Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University 38:2 (2023) 665-677

Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi
Journal of The Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University

Elektronik / Online ISSN : 1304 - 4915
Basılı / Printed ISSN : 1300 - 1884

Effect of atmospheric pressure plasma treatment on the adhesive bonds of metal surfaces

Öyküm Kanbir[1]*, Emel Taşyakan[1], Kadir Çavdar[2]

[1]Graduate School of Natural and Applied Sciences, Engineering Faculty, Bursa Uludağ University, 16059, Bursa, Türkiye
[2]Department of Mechanical Engineering, Engineering Faculty, Bursa Uludağ University, 16059, Bursa, Türkiye

Highlights:

- Improvements in metal bonding with atmospheric pressure plasma
- Improving the bonding properties of metal materials
- Variation of surface energy with different atmospheric pressure plasma application velocities

Keywords:

- Atmospheric pressure plasma
- Adhesion strength
- Water contact angle
- Wettability
- Plasma surface treatment

Article Info:

Research Article
Received: 18.11.2021
Accepted: 13.03.2022

DOI:

10.17341/gazimmfd.1025228

Acknowledgement:

We would like to thank Borçelik A.Ş., ERBAB Otomotiv Ltd. Şti., Destek Otomotiv Yan Sanayi ve Tic. A.Ş. and FCB Ar-Ge Ltd. Şti. for their support in experimental work.

Correspondence:

Author: Öyküm Kanbir
e-mail: oykumkanbir@gmail.com
phone: +90 506 792 3467

Graphical/Tabular Abstract

Atmospheric pressure plasma (APP) applications have started to come to the fore in many areas today because of their fast and easy-stable applicability to material surfaces and because they have many advantages compared to plasma applications made under vacuum. With APP, it is possible to improve the surface energies and adhesion behavior of materials. In this study, the effects of APP application on the adhesion strength of galvanized steels and non-galvanized steels were investigated. Two different materials, two different adhesives and three different plasma application velocities were determined as experimental parameters. The results show that APP application provides improvements in metal bonding process.

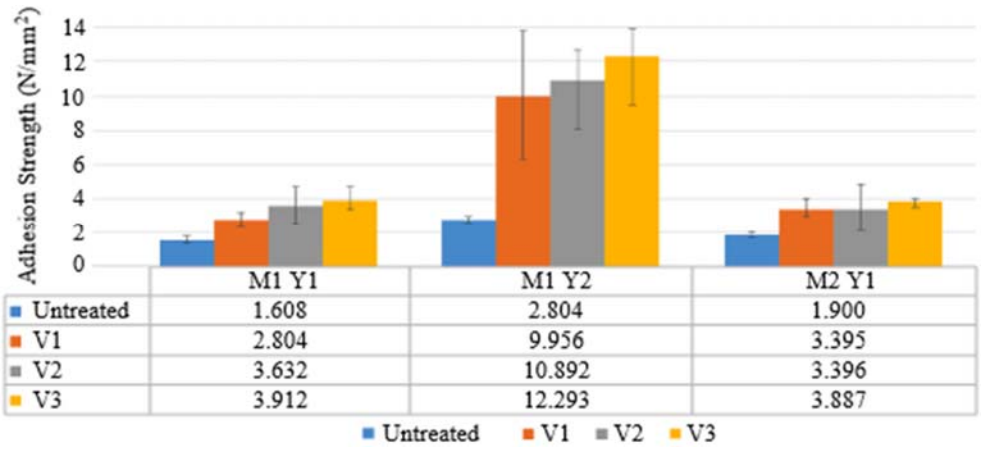


Figure A. Adhesive bond strength results before and after plasma treatment

Purpose: In this study, it is aimed to investigate the effect of atmospheric pressure plasma application on the strength of the adhesive bond of galvanized steels (H300LAD) and non-galvanized steels (H300LA).

Theory and Methods: The contact angles of the test samples prepared from galvanized coated and non-galvanized steel material were measured using water drops, and the relative surface tensions were determined with the ink test. These data were compared with the data obtained after the APP application and the effects of the applied plasma treatment on the surface properties were investigated. The test samples prepared by applying different plasma velocities and different adhesives were subjected to the tensile test. With these data obtained, the effects of plasma treatment on the adhesion strength of the materials were evaluated.

Results: After the APP treatment, an improvement of approximately 69% in the galvanized material and 34% in the non-galvanized steel material was achieved in the surface wettability. In the (M1 Y2 V3) experimental group, the adhesion strength increased 4.38 times after APP application, and the greatest increase was obtained. The least increase in adhesion strength was obtained in the (M1 Y1 V1) experimental group with an increase of 1.74 times. While it is understood that the adhesion strength increases as the plasma velocity steps up, the most remarkable increase is the 39% increase in adhesion strength obtained by changing the velocity from V1 to V3 in galvanized steel.

Conclusion: As a result, it has been understood that the application of APP increases the surface energy for galvanized steel and non-galvanized steel materials, thereby improving the bonding behavior of metals. This difference can be further increased with different experimental parameters. In addition, it has been observed that the plasma velocity is quite effective in changing the surface energy.

Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University 38:2 (2023) 665-677

Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi
Journal of The Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University

Elektronik / Online ISSN : 1304 - 4915
Basılı / Printed ISSN : 1300 - 1884

Metal malzeme yüzeylerinin yapıştırma işlemlerinde atmosferik basınçlı plazma uygulamasının etkisi

Öyküm Kanbir[1]*, Emel Taşyakan[1], Kadir Çavdar[2]

[1]Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 16059, Bursa, Türkiye
[2]Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 16059, Bursa, Türkiye

Ö N E Ç I K A N L A R

- Atmosferik basınçlı plazma ile metal yapıştırma işlemindeki iyileşmeler
- Metal malzemelerin yapıştırma özelliklerinin geliştirilmesi
- Farklı atmosferik basınçlı plazma uygulama hızları ile yüzey enerjisinin değişimi

Makale Bilgileri
Araştırma Makalesi
Geliş: 18.11.2021
Kabul: 13.03.2022

DOI:
10.17341/gazimmfd.1025228

Anahtar Kelimeler:
Atmosferik basınçlı plazma, yapışma dayanımı, su temas açısı, ıslanabilirlik, plazma yüzey işleme

ÖZ

Atmosferik basınçlı plazma (ABP) uygulamaları, hızlı ve kolay-stabil şekilde malzeme yüzeylerine uygulanabilirliğinden ve vakum altında yapılan plazma uygulamalarına göre çok sayıda avantaja sahip olduğundan dolayı günümüzde birçok alanda ön plana çıkmaya başlamıştır. ABP ile malzemelerin yüzey enerjilerinin, yapışma davranışlarının ve yüzey mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi mümkündür. Bu bağlamda metal malzemelerin yapıştırılması işleminde daha detaylı araştırmalar yapılarak süreç parametrelerinin ortaya konulmasına ihtiyaç duyulmaktadır. Bu çalışmada ABP uygulamasının, galvaniz kaplamalı çelikler (H300LAD) ile kaplamasız çeliklerin (H300LA) yapıştırma bağının dayanımları üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Deney parametreleri olarak iki farklı malzeme (H300LAD ve H300LA), iki farklı yapıştırıcı (Marocol 18576 ve Erde G-Force) ve üç farklı plazma uygulama hızı (5 mm/s, 10 mm/s ve 15 mm/s) belirlenmiştir. Sonuçlar, ABP uygulamasının metal yapıştırma işleminde iyileşmeler sağladığını göstermektedir.

Effect of atmospheric pressure plasma treatment on the adhesive bonds of metal surfaces

H I G H L I G H T S

- Improvements in metal bonding with atmospheric pressure plasma
- Improving the bonding properties of metal materials
- Variation of surface energy with different atmospheric pressure plasma application velocities

Article Info
Research Article
Received: 18.11.2021
Accepted: 13.03.2022

DOI:
10.17341/gazimmfd.1025228

Keywords:
Atmospheric pressure plasma, adhesion strength, water contact angle, wettability, plasma surface treatment

ABSTRACT

Atmospheric pressure plasma (APP) applications have started to come to the fore in many areas today because of their fast and easy-stable applicability to material surfaces and because they have many advantages compared to plasma applications made under vacuum. With APP, it is possible to improve the surface energies, adhesion behavior and surface mechanical properties of materials. In this context, there is a need to reveal the process parameters by making more detailed studies in the bonding process of metal materials. In this study, the effects of APP application on the adhesion strength of galvanized steels (H300LAD) and non-galvanized steels (H300LA) were investigated. Two different materials (H300LAD and H300LA), two different adhesives (Marocol 18576 and Erde G-Force) and three different plasma application velocities (5 mm/s, 10 mm/s and 15 mm/s) were determined as experimental parameters. The results show that APP application provides improvements in metal bonding process.

*Sorumlu Yazar/Yazarlar / Corresponding Author/Authors : *oykumkanbir@gmail.com, emelozkan@outlook.com, cavdar@uludag.edu.tr / Tel: +90 506 792 3467

1. Giriş (Introduction)

Maddenin dördüncü hali olarak basitçe tanımlanan plazma, son yıllarda birçok endüstriyel uygulamada kullanılmaya başlanmıştır. Maddenin plazma halindeki düzensizliği, gaz fazındakinden daha yüksektir. Maddenin gaz fazı yalıtkan olmasına karşın plazma fazı, ısı ve elektrik iletkenliğine sahiptir. Plazmalar; plazma deşarjının yarattığı basınca göre düşük, atmosferik ve yüksek basınçlı plazma, içerisindeki farklı elektrik yüklü ve kütleli parçacıkların sıcaklıkları arasındaki dengeye bağlı olarak da sıcak veya soğuk plazmalar şeklinde gruplandırılabilirler [1].

Plazma işlemi ile organik ve inorganik malzemeler ve metaller de dahil olmak üzere birçok malzemenin yüzey fonksiyonları önemli ölçüde değiştirilebilir [2, 3]. Bu konuda özellikle atmosferik basınçlı plazmalar (ABP) birçok avantaja sahiptir [4]. ABP işlemi, bir vakum sistemine gereksinim duymadan daha yüksek elektrik alanı homojenliği, çok yönlülüğü ve kolay kontrol edilebilirliği gibi özellikleri ile diğer yöntemlere göre avantajlar sunmaktadır. Ortam medyası olarak hava, N_2, He, Ar gibi gazları kullanmak da mümkündür [5].

