

**DEMİR ALAŞIMLI ÇİNKO KAPLAMALARDA
TOZLAŞMA VE YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ**

Candan ŞEN ELKOCA

**Zonguldak Karaelmas Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalında
Yüksek Lisans Tezi
Olarak Hazırlanmıştır**

**ZONGULDAK
Haziran 2010**

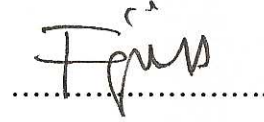
KABUL:

Candan ŞEN ELKOCA tarafından hazırlanan “DEMİR ALAŞIMLI ÇİNKO KAPLAMALARDA TOZLAŞMA VE YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ” başlıklı bu çalışma jürimiz tarafından değerlendirilerek, Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans Tezi olarak oy birliğiyle kabul edilmiştir. 14/06/2010.

Başkan: Doç. Dr. Şennur CANDAN (KBÜ)



Üye : Yrd. Doç. Dr. Fatmagül KOLTUK (ZKÜ)



Üye : Yrd. Doç. Dr. Bülent EKMEKÇİ (ZKÜ)
(Tez Danışmanı)



ONAY:

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylım. 6./7./2010



Prof. Dr. Kemal BÜYÜKGÜZEL
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

“Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.”



Candan ŞEN ELKOCA

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

DEMİR ALAŞIMLI ÇİNKO KAPLAMALARDA TOZLAŞMA VE YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ

Candan ŞEN ELKOCA

Zonguldak Karaelmas Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Bülent EKMEKÇİ

Haziran 2010, 99 sayfa

Demir alaşımlı çinko kaplamalar, saf çinko kaplamaların 500°C civarındaki sıcaklıkta tavlama sırasında yaygınlaşarak gelişen FeZn fazlarından oluşan kaplamalardır. Bu tip kaplamalar saf çinko kaplamalara göre çok daha iyi punto kaynaklanabilirliği, boya yapışma özelliği ve boyanmış durumda üstün korozyon dayanımı gibi özellikler sunmakta, presle şekillendirme sırasında daha az yapışma olasılığı taşımaktadır. Ancak, presle şekillendirme sırasında karşılaşılabilen tozlaşma sorunu uygun FeZn fazlarından oluşan optimum kaplama özelliklerinin oluşturulmasıyla çözümlenebilmektedir.

Bu tezde endüstriyel hatlardaki demirle alaşımlama tavı laboratuvar ölçeğinde simüle edilmiştir. Deneyler sonrasında seçilen tavlama parametreleriyle elde edilen kaplama karakteristikleri ve kaplamaların 60°V bükme testi sırasındaki tozlaşma performansı arasında bir ilişki kurulmuştur.

Elde edilen sonuçlara göre demirle alaşımlanmış çinko kaplamalar üzerinde görülen krater

ÖZET (devam ediyor)

oluşumları ölçülen yüksek yüzey pürüzlülüğünün nedenidir. Ara yer atomsuz çelikte yüzey pürüzlülüğü düştükçe tozlaşma miktarı artmaktadır. Alüminyumla durgunlaştırılmış düşük karbonlu çelikte ise yüzey pürüzlülüğü ile tozlaşma arasında net bir ilişki kurulamamıştır. Her iki çelikte de demir içeriğindeki artış ile tozlaşma performansı düşmekte; ancak alüminyumla durgunlaştırılmış düşük karbonlu çelikte krater oluşumları nedeniyle tozlaşma direnci açısından izin verilebilir demir içeriği daha yüksek olabilmektedir.

Anahtar Kelimeler: Demirle alaşımlanmış çinko kaplama, sıcak daldırma çinko kaplama, çinko kaplama, tozlaşma.

Bilim Kodu: 625.02.05

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

POWDERING IN GALVANNEALED COATINGS AND SURFACE ROUGHNESS

Candan ŞEN ELKOCA

**Zonguldak Karaelmas University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering**

Thesis Advisor: Asst. Prof. Bülent EKMEKÇİ

June 2010, 99 pages

Galvannealed coatings are the diffusion coatings of FeZn phases which generate during annealing of galvanized coatings at about 500°C. They offer better spot weldability, paint adhesion, excellent corrosion resistance in case of painted and have less risk for sticking during press forming over galvanized coatings. However, powdering phenomenon observed during press forming could be overcome by generating optimum coating properties of FeZn phases.

In this thesis industrial galvannealing process was simulated in a laboratory scale. Relations were established between annealing parameters used in the experiments and coating properties and powdering performance of the coatings during 60°V bending test.

The results have shown that craters observed on the galvannealed coatings are the reason of high surface roughness. Powdering increases as surface roughness decreases on interstitial free steel. There is no evident relationship between powdering and surface roughness on

ABSTRACT (continued)

aluminum killed low carbon steel. Powdering performance decreases as iron content increases in both steel. However powdering is retarded by anchoring effect of the craters even in higher iron contents of the coatings on aluminum killed low carbon steel.

Key Words: Galvannealed coating, hot dip galvanizing, zinc coating, powdering.

Science Code: 625.02.05

TEŐEKKÜR

Yüksek lisans öğrenimim süresince değerli bilgilerinden yararlandığım tüm hocalarıma, özellikle bu çalışmayı yapma fırsatı tanıyan ve yönlendirmeleriyle çalışmalarımın tamamlanmasında çok büyük katkısı olan değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Bülent EKMEKÇİ'ye (ZKÜ) içten teşekkürlerimi sunuyorum.

Tez çalışmamdaki malzemelerin temini ve cihazların kullanımı konusunda gösterdikleri ilgi ve yardımdan dolayı Erdemir yetkililerine burada teşekkür ediyorum.

Deneilerin yapılması ve deney sonuçlarının yorumlanması aşamalarında bana yardımcı olan ve bugüne kadar hiçbir konuda desteğini esirgemeyen eşim Doç. Dr. Oktay ELKOCA'ya (Erdemir) sonsuz teşekkürlerimi sunmak istiyorum.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL.....	ii
ÖZET	iii
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xiii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xvii
EK AÇIKLAMALAR DİZİNİ.....	xix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xxi
BÖLÜM 1 GİRİŞ.....	1
1.1 ÇİNKO KAPLAMA.....	2
1.2 SICAK DALDIRMA ÇİNKO KAPLAMA İŞLEMİ.....	3
1.3 ÇİNKO BANYOSUNDA FeZn FAZLARININ OLUŞUMU	5
1.4 ÇİNKO BANYOSUNDAKİ FeZn REAKSİYON KİNETİĞİ	7
1.5 ÇİNKO BANYOSUNA ALAŞIM İLAVELERİ.....	7
1.6 SICAK DALDIRMAYLA ÇİNKO KAPLAMA YÖNTEMLERİ	8
1.6.1 Yığın Yöntemi.....	8
1.6.2 Sürekli Yöntem	10
1.6.2.1 Soğuk Hatlar.....	12
1.6.2.2 Sıcak Hatlar	12
1.6.3 Son İşlemler	15
1.7 DEMİRLE ALAŞIMLANMIŞ ÇİNKO KAPLAMA	16
1.7.1 Demirle Alaşımlama Tavı.....	16
1.7.2 Demirle Alaşımlanmış Çinko Kaplamaların Özellikleri	17
1.7.2.1 Kaynaklanabilirlik	17

İÇİNDEKİLER (devam ediyor)

	<u>Sayfa</u>
1.7.2.2 Korozyon Dayanımı.....	19
1.7.2.3 Boyanabilirlik.....	20
1.7.2.4 Şekillenebilirlik	21
1.8 AMAÇ VE KAPSAM.....	23
BÖLÜM 2 LİTERATÜR TARAMASI.....	27
2.1 TOZLAŞMA.....	27
2.2 DEMİR ALAŞIMLI ÇİNKO KAPLAMANIN YAPISI	29
2.2.1 İçyapıdaki Fazlar	29
2.2.2 Krater Oluşumları.....	32
2.3 PROSES DEĞİŞKENLERİ.....	35
2.4 ÇİNKO BANYOSUNA ALAŞIM ELEMENTİ İLAVELERİ	38
2.5 ÇELİK SACIN KİMYASAL BİLEŞİMİ VE İÇYAPISAL ÖZELLİKLERİ	39
BÖLÜM 3 DENEYSEL ÇALIŞMALAR	43
3.1 KULLANILAN MALZEME.....	43
3.2 DENEYSEL PROSEDÜR.....	45
3.3 TEM İNCELEMELERİ.....	47
3.4 YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜNÜN ÖLÇÜLMESİ.....	47
3.5 METALOGRAFİK NUMUNE HAZIRLAMA VE IŞIK MİKROSKOBU İNCELEMELERİ	48
3.6 KAPLAMANIN DEMİR İÇERİĞİNİN BELİRLENMESİ.....	51
3.7 TOZLAŞMA PERFORMANSININ BELİRLENMESİ	51
BÖLÜM 4 DENEYSEL SONUÇLAR	53
4.1 YÜZEY İNCELEMELERİ	53
4.2 YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ	55
4.3 KESİT İNCELEMELERİ.....	58

İÇİNDEKİLER (devam ediyor)

	<u>Sayfa</u>
4.4 KAPLAMADAKİ DEMİR İÇERİĞİNİN BELİRLENMESİ	60
4.5 TOZLAŞMA PERFORMANSI.....	62
BÖLÜM 5 SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	65
5.1 YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ İLE TOZLAŞMA PERFORMANSININ DEĞİŞİMİ	65
5.2 DEMİR İÇERİĞİYLE TOZLAŞMA PERFORMANSININ DEĞİŞİMİ.....	71
5.3 SONUÇLAR VE İLERİYE DÖNÜK ÇALIŞMALAR	72
KAYNAKLAR	75
EK AÇIKLAMALAR A.....	83
EK AÇIKLAMALAR B.....	89
EK AÇIKLAMALAR C.....	95
ÖZGEÇMİŞ	99

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>No</u>		<u>Sayfa</u>
1.1	Fe-Zn faz diyagramının çinkoca zengin köşesi	4
1.2	Al içermeyen 450°C'deki bir çinko banyosunda FeZn faz tabakaları oluşumunun şematik gösterimi.....	6
1.3	Al içermeyen 450°C'deki bir çinko banyosunda çok düşük karbonlu bir çeliğin 300 s çinko kaplanması sonrasında kaplama kesitinde görülen fazlar. (1) Γ fazı ($\Gamma+\Gamma1$), (2) δ fazı, (3) ζ fazı, (4) η fazı.....	6
1.4	Yaş SDÇK'nın şematik görünümü	10
1.5	Kuru SDÇK'nın şematik görünümü	10
1.6	Tipik bir sıcak hattın şematik görünümü	14
1.7	Demirle alaşımlama tava	17
1.8	SÇK'lı ve DAÇK'lı çeliklerin punto kaynaklanabilirliği	18
1.9	Pullanma (a) ve tozlaşma (b).....	22
2.1	Demir içeriği ve kaplama ağırlığının tozlaşma üzerindeki etkisi	28
2.2	Şekillendirme özellikleriyle kaplamadaki demir içeriği ve FeZn fazları arasındaki ilişki.....	29
2.3	DAÇK'ların içyapısı a) Tip 0, b) Tip 1, c) Tip 2.....	30
2.4	DAÇK'da içyapısal gelişimi açıklayan model	31
2.5	Ti ve Nb ile stabilize edilmiş AAÇ'te "krater" oluşumları a) Kesitten TEM görüntüsü, b) Yüzeyden TEM görüntüsü	33
2.6	Fıskırma oluşum mekanizması	33
2.7	Epitaksiyel büyüme ile krater oluşumu.....	34
2.8	Alaşımlama işlemi sırasında bir kraterin oluşumunu gösteren şematik diyagram	35
2.9	Ti'lu AAÇ'te içyapısal gelişim.....	36
2.10	Tavlama işlemi sırasında kaplama içyapısı ve demir içeriğindeki değişim.....	36
2.11	Modern bir SDÇK hattının tavlama ünitesi boyunca ilerleyen şeridin tipik sıcaklık profili.....	37
3.1	A ve B çeliklerinin sıvı çinko potasına girmeden önceki işlem parametreleri.....	44
3.2	Termal-mekanik test ve simülasyon cihazı	45
3.3	500°C'de gerçekleştirilen ısıl işlem döngüleri	47
3.4	Taramalı elektron mikroskobu	48
3.5	Yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı	48

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam ediyor)

<u>No</u>		<u>Sayfa</u>
3.6	Vakum altında soğuk kalıplama cihazı	49
3.7	Parlatma cihazı	50
3.8	Işık mikroskobu ile bağlantılı görüntü analiz sistemi	50
3.9	İndüktiv plazma cihazı	51
3.10	60°V bükme cihazı ve bükme-doğrultma kalıpları	52
3.11	Bant üzerindeki tozlaşan kısmın genişliğinin belirlenmesi ($a=A/b$; burada; a: tozlaşan kısmın genişliği, A: görüntü analiz sistemi ile belirlenen işlem çerçevesindeki tozlaşan alan, b: tozlaşan kısmın uzunluğudur (belirlenen işlem çerçevesinin dik kenarı)	52
4.1	A (a) ve B (b) çeliklerinde tavlama çevrimleri öncesinde SÇK'lı yüzeylerin TEM görüntüsü	53
4.2	A (a) ve B (b) çeliklerinin 480°C'de 5 s tavlama sonrasında oluşan kaplama yüzeyi	54
4.3	B çeliğinde 480°C de 20 s tavlama çevrimi sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen kraterler	54
4.4	B çeliğinde 480°C de 10 s tavlama çevrimi sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen ζ ve δ_{ip} fazları.....	55
4.5	B çeliğinde 560°C de 5 s tavlama çevrimi sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen δ_{ik} fazı	56
4.6	B çeliğinde 560°C de 10 s tavlama çevrimi sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen mikroçatlaklar.....	56
4.7	A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların Ra yüzey pürüzlülüğü değerleri.....	57
4.8	Alaşımlama işlemine giren A (a) ve B (b) çeliklerinin Nital 3 ile dağlama sonrasındaki kesit görüntüleri.....	58
4.9	A (a ve b) ve B (c ve d) çeliğinde 500°C de 5 s (a ve c) ve 40 s (b ve d) tavlama çevrimi sonrasında kaplama kesitleri.....	59
4.10	A ve B çeliklerinde tavlama sıcaklığı ve tavlama süresine bağlı olarak Γ fazı kalınlığının değişimi	59
4.11	A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların demir içeriği	61
4.12	A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların tozlaşma performansı	62
5.1	A çeliğinde 480°C' de 5 s tavlama sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen krater oluşumları.....	66

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam ediyor)

<u>No</u>		<u>Sayfa</u>
5.2	A çeliğinde 520°C' de 5 s tavlama sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen krater oluşumları.....	66
5.3	A çeliğinde 480°C' de 10 s tavlama sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen krater oluşumları.....	68
5.4	A çeliğinde 500°C' de 5 s tavlama sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen krater oluşumları.....	69
5.5	A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan yüzey pürüzlülükleri ile kaplamaların tozlaşma performansının değişimi	70
5.6	A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında kaplamalar içerisinde oluşan demir içeriği ile kaplamaların tozlaşma performansının değişimi	71
A.1	A çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların TEM yüzey görüntüleri (1500x).....	85
A.2	B çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların TEM yüzey görüntüleri (1500x).....	87
B.1	A çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların TEM kesit görüntüleri (3500x).....	91
B.2	B çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların TEM kesit görüntüleri (3500x).....	93
C.1	A çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların tozlaşma performansı.....	97
C.2	B çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların tozlaşma performansı.....	98

