

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

İKİZ MERDANE SÜREKLİ DÖKÜM YÖNTEMİYLE
ÜRETİLEN AA 1050 ALÜMİNYUM ALAŞIMINA ANODİK
OKSİDASYON (ELOKSAL) İŞLEMİNİN
UYGULANABİLME KABİLİYETİNİN İNCELENMESİ

FATİH DEMİRAL
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE
2015

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

İKİZ MERDANE SÜREKLİ DÖKÜM
YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN AA 1050
ALÜMİNYUM ALAŞIMINA ANODİK
OKSİDASYON (ELOKSAL) İŞLEMİNİN
UYGULANABİLME KABİLİYETİNİN
İNCELENMESİ

FATİH DEMİRAL
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
PROF. DR. METİN USTA

GEBZE
2015

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

**INVESTIGATION OF APPLIED
CAPABILITY ANODIC OXIDATION
(ELOXAL) PROCESS ON AA 1050
ALUMINUM ALLOY PRODUCED BY TWIN
ROLL CASTING METHOD**

FATİH DEMİRAL
**A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE**
DEPARTMENT OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR
PROF. DR. METİN USTA

GEBZE

2015



YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 24/06/2015 tarih ve 2015/39 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 14/07/2015 tarihinde tez savunma sınavı yapılan FATİH DEMİRAL 'ın tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Prof. Dr. Metin USTA

ÜYE

: Prof. Dr. Erhan DEMİRBAŞ

ÜYE

: Yrd. Doç. Dr. Kemal KORKMAZ

ONAY

Çebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

Çalışmanın amacı ikiz merdane sürekli döküm yöntemi (TRC) ve geleneksel sürekli döküm yöntemi (DC) ile üretilmiş 1050 alüminyum alaşımlarına anodik oksidasyon (eloksal) uygulanması ve yüzey özelliklerinin incelenerek artan potansiyel ile birlikte oluşturulan eloksal tabakasının özelliklerinin incelenmesidir. Anodik oksidasyon yöntemiyle yüzeylerinde oksit tabakası oluşturulmuş ikiz merdaneli sürekli döküm ve geleneksel sürekli döküm üretim 1050 AA alüminyum alaşım numunelerinin; yüzey özelliklerine, farklı voltaj değerlerinin etkisi incelenmiş ve karşılaştırmalar yapılmıştır. Anodik oksidasyon işlemi 10 V, 12 V, 14 V, 16 V değerlerinde, 18 °C sıcaklıkta, 165 g/l sülfürik asit içerisinde 30 dakika süreyle yapılmıştır. Eloksal uygulanmış numunelerin, optik ve taramalı elektron mikroskop ile kesitten tabaka kalınlıkları, enerji dağılım spektroskopisi (EDS) ile oksit tabakası elementleri, X-ışınları difraktometresi (XRD) ile yüzeyde oluşan fazlar, X-ışınları fotoelektron spektroskopisi (XPS) ile yüzeyde bulunan elementlerin tespiti profilometre ile yüzey pürüzlülüğü incelenmiştir. Artan potansiyel ile birlikte artan kaplama kalınlığı elde edilmiştir. TRC üretim için ortalama 3-11 µm arasında, DC üretim için 3-17 µm anodik oksit tabakası elde edilmiştir. EDS, XRD ve XPS sonuçları oluşan oksit tabakasının amorf alümina oluştuğunu göstermiştir. Yüzey pürüzlülük değerleri (Ra) DC üretim numuneler için ortalama 0,18-0,33 µm arasında, TRC üretim numuneler için ise ortalama 0,15-0,26 µm arasında elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: İkiz merdane sürekli döküm yöntemi (TRC), geleneksel sürekli döküm yöntemi (DC), 1050 AA Alüminyum Alaşımı, anodik oksidasyon.

SUMMARY

The aim of the study is to apply anodic oxidation process (eloxal) and to investigate the surface properties of anodic oxidation layer in 1050 AA sheet produced by twin-roll continuous casting (TRC) and direct chill casting (DC) method. Also it is to examine the surface properties with increasing the potential to investigate the properties of anodized layer. Surfaces of the oxide layer formed by anodic oxidation process on the twin roll casting and direct chill casting method are compared and examined with applied different potential values. Anodic oxidation is carried out in different potentials (10 V, 12 V, 14 V, 16 V) for the same time durations (30 minute) at the same temperature 18 °C and the same concentrations of the sulphuric acid (165 g/l). Thickness of the anodic oxidation layer, elemental composition of the anodic oxidation, phase structure, surface morphology and surface composition were analyzed by an optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), X-ray diffraction (XRD), profilometer and X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), respectively. The thickness of oxide layer was increased with increasing potential values. The average thickness of the anodized coatings ranged from 3 to 11 μm for TRC sample and from 3 to 17 μm for DC samples. EDS, XRD and XPS results showed that the oxide layer is amorphous alumina. The surface roughness (Ra) of anodic oxidation layers average ranged from 0,18 and 0,33 μm for DC samples and 0,15 and 0,26 μm for TRC samples different values for both of production type.

Key Words: Twin roll casting (TRC), direct chill casting (DC), 1050 AA aluminium alloys, anodic oxidation.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam sırasında yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen Sayın Hocam Prof. Dr. Metin Usta 'ya teşekkür ederim. Tezin oluşmasında bilgi, destek ve tecrübelerini esirgemeyen Assan Alüminyum Ürün ve Proses Geliştirme Bölümünden başta Dr. Murat Dündar olmak üzere, benimle tüm deneyimlerini paylaşan, deneysel çalışmalar sırasında ve karakterizasyon aşamasında Assan Alüminyum bünyesindeki laboratuvarları tüm imkanları ile kullanmamı sağlayan ve her konuda yardımlarını esirgemeyen sayın Dr. Hatice Altuner Mollaoğlu ve numune hazırlama safhasında büyük yardımları bulunan Hikmet Kayaçetin ve Cemal Çelebi'ye, gösterdikleri yakınlıktan dolayı ve tüm diğer Assan çalışanlarına çok teşekkür ederim. Gebze Teknik Üniversitesi 'nde Arş. Gör Salim Levent Aktuğ, Arş. Gör Salih Durdu ve Uzman Ömer Faruk Deniz'e çok teşekkür ederim.

Çalışmam sırasında ve tüm hayatım boyunca desteklerini benden esirgemeyen çok sevdiğim aileme çok teşekkür ederim.

Ayrıca her konuda olduğu gibi tez çalışmalarım süresince bütün zorlukları benimle paylaşan sevgili Nurdan Demiral'a sonsuz teşekkürler.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
TABLolar DİZİNİ	xvii
1. GİRİŞ	1
1.1. Alüminyum ve Alüminyum Alaşımaları	1
1.1.1. Alüminyum ve Alüminyum Alaşımalarının Özellikleri	1
1.1.2. Alüminyum Alaşımalarının Çeşitleri	2
1.1.2.1. Döküm Alaşımaları	2
1.1.2.2. İşlem Alaşımaları	3
1.1.2.3. AA 1XXX Serisi Alüminyum Alaşımalarının Özellikleri	4
2. ALÜMİNYUM LEVHA ÜRETİMİNDE KULLANILAN DÖKÜM YÖNTEMLERİ	7
2.1. Geleneksel İngot Döküm	7
2.2. İkiz Bant Döküm (Hazelett Döküm)	10
2.3. İkiz Merdaneli Sürekli Döküm	12
2.4. İkiz Merdaneli Sürekli Döküm Yönteminin Diğer Yöntemlerden Farkları	14
3. ANODİK OKSİDASYON	19
3.1. Anodik Oksidasyon İşleminin Genel Özellikleri	19
3.2. Anodik Oksidasyonun Avantajları	20
3.3. Anodik Oksidasyon Ekipmanları	21
3.3.1. Anodik Oksidasyon Havuzu	21
3.3.2. Katot	22
3.3.3. Elektrolit	22
3.3.4. Soğutma ve Sıcaklık Kontrol	26

3.3.5. Karıştırma İşlemi	27
3.3.6. Güç Kaynağı	27
3.3.7. Askılar	28
3.4. Anodik Oksidasyon İşlemi	29
3.4.1. Yüzeyin Hazırlanması İşlemi	29
3.4.1.1. Mekanik Ön Yüzey Hazırlama İşlemi	30
3.4.1.2. Kimyasal Ön Yüzey Hazırlama İşlemi	31
3.4.1.2.1. Yağ Alma	31
3.4.1.2.2. Aşındırma	31
3.4.1.2.3. Nötralizasyon	33
3.4.2. Anodik Oksidasyon İşlemi Uygulanması	33
3.4.3. Renklendirme	37
3.4.4. Tespit İşlemi	38
3.4.4.1. Sıcak (Hidrotermal) Tespit	38
3.4.4.2. Soğuk (Empranye) Tespit	39
3.5. Anodik Oksidasyon Yapısı	39
3.5.1. Anodik Oksidasyon Tabakasının Gelişimi	40
3.5.2. Bariyer Tabaka	42
3.5.3. Poröz Oksit Tabaka	43
3.5.4. Anodik Oksidasyon Termodinamiği	44
3.5.5. Anodik Oksidasyon Kinetiği	45
3.6. Anodik Oksidasyon Tabakasının Oluşumu Etkileyen Etmenler	49
3.6.1. Potansiyel	49
3.6.2. Elektrolit Tipi ve Konsantrasyonu	50
3.6.3. Sıcaklık	51
3.6.4. Alaşım Elementlerinin Etkisi	52
3.6.5. Banyo Alüminyum İçeriği	55
3.6.6. Banyo Kirliliği	56
3.6.7. Akım Yoğunluğu	56
3.6.8. İntermetaliklerin Etkisi	56
4. ÇALIŞMANIN AMACI	60
5. DENEYSEL ÇALIŞMA	61
5.1. Spektral Analiz	61

5.2. Mikroyapı İncelemeleri	62
5.2.1. Optik Mikroskop İncelemeleri	62
5.2.2 Taramalı Elektron Mikrokobu İncelemeleri	65
5.3. Anodik Oksidasyon Süreci	67
5.4. Tespit İşlemi	70
6. BULGULAR VE TARTIŞMA	71
6.1. Eloksal Sonrası Yüzey İnceleme	71
6.1.1. Taramalı Elektron Mikroskobu İle Yapılan İncelemeler	71
6.2. Eloksal Sonrası Kesitten Tabaka Kalınlığı Belirleme	76
6.2.1. Optik Mikroskop İle Oksit Tabaka Kalınlığı Ölçme	76
6.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu İle Oksit Tabaka Kalınlığı Ölçme	80
6.3. Enerji Dağılım Spektroskopisi İle Oksit Tabakası Kimyasal İçeriği İnceleme	86
6.4. X Işınları Difraktometresi ile Yüzeyden Oksit Tabakası Fazlarını Belirleme	104
6.5. Profilometre İle Yüzey Pürüzlülüğünü Belirleme	106
6.6. X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi İle Yüzey Kompozisyonunu Belirleme	109
7. SONUÇLAR	114
8. ÖNERİLER	116
KAYNAKLAR	117
ÖZGEÇMİŞ	122

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler ve</u>	<u>Açıklamalar</u>
<u>Kısaltmalar</u>	
dk	: Dakika
mm	: Milimetre
cm	: Santimetre
µm	: Mikrometre
V	: Volt
% ađ	: Yüzde ađırlık
L	: Döküm yönüne paralel
T	: Döküm yönüne dik
DC	: Doğrudan Çil Döküm
TRC	: İkiz Merdaneli Sürekli Döküm
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDS	: Enerji Dađılım Spektroskopisi
XRD	: X-Işınları Difraktometresi
DA	: Doğru Akım
XPS	: X-Işınları Fotoelektron Spektroskopisi

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
1.1: 1XXX AA serisi uygulama alanları.	6
2.1: DC levha döküm prosesi akışı.	7
2.2: DC fonksiyonel blok gösterimi.	9
2.3: Hazelett döküm makinası şematik gösterimi.	11
2.4: İkiz Merdaneli Sürekli Döküm Makinası şematik gösterimi.	12
2.5: İkiz Merdaneli Sürekli Döküm makinası hattı.	13
2.6: İkiz Merdaneli Sürekli Döküm levha üretim akış şeması.	14
2.7: Geleneksel ingot döküm (conventional), ikiz merdaneli sürekli döküm (In-line) ve Hazelett yöntemi ince slab döküm (Off-line) toplam yatırım maliyetlerinin karşılaştırılması.	15
2.8: a) İkiz Merdaneli Sürekli Döküm 1050 AA, b) Direk Soğutmalı 1050 AA intermetaliklerin boyutları gösterimi.	16
2.9: Alüminyum alaşımları katılaşma aralığı.	17
3.1: Anodik oksidasyon prosesi şematik gösterimi.	34
3.2: Oksit tabakasından iyon geçişinin şematik görünümü.	36
3.3: İdeal anodik oksit tabakası şematik görünümü.	40
3.4: Por büyümesinin şematik gösterimi.	44
3.5: a) Bariyer oksit tabakası genel görünümü b) Poröz oksit tabakasının genel görünümü.	47
3.6: Sabit voltajda başlangıç büyümesi (<1h) sırasındaki akım yoğunluğu eğrisinin şematik diyagramı.	47
3.7: Anodizasyon işleminin başındaki gözenek oluşum mekanizmasının şematik diyagramı.	48
3.8: Anodizing işleminde uygulanan potansiyel ile değişen por aralığı.	49
3.9: a) Bölgesel ısınmanın neden olduğu elektriksel bozunmadan sonra poröz oksidin SEM deki görünüşü, (b) Genişletilmiş görünüşü.	51
3.10: Grup 1 oksit tabaka oluşum şekli.	52
3.11: Grup 2 oksit tabaka oluşum şekli.	53
3.12: Grup 3 oksit tabaka oluşum şekli.	54
3.13: Grup 4 oksit tabaka oluşum şekli.	54

3.14:	Anodik oksidasyon yapısının ve iyon geçişlerinin şematik görünümü.	55
3.15:	İntermetalik partikülün yüzeydeki davranışı.	58
3.16:	İntermetalığın altında oluşan tepecik.	58
3.17:	Partikülün altında oluşabilen boşluk.	58
3.18:	İntermetalik partikülün oksit tabakasına gömülmesi.	58
5.1:	a) TRC döküm yönüne paralel, b) DC üretim döküm yönüne paralel.	62
5.2:	a) TRC üretim döküm yönüne dik (T), b) DC üretim döküm yönüne dik (T).	63
5.3:	a) TRC üretim döküm yönüne paralel (L), b) DC üretim döküm yönüne paralel (L).	63
5.4:	a) TRC üretim döküm yönüne paralel (L), b) DC üretim döküm yönüne paralel (L).	64
5.5:	a) TRC üretim döküm yönüne dik (T), b) DC üretim döküm yönüne dik (T).	65
5.6:	a) TRC üretim yüzeyden ikincil elektron görüntüsü (SEI), b) DC üretim yüzeyden ikincil elektron görüntüsü (SEI).	66
5.7:	a) TRC üretim yüzeyden ikincil elektron görüntüsü (SEI), b) DC üretim yüzeyden ikincil elektron görüntüsü (SEI).	66
5.8:	a) TRC üretim yüzeyden SEI, b) DC üretim yüzeyden SEI.	67
5.9:	Anodik oksidasyon düzeneği şematik gösterimi.	68
6.1:	a) TRC üretim yüzeyden SEI eloksal öncesi, b) TRC üretim eloksal sonrası görüntüleri.	71
6.2:	Şekil 6.2: a) DC üretim yüzeyden SEI eloksal öncesi görüntüsü, b) Elokmal sonrası görüntüsü.	72
6.3:	a) DC üretim yüzeyden SEI eloksal öncesi görüntüsü, b) Elokmal sonrası görüntüsü.	72
6.4:	TRC üretim yüzeyden geri saçılım elektron görüntüsü (BEI). a) 10 V, b) 12 V, c) 14 V, d) 16 V potansiyel uygulanmış.	73
6.5:	DC üretim yüzeyden BEI. a) 10 V, b) 12 V, c) 14 V, d) 16 V potansiyel uygulanmış.	74
6.6:	İmagej programında porların sayılması işlemi.	75
6.7:	TRC üretim kesitten oksit tabaka kalınlığı. a) 10V tabaka kalınlığı=3,464 μm , b) 12 V tabaka kalınlığı =7,24 μm , c) 14 V tabaka	77

	kalınlığı=10,338 μm , d) 16 V tabaka kalınlığı =9,484 μm .	
6.8:	Optik mikroskop TRC üretim eloksal tabakası ortalama kalınlığı- potansiyel grafiđi.	78
6.9:	DC üretim kesitten oksit tabaka kalınlığı. a) 10 V tabaka kalınlığı =3,11 μm , b) 12 V tabaka kalınlığı =5,2 μm , c) 14 V tabaka kalınlığı =7,511 μm , d)16 V oksit tabaka kalınlığı =16,93 μm .	79
6.10:	Optik mikroskop DC üretim eloksal tabakası kalınlığı-potansiyel grafiđi.	80
6.11:	TRC üretim kesitten oksit tabaka kalınlığı. a) 10 V tabaka kalınlığı=3,75 μm , b) 12 V tabaka kalınlığı =7,95 μm , c) 14 V tabaka kalınlığı =11,02 μm d)16 V tabaka kalınlığı =11,17 μm .	81
6.12:	Elektron mikroskobu TRC üretim eloksal tabakası kalınlığı-potansiyel grafiđi.	82
6.13:	DC üretim kesitten oksit tabaka kalınlığı. a) 10 V tabaka kalınlığı =3,61 μm , b) 12 V tabaka kalınlığı =5,675 μm , c) 14 V tabaka kalınlığı =8,237 μm , d) 16 V oksit tabaka kalınlığı =17,01 μm .	83
6.14:	Elektron mikroskobu DC üretim eloksal tabakası kalınlığı potansiyel grafiđi.	84
6.15:	Elektron mikroskobu DC üretim eloksal tabakası kalınlığı potansiyel grafiđi.	85
6.16:	Enerji Dađılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 10 V potansiyel uygulanan TRC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan alüminyum taban.	87
6.17:	TRC üretim 10 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dađılımı grafik gösterimi.	88
6.18:	Enerji Dađılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 12 V potansiyel uygulanan TRC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan alüminyum taban.	89
6.19:	TRC üretim 12 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dađılımı sonucu grafik gösterimi.	90
6.20:	Enerji Dađılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 14 V potansiyel uygulanan TRC üretim.	91
6.21:	TRC üretim 14 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca	92

element dağılım sonucu grafik gösterimi.	
6.22: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 16 V potansiyel uygulanan TRC üretim.	93
6.23: TRC üretim 16 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım sonucu grafik gösterimi.	94
6.24: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 10 V potansiyel uygulanan DC üretim numuneye.	95
6.25: DC üretim 10 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım sonucu grafik gösterimi.	96
6.26: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 12 V potansiyel uygulanan DC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan bariyer tabaka 3 nolu alan alüminyum taban.	97
6.27: DC üretim 12 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım sonucu grafiği.	98
6.28: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 14 V potansiyel uygulanan DC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan bariyer tabaka 3 nolu alan alüminyum taban	99
6.29: DC üretim 14 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım spektroskopisi.	100
6.30: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 16 V potansiyel uygulanan DC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan bariyer tabaka 3 nolu alan alüminyum taban	101
6.31: DC üretim 16 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım sonucu grafik gösterimi.	102
6.32: TRC üretim numunelerin yüzeyden XRD faz analizi.	105
6.33: DC üretim numunelerin yüzeyden XRD faz analizi.	105
6.34: DC üretim levhaların yüzey pürüzlülüğü değerleri.	106
6.35: TRC üretim levhaların yüzey pürüzlülüğü değerleri.	107
6.36: DC üretim numuneler yüzey morfolojisi haritası.	108
6.37: TRC üretim numuneler yüzey morfolojisi haritası.	109

6.38:	16 V DC üretim XPS genel tarama spektroskopisi.	110
6.39:	a) Al2p yüzey oksit filmi XPS spektropisi, b) O1s yüzey oksit filmi XPS spektropisi.	111
6.40:	a) S2p yüzey oksit filmi XPS spektropisi, b) C1s yüzey oksit filmi XPS spektropisi.	111
6.41:	16 V TRC üretim XPS genel tarama spektroskopisi.	112
6.42:	a) Al2p yüzey oksit filmi XPS spektroskopisi, b) O1s yüzey oksit filmi XPS spektroskopisi.	113
6.43:	a) S2p yüzey oksit filmi XPS spektroskopisi, b) C1s yüzey oksit filmi XPS spektroskopisi.	113

TABLolar DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
1.1: Döküm Alaşımının AA standartlarına Gösteriliş Biçimleri.	2
1.2: İşlem Alaşımının AA standartlarında gösteriliş biçimleri.	4
3.1: Endüstride en çok kullanılan elektolit çeşitleri.	23
3.2: Farklı Kullanım Alanlarındaki Ürünler İçin Sülfürik Asit Anodizasyonu Koşulları.	24
3.3: Farklı metallerin anodik oksidasyon hızları.	43
3.4: pH değişimine bağlı olarak değişen oksit formları.	45
3.5: Elektrolit içerisinde bulunan iyonların davranış şekilleri.	55
3.6: İkincil parçacık oluşturan elementlerin matrikste çözünme yüzdeleri.	57
5.1: AA1050 TRC ve DC numunelerin % ağ kimyasal kompozisyonları	61
5.2: Eloksal işleme şartları tablosu.	69
6.1: Uygulanan potansiyele bağlı por sayısı değişimleri	75
6.2: TRC ve DC üretim farklı potansiyelerde optik ve SEM kalınlık ölçümleri	84
6.3: TRC üretim 10 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.	87
6.4: TRC üretim 12 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.	89
6.5: TRC üretim 14 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.	91
6.6: TRC üretim 16 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.	93
6.7: DC üretim 10 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.	95
6.8: DC üretim 12 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.	97
6.9: DC üretim 14 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.	99
6.10: DC üretim 16 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.	101

6.11: Numunelerin EDS sonuçlarının kütlece % cinsinden karşılaştırması. 103

1. GİRİŞ

1.1. Alüminyum ve Alüminyum Alaşımları

1.1.1. Alüminyum ve Alüminyum Alaşımlarının Özellikleri

Bakır, kurşun ve benzer bazı ağır metallerin üretilip kullanılması Milat'tan önce 6000-7000 yıllarına kadar gerilere gitmesine rağmen hafif metaller diye adlandırdığımız alüminyum, magnezyum v.b. metaller ancak Milat'tan sonra 19.yüzyılda üretilip kullanılabilmişlerdir. Bunun nedeni de ağır metallerin üretiminde uygulanan metotların hafif metallerin üretimine uygun düşmemesidir.

Böylece alüminyum ve benzer hafif metallerin üretimi, elektriğin keşfi ve onun endüstriyel ölçüde metal üretim maksatlarına uygulanabilmesinden sonra olmuştur. İlk önce 1825 yılında Danimarkalı bilgin Oersted alüminyum içindeki metallerden ayırmaya ve saf olarak elde etmeyi başarmıştır. 1845 yılında Alman Wöhler alüminyum yeterince üretilip onun belli başlı özelliklerini keşfetmiştir.

1854 yılında Fransız bilgin Deville, ticari ölçüde alüminyum üretimini sağlayabilmiştir. Nihayet 1886 yılında Heroult, Fransa'da ve aynı tarihte Hall, Amerika Birleşik Devletlerinde geliştirilen üretim metodu bu gün dahi aslından hiçbir şey kaybetmeksizin dünyanın her tarafında uygulanabilmektedir. Alüminyum üretiminde kullanılan cevherler onun oksit cevherleri olup bunlar genellikle Boksit adıyla tanınırlar. Cevher içindeki diğer maddelerden alüminyum oksidi saf halde elde edebilmek için uygulanan klasik metod, 1899 yılında geliştirilen Bayer metodudur. Bu metod da orijinal şekliyle veya kısmi tadiller ile dünyanın her tarafında uygulanmaktadır. Böylece Bayer metodu ile elde edilen saf alüminyum oksit elektrik fırınlarında redüklenerek metalik alüminyuma çevrilmektedir [Cankut, 1976].

Tüm alüminyum ve alaşımlarının fiziksel ve mekanik özelliklerinin iyi olması, onları birçok mühendislik uygulamasında kullanılabilir kılmaktadır. Genel olarak alüminyum ve alaşımlarının geleneksel ve teknolojik uygulamalarda yaygın olarak kullanılır hale gelmesi ve ekonomik açıdan çok tercih edilir olmasının nedenleri hafifliği, işlenebilme kabiliyeti, fiziksel ve mekanik özellikleri, korozyon dayanımı ve görüntü kalitesinin iyi olmasıdır [Davis, 2002].

Üretimden yeni çıkan bir alüminyumun yüzeyinde oluşan film tabakası 50-80 °A (5-8 nm. veya $5 \times 10^{-6} - 8 \times 10^{-6}$ mm.) kadardır. Oksit tabakası (amorf) kalınlık arttıkça ana metali koruyucu bir özellik arz eder. Alüminyumda bulunan alüminyum oksit (Al_2O_3) bu koruyucu özelliği diğer metallerde yoktur. Demir üzerinde oluşan oksit tabakası rutubetin de (nem) etkisiyle pasıya dönüşür. Bu paslanma (korozyon) sonucu metaller üzerinde tonlarca kayıp oluşur [Berk, 2004]. Ayrıca anodizasyon veya eloksal işlemi ile bu koruyucu tabakalarının kalınlığı artırılabilir [Onaran, 1995].

Alüminyumun yüzeyinin yansıtıcı özelliğe sahip olması çeşitli dekoratif uygulamalarda kullanılabilir olmasını sağlamaktadır. Alüminyum, aynı ağırlıktaki bakıra göre yaklaşık olarak iki kat daha fazla elektriksel iletkenliğe sahip olması nedeniyle elektrik iletkenliği gerektiren uygulamalarda oldukça tercih edilmektedir. Elektrik ve elektronik endüstrisinde önemli olan ferromanyetik olmama özelliğine sahip olmasının yanı sıra havada kendiliğinden tutuşmama özelliği sayesinde yanıcı ya da patlayıcı malzemelerin saklanması için kullanılmaktadır. Zehirli olmama özelliği sayesinde ise yaygın olarak yiyecek ve içecek konteyneri amaçlı kullanılmaktadırlar [Davis, 2002].

1.1.2. Alüminyum Alaşımlarının Çeşitleri

Alüminyum alaşımları kendi içinde iki ana gruba ayrılabilir. Bu ayrım üretim metodu bazında yapılır. İşlem alaşımları ve döküm alaşımlarıdır. Plastik deformasyonla şekillendirilen işleme alaşımlarının bileşimleri ve mikroyapıları döküm alaşımlarınınkinden önemli ölçüde farklıdır ve üretim proseslerinin gerektirdiği farklılıkları taşırlar. Her bir ana grubu da kendi içinde ısıl işlem görebilenler ve ısıl işleme uygun olmayanlar şeklinde iki alt gruba ayırabiliriz. Isıl işlem görebilen alaşımlar yaşlandırma ile sertleştirilebilirler. Isıl işleme uygun olmayanlar ise katı çözünlükle, deformasyonla veya dispersiyonla mukavemetlendirilebilirler [Davis, 2002].

1.1.2.1. Döküm Alaşımları

Yaygın olarak kullanılan alüminyum döküm alaşımlarının çoğu silisyum içerirler. Bunun amacı, alaşımlara düşük ergime sıcaklığı, yeterli akışkanlık ve iyi

dökülebilirlik sağlamak üzere ötektik oluşturmaktır. Akışkanlık, sıvı metalin prematüre katılma göstermeksizin kalıp içerisinde akabilme yeteneğidir. Dökülebilirlik ise söz konusu alaşımla iyi bir döküm yapabilme kolaylığını ifade eder. Dökümde tane küçültücü etki yapması için (katılma sırasında çekirdeklenme noktaları sağlayarak) “Tibor” (titanyum borür) ilavesi yapılması yaygın bir uygulamadır.

Bu gruptaki alaşımlar kendi arasında ısıtılabilir ve ısıtılabilir yapılamayan alaşımlar olarak ikiye ayrılmaktadır. Isıtılabilir yapılamayan alaşımlar yaşlandırılmazlar ve genellikle doğrudan döküm halinde kullanılmaktadırlar. Isıtılabilir yapılabilen döküm alaşımları ise ısıtılabilir ile yaşlandırılma sonrasında gelişmiş mekanik özelliklere sahip olmaktadır.

Amerika Birleşik Devletlerinde bu alaşımlar Alüminyum Derneğinin sistemine göre sınıflandırılmıştır. Bu sistemde Tablo 1.1’de gösterildiği gibi, alüminyum döküm alaşımları içerdikleri ana alaşım elementlerine göre son iki rakamı arasına bir nokta konan dört rakamla tanımlanmaktadır [Smith, 2001], [Askeland, 2006].

Tablo 1.1: Döküm alaşımlarının AA standartlarında gösteriliş biçimleri

Döküm Alaşımları	Ana Alaşım Elementi	Isıtılabilir Yapılabilir
1XX.X	Ticari Saflıkta Alüminyum	Hayır
2XX.X	Al- Cu	Evet
3XX.X	Al-Si-Cu veya Al-Mg-Si	Bazıları
4XX.X	Al-Si	Hayır
5XX.X	Al-Mg	Hayır
6XX.X	Kullanılmamış seri	-
7XX.X	Al-Mg-Zn	Evet
8XX.X	Al-Sn	Evet
9XX.X	Kullanılmamış seri	-

1.1.2.2. İşlem Alaşımları

İşlem alaşımları plastik deformasyonla şekillendirilebilen alaşımlardır. Dökümden sonra sıcak ya da soğuk işlem ile nihai ürün haline getirilebilen alaşımlardır (yani levha, çubuk, tel). İçerdikleri ana alaşım elementine göre

sınıflandırılırlar. Ürünün yapısı mukavemet, korozyon direnci ve çeşitli birçok özelliği etkilemektedir. İşlem alaşımları da döküm alaşımları gibi kendi arasında ısıtılabilir ve ısıtılmayan alaşımlar olarak ikiye ayrılmaktadır. Isıtılmayan işlem alüminyum alaşımlarında mukavemet, katı çözültü mukavemetlenmesi ya da deformasyon sertleşmesi ile sağlanmaktadır. Bu gruptaki alaşımların sahip olduğu birçok özellik yapılarında bulunan ana alaşım elementlerinden kaynaklanmaktadır. İşlem alaşımlarını tanımlamak için dört rakamlı bir işaret kullanılır. İlk rakam belirli alaşım elementlerini içeren alaşım grubunu belirtir. İkinci rakam başlangıçtaki alaşım üzerinde yapılan değişiklikleri veya katışkı sınırlarını belirtir. Tablo 1.2' de işlem alaşım gruplarını vermektedir [Askeland, 2006], [Smith, 2001].

Tablo 1.2: İşlem alaşımlarının AA standartlarında gösteriliş biçimleri.

İşlem Alaşımları	Ana Alaşım Elementi	Isıl İşlem Yapılabilir
1XXX	Min %99 Saflıkta Alüminyum	Hayır
2XXX	Al-Cu ve Al-Cu-Li	Evet
3XXX	Al-Mn	Hayır
4XXX	Al-Si Al-Mg-Si	Evet
5XXX	Al-Mg	Hayır
6XXX	Al-Mg-Si	Evet
7XXX	Al-Mg-Zn	Evet
8XXX	Al-Li, Sn, Zr, B	Evet
9XXX	Kullanılmayan Seri	-

1.1.2.3. AA1XXX Serisi Alüminyum Alaşımlarının Özellikleri

Bu tez çalışmasında işlem alaşımlarından AA1XXX serisine ait olan AA 1050 AA incelendiği için sadece bu alüminyum serisi hakkında detaylı bilgi verilecektir.

1XXX serisi alüminyum alaşımları 2 gruba ayrılır; rafine saf alaşımlar ve diğerleri (1050 ve 1200 gibi). Rafine alaşımlar (1199,1198) saflık derecesi yüzde 99.90 ve 99.999 olan alaşımlardır. Bu alaşımların saflık dereceleri kullandıkları yerlere göre değişmektedir örneğin elektronik kondensatör, aydınlatma araçları ya da dekoratif uygulamalarda kullanmak üzere yada kozmetik sektöründe paketleme işlemi gibi. Bu tür uygulamalarda alaşımlar genelde anodik oksidasyon yapılmış olur.

1050 Alüminyum alaşımları ise %99.50 saflıkta, en çok kullanılan alaşımlardır. Mekanik özellikleri ve plastik deformasyon kapasitesiyle dekoratif uygulamalar için çok uygun alaşımdır. Geniş uygulama alanıyla paketleme, inşaat, levha, ısı kalkanı elektrik iletkenliği gereken uygulamalarda kullanılmaktadır. 1200 AA alaşımı da % 99 ile 99.50 saflık arasında 1050 alaşımının paketleme mutfak gereçleri uygulamalarında plastik şekillendirilebilme özelliği ile kullanım alanı yerini bulmaktadır [Vargel, 2004].

1XXX serisi diğer serilerle karşılaştırınca çok az çözünen alaşım elementi içerdiğinden çok düşük mukavemetlidir. Dislokasyon hareketine karşı çok az engel olduğundan kolayca plastik deformasyon gerçekleşir. Bu da 1XXX serisinin kolaylıkla şekillendirebilir olmasını sağlar. Korozyon direnci yüksektir, fakat birçok koşul sağlandığında. Alaşım katkı oranı arttıkça korozyon direnci düşmektedir; Fe, Si ve Cu elementlerinin geniş bir yüzde içinde yer almaktadır. 1XXX serisinde bütün empüriteler korozyon direncine kötü etkide bulunmaz. Zararlı elementler bazı alaşımların korozyon direncini düşürürken, diğerlerine karşı etkisi yoktur. Isıl ve termal iletkenliği oldukça iyidir. 1XXX serisindeki %1'den az Fe ve Si içeriği saf alüminyuma göre mukavemet sağlamaktadır. Fe mukavemette çok az bir artış ve yüksek sıcaklıklarda daha iyi sürünme karakteristiği sağlamaktadır. Ayrıca tane boyutunu düşürmektedir. Korozyona karşı diğer alaşım elementlerine göre daha etkilidirler katodik ya da anodik korozyon için tercihli bölgeler oluşturmazlar bu yapılarındaki intermetaliklerin diğer alaşımlara göre daha az olmasından kaynaklanır. Ayrıca anodik oksidasyona uygunlukları da diğer alaşımlara göre çok daha iyidir. Yüksek yansıtıcı yüzeyleri ile dekoratif uygulamalar için idealdirler. Yüksek ısı ve elektrik iletkenlikleri ile ısı kalkanı ve elektrik uygulamaları için idealdir.

Bu özellikleri ile 1XXX serisi; ambalaj, elektronik araç, ısıtma ekipmanlarında kullanılmaktadır. Şekil 1.1'de 1XXX serisi alüminyum alaşımlarının kullanım alanları resimlerle gösterilmektedir.



Şekil 1.1: 1XXX AA serisi uygulama alanları.

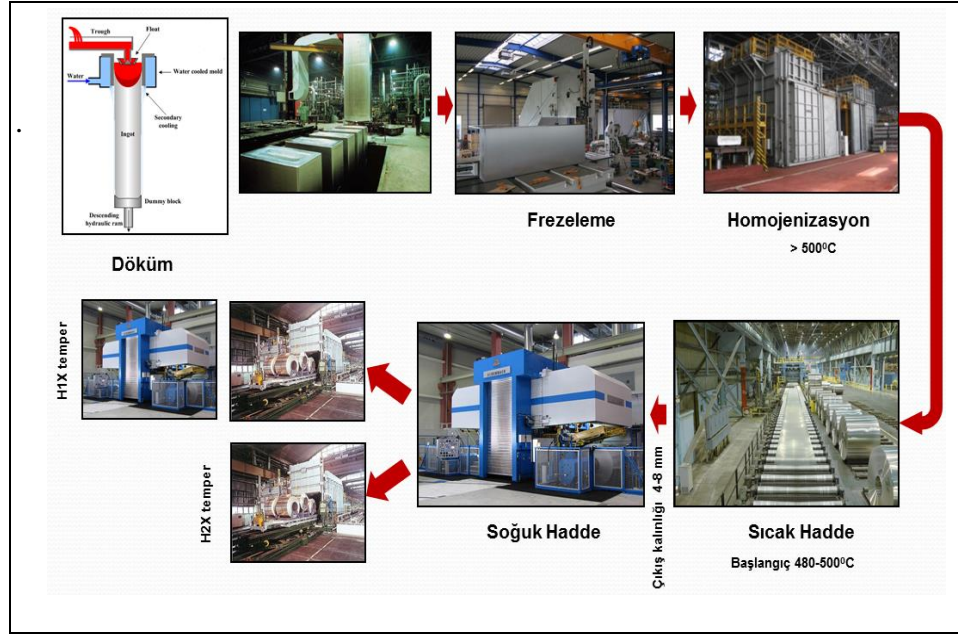
Şekil 1.1 'de görüldüğü gibi ambalaj sanayinde kullanılan etiketler, elektrik endüstrisinde kullanılan levhalarda, yiyecek içecek sektöründe kullanılan kaplarında ve ısıtma ekipman ve profillerinde kullanılmaktadır [Smith, 2001].

2. ALÜMİNYUM LEVHA ÜRETİMİNDE KULLANILAN ÜRETİM YÖNTEMLERİ

Alüminyum levha üretiminde iki ana yöntem vardır, geleneksel ingot döküm ve sıcak haddeleme yoluyla levha üretimi, diğeri sürekli döküm ile soğuk hadde yöntemiyle levha üretimi. İngot döküm ve sıcak haddeleme yöntemiyle levha üretimi geleneksel levha üretim tekniğidir, en eski ve en çok kullanılan, istenen özellikler doğrultusunda kontrol edilebilen bir yöntemdir. Başlıca sürekli döküm yöntemleri ikiz bant döküm yöntemi (Hazelett), ikiz blok döküm yöntemi ve ikiz merdane döküm (TRC) yöntemidir. Her üç sürekli döküm yöntemi son ürüne yakın kalınlıkta levha üretilmesi bakımından önemlidir. Hazelett ve ikiz blok döküm yöntemlerinde 10-25 mm kalınlıkta alüminyum levha üretimi yapılabilir. Bu iki yöntemle üretilen levhalar anında bobinlere sarılacak incelikte olmadıklarından, sıcak hadde tezgâhları döküm makinalarının ardına eklenerek, üretilen levhalar bobine sarılabilecek kalınlığa kadar haddelenmektedir [Kamer, 1994].

2.1. Geleneksel İngot Döküm

1938 yılında William T. Ennor tarafından patenti alınıp, geliştirilmiştir. Şekil 2.1'de üretim akış şeması verilmektedir [Dündar, 2011]. Direct Chill (DC) olarak bilinen bu yöntemde gerekli rafinasyon işlemleri yapıldıktan sonra dökülen slablar ya da ingotlar yüzeylerindeki oksit tabakası alındıktan sonra homojenizasyon ısıl işlemi görürler. Bu slablar daha sonra sıcak haddeleme işlemine tabi tutulurlar. Belli bir kalınlığa inildikten sonra bu malzemeler soğuk hadde makinelerinde nihai kalınlıklarına indirilirler. DC üretimde ingotların boyutları üretim sisteminin kapasitesine bağlıdır. Sıcak haddeleme düzeni kapasitesi ve istenen boyutlara bağlı olarak ingotların boyutları değişebilir. Genellikle ingotlar maksimum 20 ton ağırlığında 500-600 mm kalınlığında 2000 mm genişliğinde ve 8000 mm uzunluğunda üretilmektedir [Hirsch, 2010]. Şekil 2.1'de de görüldüğü üzere DC üretiminde önemli olan eriyik Al metalinin kısa sürede kalıpla temasının sağlanması ve katılma esnasında döküm parametrelerinin korunması için kalıbın gereken özellikleri sağlamasıdır. Saf alüminyum yada saflık derecesi yüksek alaşımları dökmek dar katılma aralığına sahip oldukları için daha kolaydır.



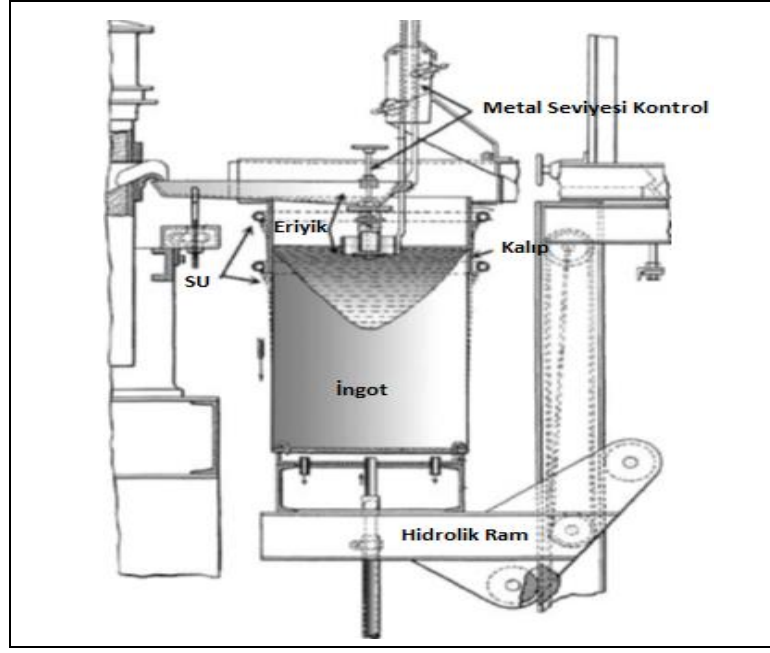
Şekil 2.1: DC levha döküm prosesi akışı.

Yüksek döküm oranları başlıca ingotta şekil bozukluğu ve iç gerilimlerin oluşmasına neden olur. Katılaşmanın kontrol edilebilmesi bu sorunların çözülmesine olanak sağlar.

DC dökümün avantajı tüm ingot boyunca tane boyutu, bileşim, mekanik özellikler ve döküm boşluğu bakımından homojen bir yapı ortaya çıkarmasıdır.

Dikey DC yönteminde limit boya ulaşıldığında katılaşmış ingotun döküm çukurundan çıkarılması için işlem durdurulur. Bu yöntemde bakırdan veya alüminyumdan yapılan kalıba su püskürtme, kalıptan çıkışta su püskürtme ve su havuzu soğutma sistemleriyle, ingotun tüm kesitinin katılaşma hızıyla aşağıya çekme hızı eşit olması sağlanmıştır.

DC dökümde katılaşma iki soğutma modu ile gerçekleşir. Eriyik metal ilk olarak kristalizatöre yani altlığa dökülür. Eriyik metal kalıbın içerisinde belirli bir seviyeye geldiği zaman, blok (altlık) sıvı metal akışına eşit hızla aşağıya doğru indirilir. Döküm mamulünün enine kesit şeklini kalıp şekli belirler, ingot için dikdörtgen şekilli kalıp kullanılır. Döküm prosesinin şematik görünüşü Şekil 2.2’de gösterilmiştir.



Şekil 2.2: DC fonksiyonel blok gösterimi.

Şekil 2.2 'de gösterildiği üzere; alt blok hidrolik sistemle aşağıya doğru belirli hızlarla çekilir. Su soğutmalı kalıp duvarına temas eden sıvı metal hızlıca katılaşarak bir kabuk oluşturur. Sıvı-katı geçişi ile oluşan büzülmeden dolayı kabuk içeriye doğru büzülerek ısı geçişini önleyen bir hava boşluğu oluşturur [Eskin, 2008]. Daha sonra katılaşmada oluşan büzülme nedeniyle bu kabuk kalıp cidarından ayrılır. Bu şekilde kabuğun oluşumu ve büzülme, kalıptan ingotun sürekli olarak çıkartılmasına (sürekli döküme) imkan verir. Katılaşma hızı yavaşlar, bu arada taneler arası ve dendritler arası cephelerden ingotun veya biletin merkezindeki sıvı kütlelerinin basıncı ve katılaşma ile oluşan kılcılık etkisi ile dışarıya doğru ötektikçe zengin bir sıvı akımı başlar ve alaşım elementleri (ters segregasyon) kabuğa yığılırlar. Hatta ingot yüzeyine çıkarak tekrar kalıpta teması başlatırlar ve hemen ardından katılaşarak yeniden büzülürler. Kalıp içerisinde kalıp duvarı vasıtası ile gerçekleştirilen ısı transferi ile katılaşmaya "birincil soğuma" adı verilir. Kalıbın hemen altındaki su püskürtücüleri ingot yüzeyine su spreyi püskürtürler ve ikinci soğutma periyodunu başlatırlar. Su verme, katılaşma hızında ani bir artışa neden olur ve bu olay, tane ve altyapıdaki değişimlerden rahatlıkla gözlenebilir. Ancak ingot merkezine yaklaştıkça soğuma hızı azalır ve yapı dereceli olarak kabalaşır. Yüzeye uygulanan soğutma suyu altyapıda kaba dendritik tanelerden, ince dendritik tanelere geçişi hemen sağlar. Ancak kolonsal kaba tanelerden eşeksenli tane yapısına geçiş hemen sağlanamaz.

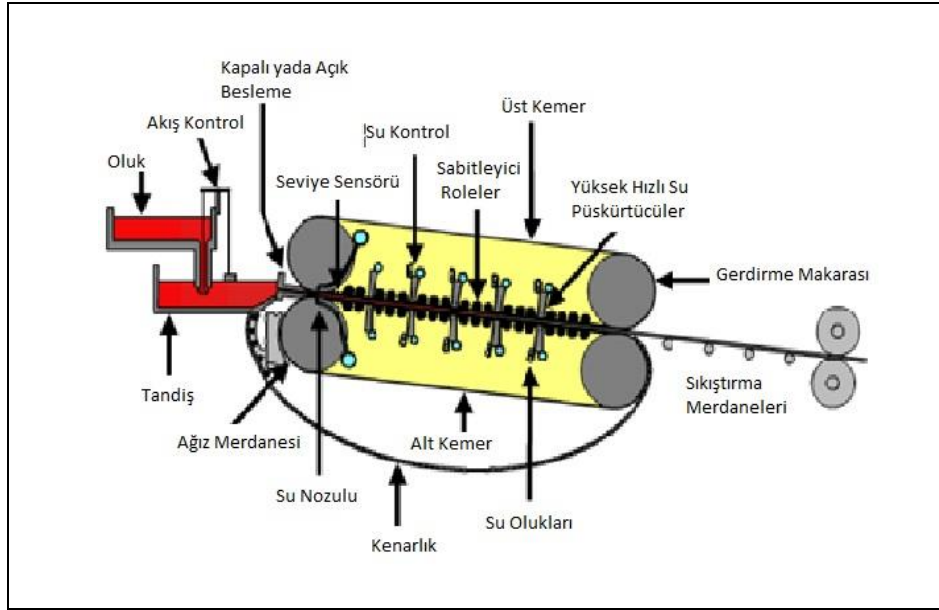
Bunun ana nedeni; eşeksizli tanelerin çekirdeklenebilmesi için bir kritik büyüme hızının varlığıdır. Ergiyiğin büyük bir bölümünün katılaşmasından hemen sonra ingot içerisinde metalin kendini çekmesinden dolayı huni şeklinde bir boşluk oluşur. Diğer bir ifade ile biletin içerisinde daima sıvı metal derinliği mevcut olur, buna “sump” (krater) denir [Burger et al., 1995].

