

BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ❖ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**İKİZ MERDANE SÜREKLİ DÖKÜM TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN HADDE
ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ KOROZYON
DAVRANIŞI VE YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Taha Yasin EKEN

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği

HAZİRAN 2018

BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ❖ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**İKİZ MERDANE SÜREKLİ DÖKÜM TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN HADDE
ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ KOROZYON
DAVRANIŞI VE YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Taha Yasin EKEN
(172080301)**

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği

**Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi İsrail KÜÇÜK
Eş Danışman: Prof. Dr. Cevat SARIOĞLU**

HAZİRAN 2018

BTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 172080301 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi Taha Yasin EKEN, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı "İKİZ MERDANE SÜREKLİ DÖKÜM TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN HADDE ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ KOROZYON DAVRANIŞI VE YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ" başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Dr. Öğr. Üyesi İsrail KÜÇÜK**
Bursa Teknik Üniversitesi

Eş Danışman : **Prof.Dr. Cevat SARIOĞLU**
Marmara Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Dr. Öğr. Üyesi Tahsin BOYRAZ**
Sivas Cumhuriyet Üniversitesi

Doç. Dr. Ender Gökhan GECE
Bursa Teknik Üniversitesi

Savunma Tarihi : 18 Haziran 2018

FBE Müdürü : **Doç. Dr. Murat ERTAŞ**
Bursa Teknik Üniversitesi/...../.....

İNTİHAL BEYANI

Bu tezde görsel, işitsel ve yazılı biçimde sunulan tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uyularak tarafımdan elde edildiğini, tez içinde yer alan ancak bu çalışmaya özgü olmayan tüm sonuç ve bilgileri tezde kaynak göstererek belgelediğimi, aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

Öğrencinin Adı Soyadı: Taha Yasin EKEN

İmzası :

X X X X



İslam Alemine,

ÖNSÖZ

Yüksek Lisans çalışmalarımın meyvesi olarak nihayet bulan tez çalışmamda şüphesiz en önemli desteği gördüğüm, güler yüz, ilgi, alaka, sabır ve maneviyat gibi hususlar ile bana yardımcı olan kıymetli danışman hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi İsrail KÜÇÜK'e teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Ayrıca tezimin ilerlemesinde tecrübe ve birikimleri ile büyük katkısı olan, güler yüzü ve teşvikleri ile çalışmalarına beni motive eden değerli eş danışman hocam Sayın Prof. Dr. Cevat SARIOĞLU'na ve bu vesile ile Marmara Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümüne teşekkürlerimi borç bilirim.

Lisans hayatımdaki yakın arkadaşlarımdan, Yüksek Lisansım da beni hiç kırmadan, son derece tevazu göstererek her türlü çıkmazımda bana yardımcı olan kıymetli Arş. Gör. Cemre Metin POYRAZ'a ve bu vesile ile Orta Doğu Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği ve Merkezi Laboratuvar Birimine teşekkürlerimi sunuyorum.

Gerek akademik hayata alışma sürecinde gerekse günlük hayattaki yönlendirmeleriyle istikameti bana gösteren değerli hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Mehmet Barış TABAKÇIOĞLU'na teşekkürlerimi sunuyorum.

Yine mesleğime alışma sürecinde ve her türlü problemimde yanımda duran Arş. Gör. Yasin ALTIN'a ve ayrıca birbirimize her zaman destek olarak akademik çalışmalara vakit ayırmamızı sağlayan değerli mesai arkadaşlarım Arş. Gör. Cantekin KAYKILARLI ve Burak KÜÇÜKELYAS'a ve bu vesile ile bölümümüz mesai arkadaşlarımıza teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca Bursa Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) birimine 172L05 numaralı proje desteği ile Yüksek Lisans tezim kapsamında vermiş oldukları destekleri için teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek Lisans tez çalışmalarına desteğini hiç eksik etmeyerek hem eğitimimi tamamlamama hem de çalışmalarımı bitirmeme yardımcı olan ASSAN Alüminyum San. ve Tic. A.Ş.'ye özel olarak teşekkürlerimi sunuyorum.

Hiç şüphesiz ki hayatımın esas ve zembereği olan kıymetli ailem teşekkürlerin en büyüğünü hak ediyor. Aile fertlerimin her birisine sonsuz teşekkürlerimi hürmet ve sevgilerimle sunuyorum.

Haziran 2018

Taha Yasin EKEN

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ	v
İÇİNDEKİLER	vi
KISALTMALAR	viii
SEMBOLLER	ix
ÇİZELGE LİSTESİ	x
ŞEKİL LİSTESİ	xi
ÖZET	xiv
SUMMARY	xvi
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı	3
1.2 Alüminyum ve Alaşımlarının Tarihçesi	3
1.3 Alüminyum ve Alaşımlarının Özellikleri ve Kullanım Alanları	4
1.4 Alüminyum ve Alaşımlarının Gruplandırılması	6
1.5 Alüminyum ve Alaşımlarının Üretilmesi	7
1.5.1 Direk soğutma döküm yöntemi	8
1.5.2 Sürekli döküm yöntemi	9
1.6 Korozyon ve Türleri	10
1.6.1 Üniform korozyon	11
1.6.2 Çukurcuk korozyonu	11
1.6.3 Seçici korozyon	12
1.6.4 Galvanik korozyon	13
1.6.5 Tane sınırları korozyonu	14
1.6.6 Gerilim korozyonu	14
1.6.7 Erozyonlu korozyon	15
1.6.8 Aralık korozyonu	16
1.7 Alüminyum ve Alaşımlarının Korozyon Hızını Ölçme Yöntemleri	17
1.7.1 Ağırlık kaybı ile korozyon hızı ölçüm yöntemi	17
1.7.2 Açık devre potansiyeli (ocp)	18
1.7.3 Tafel ekstrapolasyon yöntemi	19
1.7.4 Lineer polarizasyon direnci yöntemi (Ip)	21
1.7.5 Elektrokimyasal empedans spektroskopisi yöntemi (eis)	21
1.8 Literatürde Yapılan Çalışmalar	23
2. MATERYAL VE YÖNTEM	27
2.1 Açık Devre Potansiyeli Ölçümü	32
2.2 Lineer Polarizasyon Direnci Ölçümü	33
2.3 Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi Ölçümleri	35
2.4 Potansiyodinamik Davranışın Hesaplanması	36
3. BULGULAR VE TARTIŞMA	38
3.1 Korozyon Testleri Öncesi Karakterizasyon Sonuçları	38
3.1.1 X ışını difraktometresi (XRD) sonuçları	38
3.1.1.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	39
3.1.1.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	39

3.1.2 Elde edilen spektrometre sonuçları	41
3.1.2.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	41
3.1.2.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	41
3.1.3 Elde edilen stereo mikroskop sonuçları	41
3.1.3.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	42
3.1.3.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	42
3.1.4 Taramalı elektron mikroskobu görüntüleri ve enerji dağılımı spektrometresi sonuçları	43
3.1.4.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	43
3.1.4.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	45
3.2 %3,5 NaCl Çözeltisi Kullanılarak Gerçekleştirilen Korozyon Testi Sonuçları	46
3.2.1 Açık Devre Potansiyeli Sonuçları	46
3.2.1.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	47
3.2.1.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	47
3.2.2 Lineer polarizasyon sonuçları	49
3.2.2.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	49
3.2.2.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	50
3.2.3 Elektrokimyasal empedans spektroskopisi ölçüm sonuçları.....	52
3.2.3.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	52
3.2.3.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	53
3.3 %3,5 NaCl Çözeltisi ile Korozyon Testleri Sonrası Karakterizasyon Sonuçları	56
3.3.1 X ışını difraktometresi (XRD) sonuçları.....	56
3.3.1.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	56
3.3.1.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	57
3.3.2 Elde edilen stereo mikroskop sonuçları	57
3.3.2.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	58
3.3.2.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	58
3.3.3 Taramalı elektron mikroskobu görüntüleri ve enerji dağılımı spektrometresi sonuçları	59
3.3.3.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	59
3.3.3.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı	61
4. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	64
KAYNAKLAR	68
ÖZGEÇMİŞ.....	71

KISALTMALAR

CC	: Sürekli Döküm - Continuous Casting
DC	: Doğrudan Soğutmalı Döküm - Direct Chill Casting
EDS	: Enerji Dağılım Spektroskopisi - Energy Dispersive Spectroscopy
EIS	: Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi - Electrochemical Impedance Spectroscopy
LP	: Lineer Polarizasyon - Linear Polarization
Mpy	: Bir Yıllık Mil Miktarı- Miles per year
OCP	: Açık Devre Potansiyeli - Open Circuit Potential
SCE	: Doymuş Kalomel Elektrot - Saturated Calomel Electrode
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskopisi - Scanning Electron Microscopy
TRC	: İkiz Merdane ile Döküm - Twin-Roll Casting
XPS	: X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi X-ray Photoelectron Spectroscopy
XRD	: X-ışını Difraksiyonu - X-ray Diffraction

SEMBOLLER

A	: Yüzey Alanı
d	: Yoğunluk
E_{kor}	: Korozyon Potansiyeli
I	: Akım
I_{kor}	: Korozyon Akımı
R_ç	: Çözelti Direnci
R_p	: Polarizasyon Direnci
t	: Zaman
V	: Potansiyel
Z	: Alternatif akım eş değer direnci
W	: Ağırlık kaybı değeri
β_a	: Anodik Tafel sabiti
β_k	: Katodik Tafel sabiti

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 3.1 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşımına ait spektral analiz sonucu.	41
Çizelge 3.2 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşımına ait spektral analiz sonucu.	41
Çizelge 3.3 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi EDS analizine göre yüzeyde bulunan elementlerin yüzdece ağırlık oranı.	44
Çizelge 3.4 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi EDS analizine göre yüzeyde bulunan elementlerin yüzdece ağırlık oranı.	46
Çizelge 3.5 : 150 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin lineer polarizasyon testi sonucu verileri.	50
Çizelge 3.6 : 180 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin lineer polarizasyon testi sonucu verileri.	51
Çizelge 3.7 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi test sonucu verileri. ...	55
Çizelge 3.8 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi test sonucu verileri. ...	55
Çizelge 3.9 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası EDS analizine göre yüzeyde bulunan elementlerin yüzdece ağırlık oranı.	60
Çizelge 3.10 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri EDS analizine göre yüzeyde bulunan elementlerin yüzdece ağırlık oranı.	62

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1 : Gıda endüstrisinde kullanılan alüminyum alaşımları.....	5
Şekil 1.2 : Direk soğutma döküm yöntemi ve ikiz merdane ile döküm yönteminin karşılaştırılması	8
Şekil 1.3 : İkiz merdane döküm yönteminin şematik gösterimi	10
Şekil 1.4 : Çelik yapıda görülen üniform korozyon örneği	11
Şekil 1.5 : Alüminyum alaşımlarına ait çukurcuk korozyonu görüntüleri. Solda 7075-T6 levha alüminyum numuneye ait, sağda ise 2014-T6 levhasına ait optik mikroskop görüntüleri bulunmaktadır.....	12
Şekil 1.6 : Pirinç vanada oluşan seçici korozyon sonucunda çinkonun alaşımdan uzaklaşması (dezincification).....	12
Şekil 1.7 : Alüminyum ve pirinç plakalarda paslanmaz çeliğin yüksek pasifliği nedeniyle oluşan galvanik korozyon.....	13
Şekil 1.8 : 2024-T6 alüminyum alaşımında oluşan tane sınırları korozyonunun yan kesitten optik mikroskop ile görüntüsü	14
Şekil 1.9 : Alüminyum alaşımında oluşan gerilim korozyonuna örnek görüntü. Ok ile gösterilen kısımlar gerilim korozyonunun oluştuğu bölgelerdir.....	15
Şekil 1.10 : Al-4Cu alaşımında oluşan erozyon çukurcuğu	16
Şekil 1.11 : Metal ve metal olmayan malzemelerde ortamda bulunan nem veya sıvının penetre edebileceği yüzeyde bulunan boşluklar gösterilmiştir. Bu boşluklar nedeniyle malzemede aralık korozyonu oluşma riski artmaktadır.....	16
Şekil 1.12 : Bakır, Alüminyum, Çinko ve bu üç elementten oluşan CuZnAl alaşımının Hg/HgO/OH referans elektrotu kullanılarak elde edilen açık devre potansiyeli grafiği	19
Şekil 1.13 : Üç elektrot sistemi elektrokimyasal korozyon hücresinin şematik olarak gösterimi.....	20
Şekil 1.14 : Korozyon hızını hesaplamak için kullanılan Tafel ekstrapolasyon grafiği	20
Şekil 2.1 : İncelenecek numuneyi korozyon testlerine hazırlama işlemleri a) numunenin yerleştirileceği kulakçık ve kapağı b) incelenecek numunenin kulakçık içine yerleştirilmesi c) kulakçık içindeki numunenin iletken tel vasıtasıyla elektrokimyasal korozyon hücre	29
Şekil 2.2 : %3,5 NaCl içeren tuzlu çözeltisi ile hazırlanan potansiyodinamik testlere hazır korozyon hücresi	30
Şekil 2.3 : Korozyon testlerinde potansiyostat cihazı ile elektrotlar arasındaki bağlantıyı sağlayan kablolar ve renklerinin anlamları	30
Şekil 2.4 : CH Instruments potansiyostat cihazında çalışılmak istenilen elektrokimyasal yöntemin seçilmesi	33
Şekil 2.5 : Açık devre potansiyeli-zaman grafiği için araştırmacı tarafından belirlenmesi gereken parametreler	33

Şekil 2.6 : Lineer polarizasyon testi için arařtırmacı tarafından belirlenmesi gereken parametreler	34
Şekil 2.7 : Elektrokimyasal empedans spektroskopisi testi için arařtırmacı tarafından belirlenmesi gereken parametreler	35
Şekil 2.8 : Temel Randle devresinin CHI 608E yazılımı ile çizimi.	36
Şekil 3.1 : 150 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri öncesi X-ıřını difraksiyonu ölçüm sonucu.....	39
Şekil 3.2 : 180 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri öncesi X-ıřını difraksiyonu ölçüm sonucu.....	40
Şekil 3.3 : 150 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri öncesi stereo mikroskop görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi)	42
Şekil 3.4 : 180 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri öncesi stereo mikroskop görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi).	43
Şekil 3.5 : 150 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri öncesi taramalı elektron mikroskopu (SEM) görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi) ve gösterilen bölgeden EDS analizi için elde edilen SEM görüntüsü (■■■■ boyutu 40 µmye eřittir).	44
Şekil 3.6 : 180 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri öncesi taramalı elektron mikroskopu (SEM) görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi) ve gösterilen bölgeden EDS analizi için elde edilen SEM görüntüsü (■■■■ boyutu 40 µmye eřittir).	45
Şekil 3.7 : 150 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin açık devre potansiyeli (OCP) ölçüm sonucu.....	47
Şekil 3.8 : 180 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin açık devre potansiyeli (OCP) ölçüm sonucu.....	48
Şekil 3.9 : 150 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin lineer polarizasyon (LP) ölçüm sonucu	50
Şekil 3.10 : 180 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin lineer polarizasyon (LP) ölçüm sonucu	51
Şekil 3.11 : 150 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) (a) Nyquist ölçüm sonucu (b) Bode ölçüm sonucu.....	53
Şekil 3.12 : 180 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) (a) Nyquist ölçüm sonucu (b) Bode ölçüm sonucu.....	54
Şekil 3.13 : TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin Elektrokimyasal Empedans Spektroskopi ölçüm sonuçlarını deęerlendirebilmek için kurulan devre düzeneęi.	55
Şekil 3.14 : 150 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri sonrası X-ıřını difraksiyonu ölçüm sonucu.....	56
Şekil 3.15 : 180 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri sonrası X-ıřını difraksiyonu ölçüm sonucu.....	57
Şekil 3.16 : 150 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri sonrası stereo mikroskop görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi, kırmızı ok-çukurcuk).....	58
Şekil 3.17 : 180 µm kalınlıęa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alařım numunesinin korozyon testleri sonrası stereo mikroskop görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi, kırmızı ok-çukurcuk).....	59

- Şekil 3.18** : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi, kırmızı ok-çukurcuk) ve gösterilen bölgeden EDS analizi için elde edilen SEM görüntüsü (■ boyutu 40 µmye eşittir) **60**
- Şekil 3.19** : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası (a) taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi, kırmızı ok-çukurcuk) ve gösterilen bölgeden EDS..... **61**



İKİZ MERDANE SÜREKLİ DÖKÜM TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN HADDE ALÜMİNYUM ALAŞIMLARININ KOROZYON DAVRANIŞI VE YÜZEY ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Yüksek korozyon dayanımı, kolay şekil verilebilmesi ve hafifliği gibi avantajlarından dolayı alüminyum malzemeler, son yıllarda gıda paketleme endüstrisinde yaygın olarak tercih edilir hale gelmiştir. Alüminyum alaşımlarının gıda endüstrisinde kullanılmasının temel nedeni gıdaların kimyasal yapısının korozif özelliği ve bu ortam nedeniyle gıda paket ve ambalajlarının özelliklerini yitirmesidir. Alüminyum alaşımları ise korozyona oldukça dayanıklı olup yer kabuğunda da bol miktarda bulunmaktadır. Günümüzde alüminyum ve alaşımlarının üretimi ve gıda paketleme endüstrisinde kullanımı oldukça kolay ve pratiktir. Özellikle 8006 grubu alüminyum alaşımları, hazır gıda ve asitli veya asitsiz içecek kutularının üretimi, sıvı ve katı gıda ambalajlama gibi gerek endüstri gerekse günlük hayatta yaygın olarak kullanılmaktadır. Sürekli döküm yöntemlerinden (CC) ikiz merdane sürekli döküm (TRC) tekniği ile üretilen 8006 serisi alüminyum alaşımlarının korozyon davranışlarının ve yüzey özelliklerinin incelendiği bu yüksek lisans tez çalışmasında, ilk olarak 8006 serisi alüminyum alaşımı ergiyik halde ikiz merdanelerin arasına kalıp yardımıyla dökülerek 8,5 mm kalınlığında levha halinde numuneler elde edildi. Daha sonra elde edilen bu levha halindeki alüminyum alaşım numunelerine 550 °C ila 600 °C sıcaklıkları arasında homojenleştirme tavlama uygulandı. Haddeleme işlemlerinden sonra 400 °C ila 450 °C sıcaklıkları arasında normalizasyon tavlama tabii tutularak numuneler kullanıma hazır hale getirildi. Üretimi gerçekleştirilen numunelere elektrokimyasal korozyon testleri öncesi karakterizasyon testleri yapıldı. Öncelikle spektral analiz yöntemi ile numunelerin içerdiği elementlerin tespiti yapıldı. Ardından X-ışını difraktometresi (XRD) yöntemi kullanılarak alüminyum folyo alaşımlarının yüzeylerinde bulunan faz ve elementlerin tespiti gerçekleştirildi. Stereo mikroskop ile yüzeylerinde bulunan hadde izleri ve hadde yönleri gözlemlendi. Son olarak taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile alaşımların yüzeyleri daha ayrıntılı olarak incelendi ve yüzeyde bulunan elementlerin yüzdece ağırlıklarını bulmak için enerji dağılım spektroskopisi (EDS) yöntemi kullanıldı. Korozyon öncesi karakterizasyon testleri yapıldıktan sonra %3,5 NaCl çözeltisi kullanılarak elektrokimyasal korozyon testlerinden açık devre potansiyeli (OCP), lineer polarizasyon (LP) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ölçümleri alüminyum folyo alaşım numunelerine uygulandı. Uygulanan bu elektrokimyasal korozyon testleri sonrasında tekrar X-ışını difraktometresi (XRD), stereo mikroskop, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılım spektroskopisi (EDS) yöntemleri kullanılarak TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunelerinin korozyon davranışı ile yüzey özelliklerinde meydana gelen değişimler incelendi. Bu çalışmalara ek olarak soğuk hadde ile ezme oranı %94 ve %98 olan iki alüminyum folyo alaşım numunesine de karakterizasyon ve elektrokimyasal testler uygulanarak ezme oranının etkisi incelenmiştir. Bu işlemler neticesinde, ikiz merdane sürekli döküm tekniği

sonrasında uygulanan ezme oranı arttırıldığında, üretilen 8006 serisi alüminyum alaşımlarının korozyon hızının arttığı ve bu alaşımların gıda paketleme uygulamalarında kullanılmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

Anahtar kelimeler: İkiz merdane sürekli döküm, 8006 alüminyum serisi, Soğuk hadde oranı, Elektrokimyasal korozyon testleri, Yüzey karakterizasyonu, Gıda ambalajlama uygulamaları.



INVESTIGATION OF CORROSION BEHAVIOR AND SURFACE PROPERTIES OF ALUMINIUM ALLOYS PRODUCED BY TWIN ROLL CONTINUOUS CASTING TECHNIQUE

SUMMARY

On the occasion of their great characteristics like corrosion resistance, easy processability and weightlessness, aluminium alloys have been mostly preferred in food packaging industry during the recent years. The main reason of the use of aluminium alloy in food industry is the corrosive property of the chemistry of foods and for this reason food packaging materials lose their protective features. Aluminium alloys are perfect to the corrosion and pure aluminium exists abundant in the Earth's crust. Today manufacturing and processing to use in food packaging industry of aluminium and alloys are pretty easy and practical. Specifically, 8006 aluminium alloys have been widely used as convenience food packaging and beverage containers. In this master thesis the corrosion and surface behaviours of 8006 aluminium alloy were investigated which had produced by twin roll casting (TRC) as one of the continuous casting (CC) methods. Firstly melted 8006 aluminium alloy poured to the mould between the twin rolls and 8,5 mm sheet aluminium was obtained. Then 8,5 mm aluminium sheets homogenized between the temperatures 550 °C to 600 °C and cold rolled. After rolling processes the aluminium sheets normalized at the temperatures 400 °C to 450 °C and the specimens became ready to apply the tests. Before electrochemical corrosion tests characterization tests applied to the produced specimens. Spectral analyze was applied to detect the elements in the specimens. After that X-ray diffraction (XRD) method used to analyze the phases and elements on the surface of aluminium alloys. With the stereo microscope the rolling traces and the rolling direction determined. Afterwards, scanning electron microscope (SEM) was applied to examine the surface morphology deeply and the energy dispersive spectroscopy (EDS) was used to found out the percental element weights on the surface. After the before corrosion characterization tests were done, 3,5 % NaCl solution was prepared and used to apply the electrochemical corrosion tests which are open circuit potential (OCP), linear polarization (LP) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) to the aluminium foil alloy specimens. To observe the effects of corrosion tests and the differences on the surfaces of the aluminium foil alloy specimens X-ray diffractometer (XRD), stereo microscope, scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS) methods were used after the electrochemical corrosion tests. In addition to these works, to be able to understand the effect or the cold rolling reduction rate to the corrosion behaviour and surface properties, cold rolled aluminium foil alloy specimens were studied which have two different reduction rate 94% and 98% respectively. Same characterization tests were applied before and after corrosion and same electrochemical corrosion tests also were applied. After all these processes, we conclude that when the cold reduction rate increases, depending on cold rolling route the corrosion rate of the twin-roll cast 8006

aluminum alloys increases and these alloys are suitable for food packaging applications.

Keywords: Twin roll casting, 8006 aluminium group, Cold rolling rate, Electrochemical corrosion tests, Surface characterization, Food packaging applications.



1. GİRİŞ

Düşük yoğunluk, düşük maliyet, rahat şekillendirilebilme, sızdırmazlık, hafiflik, yüksek elektriksel ve ısısal (termal) özellikler gibi yüksek korozyon dayanımı özelliği alüminyum ve alaşımlarını gıda ambalajlama endüstrisinde levha ve folyo (foil-fin) malzeme olarak vazgeçilmez hale getirmiştir. Genellikle 6 µm ile 0,2 mm aralığındaki farklı kalınlıklarda çeşitli kompozisyonlarda ve uygulanan ısı işlemler ile folyo malzeme halinde günlük hayatta kullanılan ürünlere gıda sektöründe ve eczacılık uygulamalarında yoğun bir şekilde yer verilmektedir [1-6].

Folyo malzemelerin kullanıldığı uygulamalarda alüminyum alaşımı ticari saflıkta ana bileşim olarak (ağırlıkça > %99 Al, < %0,8 Fe, %0,1 - %0,3 Si içeren) tercih edilmektedir. Direk soğutma döküm (Direct Chill Casting-DC) yöntemi ile 2 mm ile 5 mm kalınlığa sahip yassı metal malzemeleri üretmek ve ardından şekillendirme prosesleri uygulamak hem müşkül hem masraflı olması sebebiyle sürekli döküm yöntemleri (Continuous Casting-CC) daha fazla tercih edilmektedir. Elli yıldan fazla bir süredir alüminyum alaşımlarının çubuk, levha ve folyo şekillerinin üretimi farklı sürekli döküm teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Günümüzde alüminyum folyo malzemeleri elde etmek için yaygın olarak kullanılan sürekli döküm yöntemleri; ikiz merdane sürekli döküm (TRC) ve sürekli slab döküm tekniğidir. TRC tekniğinde metal levha ergiyik metalden direk katılma ile 5 ile 6 mm civarında elde edilebilmektedir. Ancak sürekli slab döküm tekniğinde 13 ile 21 mm kalınlığında katılaştırılan levha sıcak haddeleme ile 2 ile 3 mm kalınlığında elde edilebilmektedir. Üretilen alüminyum levha soğuk haddeleme ile 0,4 ile 1 mm kalınlığında folyo inceliğine getirilir. Daha sonra homojenleştirme veya yeniden kristallenme tavlama uygulanan alüminyum levha, akabinde tekrar soğuk haddeleme ile kalınlığı azaltılarak 350-400 °C sıcaklıkta normal tavlama (annealing) işlemine tabi tutulur. Bu işlem, kullanım öncesinde birçok alüminyum folyo alaşımına uygulanmaktadır ve folyo yassı ürünün yüzeyinde bulunan kalıntı hadde yağlarının uzaklaştırılmasını sağlamaktadır. Daha sonra tekrar soğuk haddeleme ile son kalınlığı istenilen alüminyum alaşımı levha olarak elde edilmektedir. Eğer daha ince levha kalınlığı istenilirse, (örneğin; <100 µm

kalınlıklı alüminyum alaşımları) bunun için en ideal yöntem kapalı boşluklu haddeleme yöntemidir [1-6].

Folyo ürün olarak elde edilen alüminyum alaşımlarının üretim tekniği ve şekillendirilmesi sırasında uygulanan deformasyon ve ısıl işlem parametreleri ve malzeme mikroyapıları arasındaki ilişkinin, malzemelerin yüzey özelliklerini kontrol edebilmek için, ayrıntılı bir şekilde bilinmesi çok önemlidir. Üretilen levha malzemelerde, malzemenin çözelti/katılaşma durumu (state), mikro-kimyasal yapısı ve demir (Fe), silisyum (Si) ve diğer süreksizlikler gibi alaşım elementleri, neticede elde edilen folyo malzemenin şekillendirme işlem basamaklarını ve yüzey ile korozyon özelliklerini etkilemektedir. Örneğin; alüminyum içindeki demirin çok düşük çözünürlüğü sonucu ticari alüminyum alaşımlarında oluşan büyük demir içerikli fazlar, alüminyum alaşımını büyük oranda etkilemektedir. Fe içeren bu fazların boyutu, tipi, hacmi ve özellikle morfolojisi, alüminyum alaşımının şekil alabilme, kırılma ve korozyon direnci kabiliyetlerini değiştirmektedir. Aynı şekilde, yüksek demir içeriğinden dolayı, %0,7 - %1,3 Fe içeren 8xxx serisi alüminyum alaşımının mukavemeti yüksek iken, yumuşatma tavlama (soft annealing-O-Temper) işlemine tabi tutulan 1xxx serisi ticari alüminyum alaşımlarının mukavemeti daha düşüktür [1-6].

Termodinamik açıdan aşırı reaktif özellik göstermekte olan alüminyum alaşımları tüm metaller arasında magnezyumdan sonra ikinci reaktif metal olarak yer almaktadır ve bu alaşımların açık devre potansiyeli değeri (E_{ad}) -0,8 ila -1,1V-Doymuş Kalomel Elektrot (SCE) 'dir. Aşırı reaktif özellik göstermesine rağmen, 5 ila 8,5 sulu çözelti pH aralığında oksijenli veya oksijensiz ortamda alüminyumun yüzeyinde oluşan 2 ila 10 nanometre kalınlığındaki oksit film tabaka alüminyumun yüzeyini korozif ortamdan korur. Fakat bu koruma alkalın, klorlu veya güçlü asidik ortamlarda geçerli değildir. Çünkü yüzeydeki oksit film tabakası bu ortamlarda hızlı bir şekilde çözülür ve artık alüminyum metalinin çözünmesine engel olamaz. Bu sebeple alüminyum ve alaşımlarının korozyon davranışlarının analizi, metalin kararlı olduğu ortamlarda ve 5 ila 8,5 pH aralığında gerçekleştirilmektedir. Buna ek olarak, pH, sıcaklık ve klor içeriği alüminyumun yüzeyindeki tabakanın gösterdiği pasif davranışın değişkenliğine sebep olmakta ve alüminyumun korozyon davranışını ciddi boyutta etkilemektedir [1-6].

