

1. GİRİŞ

İkiz merdane döküm (TRC) tekniği ile üretilen alüminyum alaşımlarının mikroyapı ve bazı yüzey özellikleri, doğrudan soğutmalı (DC) döküm tekniği ile üretilenlere göre oldukça farklıdır.

TRC’de katılaşma hızı DC’ye göre daha yüksek olduğundan, tane boyutları ve intermetalikleri daha küçüktür. Yüzeydeki tanelere kıyasla merkezdekiler daha kabadır.

Yüzey açısından ise DC tekniğinde 5-6 m uzunlukta büyük kütükler dökülüp, haddeyle temas edecek yüzeyler ~10 mm traşlanarak temizlenmektedir. Bundan sonra tavlama ve sıcak haddeleme işlemlerine geçilmektedir. Sıcak haddelemeyle 2 mm kalınlığa kadar inildikten sonra, soğuk haddeleme işlemiyle devam edilmektedir. [16]

TRC’de ise döküm kalınlığı zaten 2-5 mm’dir. Bu kalınlıkta dökülen levhalar üzerinde herhangi bir traşlama sözkonusu olmadığından, döküm işlemi sırasında levha yüzeyinde oluşan izler önemlidir. Özellikle de ripple olarak adlandırılan enine izler, malzemenin anodizasyon işleminde kullanımını engellemektedir.

Bu çalışmada TRC levhasının anodizasyona uygun hale getirilmesi için gerek döküm, gerekse de anodizasyon işlemindeki bazı parametreler değiştirilerek, bunların kaplama yüzey kalitesine etkileri incelenmiştir.

2. İKİZ MERDANE DÖKÜM TEKNİĞİ İLE ALUMİNYUM LEVHA ÜRETİMİ

Bu teknik alüminyum levha dökümünde yaklaşık 50 yıldan beri kullanılmaktadır.

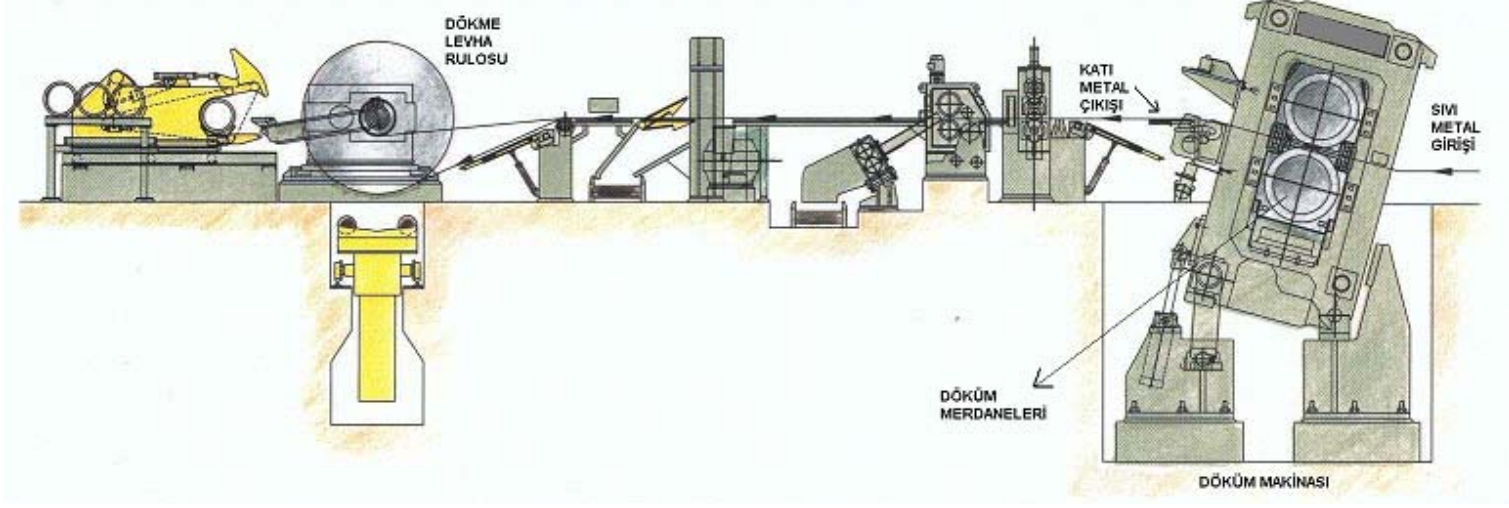
2.1 Döküm Tekniğı

TRC’de uygun kimyasal kompozisyon, sıcaklık ve seviyedeki sıvı alüminyum gerekli gaz giderme ve filtrasyon işlemleri yapıldıktan sonra, başkutuya (headbox) gelir.

Başkutunun amacı, besleme ucu ile merdaneler arasında uygun metal akışını sağlamak üzere sıvı metalin belli bir seviyede tutulmasıdır. Başkutudan besleme ucuna akan metal, buradan merdaneler arasına dağıtılır.

Alüminyum su soğutmalı merdaneler arasından geçerken katılaşarak, doğrudan soğuk haddelemeye uygun 2-5 mm levha halinde dökülür. Böylece DC’de olduğu gibi soğuk haddeleme aşamasına kadar olan 300-600 mm kalınlıkta ingot döküm, yüzey traşlama, yeniden ısıtma ve sıcak haddeleme işlemleri ortadan kaldırılmış olur.

TRC ile yatırım maliyetlerinin düşük olması yanında, enerji, sarf malzemeleri, insan gücü açılarından da tasarruf sağlanır, üretim maliyetleri düşer, rekabet gücü artar.



Şekil 2.1 TRC döküm makinası resmi

Buna karşın bazı alaşımların dökümüyle sınırlanmış olması, levha yüzey kalitesinin döküm sırasında meydana gelen birçok karakteristik döküm kusurlarından etkilenmesi de dezavantajlarındandır. [4]

İkiz merdane döküm tekniğinde döküm levha kalınlığı azaldıkça, verimlilik artmaktadır. Bunun içinde besleme ucu geriye çekilip, besleme ucu ile döküm merdane eksenindeki mesafe (setback) artırılmakta, böylece levha kalınlığını düşürüp, döküm hızı artırılmaya çalışılmaktadır. [19]

2.2 Mikroyapı

TRC tekniđi ile dökülen levhaların, katılaşma ve sıcak haddelemenin aynı anda meydana gelmesi nedeniyle karakteristik bir mikroyapısı vardır. Bu mikroyapı DC tekniğinde elde edilene göre oldukça farklıdır. Nedeni TRC’de metal katılaşma hızının diğetine göre yüksek olmasıdır.

TRC döküm levhasının alt ve üst yüzeyleri ile merkezindeki tanelerin boyutları farketmekte ve yaklaşık olarak yüzeylerde 4,5 μm olup, merkeze doğru 8,5 μm ’ye çıkmaktadır. DC dökümde ise taneler yaklaşık 5 kat daha büyüktür.

Benzer şekilde hızlı katılaşma nedeniyle intermetaliklerin boyutları da DC’ye göre %80 azalmakta, dağılımları da homojen olmayıp, özellikle merkez hattında yoğunlaşmaktadırlar.

TRC’de tane yapısının ince olması şekillendirilebilirlik ve korozyon özellikleri açısından birçok ticari üründe avantaj olmaktadır.

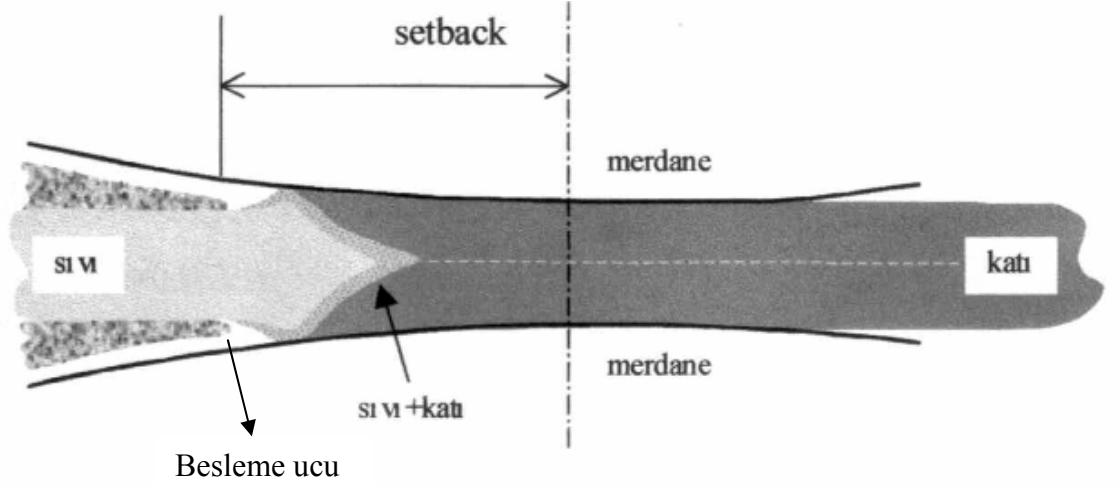
2.3 Katılaşma mekanizması

Aluminyumun katılaşması 3 aşamada gerçekleşir.

1.aşama: Sıvı metalin yüzey kısmı, döküm merdanelerine değdiği anda hızla katılaşır.

2.aşama: Katılaşan yüzey tabakasının termal büzülmesi sonucu iletkenlik düşer. Bu tabakanın merdanelerle teması kaybetmesi sonucunda yeniden ergime olur.

3.aşama: Metal merdaneler üzerine basınç uygulamaya yetecek kadar katılaştığında termal iletkenlik artar.



Şekil 2.2 Merdane aralığındaki katılaşmanın şematik gösterimi [13]

Aslında hepsi birbiriyle etkileşim halinde bulunan 2.aşamadaki yeniden ergime olayı, döküm kalınlığı, döküm hızı, setback mesafesi gibi etkenler nedeniyle levha yüzeyinde ripple olarak tabir edilen enine izler oluşmaktadır. Ripple’da TRC tekniğiyle dökülen levhaların anodizasyon işleminde yüzey görünümünü olumsuz yönde etkilediğinden, istenmemektedir.

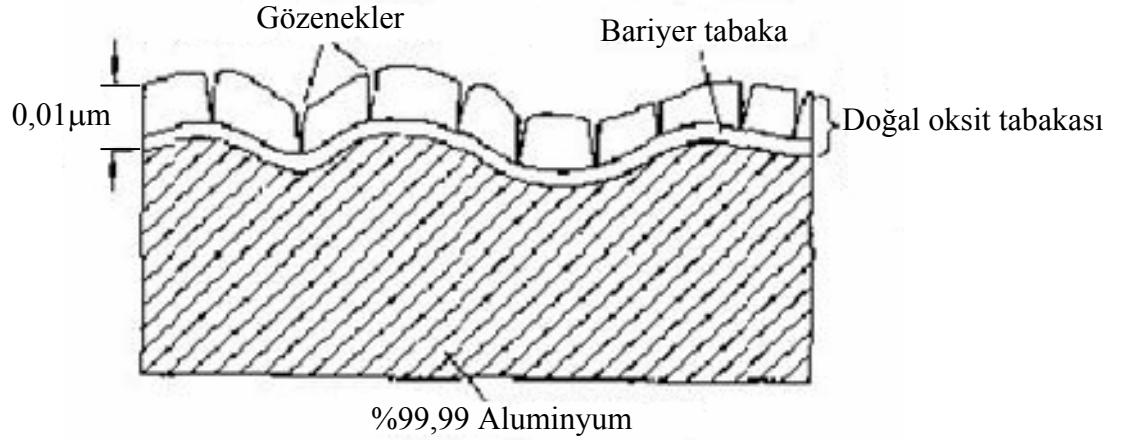
Ancak 2.aşamadaki yeniden ergimeyi ortadan kaldıracak yada azaltacak şekilde döküm parametreleri değiştirilerek, daha uygun bir katılaşma sağlanması mümkündür.

3. ALUMİNYUMUN ANODİK OKSİDASYONU

3.1 Doğal Oksit Tabakası

Aluminyumun yüzeyi havayla temas ettiği anda kendiliğinden $\sim 0,005 \mu\text{m}$ (kuru havada)- $0,01 \mu\text{m}$ (nemli ortamda) kalınlıkta oksit tabakasıyla kaplanmaktadır. Tabakada çizilme, kırılma vs. şeklinde herhangi bir bozulma olduğunda, hızla kendini yenileyerek, yüzeyi kaplamaktadır.

Doğal oksit tabakası, son derece ince ve yoğun bir bariyer tabakası ile onun üzerinde daha kalın ve gözenekli üst tabakadan oluşmaktadır. [6]



Şekil 3.1 Aluminyum üzerinde doğal oksit tabaka görünümü

İnce ve şeffaf doğal oksit tabakası, aluminyumu hafif derecedeki korozyon etkenlere karşı koruyucudur. Ancak daha iyi koruma sağlayabilmek için oksit tabakası suni olarak kalınlaştırılır ve takriben 100-2500 katına kadar çıkartılır.

Oksit tabaka kalınlığı kimyasal veya elektrolitik olarak çeşitli prosesler ile artırılabilirken, tabakanın kimyasal kompozisyon ve yapısı prosese bağlı olarak değişmektedir. Bu proseslerden biri de anodizasyondur.

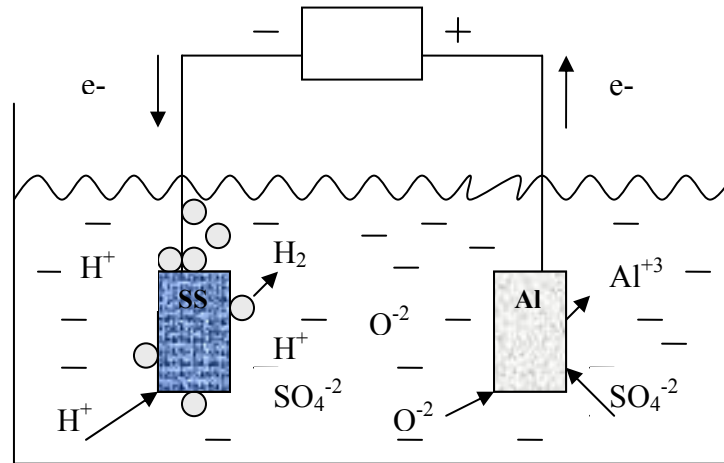
3.2 Anodizasyon

Metaller üzerinde elektrokimyasal yöntemle bir oksit filmi oluşturulması işlemidir.

Anodizasyon hücresinde işlem görecektir olan metal, doğru akım güç kaynağının pozitif ucuna (anoda) bağlanır. Kaynağın negatif ucuna (katoda) ise karbon, kurşun, nikel, paslanmaz çelik yada anodizasyon banyosu ile reaksiyona girmeyecek (inert) herhangi bir iletken bağlanır. Anodizasyon banyosundaki asidik çözelti içinden elektrik akımı geçirilmesiyle, anottan katoda doğru elektron akışı başlar ve çeşitli kimyasal reaksiyonlarla beraber metal yüzeyde ince bariyer oksit tabakası, onun üzerinde de gözenekli ve kalın oksit tabakası gelişir.

3.3 Alüminyumun anodizasyonu ve kimyasal reaksiyonları

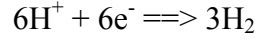
Asidik bir çözelti (elektrolit) içine daldırılan alüminyum, güç kaynağının pozitif ucuna bağlanarak anot yapılır. (Şekil 3.2)



Şekil 3.2 Alüminyum anodizasyon hücresinin şematik görünümü [10]

Elektrolitin içinden elektrik akımı geçirildiğinde, meydana gelen reaksiyonlar şöyledir:

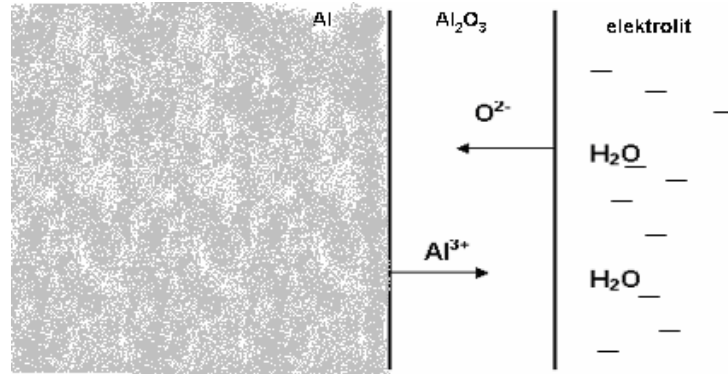
3.3.1 Katot reaksiyonları:



Katotta hidrojen gazı açığa çıkar.

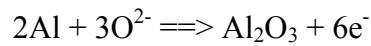
3.3.2 Anot reaksiyonları:

Metal/oksit ve oksit/elektrolit ara yüzeyinde meydana gelir. (Şekil 3.3)



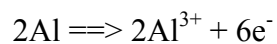
Şekil 3.3 Oksit tabakasından iyon geçişinin şematik görünümü [9]

Metal/oksit arayüzeyinde:

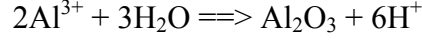


Oksijen anyonları metal/oksit arayüzeyinden içeriye doğru girerek, alüminyumla reaksiyona girer ve oksit oluştururlar.

Poroz filmin oluşumu süresince, alüminyum elektrolit içinde çözünüyor;



Oksit/elektrolit arayüzeyinde:



Aluminyum katyonları anottan dışarı doğru hareket ederek, oksit/elektrolit arayüzeyinde suyla reaksiyona girer ve yüzeyde oksit oluştururlar.

- Reaksiyon ürünleri elektrolit içinde çözünmüyorsa;

Anot üzerinde çok sıkı yapışan yalıtkan bir tabaka oluşur. (bariyer tabaka) Akım anoda ulaşıncaya dek tabaka gelişmeye devam eder. Bu şekilde oluşan film oldukça incedir.

- Reaksiyon ürünleri elektrolitte az çözünüyorsa;

Anot üzerinde yine sıkı yapışan yalıtkan bariyer tabaka oluşur, ancak akım anoda ulaştığında alüminyum elektron vererek yükseltgenir ve tabakada bölgesel çözünmeler meydana gelir. Bölgesel çözünmeler, akımın metale sürekli olarak girişini sağlayan mikro gözenekleri meydana gelir.

Tabakanın kalınlığı, gelişim hızı çözünme hızına eşit oluncaya kadar artar. Hızlar eşitlendiğinde belli bir kalınlık elde edilmiş olur.

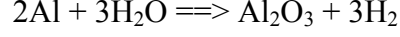
Kaplama tabakasının gelişim hızı; akım yoğunluğunun artması, banyo konsantrasyon ve sıcaklığının azalması, alaşım homojenitesinin artması, iyi karıştırma ile artar. Sıcaklığın artması, heterojen fazların mevcudiyeti gibi tersi durumlarda ise çözünme hızı artar, tabaka kalınlığı azalır.

Ulaşılabilecek max film kalınlığı elektrolitin cinsine, oksidi çözme kabiliyetine, operasyon parametrelerine bağlıdır. Bu faktörler aynı zamanda oluşan kaplama özelliklerini de belirler.

- Reaksiyon ürünleri elektrolitte çözünüyorsa;

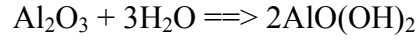
Çözelti doygunluğa ulaşıncaya kadar metal çözünür. Bu durum özellikle çok güçlü inorganik asit yada bazlar kullanılırsa olur. [20]

3.3.3 Toplam reaksiyon:



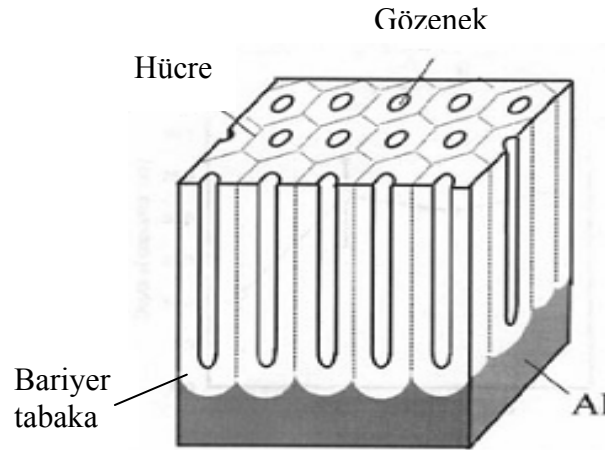
3.3.4 Tesbit işlem reaksiyonu:

Bu işlemle parça 96°C üzerindeki saf su içinde bekletilerek, kaplamadaki mikroskopik gözenekler içine suyun girmesi ve bohmit tipi oksit kristalleri oluşarak gözeneklerin kapanması sağlanır. Aksi halde tabakanın dış etkilere dayanıklılığı azalır.



3.4 Anodik oksidasyon tabakasının yapısı

Anodik oksit tabakası Şekil 3.4'te de görüldüğü gibi, metal üzerinde meydana gelen çok ince, gözeneksiz bariyer tabaka ve onun üzerinde gelişen daha kalın, gözenekli bir yapıdır. [15] Yapıyı meydana getiren hücreler, etrafı oksit duvarıyla çevrili gözenekler şeklindedir.



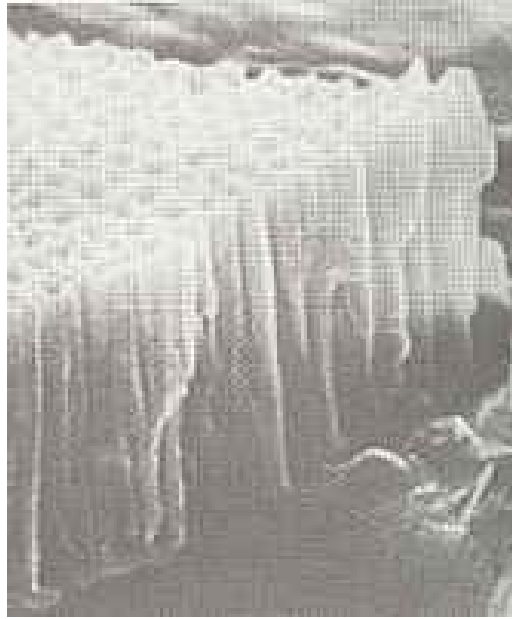
Şekil 3.4 İdeal bir anodik oksit tabakasının hücre yapı görünümü [9]

3.5 Bariyer tabaka

Bariyer tabaka kalınlığı kullanılan elektrolitin cinsine ve anodizasyon şartlarına bağılı olarak, toplam tabaka kalınlığının %0,1-2,0'si arasında değişebilmektedir.

Örneğin normal anodizasyonda 1-25 μm 'luk oksit tabakasının altında 100-150 $^{\circ}\text{A}$ bariyer tabaka varken; bariyer film anodizasyonunda 1-3 μm 'luk oksit tabakasının altında 300-400 $^{\circ}\text{A}$; sert anodizasyonda ise 150-200 μm 'luk oksit tabakasının altında 150-300 $^{\circ}\text{A}$ bariyer tabaka oluşmaktadır.

Bariyer tabaka gözeneksizdir. Ancak kalınlığına veya tabaka yapısındaki kusurlara bağılı olarak akımı geçirebilir. Bariyer tabakanın üzerinde gelişen kısım ise mikrogözeneklere sahip olup, sütunsu bir yapıda gelişmektedir.