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>No</u>	<u>Sayfa</u>
1.1 FeZn sistemindeki fazların özellikleri	4
1.2 FeZn fazlarının korozyon potansiyeli ve polarizasyon direnci	19
3.1 Deneylerde kullanılan çelik sacların kimyasal bileşimi (% ağı.)	43
3.2 Deneylerde kullanılan malzemelerin yeniden kristalleşme tavlama proses parametreleri	44
3.3 Deneylerde kullanılan tavlama çevrimleri	46

EK AÇIKLAMALAR DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
A TAVLAMA ÇEVİRİMLERİ SONRASINDA A VE B ÇELİKLERİNDE OLUŞAN KAPLAMA YÜZEYLERİ.....	83
B TAVLAMA ÇEVİRİMLERİ SONRASINDA A VE B ÇELİKLERİNDE OLUŞAN KAPLAMALARIN KESİTLERİ	89
C TAVLAMA ÇEVİRİMLERİ SONRASINDA A VE B ÇELİKLERİNDE OLUŞAN KAPLAMALARIN TOZLAŞMA PERFORMANSI.....	95

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

a	: genişlik
A	: alan
b	: uzunluk
c	: hız sabiti
d	: kalınlık
I_{korozyon}	: korozyon akım şiddeti
n	: malzeme sabiti
t	: zaman
P_D	: polarizasyon direnci
Ra	: yüzey pürüzlülüğü
α	: Fe-Zn faz diyagramındaki alfa fazı
δ	: Fe-Zn faz diyagramındaki delta fazı
δ_{1k}	: kompakt delta _{1k} fazı
δ_{1p}	: çit biçimli delta _{1p} fazı
Γ	: FeZn faz diyagramındaki büyük gama fazı
Γ_1	: FeZn faz diyagramındaki büyük gama 1 fazı
ζ	: FeZn faz diyagramındaki zeta fazı
η	: Fe-Zn faz diyagramındaki eta fazı
Φ_{korozyon}	: korozyon potansiyeli

KISALTMALAR

AAÇ	: arayer atomsuz çelik
ADDKÇ	: alüminyumla durgunlaştırılmış düşük karbonlu çelik
DAÇK	: demirle alaşımlanmış çinko kaplama
DAT	: demirle alaşımlama tavı
GEM	: geçirimli elektron mikroskobu
SÇK	: saf çinko kaplama

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ (devam ediyor)

- SDÇK : sıcak daldırmayla çinko kaplama
SYÇK : sürekli yöntemle çinko kaplanmış
TEM : taramalı elektron mikroskobu

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Soğuk haddelenmiş çıplak saclarla karşılaştırıldığında çinko kaplı çelik saclar üstün korozyon direncine sahiptir. Çinko kaplı çelik saclar otomotiv, inşaa sektörü ve ev aletleri gibi çeşitli alanlarda geniş ölçüde kullanılmaktadır. Özellikle otomotiv sektöründe birleştirme amacıyla yoğun bir şekilde kullanılan punto kaynağındaki bakır elektrod ucunun saf çinko kaplama (SÇK)'daki çinko ile reaksiyona girip pirince dönüşmesi nedeniyle, soğuk haddelenmiş çıplak saclar için 20.000 çevrim olan bakır elektrod ucunun ömrü SÇK'lı çelik saclarda dramatik bir şekilde 600'e düşmektedir. Bu sorunu çözmek için, sıcak daldırma yöntemi ile saf çinko kaplanmış çelik sacın alevli, elektrik dirençli yada indüksiyon tipi bir ısıtıcı ile ısıtılması sırasında çelik sacdaki demirin hemen üzerindeki kaplama içerisine yayılması ile elde edilen demirle alaşımlanmış çinko kaplama (DAÇK)'lar geliştirilmiştir. DAÇK'lar çelik/kaplama ara yüzeyinden kaplama yüzeyine doğru gelişen temel olarak Γ , δ ve ζ fazlarından oluşmaktadır. FeZn fazlarından oluşan DAÇK'lar punto kaynağında elektrod ömrünü 4000 çevrime kadar arttırmaktadır. Ancak, gevrek olan FeZn fazları, özellikle Γ , presleme işlemleri sırasında tozlaşma ve pullanma şeklinde kaplamanın çelik yüzeyinden ayrılmasına neden olabilmektedir. 100 HV (Vickers mikrosertliği) sertliğindeki çelik taban ile karşılaştırıldığında DAÇK'dan dökülen 300-500 HV sertliğindeki tozlar pres kalıbına kolaylıkla yapışabilmekte ve hem kalıp, hem de preslenen çelik sacda çeşitli problemlere yol açmaktadır.

Çeliğin çinko ile kaplanması korozif ortamlara maruz kalan çelik parçaları korumak için ticari anlamda kullanılan en önemli tekniklerden birisidir. Teknolojik olarak çinko kaplamanın prensipleri 200 yıldan daha uzun bir süre değişmemiştir. Bununla birlikte, otomobil çamurlukları, otomobillerin iç, dış ve yan panelleri, bina kapıları, otoyol işaret tabelaları, para ile çalışan satış otomatları gibi yeni uygulama alanları çinko kaplama işlemi ve DAÇK'lar gibi yeni tip çinko kaplamalar üzerinde büyük miktarda araştırma yapılmasına yol açmıştır.

DAÇK'lar, SÇK'nın 500°C civarındaki sıcaklıkta tavlanması sırasında yayınmayla gelişen FeZn fazlarından oluşan kaplamalardır. Arzu edilen kaplama özelliklerinin elde edilebilmesi FeZn reaksiyon kinetikleri üzerinde büyük bir öneme sahip olan ısıtma ve soğutma hızı, tavlama sıcaklığı ve süresinin çok iyi kontrol edilmesini gerektirmektedir. Tavlama işlem parametreleri yanında, çinko banyosunun ve taban çelik sacın kimyasal ve fiziksel özellikleri de nihai kaplama içyapısını ve buna bağlı özellikleri etkilemektedir.

DAÇK'lar SÇK'lara göre çok daha iyi punto kaynaklanabilirliği, boya yapışma özelliği ve boyanmış durumda üstün korozyon dayanımı gibi özellikler sunmakta, presle şekillendirme sırasında daha az yapışma olasılığı taşımaktadır (Schnedler 1971, Hisamatsu 1989, Kawaguchi and Hirose 1993, Van der Heiden et al. 1993, Nakamori et al. 1995, Beranger et al. 1996). Presle şekillendirme sırasında karşılaşılabilen tozlaşma ve elektroforetik boyama sırasında ortaya çıkabilen krater oluşumları optimum kaplama özelliklerinin oluşturulmasıyla çözümlenebilmektedir (Schnedler 1971, Kawaguchi and Hirose 1993, Kato et al. 1993, Van der Heiden et al. 1993, Nakamori et al. 1995, Beranger et al. 1996).

Otomotiv imalatında DAÇK'lı çelik sacların presle şekillendirilmesi en önemli konulardan birisidir. Bu konuda yapılan araştırmalara göre, presle şekillendirme işlemleri sırasında ortaya çıkabilen tozlaşma özelliği DAÇK içerisindeki demir içeriği yanında mevcut fazlara son derece duyarlıdır.

1.1 ÇİNKO KAPLAMA

Çinko kaplama, demir esaslı ürünleri atmosferik korozyona, toprakaltı ve sualtı korozyonuna karşı korumak için yaygın olarak kullanılan bir koruma yöntemidir. Temel olarak çinko kaplama çeliği üç şekilde korumaktadır (Townsend 1994):

1. Yüzeydeki sürekli çinko filmi çeliği bulunduğu korozif ortamdan ayırır.
2. Kaplamada bir süreksizlik olması durumunda, çeliği korumak için kurban olarak davranır (katodik koruma).
3. Zamanla oluşan çinko korozyon ürünleri genel korozyon hızını yavaşlatır.

Kendini kurban etme özelliği galvanik seride çinkonun çeliğe göre daha elektronegatif olmasından kaynaklanmaktadır. Normal oda sıcaklığında ve çoğu ortamda çinkonun korozyon

potansiyeli çelikten yaklaşık olarak 0,4 V daha fazladır. Bu yüzden, kaplamada bir süreksizlik olduğunda (çelik açığa çıktığında) önce çinko korozyona uğrayarak çeliğe galvanik koruma sağlamaktadır. Bu şekildeki bir koruma çinko kaplı ürünlere pratikte pek çok avantaj sağlamaktadır; örneğin, çinko kaplanmış parçaları kesmek, bunlarda delikler açmak tüm konstrüksiyonun dayanıklılığında neredeyse hiç bir olumsuzluk yaratmamaktadır.

Kaplama metalinin uzun süre etkin bir korozyon bariyeri olarak hizmet etmesi için çelik tabandan daha düşük hızda korozyona uğraması gerekir. Kaplamanın ıslak kaldığı süre, ortamdaki klor ve sülfat iyonlarının seviyesi gibi etkenlere bağlı olarak korozyon hızı büyük ölçüde değişmesine rağmen; çinko farklı ortamlardaki açık hava korozyonuna çelikten iki kat daha dirençlidir. Açık havaya maruz kalan çinko kaplamaların yüzeylerinde zamanla neredeyse çözünmeyen koruyucu bir çinkokarbonat [$2ZnCO_3 \cdot Zn(OH)_2$] filmi oluşur. Bu oluşum çinko kaplamaların genel korozyon hızını azaltan en önemli etkenlerden birisidir (Porter 1994).

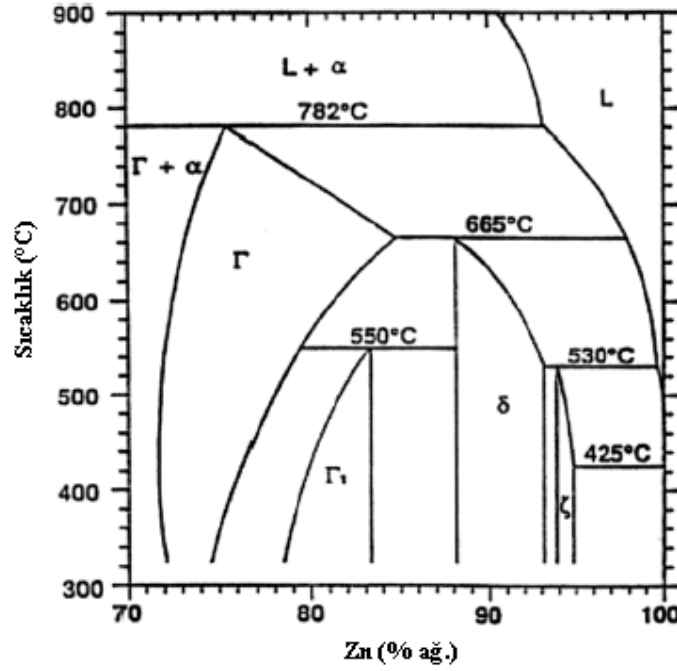
Çinko kaplamalar, deniz atmosferinde tatmin edici bir koruma sağlarken, endüstriyel baca gazlarının bulunmadığı kırsal kesimde en uzun süreli korumayı sağlamaktadır (Sheir et al. 2000). Ancak yüksek ölçüde asidik gazların bulunduğu endüstriyel ortamlarda çinko kaplamalar çok hızlı bir şekilde korozyona uğradıklarından yeterli koruma sağlayamamaktadır. Bu yüzden bu tür ortamlarda kullanılacak parçalar çinko kaplamaya ek olarak aside dayanıklı boyalarla boyanmaktadır.

Yukarıda açıklanan özellikler korozif ortamlardaki çelik yapılar için çinko kaplamayı (özellikle bu parça düşük maliyette ve pahalı bir bakım gerektirmeden uzun süre kullanılacaksa) ideal bir koruma yöntemi yapmaktadır. Bu nedenle, günümüzde çinko kaplanmış çelik malzemeler en fazla kullanılan kaplamalı çelik üründür.

1.2 SICAK DALDIRMA ÇİNKO KAPLAMA İŞLEMİ

Sıcak daldırmayla çinko kaplama (SDÇK), demir esaslı bir malzemenin sıvı çinko banyosu içerisine daldırılarak yüzeyinin koruyucu bir çinko tabakasıyla kaplanması işlemidir. Uzun daldırma süreleri yada daha sonra bahsedilecek olan alaşımlama tavı sırasında demir ve çinko arasında gelişen reaksiyonlar sonucunda kaplama içerisinde Şekil 1.1'deki Fe-Zn faz diyagramının çinkoca zengin köşesinde görülen fazlar oluşmaktadır. Bunlar, ζ (zeta), δ

(delta), Γ_1 (gama1) ve Γ (gama) fazlarıdır. Faz diyagramında gösterilmemesine rağmen η (eta) fazı % 0,03 Fe çözünlüğüne sahip olan bir FeZn katı çözeltilisidir. Bu fazların temel özellikleri Çizelge 1.1’de özetlenmiştir.



Şekil 1.1 Fe-Zn faz diyagramının çinkoca zengin köşesi (Massalski 1992).

Çizelge 1.1 Fe-Zn sistemindeki fazların özellikleri (* Beranger et al. 1996, **Marder 2000).

Faz	Kristal sistemi* **	Formülü*	Formülü**	Sertliği* (HV)	Sertliği** (HV)
η	Hegzagonal	Zn	Zn(Fe)	37	52
ζ	Monoklinik	FeZn ₁₃	FeZn ₁₃	270	208
δ	Hegzagonal	FeZn ₇	FeZn ₁₀	450-470	358
Γ_1	KYM	FeZn ₄	Fe ₅ Zn ₂₁	510-550	505
Γ	KHM	Fe ₃ Zn ₁₀	Fe ₃ Zn ₁₀	450	326
α	KHM	Fe	Fe(Zn)	150	104

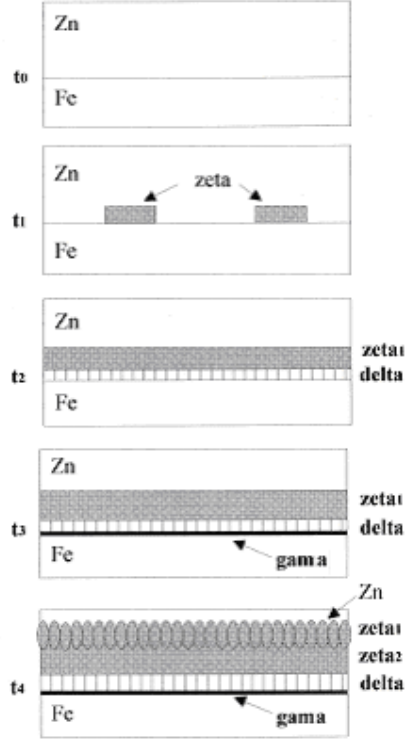
X ışını difraksiyon paternlerinde bir farklılık görülmemesine rağmen, kaplama içerisinde en yüksek oranda bulunan δ fazının sertlik, dağlayıcılara karşı tepki ve yayınma davranışı açısından birbirlerine göre farklılıklar gösteren çit biçimli (palisade) δ_{1p} ve kompakt (compact) δ_{1k} fazlarından oluştuğu ileri sürülmüştür (Mackowiak and Short 1976, 1979). Bu

fazlardan demirce zengin taraftaki façeta yüzeyli (faceted) δ_{1k} fazı çinkoca zengin taraftaki sütunsal (columnar) δ_{1p} fazından daha serttir (Hong and Saka 1997).

