesi ile 200 g/L stok çözeltiden ilave edilen çalışmaların grafikleri (0.7 A ve 1.3 A)



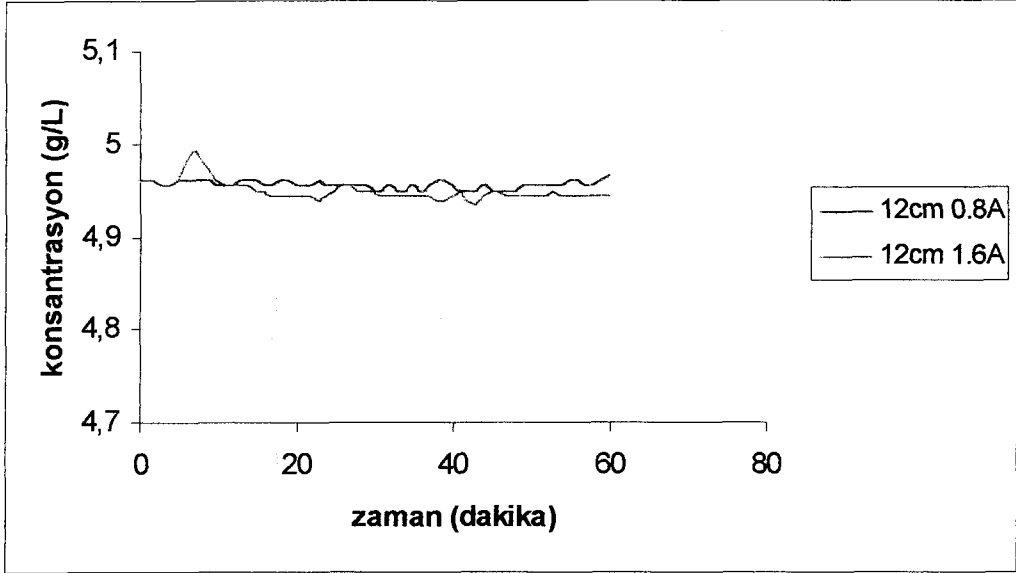
Şekil 4.9 9.93 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 12 cm elektrot mesafesi ile 200 g/L stok çözeltiden ilave edilen çalışmanın grafiği (2.6 A ve 3.3 A)



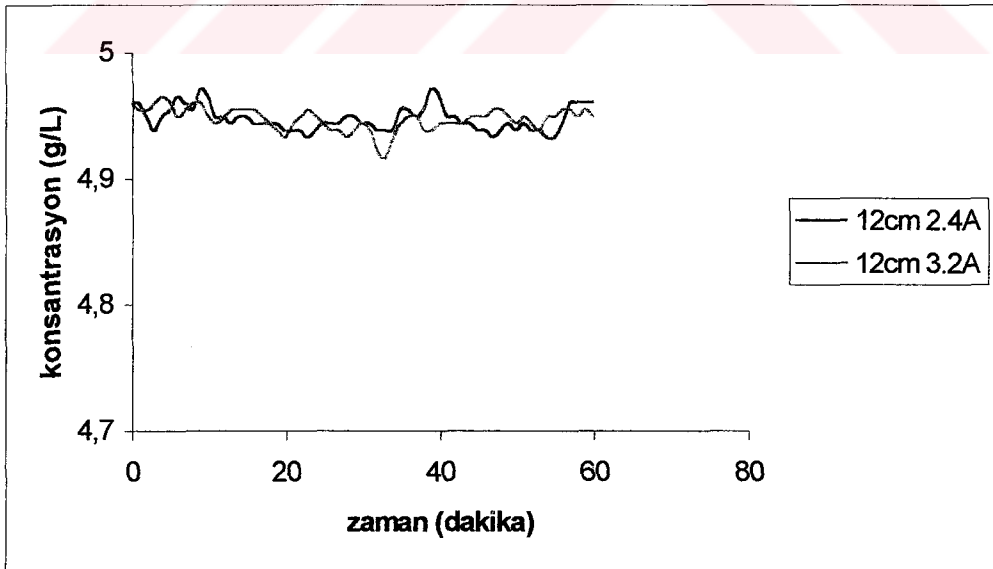
Şekil 4.10 9.93 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 4 cm elektrot mesafesi ile 200 g/L stok çözültiden ilave edilen çalışmanın grafiği (0.7 A ve 1.3 A)