Şekil 3.5 Anodik tabaka SEM görüntüsü [6]

Bariyer tabaka kalınlığı, 20 $^{\circ}\text{C}$ 'de %15'lik sülfirik asit elektroliti içinde yapılan anodizasyonda, ~ 4,5 saniyede maksimum değerine ulaşacak şekilde hızla artar. Bu aşamada elektrolitin çözme hızı, tabakanın gelişme hızını geçer. ~25 sn sonunda kalınlıktaki dalgalanmalar sona erer ve anodizasyonun kalan süresi boyunca bariyer tabaka kalınlığında değişme olmaz. [20]

Yine %15'lik sülfirik asit elektroliti içinde 10 °C'de yapılan anodizasyon işleminde; bariyer tabaka kalınlığı volt başına 10 °A, gözenek çapı volt başına 8 °A, hücre duvarı ise 120 °A olmaktadır.

3.6 Hücre ve gözenekler

Tabakanın gözenekliliği elektrolit cinsi ve anodizasyon şartlarına bağlı olarak çözünme hızı, film gelişim hızı ve şartları ile birlikte değişir.

Hücre büyüklüğü ile voltaj arasında da doğrudan ilişki vardır. Voltaj arttıkça hücre büyüklüğü artmakta, birim alandaki hücre sayısı azalmaktadır. Hücre büyüklüğü ~0,050-0,300 µm kadardır.

Fischer ve Kurz, elektron mikroskopuyla yaptıkları incelemelerde sülfirik asit elektrolitinde yapılan anodizasyonda, 1 µm²'de gözenek çapı 0,015 µm olan ~800 gözenek bulunduğunu ve gözenekliliğin %13,4 olduğunu tesbit etmiştir. [20]

Gözeneklerin sayısı ve büyüklüğü; aşınma dayanımı, korozyon, boyama kolaylığı, tesbit yada fiksaj verimliliğine etkileri açısından önemlidir.

Toplam gözenek hacmi de aşağıdaki formüle göre hesaplanabilmektedir.

$$V = 78,5 \frac{p^2}{c^2}$$

V: Toplam gözenek hacmi, %
p: gözenek çapı
c: hücre büyüklüğü

3.7 Anodik kaplamanın avantajları

Metalin korozyon dayanımı, aşınma dayanımı, sertlik, görünüm gibi bazı yüzey özelliklerinde iyileşme sağlar.

Gözenekli oksit tabakası içine organik boyar maddeler doldurulup, fikslenerek renklendirme yapılabilir. Böylece dekoratif özelliklerin istendiği yerlerde kullanılabilir. Ayrıca UV ışınlarına karşı dayanıklı olduğundan dış ortamlarda renk dayanımı yüksektir.

Estetik olarak çeşitli renk ve parlaklıkta anodizasyon yapılabilmeyle beraber, alüminyum metalini kendi görünümünde anodize etmekte mümkündür.

Anodizasyon tabakası kimyasal olarak kararlıdır, bozulmaz, toksik değildir.
[11]

3.8 Uygulama alanları

- Binalarda: Perde duvar ve çatılar, havalandırma, tente, toz tutucular, cam çerçeveleri, posta kutuları, banyo aksesuarları, elektrik düğmeleri, yangın söndürücüler
- Mutfak eşyası ve beyaz eşyada: Buzdolabı, kurutucu, kahve makinası, televizyon, mikrodalga fırın
- Gıda endüstrisinde: Izgara, tava, göstergeler
- Ev ve ofislerde: Masa, yatak, dosya, saklama kutuları, fotoğraf çerçeveleri, telefon, elektronik ürünler, saat
- Hobi malzemelerinde: Tekne, fotoğraf makinaları, kampçılık ve balıkçılık malzemeleri
- İç dekorasyonda: Mobilyalar [11]

3.9 Anodizasyon ön işlemleri (yüzey hazırlama)

3.9.1 Mekanik ön işlemler

3.9.1.1 Polisaj

Parlak görünlü anodize tabaka elde etmek için, anodizasyon öncesi polisaj yapılmaktadır. Bunun için malzeme yüzeyi özel bir cila ve bezle parlatılır.

Parlatma, otomatik veya el polisaj makinalarında yapılır. Yüzeye uygun polisaj fırçası seçildikten sonra, kullanılacak cilanın akıcılığı da gözönünde tutularak, yüzeye uygulanacak baskı ayarlanır. Daha sonra belli sayıda fırçalama yapılır.

Metalin başka yüzeylerine de polisaj yapılması gerekiyorsa, hem malzemeleri çevirirken, hem de yükleme, yerleştirme aşamalarında birbirlerine değmemelerine çok dikkat edilmelidir.

3.9.1.2 Zımpara ve satine

Yüzey kalitesi bozuk olan malzemelerin kullanılabilmesi için yapılır. Malzeme kaplama sonrası zımpara veya satine desenli olur. [1]

Satine işleminde daire şeklinde ve paslanmaz çelik tel fırçalar, zımpara işleminde ise bant zımpara kullanılır. Her iki işlemde de baskı ayarı çok önemlidir.

3.9.2 Kimyasal ön işlemler

Her kimyasal işlem banyosundan sonra durulama banyosu vardır. Kimyasal işlemlerden sonra malzemenin süzülmesi ve dolayısıyla da banyolara kirlilik taşınmaması açılarından özen gösterilmesi önemlidir.

3.9.2.1 Yağ alma

Asidik yada alkali yağ alma kimyasalları ile, kimyasal için önerilen çalışma şartlarında (konsantrasyon, sıcaklık, süre) yapılır.

Ayrıca organik çözücüler ile yada elektrolitik olarak temizlemek de mümkündür.

Yağ alma banyolarında sıcaklık çok önemlidir. Eğer gereğinden fazla ise hem kullanılan banyonun bozulması, hem de levha yüzeyinde dağlanmaya neden olması açılarından sorun yaratabilmektedir.

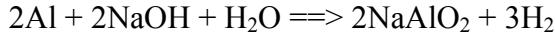
3.9.2.2 Aşındırma

Asidik yada alkali aşındırıcılar kullanılır. Banyonun kostik (NaOH) ve alüminyum konsantrasyonu çok önemlidir. Kostik konsantrasyonu ve sıcaklık düşükse, yeterli aşındırma olmaz. Ters durumda ve alüminyum konsantrasyonu da

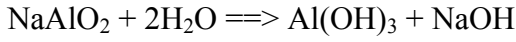
düşükse, aşırı derecede dağlanma nedeniyle yüzeyde istenmeyen lekeler, kraterler oluşur.

Aşındırma işleminde meydana gelen kimyasal reaksiyonlar:

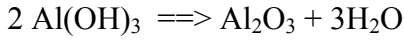
Aluminyumun erimesi



Aluminyum hidroksit olarak çökmesi



Sert ve yapışkan aluminyum oksite dönüşmesi



Aşındırma banyoları 1 kez hazırlandıktan sonra, devamlı konsantrasyon takibi ile ve yalnızca eksildikçe ilaveler yapılmak suretiyle kullanılmaya devam edilir.

Banyo sıcaklığının 30 °C altına düşmemesi sağlanmalıdır. Aksi halde çökelme meydana gelir. Bu durumda dipte biriken çökeleğin atılıp, kalan sıvı konsantrasyonunun yeniden ayarlanması gerekir.

3.9.2.3 Deoksidasyon

Genellikle az miktarda florik asit ilave edilmiş nitrik asit çözeltisi kullanılır. Deoksidasyon, aşındırma işlemi sırasında malzeme yüzeyinde meydana gelen siyah renkli artıkların (Cu, Si, Mn hidroksitleri) giderilmesi için yapılır.

3.9.3 Anodizasyon tabakası sökme banyosu

Anodizasyon işlemi sırasında bir sorun oluşması veya başka nedenlerle hatalı bir yüzey meydana gelmesi durumunda, malzemeyi yeniden kullanabilmek için yüzeydeki oksit tabakası sökülür. Bunun için %6-12'lik sodyum hidroksit çözeltisi kullanılır.

3.10 Anodizasyon proses şartları

Proses tipi	: Sülfirik asit
Elektrolit bileşimi	: %15-20 H_2SO_4
Akım, A/dm^2	: dc 1-2
Voltaj, V	: 14-22
Sıcaklık, °C	: 18-25
Kaplama süresi, dak	: 10-60
Oksit tabaka rengi	: transparan, renksiz
Bariyer tabaka kalınlığı, °A	: 100-150
Kaplama kalınlığı, μm	: 3-35
Kaplama tabakasının yapısı ve bileşimi	: %60-80 amorf Al_2O_3 %18-20 $Al_2(SO_4)_3$
Uygulama alanı	: Sert, koruyucu kaplamalar, boya için çok uygun. Maksimum korozyon dayanımı için fikse edilir. Ek yeri olan uygulamalarda kullanılmaz. [20]

3.11 Kaplama kalınlığı ve uygulama yerleri

Anodik oksit kaplama kalınlıkları BS 1615:1972’de 7 sınıfa ayrılmıştır. Bunlar:

Sınıf	Min. ort. kalınlık, μm	Uygulama yerleri
AA25	25	Agresif ortamlarda, dış ortamlardaki mimari uygulamalarda
AA20	20	
AA15	15	Sıkça temizlendiği takdirde dış ortamlardaki mimari uygulamalarda, ağır iç ortam şartlarında
AA10	10	Çok sık temizlendiği takdirde bazı özel dış ortam uygulamalarında, iç ortamlarda
AA5	5	
AA3	3	Reflektörlerde ve boya altı olarak.
AA1	1	

3.12 Anodizasyona etki eden faktörler

3.12.1 Alaşım

Anodizasyona uygun alüminyum alaşımları ve özellikleri Ek 1’de verilmiştir.

3.12.2 Alaşım elementlerinin etkisi

Sülfirik asit elektrolitiyle yapılan anodizasyon işlemlerinde, %99,99 saflıkta alüminyum kullanıldığında, kaplama tamamen şeffaf ve renksiz olur. Yine de parlatma ve dağlama sonrası mikroskobik inceleme yapılırsa, çok az miktardaki genellikle de demir, silis gibi safsızlıkların AlFeSi intermetalikleri şeklinde tane sınırlarında yerleştiği görülür.

Alaşım elementleri görünümü parlaklık açısından etkiler. Örneğin magnezyum yada magnezyum-silis ve az miktarda bakır veya çinko içeren, homojen katı çözelti

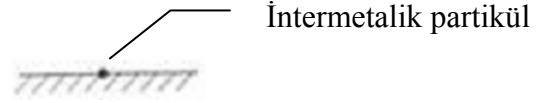
halindeki yüksek saflıkta alüminyum alaşımlarda parlak ve şeffaf bir tabaka elde edilir.

Alaşımdaki safsızlıklar arttıkça, tabaka da matlaşmaya başlar. Nedeni okside dönüşmeyip, kaplama tabakası içinde hapsolan intermetaliklerin artmasıdır. Bunlar anodizasyon işleminden sonra ışığı absorbe etmesi ve saçmasına bağlı olarak, grileşmeye neden olurlar. Örneğin silisyum grimtrak bir tabaka oluştururken, mangan, demir, bakır fazlalığında donuk oksit tabakası oluşur. [3]

3.12.3 İntermetaliklerin etkisi

İntermetaliklerin varlığı, anodizasyon sırasında bu noktalarda akımın geçişine karşı bir direnç yaratarak, işlemi olumsuz yönde etkilemektedir. Bu noktalar oksitlenmediği için de oksitlenen bölgeyle arasında ışığı yansıtması açılarından fark oluşur. Dolayısıyla da intermetalik partiküllerin varlığına, boyut ve miktarlarına bağlı olarak parlaklık azalır.

Cooke[5] intermetaliklerin anodizasyon işlemi sırasındaki davranışını şöyle açıklamıştır:



- İntermetaliklerin çevresindeki alüminyum anodize olur ve intermetalikğin altında karakteristik bir tepecik oluşur.



- Anodizasyon devam ederken eğer intermetalik elektrolit içinde çözünmüyorsa partikülün altında bir boşluk oluşabilir.



- Daha sonra boşluk yavaş yavaş dolar ve intermetalik partikül oksit tabakası içinde hapsolür.



3.12.4 Yüzey özelliklerinin etkisi

3.12.4.1 Ripple

Hadde yönüne dik ve levha eni boyunca devam eden kesikli çizgilerdir. Bu görünümün nedeni döküm merdane aralığında veya girişinde meydana gelen düşey yöndeki salınım hareketidir. [17]



Şekil 3.6 Ripple görünümü

3.12.5 Anodizasyon banyo parametrelerinin etkileri

3.12.5.1 Banyo asit konsantrasyonu

Anodizasyon banyosunun asit konsantrasyonu ile iletkenliği arasında bir ilişki vardır. Örneğin sülfirik asit banyosu için iletkenliğin en yüksek olduğu konsantrasyon değeri 300-350 g/l'dir.

İletkenliğin en yüksek olduğu konsantrasyonda direnç en düşük olacağından, akım yoğunluğu ihtiyacı azalacak, dolayısıyla da enerji tüketimi azalacaktır.

Anodizasyon için en uygun asit konsantrasyonunun 150-250 g/l arasında olduğu ifade edilmektedir. [3]

3.12.5.2 Voltaj

Voltaj ile anodik oksit tabakasındaki gözenek boyut ve miktarları arasında bir ilişki bulunmaktadır. Örneğin voltaj arttıkça gözenekler büyürken, sayıları azalır yada voltaj azalınca gözenekler küçülüp, sayıları artar.

Voltajın artması durumunda gözenek sayıları azaldığından, daha yoğun ve sürekli bir oksit tabakası elde edilir. Tabakanın sertliği artar, rengi donuklaşır.

Ayrıca voltajın artması banyo sıcaklığını da artıracığından, soğutma yapmak gerekir. Bu da enerji tüketimine yolaçar.

3.12.5.3 Akım Yoğunluğu

Akım yoğunluğu düşükse ($\sim 1 \text{ A/dm}^2$) oksit tabaka parlaklığı yüksektir. Fakat anodizasyon reaksiyon hızı düşer.

Akım yoğunluğu arttıkça oksit tabaka oluşum hızı artar. Ancak sertliğin azalması riski vardır.

Akım yoğunluğu arttıkça oksit tabakası ile elektrolit arayüzeyinde ısı oluşumu artar. Banyo karıştırma ihtiyacı artar.

3.12.5.4 Banyo Sıcaklığı

Banyo sıcaklığının artması, oksit tabaka kalınlığının azalmasına neden olur. Bu nedenle anodizasyon işlemi boyunca oluşan ısıyı ortamdan uzaklaştırmak için soğutma yapılmalıdır.

3.12.5.5 Banyo Karıştırma

Karıştırma ile akım yoğunluğu ters orantılıdır. Belli konsantrasyon ve sıcaklıktaki elektrolit içinde belli bir voltaj değerinde yapılan anodizasyonda, banyonun karıştırılmadığı duruma kıyasla, karıştırıldığı zaman akım yoğunluğunda azalma olur.

Karıştırma, debisi bir akışölçer ile ayarlanabilen havayla yapılmaktadır. Aksi halde kontrolsüz olur, bu da film kalınlığında farklılıklara neden olabilir.

3.12.5.6 Banyo Aluminyum İçeriği

Akım yoğunluğunu düşürür. Banyo aluminyum içeriğinin 5-15 g/L arasında olması en uygundur. Zira 5 g/L'nin altında ise voltaj artıp, oksit tabakasında yanma olur. 15 g/L'den daha fazlaysa da banyonun iletkenliğini azaltacağından, akım yoğunluğu düşer ve donuk bir oksit tabakası elde edilir.

Banyonun aluminyum konsantrasyonu düzenli analizler ile takip edilip, limitin üzerine çıktığında katyon değiştirici kolonlar kullanarak banyodan uzaklaştırılmalıdır.

3.12.5.7 Banyo Kirliliği

Demir, anodizasyon tabaka parlaklığının ve sertliğinin azalmasına neden olur. Bu nedenle 50 ppm üzerine çıkmasına müsaade edilmemelidir.

Mangan da demirle aynı derecede olmasa da benzer etki gösterir.

Bakır ve nikel miktarı 100 ppm'in üzerinde ise, anodizasyon tabakasının korozyon direncini düşürür. Ayrıca parlaklığı da azaltır.

Klorür anodizasyon tabakasında oyuklanmaya neden olur.

4. DENEYSEL ÇALIŞMA

4.1 Malzemeler

İkiz merdane (TRC) ve doğrudan soğutmalı (DC) döküm teknikleriyle üretilmiş 1050 alaşım döküm levhaları kullanılmıştır.

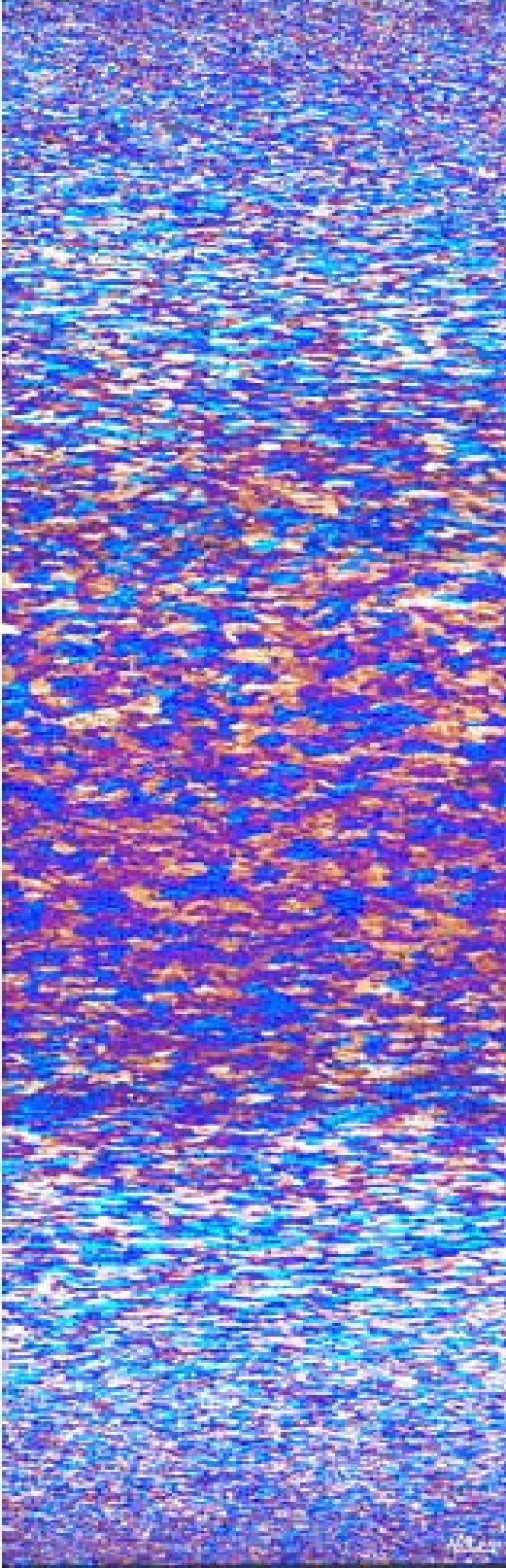
Özellik	TRC	DC
Alaşım	1050	1050
Kompozisyon, %		
Si	0,130	0,269
Fe	0,269	0,356
Cu	0,011	0,003
Mn	0,004	0,010
Mg	0,011	0,012
Kalınlık, mm	5	4

4.1.1 Malzeme kesit inceleme

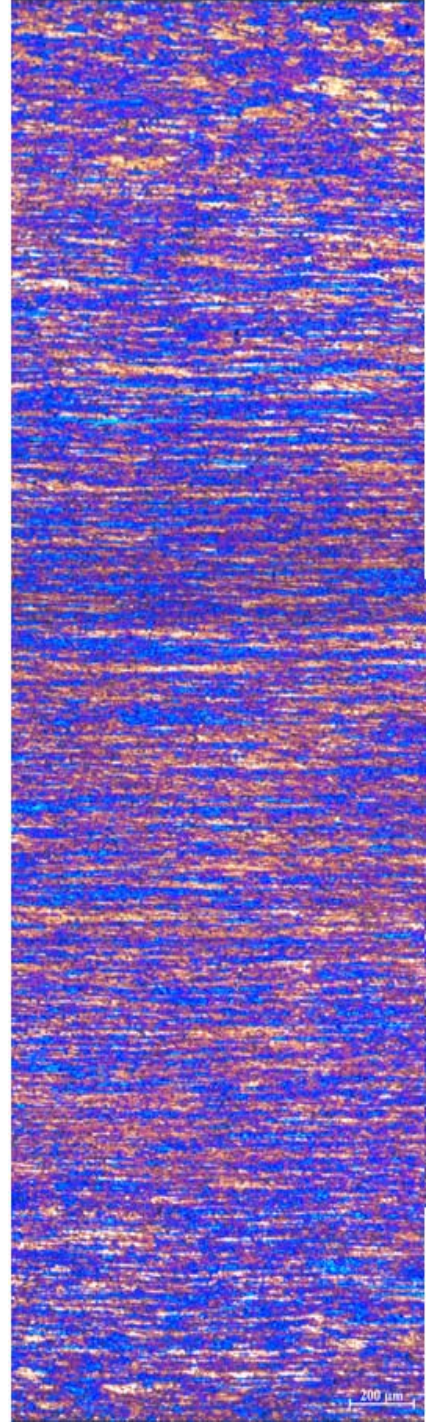
Döküm levha kesitleri parlatılıp, elektrolitik olarak dağlandıktan sonra Zeiss AxioCam MRc5 model optik mikroskopla incelenmiştir. 50 büyütmede çekilen fotoğraflar Şekil 4.1’de görülmektedir.