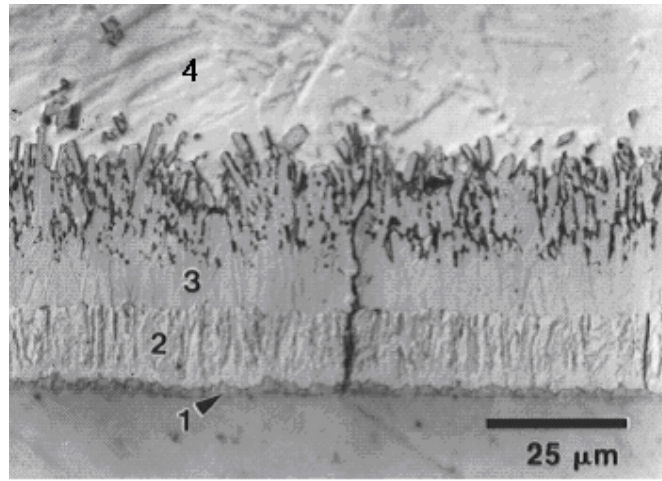
1.3 ÇİNKO BANYOSUNDA FeZn FAZLARININ OLUŞUMU

450-490°C sıcaklıklarındaki sıvı çinko banyosuna daldırılan bir çelik parça üzerinde oluşan kaplama içerisinde şu fazlar görülebilmektedir: Γ , Γ_1 , δ ve ζ fazı. Bu fazların FeZn arayüzeyindeki çekirdeklenme sırası ζ fazıyla başlar, δ fazı ile devam eder ve en sonunda sütunsal Γ fazı oluşur (Şekil 1.2). Işık mikroskopunda, Γ fazı çok küçük görüldüğünden bu tabakanın hem Γ hem de Γ_1 fazlarını içerdiği varsayılır. Kato et al. (1998) dağlanmış kesitlerde Γ_1 fazının taramalı elektron mikroskobu (TEM) ile gerçekleştirilen kesit incelenmelerinde dahi görünemeyeceğini, bu konuda en güvenilir yöntemin geçirimli elektron mikroskobu (GEM) olduğunu ileri sürmüştür.

Tipik bir sıcak daldırma çinko kaplamanın kesitten görünümü Şekil 1.3' teki gibidir. Burada Γ ve Γ_1 fazları çelik taban ve δ fazı arasındaki düz arayüzeyde ince bir tabaka şeklinde görünür. δ fazı tercihi olarak hegzagonal yapısının bazal düzlemi (0001) boyunca arayüzeye dik bir doğrultuda büyüdüğünden sütunsal bir biçime sahiptir (Rangarajan et al. 1989). Banyo çıkışında δ faz tabakasının bazal düzlemleri boyunca yukarıda ζ fazına aşağıda ise Γ ve Γ_1 fazlarına doğru ilerleyen kılcal çatlaklar oluşur. ζ fazı demirce aşırı doymuş ergiyik içerisinde iki tabakadan oluşmaktadır: δ fazına bitişik olan taraf demire doymuş olarak sütunsal bir biçimde büyür; ancak üstteki ergiyik demire aşırı ölçüde doyarsa burada yeni ζ kristalleri için yeterince çekirdek bulunacağından ergiyik içerisinde katılarak η fazı ile ayrılmış sayısız direk tipinde (pillar-like) ζ kristali oluşacaktır (Hortsmann 1986).



Şekil 1.2 Al içermeyen 450°C'deki bir çinko banyosunda FeZn faz tabakaları oluşumunun şematik gösterimi (Jordan and Marder 1997a).



Şekil 1.3 Al içermeyen 450°C'deki bir çinko banyosunda çok düşük karbonlu bir çeliğin 300 s çinko kaplanması sonrasında kaplama kesitinde görülen fazlar. (1) Γ fazı (Γ ve Γ_1), (2) δ fazı, (3) ζ fazı, (4) η fazı (Marder 2000).

1.4 ÇİNKO BANYOSUNDAKİ FeZn REAKSİYON KİNETİĞİ

Fe(katı)-çinko(sıvı) arasındaki reaksiyonlar endüstriyel ölçekteki SDÇK işlemlerinde önemli yer tutmaktadır. Saf Fe-Zn'den oluşan bir sistemde yaklaşık 490°C'ye kadar FeZn faz tabakalarının büyümesi paraboliktir (bu bölge alt parabolik bölge olarak adlandırılır). 520°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda FeZn reaksiyon kinetiği yine paraboliktir (üst parabolik bölge). "Lineer bölge" olarak adlandırılan bu iki sıcaklığın arasındaki büyüme hızı son derece yüksektir (Aubell et al. 1972, Mackowiak and Short 1976).

SDÇK çalışmalarından elde edilen veriler aşağıdaki genel eşitlikten yararlanarak değerlendirilir.

$$d = ct^n \quad (1.1)$$

Burada, d belirli bir t zamanından sonra oluşan tabaka kalınlığıdır. c ve n sabitlerdir. c hız sabiti, demir ve çinko saf olduğunda yalnızca sıcaklığa bağlı bir etkendir. n eksponansiyeli farklı büyüme hızlarını karakterize etmektedir ve karşılaştırma amacıyla kullanılabilir. Buna göre, n = 0,5 değeri yaygın kontrollü parabolik bir büyüme hızını, n = 1 ise lineer bir büyüme hızını gösterir.

1.5 ÇİNKO BANYOSUNA ALAŞIM İLAVELERİ

Aluminyum, çinko kaplı çelik sacların biçimlendirilmesi sırasında kaplamanın kalkmasına yol açan kalın ve sürekli FeZn fazlarının oluşumunu engellemek için % 0,1-0,2 aralığında çinko banyosuna ilave edilir. Banyodaki aluminyum FeZn fazlarının büyümesini geciktiren bir bariyer oluşturacak şekilde tercihi olarak demir ile reaksiyona girer ve ince bir Fe₂Al₅ fazı oluşturur (Ghuman and Goldstein 1971, Kikaldy and Urednicek 1973).

Kurşun, bir kalıntı şeklinde çinko banyosunda bulunmaktadır. Kurşunun varlığı SDÇK'lı çöp kutularında karşılaşılabilen dendritik yüzey oluşumlarına benzeyen pulsu görünümüne neden olmaktadır. Tarih boyunca SDÇK'ları korozyona karşı daha az dayanıklı olan elektrolitik kaplamalardan ayırmak için SDÇK'ların bu tip görünümünden yararlanmıştır (Townsend 1994). Geçmişte bu ayrımı sağlayacak şekilde pulsu görünüm oluşturmak için çinko

banyosuna yaklaşık % 0,1 kurşun ilave etmek yaygın bir uygulama olmuştur. Ancak, çevresel baskılar sonucunda SDÇK'larda kurşun kullanımını azaltmıştır. Günümüzde antimuan, kurşunun çevresel dezavantajlarından kaçınmak amacıyla pulsü görünümlü kaplamaların üretilmesinde sıklıkla kullanılmaktadır.

Pulsü görünümlü kaplamalar, kaplı sacın şekillendirilmesi sırasında belirli kristalografik düzlemler boyunca çatlama eğilim göstermektedir (Jaffrey et al. 1980). Otomobiller ve binalardaki dış kaplamalar gibi görünümün önemli olduğu uygulamalarda boyalı sac kullanıcıları pulsüz bir yüzey arzu etmektedir (Porter 1991). Bu durumda, kurşun ve diğer pul yapıcı elementler banyodan uzaklaştırılır. Çinko banyosunun kimyasal bileşimini değiştirmeden aynı hat üzerinde hem pullu hem de pulsüz kaplama üretilmek istendiğinde, alternatif olarak sıyırma işleminin hemen sonrasında ergiyik kaplama yüzeyine buhar, su yada ince çinko tozu püskürtülür. Püskürtme, kaplama yüzeyindeki pul boyutunu azaltmak için pul çekirdeklenme alanlarının sayısını artırır. SDÇK'ların yüzey pürüzlülüğündeki daha yüksek beklentiler kaplama yüzeyinin yüzeysel bir temper haddeleme işleminden geçirilmesiyle elde edilmektedir.

1.6 SICAK DALDIRMAYLA ÇİNKO KAPLAMA YÖNTEMLERİ

SDÇK, endüstride kaplanacak parçaların kaplama öncesi durumlarına bağlı olarak iki farklı şekilde gerçekleştirilmektedir. Sürekli yöntem şekillendirilmemiş çelik şeritler için bir avantaj sağlarken, yığın yöntemi daha çok işlenmiş (boru, profil gibi) bireysel yada grup şeklindeki parçalar (civata, somun gibi) için tercih edilmektedir.

1.6.1 Yığın Yöntemi

Bu yöntemde sıcak daldırmayla çinko kaplanacak parçalar tek tek yada grup şeklinde çinko banyosuna daldırılır ve istenilen kaplama kalınlığına ulaşıncaya kadar banyoda tutulduktan sonra banyodan çıkarılır. Yöntemin avantajı, oluşan kaplamanın imalat işleminden sonra ortaya çıkan kesik kenarları, üst üste binmeleri, perçinli ve kaynaklı bölgeleri tamamıyla örterek çelik parçada herhangi bir açıklık bırakmamasıdır. İşlem basit ve çok yönlüdür. Yığın yöntemi civata, somun gibi çok küçüklerinden köprü ve binalar için yapısal kirişler gibi çok büyüklerine kadar çok değişik boyuttaki parçaların kaplanmasında kullanılabilir. Parça şekli

yıgın yönteminde sınırlayıcı değildir: Borular, açık kaplar, variller, tanklar, ısı eşanjörleri gibi karmaşık şekilli parçaların içi ve dışı bu yöntemle bir defada kolayca kaplanabilmektedir.

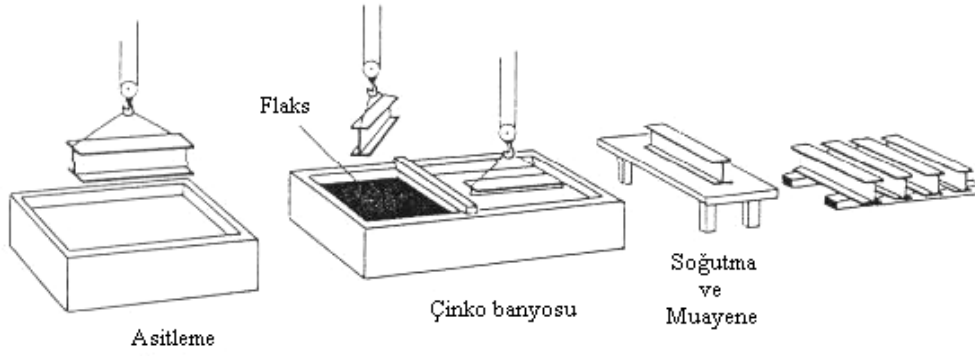
Yıgın işleminde, şekillendirme işlemlerinden kalan yağ, gres gibi artıklar veya kaplanacak parçaların üzerlerindeki boya kalıntıları alkali çözeltiyle yada solventle giderilir. Epoksi esaslı boya kalıntıları yakılarak, kaynak cürufu gibi kalıntılar ise kumlama yada zımparalamayla uzaklaştırılır. Parça yüzeyindeki tufal yada pas tabakaları sulandırılmış hidroklorik asit yada sülfürik asit kullanılarak giderilir.

Temizleme işlemlerinden sonra yüzeylerin yeniden oksitlenmesini engellemek amacıyla kaplanacak parçalar çinko banyosuna daldırılmadan önce son olarak flakslanır. Flaksın uygulanış şekline göre SDÇK işlemi yaş ve kuru olmak üzere ikiye ayrılır.

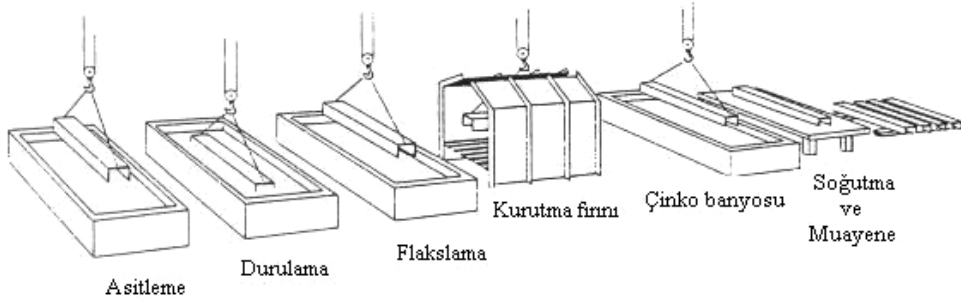
Yaş kaplama işleminde, çinkoamonyumklorürden oluşan bir flaks ergiyiği çinko banyosunun bariyerle ayrılmış bir bölümünü örtmektedir (Şekil 1.4). Asitlemeden geçirilerek durulanmış ıslak çelik parçalar banyonun flaks ergiyikli tabakasından geçirilerek çinko banyosuna daldırılır ve yüzeyinde flaks örtüsü olmayan diğer tarafından çıkarılır.

Kuru kaplamada ise çelik parçalar yağ giderme ve asitleme işlemlerinden geçirildikten sonra çinkoamonyumklorürden oluşan bir flaks çözeltisine daldırılır (Şekil 1.5). Flaks çözeltisinden çıkarılan parçalar kurutulur ve ardından çinko banyosuna daldırılır.

Her iki yöntemde de ergiyik çinko banyosunun sıcaklığı 445-455°C arasında muhafaza edilmekte ve daldırma süresi 3-6 dakika arasında değişmektedir. Daldırma süresi, üstte saf çinkodan ve arayüzeyde ise FeZn fazlarından oluşan kaplamanın kalınlığını kontrol etmek için kullanılmaktadır. Banyo çıkışında, oluşan kaplamanın homojen dağılması ve aşırı çinkonun uzaklaştırılması amacıyla titreşimden yada santrifüjden yararlanır. Banyodan çıkan parçalar havada yada suda soğutulur.



Şekil 1.4 Yaş SDÇK'nın şematik görünümü (Kirkbride 1987).



Şekil 1.5 Kuru SDÇK'nın şematik görünümü (Kirkbride 1987).