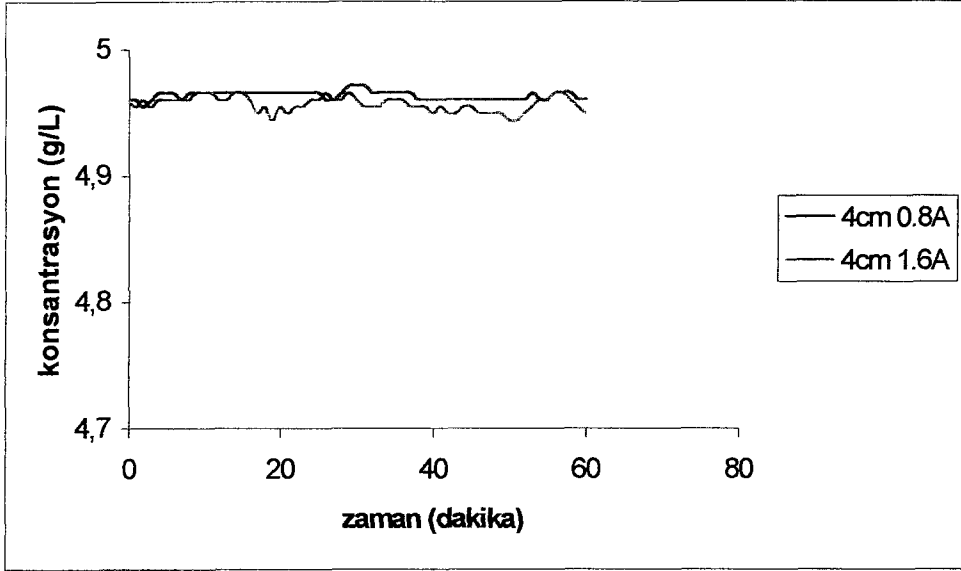
Şekil 4.11 9.93 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 4 cm elektrot mesafesi ile 200 g/L stok çözültiden ilave edilen çalışmanın grafiği (2.6 A ve 3.3 A)



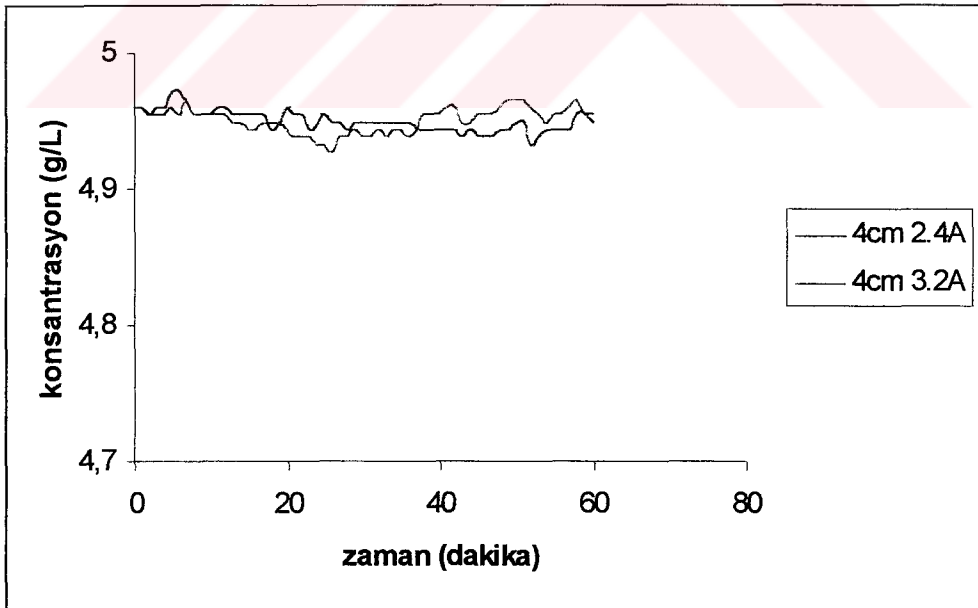
Şekil 4.12 4.96 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 12 cm elektrot mesafesi ile 150 g/L stok çözültiden ilave edilen çalışmanın grafiği (0.8 A ve 1.6 A)