Alüminyum alaşımlarının yüzeylerinde düzensiz bir şekilde delik veya çukur şeklinde meydana gelen çukurcuk (pitting) korozyonu, klorlu çözelti ortamında görülen en

yaygın ve tehlikeli korozyon türüdür. Çukurcukların boyutu alüminyum alaşımlarının maruz kaldığı korozif ortam özelliklerine ve malzeme çeşidine bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. Klorlu çözelti ortamında, klor iyonları alüminyum alaşımının üzerinde bulunan oksit tabakasına saldırır ve bu tabakayı en zayıf bölgesinden çözerek alüminyumun çözünmesini hızlandırır ve alüminyum klorür oluşumunu meydana getirir. Hava içeren klorlu çözeltilerde (aerated chloride solutions) alüminyum ve alaşımlarının çukurcuk korozyonu, sık sık gözlemlenmektedir çünkü oksijenin varlığı çukurcuk oluşumu için önemlidir. Oksijenin varlığı çukurcuk bölgesinin dışında alüminyum hidroksit meydana getirir. Bunun sonucunda çukurcuğun ağzında düzensiz geometride korozyon ürünleri birikir [7].

1.1 Tezin Amacı

Bu yüksek lisans tez çalışmasının amacı, ikiz merdane sürekli döküm (TRC) tekniği ile üretilen ve gıda ve eczacılık uygulamalarında kullanılan hadde alüminyum alaşımlarının yüzey özellikleri ve korozyon davranışını incelemektir. Bu hedef doğrultusunda, mikroyapı ve yüzey özellikleri taramalı elektron ve optik mikroskobu yardımıyla incelenecek ve yüzey faz yapısı tespiti ile yüzey pürüzlülüğü etkisinin gözlemlenmesi için sırasıyla EDS, XRD ve XPS incelemeleri gerçekleştirilecektir. Akabinde TRC yöntemi ile üretilen alüminyum alaşımlarının ağırlıkça %3,5 NaCl içeren tuzlu su çözelti ortamındaki korozyon davranışları, açık devre potansiyeli, polarizasyon direnci, potansiyodinamik test (EIS) ile pasivasyon ve çukurcuk (pitting) oluşum özelliği, alüminyum folyonun yüzeyinde oluşan dirençlerin etkisi ölçümü yoluyla karşılaştırmalı olarak tespit edilip incelenecektir. Böylece, ikiz merdane sürekli döküm yönteminin, alaşım içeriğinin ve elde edilen yüzey özelliklerinin alüminyum levhanın yüzey özellikleri ve korozyon davranışına etkisinin analizi yapılarak, oluşması beklenen çukurcuk korozyonu özellikleri ile dağılımının ve korozyon hızının açığa çıkarılması beklenilmektedir.

1.2 Alüminyum ve Alaşımlarının Tarihçesi

Yer kabuğunda en fazla bulunan üçüncü element (%8'ini oluşturmaktadır) olan alüminyum, saf halde bulunmadığı için keşfedilmesi 19. yüzyılı bulmuştur. Eriyik kriyolit (Na_3AlF_6) içerisinde bulunan alümina (Al_2O_3) malzemesinin elektrolitik

indüksiyonu Charles Hall tarafından Ohio'da ve Paul Heroult tarafından Fransa'da birbirlerinden bağımsız ve habersiz olarak 1886 yılında geliştirildiğinde alüminyum metali ilk olarak yükselen mühendislik değeri ile otomotiv malzemesi olarak kullanılmaya başlandı [8]. İlk olarak üç ana alanda alüminyum metali alternatif malzeme olarak kullanılmaya başlanmıştır:

- Son derece hafif olmasının yanı sıra korozyon direnci, yüksek iletkenlik özellikleri sebebiyle elektrik nakli için iletken kabloları olarak kullanılmıştır.
- Otomotiv öncüleri yeni malzemelere talep gösterdikleri ve ürünlerinin performans ve görünüşlerini değiştirdiği için otomotiv sektöründe kullanılmıştır.
- Wright kardeşler uçmayı başardıklarında motor ve diğer parçalar için dökme alüminyum kullanmak istemişlerdir ve böylece alüminyum ile havacılık ve uçak sanayi arasında yakın bir ilişki başlamıştır.

Zamanla alüminyum endüstrisinin gelişimi oldukça artmış, aynaların çerçevelerinden servis tepsilerine ve mutfak takımlarına kadar günlük hayata girmiştir. Modern hayatta alüminyum geniş bir uygulama alanına sahiptir. Havacılık, otomotiv ve gıda endüstrisi gibi hayatın hemen her alanında kullanılmaktadır [8, 9].

1.3 Alüminyum ve Alaşımlarının Özellikleri ve Kullanım Alanları

Birçok çarpıcı özelliğinin yanı sıra alüminyumun en önemli özelliği çok yönlü bir metal olmasıdır. Çünkü alüminyum ve alaşımları yüksek korozyon direncine sahip olup korozif ortamlarda kullanılmaya uygun olduğu gibi çeliğin yaklaşık üçte biri kadar yoğunluğa sahip olup hafiflik gerektiren uygulamalarda da kullanılmaktadır. Bu gibi örnekler göstermektedir ki alüminyum ve alaşımları birden fazla uygulama alanına sahip malzemelerdir. Yüksek saflıktaki alüminyum metalinden kompleks bir alüminyum alaşımına kadar alüminyumun fiziksel ve mekanik özelliklerinin geliştirilebilir olması dikkat çekicidir. Alüminyum metalini ve alaşımlarını bu derece önemli kılan özelliği hafiflik, şekillendirilebilme, fiziksel özellikleri, mekanik özellikleri ve korozyon direnci gibi özellikleri sayesinde çok geniş bir uygulama alanında en ekonomik ve çekici malzeme olmasıdır [8, 9].

Alüminyumun yoğunluğu $2,7 \text{ g/cm}^3$ olup çeliğin ($7,83 \text{ g/cm}^3$), bakırın ($8,93 \text{ g/cm}^3$) ve pirincin ($8,53 \text{ g/cm}^3$) yoğunluklarının yaklaşık üçte biri kadardır. Yoğunluğunun

düşük olması sayesinde oldukça hafif bir metal olan alüminyum aynı zamanda çeliğin paslanmasına neden olan sürekli oksidasyona dirençlidir. Yüzeyi oksijen ile temas halinde olan alüminyumun yüzeyinde nanometre boyutlarında ince bir film tabaka oluşturularak oksidasyonun devam etmesi engellenir. Yüzeyde oluşan bu ince film halindeki oksit tabakası renksiz ve şeffaftır ve çıplak gözle görülemeyecek kadar incedir. Renk değişimi ve pul halinde dökülme gibi demir ve çelikte görülen korozyon türü alüminyumda görülmez.

Alüminyumun yüzeyi yüksek yansıtma özelliklerine sahiptir, örneğin, radyasyon enerjisi, görünebilir ışık, ısı ve elektromanyetik dalgalar etkili bir şekilde yansıtılır. Parlatılmış alüminyumun yansıtma özelliği, geniş bir dalga boyuna aralığını yansıtması, birçok dekoratif ve fonksiyonel uygulamalarda kullanılmasını sağlamıştır [10].

Alüminyum yüksek elektrik ve termal iletkenlik özelliklerine sahiptir. Alüminyumun elektrik iletkenliği eş ağırlık göz önünde bulundurulduğunda bakırın iletkenliğinin iki katıdır ve bu nedenle genellikle yüksek elektrik iletkenliği için tercih edilmektedir. Ancak yüksek elektrik direnci için de özel alaşımlar geliştirilmiştir ve endüstride kullanılmaktadır (örneğin yüksek torklu elektrik motorlarında). Termal iletkenlik temel alındığında ise bakırın yaklaşık %50-%60'ı kadar iletkenliğe sahip olan alüminyum, bu özelliği sayesinde ısı eşanjörü, hava kanalı, mutfak takımı, elektrik ile ısıya maruz kalan aletler ve otomotiv silindir başlıkları ile radyatörleri gibi uygulamalarda kullanılmaktadır.

Alüminyum ayrıca toksik olmayan bir malzemedir ve devamlı olarak yiyecek ve içecek konservelerinde kullanılmaktadır. Ayrıca folyo halinde gıda ve eczacılık uygulamalarında ambalajlama ve paketleme endüstrisinde kullanılmaktadır. Bu yüksek lisans tezi kapsamında gıda endüstrisinde kullanılan alüminyum alaşımları üzerine yoğunlaşılacağı için Şekil 1.1'de endüstride kullanımı ile ilgili bazı örnekler verilmiştir [8-10].



Şekil 1.1 : Gıda endüstrisinde kullanılan alüminyum alaşımları [11-14]

1.4 Alüminyum ve Alaşımlarının Gruplandırılması

Alüminyum alaşımları hazırlanma yöntemine göre iki ana kategoriye ayrılır: dökme (casting) alüminyum alaşımları ve dövme (wrought) alüminyum alaşımları. Her iki kategori için bir diğer ayırıcı özellik ise ısıtma işlem uygulanabilirliği olduğu için ısıtma işlem uygulanabilen (heat treatable) ve ısıtma işlem uygulanamayan (non heat treatable) alüminyum alaşımları olarak iki alt gruba ayrılır.

Alaşım tanımlama sistemi ile dökme ve dövme alaşımlar isimlendirilmiştir fakat daha kolay ayırt edilebilmesi için alaşımlar aile gruplarına ayrılmıştır. Dökme alüminyum alaşımları için üç-haneli sistem kullanılmakta olup dövme alaşımlara ait dört-haneli sistem ile alaşım elementleri aynıdır. Literatürde daha yaygın olarak kullanılan sistem dört-haneli sistem olduğu için dövme alüminyum alaşımının gruplandırma sistemi hakkında araştırma yapılmıştır [15].

Dövme alüminyum alaşımları için dört-haneli sistem kullanılmakta olup dövme demir aile grubu aşağıdaki gibidir:

- 1xxx: Alaşım yapılmamış yani saf alüminyum aile grubunun gösterim şeklidir ve elektrik ile kimya endüstrisinde kullanılmaktadır.
- 2xxx: Bakır elementinin ana alaşım elementi olarak kullanıldığı fakat farklı alaşım elementlerinin de bulunabileceği (özellikle magnezyum) alüminyum alaşım aile grubunun gösterim şeklidir. Genel olarak 2xxx serisi uçak sanayiinde kullanılmaktadır.
- 3xxx: Mangan elementinin ana alaşım elementi olarak kullanıldığı alüminyum alaşım aile grubunun gösterim şeklidir. Genel olarak mimarlık uygulamalarında ve çeşitli ürünlerde kullanılmaktadır.
- 4xxx: Ana alaşım elementi olarak silisyum elementinin kullanıldığı alüminyum alaşım aile grubunun gösterim şeklidir. Kaynak çubuğu ve lehim sacı uygulamalarında kullanılmaktadır.
- 5xxx: Magnezyum elementinin ana alaşım elementi olarak kullanıldığı alüminyum alaşım aile grubunun gösterim şeklidir. Denizcilik ile ilgili uygulamalarda kullanılmaktadır.
- 6xxx: Ana alaşım elementleri olarak magnezyum ve silisyumun kullanıldığı alüminyum alaşım aile grubunun gösterim şeklidir. Genel olarak mimari yapılarda kullanılmaktadır.

- 7xxx: Ana alařım elementi olarak inko elementinin kullanıldıđı fakat farklı alařım elementlerinin de (bakır, magnezyum, krom, zirkonyum elementleri gibi) bulunabileceđi alüminyum alařım aile grubunun gösterim řeklidir. Uak yapı paraları ve diđer yüksek mukavemet gerektiren uygulamalarda kullanılmaktadır.
- 8xxx: Ana alařım elementi olarak kalay ve az miktarda lityum elementlerinin kullanıldıđı alüminyum alařım aile grubunun gösterim řeklidir. Otomotiv sanayiinde ısı eřanjörü ve gıda endüstrisinde ambalajlama uygulamalarında kullanılmaktadır [8].

Bu yüksek lisans tezi kapsamında 8006 alüminyum alařım aile grubu incelenmiřtir. 8006 aile grubunun ana alařım elementi demir ve az miktarda mangan elementleridir. Gıda endüstrisinde paket ve ambalajlama uygulamalarında folyo veya levha halinde kullanılmaktadır. 8006 alüminyum alařım aile grubunun yoğunluk deđerı yaklaşık olarak $2,74 \text{ g/cm}^3$ tür.

Isıl iřlem uygulanabilen alüminyum alařımları kontrollü ısıtma ve sođutma ile mukavemeti arttırılabilecek alařımlardır. Genellikle 2xxx, 6xxx ve 7xxx serilerine ait alařımlar ökelti sertleřtirmesi yapılabilen alařımlardır. Bu alařımlar oda sıcaklıđında kontrollü sođuk haddeleme ile daha fazla sertleřtirilebilirler.

Isıl iřlem uygulanamayan alüminyum alařımları ise sođuk haddeleme ile sertleřtirilebilirler fakat ısıl iřlem ile sertleřtirilemezler. Genellikle 1xxx, 3xxx, 4xxx ve 5xxx serilerine ait alařımların bařlangı mukavemetleri alařım elementlerinin sertleřtirici özelliklerinden sađlanmaktadır. Mukavemeti daha arttırmak ancak sođuk hadde uygulanarak mümkün olabilir [8, 10].

1.5 Alüminyum ve Alařımlarının Üretilmesi

Bu yüksek lisans tezi kapsamında gıda endüstrisinde kullanılan alüminyum folyo alařımları inceleneceđi için alüminyum folyo üretimi için kullanılan tekniklerden bahsedilecektir. Alüminyum folyo üretimi için kullanılan iki ana yöntem bulunmaktadır. Bunlar direk sođutma yöntemi ile folyo üretimi (DC Casting) ve sürekli döküm yöntemi ile folyo üretimi (Continuous Casting). Sürekli döküm yöntemleri arasında son yıllarda folyo üretimi için kullanılan ve oldukça avantajlı bir

yöntem olan ikiz merdane sürekli döküm yöntemi (Twin Roll Casting-TRC) bu tez kapsamında ele alınacaktır.

1.5.1 Direk soğutma döküm yöntemi

Direk soğutma döküm (DC Casting), demir dışı metallerin özellikle alüminyum, magnezyum, bakır ve bu metallerin alaşımlarının silindir veya kare ingotlarının döküm yöntemine verilen addır. Direk soğutma döküm yöntemi 1930'dan bu yana ticari olarak demir dışı ingot yapımında kullanılmaktadır. Bu yöntem ergimiş alüminyum metalini hızlıca kalıba dökme işlemini içeren yarı sürekli (semi-continuous) bir prosestir. Döküm yapıldıktan sonra ingotlara hadde ve dövme gibi çeşitli prosesler uygulanması gerekmektedir. Dünya üzerinde alüminyum üretiminin yarısından fazlası bu yöntemle üretilmektedir.

Gıda endüstrisinde kullanılan folyo alüminyumunu yassı ingot alüminyumdan levha veya folyo haline getirmek için soğuk haddeleme işlemi yapılmaktadır. Ancak bu yöntemle üretilen alüminyum fazla proseslere ihtiyaç duymakta, masraflı ve zahmetli olmaktadır. Bu durum daha ekonomik ve pratik çözümlere olan arayışı da beraberinde getirmiştir. Sürekli döküm yöntemleri içerisinde yer alan ikiz merdane döküm yöntemi (Twin Roll Casting-TRC) folyo alüminyum elde etmek için hem çok daha pratik hem de daha az maliyetli olacaktır. Şekil 1.2'de direk soğutma döküm yöntemi ve ikiz merdane döküm yönteminin karşılaştırılması verilmiştir. Bu karşılaştırmaya göre ikiz merdane ile döküm yönteminin daha pratik ve ekonomik olduğu gözlenmektedir [16-19].



Şekil 1.2 : Direk soğutma döküm yöntemi ve ikiz merdane ile döküm yönteminin karşılaştırılması

1.5.2 Sürekli döküm yöntemi

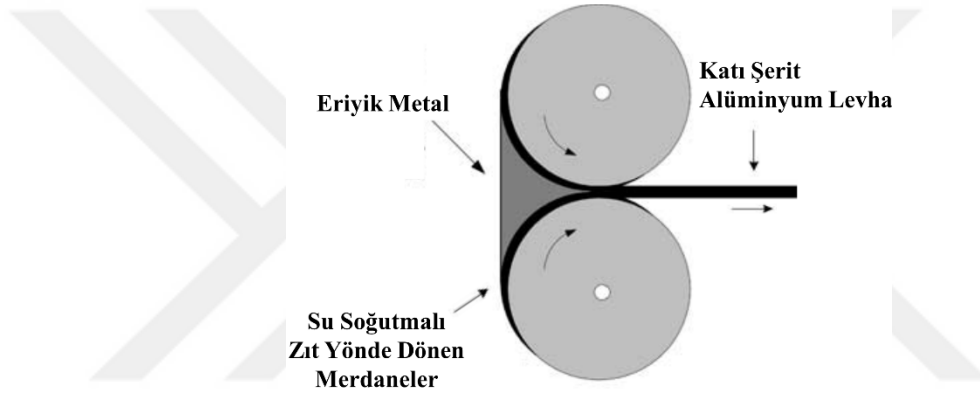
Sıvı metalin yarı işlenmiş mamül haline dönüştürüldüğü prosese sürekli döküm (Continuous Casting) yöntemi denir. Bu yöntemde ergimiş metal kalıba dökülür ve döküm kalıbın iki boyutlu şeklini alır, fakat oluşan yarı eriyik katı malzemenin uzunluğu belirsizdir. Yarı eriyik katı malzeme hadde yolu boyunca uzamaya devam eder. Bir taraftan malzeme katılaştığı için arkadan ergimiş metalin beslenmesi gerekmektedir. İstenilen uzunluğa gelen katılaştırmış malzeme kesilerek belirli uzunlukta yarı işlenmiş mamüller elde edilir. Sürekli döküm yöntemi kullanılarak yapılan endüstriyel üretim hassas bir şekilde hesaplanmış bir işlemdir. İkiz merdane döküm yöntemi sürekli döküm yöntemidir ve özellikle plaka halindeki mamüllerin üretiminde hem ekonomik hem de pratik oluşu ile talep gören bir üretim yöntemi haline gelmiştir [17, 18].

Daha pratik ve ekonomik döküm yöntemi arayışı sonucu ortaya çıkan ikiz merdane sürekli döküm tekniği (Twin Roll Casting-TRC) alüminyum folyo üretiminde daha çok tercih edilen bir yöntem olmuştur. Patenti 1857 yılında Sir Henry Bessemer tarafından alınan ikiz merdane sürekli döküm yönteminin başlıca avantajları klasik yöntemlere göre daha az enerjiye gereksinim duyulması, daha az işçilik gerektirmesi ve maliyetinin düşük olmasıdır. Ergimiş alüminyum metali ikiz merdane sürekli döküm yöntemi ile 3 ila 10 mm kalınlığında folyoya dönüştürülebilmektedir. Öncelikle sıvı alüminyum alaşımı iki adet soğutmalı merdane arasında aynı anda soğutmaya ve haddelemeye tabi tutulur. Daha sonra merdanelerin arasından levha halinde çıkan alüminyum rulo haline getirilir ve soğuk haddeleme işlemi uygulanır. Geleneksel döküm (Direct Chill Casting-DC) yönteminde uygulanan ekstra sıcak haddeleme, frezeleme, tavlama gibi işlemlere gerek kalmadan ikiz merdane sürekli döküm yöntemi ile hem çalışma alanından hem de zamandan tasarruf edilmektedir. Her ne kadar geleneksel yöntemlere göre kullanım alanları kısıtlı olsa da, günümüzde alüminyum folyo malzemelerin neredeyse tamamı ikiz merdane sürekli döküm tekniği ile üretilmektedir.

İkiz merdaneli döküm tekniğinde metal levhaya aynı anda hem soğutma-katılaştırma hem de şekillendirme işlemi uygulanır. Şekil 1.3'te ikiz merdane sürekli döküm yönteminin şematik gösterimi paylaşılmıştır. Bu gösterime göre eriyik sıvı metal ikiz merdanelerin arasından beslenirken merdanelerin diğer tarafından katı şerit levha

halinde metal elde edilmektedir. Böylece ayrı ayrı dökme ve haddeleme işlemi tek basamağa indirilmektedir. [20-22]

İkiz merdane döküm yönteminin prensibine göre sıvı metal su ile soğutmalı merdanelerin arasına döküldükten sonra soğumaya ve katılaşmaya aynı anda da haddelenmeye başlar. Döküm sırasında yapılan bu işlem haddeleme işleminden sonra soğuk haddeleme işlemi yapılır. Hızlı katılaştığı için levha boyutu diğer yöntemlerle üretilen levhalara göre daha küçüktür, çok ince bir yapıya sahiptir ve alüminyum içerisindeki alaşım elementlerinin çözünürlükleri yüksektir. Bu nedenle geleneksel yöntemle üretilmiş levha ile kıyas edildiğinde ikiz merdane yöntemi ile üretilen levhaların mukavemeti oldukça yüksektir [19-22].



Şekil 1.3 : İkiz merdane döküm yönteminin şematik gösterimi [20]

1.6 Korozyon ve Türleri

Malzemelerin (genellikle metallerin) buldukları ortam ile girdikleri elektrokimyasal tepkimeler sonucunda yapısında meydana gelen istenmeyen değişikliklere korozyon adı verilir. Korozyonun birçok çeşitli türleri vardır. Çatlak korozyonu, çukurcuk korozyonu, tanecikler arası korozyon, üniform korozyon bunlardan bazılarını verilen isimlerdir. Çukurcuk korozyonu alüminyum alaşımlarında en fazla görülen korozyon türüdür [23-25].

Korozyonun gerçekleştiği ortamlar genellikle nemli hava, asidik veya bazik ortam, tuzlu su, kirli hava ve alkalın ortamlarıdır. Korozyonun meydana gelmesi için ortamda şu dördünün bulunması elzemdir: anot, katot, elektrolit (iletken çözelti) ve metalik iletim yolu. Anotta metal oksitlenerek metal iyonları elektrolite geçerken, katotta oksijen indirgenir. Metal iyonlarının oksidasyonu neticesinde meydana gelen

elektronlar metal iletken ile katota taşınır. Böylece indirgenme tepkimesi meydana gelmiş olur [23, 26-30].

1.6.1 Üniform korozyon

Üniform korozyon veya genel korozyon bir metalin yüzeyinde oluşan korozyon ve korozyon sonrası bozunmanın yüzeyde belirli bir düzende homojen şekilde dağılımı olarak tanımlanır. Üniform korozyon ayrıca açıkta kalan metalin yüzeyi üzerinde yaklaşık olarak aynı oranda ilerleyen korozyon tipidir. Dökme demirlerin ve çeliklerin atmosfere açık ortamlarda havaya, toprağa veya suya teması halinde yüzeylerinde üniform korozyon oluşur ve homojen dağılımlı yüzey paslanması gözlenir. Şekil 1.4'te çelik yapıda pas şeklinde oluşan üniform korozyon tipi incelenebilir. Alüminyum ve alaşımlarında genellikle üniform korozyon tipi görülmez [26, 28, 31, 32].

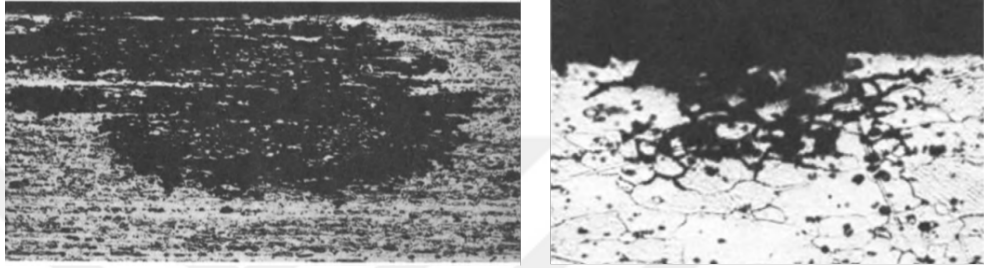


Şekil 1.4 : Çelik yapıda görülen üniform korozyon örneği [19]

1.6.2 Çukurcuk korozyonu

Bölgesel bir korozyon çeşidi olan çukurcuk korozyonu, genellikle yüzeyinde aktif olmayan koruyucu bir tabaka bulunan malzemelerde görülür. Ortamdaki iyonlar veya yüzeydeki tabakada oluşan bir hasar, bu bölgenin nispeten daha anodik olmasına ve çevresiyle galvanik ikili oluşturmasına sebebiyet verir ve sonuç olarak korozyon malzemenin iç tarafına doğru devam eder. Çukurcuk korozyonunu tetikleyen 5 durum vardır. Bunlardan birincisi asidik ortamlardaki agresif iyonlardır. Bu durumda yüzeydeki tabakanın kararlı olduğu potansiyel değerlerinde korozyon meydana gelir. İkinci durumda ise yüksek sıcaklık ve çok korozif bir ortamda, oksijen oluşumunun potansiyel değerlerine yakın yerlerde korozyon oluşmasıdır. Yine aktif-pasif geçiş bölgelerinde, oksit tabakası yok olur ve bölgesel çukurcuk korozyonu görülür. Bir diğer durumda ise korozyon, yüzeyde aktiften pasife geçiş bölgelerinde oluşur. Ancak

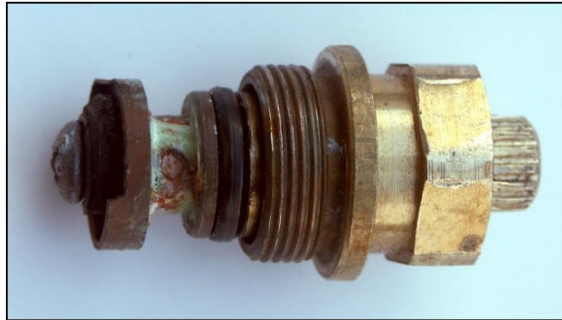
bu türde çukurcuk korozyonu çoğunlukla genel korozyona dönüşür. Son durum ise aktif polarizasyona tabi tutulduğunda yüzeyde bir ayrışma bulunması durumudur. Bu durumda da genellikle çukurcuk korozyonunun yerini genel korozyon alır. Alüminyum ve alaşımlarında en sık rastlanan korozyon tipi olup son derece tehlikeli sonuçlar doğurabilmektedir. Bu nedenle alüminyum malzemelerde çukurcuk korozyonu oluşumu kontrol edilmelidir [23, 26, 28, 31]. Şekil 1.5'te 7075-T6 levha alüminyum alaşımı ve 2014-T6 levha alüminyum alaşımlarında oluşan çukurcuk korozyonu görüntüleri örnek olarak verilmiştir.



Şekil 1.5 : Alüminyum alaşımlarına ait çukurcuk korozyonu görüntüleri. Solda 7075-T6 levha alüminyum numuneye ait, sağda ise 2014-T6 levhasına ait optik mikroskop görüntüleri bulunmaktadır [15]

1.6.3 Seçici korozyon

Alaşım içerisindeki bir metal veya bir elementin korozyona uğraması ve öncelikle alaşımdan uzaklaşmasına neden olan korozyon türüne seçici korozyon adı verilir. Pirinç malzemelerde sıklıkla görülür ve alaşım içerisinde bulunan çinko metalini bakır metalinden önce korozyona uğratarak alaşımdan uzaklaştırır. Pirinç alaşımından çinkonun uzaklaşması ile alaşımda kalan bakır metali gözenekli bir yapıya sahiptir ve başlangıçtaki pirinç alaşımının mekanik dayanımından çok düşüktür. Şekil 1.6 seçici korozyona örnek olarak pirinç vana üzerinde oluşan dezinkifikasyon yani çinkonun yüzeyden alaşımdan uzaklaşması gösterilmiştir [26, 28, 31].