Atmosferik plazmaların en önemli kullanım alanlarından biri de hassas yüzey uygulamalarıdır. Bu yöntem ile metal yüzeylere temizleme, aktivasyon ve kaplama işlemleri yapılabilir. Atmosferik plazmalar yüzeye uygulandıklarında yüzeyi aktifleştirmekte ve boya, yapıştırıcı gibi maddelerin malzeme yüzeyine sıkıca tutunabilmelerini sağlamaktadırlar [6]. Günümüzde farklı malzemelerin yüzey özelliklerini iyileştirmek için yapılan çeşitli araştırmalar sonucunda organik malzeme, inorganik malzeme ve metaller de dahil olmak üzere birçok malzemenin plazma işlemi ile yüzey özelliklerinin değiştirilebileceği tespit edilmiştir [7, 8]. Yapılan çalışmalar plazma işleminin, ıslanabilirlik, geçirgenlik, iletkenlik, yapışma gibi yüzey özelliklerini değiştirmede oldukça etkili bir yöntem olduğunu göstermiştir.

Yüzey yapışma dayanımının önemli olduğu uygulamaların çoğunda, kullanılan malzemenin yüzey özellikleri belirleyicidir. Malzemenin mekanik özelliklerini etkilemeden, yüzeyin yapışma dayanımını arttırmak için kullanılan plazma işlemi hakkında çok çeşitli malzemeler üzerine araştırmalar yapılmıştır. Tang vd. [9], ABP işlemi ile iki AISI 316L paslanmaz çelik plaka arasındaki yapışma dayanımını incelemişlerdir. Sonuçlar, plazma gazı olarak Ar ve O_2 karışımı kullanıldığında paslanmaz çeliğin yüzey enerjisinin daha da arttığını, ayrıca yapılan çekme testleri de iki paslanmaz çelik plaka arasındaki yapışma dayanımının yükseldiğini göstermiştir. Tang vd. [10], ABP ile AISI 304L paslanmaz çelik plakaların yüzey özelliklerini iyileştirmek üzerine bir çalışma yapmışlardır. Plazma gazı olarak Ar kullanılırken plazma işlem süresinin 60 s, işlem gücünün ise 120 W olduğu durumda en uygun plazma işlem koşullarının elde edildiği tespit edilmiştir. Paslanmaz çelik plakaların, plazma işleminden önce ve sonra yüzey pürüzlülüğü, morfolojisi ve kimyasal bileşimleri karakterize edilmiştir. Plazma işleminden sonra paslanmaz çeliğin yüzey morfolojisinde belirgin bir değişiklik olmadığı ancak temas açısı testi ile paslanmaz çelik plakaların ıslanabilirliğinin ve yüzey enerjisinin arttığı ortaya konmuştur. Polini ve Sorrentino [11], soğuk plazma işlemi ile 2024 alüminyum alaşımının ıslanabilirliğinin iyileşmesi konusunda çalışmışlardır. Yapılan deneyler sonucu plazma işlemi sonrası su temas açısında yaklaşık 2,8 katlık bir iyileşme elde edilmiştir. Ayrıca yapılan SEM analizi sonrası yüzeydeki karbon ve oksijen yüzdesindeki düşüşe dikkat çekilerek soğuk plazma işleminin yüzeyde temizleme etkisi yarattığı ortaya konmuştur. Polini ve Sorrentino [12], bir diğer çalışmasında soğuk plazma ile 2024 alüminyum alaşımlı bir yüzey üzerine uygulanan koruyucu boya kaplamasının davranışını araştırmışlardır. 120 s boyunca yüzeye uygulanan soğuk plazma işlemi sonrası boyanmış numuneler üzerinde gerçekleştirilen mekanik ve kimyasal testler ile boya kaplamasının yüzeye iyi bir şekilde yapıştığını göstermiştir. Soğuk plazma sayesinde, endüstriyel kaplama yöntemlerinden olan yüzeyi solvent ile temizleme işlemini ortadan kaldırmanın ve kullanılan astar miktarını da azaltmanın mümkün olabileceğini tespit edilmiştir. Sorrentino ve Carrino [13], soğuk hava plazmasının 2024 alüminyum alaşımının ıslanabilirlik ve yüzey temizliği özellikleri üzerine etkilerini araştırmışlardır. Plazma işlemi, alüminyum yüzey üzerine metil etil keton ile ön temizleme yapılarak ve yapılmayarak iki farklı şekilde uygulanmıştır. Her iki durumda da yüzeylerin ıslanabilirliğinin ve temizliğinin önemli ölçüde iyileştiği tespit edilmiştir. Plazma işlem süresinin artması ile temas açısının azaldığı, dolayısıyla da ıslanabilirliğin iyileştiği ortaya konmuştur. 600 saniyelik bir soğuk plazma işlemi sonrasında metil etil keton ile ön işleme tabi tutulan numunelerin temas açısının 48,31ºden 10,45ºye düştüğü ve numunelerdeki kirletici ağırlığının yaklaşık 3'te 1 oranında azaldığı, ön işleme tabi tutulmamış numunelerin temas açısının ise 84,3ºden 17,13ºye düştüğü ve numunelerdeki kirletici ağırlığının ise yaklaşık 4'te 1 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Sorrentino ve Carrino [14], bir diğer çalışmasında soğuk plazma işleminin 2024 alüminyum alaşımı üzerindeki ıslanabilirlik yaşlanma süresinin etkilerini araştırmışlardır. Plazma işleminde en iyi ıslanabilirlik değerinin 30 kV, 1,5 kPa ve 120 s işlem parametrelerinde elde edildiği ve bu parametrelerde soğuk plazma işleminden sonra temas açısının %65 oranında azaldığı tespit edilmiştir. Ayrıca yüzeylerin 0-6 saat ve 0-30 gün bekletilmesi sonrası temas açılarında meydana gelen değişim incelenmiştir. 1 günlük bekleme sonrası temas açısının 31'den 43'e çıkarak %38 bir artış gösterdiği, 30 günün sonunda ise %57'lik bir artışın olduğu tespit edilmiştir. Sonuç olarak, soğuk plazma işlemi ile elde edilen ıslanabilirliğin, yüzeyin atmosferik koşullara maruz kalması sonrası birkaç saat veya birkaç gün içinde hızlı bir bozulmaya maruz kaldığı kanaatine varılmıştır. Prysiazhnyi vd. [15], atmosferik plazma kalem cihazının alüminyum levhalar üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Plazma gazı olarak Ar kullanıldığında işlem sonrası su temas açısında yaklaşık 8 katlık bir iyileşme, yüzey enerjisinde ise 1,8 katlık bir artış elde edilmiştir. Prysiazhnyi vd. [16], nemin alüminyum yüzeylerde ABP işlemine etkilerini araştırmışlardır. Farklı bağıl neme sahip ortamlarda, 0,35 mm'lik başlık ile yüzey arası mesafe ve 5, 40 ve 100 saniyelik plazma işlem süreleri ile uygulamalar yapılmıştır. Yapılan yüzey analizleri sonucu, işlem sonrası yüzeyde gözlemlenen temizlemeye ek olarak yüzey aktivasyonunun da sağlandığı görülmüştür. Yüzey enerjisi ile ortam nemi arasında ise bir ilişki bulunamamıştır. Yüzeydeki yaşlanma etkisi incelenmiş ve bunun başlıca sebebi, oksit tabakasının dehidrasyonu ve hidrokarbon kirliliğinin yeniden absorbe edilmesi olarak gösterilmiştir. Williams vd. [17], 316 paslanmaz çeliğinin yüzeyini, boyama, kaplama ve yapıştırma gibi işlemlere hazırlamak için yüzey enerjisini arttırmak adına soğuk atmosferik plazma kullanmışlardır. Yapılan çalışmalar sonucu, 316 paslanmaz çeliğinin soğuk atmosferik plazma işlemine maruz kalması sonrası yüzeydeki karbon kirliliğinin önemli ölçüde azaldığını ve yüzey enerjisinde büyük bir artışın sağlandığını göstermiştir. Latifi vd. [18], plazma yüzey oksidasyonu işlemiyle 316L paslanmaz çeliği ile silikon kauçuk kaplamanın arasındaki yapışma özelliklerini incelemişlerdir. Plazma işlemi sonrası kaplamanın yüzeye yapışma mukavemetinin yaklaşık 7,41 katlık bir artış sergilediği tespit edilmiştir. Kim vd. [19], ABP jeti kullanarak paslanmaz çeliğin yüzey özelliklerini geliştirme üzerine bir çalışma yapmışlardır. Yapılan deneyler sonucu, 71,49 mN/m ile en yüksek yüzey enerjisi, 5 mm başlık-yüzey mesafesi ve 10 mm/s başlık hızında elde edilmiştir ve plazma işlemi görmüş paslanmaz çeliğin yüzey enerjisinin, işlem görmemiş yüzeye kıyasla önemli ölçüde arttığı ortaya konmuştur. Preedy vd. [20], polietilen malzemenin, soğuk atmosferik plazma işlemi sonrası yapışma özelliklerini