Tane boyut farklılığını daha detaylı olarak görebilmek için 200 büyütmede çekilen yüzey ve merkez fotoğrafları da Şekil 4.2 ‘de verilmiştir.

a)

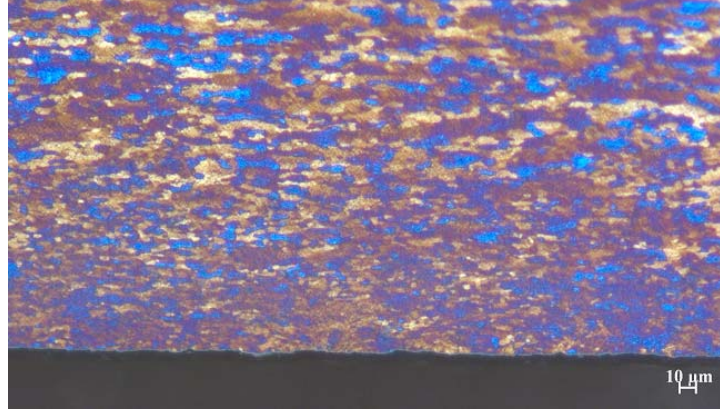


b)

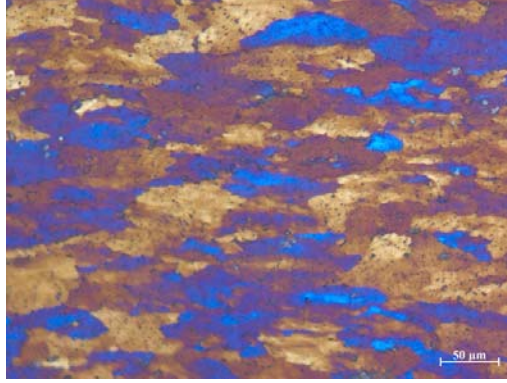


Şekil 4.1 a)TRC ve b)DC döküm levha kesit görünüşleri, OM 50x büyütme

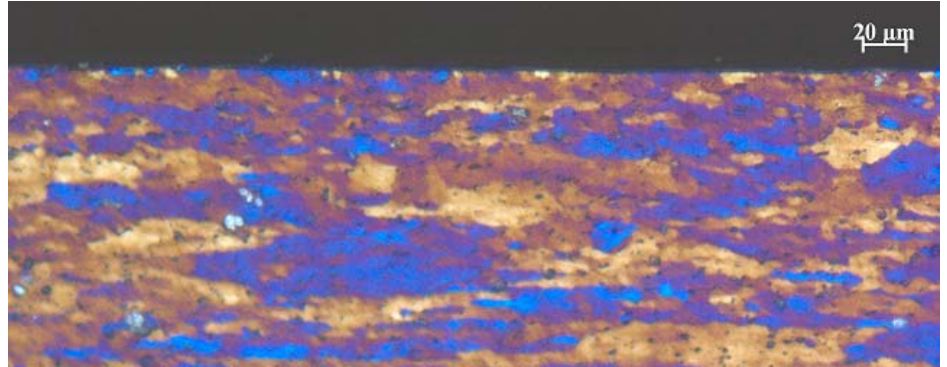
a) Üst yüzey



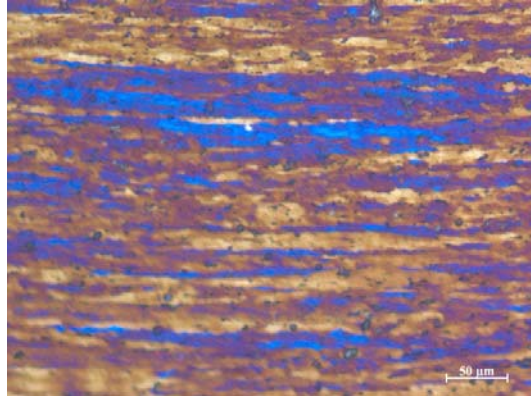
Merkez



b) Üst yüzey



Merkez



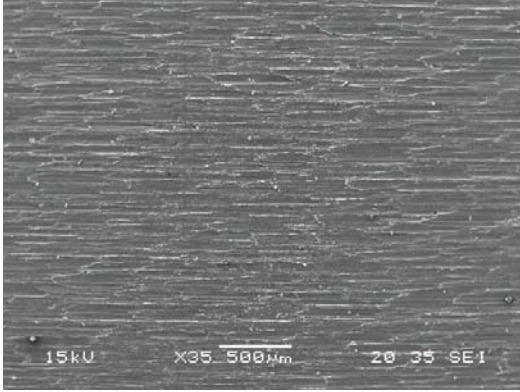
Şekil 4.2

a)TRC ve b)DC döküm levha tane boyutları, OM 200x büyütme

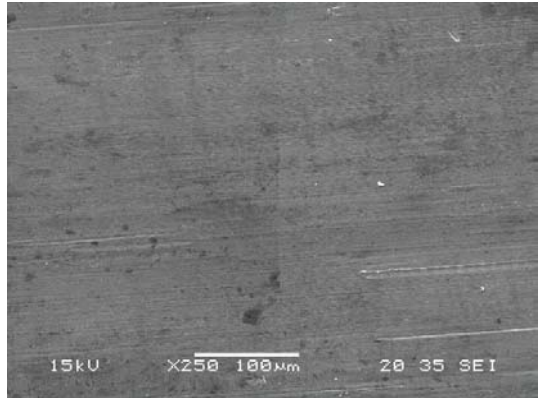
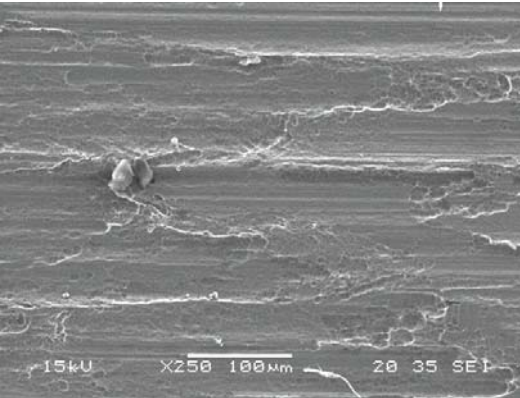
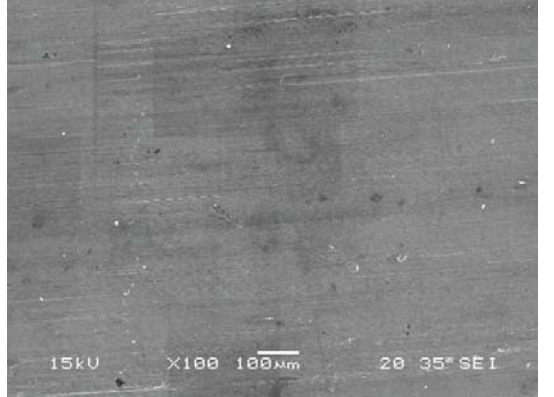
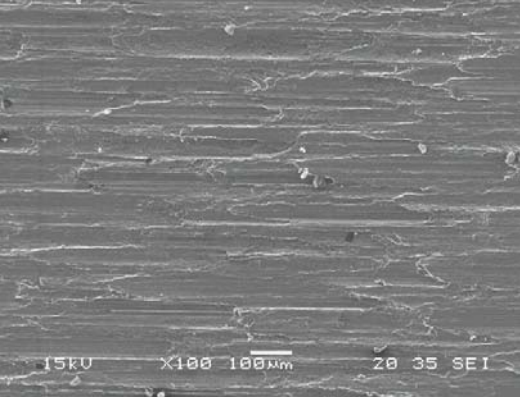
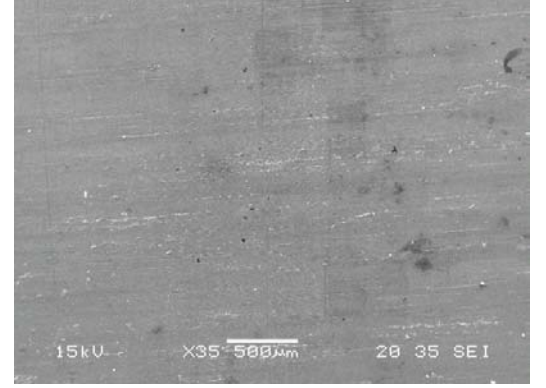
4.1.2 Malzeme yüzey inceleme

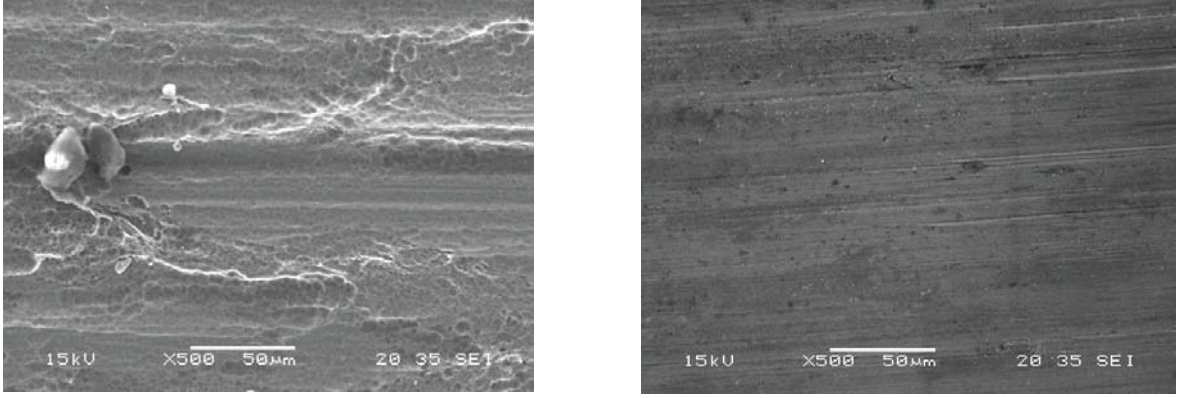
Döküm levha yüzeyleri doğrudan Jeol JSM 5600 model taramalı elektron mikroskopunda farklı büyütmelerde incelenmiştir. Çekilen fotoğraflar Şekil 4.3'te görülmektedir.

a)



b)





Şekil 4.3 a)TRC ve b)DC döküm levha yüzey görünümleri, SEM 35x-100x-250x-500x büyütmelemlerde

4.1.3 Haddelenme sonrası malzeme kesit ve yüzey incelemeleri

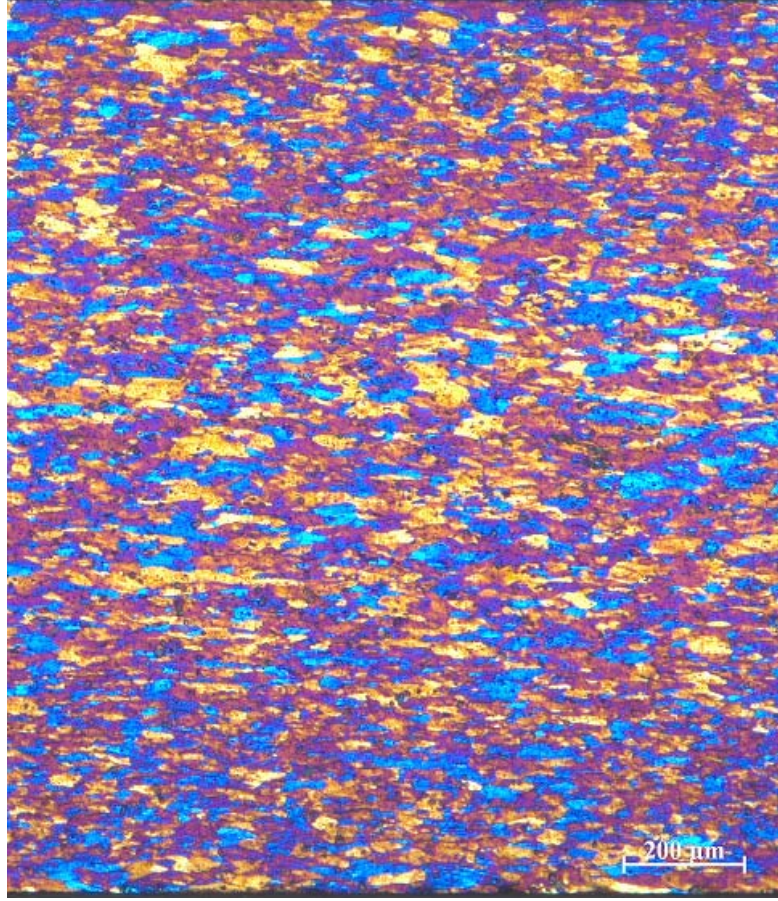
Haddelenmiş levha kesitleri parlatılıp, elektrolitik olarak dağlandıktan sonra Zeiss AxioCam MRc5 model optik mikroskopla incelenmiştir. 50 büyütmede çekilen fotoğraflar Şekil 4.4'te görülmektedir.

Tane boyut farklılığını daha detaylı olarak görebilmek için 200 büyütmede çekilen yüzey ve merkez fotoğrafları da Şekil 4.5'te verilmiştir.

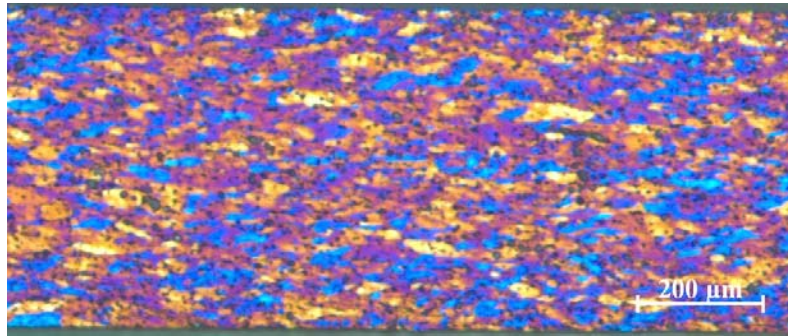
Haddelenmiş levha yüzeyleri ise doğrudan Jeol JSM 5600 model taramalı elektron mikroskopunda farklı büyütmelemlerde incelenmiştir. Çekilen fotoğraflar Şekil 4,6'da görülmektedir.

Özellik	TRC	DC
Alaşım	1050	1050
Kondisyon	H14	H14
Kalınlık, mm	1,5	0,5

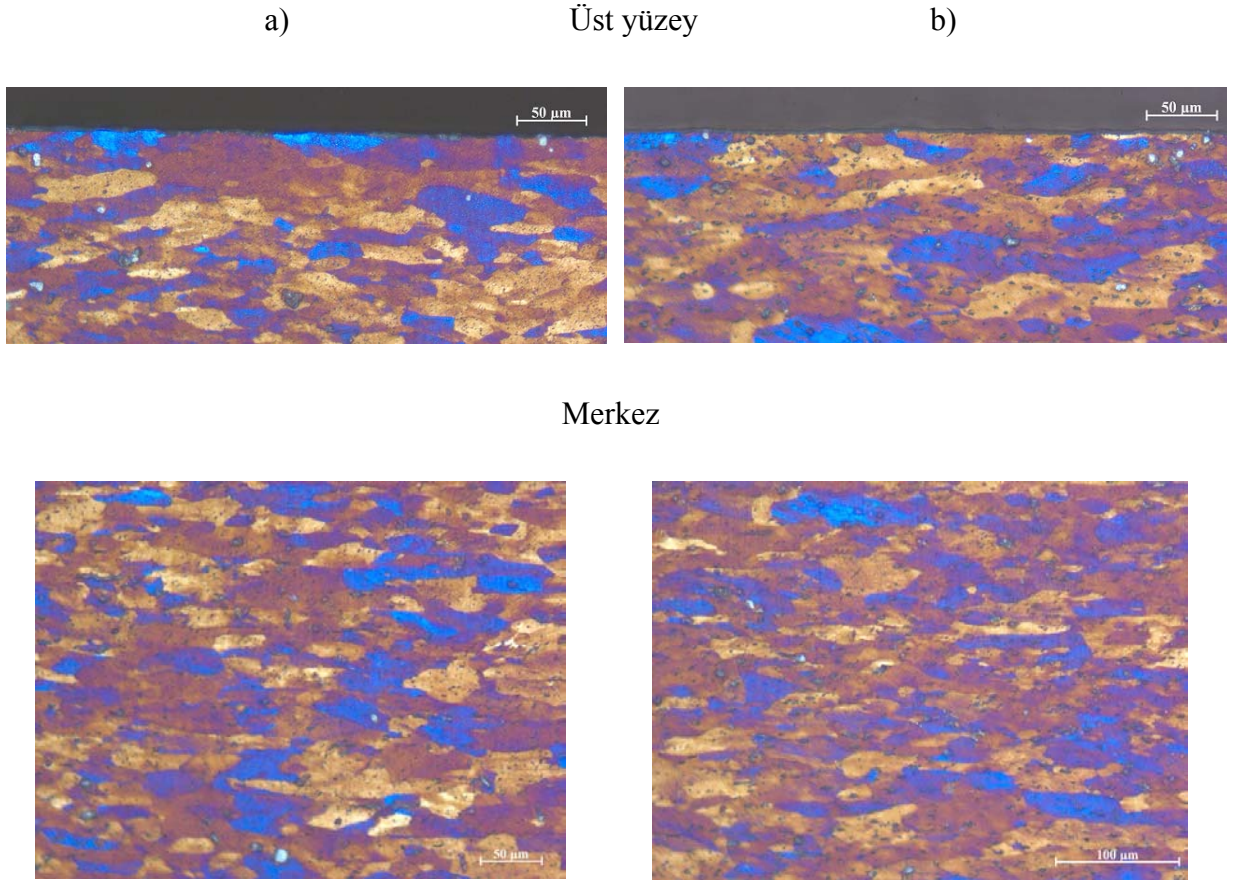
a)



b)

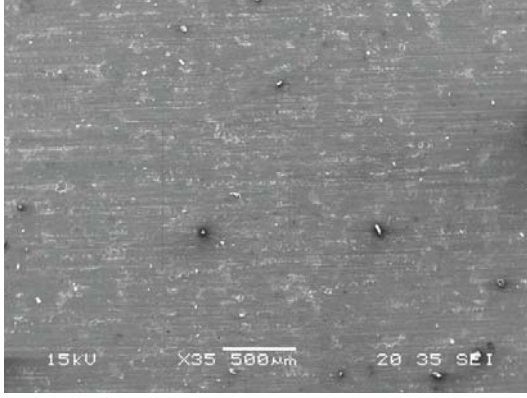


Şekil 4.4 a) TRC ve b)DC haddelenmiş levha kesit görünümleri, OM 50x büyütme

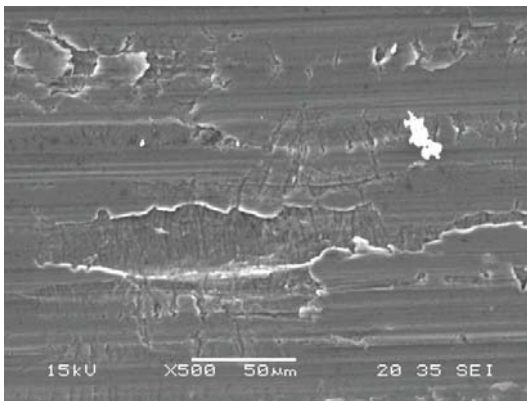
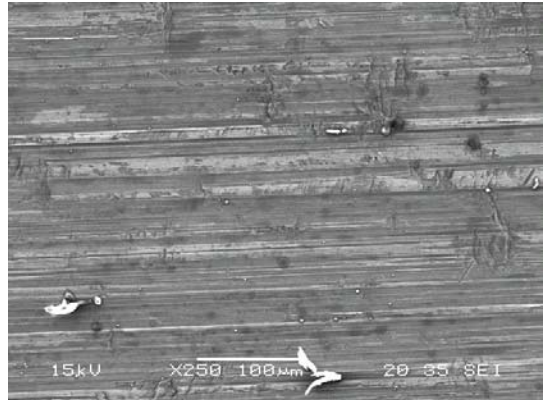
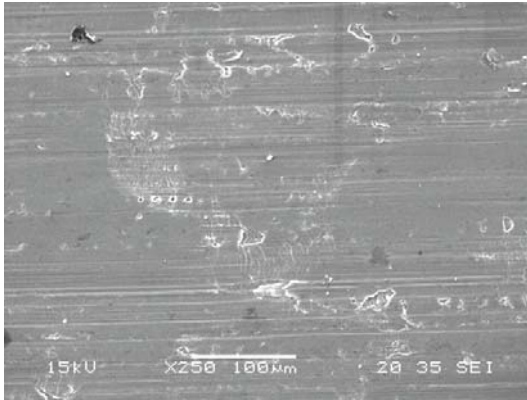
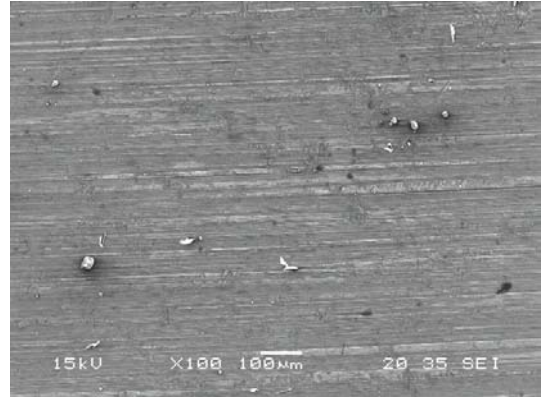
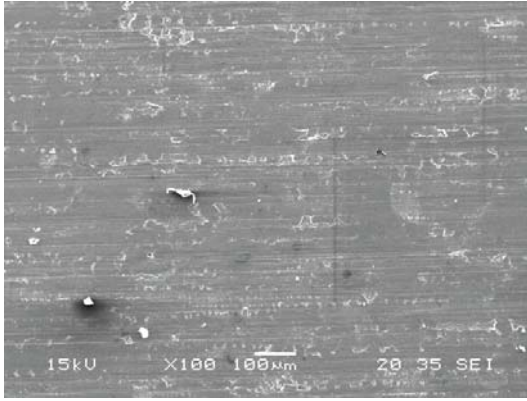
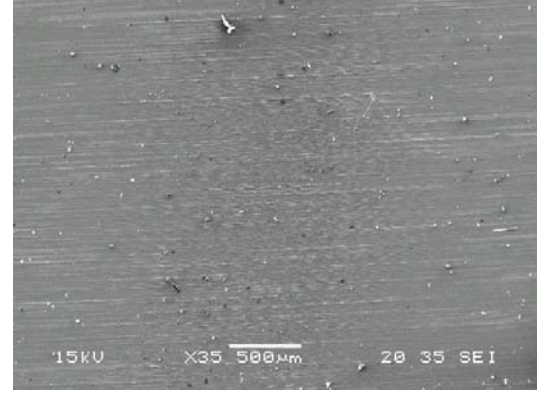


Şekil 4.5 a) TRC ve b)DC haddelenmiş levha tane boyutları, OM 200x büyütme

a)



b)



Şekil 4.6 a)TRC b)DC haddelenmiş levha yüzey görünümleri, SEM 35x-100x-250x-500x büyüttmelerde

4.2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

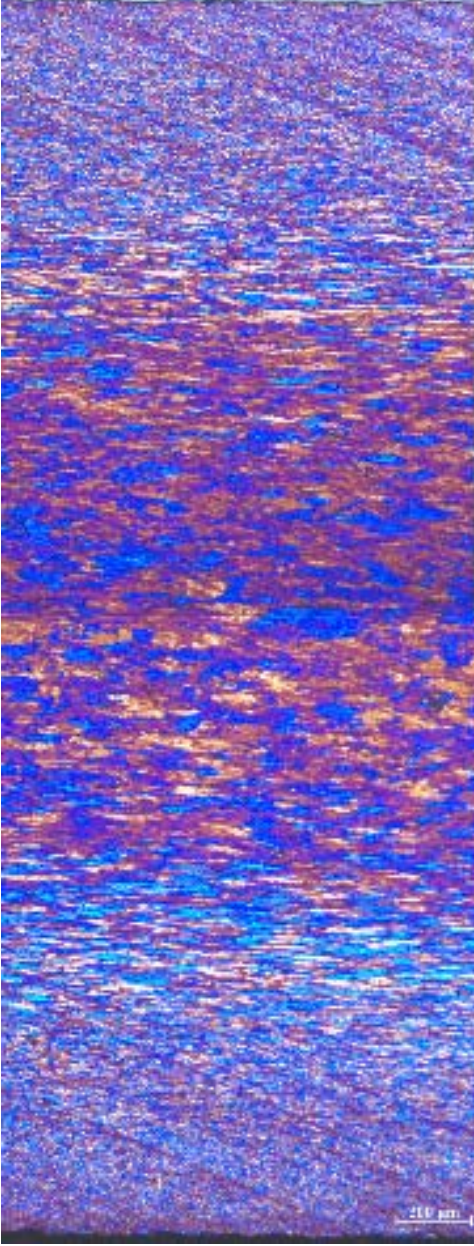
4.2.1 Döküm parametrelerinin optimizasyonu ile levha yüzey kalitesinin artırılması

İkiz merdane tekniği ile dökümde ripple'ı önlemek için; döküm hızı, döküm kalınlığı, set-back, katılma sırasında meydana gelen sıcak hadde ezme oranı, vb. döküm parametrelerinde bazı değişiklikler yapılmıştır.

Özel olarak bu şartlarda dökülen 1 bobinde yüzey kalitesi incelenmiştir.