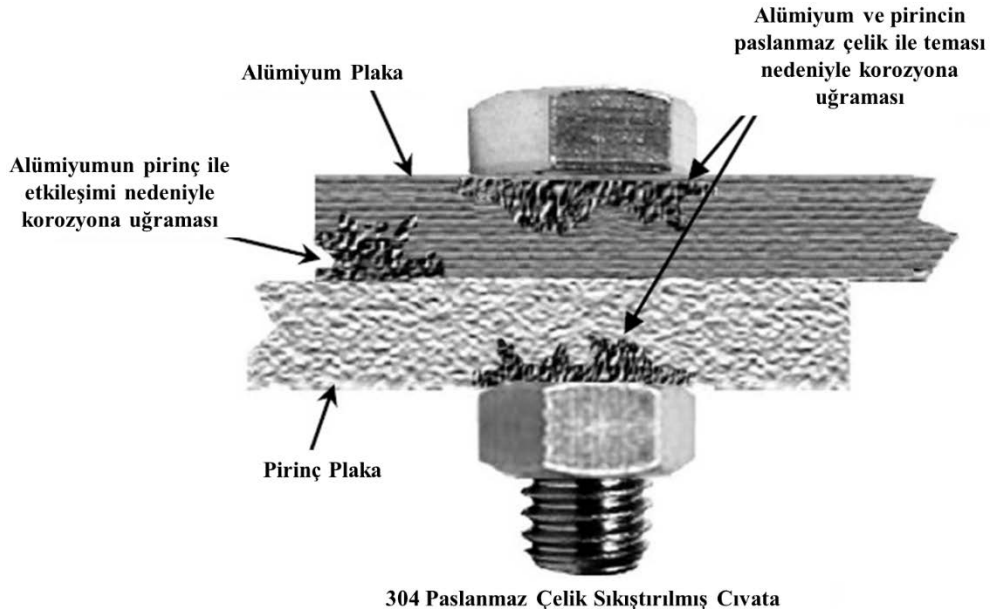


Şekil 1.6 : Pirinç vanada oluşan seçici korozyon sonucunda çinkonun alaşımdan uzaklaşması (dezincification) [20]

1.6.4 Galvanik korozyon

Birbiri ile etkileşime geçen ve birbirinden farklı standart elektrot potansiyeline sahip olan malzemelerde zamanla aynı ortamda bulunması sonucu meydana gelen korozyon türüne galvanik korozyon denir. Aktif olan ve standart elektrot potansiyeli düşük olan metal anot olarak korozyona daha fazla uğrarken pasif olan ve standart elektrot potansiyeli yüksek olan metal korozyona daha az uğrar. Ortamda bulunacak sıvı veya nem elektrolit vazifesini görerek galvanik bir korozyon hücresi oluşumuna neden olacaktır. Örneğin, deniz suyu ile temas halinde bulunan paslanmaz çelik ve sac malzeme metalik çiftlerinde bağlantı kısımları galvanik korozyona uğrar. Tuzlu suda bulunan klor elementi galvanik ile galvanik hücre oluşumu hızlanır. Alüminyum ve pirinç malzemelerin paslanmaz çelik ile teması sonrasında oluşan korozyon galvanik korozyona örnek olarak Şekil 1.7’de verilmiştir [26, 28, 31].

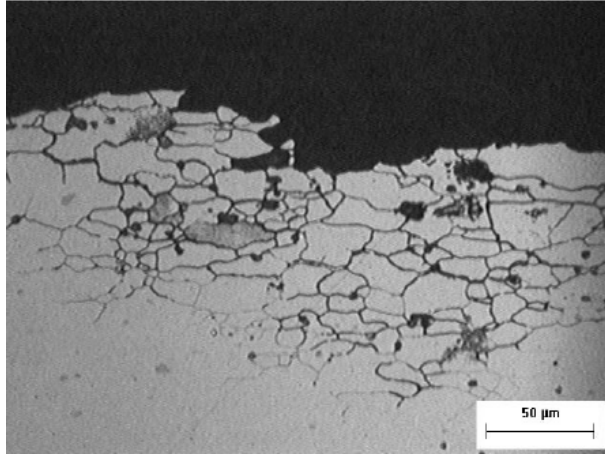
Galvanik korozyonu önlemek için standart elektrot potansiyelinde birbirine en uzak konumda olan metallerin temas etmemesi sağlanmalıdır. Bir başka deyişle standart elektrot potansiyeli birbirine yakın olan metallerin temas etmesine izin verilerek galvanik korozyon oluşumu geciktirilmelidir. Ayrıca temas eden metaller arasında elektrik iletimini engellemek veya standart elektrot potansiyeli yüksek olan pasif metalin yüzeyini boyamak alınabilecek diğer tedbirlerdendir [26, 28, 31].



Şekil 1.7 : Alüminyum ve pirinç plakalarda paslanmaz çeliğin yüksek pasifliği nedeniyle oluşan galvanik korozyon [21]

1.6.5 Tane sınırları korozyonu

Metal malzemenin kristal yapısındaki taneciklerin sınır çizgileri boyunca gözlemlenen korozyona tanecikler arası korozyon adı verilir. Şekil 1.8'de tane sınırları korozyonunun 2024-T6 alüminyum alaşımında oluşumu gösterilmiştir. Bu korozyon türü çoğunlukla metale ısıl işlem uygulanması veya ergiyik metalin katılması söz konusu olduğunda gerçekleşir ve tanecik sınırlarında gözle görülür bir ayrışma meydana gelir. Bunun temel nedeni, tanecik sınırlarının metalin safsızlık bölgeleri olmasıdır. Tanecikler arası korozyona en yaygın iki örnek, ısıl işleme veya kaynağa maruz kalan paslanmaz çelikler ve demir içeren alüminyum alaşımlarıdır. İçeriğindeki krom ile karbonun tepkimeye girmesi sonucu oluşan krom karbür bileşiği, çeliğin tanecikleri arasında korozyona dirençsiz zayıf bölgeler oluşmasına neden olur. Yine, alüminyumun içindeki çözünürlüğü düşük demir elementi de tanecik sınırlarında birikerek bu bölgelerin korozyon direncini düşürür. Sonuç olarak iki örneğimizde de tanecikler arası korozyon meydana gelmektedir. Dolayısıyla bu tip korozyon endüstride paslanmaz çelik ve alüminyum kullanımının sık olduğu alanlarda önemli bir sorundur. Ancak malzeme seçimi, projelendirme ve üretim proseslerinde yapılacak titiz bir çalışma ile engellenebilir [26, 28, 31].

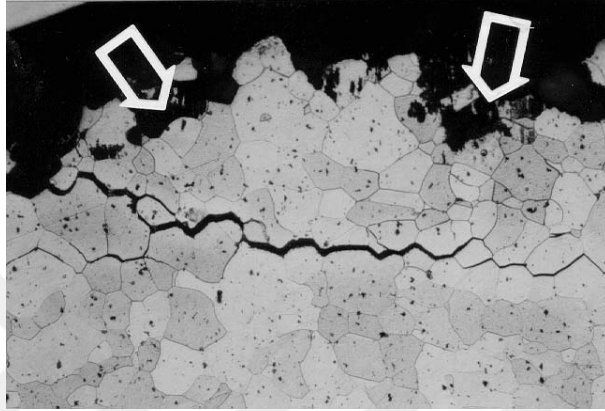


Şekil 1.8 : 2024-T6 alüminyum alaşımında oluşan tane sınırları korozyonunun yan kesitten optik mikroskop ile görüntüsü [22]

1.6.6 Gerilim korozyonu

Yüksek basınçlı kaplar, içten yanmalı motorların silindir gömlekleri, buhar kazanları ve pompa mili gibi koroziv ortamlara maruz kalan makine parçaları ve bir çok metal yapı, sürekli bir mekanik gerilim altındadır. Bu koroziv ortam ve gerilimin sebebiyet verdiği korozyon türüne gerilim korozyonu veya gerilmeli korozyon adı verilmektedir.

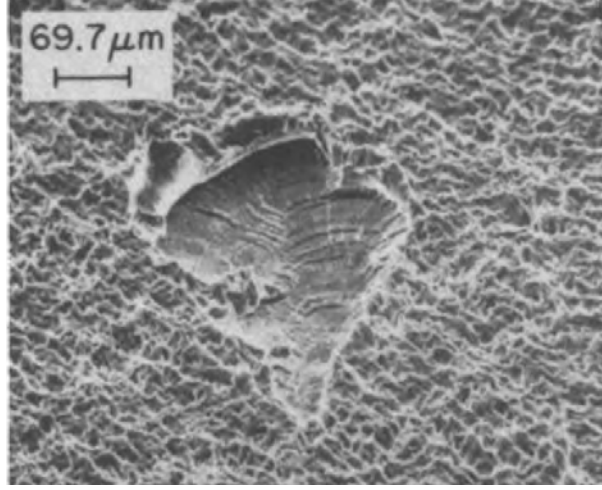
Hâlihazırda metal parçanın yüzeyinde bulunan çatlaklar ve gerilimden kaynaklı geometrik düzensizlikler, korozyonun başladığı bölgedir. Bu bölgelerde korozyon gerilimin büyüklüğüne ve çevresel faktörlere göre değişen hızlarda ama gizli olarak malzemenin içine doğru ilerler. Zaman içinde parçanın korozyona uğrayan bölgesinde ani kopmalar meydana gelir. Gizli olması ve herhangi bir renk ve yüzey değişikliği ile gözlemlenememesi nedeniyle tehlikelidir. Alüminyumda gerilim korozyonu oluşumuna örnek olarak Şekil 1.9 gösterilebilir [23, 28, 33].



Şekil 1.9 : Alüminyum alaşımında oluşan gerilim korozyonuna örnek görüntü. Ok ile gösterilen kısımlar gerilim korozyonunun oluştuğu bölgelerdir [23]

1.6.7 Erozyonlu korozyon

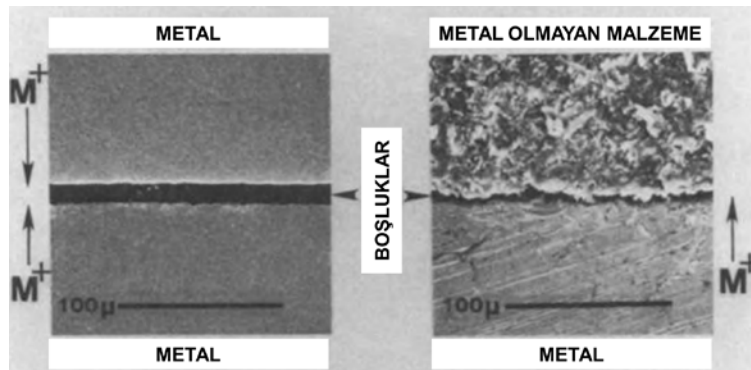
İçerisinde korozif özellik gösteren akışkan madde taşıyan metal malzemelerin iç yüzeylerinde akış yönünün tersindeki metal yapısında gözlenen homojensizlikler sonucunda metalin yüzeyinde korozyonun yanı sıra erozyon da meydana gelir. Hem kimyasal bir etkileşim hem de mekanik aşınmanın sebebiyet verdiği bu korozyon türüne erozyonlu korozyon adı verilir. Boru kullanılarak yapılan taşıma sistemlerinde sık görülen bu korozyon türü, korozyon ürünleri çözelti tarafından sürekli ortamdan uzaklaştırıldığı için çok hızlıdır. Akışkan maddenin türü ve hızı da erozyonlu korozyonun hızını büyük ölçüde etkilemektedir. Bu nedenle akışkan hızı ve azaltılarak, sıvıda çökeltme yapılarak veya metal katodik korunarak büyük oranda engellenebilir. Alüminyum ve alaşımlarının erozyon dayanımı düşük olduğu için erozyon korozyonunun oluşabileceği uygulamalarda kullanılmaz (örneğin, elektrik enerji santralleri ve petrokimyasal çalışmaların yapıldığı uygulamalar gibi). Şekil 1.10'da alüminyum bakır alaşımında oluşan erozyon korozyonuna örnek gösterilmiştir [23, 28, 34].



Şekil 1.10 : Al-4Cu alaşımında oluşan erozyon çukurcuğu [15]

1.6.8 Aralık korozyonu

Aralık korozyonu (crevice corrosion) metalin yüzeyindeki yarıklar ve aralıklar içinde yüksek korozif ortamda meydana gelen şiddetli lokal korozyondur. Yüzeydeki söz konusu aralık sıvıyı içine alabilecek kadar geniş fakat akıp gitmesini önleyecek kadar dar olmalıdır. Çözelti aralığın veya çatlığın içinde sabit kaldığından dolayı oksijen geçişini engeller. Dolayısıyla oksijen alamayan bu bölgeler anot, çatlığın çevresindeki diğer bölgeler katot görevi üstlenir. Bu korozyon türü özellikle korozyon direncini artıran oksit tabaka veya pasif katmana bağlı metal alaşımlarında gözlemlenmektedir ki alüminyum ve alaşımlarında da sıkça görülen diğer bir korozyon türüdür [23, 26, 28]. Şekil 1.11 aralık korozyonunun metal ve metal olmayan malzemelerde oluşabileceği boşlukları göstermesi açısından güzel bir örnektir.



Şekil 1.11 : Metal ve metal olmayan malzemelerde ortamda bulunan nem veya sıvının penetre edebileceği yüzeyde bulunan boşluklar gösterilmiştir. Bu boşluklar nedeniyle malzemede aralık korozyonu oluşma riski artmaktadır [15]

1.7 Alüminyum ve Alaşımlarının Korozyon Hızını Ölçme Yöntemleri

Yalnızca Alüminyum ve alaşımları için değil korozyon direnci araştırılmak istenilen malzemeler için de kullanılan korozyon davranışı ölçüm metotları elektrokimyasal yöntemler ve kimyasal yöntemler olarak ikiye ayrılır. Kimyasal yöntemler olarak akım yoğunluğu, kütle kaybı ve penetrasyon yöntemleri kullanılmaktadır. Kimyasal yöntemler arasında en çok bilinen yöntem ağırlık kaybı yöntemidir. Elektrokimyasal yöntemlerde ise en çok bilinen yöntemler Tafel ekstrapolasyonu ve lineer polarizasyon yöntemleri gibi yöntemlerdir. Bu yöntemlerden en çok kullanılanları hakkında detaylı bilgi verilecektir.

1.7.1 Ağırlık kaybı ile korozyon hızı ölçüm yöntemi

Korozyon hızı hakkında ilk araştırmalar yapılmaya başlandığında ağırlık kaybı yöntemi kullanılıyordu. Ucuz ve basit olan bu yöntem ile ASTM G1, G4 ve G31 standartlarına göre temizlenerek ağırlığı ölçülmüş malzeme korozyona açık ortamda belirli bir süre bekletilir ve korozyona uğradıktan sonra korozyon ürünleri ile ortamdan gelen kirlilikler temizlenerek ağırlık kaybı hesaplanır. Bu yöntemle göre korozyon oranı:

$$\text{Korozyon Hızı} = \frac{W \text{ (g)} * K}{d \left(\frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right) * A \text{ (cm}^2\text{)} * t \text{ (sa)}} \quad (1.1)$$

Denklem 1.1'e göre W ağırlık kaybı (gram), K bir sabit, d korozyona maruz kalan malzemenin yoğunluğu (g/cm³), A korozyona maruz kalan malzemenin yüzey alanı, t korozyon uygulanan süre (saat) olarak tanımlanmıştır. K sabiti yüzey alanına göre değişmekte olup korozyon hızını mpy (miles per year) olarak elde etmek için 3,45x10⁶ olarak alınmaktadır.

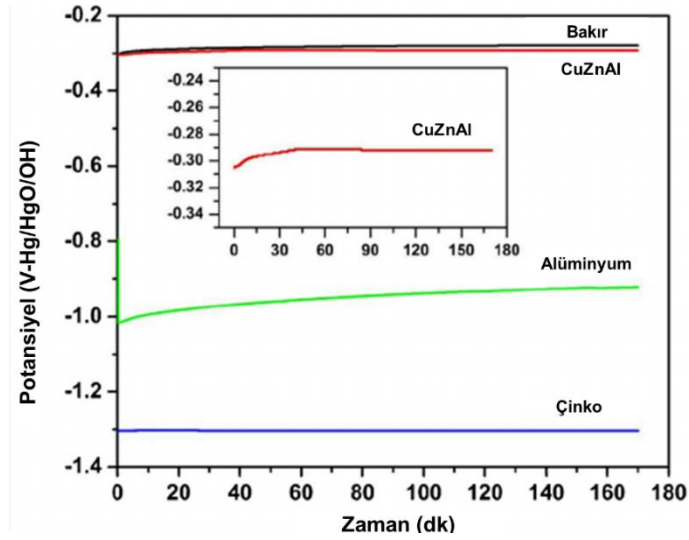
Ağırlık kaybı ile korozyon hızı ölçümlerinin en büyük dezavantajı güvenilir bir sonuç elde etmek için bekleme süresinin çok uzun olmasıdır. Ayrıca anlık korozyon hızı ölçümü mümkün olmayıp korozyon testinin bitmesi beklenecek korozyon hızı elde edilmektedir. Bu nedenlerle kimyasal yöntemlerle, özellikle ağırlık kaybı ile korozyon hızı tayin yöntemi tercih edilmemektedir. Bunun yerine daha güvenilir ve pratik olması sebebiyle açık devre potansiyeli (OCP), Tafel ekstrapolasyonu, lineer polarizasyon (LP) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) gibi elektrokimyasal yöntemler tercih edilmektedir [27, 28].

1.7.2 Açık devre potansiyeli (OCP)

Elektrokimyasal korozyon ölçümlerinde denge potansiyeli, çalışma elektrotu olan metale herhangi bir elektriksel bağlantı kurulmaksızın elektrot potansiyel değeri bilinen bir referans elektrot ile çalışma elektrotunun potansiyel dengeye ulaştığı değerler açık devre potansiyeli, E_{ad} , (Open Circuit Potential-OCP) olarak adlandırılır. Birçok elektrokimyasal korozyon deneyinde ilk adım E_{ad} değerini ölçmek ile başlar. Açık devre potansiyeli ölçümü çalışma elektrotu ile referans elektrotun elektrolit (elektrik ileten çözelti) içeren ortamda birbiri ile potansiyel dengeye ulaşması anlamına geldiği için belirli bir süre sisteme müdahale etmeden beklenmelidir. Bu süre her çalışma elektrotu metal için farklı olup denge potansiyeline gelmeden diğer korozyon testlerinin yapılması halinde elde edilecek korozyon hızı hakkındaki bilgi yanlış olabilmektedir.

Korozyon potansiyeli terimi ise, E_{kor} , sisteme akım verilen elektrokimyasal bir deneyde akımın geçmediği durumdaki potansiyel olarak varsayılır. Genellikle açık devre potansiyeli E_{ad} ile korozyon potansiyeli E_{kor} değerlerinin birbirinin aynı olması beklenir. Bu nedenle E_{ad} (açık devre potansiyeli) ve E_{kor} (korozyon potansiyeli) değerleri birbirlerinin yerlerine kullanılabilirler, fakat çoğunlukla E_{ad} değeri tercih edilir. Bu iki potansiyel değerinin birbirinden farklı olmasının sebebi OCP ölçümü esnasında çalışma elektrotu yüzeyinde meydana gelen değişimlerdir [27, 28]. Şekil 1.12’de gösterilen açık devre potansiyeli grafiğine göre alüminyum metali -0.960 (V-Hg/HgO/OH) değerinde denge durumuna gelmiş olup referans elektrot olarak Hg/HgO/OH kullanılmıştır [35].

Korozyon bilimcileri için E_{ad} değerini doğru tespit etmek çok önemli olduğu için diğer elektrokimyasal korozyon testlerine geçmeden önce denge potansiyeli için yeterli süre verilmelidir. Denge haline gelmiş E_{ad} değeri sistemin denge durumuna (steady-state) geldiğini göstermektedir yani farklı korozyon reaksiyonlarının belirli bir sabit oranda meydana geldiği kabul edilmektedir. Bazı korozyon reaksiyonları birkaç dakikada denge durumuna gelirken bazı reaksiyonlar ise saatler içerisinde ancak denge durumuna gelmektedir. Açık devre potansiyelinin anodik veya katodik akım değeri korozyon akımı, I_{kor} , olarak adlandırılır. I_{kor} korozyon hızını bulmak için kullanıldığı için bu değer bilinirse korozyon hızı hesaplanabilir ve elektrokimyasal teknikler kullanarak I_{kor} değeri yaklaşık olarak bulunabilir [27, 36, 37].



Şekil 1.12 : Bakır, Alüminyum, Çinko ve bu üç elementten oluşan CuZnAl alaşımının Hg/HgO/OH referans elektrotu kullanılarak elde edilen açık devre potansiyeli grafiği [26]

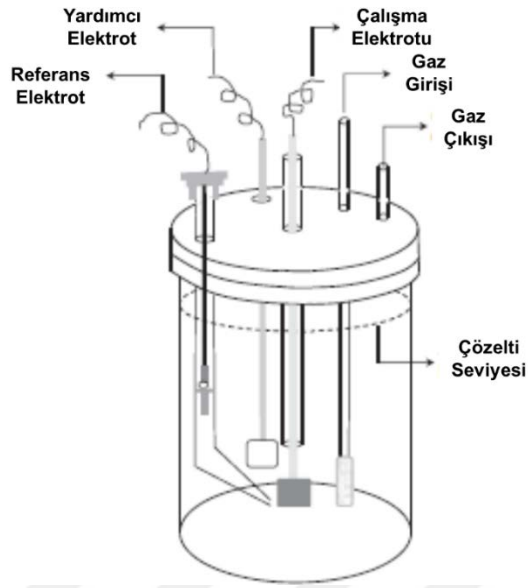
1.7.3 Tafel ekstrapolasyon yöntemi

Birçok malzemenin yüzey korozyonu metal ve elektrolit arasında meydana gelen elektrokimyasal reaksiyonlar ile oluşur. Tafel ekstrapolasyonu yöntemi korozyon hızını ve korozyon potansiyelini doğrudan hesaplama imkânı sağlayan ve farklı korozyon sistemlerinde korozyon özelliklerini tahmin etmeye yarayan son derece kullanışlı bir yöntemdir. Bu yöntem korozyon hızını ağırlık kaybı yöntemine göre daha güvenilir bir şekilde hesaplar. Tafel ekstrapolasyonu yöntemi kullanılarak son derece düşük korozyon hızları dahi hesaplanabilir.

Üç elektrotlu elektrokimyasal hücre sistemi kullanılarak katodik ve anodik polarizasyon verileri elde edilebilir ve Tafel ekstrapolasyonu yöntemi ile korozyon hızı hesaplanabilir. Çalışma elektrotu, referans elektrot ve yardımcı elektrotu içeren üç elektrotlu sistem potansiyostata bağlanarak korozyon testi gerçekleştirilir. Üç elektrot sistemi şematik olarak Şekil 1.13’de gösterilmiştir [28, 37].

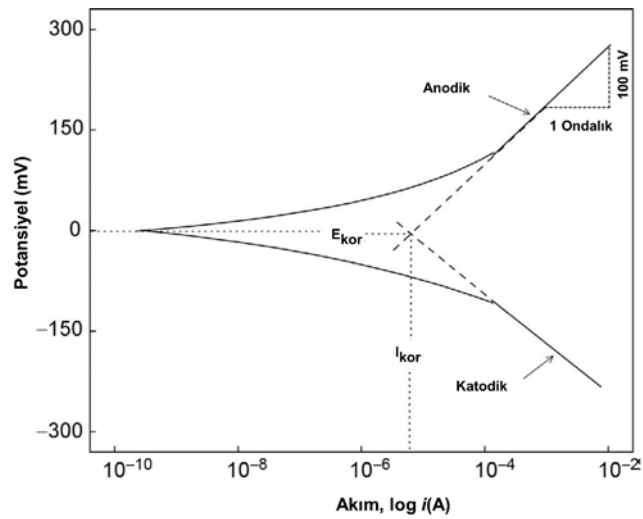
Çalışma elektrotu açık devre potansiyeli değerinin (open circuit potential-OCP) yaklaşık 150-300 miliVolt üstü bir değerde polarize edilir. Uygulanan potansiyel adım aralıkları genellikle 5 ila 10 miliVolt aralığındadır. Test sonucu elde edilen potansiyel-logaritma akım eğrileri korozyona uğrayan metalin polarizasyon şekli hakkında bilgi verir. Ölçümler doymuş kalomel elektrot (SCE) veya Ag/AgCl elektrotu gibi referans elektrotlardan birisi kullanılarak yapılır. Referans (reference electrode), elektrot çalışma elektrotu (working electrode) için sabit bir referans potansiyeli sağlar.

Yardımcı elektrot (auxiliary electrode) olarak ise elektrolit içinde inert davranan malzemelerden yapılır ve genellikle platin veya grafit çubuk kullanılır.



Şekil 1.13 : Üç elektrot sistemi elektrokimyasal korozyon hücresinin şematik olarak gösterimi [16]

Çalışma elektrotu korozyon özellikleri test edilecek olan istenilen malzemedir. Çalışma elektrotu ile referans elektrot arasındaki potansiyel gittikçe artar veya devamlı olarak anodik yönde olur ve çalışma elektrotu ile yardımcı elektrot arasındaki akım ölçülür. Potansiyostat ve korozyon ölçümü için ticari olarak birçok yazılım paketi bulunmaktadır ve bu yazılım paketleri ile Şekil 1.14'te gösterilen Tafel ekstrapolasyonu grafiği üzerinde otomatik olarak korozyon hızı hesaplamak için eğriler oluşturulup hesaplamalar yapılmaktadır [28, 37, 38].



Şekil 1.14 : Korozyon hızını hesaplamak için kullanılan Tafel ekstrapolasyon grafiği [16]

1.7.4 Lineer polarizasyon direnci yöntemi (LP)

Lineer polarizasyon yöntemi, korozyon hızını belirlemede yaygın olarak kullanılan bir diğer elektrokimyasal yöntemdir. Korozyon potansiyeline (ΔE) yakın değerdeki akımın (Δi) ile arasındaki lineer bağlantı ile korozyon hızının ölçümü yapılır.

$$\frac{\Delta E}{\Delta i} = \frac{\beta_a \times \beta_k}{2.3 I_{kor} (\beta_a + \beta_k)} \quad (1.2)$$

Denklem 1.2'e göre β_a anodik, β_c katodik Tafel sabitleri ve I_{kor} ise korozyon akım yoğunluğu değerini vermektedir. Bu yöntemle korozyon hızı ölçümü yapılırken, doğru akım kullanılır ve Tafel yönteminde olduğu gibi üç elektrotlu sistem kullanılır. Üç elektrotlu elektrokimyasal korozyon hücresi yöntemi Tafel ekstrapolasyonu yönteminde anlatıldığı gibi çalışma elektrotu, referans elektrot ve yardımcı elektrot kullanılarak elektrolit çözeltisinin içerisinde uygulanır. Lineer polarizasyon yöntemi ile anlık korozyon hızı ve ortalama korozyon hızı hesaplanabilmektedir. Bununla birlikte, korozyon direnci yüksek ve aşırı korozif ortamlarda korozyon ölçümü hatalı olabilmektedir.

Lineer polarizasyon testi öncesinde potansiyel denge sağlanması gerektiği için açık devre potansiyeli testi yapılmalıdır. Sistemde kullanılan referans elektrot ile metal ve yardımcı elektrot arasındaki potansiyel değişimlerin tespit edilmesini sağlamaktadır. Çalışılan metal elektrot ve yardımcı elektrot kullanılmasına dayanan bu yöntemin uygulaması oldukça pratik ve bir o kadar da zararsız olup numune yüzeyini çok az tahrip eder [27, 28, 36].

1.7.5 Elektrokimyasal empedans spektroskopisi yöntemi (EIS)

Elektrokimyasal empedans spektroskopisi (Electrochemical Impedance Spectroscopy-EIS) korozyon sisteminin alternatif akıma (Alternative Current-AC) 100 MHz ila 100 KHz frekans aralığında verdiği yanıtın ölçülmesidir. Çalışma elektrotuna uygulanan düşük dalga genliği değerlerindeki akım veya voltaj sistemdeki akım veya voltaj değerlerini ölçmek için yeterlidir. EIS yöntemi ilk olarak Dolin ile Ershler tarafından 1940 yılında kullanılmıştır ve Randles ile Somerton tarafından 1952 yılında geliştirilmiştir.

Korozyon çalışmalarında EIS yöntemi geniş bir kullanım alanına sahiptir ve genellikle metallerin pasifliklerini inceleyerek korozyon hızı hakkında bilgi sahibi olmak için

kullanılır. Bununla beraber yüzey kaplamalarının performanslarını değerlendirmek için de EIS yöntemi yaygın olarak kullanılmaktadır [39-41].

Elektrokimyasal empedans spektroskopisi bir devrede bulunan dirençlerin bütünü ile yapılan bir korozyon hızı ölçüm tekniğidir. Doğrusal akım ile yapılan korozyon hızı ölçüm tekniklerinden farklı olarak alternatif akım kullanılan bu teknik ile mikrosaniye seviyesinde ölçümler yapılabilmektedir. Malzemelerin arayüzeylerinde meydana gelen değişimleri belirlemek için kullanılabilen bu teknik temelde potansiyel denge durumuna gelmiş olan elektrokimyasal bir hücrede düşük frekanslarda dalga sinyalleri gönderilerek oluşan değişimlerin ölçülmesi olarak tanımlanabilir [26-28].

