ÇİNKO FOSFAT BANYOLARINDA KAPLANMIŞ METAL YÜZEYLERİNİN PERFORMANSLARININ TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU VE X-IŞINI KIRINIM YÖNTEMİ İLE ANALİZİ

Zeynep İLHAN

T.C.
BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METAL YÜZEYLERDE AKTİVASYON VE ÇİNKO FOSFAT BANYOLARININ KAPLAMA PERFORMANSLARININ TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU VE X-IŞINI KIRINIM YÖNTEMİ İLE YÜZEY ANALİZİ

Zeynep İLHAN
0000-0003-3046-1783

Prof. Dr. Belgin İZGİ
(Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI

BURSA – 2025
Her Hakkı Saklıdır

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ÇİNKO FOSFAT BANYOLARINDA KAPLANMIŞ METAL YÜZEYLERİNİN PERFORMANSLARININ TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU VE X-IŞINI KIRINIM YÖNTEMİ İLE ANALİZİ

Zeynep İLHAN

Bursa Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Belgin İZGİ

Metal yüzeylerin korozyona karşı korunması, endüstride dayanıklılığı artırmak ve maliyetleri düşürmek açısından büyük öneme sahiptir. Korozyon, metal yapıların zamanla bozunmasına neden olan temel bir problemdir ve bu sorunun önlenmesi için çeşitli yüzey işlem yöntemleri geliştirilmiştir. Otomotiv, savunma, havacılık ve beyaz eşya sanayisinde tercih edilen çinko fosfat kaplamalar, metal yüzeyi kimyasal olarak kaplayarak koruyucu bir bariyer oluşturur.

Çinko fosfat kaplamalar, metal yüzey ile fosfat çözeltisi arasındaki reaksiyon sonucu çözünmeyen fosfat bileşiklerinden meydana gelir. Bu kaplamalar, yüzeyi korozyona karşı korurken aynı zamanda boya ve diğer kaplamalar için güçlü bir yapışma yüzeyi sağlar. Ancak kaplamanın verimliliği, aktivasyona bağlıdır. Aktivasyon işlemi, yüzeyde homojen, küçük ve sıkı istiflenmiş kristallerin oluşmasını sağlayarak kaplamanın kalitesini artıran kritik bir prosestir.

Bu çalışmada, çinko fosfat kaplamaların morfolojisi Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile, kristal yapı analizi de X-Işını Kırınımı (XRD) ile gerçekleştirilmiştir.

Deneyde elde edilen sonuçlar, aktivasyonun çinko fosfat kaplama homojenliği ve çinko fosfat kristal boyutu üzerinde önemli bir rol aldığını göstermektedir. Aktivasyon ve çinko fosfat parametrelerinde optimum koşullar sağlandığında, çinko fosfat kaplamaların kristal yapılarının homojen olduğu, küçük ve sıkı istiflendiği tespit edilmiştir.

Bu çalışma, çinko fosfat kaplamaların optimizasyonu konusunda literatüre katkı sağlamayı hedeflemektedir.

Anahtar Kelimeler: Çinko fosfat kaplama, aktivasyon, korozyon direnci, SEM, XRD, yüzey işlemleri
2025, vii + 58 sayfa.

ABSTRACT

MSc Thesis

ANALYSIS OF THE PERFORMANCE OF METAL SURFACES COATED IN ZINC PHOSPHATE BATHS BY SCANNING ELECTRON MICROSCOPE AND X-RAY DIFFRACTION METHOD

Zeynep İLHAN

Bursa Uludağ University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemistry

Supervisor: Prof. Dr. Belgin İZGİ

Protecting metal surfaces against corrosion is of great importance in terms of increasing durability and reducing costs in the industry. Corrosion is a fundamental problem that causes metal structures to deteriorate over time, and various surface treatment methods have been developed to prevent this problem. Zinc phosphate coatings, which are preferred in the automotive, defense, aviation, and white goods industries, chemically coat the metal surface and create a protective barrier.

Zinc phosphate coatings are formed from insoluble phosphate compounds resulting from the reaction between the metal surface and the phosphate solution. These coatings protect the surface against corrosion while also providing a strong bonding surface for paint and other coatings. However, the effectiveness of the coating depends on activation. Activation is a critical process that increases the quality of the coating by ensuring the formation of homogeneous, small and tightly packed crystals on the surface.

In this study, the morphology of zinc phosphate coatings was carried out by scanning electron microscopy (SEM) and crystal structure analysis was carried out by X-Ray Diffraction (XRD).

The results obtained in the experiment show that activation plays an important role on the homogeneity of zinc phosphate coating and zinc phosphate crystal size. When optimum conditions are provided in activation and zinc phosphate parameters, it was determined that the crystal structures of zinc phosphate coatings are homogeneous, small and tightly packed.

This study aims to contribute to the literature on the optimizing zinc phosphate coatings.

Key words: Zinc phosphate coating, activation, corrosion resistance, SEM, XRD, surface
2025, vii + 58 pages.

TEŞEKKÜR

Her zaman yol gösterici olan, lisans hayatımdan yüksek lisans hayatıma kadar bilgi birikimini ve desteklerini esirgemeyen danışman hocam sayın Prof. Dr. Belgin İZGİ'ye teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmamda büyük emekleri olan sayın Doç. Dr. Mürşide ŞAFAK HACIİSMAİLOĞLU ve sayın Bahadır KARADUMAN'a teşekkürlerimi sunarım.

2021' den bu yana, her zaman akademik kariyerim konusunda destekleyen ve yolumu açan Kromasis Kataforez ailesine teşekkür ederim.

Bu zorlu yolda tüm sıkıntılarımı paylaştığım, hep yanımda olan ve desteğini hiçbir zaman eksik etmeyen nişanlım Umutcan AKYOL ve can arkadaşım Sevcan DEMİR'e teşekkür ederim.

Son olarak, tüm hayatım boyunca beni sabırla destekleyen, bu zamana kadar her düştüğümde koşulsuz ayağa kaldıran, hep yanımda olan canım annem Ayşe İLHAN, babam Bilal İLHAN, ağabeyim Sinan İLHAN, canım ablam Selcan İLHAN ve bana büyümenin ne demek olduğunu öğreten canım yeğenim İpek İLHAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Zeynep İLHAN
13/06/2025

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET viii
ABSTRACT ix
TEŞEKKÜR x
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ xii
ŞEKİLLER DİZİNİ xiii
ÇİZELGELER DİZİNİ xiv
1. GİRİŞ…… 1
2. KURAMSAL TEMELLER 2
2.1 Çinko Fosfat Kaplamalar ve Önemi 2
2.1.1 Çinko fosfat kaplamaların kimyası 3
2.1.2 Çinko fosfat kaplamaların oluşum mekanizması 3
2.1.3 Çinko fosfat kaplamaların korozyona karşı koruma mekanizması 4
2.1.4 Çinko fosfat kaplamaların endüstride kullanım alanları 4
2.2 Metal Yüzeylerde Aktivasyon 5
2.2.1 Aktivasyonun tanımı ve önemi 5
2.2.2 Aktivasyon yöntemleri 6
2.3 Fosfat Kaplamanın Karakterizasyonu 7
2.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) 7
2.5 X-Işını Kırınımı (XRD) 8
2.5.1 XRD’ nin çinko fosfat kaplamalarda kullanımı 8
2.3 Literatür Araştırması 8
3. MATERYAL ve YÖNTEM 9
3.1 Materyal. 9
3.1.2 Kullanılan analitik cihazlar 9
3.1.2 pH metre 10
3.1.3 Kalınlık Ölçer 10
3.2 Yöntem…… 11
4. BULGULAR ve TARTIŞMA 14
4.1 Bulgular 14
4.1.2 Ön çalışma olan kalınlık ölçer ile analiz 14
4.1.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile ikinci aşamada kaplanan plakaların analizi…… 16
4.1.3 X-Işını kırınımı (XRD) ile analiz 25
5. TARTIŞMA VE SONUÇ 32
KAYNAKLAR 35
EKLER 37

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	**Açıklama**
mm	Milimetre
μm	Mikrometre
s	Saniye
θ	Teta

Kısaltmalar	**Açıklama**
EDS	Enerji Dispersif X-Işını Spektroskopisi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TÜİK	Türkiye İstatistik Kurumu
XRD	X-Işını Kırınımı

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1.	Fosfat Kaplama Süreci…….	5
Şekil 2.2.	Aktivasyonsuz Yüzey……..	5
Şekil 2.3.	Aktivasyonlu Yüzey…….	6
Şekil 3.1.	Çalışmada kullanılan A. Taramalı Elektron Mikroskobu, B. X-Işını Kırınım Cihazı ……	10
Şekil 3.2.	Aktivasyon pH Değerleri.....	13
Şekil 4.1.	Ön çalışma Örnek 1 Kaplama Kalınlığı Sonucu…….....	14
Şekil 4.2.	Ön çalışma Örnek 2 Kaplama Kalınlığı Sonucu…….....	14
Şekil 4.3.	Ön çalışma Örnek 3 Kaplama Kalınlığı Sonucu…….....	15
Şekil 4.4.	Örnek 1 SEM Analiz Görüntüsü……..	16
Şekil 4.5.	Örnek 2 SEM Analiz Görüntüsü……..	17
Şekil 4.6.	Örnek 3 SEM Analiz Görüntüsü……..	18
Şekil 4.7.	Örnek 4 SEM Analiz Görüntüsü……..	19
Şekil 4.8.	Örnek 5 SEM Analiz Görüntüsü……..	20
Şekil 4.9.	Örnek 6 SEM Analiz Görüntüsü……..	21
Şekil 4.10.	Örnek 7 SEM Analiz Görüntüsü……..	22
Şekil 4.11.	Örnek 8 SEM Analiz Görüntüsü……..	23
Şekil 4.12.	Örnek 9 SEM Analiz Görüntüsü……..	24
Şekil 4.13.	Örnek 1 XRD Analiz Grafiği……...	25
Şekil 4.14.	Örnek 2 XRD Analiz Grafiği……...	26
Şekil 4.15.	Örnek 3 XRD Analiz Grafiği……...	26
Şekil 4.16.	Örnek 4 XRD Analiz Grafiği……...	27
Şekil 4.17.	Örnek 5 XRD Analiz Grafiği……...	27
Şekil 4.18.	Örnek 6 XRD Analiz Grafiği……...	28
Şekil 4.19.	Örnek 7 XRD Analiz Grafiği……...	28
Şekil 4.20.	Örnek 8 XRD Analiz Grafiği……...	29
Şekil 4.21.	Örnek 9 XRD Analiz Grafiği……...	29
Şekil 4.22.	Kaplamasız Numune XRD Grafiği……..	30
Şekil 4.23.	Çinko fosfat kaplamalı ve çinko fosfat kaplamasız plakaların XRD sonuçları…….	30

ÇİZELGELER DİZİNİ

			Sayfa
Çizelge	3.1.	Aktivasyon ve çinko fosfat banyo kurulum kimyasalları…….	11
Çizelge	3.2.	Ön çalışma için aktivasyon ve çinko fosfat banyo parametreleri…….	11
Çizelge	3.3.	Çinko fosfat kaplama deneysel banyo parametreleri…….....	12
Çizelge	4.1.	Ön çalışma çinko fosfat kaplama kalınlıkları……	15
Çizelge	4.2.	Çinko fosfat kaplama örneklerinin SEM görüntülerinde ortalama kristal boyutları…….	25

1. GİRİŞ

Otomotiv sektörü, küresel bazda önde gelen sektörlerden biridir. 2023 yılında Türkiye'de bir milyondan fazla araç üretilmiş olup, Türk otomotiv sanayi araştırma ve geliştirmeye ayrılan yatırımlar açısından ülkenin önde gelen sektörüdür (TÜİK, 2024).

Günümüzde başta otomotiv sanayi olmak üzere tüm endüstriyel alanlarda metal kullanımı artmaktadır. Buna bağlı olarak metalin korunması ve kullanım ömrünün arttırılmasına yönelik çalışmalar da önem kazanmaktadır. Metalin kullanım ömrünü azaltan en büyük problem korozyondur.

Korozyon sebep olduğu materyal ve iş gücü kaybına çözüm olarak yüzyıllardır uygulanan yöntemlerin en bilineni metal kaplama işlemidir (Kakani ve Kakani, 2004; Deepak vd., 2019).

Metal yüzeylerin korozyona karşı korunması için çeşitli yüzey kaplama teknikleri kullanılmaktadır. Bu teknikler arasında çinko fosfat kaplama da yer almaktadır. Özellikle otomotiv, beyaz eşya ve savunma sanayisinde tercih edilmektedir. Çinko fosfat kaplamalar, yüzeyde homojen bir tabaka oluşturarak metalin korozyon direncini artırır ve boya tutunmasını iyileştirir. Kaplama kalitesi kaplama süresi, sıcaklık, yüzey aktivasyonu gibi birçok parametreye bağlıdır.

Çinko fosfat kaplamaların korozyon direncine karşı etkili olduğuna yönelik birçok çalışma gösterilmiştir (Smith ve Johnson, 2020).

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve X-ışını kırınımı (XRD) gibi analiz yöntemleri, kaplama morfolojisini ve kristal yapısını incelemek için yaygın kullanılan yöntemlerdir (Doe vd., 2018).

2. KURAMSAL TEMELLER

Bu bölümde çinko fosfat kaplamaların kimyası, uygulama yöntemleri, kaplama öncesi yüzey aktivasyonu, kaplama parametrelerinin etkileri ve analiz teknikleri detaylı olarak ele alınacaktır. Ayrıca, literatürde yapılan çalışmaların değerlendirilmesiyle mevcut çalışmanın katkısı ortaya konacaktır.

2.1 Çinko Fosfat Kaplamalar ve Önemi

Metal kaplama uygulamalarında fiziksel, mekanik ve kimyasal yöntemler kullanılabilir. Endüstriyel anlamda en çok kullanılan kaplama çeşitleri galvaniz kaplama (Ageeva vd., 2020), çinko kaplama (Polyakov vd., 2020), krom kaplama (Podgornik vd., 2018; Öz vd., 2019), fosfat kaplama (Kollias vd., 2019), kalay kaplama (Cao vd., 2020) veya alüminyum (Guo vd., 2020) kaplamadır. Son yıllarda korozyon dayanımı için çinko lamelli kaplamalar da kullanılmaya başlanmıştır (Vu, 2012; Nardeli vd., 2020).

Metalik kaplama, daldırma metodu ve sprey (püskürtme) metodu yöntemleri ile gerçekleştirilmektedir (Anonim, 2017).

Daldırma Metodu: En eski kaplama uygulamalarından biridir. Kaplama materyali olarak erime sıcaklığı düşük metaller kullanılır. Metal parçalar askılara asılır ve bu askılar uygun sepetlere asılır. Daha sonra bu sepetler vinçler yardımı ile kimyasal havuzlara daldırılır. Kimyasal havuzlarda sirkülasyon oldukça önemlidir (Batchelor, A.W., Lam, L.N. ve Chandrasekaran, M. ,2002).