incelemişlerdir. Plazma işlemi sonrası polietilen malzeme ile borosilikat partikülü arasında yüksek yapışma kuvvetinin elde edildiği görülmüştür. Lin ve Chang [21], atmosferik basınç altında plazma işleminin SUS304 paslanmaz çeliğinin yüzey özellikleri üzerine olan etkilerini araştırmışlardır. Plazma işlemi sonrası su temas açısında, 800 W/60 mm/10 s plazma işlem parametrelerinde yaklaşık 8,5 katlık bir iyileşme sağlanmıştır ve bu sayede yüzey daha hidrofilik hale gelmiştir. Mui vd. [22], ABP jeti ile poliüretan boyanın, AA7075 alaşımı üzerine yapışma davranışını araştırmışlardır. Yüzey özelliklerini geliştirmek için uygulanan plazma işlemi sonrası AA7075 alaşımının yüzeyinde su temas açısının yaklaşık 4,5 katlık bir iyileşme sağladığı, yüzey enerjisinin de yaklaşık 2,5 katlık bir artış sergilediği ortaya konarak boya ile Al alaşımlı yüzey arasındaki yapışmanın plazma işlemi sayesinde elde edildiği tespit edilmiştir. Acero ve Lopez [23], soğuk atmosferik plazma işleminin alüminyum bağlantı noktalarındaki yapışma dayanımının etkilerini araştırmışlardır. Yapıştırma yüzeyine plazma uygulandığında alüminyum numunelerin %24-30'luk bir dayanım artışı gösterdiği tespit edilmiştir. Maroofi vd. [24], atmosferik hava plazma jeti sonrası 5052 alüminyum malzemenin boya tutma kabiliyetini incelemişlerdir. Plazma işlemi sonrası su temas açısında yaklaşık 2,7 katlık bir iyileşme, boya yapışma kabiliyetinde ise 5 katlık bir artışın olduğu görülmüştür. Plazma işlemi sayesinde yüzey temizliğinin sağlanmasıyla boya ile alüminyum yüzey arasındaki yapışma dayanımının arttığı gözlemlenmiştir. Ku vd. [25], polipropilen/alüminyum kompozitlerde, polipropilen malzemeye uygulanan ABP işleminin, polipropilen ve alüminyum plakalar arasındaki soyulma ve kesme dayanımları üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Yüzeye uygulanan 8 tekrarlı plazma işlemi sonrası su temas açısında yaklaşık 1,71 katlık bir iyileşme sağlandığı, soyulma ve kesme dayanımlarının ise sırasıyla %42 ve %44 oranında arttığı tespit edilmiştir. Brzhozovskii vd. [26], düşük sıcaklıktaki plazma işleminin 40x13 çeliğinin yüzey özelliklerine olan etkisini araştırmışlardır. Plazma işlemi sonrası yüzey mikrosertliğinin 2 katına çıktığı, yüzey pürüzlülüğünün iyileşerek tane sınırları boyunca gizli kusurları iyileştirdiği tespit edilmiştir. Ayrıca korozyon kaybında 3,17 katlık, korozyon hızında ise 2,91 katlık bir düşüş elde edilerek plazma işlemi sonrası korozyon direncindeki artış da ortaya konmuştur**.** Rodriguez-Villanueva vd. [27], ABP torcu işlemi ile çelik yüzeylerdeki yağlayıcı kirleticileri giderme kabiliyeti üzerine çalışmışlardır. Temas açısı testi ve yağ sökücü analizi ile elde edilen sonuçlar hız oranının, elde edilen temizleme derecesini etkileyen en önemli faktör olduğunu göstermiştir. Test edilen üç farklı hız değeri arasında, 2 mm'lik bir torç uzaklığı ve 1 m/min'lik hız değerinde en ideal yağlayıcı eliminasyonun elde edildiği saptanmıştır. Atmosferik basınçlı hava plazma torcu işlemi sonrası 2 MPa'ın üzerinde yüksek bir yapışma direncinin elde edildiği, yüzeydeki tüm yağlayıcı katman ortadan kaldıramasa da daha ileri endüstriyel işlemler için yüksek düzeyde temizlenmiş bir yüzey elde edilebileceği ortaya konulmuştur. Luna vd. [28], kuru dağlama plazmasının liflerin mekanik özelliklerine ve yüzey görünümü üzerine olan etkilerini araştırmışlardır. Yapılan deneyler ile plazma işleminin, farklı liflerin çekme mukavemeti üzerindeki etkisini değerlendiren araştırmacılar, mekanik özellikte herhangi bir değişiklik olmadığını tespit ederken SEM görüntüleriyle de yüzeyde meydana gelen değişimlere dikkat çekmişlerdir. Kurtuldu ve Altuncu [29], ABP işleminin 304 paslanmaz çeliğinin yüzey ıslanabilirlik özelliklerine olan etkisini araştırmışlardır. İşlem parametreleri olarak, plazma uygulama mesafesi, hız ve işlem tekrar sayısı belirlenmiştir. Yapılan deneyler sonrası plazma işlemi etkinliğinin, plazma ağzı ile numune yüzeyi arasındaki mesafe ile değiştiği tespit edilmiştir. 1 tekrar sayısı, 50 mm/s hız ve 13 mm mesafe parametrelerinde, en düşük temas açısı yaklaşık 16º ölçülmüştür. Plazma etkisinin, yüzey sıcaklığının 50 ºC'nin altında kaldığı durumlarda daha dengeli olduğu belirlenmiştir. Sonuç olarak, ABP işleminin paslanmaz çelik yüzeye boyanın yapışma kabiliyetini ve kaplanabilirliğini arttırdığı öngörülmüştür. Seyrek [30], soğuk plazma ile yüksek çekme dayanımlı polipropilen liflerin yüzey özelliklerinin geliştirilmesi üzerine çalışmıştır. Plazma uygulanan ve plazma uygulanmayan lifler ile zayıf matris ve güçlü matris olmak üzere iki farklı matris türü kullanılarak numuneler üretilmiştir. Plazma uygulaması ile birlikte liflerin matrisle bağ yapma özelliği gelişmiştir. Bu durumun bir sonucu olarak tüm numunelerde eğilme dayanımları artış göstermiştir. Soğuk plazma işlemlerinde su tutma kapasitesi açısından O_2 gazı kullanımının, Ar gazına göre daha stabil sonuçlar verdiği ortaya konmuş ve matris türü bakımından güçlü matriste yüksek güçte, zayıf matriste ise düşük güçte plazma uygulamanın mekanik performansı geliştirme açısından daha etkili olduğu tespit edilmiştir. Esen [31], otomobil tampon boya hatlarında boya öncesi yüzey aktivasyonunda kullanılan alev prosesi yerine atmosferik plazma işleminin uygulanabilirliğini araştırmıştır. Yapılan çalışmalar sonucu plazma uygulama hızının artmasıyla yüzeyin aktivasyon etkinliğinin azaldığı tespit edilmiştir. En yüksek yüzey enerjisi, düşük hızlarda elde edilmiştir. Mikroskobik incelemelere göre plazma uygulama süresinin artması, yüzeyde nano mertebede pürüzlendirme etkisi oluşturmuştur. Sonuç olarak plazma aktivasyonu, alev uygulamasından daha yüksek performans göstermiş olup boya kalite standartları gereği uygulanan tüm testlerden geçerek sisteme entegre edilebilir şeklinde raporlanmıştır. Mandolfino vd. [32], düşük basınçlı plazma işleminin polietilen ve polipropilen malzemeler üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Plazma işlemi sonrası polietilen yüzeylerin su temas açıları 80ºden 15ºnin altına düşerek neredeyse mükemmel ıslanabilirlik sağlanmıştır ve kesme dayanımında da yaklaşık 10 katlık bir artış elde edilmiştir. Polipropilen yüzeylerde ise su temas açısı 87ºden 30ºye gerilemiştir. Sonuç olarak plazma işlemi ile yüzey morfolojisini önemli ölçüde değiştirebileceğinin, yüzeylerin ıslanabilirlik özelliklerinin ve yapıştırılmış bağlantıların kesme dayanımının artırabileceğini ortaya konmuştur. Mandolfino vd. [33], düşük basınçlı plazma ile 6061-T6 alüminyum alaşımlı ve yapıştırıcı ile birleştirilmiş bağlantılar üzerindeki mekanik özelliklerin etkilerini araştırmışlardır. Yapılan deneyler sonrası düşük basınçlı plazma uygulamasının bağlantılardaki mukavemeti arttırdığı ortaya konmuştur. Moroni vd. [34], ABP işleminin PP, polietilen ve PA66 malzemelerinin mekanik davranışına olan etkilerini incelemişlerdir. Malzeme yüzeylerine, zımpara ile aşındırma, astar ve ABP olmak üzere üç farklı işlem uygulanmış ve sonuçlar karşılaştırılmıştır. Yapılan deneylerin ardından ABP işleminin, özellikle düşük plazma uygulama mesafesi ve düşük plazma işlem hızında, aşındırma ve astarlamaya oranla polimerik malzemelerin yapışma dayanımında daha başarılı sonuçlar verdiği ortaya konmuştur. Lee vd. [35], ABP'nın SPRC 440 çelik sacının yapışma özelliklerine olan etkilerini araştırmışlardır. Yapılan yüzey analizleri sonucunda plazma işlemi ile yüzey pürüzlülüğünün arttığı, yüzeyde oksitlerin oluştuğu ve plazmanın temizleme etkisiyle kirletici etkileri ortadan kaldırdığı ve su temas açısının da 69,3ºten 32,4ºe düştüğü tespit edilmiştir. 350 W plazma gücü ve 75 saniye işlem süresinde yapışma dayanımının %23'lük bir artış sergilediği tespit edilmiştir. Saleema ve Gallant [36], AA 6061-T6 alüminyum alaşımlı yüzeylerin ABP işlemi sonrası yüzey ıslanabilirliklerini ve gösterdikleri yapışma dayanımlarını incelemişlerdir. Plazma işlemi sonrası en iyi yüzey ıslanabilirliği 15 saniyelik işlem süresinin ardından elde edilmiş ve su temas açısı 77ºden 13ºye düşmüştür. Yapışma dayanımı ise plazma uygulanmayan bağlantılarda 14,5±7 MPa'dan, 15 saniyelik plazma işlemi sonrası 24±1 MPa'a yükselmiştir. Aydın [37], metal yüzeylerin yapıştırılmasında kullanılan yapıştırıcıların içine kattığı karbon nanopartiküllerin, yapışma dayanımına olan etkilerini incelemiştir. Belli bir orana kadar eklenen bu nanopartiküller, yapıştırıcı molekülleri ve yüzeyler arasındaki teması arttırıp yapışma dayanımını yükseltirken, belli bir orandan sonra ise yapıştırıcı özelliğine olumsuz etki ettiğinden yapışma dayanımının azalmasına neden olduğu görülmüştür. Bakkal vd. [38], metal/kompozit hibrit bağlantılarda yüzey işlemlerinin ara yüzey dayanımına etkisini araştırmışlardır. Yüzey pürüzlülüğünün

yapışma bağlantısını güçlendirerek kayma dayanımını arttırdığı tespit edilmiştir. Ayrıca yüzey işlemlerinin yanı sıra yapıştırıcı içeriğini ve kalınlığını da değiştirerek kayma dayanımı daha yüksek hibrit bağlantıların elde edilmesinin mümkün olabileceği de ifade edilmiştir. Bu çalışmada, yapıştırma bağlarının mekanik özelliklerindeki değişimi görmek için, çalışma sıcaklığı 50°C'nin altında olan soğuk ABP yöntemi kullanılmıştır. Çalışmanın konusunu oluşturan plazma aktivasyonu, fiziksel bir yüzey modifikasyon işlemidir ve son yıllarda malzemelerin yüzey enerjilerinin, yapışma davranışlarının ve yüzey mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi konusunda sıkça tercih edilen bir yöntem olmuştur. Sunulan deneysel çalışmada, H300LAD (galvaniz kaplamalı) ve H300LA (kaplamasız) malzemelerinin yapışma dayanımını iyileştirmek için soğuk ABP işlemi (Soğuk ABP; Piezoelektrik Doğrudan Deşarj Teknolojisi – PDD Teknolojisi) kullanılmıştır. Deney parametreleri olarak iki farklı malzeme (H300LAD ve H300LA), iki farklı yapıştırıcı (Marocol 18576 ve Erde G-Force) ve üç farklı plazma uygulama hızı (5 mm/s, 10 mm/s ve 15 mm/s) belirlenmiştir. Öncelikle deney numunelerinin su damlası kullanılarak temas açıları ölçülmüş, mürekkep testiyle de izafi yüzey gerilimleri tespit edilmiştir. Bu veriler, ABP uygulaması sonrası elde edilen verilerle karşılaştırılarak uygulanan plazma işleminin yüzey özelliklerine olan etkileri araştırılmıştır. Ardından, farklı plazma uygulama hızları ve farklı yapıştırıcılar uygulanarak hazırlanan deney numuneleri, çekme testine tabi tutulmuş ve elde edilen veriler ile plazma işleminin malzemelerin yapışma dayanımı üzerindeki etkileri değerlendirilmiştir.