Şekil 4.13 4.96 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 12 cm elektrot mesafesi ile 150 g/L stok çözültiden ilave edilen çalışmanın grafiği (2.4 A ve 3.2 A)



Şekil 4.14 4.96 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 4 cm elektrot mesafesi ile 150 g/L stok çözülden ilave edilen çalışmanın grafiği (0.8 A ve 1.6 A)



Şekil 4.13 4.96 g/L Cu konsantrasyonlu banyoda 4 cm elektrot mesafesi ile 150 g/L stok çözülden ilave edilen çalışmanın grafiği (2.4 A ve 3.2 A)

4.6 Sonuçların İstatistiksel İncelemesi

Bölüm 4.5’de yapılan çalışmalar sonucu elde edilen veriler t testine göre değerlendirilmiştir. Bu amaçla Şekil 4.8, Şekil 4.9, Şekil 4.10, Şekil 4.11, Şekil 4.12, Şekil 4.13, Şekil 4.14 ve Şekil 4.15’den alınan sonuçlara, denklem 4.3 uygulanarak standart sapmaları bulunmuş, ardından denklem 4.4’e göre de deneysel olarak bulunacak olan t değerleri hesaplanmıştır.

$$S = \frac{\sqrt{(X_{ort} - X_i)^2}}{\sqrt{n - 1}} \quad (4.3)$$

$$t = \frac{|X_{ort} - \mu|}{S} \sqrt{n} \quad (4.4)$$

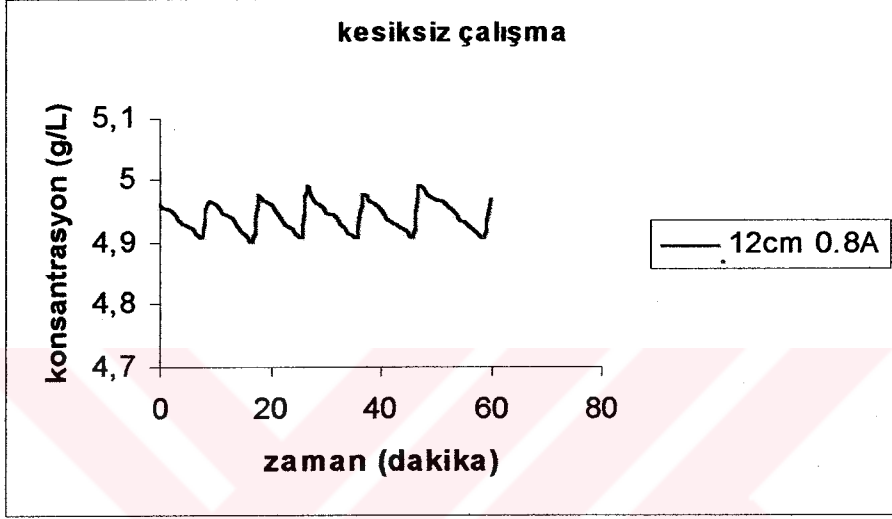
Bulunan t değerleri çizelge 4.4’de belirtilmiştir.