Sprey Yöntemi: Sprey yönteminde de kaplama materyali olarak erime sıcaklığı düşük metaller kullanılır. Kimyasal sarfiyat daldırma metoduna göre çok daha fazladır. Sprey yönteminin daldırma metoduna göre avantajı, geometrik yapısı daldırmaya uygun olmayan, basıncın etkisi ile metal parçalarda hava boşluğu yaratmayan bir yöntemdir (Batchelor, A.W., Lam, L.N. ve Chandrasekaran, M. ,2002).

2.1.1 Çinko fosfat kaplamaların kimyası

Fosfat kaplamanın amacı aşağıdaki gibi sıralanabilir:

1) Fosfat sonrasında uygulanacak olan boya ve organik tabakanın homojen olarak yayılmasını sağlamak için yüzeyi boyaya hazırlamak,
2) Metalin korozyon direncini arttırmak,
3) Alüminyum ve galvaniz gibi yapışma problemi olan yüzeylerde boyanın daha iyi tutunmasını sağlamak,
4) Boyanın darbe direncini ve esnekliğini arttırmak,
5) Suyun metal yüzeyine difüzyonunu engellemek olarak sıralanabilir.

Çinko fosfat kaplamaların temel bileşenleri şunlardır:
Çinko iyonları (Zn^{2+}): Çözeltide bulunur ve kaplamanın ana bileşenidir.
Fosfat iyonları (PO_4^{3-}): Çözeltinin asidik yapısını ve kaplama oluşumunu sağlar.
Hızlandırıcılar (nitrit, klorat, molibdat): Kaplama hızını ve kristal yapısını kontrol eder.
Kimyasal reaksiyon Eşitlik 2.1'de gösterildiği gibi gerçekleşir:

$$3Zn^{2+} + 2PO_4^{3-} + 4H_2O \rightarrow Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O \quad (2.1)$$

Metal yüzeye uygulanan fosfat çözeltisi, metalin bir kısmını çözer ve ardından metal fosfat bileşikleri çökelerek koruyucu bir tabaka oluşturur (Smith ve Johnson, 2020). Bu kaplamalar genellikle $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ formunda bulunur ve çinko iyonları ile fosfat iyonlarının tepkimesi sonucu meydana gelir.

2.1.2 Çinko fosfat kaplamaların oluşum mekanizması

Çinko fosfat kaplamalar üç aşamada oluşur:

1. Metal Yüzeyin Çözünmesi

Kaplama sürecinin başlangıcında metal yüzey asidik fosfat çözeltisiyle etkileşime girerek hafifçe çözünür. Bu aşama metal yüzeyin hazırlanmasını sağlar. Reaksiyon Eşitlik 2.2'de gösterilmiştir:

$$Fe+2H^{+}\rightarrow Fe^{2+}+H_2 \quad (2.2)$$

Burada hidrojen iyonları (H^{+}), metal yüzeyiyle etkileşime girerek metal iyonlarının çözünmesine ve hidrojen gazı açığa çıkmasına neden olur.

2. Fosfat Çekirdeklenmesi ve Kristal Büyümesi

Çözeltide bulunan çinko fosfat iyonları metal yüzeye adsorbe olarak çekirdeklenme başlatır. Çekirdeklenme artıkça çinko fosfat kristalleri büyüyerek kaplamayı oluşturur (Rashidi ve Zakeri, 2019). Bu süreçte, kaplamanın morfolojisini ve kalitesini etkileyen en önemli faktörler sıcaklık, pH ve çözeltinin bileşimidir. Daha düşük pH seviyeleri, çekirdeklenmeyi hızlandırarak daha ince ve yoğun kristallerin oluşumuna neden olurken, daha yüksek pH seviyeleri daha iri kristallerin oluşmasına neden olabilir (Jones ve Brown, 2019).

3. Kaplama Tabakasının Olgunlaşması ve Stabilizasyonu

Kristaller oluştuktan sonra kaplama tabakası olgunlaşır ve yüzeyle daha güçlü bir bağ oluşturur. Kaplama yüzeyinde daha yoğun bir yapı oluşarak metalin hava ve nem ile teması kesilir (Gharbi vd., 2021).

2.1.3 Çinko fosfat kaplamaların korozyona karşı koruma mekanizması

Çinko fosfat kaplamalar, metal yüzeyde koruyucu bir bariyer oluşturarak korozyon sürecini geciktirir. Bu bariyer, hem fiziksel bir engel görevi görür hem de fosfat bileşiklerinin yüzeyde korozyon hücreleri oluşturmasını önler.

Korozyon önleyici etkiler şunlardır:

- Kaplama tabakası, metalin hava ve nem ile doğrudan temasını engeller.
- Fosfat kristalleri, boya tutunmasını artırarak ek koruma sağlar.
- Kimyasal olarak pasif bir yüzey oluşturarak anodizasyon etkisi yaratır (Doe vd., 2018).

2.1.4 Çinko fosfat kaplamaların endüstride kullanım alanları

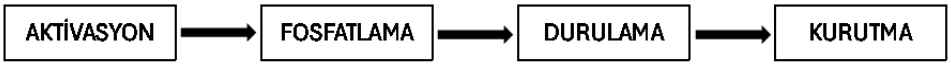
Çinko fosfat kaplamalar geniş bir kullanım alanına sahiptir:

- Otomotiv sanayisi: Araç parçalarının korozyona dayanıklılığını artırmak için.
- Savunma sanayi: Askeri ekipmanların paslanmasını önlemek için.

- Beyaz eşya ve makine endüstrisi: Metal yüzeylerin dayanıklılığını artırmak için.

Bu kaplamalar ayrıca sürtünmeyi azaltma ve yüzey sertliğini artırma gibi avantajlar da sunmaktadır (Kim vd., 2021).

Fosfat kaplama süreci, aktivasyon, fosfatlama, durulama ve kurutma basamaklarını içermektedir.



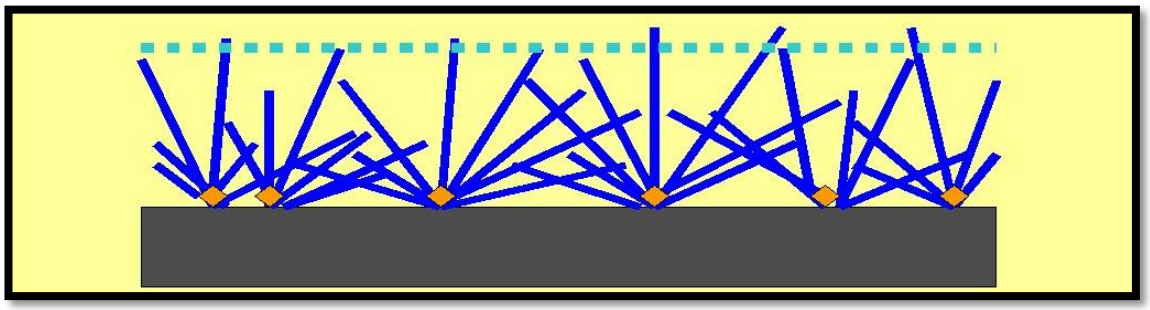
Şekil 2.1. Fosfat Kaplama Süreci

2.2 Metal Yüzeylerde Aktivasyon

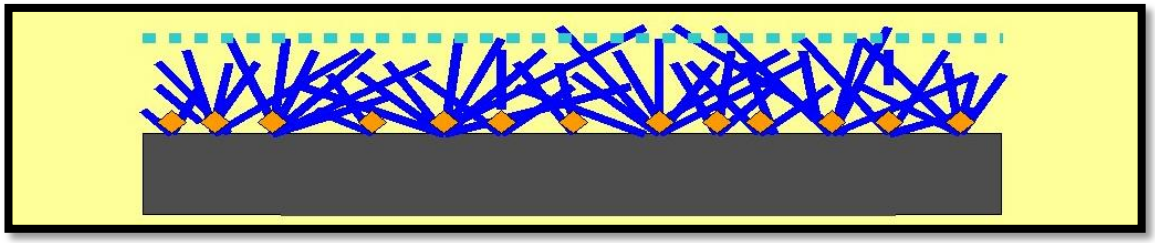
2.2.1 Aktivasyonun tanımı ve önemi

Aktivasyon, çinko fosfat kaplamanın yüzeye homojen ve ince bir tabaka haline tutunmasını sağlamak için yapılan ön işlem sürecidir. Yüzey aktivasyonu, özellikle yüksek kaliteli kaplamalar elde etmek için gereklidir (Lee vd., 2017).

Aktivasyon, birim yüzeyde fosfat kristali sayısını arttırır. Ayrıca fosfat kaplamanın homojen, kristallerin sıkı ve küçük istiflenmesini sağlar. Fosfat kaplama reaksiyonunu hızlandırır. Aktivasyon basamağında durulama kullanılmıyorsa fosfat kristal boyutu büyük olabilir ve bu durum fosfat kaplama kristalleri arasında boşlukların olmasına neden olur. Büyük boşluklar korozyona sebep olacağından, kristal yapının her zaman 10 µm ‘den daha düşük olması tercih edilir (Zimmermann vd., 2003).



Şekil 2.2. Aktivasyonsuz Yüzey



Şekil 2.3. Aktivasyonlu Yüzey

Aktivasyon, çinko fosfatlamadan önce yer almasından dolayı, pH 7 ile 11 aralığında olan titanyum orto fosfatın sulu dispersiyonlarından oluşur. Titanyum fosfat aktivatörleri piyasada toz ve sıvı formda bulunurlar (Kılınç, M. ,2019).

Sulu dispersiyon içerisindeki kolloidler, $Na_4TiO(PO_4)_2 - 7\ H_2O$ kompozisyonuna sahip küresel taneciklerdir. Bu tanecikler, kolloidal dispersiyon uygulaması boyunca metal yüzey üzerine fiziksel olarak tutunur. Aktivasyon işlemi yapılmış malzeme çinko fosfat banyosuna daldırıldığında, titanyum fosfat yüzeyi üzerindeki sodyum iyonları ile fosfat çözeltisinde yer alan çinko iyonları arasında bir iyon değişimi gerçekleşir. İyon değiştiren parçacıklar çinko fosfat kristalleri için kristalleşme ajanı görevi görür. Fosfat kaplamanın kristal oluşma hızı aktivasyonla belirgin miktarda artmaktadır (Kılınç, M. ,2019).

2.2.2 Aktivasyon yöntemleri

Farklı aktivasyon yöntemleri metal yüzeye ve kaplama gereksinimlerine göre seçilir:

- Kolloidal Titanyum Dioksit Aktivasyonu: Yüzeyde küçük kristal çekirdeklerinin oluşmasını teşvik eder.
- Asidik Aktivasyon: Oksit tabakasını çözer ve yüzeyin daha reaktif hale gelmesini sağlar.
- Alkali Aktivasyon: Yüzey pürüzlülüğünü artırarak fosfat kaplamanın tutunmasını kolaylaştırır (Zhou vd., 2019).

Ti-tabanlı kolloidal aktivasyon için oluşan reaksiyon Eşitlik 2.3'te verilmiştir:

$$Ti(SO_4)_2 + H_2O \rightarrow TiO_2 + H_2SO_4 \quad (2.3)$$

2.3 Fosfat Kaplamanın Karakterizasyonu

Fosfat kaplamanın gelişimi alt kristal yüzeyinin oluşumu ile başlar. Fosfat kristalleri bu alt kristal yüzeyi üzerinde hızla oluşur. Gelişmekte olan kristallerin sayısı zamanla sabitlenir. Kristal yapısı ve boyutu, yüzey ön işlem, sıcaklık ve banyo kompozisyonu gibi birçok faktöre bağlı olarak değişmektedir.

Çinko fosfat kaplamaların analizi için çeşitli yöntemler kullanılır:

- Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM): Yüzey morfolojisini inceler.
- X-Işını Kırınımı (XRD): Kristal yapıyı belirler.
- Enerji Dispersif X-Işını Spektroskopisi (EDS): Kaplamanın elementel bileşimini analiz eder.

Bu analiz yöntemleri, kaplamanın sürecinin optimizasyonu açısından büyük önem taşımaktadır (Anderson vd., 2016).

2.4 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), bir numunenin yüzey morfolojisini yüksek çözünürlükte görüntülemek için kullanılan bir tekniktir. SEM, numune üzerine odaklanan yüksek enerjili bir elektron demeti aracılığıyla çalışır. Bu demet, yüzeydeki atomlarla etkileşime girerek sekonder elektronlar, geri saçılan elektronlar ve karakteristik X-ışınları üretir. Bu sinyaller, yüzey topografyasını ve bileşimini ortaya koymak için analiz edilir (Goldstein vd.,2018).

SEM ’in avantajları:

- Yüksek büyütme oranları (10x-500.000x)
- Mikron altı çözünürlük
- 3 boyutlu yüzey morfolojisi
- Enerji dağılımlı X-Işını spektroskopisi (EDS) ile elementel analiz yapabilmesi

2.5 X-Işını Kırınımı (XRD)

X-Işını Kırınımı (XRD), kristal yapıların belirlenmesinde kullanılan bir yöntemdir. XRD, bir malzemeye X-ışını göndererek, kristal düzlemlerinden kırılan ışınların oluşturduğu difraksiyon desenini analiz eder. Bu sayede malzemenin:

- Faz yapısı,
- Kristal boyutu,
- Kristal sistemleri,
- Lattice parametreleri gibi bilgiler elde edilir (Cullity ve Stock, 2001).

2.5.1 XRD' nin çinko fosfat kaplamalarda kullanımı

Kaplamada oluşan $Zn_3(PO_4)_2.4H_2O$, $Zn_2Fe(PO_4)_2.4H_2O$ gibi fosfat fazları kolaylıkla tanımlanabilir. Ayrıca ısıl işlem veya aktivasyon gibi değişkenlerin bu fazlar üzerindeki etkisi de incelenebilir (Rashidi ve Zakeri, 2019).

2.3 Literatür Araştırması

Son yıllarda yapılan araştırmalarda çinko fosfat kaplamaların farklı koşullar altında davranışı incelenmiştir. Örneğin Gusmano ve arkadaşları (2015), SEM ve XRD analizleri ile farklı pH seviyelerinin çinko fosfat kaplamaların morfolojisi üzerindeki etkisini değerlendirmiştir. Çalışmalar pH'nin 3,0 – 4,5 arasında tutulmasının kaplama kalitesini artırdığını göstermektedir.

Başka bir çalışmada Shibli ve Manu (2018), farklı aktivasyon yöntemlerinin kaplama homojenliği üzerindeki etkisini incelemiş ve titan bazlı aktivasyonun en iyi sonucu verdiğini belirlemiştir. Ayrıca, son yıllarda nano katkı maddelerinin çinko fosfat kaplamaların korozyon direncini artırmada kullanıldığı görülmektedir (Naranayan, 2019).

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Bu çalışmada ilk olarak bir ön çalışma gerçekleştirilmiştir. İlk olarak ön çalışma için 3 adet endüstriyel metal 0,8 mm'lik metal plakalar temin edilmiştir. Plakalara tel ile tutturulabilmesi için delikler açılmıştır ve numuneler hazır hale getirilmiştir. Ardından aktivasyon süresi ve pH'si sabit tutulup, çinko fosfat kaplama süresi değiştirilerek kaplama gerçekleştirilmiştir ve kalınlık ölçümü yapılmıştır.