2. Deneysel Metot **(Experimental Method)**

2.1. Plazma Cihazı (Plasma Device)

Bu çalışmada, plazma yüzey aktivasyonu için Relyon Plasma firmasının geliştirdiği Piezobrush PZ2 el tipi soğuk plazma ünitesi kullanılmıştır. Piezobrush PZ2, endüstride, çeşitli malzemelerin boyama ve yapıştırma işlemlerinde kullanılmaktadır. Bu el tipi cihaz özellikle laboratuvarlarda ve küçük boyutlu yüzeylerin plazma aktivasyon işlemlerinde kullanım için de uygundur. Cihaz, maksimum 30 W güç tüketiminde 50℃ 'nin altında soğuk aktif plazma üretebilmektedir. Plazma işlem mesafesi 2-10 mm, işlem genişliği ise 5-20 mm aralığındadır. Farklı gazlar ile de çalışabilen cihaz bu çalışmada ortam havası ile kullanılmıştır [39].

Şekil 1'de, deney numunelerine uygulanan soğuk ABP işlemi için özel olarak tasarlanan deney düzeneği yer almaktadır. Numunelere, plazma başlığı ve malzeme yüzeyi arasındaki boşluk 2 mm olacak şekilde, üç farklı uygulama hızı (V_1= 5 mm/s, V_2= 10 mm/s, V_3= 15 mm/s) ile plazma işlemi uygulanmıştır.

2.2. Malzeme (Material)

Bu çalışmada, BS EN 10346 standartlarına uygun şekilde üretilen H300LAD (M1) ile BS EN 10268 standartlarına uygun şekilde üretilen H300LA (M2) malzemeleri kullanılmıştır. M1, sürekli sıcak daldırma yöntemi ile galvaniz kaplanmış yassı çeliklerdir. Yassı çelik, ısıtılarak eriyik çinko potasına girmekte ve çinko/galvaniz kaplama yüzeye kimyasal bir bağ ile bağlanmaktadır. Bu malzemelerin yüzeylerine korozyondan korunması amacıyla çinko/galvaniz kaplaması yapılmaktadır. Galvaniz kaplama, çeliğe korozyon direnci ve katodik koruma sağlamaktadır. M2 ise asitlenmiş ve yağlanmış sıcak yassı çeliklerin soğuk haddelenmesi ile üretilen yassı çeliklerdir. Malzemeye uygulanan haddeleme işleminin ardından yüzey temizleme, yeniden kristalizasyon tavı, yüzey pürüzlendirme ve temperleme işlemleri uygulanarak elde edilmektedir. M1 ve M2 malzemelerinden 70x25x1 mm ölçülerinde hazırlanan deney numunelerine ait örnekler Şekil 2'de, yine bu malzemelere ait kimyasal ve mekanik özellikler de Şekil 3 ve Şekil 4'te verilmiştir.



Şekil 1. Soğuk ABP işlemi için hazırlanan deney düzeneği
(Experiment setup prepared for cold APP process)

2.3. Ön Hazırlık/Numune Temizliği (Preliminary/Sample Cleaning)

Deney numunelerinin yüzeylerine plazma işlemi uygulanmadan ve su temas açıları ile izafi yüzey gerilimleri tespit edilmeden önce yüzeyler, kir ve yağ gibi olumsuz etkilerden arındırılmak için etil alkol bazlı solüsyon ile temizlenmiştir.

2.4. Temas Açısı Ölçümleri (Contact Angle Measurements)

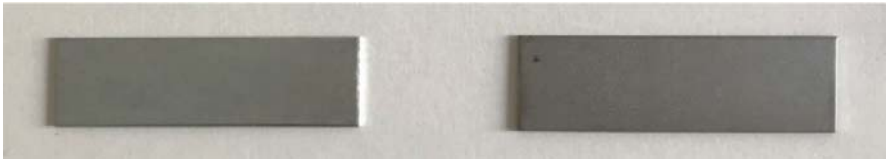
Su temas açısı ölçümü yüzeyin ıslanabilirlik derecesini ifade etmek için kullanılan bir yöntemdir. Şekil 5'te gösterildiği gibi yüksek enerjili yüzeylerde su, yüzeyde düzgün olarak dağılıp ince bir film oluşturmaktadır. Bu durumda temas açısı sıfırdır, yüzey tamamen ıslanmaktadır ve bu tür yüzeyler hidrofilik olarak isimlendirilir. Düşük enerji seviyesindeki yüzeylerde ise su damlaları yüzeye ayrı ayrı yerleşir, bu durumda yüzeyin ıslanabilirlik kabiliyetinin düşük olduğu anlaşılır ve yüzey hidrofobiktir [40]. Temas açısı azaldıkça yüzey enerjisi, yapışkanlık ve ıslanabilirlik artarken, temas açısı büyüdükçe yüzey enerjisi, ıslanabilirlik ve yapışkanlık azalmaktadır [41]. M1 ve M2 malzemelerinden hazırlanan deney numunelerinin, plazma uygulamasından önce ve sonra olmak üzere ayrı ayrı suyun yüzey ile yaptığı temas açıları ölçülmüştür.

2.5. Yüzey Gerilimi Değerleri (Surface Tension Values)

Numunelerin izafi yüzey gerilimleri, M1 ve M2 malzemeleri için soğuk plazma işlemi uygulanmadan önce ve sonra mürekkep testi ile belirlenmiştir. Mürekkep testi; plastik, metal, cam, kompozit malzemeler gibi çeşitli malzemelerin yüzey geriliminin ölçülmesi için tercih edilen bir yöntemdir. Test mürekkebi, şişenin bütünleşik fırçası ile seri bir şekilde yüzey üzerine sürülür. Fırça çizgisinin kenarları, iki saniye boyunca dağılmazsa, yüzey iyi ıslanabilir demektir ve bu durumda maddenin yüzey gerilimi, en az mürekkebinkine denktir. Ancak test mürekkebinin çizgileri bir araya toplanıyorsa, işleme bir sonraki daha küçük değere sahip olan test mürekkebi ile devam edilir ve mürekkep yüzeyde dağılmayana dek bu işleme devam edilir. Malzemenin yüzey gerilimi, onu en az iki saniye boyunca ıslatan en son test mürekkebinin değerine denktir. Bu şekilde malzemenin yüzey gerilim değeri tayin edilmektedir. Bu çalışmada Ahlbrandt marka mürekkep test seti kullanılmıştır.

2.6. Deney Numunelerinin Yapıştırılması (Bonding of Test Samples)

Çekme testi numuneleri için malzemeleri birbirine yapıştırabilmek adına yapıştırıcı olarak Marocol 18576 (Y1) ve Erde G-Force (Y2) marka yapıştırıcılar kullanılmıştır. Marocol 18576, iki bileşenli poliüretan bir yapıştırıcıdır. Metaller üzerinde iyi yapışma özelliği, -30℃ ile 90℃ arası sıcaklık direnci, kontrollü kürlenme, kolay ve hızlı



Şekil 2. M1 ve M2 malzemelerinden hazırlanan deney numuneleri (Test samples prepared from M1 and M2 materials)

Kimyasal Değerler

Adı	Değeri	Hed. Min.	Hed. Maks.
HR Lab C (%)	0,0421	0,0010	0,1100
HR Lab Si (%)	0,0201	0,0010	0,5000
HR Lab S (%)	0,0028	0,0010	0,0250
HR Lab P (%)	0,0118	0,0010	0,0300
HR Lab Mn (%)	0,3171	0,0010	1,0000
HR Lab Al (%)	0,0294	0,0010	0,1000
HR Lab Ti (%)	0,0109		0,1200
HR Lab Nb (%)	0,0082		0,0900
HR Lab B (%)	0,0001		
HR Lab Cr (%)	0,0513		
HR Lab Ni (%)	0,0688		
HR Lab Cu (%)	0,2142		
HR Lab Mo (%)	0,0103		
HR Lab V (%)	0,0027		
HR Lab Ca (%)	0,0024		
HR Lab N (%)	0,0034		
Karbon Eşdeğeri	0,1300		

Mekanik Değerler

Adı	Değeri	Hed. Min.	Hed. Maks.
Akma (Mpa)	329	300	380
Çekme Muk. (Mpa)	404	380	480
Uzama (%)	37,0	23,0	
"r" Değeri	1,36		
"n" Değeri	0,18		
Sertlik			
Akma/ Çekme (%)	81,00		
Alt Akma Muk. (CS6)	326		
Üst Akma Muk. (CS6)	330		
Fmax Uza. (%)	19,3		
Akma düz. (%)	0,28		
Elas. Mod. (CS6)	202		
Test Açısı	90		
Work Harden. (MPA)			
Bake Hard. (mpa)			
Adez/Bend Test	Test yok		
Pow. Test			

Şekil 3. M1 malzemesine ait kimyasal ve mekanik özellikler (Chemical and mechanical properties of M1 material)

Kimyasal Değerler

Adı	Değeri	Hed. Min.	Hed. Maks.
HR Lab C (%)	0,0670	0,0200	0,0800
HR Lab Si (%)	0,0180		0,0300
HR Lab S (%)	0,0090		0,0200
HR Lab P (%)	0,0150		0,0250
HR Lab Mn (%)	0,2940		0,6000
HR Lab Al (%)	0,0380	0,0200	0,0700
HR Lab Ti (%)	0,0010		0,1000
HR Lab Nb (%)	0,0130	0,0100	0,0500
HR Lab B (%)			
HR Lab Cr (%)			0,1500
HR Lab Ni (%)			0,1000
HR Lab Cu (%)			0,0900
HR Lab Mo (%)			
HR Lab V (%)			0,0800
HR Lab Ca (%)			
HR Lab N (%)	0,0020		
Karbon Eşdeğeri	0,1190		

Mekanik Değerler

Adı	Değeri	Hed. Min.	Hed. Maks.
Akma (Mpa)	340	300	380
Çekme Muk. (Mpa)	409	380	480
Uzama (%)	28,0	23,0	
"r" Değeri	1,18		
"n" Değeri	0,15		
Sertlik	69		
Akma/ Çekme (%)	83,00		
Alt Akma Muk. (CS6)	0		
Üst Akma Muk. (CS6)	0		
Fmax Uza. (%)	16,2		
Akma düz. (%)	0,00		
Elas. Mod. (CS6)	195		
Test Açısı	90		
Work Harden. (MPA)			
Bake Hard. (mpa)			
Adez/Bend Test	Test yok		
Pow. Test			

Şekil 4. M2 malzemesine ait kimyasal ve mekanik özellikler (Chemical and mechanical properties of M2 material)

uygulama opsiyonu sunması, kürlendikçe hacim kazanmaması gibi özelliklere sahiptir [43].