Kaba tane-ince tane geçişi olduktan sonra yapı, ingot merkezine doğru ilerlerken bir süre incelemeye devam eder ve daha sonra dereceli olarak kabalaşır. Döküm hızı normal olarak casting 50-100 mm/dak arasındadır. Sürekli dökümdeki katılaşma hızı, su soğutmasız kokil kalıplara dökülen ingotlara göre hemen hemen 10-90 defa daha fazladır. Katılaşma hızları arasındaki bu fark döküm yapısında önemli değişiklikler meydana getirir. Sürekli dökümde taneler ve inklüzyonlar, kokil döküme göre önemli ölçüde daha incedir, hızlı katılaşma nedeniyle sürekli döküm ingotlarda ters ingot segregasyonu hemen hemen hiç yoktur. Yani enine kesit boyunca kimyasal bileşimde çok az bir fark görülür. İngot segregasyonu, kokil dökümün dezavantajlı bir karakteristiğidir. Sürekli dökümde hızlı ısı iletimi yapıdaki tanelerde alaşım elementlerinin eşitlenmesini engeller, dolayısı ile aşırı doymuşluk ve tane segregasyonu yavaş soğutulan kokil döküme nazaran daha fazladır. Ancak ingot segregasyonunun (makrosegregasyon) tersine aşırı doymuşluk ve tane segregasyonu homojenizasyonla giderilebilir. Sürekli dökümde, dökümün dış kabuğunda alaşım elementlerince zengin bir “katmerleşme” bölgesi gelişebilir. Bu da bir ingot segregasyonu tipidir, homojenizasyonla giderilemez. Fakat bu segregasyon yüzeye yakın dar bir bölgede sınırlandırıldığından talaş kaldırma işlemi ile giderilebilir. Bu işlem nihai üründe yüzey özelliklerini etkilemektedir [Saha, 2000].

2.2. İkiz Bant Döküm (Hazelett Döküm)

Hazelett yöntemi ile ince slab dökümü, diğer sürekli levha döküm sistemleri arasında, en yüksek döküm kapasitesine sahip olanıdır. Hazelett yönteminde ince slab dökümü, birbirine paralel hareket eden, 0,5-1,5 mm kalınlığında az karbonlu çelikten imal edilmiş, iki bandın arasına sıvı metalin beslenmesiyle yapılır. Bantlar firma tarafından özel olarak imal edilirler ve soğuk haddelenmiş uniform özelliklere sahiptirler. Bant yüzeyleri bilye püskürtme

teknikleriyle pürüzlendirilir. Pürüzlü yüzey yağ tutmayı ve ısı transferini sağlar. Şekil 2.3 'de Hazelett döküm makinası şematik gösterimi verilmiştir [Web 1, 2012].



Şekil 2.3: Hazelett döküm makinası şematik gösterimi.

Şekil 2.3'de olduğu gibi dökülen slabın kalınlığının kontrolü, komşu iki bant arasındaki mesafe ile yapılır. Dökülmüş malzemenin kalınlık toleransı, sıcak haddeleme toleranslarının içindedir. Slabın genişliği ise, alt bantın iki kenarına yerleştirilen paslanmaz çelik şeritlerin üzerine dizilmiş, küçük alüminyum bloklarla kontrol edilir [Web 1, 2012].

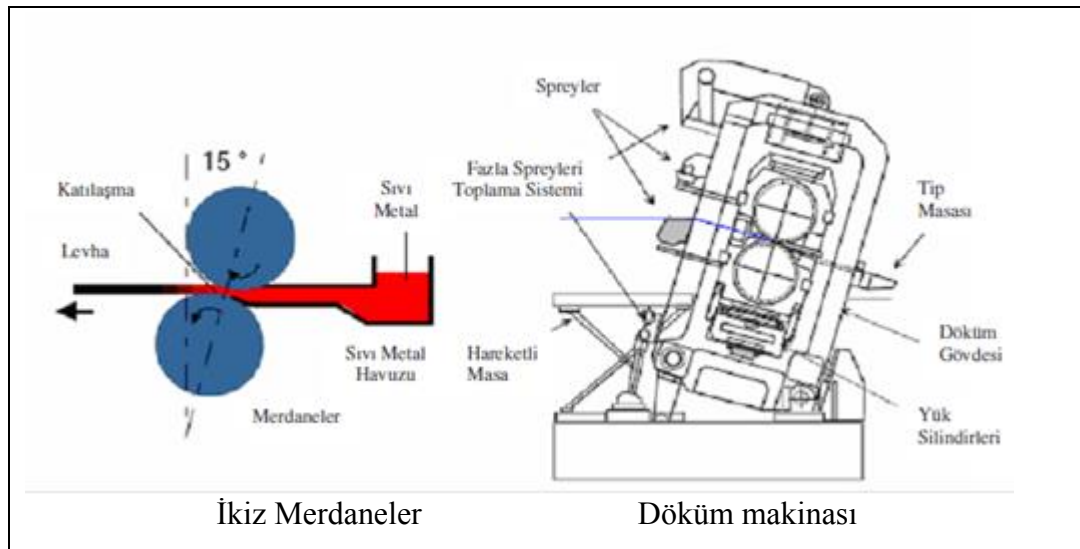
Döküm bantları, düz kısımlarına yerleştirilmiş bir sıra su spreyi tarafından soğutulur. Su miktarı ve hızı, bantların sıcaklığını su buharlaşma sıcaklığının altında tutacak şekilde ayarlanır. Dökülen metalden ısı transferini daha iyi kontrol etmek amacıyla, bantların yüzeylerine belli bir izolasyon değeri olan kaplamalar yapılır. Bu kaplamalar dökülen levhanın yüzey kalitesinin iyi olmasına ve mikro çatlak, segregasyon gibi olumsuzlukların giderilmesine yardımcı olur.

Bu yöntemle 1600mm.(max.) genişliğe, 12-25 mm. kalınlığa kadar alüminyum slablar, 7,6 ton/saat üretim kapasitesiyle dökülebilmektedir. Hazelett yöntemi ile dökülen ve sonraki işlemlerle, istenilen kalınlığa getirilen alüminyum levhaların mikro yapıları, konvansiyonel yöntemlerle üretilen levhaların mikro yapılarıyla benzerlik gösterir. Bu yüzden Hazelett yöntemi ile dökülen alüminyum levhalardan rahatlıkla derin çekme yöntemi ile içecek kutuları

üretilebilmektedir [Cankut, 1976]. İkiz merdaneli döküme göre daha geniş bir alaşım aralığında döküm yapılabilir (maksimum 3 % Mg). Fakat en iyi sonuçlar 1xxx serisi ve Al-Mn'da alınır. Yüksek kalitede yüzey özellikleri isteniyorsa malzeme yüzey kalitesi uygun değildir [Kamer, 1994].

2.3. İkiz Merdaneli Sürekli Döküm

Geleneksel levha üretimi metodlarla alüminyum levha üretimine karşı, düşük maliyet ve yatırım gibi hedefleri olan bundan 57 yıl kadar önce ilk olarak endüstride uygulanan ikiz merdane döküm tekniği, levha üretiminde kritik avantajlara sahiptir. Hem yatırım hem de düşük işletme maliyetleri açısından levha üretiminde endüstride son yıllarda tercih sebebi olmaktadır [Vangala et al, 1992], [Cook et al, 1995]. Dökülecek alaşımda hazırlanan sıvı metal, sabit kompozisyon, sıcaklık ve istenen özelliklere sahip halde, metal gazlarından arındırılıp, filtrelendikten sonra döküm makinesinin "baş kutu" adı verilen kısmına gönderilir. Şekil 2.4'de ikiz merdaneli sürekli döküm makinası şematik gösterimi verilmiştir.

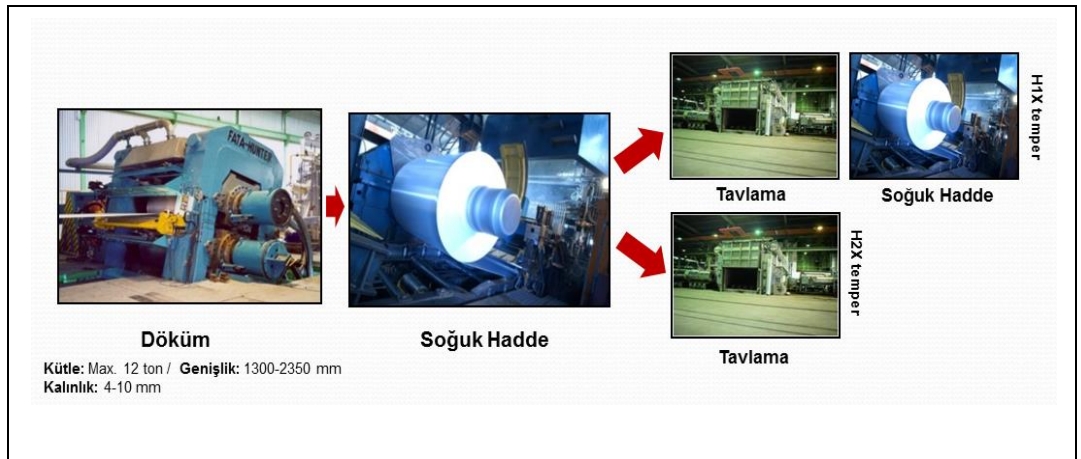


Şekil 2.4: İkiz Merdaneli Sürekli Döküm Makinası şematik gösterimi.

Şekil 2.4'de baş kutu metali merdaneler arasına besleyen ve "tip" olarak adlandırılan seramik nozzle'a bağlanmıştır [Kamer, 1994]. Tip, ikiz merdane döküm makinesinin merdaneleri arasında metalin dağıtılmasını sağlamaktadır. Tip genişliği, dökülecek levhanın genişliğini belirlemektedir. İkiz merdane döküm makinasının

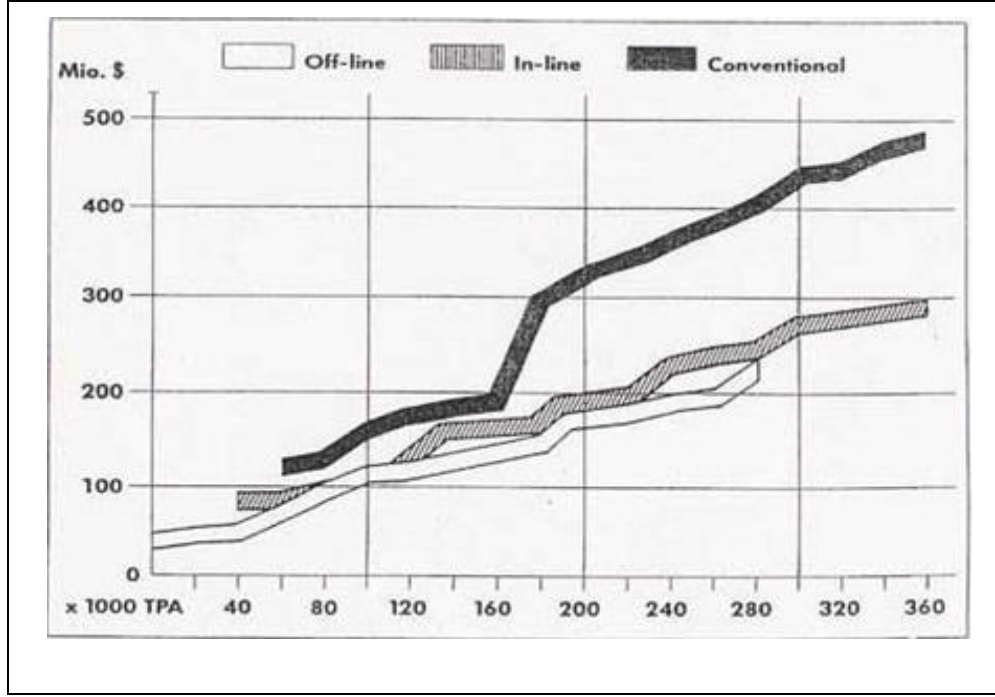
2.4. İkiz Merdaneli Sürekli Döküm Yönteminin Diğer Yöntemlerden Farkları

İkiz merdaneli levha döküm tekniğinin hem ekonomik hem de metalurjik açıdan diğer yöntemlere nazaran özellikle direk soğutmalı döküme göre bazı avantajları vardır. Bu proses, katılaşmayı ve plastik deformasyonu yani sıcak haddelemeyi tek bir işlemle birleştirerek rulo ürettiğinden geleneksel rulo üretiminde gerek duyulan ilave bir sıcak haddeleme işlemine ya gerek kalmaz veya belirgin bir şekilde azalır. Şekil 2.6' da akış şeması verilmiştir [Dündar, 2011]. Sonuç olarak, enerji, işçilik ve üretim maliyetleri azalır. Sürekli levha döküm tekniği için gerekli yatırım maliyeti, geleneksel ingot-döküm sıcak haddeleme prosesi için gerekenden çok daha azdır [Vangala et al., 1992].



Şekil 2.6: İkiz Merdaneli Sürekli Döküm levha üretim akış şeması.

Alman Metalürji Enstitüsü'nün yapmış olduğu araştırmaya göre bu yöntem yatırım maliyetlerinin azalması ile enerji ve iş gücünde önemli kazançlar sağlamaktadır. Şekil 2.7' de ki grafikte bu fark görülmektedir. TRC ile yatırım maliyetlerinin düşük olması yanında, enerji, sarf malzemeleri, insan gücü açılarından da tasarruf sağlanır, üretim maliyetleri düşer, rekabet gücü artar [Vangala et al, 1992].



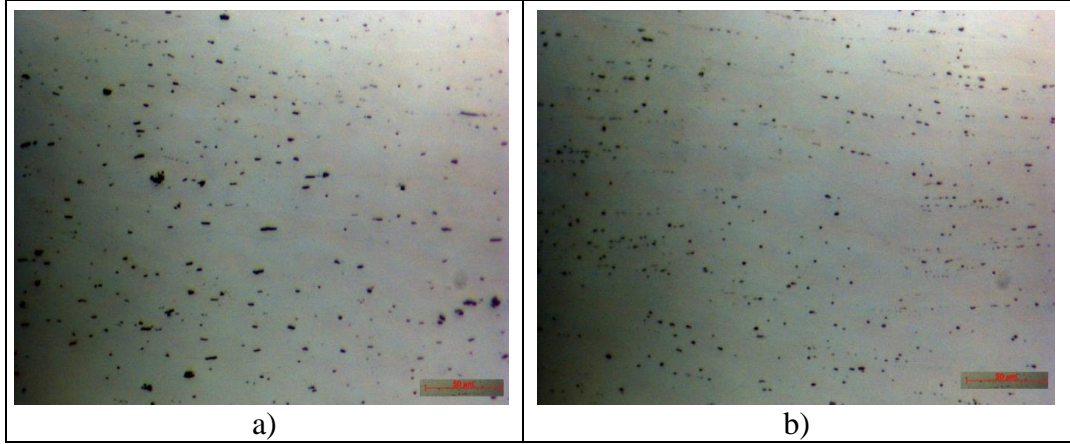
Şekil 2.7: Geleneksel ingot döküm (conventional) ,ikiz merdaneli sürekli döküm (In-line) ve Hazelett yöntemi ince slab döküm (Off-line) toplam yatırım maliyetlerinin karşılaştırılması.

Çift merdaneli sürekli alüminyum levha döküm yönteminde malzemenin merdaneler arasında katılaşması esnasında görülen 300 °C/ sn. mertebelerindeki soğuma hızları ve haddeleme ile gerçekleşen kalıcı deformasyon karakteristik bir mikroyapı ortaya çıkarır. Bu yapıda yüzey hattında çok küçük taneler, yüzey merkez arasında döküm esnasındaki haddelemeden dolayı merkeze doğru yönlenmiş kolonsal taneler ve merkezde ise eş eksenli taneler oluşur. Bu tanelerin boyut ve yönlenme derecesi, döküm hızı, tip eksen, sıvı metal sıcaklığı, tane küçültme işlemi gibi döküm parametrelerinin değişmesi ile değişime uğrar [Cook et al., 1995].

Ayrıca prosesteki yüksek katılaşma hızı levhaların saf bir metalürjik mikroyapıya sahip olmasını sağlar. Oluşan mikroyapı; rafine dendritik hücreler (5µm civarında), ince intermetalik taneler (1µm boyutunda), katı çözünlükteki artış ve yan kararlı fazın varlığı ile karakterize edilir [Cook et al., 1995].

İkiz Merdaneli Sürekli dökümde katılaşma olayı çok hızlı gerçekleşmektedir ve yapıda bulunan intermetalik parçacıkların boyutları ile aralarındaki mesafeler oldukça küçüktür. Direk soğutmalı döküm metodu ile üretilen ürünlerle ikiz merdane döküm yöntemiyle üretilen ürünler kıyaslandığında ikiz merdane döküm yöntemiyle üretilen ürünlerdeki intermetaliklerin boyutları Şekil 2.8'de görüldüğü üzere yaklaşık

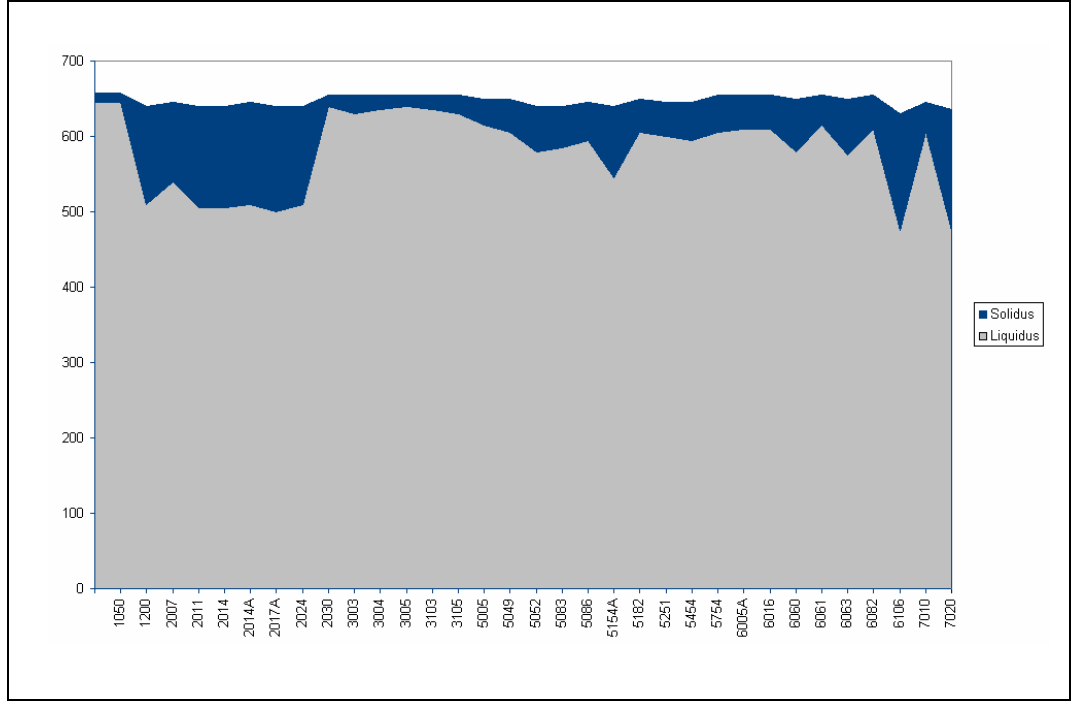
olarak %80 oranında daha küçüktür [Dündar, 2011]. Bu yöntemle üretilen levhalarda görülen intermetalikler homojen olmayan bir şekilde dağılım göstermektedirler. Levhanın merkez hattında levha yüzeyine göre daha kaba intermetalik parçacıklar bulunmaktadır [Vangala et al., 1992].



Şekil 2.8: a) İkiz Merdaneli Sürekli Döküm 1050 AA, b) Direk Soğutmalı 1050 AA intermetaliklerin boyutları gösterimi.

Sürekli döküm her ne kadar ekonomik anlamda bazı avantajlara sahip olsa da nihai üründe geleneksel yöntemle üretilene göre daha limitli özellikler taşıdığı görülmektedir. Bu dezavantajların en önemlisi dökülen alaşımın yüksek oranda alaşım elementi içermesinin getirdiği zorluklardır. Bu alaşımların katılaşma aralığı geniş olduğu için levhada çatlaklar kalabilir. Yani malzeme sıvı veya yarı katı halde merdaneyi terk edebilir. Bu durumu düşük döküm hızında giderek bertaraf etmek mümkündür. Ancak bu durumda katılaşma nozülde başlayabilir.

İkiz Merdaneli Sürekli Döküm ile levha üretiminde bu yüzden katılaşma aralığı dar alüminyum alaşımları dökülebilmektedir. Şekil 2.9' da alüminyum alaşımlarının katılaşma aralığı liküdüs ve solidüs sıcaklıkları grafik ile karşılaştırılarak gösterilmiştir [Biol, 2000].



Şekil 2.9: Alüminyum alaşımları katılaştırma aralığı.

Çift merdaneli sürekli alüminyum levha döküm yöntemi ile yaşlandırma ısı işlemi uygulanan alüminyum alaşımları dökülememektedir. 1XXX, 3XXX, 5XXX, 8XXX serisi alaşımlar ikiz merdane sürekli döküm yöntemiyle dökülebilmektedir [Kamer, 1994].

İkiz merdane sürekli döküm ile dökülen alüminyum alaşımları dar bir katılaştırma aralığına sahiptir. Oluşan hatalar da katılaştırma prosesi ve bu sırada uygulanan haddeleme yükünün sonucudur. Oluşan hatalardan en önemli olanı levha yüzey kalitesini de etkileyen segregasyonların oluşumudur. Döküm hızı ve döküm kalınlığı segregasyon davranışında en büyük etkiye sahiptir. Bu ikisi arttığında merkez hattı segregasyonu artar. Merdaneler arası ayırma kuvveti arttıkça segregasyon eğilimi azalır. Merkez hattı segregasyonu; artan döküm hızı ve alaşım konsantrasyonu ile beraber artar. Aynı zamanda tane küçültmenin yetersiz yapılması da bu özelliği artırır [Bırol, 2000].

İkiz merdaneli döküm yönteminde segregasyonlar makro ve mikro boyut olarak incelenir. Segregasyonlar, dentritik katılaştırma ve dentrit kolları arasındaki birkaç mikron boyutundaki boşluklardan ileri gelir. Mikrosegregasyonlar TRC yöntemi ile üretilmiş levhalar için ciddi bir sorun teşkil etmemektedir ve nihai kullanıcıda yüksek oranda şekillendirme görmediği takdirde tolere edilebilir.

Makrosegregasyon ise TRC ile üretilmiş alüminyum levhalarda genelde merkez hattında bulunur ve homojenizasyon sonrası giderilmesi mümkün olmaz. Bu tip segregasyonlar kullanılan ingota ve alaşıma göre değişim gösterebilir [Biol, 2009].

Yüzey segregasyonları ise; merdanelerin basıncı nedeniyle katılaşmakta olan levhanın yüzeyine doğru çözülmüş elementlerce zengin fazın süzülmesidir [Henderson al., 1993]. Yüksek yüklerde ise küçük ve daha az sıklıkla görülür.

Özellikle kritik döküm hızının geçilmesi gibi durumlarda yüzeyde düşük basınçlı bölgeler meydana gelmektedir ve bu basınç dağılımı nedeniyle zenginleşmiş olan sıvı metal yüzeye doğru hareket edebilmektedir. Alaşım elementlerince zengin olan bu sıvı yüzey segregasyonlarının oluşmasına sebep olabilmektedir [Sirel, 2008].

Bu hatalar, dökülmüş levha yüzeylerinde yüksek miktarda metaller arası bileşik içeren alanlardır. Bu kısımlar sert ve soğuk haddelemede deforme olması zor alanlardır. Bu alanların boyutları 0,05 mm. boy ve 0,01 mm. derinlikle 1,5 mm. boy ve 0,1 mm derinlik arasında olabilir. Bu hata daha sık ve şiddetli olarak düşük yük ve ince kalınlıklarda görülür [Lockyer et al., 1996].

Segregasyonların miktarı alaşıma da bağlıdır. Haddeleme sırasında ve şekillendirme sırasında mekanik özelliklerin, yüzey kalitesinin ve korozyon direncinin istenen özelliklerden daha düşük olmasına ve önemli performans kayıplarına sebep olmaktadır [Ertan, 2007].

3. ANODİK OKSİDASYON

3.1. Anodik Oksidasyon İşleminin Genel Özellikleri

Alüminyumun elektrokimyasal olarak oksidasyonunun geçmişi geçtiğimiz yüzyıla kadar uzanır. İlk olarak anodik işlemler yüzeyde koruyucu ve dekoratif bir oksit tabakası oluşturmak için alüminyuma uygulanıyordu. Daha sonra bu uygulama, geniş yüzey alanlarında poröz alümina kullanımı ve sınırlı bir şekilde por boyut dağılımı elde etme amacıyla geliştirildi. Günümüzde nano por ve inorganik membranların sentezlenmesinde şablonların oluşturulmasında en önemli işlemdir. Alternatif akım (AC) ve doğru akım (DC) kullanılarak anodik oksidasyon işlemi eskiden beri gerçekleştirilmektedir. Kromik asit, sülfürik asit veya oksalik asit gibi asitler elektrolit olarak kullanılmaktadır. Bakır, nikel, gümüş, arsenik, antimon, bizmut, teliryum, selenyum veya kalay gibi katkıları, oksit tabakasının rengini değiştirmesinin yanında yapının kimyasal ve fiziksel özelliklerini de değiştirmektedir. 1923 yılında Bengough ve Stuart'ın patentinde, ilk defa alüminyum ve alüminyum alaşımlarının korozyona karşı korunmasında anodik oksidasyondan bahsedilmektedir [Sheasby et al., 1987].

Anodik oksidasyon hücresinde işlem görecektir olan metal, doğru akım güç kaynağının pozitif ucuna (anoda) bağlanır. Kaynağın negatif ucuna (katoda) ise karbon, kurşun, nikel, paslanmaz çelik ya da anodizasyon banyosu ile reaksiyona girmeyecek (inert) herhangi bir iletken bağlanır. Anodizasyon banyosundaki asidik çözelti içinden elektrik akımı geçirilmesiyle, anottan katoda doğru elektron akışı başlar ve oluşan kimyasal reaksiyonlar sayesinde metal yüzeyde bariyer oksit tabakası, onun üzerinde de porlu kalın oksit tabakası oluşur [Ergün, 2005].

Anodik oksidasyon karbon çelikleri dışındaki pek çok metallerin korozyon ve aşınma direncini artırır ve boya astarları ile tutkalların çıplak metale yapışma oranından daha iyi yapışma göstermelerini yüzeyindeki porlu yapısına borçludur. Anodik oksidasyon yüzeyin mikroskobik dokusunu değiştirir ve yüzeye yakın olan metalin kristal yapısını değiştirebilir. Kalın kaplamalar çoğu zaman kaçınılmaz olarak porözlüdür ve bu sebepten korozyon direncini geliştirmek için mühürleme işlemi (sealing process) uygulanır. Anodik filmlerin genel olarak çoğu boya ve

kaplamadan daha sağlam ve yapışkan oluşları çatlama risklerini düşürür [Henley, 1982].

3.2. Anodik Oksidasyonun Avantajları

Anodik oksidasyon sonrası yüzeyin ve taban alüminyum metalinin bazı özelliklerinde gelişmeler sağlanır bu gelişmeleri kullanım alanlarına bağlı olarak sınıflandıracak olursak;

•Koruma

Korozyon direnci; Anodik oksidasyon şartlarına (elektrolit tipi,işlem süresi, tespit işlemi gibi) bazı özelliklere bağlı olarak genel olarak korozyon direncini artırır. Atmosferik şartlarda, endüstriyel kullanım alanı olan uygulamalarda, denizcilik, havacılık gibi kullanım alanları korozyon uygulama alanlarına bağlı olarak yüzeyde oluşabilecek korozyonu engeller [Sheasby et al., 1987], [Henley, 1982].

Aşınma direnci; anodik oksidasyon sayesinde yumuşak olan taban metalinin yüzeyinde sert alümina tabakası oluşturulur. Bu tabaka aşınma direnci yüksek istenen kullanım alanlarında malzemeye sağladığı yüksek sertlik ile aşınma direncini artırmaktadır. Özellikle Hard anodising yapılan işlemlerle petrol tankları, pistonlar hidrolik silindirler gibi aşınma direnci yüksek uygulamalarda kullanılmaktadır [Sheasby et al., 1987], [Henley, 1982].

•Dekoratif

Boya tutma; dekoratif uygulamalarda özellikle mat renksiz yada parlak uygulamalarda genellikle elektrolit tipine ve alaşım tipine bağlı olarak uygulama alanı bulmaktadır. Yüzeyde oluşturulan oksit tabakasının yapısına bağlı olarak mat, parlak yada boya tutabilen yapılar geliştirilebilmekte bu sayede iç ve dış mimari uygulamalarda anodik oksidasyon işlemi uygulanmış alüminyum alaşımları kullanılmaktadır. Örneğin mat renk uygulamalarında %99.50-99.00 Alüminyum içeren alaşımlar sülfürik asit anodik oksidasyonu ile en çok kullanılandır. Yapıdaki Fe ve Si elementleri matlığı sağlamakta, daha parlak ve renksiz uygulamalarda ise saflık değeri yüksek alaşımlar kullanılmaktadır. Yüzeyde oluşan porlu oksit tabakası ile boya pigmentleri bu porların yapısına çok daha etkili tutunmasını sağladığı için en

etkili renkli kaplama oksidasyon işlemiyle oluşturulur. Ayrıca boya pigmentlerinin yapıya hapsolmesi tespit işlemi ile sağlandığından boya tabakasının çatlaması yüzeyden çıkması gibi hatalara neden olmaz [Sheasby et al., 1987], [Henley, 1982].

- Yalıtkan

Anodik Oksidasyon sonrasında oluşan oksit tabakası yalıtkan bir özelliğe sahiptir. Alüminyum oksit tabakasının sahip olduğu yalıtkanlık özelliği özellikle elektrik yalıtkanlığı gereken uygulamalarda kullanılmaktadır [Sheasby et al., 1987], [Henley, 1982].

Ayrıca tespit işlemi görmemiş anodik oksitlenmiş alüminyum alaşımları özellikle levhalar; litografik levha gazete dergi, afiş ve her türlü materyalin basımında kullanılmaktadır. Etiket ve baskı uygulamalarında tespit işlemsiz istenen yüzey pürüzlülüğüne sahip tespit işlemsiz anodik oksidasyon alüminyum levhalarda bu sayede kullanılmaktadır [Cankut, 1976].

3.3. Anodik Oksidasyon Ekipmanları

Anodik oksidasyon sırasında kullanılan ekipmanların bazı özelliklerinin olması gerekmektedir. Bu özellikler anodik oksidasyonun kalitesini ve özelliklerini etkilemektedir.

3.3.1. Anodik Oksidasyon Havuzu

Eloksal için birçok farklı malzemedan yapılmış havuzlar kullanılmaktadır. Bunlardan en çok kullanılanları kurşun, çelik, PVC ya da kauçuk ile kaplanmış kurşun hatta sahip tahta, kurşun hatta sahip beton ya da plastik malzemedan olan havuzlar kullanılmaktadır. Hatta kurşun kullanılan havuzlarda katot olarak da kullanılmaktadırlar. Kurşun ya da paslanmaz çelik gibi metal havuzlarda katotun konumu önem taşımaktadır. Aksi takdirde, hücre içerisinde kısa devre olmaktadır. Yapılan çalışmaların sonuçlarında metal havuz kullanıldığında bazı problemler ortaya çıktığı saptanmıştır. Bu problemlerden en çok karşılaşılan, anot ile katot arasındaki oranının yakalanmasındaki güçlütür. Ayrıca metal havuz komple iletken olduğundan beklenmedik elektrik akışları olduğu durumlarda, oksit tabaka

kalınlığının kontrolü zorlaşmaktadır. Oksit tabakasındaki kalınlık deęişimleri de renklendirme sırasında belirginleşerek farklı renk görünümlerine sebebiyet verir ki bu durum genellikle tercih edilmeyen bir durumdur. Genellikle anodik oksidasyon havuzunda PVC, polipropilen veya fiberglas gibi inert malzemeler tercih edilmektedir [Sheasby et al., 1987], [Charles, 2007].

3.3.2. Katot

Anodik oksidasyon işleminde kullanılan katotlar; alüminyum, kurşun, karbon, platin veya paslanmaz çelik olabilmektedir. Alüminyumun bu malzemeler arasında daha yüksek iletkenlik özelliğine sahip olması anodik oksidasyon için gerekli olan enerji gereksinimleri azalttığından kullanımının artırılmasına neden olmuştur [Sheasby, 1987]. Anodik oksidasyon (eloksal) prosesinde anot katot oranı çok önemlidir. Genellikle anot katot oranı 3:1 şeklinde en iyi sonuçlar vermektedir. Fakat 2:1 ve 2,5:1 oranında kullananlarda bulunmaktadır. Ayrıca katodun havuz içerisinde yerleşimi de çok önemlidir. Çözelti içerisinde katot parçasının anot parçasından daha derin yerde olmaması gerekmektedir. Eğer katot anoda nazaran daha derinlerde yer alırsa, anot malzemesinin alt kısımlarındaki oksit tabakasının kalınlığı aşırı şekilde oluşmaktadır. Bu da renklendirme aşamasında farklı renklerin görünmesine neden olmaktadır hem de efektif yüzey alanı kullanımı açısından problem yaratabilmektedir. Alüminyum katotlar için uygun alaşım ve temperleme koşulları da çok önemlidir. Anodik oksidasyon için tercih edilen en uygun alüminyum katot malzemesi; T-6 veya T-5 ısıl işlemleri uygulanmış 6063 ve 6101 kalite alüminyum alaşımlarıdır. Aşırı yaşlandırma ısıl işlemi olan T-52' ye maruz kalan alüminyum alaşımları asla tercih edilmemelidir. Ayrıca katot malzemesi ile anot malzemesi arasındaki uzaklığın belirli seviyelerde olması gerekmektedir. Aksi takdirde beklenmedik oksit tabaka kalınlıkları elde edilmektedir [Sheasby et al., 1987; Charles, 2007].

3.3.3. Elektrolit

Eloksal işleminde birçok çeşitte elektrolit mevcuttur. Endüstride en çok kullanılan elektrolitler ve elde edilen tabakalın özellikleri Tablo 3.1'de gösterilmiştir.

Tablo 3.1: Endüstride en çok kullanılan elektrolit çeşitleri.

Çeşitli Eloksal İşlemleri					
Elektrolit Tipi	Konsantrasyon (g/l)	Sıcaklık (°C)	Akım Yoğunluğu (A/dm ²)	Voltaaj (V)	Tabaka Kalınlığı (µm)
Sülfürik asit	150-200	18-20	1-2	12-22	5-30
Sülfürik asit	180-400	(-5)-(+5)	1,5-3	15-70	25-125
Sülfürik-Okzalik	160-180 /5-10	10-20	1,2-2,0	12-25	5-35
Kromik	30-100	25-55	0,1-1,0	30-70	2-8
Sulfosali-silik	60-70	18-25	2,0-3,0	35-75	15-35
Fosforik	120-250	20-30	1.0-2,0	30-120	1-30
Borik	40-50	70-100	1,0	50-5000	Max. 0,5
Tartarik	20-40	70-80	2,0	120-150	Max. 0,16

1927 yılında İngiltere’de ilk patenti alındığından beri anodik oksidasyon işleminde kullanılmaktadır. Birçok ülkede çeşitli varyasyonları şeklinde patentleri alınmıştır. İlk kullanıldığında %25 konsantrasyon derecelerinde kullanılırken zamanla %10-20 seviyelerine, oluşan tabakanın özelliklerine bağlı olarak düşmüştür. Tüm endüstri bu çözelti ile yapılan oksidasyon işleminde direk akım (DC) güç kaynağı kullanmaktadır. Standart işleminde akım yoğunluğu 1-2 A/dm², potansiyel ise 10-22 volt, banyo sıcaklığı ya da çözelti sıcaklığı 15-24 °C süre ise 60 dakikaya kadar olmaktadır. Anodizasyon işleminden sonra eğer isteniyor ise renklendirme daha sonra tespit işlemi gerçekleştirilerek işlem sonlandırılır [Sheasby et al., 1987].

Kullanım alanına bağlı olarak istenen özellikler sülfürik asit anodizasyonun da farklı koşullarda anodizasyonun yapılmasını zorunlu kılmıştır Tablo 3.2’ de görüleceği üzere farklı kullanım alanlarında farklı koşullarda sülfürik asit anodizasyonu verilmiştir [Sheasby et al., 1987]. Anodik oksidasyon sonucu oluşan yüzey tabakasının rengi ve kalınlığı oksidasyon sırasındaki koşulların yanında taban alüminyum alaşımının alaşım elementi kompozisyonuna da bağlıdır. Genellikle renksiz, saf bir yüzey elde edilir fakat yüksek mangan, silisyum içeren alaşımlarda sarımsı, grimsi veya taba rengi almaktadır. Kalınlık azaldığında transparanlık artmaktadır.

Tablo 3.2: Farklı Kullanım Alanlarındaki Ürünler İçin Sülfürik Asit Anodizasyonu Koşulları.

Ürün Tipi	Elektrolit Konsantrasyonu (kütlece % H ₂ SO ₄)	Elektrolit Sıcaklığı (°C)	Akım Yoğunluğu (A/dm)	Voltaj (V)	Yaklaşık film kalınlığı (µm)
Parlak	18-24	22-24	1,0-1,2	14-15	30-35
Mimari	15-18	18-22	1,4-1,8	17-20	40-50
Sert Anodizasyon	15-16	0-5	2,0-3,0	25-50	80+

Ayrıca Sülfürik asit elektroliti Al üzerinde aşındırıcı tesir ettiği için birleştirilmiş ya da kaynaklanmış parçalar için kullanılamazlar [Cankut, 1976].

- Kromik asit

Çoğunlukla kromik asit elektroliti % 3-% 10 oranındaki kromik asit, 25 °C ile 55 °C arası bir sıcaklıkta, 30 V ile 70 V değerleri arasında voltajlarda ve 30 ile 45 dk. arasında bir zamanda uygulanmaktadır. Kromik asit kullanılan anodik oksidasyon sonucu oluşan tabaka incedir (2-8 µm) ve sülfürik asit ile yapılan anodik oksidasyonla kıyaslandığında daha düşük aşınma direncine sahiptir. Özellikle korozyon direncinin artırılması istenilen savaş gemilerinin boya tabanlarında ve denizcilik alanlarında kullanılmaktadır [Hecker, 1994].

Kromik asit elektroliti kaynakla birleştirilen ve perçinlenerek monte edilen parçalarda kullanılabilir. Çoğu alaşım kromik asit ile anodizasyona uygundur. Yüksek silisyumlu kalıp döküm alaşımlarda ve yüksek bakır alaşımları hariç kullanılabilir. Standartta %5 Cu, %7 Si veya %7,5 alaşım elementlerinden daha yüksek alaşımlarda kullanılmaz. Ayrıca altlık malzemedeki yorulma direnci minimum düzeyde istenildiğinde bu tip anotlama tercih edilir. Ayrıca bu yöntemi avantajlı kılan korozyon korumasının iyi olmasıdır. Kromik oksidasyon kompleks ve zor durulanan parçalar için çok iyi bir seçimdir. Çünkü diğer anotlama metotlarında kullanılan sülfürik aside oranla, kromik asit daha az koroziftir. Yani kromik asit daha az korozyona neden olur. Ayrıca kromik asit eloksali alüminyum yüzeyinde bulunabilecek çatlak ve hataları gösterdiğinden uçak imali gibi önemli konuda bir bakıma kalite kontrol prosesi görevi yapar. Daha yüksek konsantrasyon (%10) daha

yüksek sıcaklık (50 °C) ve 40 V sabit akım şartlarında daha kalın ve opak tabaka elde edilir.

- Okzalik asit

İlk olarak Japonlar tarafından bulunan daha sonra Almanlar tarafından geliştirilen okzalik asit elektroliti ile anodik oksidasyon elektroliti % 3 oranında oksalik asit, 24 °C ile 35 °C arası bir sıcaklıkta, 30 ile 40 dakika arasında bir zamanda uygulanmaktadır. Alternatif akım veya doğru akım uygulanabilmektedir. Geleneksel olarak uygulanan sülfürik asit anodik oksidasyonuna kıyasla daha sert ve daha yüksek aşınma direncine sahip yüzeyler elde edilebilmektedir. Karakteristik olarak sarımsı bir renk oluşturmaktadır. Sülfürik asit elektrolitine göre daha pahalı bir yöntemdir içerdiği kimyasal ve güç kaynağı tüketimi açısından fakat çok inceden 60 µm ye ulaşan kaplama kalınlıkları elde edilebilmektedir. Genellikle sert anodizasyon kaplamalar elde edilmek amaçlı kullanılmaktadır [Sheasby et al., 1987].

- Fosforik asit

Fosforik asit elektroliti başlarda dekoratif uygulamalar için kullanıyorken daha sonra kısıtlı bir alanda litografik plakaların, etiketlerin boya tutma özelliklerini geliştirmesi amaçlı kullanılmaya başlanmıştır. % 12-% 25 oranında fosforik asit, 20 °C ile 30 °C arası bir sıcaklıkta, 30 V ile 120 V değerleri arasında voltajlarda ve 15 ile 30 dakika arasındaki bir zaman aralığında uygulanmaktadır. Anodik oksidasyon sonucu oluşan tabaka 1 µm ile 30 µm arasında değişmektedir. İşlem sonunda büyük porlar oluştuğu için çok kısıtlı bir kullanım alanı mevcuttur. Genellikle adhesif bağlayıcı olarak kullanılmaktadır [Sheasby et al., 1987], [Hecker, 1994].

- Borik asit

Borik asit elektroliti % 4-% 5 oranında borik asit, 70 °C ile 100 °C arası bir sıcaklıkta, 50 V ile 5000 V arasındaki voltajlarda uygulanmaktadır. Sıcak borik asit çözelti içinde yapılan anodik oksidasyon sonucu, ince ve poröz olmayan bariyer oksit tabakası elde edilmektedir. Bu elektrolit ile yapılan eloksal tabakası gözeneksiz bir yapıya sahip olduğundan, bunlara "bariyer elektroliti" adı verilir. Oksit tabaka kalınlığı maksimum 0,5 µm mertebesinde olmaktadır. Kapasitörlerde yalıtkan özelliğinden dolayı kullanılmaktadır [Hecker, 1994].

- Sulfirik/Oksalik asit

Sulfirik asit oksalik asit elektroliti % 16- % 18 oranında sulfirik/oksalik asit karışımı, 10 °C-20 °C sıcaklık aralığında, 12 V ile 25 V arasında uygulanmaktadır. Anodik oksidasyon sonucu oluşan tabakanın kalınlığı 5 µm-35 µm arasında değişmektedir. Yüksek akım yoğunluğunun kullanıldığı sulfirik/oksalik asit karışımı çözeltisinde çok yoğun sert oksit tabaka elde edilebilmektedir [Hecker, 1994].

- Organik asitler

90 g/l ile 100 g/l arasındaki oranlarda kullanılmaktadır. Ayrıca içerisine iletkenliği arttırması için sulfirik asit de eklenebilmektedir. 18 °C-20 °C sıcaklık aralığında ve 75 V değerlerine kadar uygulanabilmektedir. Koyu sarı, bronz veya siyah renk olarak elde edilebilen yüzeyler, özellikle mimari uygulamalarda tercih edilmektedir. Alaşım içeriğine ve uygulanan anodik oksidasyon içeriğine bağlı olarak farklı renkler elde edilebilmektedir. İkincil bir renklendirme işlemine ihtiyaç duyulmamaktadır. Oluşturulan oksit tabakası, kaplama işlemlerindeki gibi son derece sert ve yoğun bir şekilde oluşmaktadır. Tek bir aşamada istenilen özellikler elde edilebilmesinin yanında düşük enerji tüketimi, düşük araç-gereç maliyeti, renk esnekliğinin genişliği, düzgün renk dağılımı gibi nedenlerden dolayı yüksek oranda tercih edilmektedir [Hecker, 1994].

3.3.4. Soğutma ve Sıcaklık Kontrol

Anodik oksidasyon prosesi sıcaklığa karşı çok hassas olduğu için banyo sıcaklığı sıcaklık değiştiriciler veya soğutucular vasıtasıyla sürekli kontrol edilir. Anodik oksidasyon sırasında elektrolitin sıcaklığının kontrolü çok önemlidir. ±1 °C elektrolit sıcaklığı kontrol edilebilmelidir, oksit tabakasının özelliklerinin belirlenmesinde önemlidir. Banyo sıcaklığının artması, oksit tabaka kalınlığının azalmasına neden olur. Sistemden akım geçtiği için elektrolit sıcaklığı zamanla artar, elektrolit içerisinde gerçekleşen elektrokimyasal reaksiyonlar ekzotermik olduğu için elektrolitin sıcaklığı artar. Bu nedenle anodizasyon işlemi boyunca oluşan ısıyı ortamdaki uzaklaştırmak için soğutma yapılmalıdır. Elektrolit sıcaklığının çok artması akım yoğunluğunu arttırarak oksit/elektrolit arayüzeyinde meydana gelen çözünme oranını arttırır [Sheasby et al., 1987]. Yüksek elektrolit sıcaklığı oksit tabakasının

düzensizliğini bozmasının yanında mekaniksel özelliklerini düşürmektedir. Örneğin yüksek elektrolit sıcaklığı, yüzeyin hemen altında porları çok fazla miktarda büyütür, sertliğinin azalmasının yanında aşınma direncinin düşmesine de neden olmaktadır [Aerts et al., 2007]. Soğutma sistemleri elektrolitin içerisinde elektrolitin temas alanı içerisinde olduğunda sisteme zarar verebilmektedir. Örneğin kurşun borularla sağlanan soğutma mekanizmaları elektrik alanı etkilemekte ve farklı boyutlarda oksit tabakaları elde edilebilmekteydi ya da katot olarak kullanılabilirdi ve istenen uniform oksit tabakaları elde edilememekteydi. Yeni sistemler ile tankın ya da banyonun dışarıdan soğutulmasının elektrolitin sıcaklığının dışardan kontrolü daha verimli ve sağlıklı olmaktadır [Charles, 2007]. Bu elektrolit sıcaklık aralığını sabit tutmak için işlem sırasında havuz etrafında soğutma suyunun kullanılması gerekmektedir.