İkinci aşama olarak çinko fosfat kaplama yapılacak olan 1 adet 0,8 mm'lik plaka ticari olarak alınmıştır. SEM cihazına uygun şekilde boyutları ayarlanarak 9 küçük parçaya kesilmiştir. Tüm plakalara tel bağlanacak şekilde delikler açılmıştır ve kullanacağımız numuneler hazır hale getirilmiştir. Hazır hale getirilen metal plakalar, farklı parametrelerde çinko fosfat kaplamaya tabii tutulmuştur. Kaplanan plakalar SEM ve XRD cihazları kullanılarak analiz edilmiştir.

SEM örnekleri 9 adet olup hepsi çinko fosfat kaplamalıdır. XRD ile çinko fosfat kaplamalı 9 adet plaka ile kaplamasız 1 adet plaka kıyaslanmıştır.

3.1 Materyal

3.1.2 Kullanılan analitik cihazlar

Yüzey morfolojisi analizi için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ZEISS marka yüksek vakum altında çalışan EVO 40 model cihaz kullanılmıştır. Kristal yapısı analizi için ise X-Işını Kırınım Cihazı (XRD) Bruker marka D8 Discover modeli kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Çalışmada kullanılan A. Taramalı Elektron Mikroskobu, B. X-Işını Kırınım Cihazı

3.1.2 pH metre

Aktivasyon pH parametrelerini optimize etmek adına Mettler Toledo marka F2 model pH metre kullanılmıştır.

3.1.3 Kalınlık Ölçer

Çinko fosfat kaplama kalınlık ölçümü için Elcometer marka 415 model kalınlık ölçer kullanılmıştır.

3.2 Yöntem

Aktivasyon ve çinko fosfat kaplamada hali hazırda otomotiv endüstrisine çalışan 40 tonluk banyolarda gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 3.1. Aktivasyon ve çinko fosfat banyo kurulum kimyasalları

	KURULUM KİMYASALLARI
AKTİVASYON	GARDOLENE V 6559 GARDOBOND ADD.H 7555
ÇİNKO FOSFAT	GARDOBOND R 24 TA GARDOBOND ADD.H 7141 GARDOBOND ADD.H 7001 GARDOBOND ADD.H 7256

İlk aşamada gerçekleştirilen ön çalışma için çinko fosfat kaplama parametreleri aşağıda Çizelge 3.2'de verilmiştir:

Çizelge 3.2. Ön çalışma için aktivasyon ve çinko fosfat banyo parametreleri

	AKTİVASYON SÜRESİ (s)	**AKTİVASYON pH'si**	**ÇİNKO FOSFAT KAPLAMA SÜRESİ (s)**
ÖN ÇALIŞMA ÖRNEK 1	60	9,5	180
ÖN ÇALIŞMA ÖRNEK 2	60	9,5	300
ÖN ÇALIŞMA ÖRNEK 3	60	9,5	420

İkinci aşama için, banyolardan alınan kimyasal numuneler, deneysel olarak belirlenen parametrelere uygun olacak şekilde kimyasal ilaveleri ile hazır hale getirilmiştir. 1 adet plaka kaplamasız olarak XRD analizi için hazırlanmıştır.

Çizelge 3.3. Çinko fosfat kaplama deneysel banyo parametreleri

	AKTİVASYON SÜRESİ (s)	**AKTİVASYON pH'si**	**ÇİNKO FOSFAT KAPLAMA SÜRESİ (s)**
ÖRNEK 1	60	7	300
ÖRNEK 2	60	9,5	300
ÖRNEK 3	60	10	300
ÖRNEK 4	25	9,5	300
ÖRNEK 5	40	9,5	300
ÖRNEK 6	60	9,5	300
ÖRNEK 7	60	9,5	60
ÖRNEK 8	60	9,5	180
ÖRNEK 9	60	9,5	300

Aktivasyon banyosu için hazırladığımız kimyasal banyoların pH'leri saf su ve Gardolene V 6559 ile ayarlandı.

Aktivasyon kaplama yöntemi olarak kolloidal titanyum dioksit yöntemi kullanılmıştır.

		
pH 7	pH 9,5	pH 10

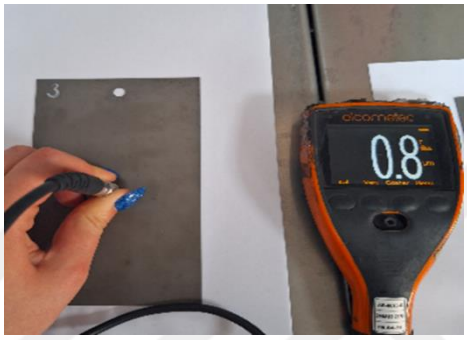
Şekil 3.2. Aktivasyon pH değerleri

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1 Bulgular

4.1.2 Ön çalışma olan kalınlık ölçer ile analiz

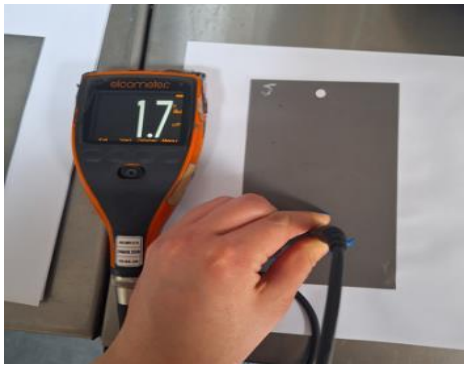
Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 180 s olan Ön çalışma örnek 1 kaplama kalınlığı sonucu Şekil 4.1.'de verilmiştir.



Şekil 4.1. Ön çalışma Örnek 1 Kaplama Kalınlığı Sonucu

Şekil 4.1. incelendiğinde aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 180 s olan örneğin kaplama kalınlığı 0,8 µm tespit edilmiştir.

Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Ön çalışma örnek 2 kaplama kalınlığı sonucu Şekil 4.2.'de verilmiştir.



Şekil 4.2. Ön çalışma Örnek 2 Kaplama Kalınlığı Sonucu

Şekil 4.2. incelendiğinde aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan örneğin kaplama kalınlığı 1,7 µm tespit edilmiştir.

Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Ön çalışma örnek 3 kaplama kalınlığı sonucu Şekil 4.3.'de verilmiştir.



Şekil 4.3. Ön çalışma Örnek 3 Kaplama Kalınlığı Sonucu

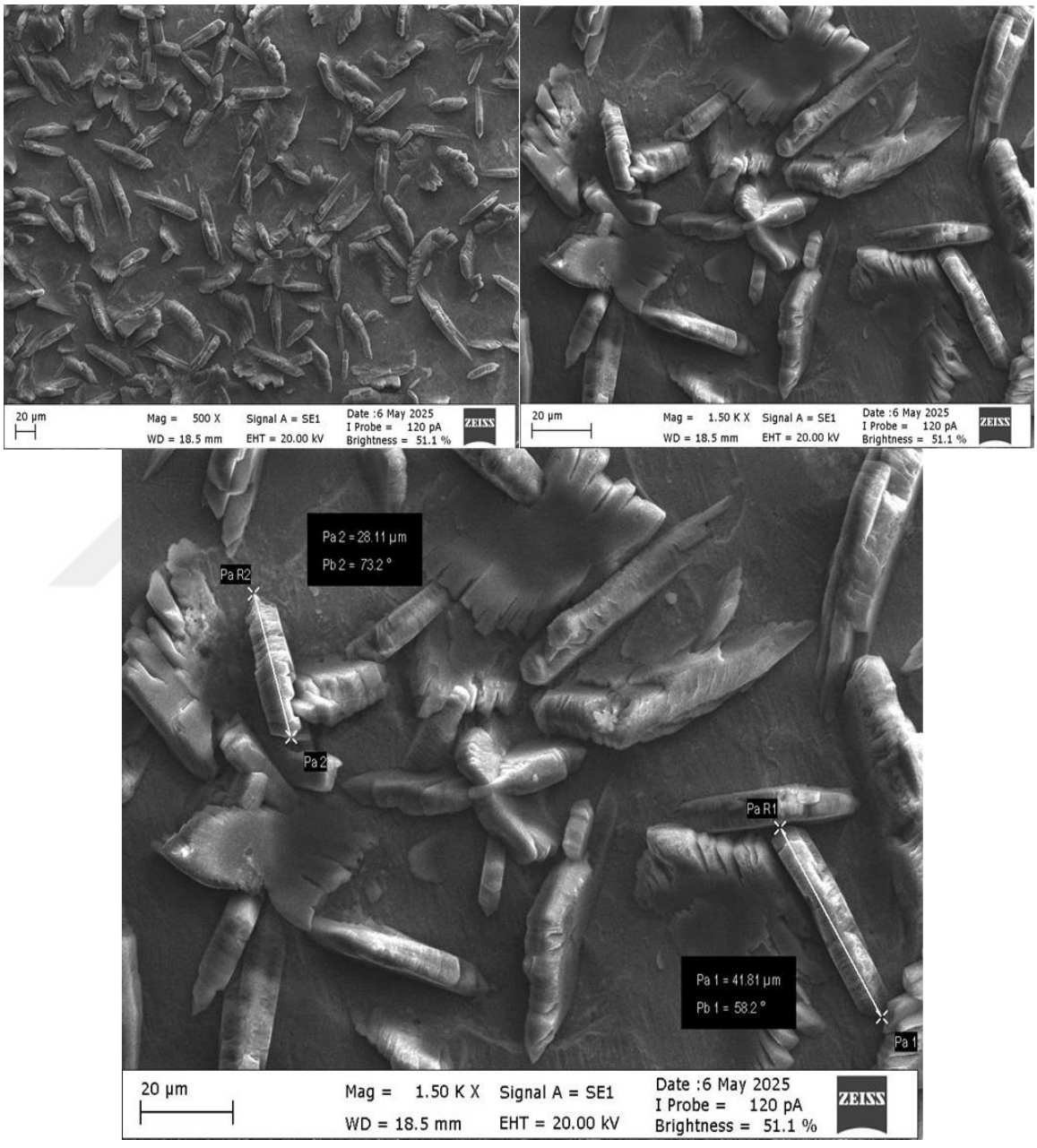
Şekil 4.3. incelendiğinde aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 420 s olan örneğin kaplama kalınlığı 2,6 µm tespit edilmiştir.

Çizelge 4.1. Ön çalışma çinko fosfat kaplama kalınlıkları

	AKTİVASYON SÜRESİ (s)	**AKTİVASYON pH'si**	**ÇİNKO FOSFAT KAPLAMA SÜRESİ (s)**	**ÇİNKO FOSFAT KAPLAMA KALINLIĞI (µm)**
ÖN ÇALIŞMA ÖRNEK 1	60	9,5	180	0,8
ÖN ÇALIŞMA ÖRNEK 2	60	9,5	300	1,7
ÖN ÇALIŞMA ÖRNEK 3	60	9,5	420	2,6

4.1.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile ikinci aşamada kaplanan plakaların analizi

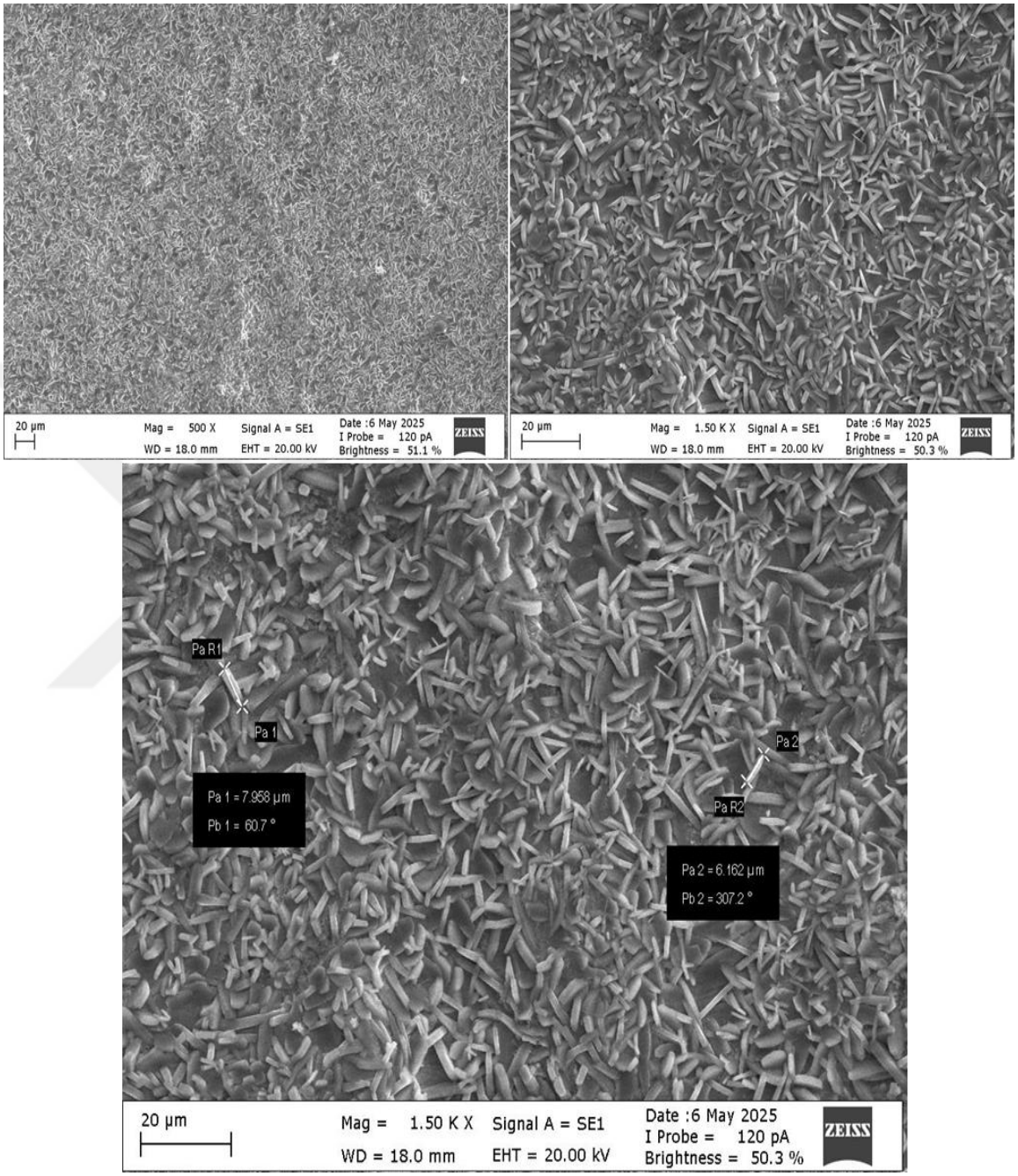
Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 7 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 1'e ait sonucu Şekil 4.4.'de verilmiştir.



Şekil 4.4. Örnek 1 SEM Analiz Görüntüsü

Şekil 4.4. incelendiğinde, kristaller arası boşluğun çok fazla olduğu ve kristal boyutlarının çok büyük olduğu görülmektedir.