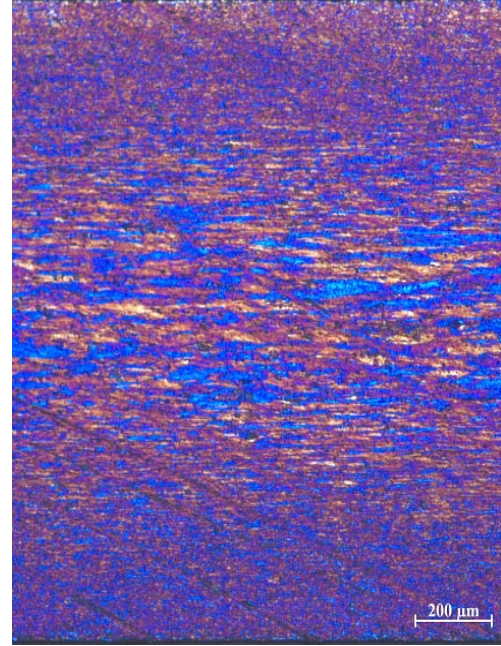
Özellikler	TRC levha Çalışma sonrası, çıplak
Alaşım	1050
Kondisyon	H24
Kompozisyon, %	
Si	0,123
Fe	0,270
Cu	0,016
Mn	0,003
Mg	0,002
Döküm kalınlığı, mm	3,45
Nihai kalınlık, mm	1,5

a)



a)

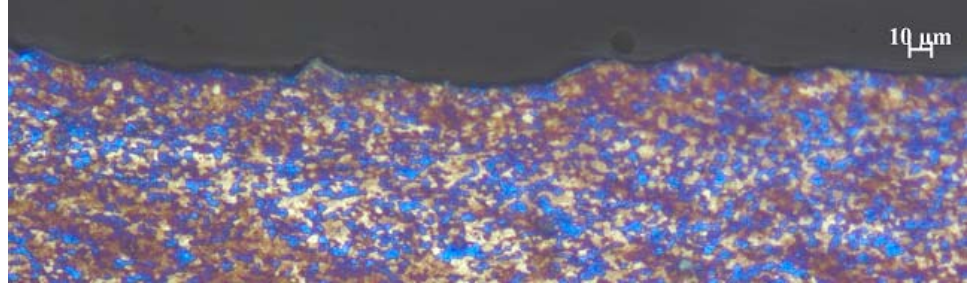
b)



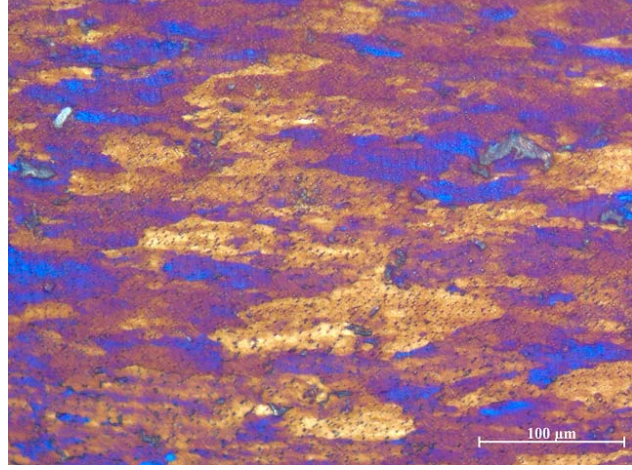
b)

Şekil 4.7 İyileştirme sonrası a)döküm ve b)haddelenmiş levha kesit görünümleri, OM 50x büyütmede

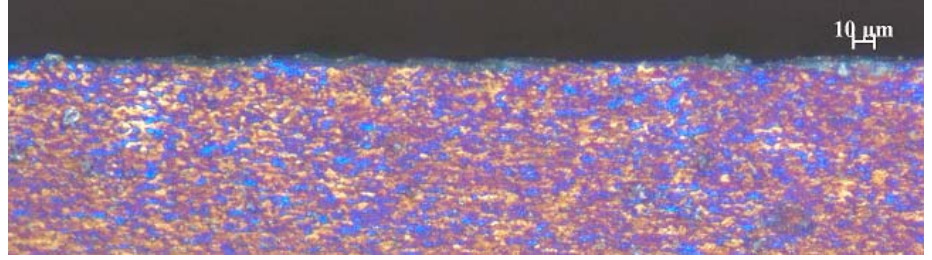
a) Üst yüzey



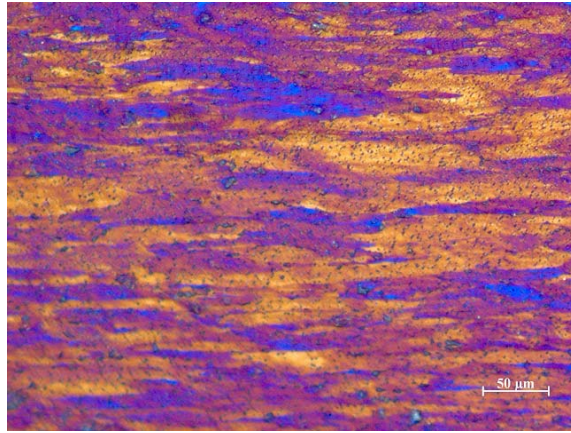
Merkez



b) Üst yüzey

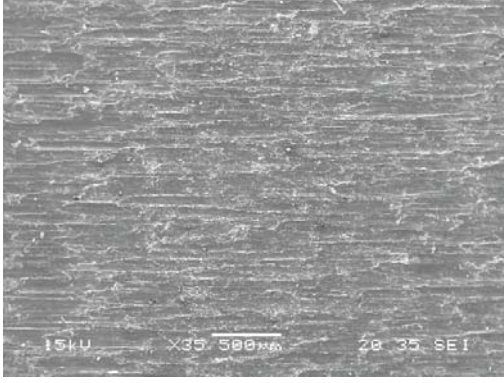


Merkez

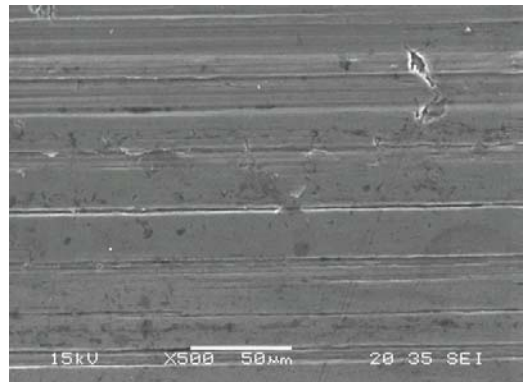
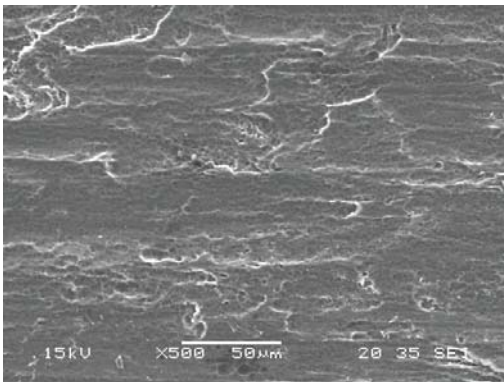
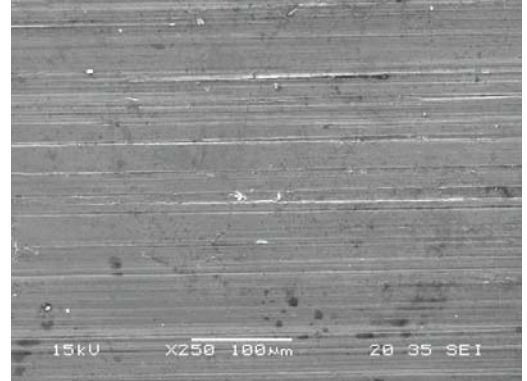
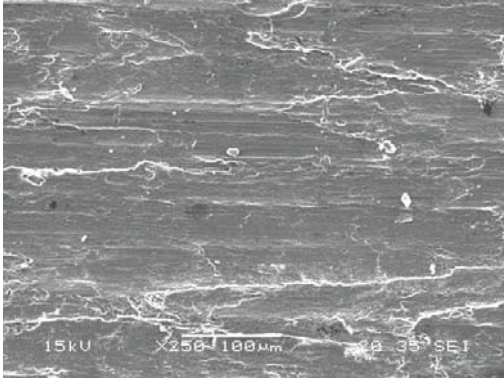
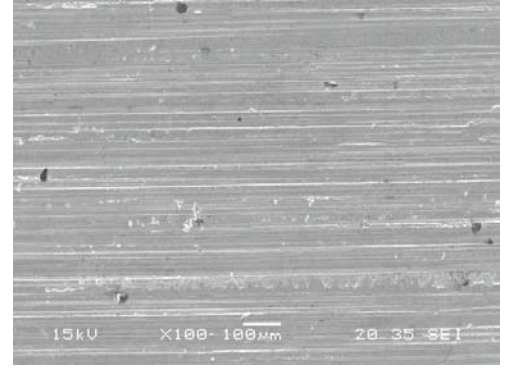
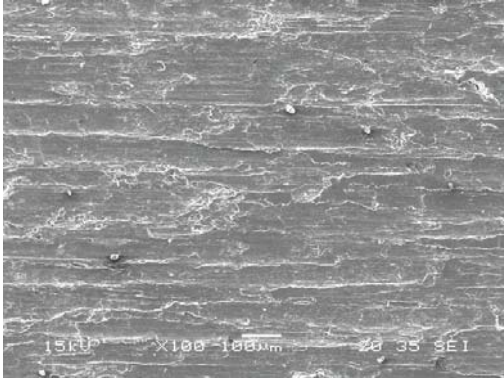
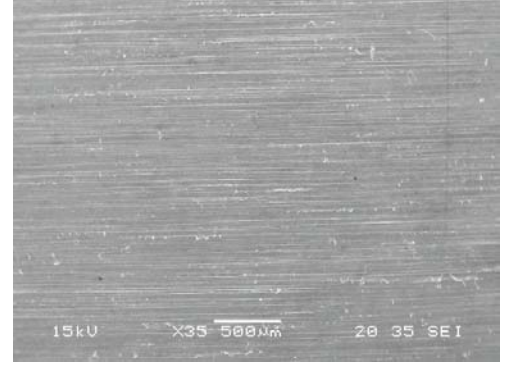


Şekil 4.8 İyileştirme sonrası a)döküm ve b)haddelenmiş levha tane boyutları, OM 200x büyütmede

a)



b)



Şekil 4.9 İyileştirme sonrası a)döküm ve b)haddelenmiş levha yüzey görünümleri, SEM 35x-100x-250x-500x büyütmelerde

4.2.2 Aşındırma önileşlem parametrelerinin optimizasyonu ile levha yüzey kalitesinin artırılması

Anodizasyon öncesi levha yüzey kalitesinin artırılması için, en uygun aşındırma banyo parametrelerinin belirlenmesi istenmiş ve Box-Behnken dizaynı ile 3 faktör (kostik konsantrasyonu, sıcaklık, süre) için 3 seviyeli deney tasarımı yapılmıştır. (Tablo 4.1)

Deneylerde aşındırma dışındaki tüm önileşlem ve anodizasyon şartları sabit tutulmuş ve Madde 4.2.4'te belirtilen banyo şartlarında çalışılmıştır.

Aynı aşındırma deney tasarımı hem iyileştirme öncesi hem de sonrasındaki TRC levhalar ile tekrarlanmıştır. (Tablo 4.2)

Tablo 4.1 3 seviyeli Box Behnken deney tasarımı

StdOrder	RunOrder	Blocks	A	B	C
9	1	1	0	-1	-1
6	2	1	1	0	-1
4	3	1	1	1	0
14	4	1	0	0	0
8	5	1	1	0	1
15	6	1	0	0	0
3	7	1	-1	1	0
13	8	1	0	0	0
1	9	1	-1	-1	0
2	10	1	1	-1	0
5	11	1	-1	0	-1
10	12	1	0	1	-1
12	13	1	0	1	1
11	14	1	0	-1	1
7	15	1	-1	0	1

4.2.3 İyileştirme önce ve sonrası levhalar ile aşındırma deney tasarımı

Tablo 'deki deney tasarımında A=sıcaklık, B=kostik konsantrasyonu, C=süre olarak seçilmiştir.

0'dan 15'e kadar numaralandırılan iyileştirme öncesi TRC levha numuneleri ve 16'dan 30'a kadar numaralandırılan iyileştirme sonrası numuneleri ile aynı aşındırma parametrelerindeki deneyler tekrarlanmış ve anodizasyon sonrası yüzeyler ripple görünümü, anodize tabaka parlaklık, pürüzlülüğü açılarından değerlendirilmiştir.

Tablo 4.2 İyileştirme önce ve sonrası numuneler için deney tasarımı

Numune no		Sıcaklık, °C	Kostik kons. g/l	Süre, dak
İyileştirme öncesi	İyileştirme sonrası			
1	16	60	50	1
2	17	70	90	1
3	18	70	130	15
4	19	60	90	15
5	20	70	90	30
6	21	60	90	15
7	22	50	130	15
8	23	60	90	15
9	24	50	50	15
10	25	70	50	15
11	26	50	90	1
12	27	60	130	1
13	28	60	130	30
14	29	60	50	30
15	30	50	90	30

4.2.4 Anodizasyon banyo parametreleri

Banyo analiz yöntemleri Ek 2’de verilmiştir.

İşlem	Yağ alma	Aşındırma	Deoksidasyon	Anodizasyon
Kimyasal konsantrasyonu, %	5	–	–	–
“ “ , g/L	–	30	–	–
NaOH konsantrasyonu, g/L	–	52-124	–	–
Al. konsantrasyonu, g/L	–	35-61	–	0,27-4,05
HNO ₃ konsantrasyonu, %	–	–	20	–
HF konsantrasyonu, %	–	–	5	–
H ₂ SO ₄ konsantrasyonu, g/L	–	–	–	174
Sıcaklık, °C	70	50-70	Oda sıcaklığı	18-20
Süre, dak	10	1-30	3	30
Akım yoğunluğu, A/dm ²	–	–	–	1,2
Voltaj, V	–	–	–	10,1
Hava debisi, m ³ /sa/m ²	–	–	–	5
Anot-katot arası uzaklık, cm	–	–	–	15

4.2.5 Anodizasyon laboratuvar düzeneği

Laboratuvarda A4 büyüklükte numune kaplayacak şekilde bir düzenek kurulmuştur.



Şekil 4.10 Anodizasyon ünitesi şematik görünümü



Şekil 4.11 Anodizasyon banyosu iç görünümü

Aluminyum levha numuneleri 8'er litrelik paslanmaz elik banyolarda yaę alınıp, aşındırılmış; 10 litrelik plastik kap içinde deokside edilmiştir.

Her iki işlem arasında řebeke suyu ile durulama, anodizasyon sonrası ise saf su ile durulama ve kurutma yapılmıştır.

Anodizasyon işleminden sonra oluşan gözenekleri kapatmamak için özellikle tesbit işlemi yapılmayıp, optik mikroskop ve SEM ile tabaka yüzeyleri incelenmiştir.

5. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

5.1 Levha yüzey kalitesi

TRC ve DC döküm levhalarının yüzey ile kesit tane boyut, dağılımları oldukça farklıdır. TRC’de taneler yüzeyde çok ince olup, merkeze doğru kabalaşmakta ve merkezde en kabadır. DC’de ise yüzeydeki taneler TRC’dekine göre çok daha kaba olup, merkezdeki taneler uzamıştır. (Şekil 4.1)

TRC ve DC döküm levha yüzey özellikleri de farklıdır. TRC yüzeyleri kayma, basınç, hız, sıcaklık, merdane yüzeyi gibi döküm parametrelerine bağlı olarak, pul pul bir topografya göstermektedir. [8] (Şekil 4.3.a)

DC döküm levha yüzeylerinde ise yalnızca traşlama izleri görülmekte, onun dışındaki yüzey oldukça temiz ve düzgündür. (Şekil 4.3.b)

Haddeleme ve H14 kondisyona tavlama işlemlerinden sonra nihai kalınlığa gelindiğinde ise, tane yapısı açısından döküm levhasına göre oldukça büyük farklılıklar göstermektedir. TRC levhasında kesit boyunca tane boyut dağılımı homojenleşmiştir. DC’de ise yüzeydeki taneler hala daha kabadır. Yüzey görünümü açısından ise hala dökümden gelen izleri taşımakla beraber, döküm yüzeyindeki pul pul görünüm nisbeten azalmıştır. DC levha yüzeyinde ise yalnızca hadde izleri görülmektedir. (Şekil 4.6)

Döküm yüzeyindeki ripple görünümünü ortadan kaldırmak için yapılan iyileştirmelerden sonra, nihai kalınlıktaki levha yüzey görünümü iyileştirme öncesi görünüme göre farklı ve daha iyidir. Pul pul değildir, ripple yoktur. H24 tavlama ve haddeleme işlemleri sonrası tane yapısı açısından ise, iyileştirme öncesi H14 kondisyondaki levhaya göre merkezdeki taneler yüzeydekilere göre daha kabadır. (Şekil 4.7)

5.2 Aşınma kalınlıkları

Deney tasarımı ile yapılan aşındırma işlemlerinde, levha kalınlıkları hem aşındırmadan önce hem de sonra 1 µm hassasiyetli mikrometre ile ölçülmüştür. Aradaki farktan aşınma kalınlıkları hesaplanmıştır. Sonuçlar Tablo 5.1’de verilmiştir.

Tablo 5.1 Aşındırma deney tasarımı sonrası aşınma kalınlıkları

Sıcaklık, °C	Kostik kons. g/l	Süre, dak	Numune no	Aşınma kalınlığı, µm	Numune no	Aşınma kalınlığı, µm
60	50	1	1	0	16	0
70	90	1	2	15	17	30
70	130	15	3	115	18	115
60	90	15	4	45	19	90
70	90	30	5	125	20	170
60	90	15	6	35	21	110
50	130	15	7	40	22	30
60	90	15	8	55	23	120
50	50	15	9	35	24	0
70	50	15	10	60	25	50
50	90	1	11	5	26	10
60	130	1	12	20	27	10
60	130	30	13	135	28	155
60	50	30	14	80	29	110
50	90	30	15	75	30	120

Deney tasarımı ile yapılan farklı aşındırma parametrelerine bağlı olarak genelde konsantrasyon, sıcaklık ve süre arttıkça , beklendiği gibi aşınma miktarı da artmaktadır.

Bu çalışmada aşınma miktarı 0 ile, seçilen en yüksek banyo değerlerinde 170 μm arasında değişmiştir. Şekil 5.1'de de görüldüğü gibi iyileştirme öncesi 5 no'lu numune ripple'lı olmasına rağmen 125 μm aşınma sonrası yapılan anodizasyonda çok iyi görünüm elde edilebilmiştir. Daha düşük aşınma kalınlıklarında ise ripple kalmakta ve anodizasyon sonrası tabaka görünümünü bozmaktadır.

İyileştirme sonrası levhalarda da yine 110-170 μm arasında aşındırma yapılanlarda yüzey görünümü çok iyidir. Diğerlerinde ise iyileştirme öncesi levhalarda olduğu kadar yoğun ve belirgin olmamakla beraber, çok daha ince ve hafif derecede kumlu bir görünüm vardır.

5.3 Aşındırılmış levhaların anodizasyon sonrası görünümleri

Anodizasyon sonrası levha yüzey görünümlerini kaydetmek ve piyasada kabul gören anodize DC levhanınki ile karşılaştırmak için, HP Fotosmart 945 fotoğraf makinasıyla fotoğrafları çekilmiştir.

1



2



3



4



5



6



7



8



9



10



11



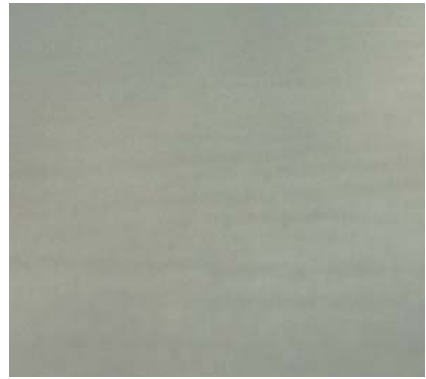
12



13



14



15



16



17



18



19



20



21



22



23



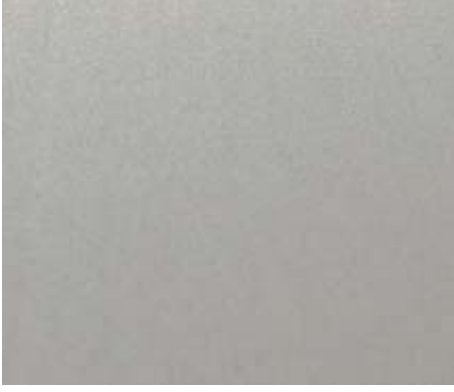
24



25



26



27



28



29



30



Şekil 5.1 TRC iyileştirme önce ve sonrası levha anodik tabaka yüzey fotoğrafları, HP Fotosmart 945 fotoğraf makinasıyla



Şekil 5.2 DC levha anodik tabaka yüzey fotoğrafı, HP Fotosmart 945 fotoğraf makinasıyla

Şekil 5.1’de de görüldüğü gibi aynı TRC levha üzerinde yapılan farklı aşındırma işlemlerinin, anodizasyon sonrası görünüm üzerinde etkisi büyüktür. 110 μm ve üzeri aşındırılan levhalarda yüzey görünümü iyileşmektedir. Ancak piyasada bu işlem için ağırlıkça max %3-4 kayba müsaade edilmektedir. Bunun üzerindeki kayıplar metal miktarı dolayısıyla satış tonajından düşeceği için, maliyetleri olumsuz yönde etkilenmektedir.

5.4 Anodizasyon tabaka kalınlıkları

Tabaka kalınlıklarının ölçümünde eddy current, optik ve elektron mikroskop cihazları kullanılmıştır. Sonuçlar Tablo 5.2’de verilmiştir.

Eddy current tekniği, cihazın başlık kısmındaki (prob) yüksek frekanslı bir osilatörle güçlendirilen küçük bir bobin tarafından üretilen manyetik alanın, iletken maddeler üzerinde eddy akımı üretmesi prensibine dayanmaktadır.

İletken olmayan anodik oksit tabakası gibi yüzeyler, elektriksel iletkenlik ve geçirgenlikte, dolayısıyla eddy akımlarında değişmeye neden olmaktadır. Akımda meydana gelen bu farklılıklar ölçülerek, kaplama kalınlığı belirlenmektedir. [18]

Eddy current'da A4 büyüklüğünde numunenin 9 ayrı noktasında kaplama kalınlığı ölçülüp, ortalaması alınmıştır. (Şekil 5.3)



Şekil 5.3 Eddy current ile kalınlık ölçümü

Optik mikroskopla ölçümde 1000x, electron mikroskopuyla ise 2000x büyütmede 3 ayrı noktadan ölçülüp, ortalaması alınmıştır. Yapılan ölçüm sonuçları Ek 3'te verilmiştir.