3.3.5. Karıştırma İşlemi

Karıştırma işlemi elektrolit için temel gereksinimlerden biridir. Düzenli bir oksit tabakasının oluşumu için düzenli bir ısı yayılımı gereklidir. Anodik oksidasyon sırasında ekzotermik bir reaksiyon gerçekleşmesi lokal olarak oluşan yüksek elektrolit sıcaklıkları oksit tabakanın mekaniksel özelliklerini düşürmektedir [Aerts et al., 2007]. Genellikle en çok kullanılan hava ile karıştırma, mekanik karıştırıcılardan yağ vs. gibi kirlilikler elektrolite karışmadan temiz bir işlem olmasından dolayı tercih edilir. PVC ya da polypropylene borularla tankın ya da banyonun tabanından bir kompresör yardımıyla elektrolitin içerisine hava gönderilerek karışım sağlanır. Karıştırma, debisi bir akış ölçer ile ayarlanabilen havayla yapılmaktadır. Aksi halde kontrolsüz olur, bu da film kalınlığında farklılıklara neden olabilir [Sheasby et al., 1987].

3.3.6. Güç Kaynağı

Anodik oksidasyonda kullanılan güç kaynakları hem alternatif akım hemde sabit akım sağlayarak kullanılmaktadır. Normal sülfürik asit oksidasyonunda max. 24 V potansiyel sağlayabilen güç kaynağı yeterlidir fakat kromik asit yada organik asitler ile yapılacak olan anodizasyonda 60 yada 70 V gereklidir. Ayrıca bariyer tipi oksit filmler elde edilmek istendiğinde sert anodizasyon için de yüksek potansiyel

sağlayabilen güç kaynaklarına ihtiyaç vardır. Güç kaynağı çeşitleri genellikle sabit akımlı yada sabit voltajlı yada ayarlanabilir sinyal çıkışları ve programlanabilir gibi özellikleriyle anodik oksidasyonu daha kontrol edilebilir hale getirirler [Sheasby et al., 1987], [Charles, 2007].

3.3.7. Askılar

Anodik oksidasyon banyolarında bağlantı elemanları ve askılar olarak en çok alüminyum ve titanyum malzemeleri kullanılmaktadır. Alüminyum askı kullanılmak istenildiğinde iki alternatif mevcuttur. Bunlardan biri anodize edilen alüminyum alaşım ile askı malzemesinin alaşımı aynı cinsten olması gerekmektedir. Yani alaşım tipi ve alaşım özellikleri aynı olmalıdır. Diğer bir alternatif ise, bakır içermeyen (2xxx) herhangi bir kalite alüminyum alaşımının seçilmesidir. 6063 ve 6061 alüminyum alaşımları askı malzemesi olarak mükemmel özelliklere sahiptir [Sheasby et al., 1987], [Henley, 1982], [Charles, 2007].

Askı malzemelerinin tamamen çözüldüğüden yalıtılması gerekmektedir. Aksi takdirde askı malzemesi de çözelti ile reaksiyona girerek hem yüzeyinde oksit tabakası oluşturur hem de anodik oksidasyon sonucunda malzeme üzerinde beklenen özelliklerin sağlanması güçleştirir. Yüzeyi kaplanmamış olan askılarda oluşan 12-15 µm oksit tabakaları elektrik iletkenliğini düşürücü özelliğe sahip olur [Henley, 1982]. Titanyum malzemesinden yapılmış askılar pahalı olmasına karşın çözelti içerisinde reaksiyona girmezler. Endüstride de çoğunlukla ticari saflıkta titanyum askılar ve ayırıcılar kullanılmaktadır. Herhangi bir şekilde yalıtma işlemine gerek duyulmamaktadır. Titanyumdan yapılmış askı malzemeleri düşük çözelti sıcaklığı ve yüksek voltajda yapılan sert anodik oksidasyon işlemi için uygun değildir. Titanyum düşük sıcaklıklarda düşük iletkenliğe sahip olduğundan ısınmaktadır ve bağlı olduğu alüminyum malzeme üzerinde yanıklara sebebiyet vermektedir [Henley, 1982], [Charles, 2007]. Ayrıca askıların dizaynları asılı olan alüminyum parçalarının birbirlerine sallanarak çarpmamasına ya da temas etmesine izin vermeyecek şekilde tasarlanmalıdır. Ayırıcı ya da askılar alüminyum malzemenin katoda eşit mesafede olacak şekilde durmasına olanak sağlamalıdır [Henley, 1982].

3.4. Anodik Oksidasyon İşlemi

Anodik oksidasyon işlemi birçok aşamadan oluşur. Bu aşamalar nihai ürünün özelliklerinin oluşumunda önem taşır. Genel olarak anodizasyona uğramış metalin özelliklerini alüminyumun alaşım tipi, eloksal öncesi işlemleri, anodizasyon işlemi esnasındaki özellikler ve anodizasyon sonrası işlemler belirler [Henley, 1982].

Örneğin alüminyum alaşım tipi olarak; yüksek oranda bakır içeren alüminyum alaşımlarında (2xxx serisi), yüksek oranda O₂ gazı oksit tabakaya girerek boşluklara neden olmaktadır. Bu yüzden anodik oksidasyon sonrası yetersiz bir anodik filmi tabakası oluşmaktadır. 2xxx serisi alüminyum alaşımlarının anodik oksidasyon sonrası elde edilen oksit tabaka yapısı, saf alaşımların anodik oksidasyon sonrası oksit tabakası ile karşılaştırıldığında korozyon dayanımını daha az olduğu bilinmektedir [Web 2, 1997]. Anodik oksidasyon ile üniform ve iyi bir görünüm elde etmek için yüzey hatalarından, bulanık görüntülerden ve renk ton farklarından kaçınılması gerekmektedir.

Birçok yüzey işlem prosesi öncesinde, yüzeyi hazırlamak amacıyla, "yüzey ön işlemleri (yüzey hazırlama)" uygulanır. Yüzey ön işlemleri ile, yüzeyin dekoratif görünümü değiştirilebileceği gibi, esas yüzey işleme oluşturulacak tabakanın iyi tutunması için yüzeyin tutunma kabiliyeti geliştirilebilir. Alüminyum alaşımlara uygulanan en önemli yüzey işlemlerden birisi olan "eloksal" (anodik oksidasyon / anodizasyon) öncesi yüzeyin hazırlanması büyük önem taşır [Web 2, 1997]. Bir anodik oksidasyon boyunca gerçekleşen işlemler aşağıdaki gibidir:

3.4.1. Yüzeyin Hazırlanması İşlemi

Anodik oksidasyon işleminde yüzeyin temiz olması çok önemlidir. Bu nedenle yüzeyin oksidasyondan önce bazı işlemlerle hazırlanması gerekir. Anodik oksidasyon öncesi ön işlemler genel olarak iki amaçla yapılır. Birincisi, üretimden gelen hadde yağı, gres yağı gibi organik maddelerin uzaklaştırılması, ikincisi oksit katmanı, pas ve diğer korozyon ürünleri gibi anorganik maddelerin uzaklaştırılmasıdır. Bu iki işlem duruma göre birkaç kez tekrarlanabilir.

Yüzeyin hazırlanması işlemi 2 ye ayrılır. Mekanik ön yüzey hazırlama ve kimyasal ön yüzey hazırlamadır.

3.4.1.1. Mekanik Ön Yüzey Hazırlama İşlemi

Mekanik işlemler arasında polisaj (parlatma), satinaj, çapak alma, veya kumlama gibi işlemler bulunur. Çapak alma ve kumlama gibi işlemler büyük parçalardan daha ziyade küçük boyuttaki parçalar için uygulanır. Bunlar, doğrama aksesuarları, kapı/pencere kolları, denizcilik sektöründe yat, tekne gibi araçlar için aksesuarlar ve çeşitli kullanımlar için döküm parçalar gibi ürünlerdir. Polisaj ve satinaj işlemleri ise genellikle profillere uygulanır. Polisaj işleminde özel tekstilden (bez) yapılan fırçalar, satinaj işleminde ise paslanmaz çelik tellerden yapılan fırçalar kullanılır. Yapılacak işin kapasitesine ve yüzey kalitesine göre imal edilmiş, 2-4-6-8 sıra paslanmaz çelik ve özel plastik fırçalara sahip satinaj makineleri kullanılarak profiller, kullanılan makineye göre tek tek veya birkaçı bir arada olacak şekilde işleminden geçirilir. Polisaj işleminde de, makina tipine bağlı olarak katı veya sıvı bir cila kullanılır. Yapılacak işin kapasite ve durumuna göre iki veya tek fırça takımlı yarı otomatik polisaj makinaları katı veya sıvı polisaj (parlatma) cilası kullanabilir. Kullanılacak fırça cinsi de yapılacak işe göre seçilir. Polisaj işlemi sonunda parlak bir yüzey elde edilir. Satinaj işlemi sonucunda ise, özellikle ekstrüzyon çizgilerini kamufle etme, kaybetmek amacına yönelik, kullanılan fırça tellerinin kalınlığına bağlı olarak, yüzeyde hafif çizgiler ve hatlar oluşturulur. Gerek küçük parça, gerekse de profillere uygulanan bir başka işlem de zımparalamadır. Zımparalama ile özel zımpara şeritleri kullanılarak, zımparanın grid (tane) büyüklüğüne bağlı olarak, yüzeyde sade veya çeşitli tekstür görüntüleri oluşturulur. Zımpara ile alüminyum temas yüzeyinde sıvı veya katı bir yağlayıcı olması gerekir. Bütün mekanik işlemlerin sonucunda, yüzeyden kaldırılan metal tabakası ve kullanılan cila ya da yağlar nedeniyle yüzeyde bir miktar yağı parça kalıntıları yapışıp kalabilir. Bu işlem sonrası kalıntılar, yağ alma banyolarındaki kimyasallarla temizlenebilir. Kumlama işlemi ile mat yüzey eldesindeki kostikleme işleminin süresi 5-10 kat azalmakta ve böylece kimyasal sarfında, atık su arıtımında ve ısıtma enerjisinde tasarruf sağlanmaktadır.

Bu işlem ile yapıda kazanılan en önemli özellik, kostikleme ile yapılan matlaştırma sonrasında ortaya çıkabilen yapısal çizgi ve galvanizleme etkisi gibi yüzey kusurları, kumlama işleminde görülmemektedir [Web 2, 1997].

3.4.1.2. Kimyasal Ön Yüzey Hazırlama İşlemi

Kimyasal önışlemler, üründe istenilen yüzey görünümüne göre seçilir. Mat yüzey elde etmek için sodyum-hidroksit içeren eriyiklerde dađlama (kostikleme) yapılır. Ayrıca, paslanmaz çelik mini bilyelerin kumlama işleminde özel bir makine tarafından alüminyum yüzeyine püskürtülmesiyle mat yüzey elde edilmektedir. Kostikleme ile elde edilen mat yüzeyde görülebilen yapısal çizgiler (structural streaking) ve galvaniz görüntüsü gibi dađlama kusurları kumlama yöntemiyle elde edilen mat yüzeyde görülmez. Bu nedenle günümüzde kumlama yöntemi daha çok tercih edilmektedir. Parlak yüzey eldesi için de asit içeren eriyiklerle kimyasal daldırma veya elektrokimyasal parlatma metodları uygulanır. Parlatma için kullanılan eriyiklerde, fosforik, sülfürik, nitrik, kromik asitlerin tamamı veya birkaçı bulunabilir. Kimyasal önışlemler, birkaç etaptan oluşur. Matlaştırmaya yönelik kostikleme veya parlatma işlemlerinden önce, yüzeye aşındırıcı tesirde bulunmayan bir temizleyici (yađ alma) işlem uygulanır. Kostikleme veya parlatma işlemini ise, yüzeyde oluşacak reaksiyon kalıntılarını temizlemeye yönelik bir asitle temizleme işlemi takip eder. Asitle temizleme (desmut) eriyiklerinde nitrik asit ve florürler bulunabilir [Web 2, 1997]. Her kimyasal işlem banyosundan sonra durulama banyosu vardır. Kimyasal işlemlerden sonra malzemenin süzülmesi ve dolayısıyla da banyolara kirlilik taşınmaması açılarından özen gösterilmesi önemlidir.

3.4.1.2.1. Yađ alma

Genellikle, yađ alma eriyikleri, su-esaslı eriyikler olup, karbonat, fosfat, ıslatıcı ajan ve bazen de bir kompleks yapıcı içeren bazik eriyiklerdir. Oda sıcaklığında çalışan, bazı hidrokarbon eriticiler içeren organik esaslı yađ alıcılar, özellikle mekanik yöntemle parlatılmış yüzeylerdeki polisaj cilasını temizlemekte yetersiz olurlar. Ayrıca, atık su içinde bulunacak hidrokarbonlar nedeniyle de tercih edilmezler.

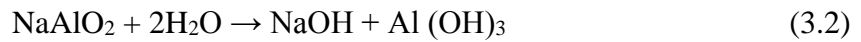
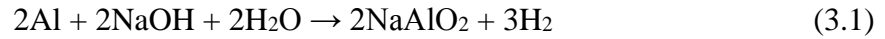
3.4.1.2.2. Aşındırma (Dađlama/Matlaştırma)

Alüminyum yüzeyinin matlaştırılması için genelde sud-kostik içeren eriyikler kullanılır ve bu işleme “kostikleme”, “dađlama”, “matlaştırma” denilmektedir.

Kostik banyosu, dekoratif ürünler için %4-10 yada daha fazla kostik soda (NaOH) içeren 40-90 °C arasında kullanılarak çalışmaktadır. İlave yağ çözücü yada kimyasallarla birlikte genellikle 60 °C civarında çalışır [Sheasby et al, 1987]. Reaksiyon sonucunda, yüzey alanının her metrekaresinden 80-120 gr alüminyum çözünerek eriyiğe geçer. Eriyiğe geçen alüminyum denge konsantrasyonunu aştığında, banyo dibine çökelir. Kostik banyolarında, alüminyum konsantrasyonu önemlidir ve kontrol edilmelidir. Eriyik içindeki serbest sodyum hidroksitin alüminyuma oranı, banyo dibinde çökelti oluşmaması yönünden büyük önem taşır. Yüzeyde, "galvaniz" etkisinin görünmemesi için, matlaştırma banyosunun çinko konsantrasyonu da gözaltında tutulmalıdır [Web 2, 1997].

Kimyasal matlaştırmanın daha kısa sürede yapılması, eloksal işleminden önce "kumlama prosesi" ile mümkün olmaktadır. Böylece hem kostikle dağlama süresinden, hem de kullanılan kimyasallardan (işlem ve endüstriyel atıksu arıtımı için) tasarruf sağlanmakta ve eloksal sonrasında ortaya çıkabilen yapısal çizgi ve galvaniz görüntüsü engellenmektedir [Web 2, 1997].

Dağlama işlemiyle yüzeye mat bir görüntü verilir. Teorikte dağlama solüsyonu içerisinde meydana gelen reaksiyonlar sırasıyla, dağlama reaksiyonu, sodyum alüminatın çözünme reaksiyonu ve alüminyum hidroksitin ayrışma reaksiyonu olmak üzere, aşağıda verilmektedir [Web 1, 2012], [Cook et al., 1995].



Dağlama işleminde sodyum hidroksit bazlı solüsyonlar kullanılarak metal yüzeyler dağlanır ve yüzeye mat bir görüntü verilir. Solüsyon ile alüminyum yüzeyi arasındaki reaksiyon, farklı elektrokimyasal özelliklere sahip alüminyum matris ve disperse olan intermetalik bileşiklerine bağlıdır. Bunun en tipik örneği galvanize olmuş saçlardır. Çinko kaplama çeliğe nazaran elektrokimyasal olarak daha aktif olduğundan çelikten önce tercihen çözülerek onu kimyasal etkilere karşı korumaktadır.

Dağlama oranı; solüsyon içerisindeki kostik soda (NaOH-sodyum hidroksit) konsantrasyonuna, sıcaklığa ve Al^{3+} iyonlarına bağlıdır. Eğer Al^{3+} iyonları yüksek konsantrasyon miktarına ulaşırlarsa solüsyonun etkinliği azalmaktadır. Çözelti içerisindeki diğer iyonların varlığı da yüzeyde hatalara neden olmaktadır. Çözeltiyi kirleten iyonlarla başa çıkmanın yolu, sürekli bir kontrole, etkinliğini azalan çözeltinin yerine yenisi ilave edilmesidir.

Dağlama aşamasında son ürünün görünüşü belirlenmektedir. Eğer dağlama işlemi yeteri kadar yapılmazsa, sonraki işlemler olan eloksal veya renklendirme işlemlerinin malzemeye bir katkısı olmayacaktır [Furieux, 2006].

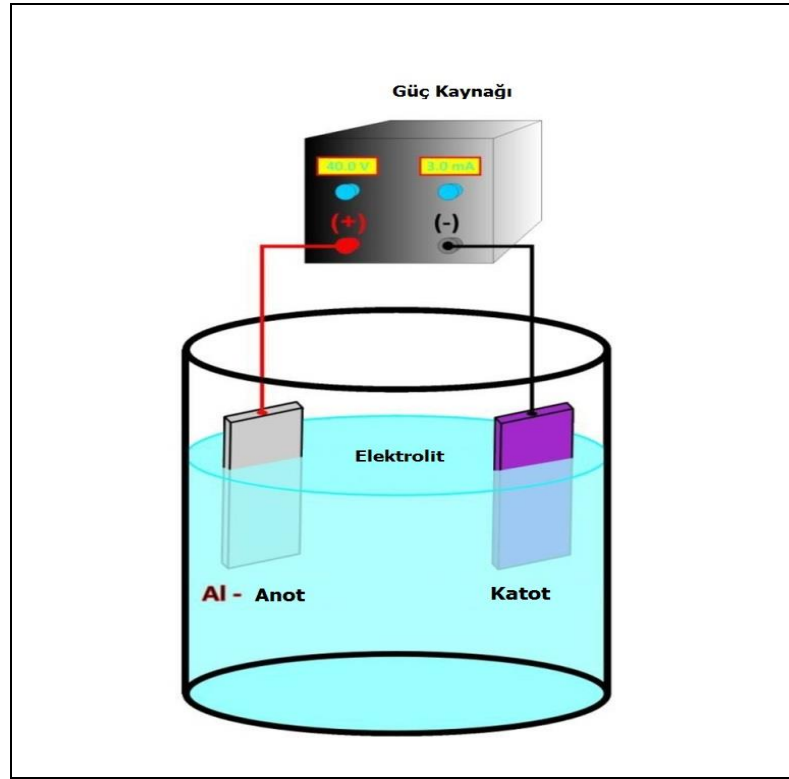
3.4.1.2.3. Nötralizasyon

Dağlanan parçalar asidik bir banyo içerisine daldırılır. NaOH (sodyum hidroksit) içerisinde çözünmeden kalan yüzey tortuları bu asit çözeltisi içerisinde çözünmeye uğrarlar. Daldırma işlemiyle Al yüzeyinde oluşan reaksiyon ürünlerinin giderilmesi sağlanır. Ayrıca asit deoksidan ile anodik oksidasyon banyosunu kirleten alüminyum alaşım metalik bileşenleri (bakır, demir, mangan, silisyum) uzaklaştırılır. Eğer bu metalik bileşenler solüsyondan uzaklaştırılmazsa bitmiş ürünlerinin yüzeyinde karamsı bir filme neden olmaktadır [Hecker, 1994], [Furieux, 2006]. Bu amaçla en yaygın kullanılan banyo, oda sıcaklığında çalışan ve hacimsel olarak %30-50 konsantrasyonda nitrik asit içeren banyodur. 6063 alaşımının kostikle matlaştırılmasından sonraki yüzey temizliği için, sülfürik asit içeren atık eloksal eriyiği de kullanılabilir. Bu eriyiğe, düşük konsantrasyonda bir oksitleyici asit veya bileşik ilave edilmesi, alüminyum yüzeyinde korozyon oluşmaması için önerilmektedir. [Web 2, 1997].

3.4.2. Anodik Oksidasyon İşlemi Uygulanması

Adından da anlaşıldığı gibi Alüminyum parçalar, yani elokse edilecek, “anodik oksidasyona” tabi tutulacak parçalar anoda asılır. Alüminyum, doğru akım güç kaynağının pozitif ucuna (anoda) bağlanır. Kaynağın negatif ucuna (katoda) ise, kurşun, paslanmaz çelik, platin, nikel ya da anodizasyon banyosu ile reaksiyona

girmeyecek (inert) herhangi bir iletken bağlanır. Şekil 3.1’de anodik oksidasyon işlemi şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 3.1: Anodik oksidasyon prosesi şematik gösterimi.

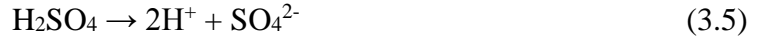
Şekil 3.1’de anodizasyon banyosundaki asidik çözelti içinden elektrik akımı geçirilmesiyle, anottan katota doğru elektron akışı başlar ve çeşitli kimyasal reaksiyonlarla beraber metal yüzeyde ince bariyer oksit tabakası, onun üzerinde de gözenekli ve kalın oksit tabakası gelişir [Berk, 2004], [Sheasby et al., 1987], [Henley, 1982].

Katot ve anot arasında hareket eden elektrik akımının elektrolitin içerisindeki örneğin sülfürik asidi parçalamasıyla iki alüminyum iyonu ile üç oksijen iyonunun birleşmesi ile alüminyum üzerine Al_2O_3 (Alüminyum oksit) oluşması kısaca eloksal tabakasının oluşma reaksiyonudur.

Bu reaksiyon esnasında hidrojen gazı ortaya çıkar.



Anodik oksidasyon hücresi içerisine akım verildiğinde sülfürik asit ve su ayrışmaya başlar. Eşitlik (3.5) ve eşitlik (3.6) da ayrışma reaksiyonları verilmiştir.



Parçalanma sonucu oluşan H^+ iyonları + yüklü oldukları için eksi yüklü katoda giderek hidrojen gazına indirgenir. İndirgenme reaksiyonu eşitlik (3.7)'de verilmiştir.

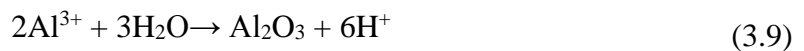


Bu arada negatif yüklü anyonlar (hidroksit(OH^-), sülfat(SO_4^{2-}), oksit (O_2^{2-})) artı yüklü anoda doğru yönelirler. Akımın anot ve katotdan geçmesiyle oluşan elektriksel yük, alüminyum metalinin çözünerek pozitif yüklü alüminyum iyonları (Al^{3+}) oluşturmasına neden olur. Oluşan Al^{3+} iyonları yüzeyde oksit/hidroksit iyonları ile reaksiyona girerek alüminyum oksit formu oluşturmaktadır. Anotta gerçekleşen reaksiyonlar, hem metal/oksit ara yüzeyinde hem de oksit/elektrolit ara yüzeyinde gerçekleşmektedir. Şekil 3.2'de şematik olarak gösterilmiştir. Oksit oluşumu bir yandan devam ederken diğer bir yandan da çözünmesi olarak devam etmektedir [Web 3, 2002], [Web 4, 2012], [Thompson et al., 2002]. Buna göre oluşan reaksiyonlar eşitlik (3.7), eşitlik (3.8) ve eşitlik (3.9)'da ki gibidir [Web 3, 2002].

Metal/oksit ara yüzeyinde oksijen anyonları ile alüminyumun reaksiyonu eşitlik (3.8)'de gösterilmiştir.

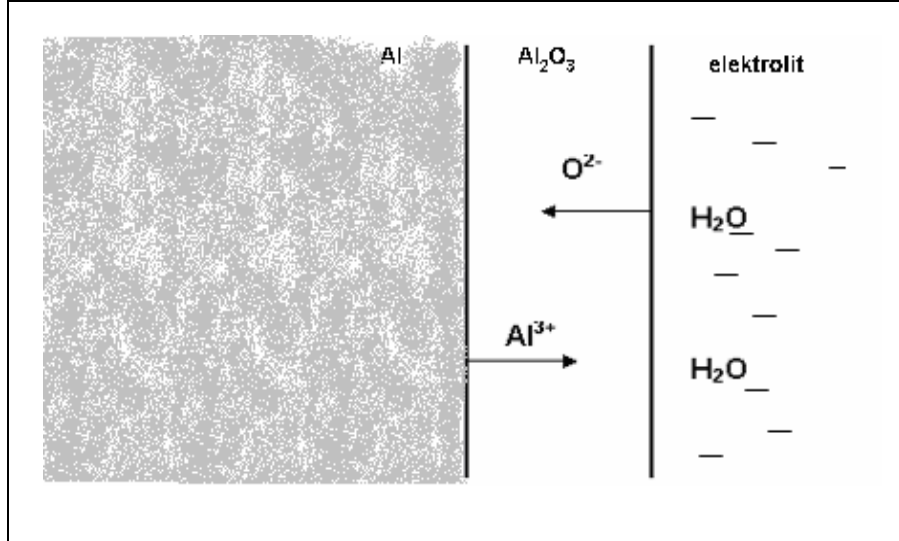


Oksijen anyonları metal/oksit arayüzeyinden içeriye doğru girerek, alüminyumla reaksiyona girer ve oksit oluştururlar. Oksit/elektrolit ara yüzeyinde alüminyum katyonları ile suyun reaksiyonu eşitlik (3.9)'da gösterilmiştir.



Alüminyum katyonları anottan dışarı doğru hareket ederek, oksit/elektrolit ara yüzeyinde suyla reaksiyona girer ve yüzeyde oksit oluştururlar.

Alüminanın elektrolit içerisine çözünme reaksiyonu eşitlik (3.10)'da gösterilmiştir.



Şekil 3.2: Oksit tabakasından iyon geçişinin şematik görünümü.

Şekil 3.2' de görüldüğü üzere Al³⁺ ve O²⁻ iyonlarının geçişleri metal oksit ara yüzeylerinde meydana gelmektedir [Web 3, 2002].

Oksit tabakanın dış kısmının % 12-15'lik bir kısmında sülfat iyonları (SO₄²⁻) mevcuttur. %15'lik kısmında H₂O ve %72'lik kısmını Al₂O₃ oluşturur [Sheasby et al., 1987]. Sülfat iyonlarının oksit yapısı içerisinde oran olarak azlığı, O²⁻ ve Al³⁺ iyonlarının SO₄²⁻ ne nazaran hareketliliklerinin fazla oluşundandır. Sülfat iyonlarının varlığı hidrojen iyonlarının hareketini kolaylaştırmakta ve hücre potansiyelini azaltmaktadır [Web 4, 2012]. Fakat oksit kompozisyonu içerisinde Al₂O₃, (SO₄²⁻), H₂O ve Al₂(SO₄)₃ miktarı tamamen elektrolitin ve sonrasında yapılacak olan tespit işlemini kompozisyonuna ve özelliklerine bağlıdır [Sheasby et al., 1987].

Eloksal çoğunlukla % 15'lik sülfürik asit çözeltisinin içerisinde, 18-20 °C arasında uygulanmaktadır. Elektroliz sırasında ısı ortaya çıkar ve elektrolitin sıcaklığını sabit tutmak için bu ısının işlem ortamından alınması elektrolitin soğutulması gerekir. Tüm elektrokimyasal reaksiyonlarda olduğu gibi, yüzeyde oluşturulan oksit tabakası akım ve zamanın bir fonksiyonu olarak değişmektedir.

Anodizasyon, alüminyumun metalik görünüşünün korunduğu tek yüzey işlemidir. Anodik kaplamalar küçük ve muntazam gözeneklidir. Gözenek boyutu genelde anodizasyon voltajına bağlıdır ve tipik olarak 1 nm/volt mertebesindedir. Değişik elektrolitlerin kullanımı 10~250 nm çapında gözenek elde etmeyi mümkün kılar. 102-105/m² düzeyinde gözenek yoğunluğu elde edilebilir ve 100 µm'a erişen kalınlıkta anodik kaplamalar üretilebilir [Sheasby et al., 1987].

Ayrıca eloksal işleminde katodun konumu da çok önemlidir ve genellikle büyük kesitler olarak tercih edilir.

Asit konsantrasyonu ve alüminyum miktarı titrasyon işlemiyle belirlenmektedir. Çözelti klor, flör, demir, bakır gibi kirleticilerden uzak tutulmalıdır. Çözeltideki alüminyum miktarı yaklaşık olarak 5 g/lt ile 15 g/lt arasında olmalıdır. Daha yüksek konsantrasyonlar da eloksal için gerekli olan voltaj değeri artar ve artan voltaj değeri de banyonun ısınmasına neden olur. Daha düşük konsantrasyonlar da ise çözelti içerisindeki iletkenlik azalmaktadır [Hecker, 1994].

Anodik oksidasyon tabakasının oluşum mekanizması, metal yüzeyindeki filmin katman şeklinde kaplanması değil oksitlenmesidir. Metal bir yandan yüzeyden çözünürken bir yandan oksitlenir [Furneaux, 2006].

3.4.3. Renklendirme

Eloksal işleminden sonra renkli yüzey istenen durumlarda renklendirme işlemine geçilir. Elektrolitik renklendirmede banyo kimyasalı olarak bazı metal tuzlarının sulu çözeltisi kullanılır ve elektroliz yoluyla renklendirme yapıldığından banyo çevresinde ve orta bölgesinde katotlar bulunur. Genellikle alüminyum banyoya konulduğunda alternatif akım kullanılır. Çözelti içindeki metal iyonları harekete geçerek eloksal tabakasına nüfus ederler. Bu yöntemde absorpsiyon yerine elektriksel güç kullanıldığından renk verici pigmentler tabakanın en derin sınırına yüzey ile eloksal tabakası ara sınırına kadar inerler. Böylece, elektrolitik yöntemle elde edilen renkler daldırma yöntemi ile elde edilen renklere oranla fiziksel ve kimyasal etkilere karşı çok daha dayanıklıdır. En çok kullanılan elektrolitik renklendirme banyosu kalay sülfat ile hazırlanan anolik renklendirme banyosudur. Kalay banyosunun en büyük avantajı üniform akım dağılımıdır. Elektrolitik renklendirme işleminde renk tonlarında farklılık olmaması için başlangıçtan itibaren dikkat edilmesi gereken iletkenlik ve kontaklama iyi olmalı, montaj malzemeleri yani

askılar ve kelepçeler alüminyumdan yapılmış olmalı ya da titanyum, kontrollerin hassas olması için elektrolitin kimyasala yapısı standart olmalıdır. Üniform bir renk elde edebilmek için eloksal tabakasının homojen olması gerekmektedir. Renklendirmeden sonra akım kesilir kesilmez en kısa sürede numuneler elektrolitten çıkartılmalı ve fazla bekletilmeden nötr suda yıkanmalıdır [Sheasby et al., 1987].

3.4.4. Tespit İşlemi

Renklendirme işleminin ardından tespit işlemi oksit tabakasında oluşan gözenekli yapıda gözeneklerin kapatılarak boya pigmentleri varsa daha uzun süre tutma, korozyon ve aşınmaya karşı daha dayanıklı bir yapı elde etmek amacıyla yapılır. Tespit işleminde en basit olanı ve genel kullanılanı olarak 90-100 °C aralığında sıcaklığa sahip deionize su içerisine 20-30 dk. süresince batırılmasıdır. Tespit işlemi sırasında oksit tabakanın hidrotasyona uğradığı Al_2O_3 'un bir kısmının monohidrata bohemit-alümina ($\alpha-Al_2O_3 \cdot H_2O$) yapıya çevrilmesinin tabakadaki gözenekleri kapattığı belirlenmiştir [Cankut, 1976], [Furneaux, 2006], [Web 4, 2012]. Tespit işlemi sırasında gerçekleşen reaksiyon eşitlik (3.11)'de verilmiştir.



Bohemit alümina ($Al_2O_3 \cdot H_2O$) sert ve saydam bir yapıdır ve alüminaya (Al_2O_3) nazaran hacimce daha büyüktür. Bohemit yapısının oluşması esnasında hacim büyümesinden dolayı porlar kapanmaktadır [Furneaux, 2006].

Eloksal yapılmış yüzeylerin korozyona dirençleri, tespit işlemine bağlıdır [Hao, 2000]. Tespit işlemi yetersiz bir sürede gerçekleşirse, porlar yeterince kapanamaz ve korozyona karşı direnç azalır. Yapılan çalışmalara göre, eloksal uygulanmış yüzeylerin tespit işlemi 15 dakika olduğu durumlarda H^+ ve Cl^- iyonların sebep olduğu oyuklanma korozyonuna karşı direnç artmaktadır. Tespit işlemi genel olarak 2 farklı yöntemle yapılmaktadır [Hecker, 1994], [Furneaux, 2006].

3.4.4.1. Sıcak (Hidrotermal) Tespit

Sıcak tespit işlemi kaynama derecesindeki saf su ile uygulanmaktadır. Suyun pH değeri yaklaşık 5,5-6,5 arasında bulunmalı (asetik asit/amonyak kullanılarak

ayarlanır) ve eloksal kalınlığının her mikronu için 2 dakika beklenmelidir. Bazı katkı maddeleri ile bu süre mikron başına 1 dakikaya kadar indirilebilir. Bu maddeler genellikle Nikel esaslı bileşiklerdir, bununla birlikte daha çevreci zararsız maddeler de geliştirilmektedir.

İyi bir tespit işlemi sonrasında, eloksal tabakasının yüzeyinde beyaz bir toz tabakası oluşur. Bu tabakanın silinerek temizlenmesi zahmetli bir işlem olduğundan, tespit banyosuna ilave edilecek bazı maddeler ile önlenmesi tercih edilmektedir. Ancak, tespit işlemi kalitesinin bozulmaması için, bu katkı maddelerinin miktarı ve ilave zamanı dikkatle takip edilmelidir. Daha ender kullanılan bir sıcak tespit işlemi yöntemi de "su buharı" kullanmaktır [Hancı, 2009].

3.4.4.2. Soğuk (Emprenye) Tespit

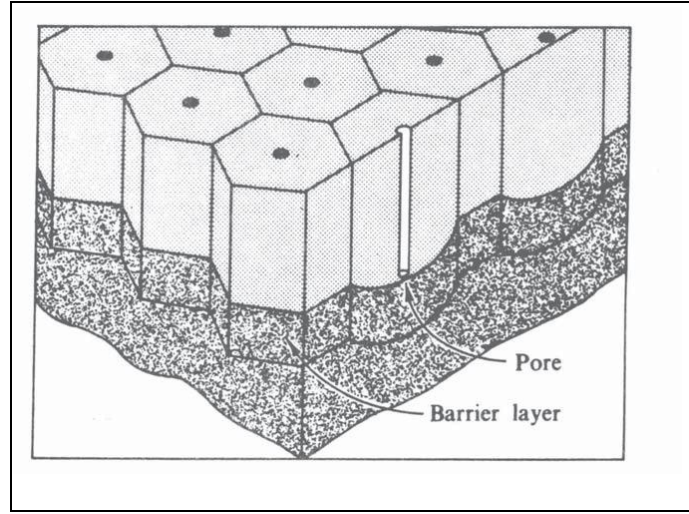
Bu metotta, deiyonize su ile birlikte nikel sülfat veya nikel florür esaslı kimyasal bileşiklerin oluşturduğu bir çözelti kullanılır. İşlem sıcaklığı 20-30 ° C, süresi mikron başına bir dakikadır. Ancak, yapılan testler ve tecrübeler sonucunda, soğuk tespit, sıcak tespit kadar iyi sonuç vermediğinin anlaşılması üzerine, soğuk tespitten sonra, 60-70 ° C sıcaklıkta bulunan su banyosunda tutulması ile daha iyi sonuçlar elde edildiği anlaşılmıştır. Soğuk tespit, banyonun kontrolü, özellikle natürel (beyaz) eloksaldaki renklenme oluşmaması açısından (yeşil), önem taşır.

Eloksal tespit işleminin sıcak veya soğuk işlemlerden hangisi ile yapılacağı, enerji ve kimyasal madde maliyetlerinin kıyaslanması, kalite faktörü ve tesisin günlük çalışma saati göz önünde tutularak belirlenmelidir [Web 2, 1997].

3.5. Anodik Oksidasyon Yapısı

Anodik oksidasyon sonucu oluşan oksit film 2 tabakadan oluşmaktadır. En üst düzeyde porlu alüminyum metalinin tabanına doğru büyüyen ince yoğun ve yalıtkan tabaka, diğeri ise çeşitli farklı isimlerle adlandırılan aktif, bariyer tabaka denilen çok ince yaklaşık toplam film tabakası kalınlığının yüzde 0,1 ile 2 si arasında kalınlığa sahip tabakadır. Bu tabakanın kalınlığı anodik oksidasyonun yapıldığı elektrolitin tipine, işlemin şartlarına bağlıdır. Bariyer tabakası aynı atmosferik koşullarda oluşan doğal alüminyum oksit tabakası gibi oluşur üzerindeki porlu tabaka ise kimyasal

kompozisyonu ile ayrılmıştır [Sheasby et al., 1987]. İdeal bir anodik oksit tabakası yapısı şematik gösterimi Şekil 3.3’de gösterilmiştir.



Şekil 3.3: İdeal anodik oksit tabakası şematik görünümü.

Anodik oksit tabakası Şekil 3.3’de görüldüğü gibi, metal üzerinde meydana gelen çok ince, gözeneksiz bariyer tabaka ve onun üzerinde gelişen daha kalın, gözenekli bir yapıdadır [Runge et al., 2000], [Web 5, 2006].

Yüksek sıcaklık ve düşük akım yoğunluklarında ya da düşük elektrolit konsantrasyonlarında uygulanan anodizasyon sonucu yüzeyde ince ve poröz bir oksit tabakası oluşurken, bunun aksine düşük sıcaklık ve yüksek akım yoğunluklarında ise sert ve yoğun bir oksit tabakası oluşmaktadır [Henley, 1982], [Web 3, 2002].

3.5.1. Anodik Oksidasyon Tabakasının Gelişimi

Anodik oksidasyon başlar başlamaz ilk olarak bariyer tabakası oluşur. Bariyer tabaka kalınlığı, 20 °C’de %15’lik sülfürik asit elektroliti ile gerçekleştirilen anodizasyonda, yaklaşık 4,5 saniye içinde maksimum değerine ulaşacak şekilde hızla artar. Bu süreçte elektrolitin çözme hızı, tabakanın oluşma hızını geçer. ~25 sn. sonunda kalınlıktaki değişiklikler sona erer ve anodizasyonun kalan süresi boyunca bariyer tabaka kalınlığında herhangi bir değişme olmaz [Sheasby et al., 1987].

Bariyer oksit tabakasının oluşumundan sonra “poröz oksit tabakası” oluşmaya başlar. Bariyer oksit tabakası sahip olduğu yüksek elektriksel direncinden dolayı,

elektrolit hücre içerisinde uygulanan voltajı azaltmaktadır. Bu aşamadayken oksit tabakasının kalınlığı ancak maksimum 1 µm mertebelere kadar ulaşmaktadır. Dielektrik stabilitesi bariyer oksit tabakasının daha fazla büyümesine izin vermemektedir. Dielektrik stabilitesi kullanılan elektrolite ve uygulanan voltaja bağlı olarak değişmektedir. Bariyer tabakanın kalınlığının artmamaya başlamasından sonra, tabakada kanallar, boşluklar oluşmaktadır ve elektrik alan kanalların arasından iyonların geçmesini sağlayarak poröz oksit oluşumuna neden olur [Amin et al., 2002]. Poröz oksit tabakasının asit çözeltisi ile çözünme reaksiyonu eşitlik (3.12)'de verilmiştir.



Bu reaksiyon sonrasında Al^{3+} iyonları çözeltiliye geçerler. Anotta oluşan reaksiyon sonucu H^+ iyonları oksit tabakası yanında yüksek konsantrasyona sahiptir [Web 4, 2012]. Anodizasyon da elektrolit sıcaklığın artmasıyla akım yoğunluğu da artar. Yalnız bu akım yoğunluğunun artmasıyla oluşan filmin kalınlığının sürekli artması anlamına gelmemektedir. Çünkü elektrolit sıcaklığının artmasıyla aynı zamanda elektrolit/oksit ara yüzeyinde çözünmeler meydana gelmektedir [Sheasby et al., 1987], [Henley, 1982], [Web 3, 2002]. Eğer elektrolit sıcaklığı çok artarsa, elektrolit/oksit ara yüzeyindeki çözünme hızı oksit oluşumundan daha fazla olmaktadır [Thompson et al., 1999]. W. Baumann bariyer tabakasında oluşan çözünmeyi hipotezinde kaplama oluşmaya başladığında tabakanın altındaki kısımda kalan bölgeye aktif tabaka demiştir. Gözeneklerin altındaki aktif tabaka üzerine bir buhar filmin varlığını öne sürmüştür. Bu bölgede akımın geçişiyle oluşan ısıdan kaynaklı, oksijen iyonları akımın oluşturduğu sıcaklık ile birlikte gaz-elektrolit ara yüzeyinde yeterli potansiyel sağlandığı sürece oksijen iyonları bu aktif taban noktalarından zig-zaglar çizerek akımı taşıyıcı olur, alüminyuma ulaşır, oluşurken çözünmeler meydana getirerek gözenekler oluşturur [Sheasby et al., 1987]. Oksit tabaka kalınlığı, oksit tabaka sertliği ve oksit tabaka kompozisyonu, elektrolit cinsi, elektrolit sıcaklığı ve uygulanan voltaja bağlı olarak değişmektedir. Her bir parametre birbiriyle ilişkili olduğundan herhangi birinin değiştirilmesi sonucunda farkı özellikte oksit tabakaları elde edilebilmektedir [Charles, 2007].

Anodik oksidasyon sonucu yüzeyde oluşan alümina susuz amorf yapıdadır (γ - Al_2O_3 veya γ' - Al_2O_3). Amorf yapı, tetrahedral yapıda AlO_4 ve oktahedral yapıda

AlO_6 yapılarının karışımı şeklinde oluşmaktadır. Kristal yapıdaki alümina ancak 400 °C'nin üzerinde elde edilebilmektedir [Amin et al., 2002]. Kristal yapıdaki alümina birçok farklı formda olabilmektedir. Kimyasal formül olan $Al_2O_3.(H_2O)_n$ deki n değeri, 0 ile 3 arasında değer almaktadır. Gibsit (α - $Al_2O_3.(H_2O)_3$) ve Bohemit (α - $Al_2O_3. H_2O$) formları ısıtma işlemleriyle geçiş alümina minerallerine çevrilebilir. Korondum (α - Al_2O) bu alümina formları arasında termodinamik açıdan en kararlı yapıdır ve 1100°C üzerinde herhangi bir geçiş minerali formuna geçmeden oluşmaktadır. Bohemit (α - $Al_2O_3. H_2O$) formu ise 400 °C ile 500 °C arasındaki sıcaklıklarda düzensiz γ - Al_2O_3 yapısına dönüşmektedir [Kabalka et al., 1997].

3.5.2. Bariyer Tabaka

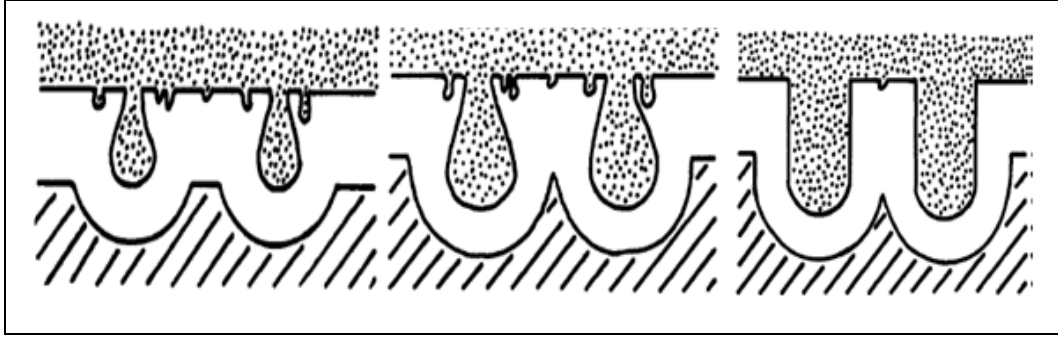
Bariyer tabakası gözeneksiz elektrik akımını sadece çok ince olması ve iskeletindeki hatalar nedeniyle iletir. En dış tabakasında mikroporlar kolonsal şekilde bulunmaktadır. Bariyer tabaka oluşana kadar elektrolit içerisinde hiçbir şekilde çözünme gerçekleşmez her bir volt başına 14 A° kadar bariyer tabaka kalınlığı elde edilir. Fakat bu teorik bir değerdir. Yapılan çalışmalarda 14 A° kalınlığında porlu bariyer tabakası elde edilebilmiştir. Bunda kullanılan elektrolitin tipi ve potansiyelin etkisi vardır [Sheasby et al., 1987]. Bariyer oksit tabakası, borik asit, amonyum borat veya tartat elektrolitleri gibi tabakayı eritmeyen elektrolitlerde yoğun bir biçimde oluşur. Bariyer tabaka özellikleri kısaca elektrolitin tipine, elektrolitin sıcaklığına, akım yoğunluğuna ve elektrolitin konsantrasyonuna bağlıdır [Sheasby et al., 1987]. Ayrıca bariyer oksit tabakasının kalınlığı da, anodize edilen metalin türüne göre de farklı değerlerde olduğu belirlenmiştir Tablo 3.3'de gösterilmiştir [Diggle, 1969].

Tablo 3.3: Farklı metallerin anodik oksidasyon hızları.

Metal	Anodik Oksidasyon Hızı
Tantalyum	16 A°V ⁻¹
Niyobyum	22 A°V ⁻¹
Zirkonyum	20- 27 A°V ⁻¹
Tungsten	18 A°V ⁻¹
Silisyum	4-8 A°V ⁻¹
Alüminyum	10 A°V ⁻¹ (%15 Sülfürik asit içerisinde)
Alüminyum	11,8 A°V ⁻¹ (%2 Okzalik asit içerisinde)
Alüminyum	11,9 A°V ⁻¹ (% 4 Fosforik asit içerisinde)
Alüminyum	12,5 A°V ⁻¹ (% 3 Kromik asit içerisinde)

3.5.3. Poröz Oksit Tabaka

Düzenli ve yoğun bariyer oksit tabakası hızlı bir şekilde oluşurken poröz oksit tabakası daha yavaş şekilde oluşmaktadır. Poröz oksit tabakası ise sülfürik asit, fosforik asit, kromik asit ve okzalik asit gibi tabakayı çok az çözüdüren elektrolitlerde oluşur. Tabakanın gözenekliliği elektrolit cinsi ve anodizasyon şartlarına bağlı olarak çözünme hızı, film gelişim hızı ve şartları ile birlikte değişir. Hücre büyüklüğü ile voltaj arasında da doğrudan ilişki vardır. Voltaj arttıkça hücre büyüklüğü artmakta, birim alandaki hücre sayısı azalmaktadır. Hücre büyüklüğü ~0,050-0,300 µm kadardır. Fischer ve Kurz, elektron mikroskopuyla yaptıkları incelemelerde sülfürik asit elektrolitinde yapılan anodizasyonda, 1 µm² 'de gözenek çapı 0,015 µm olan ~800 gözenek bulunduğunu ve gözenekliliğin %13,4 olduğunu tesbit etmiştir [Sheasby et al., 1987]. Gözeneklerin sayısı ve büyüklüğü; aşınma dayanımı, korozyon, boyama kolaylığı, tesbit ya da fiksaj verimliliğine etkileri açısından önemlidir. Şekil 3.4'de por büyümesinin şematik gösterimi verilmiştir.