Elektrokimyasal empedans spektroskopisi testi üçlü elektrot sisteminde kullanılmadan önce açık devre potansiyeli yöntemi ile çalışma elektrotu ve referans elektrot arasında potansiyel denge durumu oluşması gerekmektedir. Üçlü elektrot sisteminde elektrokimyasal empedans spektroskopisi testi ile korozyon hızı hakkında bilgi edinebilmek için kullanılan değerler şunlardır:

- Çözelti direnci, R_c
- Sistem polarizasyon direnci, R_p
- Sistem çift tabaka kapasitans değeri (C_{ct})

Bu yöntemde genellikle çözelti direnci, polarizasyon kapasitörü ve çift tabaka kapasitörü bulunan elektrik devresi kullanılmaktadır. Malzemelerin korozyon davranışı, sensör ve kaplama gibi alanlarda elektrokimyasal empedans spektroskopisi yöntemi kullanılmaktadır.

Korozyon hücresi veya elektrot yüzeyinde meydana gelen herhangi bir elektrokimyasal reaksiyon direnç ve kapasitör içeren bir elektronik devre ile EIS yöntemi yoluyla temsil edilir. Alternatif akımda frekans sıfırdan farklı olduğu için Ohm kuralı şu şekilde gösterilir [28]:

$$V=IZ \quad (1.3)$$

Denklem 1.3'e göre V ve I değerleri potansiyel ve akım için dalga genliği değerlerini ve Z ise empedans değerini yani alternatif akım eş direnç değerini temsile eder. Alternatif akım direnç, kapasitör ve indiktör gibi devre elemanlarına göre değişir.

EIS testleri için gerekli olan sistem devresi kurulduktan sonra uygun yazılımlar aracılığı ile polarizasyon direnci sonuçları ve korozyon hızları elde edilerek malzemenin korozyon davranışı hakkında yorum yapılır.

Elektrokimyasal tekniklerde gerekli olan veriler bulunduktan sonra korozyon hızı bulunabilir. Korozyon hızı formülü aşağıdaki gibidir:

$$\text{Korozyon Hızı} = \frac{I_{\text{kor}} * K * EW}{d * A} \quad (1.4)$$

Denklem 1.4'e göre I_{kor} korozyon akım yoğunluğu değerini, K korozyon hızını tanımlayan bir sabiti, EW eş ağırlık değerini, d yoğunluk değerini (g/cm^3), A numune yüzey alanı değerini (cm^2) temsil etmektedir. Korozyon hızını mpy (miles per year) cinsinden bulabilmek için K değeri $1,288 \times 10^5$ miles/(A cm year) olarak alınır [27, 28, 40, 41].

1.8 Literatürde Yapılan Çalışmalar

Alüminyum ve alaşımlarının korozyon özelliklerinin incelenmesi birçok çalışmanın motivasyonu olmuştur, fakat gerek ağırlık kaybı testleri gerek potansiyodinamik testlerin sonuçlarını yorumlamak kolay olmamıştır. Alüminyum metali son derece aktif bir metal olduğu için yüzeyinin oksijenle temas ettiği koşullarda hızla yüzeyde alümina (Al_2O_3) tabakası oluşmaktadır. Bu tabaka sayesinde alüminyum ve alaşımlarının yüzeyi zararlı korozyon artıklarına çok fazla maruz kalmamakta, çelik veya diğer alaşımlar gibi yüzeyde zararlı korozif tabakalar birikmemektedir. Bu nedenle korozif bir ortamda bulunduğu yüzeyde stabil bir potansiyel dengenin kurulması kolay olmamakta ve potansiyodinamik testlerin sonuçları her zaman istenildiği gibi olmamaktadır. Literatür çalışmalarında 8006 serisine ait bazı çalışmalar mevcuttur fakat ikiz merdane döküm yöntemi (TRC) ile elde edilmiş, farklı soğuk hadde oranları uygulanmış ve gıda uygulamaları için korozyon davranışı ve yüzey özellikleri test edilmiş bir çalışma bulunamamıştır. Bu yüksek lisans tez çalışması kapsamında literatürde yapılan benzer çalışmalara yer verilmiştir.

Rahimi ve arkadaşları 2015 yılında yaptıkları çalışmada 8011 alüminyum alaşımının yüzey karakteristiğini incelemiştir. Isı eşanjörlerinde kullanılan 8011 alaşımının yüzey pürüzlülüğü ve yüzey ıslatılabilirliği özelliklerine yoğunlaşan çalışmada temas

açısı ölçümleri ve atomik kuvvet mikroskobu (atomic force microscope-AFM) ile yüzey pürüzlülüğü ölçümleri yapılmıştır [6].

Temas açısı ölçümlerine göre 8011 alüminyum alaşımı yaklaşık 78 derece temas açısına sahiptir ve bu açı yüksek olduğu için tamamıyla ıslatma gerçekleşmemektedir. Alüminyum alaşımları yüksek yüzey enerjisine sahip olduğu için düşük temas açısı ve tamamen ıslanma beklenirken bunun tam tersinin gerçekleşmesi yüzeyde organik kirlenme oluşması olarak gösterilmiştir [6].

Yüzey pürüzlülüğü sonucuna göre ise yüksek yüzey pürüzlülüğü ölçülmüştür. Temas açısının yüksek çıkmasının bir sebebi olarak da yüzeyde bulunan yüksek pürüzlülüğü gösterilmiştir. Yüksek yüzey pürüzlülüğü alüminyumun yüzeyinde bulunan küçük boşluklara hava kabarcıklarının girerek katı yüzey ile sıvı yüzey arasındaki alanı küçülttüğü ve bunun da yüksek temas açısına neden olduğu varsayılmıştır. Bu çalışmaya göre 8XXX serisi alüminyum alaşımlarının yüzey pürüzlülüğünün fazla olduğu, bunun nedeni ise yüzey oksitlenmesi sonucu oluşan alümina tabakası ve bu tabakanın yüzeye zarar verecek korozif ortamlarda çözünebileceği için pürüzlülüğe neden olduğu söylenebilir [6].

Isıl işlemin AA8011 alüminyum alaşımının elektrokimyasal ve korozyon özelliklerine etkisini Kelechukwu ve arkadaşları 2014 yılında incelemiştir. AA8011 alüminyum alaşımı 0,1 M H₂SO₄ çözeltisinde açık devre potansiyeli, lineer polarizasyon direnci ve elektrokimyasal empedans potansiyodinamik testlere tabi tutulmuştur. AA8011 alüminyum alaşımının yüzeyini tanımak için X-Işını Difraktometresi (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazları kullanılmıştır [42].

XRD sonuçlarında görülen keskin, dar, yüksek ve pik noktaları AA8011 alaşımının yüksek kristalli özelliğe sahip olduğunu göstermiştir. Isıl işlem sayesinde zararlı bileşiklerin etkisi azalmış, alaşımda bulunan hata boyutu düşmüştür, kafes bozukluğu oranı artmıştır. Ancak bu durum yapılan potansiyodinamik korozyon testlerinin sonucuna göre alaşımın korozyon direncini arttırmıştır. Isıl işlem uygulanan numunelerde bulunan alüminyum oksit (alümina) tabakasının kalınlığı arttığı için aktif bölgeler engellenmiş ve bu durum yüksek korozyon direncine sebep olmuştur [42].

Kurt ve arkadaşları 2013 yılında kurşun (Pb) ve kalay (Sn) elementlerinin AA8006 alaşımının anodik aktivasyonuna az miktarlarda etkisini incelemiştir. Buna göre %5 NaCl içeren çözeltiliye 25 °C sıcaklık altında 1 cm²'lik alan temas edilecek şekilde

potansiyodinamik polarizasyon testleri uygulanmıştır. Karakterizasyon için taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirimli elektron mikroskobu (TEM), X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ve enerji dağılımı spektroskopisi (EDS) testleri uygulanmıştır. Bu çalışmada elde edilen korozyon potansiyeli değerleri oda koşulunda yaklaşık olarak -0,760 (V-SCE), 300 °C ısıtma işlemi uygulanan numune için yaklaşık olarak -0,780 (V-SCE), 450 °C ısıtma işlemi uygulandığında yaklaşık olarak -0,880 (V-SCE) ve 600 °C ısıtma işlemi uygulandığında ise -0,860 (V-SCE) civarındadır [43].

Sıcaklığın 3003 alüminyum alaşımının korozyon davranışına etkisini 2016 yılında inceleyen Xin ve arkadaşları çözelti olarak 0,1 M NaCl içeren etilen glikol-su çözeltisini kullanmışlardır. Korozyon testleri olarak Tafel ekstrapolasyonu ile EIS testlerinin kullanıldığı çalışmada karakterizasyon çalışmaları için SEM, AFM ve EDS analizlerini kullanmışlardır. Bu çalışmaya göre sıcaklık arttıkça anodik çözünme ve katodik oksijen indirgenmesi artmaktadır. Bununla birlikte sıcaklık 60 °C üzerine çıkınca oksijen çözünürlüğü ve konsantrasyonu azalmakta ve katodik reaksiyonların yavaşlamasına neden olmaktadır. 3003 alaşımları için katodik reaksiyon hızı 60 °C'de yükselmektedir. Ayrıca, potansiyodinamik ölçümlerden sonra 3003 alüminyum alaşımı çukurcuk korozyonuna maruz kalmıştır. Alüminyum alaşımının ikincil faz parçacıkları etrafında çözünmesi, yani oluşan çukurcukların büyümesi, yatay ve dikey düzlemde devam etmiştir [44].

Park ve arkadaşları 2014 yılında bakır ve antimon içeren baca gazı kükürt ayırma ortamında sıcak ve soğuk haddenin düşük alaşımlı çeliklerin korozyon davranışına etkisini incelemişlerdir. Korozyon ile sıcak ve soğuk haddelenmiş düşük alaşımlı çeliklerin mikroyapıları arasında ilişki kurulan çalışmada elektrokimyasal ölçümler ile ağırlık kaybı yöntemi kullanılarak keskin bir çözelti olan 0,3 pH değerine sahip hacimce % 16,9 H₂SO₄ + hacimce % 0,35 HCl çözeltisi 60 °C sıcaklık altında kullanılmıştır. Yapılan testlere göre sıcak haddelenmiş çeliğin korozyon hızı soğuk haddelenmiş çeliğin korozyon hızından daha düşük bulunmuştur. Soğuk haddelenmiş çeliğin korozyon hızının fazla olmasının nedenleri olarak tane küçültme, inklüzyon oluşumu ve yönlendirilmiş tane doğrultusu sayılabilir. Bu çalışmadan yararlanılarak metallere uygulanan hadde işlemi sonrasında metallerin korozyon davranışında meydana gelen değişimler hakkında yorum yapılabilir [45].

Bu çalışmaya göre keskin çözelti ortamında sıcak haddelenmiş çeliğin korozyon dayanımı soğuk haddelenmiş çeliğin korozyon dayanımından düşüktür. Bakır ve

antimon içeren düşük alaşımlı çeliğin korozyon davranışı soğuk haddeleme işlemi ile oluşan mikroyapı değişikliklerine bağlıdır. Ayrıca tane boyutu küçüldükçe korozyon hızı artar. Taneler küçüldükçe tane sınırları artar ve tane sınırlarında bulunan atomlar, yüksek enerjiye sahip oldukları için reaksiyona ilk olarak girmektedir [45].

Nam ve arkadaşları 2014 yılında yaptıkları çalışmada soğuk hadde oranının düşük alaşımlı çeliğin korozyon özelliklerine olan etkisini araştırmışlardır. Asit-klorür çözeltisi kullanılarak yapılan çalışmada %0 ila %80 oranlarında ezme oranları düşük alaşımlı çeliğe uygulanarak malzeme kalınlıklarının azalması ilişkilendirilmiştir. Elde edilen numunelere Tafel ekstrapolasyonu testi ve EIS testi uygulanarak korozyon davranışı incelenmiştir ve karakterizasyon çalışmaları için XRD ve SEM kullanılmıştır. Bu çalışmaya göre SEM görüntüleri incelenince düşük alaşımlı çeliğe uygulanan soğuk hadde oranı arttıkça tane boyutunun küçülmekte olduğu gözlenmiştir. Ayrıca soğuk hadde oranı arttıkça korozyon hızı azalmaktadır çünkü hadde doğrultusunda yönelen tane sınırları düşük enerjiye sahiptir. Potansiyodinamik test sonuçlarına göre soğuk hadde ezme oranı arttıkça potansiyel ve akım yoğunluğu azalır [46].

Yapılan literatür çalışmaları incelendiğinde bu yüksek lisans tezi kapsamında soğuk hadde ezme oranının gıda endüstrisinde kullanılan 8006 alüminyum folyo alaşımlarının yüzey ve elektrokimyasal korozyon özelliklerine olan etkisinin incelenmesinin literatüre önemli bir katkı oluşturacağı tespit edilmiştir. Elektrokimyasal korozyon özelliklerini incelemek için açık devre potansiyeli (OCP), lineer polarizasyon (LP) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ölçümleri yapılmıştır. Karakterizasyon ile yüzey özelliklerini ve korozyon ölçümlerinin numunelere olan etkilerini incelemek için X-ışını difraksiyonu (XRD), stereo mikroskop, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımı spektroskopisi (EDS) ölçümleri kullanılmıştır.

2. MATERYAL VE YÖNTEM

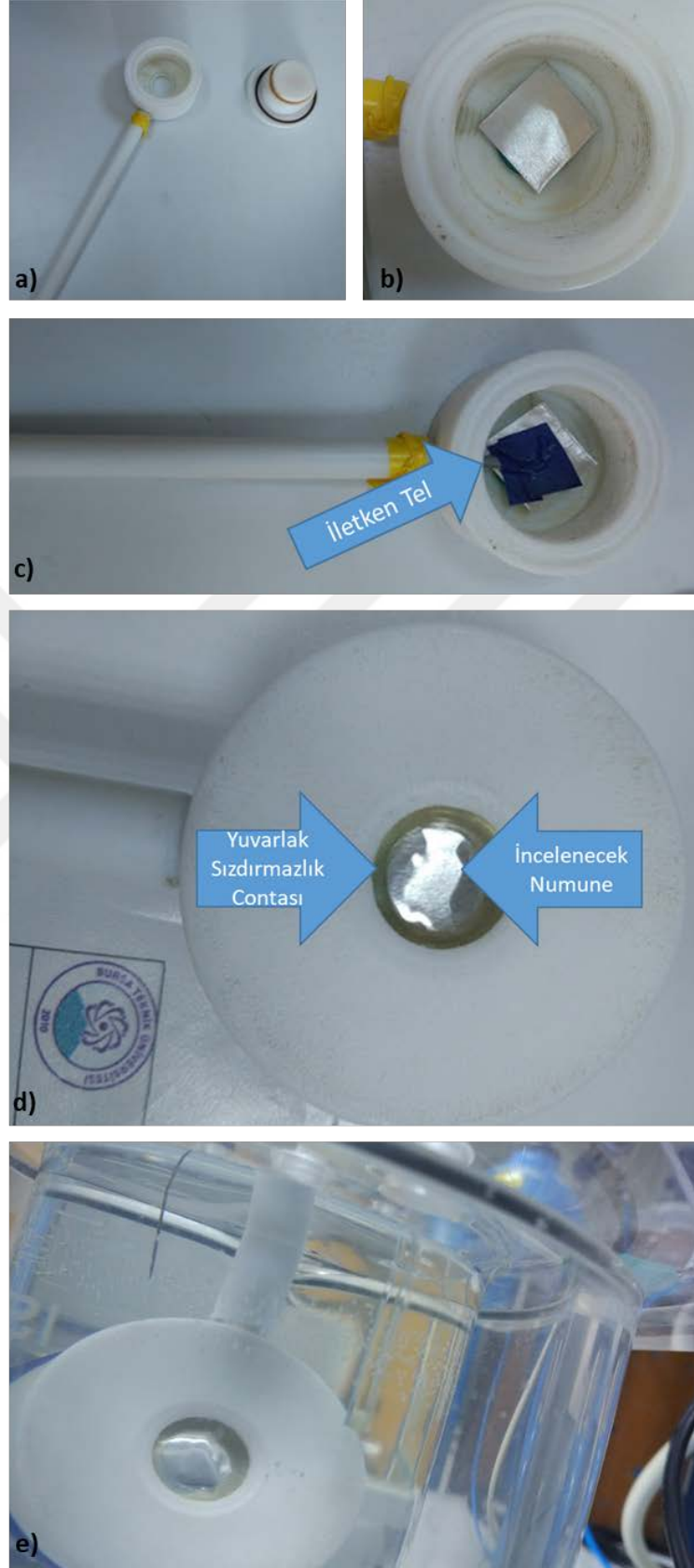
Bu çalışma kapsamında, gıda ve eczacılık endüstrisinde kullanılan ikiz merdane sürekli döküm (Twin Roll Casting, TRC) yöntemi ile elde edilen alüminyum folyo malzemelerin yüzey özellikleri ve korozyon davranışları incelemeye tabi tutulmaktadır. Farklı kalınlıklara sahip (150 µm ve 180 µm) alüminyum 8XXX serisi folyo alaşımı ticari olarak ASSAN Alüminyum firmasından temin edilmiştir. Korozyon davranışı incelenmek istenen alüminyum malzeme 8006 serisine aittir. Malzeme alüminyum folyo halinde olup iki farklı ezme oranına tabi tutularak inceltilmiş ve folyo haline gelmiş bir malzemedir. Korozyon testleri öncesinde spektral analiz, X ışını difraktometresi (XRD), stereo mikroskop, taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılımı spektrometresi (EDS) yöntemleri kullanılarak yüzey karakterizasyonu gerçekleştirilecektir. Ezme oranları sırasıyla %94 ve %98 olan folyolar ağırlıkça %3,5 NaCl çözeltisinde korozyon testlerine tabi tutulmuştur. Ağırlıkça %3,5 NaCl çözeltisinin kullanılmasının sebebi gıda ve eczacılık uygulamalarında kullanılacak maksimum NaCl yüzdesini temsil ettiği için kullanılmıştır.

Korozyon davranışını ölçmek için potansiyodinamik testler olan Polarizasyon Direnci (LP) metodu ve Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) “Bode” ve “Nyquist” yöntemleri kullanılmıştır. Potansiyeller ve oranlar oda sıcaklığında (25 °C) ağırlıkça %3,5 NaCl çözeltisine tabi tutularak zamanın fonksiyonu olarak elde edilmiştir. Deneylerin yapıldığı korozyon hücresi laboratuvar ortamında beher kullanılarak hazırlanmıştır. İncelenecek olan numune polimerik kulakçık içerisine yerleştirilir. Bir kapak ve numune koyma haznesi ve iletken telin içerisinden geçebileceği diğer bir haznesi bulunan kulakçık adı verilen parça ile sisteme çalışma elektrotu yerleştirilir. Kulakçık ve kulakçığın hazırlanması süreci Şekil 2.1’de anlatılmıştır. Korozyon hücresi hazırlanmadan önce bir beher içerisine çözücü olarak saf su, çözünen olarak ise çözücü miktarının ağırlıkça %3,5’u kadar NaCl eklenir. Beherin içerisine manyetik balık konulur ve manyetik karıştırıcı üzerine yerleştirilir. Manyetik balığın dönmesi ile NaCl tuz parçacıkları saf su içerisinde çözülmeye

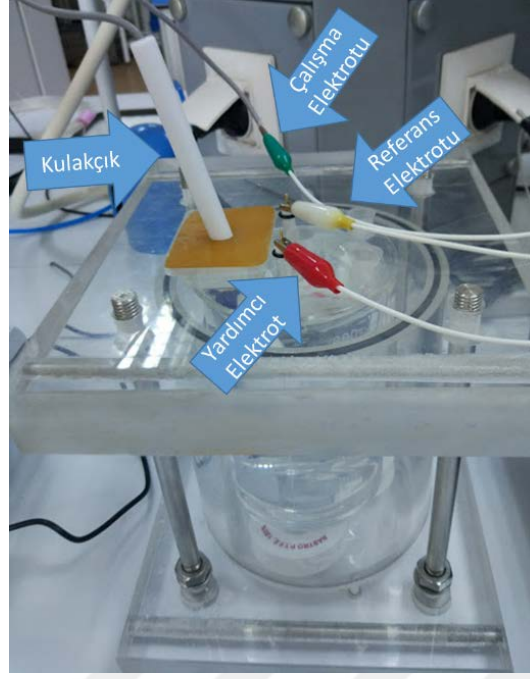
başlanır. Yeterli süre beklenildikten sonra tuzlu su çözeltisi hazır hale gelir. NaCl taneciklerinin çözelti içerisinde tamamen çözünmüş olmasına dikkat edilmelidir. Çözelti hazırlandıktan sonra elektrolit içerisine daldırılan kulakçık CH Instruments potansiyotat cihazına yeşil kısaç kablo ucu ile bağlanır. Ardından SCE referans elektrot sisteme beyaz kısaç kablo ucu ile bağlanarak açık devre potansiyeli (Open Circuit Potential-OCP) ölçümü yapılır. Açık devre potansiyeli ölçümü sonrasında yapılmak istenen potansiyodinamik testler için kırmızı kısaç ile yardımcı elektrot sisteme bağlanır. Hazırlanan korozyon hücresi sistemi ise Şekil 2.2’da gösterilmiştir.

Elektrokimyasal korozyon ünitesi olarak “CH Instruments” markalı “Model 608E Series Electrochemical Analyzer/Workstation” kodlu cihaz kullanılmıştır. Bu ünitenin yazılımından “Open Circuit Potential” seçeneği ile Açık Devre Potansiyeli (ADP), “Linear Sweep Voltammetry” seçeneği ile Polarizasyon Direnci (LP) ve “AC Impedance” seçeneği ile Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) korozyon testi ölçümleri yapılmıştır. Deneyler ağırlıkça %3,5 NaCl çözeltisi olmak üzere çözelti ortamında oda sıcaklığında (25 °C), çalışma elektrotu (korozyona uğrayacak numune), referans elektrot (Saturated Calomel Electrode-SCE elektrotu) ve yardımcı elektrot (Grafit) olmak üzere üç elektrotlu sistemde gerçekleştirilmiştir. EIS ve LP deneyleri sistem kararlı hal potansiyeline ulaştıktan sonra yapılmıştır. Zamana göre korozyon potansiyeli ve akım hesaplanmış ve kaydedilmiştir. Düzenli aralıklarla sistemdeki elektrotların durumu ve çözeltinin içerisinde olup olmadığı kontrol edilmiştir.

Laboratuvarda bulunan standart bir beher ile oluşturulabilen bir korozyon hücresi kullanılarak üç elektrotlu sistem için korozyon testleri gerçekleştirilebilir. Elektrokimyasal sistem, çözelti (elektrolit), çalışma elektrotu, referans elektrot ve yardımcı elektrot içermektedir. Üzerinde korozyon çalışmaları yapılmak istenilen numuneler çalışma elektrotu olarak sistemde yer alır. Referans elektrotlar ise numunelerin korozyon potansiyel farkını ölçmek için kullanılır ve bu çalışmada SCE (Doymuş Kalomel Elektrotu) kullanılmıştır. Grafite ise yardımcı elektrot olarak sistemde bulunmaktadır ve korozyon oranının ölçümü için yapılan potansiyodinamik testlerde kullanılır ve akım bu elektrot üzerinden sisteme dağıtılır. Bu üç elektrot çözeltiye temas edecek standartlarda belirtilen mesafelerde yerleştirilmiştir.



Şekil 2.1 : İncelenecek numuneyi korozyon testlerine hazırlama işlemleri a) numunenin yerleştirileceği kulakçık ve kapağı b) incelenecek numunenin kulakçık içine yerleştirilmesi c) kulakçık içindeki numunenin iletken tel vasıtasıyla elektrokimyasal korozyon hücre



Şekil 2.2 : %3,5 NaCl içeren tuzlu çözeltisi ile hazırlanan potansiyodinamik testlere hazır korozyon hücresi

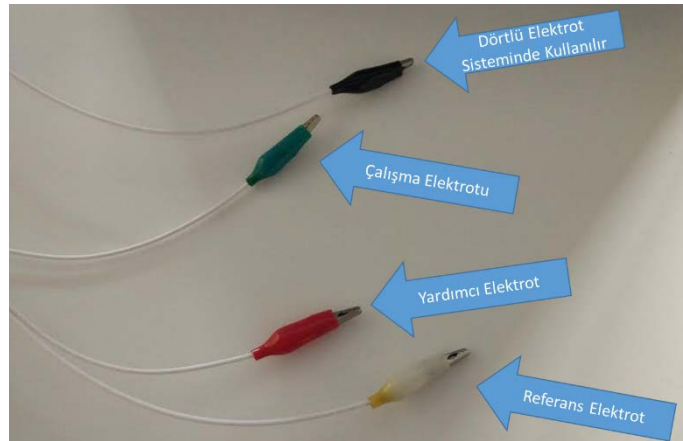
Elektrokimyasal hücre sistemi kurulduktan sonra “CH Instruments Model 608E Series” cihazına bağlı olan kablolar, elektrokimyasal elemanlara renklerine göre bağlanmıştır. Bağlanma şekli Şekil 2.3’te gösterilmiştir ve aşağıdaki gibi olmalıdır:

Yeşil Renk: Çalışma Elektrotuna

Kırmızı Renk: Yardımcı Elektrota

Beyaz Renk: Referans Elektrota bağlanacaktır.

Siyah Renkler: Boşta kalacaktır, dört elektrotlu sistemlerde ikinci yardımcı elektrot olarak kullanılır.



Şekil 2.3 : Korozyon testlerinde potansiyostat cihazı ile elektrotlar arasındaki bağlantıyı sağlayan kablolar ve renklerinin anlamları

Yazılımın kurulu olduğu bilgisayar ile birim hücre arasındaki bağlantı kurulduktan sonra “CHI608E Electrochemical Analyzer” isimli program açılır. Sırasıyla, açık devre potansiyeli için “Open Circuit Potential-Time”, lineer polarizasyon (LP) için “Linear Sweep Voltammetry” ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) için “AC Impedance” seçenekleri kullanılarak ölçümler yapılmıştır. EIS ve LP ölçümleri yapılmadan önceki zaman aralığı önemlidir çünkü hem LP hem EIS ölçümleri, sistem denge durumu potansiyeline ulaştıktan sonra yapılabilmektedir. Bu çalışma kapsamında yapılan deneylerde zaman aralığı ve ölçümlerin sıralaması aşağıdaki gibi gerçekleştirilmiştir:

- İlk olarak yüzeyde herhangi bir kalıntı kalmasını engellemek amacıyla temizleme işlemleri dikkatli bir şekilde yapılmıştır. Çünkü yüzeydeki kalıntılar deney sonucunu etkilemektedir. Numunelerin yüzey temizliği gerçekleştirilirken sırasıyla, aseton ve 2-propanol kullanılarak beşer dakika süre ultrasonik karıştırıcı içerisinde temizleme işlemine tabi tutulmuştur. Böylece yüzeyde bulunan kalıntı hadde yağı, kalıntı metal parçacıklar gibi kirlilikler uzaklaştırılmıştır.
- Yüzey temizliği sonrası korozyon testlerine başlamadan önce korozyon öncesi ve sonrası yüzey karakteristiğini karşılaştırmak amacıyla karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Karakterizasyon işlemleri sırasıyla aşağıdaki gibidir:
 - ✓ Stereo mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu ile alüminyum numunelerin yüzey görüntüsü alınarak yüzeyde bulunan merkez eksen hatası, segregasyon gibi kusurlar gözlemlenmiştir.
 - ✓ Spektral analiz ile malzemenin içerisinde bulunan elementlerin yüzde ağırlığı bulunmuştur. Böylece hem alüminyum numunelerin yapısındaki elementler tespit edilmiş hem de XRD ve EDS sonuçları ile karşılaştırılmıştır.
 - ✓ Enerji dağılımı spektrometresi (EDS) ve X ışını difraktometresi (XRD) yöntemleri numune yüzeyinde bulunan element ve fazların tespitini gerçekleştirmek için kullanılmıştır.
- Korozyon öncesi karakterizasyon işlemlerinin ardından her 10 dakikada bir korozyon potansiyeli ölçümü yapılmıştır. Korozyon potansiyelinin her 10 dakikada bir ölçülmesinin amacı korozyon hücresinin kararlı hale gelip

gelmediğini kontrol etmektir. Her malzeme kararlı hale aynı sürede gelmemektedir. Bu durum kimyasal kompozisyon veya mikroyapı ile ilgili olabilir.