Tablo 5.2 Anodizasyon tabaka kalınlık ölçüm sonuçları

Numune no	Tabaka kalınlığı, μm		
	Eddy current	Optik mikroskop	Elektron mikroskobu
1	1,63	3,62	3
2	1,63	3,03	3,1
3	1,93	3,41	3,3
4	2,13	3,03	3,2
5	1,68	2,73	2,7
6	1,71	2,87	3,3

7	1,6	2,82	2,7
8	1,71	3,03	3,1
9	1,85	2,84	2,6
10	1,65	2,67	2,5
11	1,57	2,89	2,7
12	2,13	3,15	3,1
13	1,67	3,08	3,4
14	1,72	3,42	3,2
15	2,08	3,33	3,4
16	2,06	3,60	3,6
17	2,15	3,12	3,1
18	2,96	3,23	3,1
19	2,55	3,17	2,9
20	2,96	3,27	2,6
21	2,13	3,13	2,5
22	1,73	2,91	2,6
23	1,98	2,94	2,6
24	1,92	2,69	2,3
25	2,85	3,15	2,6
26	1,85	3,07	2,7
27	1,83	3,24	2,9
28	1,93	2,88	2,7
29	1,60	2,80	2,7
30	2,33	2,96	2,5
ort	2,0	3,1	2,9

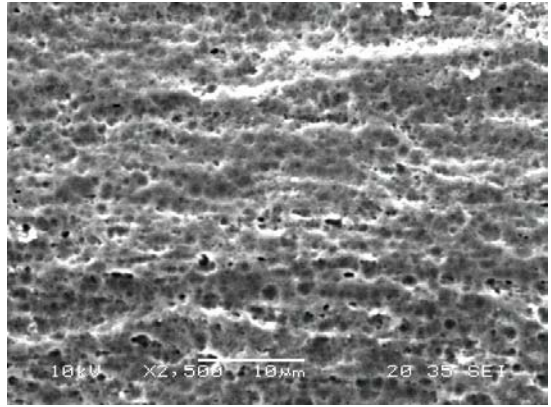
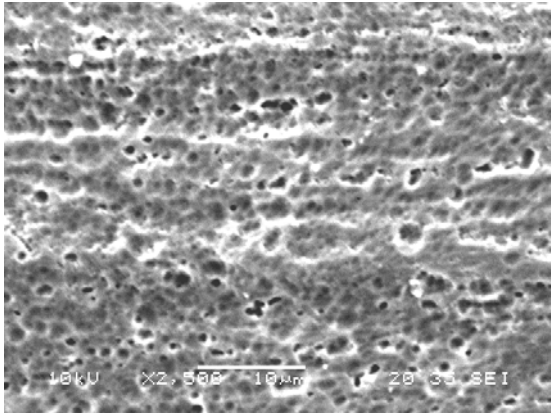
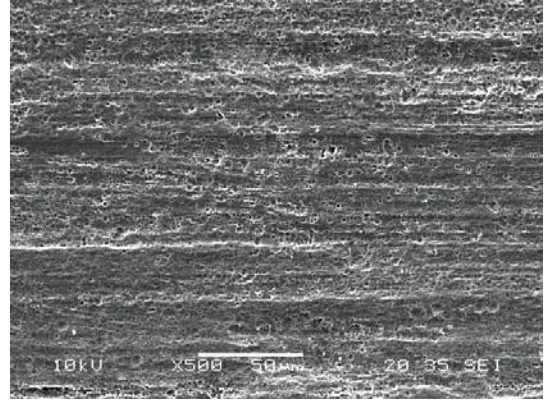
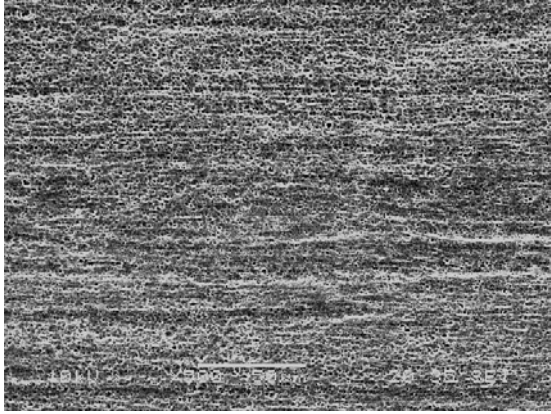
Optik ve taramalı elektron mikroskoplarıyla elde edilen değerler yakın olup, ortalama tabaka kalınlığı 3 μm 'dir.

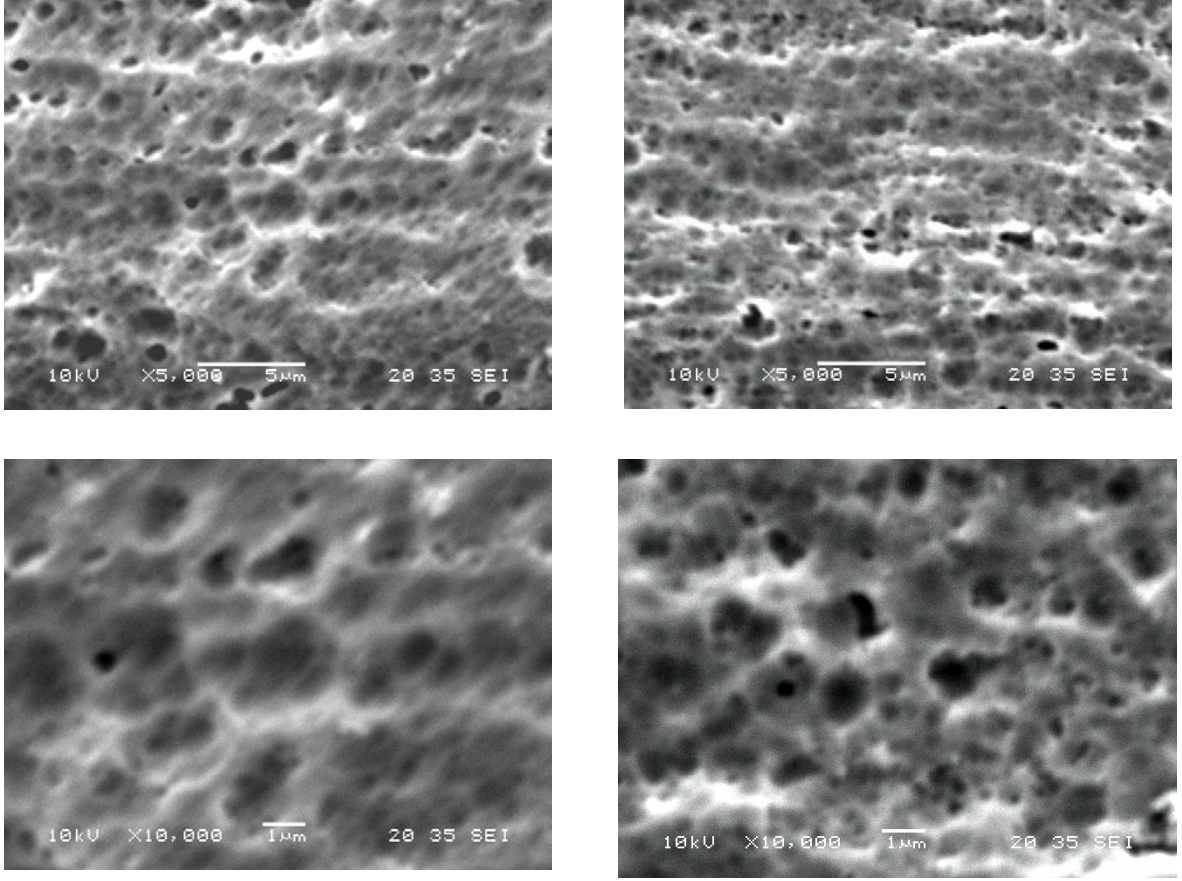
Eddy current cihazı ile $\pm 1 \mu\text{m}$ sapma tesbit edilmiştir. Zaten cihazın ölçüm hassasiyeti de $\pm 1 \mu\text{m}$ olarak belirtilmektedir. Bu sapmada tabakanın yoğunluğu gibi özellikleri etkili olabilmektedir.

5.5 Anodizasyon tabaka yüzey ve kesit inceleme

Sülfirik asit elektroliti ile yapılan anodizasyon işleminden sonra, kaplama yüzey ve kesitleri SEM ile incelenerek, fotoğrafları çekilmiştir. Benzer SEM çalışmaları Pavlovic ve Ignatiev tarafından da yapılmış, elektrolit cinsinin hücre yapısı üzerinde etkili olduğu belirlenmiştir. [14]

Tüm ön işlem ve anodizasyon şartları aynı olan iyileştirme öncesi 1 no'lu ve sonrası 16 no'lu levha tabaka yüzey fotoğrafları Şekil 5.4'te görülmektedir.

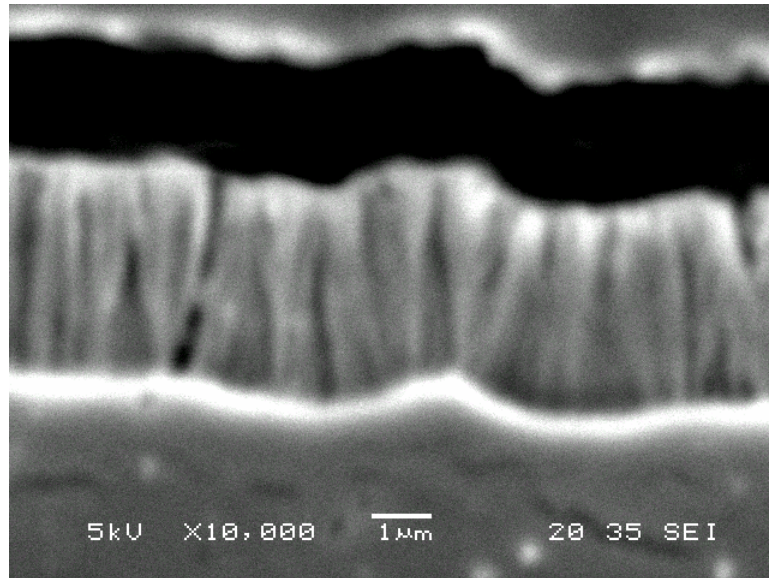




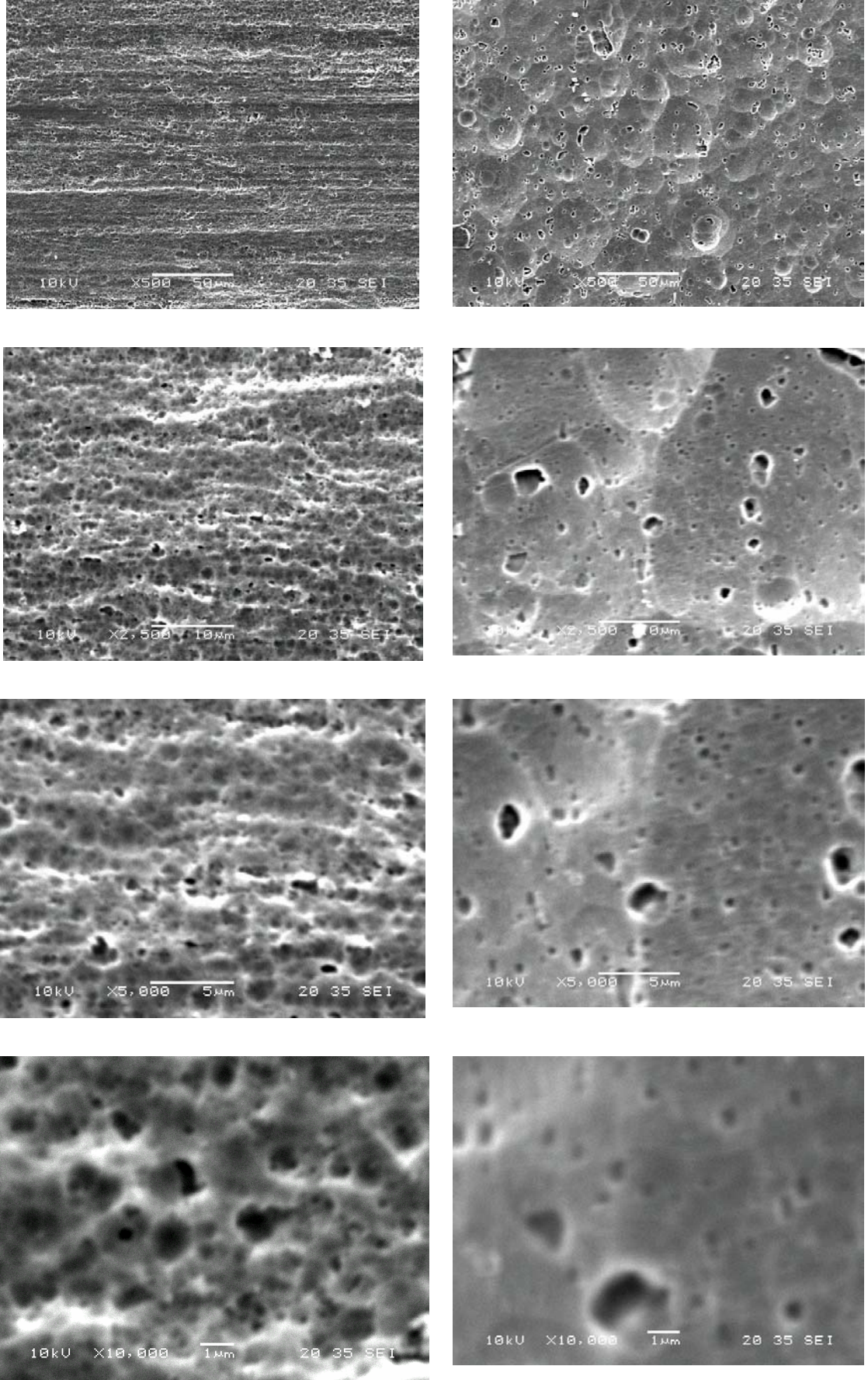
a)1 no'lu numune

b)16 no'lu numune

Şekil 5.4 a)İyileştirme öncesi b)iyileştirme sonrası tabaka yüzey görünümleri, SEM



Şekil 5.5 1 no'lu levha üzerindeki anodize tabaka kesit görünümü, SEM



Şekil 5.6 TRC ve DC levha tabaka yüzey görünümleri

DC levha anodizasyon tabakasının yüzey ve kesit görünümleri Şekil 5.6 ve Şekil 5.7’de verilmiştir.

Anodizasyon tabaka hücre yapısı ve gözeneklilik açısından 1 ve 16. numuneler arasında önemli bir fark görülmemektedir. DC levha üzerindeki tabaka ise bu açılardan oldukça farklıdır.

Ancak sülfirik asit elektrolitinin kullanıldığı anodizasyon işlemlerinde gözenek çapının $\sim 120-150$ μm olduğu düşünülecek olursa, boyut ölçümlerini yapabilmek için en az 100.000x büyütme yapmak gerektiği anlaşılmaktadır. Mevcut taramalı elektron mikroskobu ile ise net olarak 10.000 büyütme üzerine çıkılamadığı için gözenek çapı, hücre duvar ve boyutu, gözenek hacmi ölçümleri yapılamamıştır.

Yine de görsel olarak anodize DC levha üzerindeki tabaka gözenekliliğinin, TRC’dekine kıyasla daha az olduğu belirlenmiştir.

5.6 Parlaklık derecesi ölçümü

Sheen marka Tri-Microgloss model parlaklık ölçüm cihazı ile 3 farklı açıda ölçüm yapılmıştır. (Şekil 5.7) Her numune için 10 ayrı noktadan ölçülüp, ortalamaları alınmıştır.



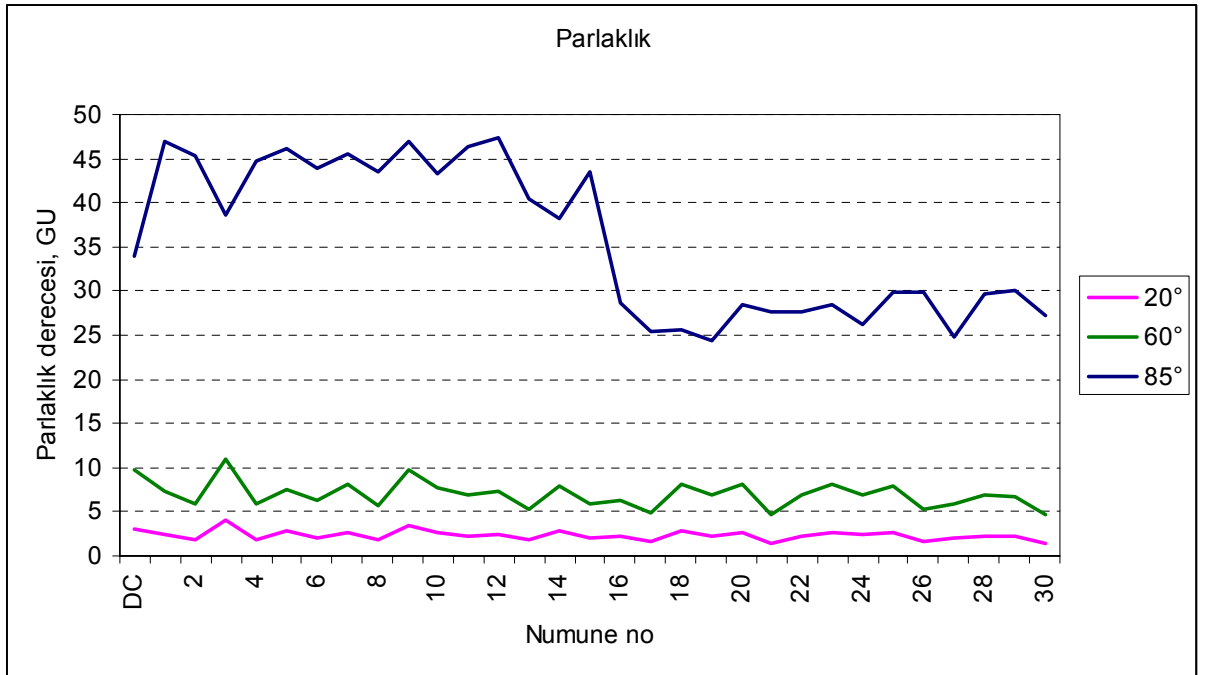
Şekil 5.7 Parlaklık derecesi ölçüm cihazı

Tablo 5.3 Tabaka parlaklık ölçüm sonuçları

Numune no	Parlaklık, GU		
	20°	60°	85°
DC	3,09	9,74	33,86
1	2,47	7,33	46,92
2	1,92	5,97	45,39
3	4,02	10,96	38,7
4	1,93	5,9	44,79
5	2,81	7,42	46,13
6	2,02	6,2	43,86
7	2,68	8,07	45,58
8	1,82	5,72	43,58
9	3,41	9,73	47,05
10	2,65	7,76	43,37
11	2,27	6,82	46,28
12	2,42	7,32	47,44
13	1,73	5,21	40,51
14	2,88	7,93	38,14
15	1,98	5,85	43,52
16	2,19	6,32	28,56
17	1,6	4,83	25,32
18	2,75	8,07	25,52
19	2,26	6,86	24,29
20	2,71	8,06	28,4
21	1,5	4,69	27,66
22	2,32	6,95	27,64
23	2,58	8,12	28,55
24	2,47	6,88	26,31
25	2,56	7,86	29,94
26	1,66	5,25	29,81

27	1,98	5,82	24,76
28	2,19	6,97	29,62
29	2,21	6,79	29,99
30	1,5	4,67	27,21

Grafik 5.1 TRC ve DC numunelerin parlaklık dereceleri



Parlaklık derecesi açısından 20 ve 60° değerleri hepsinde benzerdir. Özellikle 85°’de ayırtedici farklılık görülmektedir.

Genel olarak 85°’deki parlaklık iyileştirme öncesi numunelerde ort 44,1 GU; iyileştirme sonrası numunelerde ort 27,6 GU’tir. DC numunesinde ise 33,9 GU olup, her ikisinin ortasındadır.

5.7 Renk ölçümü

Minolta marka CR10 model cihazla her numunede 9 ayrı noktada renk ölçümü yapılarak, ortalamaları alınmıştır. (Şekil 5.8)



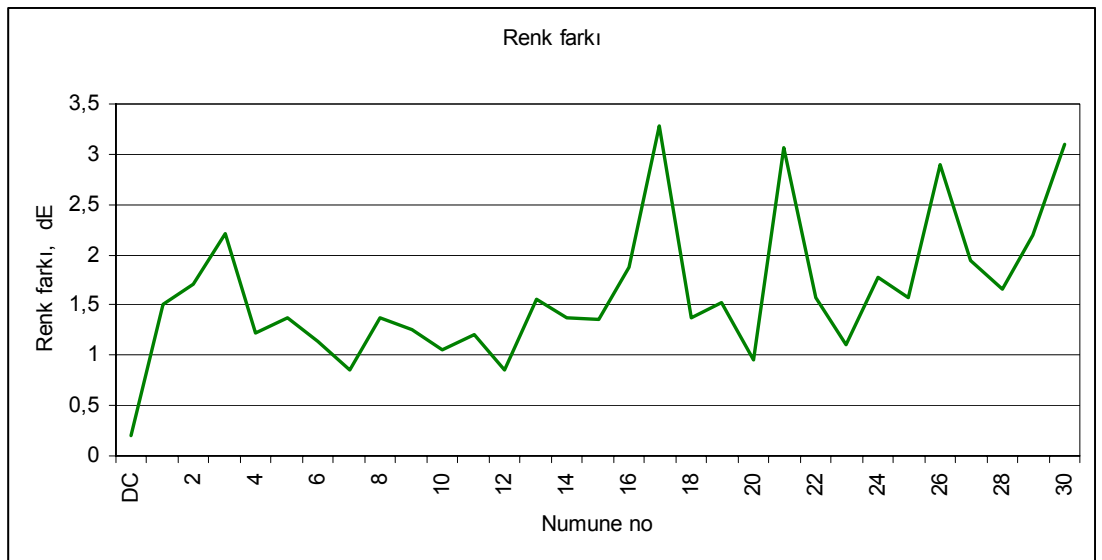
Şekil 5.8 Renk ölçümü

Tablo 5.4 Renk ölçüm sonuçları

Numune no	Renk farkı, dE
DC	0,20
1	1,50
2	1,71
3	2,21
4	1,22
5	1,38
6	1,14
7	0,86
8	1,38
9	1,26
10	1,06
11	1,21
12	0,85

13	1,56
14	1,37
15	1,35
16	1,88
17	3,28
18	1,37
19	1,52
20	0,95
21	3,07
22	1,57
23	1,11
24	1,78
25	1,58
26	2,9
27	1,94
28	1,66
29	2,2
30	3,1

Grafik 5.2 Renk ölçüm değerleri grafiği



Renk ölçümünde DC numune şahit olarak kabul edilerek, diğer numunelerin renk açısından ne kadar uzak olduğu tesbit edilmiştir. dE değeri renk farkını göstermekte olup, en düşük olması şahite en yakın olduğunun ifadesidir.

Şahit olarak kullanılan DC numunesinin kendi içinde bile dE 0,2 olarak belirlenmiştir. Diğer numunelerin dE'si 0,85-3,28 arasında değişkenlik göstermektedir.

İyileştirme öncesi numunelerin iyileştirme sonrasındakilere kıyasla dE'sinin daha düşük olduğu belirlenmiştir.