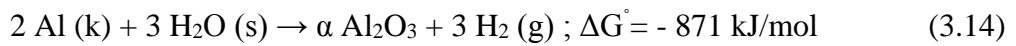


Şekil 3.4: Por büyümesinin şematik gösterimi.

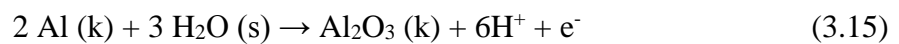
Şekil 3.4’de görüldüğü gibi artan potansiyel ile birlikte gözenekler büyümekte. Bariyer oksit yapısı üniform amorf tabakalarından oluşurken, poröz oksit tabakasının bu tabaka üzerinden büyümesi Al^{3+} ve O^{2-} iyonlarının geçişleri tarafından olmaktadır [Amin et al., 2002], [Yoon et al, 1975]. Oksit tabakanın % 60’lık kısmı O^{2-} anyonların alüminyum ile reaksiyonu sonucu olurken, % 40’lık kısmı Al^{3+} kationlarının çözelti içerisindeki su ile reaksiyonu sonucu olmaktadır. Bu oluşum oranları, alaşım elementi içermeyen alüminyumun yüzeyinde oluşan oksit tabakası için geçerlidir [Web 4, 2012].

3.5.4. Anodik Oksidasyonun Termodinamiği

Havada alüminyum yüzeyinde kendiliğinden gerçekleşen reaksiyonlar ve bu reaksiyonların Gibbs’ s serbest enerji değişimleri eşitlik (3.13) ve eşitlik (3.14)’de verilmiştir [Choi, 2004].



Alüminyumun elektrokimyasal olarak anodizasyonu sırasında anotta oksit tabakası büyümeye devam ederken eşitlik (3.15)’de gösterilmiştir, katottan H_2 gazı çıkışı olmaktadır eşitlik (3.16)’da gösterilmiştir [Choi, 2004].





Çözelti içerisinde hiçbir kompleks iyonun olmadığı varsayılırsa, Nerst denklemi eşitlik (3.17)'de verilmiştir;

$$E = E_0 - (RT/zF)\ln(\text{red/oks}) \quad (3.17)$$

Bu denklemde, R gaz sabitini, T mutlak Kelvin sıcaklığını, z elektrot reaksiyonlarında yükleme sayısını ve F Faraday sabitini ($96,500 \text{ C mol}^{-1}$) vermektedir. Anottaki elektrot potansiyeli ise eşitlik (3.18)'de ki gibidir [Choi, 2004].

$$E = -1.550 - 0,0591\text{pH} \quad (3.18)$$

Al yüzeyinde meydana gelen bu termodinamik reaksiyonlar pH değerine bağlıdır. pH değeri ise elektrolit cinsine ve elektrolit sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir. Tablo 3.4'de ise bu değişime bağlı olarak oluşan alümina oksit formları gösterilmektedir [Choi, 2004].

Tablo 3.4: pH değişimine bağlı olarak değişen oksit formları.

Oksit Adı	Kristal Formu	Yoğunluk/Kristal sistem
Korondum	α - Al_2O_3	3,97gr/cm ³ Hekzagonal
Bohemit	α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	3,44 gr/cm ³ Ortorombik
Gibsit	α - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot (\text{H}_2\text{O})_3$	2,42 gr/cm ³ Monoklinik
Diaspor	β - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	3,4 gr/cm ³ Ortorombik
Bayerit	β - $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot (\text{H}_2\text{O})_3$	2,53gr/cm ³ Monoklinik
Gamma alümina	γ - Al_2O_3	-

3.5.5. Anodik Oksidasyon Kinetiği

Oksit film boyunca geçen toplam akım yoğunluğu Eşitlik 3.19'da ifade edilmiştir.

$$j = j_a + j_c + j_e \quad (3.19)$$

Bu denklemde, j_a anyonların oluşturduğu akım yoğunluğunu, j_c katyonların oluşturduğu akım yoğunluğunu, j_e ise de elektronların oluşturduğu akım yoğunluğunu belirtmektedir. Alüminyum oksit içerisinde elektronik iletkenlik çok düşük seviyede olduğunda toplam akım yoğunluğu eşitlik (3.20)'de ki gibi ifade edilmektedir.

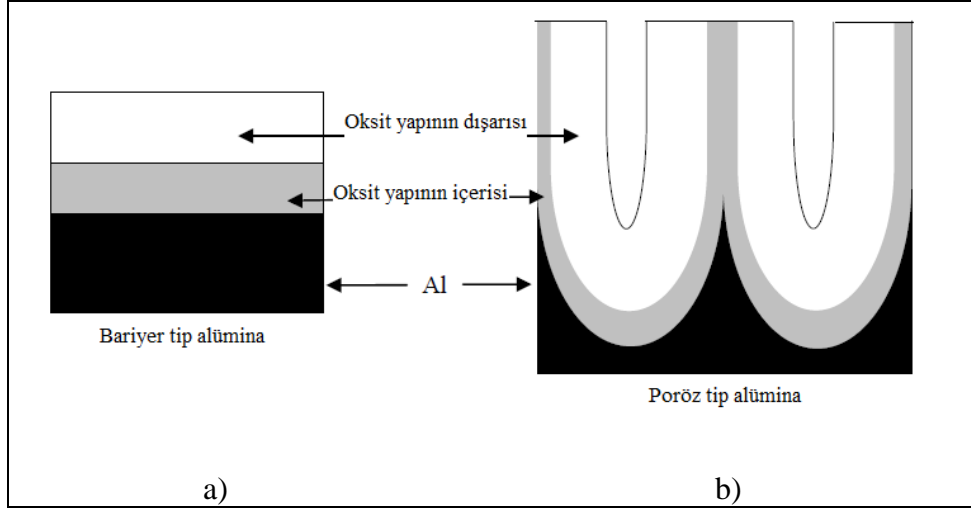
$$j_i = j_a + j_c \quad (3.20)$$

Bu denklemde, j_i iyonik akım yoğunluğunu belirtmektedir. Guntherschultze-Betz denklemine göre elektrik alan (E) ile iyonik akım yoğunluğu arasında ilişki eşitlik (3.21)'de gösterildiği gibidir.

$$j_i = j_o \exp(\beta E) \quad (3.21)$$

j_o ve β parametreleri hem sıcaklığa hem de alaşıma bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. Alüminyum oksit için elektrik alanı, 106 ile 107 V/cm arasındaki değerlerde, akım yoğunluğu değeri (j_o); 1×10^{-16} ile 3×10^{-2} mA/cm² arasında ve β ise 1×10^{-7} ile $5,1 \times 10^{-6}$ cm/V değerleri arasındadır. Guntherschultze-Betz denklemine göre oksit tabaka oluşum limit aşamaları iyonik geçişler tarafından belirlenmektedir. Bu iyonik geçişler hem metal/oksit ara yüzeyinde hem de oksit/elektrolit ara yüzeyinde gerçekleşmektedir [Choi, 2004].

Birçok faktöre, özellikle elektrolite bağlı olarak iki çeşit anodik film oluşabilir. Koruyucu tip filmler nötr borik asit, amonyum borat, tartarat ve etilen glikoldeki amonyum tetraborat gibi tamamen çözünmez elektrolitlerde ($5 < \text{pH} < 7$) oluşur. Poröz tipi filmler sülfürik, fosforik, okzalik ve kromik asit gibi biraz çözünen elektrolit içinde oluşturulabilir. Şekil 3.5'de bariyer oksit tabakasının ve poröz oksit tabakasının genel görünümü verilmiştir.

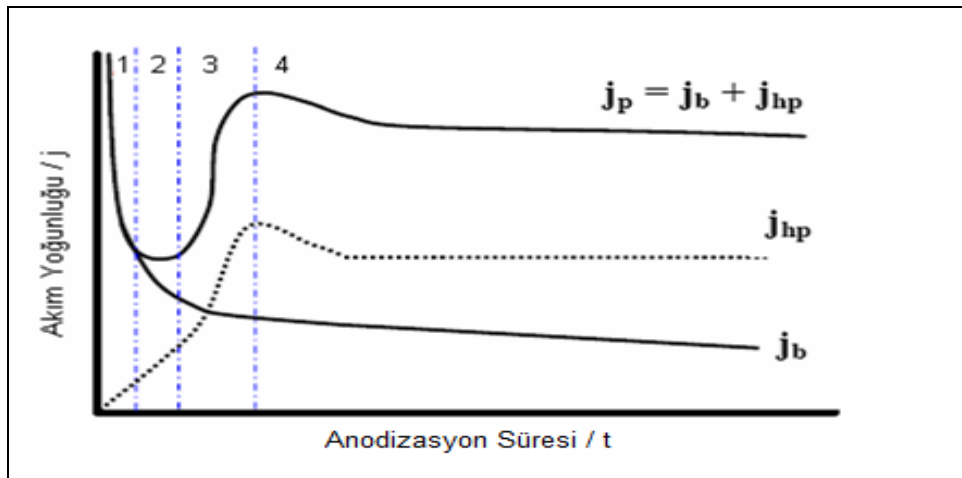


Şekil 3.5: a) Bariyer oksit tabakası genel görünümü, b) Poröz oksit tabakasının genel görünümü.

Şekil 3.5’de görüldüğü üzere bariyer tip alüminada uniform bir tabaka elde edilirken poröz tip alüminada gözenekli bir yapı elde edilmektedir.

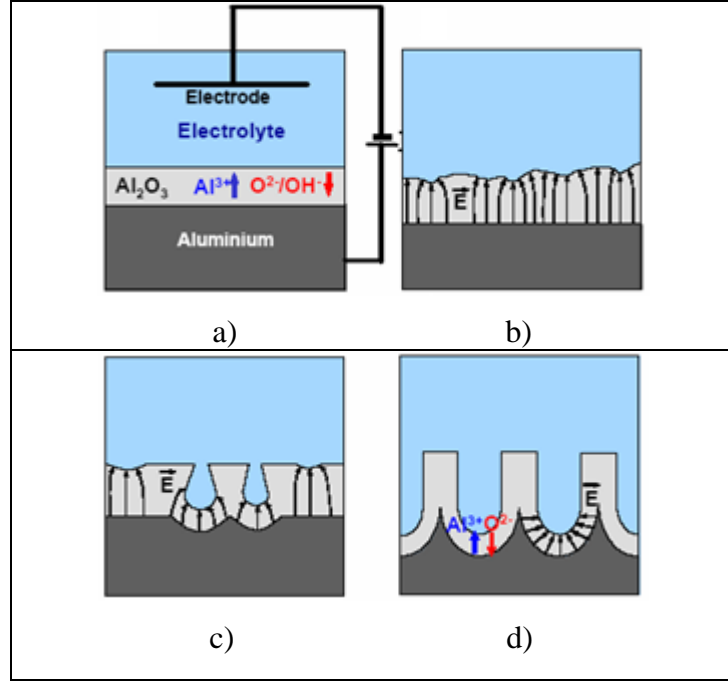
Koruyucu tip alümina filmindeki 500 ~ 700 V aralığındaki analiz voltajına karşılık olarak elde edilebilen en fazla kalınlığın $1\mu\text{m}$ ’den daha az olduğu söylenir. Sınır voltajının üzerinde filmin dielektrik olarak bozulması meydana gelir. Diğer yandan poröz alümina filminin kalınlığı zamandan bağımsız olduğu için koruyucu tip film içindeki kalınlıktan daha kalın bir film gözlenebilir.

Şekil 3.6’da sabit voltaj da başlangıç büyümesi sırasındaki akım yoğunluğu eğrisinin grafiği verilmiştir [Choi, 2004].



Şekil 3.6: Sabit voltajda başlangıç büyümesi (<1h) sırasındaki akım yoğunluğu eğrisinin şematik diyagramı.

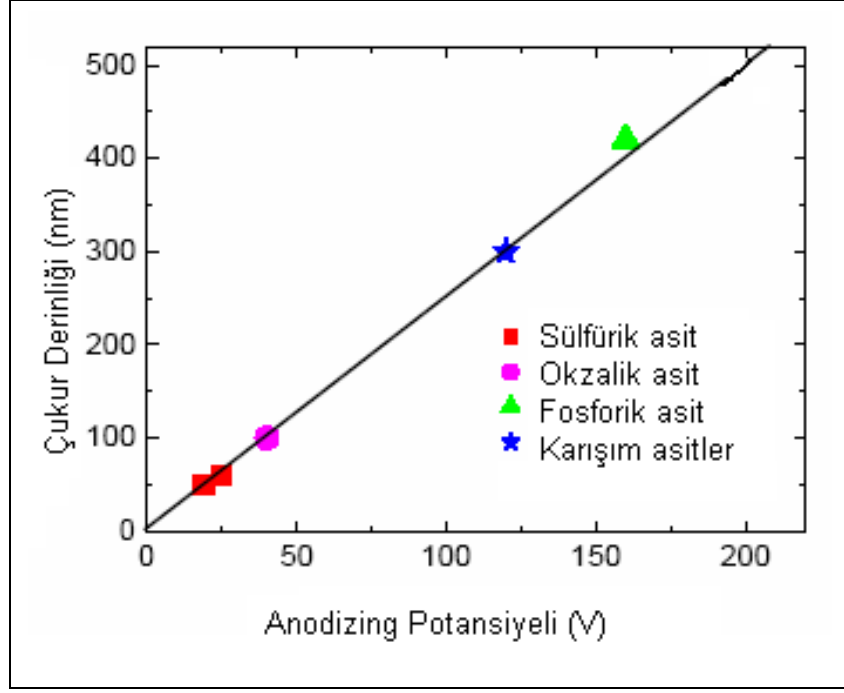
Şekil 3.6'da j_b ve j_p sırasıyla koruyucu film ve poröz film için akım yoğunluğunu gösterir. j_{hp} hipotetik(varsayılan) akım yoğunluğunu belirtir genellikle j_p ve j_b arasındaki farktır. Anodizasyon işlemi başındaki gözenek oluşum mekanizmasının şematik gösterimi Şekil 3.7'de verilmiştir.



Şekil 3.7: a) Anodizasyon işleminin başındaki gözenek oluşum mekanizması, b) Bölgesel alan dağılımı, c) Por oluşumu, d) Por büyümesi şematik gösterimi.

Şekil 3.7'de a. bölgesi tüm alan üzerinde koruyucu oksit oluşumu; b. bölgesi yüzey dalgalanmasından kaynaklanan bölgesel alan dağılımı; c. bölge elektriksel alan ve veya sıcaklık alan çözülmesi tarafından por oluşumu tarafından gözenek oluşması; d. bölgesinde ise kararlı por büyümesi görülmektedir [Choi, 2004].

Şekil 3.8'de anodizasyon işleminde uygulanan potansiyel ile değişen por aralığı verilmiştir.



Şekil 3.8: Anodizing işleminde uygulanan potansiyel ile değişen por aralığı.

Şekil 3.8’de kendiliğinden düzenlenen poröz alümina yapılarının sadece özel şartlar altında oluşacağını gösterir. Örneğin, Şekil 3.8’de görüldüğü gibi por aralığı 50, 65, 100, 420 ve 500 nm olan yapılar sırasıyla sülfürik asitte 19 ve 25 V’da, okzalik asitte 40 V’da, fosforik asitte 160 ve 195 V’da oluşur [Choi, 2004].

3.6. Anodik Oksidasyon Tabakasının Oluşumunu Etkileyen Etmenler

Alüminyum oksidin eloksal tabakası ile oluşumunu etkileyen faktörleri farklı şekilde sınıflandırabilir ya da sıralayabiliriz bu bölümde herhangi bir sınıflandırma yapılmadan etkili olan parametrelere değinilmiştir.

3.6.1. Potansiyel

Anodik oksidasyon işleminde potansiyelin artması oksit tabakasında oluşan gözenek sayısının azalmasına neden olur.

Gözenekler arası uzaklık, D_{int} , uygulanan potansiyelle, U , doğru orantılıdır. eşitlik (3.22)’de verilmiştir.

$$D_{int} = k.U \quad (3.22)$$

Eşitlik (3.22)'de k , orantı sabitidir, birimi nm/V dur ($2,5 < k < 2,8$). Ayrıca koruyucu tabakanın kalınlığı yaklaşık olarak gözenekler arası uzaklığın yarısıdır [Choi, 2004]. Voltaj ile anodik oksit tabakasındaki gözenek boyut ve miktarları arasında bir ilişki bulunmaktadır.

Örneğin voltaj arttıkça gözenekler büyürken, sayıları azalır yada voltaj azalınca gözenekler küçülür, sayıları artar. Voltajın artması durumunda gözenek sayıları azaldığından, daha yoğun ve sürekli bir oksit tabakası elde edilir. Tabakanın sertliği artar, rengi donuklaşır.

Ayrıca voltajın artması banyo sıcaklığını da artıracığından, soğutma yapmak gerekir. Bu da enerji tüketimine yol açar. Voltaj arttıkça lineer bir biçimde bariyer oksit tabakası kalınlığı da artar. Toplam kaplama kalınlığının artmasına neden olur [Gösele et al., 1998], [Vorobyova, 2007], [Ono, 2007].

3.6.2. Elektrolit Tipi ve Konsantrasyonu

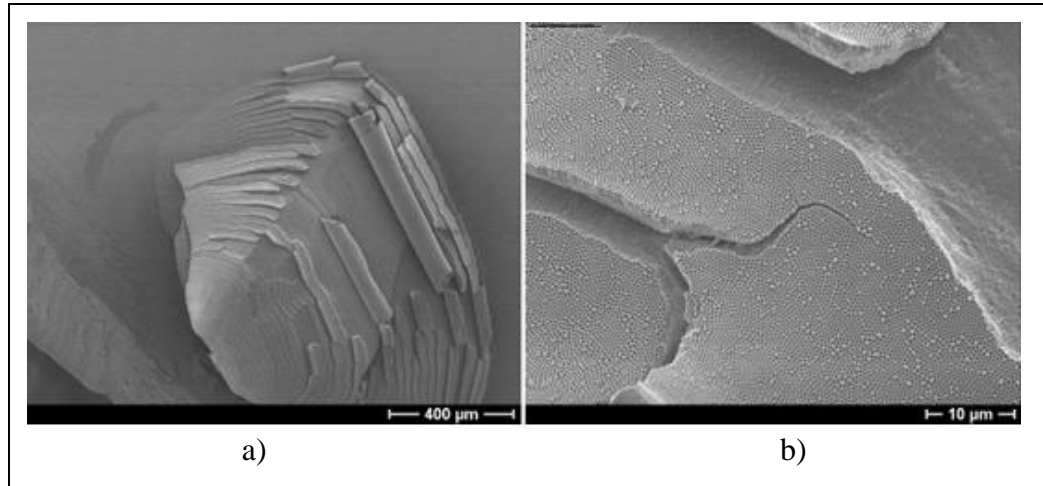
Elektrolitin seçimi ve konsantrasyonu en önemli oksit tabakası özelliklerini belirleyen parametredir. Verilen bir potansiyelde, düzenli gözenek gelişimi sağlamak için elektrolitin tipi ve konsantrasyonu uygun seçilmelidir. Genellikle alüminyum anodizasyon çalışmaları, sülfürik asit içerisinde düşük potansiyel aralığında (5-40 V) yapılırken, oksalik asit içerisinde orta potansiyel aralığında (30-120V), fosforik asit içerisinde yüksek potansiyel aralığında (80-200V) yapılmaktadır. Bu sınırlama elektrolitin iletkenliği ve pH'ı ile ilgilidir.

Örneğin, sülfürik asit içerisinde, yüksek potansiyelde alüminyum anotlama çalışması yapılırsa, sülfürik asidin yüksek iletkenliğinden dolayı, oksit tabakasında bozulmalar görülür. Sülfürik asit banyosu için iletkenliğin en yüksek olduğu konsantrasyon değeri 300-350 g/l'dir. İletkenliğin en yüksek olduğu konsantrasyonda direnç en düşük olacağından, akım yoğunluğu ihtiyacı azalacak, dolayısıyla da enerji tüketimi azalacaktır. Anodizasyon için en uygun asit konsantrasyonunun 150-250 g/l arasında olduğu ifade edilmektedir. Buna ilaveten gözenek büyüklüğü de elektrolitin pH'ına bağlıdır ve pH değeri düştükçe gözenek büyüklüğü küçülür. Bu sebeple eloksal banyolarında pH kontrolü yapılmaktadır [Ergün, 2005].

3.6.3. Sıcaklık

Asidik elektrolit içerisinde oksidin çözünmesini engellemek için, anodizasyon boyunca sıcaklığın oda sıcaklığının altında tutulması gerekir. Sıcaklığın mümkün olduğunca düşük tutulması gerekliliğinin ikinci nedeni de, anodizasyon boyunca gözeneklerin altlarında bölgesel ısınmalardan uzak durmaktır. Bölgesel ısınma, gözenek altlarında homojen olmayan elektrik alan dağılımının oluşmasına neden olur ve bu da oksit tabakasında bozulmaya neden olur [Choi, 2004].

Yapılan çalışmalarda, tüm oksit tabaka kalınlığı boyunca 5 °C ile 15 °C arasındaki elektrolit sıcaklıklarında por çapları önemli ölçüde değişmezken, 15 °C ile 55 °C arasındaki elektrolit sıcaklıklarında por çapları artan elektrolit sıcaklığı ile beraber artmıştır. Artan elektrolit sıcaklığına bağlı olarak ise por çapları, por tabanında, oksit filminin ortasında ve yüzeyin hemen altında farklılık göstermektedir. Bunun nedeni daha önceden bahsedildiği gibi elektrolit/oksit ara yüzeyinde meydana gelen çözünme oranının, yüksek elektrolit sıcaklıklarında veya yüksek voltajlarda artmasındandır [Aerts et al., 2007]. Yapılan bir çalışmadan SEM görüntüsü Şekil 3.9'da gösterilmiştir.



Şekil 3.9: a) Bölgesel ısınmanın neden olduğu elektriksel bozunmadan sonra poröz oksidin SEM deki görünüşü, b) Genişletilmiş görünüşü.

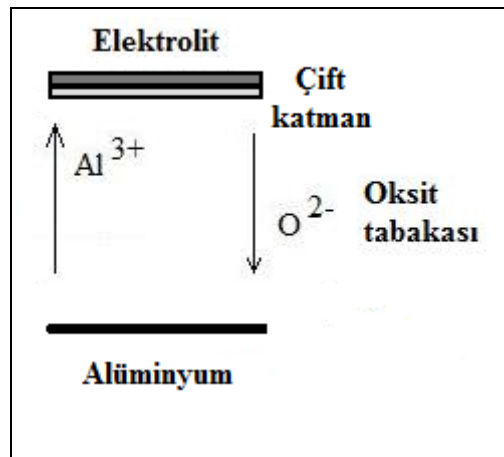
Şekil 3.9'da a görüntüsünde poröz oksidin katman katman bozunması görülebilmekte b görüntüsünde daha geniş görüntüde porlu yapıdaki çatlaklar görülebilmektedir [Choi, 2004].

3.6.4. Alaşım Elementlerinin Etkisi

Alaşım elementlerinin oksit tabakanın büyümesine olan etkisi termodinamik faktörlere bağlıdır. Alaşım elementlerinin oksit oluşumlarının eşdeğer Gibbs serbest enerjisi ile alüminanın eşdeğer Gibbs serbest enerjisi ($(\Delta G_o/n)_{Al}$) arasındaki ilişkiye bağlıdır. Tabakanın büyümesi eşdeğer Gibbs serbest enerjisi $\Delta G_o/n$ şeklinde gösterilir. Bu oksit tabaka değişimi 4 grupta toplanabilmektedir:

• Grup 1

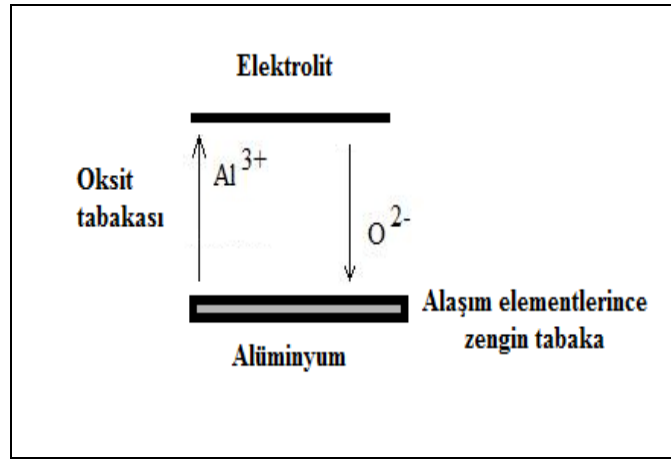
Alaşım elementlerinin $\Delta G_o/n$ değeri, $(\Delta G_o/n)_{Al}$ değerinden düşük olduğu durumlarda oksit tabaka hem alaşım element oksidi hem de alüminayı içermektedir. Alaşım elementinin katyonları oksit tabakasının dışına doğru hareket ederler ve Al^{3+} katyonlarına kıyasla 2 - 3 kat daha hızlı olabilmektedir. Farklı oranlardaki iyon hızlarından ötürü, oksit tabakasının dış tarafında çift katmanlı bir oluşum gözlenmektedir. Şekil 3.10'da gösterilmektedir [Thompson, 2008; Tsangaraki, 2006]. Oksit tabakanın iç tarafında, hem alaşım elementi oksidi hem de alümina yer almaktadır. Genellikle magnezyum ve lityum içeren alüminyum alaşımlarının anodik oksidasyonu işlemi sonucunda karşılaşılan bir durumdur [Thompson et al, 1999], [Tsangaraki, 2006]. Üniform olmayan oksit tabakasının oluşumunun nedeni, farklı iyonik dirence sahip magnezyum oksit ve alümina yapılarıdır.



Şekil 3.10: Grup 1 oksit tabaka oluşum şekli.

- Grup 2

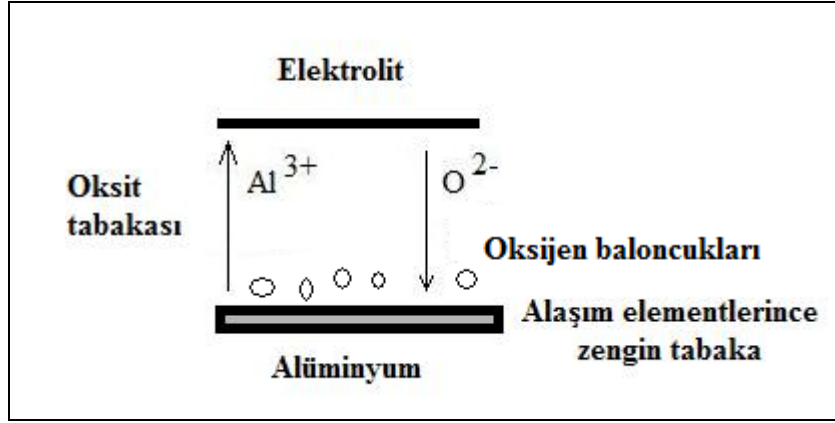
Alaşım elementlerinin $\Delta G_o/n$ değeri, $(\Delta G_o/n)_{Al}$ değerinden yüksek olduğu durumlarda oluşmaktadır ve sadece alüminyum atomları oksit tabakanın büyümesine katkıda bulunmaktadır. Genellikle molibden, titanyum ve tungsten içeren alaşımların anodizasyonu sonucunda oluşan bir durumdur. Anodik oksit tabakanın içerisindeki alt bölgesinde Şekil 3.11’de görüldüğü gibi alaşım elementlerince zengin bir tabaka oluşur. Bu tabaka alaşım elementi bakımında zengince bir seviyeye (%20 - %40) ulaştıktan sonra alaşım elementlerinin oluşturduğu tabakanın büyümesi sona erer ve alüminyum katyonları ile alaşım elementi katyonlarının metal/oksit ara yüzeyinde oksitlenmesi devam eder [Thompson et al., 1999], [Tsangaraki, 2006].



Şekil 3.11: Grup 2 oksit tabaka oluşum şekli.

- Grup 3

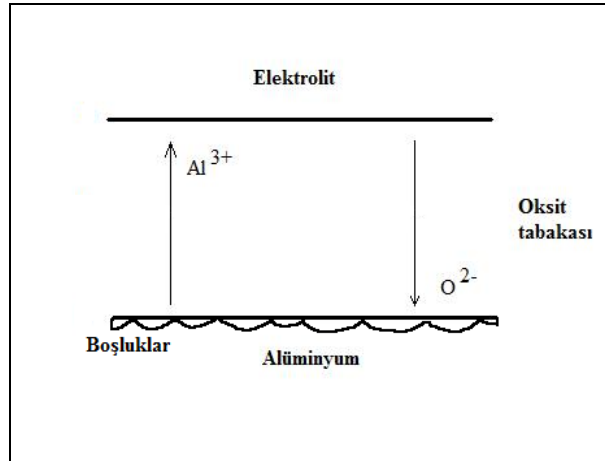
Alaşım elementlerinin $\Delta G_o/n$ değeri, $(\Delta G_o/n)_{Al}$ değerinden yüksek olduğu durumlarda oksit tabaka içerisinde O_2 gazının geçmesi söz konusudur. Krom veya bakır içeren alüminyum alaşımlarının anodizasyonu sonucu oluşmaktadır. Alaşım elementlerinin oranına bağlı olarak O_2 gazının oksit tabakadan geçmesi değişmektedir. Artan alaşım elementleri O_2 gazı geçişini arttırmaktadır. Bu oluşumun neticesinde hem elde edilen oksit tabaka kalınlığı azalmakta hem de O_2 gazının oksit tabaka içerisinde yarattığı basınç ve oluşturduğu boşluk sonucu Şekil 3.12’de oksit tabakanın bütünlüğünü bozulmaktadır [Thompson et al., 1999], [Curioni, 2008].



Şekil 3.12: Grup 3 oksit tabaka oluşum şekli.

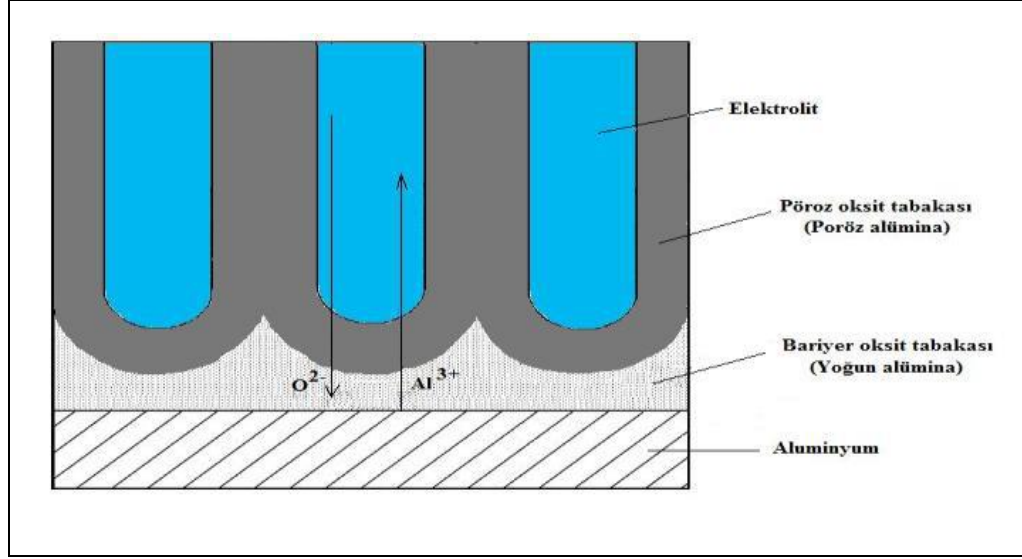
- Grup 4

Alüminyum ile oksit tabaka arasında boşluk oluşumları gözlemlenir. Şekil 3.13’de gösterilmiştir. Bunun nedeni alaşım elementlerinin oluşturduğu oksit yapısının Al_2O_3 ’ e nazaran daha düşük PBR (Pilling-Bedworth oranı)’ ye sahip olması durumunda oluşmaktadır. PBR oranı; metal iyonu başına düşen oksit tabaka hacminin, metal iyonu başına düşen metal hacmine oranıdır. Magnezyum ve lityum alaşım element varlığında oluşabilen bir durumdur [Thompson et al., 1999].



Şekil 3.13: Grup 4 oksit tabaka oluşum şekli.

Şekil 3.14’de anodik oksidasyon iyon geçişlerinin şematik görünümü verilmiştir [Web 4, 2012].



Şekil 3.14: Anodik oksidasyon yapısının ve iyon geçişlerinin şematik görünümü.

Şekil 3.14’de görüldüğü gibi bariyer oksit tabakası yüksek saflıkta alüminadan oluşurken, poröz oksit tabakasında alüminanın dışında sülfat anyonları da yer almaktadır. Poröz oksit tabakasındaki bu anyonların birleşme derecesi, elektrolit cinsine, absorbe olan anyonların konsantrasyonuna ve film büyümesi üzerindeki faraday etkisine bağlı olarak değişmektedir [Choi, 2004].

Manchester’da gerçekleştirilen bir çalışmada elektrolitte bulunan iyonların 3 tip kategoriye ayrılması gerektiği ve elektrolit cinsinin iyonların hareket yönünü belirlediği tespit edilmiştir. Kısaca oksit filmi kalınlığının, elektrolit cinsinde bulunan iyonlara bağlı olarak değişmekte olduğu düşünülmüştür. Tablo 3.5’de bu iyonlar verilmiştir [Thompson et al., 1999], [Choi, 2004].

Tablo 3.5: Elektrolit içerisinde bulunan iyonların davranış şekilleri.

Hareketsiz iyonlar	Dışarıya doğru hareketli iyonlar	İçeriye doğru hareketli iyonlar
Silikat	Kromat Borat	Fosfat Silikat

3.6.5. Banyo Alüminyum İçeriği

Banyo alüminyum içeriği fazlaştığı zaman akım yoğunluğunu düşürür. Banyo alüminyum içeriğinin 5-15 g/L arasında olması en uygun şartlarda olanıdır. Çünkü, 5 g/L’nin altında ise voltaj artıp, oksit tabakasında yanma gerçekleşir. 15

g/L'den daha fazlaysa da banyonun iletkenliğini azaltacağından, akım yoğunluğu düşer ve mat görünümlü bir oksit tabakası elde edilir. Banyonun alüminyum içeriği sürekli analizler ile takip edilip, limitin üzerine çıktığında katyon değiştirici kolonlar kullanarak banyodan uzaklaştırılmalıdır [Ergün, 2005].

3.6.6. Banyo Kirliliği

Yapıda demir bulunması, anodizasyon tabaka parlaklığının ve sertliğinin azalmasına sebep olur. Bu sebeple 50 ppm üzerine çıkmasına müsaade edilmemelidir. Mangan da demirle aynı derecede olmasa da aynı etkiyi gösterir. Bakır ve nikel miktarı 100 ppm'in üzerinde olur ise, anodizasyon tabakasının korozyon dayanımı özelliğini düşürür. Ayrıca matlığı artırır. Klorür anodizasyon tabakasında oyuklanma korozyonuna sebep olur [Ergün, 2005].

3.6.7. Akım Yoğunluğu

Akım yoğunluğu düşük değerlerde ise (örneğin: $\sim 1 \text{ A/dm}^2$) oksit tabaka parlaklığı yüksek olacaktır. Fakat anodizasyon reaksiyon hızında düşük olacaktır. Akım yoğunluğu miktarı arttıkça oksit tabakanın oluşum hızı artar. Ancak metalin sertliğin azalması riski vardır. Akım yoğunluğu arttıkça oksit tabakası ile elektrolit ara yüzeyinde ısı artar. Bu sebeple banyo karıştırma ihtiyacı artar [Ergün, 2005].

3.6.8. İntermetaliklerin etkisi

İntermetaliklerin anodik oksidasyon oksit tabakasındaki etkisi; metal matriksin içerisinde boyutlarının ve dağılımlarının oksit tabakasının özelliklerini de etkilemesidir. Isıl işleme çözelti içerisinde alınan ya da homojen dağılımı sağlanan bu ikincil fazlardan en etkili olanı Fe'li bileşik oluşturan ikincil parçacıklardır [Sheasby et al., 1987]. Tablo 3.6'da 3 farklı sıcaklıkta ikincil parçacık oluşturan elementlerin matrikste çözünme yüzdeleri verilmiştir [Sheasby et al., 1987].

Tablo 3.6: İkincil parçacık oluşturan elementlerin matrikste çözünme yüzdeleri.

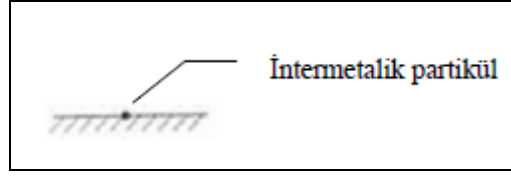
Element	20 °C	300 °C	500 °C	Ötektik Sıcaklığı	Sıcaklık (°C)
Fe	0,005	0,005	0,006	0,05	655
Si	0,01	0,1	0,8	1,65	577
Cu	0,1	0,45	4,05	5,7	548
Mg	1,9	6,7	-	17	450
Mn	-	-	0,35	1,4	658
Cr	-	0,015	0,19	0,72	660
Ti	-	-	0,08	0,12	660
Zn	2	37	-	82	382
Ag	0,5	3,2	28	55,6	566
Mg ₂ Si	0,3	0,3	1,0	1,8	595
MgZn ₂	0,5	4,5	-	17	475

Tablo 3.6'da da açıkça görüleceği gibi Fe (Demir)'in etkisi içlerinde en fazladır. Yaklaşık 600 °C de matrikste çözünebildiği için parlak eloksal kullanımında alaşım elementi olarak Fe in yapıda bulunmaması gerekir yada 0,08 % den daha az kütlece Fe içeriği geçen alaşımlarda parlak eloksal tabakası elde edilebilir.

Fe içeren alaşımlarda yüksek saflıktakilerde bile yaklaşık % 99.50 alüminyum alaşımlarında bile matriste bulunan Fe parlaklığı etkiler yüzeyin gri renk ya da donuk olmasını sağlar [Sheasby et al., 1987].

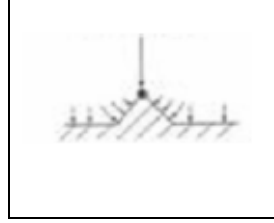
Bu intermetaliklerin yapıyı etkilemesini Cooke aşağıdaki gibi açıklamıştır. İntermetaliklerin varlığı, anodizasyon sırasında bu noktalarda akımın geçişine karşı bir direnç yaratarak, işlemi olumsuz yönde etkilemektedir. Bu noktalar oksitlenmediği için de oksitlenen bölgeyle arasında ışığı yansıtması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

Cooke [Cooke, 1962] intermetaliklerin anodizasyon işlemi sırasındaki durumunu şu şekilde açıklamıştır;



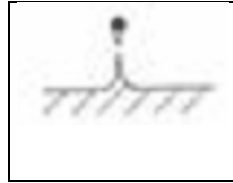
Şekil 3.15: İntermetalik partikülün yüzeydeki davranışı.

Şekil 3.15’de görüldüğü üzere intermetalik partikül yüzeydeki konumu görülmektedir. Daha sonra intermetaliklerin çevresindeki alüminyum anodize olur ve intermetalaliğin altında karakteristik bir tepecik oluşur. Bu durum Şekil 3.16’da gösterilmiştir.



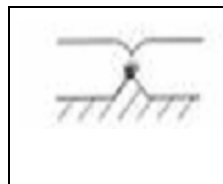
Şekil 3.16: İntermetalaliğin altında oluşan tepecik.

Anodizasyon devam ederken eğer intermetalik elektrolit içinde çözünmüyorsa partikülün altında bir boşluk oluşabilir. Bu durum Şekil 3.17’de gösterilmiştir.



Şekil 3.17: Partikülün altında oluşabilen boşluk.

Daha sonra boşluk yavaş yavaş dolar ve intermetalik partikül oksit tabakası içinde hapsolür Şekil 3.18’de gösterilmiştir [Cooke, 1962], [Ergün, 2005].



Şekil 3.18: İntermetalik partikülün oksit tabakasına gömülmesi.

Keller ve Edwards yaptıkları çalışma sonucu silikonun anodik oksidasyon boyunca oksitlenmediğini yada çözünmediğini CuAl_2 ve $\beta\text{-Al-Mg}$ fazlarının olduğu intermetalikleri içeren alüminyum alaşımlarında oluşan oksit tabakasının daha ince, düz ve porlu bir yapıya sahip olduğunu bulmuşlardır. Özellikle FeAl_3 ve $\alpha\text{-Al-Fe-Si}$ fazları ve MnAl_6 gibi matriste çözünmeyen intermetaliklere sahip alüminyum alaşımlarında oluşan anodik oksidasyon oksit tabakasının rengini etkilediği ve bu intermetaliklerin kaplamada hapsolarak transparanlığı ve rengi etkilediği ortaya konulmuştur [Sheasby et al., 1987].

Fisher, Budiloff ve Koch yaptıkları çalışmada intermetalikleri sınıflara ayırmışlardır. Al_6Mg , FeAl_3 , CuAl_2 ve silikon oksit film tabakasında olmaktadır. Diğerleri örneğin Al_3Zn_2 ve kurşun kısmen çözünmeden ve anodize tabakada olurlar, Mg_2Si , Al_3Mg_2 ve $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ çözünmeden kalan intermetaliklerdir [Sheasby et al., 1987].

4. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmanın amacı ikiz merdane sürekli döküm yöntemi (TRC) ile üretilen 1050 AA alüminyum alaşımı levhalarda oluşan oksit tabakası por derinliğinin geleneksel sürekli döküm yöntemiyle (DC) üretilen levhalarda oluşan por derinliğinden farklı çıkmasının nedenlerinin incelenmesini içermektedir. Ayrıca İkiz merdane sürekli döküm yöntemiyle üretilen ve geleneksel sürekli döküm yöntemiyle üretilen kullanım alanı çok kapsamlı olan 1050 AA alaşımında oluşan eloksal işlemi sırasında kullanılan potansiyelin artırılarak oksit tabakası üzerindeki etkisi de incelenmiştir. Literatürde üretim yöntemleri farklı aynı kompozisyona sahip levhalarda oluşan oksit tabakasının tabaka kalınlığının incelenmesine dair bir çalışma bulunmamaktadır. Bu sebeple bu çalışma önem kazanmaktadır. Yapılan çok sayıda analiz ile birlikte oksit tabakası incelenmiş kalınlık ölçümleri değişen potansiyel ile birlikte incelenmiştir.

5. DENEYSEL ÇALIŞMA

Bu çalışmada ikiz merdane sürekli döküm yöntemiyle üretilmiş 1050 AA alüminyum levha alaşımının eloksal kabiliyetinin araştırılması ve geleneksel direk döküm yöntemiyle üretilmiş 1050 AA alüminyum levha alaşımıyla eloksal özelliklerinin karşılaştırılması amaçlanmıştır. Farklı üretim yöntemiyle üretilmiş levhalar öncelikle anodik oksidasyon işlemine tabi tutulmuş daha sonra karakterizasyon işlemleri yapılmıştır. Anodik oksidasyon işleminde sıcaklık, elektrolit konsantrasyonu, süre gibi özellikler sabit tutularak sadece uygulanan potansiyel (voltaj) 10, 12, 14, 16 V değerlerinde kullanılarak geleneksel döküm ve ikiz merdane sürekli döküm yöntemi ile üretilmiş levhalardaki oksit tabakası kalınlığı, yapısı ve özellikleri incelenmiştir.

Karakterizasyon testlerinden spektral analiz ile alaşımların kompozisyonlarının belirlenmesi, optik mikroskop ile kesitten mikroyapı inceleme, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile yüzey ve oksit tabakasını inceleme, Enerji Dağılım Spektroskopisi (EDS) ile oksit tabaka kimyasal yapı inceleme ve X Işınları Difraktometresi (XRD) ile yüzeyde oluşan fazların incelenmesi, Profilometre ile yüzey pürüzlülüğü, X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) ile oksit tabaka kimyasal kompozisyonu belirleme gerçekleştirilmiştir.

5.1. Spektral Analiz

Geleneksel döküm (DC) ve ikiz merdaneli sürekli döküm (TRC) yöntemiyle üretilmiş rulolardan alınan levhalardan spektrometre cihazında (ThermoARL 4460 OE SPECTROMETER) kimyasal kompozisyonları Tablo 5.1’de ölçülmüştür. Aynı üretim tesisinden alınan numunelerin içeriğindeki alaşım elementlerinin yüzdece ağırlıkları yaklaşık olarak aynıdır.

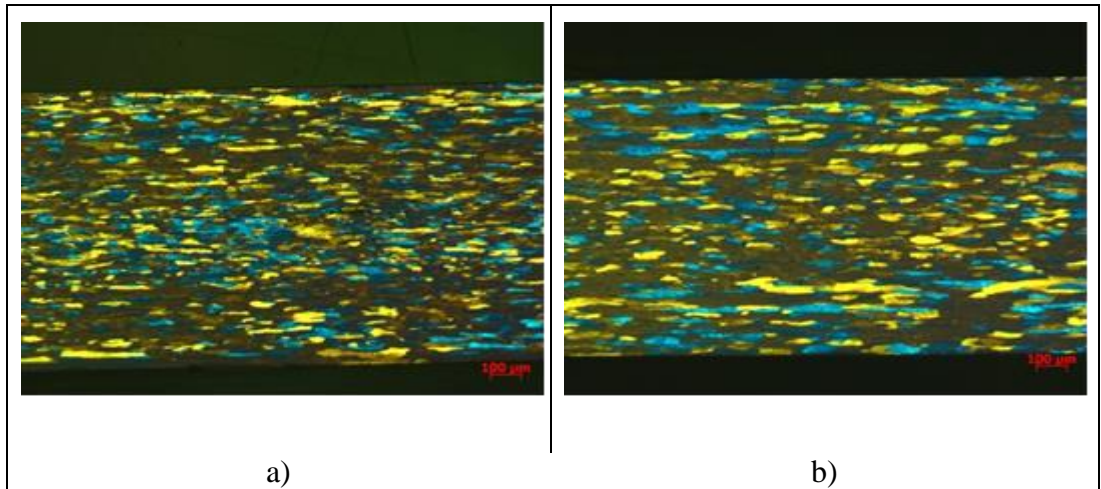
Tablo 5.1: AA1050 TRC ve DC numunelerin % ağı kimyasal kompozisyonları.