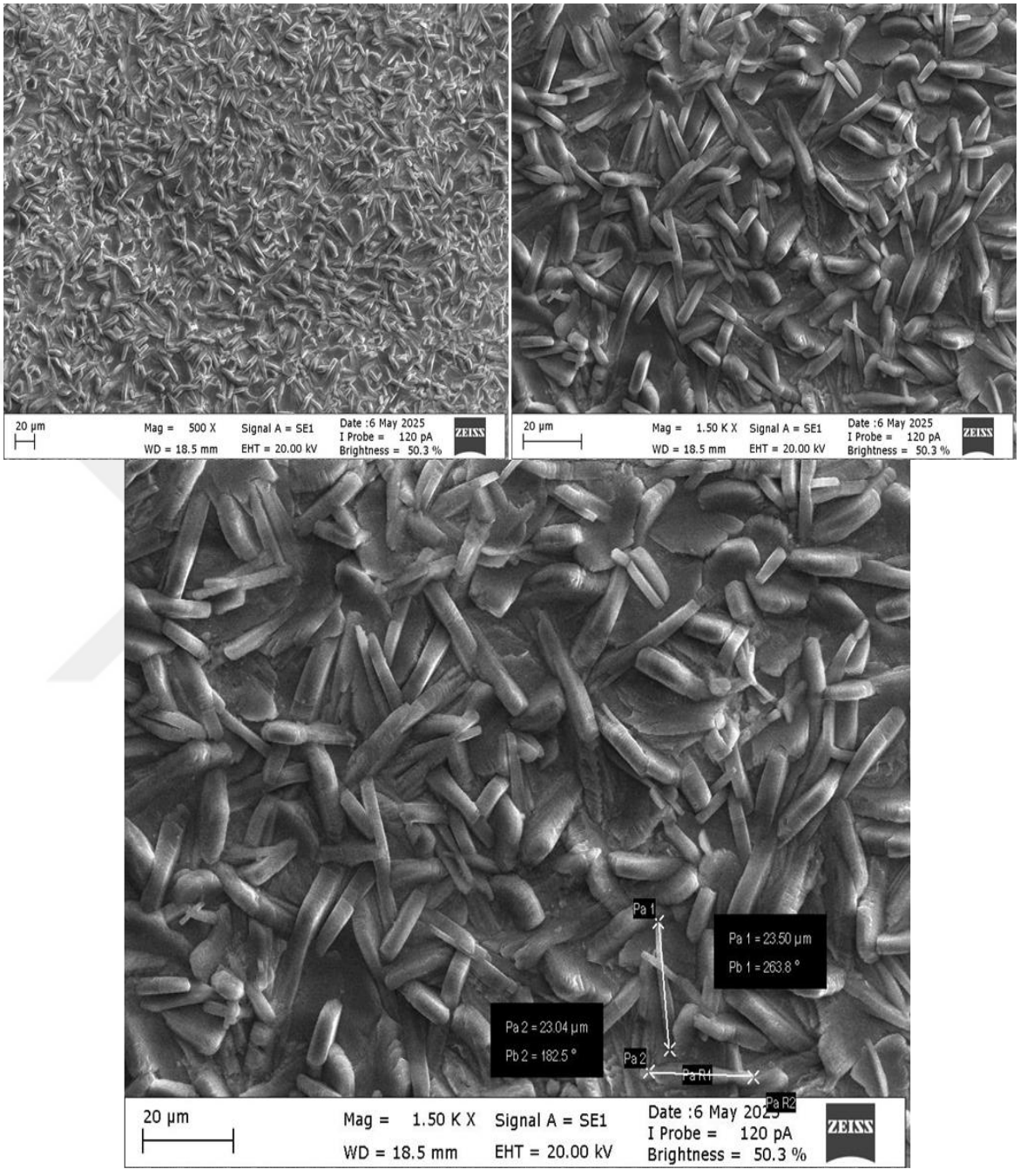
Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 2'ye ait sonucu Şekil 4.5.'de verilmiştir.



Şekil 4.5. Örnek 2 SEM Analiz Görüntüsü

Şekil 4.5. incelendiğinde, kristaller arası boşluk neredeyse yoktur. Kristal boyutları aktivasyon pH'si arttığında küçülmüştür.

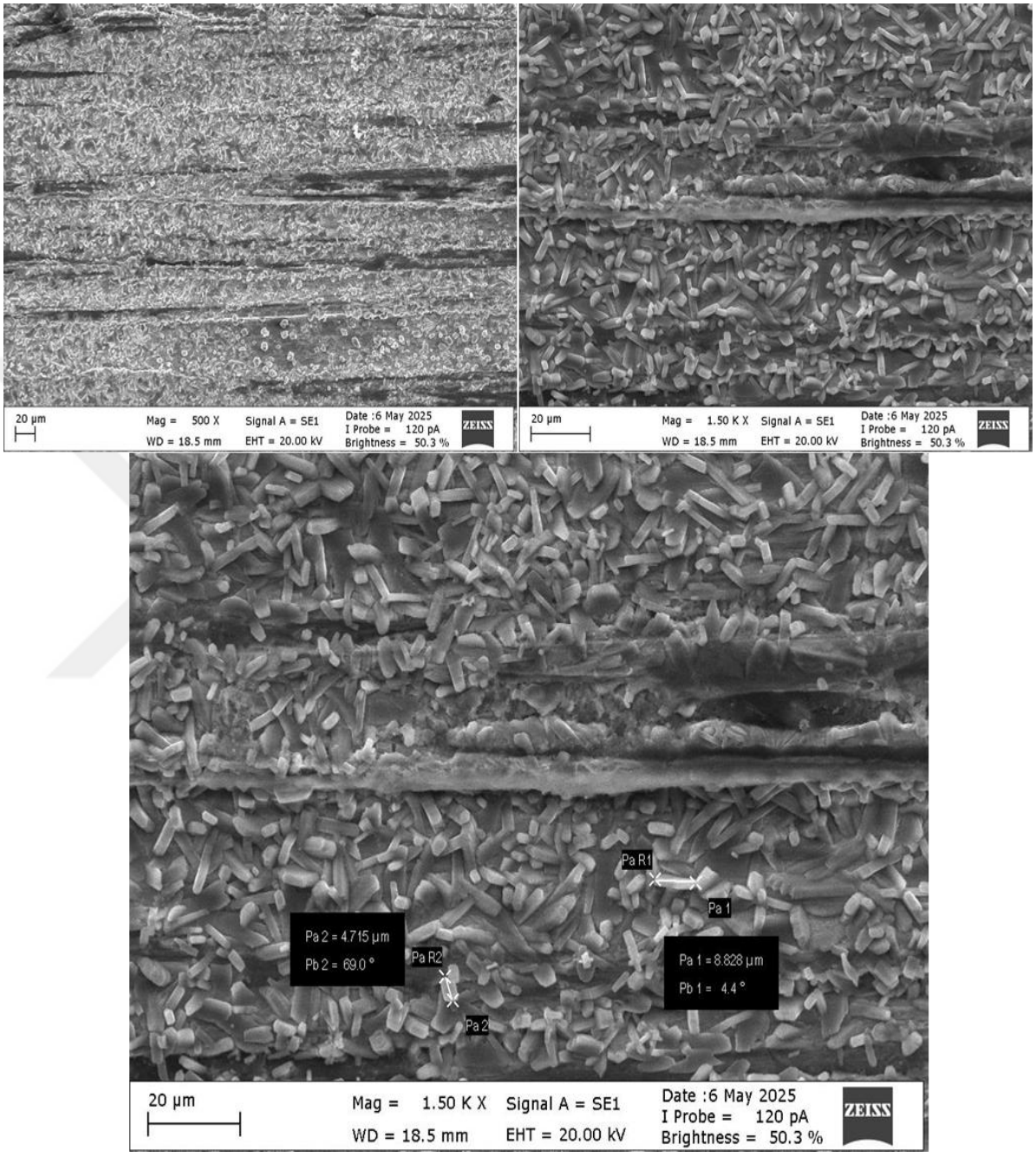
Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 10 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 3'e ait sonucu Şekil 4.6.'da verilmiştir.



Şekil 4.6. Örnek 3 SEM Analiz Görüntüsü

Şekil 4.6. incelendiğinde, aktivasyon pH'si 10 olduğunda kristal boyutları daha da büyüdüğü görülmektedir. Kristaller arası boşluk neredeyse yoktur.

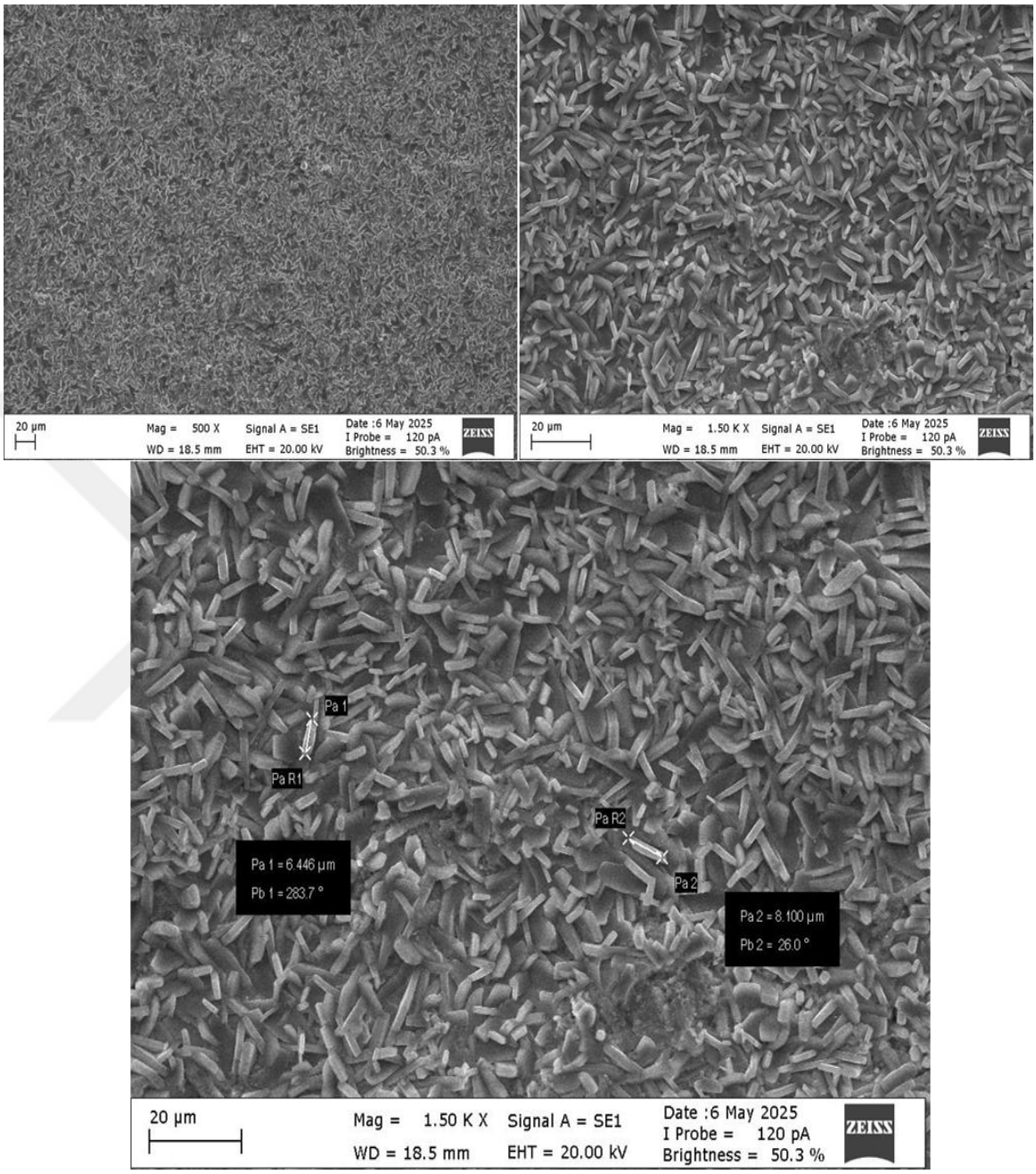
Aktivasyon süresi 25 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 4'e ait sonucu Şekil 4.7.'de verilmiştir.



Şekil 4.7. Örnek 4 SEM Analiz Görüntüsü

Şekil 4.7. incelendiğinde, kristallerin homojen olarak oluşamadığı görülmektedir. Oluşan kristallerin boyutları çok büyük değildir fakat kristaller homojen olarak oluşmadığından kristaller arası boşluklar çok fazladır.

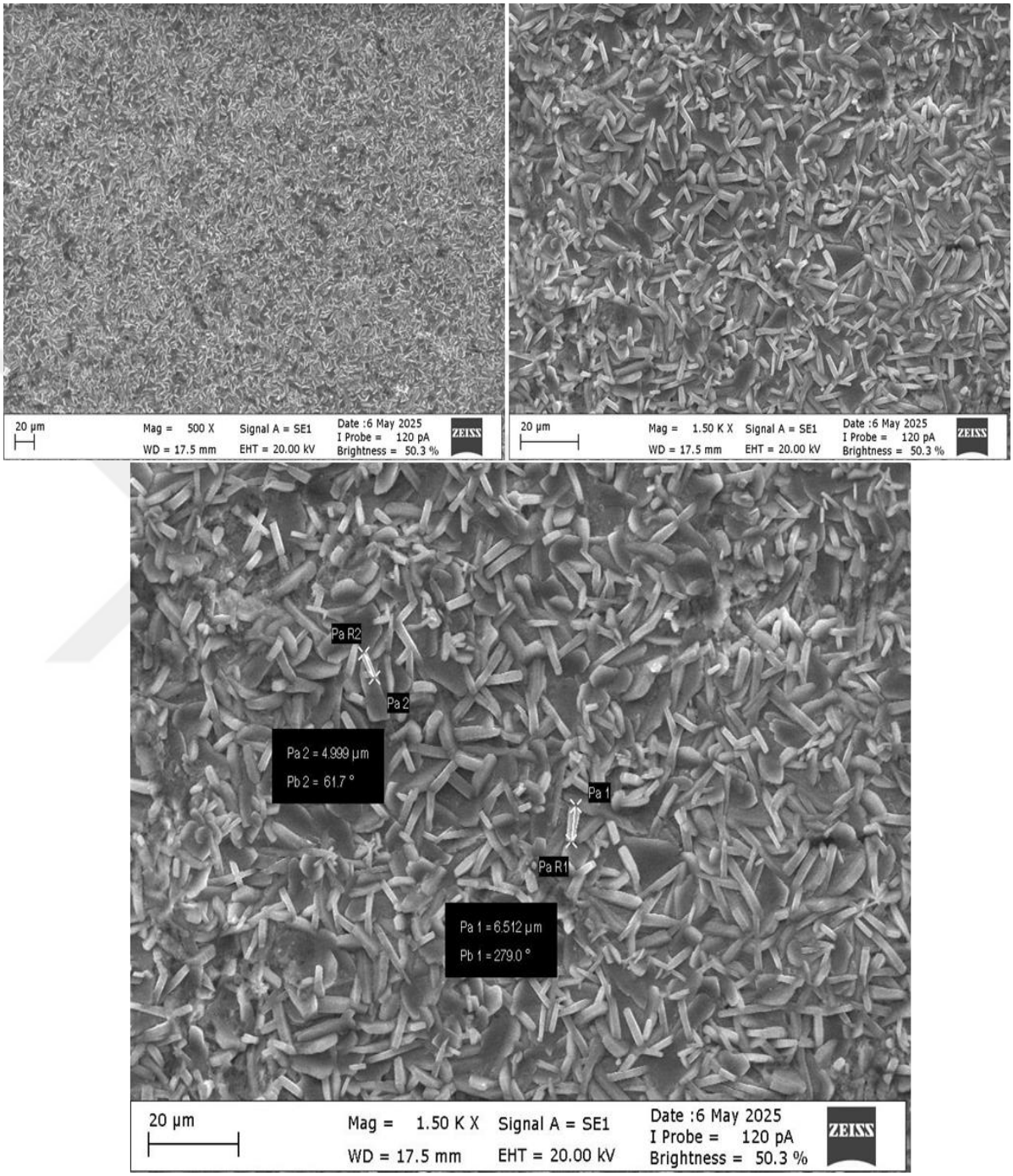
Aktivasyon süresi 40 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 5'e ait sonucu Şekil 4.8'de verilmiştir.