Deneylerde kullanılan bir diğer yapıştırıcı olan Erde G-Force ise çift bileşenli, yüksek performanslı metil metakrilat bazlı bir yapıştırıcıdır. Alüminyum, çelik, bakır, pirinç, paslanmaz çelik, nikel, polyester, PVC, ABS, kompozit malzeme, boyalı ve kaplanmış birçok yüzeyi çok başarılı bir şekilde yapıştırabilmektedir. -30°C ile 150°C /200°C 'ye kadar sıcaklık dayanımı göstermesi, oda sıcaklığında çalışma imkânı sağlaması, yüksek darbe dayanımı ve üstün tutunma gibi özellikler sunmaktadır [44]. Şekil 6'da gösterildiği üzere 70x25x1 mm ölçülerinde hazırlanan deney numunelerinin uç kısmından, yapıştırıcının uygulanacağı 10 mm'lik bölüm işaretlenmiştir. İşaretlenen alan, üç farklı hızda plazma işlemine tabi tutulduktan

sonra yüzeye yapıştırıcı uygulanmış ve numuneler bu bölümden birbirine yapıştırılmıştır. Aynı işlem, plazma işlemi görmeyen deney numuneleri için de tekrarlanmıştır. Yapıştırma işleminin ardından test numuneleri oda sıcaklığında en az 24 saat bekletilmiştir. Bu sürenin ardından numuneler yapışma dayanımının tespiti amacıyla çekme testine tabi tutulmuştur.

2.7. Deney Numunelerine Çekme Testi Uygulanması
(Applying Tensile Test to Test Samples)

Çekme testi, 10 kN yük hücresi kapasiteli INSTRON 5582 marka elektromekanik üniversal çekme test makinesi ile gerçekleştirilmiştir. Deney numuneleri için test cihazında gerekli ayarlamalar yapıldıktan sonra 5 mm/min çekme hızında kama aksiyonlu çeneler (wedge-action grips) vasıtası ile çekme testlerine başlanmıştır. Ardından yapıştırılacak yüzeylere plazma uygulamasının yapışma dayanımını ne oranda etkilediğini belgelemek amacıyla sonuç grafikleri ortaya konulmuştur.

3. Sonuçlar ve Tartışmalar (Results and Discussions)

3.1. Temas Açısı Ölçümleri (Contact Angle Measurements)

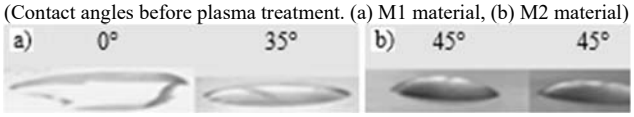
M1 ve M2 malzemelerinin ABP uygulanmamış ve uygulanmış olan numunelerinin temas açıları ölçülmüştür. M1 ve M2 malzemelerinin herhangi bir plazma işlemi görmeden önceki temas açısının sırasıyla ortalama 56,5º ve 68,5º, M1'in soğuk plazma işleminden sonraki temas açısının 17,5º, M2'nin soğuk plazma işleminden sonra ise temas açısının ortalama 45º olduğu tespit edilmiştir. Deney numunelerinin temas açısı fotoğrafları Şekil 7 ve Şekil 8'de, temas açı değerleri ise Tablo 1'de verilmiştir.

3.2. Yüzey Gerilimi Değerinin Belirlenmesi
(Determination of Surface Tension Value)

M1 ve M2 malzemelerinin plazma işlemi uygulamadan önce ve sonra sahip olduğu izafi yüzey gerilimleri mürekkep testiyle belirlenmiştir. Şekil 9'da yer alan numunelerden 15 ve 16 sayılarıyla numaralandırılmış olanlar M1 malzemesinin plazma işlemi görmemiş numunelerini, 25 ve 26 numara M2 malzemesinin plazma işlemi görmemiş numunelerini, 17 ve 18 numara M1 malzemesinin soğuk plazma işlemi görmüş numunelerini, 27 ve 28 numara ise M2 malzemesinin soğuk plazma işlemi görmüş numunelerini temsil etmektedir. Mürekkep testinde, farklı yüzey gerilim değerlerine sahip olan mürekkepler, numunelerin yüzeyine seri bir şekilde uygulanmıştır. Malzemenin yüzey geriliminin tayini için mürekkebin en az iki saniye boyunca yüzeyi ıslatması ve form değiştirmemesi gerektiğinden mürekkebin yüzey üzerinde gösterdiği davranışına göre farklı test mürekkepleri uygulanmıştır. Şekil 9'da görüldüğü gibi M1 ve M2 malzemelerine, aşağıdan yukarıya olmak koşuluyla sırasıyla 32 mN/m, 50 mN/m, 48 mN/m ve son olarak 40 mN/m yüzey gerilimlerine sahip olan mürekkepler uygulanmıştır. Mürekkeplerin yüzeydeki davranışlarına göre M1 ve M2 malzemelerinin, plazmasız yüzey geriliminin 32 mN/m'den büyük, soğuk plazma işleminden sonra yüzey gerilimlerinin ise 32 ile 40 mN/m arasında olduğu tespit edilmiştir.



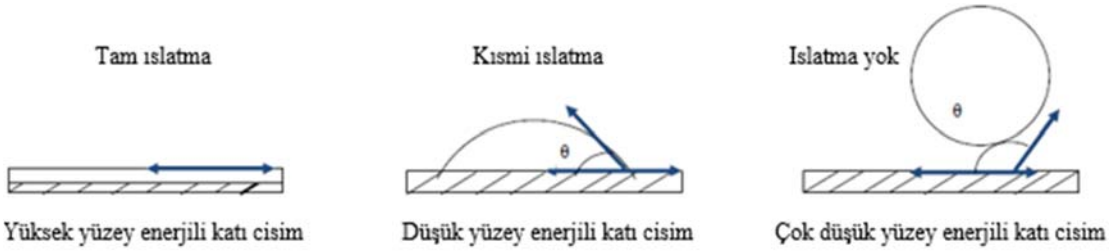
Şekil 7. Plazma işlemi öncesi temas açıları. (a) M1 malzemesi, (b) M2 malzemesi
(Contact angles before plasma treatment. (a) M1 material, (b) M2 material)



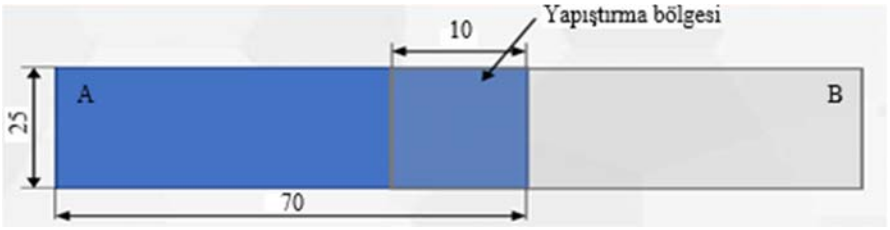
Şekil 8. Plazma işlemi sonrası temas açıları. (a) M1 malzemesi, (b) M2 malzemesi
(Contact angles after plasma treatment. (a) M1 material, (b) M2 material)

3.3. Çekme Testi Sonuçları (Tensile Test Results)

Çekme testi için deney numuneleri rastlantısal olarak sıralanmıştır. M1 ve M2 malzemelerinin numuneleri, üç farklı hızda uygulanan soğuk plazma işlemi sonrası iki farklı yapıştırıcıyla yapıştırıldıktan sonra çekme testine tabi tutulmuş ve deney sonrası numunelerin kopma yüzeylerinin görünümleri de değerlendirilip bir düzeltme katsayısı belirlenerek yapışma dayanımları hakkında izafi bir sonuca ulaşılmıştır. Buradaki düzeltme katsayısı, yapıştırılan parçaların her



Şekil 5. Sıvıların farklı yüzey enerjisine sahip katı yüzeylerde ıslatma davranışları [42]
(Wetting behavior of liquids on solid surfaces with different surface energies)

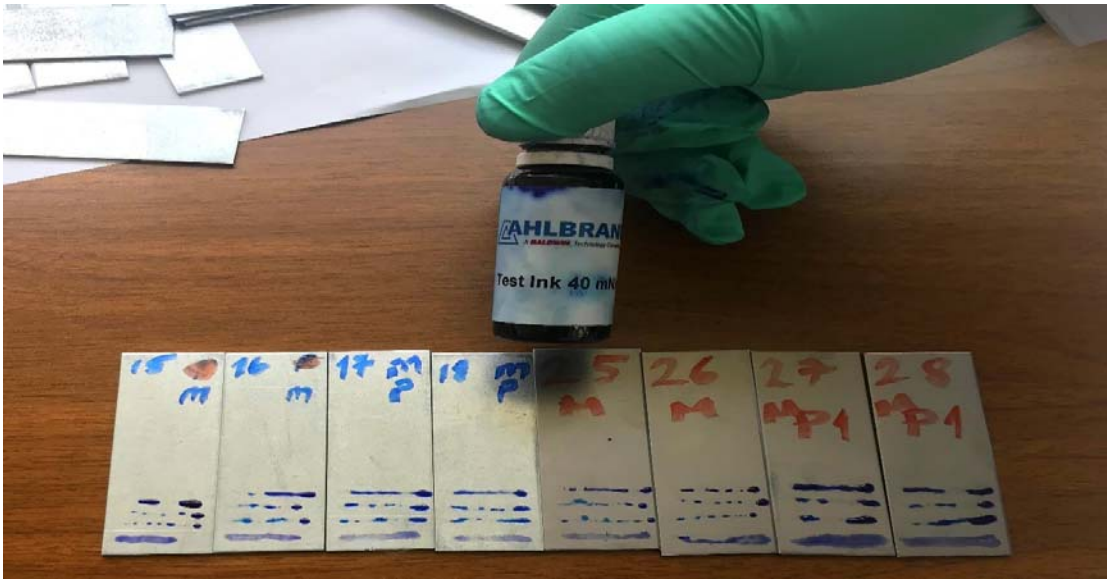


Şekil 6. Deney numunelerinin yapıştırma bölgesi (Adhesion zone of test samples)

iki yüzeyinden de tam olarak ayrılmış olan ve adezyon bağının oluşmadığı düşünülen küçük alanların dayanım hesaplamalarında dikkate alınmaması için belirlenen bir sayıdır. Şekil 10'da değişen malzeme, yapıştırıcı ve plazma uygulama hızı parametrelerine göre hazırlanan çekme deney numunelerinin yapıştırma işlemi sonrasında bekleme aşamasına ait örnek fotoğraflar verilmiştir. Şekil 11'de