1.6.2 Sürekli Yöntem

Sürekli yöntemde birbirine kaynakla bağlanmış çelik şeritler 200 m/dak'lık hızlarda sıcak daldırma yöntemiyle çinko kaplanabilmektedir. Genel amaçlı kullanım için tek yüzeyde 19 μm 'luk bir kaplama kalınlığı çok yaygındır (bu değer her iki yüzey için 275 g/m^2 'lik bir kaplama ağırlığına karşılık gelmektedir). Daha kalın kaplamalar otoban drenaj kanalları gibi korozyon direncinin en yüksek oranda istendiği uygulamalarda kullanılmaktadır. Şekillenebilirlik ve kaynaklanabilirliğin anahtar olduğu otomotiv endüstrisinde 90 g/m^2 gibi hafif kaplamaların kullanımı daha yaygındır.

Sürekli yöntemde tipik temizleme adımları; alkali temizleme, asitleme (her ikisi de elektrolitik olabilir), oksidasyon (gaz atmosferinde) ve redüksiyondan (gaz atmosferinde)

oluşmaktadır. Gaz atmosferindeki redüksiyonun en son temizleme adımı olduğu durumda çelik havayla temas etmeden koruyucu bir tüp içerisinde ergiyik çinko banyosuna daldırılır. En son temizleme adımı asitleme ise, çelik şerit sıvı çinko banyosuna daldırılmadan önce yüzeyinde kalan oksitleri çözen ve daldırma işlemine kadar koruyucu bir özellik taşıyan sıvı bir flaks çözeltisinden geçirilir.

Yukarıdaki temizleme işlemlerinden sonra çelik şerit sıvı haldeki çinkonun yüzeyini ıslatması ve kendisiyle reaksiyona girmesine fırsat verecek ölçüde kaplama banyosuna daldırılır. Kaplanmış çelik şerit ergiyik banyosundan çıkarken yüzeyindeki aşırı çinko kaplama hava jetleriyle istenilen kalınlığa ulaşmaya kadar süpürülür.

Kaplama kalınlığı, kaplanmış çelik sacların performansının belirlenmesinde anahtar rolü oynamaktadır. Genelde kalın kaplamalar daha yüksek korozyon direnci sağlarken, ince kaplamalar daha iyi biçimlenebilirlik ve kaynaklanabilirlik özelliği sunmaktadır. Bu nedenle sürekli yöntemle çinko kaplanmış (SYÇK) çelik saclar için tipik uygulamalar, inşaat, otomotiv, beyaz eşya gibi geniş bir aralığı kapsamaktadır.

Kaplanmış çelik ürünler arasında SYÇK çelik sac üretim ve tüketim anlamında en yüksek paya sahiptir. Son yıllarda ortaya çıkan belirgin artışın en büyük nedeni, özellikle otomotiv endüstrisinde korozyona dayanım konusunda artan müşteri taleplerini karşılamak için kaplanmış çeliğin çıplak çeliğin yerini almasıdır (Sakae et al. 2004).

SYÇK düşük karbonlu çelik saclar geniş bir aralıktaki mekanik özellikler ile temin edilebilmektedir. Çıplak çelikte karşılaştırıldığında, kaplama işleminin ısı etkisiyle çelikteki karbonun çökmesi sonucunda ortaya çıkan yaşlanma sertleşmesinden dolayı SDÇK'lı düşük karbonlu çelik sacın sünekliği bir miktar düşmektedir. Endüstrideki ekstra derin çekme işlemleri, vakumda gaz giderme ve Ti ve/veya Nb ile stabilizasyon sonucunda çok düşük karbon seviyelerine inilen arayer atomsuz çelik (AAÇ) kaliteleriyle yapılmaktadır. Bu tür çelikler SDÇK işleminin ısı etkisine oldukça duyarsız olup mükemmel bir biçimlenebilirlik sunmaktadır (Takechi 1992).

Pratikte sürekli SDÇK yapan tesisler **soğuk ve sıcak** hatlar olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Her iki hattın çinko potasına kadar olan işlem kademeleri farklı olup, sonraki kısımlarda görünür bir farklılık yoktur.

1.6.2.1 Soğuk Hatlar

Soğuk hatlarda, çelik şerit sıvı haldeki çinko banyosuna girmeden önce alkali banyosunda temizlenir, asitlenir, sulu bir flaks çözeltiyle flakslanır ve kurutulur. Soğuk hatlar bazen *flakslı* hatlar yada *Cook-Norteman* hatları olarak da adlandırılırlar. Soğuk işlem hatları sınırlı ısıtma kapasitesine sahip olduğundan, yeniden kristalleşme tavına gereksinim duyan soğuk haddelenmiş durumdaki çelik saclar önce ya yığın tavlama işleminden geçirilir yada ayrı bir sürekli tavlama hattında tavllanır.

Kaplama için şerit yüzeyinin hazırlanması alkali çözelti içerisinde ve elektrolitik yöntemle yağ alma, hidroklorik asitle temizleme ve bir çinkoamonyumklorür çözeltisinden geçirerek flakslama işlemlerini kapsar. Yüzeydeki flaks çözeltisinin sıcak havayla kurutulmasından sonra şerit sıvı çinko banyosuna girer. Banyoya nispeten düşük sıcaklıkta girdiğinden banyodan şeride önemli miktarda ısı aktarımı olmaktadır. Bunun sonucu olarak, aynı miktarda çıktı elde edebilmek için soğuk hatlar eşdeğer bir sıcak hattan daha büyük bir ısıtma kapasitesine sahip olmalıdır.

1.6.2.2 Sıcak Hatlar

Sıcak hatlarda, yüzeyi kaplamaya hazırlamak için çelik şerit önce temizlenir ve hemen ardından hidrojen ve azot karışımından oluşan redükleyici bir gaz atmosferinde ısıtılır. Soğuk haddelenmiş çeliğin yaklaşık 700°C olan yeniden kristalleşme sıcaklığının üzerine ısıtılarak tavllanması bu işlemin bir parçasıdır. Sürekli bir çevrim içerisinde temizleme, ısıl işlem adımlarının birleştirilmesi ve sacın kaplama sıcaklığına getirilmesi, sıcak hatların ekonomik olmasına katkıda bulunur. Yeniden kristalleşme tavi olmaksızın daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilen sıcak işlem sıcak haddelenmiş ve asitlenmiş çelikler yada daha önce tavlamadan geçirilmiş olan soğuk haddelenmiş çelikleri kaplamak için kullanılmaktadır.

Yılda 450.000 ton üretim kapasitesine sahip olan gelişmiş bir sıcak hat Şekil 1.6'daki gibidir. Burada çelik şerit ruloları ilk olarak girişteki açıcılara getirilmektedir. Her rulonun baş kısmı bir direnç kaynağıyla önünde ilerleyen rulonun kuyruk kısmıyla birleştirilmektedir. Kaynak işlemi sonrasında, şerit, soğuk haddeleme prosesinden kalan yağ, kir ve artık demir tozlarını gidermek için alkali bir banyodan oluşan ilk temizleme bölümüne girer. Daha fazla temizlik

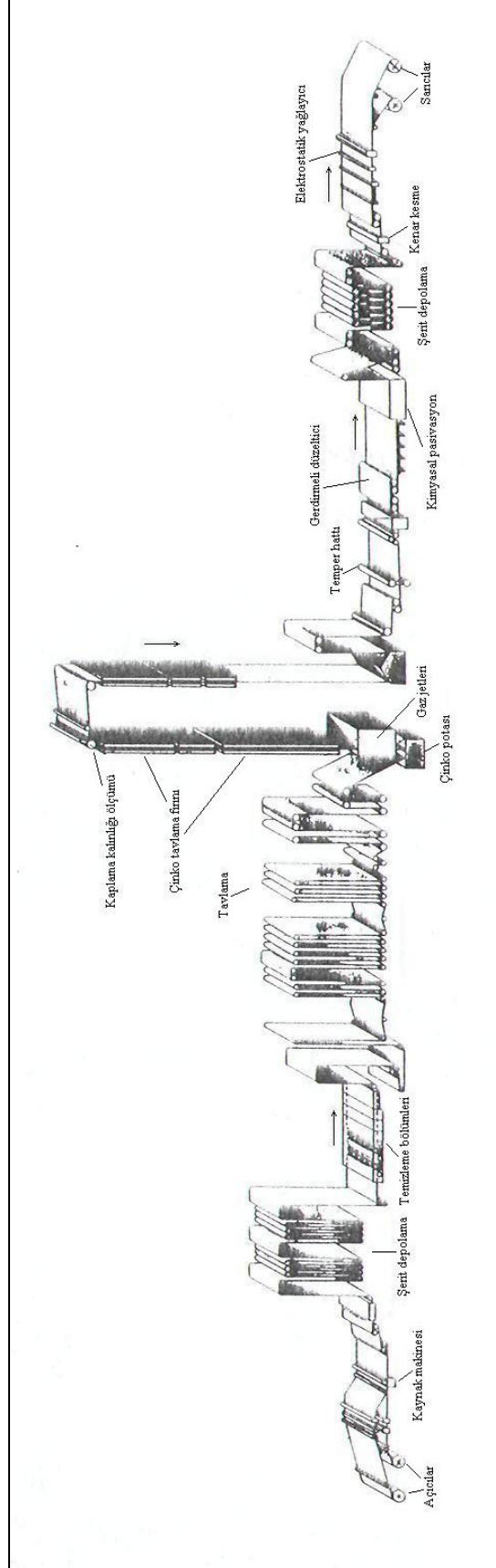
için şerit yüzeyi mekanik fırçalama ve elektrolitik alkali temizleme işlemlerinden geçirilir. Eski tip hatlarda şerit yüzeyinin temizliği, yağ kalıntılarının doğrudan gaz brülörü alevinde yakılmasıyla sağlanmaktadır.

Temizleme işleminin ardından, şerit, yüzeyindeki demiroksitleri indirgeyen hidrojen ve azot karışımından oluşan bir atmosfere sahip radyant tüp ısıtmalı bir fırın içerisinden geçer. Bu tip bir redükleyici fırın atmosferi sıvı çinko tarafından kolayca ıslatılabilen çok temiz bir yüzey oluşturur. Soğuk haddelenmiş şeridin tavllanması 700°C'nin üzerindeki bir yeniden kristalleşme sıcaklığının üzerine ısıtılmasıyla gerçekleştirilir. Tavlamanın ardından çinko banyosunun aşırı ısınmasından kaçınmak için şerit, banyo sıcaklığı civarına (yaklaşık 460°C'ye) soğutulur. Bu amaçla çoğu modern hatta jet soğutucular kullanılmaktadır.

Çelik şerit daha sonra içerisinde sıvı halde çinko bulunan potaya girer. Modern potalar indüksiyonla ısıtılan refrakterle örülmüş çelik kaplardır. Banyo içerisindeki donanımlar sıvı çinkonun korozif etkisine karşı genellikle AISI 316 kalite paslanmaz çelik yada benzeri bir alaşımdan imal edilir.

Şerit potayı terk ederken bir sıvı çinko filmi yüzeye yapışır. Sıvı çinko filminin (kaplama) kalınlığı, kaplanmış şeridin, aşırı kaplamayı sıyıran gaz jetlerinin arasından geçirilmesiyle kontrol edilir. Kaplama kalınlığı gaz jetlerinin geometrisi, hızı ve şeritle aralarındaki uzaklığa bağlıdır. Gaz jeti buhar, hava yada azot gazından oluşabilir. Hat üzerindeki x-ışını yada izotop ölçerler sürekli olarak kaplama kalınlığını izler ve gerekli ayarların yapılmasına fırsat verir.

Bazı kaplama tesislerinde, potanın üstü ve gaz jetlerinin çevresi kapatılmıştır. Kapalı bölge banyonun hava ile oksidasyonunu azaltmak için azotla temizlenir. Bu yöntem yüzey kusurlarının oluşma riskini azaltır ve daha homojen bir kaplama oluşturur.



Şekil 1.6 Tipik bir sıcak hatun şematik görünümü (Townsend 1994).

Şerit yüzeyinin uzunluğu ve genişliği boyunca homojen bir kaplama oluşturulması çinko kaplanmış çelik sacın kalitesini ve performansını etkileyen önemli bir etkidir. Bu nedenle, kötü bir şerit profilinden yada titreşimle şerit ve gaz jetleri arasındaki mesafenin dalgalanmasından kaçınılmalıdır.

Kaplama işleminden sonra, şerit sıcaklığını düşürmek için hava üflemeli soğutma yapılır. Bu işlem aynı zamanda tepe merdanesiyle temas eden kaplamanın hasarlanmasını engeller. Hat çıkışında kaplanmış şerit rulo şeklinde yeniden sarılmadan yada boya kesilmeden önce bir yada daha fazla son işleme tabi tutulur.

1.6.3 Son İşlemler

Kaplama yapıldıktan sonra kaplanmış şeridin mekanik davranışını, görünümünü, korozyon direncini ve özelliklerini iyileştirmek için uygulanan son işlemler aşağıdaki gibidir:

- Kaplanmış sacın düzgünlüğünü iyileştirmek için gerdirmeli yada merdaneli doğrultma.
- Yüzey pürüzlülüğünü ayarlamak ve süreksiz akma davranışını bastırmak için temper haddeleme.
- Mekanik özellikleri iyileştirmek için aşırı yaşlandırma işlemi.
- Daha dar genişlikler için dilme, şeridi istenilen uzunluklarda boya kesme, homojen olmayan kenarları gidermek için kenar kesme.
- Nakliye ve depolama sırasında korozyona karşı geçici koruma sağlamak için kromat çözeltisi ile pasifleştirme. (Pasifleştirme işlemi, asidik bir kromat çözeltisinin spreysel şekilde şerit yüzeyine püskürtülmesi yada şeridin bir kromat çözeltisine daldırılması ve ardından sıkma merdaneleriyle yüzeyinde kalan aşırı çözeltinin sıyırılması ve sıcak havayla artı kalanın kurutulması yöntemleriyle uygulanabilmektedir.)
- Preste şekillendirme sırasında kayganlık sağlamak için yağlama.
- Boyanabilirliği iyileştirmek için kimyasal ön işlemlerden geçirme (çinkofosfat yada kromoksit kaplama).
- Kaynaklanabilirliği iyileştirmek için elektrolitik flaş kaplama yöntemiyle demir kaplama.

Genelde, bu işlemlerin çoğu ayrı bir işlem olarak hat dışında yapılabilmesine rağmen gerekli donanım sağlanması durumunda sürekli işlemin bir parçası olarak aynı hat üzerinde daha ekonomik olarak uygulanabilmektedir.

1.7 DEMİRLE ALAŞIMLANMIŞ ÇİNKO KAPLAMA

SÇK'nın özelliklerini değiştirmek amacıyla, SDÇK işlemi sonrasında uygulanan işlemlerden birisi SÇK'nın kaplama banyosu çıkışında tavlama işlemidir. Tavlama işlemi sonrasında parlak SÇK'ların yerini homojen mat görünümdeki DAÇK almaktadır.