5.8 Pürüzlülük ölçümü

Minolta SJ 301 model cihazla pürüzlülük ölçümü yapılmıştır. (Şekil 5.9)

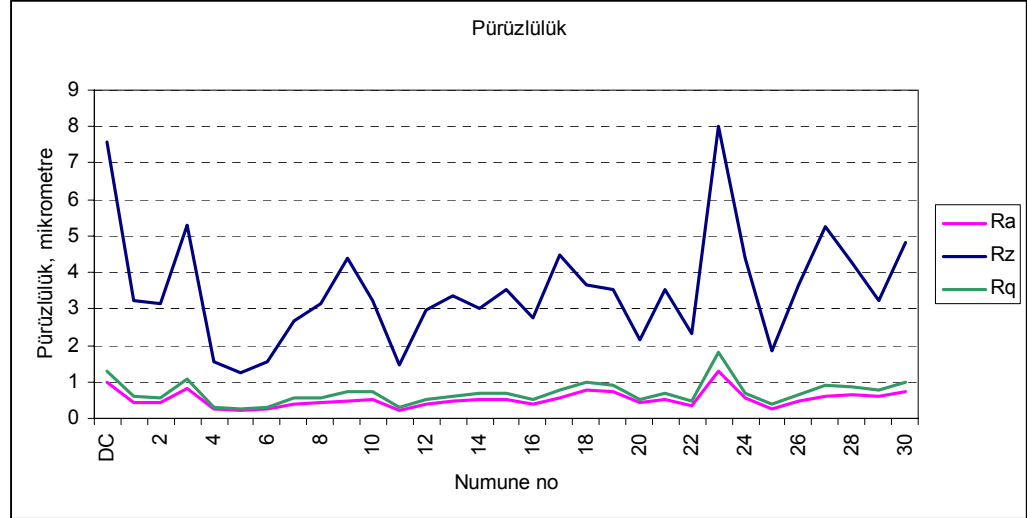


Şekil 5.9 Pürüzlülük ölçümü

Tablo 5.5 Pürüzlülük ölçüm sonuçları

Numune no	Pürüzlülük, μm		
	Ra	Rz	Rq
DC	0,97	7,6	1,30
1	0,44	3,23	0,61
2	0,42	3,14	0,56
3	0,80	5,28	1,07

4	0,25	1,54	0,31
5	0,21	1,26	0,26
6	0,25	1,57	0,32
7	0,37	2,69	0,54
8	0,43	3,14	0,58
9	0,47	4,38	0,72
10	0,53	3,21	0,73
11	0,22	1,45	0,29
12	0,37	2,99	0,51
13	0,47	3,35	0,61
14	0,52	3,03	0,70
15	0,51	3,53	0,68
16	0,39	2,75	0,53
17	0,57	4,49	0,78
18	0,79	3,67	0,97
19	0,72	3,52	0,89
20	0,42	2,14	0,51
21	0,52	3,53	0,69
22	0,34	2,34	0,47
23	1,29	8,02	1,79
24	0,54	4,40	0,71
25	0,26	1,87	0,39
26	0,48	3,68	0,66
27	0,62	5,25	0,89
28	0,64	4,26	0,85
29	0,60	3,21	0,77
30	0,74	4,83	0,97

Grafik 5.3 Pürüzlülük ölçüm değerleri grafiği

Tabaka pürüzlülüklerinde Ra ve Rq değerleri benzerdir. Özellikle Rz değerlerinde belirgin bir farklılık vardır. Bu açıdan DC'ye en benzer numune 23 numaralı olandır.

5.9 Sertlik ölçümü

Anodize tabaka sertlik ölçümünde, levha yüzeyinden yapılan ölçümler metal sertliğini verdiğinden uygun değildir. Bu nedenle numune bakalite alınıp, metalografik parlatma yapıldıktan sonra, tabaka kesitinde sertlik ölçülür. Bunun için Vickers mikrosertlik cihazının elmas ucu, 15-50 g arasında bir yük ile tabaka üzerine bastırılır. Açılan çukurun çapı yüksek büyütmede ölçülür.

Bu yöntemle kaplama kalınlığı boyunca çeşitli noktadaki sertlik değerini ölçmek mümkündür.

Sülfirik asitte düşük sıcaklık (0-11 °C) ve 3-6 A/dm² akım yoğunluğunda yapılan anodizasyon işlemlerinde, Vickers sertliği malzeme kompozisyon ve yapısına da bağlı olarak 250-500 HV_{0,025} arasında değişmektedir. Tabaka sertliği ise genelde metal/oksit arayüzeyinden oksit/elektrolit arayüzeyine doğru azalmaktadır. Nedeni

asidik çözelti ile temas halindeki oksit dış yüzeyinde hücre duvarlarının kimyasal olarak bozulmasıdır. [7]

Bu çalışmada anodize tabaka kalınlıkları 3 μm olup, Zwick B3212002 model mikrosertlik cihazıyla yapılmaya çalışılan ölçümde 50 g'lık yükün açtığı çukur tabaka kalınlığından daha büyük bir alanda ($\sim 70 \mu\text{m}$) meydana gelmiştir. Bu nedenle değer belirlenememiştir.

6. SONUÇLAR

Döküm işlem parametrelerinde yapılan değişikliklerle levha yüzeyinde ripple açısından önemli derecede iyileşme sağlanmıştır. Yine de DC levha yüzeyi kadar kusursuz değildir.

Anodizasyon öncesi en önemli yüzey hazırlık aşamalarından biri olan aşındırma işlemiyle yüzeyden 110 μm veya daha fazla alındığı takdirde, ripple görünümü azalmaktadır. Ancak bu miktarda aşındırma alışıyan DC levhalardakine kıyasla yüksek bulunmakta ve maliyet açısından tercih edilmemektedir. Ripple'sız dökülen levha yüzeylerinde bile 40-50 μm ve altında aşındırıldığında hafif kumlu bir görünüm oluşmaktadır.

Aynı şartlarda anodize edilmiş TRC ve DC levha oksit tabaka görünümleri oldukça farklıdır. Özellikle DC levha üzerindeki tabakanın daha az gözenekli olduğu belirlenmiştir. Bu farklılık üzerinde metal kompozisyon ve mikroyapısının etkili olduğu düşünülmektedir.

TRC ve DC levhaların anodizasyon sonrası oksit tabaka hücre yapıları farklı olduğundan; ölçülen parlaklık, renk farkı, pürüzlülük değerleri de doğal olarak farklı sonuçlar vermiştir.

7. İLERİ ÇALIŞMALAR

- TRC ve DC levha anodizasyon tabakalarının hücre ve gözenek çapları, derinlikleri ölçülüp, geometrik şekilleri incelenerek; bu özelliklerin metal kimyasal kompozisyonu, mikroyapısı, intermetalikleri, pürüzlülüğü, anodizasyon banyo voltaj, akım yoğunluğu, sıcaklık, konsantrasyon, karıştırma hızı, vs. ile ilişkisi araştırılacaktır.
- Anodizasyon pazarında kabul gören DC levha üzerindeki oksit tabakasının hücre ve gözenek boyutu ile şeklini elde etmek üzere, bu sefer anodizasyon banyo voltaj, akım yoğunluğu, asit ve alüminyum konsantrasyonu, sıcaklık değerleri için deney tasarımı yapıp, hem mikroskopik ölçümler, hem de yine parlaklık, renk farkı, pürüzlülük, sertlik değerleri ölçülecektir.
- Anodizasyondan önce ve sonra yapılacak farklı tav işlemlerinin oksit tabaka yapısına etkisi incelenecektir.

KAYNAKLAR

- [1] Altan, O., Dikmen, A., Suner, M., Orman, A., Eras, G., Ekinçi, H., Aykanat, F., Serviceli, S., (2002), Aluminyum Yüzey İşlemleri-1, Aluminyum Yüzey İşlemler Derneği, İstanbul
- [2] Asoh, H., Nishio, K., Nakao, M., Tamamura, T., Masuda, H., “Conditions for Fabrication of Ideally Ordered Anodic Porous Alumina Using Pretextured Al”, Journal of The Electrochemical Society, Vol. 148, pp B152-B156, 2001.
- [3] Brace, A.W, (2000), The Technology of Anodizing Aluminum, 3rd edition, Interall Srl., Italy
- [4] Cook, R., Grocock, P.G., Thomas, P.M., Edmonds, D.V., Hunt, J.D., (1995), “Development of the Twin Roll Casting Process”, Journal of Material Processing Technology, 55, 76-84
- [5] Cooke, W.E., (1962), Plating, 49, 1157-1164
- [6] Dietrich, G.A, (1999), Aluminum: Technology, Applications and Environment, 6th edition, The Aluminum Association, Washington, D.C
- [7] Fratila, L.E., Duszczuk, J., Katgerman, L., (2003), “Vickers Microhardness of AlSi(Cu) Anodic Oxide Layers Formed in H₂SO₄ at Low Temperature”, Surface and Coating Technology, 165, 309-315
- [8] Gjønnes, L., (1996), “Development of Surface Topography During Cold Rolling of Twin Roll Cast Aluminum”, Wear 192, 216-227
- [9] <http://electrochem.cwru.edu/ed/encycl/>, Electrochemistry Encyclopedia Robert, S., (2002), Anodizing, Alwitt Boundary Technologies, Inc., Northbrook, IL, USA,
- [10] http://www.westminster.net/Faculty/Allan/Ch21/Notes_Electrochemistry_students
Electrochemistry Applications
- [11] <http://www.anodizing.org>, “What is Anodizing”, Aluminum Anodizers Council, Wauconda, USA

- [12] Huber, K., (1947), “Pore Volume of Electrolytically Produced Protective Coatings on Aluminum”, Institute of Inorganic Chemistry, Switzerland
- [13] İlericiler, O., (2003) “İkiz Merdane Döküm Tekniğinde Döküm Parametrelerinin Katılaşma Davranışına Etkisi”, Yıldız Teknik Üniversitesi, Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul
- [14] Pavlovic, T., Ignatiev, A., (1986), “Optical and Microstructural Properties of Anodically Oxidized Aluminum”, Thin Solid Films, 138, pp 97-109
- [15] Runge, J.M, Pomis, A.J, (2000), “Anodic Oxide Film Formation Relating Mechanism to Composition and Structure”, C.J.Saporito Plating Company, Cicero, Illinois, USA
- [16] Smith, W.F., (2001), Material Science and Engineering, University of Central Florida, USA
- [17] The Aluminum Association, (2002), Visual Quality Characteristics of Aluminum Sheet and Plate, 4th edition, Washington
- [18] Topuz, A., (1993), Tahribatsız Muayeneler, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul
- [19] Vangala, P., Duvvuri, R., Smith, D., Romanowski, C.,(1993), “The Influence of Casting Gauge on the Hunter Roll Casting Process”, Hunter Engineering Company, Riverside
- [20] Wernick, S., Pinner, R., Sheasby, P.G., (1987), The Surface Treatment and Finishing of Aluminium and its Alloys, Finishing Publications Ltd., Teddington, England

EKLER**EK 1** Anodizasyona uygun alüminyum alaşımları ve özellikleri [5]

Serisi (AA)*	Alaşımlama elementleri	Metal özellikleri	Tabaka özellikleri	Kullanım alanları	A.Q.** tipi	A.Q.** olmayan tip
1XXX	-	yumuşak iletken	şeffaf parlak	konserve kutuları mimari uygulamalar	-	1100 1175
2XXX	Bakır	çok dayanıklı sert uzaması düşük	sarı koruması zayıf	uçaklar	-	2011 2017 2219 2224
3XXX	Mangan	dayanıklı ince taneli	grimsi kahverengi	konserve kutuları mimari uygulamalar aydınlatma	-	3003 3004
4XXX	Silisyum	dayanıklı akışkan	koyu gri	mimari uygulamalar aydınlatma	-	4043 4343
5XXX	Magnezyum	dayanıklı akışkan	şeffaf koruması iyi	mimari uygulamalar kaynaklama aydınlatma	5005 5657	5052 5252
6XXX	Magnezyum silisyum	dayanıklı	şeffaf koruması iyi	mimari uygulamalar	6063 6463	6061 6101
7XXX	Çinko	çok dayanıklı	şeffaf koruması iyi	otomotiv	-	7029 7046 7075

*AA: Alüminyum Birliği

**A.Q: Anodizasyon Kalite- mimari amaçlı anodizasyon uygulamaları için uygun malzeme

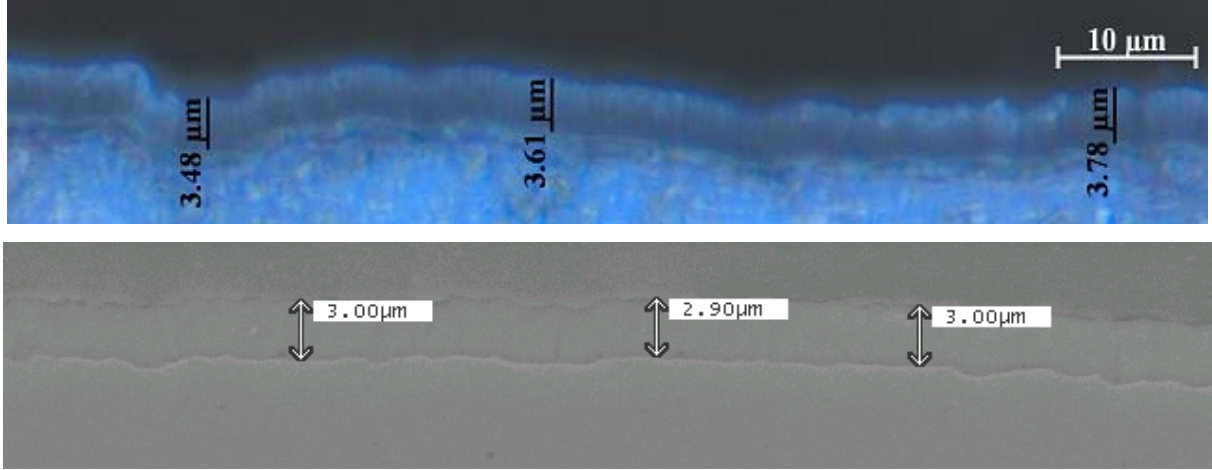
EK 2 Banyo analizleri

Banyo cinsi	Kullanılan kimyasal madde	Banyo kontrolleri	Hesaplama
Yağ alma	P3 Almeco18 (Henkel)	10 ml banyo numunesi alınır. 1-2 damla metil oranj indikatörü damlatılır. 0,1N HCl ile titrasyon yapılır. Sarfiyat “A” olarak alınır.	P3 Almeco 18, % = $A \cdot 0,11$
Aşındırma	Synergic C 620 (Henkel)	100 ml banyo numunesi alınır. 20 °C’ye soğutulur. 5 ml’si 250 ml’lik behere alınır. Üzerine 100 ml saf su ve birkaç damla fenolftaleyn inhibitörü damlatılır. 1N HCl ile renk pembe-mordan renksiz dönüşüye kadar titrasyon yapılır. Sarfiyat “A” olarak alınır. - Üzerine KF veya NaF tozu eklenir. Oluşan pembe-mor renkten renksiz oluncaya kadar 1N HCl ile titrasyon yapılır ve tekrar KF ve NaF eklenir. Bu işlem KF veya NaF eklendiğinde çözeltinin rengi sabit (renksiz) kalana kadar yapılır. 1N HCl sarfiyatı “B” olarak alınır.	$\text{NaOH, g/l} = (A-B/3) \cdot 8$ $\text{Al, g/l} = B \cdot 1,8$

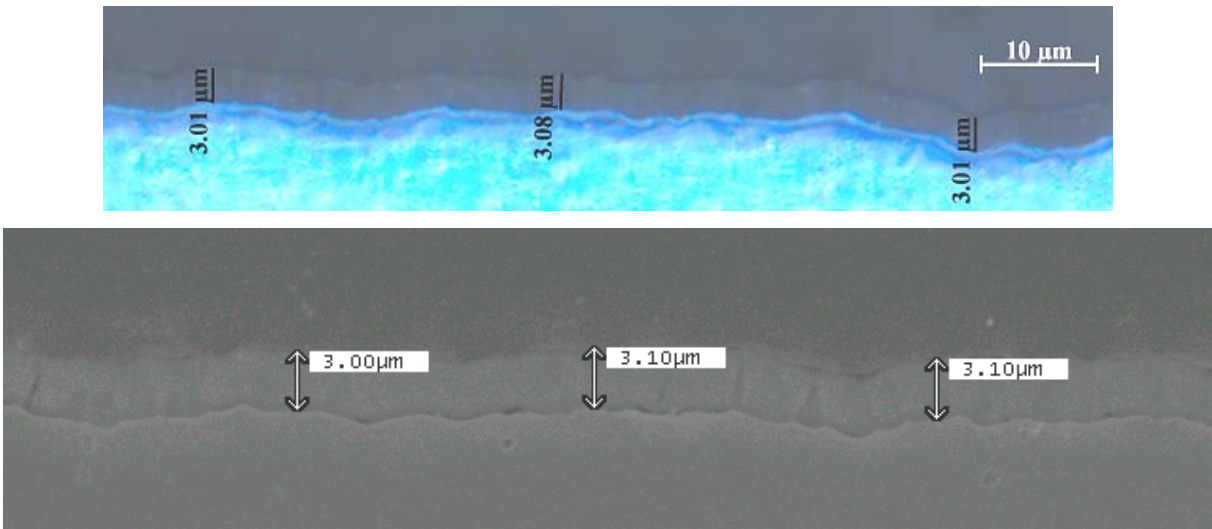
Eloksal	Sülfirik asit (Merck)	• 5 g (Merck) KF 10 ml saf suda ısıtılarak çözülür. Bu çözelti süzgeç kağıdından süzülür. Bu çözeltiye 2-3 damla fenolftaleyn indikatörü damlatılır. Eğer renk pembe olmazsa 0,1N NaOH ile hafif pembe renk oluncaya kadar titre edilir. Eğer renk pembe olursa 0,1N H₂SO₄ ile renk kayboluncaya kadar titrasyon yapılır. • 10 ml banyo çözeltisi alınıp, saf su ile 100 ml'ye tamamlanır. Bundan; ➤ 10 ml bir erlene alınarak 2-3 damla fenolftaleyn indikatörü ilavesinden sonra pembe renk oluşuncaya kadar 0,1N NaOH ile titre edilir. Sarfiyat "A" olarak alınır. ➤ 10 ml banyo çözeltisi başka bir erlene alınıp, 2-3 damla fenolftaleyn ve 2 ml KF çözeltisi eklenerek 0,1N NaOH ile pembe renk oluşuncaya kadar titre edilir. Sarfiyat "B" olarak alınır.	Toplam asit, g/l = A*4,9 Serbest asit, g/l = B*4,9 Serbest alüminyum, g/l = (A-B)*0,9
---------	--------------------------	--	--

EK 3 Anodik oksit tabaka kalınlık ölçümleri, OM 1000x- SEM 2000x

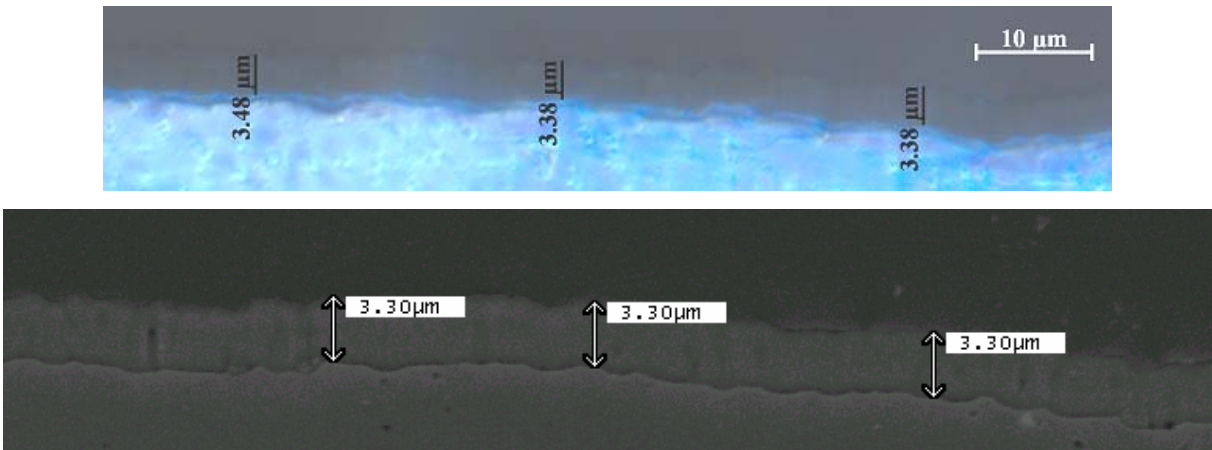
1



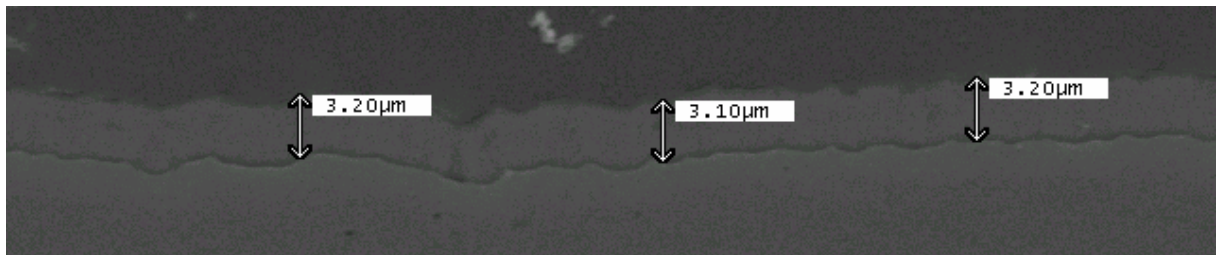
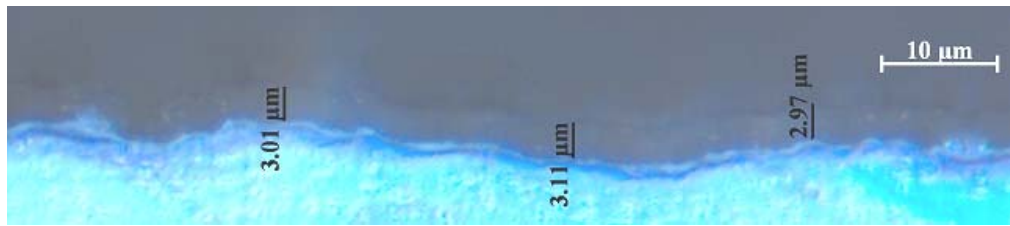
2



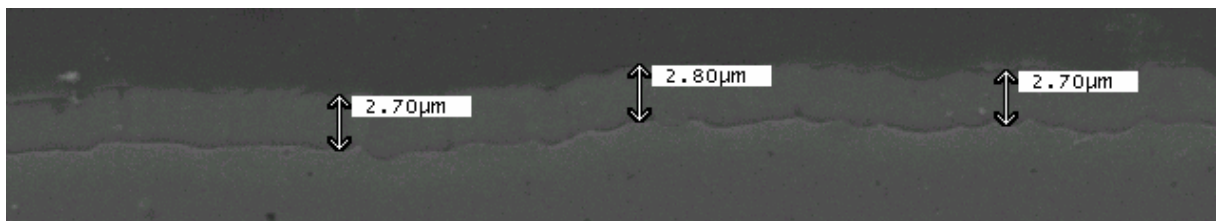
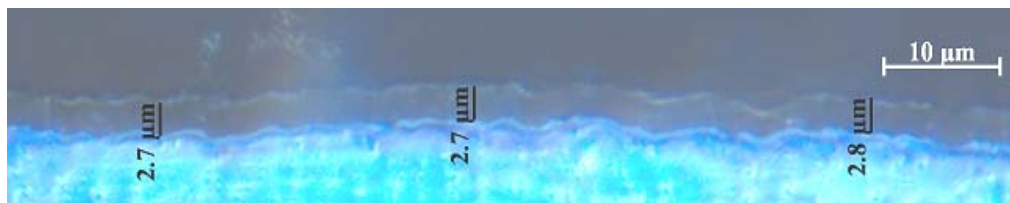
3