Tablo 1. M1 ve M2 malzemelerinin plazma işlemi öncesi ve sonrası ortalama su temas açılarının değerleri
(Values of average water contact angles of M1 and M2 materials before and after plasma treatment)

Numune adı	Su Temas Açı Değerleri	Ortalama Su Temas Açı Değerleri
M1 plazmasız N1	55º	56,5º
M1 plazmasız N2	58º	
M2 plazmasız N1	68º	68,5º
M2 plazmasız N2	69º	
M1 soğuk plazmalı N1	0º	17,5º
M1 soğuk plazmalı N2	35º	
M2 soğuk plazmalı N1	45º	45º
M2 soğuk plazmalı N2	45º	

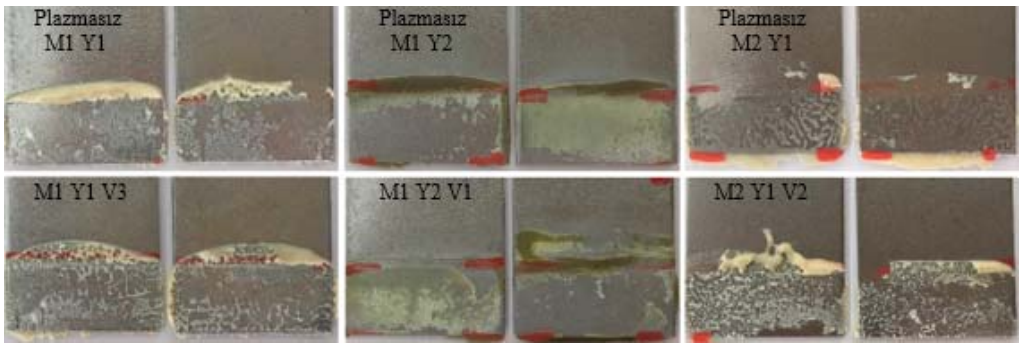


Şekil 9. Yüzey geriliminin tespiti için kullanılan 40, 48, 50 ve 32 mN/m'lik mürekkepler sonucu yüzeyin davranışı
(Behavior of the surface as a result of 40, 48, 50 and 32 mN/m inks used for the detection of surface tension)

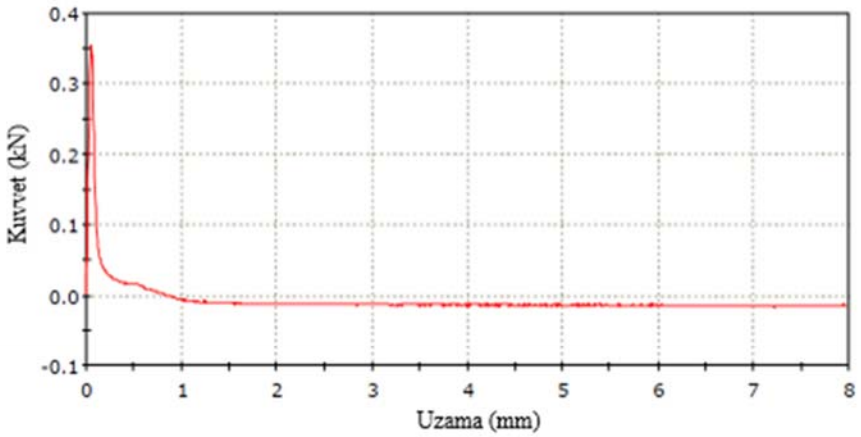


Şekil 10. Deney numunelerinin yapıştırma aşamasından sonraki ve çekme testinden önceki görüntüleri
(Images of test samples after bonding and before tensile test)

çekme testi sonrası ABP uygulanmış ve uygulanmamış deney numunelerinin kopma yüzeylerinin görünümlerine dair örnek fotoğraflar yer almaktadır. Tablo 2'de çekme testi için hazırlanan numunelerin tanımı ve deney sonrası elde edilen sonuçların özeti verilmiştir. Şekil 12 ve Şekil 13'te ise sırasıyla plazma işlemi öncesi ve sonrası rastlantısal olarak seçilen numunelerin çekme testi



Şekil 11. Deney numunelerinin çekme testinden sonraki kopma yüzeylerinin görüntüleri
(Images of the rupture surfaces of the test samples after the tensile test)



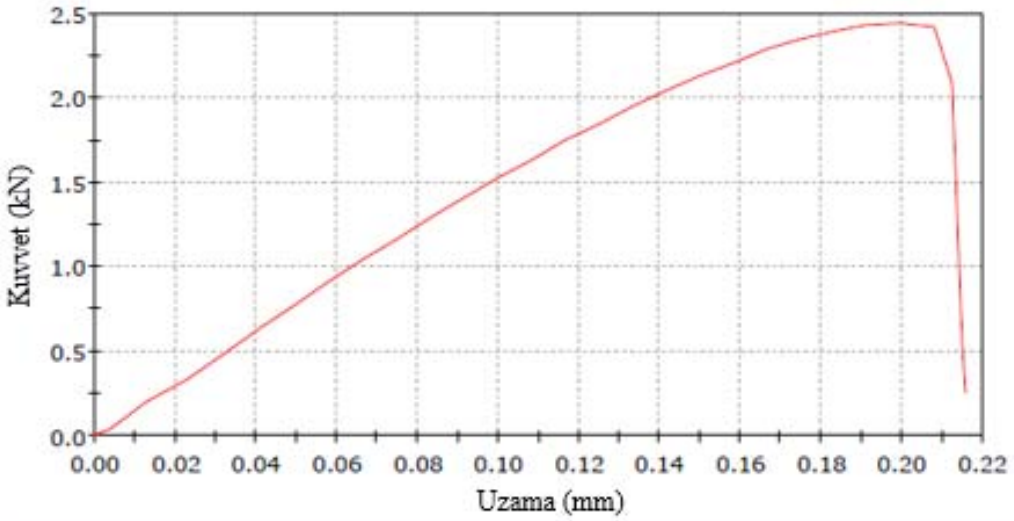
	Maksimum Kuvvet (Tepe Noktasından) (kN)	Maksimum Kuvvet (Çekme Dayanımından) (kN)	Uzamade Break (Standard) (mm)
1	0,356	0,034	7,967
Ortalama	0,356	0,034	7,967

	Yükde Break (Standard) (kN)	Uzamade Çekme Dayanýmý (mm)
1	-0,015	0,208
Ortalama	-0,015	0,208

Şekil 12. ABP uygulanmamış numuneye ait örnek çekme deney sonucu (Example of tensile test result of sample without APP applied)

Tablo 2. M1 ve M2 malzemelerinin plazma işlemi öncesi ve sonrasındaki yapışma dayanımlarına ilişkin değerler
(Values for adhesion strength of M1 and M2 materials before and after plasma treatment)

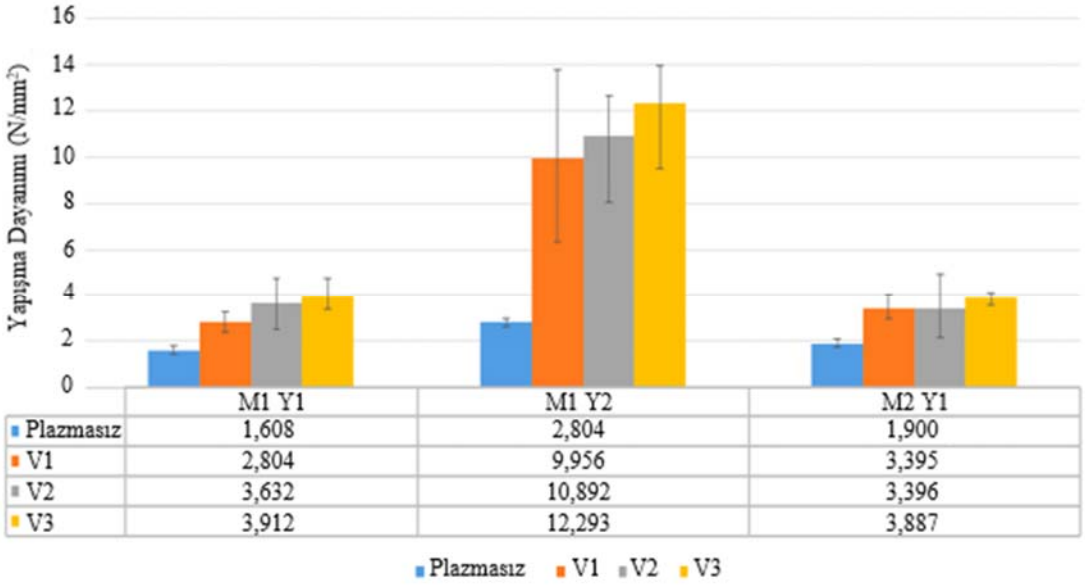
Numune Tanımı	Yapışma Dayanımı (N/mm^2)
M1 Y1 plazmasız N1	1,424
M1 Y1 V1 N1	2,404
M1 Y1 V2 N1	4,740
M1 Y1 V3 N1	4,736
M1 Y2 plazmasız N1	2,804
M1 Y2 V1 N1	9,788
M1 Y2 V2 N1	11,972
M1 Y2 V3 N1	13,924
M2 Y1 plazmasız N1	1,900
M2 Y1 V1 N1	2,964
M2 Y1 V2 N1	3,576
M2 Y1 V3 N1	4,068



	Maksimum Kuvvet (Tepe Noktasindan) (kN)	Maksimum Kuvvet (Cekme Dayanimindan) (kN)	Uzamade Break (Standard) (mm)
1	2,447	0,904	0,208
Ortalama	2,447	0,904	0,208

	Yükde Break (Standard) (kN)	Uzamade Çekme Dayanýmý (mm)
1	2,414	0,058
Ortalama	2,414	0,058

Şekil 13. ABP uygulanmış numuneye ait örnek çekme deney sonucu (Example of tensile test result of APP applied sample)