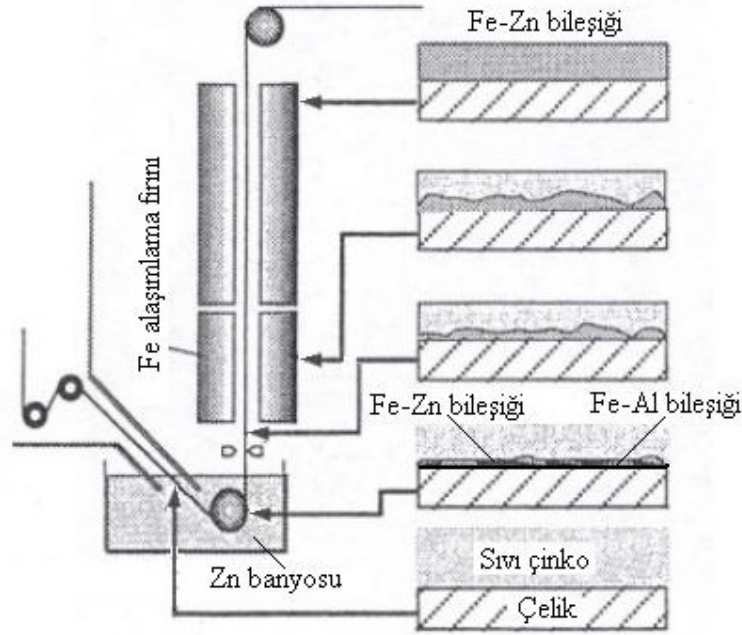
DAÇK'lar SÇK'lara göre çok daha iyi punto kaynaklanabilirliği, boya yapışma özelliği ve boyanmış durumda korozyon dayanımı sunmakta, presle şekillendirme sırasında daha az yapışma olasılığı taşımaktadır. Ayrıca, presle şekillendirmede karşılaşılabilen tozlaşma ve elektroforetik boyama sırasında ortaya çıkabilen krater oluşumları optimum kaplama özelliklerinin oluşturulmasıyla çözümlenebilmektedir (Schnedler 1971, Kato et al. 1993, Kawaguchi and Hirose 1993, Van der Heiden et al. 1993, Nakamori et al. 1995, Beranger et al. 1996).

1.7.1 Demirle Alaşımlama Tavı

DAÇK'lar, SÇK'ların 500°C civarındaki sıcaklıkta tavlama sırasında ısı yayınmayla gelişen FeZn fazlarından oluşmaktadır. Tavlama işlemi Şekil 1.7'de görüldüğü gibi sıvı çinko potasının üstündeki gaz alevli, elektrik dirençli yada indüksiyon tipi bir ısıtma ünitesinde sürekli bir şekilde gerçekleştirilmektedir. Çinko banyosunun sıcaklığına bağlı olarak çelik şerit sıvı çinko banyosunu 460 - 480°C'de terk eder. Banyonun hemen üstünde yer alan gaz jetleriyle fazla çinko sıyrılarak istenilen kaplama kalınlığına ulaşılır. Çelik şerit bu sırada 420°C sıcaklığına kadar düşmekte ve ardından tavlama işlemine geçilmektedir (Brisberger et al. 2001).

Arzu edilen alaşımlı kaplama özelliklerinin elde edilebilmesi FeZn reaksiyon kinetiğinin, yani ısıtma hızı, tavlama sıcaklığı ve süresi ve soğutma hızının çok iyi kontrol edilmesini gerektirmektedir. Tavlama işlem parametreleri yanında, çinko banyosunun sıcaklığı ve

kimyasal bileşimi, taban çelik sacın kimyasal bileşimi, yüzeysel ve içyapısal özellikleri de nihai kaplama içyapısını ve buna bağlı özellikleri etkilemektedir (Brisberger et al. 2001).



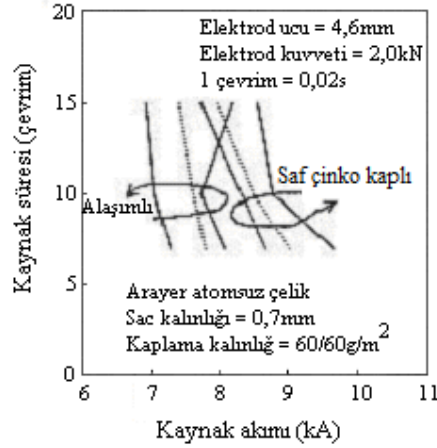
Şekil 1.7 Demirle alaşımlama tavı (Inagaki et al. 1998).

1.7.2 Demirle Alaşımlanmış Çinko Kaplamaların Özellikleri

Otomotiv sektöründe temel olarak üzerine kaplanan çinko tabakası ile korozyondan korunan çelik, ayrıca kendisinden beklenen şekillenebilirlik, kaynaklanabilirlik ve boyanabilirlik gibi özellikleri de karşılayacak şekilde tasarlanmalıdır. Kaplama tipine bağlı olarak değişen bu özellikler aşağıdaki gibidir.

1.7.2.1 Kaynaklanabilirlik

Punto kaynağı, yüksek hızda ve düşük maliyette birleştirmeler yapabilmesi nedeniyle soğuk haddelenmiş saclar için yaygın şekilde kullanılan bir kaynak yöntemidir. Punto kaynağındaki önemli kriterler kaynaklanabilirlik ve elektrod ömrüdür. İyi birleştirmeler kaynak akımı, akış süresi ve elektrod kuvveti gibi malzemeye göre değişen kaynak parametrelerine bağlıdır. Şekil 1.8'den görülebileceği gibi SÇK'lı çelik saclar DAÇK'lı olanlardan daha yüksek kaynak akımı gerektirmektedir.



Şekil 1.8 SÇK'lı ve DAÇK'lı çeliklerin punto kaynaklanabilirliği (Van der Heiden et al. 1993).

SÇK'lı sacların punto kaynağında, bakır elektrodun çinko ile alaşım yapması nedeniyle kaynak elektrodlarının ömrünün azalması önemli bir sorundur. Bu tip bir oluşum kaynak sırasında elektrod ucunun bozulmasına, bu şekilde değişen direnç bölgesel ısınmaların ve oyuklanmaların artmasına yol açmaktadır (Gould and Kimchi 1992). Düşük uç ömrü, kaynak uçlarını yeniden açmak için duruşları sıklaştırmakta bu ise üretimi düşürerek imalat maliyetini arttırmaktadır.

Punto kaynağında elektrod bozulmasının ana nedeni elektrod ve kaplama arayüzündeki sıcaklığın (800°C) çinkonun ergime sıcaklığından (419°C) daha yüksek olmasıdır (Beranger et al. 1996). Kaynak işlemi sırasında kaplamadaki çinko Cu/Cr/Zr alaşımı olan elektrodun bakırıyla pirinç alaşımı yapmaktadır. Elektrodun aktif yüzey çapının artmasına yol açan alaşımlanmış bölgenin mekanik özellikleri orijinal elektrodunkinden daha düşüktür. Aktif yüzey çapının artması kaynak bölgesindeki akım yoğunluğunu ve kaynak bölgesinde oluşan mercimek çapını düşürmektedir.

FeZn fazları daha sert ve daha yüksek ergime sıcaklığına sahip olduğundan DAÇK'larda bakır elektrodun alaşım oluşturması daha zordur (Warnecke 1990). Bu nedenle DAÇK'ların punto kaynağı SÇK'lardan daha iyi olup, elektrod ömrü de daha yüksektir. Elektrod ömründeki iyileşme elektrod ucunda boşluk oluşturmaksızın dış bükey bir şekil alan DAÇK'ların içsel özelliğinden kaynaklanmaktadır (Sakiyama 1990). Bu olgu yüksek akım yoğunluğunun korunmasına izin vermekte ve elektrod ömrünü arttırmaktadır.

1.7.2.2 Korozyon Dayanımı

Çizelge 1.2' deki gibi, FeZn fazlarının korozyon potansiyeli saf demirinkinden (-0.67 V_{SCE}) daha düşük, saf çinkonunkinden (-1.03 V_{SCE}) ise daha yüksektir. FeZn fazlarındaki demir içeriği arttıkça korozyon potansiyelleri saf demire doğru kaymaktadır. Bu nedenle FeZn fazlarının yer aldığı alaşımlı kaplamalar saf çinko kaplamalardan daha düşük bir hızda korozyona uğramaktadır.

Çizelge 1.2 FeZn fazlarının korozyon potansiyeli ve polarizasyon direnci (Lee and Hiam 1989).

Numune	Korozyon potansiyeli $\Phi_{\text{korozyon}} \text{ (V}_{\text{SCE}})$	Polarizasyon direnci $P_D \text{ (ohms)}$	I_{korozyon} (μA)
ζ			
1	-0,940	108	242
2	-0,940	113	231
δ			
1	-0,822	160	163
2	-0,819	197	132
Γ			
1	-0,772	336	78
2	-0,772	343	76
αFe			
1	-0,678	5848	4,5
2	-0,678	6419	4,1

Genel olarak korozyon hızının düşük olması ve ileride açıklanacak iyi boya yapışma özelliğinden dolayı, laboratuvar ortamında gerçekleştirilen hızlandırılmış korozyon testlerinde, boya altı korozyona (underfilm corrosion) dayanım açısından boyanmış durumdaki DAÇK'ı çelik sacların yine boyanmış durumdaki SÇK'ı çelik saclardan çok daha iyi olduğu görülmüştür (Lee and Hiam 1989).

Yüksek demir içeriğinden dolayı boyanmış durumdaki DAÇK yüzeylerinde oluşturulan çizikler üzerinde kırmızı pas oluşumu gözlenmektedir. Kırmızı pas oluşumunu engellemek ve

bu şekilde DAÇK'ların görünüm korozyonuna (cosmetic corrosion) karşı dayanımlarını iyileştirmek için kaplamada ζ faz oranının artırılması (bu şekilde yüzeydeki demir içeriğinin düşürülmesi) önerilmektedir (Lee and Hiam 1989).

Pratikte boyanmamış durumdaki DAÇK'ın korozyon dayanımı konusunda kesin bir şey söylenememektedir (Schnedler 1971). Endüstriyel ortamlarda DAÇK'ın servis ömrü aynı kalınlıktaki SÇK'lılardan bir miktar daha düşükken, denizsel ortamlarda DAÇK'lardaki ağırlık kaybı SÇK'lılardan belirgin ölçüde daha azdır (Schnedler 1971).

1.7.2.3 Boyanabilirlik

SÇK'lar, sıklıkla olduğu gibi kullanılmalarına karşın, bazı uygulamalar boyalı bir yüzey gerektirmekte ve bu durumda boyanabilirlik kaplanmış sac için önemli bir kriter haline gelmektedir. Büyük çiçeksi görümlü çinko kaplamanın boyanması zordur. Bu yüzden çoğu boyanmış SÇK'lı ürün ya çiçeksi görünümü en aza indirilmiş yada temper haddeden geçirilmiş durumdadır. DAÇK'lar mikro ölçekte pürüzlü ve gözenekli yüzeyleriyle boya için mükemmel bir taban oluşturmaktadır (Schnedler 1971, Townsend 1994). Bunun yanında DAÇK'lardaki krater oluşumlarının boyanın mekanik olarak tutunmasında olumlu bir rol oynayacağı belirtilmektedir (Van der Heiden et al. 1993). DAÇK'ların bu avantajları kendilerine boyanmış durumda çok iyi bir korozyon direnci sağlamaktadır.

Korozyondan koruma için çoğu boya uygulamasında karmaşık kaplama kompozitleri kullanılmaktadır. Bunlar, SÇK yada DAÇK'nın üzerinde sırasıyla çinkofosfat yada kromoksit tabakasını, astar ve asıl boya katlarını içermektedir. Çoğu zaman boyama kimyasal ön işlemlerin (çinkofosfat yada kromoksit) üzerine yapılmaktadır. Otomotiv endüstrisinde, otomobil gövdeleri bu şekildeki kimyasal ön işlemin ardından birincil olarak bir elektroforetik boya (e-kaplama) ile kaplanmaktadır. Bu nedenle, e-kaplama ortaya çıkabilecek krater oluşumuna karşı dayanım önemli bir özellik olmaktadır (Irie 1990). Yüksek e-kaplama voltajlarında, biriken boya filminin dielektrik özellikleri aşmasının bir sonucu olarak ortaya çıkan kıvılcım bölgesel ısınmalara yol açarak boyanın önceden kürlenmesine neden olmaktadır (Beranger et al. 1996). Sonuç, boya tabakasında gözle görülebilen ve dış yüzeyler için kabul edilmeyen küçük deliklerin ortaya çıkmasıdır. DAÇK'ların krater oluşumuna duyarlılıkları kaplama yüzeyinde belirli bir miktar ζ fazı bırakılarak yok edilebilmektedir (Beranger et al. 1996).

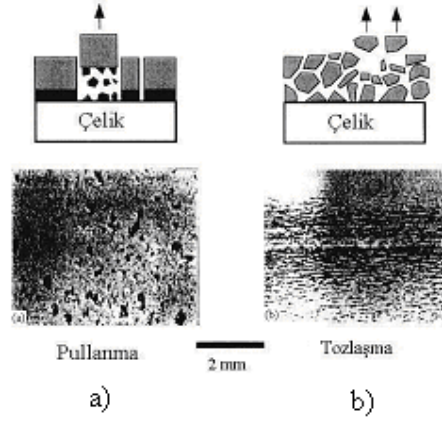
1.7.2.4 Şekillenebilirlik

Çelik sac üzerindeki çinko kaplamanın deformasyon davranışı çeliğin presle şekillendirme işlemindeki performansını etkilemektedir. Alaşımın sonrasında oluşan kaplamadan dolayı, şekillendirme sırasında sac/kalıp arayüzeyinde değişen sürtünme koşulları malzemenin şekillendirmeye tepkisini değiştirebilmektedir (Hong 2005). Kaplanmamış çelik sac ile karşılaştırıldığında DAÇK'lar presle şekillendirme işlemi sırasında daha yüksek sürtünme özellikleri sergilemektedir (Garza and Van Tyne 2007).

Kaplamanın deformasyon davranışı kaplama kalınlığına ve içindeki FeZn fazlarının varlığına ve kalınlığına bağlıdır (Hisamatsu 1989, Shi et al. 1990, Angeli et al. 1993, Kato et al. 1993, Kawaguchi and Hirose 1993, Jordan and Marder 1994, Jordan et al. 1994, Campos et al. 2002, Hong 2005, Garza and Van Tyne 2007). Kaplamadan ayrılıp kalıp yüzeylerinde toplanan partiküller sürtünme davranışında değişikliğe yol açarken, şekillendirilen parçaların da yüzeylerinin bozulmasına neden olmaktadır. Bu nedenle yeterli korozyon dayanımını sağlayacak kaplama kalınlığı ile alaşımın sırasında en uygun yüzey özelliklerini verecek içyapısal gelişimin sağlanması esastır.

DAÇK'lı sacların şekillendirilmesi sırasında ortaya çıkan pullanma ve tozlaşma olayları aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır (Deits and Matlock 1990, Chattopadhyay 2009):

- **Pullanma:** Kaplama kalınlığına yakın boyutta partiküllerin ortaya çıkmasına neden olacak şekilde kaplama/çelik arayüzeyinin ayrılması (Şekil 1.9-a)
- **Tozlaşma:** Kaplama kalınlığından daha küçük boyutta partiküllerin ortaya çıkmasına neden olacak şekilde kaplama içerisindeki kırılmalar (Şekil 1.9-b)



Şekil 1.9 Pullanma (a) ve tozlaşma (b) (Deits and Matlock 1990).