Şekil 4.8. Örnek 5 SEM Analiz Görüntüsü

Şekil 4.8. incelendiğinde, aktivasyon süresi arttığında kristal boyutlarında neredeyse bir değişiklik olmamasına rağmen, daha homojen bir kristal yayılımı mevcuttur. Kristaller arası boşluk az da olsa mevcuttur.

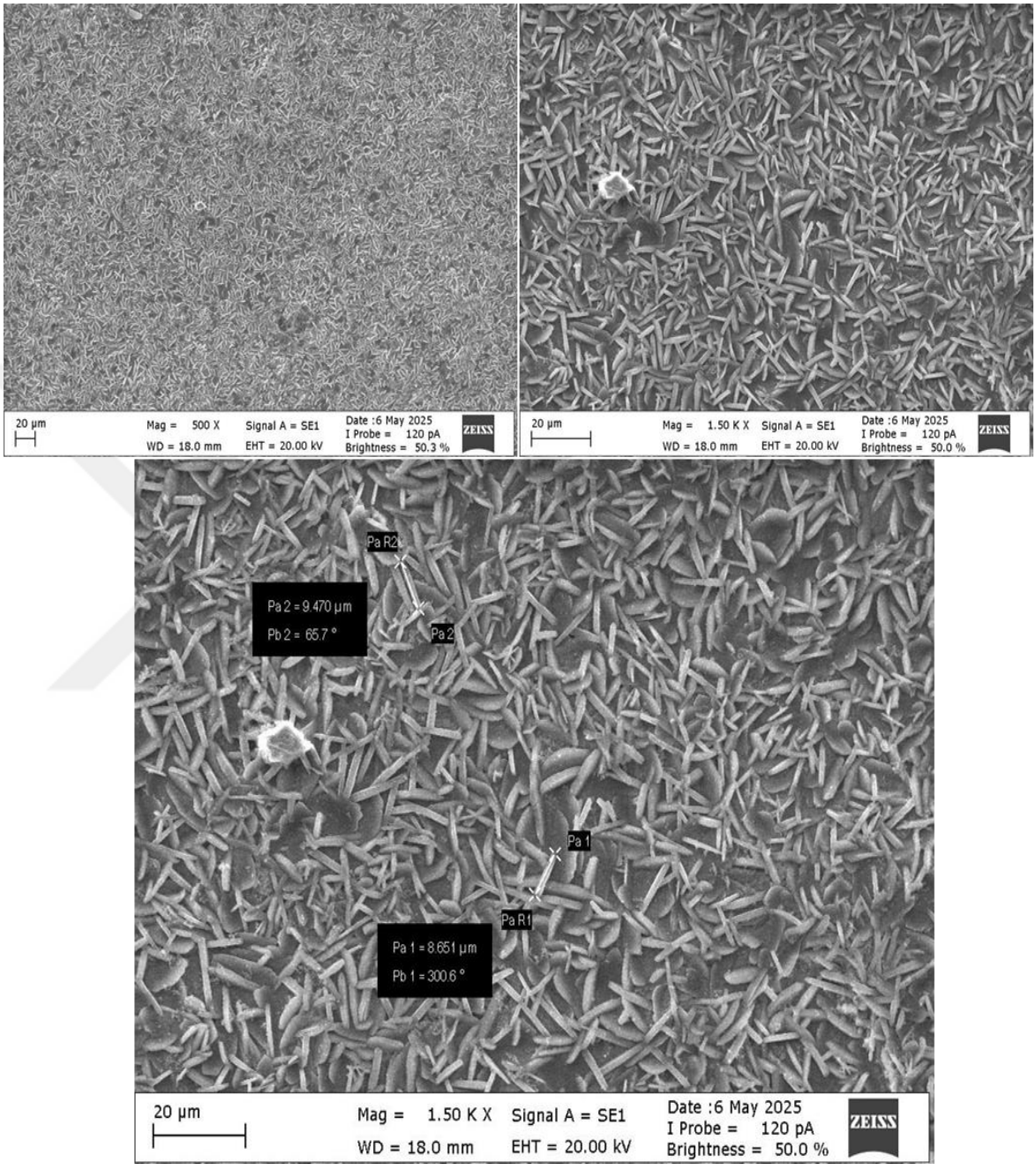
Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 6'ya ait sonucu Şekil 4.9.'da verilmiştir.



Şekil 4.9. Örnek 6 SEM Analiz Görüntüsü

Şekil 4.9. incelendiğinde, kristallerin homojen yayıldığı görülmektedir. Kristaller arası boşlukların çok az, kristal boyutlarının da küçük olduğu tespit edilmiştir.

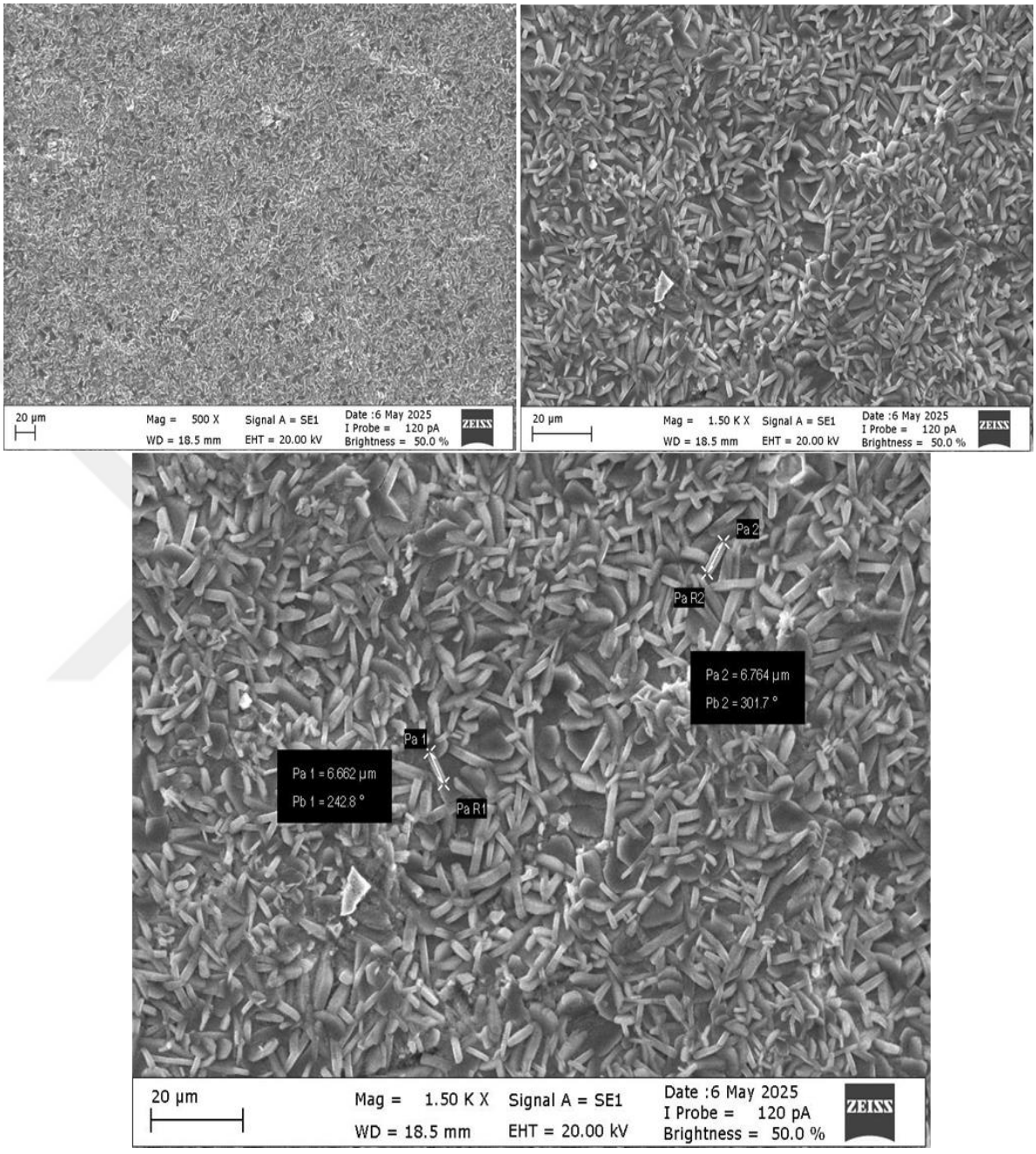
Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 60 s olan Örnek 7'ye ait sonucu Şekil 4.10.'da verilmiştir.



Şekil 4.10. Örnek 7 SEM Analiz Görüntüsü

Şekil 4.10. incelendiğinde, kristallerin homojen olarak oluşmadığı görülmektedir. Kristal boyutu büyük değildir.

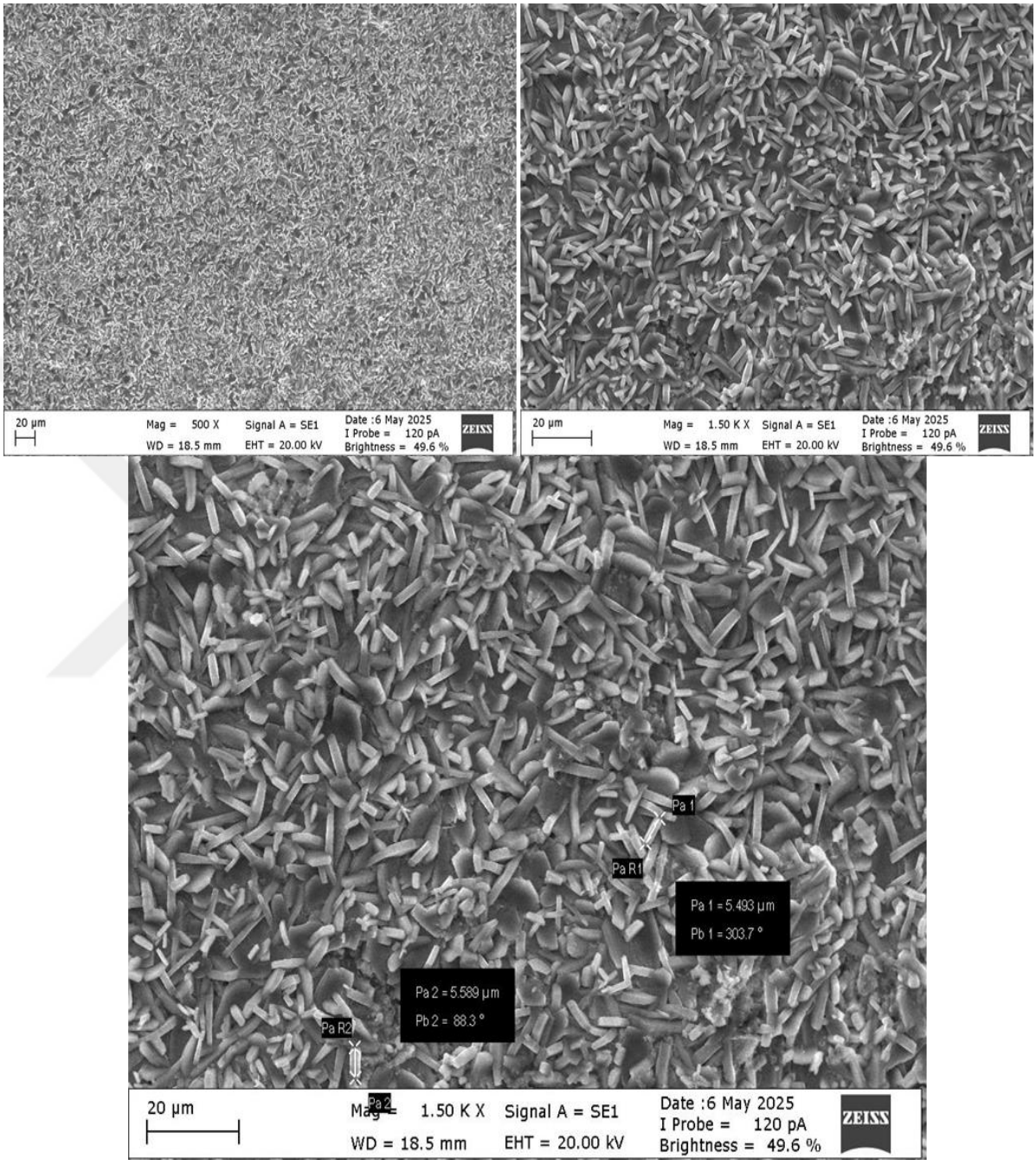
Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 180 s olan Örnek 8'e ait sonucu Şekil 4.11.'de verilmiştir.



Şekil 4.11. Örnek 8 SEM Analiz Görüntüsü

Şekil 4.11. incelendiğinde, kristallerin homojen olarak oluştuğu görülmektedir. Kristal boyutu küçük olduğu tespit edilmiştir.

Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 9'a ait sonucu Şekil 4.12.'de verilmiştir.



Şekil 4.12. Örnek 9 SEM Analiz Görüntüsü

Şekil 4.12. incelendiğinde, kristallerin homojen olarak oluştuğu görülmektedir. Kristal boyutu küçük olduğu tespit edilmiştir.