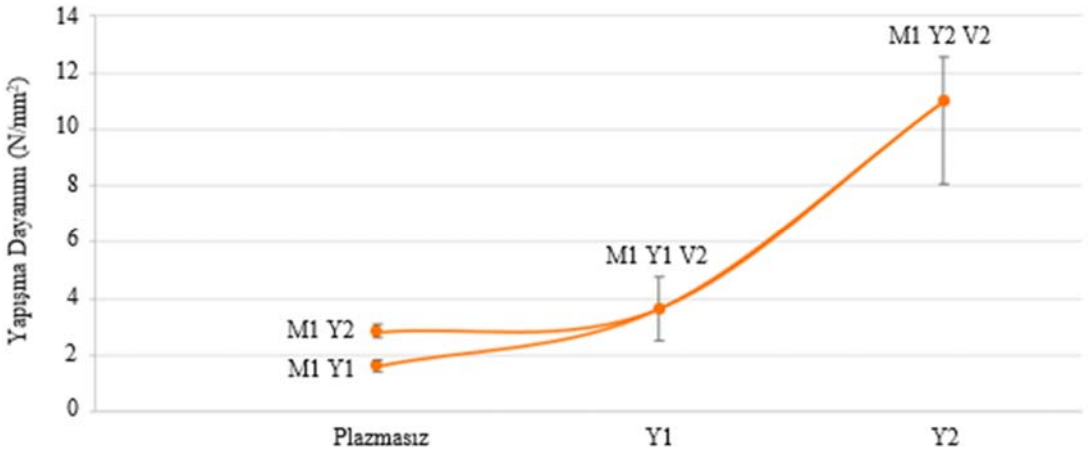
	M1 Y1	M1 Y2	M2 Y1
Plazmasız	1,608	2,804	1,900
V1	2,804	9,956	3,395
V2	3,632	10,892	3,396
V3	3,912	12,293	3,887

Şekil 14. Plazma işlemi öncesi ve sonrasında elde edilen yapıştırma bağı dayanım sonuçları
(Adhesive bond strength results before and after plasma treatment)

sonuçlarına örnek kuvvet-uzama grafikleri verilmiştir. ABP uygulanmış ve uygulanmamış numunelere ait yapıştırma bağı dayanım sonuçlarını karşılaştırmalı olarak gösteren grafik ise Şekil 14'te görülmektedir. Şekil 15'te plazma işleminin, V2 uygulama hızında ve farklı yapıştırıcılar kullanıldığında M1 malzemesinin yapışma dayanımı üzerindeki etkisini gösteren grafik görülmektedir.

4. Sonuçların Değerlendirilmesi (Evaluation of Results)

Bu çalışmada, atmosferik basınçlı plazma uygulamasının galvaniz kaplamalı çelikler ile kaplamasız çeliklerin yapıştırma bağının dayanımları üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Yapılan deneysel çalışmaların ardından ulaşılan sonuçlar aşağıda verilmiştir:



Şekil 15. Plazma işleminin V2 uygulama hızında ve farklı yapıştırıcılarda M1 malzemesine etkisi
(Effect of plasma treatment on M1 material at V2 application velocity and different adhesives)

- ABP işleminin, yüzey ıslanabilirliği üzerinde etkili olduğu açıktır. Plazma işlemi sonrası ortalama su temas açı değeri, galvaniz kaplamalı malzemede (M1) 56,5ºden 17,5ºye gerileyerek yüzey ıslanabilirliği için yaklaşık %69'luk ve kaplamasız çelik malzemede (M2) ise 68,5ºden 45ºye gerileyerek yaklaşık %34'lük bir iyileşme sağlanabileceği anlaşılmıştır.
- ABP'nin metal yüzeylere uygulanmasının yapıştırma bağlarının dayanımını önemli ölçüde arttığı görülmüştür. ABP uygulaması, her iki malzeme, yüzeye uygulanan her iki yapıştırıcı ve her üç plazma uygulama hızı için de yapışma bağının iyileşmesinde etkili olmuştur.
- Deney sonuçları incelendiğinde, ABP uygulaması sonrası yapışma dayanımı en çok, galvaniz kaplamalı malzemeye Erde G-Force marka yapıştırıcı uygulandığında ve plazma uygulama hızı 15 mm/s olduğunda (M1 Y2 V3) artış göstermiştir. Bu deney grubunda yapışma dayanımı 4,38 katına çıkmıştır. Ayrıca en yüksek yapışma dayanımı da yine bu grupta elde edilmiştir. ABP uygulaması sonrası en az artış ise galvaniz kaplamalı malzemeye Marocol 18576 marka yapıştırıcı uygulandığında ve plazma uygulama hızı 5 mm/s olduğunda (M1 Y1 V1) tespit edilmiştir. Bu grupta yapışma dayanımı 1,74 katına çıkmıştır.
- Deney sonuçları incelendiğinde, ABP uygulaması sonrasında galvaniz kaplamalı malzemeye Marocol 18576 marka yapıştırıcı uygulandığında ve plazma uygulama hızı 5 mm/s olduğunda (M1 Y1 V1) yapışma dayanımı 1,74 katına, 10 mm/s olduğunda (M1 Y1 V2) 2,25 katına ve 15 mm/s olduğunda ise (M1 Y1 V3) 2,43 katına çıkmıştır. Galvaniz kaplamalı malzemeye Erde G-Force marka yapıştırıcı kullanıldığında ve plazma uygulama hızı 5 mm/s olduğunda ise (M1 Y2 V1) yapışma dayanımı 3,55 katına, 10 mm/s olduğunda (M1 Y2 V2) 3,88 katına ve 15 mm/s olduğunda (M1 Y2 V3) 4,38 katına çıkmıştır. Kaplamasız çelik malzemenin yer aldığı deney grubunda ise Marocol 18576 marka yapıştırıcı, plazma uygulama hızı 5 mm/s ve 10 mm/s olduğunda (M2 Y1 V1 ve M2 Y1 V2) yapışma dayanımını 1,78 katına, 15 mm/s olduğunda ise (M2 Y1 V3) 2,04 katına çıkarmıştır. Bu sonuçlar ele alındığında Erde G-Force marka yapıştırıcının galvaniz kaplamalı malzeme ile çok daha yüksek yapışma dayanımı sağladığı söylenebilir.
- Deney sonuçları incelendiğinde, kaplamasız çelik malzemeye Marocol 18576 marka yapıştırıcı uygulandığında 5 mm/s'lik plazma uygulama hızının (V1), 10 mm/s'ye yükseltilmesi (V2) yapışma dayanımını etkilememiştir. Ancak plazma uygulama hızı 15 mm/s (V3) olduğunda yapışma dayanımı diğer iki plazma uygulama hızına göre yaklaşık %14 oranında bir artış göstermiştir. Galvaniz kaplamalı malzemeye Marocol 18576 marka yapıştırıcı uygulandığında ise artan plazma uygulama hızı ile birlikte yapışma dayanımı da artmıştır. Yapışma dayanımı, plazma uygulama hızı 5 mm/s'den (V1) 10 mm/s'ye (V2) çıktığında yaklaşık %29 oranında, 10 mm/s'den (V2) 15 mm/s'ye (V3) çıktığında yaklaşık %7 oranında ve 5 mm/s'den (V1) 15 mm/s'ye (V3) çıktığında ise yaklaşık %39 oranında bir artış göstermiştir. Galvaniz kaplamalı malzemeye Erde G-Force marka yapıştırıcı uygulandığında da artan plazma uygulama hızı yapışma dayanımını pozitif yönde etkilemiştir. Yapışma dayanımı, plazma uygulama hızı 5 mm/s'den (V1) 10 mm/s'ye (V2) yükseltildiğinde yaklaşık %9 oranında, 10 mm/s'den (V2) 15 mm/s'ye (V3) yükseltildiğinde yaklaşık %13 oranında ve son olarak 5 mm/s'den (V1) 15 mm/s'ye (V3) yükseltildiğinde yaklaşık %23 oranında bir artış göstermiştir.
- Çekme testleri sonrası deney numunelerinin kopma yüzey görüntüleri değerlendirilmiştir. ABP uygulanmamış kaplamasız çelik malzemeye Marocol 18576 marka yapıştırıcı uygulanan deney grubunda (M2 Y1) kopma yüzeyi koheziv ve adeziv kopmanın kombinasyonuna sahiptir. Plazma işlemi sonrası ise kopma yüzeyi çoğunlukla koheziv yapıdadır. Kaplamasız çelik malzeme için artan plazma uygulama hızı, kopma yüzeyinin koheziv kopma oranını da arttırmıştır. Plazma işlemi uygulanmamış galvaniz kaplamalı malzemeye Marocol 18576 marka yapıştırıcı uygulanan deney grubunda ise (M1 Y1) kopma yüzeyi koheziv ve adeziv kopmanın kombinasyonuna sahiptir. Plazma işlemi sonrası kopma yüzeyi, plazma işlemi uygulanmamış yüzeye oranla daha koheziv yapıdadır. Galvaniz kaplamalı malzemeye Erde G-Force marka yapıştırıcı uygulanması sonrası hem plazma uygulanmayan (M1 Y2) hem de plazma uygulanan deney gruplarında kopma yüzeyleri adeziv yapıdadır. Tüm yüzeylerde, ara yüzey kopması söz konusudur. Her iki malzeme ve her iki yapıştırıcı için plazma uygulanmamış ve plazma uygulanmış deney numunelerinin kopma yüzeylerinin görüntüleri Şekil 11'de görülmektedir.
- Marocol 18576 marka yapıştırıcı hem galvaniz kaplamalı hem de kaplamasız çelik malzemede ABP işlemi uygulanmamış yüzeylerde koheziv ve adeziv kopmanın bir kombinasyonunu verirken ABP işlemi uygulanmış numunelerin kopma yüzeylerinin daha fazla koheziv özellik gösterdiği görülmüş ancak hiçbir zaman tam koheziv kopma modu sergilememiştir. Marocol 18576 marka yapıştırıcı kullanıldığında kaplamasız çelik malzemede artan plazma hızının, kopma yüzeylerinde koheziv etkiyi arttıran bir faktör olduğu görülürken galvaniz kaplamalı malzemede kopma yüzeylerinin plazma hızı ile arasında bir ilişki görülmemiştir.
- Deney sonuçları incelendiğinde, aynı şartlar altında uygulanan ABP işleminin yapışma dayanımında yarattığı artışın, her iki malzeme, her iki yapıştırıcı ve farklı plazma uygulama hızları için farklı oranlarda olduğu görülmüştür.

- Sonuçlarda, ABP işlemi sonrasında her iki malzeme için de su temas açılarının azalarak yüzey ıslanabilirliğinin arttığı ve bu bağlamda yüzeye uygulanan iki farklı yapıştırıcıda da çekme deneyi sonrası yapışma dayanımının arttığı tespit edilmiştir.