Çizelge 4.4 Bulunan deneysel t değerleri

<u>Parametreler</u>			
<u>konsantrasyon</u> Cu (g/L)	<u>akım şiddeti</u> (A)	<u>elektrotlar arası</u> <u>mesafe (cm)</u>	<u>Hesaplanan t Değerleri</u>
9,93	0,7	12	3,0
9,93	1,3	12	13,7
9,93	2,6	12	3,9
9,93	3,3	12	4,5
9,93	0,7	4	3,88
9,93	1,3	4	2,27
9,93	2,6	4	8,41
9,93	3,3	4	5,3
4,96	0,8	12	1,28
4,96	1,6	12	3,73
4,96	2,4	12	4,77
4,96	3,2	12	29,5
4,96	0,8	4	7,1
4,96	1,6	4	13,1
4,96	2,4	4	36,7
4,96	3,2	4	4,1

4.7 Kesiksiz Çalışmalar

Manuel çalışmalar sonunda elde edilen veriler, t testine göre sonuçları değerlendirilmesi bölümünde belirtildiği gibi incelendi. Bulunan optimum çalışma koşullarında, devre kontrollü dozlama pompasıyla (kesiksiz olarak) denemeler yapıldı. Bu denemeler sırasında yerel aşırı doygunluğu azaltmak amacıyla, stok çözelti olarak 75 g/L $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kullanılmıştır. Elde edilen verilerin grafiği Şekil 4.16'da gösterilmektedir.



Şekil 4.16 İdeal şartlarda, kesintisiz olarak yapılan çalışmanın grafiği

5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Çizelge 4.4'de bulunan t değerleri %99 güven düzeyinde t tablo değerleri olan 2.947 ile karşılaştırıldı. Elde edilen sonuçlara göre kaplama kalitesi de göz önünde bulundurularak; manuel çalışmalarda 4.96g/L konsantrasyonda, 12cm elektrot mesafeli , 0.8A akım ve $37\pm 2C^{\circ}$ sıcaklığında yapılan çalışmanın verilerinin ideal çalışma koşulları olarak belirlendiği sonucuna ulaşıldı.

Bu ideal şartlar sağlanarak, karşılaştırmacı devre kontrollü dozlama pompası ile, kesiksiz olarak yürütülen çalışmanın sonuçları Şekil 4.16'da gösterilmektedir. Grafikte de görüldüğü gibi konsantrasyon bir maksimum ve minimum değer arasında düzenli olarak salınım göstermektedir. Maksimum değer, stok çözeltinin ilave edildiği anda yerel aşırı doygunluktan kaynaklanmaktadır. Hemen sonra gelen dakikalarda kaplama hücresindeki çözelti konsantrasyonunda bir homojenlik sağlanmakta ve dolayısıyla absorbans değeri hızla azalmaktadır. Minimum değer ise, karşılaştırmacı devrenin ayarlanan sınırına bağlı olarak belirlenmektedir. Bu değere ulaşıldığı anda stok çözelti bölmesi açılarak tekrar istenilen konsantrasyon değerine ulaşana kadar madde ilavesine devam edilmektedir. Tüm bu işlemler sonunda çözelti konsantrasyonu belirlenen değerlerin dışına çıkmadan istenilen düzeyde tutulabilmektedir.

KAYNAKLAR

Araujo, A.N. ve Lima, J.L.F.C., (1992), Quim Anal., 11:59-63.

Araujo, A.N., Etxebarria, M.B., Lima, J.L.F.C., Montenegro, M.C.B.S.M., Olmos, R.P., (1994), "Flow injection analysis of high chloride levels in electroplating baths using on-line dialysis and potentiometric detection", Fresenius Journal of Anal. Chem., 351:614-617.

Association of Official Analytical Chemists, AOAC, (1984), Official Methods of Analysis, 14th edition, Association of Official Analytical Chemists, Arlington.

Başakçılardan, S., (2001), Kaynak Telleri Üretiminde Kullanılan Bakır Kaplama Banyolarının Geri Kazanımı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.

Berkem, A.R., (1993), Elektrokimya, İstanbul Üniversitesi Yayınları, İstanbul.

Blum and Hogaboom, (1949), principles of Electroplating and Electroforming, Third Edition, New York.

Clifton, F.L. ve Phillips, W.M., (1942), Proc. Am. Electroplaters' Soc., 30:92-99.

Develi, S., (1944), Galvanoteknik, Ankara.

Environmental Protection Agency, (1995), EPA Office of Compliance Sector Notebook Project, Profile of the Fabricated Metal Products Industry, EPA/ 310-R-95-007.

Fang, Z., (1993), Flow Injection Separation and Preconcentration, New York.