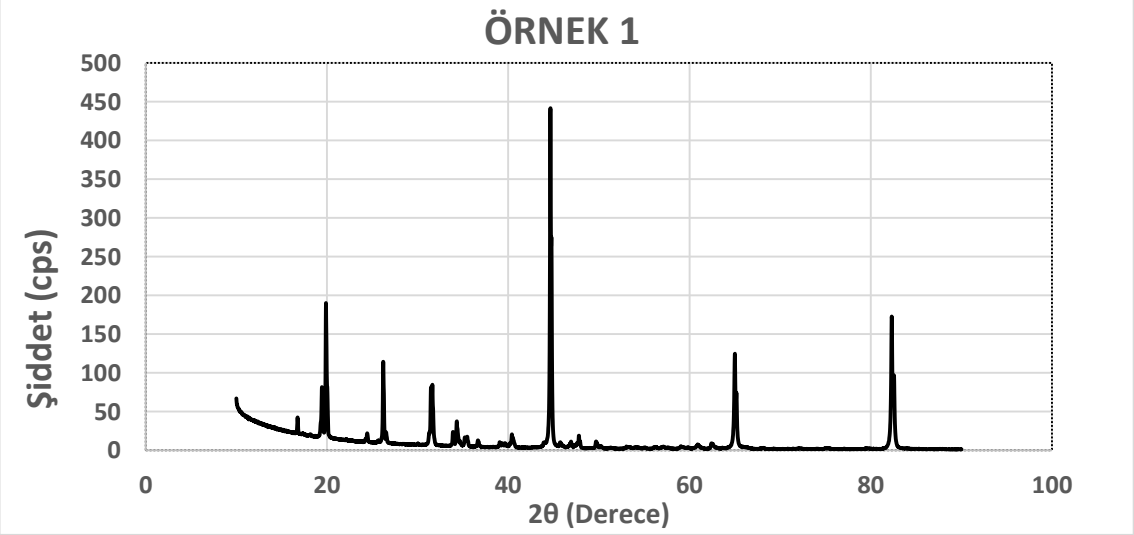
Tüm örneklerin SEM görüntülerine bakıldığında ortalama kristal boyutu Çizelge 4.1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.2. Çinko fosfat kaplama örneklerinin SEM görüntülerinde ortalama kristal boyutları

ÖRNEK NUMARALARI	KRİSTAL BOYUTU (µm)
ÖRNEK 1	34,96
ÖRNEK 2	7,06
ÖRNEK 3	23,27
ÖRNEK 4	6,77
ÖRNEK 5	7,27
ÖRNEK 6	5,76
ÖRNEK 7	9,06
ÖRNEK 8	6,71
ÖRNEK 9	5,54

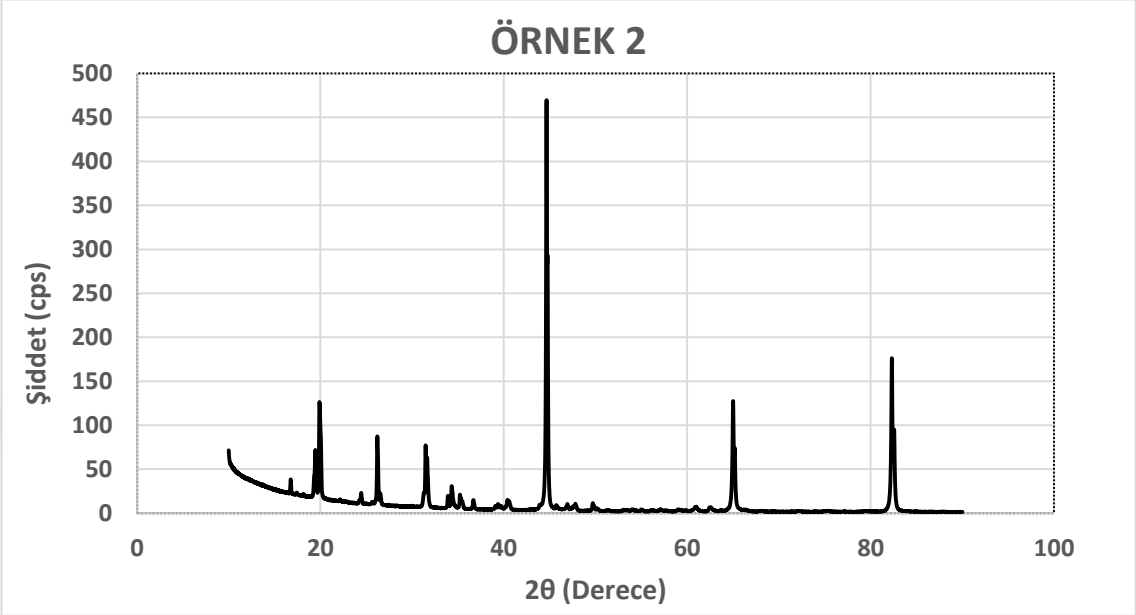
4.1.3 X-Işını kırınımı (XRD) ile analiz

Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 7 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 1'e ait sonucu Şekil 4.13'te verilmiştir.



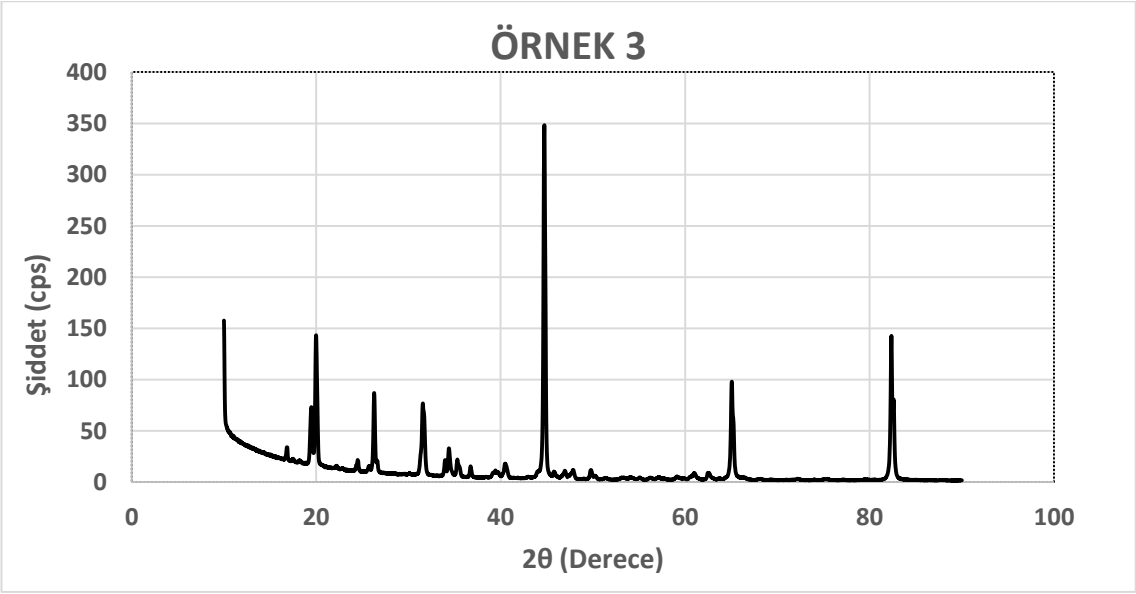
Şekil 4.13. Örnek 1 XRD Analiz Grafiği

Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 2'ye ait sonucu Şekil 4.14'te verilmiştir.



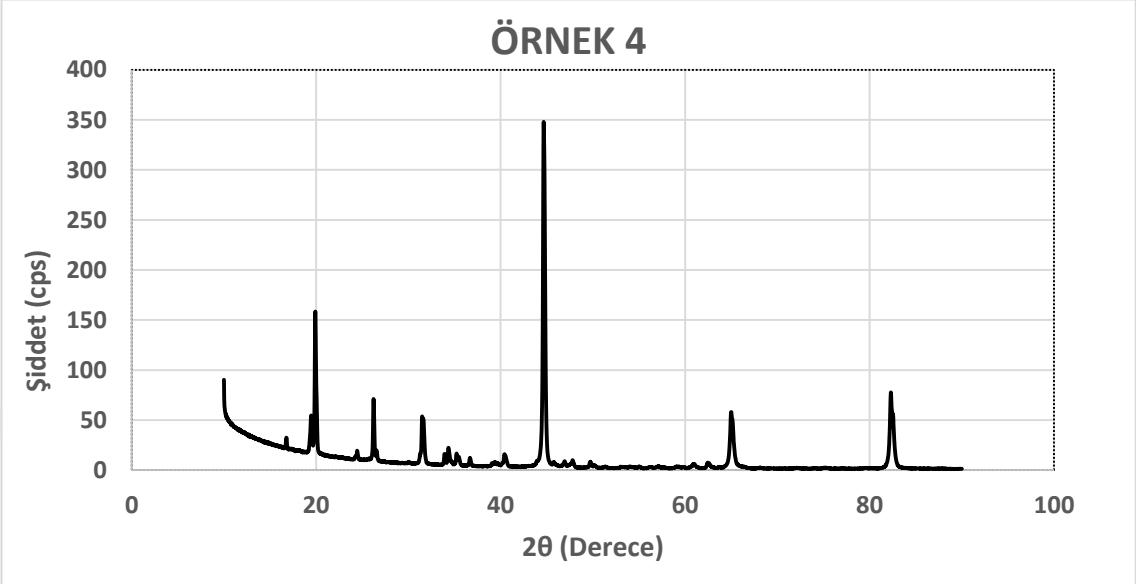
Şekil 4.14. Örnek 2 XRD Analiz Grafiği

Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 10 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 3'e ait sonucu Şekil 4.15'te verilmiştir.



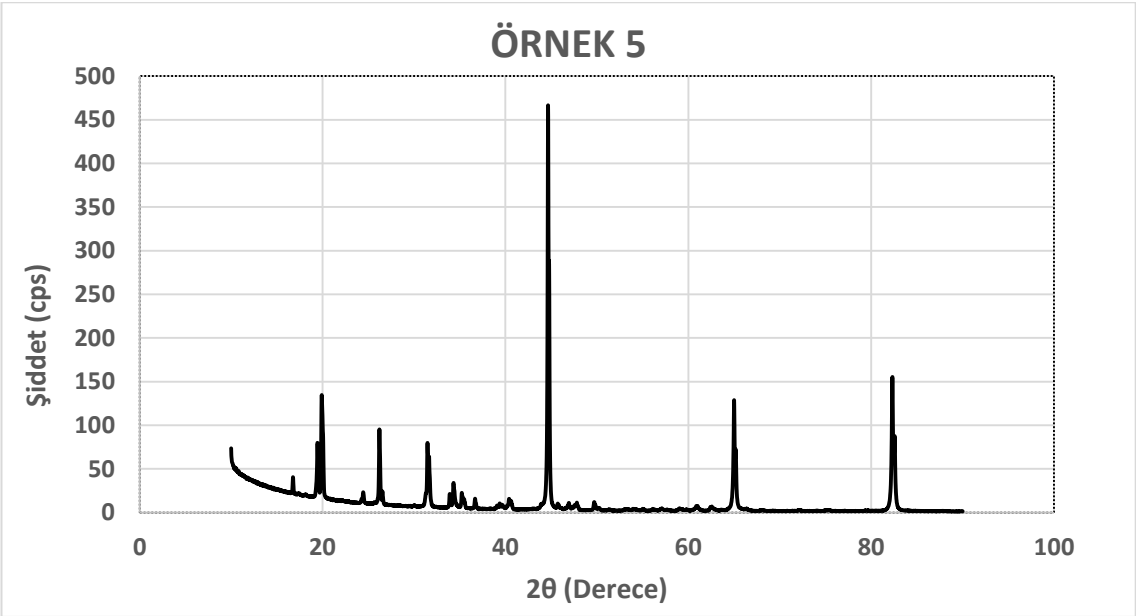
Şekil 4.15. Örnek 3 XRD Analiz Grafiği

Aktivasyon süresi 25 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 4'e ait sonucu Şekil 4.16'da verilmiştir.



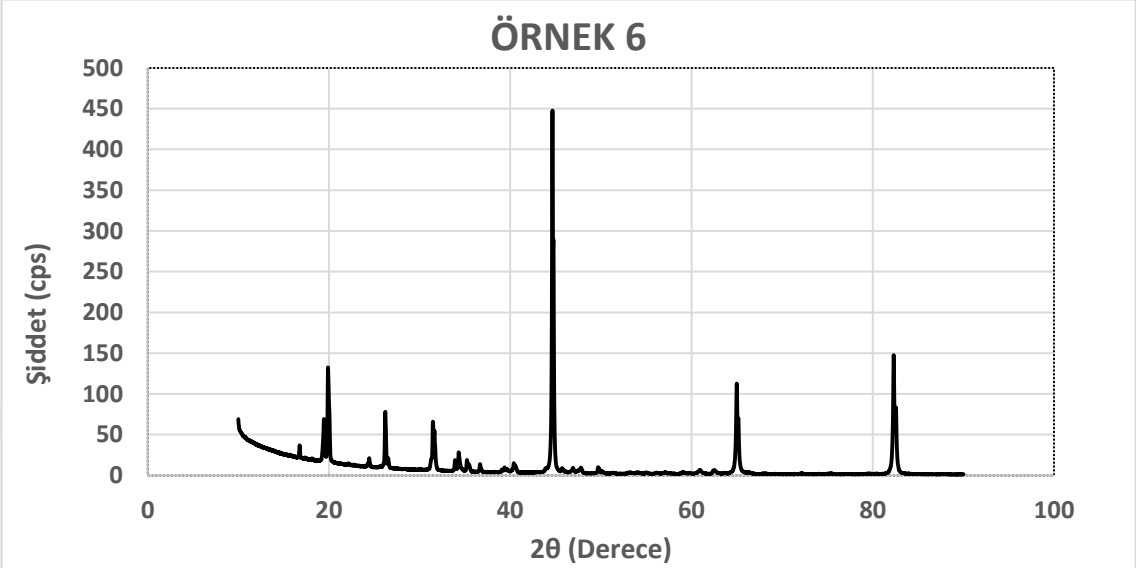
Şekil 4.16. Örnek 4 XRD Analiz Grafiği

Aktivasyon süresi 40 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 5'e ait sonucu Şekil 4.17'da verilmiştir.



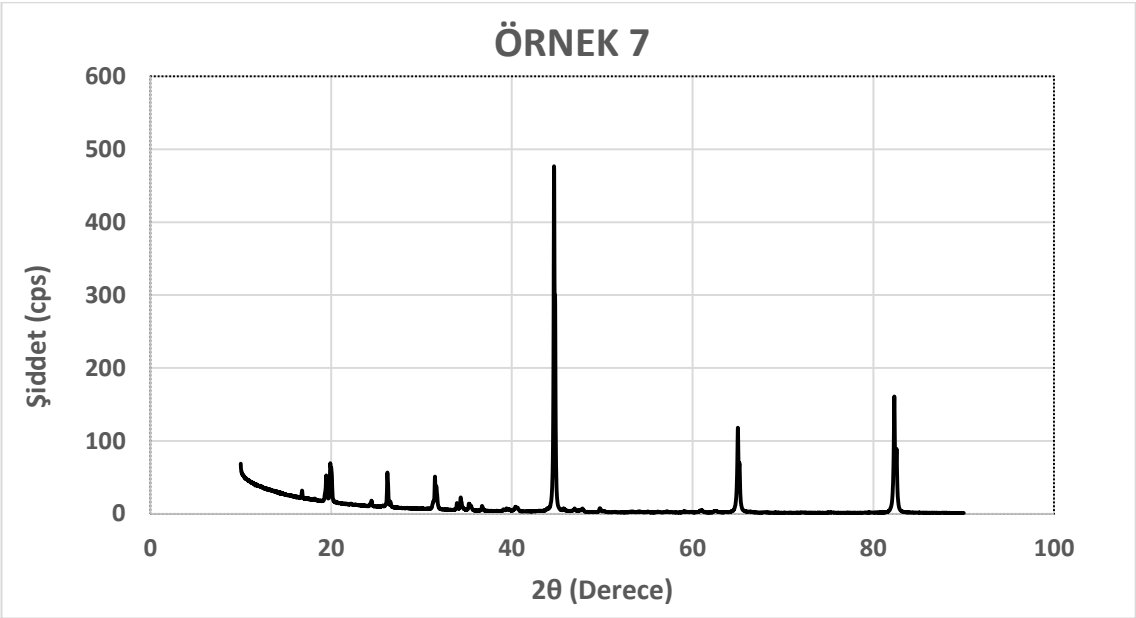
Şekil 4.17. Örnek 5 XRD Analiz Grafiği

Aktivasyon süresi 40 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 6'ya ait sonucu Şekil 4.18.'de verilmiştir.