- 8006 Alüminyum serisi için açık devre potansiyeli ile kararlı hale gelme süresi yaklaşık 4000 saniyedir. Kararlı halden sonra sırasıyla LP ve EIS ölçümleri yapılmıştır. Her bir ölçümden önce sistem potansiyelinin kararlı hale gelmesi gerektiği için EIS ölçümüne başlamadan önce tekrar açık devre potansiyeli ölçümü uygulanmıştır. Zaman aralıkları ve deney sırası CH Instruments yazılımına göre organize edilmiştir.
- Korozyon sonrası karakterizasyon işlemleri ise sırasıyla aşağıdaki gibidir:
 - ✓ Stereo mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM), tuzlu su çözeltisinin uygulandığı yüzeyde gerçekleştirilen korozyon testleri sonunda meydana gelen korozyon ürünleri (Cl^- , $Al(OH)_3$, çözülmüş Al^{+3}) ve çukurcuk korozyonu krateri oluşumunu gözlemlemek amacıyla kullanılmıştır.
 - ✓ Enerji dağılımı spektrometresi (EDS) ve X ışını difraktometresi (XRD) yöntemleri korozyon sonrası numune yüzeyinde bulunan element ve fazların tespitini gerçekleştirmek ve korozyon öncesi yüzey ile karşılaştırmak için kullanılmıştır.

2.1 Açık Devre Potansiyeli Ölçümü

Açık devre potansiyeli ölçümleri için “CH Instruments” yazılımına ait “CHI608E Electrochemical Analyzer” yazılımı açılır. “Setup” sekmesinden “Techniqueus” linki tıklanır ve “Open Circuit Potential-Time” seçilir. Şekil 2.3’te yazılımda bulunan elektrokimyasal teknikler ve bu tekniklerin nasıl seçileceği gösterilmiştir.

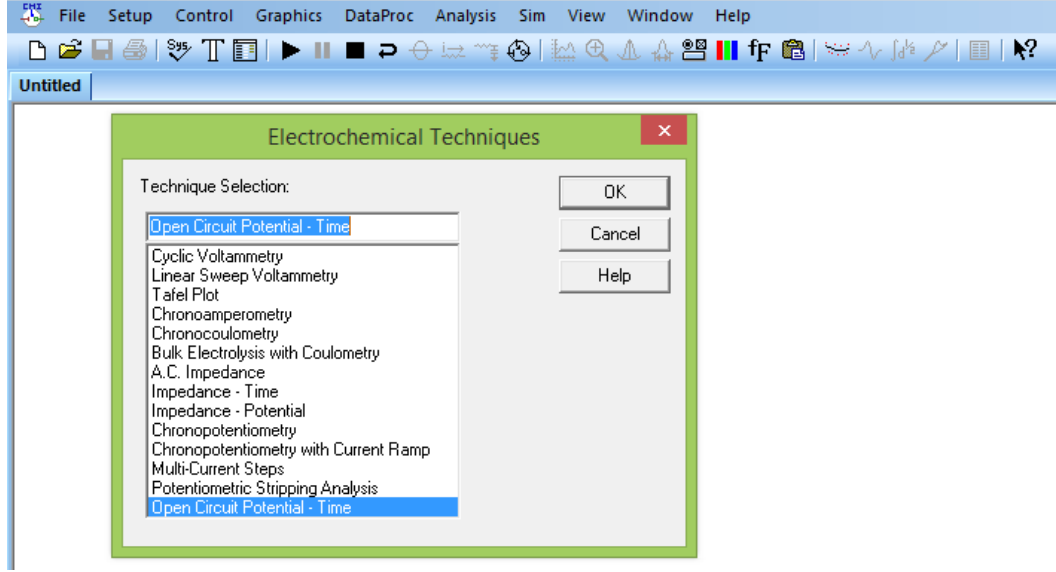
Sonrasında ekrana gelen “Parameters” kısmından parametreler programa girilir. Şekil 2.4’te ekran görüntüsünde gösterilen ve girilmesi gereken parametreler aşağıdaki gibidir:

Run Time (sec): Ne kadar süre açık devre potansiyeli ölçümü yapılacağını belirler.

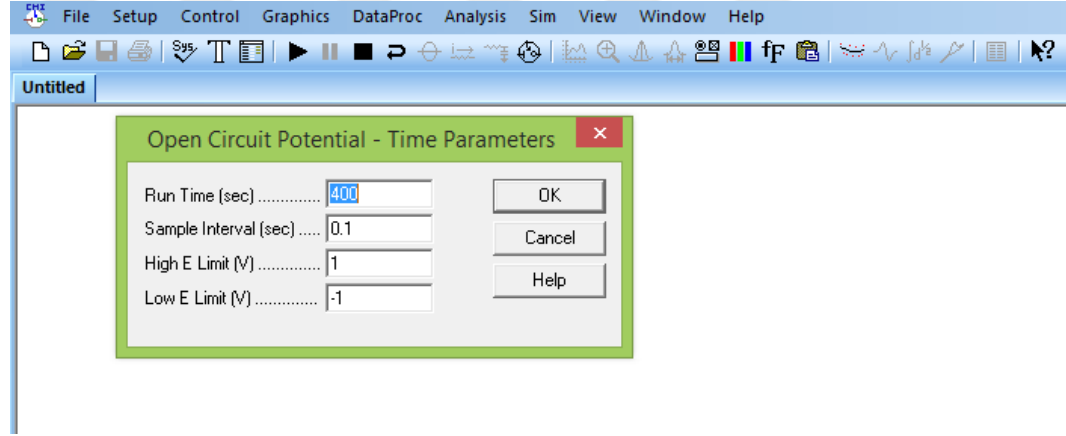
Sample Interval (sec): Kaç saniye aralıklarla potansiyel ölçümü yapılacağını belirler.

High E Limit (V): En yüksek kaç Volt’a kadar potansiyel ölçümü yapılacağını belirler.

Low E Limit (V): En düşük kaç Volt’a kadar potansiyel ölçümü yapılacağını belirler.



Şekil 2.4 : CH Instruments potansiyostat cihazında çalışılmak istenilen elektrokimyasal yöntemin seçilmesi



Şekil 2.5 : Açık devre potansiyeli-zaman grafiği için araştırmacı tarafından belirlenmesi gereken parametreler

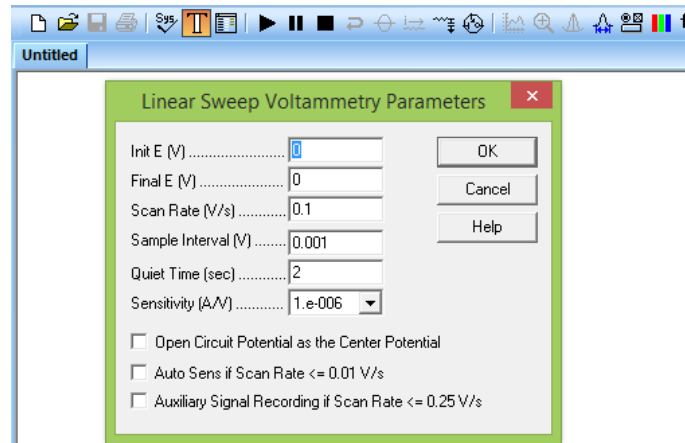
Bu parametreler araştırmacı tarafından belirlenir. Gerekli parametreler girildikten sonra korozyon potansiyel ölçümleri “▶” (play) ikonuna tıklayarak başlatılabilir. Deney tamamlandıktan sonra elde edilen veriler kaydedilir ve sonrasında herhangi bir grafik çizme programı ile verilerin potansiyel (E_{corr})-zaman (s) grafikleri çizilir.

2.2 Linear Polarizasyon Direnci Ölçümü

Saf su içerisinde % 3,5 NaCl manyetik karıştırıcı ile çözülerek elektrolit çözeltisi hazırlanmıştır. Sonrasında bu çözelti cam behere konularak elektrokimyasal hücre hazırlanır. Korozyon özellikleri araştırılan numuneye yeşil kablo takılır ve belirlenmiş olan uzaklıklara göre referans elektrot (SCE) ile yardımcı elektrot (grafit)

konumlandırılır. Referans elektrota beyaz renkli kablo, yardımcı elektrota ise kırmızı kablo bağlanır. Korozyon potansiyeli CH Instruments cihazının bağlı olduğu bilgisayarda bulunan yazılım ile ölçülür. 4000 saniye sonunda sistem potansiyel kararlı hale ulaştıktan sonra polarizasyon direnci aynı yazılım vasıtasıyla ölçülür. Elde edilen grafik üzerinden gerekli hesaplamalar yazılıma yaptırılır ve yaklaşık bir korozyon oranı elde edilir. Bu tez çalışması kapsamında, deneylerde korozyon özellikleri araştırılan ve çalışma elektrotu olarak kullanılan numuneler 8006 Serisi alüminyum alaşımlarıdır. Bu seriye ait olan fakat haddeleme oranı farklı olan iki numune, %3,5 NaCl çözelti ortamında korozyon testlerine tabi tutulmuştur.

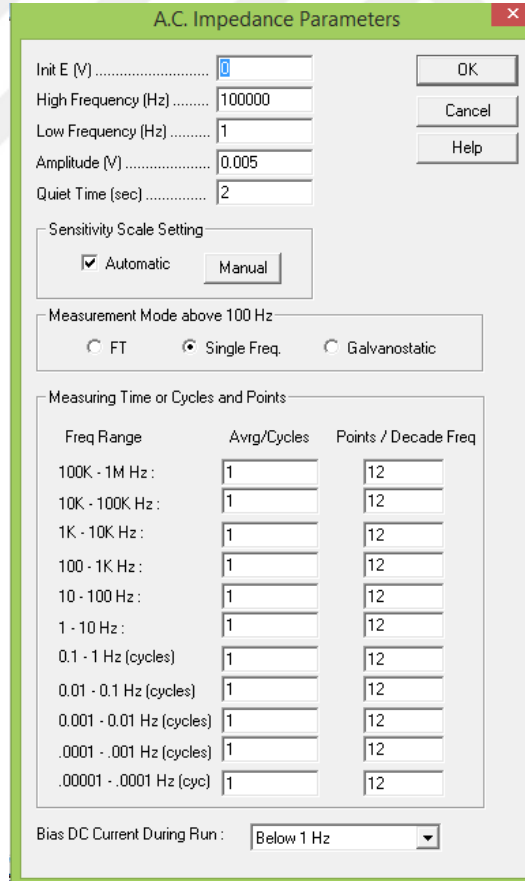
Çalışma elektrotu, referans elektrot (SCE) ve yardımcı elektrot (grafit) arasına her iki elektrota eşit mesafede olacak şekilde konulmuştur. Yardımcı elektrotun sistemde kullanılmasının amacı sisteme akım uygulayabilmektir. Bu nedenle yardımcı elektrotun çözelti ile reaksiyona girmemesi gerekmektedir. Açığa çıkan akım ve sistem arasındaki potansiyel fark yaklaşık 20 mV olup korozyon prosesine ciddi bir etkisi bulunmamaktadır. Polarizasyon direnci, uygulanan potansiyel ve açığa çıkan akım düzeyi arasındaki oran demektir. Ölçülen direnç korozyon oranıyla ters orantılıdır. Bu teknik ile korozyon hesaplamaları, serbest korozyon potansiyelinde bir malzemenin polarizasyon direnci, potansiyel-akım yoğunluğu eğrisinin eğimi olarak tanımlanır. Sonuç olarak, Stern-Geary eşitliğine göre aktivasyon kontrolü altında olan reaksiyonlara göre polarizasyon direnci R_p korozyon akımı ile ilişkilendirilebilir [36]. CH Instruments programına ait polarizasyon direnci testi için Şekil 2.4'te gösterildiği gibi tekniklerden "Linear Sweep Voltammetry" seçilir. Parametrelerin belirlendiği kurulum ekranı ise Şekil 2.6'da gösterilmiştir. Deneyler için gerekli parametreler kurulum ekranına girilerek LP testi başlatılmıştır.



Şekil 2.6 : Linear polarizasyon testi için araştırmacı tarafından belirlenmesi gereken parametreler

2.3 Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi Ölçümleri

Levha numunelere uygulanan EIS deneysel parametreler Şekil 2.7’de gösterilmiştir. Bu parametreler arasında önemli olanları, levha numunenin yüzey alanı, eşdeğer ağırlık, alternatif akım (AC) voltajı ve yoğunluktur. Bu parametre değerleri EIS deney sonuçlarını etkilemektedir. EIS ölçümleri gerçekleştirilmeden önce sistem denge durumu potansiyeline gelmelidir. Bunun için EIS ölçümlerinden önce OCP ölçümleri yapılmalı ve denge durumu potansiyeline ulaşılmalıdır. EIS ölçümü gerçekleştirildikten sonra “Bode” ve “Nyquist” olarak adlandırılan iki grafik elde edilmektedir. Bu grafiklerden polarizasyon direnci (R_p) değerini elde etmek için sisteme uygun bir eş devre kurulmalıdır. Kurulan eş devre ile EIS sonuçlarının uyuşması halinde yazılım otomatik olarak R_p değerini vermektedir. Örnek olması amacıyla CHI 608E yazılımı ile temel bir Randle devresinin çizimi Şekil 2.8’de gösterilmiştir.



A.C. Impedance Parameters

Init E (V) 0

High Frequency (Hz) 100000

Low Frequency (Hz) 1

Amplitude (V) 0.005

Quiet Time (sec) 2

Sensitivity Scale Setting

Automatic Manual

Measurement Mode above 100 Hz

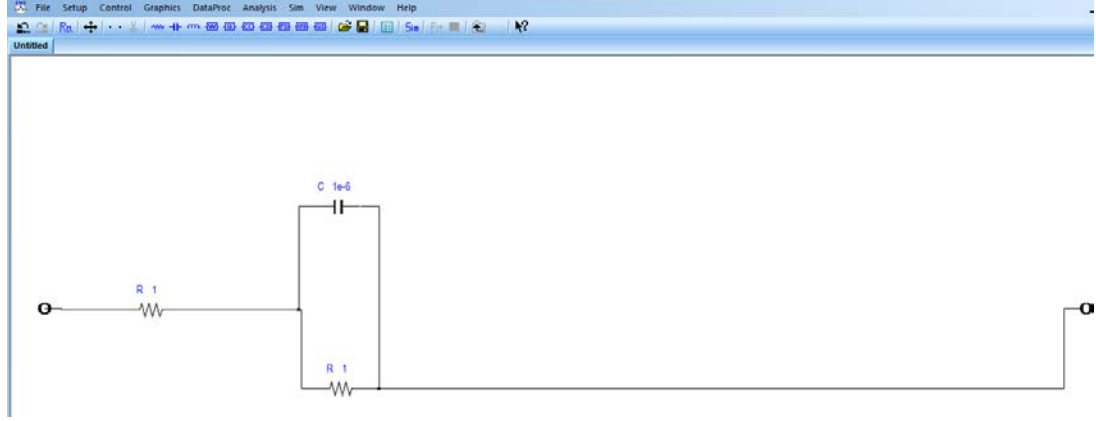
FT Single Freq. Galvanostatic

Measuring Time or Cycles and Points

Freq Range	Avg/Cycles	Points / Decade Freq
100K - 1M Hz :	1	12
10K - 100K Hz :	1	12
1K - 10K Hz :	1	12
100 - 1K Hz :	1	12
10 - 100 Hz :	1	12
1 - 10 Hz :	1	12
0.1 - 1 Hz (cycles)	1	12
0.01 - 0.1 Hz (cycles)	1	12
0.001 - 0.01 Hz (cycles)	1	12
.0001 - .001 Hz (cycles)	1	12
.00001 - .0001 Hz (cyc)	1	12

Bias DC Current During Run : Below 1 Hz

Şekil 2.7 : Elektrokimyasal empedans spektroskopisi testi için araştırmacı tarafından belirlenmesi gereken parametreler



Şekil 2.8 : Temel Randle devresinin CHI 608E yazılımı ile çizimi

2.4 Potansiyodinamik Davranışın Hesaplanması

Potansiyodinamik teknik sistemin genel korozyon davranışını incelemek için kullanılır. Genellikle potansiyodinamik taramada metal numunenin potansiyeli yavaşça daha geniş bir aralıktaki potansiyel değerinde taranır. Tarama esnasında metal numune, potansiyelin şiddetine göre değişen anodik ve katodik hücre akımları sonucunda farklı elektrokimyasal reaksiyonlar geçirebilir. Deneyin grafiksel çıktısı ise logaritma (log) akım ile potansiyel grafiğidir. Genellikle eğri analizi aşağıdaki bilgilere göre elde edilebilir:

- Korozyon Potansiyeli
- Tahmini Korozyon Akımı
- Pasif Durumdaki Potansiyel Bölge
- Mekanik Bilgi

Potansiyodinamik tekniğin kullanılmasındaki genel amaç kontrollü potansiyel akımı ile potansiyel eğrilerinin elde edilmesidir. Elde edilen eğriler hızlıca deney yapmak için dar potansiyel aralıklarını kapatabilir veya yukarıda bahsedilen amaçlardan çok farklı amaçlar için kullanılabilir.

Potansiyodinamik verileri analiz ederken, potansiyodinamik deneyden elde edilen veri dosyası “CHI608E Electrochemical Analyzer” programı tarafından sağlanan “AC Impedans” ile analiz edilecektir. Potansiyodinamik deneyler genellikle kalitatif bilgi elde etmek için kullanılır. Öncelikli kullanılan analizler grafik çizme ve eğri kıyaslama analizleridir.

Potansiyodinamik bilgiler Tafel ve polarizasyon direnci hesaplamalarında korozyon oranını hesaplarken kullanılır. Potansiyodinamik taramalarda kullanılan tarama oranları genellikle korozyon potansiyelinden doğru veri toplayabilmek için çok

yüksektir. Ayrıca geniş bir potansiyel aralığı kapsayan geleneksel potansiyodinamik tarama, elektrot yüzeyinde korozyon oranını etkileyecek boyutta değişimlere neden olabilir.

Standart potansiyodinamik analiz senaryosu potansiyel ile log akım grafiğini çıktı olarak verir. Korozyon potansiyeli parametreleri polarizasyon direnci deneyi ile aynı parametrelere sahiptir. Test koşulları ve parametreler organize edildikten sonra öncelikle potansiyel kararlı hale ulaşılır, sonrasında polarizasyon direnci ve potansiyodinamik polarizasyon testleri uygulanır. Korozyon oranı ve diğer parametreleri elde etmek için veriler analiz edilir.

Bu tez kapsamında çalışma elektrotu olarak farklı ezme oranları ile haddelenmiş, farklı kalınlıklardaki 8006 serisi alüminyum numuneler, referans elektrot (SCE) ve sisteme voltaj uygulamak için kullanılan, çözelti ile reaksiyona girmeyen yardımcı elektrot (grafit) arasına yerleştirilmiştir. Korozyona uğrayacak olan elektrota (%94 ve %98 haddelenmiş 8006 serisi alüminyum) ve yardımcı elektrot olan grafit elektrotuna kontrollü yüksek voltaj uygulanır ve akım hesaplanır. İlk olarak potansiyodinamik tarama uygulanır ve gerekli akım kontrollü yüksek voltaj ile hesaplanarak polarizasyon direnci eğrisi otomatik olarak çizilir.

En önemli nokta potansiyodinamik teknik korozyon potansiyelinin kararlı olmasını ve deney boyunca değişmemesini gerektirir. Yoksa potansiyodinamik test boyunca uygulanan voltaj ve akım arka planda değişen korozyon potansiyeli sebebiyle belirlenemeyen miktarlarda değişimlere uğrar. Sonuç olarak polarizasyon direnci ve Tafel metotlarına başlamadan önce bir süre korozyon potansiyeli testi yapılmalı ve korozyon potansiyelinin kararlı hale ulaşması beklenilmelidir. Parametre olarak başlangıç ve bitiş korozyon potansiyel değerlerini, tarama oranını, numune yüzey alanını, yoğunluğu ve eşit ağırlık değerleri araştırmacı tarafından girilmelidir. Bu parametreler potansiyodinamik testin sonucunu etkileyebilir. Bu deney sonucunda, numunenin karakteristiğini daha iyi anlamak için açık devre potansiyeli kaydedilebilir.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bulgular ve tartışma başlığı altında tez kapsamında yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar ve bu sonuçların değerlendirilmesi paylaşılacaktır. İlk olarak ikiz merdane döküm (twin roll casting-TRC) yöntemiyle üretilen 8006 alüminyum folyo alaşım numunelerinin yüzey özellikleri hakkında bilgi almak ve korozyon testlerinin numunelere olan etkilerini gözlemek amacıyla numunelere elektrokimyasal korozyon testleri uygulanmadan önce yapılan karakterizasyon sonuçları paylaşılmıştır. Ardından yapılan elektrokimyasal korozyon testlerinin sonuçları verilmiştir. Korozyon testlerinden sonra tekrar karakterizasyon ölçümleri yapılmış ve son olarak bu ölçümlerin sonuçları verilmiştir. Sonuçlar paylaşılırken ezme oranının etkisinin anlaşılabilmesi amacıyla %98 ve %94 ezme oranına sahip 150 µm ve 180 µm kalınlığa sahip numuneler art arda verilmiştir. Her bir sonuç verildikten sonra elde edilen bulgular tartışılmıştır.

3.1 Korozyon Testleri Öncesi Karakterizasyon Sonuçları

Bu bölümde, korozyon testleri öncesinde numune yüzey yapıları makro ve mikro ölçekte elde edilen mikroskop görüntüleri ile değerlendirildi ve yüzey morfolojisi ile ilgili gözlemler yapıldı. Yine yüzeyde bulunan yapılar (oksit tabakası, yüzey kirliliği) ile element ve fazların tespiti gerçekleştirildi. Korozyon testleri öncesinde yapılan karakterizasyonların amacı ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş (Twin Roll Casting-TRC) 8006 alüminyum alaşımının yüzey bölgesinden korozyon testleri ile uğradığı değişimi gözlemleyerek, otomotiv ve gıda endüstrisinde kullanıma uygun olup olmadığına karar vermektir.

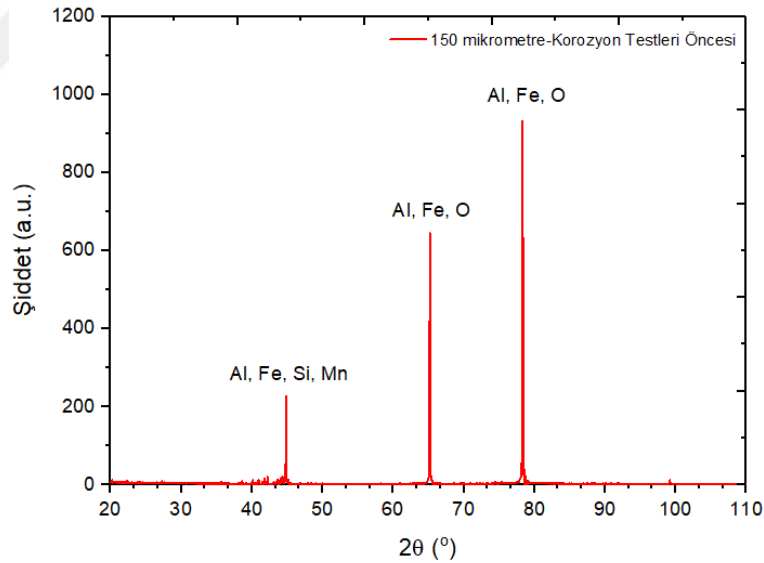
3.1.1 X ışını difraktometresi (XRD) sonuçları

Korozyon testleri öncesi TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin yüzeylerinde bulunan element ve fazların genel taraması yapılmıştır. 20° ile 110° açı aralığı X-ışını difraksiyon spektroskopisi (XRD) cihazı ile taranarak ilgili sonuçlar elde edilmiştir. Elde edilen X-ışını difraktometresi sonuçları her bir pikte birden fazla element

gösterilerek verilmiştir. Bunun sebebi bazı piklerin üst üste çakışması sonucu grafik üzerinde element veya bileşiklerin gösterilmesinin mümkün olmamasından kaynaklanmaktadır. Örneğin Şekil 3.1’de 45°’lik pik literatürde alüminyum metalinin (200) düzlemine tekabül etmektedir. Ancak bu açıya çok yakın diğer açılarda farklı bileşikler de bulunmaktadır. Bunları grafik üzerinden göstermek mümkün olmadığı için bu pik üzerine diğer elementler temsili olarak yazılmıştır. Literatürde X-ışını difraktometresi sonuçlarının bu şekilde gösterildiği çalışmalar bulunmaktadır [42, 47].

3.1.1.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.1 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, %98 oranında haddelenerek 8 mm kalınlıktan 150 µm kalınlığa kadar inceltilmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi X Işını Difraktometresi (XRD) sonucunu göstermektedir. Bu sonuca göre alüminyum folyonun yüzeyinde alüminyum (Al) elementinden başka demir (Fe), silisyum (Si), oksijen (O) ve mangan (Mn) elementleri de bulunmaktadır.

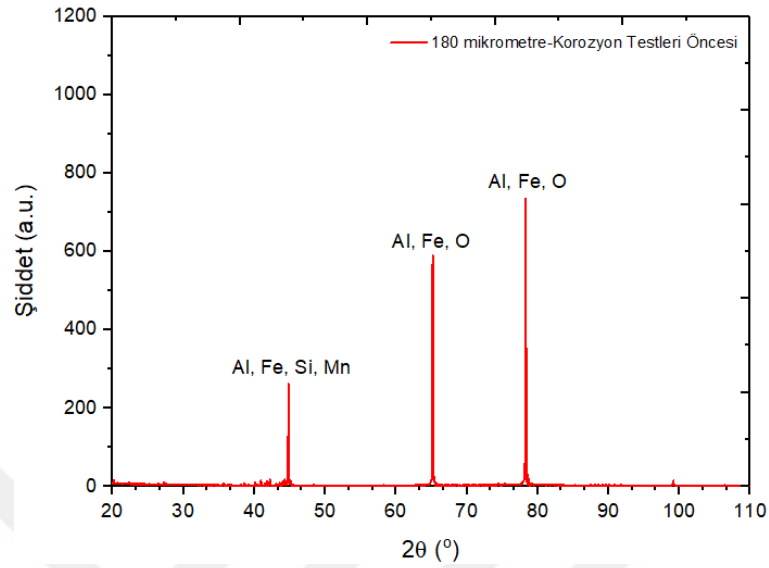


Şekil 3.1 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi X-ışını difraksiyonu ölçüm sonucu

3.1.1.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.2 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlığından 180 µm kalınlığa kadar inceltilmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi X Işını Difraktometresi (XRD) sonucunu göstermektedir. Buna göre alüminyum folyonun yüzeyinde alüminyum (Al) elementinden başka demir (Fe),

silisyum (Si), oksijen (O) ve mangan (Mn) elementlerinin de bulunduğu tespit edilmiştir.



Şekil 3.2 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi X-ışını difraksiyonu ölçüm sonucu

Şekil 3.1 ve Şekil 3.2 karşılaştırıldığında 150 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunenin X-ışını difraksiyonu piklerinin 180 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunenin X-ışını difraksiyonu piklerinden daha şiddetli olduğu gözlenmektedir. Bunun sebebi hadde miktarı arttıkça yüzeyde bulunan alüminyum oksit tabakasının incilmesi ve bu sebeple diğer elementlerin yüzeyde daha çok bulunması olarak yorumlanabilir. Şekil 2’de 180 µm kalınlığa sahip olan numune yüzeyinde oluşan oksijen (O) elementi pikinin diğer elementlere göre görülebilir şiddette olmasının sebebi ise 180 µm kalınlığa sahip numunenin yüzeyindeki oksit tabakasının hadde oranı sebebiyle daha kalın olduğunu ve bu sebeple diğer elementlerin de pik şiddetlerinin azaldığını gösterir.

Her iki numunenin X-ışını difraksiyonu piklerinde aynı elementler bulunmaktadır, bunun sebebi ise iki numune arasındaki farkın sadece hadde oranı olması olup malzeme cinsinin aynı olmasıdır. Bu sonuca göre numunelerin kompozisyonlarına haddeleme işleminin bir etkisi bulunmayıp, sadece yüzey morfolojisi ve mikroyapısı üzerinde bir etkisi bulunmaktadır.

3.1.2 Elde edilen spektrometre sonuçları

Elektrokimyasal korozyon testleri yapılacak numunelerin içeriğinde bulunan elementleri bulmak için spektral analiz yapılmıştır. Böylece elde edilen sonuçlar XRD ve EDS sonuçları ile kıyas edilebilmiştir. Buna göre TRC 8006 alüminyum folyo alaşımı içerisinde alaşım elementleri olarak demir (Fe), Mn (Mn) ve silisyum (Si) elementleri tespit edilmiştir.

3.1.2.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin spektral analiz sonucu Çizelge 3.1’de verilmiştir. Buna göre spektral analiz sonucu malzemede bulunan en yüksek orandaki elementler olan Al, Si, Fe, Mn elementleri Şekil 3.1’de verilen 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo numunenin X-ışını difraktometresi sonucu ile de örtüşmektedir.