Fang, Z.L., Sun, L.J. ve Xu, S.K., (1992), Anal. Chim. Acta, 261-557.

Graham, A.K., (1971), Electroplating Engineering Handbook, Third Edition, Litton Educational Publishing, New York.

Karlberg, B. ve Pacey, G.E., (1989), Flow Injection Analysis, A Practical Guide Elsevier, Page 34, New York.

Korophack, J.A. ve Winn, D.H., (1984), Anal. Chem., 56.

Lima, J.L.F.C., Rangel, A.O.S.S., Roque da Silva, M.M.S., (1991), Atom Spect, 12:204-206.

Lowenheim, F.A., (1963), Modern Electroplating, Second Edition, John Wiley and Sons, New York.

Lowenheim, F.A., (1978), Electroplating Fundamentals of Source Finishing, Mac Graw Hill, New York.

Olenic, L., Hopirtean, E., Olenic, Li. Ve Crişan, D., (1997), "Flow Injection Determination of CopperII in Chemical and Electrochemical Baths with a Potentiometric Differential Microdetector", LRA,9:305-308.

Persson, L., (1996), Copper Coating of CO₂ Wire, Wire Industry, 329-333.

Peters, E.I., (1950), Proc. Am. Electroplaters' Soc., 38:69-84.

Phillips, W.M. ve Clifton, F.L., (1949), U.S. Patent, 2-489-538.

Rasmussen, A.A., Jensen, J.A.D., Horsewell, A. ve Somers, M.A.J., (2001), "Micro Structure in Electrodeposited Copper Layers the Role of the Substrate", *Electrochimica Acta*, 47: 67-74.

Ruzicka, J. ve Hansen, E.H., (1975), *Anal. Chim. Acta*, 78:145.

Ruzicka, J. ve Hansen, E.H., (1986), *Anal. Chim. Acta*, 87:353.

Ruzicka, J. ve Hansen, E.H., (1988), *Flow Injection Analysis, Second Edition* John Wiley and Sons, New York.

Ruzicka, J. ve Hansen, E.H., (1988), *Flow Injection Analysis, Second Edition* Page 16, New York

Saraç, A.S., (1995), *Metal Kaplama ve Elektrokimyasal Teknolojiler*, Çağlayan Kitabevi, İstanbul.

Skeegs, L., (1957), *Am. J. Clin. Path.*, 28:311.

Skoog, D.A., Holler, F.J. ve Nieman, T.A., (1998), *Principles of Instrumental Analysis, Fifth Edition*, Saunders College Publishing, Orlando.

Stewart, K.K., Beecher, G.R. ve Hare, P.E., (1976), *Anal. Biochem.*, 70:167.

Van Staden, J.F., (1991), *Talanta*, 38:1033-1039.

Van Staden, J.F. ve Basson, W.D., (1980), *Lab. Practice*, 29:1279-1280.

Van Staden, J.F., (1987), *Fresenius Z Anal. Chem.*, 328:68-70.

Van Staden, J.F. ve Wagener, C.C.P., (1987), *Anal. Chim. Acta*, 197: 217

Vlasov, Y.G., Mihailova, S.S., Kolodrikov, V.V. ve Ermolenko, Yu.E., (1982), *J. Anal. Chim.*, 37:2155.

Yalçın, M.S. ve Abak, V., (2001), *Endüstride Kullanılan Bazı Kaplama Banyolarına Örnekler*, Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya Bölümü.

**İC. YÜSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANİSYON MERKEZİ**

ÖZGEÇMİŞ

Doğum Tarihi	28.07.1975	
Doğum Yeri	İstanbul	
Lise	1989-1992	İstanbul Şehremini Lisesi
Lisans	1993-1998	Yıldız Teknik Üniversitesi Fen-Edeb. Fak. Kimya Bölümü
Yüksek Lisans	2000-2002	Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Analitik Kimya Anabilim Dalı
Çalıştığı Kurumlar	1998-2000	Kızılay Dispanseri Biyokimya Lab.
	2000-Devam ediyor	YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Araştırma Görevlisi