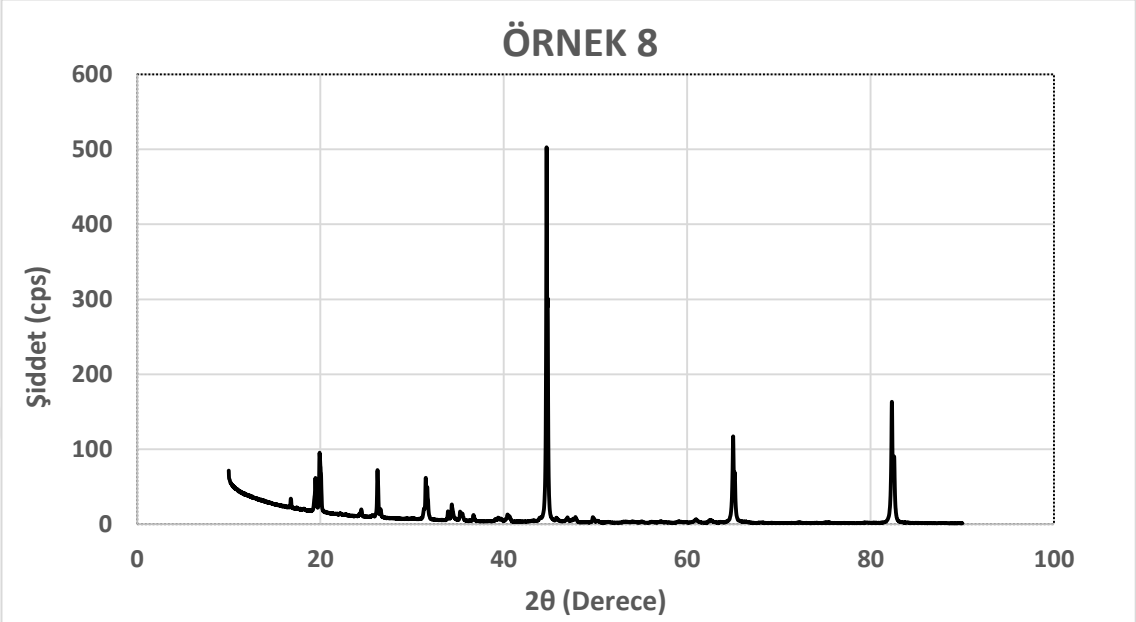
Şekil 4.18. Örnek 6 XRD Analiz Grafiği

Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 60 s olan Örnek 7'ye ait sonucu Şekil 4.19.'da verilmiştir.



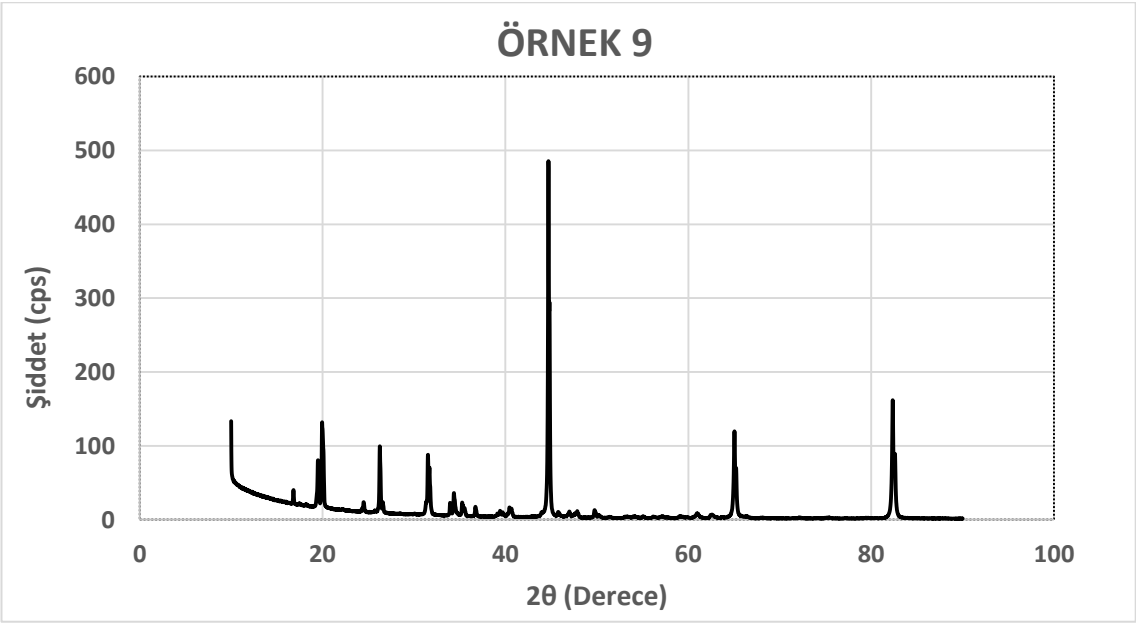
Şekil 4.19. Örnek 7 XRD Analiz Grafiği

Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 180 s olan Örnek 8'e ait sonucu Şekil 4.20'de verilmiştir.



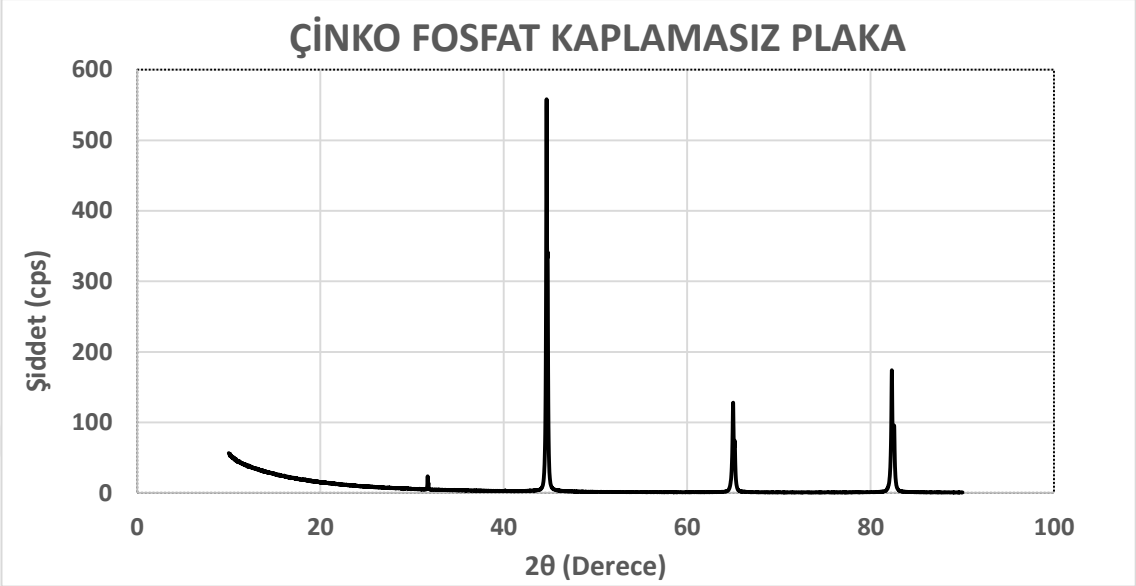
Şekil 4.20. Örnek 8 XRD Analiz Grafiği

Aktivasyon süresi 60 s, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat kaplama süresi 300 s olan Örnek 9'a ait sonucu Şekil 4.21.'de verilmiştir.



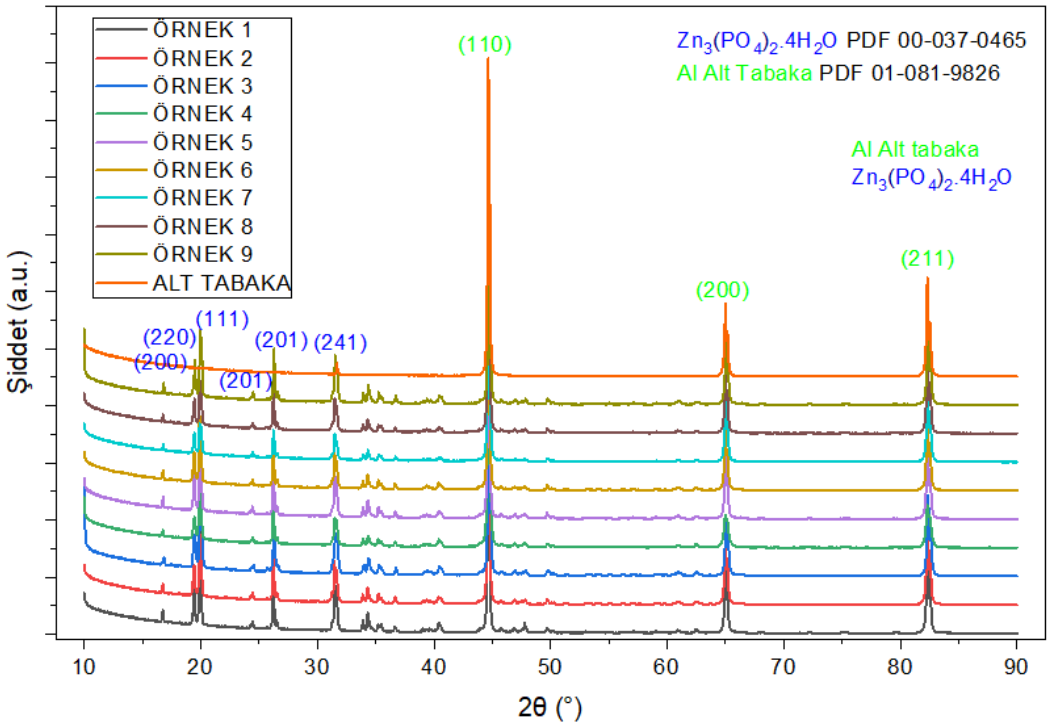
Şekil 4.21. Örnek 9 XRD Analiz Grafiği

Çinko fosfat kaplamasız ham plaka sonucu Şekil 4.22.'de verilmiştir.



Şekil 4.22. Çinko fosfat kaplamasız plaka XRD Analiz Grafiği

Tüm bu sonuçlar Şekil 4.23.'te tek grafik halinde toplanmıştır.



Şekil 4.23. Çinko fosfat kaplamalı ve çinko fosfat kaplamasız plakaların XRD sonuçları

Çinko fosfat kaplamasız plakanın alüminyum alt tabanlı bir plaka olduğu ve kübik yapılı kristal olduğu PDF 01-081-9826'e göre tespit edilmiştir.

Ayrıca 9 adet Çizelge 3.3'te verilen parametrelere göre kaplanan plaka örneklerin hepsi $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ PDF 00-037-0465'e göre uyumlu olduğu ve ortorombik yapıda olduğu tespit edilmiştir.

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Ön çalışmada gerçekleştirilen denemelerde, aktivasyon pH ve banyo bekleme süresi sabit, çinko fosfat kaplama süresi 180, 300 ve 420 s olduğunda kaplama kalınlıkları sırası ile 0,8 µm, 1,7 µm, 2,6 µm olduğu tespit edilmiştir. Çizelge 4.1. incelendiğinde, çinko fosfat kaplama süresi arttıkça çinko fosfat kaplama kalınlığında artış olduğu görülmüştür.

SEM analiz sonuçlarında Şekil 4.4.'ü ele aldığımızda kristaller arası boşlukların çok fazla olduğunu, homojen olmadığını ve kristal boyutunun ortalama 34,96 µm olduğu tespit edilmiştir. Bu durum çinko fosfat kaplamanın üzerine uygulanacak olan koruyucu boyanın/katmanın iyi tutunamayacağını gösterir. Şekil 4.5.'i ele aldığımızda kristaller arası boşlukların neredeyse olmadığı, homojen bir dağılım olduğu tespit edilmiştir. Ortalama kristal boyutu ise 7,06 µm olduğu hesaplanmıştır. Şekil 4.6.'ya bakıldığında, kristaller arası boşluğun neredeyse olmadığı, homojen dağıldığı fakat ortalama kristal boyutunun 23,27 µm olduğu tespit edilmiştir. Örnek 1, 2, 3 olarak hazırlanan bu plakalarla ilgili sonuçlar karşılaştırıldığında oluşan farklılıkların sebebinin kaplama sırasında kullanılan pH olduğu görülmektedir. En iyi kaplamaya ait pH değeri 9,5 olarak sonuçlardan çıkarılmaktadır.

Şekil 4.7.'yi ele aldığımızda, plakanın iyi bir aktivasyona maruz kalmadığı, çinko fosfat sonrası kristaller arası boşlukların çok fazla olduğu ve homojen bir dağılım olmadığı tespit edilmiştir. Kristallerin ortalama boyutu 6,77 olmasına rağmen düzgün bir kristal yapı oluşmamıştır. Şekil 4.8.'e bakıldığında, kristaller arası boşluğun az olduğu, Şekil 4.7.'de incelediğimiz örneğe göre çok daha homojen olduğu tespit edilmiş olup, kristal boyutu ortalama 7,27 µm hesaplanmıştır. Şekil 4.9. incelendiğinde, kristaller arası boşluğun çok az olduğu, kristallerin boyutunun 5,76 µm olduğu tespit edilmiştir. Aktivasyon süresine bağlı olarak hazırlanmış olan örnekler ve yukarıda belirtilen kristal yapı farklılıklarından da aktivasyon süresinin ne derece önemli olduğu belirlenmiştir. Bu bilgilere göre de çalışma sonucunda belirtilen örnek kaplamasının pH 9,5 için optimum aktivasyon süresinin 60 s olduğu tespit edilmiştir.

Şekil 4.10.'a incelendiğinde ise, kristal oluşumunun çok homojen olmadığı, kristaller arası boşlukların olduğu ve ortalama kristal boyutunun 9,06 µm olduğu tespit edilmiştir. Çinko fosfat banyosunda bekleme süresi yetersiz kalmıştır. Şekil 4.11. ele alındığında, çinko fosfat kaplamanın homojen olduğu, kristallerin küçük ve sıkı istiflendiği tespit edilmiştir. Ortalama kristal boyutu 6,71 µm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.12. incelendiğinde, çinko fosfat kaplamanın homojen olduğu, kristallerin küçük ve sıkı istiflendiği tespit edilmiştir. Ortalama kristal boyutu 5,54 µm olarak hesaplanmıştır.