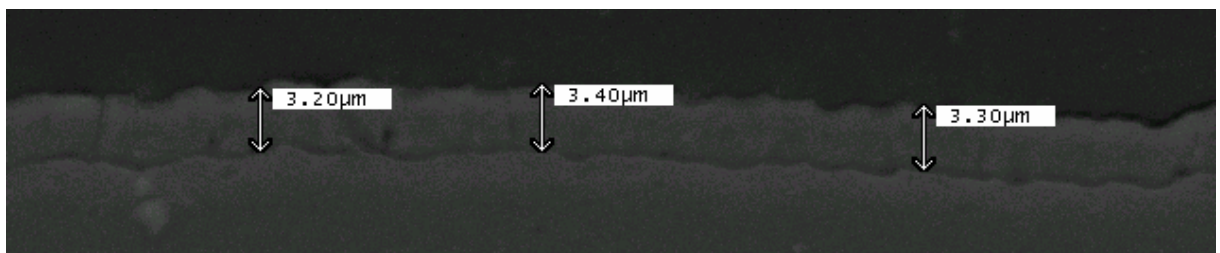
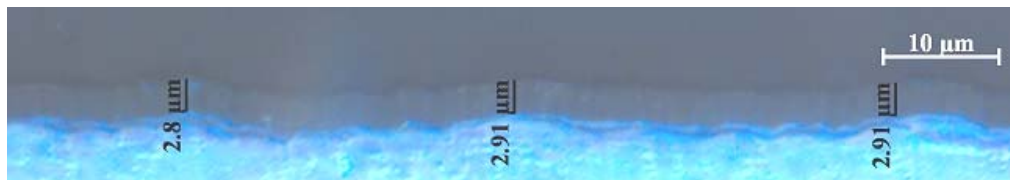
4



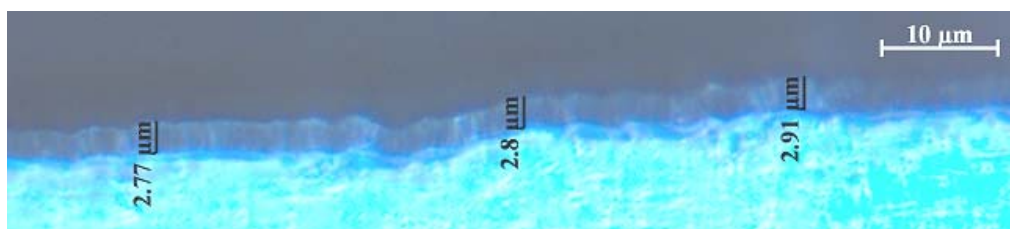
5

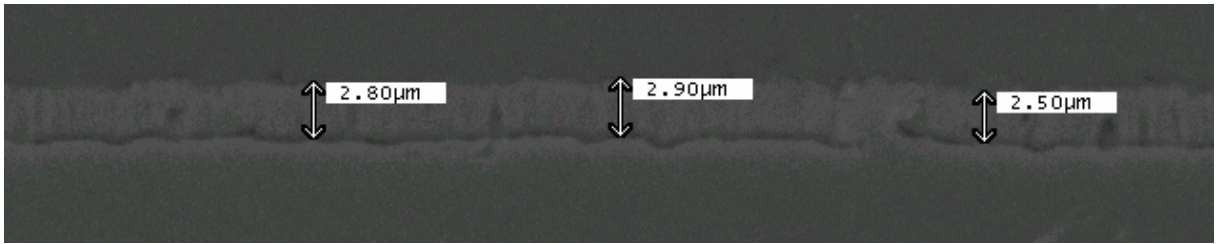


6

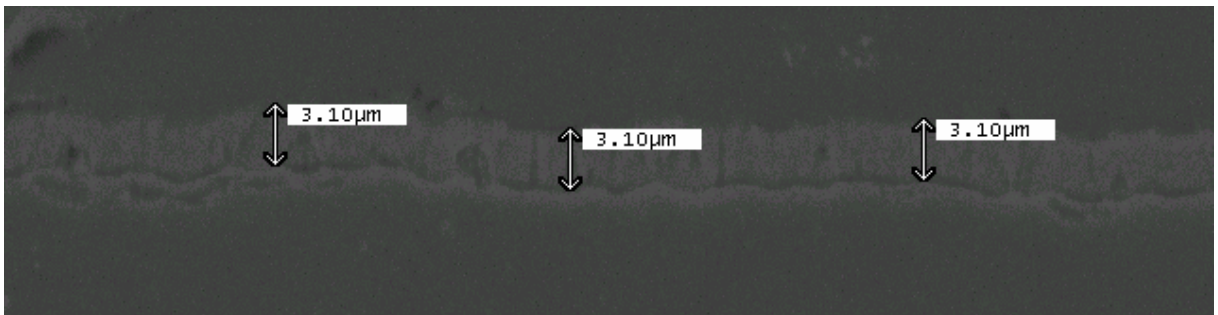
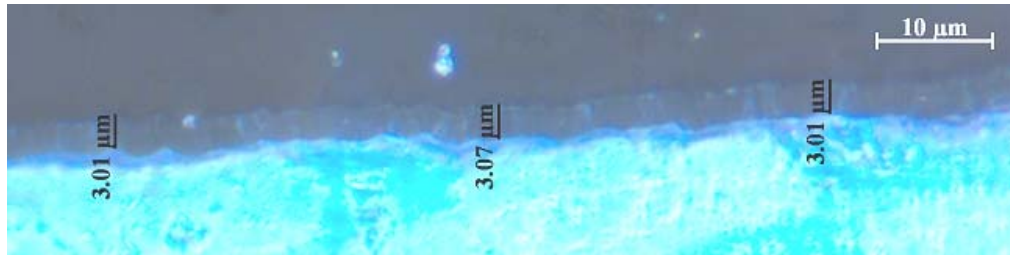


7

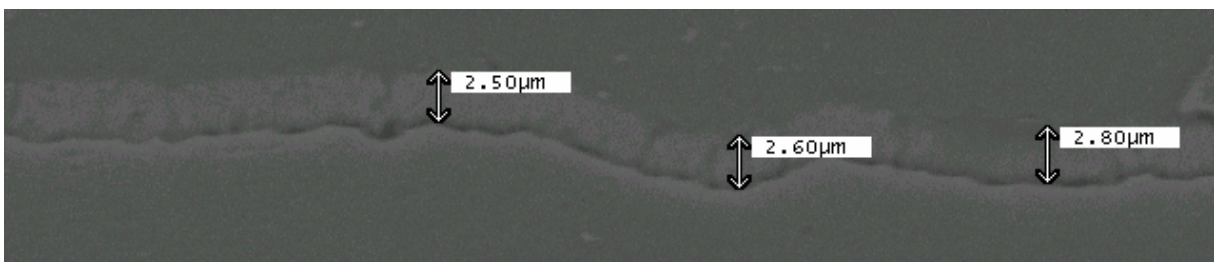
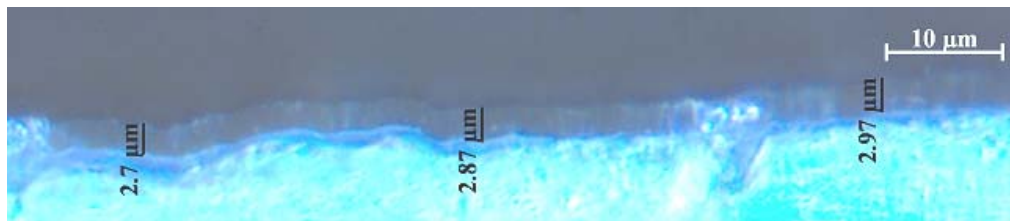




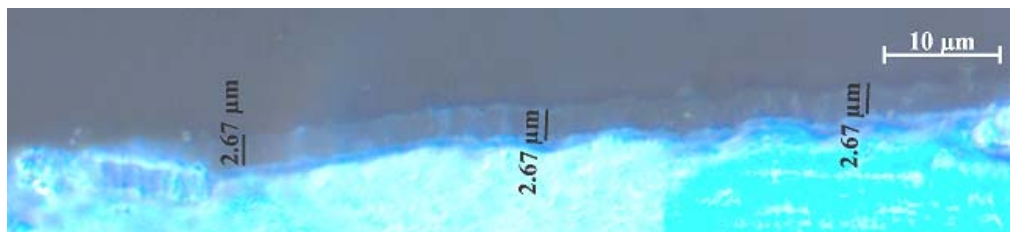
8

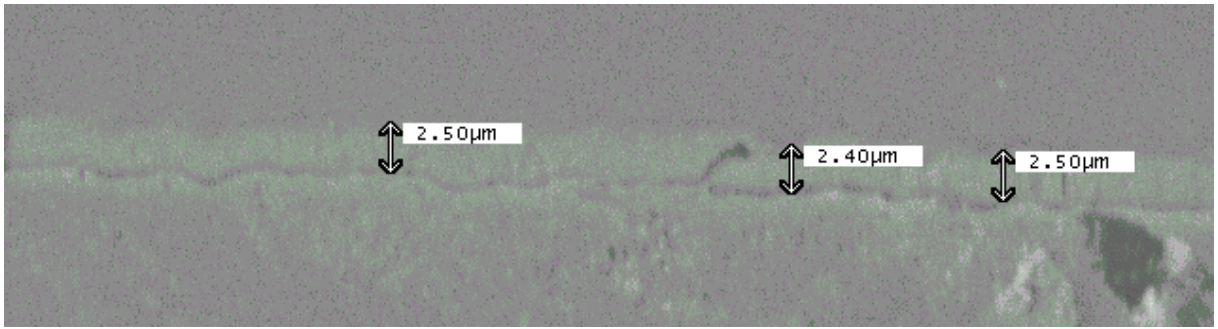


9

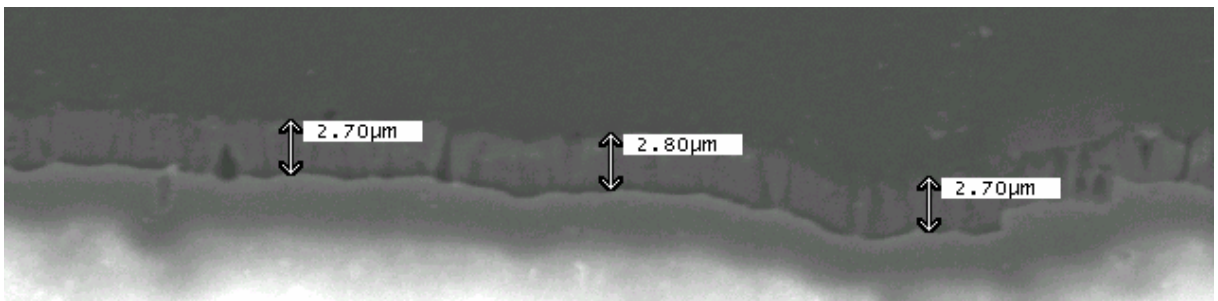
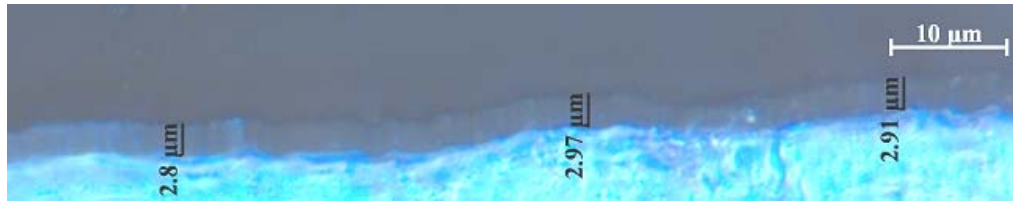


10

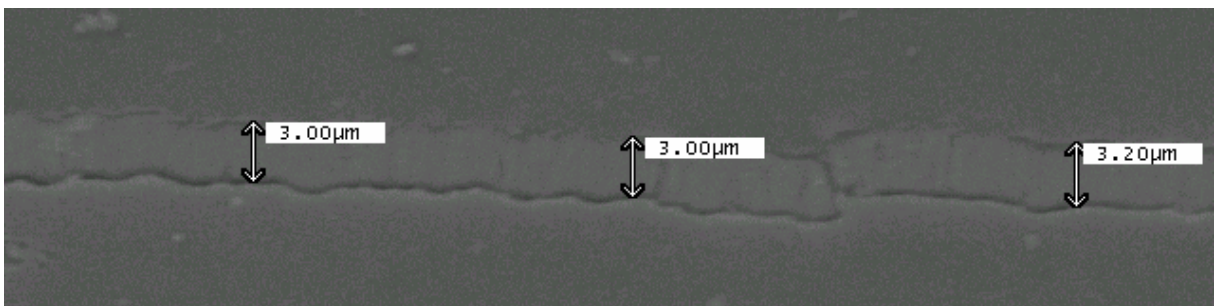
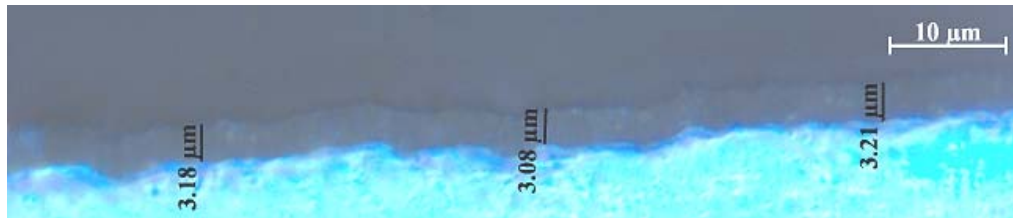




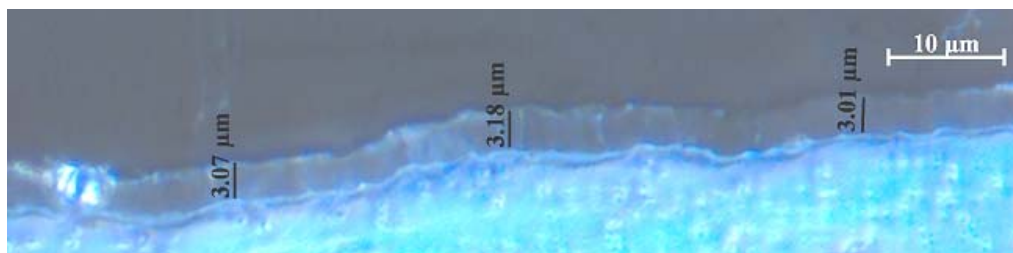
11

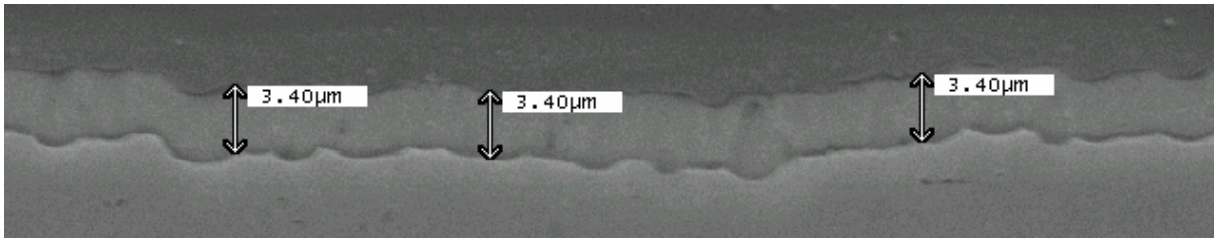


12

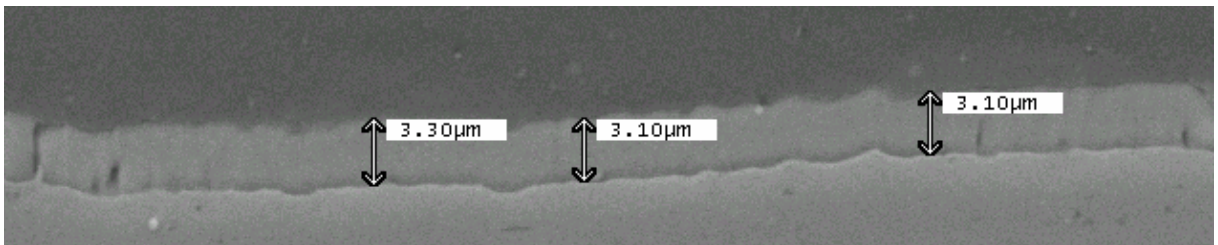
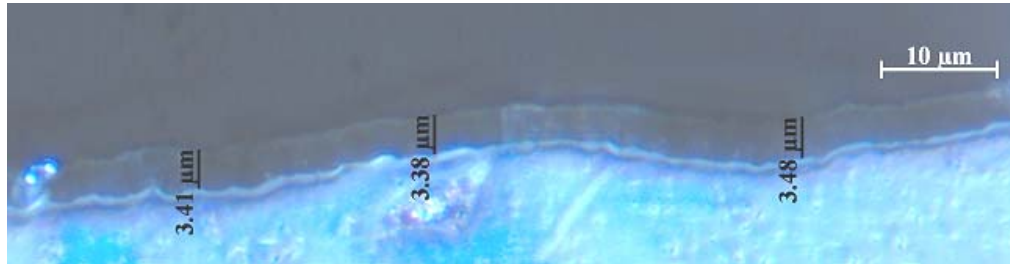


13

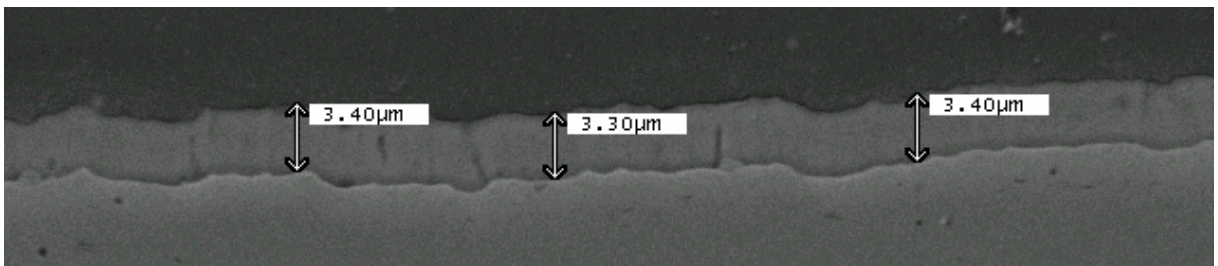
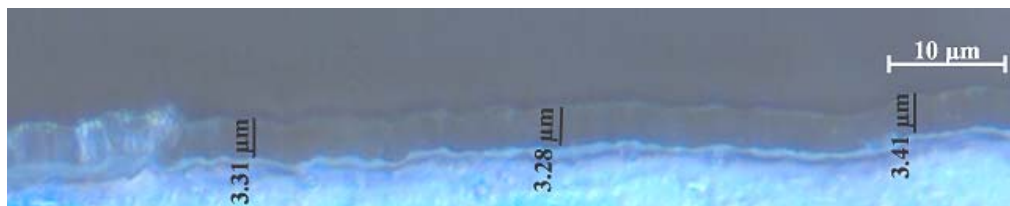




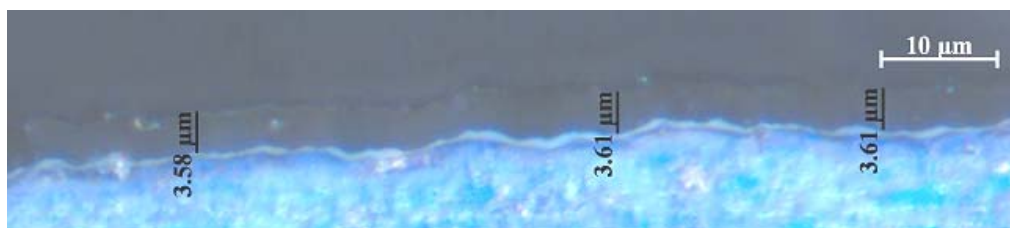
14

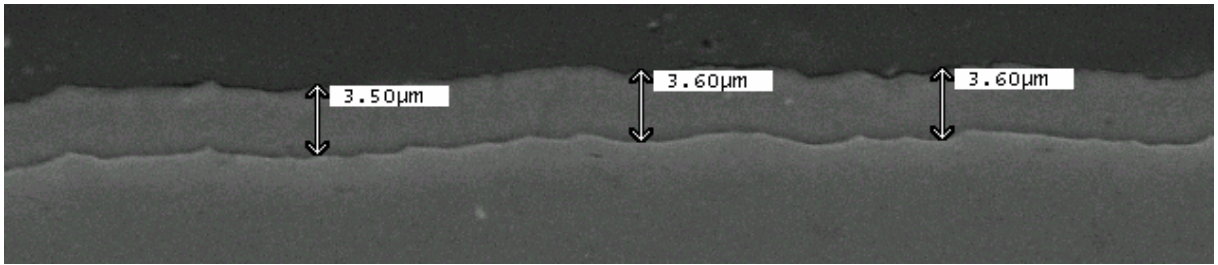


15

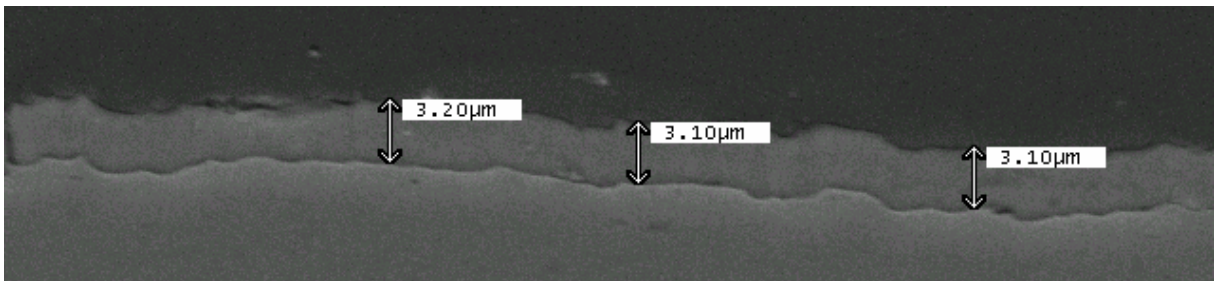
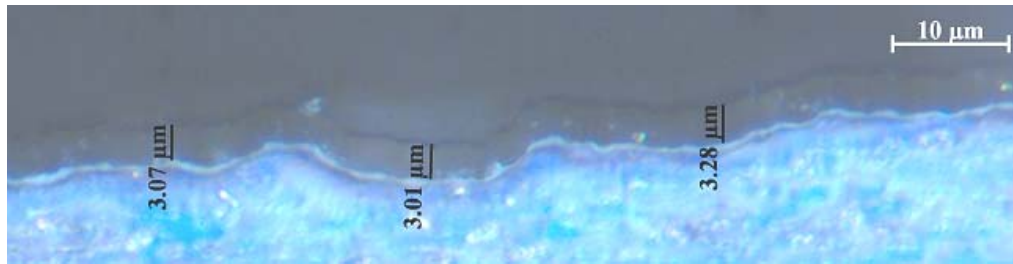