Malzemeler	Kimyasal Bileşim (%)							
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ti	Zn	Al
1050 TRC	0,09	0,27	0	0,01	0	0,01	0,01	99,58
1050 DC	0,05	0,28	0	0	0,03	0,02	0	99,59

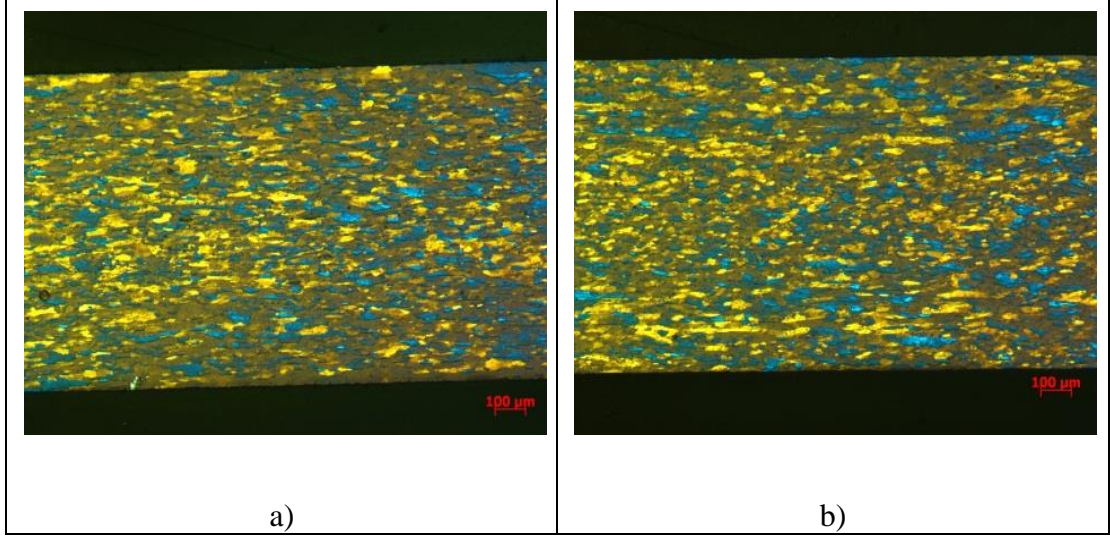
5.2. Mikroyapı İncelemeleri

5.2.1. Optik Mikroskop İncelemeleri

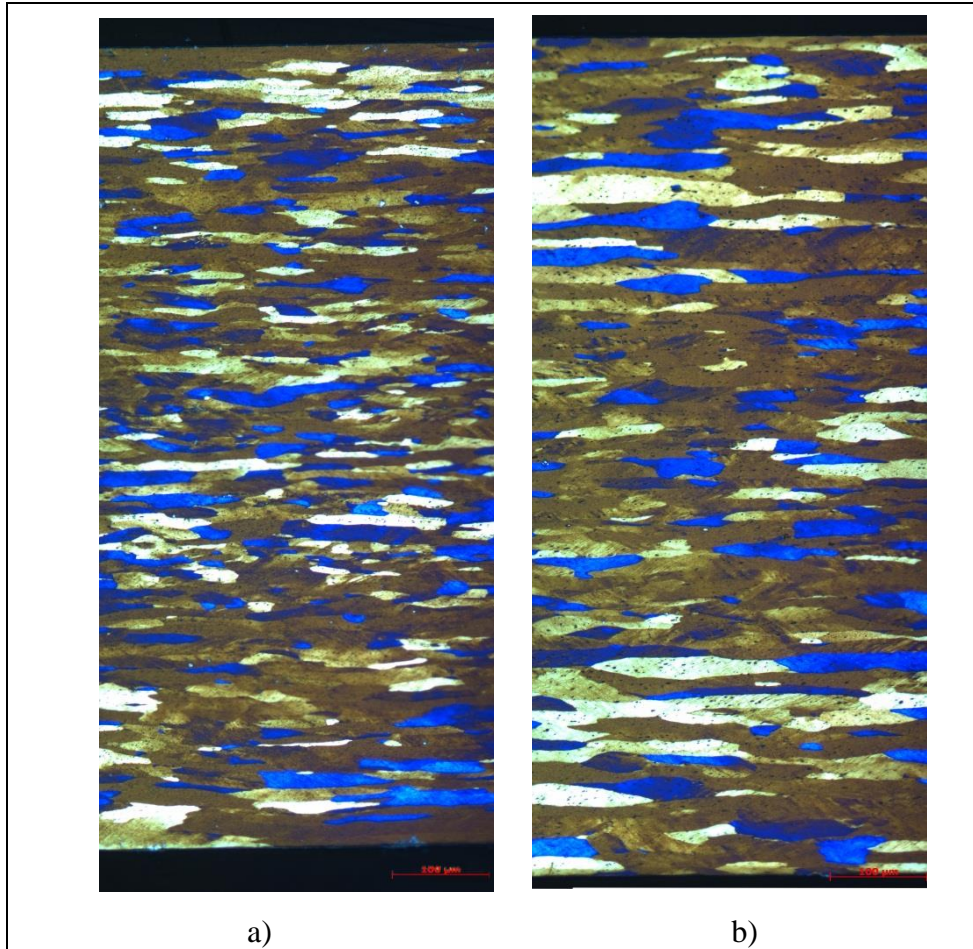
Numunelerin tümü döküm yönüne paralel (L) ve dik (T) olacak şekilde hazırlanarak kalıplara alınmıştır. Ardından zımparalama, parlatma ve elektrolitik dağlama gibi çeşitli metalografik işlemlerden geçirilmiştir. Zımparalama işleminde sırasıyla 1200 ve 2400 nolu SiC kağıtlar kullanılmıştır. Parlatma işleminde, parlatma keçesi üzerinde 3 µm'lik parlatma sıvısı kullanılmış (20 dk.) Nihai parlatmada ise 1 µm'lik silica jel kullanılarak (7dk.) elektrolitik parlatma aşamasına getirilmiştir. Elektrolitik parlatmada dağlama çözeltisi olarak hacimce %2-%2,5 HBF₄ (Tetrafloroborik asit) içeren barker çözeltisi kullanılmıştır. Elektrolitik parlatma işleminden geçen tüm numuneler optik mikroskopta (Zeiss AxioCam MRc 5) incelenmişlerdir. Numuneler optik mikroskopta, tane yapısı hakkında fikir sahibi olabilmek için polarize ışıktaki ve yapıdaki intermetalikler hakkında fikir sahibi olabilmek için beyaz ışıktaki incelenmişlerdir. Mikroyapı numunelerinden kesit boyunca optik mikroskopta “tam en” fotoğrafları çekilerek bilgisayar ortamında bu fotoğraflar birleştirilmiştir. Bu sayede kalınlık boyunca numune yapısında bulunan tanelerin dağılımı görülmeye imkân elde edilmiştir. Ayrıca eloksasyon sonrası oluşturulan oksit tabakasının kalınlığı kesitten optik mikroskop vasıtasıyla ölçülmüştür. Şekil 5.1, Şekil 5.2 ve Şekil 5.3’de optik mikroskop kullanılarak polarize ışıktaki döküm yönüne paralel (L) ve dik (T) numuneler tane boyutu açısından karşılaştırılmıştır.



Şekil 5.1: a) TRC döküm yönüne paralel, b) DC üretim döküm yönüne paralel.



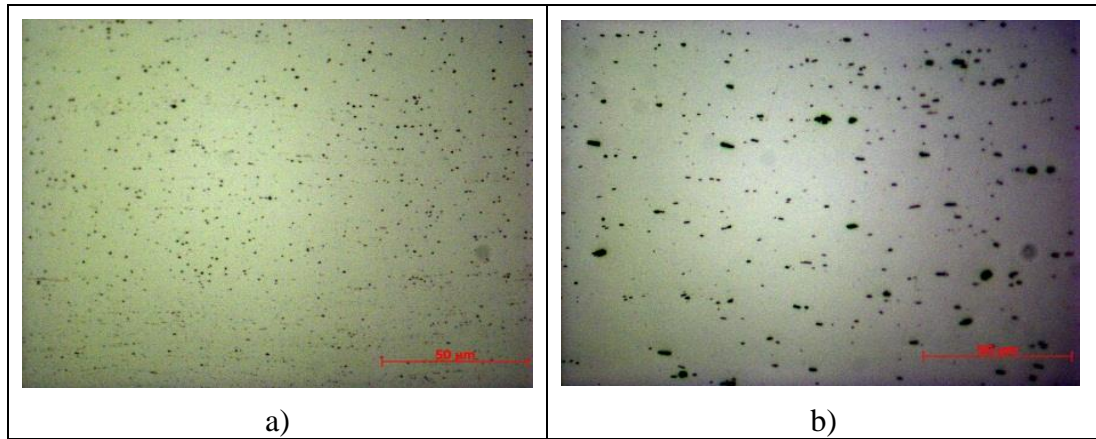
Şekil 5.2: a) TRC üretim döküm yönüne dik (T), b) DC üretim döküm yönüne dik (T).



Şekil 5.3: a) TRC üretim döküm yönüne paralel (L), b) DC üretim döküm yönüne paralel (L).

Döküm levha kesitleri parlatılıp, elektrolitik olarak dağlandıktan sonra Zeiss AxioCam MRc5 model optik mikroskopla incelenmiştir. 5x büyütmede çekilen görüntüler Şekil 5.1, Şekil 5.2 ve 20x büyütmede çekilen görüntüler Şekil 5.3'de görülmektedir. Tane boyut farklılığını daha detaylı olarak görebilmek için 20x büyütmede çekilen parça, yüzey, merkez ve alt yüzey fotoğrafları birleştirilerek tane boyut farkları ortaya konmuştur. Şekil 5.3'de ki görüntülerden de görüleceği üzere TRC üretime ait numunenin tane boyutu DC üretime ait numunenin tane boyutundan daha küçüktür. TRC ve DC yapılarının bilinen ve tahmin edilebilen bir sonucudur. TRC üretim levhalarda mikroyapı hızlı katılaşma ve deformasyonun bir sonucu olarak bu yapı elde edilir. Bu durum ikiz merdane döküm makinesinin doğasından kaynaklanan tipik bir mikroyapıdır. İkiz merdane döküm makinesindeki içerinden suyla soğutulan merdanelerin levha yüzeylerine teması sebebiyle levha yüzeyleri levha merkezine göre daha erken katılaşmaya başlamakta ve merkez hattına göre daha ince taneli bir mikroyapıya sahip olmaktadır [Sirel, 2008].

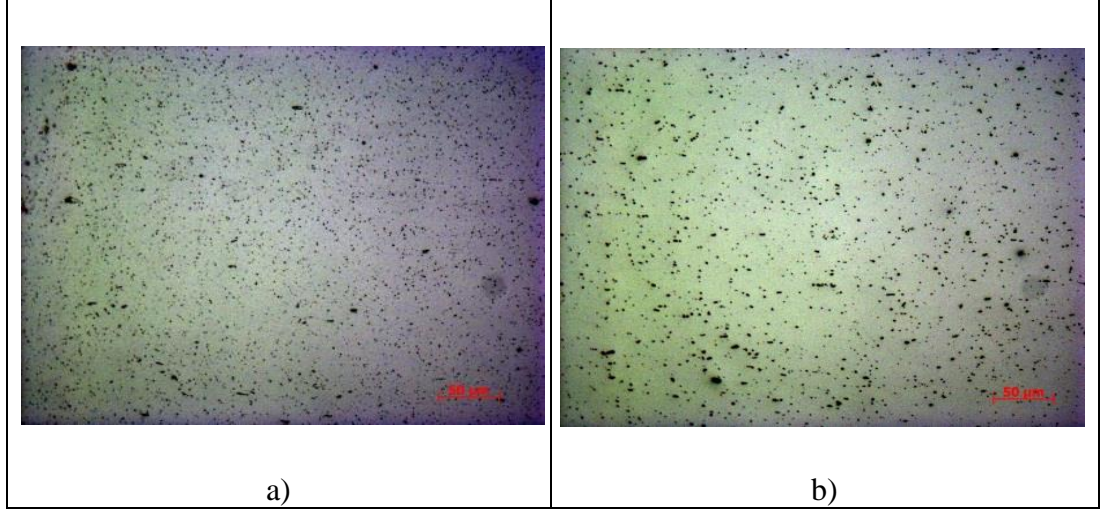
Şekil 5.4 ve Şekil 5.5'de TRC ve DC üretime ait beyaz ışıpta intermetaliklerin görüntüsü karşılaştırılmış; intermetaliklerin dağılımı ve boyutlarını TRC ve DC üretime göre kıyaslamak mümkün olmuştur.



Şekil 5.4: a) TRC üretim döküm yönüne paralel (L), b) DC üretim döküm yönüne paralel (L).

Şekil 5.4'de ki görüntülerden görüldüğü üzere döküm yönüne paralel (L) TRC üretim numunede intermetaliklerin dağılımı heterojen, DC üretim numunede intermetaliklerin dağılımı nispeten daha homojendir. Ayrıca intermetaliklerin boyutları da TRC üretim numunede daha ufak ve aralarındaki mesafe daha az DC

üretim numunelerde aralarındaki mesafe daha fazla ve partiküllerin boyutları daha büyüktür.



Şekil 5.5: a) TRC üretim döküm yönüne dik (T), b) DC üretim döküm yönüne dik (T).

Şekil 5.5’de ki görüntülerde de görüldüğü üzere döküm yönüne dik (T) TRC üretim numunede intermetaliklerin dağılımı ve partiküllerin boyutları döküm yönüne paralel (L) alınan numuneler gibi aynı özelliklere sahiptir.

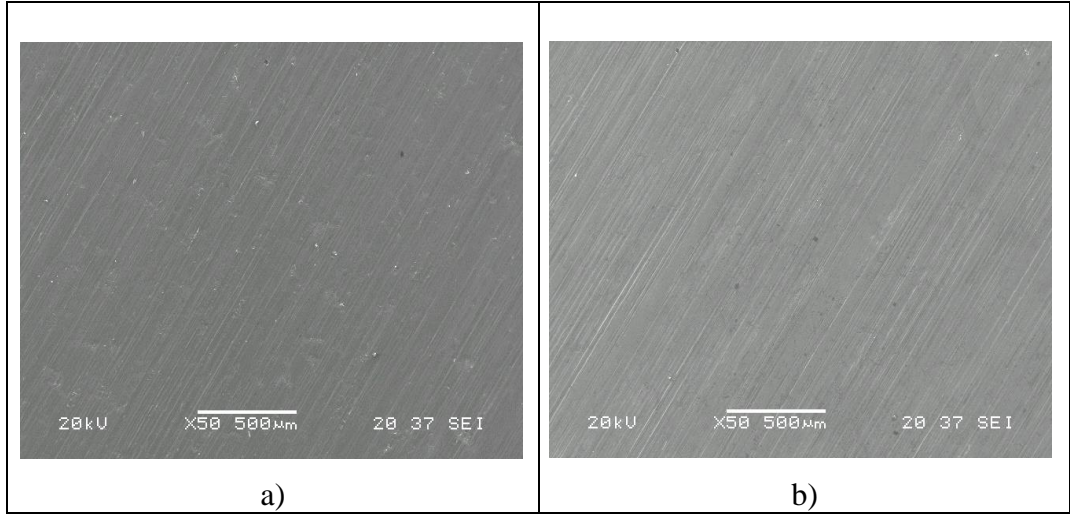
Şekil 5.4 ve Şekil 5.5 ‘de ki görüntülerde görüldüğü üzere; TRC üretiminde dökümün çok hızlı gerçekleşmesi nedeniyle katılma olayı çok hızlı gerçekleşmektedir ve yapıda bulunan intermetalik parçacıkların boyutları ile aralarındaki mesafeler oldukça küçük olmaktadır. DC ile üretilen ürünlerle TRC yöntemiyle üretilen ürünler kıyaslandığında ikiz merdane döküm yöntemiyle üretilen ürünlerdeki intermetaliklerin boyutları yaklaşık olarak %80 oranında daha küçüktür. TRC yöntemle üretilen levhalarda görülen intermetalikler homojen olmayan bir şekilde dağılım göstermektedirler. Bu durum üretim yönteminin getirdiği hızlı katılmanın bir sonucudur [Vangala et al., 1992].

5.2.2.Taramalı Elektron Mikroskobu İncelemeleri

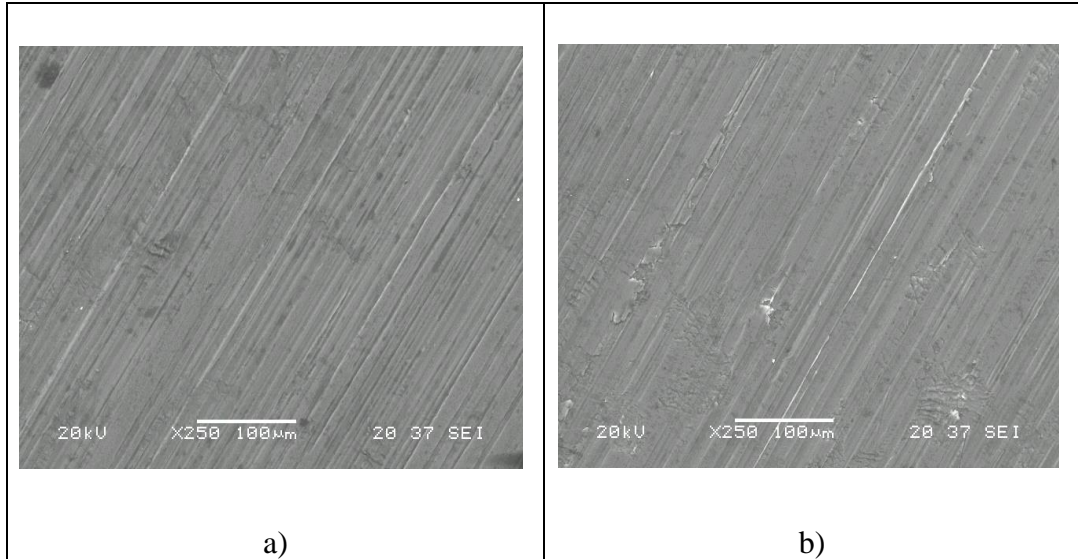
Optik mikroskop ile yapılan incelemelerin ardından DC ve TRC numunelerinin yüzeyleri SEM (JEOL JSM 5600) ile incelenmişlerdir. Yüzeyden alınan görüntüler, eloksal işleme öncesi yüzey morfolojisi hakkında bilgi sahibi olmamızı sağlamıştır. Ayrıca eloksal sonrası oluşturulan oksit tabakası kalınlığı SEM ile de ölçülmüştür,

öncesinde numunelerin yüzeyleri altın ile kaplanarak hazırlanmıştır. Ayrıca eloksal sonrası yüzeyden yüzey morfolojisini ve oluşan gözenekleri incelemek için taramalı elektron mikroskobu ile görüntülerde alınmıştır.

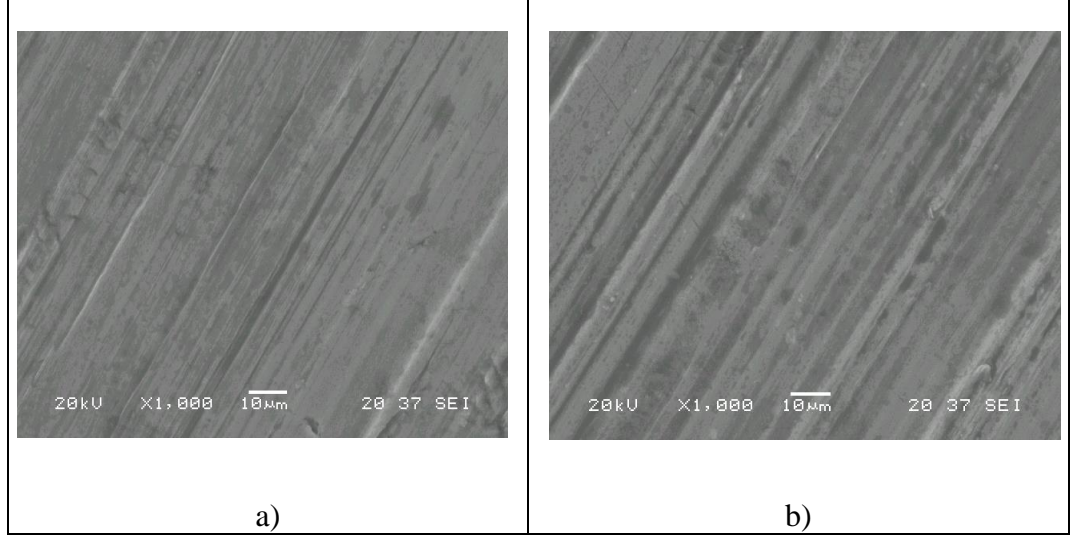
Şekil 5.6 ve Şekil 5.8'de eloksal işlemi uygulanmadan yüzeyden alınan farklı büyütmelerde SEM görüntüleri görülmektedir.



Şekil 5.6: a) TRC üretim yüzeyden ikincil elektron görüntüsü (SEI), b) DC üretim yüzeyden ikincil elektron görüntüsü (SEI).



Şekil 5.7: a) TRC üretim yüzeyden ikincil elektron görüntüsü (SEI), b) DC üretim yüzeyden ikincil elektron görüntüsü (SEI).



Şekil 5.8: a) TRC üretim yüzeyden SEI, b) DC üretim yüzeyden SEI.

Şekil 5.6 ve Şekil 5.8’de görüldüğü gibi; TRC ve DC döküm levha yüzey yapıları incelendiğinde; TRC yüzeyleri kayma, basınç, hız, sıcaklık, merdane yüzeyi gibi döküm parametrelerine bağlı olarak, pul pul bir topografya gösterme eğilimindedir [Gjonnes, 1996]. Şekil 5.6’da ki görüntüde 50x büyütmede bu yapı daha kolay görülebilmektedir. DC yüzeyinde ise tıraşlama izleri, hadde izlerine kıyasla çok belli olmasa da TRC yüzeyine göre daha temiz bir yüzey olduğu belli olmaktadır. Sonuçta DC yüzeyine üretimde tıraşlama işlemi uygulanmıştır.

5.3. Anodik Oksidasyon Süreci

Eloksal, alüminyum için çok özel bir yüzey kaplamadır; elektrokimyasal bir proses ile yapılır. Kullanılan elektrolit, genelde asidik bir çözeltilidir. Kaplanacak alüminyum, elektroliz işleminin anodudur. Belirli ve kontrol edilen bir akım (genellikle doğru akım) yoğunluğu, kaplanacak alüminyum (iş parçası) ile uygun bir katot arasında, yine belirli bir süre için geçirilir. Bu süre, oluşacak eloksal tabakasının özellik ve kalınlığına göre belirlenir. Proses sırasında ısı ortaya çıkar ve elektrolitin sıcaklığını sabit tutmak için bu ısının işlem ortamından alınması (elektrolitin soğutulması) gerekir [Charles, 2007], [Hecker, 1994].

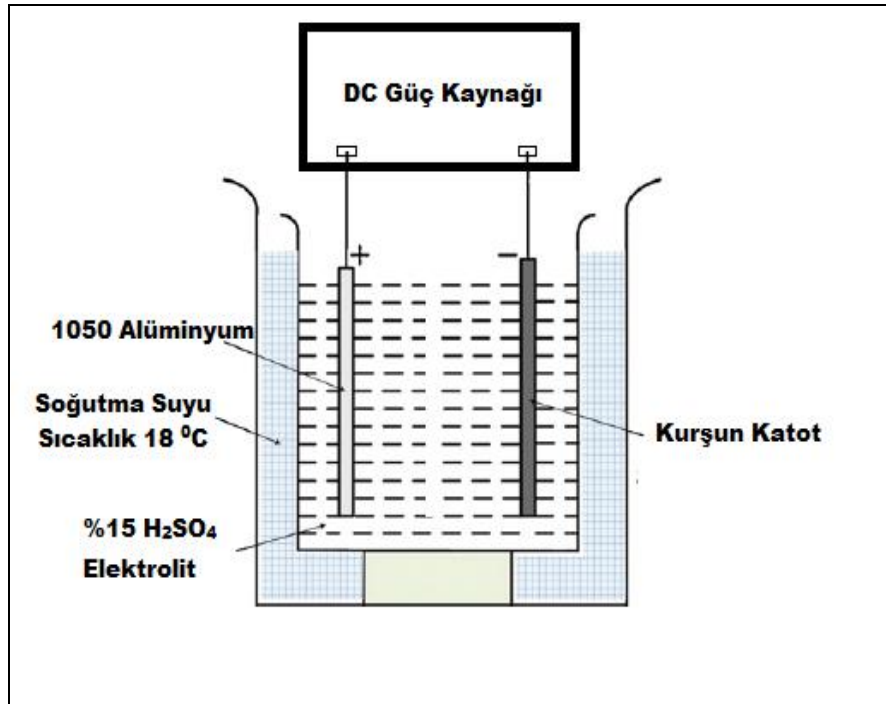
Anodik oksidasyondan önce alüminyum alaşımının yüzeyinin yağ, kir vs. gibi artıklardan temizlenmesi gerekir. Bunun için çeşitli ön işlemler uygulanır. Endüstride

mekanik ve kimyasal önışlemler denilen prosesler, istenen yüzey özelliklerine de bağılı olarak uygulanır.

Fakat bu çalışmada 1050 AA levhası için kimyasal önışlem uygulamayarak yüzeyindeki hadde yağı, kir gibi empüritelere arındırmak için yüzey zımparalama ve parlatma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Endüstride uygulanan mekanik önışlemler ile aynı şekilde yüzeyden yağ, kir kaldırılmıştır.

TRC ve DC üretime ait 1050 AA'ları öncelikle sırasıyla 800, 1200, 2400 ve 2500 SiC zımpara kağıtlarıyla yüzeyleri zımparalanmış daha sonra 3 µm' luk elmas parlatma jeli ile alümina parlatma çuhasında parlatılmıştır. Parlatmanın ardından numuneler aseton içerisinde, yüzeyleri doğal oksit tabaka kaplanmaması için muhafaza edilmiştir.

Genel olarak Şekil 5.9'da şematik olarak gösterildiği gibi anodik oksidasyon işlemleri uygulanmıştır ve eloksal işlemleri uygulama şartları Tablo 5.2'de verilmiştir.



Şekil 5.9: Anodik oksidasyon düzenneđi şematik gösterimi.

Tablo 5.2: Eloksal işlemleri uygulama şartları tablosu.

Elektrolit	%15 (küttele) H ₂ SO ₄ Sülfürik asit çözeltisi
Anot	1050 TRC üretim ve 1050 DC üretim 1mm kalınlıkta levha
Katot	Pb (Kurşun)
Güç Kaynağı	DC (sabit akımlı)
Potansiyel	10-16 Volt
Sıcaklık	18 °C
Akım yoğunluğu	1,1-3,37 A/dm ²
Süre	30 dk.

1050 AA TRC ve DC üretime ait alüminyum alaşım numunelerinin başlangıç boyutları, sırasıyla boy, en ve genişlik olmak üzere 4 cm x 1 cm x 1 mm' dir. Eloksal için kullanılan çözelti 165 g/l konsantrasyona sahip sülfürik asit (%15 küttele) çözeltisidir. Kullanılan çözelti her bir işlem sonrası yenisiyle değiştirilmiştir. Ayrıca her bir işlem öncesi çözelti sıcaklığına termometre veya termokupul ile bakılmış olup anodik oksidasyon işlemine uygunluğu belirlenmiştir. Kullanılan güç kaynağı max.32 volt, max. 3 amper doğru akım sağlayabilen güç kaynağıdır (GW Instek 3323).

Eloksal için katot malzemesi olarak kurşun seçilmiştir. Anot numunelerin yüzeyleri hazırlandıktan sonra, anot ile katot arasındaki yüzey alanlarının oranına bağlı olarak kurşun malzemesi uygun ölçülere getirilmiştir.

Anodik oksidasyon sırasında oluşabilecek çözelti sıcaklığının artmasına karşı soğutma sistemi kullanılmıştır. Soğutma suyu olarak suyla karıştırılmış etilen glikol çözeltisi kullanılmış elektrolitin sıcaklığının 18 °C 'de kalması sağlanmıştır.

Anodik oksidasyon öncesi yüzeylerindeki yağ ve pisliklerinin giderilmesi için, zımparalama ve parlatma işlemi uygulanmış numuneler yüzeylerinin temiz kalması ve oksit tabakası ile kaplanmaması için aseton içerisinde saklanmıştır. Ayrıca işlem öncesi yüzeyleri etil alkol ile 5 dakika süre boyunca ultrasonik cihazında temizleme işlemi uygulanmıştır. Daha sonra saf su ile temizlenen numunelerin yüzeyleri kurutulmuş işlem hazır hale getirilmiştir. Eloksal işleminde 10 V, 12 V, 14 V, 16 V değerlerinde doğru akım ile uygulanmış olup, işlem süresi sabit olarak 30 dakika olarak belirlenmiştir.

5.4. Tespit İşlemi

Anodik oksidasyon işlemi uygulandıktan sonra tesbit işlemi (sealing) işlemi gerçekleştirilmiş; yani 30 dakika boyunca yaklaşık 100 °C'de deionize su içerisinde numuneler bekletilmiştir. Tespit işlemi, yüzeyde bulunan oksit tabakası içindeki porların kapanmasını sağlayan bir işlemdir. Anodik oksidasyon işlemi uygulanmış malzeme, kaynama derecesindeki deionize su içerisinde yaklaşık olarak 30 dakika boyunca tutulmuştur.

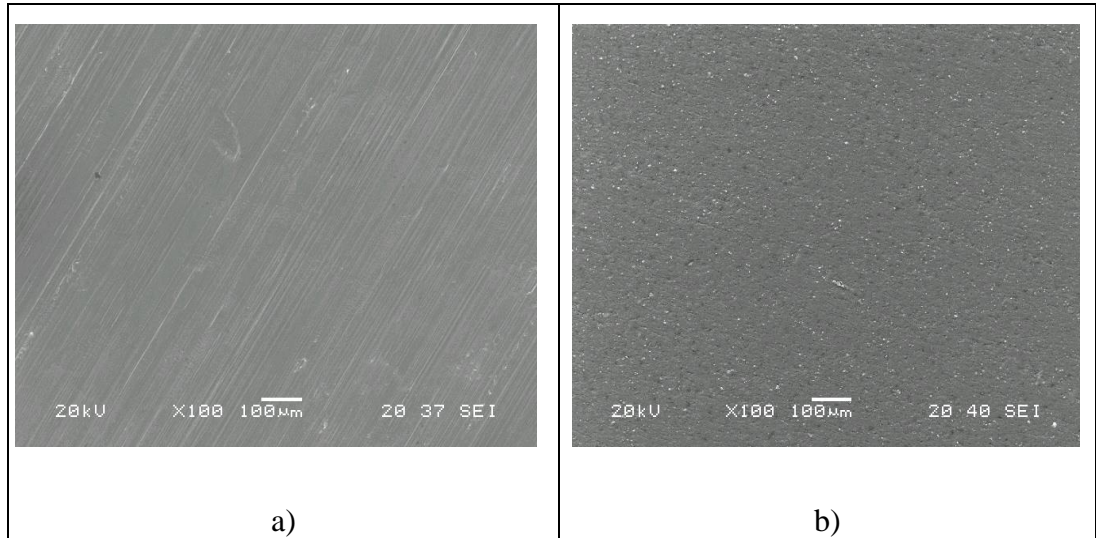
6. BULGULAR ve TARTIŞMA

6.1. Eloksal Sonrası Yüzey İnceleme

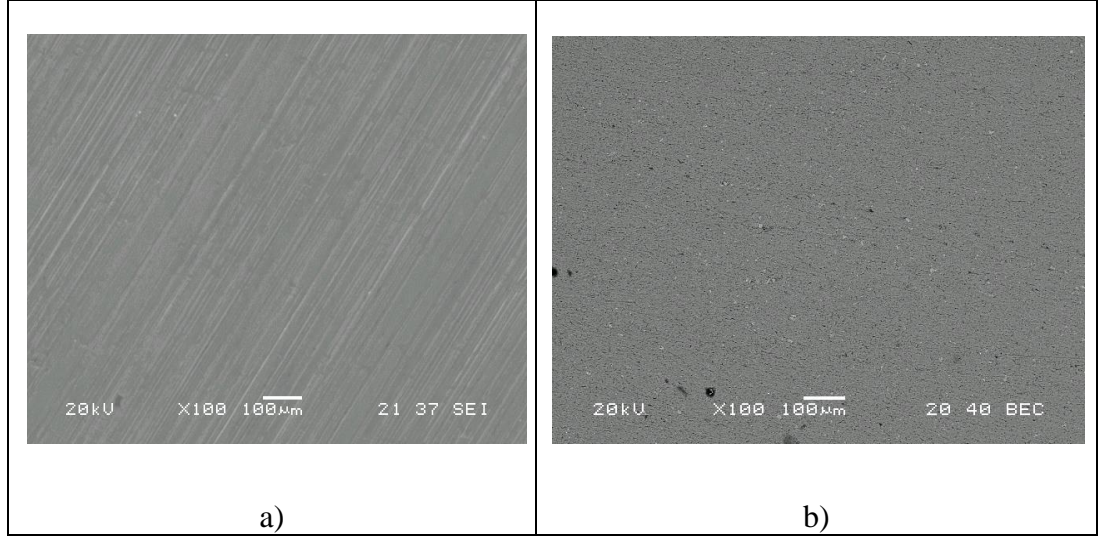
Numuneler; aynı konsantrasyonda (%15 H₂SO₄) aynı sıcaklıkta (18 °C) farklı voltajlarda (10, 12, 14, 16 volt) eloksal işlemine tabi tutulmuştur. Sülfürik asit elektroliti ile yapılan anodizasyon işleminden sonra, kaplama yüzeyleri SEM ile incelenerek, görüntüleri çekilmiştir. Elde edilen yüzey SEM görüntüleri anodik oksidasyondan önce alınan yüzey SEM görüntüleri ile karşılaştırılmaktadır.

6.1.1.Taramalı Elektron Mikroskobu İle Yapılan İncelemeler

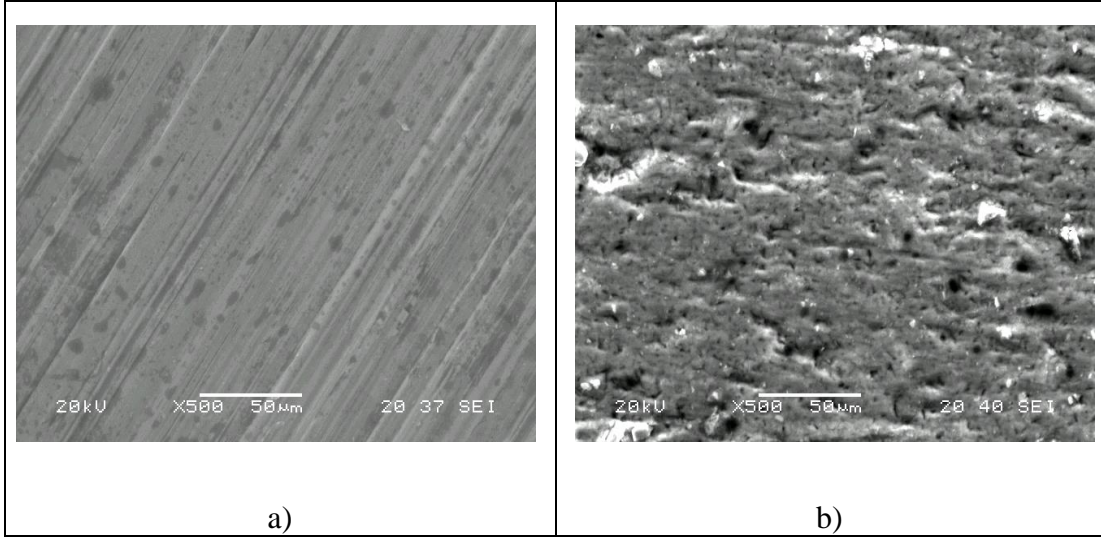
Eloksal öncesi yüzeylerinde herhangi bir işlem yapılmadan tüm numunelerin yüzeylerinden SEM’de farklı büyütmelerde görüntüler alınmıştır. Bu görüntülerle eloksal sonrası aynı şekilde yüzeyden alınan görüntüler ile karşılaştırılması Şekil 6.1 ve Şekil 6.5’de gösterilmiştir.



Şekil 6.1: a) TRC üretim yüzeyden SEI eloksal öncesi, b) TRC üretim eloksal sonrası görüntüleri.



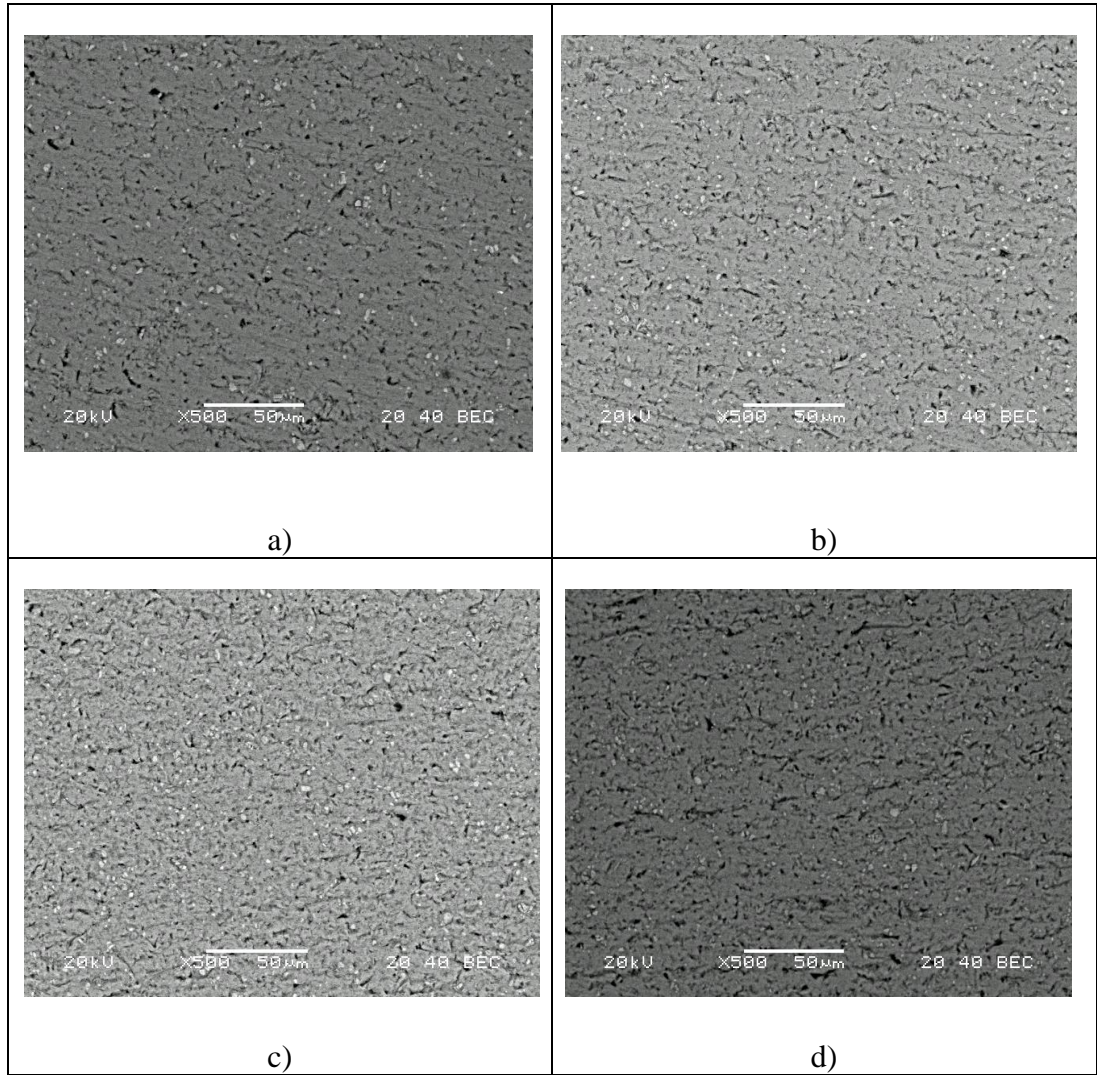
Şekil 6.2: a) DC üretim yüzeyden SEI eloksal öncesi görüntüsü, b) Eloksal sonrası görüntüsü.



Şekil 6.3: a) DC üretim yüzeyden SEI eloksal öncesi görüntüsü, b) Eloksal sonrası görüntüsü.

Şekil 6.1, Şekil 6.2 ve yüksek büyütmedeki Şekil 6.3'de de görüldüğü gibi eloksal sonrası yüzey topografyası açık porların olduğu, eloksal öncesine göre daha pürüzlü bir yüzey görüntüsüne sahip olduğu görülebilmektedir. Anodik oksidasyon sonrası porlu yapının hem DC üretim hem TRC üretimde oluştuğu görülebilmektedir. Sülfürik asit ile yapılan eloksal işleminde uniform gözenekli bir oksit tabakasının elde edilmesi yüzeyde bu gözeneklerin görülebilmesi sülfürik asitle yapılan anodik oksidasyon işleminin doğal bir sonucudur.

Şekil 6.4’de uygulanan potansiyel miktarının artırılmasıyla yüzeyde görülen gözeneklerin dağılımı ve sayısı TRC üretim numuneler için görülebilmektedir.

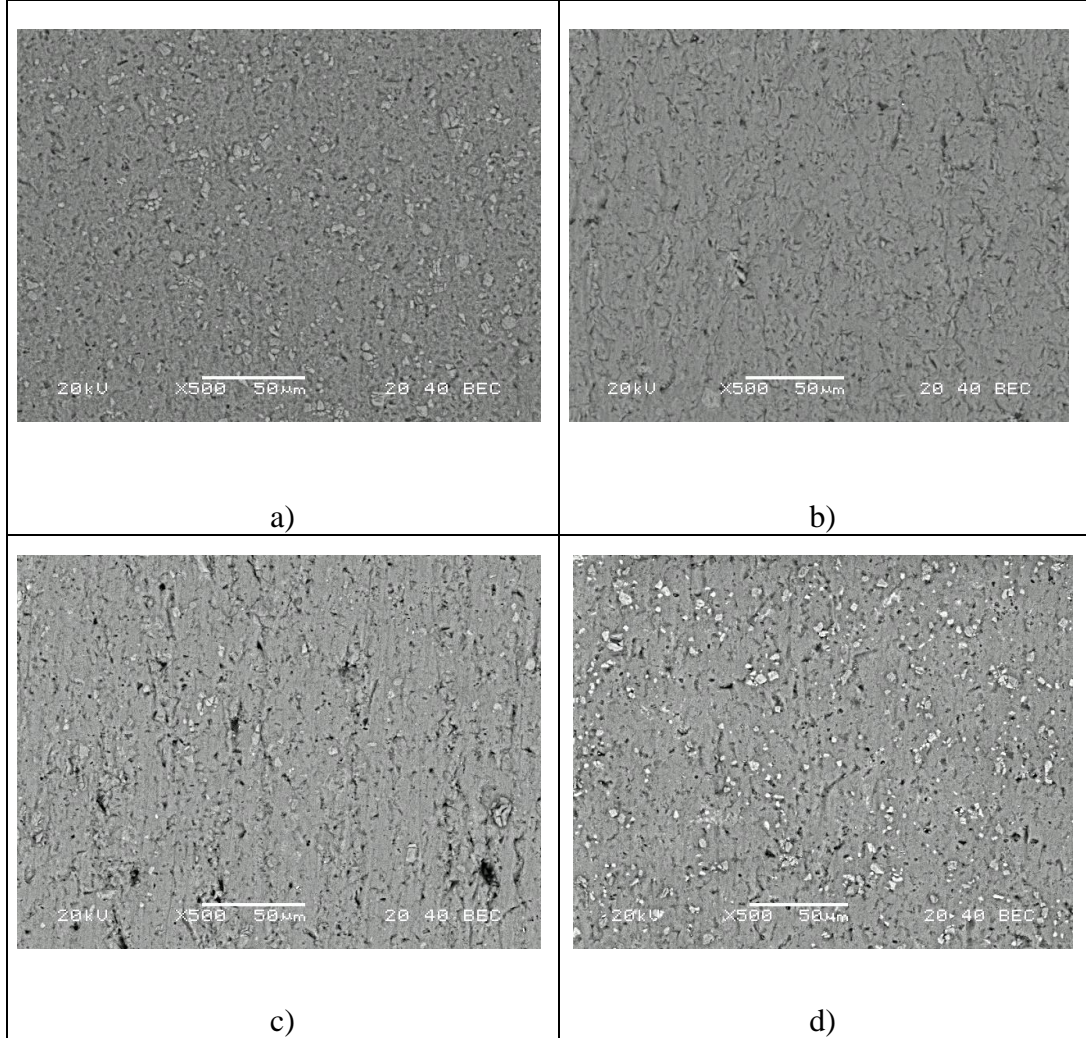


Şekil 6.4: TRC üretim yüzeyden geri saçılım elektron görüntüsü (BEI). a) 10 V, b) 12 V, c) 14 V, d) 16 V potansiyel uygulanmış.

Şekil 6.4’de görüntülerden görüldüğü gibi artan potansiyel ile birlikte por gözenek sayısı azalmıştır. Voltaj arttıkça por çapları büyümekte sayıları azalmaktadır [Choi, 2004], [Vorobyova, 2007], [Ono, 2003], [Belwalkara, 2008]. Gözenekler arası uzaklık (D_{int}), uygulanan potansiyelle (U), doğru orantılıdır. Eşitlik (6.1)’de verilmiştir.

$$D_{int} = k.U \quad (6.1)$$

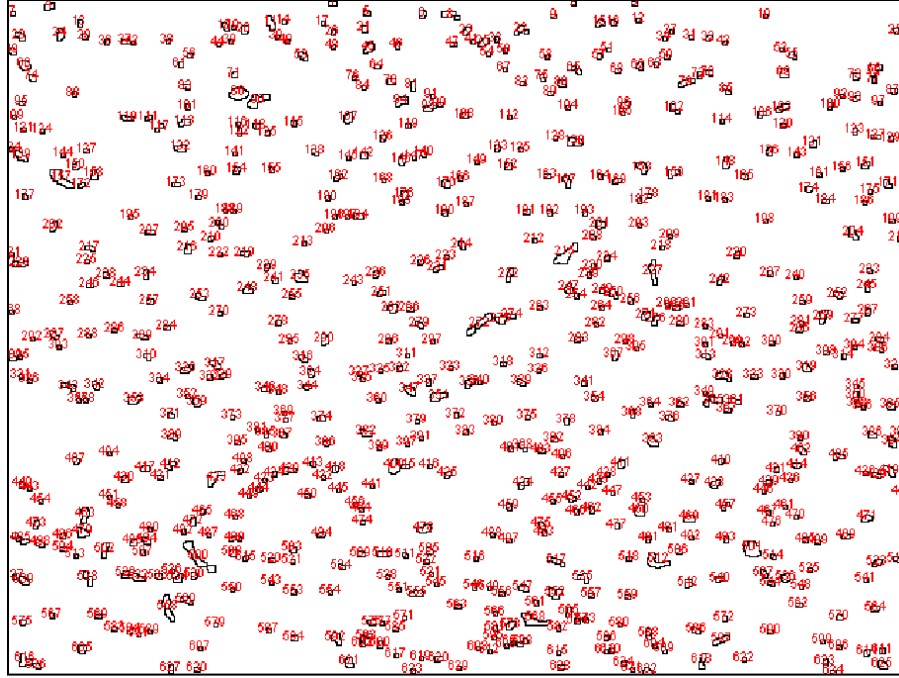
Eşitlik (6.1)'de k , orantı sabitidir, birimi nm/V dur ($2,5 < k < 2,8$) [Choi, 2004]. Şekil 6.5'de uygulanan potansiyel miktarının artırılmasıyla yüzeyde görülen gözeneklerin dağılımı ve sayısı DC üretim numuneler için görülebilmektedir.