Çizelge 3.1 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşımına ait spektral analiz sonucu

Numune	Al	Si	Fe	Mn	Zn	Cr	Cu	Mg	Zr
150 µm	96,9	0,210	1,85	0,962	0,112	0,0034	0,0204	0,0001	0,0020

3.1.2.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Çizelge 3.2’de 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin spektral analiz sonucu verilmiştir. Bu sonuca göre Al, Si, Fe, Mn elementleri numunede bulunan en yüksek orandaki elementlerdir. Şekil 3.2’de verilen 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo numunenin X-ışını difraktometresi sonucunda pik veren elementler de aynı elementler olup yapılan analizlerin benzer istikamette sonuçlar içerdiğini göstermektedir.

Çizelge 3.2 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşımına ait spektral analiz sonucu

Numune	Al	Si	Fe	Mn	Zn	Cr	Cu	Mg	Zr
180 µm	97	0,402	1,73	0,705	0,167	0,0039	0,0280	0,0001	0,0020

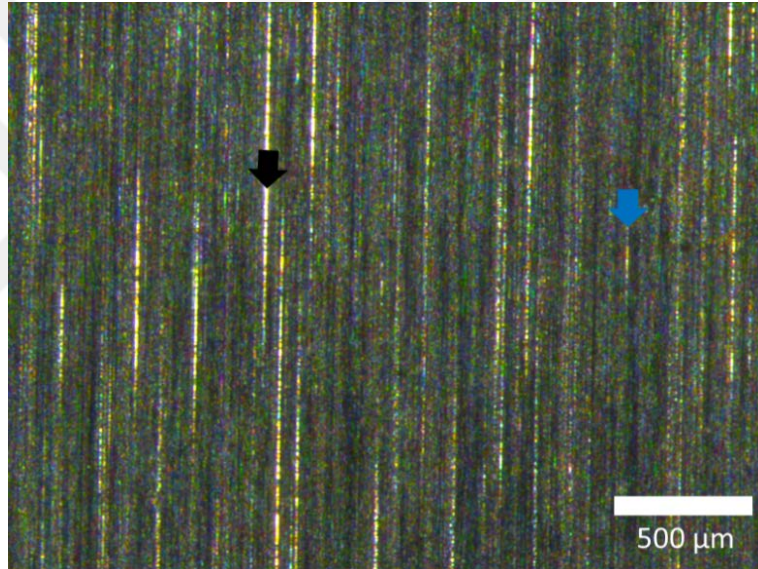
3.1.3 Elde edilen stereo mikroskop sonuçları

Korozyon testleri öncesi TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunelerinin yüzeylerinde bulunan hadde izleri ve yüzey topografisi hakkında bilgi almak amacıyla

stereo mikroskop cihazı ile makro boyutta genel bir tarama yapılmıştır. Çalışmada kullanılan numuneler için elde edilen bulgular bu bölümde verilmektedir.

3.1.3.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

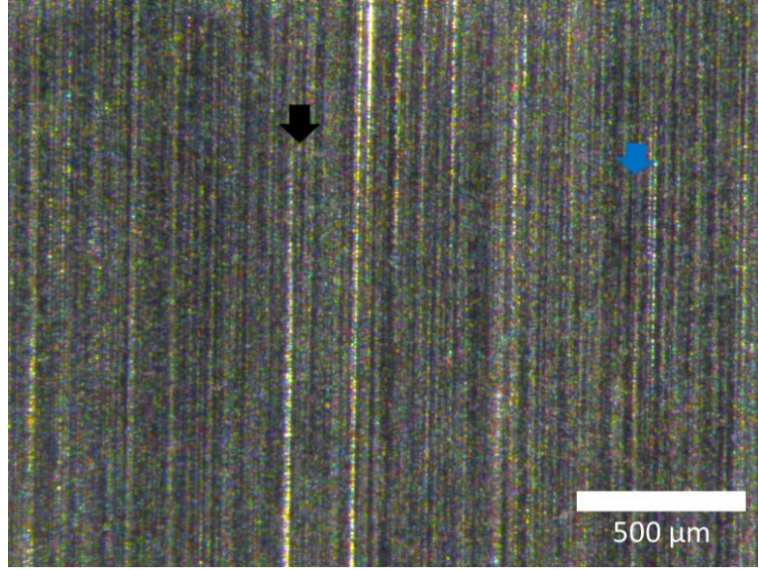
Şekil 3.3 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlıktan %98 oranında haddelenerek 150 µm kalınlığa kadar inceltilmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi stereo mikroskop ile elde edilen görüntüsünü göstermektedir. Bu görüntüye göre ikiz merdane döküm süreci sonrasında uygulanan soğuk hadde sonucu meydana gelen hadde çizgileri kanallar halinde oluşmuştur. Bu sonuca göre, soğuk hadde ikiz merdane döküm yöntemi ile oluşan malzemeye tek yönlü olarak uygulanmıştır.



Şekil 3.3 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi stereo mikroskop görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi)

3.1.3.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.4 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlıktan %94 oranında haddelenerek 180 µm kalınlığa kadar inceltilmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi stereo mikroskop ile elde edilen görüntüsünü göstermektedir. Bu görüntüye göre ikiz merdane döküm süreci sonrasında uygulanan soğuk hadde sonucu meydana gelen hadde çizgileri kanallar halinde oluşmuştur. Bu sonuca göre, soğuk hadde ikiz merdane döküm yöntemi ile oluşan malzemeye tek yönlü olarak uygulandığı tespit edilmiştir.



Şekil 3.4 : 180 μm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi stereo mikroskop görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi)

Şekil 3.3 ve Şekil 3.4 karşılaştırıldığında 180 μm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunenin 150 μm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numuneden daha sık ve düzenli hadde kanallarına sahip olduğu görülmektedir. Bunun sebebi belirli bir hadde oranından sonra, hadde miktarı arttıkça oluşan deformasyon kanallarının kırılması olarak gösterilebilir. Bu nedenle %94 oranında haddelenmiş olan TRC 8006 alüminyum folyo yüzeyi %98 oranında haddelenmiş olan TRC 8006 alüminyum folyo yüzeyine göre daha gözle seçilebilir hadde kanallarına sahiptir [48].

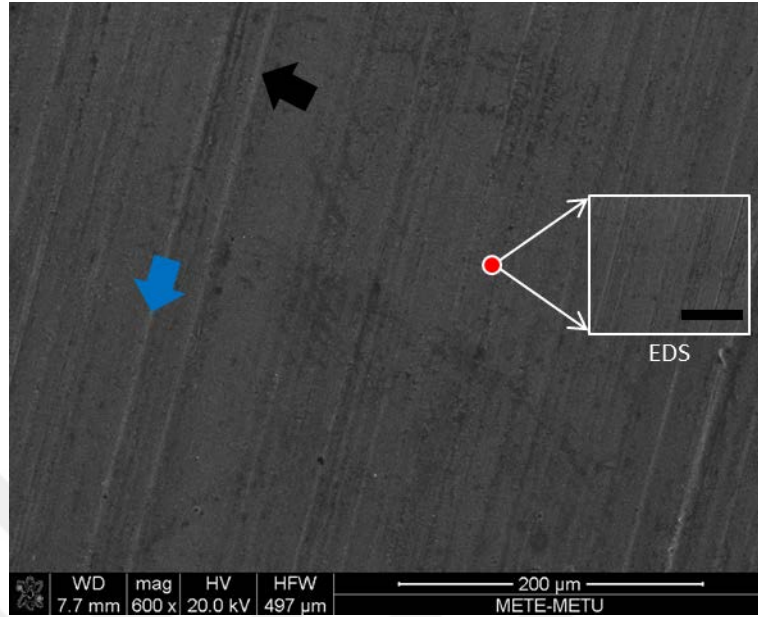
3.1.4 Taramalı elektron mikroskobu görüntüleri ve enerji dağılımı spektrometresi sonuçları

Korozyon testleri öncesi TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunelerinin yüzeylerinde bulunan izler ve yüzey görüntüsü hakkında detaylı bilgi almak amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı ile yüzey görüntüsü alınmıştır. Görüntüsü alınan yüzeyde bulunan elementler ve miktarları hakkında bilgi sahibi olmak amacıyla enerji dağılımı spektrometresi (EDS) ölçümü kullanılmıştır.

3.1.4.1 150 μm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.5 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, %98 oranında haddelenerek 150 μm kalınlığa kadar inceltmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsünü göstermektedir. SEM görüntüsüne göre ikiz merdane döküm süreci sonrasında uygulanan soğuk hadde

sonucu oluşan hadde çizgileri derin kanallar halinde oluşmuştur. Yüzeyden x1000 büyütme ile görüntü alınmıştır ve hadde kanalları net bir şekilde gözükmemektedir.



Şekil 3.5 : 150 μm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi) ve gösterilen bölgeden EDS analizi için elde edilen SEM görüntüsü (■ boyutu 40 μm ye eşittir)

Çizelge 3.3’de 150 μm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunenin korozyon testleri öncesi EDS analizine göre element ağırlıklarının yüzdeleri gösterilmiştir. EDS element analizi sonucuna göre yüzeyde ağırlıkça %97,31 oranında alüminyum (Al) elementi bulunurken %1,74 oranında demir (Fe) ve %0,96 oranında mangan (Mn) bulunmaktadır. Bu sonuç X Işını Difraktometresi (XRD) sonucuna benzer olup silisyum (Si) elementinin yüzdesi az olduğu için EDS cihazı ile yüzeyde bu element tespit edilememektedir.

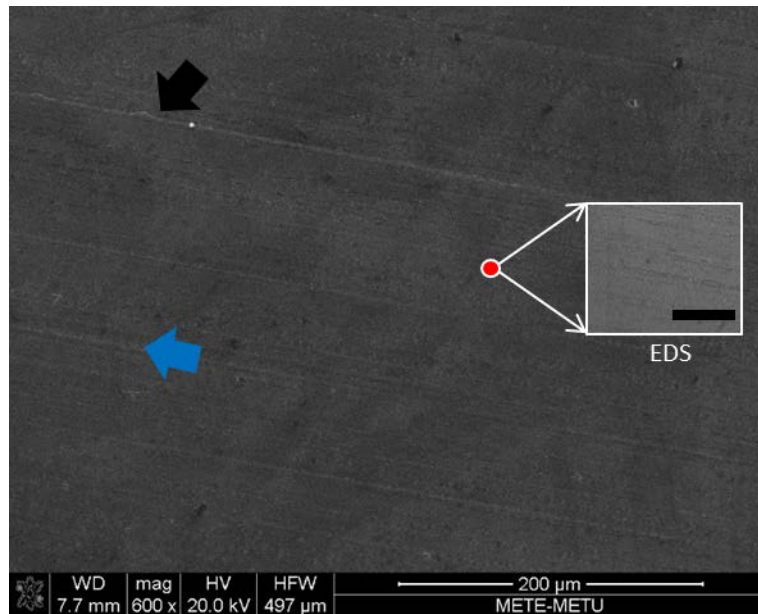
Çizelge 3.3 : 150 μm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi EDS analizine göre yüzeyde bulunan elementlerin yüzdece ağırlık oranı

Element	% Ağırlık
Al	97,31
Mn	0,96
Fe	1,74
Toplam	100,00

3.1.4.2 180 µm kalınlıđa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.6 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlıktan %94 oranında haddelenerek 180 µm kalınlıđa kadar inceltiilmiş 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsünü ve enerji dağılımı spektrometresi (EDS) sonucunu göstermektedir. SEM görüntüsüne göre ikiz merdane döküm süreci sonrasında uygulanan sođuk haddeleme işleminin sonucu oluşan hadde çizgileri ince kanallar halinde oluşmuştur. Yüzeyden 600 büyütme ile görüntü alınmıştır ve hadde kanalları ince çizgiler halinde gözükmektedir. EDS sonucuna göre korozyon testleri öncesi numune yüzeyinde alüminyum (Al), demir (Fe) ve mangan (Mn) elementleri bulunmaktadır.

Çizelge 3.4’de 150 µm kalınlıđındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunesinin korozyon testleri öncesi EDS analizine göre element ağırlıklarının yüzdeleri gösterilmiştir. EDS element analizi sonucuna göre yüzeyde ağırlıkça %97,41 oranında alüminyum (Al) ana elementi bulunmaktadır. Alaşım elementleri olarak %1,74 oranında demir (Fe) ve %0,96 oranında mangan (Mn) bulunmaktadır. Bu sonuç X Işını Difraktometresi (XRD) sonucuna benzer olup silisyum (Si) elementinin yüzdesi az olduđu için EDS cihazı yüzeyde bu elementi ölçememiştir.



Şekil 3.6 : 180 µm kalınlıđa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi) ve gösterilen bölgeden EDS analizi için elde edilen SEM görüntüsü (■ boyutu 40 µmye eşittir)

Çizelge 3.4 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi EDS analizine göre yüzeyde bulunan elementlerin yüzdece ağırlık oranı

Element	% Ağırlık
Al	97,41
Mn	0,89
Fe	1,71
Toplam	100,00

Şekil 3.5 ile Şekil 3.6 karşılaştırıldığında 150 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunenin yüzeyinde derin abrasif aşınmaya benzer hadde izleri görülmektedir. 180 µm kalınlığındaki numune yüzeyinde ise daha yüzeysel hadde izleri olduğu görülmekte ve yüzeyin daha dengeli olduğu gözlenmektedir. Bu durum 180 µm kalınlığındaki numunenin yüzeyinin 150 µm kalınlığındaki numune yüzeyinden daha pasif olduğunu gösterir. 150 µm kalınlığındaki numune yüzeyinde kararmalar olduğu gözlenmektedir, bunun nedeni ise fazla hadde dolayısıyla yüzeydeki oksit tabakasının düzenli olarak yüzeye yayılmadığını ve yüzeyde havadaki nem dolayısıyla küçük korozif tabakaların oluştuğu anlamına gelebilir [49, 50].

Çizelge 3.3 ile Çizelge 3.4 karşılaştırıldığında her iki TRC 8006 alüminyum folyo numunenin yüzeyinde de aynı elementlerin bulunduğunu göstermektedir. Her iki numunenin de içeriklerinin yüzdesel olarak aynı olduğunu, farkın yalnızca hadde oranı olduğunu göstermektedir. Yüzeyde oksijen (O) elementinin bulunamamasının sebebi oksit tabakasının çok ince olması sebebiyle cihazın yüzeydeki oksijeni algılayamaması veya cihaz kapasitesinin küçük atom yarıçapına sahip elementleri bulamaması olabilir.

3.2 %3,5 NaCl Çözeltisi Kullanılarak Gerçekleştirilen Korozyon Testi Sonuçları

Bu bölümde yüzey temizliği yapılan farklı kalınlıktaki alüminyum folyolara uygulanan elektrokimyasal korozyon testlerinin sonuçları paylaşılacaktır. Sırasıyla açık devre potansiyeli (OCP), lineer polarizasyon (LP) ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) testleri uygulanmıştır. Kullanılan çözelti ise gıda ambalajlama testleri için kullanılan %3,5 NaCl içeren tuzlu su çözeltisidir.

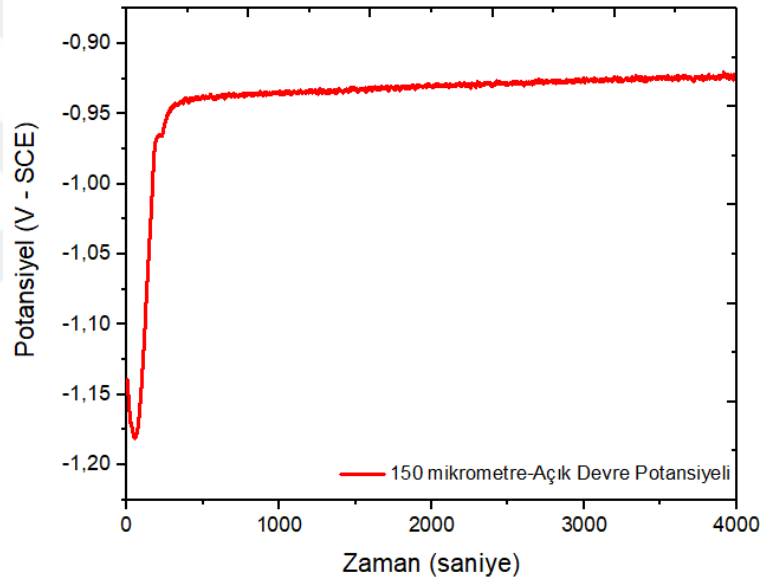
3.2.1 Açık Devre Potansiyeli Sonuçları

Her iki alüminyum folyo alaşım numunesi de 4000 saniye süre açık devre potansiyeli testine tabi tutulmuştur. Referans elektrot olarak Doymuş Kalomel Elektrotu

kullanılmış ve çalışma elektrotu ile iletken kablo vasıtasıyla birbirine bağlanarak sistemin potansiyel dengesi gelmesi beklenmiştir.

3.2.1.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

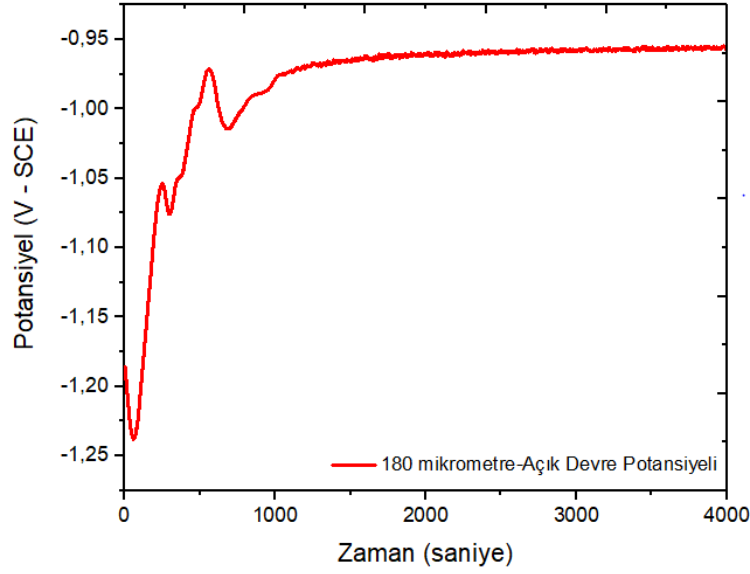
Şekil 3.7 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlığından %98 oranında haddelenerek 150 µm kalınlığa kadar inceltirilmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin açık devre potansiyeli grafiğini göstermektedir. Numune yüzeyi %3,5 NaCl içeren tuzlu su çözeltisinde 4000 saniye süreyle bekletilerek açık devre potansiyeli ölçümü gerçekleştirilmiş olup, yüzeyde Doymuş Kalomel Elektrot (Saturated Calomel Electrode-SCE)' a göre meydana gelen potansiyel değişim grafiği elde edilmiştir.



Şekil 3.7 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin açık devre potansiyeli (OCP) ölçüm sonucu

3.2.1.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.8 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş %94 oranında haddelenerek 180 µm kalınlığa kadar inceltirilmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin açık devre potansiyeli grafiğini göstermektedir. Numune yüzeyi ağırlıkça %3,5 NaCl içeren tuzlu su çözeltisinde 4000 saniye süreyle bekletilerek açık devre potansiyeli ölçümü gerçekleştirilmiş olup, referans SCE elektrotuna göre yüzeyde meydana gelen potansiyel değişim grafiği elde edilmiştir.



Şekil 3.8 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin açık devre potansiyeli (OCP) ölçüm sonucu

Şekil 3.7 ve Şekil 3.8 karşılaştırıldığında 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo numunenin yaklaşık -0,922 (V-SCE) değerinde, 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo numunenin yaklaşık -0,961 (V-SCE) değerinde kararlı bir potansiyel değerine sahip olduğu gözlenmiştir. 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo numune ölçüm işleminin ilk 100 saniyesi boyunca negatif bir eğilim göstermektedir. Bunun sebebi yüzeyde bulunan ince alüminyum oksit tabakadaki az miktarda çözünme olabilir. Sonraki 600 saniye boyunca pozitif bir eğilim gözlenmekte, bu durum oksit tabakaların yüzeyde koruyucu görev üstlendiklerini göstermektedir. 700'üncü saniyede hafif bir negatif eğilimin ardından tekrar pozitif potansiyel yönelimi sistemin dengeye ulaşmakta olduğunu göstermektedir. Ölçümün 1000'inci saniyesinde sistemin dengeye geldiği ve koruyucu oksit tabakanın genel olarak yüzeyi kapladığı gözlenmektedir.

180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo numune de aynı şekilde ölçüm işleminin ilk 100 saniyesi boyunca yüzeyde bulunan oksit tabakanın çözünmesi sebebiyle negatif bir eğilim göstermektedir. Şekil 3.8 ve daha sonra yaklaşık 500 saniye süresince pozitif bir eğilim göstererek yüzeyde oksit tabakası oluşumu olduğu anlaşılabilir. 600'üncü saniyeden sonra negatif ve pozitif yönde oluşan dalgalanmalar numune yüzeyinin denge haline gelmekte olduğunu göstermektedir. Yaklaşık -0,961 (V-SCE) değerinde 1200'üncü saniyede sistemin denge konumuna geldiği ve yüzeyde oksit tabakasının oluştuğu görülmektedir.

Literatürde korozyon davranışının açık devre potansiyeli ve polarizasyon direnci ile ölçüldüğü çalışmalar mevcuttur. Bu çalışmalara göre açık devre potansiyelinde negatif yönde sapmaların yüzeydeki oksit tabakasının çözünmesi sebebiyle olduğu, pozitif yöndeki sapmaların ise yüzeyde koruyucu oksit tabakası oluşarak yüzey pasifliğinin artmasına neden olduğu ortaya konulmuştur. Ayrıca yine bu çalışmalar kapsamında açık devre potansiyeli ve polarizasyon direncinin genel olarak birbiriyle orantılı olup korozyon hızı saptamalarında kullanılmakta olduğu gösterilmiştir [36, 51].

Açık devre potansiyeli testi uygulanan iki numuneden hadde oranı yüksek olan 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin denge potansiyel değeri (-0,922 (V-SCE)), 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin denge potansiyel değerinden (-0,961 (V-SCE)) daha yüksektir. Bu nedenle 150 µm kalınlığındaki numunenin yüzeyi daha pasif olduğu için korozyon direncinin daha yüksek olduğu söylenebilir. Literatürde 7150 alüminyum alaşımına uygulanan açık devre potansiyeli testleri sonucunda denge potansiyelinin negatife yakın olduğu değerlerde numunenin korozyon direncinin daha düşük olduğunu, pozitif yakın olduğu değerlerde ise korozyon direncinin daha yüksek olduğu tespit edilmiştir [51].

Açık devre potansiyeli (OCP) testi sonuçlarına göre ikiz merdane döküm yöntemiyle (TRC) üretilen ve hadde işlemi uygulanarak folyo haline getirilen TRC 8006 alüminyum folyo malzemelerin hadde oranı arttıkça korozyon direncinin arttığı ve malzemenin çözünmesini geciktirdiği yorumu yapılabilir.

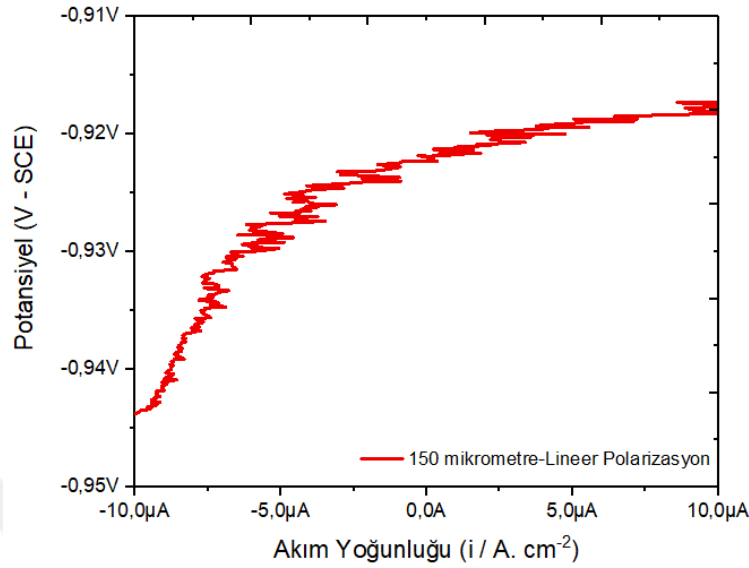
3.2.2 Lineer polarizasyon sonuçları

Açık devre potansiyeli ölçümlerinden sonra elektrokimyasal korozyon testlerinden lineer polarizasyon testleri yapılarak numunelerin korozyon hızları hakkında bilgi sahibi olunmuştur.

3.2.2.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.9 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlıktan %98 oranında haddelenerek 150 µm kalınlığa kadar inceltirilmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin lineer polarizasyon grafiğini göstermektedir. Numune yüzeyi ağırlıkça %3,5 NaCl içeren tuzlu su çözeltisinde 4000 saniye süreyle bekletilerek açık devre potansiyeli ölçümü yapılmış, ardından lineer polarizasyon ölçümü gerçekleştirilmiş

olup, sisteme verilen akım sonrası yüzeyde meydana gelen potansiyel değişimi grafiği elde edilmiştir.



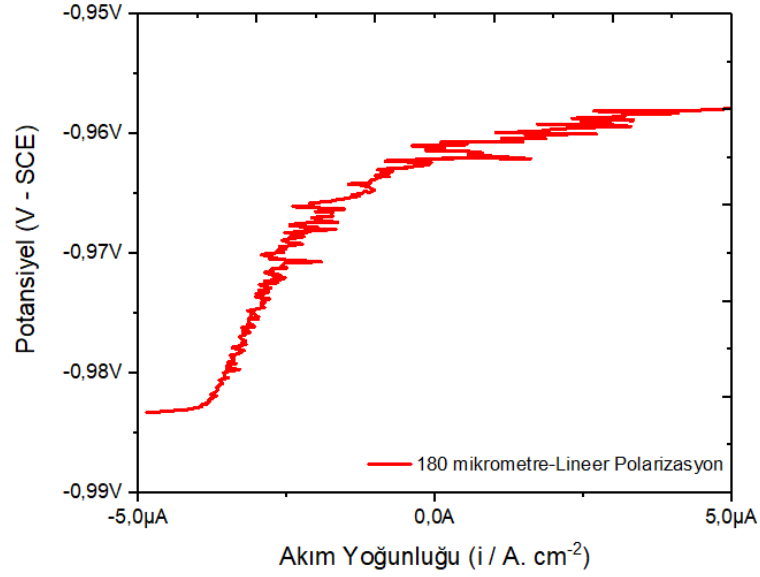
Şekil 3.9 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin lineer polarizasyon (LP) ölçüm sonucu

Çizelge 3.5 : 150 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin lineer polarizasyon testi sonucu verileri

Parametre	Değer
I _{kor}	47,87 µA
E _{kor}	-921,9 mV
R _p	544,3 ohm
Korozyon Hızı	6,493 mpy

3.2.2.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.10 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlığından %94 oranında haddelenerek 180 µm kalınlığa kadar soğuk haddeleme yöntemi ile inceltmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin lineer polarizasyon grafiğini göstermektedir. Numune yüzeyine ağırlıkça %3,5 NaCl içeren tuzlu su çözeltisinde 4000 saniye süreyle bekletilerek açık devre potansiyeli ölçümü yapılmıştır. Ardından lineer polarizasyon ölçümü gerçekleştirilmiştir. Sisteme verilen akım sonrası yüzeyde meydana gelen potansiyel değişimi grafiği elde edilmiştir.