16

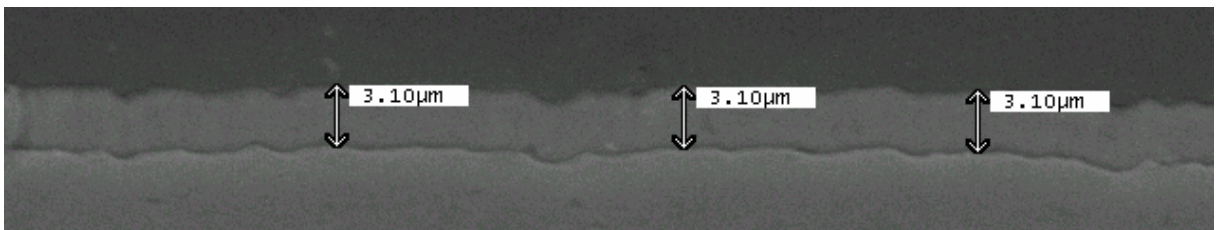
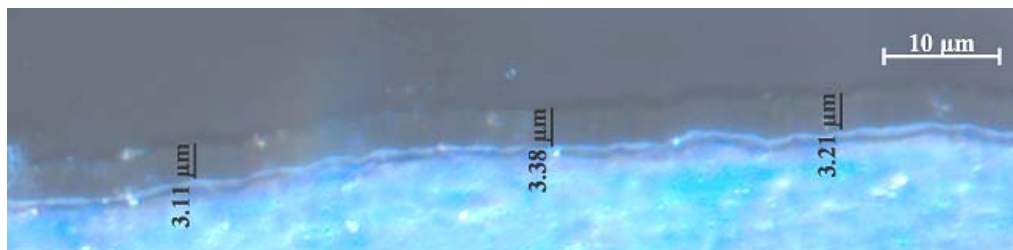




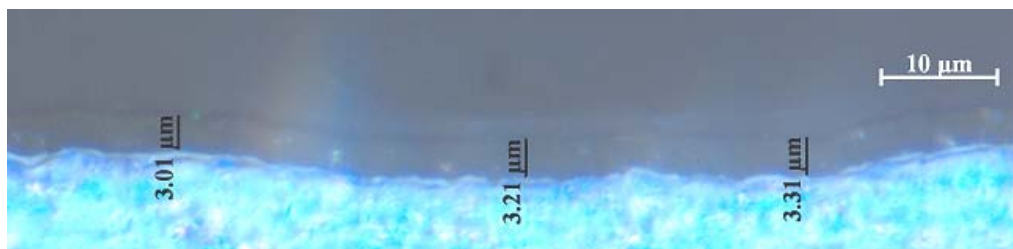
17

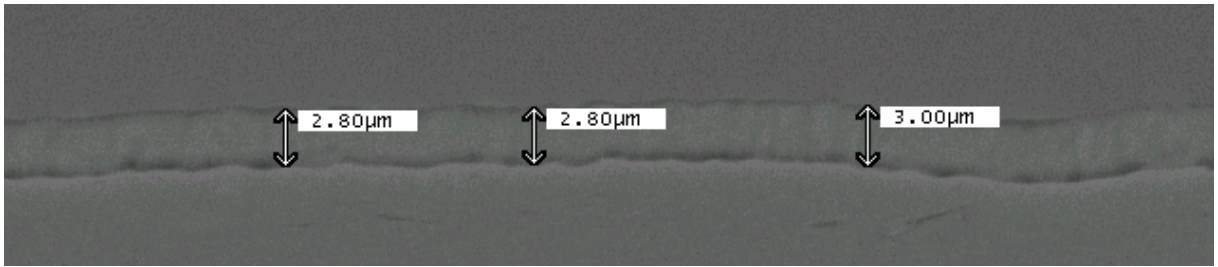


18

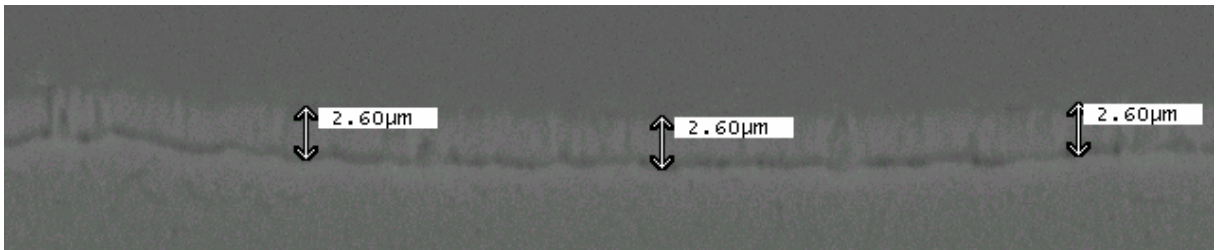
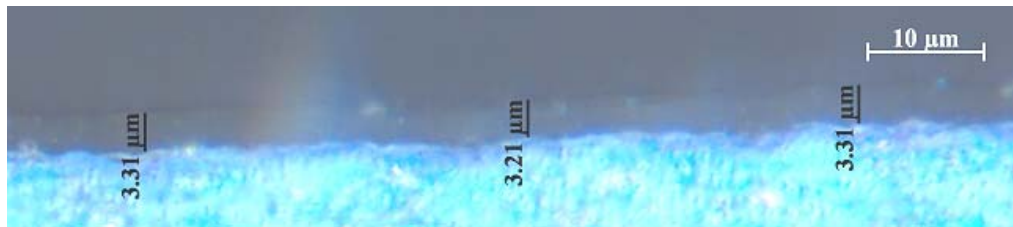


19

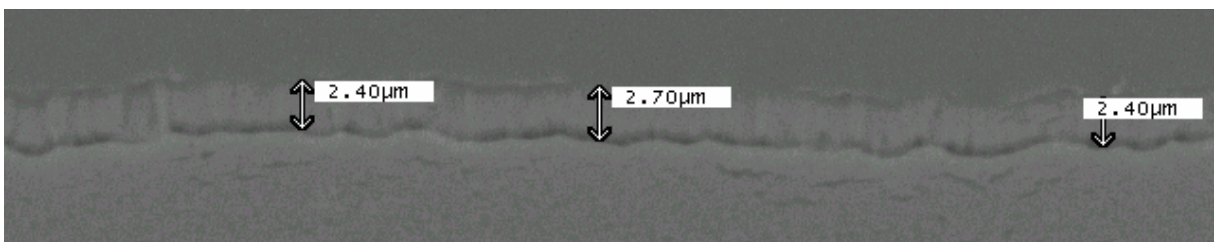
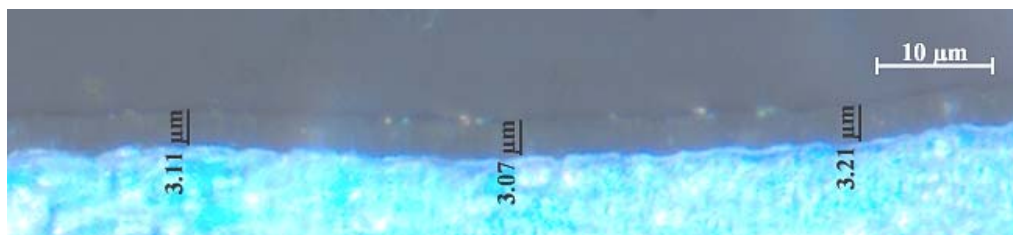




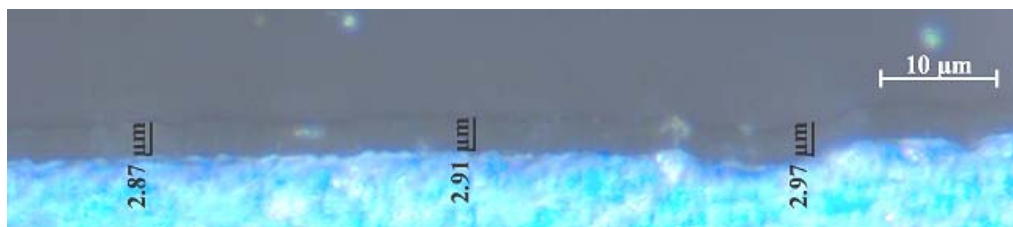
20

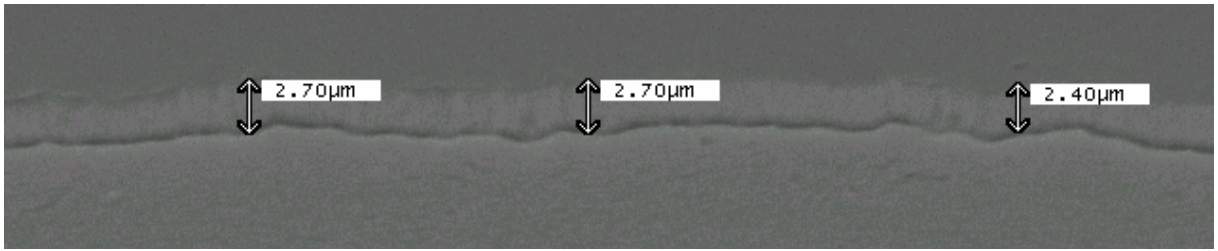


21

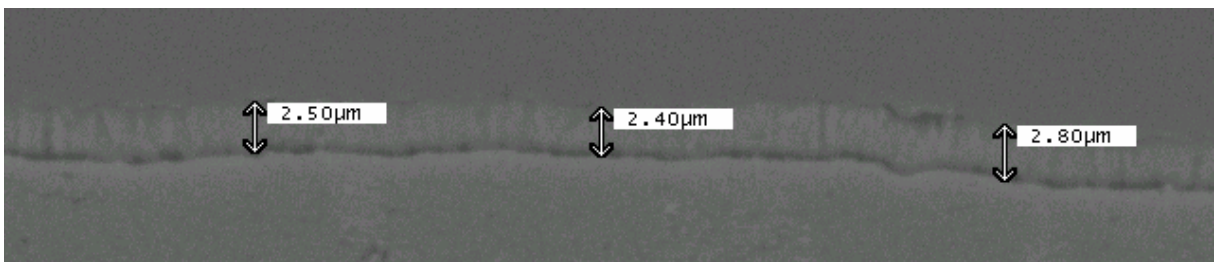
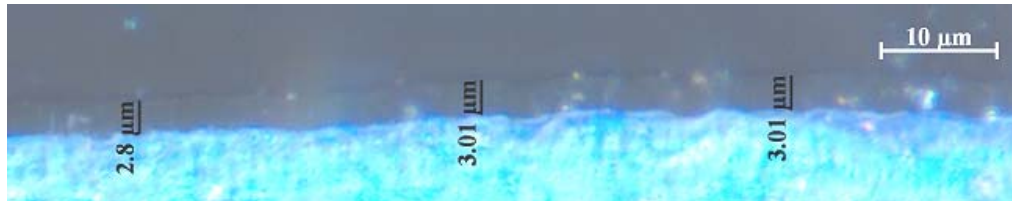


22

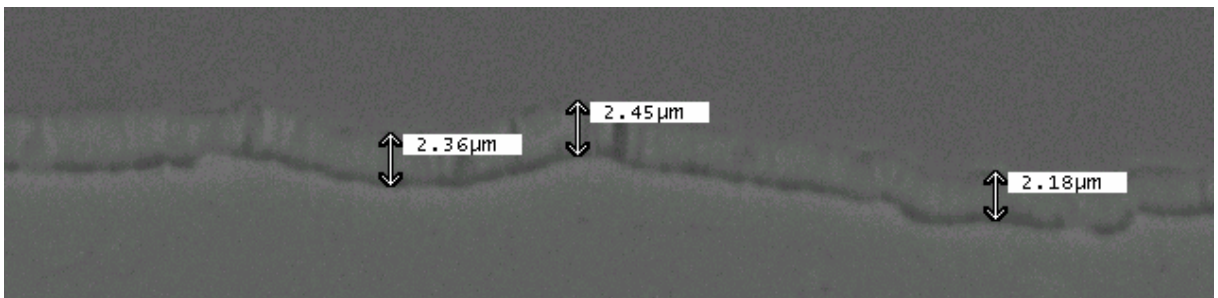
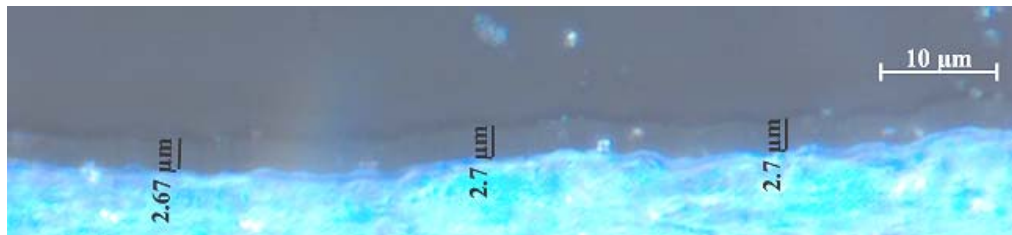




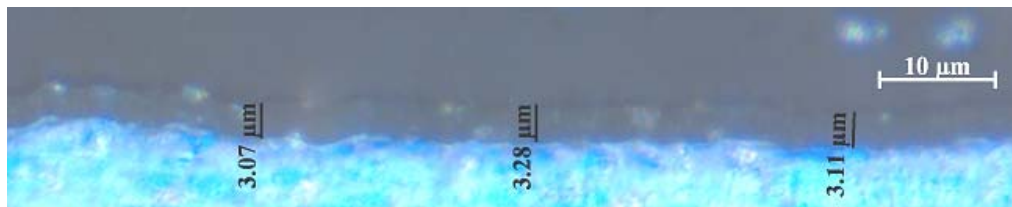
23

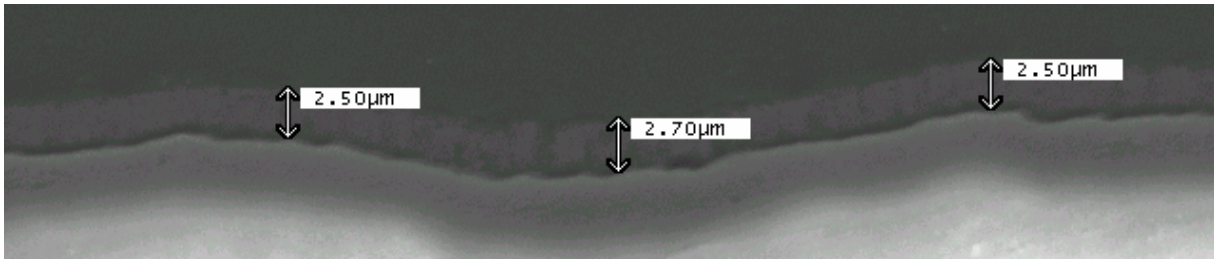


24

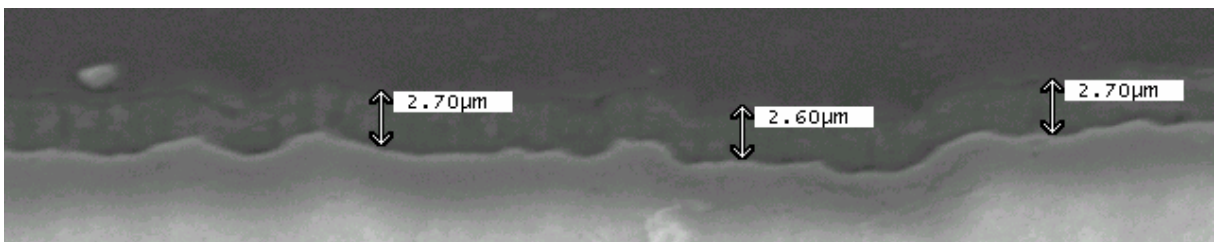
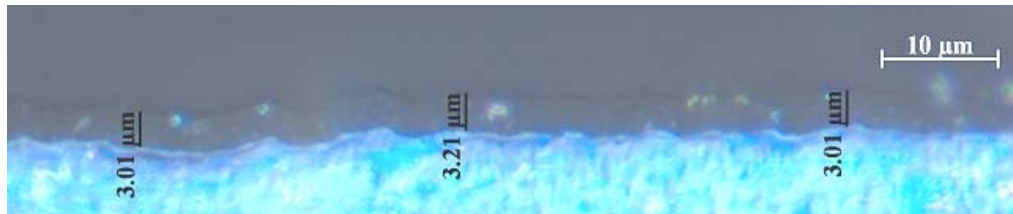


25

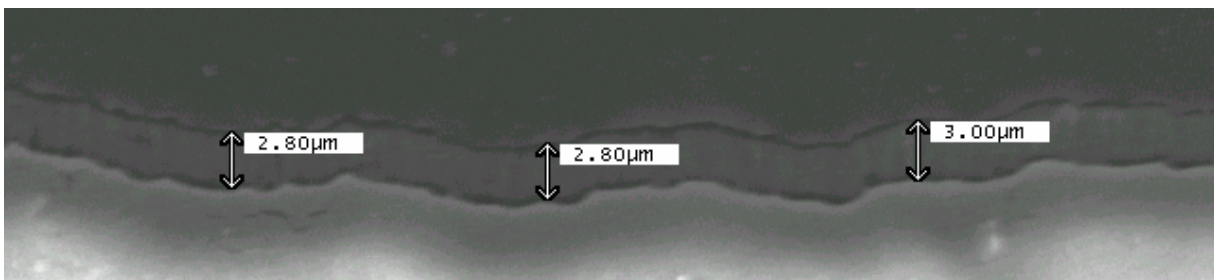
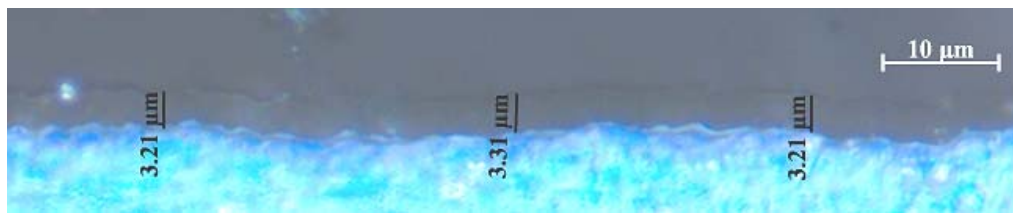




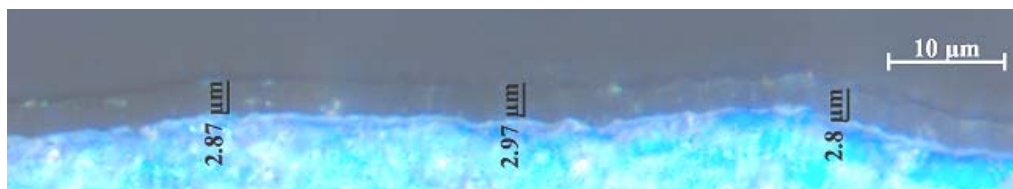
26

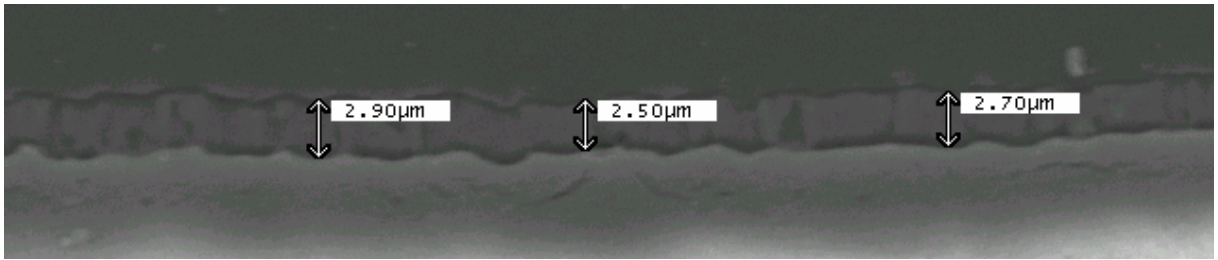


27

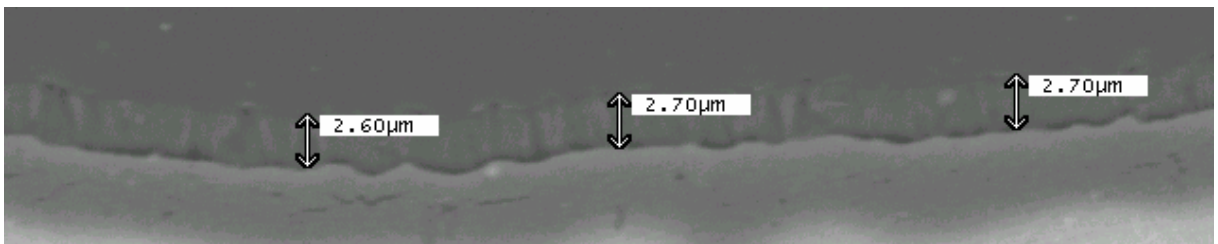
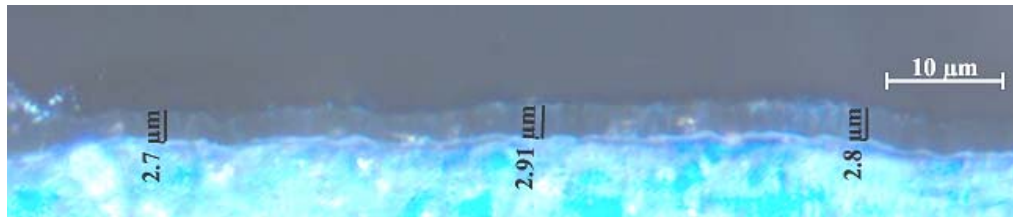


28

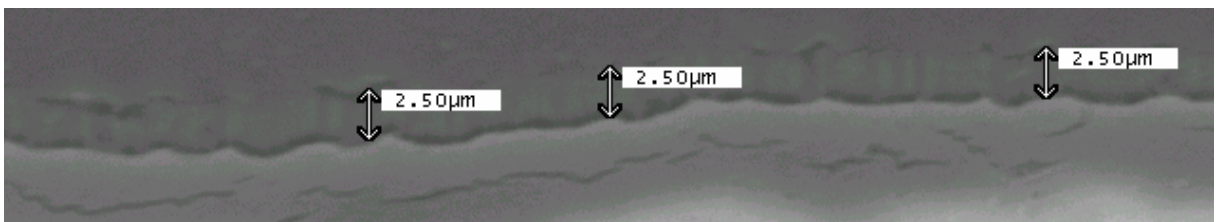
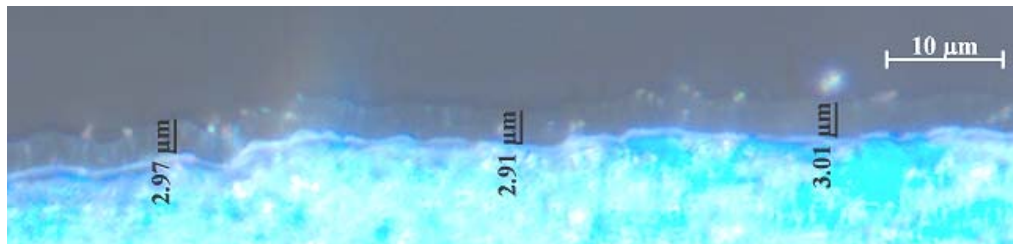




29



30



ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi	13.03.1970	
Doğum yeri	İstanbul	
Lise	1981-1987	Erenköy Kız Lisesi
Lisans	1987-1993	Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü
Çalıştığı kurumlar	1993-1999	Barlan Metal
	1999-2000	Anadolu Ecopack
	2000-Devam ediyor	Assan Aluminyum