Sonuç olarak, ABP uygulamasının M1 ve M2 malzemeler için yüzey enerjisini arttırdığı ve bu yolla da metallerin yapıştırma davranışını iyileştirdiği anlaşılmıştır. Farklı yapıştırıcılar ile bu fark daha da arttırılabilir. Çalışmada, plazmanın parçaya olan mesafesi sabit tutulmuş olup uygulama hızı değiştirilmiştir. Burada uygulama hızının yüzey enerjisini değiştirmede oldukça etkin olduğu görülmüştür. Bu çalışmada sunulmuş olan metot ile farklı malzemeler ve yapıştırıcılar için deneyler geliştirilebilir. Bunun dışında sıcak plazma uygulaması ile de denemeler tekrarlanarak her iki yöntemin etkinlikleri de karşılaştırılabilir.

Teşekkür (Acknowledgement)

Malzeme numunelerini sağlayan Borçelik A.Ş., yapıştırıcı malzeme destekleri için ERBAB Otomotiv Ltd. Şti., çekme testlerinin gerçekleştirilmesindeki destekleri için Destek Otomotiv Yan Sanayi ve Tic. A.Ş. ve plazma uygulama cihazları ve özel mürekkep testleri için de FCB Ar-Ge Ltd. Şti. firmalarına teşekkür ederiz.

Kaynaklar (References)

1. Küçük D., Ercan U.K., Köseoğlu S., The fourth state of matter: Plasma and applications of atmospheric pressure cold plasmas ın dentistry, Yeditepe Dental Journal, 14 (3), 125-136, 2018.
2. Park S.J., Kim B.J., Influence of oxygen plasma treatment on hydrogen chloride removal of activated carbon fibers, J. Colloid Interface Sci., 275 (2), 590-595, 2004.
3. Kim J.S., Kim Y.E., Lee K.H., Effects of atmospheric plasma treatment on the interfacial characteristics of ethylene–vinyl acetate/polyurethane composites, J. Colloid Interface Sci., 271 (1), 187-191, 2004.
4. Lynch J.B., Spence P.D., Baker D.E., Postlethwaite T.A., Atmospheric pressure plasma treatment of polyethylene via a pulse dielectric barrier discharge: Comparison using various gas compositions versus corona discharge in air, J. Appl. Polym. Sci., 71 (2), 319-331, 1999.
5. Shenton M.J., Stevens G.C., Wright N.P., Duan X. J., Chemical-surface modification of polymers using atmospheric pressure nonequilibrium plasmas and comparisons with vacuum plasmas, J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem., 40 (1), 95-109, 2002.
6. Dallı E., Atmosferik Basınç Soğuk Plazma Jetler, Master Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 2013.
7. Øiseth S.K., Krozer A., Kasemo B., Lausmaa J., Surface modification of spin-coated high-density polyethylene films by argon and oxygen glow discharge plasma treatments, Appl. Surf. Sci., 202 (1-2), 92-103, 2002.
8. Boudou J.P., Paredes J.I., Cuesta A., Martinez-Alonso A., Tascon J.M.D., Oxygen plasma modification of pitch-based isotropic carbon fibres, Carbon, 41 (1), 41-56, 2003.
9. Tang S., Lu N., Myung S.W., Choi H.S., Enhancement of adhesion strength between two AISI 316 L stainless steel plates through atmospheric pressure plasma treatment, Surf. Coat. Technol., 200 (18), 5220-5228, 2006.
10. Tang S., Kwon O.J., Lu N., Choi H.S., Surface characteristics of AISI 304L stainless steel after an atmospheric pressure plasma treatment, Surf. Coat. Technol., 195 (2), 298-306, 2005.
11. Polini W., Sorrentino L., Improving the wettability of 2024 aluminium alloy by means of cold plasma treatment, Appl. Surf. Sci., 214 (1), 232-242, 2003.
12. Polini W., Sorrentino L., Analysis of adhesion in an aggressive environment of a protective paint coating on an aluminium alloy surface treated by air cold plasma, J. Adhes. Sci. Technol., 18 (14), 1643-1661, 2004.
13. Sorrentino L., Carrino L., 2024 aluminium alloy wettability and superficial cleaning improvement by air cold plasma treatment, J. Mater. Process. Technol., 209 (3), 1400-1409, 2009.
14. Sorrentino L., Carrino L., Influence of process parameters of oxygen cold plasma treatment on wettability ageing time of 2024 aluminium alloy, Int. J. Adhes. Adhes., 29 (2), 136-143, 2009.
15. Prysiazhnyi V., Svoboda T., Dvorak M., Klima M., Aluminum surface treatment by the RF plasma pencil, Surf. Coat. Technol., 206 (19-20), 4140-4145, 2012.
16. Prysiazhnyi V., Zaporojchenko V., Kersten H., Cernak M., Influence of humidity on atmospheric pressure air plasma treatment of aluminium surfaces, Appl. Surf. Sci., 258 (14), 5467-5471, 2012.
17. Williams D.F., Kellar E.J.C., Jesson D.A., Watts J.F., Surface analysis of 316 stainless steel treated with cold atmospheric plasma, Appl. Surf. Sci., 403, 240-247, 2017.
18. Latifi A., Imani M., Khorasani M.T., Joupari M.D., Plasma surface oxidation of 316L stainless steel for improving adhesion strength of silicone rubber coating to metal substrate, Appl. Surf. Sci., 320, 471-481, 2014.
19. Kim M.C., Song D.K., Shin H.S., Baeg S.H., Kim G.S., Boo J.H., Han J.G., Yang S.H., Surface modification for hydrophilic property of stainless steel treated by atmospheric-pressure plasma jet, Surf. Coat. Technol., 171 (1), 312-316, 2003.
20. Preedy E.C., Brousseau E., Evans S.L., Perni S., Prokopovich P., Adhesive forces and surface properties of cold gas plasma treated UHMWPE, Colloids Surf., A, 460, 83-89, 2014.
21. Lin J.W., Chang H.C., Surface modification of SUS304 stainless steel by atmospheric pressure Ar/N2/O2 plasma, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B, 269 (15), 1801-1808, 2011.
22. Mui T.S.M., Silva L.L.G., Prysiazhnyi V., Kostov K.G., Surface modification of aluminium alloys by atmospheric pressure plasma treatments for enhancement of their adhesion properties, Surf. Coat. Technol., 312, 32-36, 2017.
23. Acero M.A.C., Lopez L.C., Effect of plasma treatment in Aluminum and composites bonding joints: Shear load tests results, Procedia Manuf., 13, 183-189, 2017.
24. Maroofi A., Safa N.N., Ghomi H., Atmospheric air plasma jet for improvement of paint adhesion to aluminium surface in industrial applications, Int. J. Adhes. Adhes., 98 (9-10), 102554, 2020.
25. Ku J.H., Jung I.H., Rhee K.Y., Park S.J., Atmospheric pressure plasma treatment of polypropylene to improve the bonding strength of polypropylene/aluminum composites, Composites, Part B, 45 (1), 1282-1287, 2013.
26. Brzhozovskii B., Brovkova M., Gots I., Zinina H., Martynov V., Study of the low-temperature plasma treatment effect on the structure, physical and chemical surface characteristics of 40X13 steel, Heliyon, 5 (9), e02388, 2019.
27. Rodriguez-Villanueva C., Encinas N., Abenojar J., Martinez M.A., Assessment of atmospheric plasma treatment cleaning effect on steel surfaces, Surf. Coat. Technol., 236, 450-456, 2013.
28. Luna P., Marino A., Lizarazo-Marriaga J., Beltran O., Dry etching plasma applied to fique fibers: influence on their mechanical properties and surface appearance, Procedia Eng., 200, 141-147, 2017.
29. Kurtuldu F., Altuncu E., Surface Wettability Properties of 304 Stainless Steel Treated by Atmospheric-Pressure Plasma System, 4th International Symposium on Innovative Technologies in Engineering and Science, Antalya-Türkiye, 1350-1358, 3-5 Kasım, 2016.
30. Seyrek Y., Soğuk plazma tekniklerinin lifli kompozit performansına etkilerinin araştırılması, Master Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 2016.
31. Esen S.G., Otomobil tampon boya hatlarında plazma yüzey aktivasyonu ile yüzey enerjisinin kontrolü ve uygulanabilirliğinin araştırılması, Master Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 2016.
32. Mandolfino C., Lertora E., Gambaro C., Effect of cold plasma treatment on surface roughness and bonding strength of polymeric substrates, Key Eng. Mater., 611-612, 1484-1493, 2014.
33. Mandolfino C., Lertora E., Genna S., Leone C., Gambaro C., Effect of laser and plasma surface cleaning on mechanical properties of adhesive bonded joints, Procedia CIRP, 33, 458-463, 2015.
34. Moroni F., Musiari F., Sciancalepore C., Messori M., Influence of atmospheric pressure plasma process parameters on the mechanical behavior of thermoplastic joints, Int. J. Adhes. Adhes., 102, 102650, 2020.
35. Lee C.J., Lee S.K., Ko D.C., Kim D.J., Kim B.M., Evaluation of surface and bonding properties of cold rolled steel sheet pretreated by

Ar/O2 atmospheric pressure plasma at room temperature, J. Mater. Process. Technol., 209 (10), 4769-4775, 2009.
36. Saleema N., Gallant D., Atmospheric pressure plasma oxidation of AA6061-T6 aluminum alloy surface for strong and durable adhesive bonding applications, Appl. Surf. Sci., 282, 98-104, 2013.
37. Aydın S., Investigation of the effects of nanoparticles on metal adhesives, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 36 (3), 1289-1302, 2021.
38. Bakkal M., Osmanoğlu H., Bodur M.S., Effect of surface treatments on the interfacial strength for metal/composite hybrid joints, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 37 (2), 1033-1046, 2022.
39. Relyon Plasma. Piezobrush PZ2. http://www.relyon-plasma.com/relyon-plasma-produkte/piezobrush-pz2/?lang=en. Erişim tarihi Kasım 7, 2021.
40. Aydar A.Y., Rodriguez-Martinez V., Farkas B.E., Determination and modeling of contact angle of canola oil and olive oil on a PTFE surface at elevated temperatures using air or steam as surrounding media, LWT Food Sci. Technol., 65 (5), 304-310, 2016.
41. Adamson A.W., The Physical Chemistry of Surfaces, 5th Edition, Wiley Interscience, New York, A.B.D., 1990.
42. Mirsasaani S.S., Manjili H.M., Baheiraei N., Dental Nanocomposites, Advances in Diverse Industrial Applications of Nanocomposites, Boreddy Reddy, Chapter 19, 2011.
43. Bostik. Marocol 18576. http://www.bostik.com/uk/en/catalog/product/construction/emea/uk/product-marocol-18576/. Erişim tarihi Kasım 7, 2021.
44. Erdesi. Erde G-Force. http://erdesi.com.tr/wp-content/uploads/2017/11/erde-g-force-TDS.pdf. Erişim tarihi Kasım 7, 2021.