Pullanma kalıp ve kaplama arasındaki sürtünme sonucunda ortaya çıkan aşırı büyüklükteki kayma gerilmeleri ile oluşurken; presle şekillendirme işlemi sırasında ortaya çıkan basma gerilmeleri tozlaşmanın nedeni olarak görülmektedir (Chattopadhyay 2009).

Şekillendirme sırasında ortaya çıkacak tozlaşma yada pullanma olayları kaplamanın korozyon dayanımı ve boyanabilirliğini düşüreceğinden kaplama içerisinde mevcut gevrek FeZn fazları DAÇK'lı sacların biçimlenebilirliğinde önemli bir özellik olarak ortaya çıkmaktadır.

Alaşımlama sırasındaki işlem parametreleri FeZn fazlarının büyüme kinetiğini kontrol etmekte ve bu şekilde kaplamanın nihai içyapısını belirlenmektedir (Hisamatsu 1989, Jordan and Marder 1994, Jordan et al. 1994, Hong 2005, Chattopadhyay 2009).

DAÇK'lı sacların biçimlenebilirliği “Bilya Düşürme (Ball-Drop)”, “Çift Olsen”, “180°U Bükme”, “60°V Bükme”, “Ters V Bükme”, “Kupa Çekme (Swift-Cup)”, “Sıyrarak Çekme (Draw Bead)” gibi çeşitli testlerle değerlendirilmektedir (Chang 1990, Van der Heiden et al. 1993, Angeli et al. 1993, Kato et al. 1993, Alpas and Inakagi 2000, Campos et al. 2002, Hong 2005, Garza and Van Tyne 2007, Chattopadhyay 2009). Bu testlerde numuneler farklı şekilde deforme edildiğinden, değerlendirme sonuçları uygulanan test yöntemiyle ilişkili olmaktadır (Shi et al. 1990).

1.8 AMAÇ VE KAPSAM

DAÇK'lar, SÇK'ların 500°C civarında tavlama sırasında gelişen FeZn fazlarından oluşmaktadır. Arzu edilen kaplama özelliklerinin elde edilebilmesi FeZn reaksiyon kinetiğinin; yani, ısıtma hızı, tavlama sıcaklığı ve süresi ve soğutma hızının çok iyi kontrol edilmesini gerektirmektedir. Tavlama işlem değişkenleri yanında, çinko banyosunun ve taban çelik sacın kimyasal bileşimi ve içyapısal özellikleri nihai kaplama içyapısını ve buna bağlı özellikleri etkilemektedir (Beranger et al. 1996, Nakamori et al. 1996, Hertveldt et al. 1998).

Çelik sac üzerindeki çinko kaplamanın deformasyon davranışı çeliğin presle şekillendirme işlemindeki performansını etkilemektedir. Yapılan araştırmalar sonrasında kaplamanın deformasyon davranışının DAÇK'larda kaplama kalınlığına ve içindeki FeZn fazlarının varlığına ve bunların kalınlığına bağlı olduğu görülmüştür (Suemitsu et al. 1991, Foct et al. 1993, Campos et al. 2002). Alaşımlama sonrasında kaplama yüzeyini kaplayan FeZn fazları, presle şekillendirme sırasında sac/kalıp arayüzündeki sürtünme koşullarını da değiştirerek malzemenin şekillendirmeye olan tepkisini değiştirebilmektedir.

Demirle alaşımlama tavı (DAT) öncesinde FeZn fazlarının gelişimini etkileyen birçok parametrenin olması ve FeZn fazlarının ısı aktivasyonu ile çok hızlı bir şekilde gelişmesi nedeniyle DAÇK'ların endüstrideki sürekli SDÇK hatlarındaki gelişimini kontrol etmek oldukça zordur. Endüstride, hat çıkışında, DAÇK'lı şeritten alınan numunelerde kaplamanın asit ile çözündürülerek sıyırılması ve sonra atomik emisyon spektroskopisi yöntemi ile kaplama içerisindeki demir içeriğinin belirlenmesi; FeZn fazlarının gelişiminin görülebilmesi için yapılan metalografik kesit incelemeleri oldukça zaman alan yöntemlerdir. Endüstride uygulanan tozlaşma testleri nispeten daha hızlı olmasına rağmen; hat çıkışında kaplanmış şeritten numune alınması, alınan numunenin test cihazının bulunduğu bölgeye taşınması, tozlaşma testinin gerçekleştirilmesi ve yorumlanması süreci yine uzun bir zamana gereksinim duymaktadır. Oysa bu süreç zarfında sürekli hatlarda çok hızlı gelişen DAT işleminde proses koşullarının ayarlanmasındaki gecikme nedeniyle istenilen özellikteki malzeme üretiminde kayıplar yaşanmaktadır.

FeZn fazlarının gelişiminin ısı aktivasyonu ile kontrol edilmesi ve bunu etkileyen DAT parametrelerinin alınan geri beslemeler doğrultusunda hızlı bir şekilde değiştirilebilme olanağının olması nedeniyle bu çalışmada endüstriyel hatlardaki DAT işlemi laboratuvar

ölçeğinde simüle edilmiştir. DAT'ndaki FeZn fazlarının gelişimini daha iyi simüle edebilmek için kullanılan numuneler aynı hat hızında ilerleyen, aynı sıcaklık ve kimyasal bileşimdeki çinko banyosundan çıkan herhangi bir alaşımlama görmemiş SÇK'lı şeritten alınmıştır. Yine, laboratuvar çapında gerçekleştirilen tavlama işlemlerinde mümkün olduğunca endüstriyel DAT parametreleri kullanılarak pratikteki benzer DAÇK'lar elde edilmeye çalışılmıştır.

Endüstriyel kullanıma sahip farklı kimyasal bileşimdeki SÇK'lı iki farklı malzemenin kullanıldığı bu çalışmada seçilen tavlama parametreleriyle elde edilen kaplama karakteristikleri ve bunlardan şekillendirme işlemlerinde çok önemli olan kaplamanın tozlaşma performansı arasında bir ilişki kurulmaya çalışılmıştır.

Yüzey pürüzlülüğü, portatif tipteki bir ölçüm cihazı ile DAÇK'nın en kolay ve en hızlı şekilde belirlenebilen özelliklerinden birisidir. Bu nedenle çalışmada kaplama karakteristiklerinden birisi olan yüzey pürüzlülüğü ile tozlaşma performansı ilişkilendirilmeye çalışılmıştır. Bu şekilde endüstriyel sürekli hatlarda hemen tavlama çıkışında şerit üzerindeki DAÇK'nın yüzey pürüzlülüğünün portatif tipteki bir ölçüm cihazı ile hızlı bir şekilde ölçülmesi ve bu şekilde elde edilen verilerle tavlama sıcaklığı ve tutma süresi gibi proses parametrelerinin hızlı bir şekilde ayarlanabilmesi öngörülmüştür.

Oluşturulan kaplamaların yüzey pürüzlülüklerinin ölçümü yanında; TEM kullanılarak yüzey özellikleri ve kaplama kesiti gözlenmiş, daha önce yapılan çalışmalarla karşılaştırmak amacıyla atomik emisyon spektroskopisi ile kaplama içerisindeki demir içeriği belirlenmiştir. Belirlenen özellikler daha sonra değerlendirilerek bunların tavlama işlem parametreleri ve yüzey pürüzlülüğü ile ilişkileri ortaya konmuştur.

Bölüm 2'de, tozlaşma işlemini etkileyen kaplama içyapısı, proses parametreleri, çinko banyosu ve kullanılan farklı kimyasal bileşimdeki çelik türleriyle ilgili literatür taramasına yer verilmiştir. Bölüm 3'te, çalışmada kullanılan çelik malzeme ve deneysel prosedür ayrıntılı bir şekilde açıklanmıştır. Bölüm 4'te farklı tavlama çevrimleri ile alaşımlanan deney numunelerinden elde edilen deneysel bulgular aktarılmıştır. Bölüm 5'te deney sonuçları irdelenmiştir; ayrıca ortaya çıkan sonuçlar ve ileriye dönük çalışmalara bu bölümde yer verilmiştir.

Bu çalışma ile elde edilen bulguların, presle şekillendirme işlemlerinde en iyi tozlaşma direncini verecek endüstriyel tavlama çevrimlerinin oluşturulmasına yardımcı olacak pratik veriler sağlayacağı düşünülmektedir.

BÖLÜM 2

LİTERATÜR TARAMASI

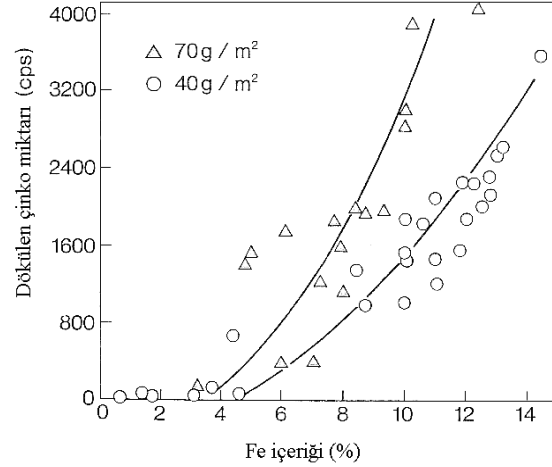
DAÇK'lar, 500°C civarındaki sıcaklıkta ısıl yayınlamayla gelişen FeZn fazlarından oluşmaktadır. Arzu edilen kaplama özelliklerinin elde edilebilmesi FeZn reaksiyon kinetiğinin; yani, ısıtma hızı, tavlama sıcaklığı ve süresi ve soğutma hızının çok iyi kontrol edilmesini gerektirmektedir. Proses değişkenleri yanında, çinko banyosunun ve taban çelik sacın kimyasal bileşimi ve yüzey özellikleri de kaplama içyapısını ve buna bağlı özellikleri etkilemektedir.

DAÇK'mış çelik saclara panel yada yapısal elemanlar gibi ürün formları verilmektedir. Presle gerçekleştirilen şekillendirme işlemleri sırasında sıklıkla tozlaşma adı verilen kusurla karşılaşılabilir. Bu tip saclardaki tozlaşma miktarı presle yapılan şekillendirme işlemi sırasında kaplamanın verdiği tepkiyle kontrol edilmektedir.

2.1 TOZLAŞMA

Genel olarak, tozlaşma derecesi hem kaplamadaki demir içeriği hem de kaplama ağırlığıyla artmaktadır (Suemitsu et al. 1991, Van der Heiden et al. 1993, Kato et al. 1993, Angeli et al. 1993, Kawaguchi and Hirose 1993, Alpas and Inakagi 2000, Campos et al. 2002, Garza and Van Tyne 2007). Şekil 2.1'de görüldüğü gibi kaplama kalınlığı arttıkça tozlaşma miktarı da artmaktadır. Bu nedenle geleneksel DAÇK'lardaki kaplama ağırlığının tek yüzeyde 45 g/m²'nin altında olması arzu edilmektedir (Suemitsu et al. 1991).

Rangarajan et al. (1996) ve Rangarajan (1997) kaplama basma tipi gerilmelere maruz kaldığında tozlaşmanın ortaya çıktığını belirtmişler ve sürtünme kaynaklı herhangi bir kanıt bulamamışlardır.



Şekil 2.1 Demir içeriği ve kaplama ağırlığının tozlaşma üzerindeki etkisi (Mitsubishi Heavy Industries Ltd. 1998).

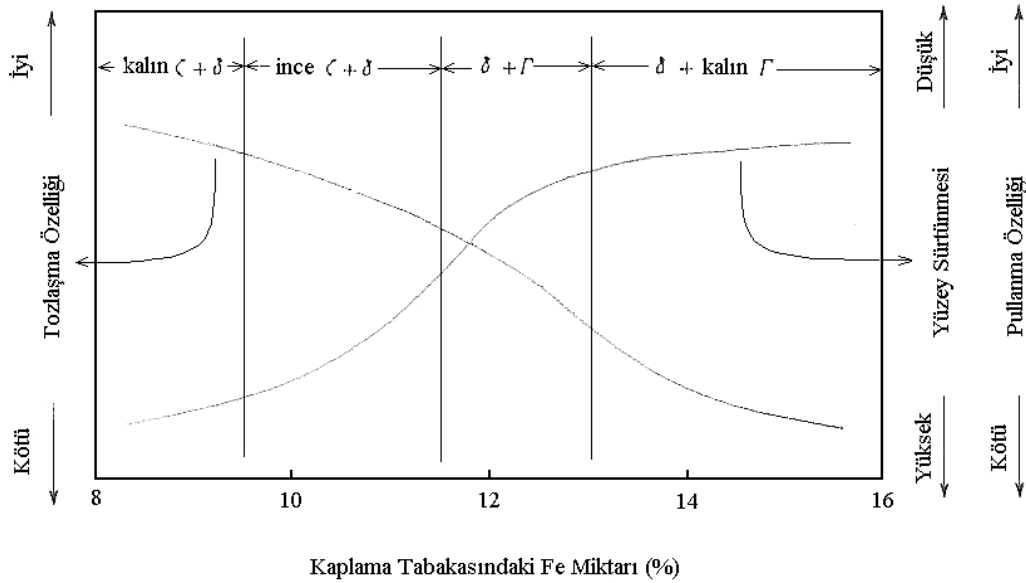
Yapılan araştırmalara göre, DAÇK'ların tozlaşma davranışı kaplama içerisindeki mevcut fazlar ve bunların oranları ile ilişkilidir. Foct et al. (1993)'e göre kaplama içerisinde en yüksek oranda bulunan gevrek δ fazı ile tozlaşma arasında güçlü bir ilişki vardır. Zhong et al. (1998) δ fazı içerisindeki demir içeriğinin artması ile tozlaşma miktarının da arttığını tespit etmiştir. Diğer araştırmacılar, kaplamadaki çatlama derecesinin Γ fazının kalınlığına, ζ/δ fazı oranına yada bu fazlardaki demir dağılımına bağlı olduğu ileri sürmüştür (Hisamatsu 1989, Shi et al. 1990, Kato et al. 1993, Campos et al. 2002). Hong (2005)'e göre δ_{1k} fazını dikkate almaksızın tozlaşma olgusu yalnızca Γ fazının kalınlığıyla ilişkilendiremez.

Shi et al. (1990) kaplama içerisindeki çatlakların Γ/δ arayüzeyi boyunca ilerlediğini belirtmiştir. Alpas and Inakagi (2000)'e göre şekillendirme sırasında ortaya çıkan çatlaklar Γ fazı/çelik arayüzeyinde ve δ/Γ fazlarının arayüzeyinde gözlenmektedir.