Şekil 6.5: DC üretim yüzeyden BEI. a) 10 V, b) 12 V, c) 14 V, d) 16 V potansiyel uygulanmış.

Şekil 6.4'de olduğu gibi Şekil 6.5'de de aynı şekilde artan potansiyel ile birlikte görsel olarak bakıldığında gözenek sayısı azaldığı tahmin edilmektedir [Vorobyova, 2007], [Ono, 2003]. Gözeneklerin sayısının azalması gözeneklerin artan potansiyel ile birlikte büyüyerek birleşmesinden kaynaklanmaktadır. TRC ve DC numunelerin gözenek sayılarına bakıldığında görsel olarak DC numunelerin daha az gözenek sayısına sahip olduğu görülebilmektedir.

İmagej programı ile yüzeyden alınan SEM görüntüleri kullanılarak yüzeyden görülen por sayıları hesaplanmıştır. Şekil 6.6'da yüzeyden hesaplanan por sayıları görüntüsü verilmiştir. Her bir numune için bu işlem uygulanmıştır.



Şekil 6.6: İmagej programında porların sayılması işlemi.

Şekil 6.6'da görüldüğü üzere siyah tanecikler por parçacıklarının kenar çizgilerini göstermekte program vasıtası ile bu porların toplam sayıları elde edilebilmektedir. Elde edilen por sayıları DC ve TRC için Tablo 6.1'de verilmiştir.

Tablo 6.1: Uygulanan potansiyele bağlı por sayısı değişimleri.

Uygulanan Potansiyel (V)	TRC Por Sayısı	DC Por Sayısı
10	2569	1281
12	2324	1743
14	2555	2268
16	2433	2508

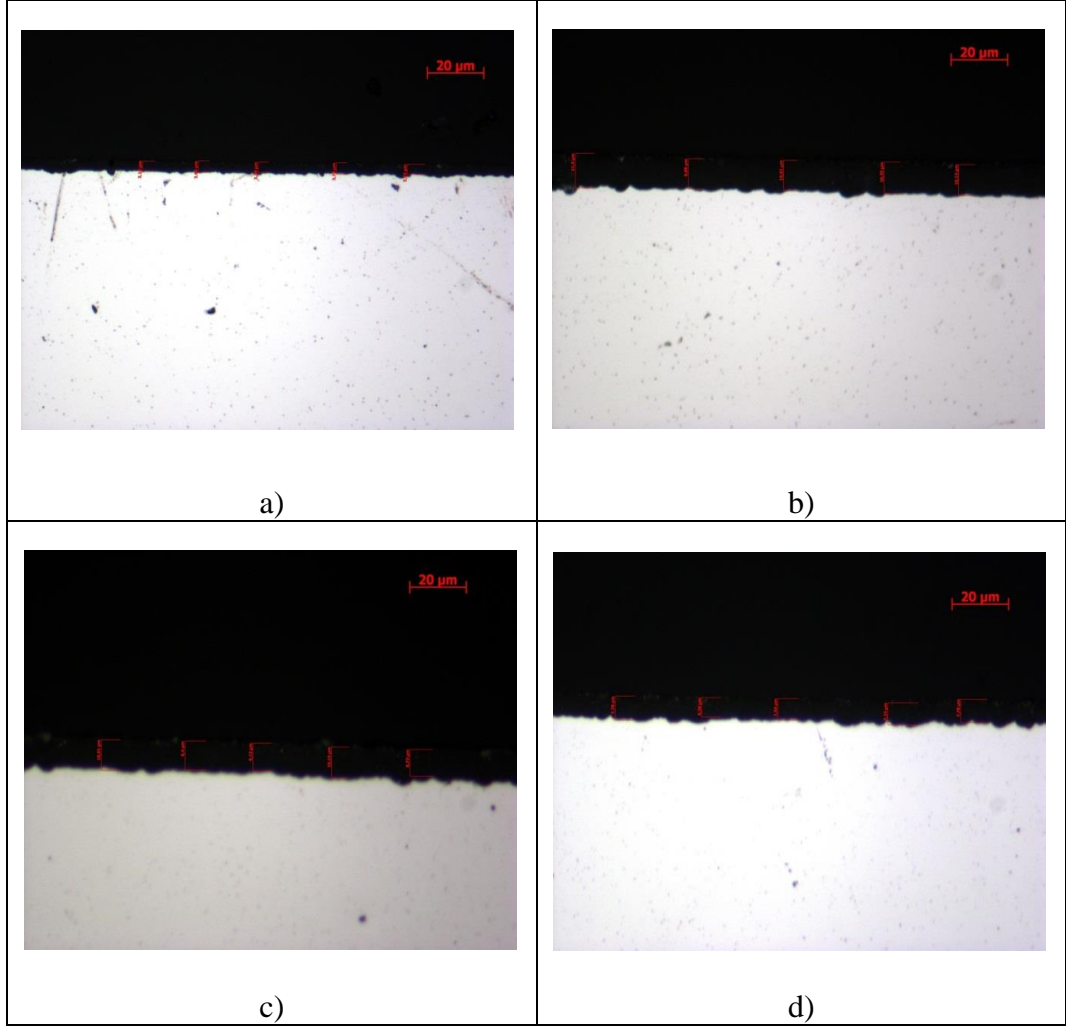
Tablo 6.1' de görüldüğü üzere artan potansiyel ile birlikte DC üretim por sayısı artmakta TRC üretimde ise azalmaktadır. Gözeneklerin sayısının azalması

gözeneklerin artan potansiyel ile birlikte büyüyerek birleşmesinden kaynaklanmaktadır [Vorobyova, 2007], [Ono, 2003]. DC üretim numunelerde görülen por sayısının artması ve gözenek sayısının az olması DC üretimde porların birleşmediğinin göstergesi olmuştur. TRC üretimin üretimden gelen hızlı katılaşmanın doğal bir sonucu olan küçük tanelere sahip olması ve tane sınırlarının DC üretimle elde edilene göre daha büyük olmasına bağlı olarak DC üretimle karşılaştırıldığında yüzey özelliklerini de etkileyen sonuçlar oluşmaktadır. Anodizasyon işleminin bir korozyon işlemi olduğu düşünülürse tane sınırlarında O₂ 'nin daha kolay hareket edebilmesine bağlı olarak TRC üretim numunelerde O₂ 'nin oksit tabakasından geçişleri daha rahat olmaktadır. O₂'nin bariyer tabakası oluştuktan sonra oksit tabakasının içerisine nüfuz etmesinde O²⁻ iyonlarının artan sıcaklık ile birlikte bu işlemin daha kolay olduğu bilinmektedir [Aerts et al., 2007]. O²⁻ iyonlarının akım taşıyıcı olması yüzeyde iyon transferinden kaynaklı geçişlerde çözünmelere sebep olmaktadır. Bu durumun TRC üretim numunelerde DC üretim numunelere kıyasla fazla oluşuna bağlı olarak TRC üretim numunelerde yüzeyden por sayıları daha fazla çıkmaktadır [Şişmanoğlu, 2009].

6.2. Eloksal Sonrası Kesitten Tabaka Kalınlığı Belirleme

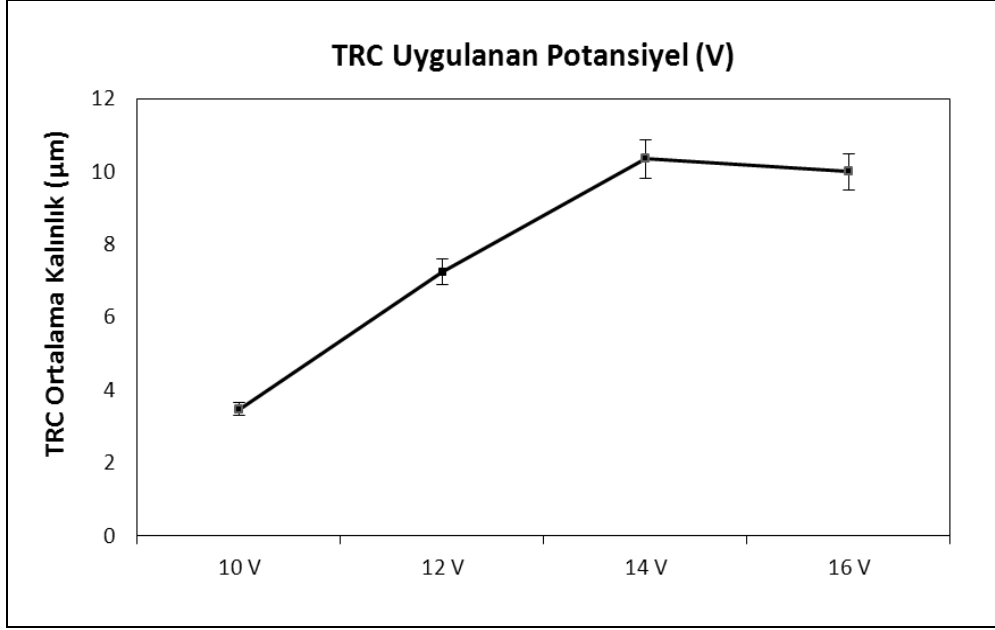
6.2.1. Optik Mikroskop İle Oksit Tabaka Kalınlığı Ölçme

Eloksal tabakanın kalınlığı, yani bariyer tabaka ve oksit tabakasının toplam kalınlığı artan potansiyel ile birlikte artmaktadır, fakat eloksal oluşumu sırasında oksit tabakanın çözünme hızı oksit oluşumunun hızından fazla olursa toplam kaplama kalınlığı azalmaktadır. Şekil 6.7'de TRC üretime ait numunelerin kesitten optik mikroskop ile ölçülen toplam tabaka kalınlıkları gösterilmiştir.



Şekil 6.7: TRC üretim kesitten oksit tabaka kalınlığı. a)10V tabaka kalınlığı =3,464 µm, b)12 V tabaka kalınlığı =7,24 µm, c)14 V tabaka kalınlığı =10,338 µm, d)16 V tabaka kalınlığı =9,484 µm.

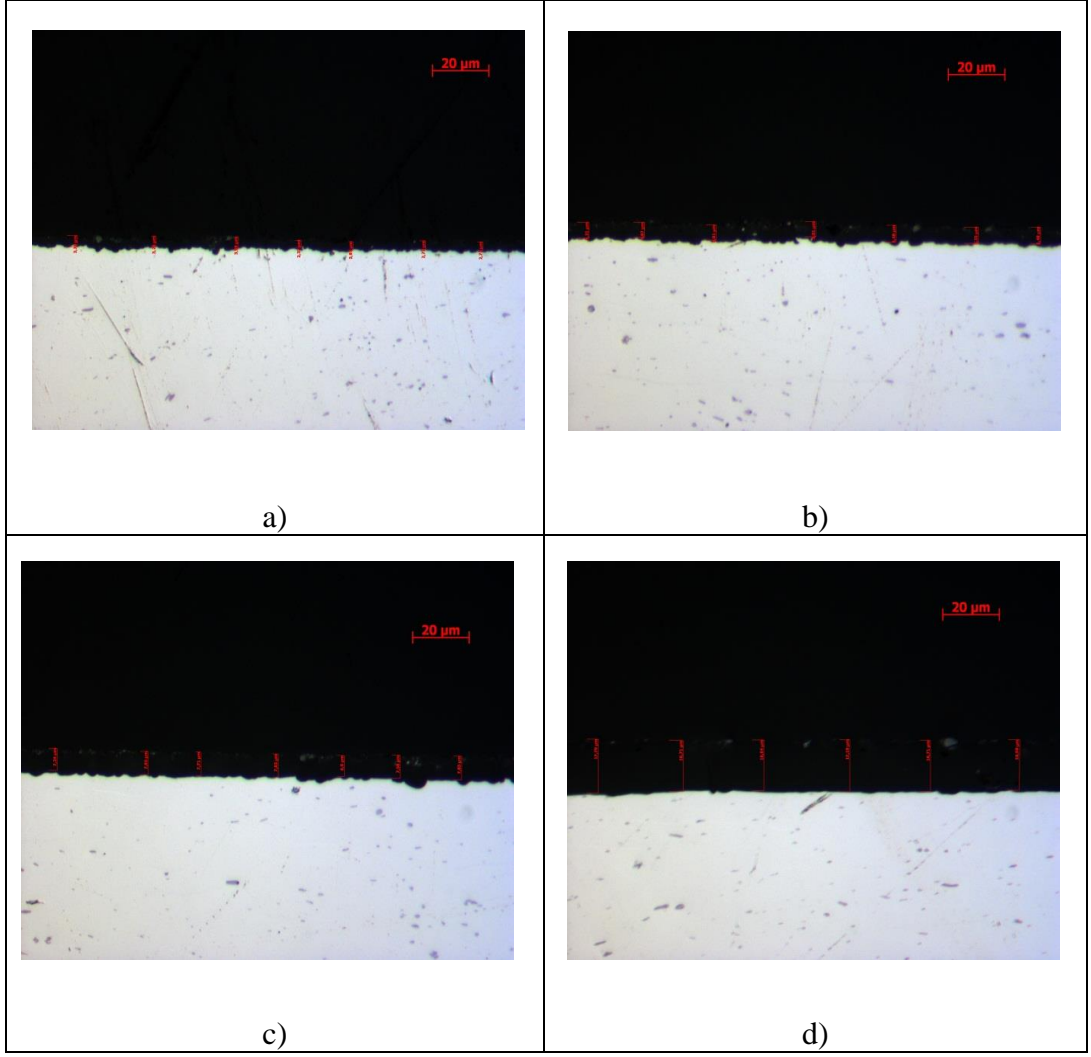
Şekil 6.7’de görüldüğü üzere optik mikroskopla incelenen kaplama kalınlığında TRC üretimde eloksal sırasında uygulanan potansiyel arttıkça tabaka kalınlığı artmaktadır. Şekil 6.8’de optik mikroskop TRC üretim ortalama eloksal tabakası kalınlığı ve uygulanan potansiyel değişimi grafik olarak verilmiştir.



Şekil 6.8: Optik mikroskop TRC üretim eloksal tabakası ortalama kalınlığı-potansiyel grafiği.

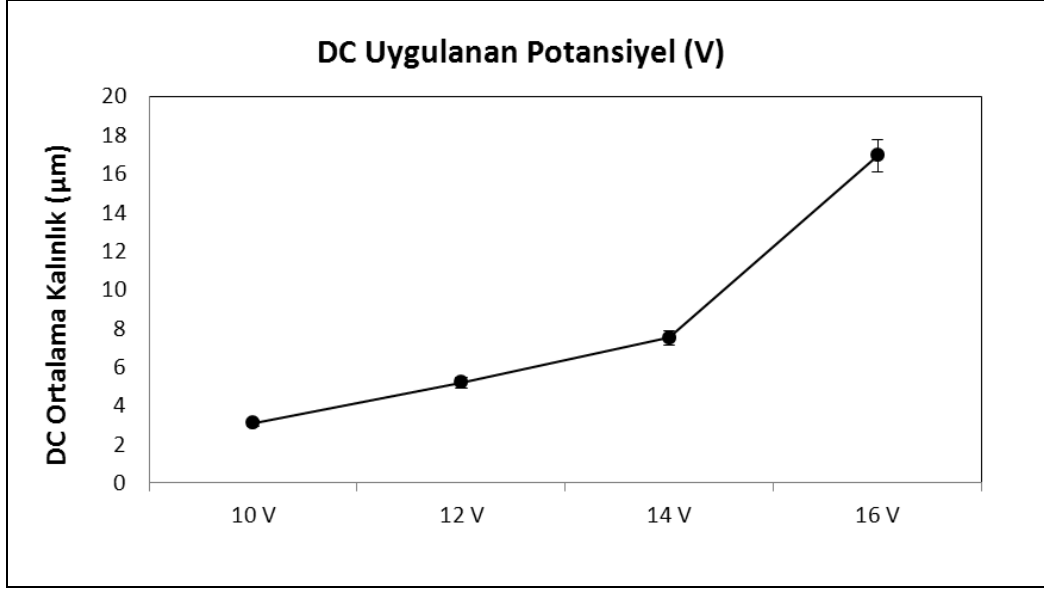
Şekil 6.8’de ki grafikte görüleceği üzere artan potansiyel ile birlikte TRC üretim levhalarda oluşturulan eloksal tabakası kalınlığı artmaktadır. 14 V potansiyelden sonra kaplama kalınlığı ortalama 9,4 µm’ye 16 V potansiyelde düşmektedir. Görüldüğü gibi 14 V’den sonra gerçekleşen eloksal işlemi sırasında, çözünme reaksiyonlarının oluşum hızı, oksit reaksiyonlarının oluşum hızına kıyasla artarak, oksit tabakanın kalınlığının incelmeye neden olmaktadır [Yoon et al., 1975; Ono, 2003; Akolkar et al., 2007]. TRC üretim için uygulanan eloksal şartlarında maksimum kalınlık 14 V’da elde edilmiş olmaktadır. Genellikle sülfürik asitli üretim proseslerinde de 10-22 V arasında potansiyeller uygulanmaktadır [Sheasby et al., 1987].

Şekil 6.9’da DC üretime ait numunelerin kesitten optik mikroskop ile ölçülen toplam tabaka kalınlıkları gösterilmiştir.



Şekil 6.9: DC üretim kesitten oksit tabaka kalınlığı. a) 10 V tabaka kalınlığı =3,11 µm, b) 12 V tabaka kalınlığı =5,2 µm, c) 14 V tabaka kalınlığı =7,511 µm, d) 16 V oksit tabaka kalınlığı =16,93 µm.

Şekil 6.9’da görüldüğü üzere optik mikroskopla incelenen kaplama kalınlığında DC üretimde de eloksall sırasında uygulanan potansiyel arttıkça tabaka kalınlığı artmaktadır. TRC üretim eloksallanan levhalardaki gibi DC üretim eloksallanmış levhalarda kalınlık uygulanan potansiyelle birlikte daha fazla oranla artmakta. DC üretim levhalardaki kaplama kalınlığındaki artış TRC üretime kıyasla daha fazla olmakta hatta 16 V potansiyel uygulanmış levhadaki kaplama kalınlığında en yüksek tabaka kalınlığına ulaşıldığı Şekil 6.10’da gösterilmektedir.

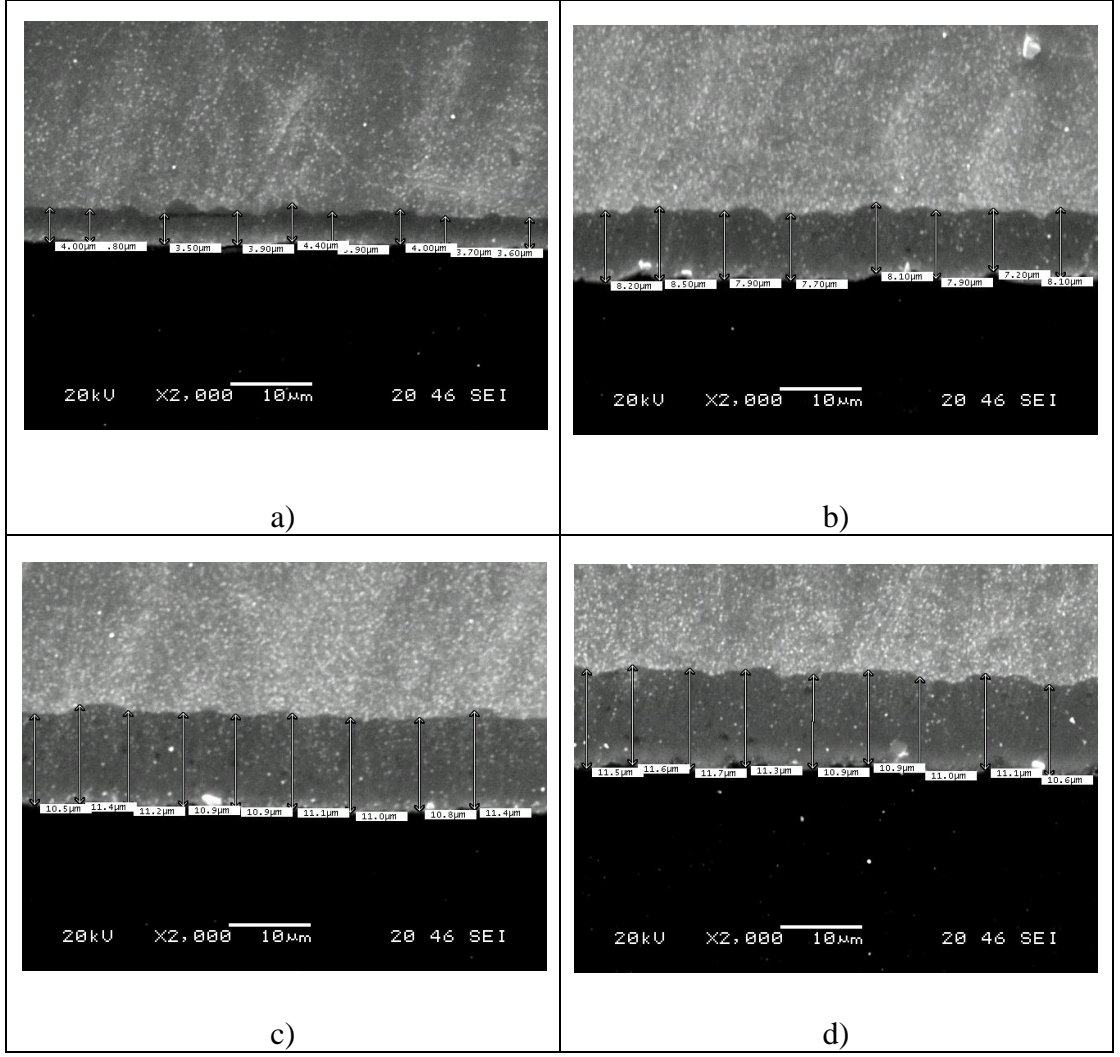


Şekil 6.10: Optik mikroskop DC üretim eloksal tabakası kalınlığı-potansiyel grafiği.

Şekil 6.10'da ki grafikte de görüldüğü üzere DC üretim levhada 16 V potansiyelde yapılan eloksal işlemi sonrası en yüksek kaplama kalınlığı elde edilebilmiştir. TRC üretim levhalardakinin aksine 16 V potansiyelde DC üretim levhalarda çözünme reaksiyonlarının oluşum hızı, oksit reaksiyonlarının oluşum hızına kıyasla artmayarak oksit tabakanın kalınlığının incelmeye neden olmamıştır. Bu durum DC üretim levhaların yüzeylerinin üretimde tıraşlanması ve intermetaliklerin oluşturduğu segregasyonların yüzeyde çok daha az bulunması sonucudur. Eloksal işlemi için yüzeyde bulunan intermetalikler oksit tabakasını etkilemektedir. Yüzeyde bulunan intermetalikler bu bölgelerden akımın geçişine engel olmakta ve eloksal işleminde oksit tabakasının oluşumunu engelleyebilmektedir [Cooke, 1962]. DC levhalarda üretimden gelen yüzey tıraşlanması özelliği sayesinde uygulanan yüksek potansiyelde bu kaplama kalınlığının elde edilmesi mümkün olmaktadır.

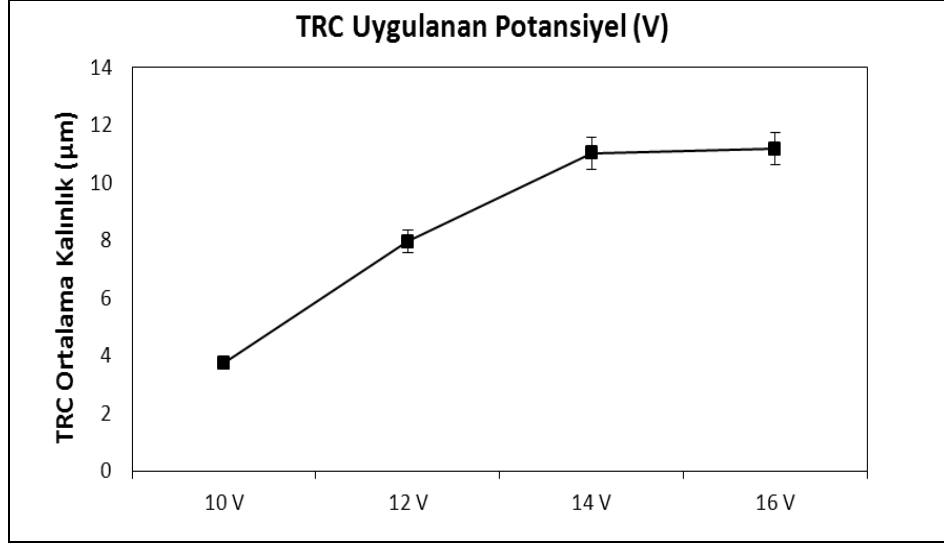
6.2.2. Taramalı Elektron Mikroskobu İle Oksit Tabaka Kalınlığı Ölçme

Optik mikroskop sonrası kesitten kaplanan numunelerin kaplama kalınlıkları SEM ile de ölçülmüştür. Şekil 6.11'de TRC üretim levhaların kaplama kalınlıkları gösterilmiştir.



Şekil 6.11: TRC üretim kesitten oksit tabaka kalınlığı. a) 10 V tabaka kalınlığı =3,75 μm , b) 12 V tabaka kalınlığı =7,95 μm , c) 14 V tabaka kalınlığı =11,02 μm , d) 16 V tabaka kalınlığı =11,17 μm .

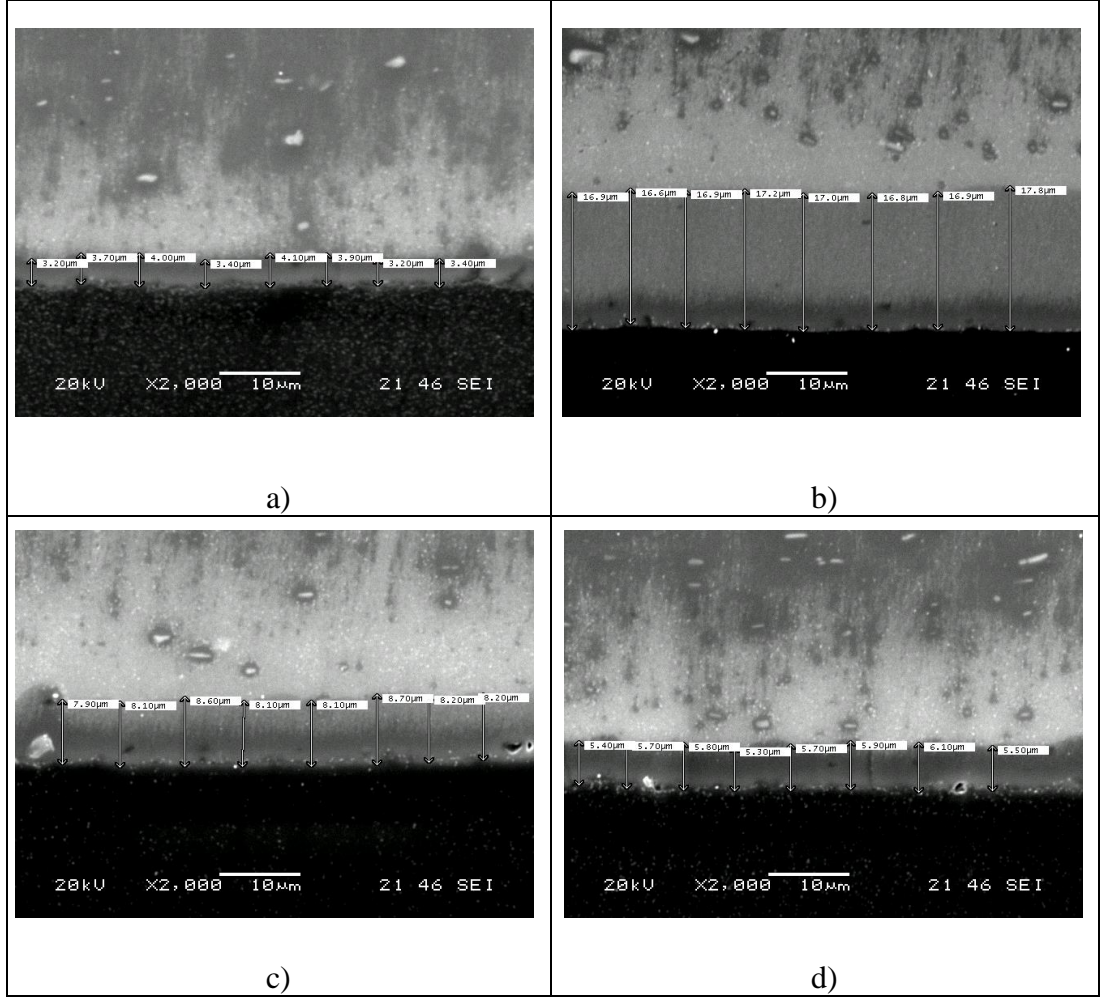
Şekil 6.11’de görüldüğü üzere optik mikroskopla incelenen kaplama kalınlığında ölçülen değerlere yakın olarak SEM’de de TRC üretimde eloksal sırasında uygulanan potansiyel arttıkça tabaka kalınlığı artmaktadır. Şekil 6.12’de optik mikroskop TRC üretim ortalama eloksal tabakası kalınlığı ve uygulanan potansiyel değişimi SEM incelemesi grafik olarak verilmiştir.



Şekil 6.12: Elektron mikroskobu TRC üretim eloksal tabakası kalınlığı-potansiyel grafiği.

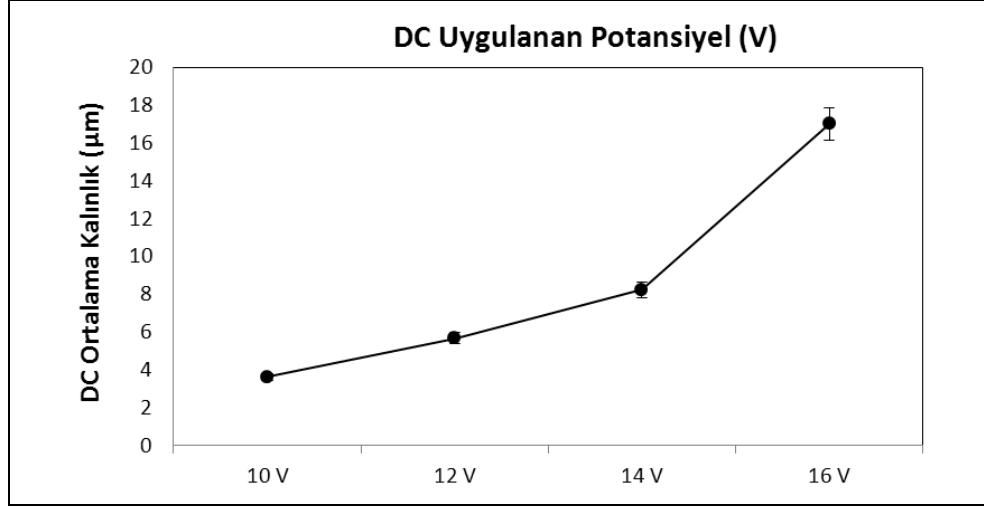
Şekil 6.12’de görüldüğü üzere optik mikroskoptaki yapılan incelemelerdeki gibi TRC üretim levhalarda oluşturulan eloksal tabakası kalınlığı artmaktadır. 14 V potansiyelden sonra kaplama kalınlığı ortalama 11,17 µm’ye 16 V potansiyelde ulaşmaktadır. Görüldüğü gibi 14 V’den sonra gerçekleşen eloksal işlemi sırasında, çözünme reaksiyonlarının oluşum hızı, oksit reaksiyonlarının oluşum hızına kıyasla artarak, oksit tabakanın kalınlığının incelmeye neden olmaktadır [Yoon et al., 1975], [Ono, 2003], [Akolkar et al., 2007].

Şekil 6.13’de DC üretim levhaların SEM de incelenen kaplama kalınlıkları gösterilmiştir.



Şekil 6.13: DC üretim kesitten oksit tabaka kalınlığı. a) 10 V tabaka kalınlığı =3,61 μm, b) 12 V tabaka kalınlığı =5,675 μm, c) 14 V tabaka kalınlığı =8,237 μm, d) 16 V oksit tabaka kalınlığı =17,01 μm.

Şekil 6.13'de görüldüğü üzere optik mikroskopla incelenen kaplama kalınlığında ölçülen değerlere yakın olarak SEM'de de DC üretimde elokal sırasında uygulanan potansiyel arttıkça tabaka kalınlığı artmaktadır. Şekil 6.14'de DC üretim ortalama elokal tabakası kalınlığı ve uygulanan potansiyel değişimi SEM incelemesi grafik olarak verilmiştir.



Şekil 6.14: Elektron mikroskobu DC üretim eloksal tabakası kalınlığı potansiyel grafiği.

Şekil 6.14'de ki grafikte de görüldüğü üzere farklı voltajlarda uygulanan eloksal sonrası farklı kalınlıklarda oksit tabakaları elde edilmiştir. 10 V değerinde yapılan eloksal sonucu ortalama 3,61 µm kalınlık elde edilirken, bu kalınlık değeri 12 V değerinde yapılan eloksal sonunda ortalama 5,67 µm olarak artmıştır. 16 V değerinden sonraki yapılan eloksalda, akım yoğunluğunun çok artmasına paralel olarak voltaj sabit kalmamış ve artmıştır ve kaplama elde edilememiştir. Fakat 16 V değerinde numuneler içinde en fazla kaplama kalınlığı DC üretimde elde edilmiştir. Bu durum çözünme hızı oksit oluşum hızından daha az olmuştur ve edilen oksit tabaka kalınlık değerleri artmıştır. DC ve TRC üretim numunelerin eloksal işlemi sonrası elde edilen toplam eloksal tabakaları Tablo 6.2'de verilmiştir.

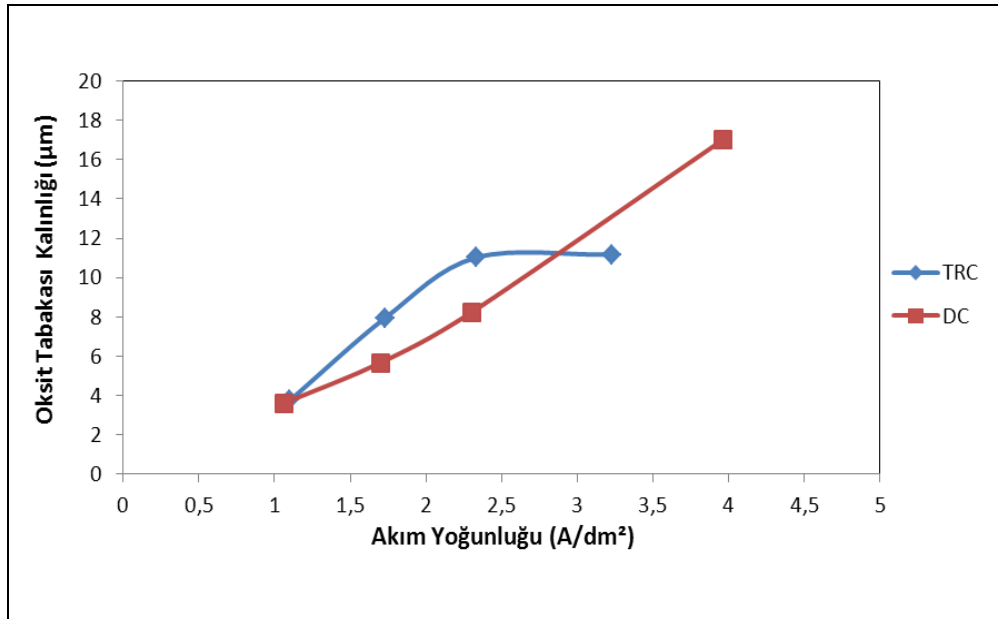
Tablo 6.2: TRC ve DC üretim farklı potansiyelerde optik ve SEM kalınlık ölçümleri.

Potansiyel (V)	TRC		DC	
	Optik Mikroskop (µm)	SEM (µm)	Optik Mikroskop (µm)	SEM (µm)
10	3,46 ±0,01	3,75 ±0,01	3,11 ±0,01	3,61 ±0,01
12	7,24 ±0,01	7,95 ±0,01	5,20 ±0,01	5,67 ±0,01
14	10,33 ±0,01	11,02 ±0,01	7,51 ±0,01	8,23 ±0,01
16	9,98 ±0,01	11,17 ±0,01	16,93 ±0,01	17,01 ±0,01

Tablo 6.2'de görüldüğü gibi hem DC hem de TRC üretim levhalara eloksal işlemi sırasında uygulanan potansiyel miktarı artırıldıkça eloksal tabakası kalınlığı artmaktadır. Optik ve taramalı elektron mikroskoplarıyla elde edilen değerler yakın

çıkılmaktadır. Yapılan çalışmalarda artan potansiyel ile tabaka kalınlığının artmasında bariyer tabakasının kalınlığının artması üzerinde durulmuştur. Artan bariyer ve oksit tabakaları toplam kaplama kalınlığının artışına neden olmaktadır [Ono, 2003]. Ölçülen değerler üretim yönteminin eloksal tabakası üzerindeki etkisini de göstermiştir. TRC üretim ile DC üretim levhalarda farklı çıkan tabaka kalınlıkları üzerinde üretim yönteminden kaynaklı mikroyapı, intermetaliklerin dağılımı, yüzey morfolojisi gibi özelliklerinin farklı olmasının etkisi bulunmaktadır. DC üretim levhalarda yüzey hattı ve merkez hattında genel mikroyapısı itibariyle TRC üretim levhalara kıyasla tane boyutu büyüktür ve intermetalikleri TRC üretim levhalara kıyasla daha iri boyuttaydı. Yüzey özellikleri açısından ise üretimden gelen tıraşlanmış (frezelenmiş) temiz bir yüzeye sahipti. Bu özellikler, özellikle intermetaliklerin yüzey bölgesindeki dağılımı ve boyutu eloksal işlemi sırasında oluşan kaplama kalınlığını etkilemektedir.

Ayrıca artan akım yoğunluğu ile birlikte oksit tabakasının kalınlığı artmaktadır. Şekil 6.15’de grafik olarak gösterilmiştir.



Şekil 6.15: Akım yoğunluğu oksit tabakası değişimi.

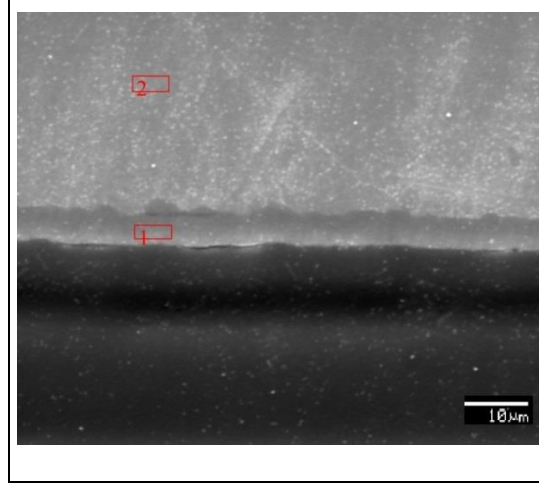
Şekil 6.15’de grafikten de görüleceği üzere DC üretim levhalarda oluşturulan oksit tabakası kalınlığı lineere yakın bir şekilde artan akım yoğunluğu ile birlikte artmakta iken TRC üretimde bu artış akım yoğunlukları 2-2,5 A/dm²’lere ulaştığında oluşan oksit tabakasının çözünmesinin artmasıyla düşmektedir [Yoon et al., 1975],

[Ono, 2003], [Akolkar et al., 2007]. Yapılan çalışmalarda poröz oksit tabaka oluşumunda bariyer tabakanın kalınlığının artmasının voltaja, bariyer tabakanın üzerinde oluşan oksit tabakasının ise artan akım yoğunluğu, zaman ve sıcaklığa bağlı olarak kalınlığının değiştiği belirtilmiştir. Artan potansiyel ile birlikte artan akım yoğunluğunda sıcaklığın artması çok doğaldır sonuçta artan sıcaklıkla birlikte oksit tabakasının çözünmesi elektrolit içerisinde çok daha kolay olmaktadır [Diggle, 1962]. Önceki çalışmalarda anodik oksidasyon şartları aynı olmasa da 10-15 V arasında yaklaşık olarak 3-10 µm tabaka kalınlıkları elde edilebilmiştir. Tsangaraki ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada 35-110 dak. sürede farklı alaşımlarda ortalama 17-25 µm arasında oksit tabaka kalınlığı ulaşılmıştır. Farklı alaşım elementleri ya da farklı konsantrasyona sahip elektrolit ile yüksek oksit tabakası elde etmek mümkün olmuştur. M. Jariyaboon ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada üretim yöntemi belirtilmemiş 1050 AA'da 100 ml/l elektrolit konsantrasyonun da 14 V potansiyel 10 dakika uygulanarak 4,5 µm oksit tabakası elde edilmiştir. Tolga Şişmanoğlu'nun çalışmasında da 2024, 6082 ve 7075 alüminyum alaşımları anodik oksidasyon incelemesinde artan potansiyel ile birlikte tabaka kalınlıkları incelenmiş ve ortalama 7-68 µm tabaka kalınlıkları elde edilmiştir [Şişmanoğlu, 2009], [Jariyaboon, 2011]. Görüldüğü üzere tabaka kalınlıkları üzerine önceki çalışmalarda 1050 AA üretim yöntemi farklı artan potansiyel ile birlikte oksit tabakası özellikleri üzerinde durulmamıştır. TRC ve DC üretim numunelerde elde edilen kaplama kalınlıkları yapılan çalışmalardaki oksit tabakalarına göre kıyaslanacak olursa yakın şartlar altında (sıcaklık, elektrolit konsantrasyonu, uygulanan potansiyel) düşük potansiyel altında (10-16 V) bile yüksek oksit tabakası kalınlığı elde edilebilmiştir.

6.3. Enerji Dağılımı Spektroskopisi ile Kesitten Oksit Tabakası Kimyasal İçeriği İnceleme

Eloksal sonrası, oksit tabakasının üst, alt bölgelerinden alansal ve kaplama boyunca çizgi analizi yapılarak EDS incelemeleri yapılmış olup, ayrıca oksit tabaka boyunca elementlerinin dağılımı belirlenmiştir.

Şekil 6.16'de TRC üretim 10 V potansiyel uygulanan numune EDS incelemesi gösterilmiş, Tablo 6.3'de spektroskopi sonucu verilmiştir.



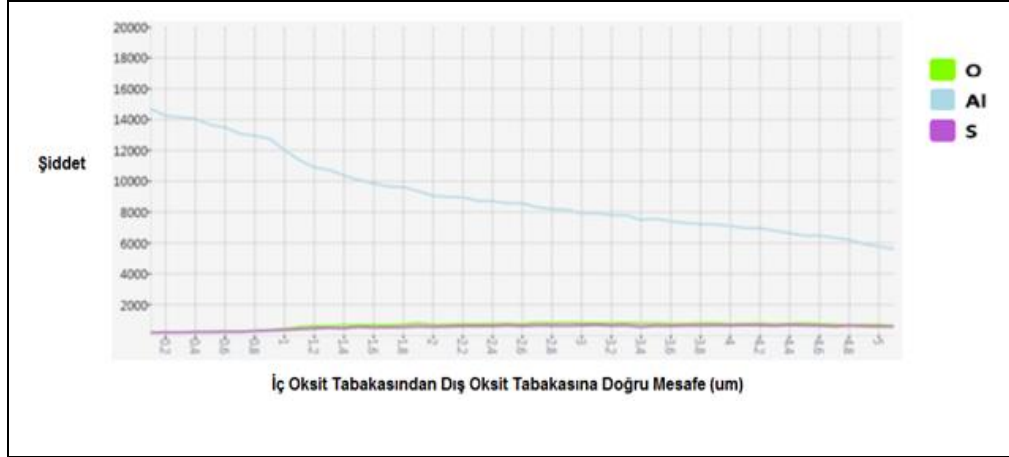
Şekil 6.16: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 10 V potansiyel uygulanan TRC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan alüminyum taban.

Şekil 6.16’de görüleceği üzere 1 nolu alanda oksijen yoğun alüminyum kısmen seyrek bölgeden ve 2 numaralı alüminyum yoğun taban bölgeden spektral dağılım yüzdeleri alınmıştır. Alınan sonuçlar Tablo 6.3’de gösterilmiştir.

Tablo 6.3: TRC üretim 10 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.

Spektrum	Al (% ağı)	O (% ağı)	S (% ağı)	Au (% ağı)	Toplam (% ağı)
1- Oksit Tabakası	50,041	35,323	4,733	9,903	100
2-Alüminyum Taban	89,255			10,745	100

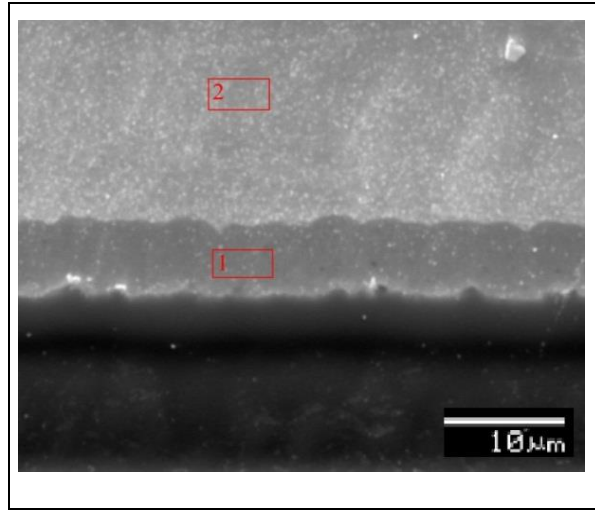
Alansal bölgeden alınan değerlerin yanında çizgi hattı analizi de alınmıştır. Şekil 6.17’de TRC üretim eloksal sırasında 10 V potansiyel uygulanan numune için, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi, grafik olarak gösterilmektedir.



Şekil 6.17: TRC üretim 10 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılımı grafik gösterimi.

Şekil 6.17’de eloksal işlemi sırasında 10 V potansiyel uygulanmış numunenin gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Alüminyum alaşım numunelerinin enerji dağılım analizinde, oksijen ve alüminyum elementlerinin dışında kükürt elementi dağılımı da analiz edilmiştir. Oksit tabakasının alt bölgesinden üst bölgesine doğru ilerledikçe, Al şiddetinin azaldığı, O şiddetinin az bir oranda arttığı ve S şiddetinin de az bir oranda arttığı görülmektedir. Bunun anlamı oksit tabakasının üst bölgesinde yüksek oranda O elementi ve önemli oranda Al elementlerinin varlığı, alt bölgesinde ise yüksek oranda Al varlığının olduğudur. Daha önce yapılan çalışmalarda da oksit tabakanın dış kısmının % 12-15’lik bir kısmında sülfat iyonları (SO_4^{2-}) bulunmuştur. Kaplamanın %15’lik kısmını H_2O ve %72’lik kısmını Al_2O_3 oluşturduğu belirtilmiştir [Sheasby et al., 1987]. Sülfat iyonlarının oksit yapısı içerisinde oran olarak azlığı, O^{2-} ve Al^{3+} iyonlarının SO_4^{2-} ne nazaran hareketliliklerinin fazla oluşundandır. Sülfat iyonlarının varlığı hidrojen iyonlarının hareketini kolaylaştırmakta ve hücre potansiyelini azaltmaktadır [Web 4, 2012]. Fakat oksit kompozisyonu içerisinde Al_2O_3 , (SO_4^{2-}), H_2O ve $Al_2(SO_4)_3$ miktarı tamamen elektrolitin ve sonrasında yapılacak olan tespit işlemine, kompozisyonuna ve özelliklerine bağlı olduğu görülmüştür [Sheasby et al., 1987]. S iyonlarının ve O iyonlarının dağılımlarının oksit tabakası boyunca yakın çıkması uygulanan elektrolit ve tespit işleminden olduğu görülmektedir. Artan potansiyel ile birlikte değişen element dağılımını tespit etmek üzere tüm numunelere EDS işlemi

uygulanmıştır. Şekil 6.18’de TRC üretim 12 V potansiyel uygulanan numune EDS incelemesi gösterilmiş, Tablo 6.4’de spektroskopisi sonucu verilmiştir.