Şekil 3.10 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin lineer polarizasyon (LP) ölçüm sonucu

Çizelge 3.6 : 180 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin lineer polarizasyon testi sonucu verileri

Parametre	Değer
I_{kor}	20,38 µA
E_{kor}	-961,2 mV
R_p	1278 ohm
Korozyon Hızı	2,766 mpy

Çizelge 3.5 ve Çizelge 3.6 karşılaştırıldığında her iki numunenin lineer polarizasyon eğrilerinin karakteristiğinin birbirine benzer olduğu gözlenmektedir. Fakat 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo numunenin akım yoğunluğu -10,0 µA ile 10,0 µA arasında değişirken 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo numunenin akım yoğunluğu -5,0 µA ile 5,0 µA arasında değişmektedir. Buna göre 180 mikron kalınlığa sahip numunenin korozyon akım yoğunluğunun daha küçük olduğu söylenebilir. Korozyon potansiyelinin eğimi lineer polarizasyon direncini (R_p) vermektedir [36]:

$$R_p = \left(\frac{\Delta E}{\Delta i} \right)_{E=E_{kor}} \quad (3.1)$$

Denklem (3.1)'de gösterilen ΔE korozyon potansiyelindeki değişimi, Δi akım yoğunluğundaki değişimi ifade etmektedir. Lineer polarizasyon direnci korozyon hızı ile ters orantılı olarak ilişkili olup numune yüzey reaktiflik oranının ortam ile olan ilişkisi hakkında bilgi vermektedir. Her iki numunenin korozyon akım yoğunluğu,

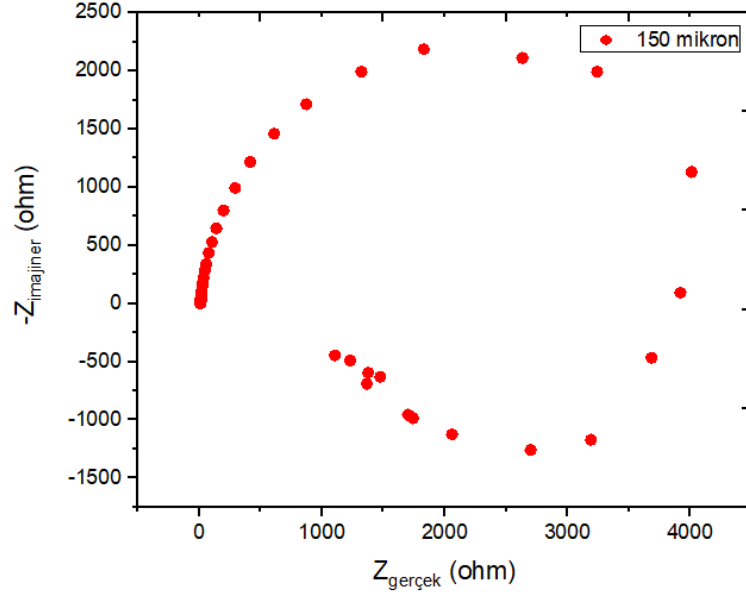
polarizasyon direnci ve korozyon hızları Çizelge 3.5 ve Çizelge 3.6’da verilmiştir. 180 µm kalınlığa sahip alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon akım yoğunluğu (I_{kor}) 20,38 µA, polarizasyon direnci (R_p) 1,278 ohm olup korozyon hızı ise 2,766 mpy’dir. 150 µm kalınlığa sahip numunenin korozyon akım yoğunluğu (I_{kor}) 47,87 µA, polarizasyon direnci (R_p) 544,3 ohm olup korozyon hızı ise 6,493 mpy’dir. Bu sonuçlara göre 180 µm kalınlığa sahip numunenin korozyon direnci 150 µm kalınlığa sahip numunenin korozyon direncinden daha yüksektir. Literatürde yapılan çalışmalarda korozyon akım yoğunluğu ve polarizasyon direnci karşılaştırılarak korozyon hızı ve/veya direnci hakkında buna benzer sonuç ve yorumlar bulunmaktadır [36, 45, 52].

3.2.3 Elektrokimyasal empedans spektroskopisi ölçüm sonuçları

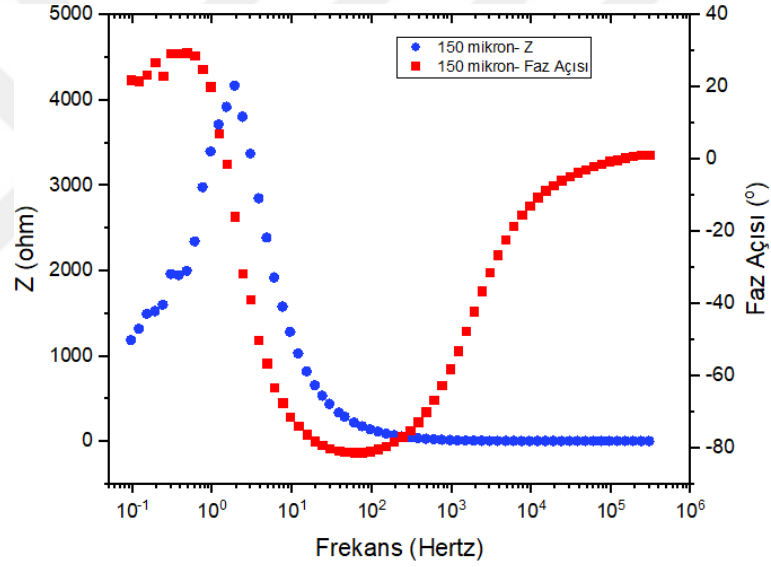
Lineer polarizasyon yöntemine ek olarak bir başka elektrokimyasal korozyon testi olan elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) testi alüminyum folyo alaşım numunelerine uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar hem 150 µm kalınlıktaki numune için hem 180 µm kalınlıktaki numune için ayrı ayrı paylaşılmıştır.

3.2.3.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.11 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, %98 oranında haddelenerek 150 µm kalınlığa kadar inceltirilmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin elektrokimyasal empedans ölçümü Nyquist grafiğini göstermektedir. Numune yüzeyi %3,5 NaCl içeren tuzlu su çözeltisinde 4000 saniye bekletilerek açık devre potansiyeli ölçümü yapılmış, ardından elektrokimyasal empedans ölçümü gerçekleştirilmiş olup, sisteme verilen alternatif akım sonrası gerçek direncin yüzeyde meydana gelen zahiri dirence etkisi grafiği elde edilmiştir.



(a)



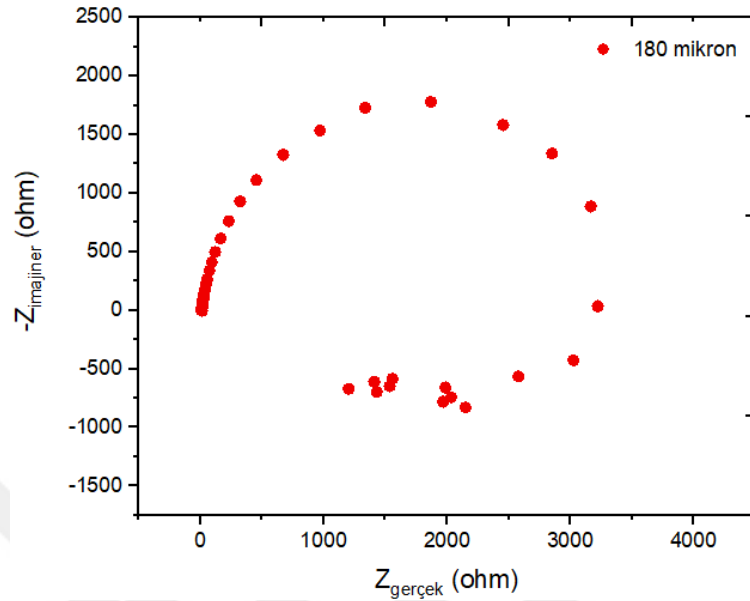
(b)

Şekil 3.11 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) (a) Nyquist ölçüm sonucu (b) Bode ölçüm sonucu

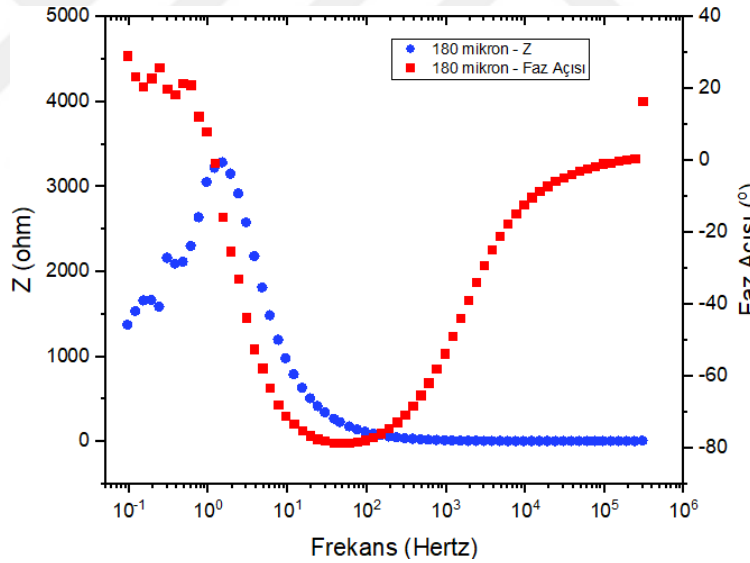
3.2.3.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.12 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlıktan %94 oranında haddelenerek 180 µm kalınlığa kadar inceltmiş TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin elektrokimyasal empedans ölçümü Nyquist grafiğini göstermektedir. Numune yüzeyi %3,5 NaCl içeren tuzlu su çözeltisinde 4000 saniye bekletilerek açık devre potansiyeli ölçümü yapılmış, ardından elektrokimyasal empedans ölçümü

gerçekleştirilmiş olup, sisteme verilen alternatif akım sonrası gerçek direncin yüzeyde meydana gelen zahiri dirence etkisi grafiği elde edilmiştir.



(a)

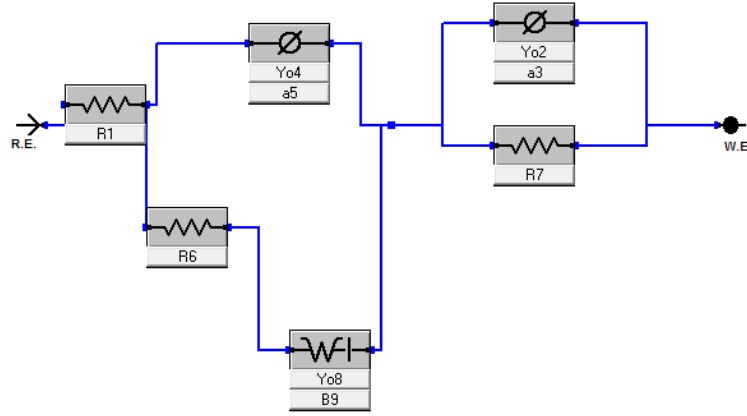


(b)

Şekil 3.12 : 180 μm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) (a) Nyquist ölçüm sonucu (b) Bode ölçüm sonucu

Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) testleri sonucunda elde edilen Bode ve Nyquist grafikleri ile korozyon hızı (Corrosion Rate) hesaplamaları yapılabilmesi için polarizasyon direnci (R_p) değeri elde edilmesi gerekmektedir [39]. R_p değerini elde edebilmek için ise EIS düzeneğini temsil eden bir elektrik devresi tasarlanmalı ve elde edilen grafiklerin bu devreye uyarlanması gerekmektedir [40]. Devre vasıtası ile

elde edilecek olan R_p değeri korozyon hızına ulaşmak için kullanılabilir. Şekil 3.13'te bu çalışmada EIS testi uygulanan numuneler için kurulan devre gösterilmiştir. Bu devreye göre elde edilen akım yoğunluğu i_{kor} , çözelti direnci R_c ve polarizasyon direnci R_p değerleri 150 μm kalınlığa indirilmiş TRC 8006 alüminyum folyonumune için Çizelge 3.7'te, 180 μm kalınlığa indirilmiş TRC 8006 alüminyum folyonumune için ise Çizelge 3.8'te verilmiştir.



Şekil 3.13 : TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi ölçüm sonuçlarını değerlendirebilmek için kurulan devre düzeneği

Çizelge 3.7 : 150 μm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi test sonucu verileri

Parametre	Değer	Birimler
R1	7,543	ohm
R7	$1,802 \times 10^3$	ohm

Çizelge 3.8 : 180 μm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin elektrokimyasal empedans spektroskopisi test sonucu verileri

Parametre	Değer	Birimler
R1	420,9	ohm
R7	$1,919 \times 10^3$	ohm

Çizelge 3.7 ve Çizelge 3.8'de gösterilen R_1 parametresi çözelti direnci olan R_c parametresine, R_7 parametresi ise polarizasyon direnci olan R_p parametresine tekabül etmektedir. Polarizasyon direnci elektrot reaksiyon karakteristiği için önemli bir değer olup, yüzey yük transfer reaksiyonlarının hızını saptamada kritik bir rol almaktadır. Çizelge 3.7 ve Çizelge 3.8'de bulunan R_7 yani R_p değerleri karşılaştırıldığında 180 μm kalınlığa sahip olan numunenin polarizasyon direnci değerinin daha yüksek olduğu görülmektedir. Buna göre, soğuk hadde oranının artması elektrot yüzeyinin kararsızlığının artmasına neden olmaktadır. Bunun nedeni oksijen difüzyonunun artması ve yüzeyde bulunan alüminyumun oksitlenmesidir [42, 44-46].

3.3 %3,5 NaCl Çözeltisi ile Korozyon Testleri Sonrası Karakterizasyon

Sonuçları

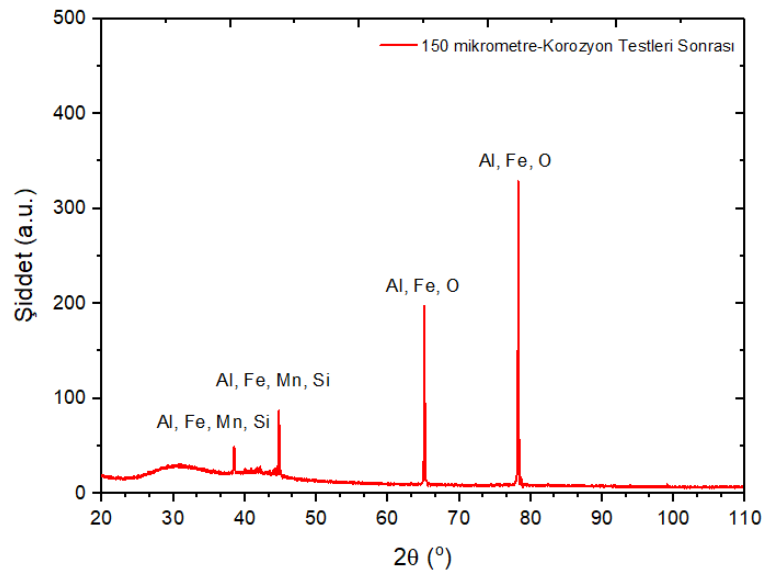
Bu bölümde ise, korozyon testleri sonrasında numune yüzey yapıları makro ve mikro ölçekte elde edilen mikroskop görüntüleri ile değerlendirildi ve elektrokimyasal korozyonun yüzey morfolojisine etkisi gözlemlendi. Yüzeyde korozyon testleri sonucunda oluşan tabakalar (alüminyum oksit tabakası ve alüminyum yüzeyi) ile elementlerin ve fazların tespiti gerçekleştirildi.

3.3.1 X ışını difraktometresi (XRD) sonuçları

Korozyon testleri sonrası TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin yüzeylerinde bulunan element ve fazların genel taraması yapılmıştır. 20° ile 110° açı aralığı X-ışını difraksiyon spektroskopisi (XRD) cihazı ile taranarak ilgili sonuçlar elde edilmiştir.

3.3.1.1 150 μm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

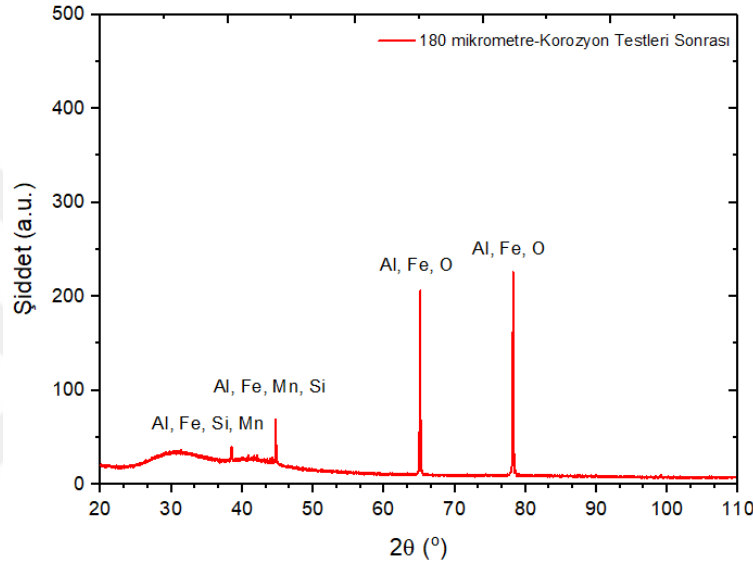
Şekil 3.14 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, %98 oranında haddelenerek 150 μm kalınlığa kadar inceltirilmiş 8006 alüminyum folyonun korozyon testleri sonrası X Işını Difraktometresi (XRD) sonucunu göstermektedir. Bu sonuca göre alüminyum folyonun yüzeyinde alüminyum (Al) elementinden başka demir (Fe), silisyum (Si), oksijen (O) ve mangan (Mn) elementleri de bulunmaktadır.



Şekil 3.14 : 150 μm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası X-ışını difraksiyonu ölçüm sonucu

3.3.1.2 180 µm kalınlıđa sahip TRC 8006 alüminyum alaşıımı

Şekil 3.15 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, %94 oranında haddelenerek 180 µm kalınlıđa kadar inceltiilmiş 8006 alüminyum folyonun korozyon testleri sonrası X Işıını Difraktometresi (XRD) sonucunu göstermektedir. Bu sonuca göre alüminyum folyonun yüzeyinde alüminyum (Al) elementinden başka demir (Fe), silisyum (Si), oksijen (O) ve mangan (Mn) elementleri de bulunmaktadır.



Şekil 3.15 : 180 µm kalınlıđa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşıım numunesinin korozyon testleri sonrası X-ışını difraksiyonu ölçüm sonucu

Şekil 3.14 ve Şekil 3.15 karşılaştırıldığında korozyon testleri sonrası 150 µm kalınlıđındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin korozyon testleri öncesindeki X-ışını difraksiyonu sonuçları ile aynı nedenlerden dolayı 180 µm kalınlıđındaki TRC 8006 alüminyum folyo numuneden daha şiddetli piklere sahip olduđu görülmektedir. Korozyon sonrasında her iki numunenin yüzeyinde de oksitli tabakalar net bir şekilde pik vermiş olup korozyon etkisini açıkça göstermiştir. Literatürde korozyon sonrası X-ışını difraksiyonu testi yapılan numunelerde oksitli faz tabakalarının olduđu gözlenmiştir [53, 54].

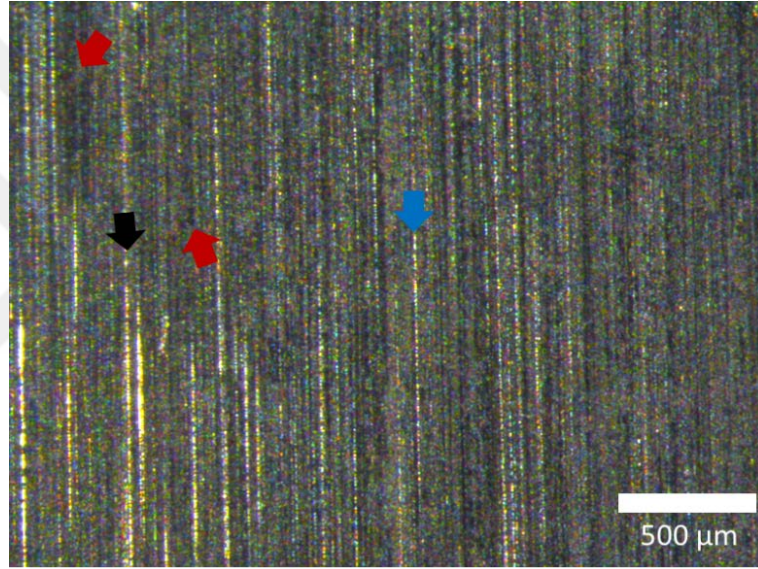
3.3.2 Elde edilen stereo mikroskop sonuçları

Korozyon testleri yapıldıktan sonra TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin yüzeylerinde oluşan çukurcuk korozyonları, yüzeydeki sođuk hadde izleri ve korozyon

sonrası yüzey topografisi hakkında fikir sahibi olmak amacıyla stereo mikroskop cihazı ile genel bir tarama yapılmıştır.

3.3.2.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

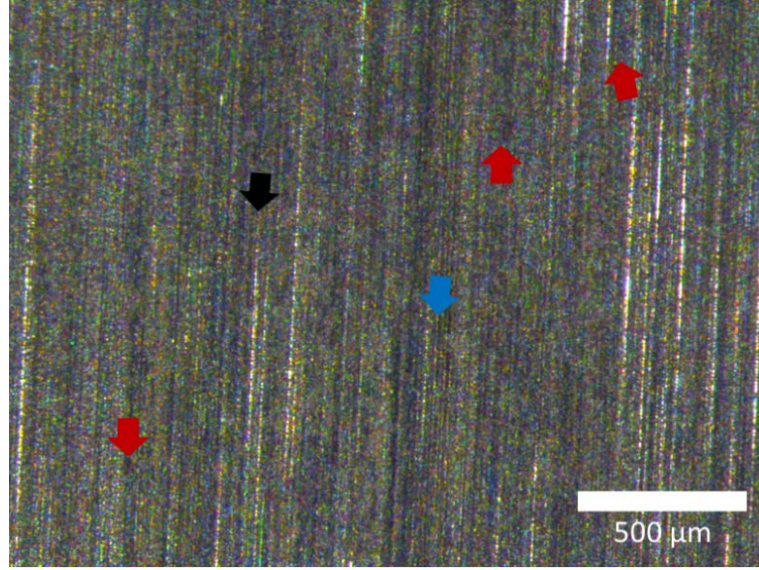
Şekil 3.16 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlıktan %98 oranında haddelenerek 150 µm kalınlığa kadar inceltirilmiş 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası stereo mikroskop görüntüsünü göstermektedir. Bu görüntüye göre soğuk hadde sonrası oluşan hadde kanalları korozyon sebebiyle net seçilememektedir. Hadde kanalları üzerinde çukurcuk korozyonu oluşmuştur ve bu çukurlar ışığı merceğe geri yansıtmadığı için yüzey karanlık gözükmektedir.



Şekil 3.16 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası stereo mikroskop görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi, kırmızı ok-çukurcuk)

3.3.2.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.17 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlıktan %94 oranında haddelenerek 180 µm kalınlığa kadar inceltirilmiş 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası stereo mikroskop görüntüsünü göstermektedir. Bu görüntüye göre soğuk hadde sonrası oluşan hadde kanalları korozyon sebebiyle net seçilememektedir. Hadde kanalları üzerinde yoğun çukurcuk korozyonu oluşmuştur ve oluşan çukurlar ışığı merceğe geri yansıtmadığı için yüzey karanlık gözükmektedir.



Şekil 3.17 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası stereo mikroskop görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi, kırmızı ok-çukurcuk)

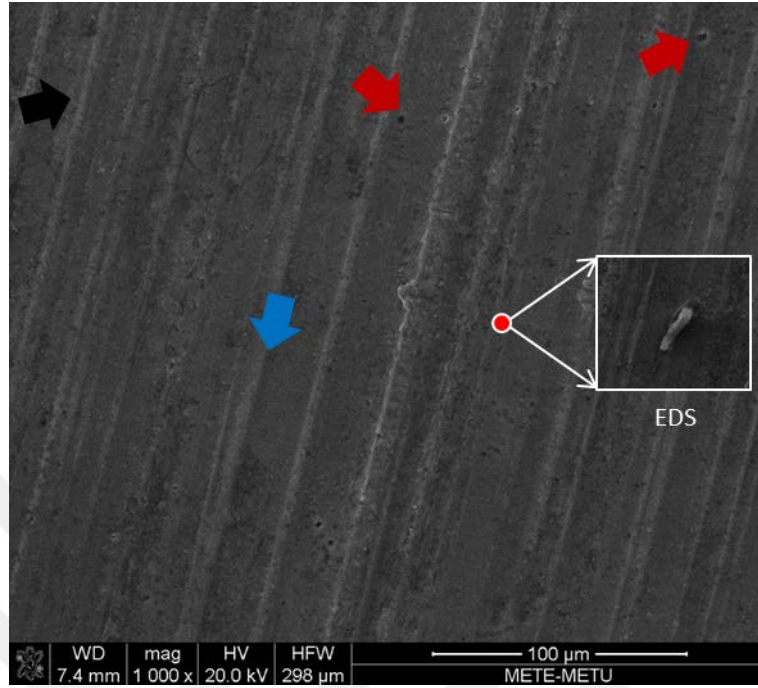
Şekil 3.16 ve Şekil 3.17 karşılaştırıldığında her iki numunenin yüzeyinde çukurcuk oluşumu gözlenmektedir. Yine korozyon sebebiyle her iki numune yüzeyinde kararmalar olduğu gözlenebilir. 180 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin 150 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numuneye göre yüzey kararmasının daha fazla olduğu ve çukurcuk oluşumunun da daha fazla olduğu söylenebilir. Fakat stereomikroskop görüntülerinden çukurcuk oluşumu net bir şekilde fark edilemediğinden diğer karakterizasyon yöntemlerinin de değerlendirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır [48].

3.3.3 Taramalı elektron mikroskobu görüntüleri ve enerji dağılımı spektrometresi sonuçları

3.3.3.1 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.18 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlıktan %98 oranında haddelenerek 150 µm kalınlığa kadar inceltilmiş 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsünü göstermektedir. SEM görüntüsüne göre hadde kanalları belirli aralıklarla gözükmemektedir. Kanalların üzerinde abrasif aşınma gözükmemektedir. Abrasif aşınma şeklinin nedeni hadde oranının yüksek olması olabilir. Yüzeyde görünen beyaz çubuk şeklindeki yapı ise tuz kalıntısıdır, küçük derinliğe sahip siyah bölgeler ise korozyon

sebebiyle oluşan çukurcuklardır. Oluşan çukurcuklar yüzeyden küçük parçacıkların koştüğünü göstermektedir.



Şekil 3.18 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi, kırmızı ok-çukurcuk) ve gösterilen bölgeden EDS analizi için elde edilen SEM görüntüsü (■ boyutu 40 µmye eşittir)

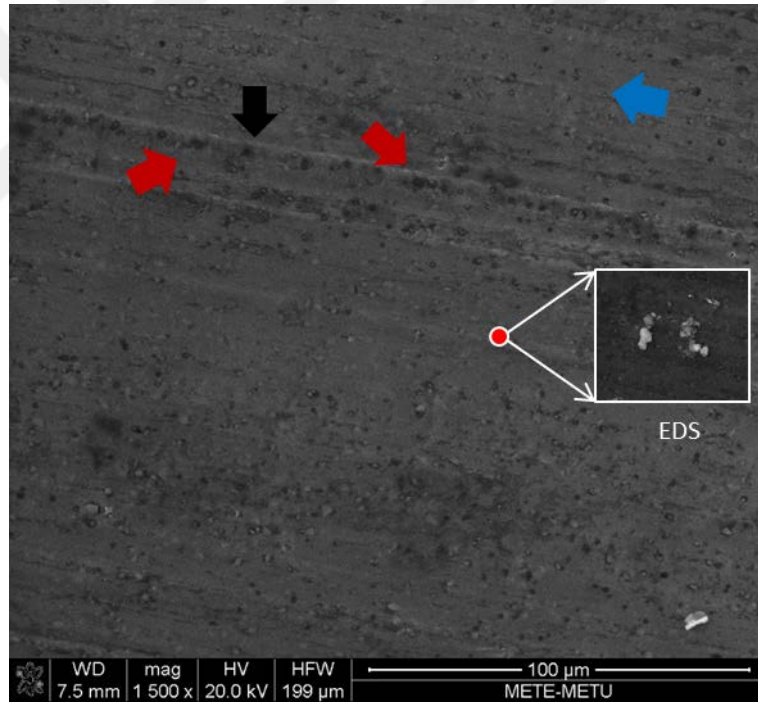
150 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin korozyon testleri sonrası EDS analizine göre element ağırlıklarının yüzdeleri Çizelge 3.9’da gösterilmiştir. EDS element analizi sonucuna göre yüzeyde ağırlıkça %94,71 oranında alüminyum (Al) elementi bulunurken %1,53 oranında demir (Fe), %0,66 oranında mangan (Mn) ve tuzlu çözeltilerden gelen ağırlıkça %0,97 oranında sodyum (Na) ve %2,12 oranında klor (Cl) bulunmaktadır.

Çizelge 3.9 : 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası EDS analizine göre yüzeyde bulunan elementlerin yüzdece ağırlık oranı

Element	% Ağırlık
Al	94,71
Cl	2,12
Fe	1,53
Na	0,97
Mn	0,66
Toplam	100,00

3.3.3.2 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum alaşımı

Şekil 3.19 ikiz merdane yöntemi ile dökülmüş, 8 mm kalınlıktan %94 oranında haddelenerek 180 µm kalınlığa kadar inceltirilmiş 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri öncesi taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsünü göstermektedir. SEM görüntüsüne göre hadde kanalları belirli aralıklarla gözükmemektedir. Kanalların üzerinde abrasif aşınma gözükmemektedir. Yüzeyde görünen beyaz parçacık şeklindeki yapılar ise tuz kalıntılarıdır. Yine yüzeyde bulunan küçük derinlikteki siyah bölgeler çözeltiye daldırılan numunede korozyon sonrası oluşan çukurcuklardır. Oluşan çukurcuklar yüzeyden küçük parçaların kopmuşunu göstermektedir. Bu görüntüde ok ile gösterilen çukurcukun bulunduğu bölgede sıralı bir şekilde çukurcuk oluşumu gözlenmiştir. Bunun nedeni hadde kanalının üzerinde çukurcuk oluşması olabilir.