ζ FeZn fazları arasındaki en sünek faz iken δ ve Γ fazları gevrek fazlardır. ζ fazı şekillendirme sırasında kaplamada ortaya çıkan gerilmelerin bir kısmını soğurabilir ve sünek olmasından dolayı tozlaşmaya karşı daha iyi bir dayanım sergiler (Shi et al. 1990). Ancak, ζ fazıyla artan sürtünme katsayısının bir sonucu olarak, şekillendirme sırasında yetersiz kalan metal akışından dolayı kaplamadan kitlesel kayıplar (pullanma) olabilir (Kato et al. 1993). Bu nedenle, Alpas and Inakagi (2000) içeride ana bileşen olarak δ fazı, yüzeyde ise bir miktar ζ fazı ve arayüzeyde göz yumulabilecek ölçüde ince ($\leq 1 \mu\text{m}$) Γ fazı içeren bir kaplamanın

pullanma yanında iyi bir tozlaşma dayanımı da sergilediğini belirtmiştir. Hong (2005)'e göre direk tipi ζ ve sütunsal δ_{1p} karışımından oluşan kaplama otomobil panel imalatında tercih edilir; ancak Garza and Van Tyne (2007) yüzeydeki ζ fazı miktarı ile tozlaşma arasında direkt bir ilişki bulamamıştır.

Kaplama içerisindeki fazlar dikkate alındığında, Mitsubishi Heavy Industries Ltd. (1998)'e göre Şekil 2.2 optimum biçimlenebilirlik özelliklerine sahip bölgeyi göstermektedir.



Şekil 2.2 Şekillendirme özellikleriyle kaplamadaki demir içeriği ve FeZn fazları arasındaki ilişki (Mitsubishi Heavy Industries Ltd. 1998).

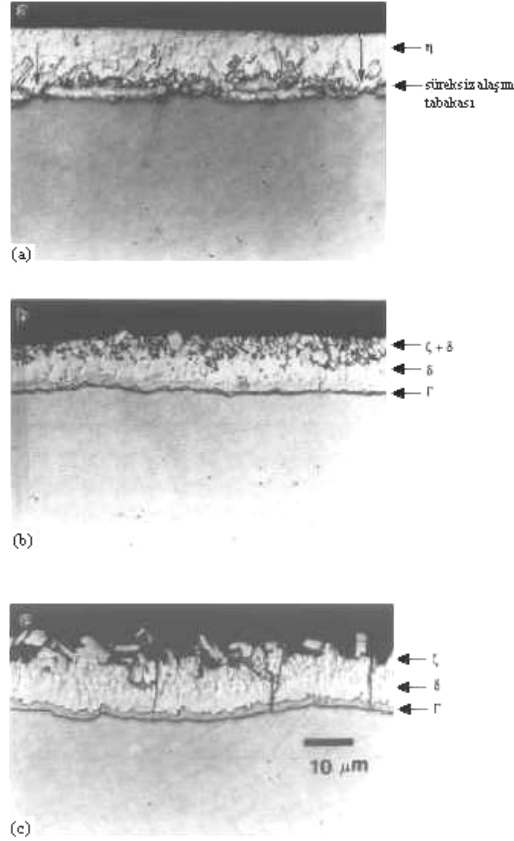
2.2 DEMİR ALAŞIMLI ÇİNKO KAPLAMANIN YAPISI

DAÇK'ın özelliklerini kaplama içerisinde farklı oranlarda bulunan FeZn fazları ve kaplamada büyük kalınlık dalgalanmaları yaratan krater oluşumları değiştirmektedir.

2.2.1 İçyapıdaki Fazlar

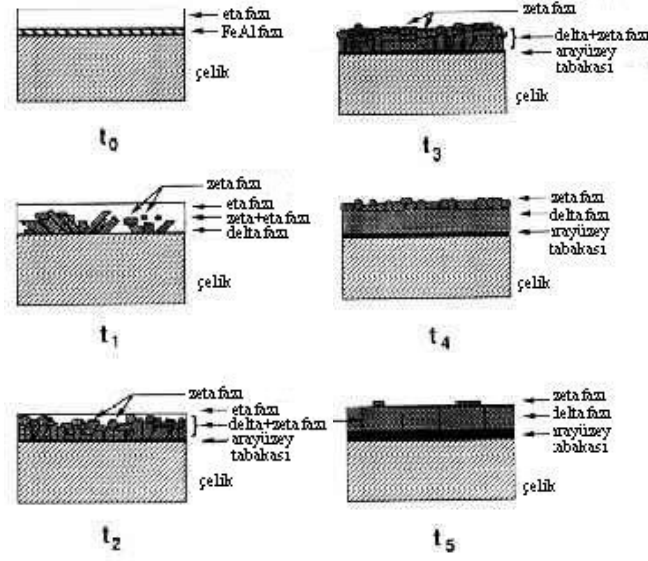
DAÇK'larda gözlemlenen içyapılar Şekil 2.3'deki gibi sınıflandırılmıştır (Jordan and Marder 1994). Bunlar;

- **Tip 0:** Başlıca ζ fazı içeren az alaşımlanmış kaplama
- **Tip 1:** 1 μm 'dan daha ince Γ tabakası ve yüzeyde küçük bir miktar ζ fazının yer aldığı büyük ölçüde δ fazı içeren optimum ölçüde alaşımlanmış kaplama
- **Tip 2:** 1 μm 'dan daha kalın Γ tabakası ve en üstte yer yer ζ fazıyla birlikte kaplama/çelik arayüzeyine dik bazal düzlem çatlakları içeren δ fazından oluşan aşırı alaşımlanmış kaplama



Şekil 2.3 DAÇK'ların içyapısı a) Tip 0, b) Tip 1, c) Tip 2 (Jordan and Marder 1994).

Yukarıdaki gözlemler, tümüyle alaşımlanmış bir kaplamadaki iç yapısal gelişimi adım adım açıklayan Şekil 2.4'deki gibi bir modelin ortaya çıkmasına yardımcı olmuştur (Jordan and Marder 1993).



Şekil 2.4 DAÇK'da içyapısal gelişimi açıklayan model (Jordan and Marder 1993).

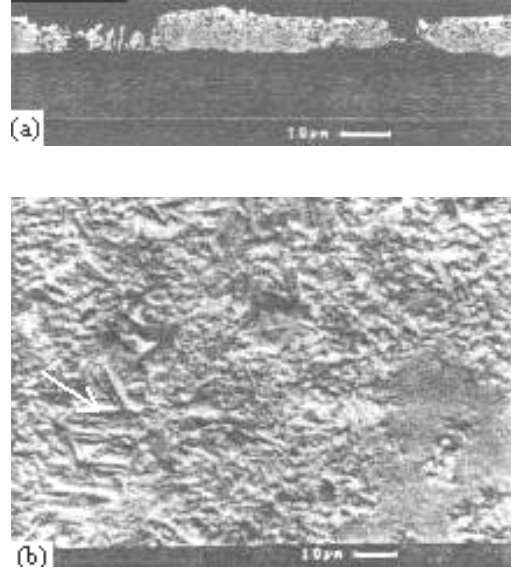
Burada;

- **t₀**: SÇK sırasında, çelik sac üzerinde FeZn fazlarının gelişimini engelleyecek şekilde bir Fe₂Al₅ bileşiği gelişir (Ghuman and Goldstein 1971, Kikaldy and Urednicek 1973). Oluşan bileşiğin etkinliği daldırma süresi ve banyo sıcaklığı yanında banyodaki alüminyum içeriğine bağlıdır.
- **t₁**: Fe₂Al₅ tabakası tavlama sırasında çelik/kaplama arayüzeyinde bir ζ çekirdeklenmesinin oluşması ve bunun direk tipi büyümesi sonucunda kırılır. FeZn fazlarının hızlı büyümesi daha sonra ayrıntılı bir şekilde anlatılacak olan fışkırma şeklindeki bir oluşuma da yol açabilir (Hisamatsu 1989). Çinko atomlarının reaksiyon hızı tavlama işlemindeki sıcaklık profili yanında çelik tabanın kimyasal bileşimine de bağlıdır. Buradaki iç yapı Tip 0'daki gibidir (Jordan and Marder 1994).
- **t₂**: Tavlama devam ederken ζ fazının direk tipi yayınma ile olan gelişimi sütunsal büyüme şeklini alır ve önceden çekirdeklenmiş olan ζ fazı δ fazına dönüşür. Sıvı η fazındaki demirin aşırı doyması sonucunda (yada soğuma sırasında) ilave ζ fazı çekirdeklenebilir. Ayrıca, çelik/kaplama arayüzeyinde bir Γ fazı oluşur (Jordan and Marder 1994).

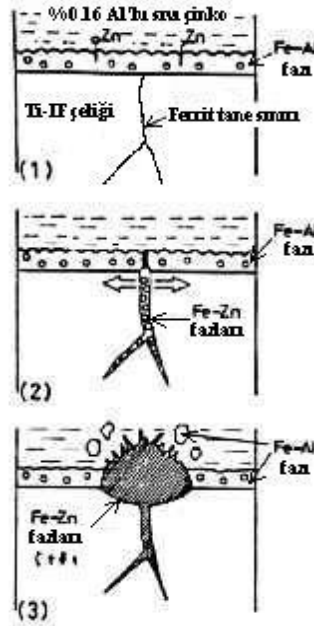
- **t₃:** Uzun süreli bir tavlama durumunda, yüzeydeki η fazının tümüyle tükenmesine yol açacak şekilde kaplamanın çinko içeriği azalır. Γ fazı 1 μm 'luk kalınlığını sabit bir şekilde korurken ve δ fazı ζ fazını yüzeye doğru iterek gelişmeye devam eder. Bu sırada kaplamadaki demir içeriği artmaktadır (Jordan et al. 1994). Bu oluşum optimum DAÇK eldesinde bir çok durumda demir içeriğinin temel alınmasına ($\sim\% 10_{\text{ağ}}$) yol açmıştır. Bu iç yapı Tip 1'deki kaplamadır (Jordan and Marder 1994).
- **t₄:** Tavlama sıcaklığındaki daha uzun süreli beklemlerde, Γ fazı 1 μm 'luk sabit kalınlığını korumaya devam ederken δ fazı ζ fazını tüketerek kaplama yüzeyine doğru büyümeye devam eder.
- **t₅:** δ fazı bir kez yüzeye ulaştıktan sonra, δ fazı Γ fazının büyümesini sürdürebilmesi için kendisinin harcanmasına izin verecek şekilde çelik/FeZn yayınma çiftinde çinkoca zengin taraf olarak davranır. Bu sırada δ fazının çelik/kaplama arayüzeyine dik bazal düzlemleri boyunca çatlaklar oluşur. Bu iç yapı Tip 2'deki alaşımlı kaplama olarak ifade edilmektedir (Kato et al. 1993).

2.2.2 Krater Oluşumları

DAÇK'ın yüzey şekli de nihai özellikler açısından önemlidir. Van der Heiden ve arkadaşları TEM stereo fotoğraflarıyla tipik tavlı çinko kaplamaların yüzeylerini incelemiş ve bazı bölgelerde "krater" oluşumları belirlemiştir (Van der Heiden et al. 1993). Yapılan araştırmalar sonucunda kraterlerin Şekil 2.5'deki gibi DAÇK tabakası içerisinde yer aldığı, kaplama kalınlığında dalgalanmalar yarattığı; ayrıca Şekil 2.6'de şematik olarak gösterilen fıskırma (outburst) oluşumu ile ilişkili olduğu belirlenmiştir. Hisamatsu (1989), Van der Heiden et al. (1993), Jordan and Marder (1993), Coffin and Thompson (1993) fıskırma reaksiyonunu şu şekilde açıklamaktadır: “Ti ve Nb ile stabilize edilmiş AAÇ'in SDÇK işlemi sırasında ilk olarak çelik yüzeyinde ince bir Fe_2Al_5 tabakası oluşmakta ve çinko bu tabaka içerisinden saf tane sınırlarına yayılmaktadır. Tane sınırında bir FeZn metallararası bileşiğinin oluşması hacimsel bir genişlemeye neden olmakta ve bu durum ince Fe_2Al_5 tabakasında çatlaklar oluşturmaktadır. Fıskırma yapısı, çatlakların arasından hücum eden sıvı çinko ile demirin doğrudan reaksiyonu sonucu ortaya çıkmaktadır.”



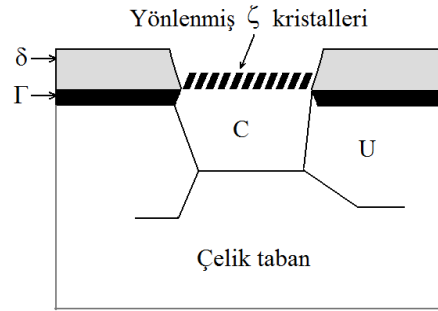
Şekil 2.5 Ti ve Nb ile stabilize edilmiş AAÇ'te "krater" oluşumları **a)** Kesitten TEM görüntüsü, **b)** Yüzeyden TEM görüntüsü (Van der Heiden et al. 1993).



Şekil 2.6 Fıskırma oluşum mekanizması (Hisamatsu 1989).

Nakamori et al. (1996) büyük $\{111\}\alpha$ tanelerinin DAÇK'lardaki içbükey alanlarla ilişkili olduğunu ve $\{111\}\alpha$ üzerindeki mikroskobik alaşımlama hızının daha düşük olduğunu belirtmiştir.

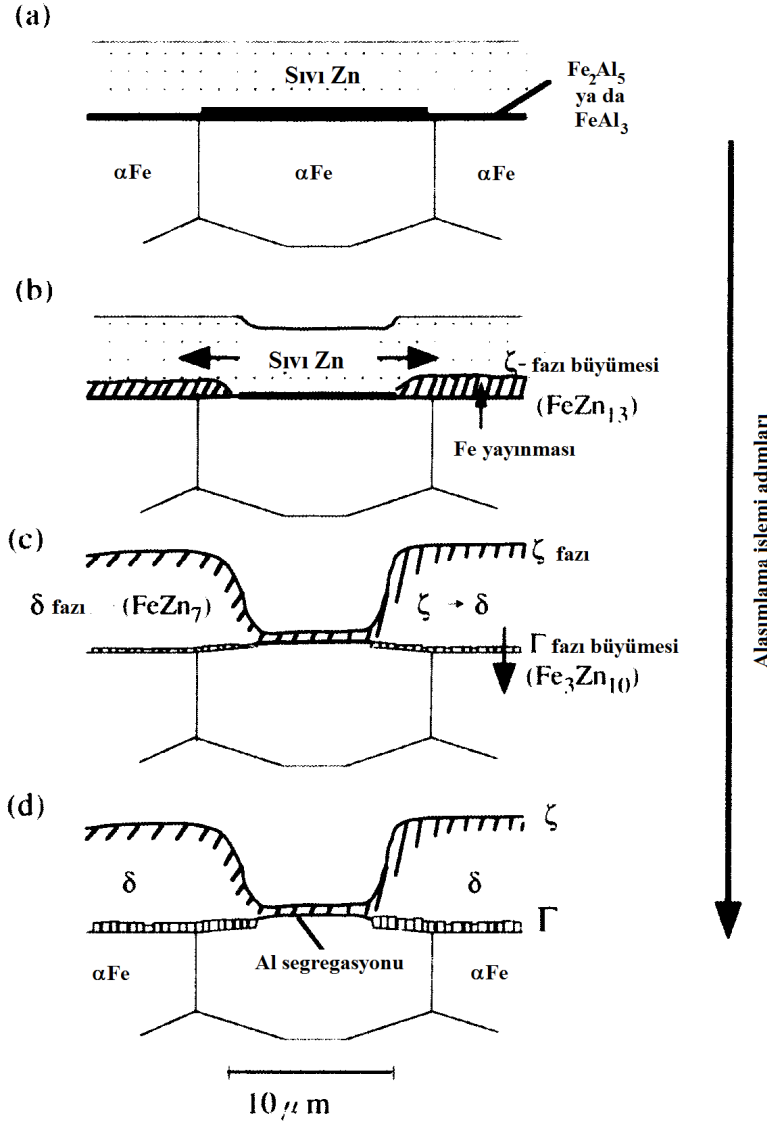
Carless et al. (2000) krater oluşumları için epitaksiyel büyüme modelini ortaya atmıştır. Epitaksiyel büyüme modeline göre, Şekil 2.7’de görüldüğü gibi, krater oluşumuna yol açan taneler “C” ile krater oluşumuna yol açmayanlar ise “U” ile gösterilmiştir. Ters pole figürü analizi sonuçlarına göre “C” tipi taneler numune yüzeyine paralel tercihi $\{111\}_\alpha$ yönlenmesine sahiptir. Yönlenmiş ζ kristalleri FeZn yayınması için kararlı bir engel oluştururken çevresindeki alanlarda Γ ve δ fazları normal bir şekilde oluşmakta ve çelik tabanı tüketerek bir plato oluşturmaktadır. Epitaksiyel büyüme kaplama çelik arayüzündeki mikro pürüzlülüğü arttırmaktadır.