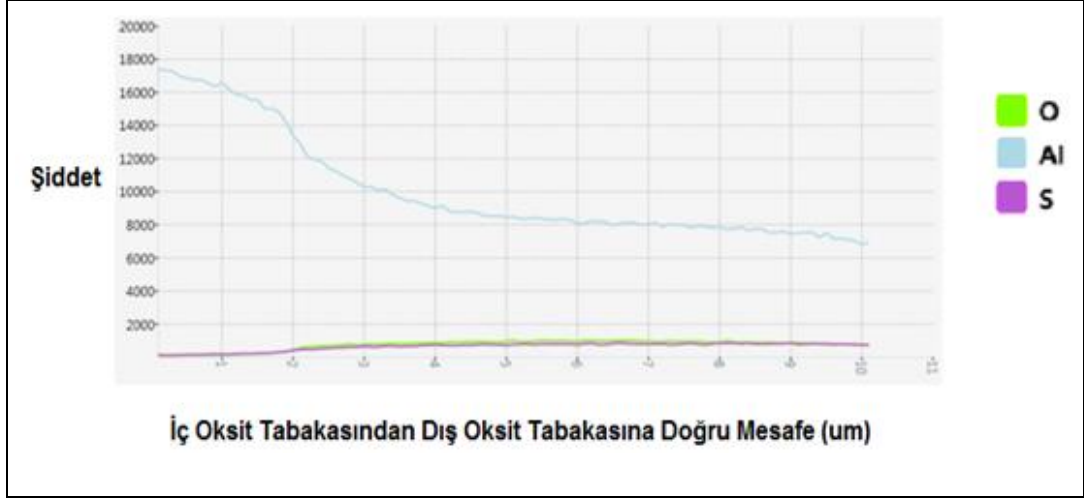
Şekil 6.18: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 12 V potansiyel uygulanan TRC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan alüminyum taban.

Şekil 6.18’de görüleceği üzere 1 nolu alanda oksijen yoğun alüminyum kısmen seyrek bölgeden ve 2 numaralı alüminyum yoğun taban bölgeden spektral dağılım yüzdeleri alınmıştır. Alınan sonuçlar Tablo 6.4’de gösterilmiştir.

Tablo 6.4: TRC üretim 12 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.

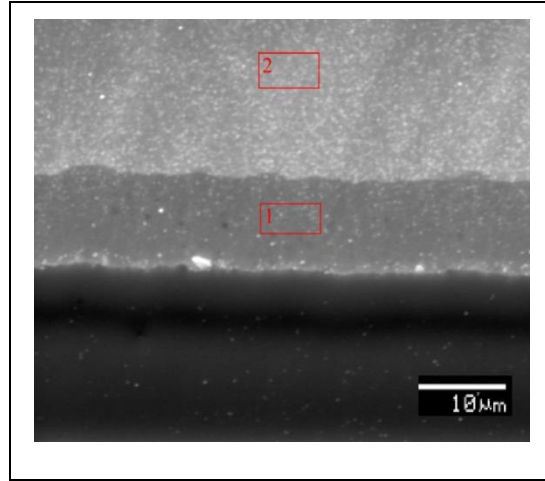
Spektrum	Al (% ağı)	O (% ağı)	S (% ağı)	Au (% ağı)	Toplam (% ağı)
1- Oksit Tabakası	48,883	34,772	5,444	10,901	100
2-Alüminyum Taban	89,139			10,861	100

Alansal bölgeden alınan değerlerin yanında çizgi hattı analizi de alınmıştır. Şekil 6.19’de TRC üretim eloksal sırasında 12 V potansiyel uygulanan numune için, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi grafik olarak gösterilmektedir.



Şekil 6.19: TRC üretim 12 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılımı sonucu grafik gösterimi.

Şekil 6.19’ da eloksal işlemi sırasında 12 V potansiyel uygulanmış numunenin gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Alüminyum alaşım numunelerinin enerji dağılım analizinde, oksijen ve alüminyum elementlerinin dışında kükürt elementi dağılımı da analiz edilmiştir. Elektrolitten gelen S iyonlarıdır. Oksit tabakasının alt bölgesinden üst bölgesine doğru ilerledikçe, Al şiddetinin azaldığı, O şiddetinin az bir oranda arttığı ve S şiddetinin de az bir oranda arttığı görülmektedir. Bunun anlamı oksit tabakasının üst bölgesinde yüksek oranda O elementi ve önemli oranda Al elementlerinin varlığı, alt bölgesinde ise yüksek oranda Al varlığının olduğudur. 10 V potansiyel uygulanmış TRC numuneye göre 12 V uygulanmış TRC üretim numuneden artan potansiyele bağlı olarak S ve O elementlerinin elektrolit içerisinde transferinin hızlanmasına bağlı olarak arttığı görülmektedir. Şekil 6.20 ‘de TRC üretim 14 V potansiyel uygulanan numune EDS incelemesi gösterilmiş, Tablo 6.5’ de enerji dağılım spektroskopisi sonucu verilmiştir.



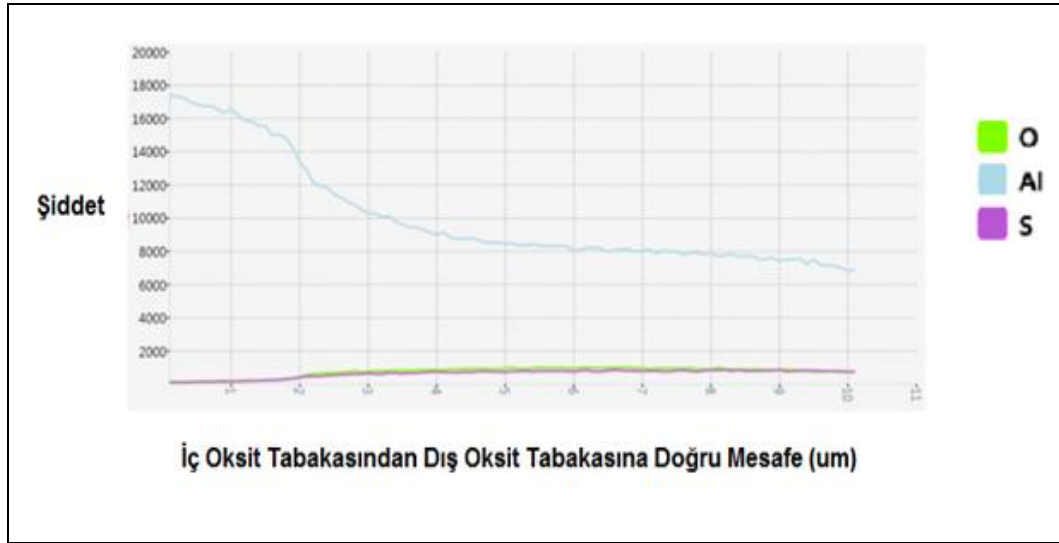
Şekil 6.20: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 14 V potansiyel uygulanan TRC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan alüminyum taban.

Şekil 6.20’da görüleceği üzere 1 nolu alanda oksijen yoğun alüminyum kısmen seyrek bölgeden ve 2 numaralı alüminyum yoğun taban bölgeden spektral dağılım yüzdeleri alınmıştır. Alınan sonuçlar Tablo 6.5’de gösterilmiştir.

Tablo 6.5: TRC üretim 14 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.

Spektrum	Al (% ağı)	O (% ağı)	S (% ağı)	Au (% ağı)	Toplam (% ağı)
1-Oksit Tabakası	48,312	35,335	5,683	10,67	100
2-Alüminyum Taban	90,251			9,749	100

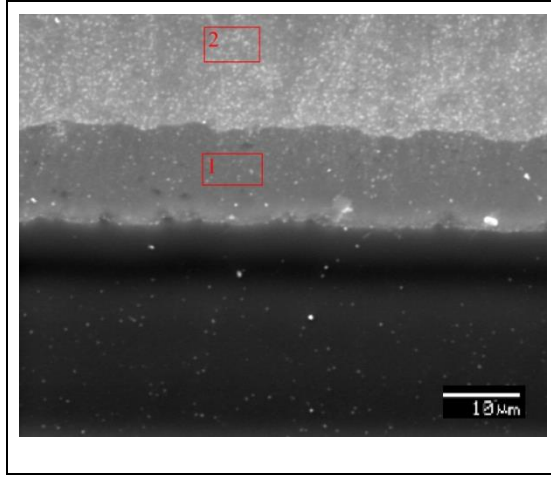
Alansal bölgeden alınan değerlerin yanında çizgi hattı analizi de alınmıştır. Şekil 6.21’de TRC üretim eloksal sırasında 12 V potansiyel uygulanan numune için, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi grafik olarak gösterilmektedir.



Şekil 6.21: TRC üretim 14 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım sonucu grafik gösterimi.

Şekil 6.21’de eloksal işlemi sırasında 14 V potansiyel uygulanmış numunenin gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Alüminyum alaşım numunelerinin enerji dağılım analizinde, oksijen ve alüminyum elementlerinin dışında kükürt elementi dağılımı da analiz edilmiştir. Elektrolitten gelen S iyonlarıdır. Oksit tabakasının alt bölgesinden üst bölgesine doğru ilerledikçe, Al şiddetinin azaldığı, O şiddetinin az bir oranda arttığı ve S şiddetinin de az bir oranda arttığı görülmektedir. Bunun anlamı oksit tabakasının üst bölgesinde yüksek oranda O elementi ve önemli oranda Al elementlerinin varlığı, alt bölgesinde ise yüksek oranda Al varlığının olduğudur. 12 V potansiyel uygulanmış TRC numuneye göre 14 V uygulanmış TRC üretim numuneden, artan potansiyele bağlı olarak, S ve O elementlerinin elektrolit içerisinde transferinin hızlanmasına bağlı olarak arttığı görülmektedir.

Şekil 6.22’de TRC üretim 16 V potansiyel uygulanan numune EDS incelemesi gösterilmiş, Tablo 6.6’da spektroskopisi sonucu verilmiştir.



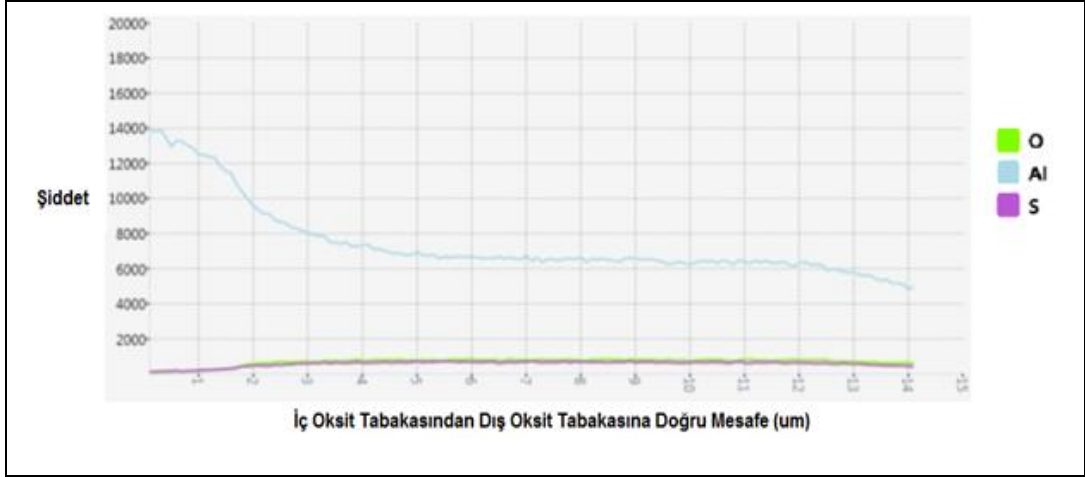
Şekil 6.22: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 16 V potansiyel uygulanan TRC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan alüminyum taban.

Şekil 6.22’de görüleceği üzere 1 nolu alanda oksijen yoğun alüminyum kısmen seyrek bölgeden ve 2 numaralı alüminyum yoğun taban bölgeden spektral dağılım yüzdeleri alınmıştır. Alınan sonuçlar Tablo 6.6’da gösterilmiştir.

Tablo 6.6: TRC üretim 16 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.

Spektrum	Al (% ağı)	O (% ağı)	S (% ağı)	Au (% ağı)	Toplam (% ağı)
1-Oksit Tabakası	48,297	33,659	5,918	12,126	100
2-Alüminyum Taban	91,429			8,571	100

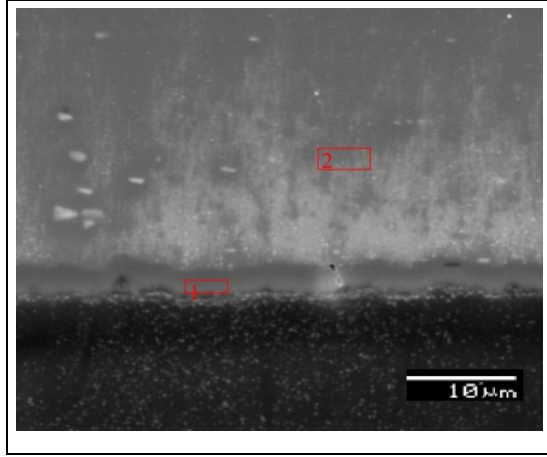
Alansal bölgeden alınan değerlerin yanında çizgi hattı analizi de alınmıştır. Şekil 6.23’de TRC üretim eloksal sırasında 16 V potansiyel uygulanan numune için, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi grafik olarak gösterilmektedir.



Şekil 6.23: TRC üretim 16 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım sonucu grafik gösterimi.

Şekil 6.23’de eloksal işlemi sırasında 16 V potansiyel uygulanmış numunenin gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Alüminyum alaşım numunelerinin enerji dağılım analizinde, oksijen ve alüminyum elementlerinin dışında kükürt elementi dağılımı da analiz edilmiştir. Elektrolitten gelen S iyonlarıdır. Oksit tabakasının alt bölgesinden üst bölgesine doğru ilerledikçe, Al şiddetinin azaldığı, O şiddetinin az bir oranda arttığı ve S şiddetinin de az bir oranda arttığı görülmektedir. Bunun anlamı oksit tabakasının üst bölgesinde yüksek oranda O elementi ve önemli oranda Al elementlerinin varlığı, alt bölgesinde ise yüksek oranda Al varlığının olduğudur. 14 V potansiyel uygulanmış TRC numuneye göre 16 V uygulanmış TRC üretim numuneden, artan potansiyele bağlı olarak, S ve O elementlerinin miktarının azaldığı görülmüştür bu durumda TRC üretim numunede çözünme hızının oksit oluşum hızını geçtiği ve kaplama uç (yüzey) bölgesine doğru 14 V potansiyel uygulanan numuneye göre azaldığı görülmektedir.

TRC üretim numunelerden sonra DC üretim numunelerde de EDS alansal ve çizgi hattı analizi uygulanmıştır. Şekil 6.24’de DC üretim 10 V potansiyel uygulanan numune EDS incelemesi gösterilmiş, Tablo 6.7’de spektroskopi sonucu verilmiştir.



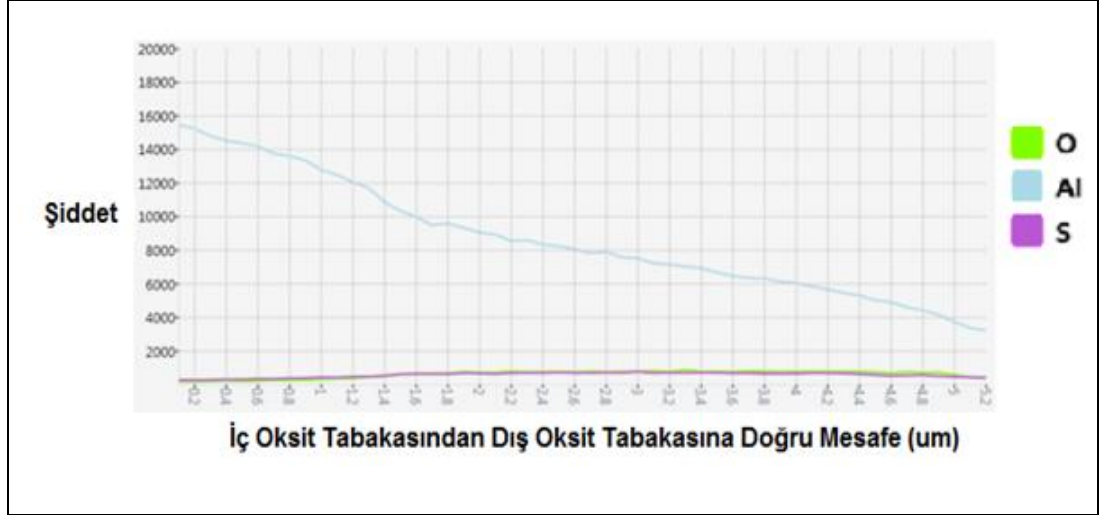
Şekil 6.24: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 10 V potansiyel uygulanan DC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan alüminyum taban.

Şekil 6.24’de görüleceği üzere 1 nolu alanda oksijen yoğun alüminyum kısmen seyrek bölgeden ve 2 numaralı alüminyum yoğun taban bölgeden spektral dağılım yüzdeleri alınmıştır. Alınan sonuçlar Tablo 6.7’de gösterilmiştir.

Tablo 6.7: DC üretim 10 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.

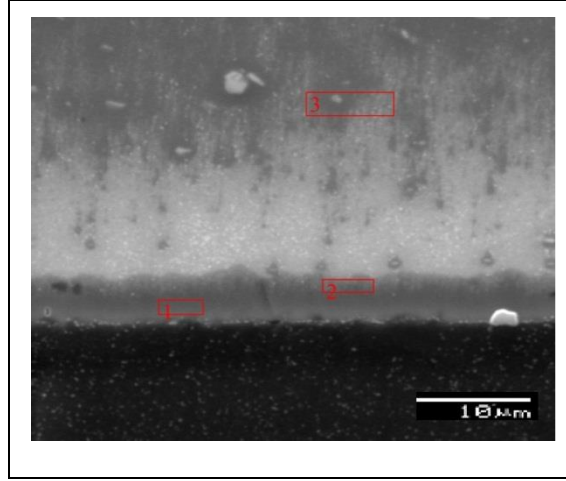
Spektrum	Al (% ağı)	O (% ağı)	S (% ağı)	Au (% ağı)	Toplam (% ağı)
1-Oksit Tabakası	58,233	24,348	4,613	12,806	100
2-Alüminyum Taban	90,780			9,220	100

Alansal bölgeden alınan değerlerin yanında çizgi hattı analizi de alınmıştır. Şekil 6.25’de DC üretim eloksal sırasında 10 V potansiyel uygulanan numune için, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi grafik olarak gösterilmektedir.



Şekil 6.25: DC üretim 10 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım sonucu grafik gösterimi.

Şekil 6.25’de eloksal işlemi sırasında 10 V potansiyel uygulanmış numunenin gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Alüminyum alaşım numunelerinin enerji dağılım analizinde, oksijen ve alüminyum elementlerinin dışında kükürt elementi dağılımı da analiz edilmiştir. Elektrolitten gelen S iyonlarıdır. Oksit tabakasının alt bölgesinden üst bölgesine doğru ilerledikçe, Al şiddetinin azaldığı, O şiddetinin az bir oranda arttığı ve S şiddetinin de az bir oranda arttığı görülmektedir. Bunun anlamı oksit tabakasının üst bölgesinde yüksek oranda O elementi ve önemli oranda Al elementlerinin varlığı, alt bölgesinde ise yüksek oranda Al varlığının olduğudur. 10 V potansiyel uygulanmış TRC numuneye göre, 10 V uygulanmış DC üretim numuneden, S ve O elementlerinin miktarının azaldığı görülmüştür bu durumda DC üretim numunede çözünme hızının oksit oluşum hızını geçtiği ve kaplama uç (yüzey) bölgesine doğru TRC üretim numuneye göre azaldığı görülmektedir. Bu durum aynı şartlar altında fakat farklı anodik oksidasyon kaplama kalınlığına sahip olmalarına, üretimden gelen farklı mikroyapı özelliklerine, mikroyapıda intermetaliklerin dağılımlarının farklı oluşunun etkisinin olduğunu göstermiştir. Şekil 6.26’da DC üretim 12 V potansiyel uygulanan numune EDS incelemesi gösterilmiş, Tablo 6.8’de spektroskopi sonucu verilmiştir.



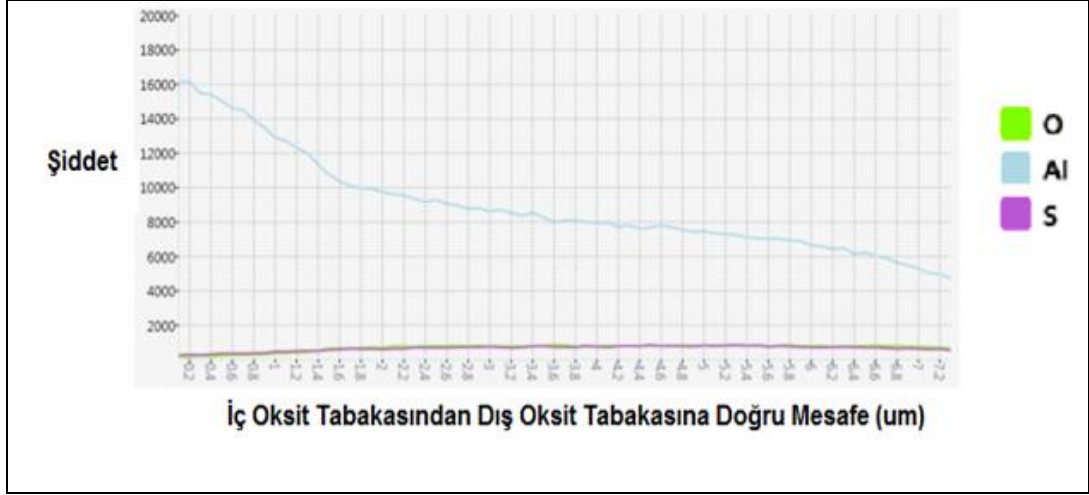
Şekil 6.26: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 12 V potansiyel uygulanan DC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan bariyer tabaka 3 nolu alan alüminyum taban.

Şekil 6.26’da görüleceği üzere 1 nolu alanda; oksijen yoğun alüminyum kısmen seyrek bölgeden, 2 numaralı alanda; alüminyum yoğun taban bölgeye yakın bariyer tabakasından ve 3 nolu alanda; alüminyum taban bölgesinden, spektral dağılım yüzdeleri alınmıştır. Alınan sonuçlar Tablo 6.8’de gösterilmiştir. DC üretim numunelerden 12, 14 ve 16 V potansiyel uygulanan numunelerdeki kaplamalarda yüksek büyütmelemlerde görüntü alınabilmesi ile bariyer tabakası bölgesinden de analiz alınabilmiştir.

Tablo 6.8: DC üretim 12 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.

Spektrum	Al (% ağı)	O (% ağı)	S (% ağı)	Au (% ağı)	Toplam (% ağı)
1-Oksit Tabakası	47,213	32,383	6,044	14,360	100
2-Bariyer Tabakası	56,041	24,950	5,076	13,933	100
3-Alüminyum Taban	89,783			10,217	100

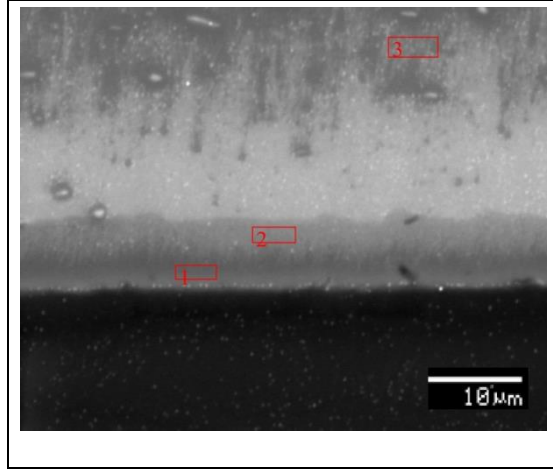
Alansal bölgeden alınan değerlerin yanında çizgi hattı analizi de alınmıştır. Şekil 6.27’de DC üretim eloksal sırasında 12 V potansiyel uygulanan numune için, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi grafik olarak gösterilmektedir.



Şekil 6.27: DC üretim 12 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım sonucu grafik gösterimi.

Şekil 6.27’de eloksal işleminde 12 V potansiyel uygulanmış numunenin gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Alüminyum alaşım numunelerinin enerji dağılım analizinde, oksijen ve alüminyum elementlerinin dışında kükürt elementi dağılımı da analiz edilmiştir. Elektrolitten gelen S iyonlarıdır. Oksit tabakasının alt bölgesinden üst bölgesine doğru ilerledikçe, Al şiddetinin azaldığı, O şiddetinin az bir oranda arttığı ve S şiddetinin de az bir oranda arttığı görülmektedir. Bunun anlamı oksit tabakasının üst bölgesinde yüksek oranda O elementi ve önemli oranda Al elementlerinin varlığı, alt bölgesinde ise yüksek oranda Al varlığının olduğudur. 10 V potansiyel uygulanmış DC numuneye göre 12 V uygulanmış DC üretim numuneden, S ve O elementlerinin miktarının arttığı görülmüştür artan potansiyele bağlı olarak, S ve O elementlerinin elektrolit içerisinde transferinin hızlanmasına bağlı olarak arttığı görülmektedir.

Şekil 6.28’de DC üretim 14 V potansiyel uygulanan numune EDS incelemesi gösterilmiş, Tablo 6.9’da spektroskopi sonucu verilmiştir.



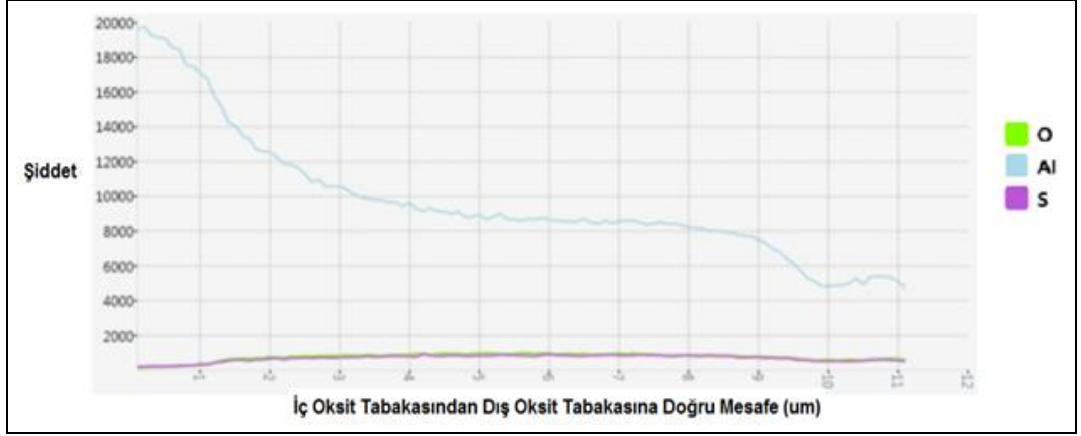
Şekil 6.28: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 14 V potansiyel uygulanan DC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan bariyer tabaka 3 nolu alan alüminyum taban.

Şekil 6.28’de görüleceği üzere 1 nolu alanda Oksijen yoğun Alüminyum kısmen seyrek bölgeden, 2 numaralı Alüminyum yoğun taban bölgeye yakın bariyer tabakasından ve 3 nolu alan alüminyum taban bölgesinden spektral dağılım yüzdeleri alınmıştır. Alınan sonuçlar Tablo 6.9’da gösterilmiştir

Tablo 6.9: DC üretim 14 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.

Spektrum	Al (% ağı)	O (% ağı)	S (% ağı)	Au (% ağı)	Toplam (% ağı)
1-Oksit Tabakası	48,080	31,642	6,116	14,161	100
2-Bariyer Tabakası	53,770	26,118	5,340	14,772	100
3-Alüminyum Taban	89,232			10,768	100

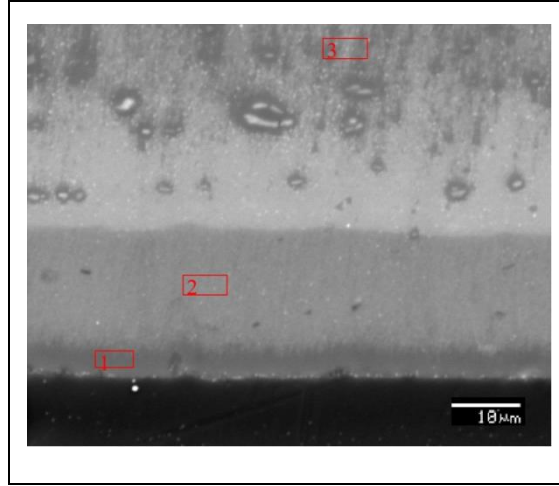
Alansal bölgeden alınan değerlerin yanında çizgi hattı analizi de alınmıştır. Şekil 6.29’da DC üretim eloksal sırasında 14 V potansiyel uygulanan numune için, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi grafik olarak gösterilmektedir.



Şekil 6.29: DC üretim 14 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım spektroskopisi sonucu grafik gösterimi.

Şekil 6.29’da eloksal işlemi sırasında 14 V potansiyel uygulanmış numunenin gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Alüminyum alaşım numunelerinin enerji dağılım analizinde, oksijen ve alüminyum elementlerinin dışında kükürt elementi dağılımı da analiz edilmiştir. Elektrolitten gelen S iyonlarıdır. Oksit tabakasının alt bölgesinden üst bölgesine doğru ilerledikçe, Al şiddetinin azaldığı, O şiddetinin az bir oranda arttığı ve S şiddetinin de az bir oranda arttığı görülmektedir. Bunun anlamı oksit tabakasının üst bölgesinde yüksek oranda O elementi ve önemli oranda Al elementlerinin varlığı, alt bölgesinde ise yüksek oranda Al varlığının olduğudur. 12 V potansiyel uygulanmış DC numuneye göre 14 V uygulanmış DC üretim numunede artan potansiyele bağlı olarak, S ve O elementlerinin miktarının azaldığı görülmüştür. Bu durum 14 V uygulanmış DC üretim numunede çözünme hızının oksit oluşum hızını geçtiğini göstermektedir.

Şekil 6.30’da DC üretim 16 V potansiyel uygulanan numune EDS incelemesi gösterilmiş, Tablo 6.10’da spektroskopi sonucu verilmiştir.



Şekil 6.30: Enerji Dağılım Spektroskopisi kimyasal yapıyı belirleme 16 V potansiyel uygulanan DC üretim numuneye ait SEM görüntüsü, 1 nolu alan oksit tabakası, 2 nolu alan bariyer tabaka 3 nolu alan alüminyum taban.

Şekil 6.30’de görüleceği üzere 1 nolu alanda Oksijen yoğun Alüminyum kısmen seyrek bölgeden, 2 numaralı Alüminyum yoğun taban bölgeye yakın bariyer tabakasından ve 3 nolu alan alüminyum taban bölgesinden spektral dağılım yüzdeleri alınmıştır. Alınan sonuçlar Tablo 6.10’da gösterilmiştir

Tablo 6.10: DC üretim 16 V potansiyel uygulanmış levha enerji dağılım spektroskopisi sonuçları.

Spektrum	Al (% ağı)	O (% ağı)	S (% ağı)	Au (% ağı)	Toplam (% ağı)
1-Oksit Tabakası	47.547	33.906	6.578	11.968	100
2-Bariyer Tabakası	49.032	29.803	6.530	14.635	100
3-Alüminyum Taban	90.206			9.794	100

Alansal bölgeden alınan değerlerin yanında çizgi hattı analizi de alınmıştır. Şekil 6.31’de DC üretim eloksal sırasında 16 V potansiyel uygulanan numune için, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi grafik olarak gösterilmektedir.



Şekil 6.31: DC üretim 16 V potansiyel uygulanmış levha kaplama boyunca element dağılım sonucu grafik gösterimi.

Şekil 6.31’de eloksal işlemi sırasında 16 V potansiyel uygulanmış numunenin gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Eloksal uygulanmış alüminyum alaşım numunelerinin enerji dağılım analizinde, oksijen ve alüminyum elementlerinin dışında kükürt elementi dağılımı da analiz edilmiştir. Elektrolitten gelen S iyonlarıdır. Oksit tabakasının alt bölgesinden üst bölgesine doğru ilerledikçe, Al şiddetinin azaldığı, O şiddetinin az bir oranda arttığı ve S şiddetinin de az bir oranda arttığı görülmektedir. Bunun anlamı oksit tabakasının üst bölgesinde yüksek oranda O elementi ve önemli oranda Al elementlerinin varlığı, alt bölgesinde ise yüksek oranda Al varlığının olduğudur. 14 V potansiyel uygulanmış DC numuneye göre 16 V uygulanmış DC üretim numunede S ve O elementlerinin miktarının arttığı görülmüştür artan potansiyele bağlı olarak, S ve O elementlerinin elektrolit içerisinde transferinin hızlanmasına oksit tabakasına geçişinin hızlandığına bağlı olarak arttığı görülmektedir.

Yapılan EDS analizlerinde oksit tabakasında değişen element yüzde miktarlarına ilişkin değerlerin karşılaştırması Tablo 6.11’de yapılmıştır.

Tablo 6.11: Numunelerin EDS sonuçlarının kütlece % cinsinden karşılaştırması.

Numuneler	Kaplama				Kaplama Altı	
	Al	O	S	Au	Al	Au
10 V TRC	50.041	35.323	4.733	9,903	89.255	10.745
12 V TRC	48.883	34.772	5.444	10,901	89.139	10,861
14 V TRC	48.312	35,335	5.683	10,670	90.251	9.749
16 V TRC	48.297	33.659	5.918	12.126	91.429	8.571
10 V DC	58.233	24.348	4.613	12.806	90.780	9.220
12 V DC	47.213	32.383	6.044	14.360	89.783	10.217
14 V DC	48.080	31.642	6.116	14.161	89.232	10.768
16 V DC	47.547	33.906	6.578	11.968	90.206	9.794

Tablo 6.11’de de görüldüğü gibi tabandan (alüminyum metal) oksit tabakası da dahil olmak üzere 1, 2 ve 3 numaralı kutularda EDS analizi yapılmış yüksek büyütme yapılabilen kısımlarda bariyer tabakası bölgesinden de analizler yapılmıştır. Şekil 6.17, Şekil 6.19, Şekil 6.21 ve Şekil 6.23’de TRC üretim alüminyum alaşım numunesinin 10-16 V’ da gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Şekil 6.25, Şekil 6.27, Şekil 6.29 ve Şekil 6.31’de DC üretim alüminyum alaşım numunesinin 10-16 V da gerçekleşen eloksal sonrası, oksit tabaka içerisinde element dağılım şiddetinin oksit tabakası içerisinde mesafeye göre değişimi gösterilmektedir. Tüm numunelerin element dağılım analizinde, oksijen ve alüminyum elementlerinin dışında kükürt (S) elementinin de dağılımı analiz edilmiştir. Kullanılan elektrolit cinsi olarak sülfürik asitten (H_2SO_4) gelen kükürt elementidir. Ayrıca yapıda bulunan altın (Au) elementi de analiz yapmak için yapılan kaplamadan gelmektedir. Oksit tabakasının üst bölgesinden alt bölgesine doğru ilerledikçe, O şiddetinin azaldığı, Al şiddetinin arttığı ve S ‘ün sadece oksit tabakasında olduğu görülmektedir. Bunun anlamı oksit tabakasının üst bölgesinde yüksek oranda O elementi ve önemli oranda Al elementlerinin varlığı, alt bölgesinde yüksek oranda Al elementi ve önemli oranda O elementlerinin varlığının olduğudur. Ayrıca bu analiz ile 1050 alüminyum alaşımlarında Al dışında ağırlıkça en yüksek oranda bulunan Fe ve Si elementlerinin oksit tabaka içerisine girmediği de tespit edilmiştir. Ayrıca oluşan kaplamalardaki ortalama O elementi miktarlarına bakıldığında TRC üretim levhalarda oksit tabakası ortalama O elementi miktarı DC üretim oksit tabakası ortalama O elementi

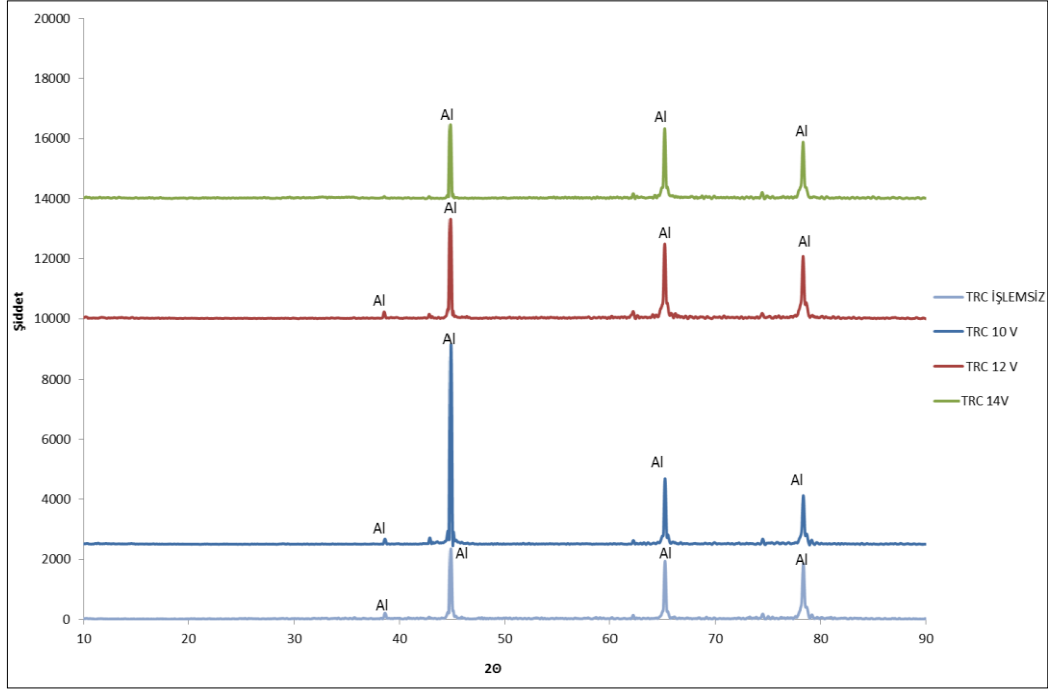
miktarından az bir miktar fazladır. Bu durum daha önce yapılan çalışmalarda olduğu gibi özellikle yüksek potansiyel uygulanan anodik oksidasyon işlemlerinde oluşturulan oksit tabakasının elektrolit içerisinde çözünme hızının oksit oluşum hızından fazla olmasından kinetik olarak belli bir süreden sonra çözülmeye başlamasından yapıdaki O miktarının azalması çözünmeden dolayı düşmesine bağlanmaktadır [Yoon et al., 1975], [Ono, 2003], [Akolkar et al., 2007]. Ayrıca O miktarının TRC üretim levhalarda uygulanan anodizasyon işleminden sonra oksit tabakada az bir miktar fazla çıkmasında TRC üretimin doğal bir sonucu olan küçük tanelere sahip olması ve tane sınırlarının DC üretimle elde edilene göre daha büyük olmasına. Anodizasyon işleminin bir korozyon işlemi olduğu düşünülürse tane sınırlarında O elementinin daha kolay hareket edebilmesine bağlı olarak yüksek çıktığı düşünülmektedir [Şişmanoğlu, 2009].

6.4. X Işınları Difraktometresi ile Yüzeyden Oksit Tabakası Fazlarını Belirleme

Genellikle anodik oksidasyon kaplamalarda oluşan Al_2O_3 tabakası X ışınları kırınımı analizlerinde amorf bir tabaka olduğu belirtilmiştir. Oluşan oksit tabakasının en alt kısmı yani bariyer tabaka γ' - Al_2O_3 fazında nanokristal yapıda 2-10 nm civarında olduğu söylenmektedir. γ' - Al_2O_3 yapısı amorf ile γ -kristal Al_2O_3 yapısı arasında bir forma sahiptir. Thompson and Wood alüminyum oksit tabakasının nanokristal, hidrat alümina, anyon ve su moleküllerinden oluştuğunu ifade etmişlerdir [Diggle, 1962], [Choi, 2004].

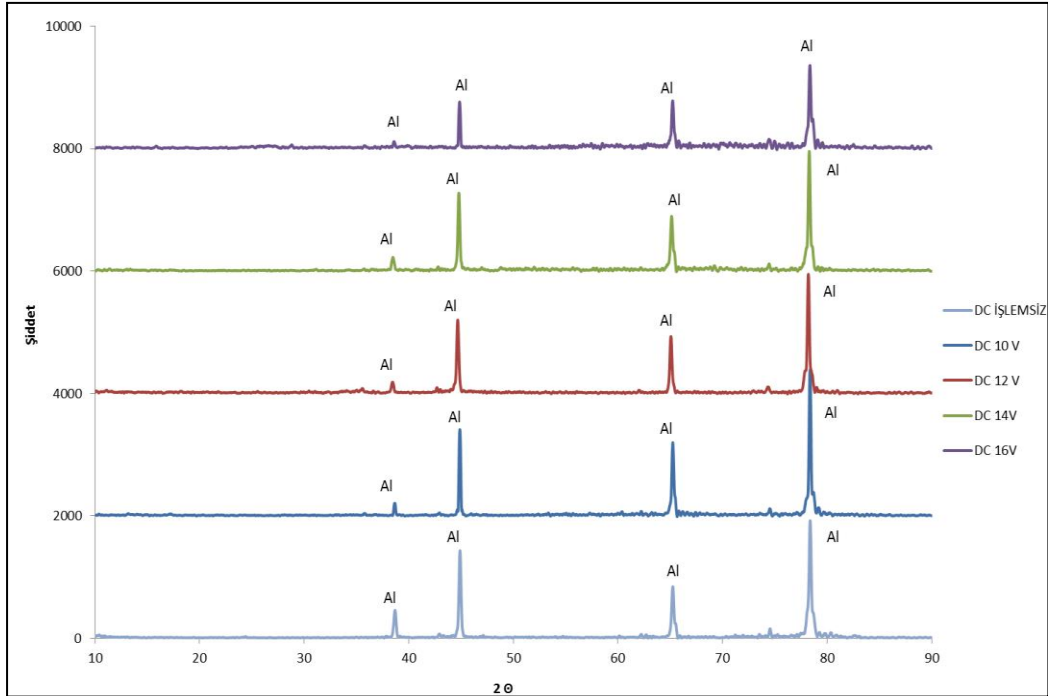
Tüm numunelere; hem anodik oksidasyon işlemi gerçekleşmiş hemde gerçekleşmemiş numunelere yüzeyden XRD işlemi gerçekleştirilmiştir. 10-90 ° arasında 2 dk/derece işlemde uygulanmıştır.

Şekil 6.32'de TRC üretim eloksallanmış numunelere yüzeyden yapılmış XRD işlemi sonuçları gösterilmiştir.



Şekil 6.32: TRC üretim numunelerin yüzeyden XRD faz analizi.

Şekil 6.32’de TRC üretim numunelerde görüldüğü üzere Al_2O_3 ’e rastlanmamış sadece Al pikleri bulunmuştur. Bu durum Şekil 6.33’de XRD analizi aynı şekilde yüzeyden yapılan DC üretim eloksallanmış numuneler içinde geçerlidir.

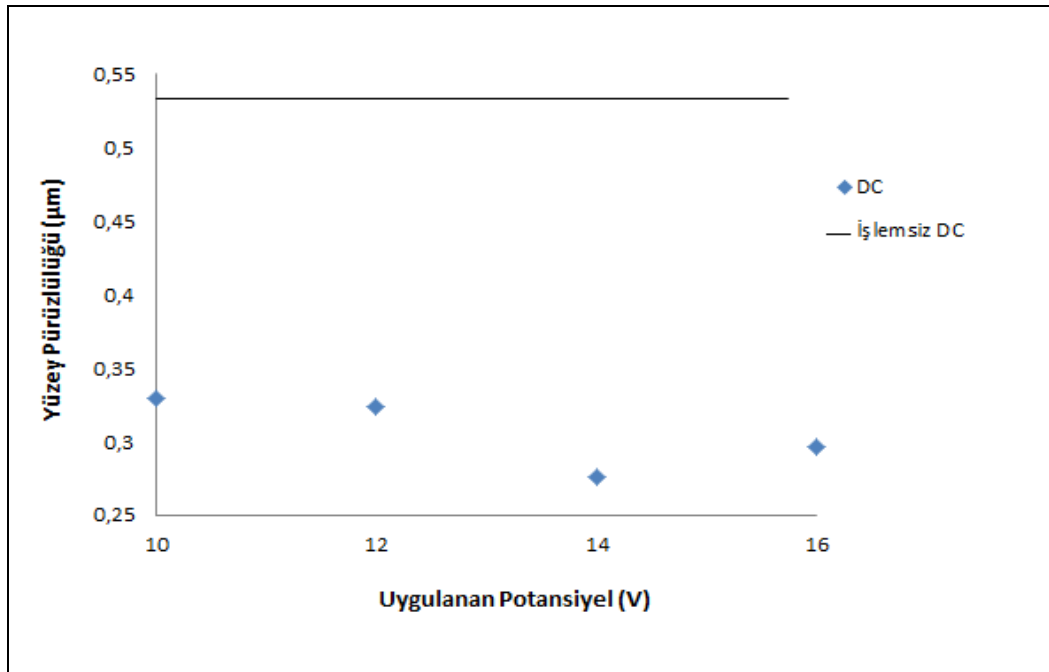


Şekil 6.33: DC üretim numunelerin yüzeyden XRD faz analizi.

Anodik oksidasyon işlemi uygulanmadan önce ve uygulandıktan sonra yüzeyden XRD analizi yapılmış numunelerin analizi Şekil 6.32 ve Şekil 6.33'de görülmektedir. Yapılan çalışmalardaki gibi sadece Al fazı bulunmuş. Tüm numunelerde ana yapı sadece alüminyum gözükmemesi amorf yapıda olmasından kaynaklanmaktadır. Daha önce yapılan çalışmalarda da amorf alümina yapısına rastlanmıştır [Diggle, 1962], [Choi, 2004].