Şekil 3.19 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri sonrası (a) taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüsü (ok renkleri; mavi ok-hadde yönü, siyah ok-hadde izi, kırmızı ok-çukurcuk) ve gösterilen bölgeden EDS

180 µm kalınlığındaki TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin korozyon testleri sonrası EDS analizine göre element ağırlıklarının yüzdeleri Çizelge 3.10'de gösterilmiştir. EDS element analizi sonucuna göre yüzeyde ağırlıkça %91,64 oranında alüminyum (Al) elementi bulunurken %2,10 oranında demir (Fe), %0,88 oranında

mangan (Mn) ve tuzlu çözültiden gelen ağırlıkça %0,21 oranında sodyum (Na) ve %0,39 oranında klor (Cl) bulunmaktadır.

Çizelge 3.10 : 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyo alaşım numunesinin korozyon testleri EDS analizine göre yüzeyde bulunan elementlerin yüzdece ağırlık oranı

Element	% Ağırlık
AlK	91,64
SiK	3,08
FeK	2,10
CaK	1,70
MnK	0,88
ClK	0,39
NaK	0,21
Toplam	100,00

Şekil 3.18 ve Şekil 3.19 karşılaştırıldığında her iki kalınlığa ait TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin yüzeyinde bulunan hadde kaynaklı abrasif aşınmaların korozyon testleri öncesine göre daha fazla derinleştiği görülmektedir. Çukurcuk korozyonu sebebi ile 150 µm kalınlığındaki numune yüzeyinde oluşan çukurcuklar dar ağızlı ve dağınık bir şekilde bulunurken, 180 µm kalınlığındaki numune yüzeyinde ise daha geniş ağızlı çukurcuklar sık bir şekilde bulunmaktadır. Bu durum korozyon davranışları hakkında net bir bilgi vermese de 180 µm kalınlığına indirilmiş TRC 8006 alüminyum folyo numunede oluşan korozyonun yüzeye daha fazla zarar verdiği yorumu yapılabilir. Ancak yapılan elektrokimyasal korozyon testi sonuçlarına göre 150 µm kalınlığa indirilmiş TRC 8006 alüminyum folyo numunelerin korozyon hızının daha yüksek olduğu bulunmuştur. Literatürde yapılan çalışmalarda buna benzer çelişkilerin bulunduğu gözlemlenmiştir [45, 46]. Bu sebepten dolayı haddelenmiş olarak elde edilen bu levhaların mikroyapılarının karşılaştırılması bir başka çalışmada gerçekleştirilebilir.

Çizelge 3.9 ile Çizelge 3.10 karşılaştırıldığında 150 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyonumune yüzeyinde korozyon testleri öncesi numuneden farklı olarak sodyum (Na) ve klor (Cl) elementlerinin olduğu gözlenmiştir. Tuz kalıntısına odaklanarak EDS analizi yapıldığı için yüksek orandaki sodyum (Na) ve klor (Cl) elementlerinin bulunması beklenen bir durumdur. 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyonumune yüzeyinde ise korozyon testleri öncesi numuneden farklı olarak yine tuzlu su çözültisinden gelen sodyum (Na) ve klor elementleri (Cl) bulunmuştur. EDS analizi yapılan alanda bulunan tuz birikintisi dağınık olduğu için

sodyum (Na) ve klor (Cl) oranlarının düşük çıkması yine beklenen bir durumdur. Fakat korozyon testleri sonrası 180 µm kalınlığa sahip TRC 8006 alüminyum folyonumune yüzeyinde sodyum (Na) ve klor (Cl) elementlerine ek olarak silisyum (Si) ve kalsiyum (Ca) elementleri de bulunmuştur. Bunun sebebi korozyon işlemi sonrası malzeme yüzeyinin fazla çözünmesi sonucu ana malzemeden çözünen ve yüzeye çıkan elementler olabilir. Çizelge 3.1 ve Çizelge 3.2 incelendiğinde her iki spektral analizde silisyum (Si) elementi bulunduğu için bu elementin ana malzemeden geldiği tespit edilmektedir. Kalsiyum (Ca) elementi için ise çözelti ortamına bu elementin girdiği yorumu yapılabilir. Literatürde yapılan alüminyum korozyon çalışmalarında malzemenin kendisinde kalsiyum (Ca) elementi bulunmadığı halde korozyon sonrası EDS analizlerinde olduğu görülmüş, bunun atmosfer veya çözülden gelmiş olabileceği öne sürülmüştür [25, 52].

4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu yüksek lisans tez çalışmasında ikiz merdane sürekli döküm yöntemi (TRC) ile üretilen hadde oranları farklı 8006 alüminyum folyo alaşımlarının yüzey ve korozyon özellikleri incelenmiştir. Gıda ambalajlama endüstrisinde kullanılan 8006 alüminyum folyo alaşımlarının incelenmesi için %3,5 NaCl içeren çözelti kullanılmıştır. Elektrokimyasal korozyon testleri olarak açık devre potansiyeli, lineer polarizasyon ve elektrokimyasal empedans spektroskopisi testleri uygulanmıştır. Yüzey özelliklerinin karakterizasyonu için X-ışını difraksiyonu, stereo mikroskop, taramalı elektron mikroskopu ve enerji dağılımı spektroskopisi ölçümleri yapılmıştır. Numunelerin içerdiği elementleri bulmak için spektral analiz gerçekleştirilmiştir. Gıda uygulamalarına uygunluğu ve hadde oranının yüzey ve korozyon özelliklerine olan etkisini incelemesi açısından bu çalışmaya benzer bir çalışma literatür taramalarında bulunamamıştır.

ASSAN Alüminyum firmasından temin edilen numuneler ikiz merdane sürekli döküm yöntemi ile 8,5 mm kalınlığında levha halinde üretilmiş, ardından yaklaşık 600 °C sıcaklık altında ısıl işleme tabi tutulmuştur. Isıl işlem uygulanmış numuneler % 98 ve %94 oranında haddelenerek sırasıyla 150 µm ve 180 µm kalınlıklara indirilmiştir. Son olarak yaklaşık 450 °C sıcaklıkta normalizasyon işlemi uygulanan numuneler kullanıma hazır hale gelmiştir. Üretilen numuneler bu yüksek lisans tezi kapsamında elektrokimyasal korozyon testleri uygulanmak üzere temin edilmiştir. Korozyon testleri uygulanılmadan önce kimyasallar ile yüzey temizliği gerçekleştirilen numunelerin karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Ardından elektrokimyasal korozyon testleri uygulanmış ve hemen ardından korozyon testlerinin yüzeyde meydana getirdiği değişiklikleri gözlemleyebilmek amacıyla tekrar karakterizasyon testleri gerçekleştirilmiştir.

Yapılan X-ışını difraksiyonu testlerine göre korozyon testi uygulanmadan önce her iki kalınlıktaki numunelerin yüzeylerinde alüminyum (Al), demir (Fe), mangan (Mn), silisyum (Si) ve oksijen (O) elementlerinin pikleri görülürken ince alüminyum oksit tabakasından dolayı oksijen (O) elementinin pikinin daha şiddetli olduğu

gözlenmektedir. Korozyon testi uygulandıktan sonra oksijen (O) pikinin şiddeti azalmakta, diğer elementlerin pikleri ise artmaktadır. Bunun nedeni yüzeyde bulunan ince oksitli tabakanın korozyon testleri sonucu çözünmesi ve ince tabakanın kalınlığının azalmasıdır. Her iki numune yüzeyinde aynı elementlerin bulunmasının sebebi ise aynı alaşım grubuna ait numuneler olmasıdır. Buna göre hadde oranının artması malzeme yüzeyinde bulunan elementlerde temel bir değişikliğe neden olmamaktadır. Korozyon testleri sonrasında numunelerin yüzeyinde bulunan oksijen pikleri korozyon öncesine göre daha az şiddetlerde elde edilmiştir ve küçük şiddetlere sahip yeni pikler oluşmuştur. Oluşan küçük şiddetlere sahip pikler korozyon kalıntıları nedeniyle olabilir, oksijen piklerinin oluşması ve daha az şiddetlerde pik vermesi ise yüzey oksitli tabakanın korozyon testleri esnasında çözünüp tekrar ince bir film oluştuğunu göstermektedir.

Stereo mikroskop görüntülerine göre numunelerin yüzeyleri üzerinde bulunan, bir doğrultuda yönlendirilmiş hadde izlerinden 8006 alüminyum alaşımının ikiz merdane ile dökümü yapıldıktan sonra soğuk haddelemenin uygulandığı anlaşılmaktadır. Yine korozyon öncesi stereo mikroskop görüntülerinden 180 µm kalınlığa sahip olan numunenin 150 µm kalınlığa sahip olan numuneye kıyasla daha sık ve düzenli hadde izlerine sahip olduğu söylenebilir. Bunun nedeni ise 150 µm kalınlığa sahip olan numuneye daha fazla hadde oranı uygulandığı için oluşan hadde kanallarının kırılması olarak gösterilebilir. Her iki numuneye korozyon testleri uygulandıktan sonra numune yüzeyinde çukurcuklar oluştuğu fark edilmiştir. Bu durum numune yüzeyinin korozyon testleri sonucu çukurcuk korozyonuna maruz kaldığını göstermektedir. Korozyon etkisini daha net görebilmek için SEM ölçümleri yapılmıştır.

Korozyon öncesi taramalı elektron mikroskopu (SEM) sonuçlarından ise 150 µm numunenin yüzeyinde abrasif aşınma benzeri izler görülmektedir. 180 µm numunede ise daha ince ve yüzeysel hadde izleri gözlenmektedir. Bunun nedeni 150 µm numuneye daha fazla hadde oranı uygulanmasıdır ve bu durum 180 µm numunenin yüzeyinin daha pasif olduğunu ve yüzeyinde bulunan film tabakasının daha kalın olduğunu gösterir. 150 µm numune yüzeyinde görülen kararmaların nedeni ise hadde sebebiyle yüzeyde bulunan oksit tabakasının homojen dağılamaması ve ortamda bulunan nem miktarının etkisi ile küçük korozif tabakaların meydana geldiğini göstermektedir.

Korozyon testleri sonrasında ise her iki numune yüzeyinde bulunan hadde izlerinin derinleştiği gözlenmektedir. 150 µm numune yüzeyinde çukurcuk korozyonu nedeniyle oluşan çukurcuklar dağınık ve dar ağızlı bir şekilde bulunmaktadır. 180 µm numune ise yüzeyde sık ve geniş ağızlı bir şekilde dağılmıştır. Bu durum numunelerin korozyon davranışı hakkında net bir bilgi vermemektedir çünkü oluşan çukurcukların derinlikleri hakkında net bir fikir sahibi olunamamaktadır. Fakat geniş ağızlı ve sık çukurcukları ihtiva etmesi nedeniyle 180 µm kalınlığa sahip numunede korozyon direncinin daha düşük olduğu söylenebilir. Çukurcukların derinlikleri hakkında net bir yorum yapabilmek için ileride mikroyapılar ile ilgili başka çalışmalar yapılabilir.

Korozyon öncesi ve sonrasında yapılan EDS analizleri karşılaştırıldığında ise çözültiden gelen tuz kalıntılarının farklılık oluşturduğu gözlenmektedir. Korozyon öncesinde her iki kalınlıktaki numunenin yüzeyinde aynı elementler olduğu gözlenmektedir. Bu elementler XRD sonuçları ile de örtüşmekte olup yalnızca oksijen (O) elementi EDS sonuçlarında gözükmemektedir. Bunun nedeni yüzeyde bulunan oksit tabakasının EDS cihazı için çok ince olması olabilir. Korozyon sonrasında oluşan tuz kalıntılara yoğunlaşarak elde edilen EDS ölçümleri sonucunda sodyum (Na) ve klor (Cl) elementleri her iki numunede yüzeyinde de bulunmuştur.

Spektral analiz ise korozyon testleri uygulanmadan önce yapılmış ve malzemenin yapısında bulunan elementlerin yapılan diğer karakterizasyon işlemleri ile benzerliği kontrol edilmek istenilmiştir. Buna göre XRD ve EDS sonuçlarında görülen alüminyum (Al) elementi hariç demir (Fe), mangan (Mn) ve silisyum (Si) elementleri spektral analiz sonuçlarında da gözlenmiştir.

Açık devre potansiyeli testi sonuçlarına göre 150 µm alaşım numunesinin denge durumundaki potansiyel değeri 180 µm alaşım numunesinin denge durumu potansiyel değerinden numuneden daha yüksektir. Dolayısıyla 150 µm numune yüzeyi daha pasif olması sebebiyle korozyon hızının daha düşük olduğu söylenebilir. Denge durumu potansiyeli pozitif değerlere yakın olduğunda korozyon hızı daha düşük, potansiyel negatife değerlere yakın olduğunda numunenin korozyon hızının daha yüksektir.

Lineer polarizasyon sonuçlarından elde edilen polarizasyon direnci değerleri ile korozyon hızı hesaplamaları gerçekleştirilmiştir. Bu hesaplamalar sonucunda 180 µm kalınlığa sahip numunenin korozyon direnci 150 µm kalınlığa sahip numunenin korozyon direncinden daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Elektrokimyasal empedans spektroskopisi sonuçları ile elde edilen polarizasyon direnci sonuçları karşılaştırıldığında 180 µm kalınlığa sahip numunenin daha yüksek polarizasyon direnci değerlerine sahip olduğu ve bu nedenle korozyon hızının daha düşük olduğu gözlenmiştir. Bu sonuca göre soğuk hadde oranı arttıkça korozyon direnci düşmektedir. Çünkü soğuk hadde oranının artması ile elektrot yüzeyinin kararsızlığı artmaktadır. Buna neden olarak yüzeyde bulunan alüminyumun oksitlenmesi ve oksijen (O) difüzyonunun artması gösterilebilir.

Bu çalışma sonucunda ikiz merdane sürekli döküm yöntemi ile elde edilen ve iki farklı hadde oranına tabi tutulmuş 8006 alüminyum folyo alaşımları gıda ambalajlama uygulamalarında kullanılmaya uygun olup hadde oranının artması malzemenin yüzey ve korozyon davranışlarını genel olarak olumsuz etkilemektedir. Korozyon mekanizmalarının ve yüzey özelliklerinin daha ayrıntılı bir şekilde incelenmesi amacıyla bu çalışmalara ek olarak ileri seviye karakterizasyon tekniklerinin kullanılması önerilmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Kerth, W., Amann, E., Raber, X., Weber, H. (1975). Aluminium foil production, *International Metallurgical Reviews*, **20**(1), 185-207.
- [2] Mahon, G. & Marshall, G. (1996). Microstructure-property relationships in O-temper foil alloys, *JOM*, **48**(6), 39-42.
- [3] Amin, M. A., Mohsen, Q., Mersal, G. A. (2010). Inhibition of uniform and pitting corrosion processes of Al induced by SCN-anions-Part I, Effect of glycine, *Portugaliae Electrochimica Acta*, **28**(2), 95-112.
- [4] Fellner, P., Chrenková-Paučířová, M., Matiašovský, K. (1981). Electrolytic aluminium plating in molten salt mixtures based on AlCl₃ I: Influence of the addition of tetramethylammonium chloride, *Surface Technology*, **14**(2), 101-108.
- [5] Capuano, G., Ducasse, R., Davenport, W. (1979). Electrodeposition of aluminium-copper alloys from alkyl benzene electrolytes, *Journal of Applied Electrochemistry*, **9**(1), 7-13.
- [6] Rahimi, M., Fojan, P., Gurevich, L., Afshari, A. (2015) Aluminium alloy 8011: Surface characteristics, in *Applied Mechanics and Materials*, Trans Tech Publ.
- [7] Xhanari, K. & Finšgar, M. (2016). Organic corrosion inhibitors for aluminium and its alloys in acid solutions: a review, *RSC Advances*, **6**(67), 62833-62857.
- [8] Davis, J. R. (1993). *Aluminum and aluminum alloys*. ASM international.
- [9] Bodsworth, C. (1994). *The extraction and refining of metals*. 2. CRC Press.
- [10] Kaufman, J. G. & Rooy, E. L. (2004). *Aluminum alloy castings: properties, processes, and applications*. ASM International.
- [11] Luongo, R. (2003). Salvage: Dealing with Damaged Inventory After a Loss. Eriřim Tarihi 23 Mayıs 2018, <https://adjustersinternational.com/wp-content/uploads/sites/2/2015/05/AT03-11.pdf>.
- [12] Natalia Butler, R., LD (2016). Are Sardines Good for You? Eriřim Tarihi 23 Mayıs 2018, <https://www.healthline.com/health/food-nutrition/are-sardines-good-for-you#1>.
- [13] Matthew (2016). Making pork pernil, and had a slight "lasagna battery" issue - is it safe to eat? Eriřim Tarihi 23 Mayıs 2018, <https://cooking.stackexchange.com/questions/65695/making-pork-pernil-and-had-a-slight-lasagna-battery-issue-is-it-safe-to-eat>.
- [14] Setyani (2011). Store Food in Aluminum Foil? Eriřim Tarihi 23 Mayıs 2018, <http://recipe-update.blogspot.com.tr/2011/06/store-food-in-aluminum-foil.html>.
- [15] Totten, G. E. & MacKenzie, D. S. (2003). *Handbook of Aluminium*. Physical Metallurgy and Processes, Vol. 1. New York, CRC Press.
- [16] Grandfield, J. & McGlade, P. (1996) DC casting of aluminium: process behaviour and technology, *Materials Forum-Rushcutters Bay-*, **20**, 29-51.
- [17] Grandfield, J. & Eskin, D. (2016). Essential Readings in Light Metals, Volume 3, *Cast Shop for Aluminum Production*, Springer.
- [18] Pelayo, R. E. O. (2012). *Direct Chill and Fusion Casting of Aluminum Alloys*, (Yüksek Lisans Tezi). Master of Applied Science, University of Waterloo, Canada.

- [19] Yeşilbağ, B. (2014). *İkiz Merdaneli Sürekli Döküm Yöntemiyle Eloksal Kalite Aa5005 Alüminyum Alaşımı Levha Üretimi Ve Karakterizasyonu*, (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [20] Wechsler, R. (2003). The status of twin-roll casting technology, *Scandinavian Journal of Metallurgy* **32**(1), 58-63.
- [21] Barekar, N. & Dhindaw, B. (2014). Twin-roll casting of aluminum alloys—an overview, *Materials and Manufacturing Processes*, **29**(6), 651-661.
- [22] Haga, T., Tkahashi, K., Ikawaand, M., Watari, H. (2004). Twin roll casting of aluminum alloy strips, *Journal of Materials Processing Technology*, **153**, 42-47.
- [23] Davis, J. R. (1999). *Corrosion of aluminum and aluminum alloys*. ASM International.
- [24] Rosliza, R., Nik, W. W., Senin, H. (2008). The effect of inhibitor on the corrosion of aluminum alloys in acidic solutions, *Materials Chemistry and Physics*, **107**(2-3), 281-288.
- [25] Wang, B., Wang, Z., Han, W., Ke, W. (2012). Atmospheric corrosion of aluminium alloy 2024-T3 exposed to salt lake environment in Western China, *Corrosion Science*, **59**, 63-70.
- [26] Roberge, P. R. (2000). *Handbook of corrosion engineering*. McGraw-Hill.
- [27] Revie, R. W. (2008). *Corrosion and corrosion control: an introduction to corrosion science and engineering*. John Wiley & Sons.
- [28] Popov, B. N. (2015). *Corrosion engineering: principles and solved problems*. Elsevier.
- [29] Akyıl, C. (2010). *İkiz Merdane Ve Direk Soğutma Döküm Yöntemleri İle Üretilmiş Aa5754 Alüminyum Alaşımlarının Korozyon Özelliklerinin İncelenmesi*, (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [30] Seçgin, G. O. (2012). *İkiz Merdaneli Sürekli Döküm Yöntemi İle Üretilmiş Az31 Magnezyum Alaşımının Korozyon Davranışının İncelenmesi*, (Doktora Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [31] Schweitzer, P. A. (1996). *Corrosion Engineering Handbook, -3 Volume Set*. CRC Press.
- [32] Laboratory, C. T (t.y.). Uniform Corrosion. Erişim Tarihi 23 Mayıs 2018, <https://corrosion.ksc.nasa.gov/unifcor.htm>.
- [33] McDanel, S. J. (1997). An overview of fatigue and other metallurgical failure modes and analysis at the Kennedy Space Center, in *Flammability and Sensitivity of Materials in Oxygen-Enriched Atmospheres: Eighth Volume*. ASTM International.
- [34] Jones, D. A. (1992). *Principles and prevention of corrosion*. Macmillan.
- [35] Blanco, M., Barragan, J., Barelli, N., Noce, R., Fugivara, C. S., Fernández, J., Benedetti, A. V. (2013). On the electrochemical behavior of Cu–16% Zn–6.5% Al alloy containing the β' -phase (martensite) in borate buffer. *Electrochimica Acta*, **107**, 238-247.
- [36] Choudhary, S., Garg, A., Mondal, K. (2016). Relation between open circuit potential and polarization resistance with rust and corrosion monitoring of mild steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, **25**(7), 2969-2976.
- [37] Instruments, G. (2011). *Getting Started with Electrochemical Corrosion Measurement*.
- [38] Ashworth, V., Booker, C. J. L., Charlton, H., Fairhurst, J. J., Falkner, P. R., Jackson, E., Monk, S., Sarsfield, S. and Smith, T. J. J. (2013). A short introduction to corrosion and its control. *Corrosion & Protection*. **1**(6), 1-9.

- [39] Scully, J. R., Silverman, D. C., Kending, M. W. (1991). Electrochemical impedance: analysis and interpretation. *ASTM special technical publication*, San Diego CA.
- [40] Lasia, A. (2002). Electrochemical impedance spectroscopy and its applications, in *Modern aspects of electrochemistry*. Springer, 143-248.
- [41] Instruments, G. (2007). Basics of electrochemical impedance spectroscopy. *G. Instruments, Complex impedance in Corrosion*, 1-30.
- [42] Kelechukwu, B. O., Israel, O. O., Emeka, E. O., Ihebrodike, M. M., Lebe, N. (2014). The effects of heat treatment on the electrochemical properties and corrosion of aluminium alloy AA8011 in an aqueous acid media. *International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy*, **5**, 17--31.
- [43] Kurt, K., Diplas, S., Walmsley, J. C., Nisancioglu, K. (2013). Effect of Trace Elements Lead and Tin on Anodic Activation of AA8006 Aluminum Sheet. *Journal of The Electrochemical Society*, **160**(11), C542-C552.
- [44] Chen, X., Tian, W., Li, S., Yu, M., Liu, J. (2016). Effect of temperature on corrosion behavior of 3003 aluminum alloy in ethylene glycol–water solution. *Chinese Journal of Aeronautics*, **29**(4), 1142-1150.
- [45] Park, S.-A., Kim, J., He, Y., Shin, K., Yoon, J. (2014). Comparative study on the corrosion behavior of the cold rolled and hot rolled low-alloy steels containing copper and antimony in flue gas desulfurization environment. *The Physics of Metals and Metallography*, **115**(13), 1285-1294.
- [46] Nam, N. D., Lee, D. Y., Kim, J. G., Park, N. J. (2014). Effect of cold rolling on the corrosion properties of low-alloy steel in an acid-chloride solution. *Metals and Materials International*, **20**(3), 469-474.
- [47] Okeoma, K. B., Owate, I. O., Oguzie, E. E., Mejeha, I. M. (2012). Impacts of Heat Treatment on the electrochemical properties of AA3003 expose to 0.1 M hydrochloric acid media. *American Journal of Materials Science*, **2**(1), 51-58.
- [48] Lin, C. & Li, W. (2006). Pitting behavior of aluminum foil during alternating current etching in hydrochloric acid containing sulfate ions. *Journal of the electrochemical society*, **153**(1), C51-C56.
- [49] Mehr, V. Y., Toroghinejad, M. R., Rezaeian, A. (2014). The effects of oxide film and annealing treatment on the bond strength of Al–Cu strips in cold roll bonding process. *Materials & Design*, **53**, 174-181.
- [50] Panagopoulos, C. & Georgiou, E. (2010). Cold rolling and lubricated wear of 5083 aluminium alloy. *Materials & Design*, **31**(3), 1050-1055.
- [51] Sun, Q., Han, Q., Liu, X., Xu, W., Li, J. (2017). The effect of surface contamination on corrosion performance of ultrasonic shot peened 7150 Al alloy. *Surface and Coatings Technology*, **328**, 469-479.
- [52] Sun, S., Zheng, Q., Li, D., Wen, J. (2009). Long-term atmospheric corrosion behaviour of aluminium alloys 2024 and 7075 in urban, coastal and industrial environments. *Corrosion Science*, **51**(4), 719-727.
- [53] Perez, F., Martinez, L., Hierro, M., Gómez, C., Portela, A., Pucci, G., Duday, D., Lecomte-Beckers, J., Greday, Y. (2006). Corrosion behaviour of different hot rolled steels. *Corrosion Science*, **48**(2), 472-480.
- [54] Ateya, B., Ashour, E., Sayed, S. (1994). Stress corrosion behavior of α -aluminum bronze in saline water. *Corrosion*, **50**(1), 20-25.

ÖZGEÇMİŞ



Ad-Soyad : Taha Yasin EKEN
Doğum Tarihi ve Yeri : 28/06/1992 Balıkesir
E-posta : yasin.eken@btu.edu.tr

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Ocak 2016
- **Yüksek Lisans** : 2018, Bursa Teknik Üniversitesi, İleri Teknolojiler Anabilim Dalı, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Yüksek Lisans Programı, Ocak 2017-...d.e.

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- Araştırma Görevlisi-Bursa Teknik Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Ocak 2017-...
- Araştırmacı-Nano-delight Research Group Araştırma Grubu, Temmuz 2017-...

TEZDEN TÜRETİLEN ESERLER, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- Eken T. Y., Sarioglu C., Kucuk I. (2018). Comparison of Tafel Extrapolation and Linear Polarization Resistance Readings for TRC 8006 Aluminium Alloys in 3.5 wt. % NaCl Aqueous Solution, *Journal of Innovative Science and Engineering (JISE)-Bursa Technical University*. (Bildirim Aşamasında).
- Eken T. Y., Sapmaz I., Sarioglu C., Kucuk I. (2018). “Surface Characteristics and Corrosion Behaviour of Twin Roll Casting AA8006 Fins in Heat Exchangers”, *NACE Milano Italia Section–2nd European Conference and Expo*. Cenova/İtalya, Mayıs 27-29, Sözlü Sunum (İngilizce).
- Eken T. Y., Sarioglu C., Kucuk I. (2018). Influence of the Cold Rolling Reduction Rate on Corrosion Behaviour of Twin-Roll Cast 8006 Aluminium Fin Stocks, *The Internatinonal Conference on Materials Science Mechanical and Automation Engineerings and Technology (IMSMATEC’18)*. Çeşme/İzmir, Nisan 10-12, Sözlü Sunum (İngilizce).

- Eken T. Y., Sarioglu C., Kucuk I. (2018). Investigation of the Corrosion Mechanism of Twin Roll Cast 8006 Aluminum Alloys Using Electrochemical Impedance Spectroscopy, *The Internatinal Conference on Materials Science Mechanical and Automation Engineerings and Technology (IMSMATEC'18)*. Çeşme/İzmir, Nisan 10-12, Sözlü Sunum (İngilizce).

DİĞER ESERLER, SUNUMLAR VE PATENTLER:

Konferans Sunuları:

- Eken T. Y., Sapmaz I., Gunyuz M., Altuner H. M., Sarioglu C., Kucuk I. (2017). Effects of Surface Roughness on the Electrochemical Corrosion Behaviour of Twin Roll Casting 3003 Aluminium Alloys in 5 wt.% NaCl Solution, *I. International Advanced Researches and Engineering Congress (IAREC 2017)*, Osmaniye, Kasım 16-18, Sözlü Sunum (İngilizce).
- Eken T. Y., Ahmad Z., Edirisinghe M., Kucuk I. (2017). Microfluidic Engineered Polymer Nanosphere Delivery System for Controlled Release, *4th International Turk-Pak Conference on Chemical Sciences, (ITPCCS 2017)*, Konya, Ekim 26-28, Sözlü Sunum (İngilizce).
- Eken T. Y., Kardelen K., Celebi N., and Oktem M.F. (2016). Pitting Corrosion Behaviour of St 37 Structural Steel in Several Corrosive Environments, *International Energy and Engineering Conference (UEMK 2016)*, Gaziantep, Ekim 13-14, Sözlü Sunum (İngilizce).

Makaleler:

- Eken T. Y., Kardelen K., Celebi N., and Oktem M.F. (2016). Pitting Corrosion Behaviour of St 37 Structural Steel in Several Corrosive Environments, *The International Journal of Energy & Engineering Sciences*, 1 (3), 33-48.