Kaplama süresi açısından elde edilmiş sonuçlara yüzeydeki kristal boyutu açısından bakıldığında, 60, 180, 300 s ile aynı pH değeri (9,5) ve aktivasyon süresi (60 s) kullanıldığında sırasıyla kristal yapı 9,06 µm, 6,71 µm ve 5,54 µm olarak tespit edilmiştir. Büyük kristal yapıların kaplanmasında boşlukların fazla olması veya daha küçük yapılarda olması, kaplanması istenen malzemenin özelliklerine göre değerlendirilmesi gerektiği, yanında enerji tasarrufunun da bakılması gereklidir.

Çizelge 4.2. incelendiğinde, Örnek 7, Örnek 8 ve Örnek 9'da aktivasyon parametreleri sabit fakat çinko fosfat süreleri artış gösterdiğinde çinko fosfat kristal boyutlarında düşüş olduğu tespit edilmiştir. Çinko fosfat kaplama süresi arttıkça, çinko fosfat kaplama kristal boyutu azaldığı görülmüştür.

Çizelge 3.3.'e baktığımızda, Örnek 2, Örnek 6 ve Örnek 9 için kaplama parametreleri doğrulama yapmak adına aynı yapılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, Çizelge 4.2. incelendiğinde Örnek 6 ve Örnek 9 için kristal boyutları birbirine çok yakındır fakat Örnek 2 diğerlerinden farklı tespit edilmiştir ve bu yüzden kristal boyutunda Örnek 2 elenmelidir.

Tüm bu SEM analizlerinin sonucunda, aktivasyon bekleme süresi 60 saniye, aktivasyon pH'si 9,5 ve çinko fosfat bekleme süresi 180 saniye olarak optimizasyon sağlanmalıdır. Çinko fosfat bekleme süresi 180 ve 300 saniye arasında kristal yapı oluşumunda bir fark tespit edilmemiştir. Aralarındaki tek fark ortalama kristal boyutudur fakat kristal boyutları da ilgili parametreler arasındadır.

XRD sonuçlarına baktığımızda, çinko fosfat kaplamalı plakaların XRD sonuçlarında gözle görülür farklı bir pik vermediği tespit edilmiştir.
Her ne kadar çinko fosfat kaplamalı plakalar XRD de gözle görülür farklı bir pik oluşturmasa da, çinko fosfat kaplamasız plaka ile kaplamalı örnek plakalar arasında ciddi farklar olduğu tespit edilmiştir. Kaplama yapılan plakalar XRD piklerinde görülmektedir.

Şekil 4.23. incelendiğinde, bulunan XRD değerlerine göre, plakalarda istenilen kaplama sonucuna ulaşıldığı PDF 00-037-0465'e göre kesinleştirilmiştir. Çinko fosfat kristallerinin yapısının ortorombik olduğu tespit edilmiştir. Çinko fosfat kaplamasız plakanın (alt tabaka) ise PDF 01-081-9826'e göre alüminyum tabanlı, kübik yapılı kristal bir plaka olduğu tespit edilmiştir.

Çalışmamızda elde edilen veriler ışığında, kaplama ve kaplama havuzlarında ortam pH değerlerinin önemi ve kaplama süresinin kaplama özellikleri üzerindeki etkisinin çok önemli olduğunu göstermektedir. Kaplama kalitesinin incelenmesinde bu parametrelerin dikkate alınması ve ilgili cihazlarla hızlı bir şekilde tespit edileceği açıktır.

KAYNAKLAR

Ageeva, E., Latipov, R., & Altukhov, A. (2020). Dimensional characteristics of wear-resistant electroerosive titaniumtungsten-cobalt powders for galvanic coatings. Materials Today: Proceedings.

Anderson, P., Smith, J., & Brown, K. (2016). Phosphate coatings and their applications. Springer.

Anonim. (2017). Geomet 321/500 Technical Manual (En). Nof Metal Coatings Group.

Batchelor, A. W., Lam, L. N., & Chandrasekaran, M. (2002). Materials degradation and its control by surface engineering (pp. 219–225). Imperial College Press.

Cao, X., He, W., Liao, B., He, G., Jiao, Y., Huang, D., & Wang, S. (2020). Effect of TiN/Ti coating combined with laser shock peening pre-treatment on the fatigue strength of Ti6Al-4V titanium alloy. Surface and Coatings Technology, 403, 126393. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126393

Cullity, B. D., & Stock, S. R. (2001). Elements of X-ray diffraction (3rd ed.). Prentice Hall.

Doe, J., Martinez, L., Chen, Y., & Patel, R. (2018). Microstructural analysis of zinc phosphate coatings under different activation conditions. Surface and Interface Analysis, 50(7), 675–684.

Gharbi, O., Cook, R., & Frankel, G. (2021). Zinc phosphate coatings: Formation, performance, and future trends. Surface and Coatings Technology, 412, 127145.

Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Joy, D. C., Lyman, C. E., Echlin, P., Lifshin, E., ... & Sawyer, L. (2018). Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis (4th ed.). Springer.

Guo, F., Jiang, W., Tang, G., Xie, Z., Dai, H., Wang, E., ... & Liu, L. (2020). Enhancing anti-wear and anti-corrosion performance of cold spraying aluminum coating by high current pulsed electron beam irradiation. Vacuum, 182, 109772.

Gusmano, G., Montesperelli, G., & Bianco, G. (2015). Influence of pH on zinc phosphate coatings: A structural analysis. Surface & Coatings Technology, 278, 29–38.

Jones, M. T., & Brown, L. A. (2019). Optimization of zinc phosphate coating properties through surface treatment modification. International Journal of Surface Science and Engineering, 13(2), 115–124.

Kakani, S., & Kakani, A. (2004). Material science. New Age International Ltd.

Kılınç, M. (2019). Kataforez kaplama üzerine solvent bazlı ve su bazlı lamelli kaplama uygulamaları ile oluşacak dubleks kaplamanın korozyon ve ömür testine etkisinin incelenmesi (Yüksek lisans tezi, Eskişehir Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü).

Kim, S. H., Lee, J. Y., Park, D. H., & Choi, M. K. (2021). Structural and corrosion properties of zinc phosphate coatings influenced by activation techniques. Journal of Materials Research and Technology, 15, 1025–1034.

Kollias, K., Mylona, E., Adam, K., Chrysochoou, M., Papassiopi, N., & Xenidis, A. (2019). Characterization of phosphate coating formed on pyrite surface to prevent oxidation. Applied Geochemistry, 110, 104435.

Lee, D. J., Kim, S. H., & Cho, H. (2020). Influence of activation on phosphate coatings. Journal of Materials Science, 55(9), 2763–2776.

Narayanan, T. S. N. S. (2019). Recent advances in zinc phosphate conversion coatings: A review. Journal of Coatings Technology and Research, 16(3), 775–797.

Nardeli, J. V., & Oliveira, F. R. (2020). Effect of surface activation on the morphology and corrosion resistance of zinc phosphate coatings. Journal of Materials Processing and Surface Engineering, 15(4), 342–350.

Öz, T. (2019). Metal yüzeylerde fosfatlama işlemlerinin incelenmesi ve kaplama parametrelerinin etkisi. Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Dergisi, 38(2), 145–154.

Podgornik, B., Massler, O., Kafexhiu, F., & Sedlacek, M. (2018). Crack density and tribological performance of hard-chrome coatings. Tribology International, 121, 333–340.

Polyakov, N. A., Botryakova, I. G., Glukhov, V. G., Red'kina, G. V., & Kuznetsov, Y. I. (2020). Formation and anticorrosion properties of superhydrophobic zinc coatings on steel. Chemical Engineering Journal, Article ID 127775. https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.127775

Rashidi, A. M., & Zakeri, M. (2019). Investigation of phosphate coating formation on low carbon steel: Effect of activation parameters. Surface Engineering, 35(6), 453–460.

Shibli, S. M. A., & Manu, R. (2018). Influence of different activators on the morphology of zinc phosphate coatings. Materials Chemistry and Physics, 215, 324–332.

Smith, L. M., & Johnson, K. T. (2020). Advances in surface treatment and zinc phosphate coating technologies. International Journal of Materials Science and Surface Engineering, 12(2), 98–110.

Vu, T. N. (2012). Selective dissolution from Zn-Al alloy coatings on steel (Doctoral dissertation, Université Pierre et Marie Curie–Paris VI).

TÜİK. (2024). Yıllık sanayi ürün (PRODCOM) istatistikleri 2023 [Web sitesi]. https://data.tuik.gov.tr/Bulten/Index?p=Yillik-Sanayi-Urun-(PRODCOM)-Istatistikleri-2023-53637

Zhou, Y., Wang, L., Chen, X., & Liu, H. (2019). Influence of activation pretreatment on microstructure and corrosion resistance of zinc phosphate coatings. Surface and Coatings Technology, 374, 923–931.

Zimmermann, D., Munoz, A. G., & Schultze, J. W. (2003). Microscopic local elements in the phosphating process. Electrochimica Acta, 48(20–22), 3267–3277.

EKLER

EK 1 12. Agean Analytical Chemistry Days, Poster Sunumu Kabul Belgesi
EK 2 12. Agean Analytical Chemistry Days, Poster Sunumu Katılım Belgesi
EK 3 12. Agean Analytical Chemistry Days, Poster
EK 4 17. Ulusal Spektroskopi Kongresi, Sözlü Sunum Kabul Belgesi
EK 5 17. Ulusal Spektroskopi Kongresi, Sözlü Sunum Katılım Belgesi
EK 6 17. Ulusal Spektroskopi Kongresi, Sözlü Sunum

EK 1



August 28, 2023

Letter of Acceptance

Zeynep İlhan

Bursa Uludag University, Türkiye

Dear Participant,

The Organizing Committee of the 12th Aegean Analytical Chemistry Days, AACD2023, is honored to announce acceptance of your study titled "PERFORMANCE EVALUATIONS OF CATAPHORESIS COATING THICKNESS AFTER PRE-TREATMENT ON VARIOUS CONDUCTIVE SURFACES" as **Poster Presentation**, and invite you to participate in AACD2023, which will be held on 19 October – 22 October 2023, in İstanbul, Türkiye.

We look forward to seeing you at AACD2023.

Sincerely,

Sezgin Bakırdere

Prof. Dr. Sezgin BAKIRDERE
Congress Chair

Yıldız Technical University, Department of Chemistry
34220 İstanbul, Türkiye
Phone: +902123834245
e-mail: bsezgin23@yahoo.com

aacd2023.yildiz.edu.tr

EK 3

PERFORMANCE EVALUATIONS of CATAPHORESIS COATING THICKNESS AFTER PRE-TREATMENT on VARIOUS CONDUCTIVE SURFACES

Zeynep İLHAN[a], Belgin İZGİ[b]

[a]Bursa Uludag University, Graduate School of Natural and applied Science, 16285, Bursa, Turkey
[b]Bursa Uludag University, Faculty of Science and Art, Chemistry Department, 16285, Bursa, Turkey

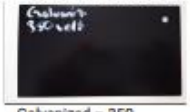
*E-mail: 502209010@ogr.uludag.edu.tr

INTRODUCTION

Corrosion is the degradation of all kinds of materials, especially metals and alloys, due to various effects. Corrosion is an undesirable occurrence, causing significant economic losses for every country. Coating and painting processes are applied to protect metals from wear and corrosion. Among these processes, cataphoresis is a water-based primer coating applied to metal surfaces based on the principles of electrochemistry. Cataphoresis coating can be applied to all metals with conductive properties. Cataphoresis coating provides protection of all automobile bodies against corrosion. Red rust is an indication that corrosion has reached the metal environment.
In this study, a Salt Fog Resistance Test analysis will be carried out in accordance with the automotive specification ASTM B 117/ DIN EN ISO 9227 by applying cataphoresis coating to DKP, aluminum and galvanized plate parts by applying minimum and maximum voltage according to the feature of the facility used and proportioning the coating thicknesses.

EXPERIMENTAL PROCEDURE-1

First of all, DKP, aluminum and galvanized sheets were obtained from various metal manufacturers in sizes that would fit into the Salt Fog Test Chamber. Each plate was covered with both high voltage and low voltage according to the capacity of the facility.


Galvanized – 350


Galvanized – 230


DKP – 340 voltage


DKP – 250 voltage


Aluminum – 340 voltage


Aluminum – 230 voltage

EXPERIMENTAL PROCEDURE-2

The coating thickness of the cataphoresis coated plates was measured with an Elcometer thickness gauge device.


Galvanized – 350 voltage –


Galvanized – 230 voltage –


DKP – 340 voltage – 34.2


DKP – 250 voltage – 10.6


Aluminum – 340 voltage – 25.1 micron


Aluminum – 230 voltage – 19.7 micron

EXPERIMENTAL PROCEDURE-3

The plates were prepared for testing according to ASTM B 117/ DIN EN ISO 9227 standards. A cross mark was placed on the DKP plates. According to the standard, it is not applied to galvanized and aluminum sheets. Then, the plates were placed in the test cabin at a 30-degree angle specified in the standard.





Salt Fog Test Chamber	Air pressure 15,47 - 15,57 psi	Solution pH= 6,5 - 7,2	Heat 35 ± 2 °C	Fog Density 1-2 ml/h	NaCl concentration % 5 ± 0,25
Measured	12,5	6,8	35	1,968	5%

Table 1 : Salt Fog Tester Working Conditions

EXPERIMENTAL PROCEDURE-4

After the plates that were exposed to the salt fog test for 480 hours were removed from the test, a cross-cut test was performed in accordance with the standard. Cross-cut test was performed with a 1 mm blade. TESA 4657 tape was used as tape.



RESULTS

As a result of the experimental study, it was seen that the cross-cutting test results on all plates were in accordance with the standard. According to the standard, the maximum clearance is 3 mm. In DKP plate, the diagonal clearance is 2.80 mm in low tension and 1.77 mm in high tension. This shows that the corrosion resistance increases as the thickness of DKP sheets in



REFERENCES

- Bilgic, S., Corrosion, (2008), 16 (1-2).
- Uneri, S., Corrosion and its Prevention, Corrosion Society Publication, Poyraz Ofset, 1998.
- Almeida, E., 2000, Guide on anticorrosive protection in automotive industry, INETI, Lisbon, (2000), 79-97.
- Narayanan, T. S. N. S., Surface Treatment by Phosphate Conversion Coatings – A Review. Reviews on Advanced Material Science, (2005), 9, 130-177.

EK 6


BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
1975
ZONGULDAK BÜLENT ECEVİT ÜNİVERSİTESİ
1924
METAL YÜZEYLERDE AKTİVASYON ve ÇİNKO FOSFAT BANYOLARININ KAPLAMA SÜRESİ DEĞİŞİMİNİN TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU ile YÜZEY ANALİZİ ve KAPLAMA KALINLIĞINA ETKİSİ
ZEYNEP İLHAN
Danışman: Prof. Dr. Belgin İZGİ