6.5. Profilometre ile Yüzey Pürüzlülüğü Belirleme

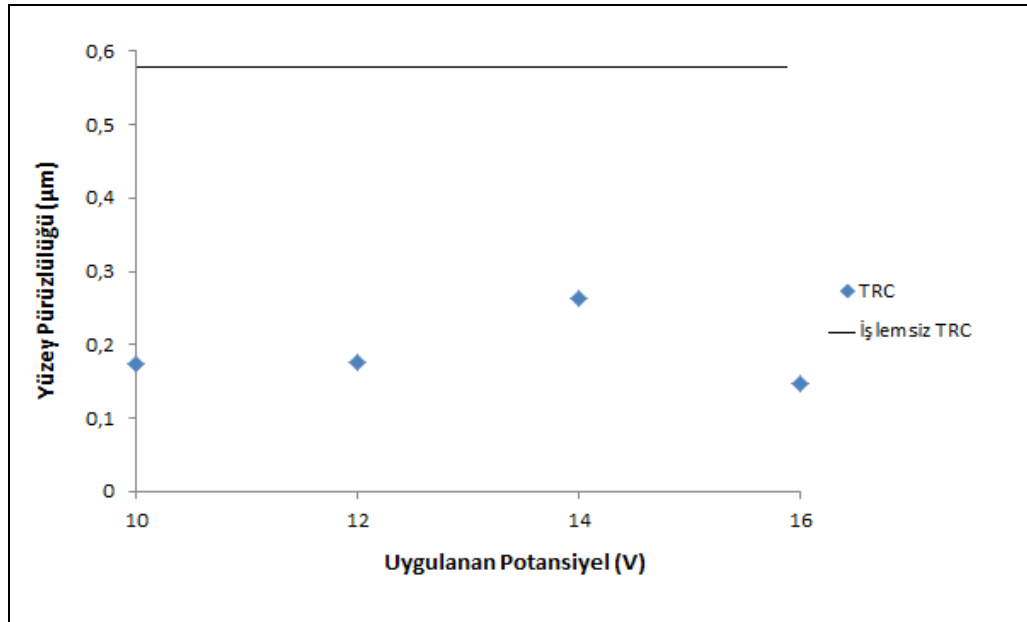
Ortalama yüzey pürüzlülüğü, dünya standartlarınca kabul edilen Ra olarak ifade edilen malzeme yüzeyindeki girintili çıkıntılı oluşumlar arasındaki ilişkidir. Ra dışında Rq ve Rt değerleri de kullanılmaktadır. Bu değerlerden Ra değerinin genel olarak, ortalama yüzey pürüzlülüğün yüksek ya da düşük olmasını ifade etmektedir. Yani yüzeyin morfolojisi açısından bilgi vermektedir. Yüksek Ra değerleri, yüksek pürüzlülük anlamına gelirken, düşük Ra değerleri, az pürüzlülük anlamına gelmektedir. Anodik oksidasyon işlemi uygulanmış 1050 AA TRC ve DC üretim levha numunelerinin ortalama yüzey pürüzlülüğü değişimleri Şekil 6.34 ve Şekil 6.35'de gösterilmiştir. Ayrıca yüzey morfolojisi haritası da çıkarılmıştır.



Şekil 6.34: DC üretim levhaların yüzey pürüzlülüğü değerleri.

Şekil 6.34’de görüldüğü üzere işlemsiz DC üretim levhalar ortalama $R_a=0,533$ μm yüzey pürüzlülüğüne sahiptir. Yüzeyde yapılan ön işlem ile yani zımparalama ve parlatma ile $R_a=0,179$ μm değerine kadar düşmüş 10 V potansiyel uygulanan eloksal işlemi sonrası 0,329 μm yükselmiştir. Genel olarak bakıldığında grafikten de görüleceği üzere artan potansiyel ile birlikte DC üretim levhalarda yüzey pürüzlülüğü azalmaktadır. Bu durum yüzeyde oluşan gözeneklerin sayısının azalmasına ve birleşmesine bağlıdır. Artan çözünme ile gözenek çapı artmakta, gözeneklerin birleşmesine ve gözenek sayısının azalmasına sebep olmaktadır. Bu durum yüzey pürüzlülüğünü etkilemektedir. Ayrıca işlem öncesi yüzey pürüzlülüğü ölçümüne bakıldığında, farklı uygulanan tüm potansiyel eloksal kaplamalar sayesinde yüzey pürüzlülüğü düşürülmüştür ve daha parlak doğal kaplamalar elde edilmiştir.

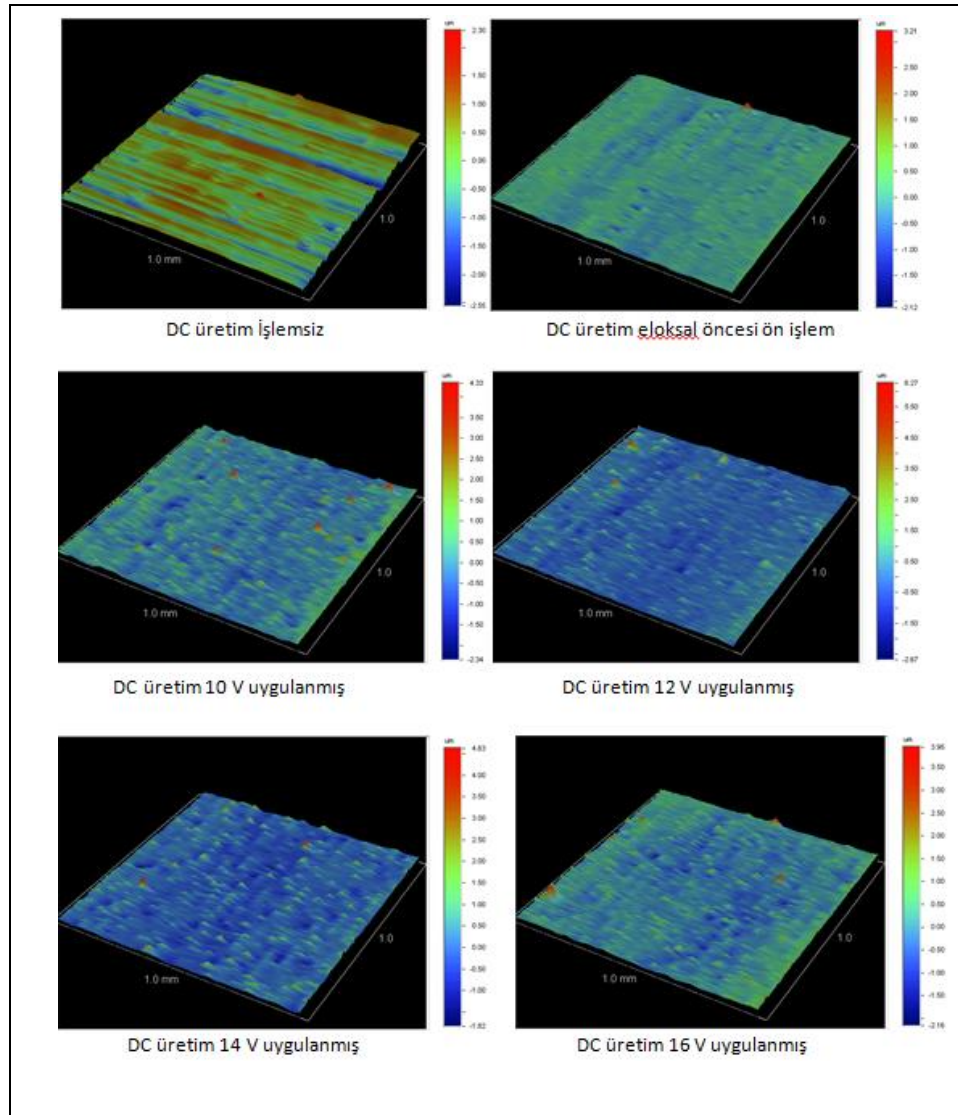
Şekil 6.35’de TRC üretim eloksal kaplama farklı potansiyellerde elde edilen kaplama pürüzlülük değerleri verilmiştir.



Şekil 6.35: TRC üretim levhaların yüzey pürüzlülüğü değerleri.

Şekil 6.35’de görüldüğü üzere işlemsiz TRC üretim levhalar ortalama $R_a=0,579$ μm yüzey pürüzlülüğüne sahiptir. Yüzeyde yapılan ön işlem ile yani zımparalama ve parlatma ile $R_a=0,236$ μm değerine kadar düşmüş 10 V potansiyel uygulanan eloksal işlemi sonrası 0,173 μm düşmüştür. Genel olarak bakıldığında

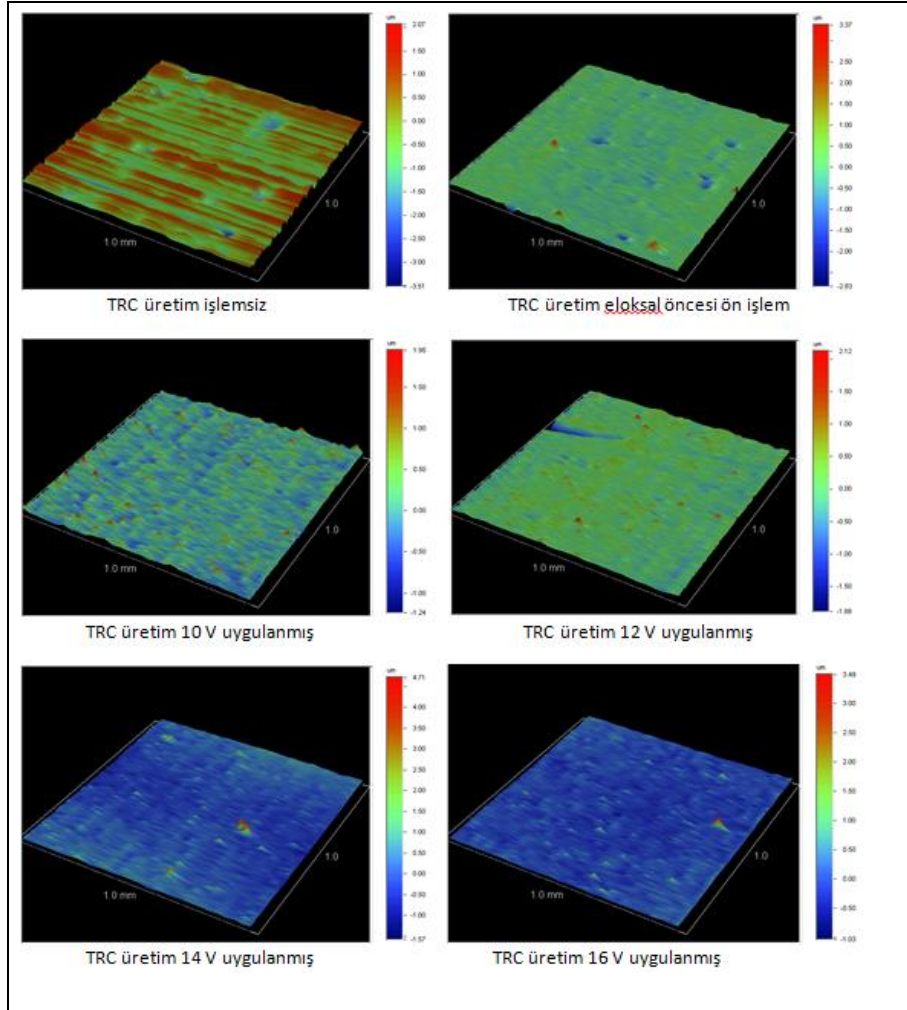
grafikten de görüleceği üzere artan potansiyel ile birlikte TRC üretim levhalarda yüzey pürüzlülüğü artmaktadır. TRC ve DC arasındaki bu fark da yüzeyde oluşan gözeneklerin etkisi büyüktür. TRC üretim eloksallı numunelerinde gözenek sayısı DC üretim eloksallanmış numunelere göre çok fazla ve artan potansiyel ile birlikte artmaktadır. Yüzey pürüzlülüğündeki artışta TRC üretim gözenek sayısının artışına bağlı olduğu düşünülmektedir. Ayrıca tüm numuneler yüzey morfolojisi 3 boyutlu harita olarak Şekil 6.36 ve Şekil 6.37’de verilmiştir bu sayede yüzey yapıları ile ilgili görsel bir karşılaştırma yapabilme imkanı oluşmuştur.



Şekil 6.36: DC üretim numuneler yüzey morfolojisi haritası.

Şekil 6.36’da DC üretim eloksallanmış numunelerin yüzey morfolojilerinde görüldüğü üzere yüzey pürüzlülüğü değerlerine bağlı olarak da artan potansiyel ile

birlikte daha az girintili çıkıntılı ve düşük pürüzlülük oranı elde edilmiştir. Şekil 6.37’de TRC üretim yüzey morfolojileri haritası verilmiştir.



Şekil 6.37: TRC üretim numuneler yüzey morfolojisi haritası.

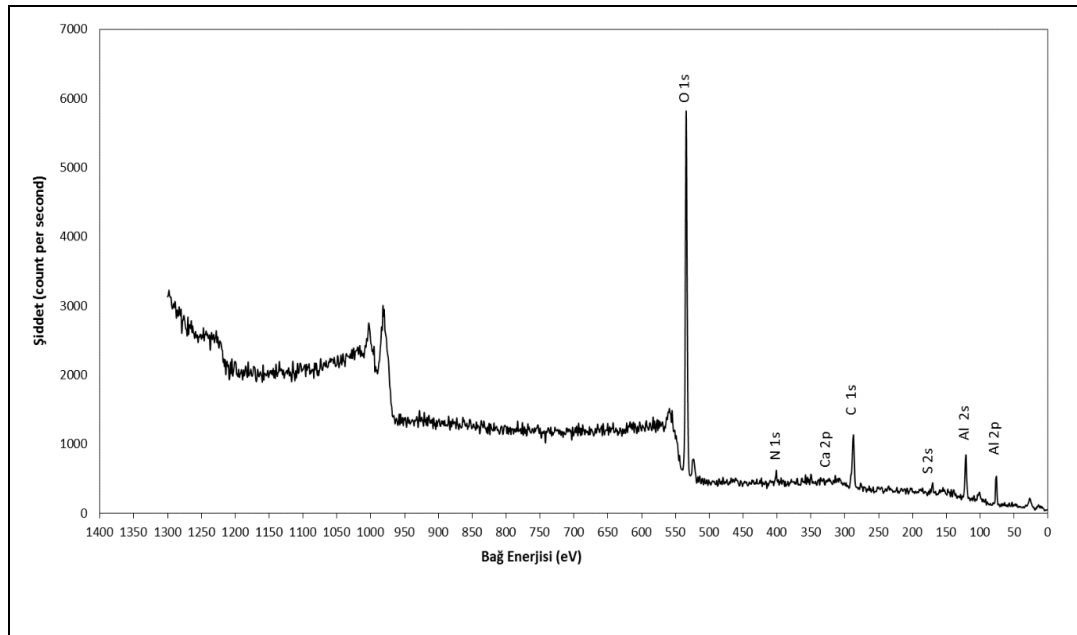
Şekil 6.37’de görüldüğü üzere TRC üretim numunelerde ise daha yüksek pürüzlülüğe sahip bir morfoloji görülebilmekte artan potansiyel ile birlikte işlemin oluşturduğu girintili çıkıntılı yapı miktarı artmaktadır.

6.6. X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi ile Yüzey Kompozisyonunu Belirleme

X-ışını fotoelektron spektroskopisi ya da kimyasal analiz için elektron spektroskopisi, katı malzemelerin yüzeyleri hakkında kimyasal bilgi elde etmek için kullanılan bir spektroskopik tekniğidir. Analizde yüksek vakumlu ortamda numuneye

tek renkli X ışını gönderilir. X ışını uyarımı sonucu numunenin yüzeyde bulunan elementlerin atomik kabuklarından fotoelektron yayınlanmasına sebep olur. Bu elektronların enerjisi aynı zamanda yayınlandıkları elementin karakteristik özelliğini yansıtır. Bu seviyelerden uyarılan ve fotoelektron adı verilen elektronların kinetik enerjilerinden yola çıkarak Einstein prensibince bağlanma enerjileri (binding energy) hesap edilebilir ve spektrumlar elde edilebilir. Bağlanma enerjisi gerek çevresel etkenlere gerekse karakteristik özelliklere bağlı olduğu için, X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi sayesinde numunenin yüzeyi hakkında nitel ve nicel bilgiler elde edilebilir [Web 6, 2012].

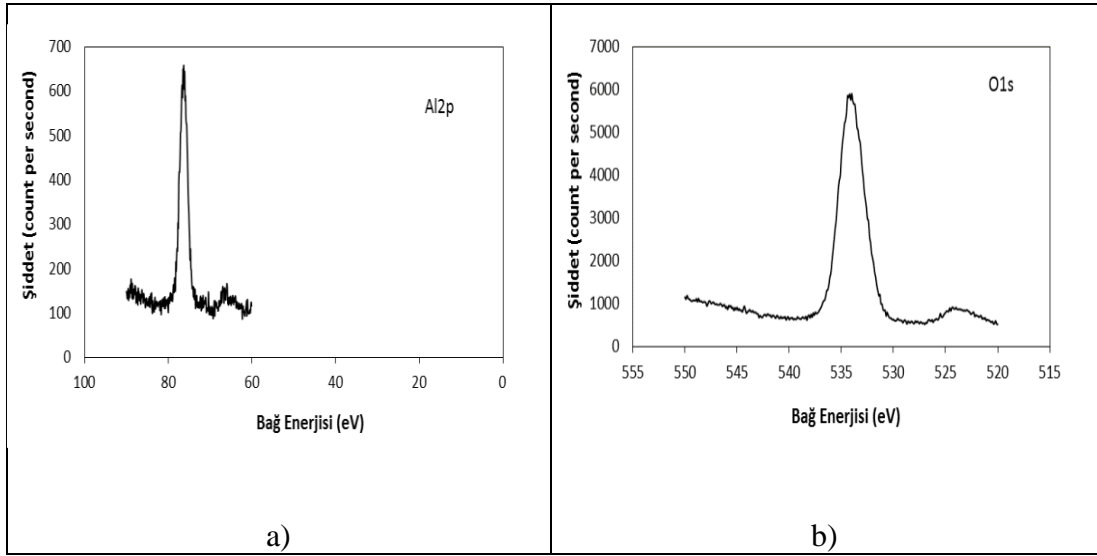
TRC ve DC üretime ait eloksallanmış numunelerden 2 tanesine en yüksek kaplama kalınlığı elde edilen DC 16 V potansiyel uygulanan (17,01 μm kalınlıkta) ve TRC 16 V potansiyel uygulanan (11,17 μm kalınlıkta) numunelere XPS analizi yapılmıştır. DC 16 V eloksallanan numunenin genel spektroskopisi Şekil 6.38’de verilmiştir. Ayrıca ayrıntılı elde edilen elementlerin spektroskopisi de Şekil 6.39 ve Şekil 6.40’da gösterilmiştir.



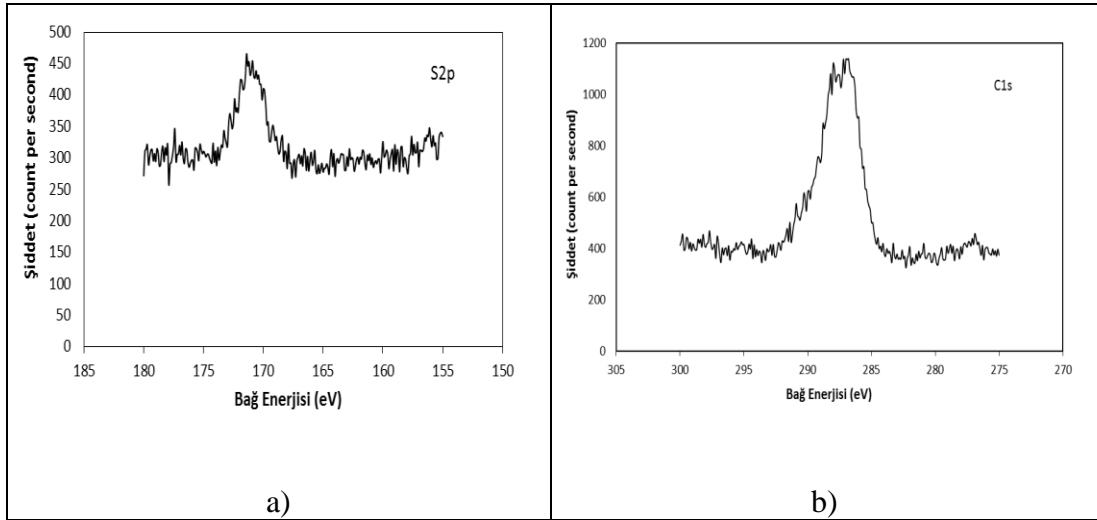
Şekil 6.38: 16 V DC üretim XPS genel tarama spektroskopisi.

Şekil 6.38’de görüldüğü üzere XPS ile yüzeydeki atomlardan alınan veri ile bağlanma enerjileri hesaplanarak yüzeyde bulunan elementler tespit edilebilmiştir. Şekil 6.38’de genel bir yüzey taraması yapılmıştır. Literatürdekiyle eş değer şekilde yüzeyde Al, O, S elde edilmiştir [Traverton et al., 1980]. Ayrıca yapıda bulunan

atmosferden gelen C, N ve Ca pikleri de elde edilmiştir. Şekil 6.39’da da ayrıntılı spektroskopiler verilmiştir.



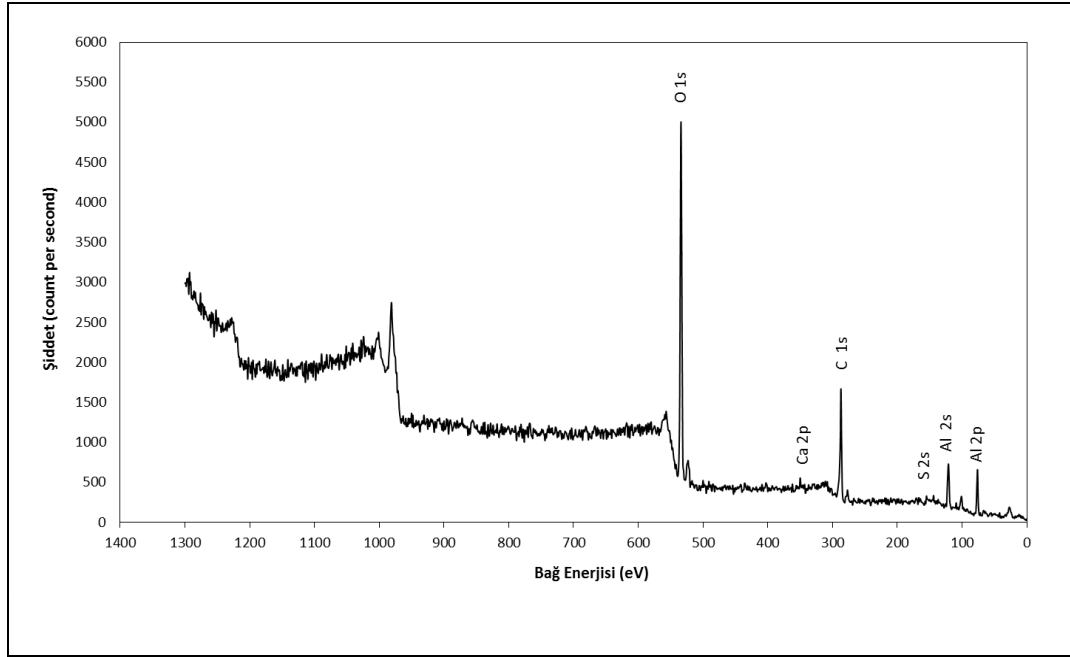
Şekil 6.39: a) Al2p yüzey oksit filmi XPS spektropisi, b) O1s yüzey oksit filmi XPS spektropisi.



Şekil 6.40: a) S2p yüzey oksit filmi XPS spektropisi, b) C1s yüzey oksit filmi XPS spektropisi.

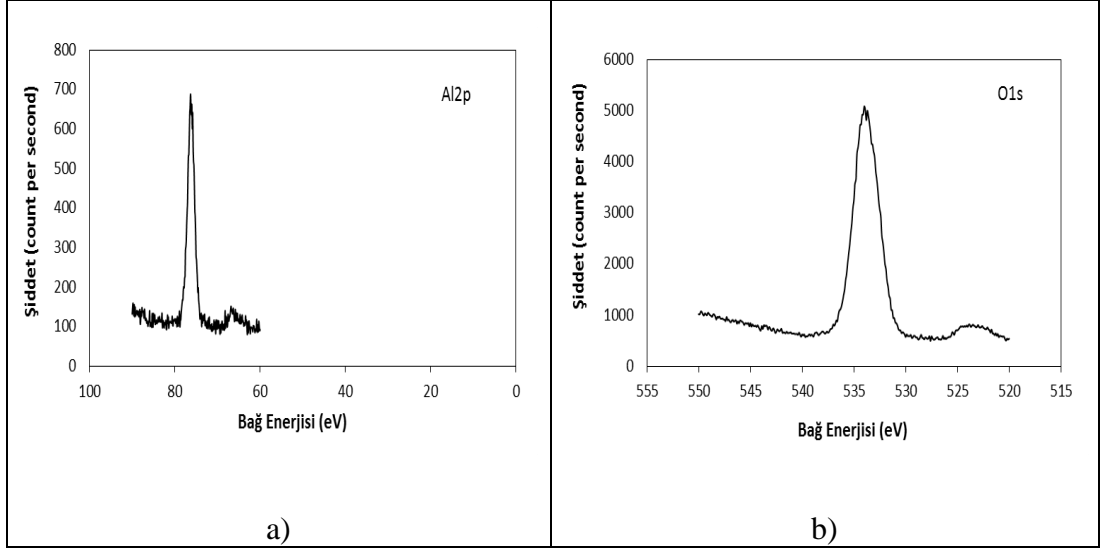
Şekil 6.39 ve Şekil 6.40’da ki, pikler incelendiğinde görüldüğü üzere Al ve O miktarı oldukça fazla bu durum daha önce yapılan çalışmalar da göstermiştir ki Al_2O_3 kimyasal yapısına uygun bağ enerjileri elde edilmiştir. O ‘nin Al_2O_3 deki bağlanma enerjisi 531,8 eV ve Al un bağlanma enerjisi 74,35 eV’dur. Elde edilen piklerde bu bölgede olduklarından yapılan çalışmalarla uyum göstermiştir [Wang et

al., 2006]. Aynı şekilde Şekil 6.41’de TRC üretim XPS genel spektroskopisi verilmiştir.

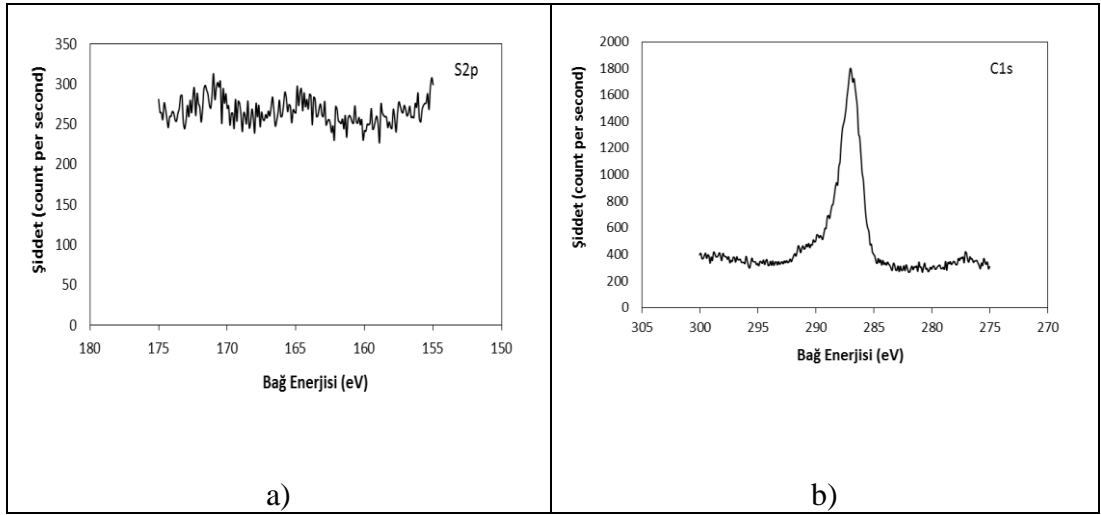


Şekil 6.41: 16 V TRC üretim XPS genel tarama spektroskopisi.

Şekil 6.41’de görüldüğü üzere TRC üretim numunede yapılan genel yüzey taramasında literatürdekiyle eş değer şekilde yüzeyde Al, O, S elde edilmiştir [Traverton et al., 1980]. Ayrıca yapıda bulunan atmosferden gelen C, N ve Ca pikleri de elde edilmiştir. Şekil 6.41’de Şekil 6.39’dan farklı olarak yani TRC üretimde numune de yapıda azot (N) bulunamamıştır. N zaten yapıya atmosferden geldiği için herhangi bir fark yaratmamaktadır. Ayrıca kükürt miktarı ayrıntılı spektrumlarında daha iyi görülebileceği gibi TRC üretim numunede daha az miktarda bulunmaktadır. Bu durum aslında sülfat iyonlarının oksit yapısı içerisindeki oranı, O^{2-} ve Al^{3+} iyonlarının SO_4^{2-} ‘na nazaran hareketliliklerinin fazla oluşuna bağlıdır. Eğer yapıda O^{2-} ve Al^{3+} iyonlarının geçişleri daha sık ve miktar olarak fazla ise bu durum tane yapısından kaynaklanmaktadır. TRC üretim numunelerin tane sınırlarının DC üretime numunelere göre fazla oluşundan dolayı yapıda SO_4^{2-} iyonlarının miktarı daha az bulunmaktadır. Bu durum XPS sonuçlarında da S ‘ün yapıda DC üretim numunelere göre daha az çıkmasını sağlamaktadır [Web 4, 2012]. Şekil 6.42 ve 6.43’de ayrıntılı spektroskopiler verilmiştir.



Şekil 6.42: a) Al2p yüzey oksit filmi XPS spektroskopisi, b) O1s yüzey oksit filmi XPS spektroskopisi.



Şekil 6.43: a) S2p yüzey oksit filmi XPS spektroskopisi, b) C1s yüzey oksit filmi XPS spektroskopisi.

Şekil 6.42 ve Şekil 6.43'de de görüldüğü üzere Al ve oksijen bağlanma enerjileri Al_2O_3 oluşumu enerjilerine uymakta DC üretimde olduğu gibi fakat S miktarı DC ye göre daha az çıkmakta bunda yukarıda bahsedildiği gibi O^{2-} ve Al^{3+} iyonlarının hareketlerinin etkisi olmaktadır. Ayrıca C da atmosferden dolayı yapıda bulunmaktadır. XPS sonuçları da XRD ve EDS sonuçlarını doğrular nitelikte, oksit tabaka üzerinden kimyasal analiz yapılmasını imkan sağlamıştır.

7. SONUÇLAR

İkiz merdaneli sürekli dökümle üretilen 1050 AA alüminyum alaşımı levhalarda ve geleneksel sürekli döküm yöntemiyle üretilen aynı alaşım levhada oksit tabakasının farklı por derinliğine sahip olması ve dolayısıyla oluşturulan anodik oksidasyon oksit tabakasının farklı kalınlıklarda çıkması incelenmiş ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir. Ayrıca anodik oksidasyon parametrelerinden potansiyel artırılarak oluşturulan oksit tabakası üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

- Yapılan araştırmalar sonucunda üretim yöntemi farkından dolayı oluşturulan anodik oksidasyon oksit tabakası farklı özelliklere sahip olmaktadır. Bu da anodik oksidasyon yönteminin üretim yöntemine bağlı olarak farklı özellikler ortaya koyabildiğini göstermiştir.
- Anodik oksidasyon işleminden önce numuneler döküm yönüne paralel ve dik şekilde kesitten incelenerek ikiz merdane sürekli döküm yöntemiyle üretilmiş levhanın tane yapısının geleneksel sürekli döküm yöntemiyle üretilen levhanın tane boyutundan daha küçük olduğu tespit edilmiştir. Durumun esas olarak ikiz merdane döküm yönteminin doğasından kaynaklanan hızlı katılaşma ve alaşımın kompozisyonundan kaynaklandığı tespit edilmiştir.
- Anodik oksidasyon öncesi intermetaliklerin ikiz merdaneli sürekli dökümde heterojen dağılımı, geleneksel sürekli döküm yönteminde homojen ve daha iri intermetaliklere sahip olduğu tespit edilmiştir.
- Anodik oksidasyon sonrası numunelerinin tüm yüzeyinde oksit tabakası oluşturulmuştur. Alüminyum alaşımları üretim tekniğine ve voltaj değerlerine bağlı olarak farklı renkte oksit tabakası elde edilmiştir.
- Anodik oksidasyon sonrası yüzeyde oluşan gözenekli yapının ikiz merdaneli sürekli döküm yöntemiyle üretilmiş levhada oluşandan gözenek sayısı geleneksel yöntemle üretilen levhada oluşan gözenek sayısından daha fazladır.
- Her iki üretim tekniğiyle de üretilen oksit tabakası kalınlığı artan potansiyel ile birlikte artmaktadır.
- Geleneksel döküm yöntemiyle üretilen levhada yalnızca 16 V potansiyel uygulanan numunede elde edilen oksit tabakası ikiz merdaneli sürekli döküm yöntemiyle üretilen levhalarda oluşan oksit tabakasından büyük elde edilmiştir.

Diğer tüm potansiyelerde ikiz merdaneli sürekli döküm yönteminde daha kalın bir oksit tabakası elde edilmiştir.

- Enerji dağılım spektroskopisi sonucu ikiz merdaneli sürekli döküm yöntemiyle üretilmiş levhada oluşturulan oksit tabakasının O elementi miktarı ve geleneksel sürekli dökümle üretilen levhada oluşturulan oksit tabakasının O elementi miktarı taban oksit tabakasından yüzeye doğru artmakta, Al elementi miktarı azalmaktadır. Ayrıca iki farklı üretim yönteminde görülen oksit tabakası farklı element miktarları tespit edilebilmiştir.

- X ışınları difraktometresi analizleri sonucu yapıda sadece Al elementinin piklerine ulaşılmıştır, anodik oksidasyon sonucu oluşan oksit tabakasının amorf yapıdan oluşmasının etkisiyle fazların tespit edilmesi mümkün olmamıştır.

- Profilometre sonuçları ile TRC üretimde artan potansiyel ile birlikte artan yüzey pürüzlülüğü, DC üretimde artan potansiyel ile birlikte azalan yüzey pürüzlülüğü tespit edilmiştir. Ayrıca DC üretim levhaların yüzey pürüzlülüğü değerleri TRC üretimden elde edilen yüzey pürüzlülüğü değerlerinden daha yüksek elde edilmiştir.

- XPS sonuçları ile yüzeyde Al, O ve S ün her iki üretim yöntemine ait anodik oksidasyonu sonucu oksit yüzeylerinde bulunduğu tespiti yapılmıştır.

- Anodizasyon pazarında kabul gören DC levha üzerindeki oksit tabakasının hücre ve gözenek boyutu ile şekli elde edilmiş aynı alışımda, TRC levha ile daha kalın ve istenen özellikte anodik oksit tabaka elde edilebilmiştir.

8. ÖNERİLER

Eloksal pazarında kabul gören geleneksel sürekli döküm yöntemiyle üretilmiş 1050 AA 'ları yerine sektörde kullanımı yaygınlaşan ikiz merdaneli sürekli döküm yöntemi gibi farklı levha üretim tekniklerinin anodik oksidasyon kabiliyetleri araştırılabilir. Potansiyel dışında akım yoğunluğu, sıcaklık, konsantrasyon, karıştırma gibi eloksal üretiminde etkili parametrelerin anodik oksidasyon tabakası üzerindeki etkisi incelenebilir. Anodizasyondan önce yapılacak farklı yüzey işlemlerinin oksit tabaka kalınlığı ve yapısına etkisi incelenebilir. Geçirimli elektron mikroskobu ile ikiz merdaneli sürekli döküm yöntemiyle üretilen alaşımda yüzey ve oksit tabakası yapısı incelenebilir. Anodik oksidasyon uygulanmış 1050 AA'larının korozyona karşı dayanım özellikleri incelenebilir.

KAYNAKLAR

Aerts, T., Dimogerontakis, Th., Graeve, D.I., Fransaer, J., Terryn, H., (2007), "Influence of The Anodizing Temperature on The Porosity and The Mechanical Properties of the Porous Anodic Oxide Film", Surf. & Coat. Tech., 201 (16-17), 7310-7317.

Akolkar, R., Wang, Y. M., Kuo, H. H., (2007), "Kinetics of the Electrolytic Coloring Process on Anodized Aluminium", Journal of Applied Electrochemistry, 37 (2), 291-296.

Amin, M. A., Hassan, H. H., Rehim, A. S. S., (2002), "Galvanostatic Anodization of Pure Al in Some Aqueous Acid Solutions", Journal of Applied Electrochemistry, 32 (11), 1257-1264.

Askeland, D. R., (2010), "The Science and Engineering of Materials". 6th Edition, Cengage Learning.

Belwalkara, A., Grasing, E., Geertruyden, W. V., Huang, Z., (2008), "Effect of Processing Parameters on Pore Structure and Thickness of Anodic Aluminum Oxide (AAO) Tubular Membrane", Journal of Membrane Science, 319 (1-2), 192-198.

Berk, V., (2004), "Yüzey İşlemler Teknolojileri I", 1. Baskı, Galvanoteknik Yayınları.

Birol, Y., (2000), "Levha Döküm Teknolojisi ile Üretilen Alüminyum Alaşımılı Levhalarda Döküm Parametrelerinin Segregasyon Davranışlarına Etkileri", Uluslar Arası 10. Metalurji Kongresi, 363-368, İstanbul, Türkiye, Mayıs 2000.

Birol, Y., (2009), "Analysis of Macro Segregation in Twin-roll Cast Aluminium Strips via Solidification Curves", Journal of Alloys and Compounds, 486 (1-2), 168-172.

Burger, G. B., (1995), Gupta, A.K., Jeffrey, P.W., Lloyd, D.J., "Microstructural Control of Aluminum Sheet Used in Automotive Applications", Materials Characterization, 35 (1), 23-39.

Cankut, S., (1976), "Alüminyum-Eloksal ve Etiket Tekniği", 2. Baskı, Galvanokimya Koll Şti. Yayınları.

Charles A. Grubbs, (2007), "Anodizing of Aluminium, Surface Treatments", Metal Finishing, 105 (10), 397-412.

Choi, J., (2004), "Fabrication Of Monodomain Porous Alumina Using Nanoimprint Lithography And Its Applications", PhD Thesis, Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät.

Cook, R., Grocock, P.G., Thomas, P.M., Edmonds, D.V., Hunt, J.D., (1995) "Development of the Twin-Roll Casting Process", *Journal of Materials Processing Technology*, 55 (2), 76-84.

Cooke, W. E., (1962), "Plating", Second Edition, Review.

Curioni, M., (2008), "Modelling the anodizing behaviour of aluminium alloys in sulphuric acid through alloy analogues", *Corrosion Science*, 50 (12), 3410- 3415.

Davis, (2002), "ASM Specialty Handbook Aluminum and Aluminum Alloys", First Edition, ASM International.

Diggle, J. W., (1969), "Anodic oxide films on aluminum", *Chemical Review*, 69 (3), 365–405.

Dündar, M. (2011), "A Promising Method for Aluminum Flat Rolled Products: Continuous Casting Technology", WGM, Treffen, Almanya, 2011.

Ergün, H. D., (2005), "İkiz Merdane Döküm Tekniği ile Üretilen 1050 Alaşım Alüminyum Levhaların Anodik Oksidasyon Kalitesinin Artırılması", Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Tek. Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.

Ertan, S., (2007), "AA 1050 ve AA 3003 Alüminyum Alaşımlarında Termomekanik Proseslerin Şekillendirilebilirliğe Etkisi", Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü, Fen Bilimleri Enstitüsü.

Eskin, G. D., (2008), "Physical Metallurgy of Direct Chill Casting of Aluminum Alloys", 1st. Edition, CRC Press.

Furneaux, R. C., (2006), "Anodized Aluminium", *The Natural Finish for Designers and Architects*, 20, Warwick, England, June 2006.

Gjonnes, L., (1996), "Development of Surface Topography During Cold Rolling of Twin Roll Cast Aluminum", *Wear*, 192 (1-2), 216-227.

Gösele, U., Jessensky, Müller, F., (1998), "Self-Organized Formation of Hexagonal Pore Arrays in Anodic Alumina", *Appl. Phys. Lett.*, 72 (B), 1173

Hancı, A., , (2009), "Eloksal Prosesinde Elektrolitik Renklendirmede Nitrat İyonlarının Etkileri", Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.

Hao, L., Cheng, B. R., (2000), "Sealing Processes of Anodic Coatings-Past, Present and Future", 1st. Edition, Metal Finishing Press.

Hecker, J., (1994), "Anodizing Aluminum", *Products Finishing*, 1433, (2), 284-293.

Henderson, M.B., Monaghan, D.J., Hunt, J.D., Edmonds, D.V., (1993), “Microstructural Defects in High Productivity Twin-Roll Casting of Aluminum”, *Materials Science and Engineering*, 173 (1-2), 251- 254.

Henley, F. V., (1982), “Anodic Oxidation of Aluminium and Its Alloys” 1st Edition, Pergamon Press.

Jariyaboon, M., Moller, P., Borkowski, R. E., Ambat, R., (2011), “FIB-SEM Investigation of Trapped Intermetallic Particles in Anodic Oxide Films on AA1050 Aluminium”, *Anti-Corrosion Methods and Materials*, 58 (4), 173–178.

Kabalka, G. W., (1997), “Organic Reactions on Alumina”, *Tetrahedron*, vol. 53 (24), 7999–8065.

Kamer C., (1994) “Continuous Casting of Aluminum Training in Aluminum Application Technologies TALAT”- Lecture 3210, Goslar.

Karakoyun, F., (2004), “The Effects Of Alloying Elements On The Microstructure and Annealing Behavior of The Twin-Roll Cast AA1050 Strip”, *Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü*.

Lockyer, S. A., Yun, M., Hunt, J.D., Edmonds, D.V., (1996), “Micro and Macrodefects in Twin Sheet Twin-Roll Cast Aluminum Alloys”, *Materials Characterization Elsevier Science Inc*, 37 (1), 301- 310.

Onaran, K., (1995), “Malzeme Bilimi”, Birinci Baskı, Bilim Teknik Yayınevi.

Ono, S., Masuko, N., (2003), “Evaluation of Pore Diameter of Anodic Porous Films Formed on Aluminium”, *Surf. & Coat. Tech.*, 169-170 (1) ,139-142.

Runge, J. M., Pomis, A. J., (2000), “Anodic Oxide Film Formation Relating Mechanism to Composition and Structure”, *Proceeding ASST, C.J.Saporito Plating Company, Cicero, Illinois, USA, June 2000*.

Saha, P. K., (2000), “Aluminum Extrusion Technology”, ASM International Press.

Sheasby, P. G., Wernick, S., Pinner, R., (1987), “The Surface Treatment and Finishing of Aluminium and Its Alloys”, *Finishing Publications*.

Sirel, Z., (2008) “İkiz merdane döküm yöntemiyle üretilen AA5XXX ve AA6XXX serisi alüminyum alaşımlarında segregasyonların karakterizasyonu”, *Yüksek Lisans Tezi, GYTE, Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü*.

Smith, (2001), çeviri: Kınıkoğlu, “Malzeme Bilimi ve Mühendisliği”,1. Baskı *Literatür Yayınları*.

Şişmanoğlu, T. (2009), “Anodik oksidasyon yöntemiyle 2024, 6082 ve 7075 kalite alüminyum alaşımlarının yüzey özelliklerinin geliştirilmesi”, *Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü, Fen Bilimleri Enstitüsü*.

Thompson, G. E., Habazaki, H., Shimizu, K., Sakairi, M., Skeldon, P., Zhou, X., Wood, G. C., (1999), "Anodizing of Aluminium Alloys", *Aircraft Engineering and Aerospace Technology*, 71 (3), 228–238.

Thompson, G. E., Terryn, H., Graeve, D. I., (2002), "Influence of Heat Transfer on Anodic Oxidation of Aluminium", *Journal of Applied Electrochemistry*, 32 (1), 73-83.

Thompson, G., Mota, R. O., Liu, Y., Mattos, R. O., Skeldon, P., (2008), "Influences of Ion Migration and Electric Field on The Layered Anodic Films on Al-Mg alloys", *Corrosion Science*, 50 (5), 1391-1396.

Traverton, A. J., Davies, N. C., (1980), "XPS Studies of DC and AC Anodic Films on Aluminium Formed in Sulphuric Acid", *Electrochimica Acta*, 25 (12), 1571-1576.

Tsangaraki, I., (2006), "Effect of alloy types on the anodizing process aluminium", *Surface and Coating Technology*, 200 (8), 2634-2641.

Vangala, P., Smith, D., Duvvuri, R., Romanowski, C., (1992), "The Influence of Casting Gauge on the Hunter Roll Casting Process", *The Minerals, Metals & Materials Society*, 3 (1), 333-347.

Vargel, C., (2004), "Corrosion Of Aluminium", 2nd Edition, Elsevier.

Vorobyova, A., Outkina, E. A., Khodin, A. A., (2007), "Self-Organized Growth Mechanism for Porous Aluminium Anodic Oxide", *Russian Microelectronics*, 36 (6), 384-391.

Yoon, H. C., Devereux, O. F., (1975), "Barrier-Type Aluminum Oxide Films Formed Under Prolonged Anodizing", *Solid-State Science and Technology*, 122 (12), 1645-1653.

Wang, H., Wang, H. W., (2006), "Analysis on Porous Aluminum Anodic Oxide Film Formed in Re–OA–H₃PO₄ Solution", *Materials Chemistry and Physics*, 97 (2-3), 213–218.

Web 1, (2012), <http://www.hazelett.com>, (Erişim tarihi:27.02.2012).

Web 2, (1997) <http://www.aluminyumsanayi.com/alyuzeyislem.html>, (Erişim tarihi: 01.03.2012).

Web 3, (2002), <http://knowledge.electrochem.org/encycl/art-a02-anodizing.htm>, (Erişim tarihi:30.02.2012).

Web 4, (2012), <http://nzic.org.nz/ChemProcesses/metals/8E.pdf>, (Erişim tarihi: 03.03.2012).

Web 5 (2006), <http://www.surtec.com/TB/TB18E.pdf>, (Erişim tarihi:03.04.3012).

Web 6, (2012), http://www.casaxps.com/help_manual, (Eriřim tarihi: 06.05.2012).

ÖZGEÇMİŞ

Fatih Demiral, 9 Nisan 1987'de Kocaeli'nde doğdu. İlköğrenimini Osman Gazi İlköğretim Okulu'nda, ortaöğrenimini Gebze Anadolu Lisesi'nde tamamladı. 2005 yılında başladığı lisans eğitimini 2010 yılında Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde tamamladı. Aynı yıl yüksek lisans eğitimine Gebze Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilimdalında devam etti. Aynı bölümde çalışmalarına devam etmektedir.