Şekil 2.7 Epitaksiyel büyüme ile krater oluşumu (Carless et al. 2000).

Sugiyama et al. (2005) GEM ile kombine edilmiş taramalı iyon mikroskobu ile yaptığı gözlemler sonrasında Şekil 2.8’deki gibi bir kraterin tabanında Γ fazının olmadığını ve krater alanının çinko kaplama işlemindeki bir gecikme sonucunda oluştuğunu belirtmiştir.

Kraterlerin varlığı kaplama özelliklerinde bazı avantaj ve dezavantajlar yaratmaktadır. Örneğin şekillendirme işleminin avantajına bu tip bölgeler yağ depozitleri olarak görev yapmakta; ancak heterojen bir şekilde dağıldıklarında yüzeyde izler oluşturarak yüzey kalitesinin bozulmasına neden olmaktadır (Sugiyama et al. 2005).

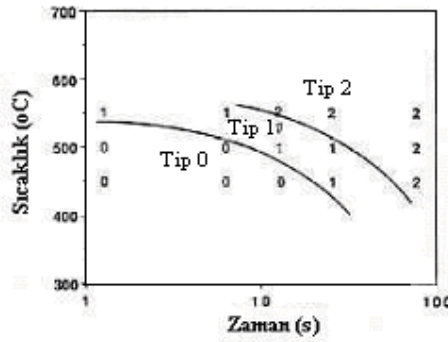


Şekil 2.8 Alaşımama işlemi sırasında bir kraterin oluşumunu gösteren şematik diyagram (Sugiyama et al. 2005).

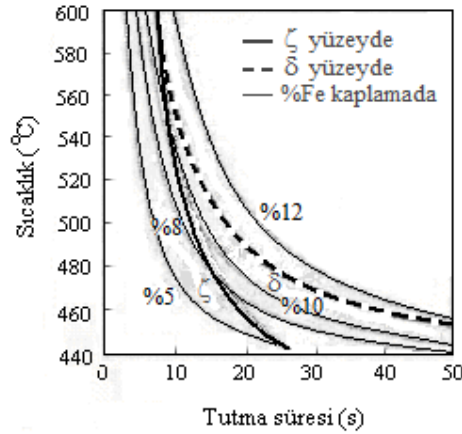
2.3 PROSES DEĞİŞKENLERİ

Alaşımama işleminde, ısıtma, tavlama ve soğutma bölümleri kaplama kalınlığını kontrol eden gaz jetlerinin üstüne eklenmiştir. Şeridi ısıtmak için gaz alevi, indüksiyon bobinleri yada şeridin kendi elektriksel direncinden yararlanılmaktadır. Banyo sıcaklığı, çelik sacın ve banyonun kimyasal bileşimi gibi değişkenlerin yanında en temel değişken, ısıtma hızı, alaşımama sıcaklığı, süresi ve soğutma hızı gibi bağımlı tavlama değişkenlerini kontrol eden hat hızıdır. Chattopadhyay (2009) yaptığı çalışma ile DAÇK'ların tozlaşma davranışı üzerinde en etkili parametrenin hat hızı olduğunu ileri sürmüştür.

Tavlama işlemi sırasında kaplamanın optimum içyapısal gelişimini belirlemek için "proses aralığı" yaklaşımı geliştirilmiştir (Jordan et al. 1992). Şekil 2.9'daki gibi çıkarılan haritalar, kaplamadaki Tip 0, Tip 1 ve Tip 2'deki yapıları ortaya çıkarmak için gerekli sıcaklık ve zamanı gösterecek şekildedir. Benzeri test koşulları tozlaşmadan kaçınmak için gerekli proses aralığının belirlenmesinde de kullanılmıştır (Van der Heiden et al. 1993). Van der Heiden et al. (1993) en az tozlaşma için çinko kaplı Ti ve Nb'lu AAC'ın tavlama işleminde optimum sıcaklık-tutma süresini belirlemiştir. Bu koşullarda gözlenen FeZn fazları Şekil 2.10'daki gibidir.



Şekil 2.9 Ti'lu AAC'te iç yapısal gelişim (% 0,10 alüminyum içeren banyo) (Jordan et al. 1992).

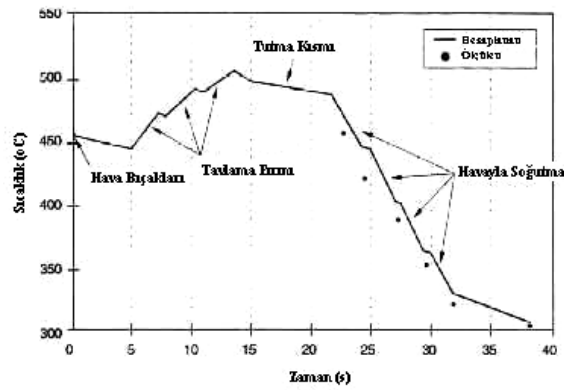


Şekil 2.10 Tavlama işlemi sırasında kaplama içyapısı ve demir içeriğindeki değişim (Van der Heiden et al. 1993).

Şekil 2.10'da görüldüğü gibi yüksek sıcaklıklarda proses aralığı daralmaktadır. Presle şekillendirme sırasında yapışma yada tozlaşmadan kaçınmak için, δ fazının yüzeye ulaştığı ana kadar (yüzeyde minimum ζ fazının kaldığı durum) SÇK'nın alaşımlanması gerekmektedir. Bu yüzden optimum kaplamalar pratikte 500°C civarında 15-20 s'lik tutma süresiyle yaklaşık 50°C civarındaki bir proses aralığında elde edilebilmektedir (Van der Heiden et al. 1993).

Kanamaru and Nakayama (1995) tavlama sırasında hem ζ hem de Γ fazlarının aşırı büyümesini engellemek için ısıtma hızının mümkün olduğunca yüksek olması gerektiğini ileri sürmüştür. Hayes (1994) tavlama işlemindeki sıcaklık profilini modellemiş ve kimyasal bileşim açısından farklı bir seri alaşım tabanı üstünde banyonun alüminyum içeriği, ısıtma hızı, tutma sıcaklığı ve soğutma hızının etkisini araştırmıştır. Hayes (1994) tavlama sırasındaki alaşımlamanın eşisil tavlamaya ek olarak ısıtma ve soğutma sırasında da gerçekleştiğini göstermiştir. Örneğin, alaşım oluşumunu engellemek için çelik kimyasal bileşimine ve tutma sıcaklığına bağlı olarak 25-50°C/s arasındaki ısıtma hızları gereklidir.

Modern bir sürekli SDÇK hattının tavlama ünitesi boyunca ilerleyen şeridin tipik sıcaklık profili Şekil 2.11'de görüldüğü gibidir. Şeridin maruz kaldığı sıcaklığın eşisil olmadığı bu profilden açıkça görülmektedir. Bu nedenle pratikte oluşan sıcaklık profilinin karakterize edilmesi son derece önem kazanmaktadır.



Şekil 2.11 Modern bir sürekli SDÇK hattının tavlama ünitesi boyunca ilerleyen şeridin tipik sıcaklık profili (Stadlbauer et al. 1995).

Alaşımlama işleminin reaktivitesi SDÇK ve DAT öncesinde çıplak çelik şeride uygulanan yeniden kristalleşme tavlama koşullarından da etkilenmektedir. Çelik taban için yeniden kristalleşme tav atmosferi demir için redükleyici olmasına rağmen çelik içerisinde bulunabilen Mn, Si, P, Ti ve Al gibi elementler için çoğunlukla oksitleyicidir (Olefjord et al. 1980). Çelik yüksek çığlenme noktasına sahip atmosferde tavlendiğinde artan bir alaşımlama reaktivitesi ile karşılaşmaktadır (Van Koesveld et al. 1995). Yüksek çığlenme noktaları yüzey altında ince oksit nodüllerinin oluşumu şeklinde seçici iç oksidasyona yol açarken, düşük çığlenme noktaları daha az sayıda fakat yüzeyde daha büyük oksit nodülleri oluşturacak şekilde dış oksidasyona neden olmaktadır. Çelik tabanın tane sınırlarında bulunan bu oksit partiküllerinden bazılarının fışkırtma tipi oluşumlara yol açabileceği ileri sürülmüştür (Hisamatsu 1989). Buradaki mekanizma, çelik tabanın tane sınırlarında bulunan oksit partiküllerinin çinko banyosunda bulunan alüminyum tarafından Al_2O_3 oluşturacak şekilde redüklenmesine ve böylece bu tip oksitlerin civarında banyodaki alüminyum konsantrasyonunun bölgesel olarak tükenmesine dayanmaktadır. Çelik tabanın tane sınırlarında alüminyumun tükenmesi bölgesel çinko hücumuna ve fışkırtma tipi oluşumlara yol açmaktadır. Guttman et al. (1995) çinko atomlarının alüminyum içeren çinko banyolarında oksit partikülleri/ Fe_2Al_5 arayüzeyinden yayımlanabileceğini ve bu arayüzeyin çinko atomları için hızlı bir yayılma geçişi sağlayabileceğini belirtmiştir. Jordan and Marder (1998), Guttman et al. (1995)'nin açıklamasını destekleyecek şekilde yüzeydeki oksit tabakalarındaki çatlakların çinko için bir geçiş oluşturacağını fışkırtma tipi oluşumlara yol açacağını belirtmiştir.

2.4 ÇİNKO BANYOSUNA ALAŞIM ELEMENTİ İLAVELERİ

Çinko banyosunun alüminyum içeriği DAÇK'ların elde edilmesinde kontrol edilmesi gereken en önemli noktalardan birisidir. Banyodaki FeZn reaksiyonlarının çok hızlı bir şekilde gelişmesi, ardından uygulanan tavlama işleminde alaşım oluşumunun kontrolünü zorlaştıracağından banyonun alüminyum içeriği yeterince yüksek olmalıdır (Beranger et al. 1996). Aşırı ölçüdeki alüminyum ise tavlama sırasında FeZn reaksiyonlarının yeterince gelişmesine zaman tanımayacağından ve tozlaşma açısından istenmeyen δ_{ik} gibi sert fazların ortaya çıkmasına neden olacağından banyo için uygun alüminyum içeriği belirlenmelidir (Beranger et al. 1996, Hong 2005).

Banyoya ilave edilen alüminyum, banyoda ζ fazının oluşumunun engellenmesinde ve tavlama periyodunda Γ fazının büyümesinin bastırılmasında etkindir. Uraki et al. (1988) % 0,16 gibi yüksek alüminyum içerikli bir banyonun % 0.12 Al içerikli olandan daha yüksek ζ/δ faz oranına sahip bir kaplama verdiğini göstermiştir (Uraki et al. 1988).

Tang (1998), DAÇK için optimum alüminyum bileşiminin % 0,15 olduğunu ileri sürmüştür. Bu noktada, Fe_2Al_5 banyoda bir denge bileşiği olmaktadır. ζ ve δ fazlarının şiddetli rekabeti yüzünden arayüzeyde Fe_2Al_5 tabakasının oluşumu pratikte olanaksız olduğundan banyonun alüminyum içeriği taban drosunun oluşumunu engelleyecek seviyenin çok üzerinde tutulmaktadır. Pratikte, Fe_2Al_5 tabakasının kararlılığı kısa dönemde FeZn faz oluşumunu engelleyecek şekilde yüksek Al seviyeleriyle (> % 0.15 Al) kazandırılmaktadır (Tang 1998).

Düşük alüminyum içerikli banyolardan üretilen DAÇK'larda görülen kraterler, fişkırmaya ile ilgilidir (Jordan and Marder 1993). Düşük alüminyum içerikli banyolarda, alüminyumla durgunlaştırılmış düşük karbonlu çelikler (ADDKÇ)'lerde Tip 1 türü kaplama oluşumu 450 - 550°C eşsıl tavlama sıcaklığı aralığında çok kısa sürede gerçekleşmektedir (Jordan and Marder 1994). Benzeri alüminyum etkileri Ti ile stabilize edilmiş AAÇ, Ti ve Nb ile stabilize edilmiş AAÇ ve P katımlı (rephosphorised) çeliklerde de görülmüştür (Jordan and Marder 1993, 1994).

Presle şekillendirme özelliklerini iyileştirmek için ince bir Γ fazı ile birlikte yüzeye kadar çıkan bir δ fazının varlığını öngören Kawaguchi and Hirose (1993), SÇK banyosuna Mn ilave ederek peritektik dönüşüm ($S + \delta_1 \rightarrow \zeta$) sıcaklığını (bu sıcaklığın üzerinde ζ fazı artık oluşmamaktadır) daha aşağı sıcaklıklara çekmiştir. Kawaguchi and Hirose (1993) çinko banyosuna % 0,46 Mn ilavesiyle 520°C civarında olan peritektik dönüşüm sıcaklığının 495°C'ye inmesiyle geleneksel tavlama sıcaklıklarında ζ fazı kaybolurken DAÇK'lı sacın biçimlenme özelliğinin de geliştiği ileri sürmüştür.

2.5 ÇELİK SACIN KİMYASAL BİLEŞİMİ VE İÇYAPISAL ÖZELLİKLERİ

Banyonun kimyasal bileşimi gibi taban çeliğin kimyasal bileşimi de tavlama sırasında FeZn fazlarının gelişimini etkilemektedir. Demir katı çözeltilisindeki C ve P gibi atomların tane sınırlarındaki varlığı çinko yayılımını engellediğinden ADDKÇ kalitelerinin alışımlanması

AAÇ kalitelerine göre daha yüksek tavlama sıcaklıkları gerektirmektedir (Beranger et al. 1996). Kesin mekanizma hala net olarak açıklanamamakla birlikte, burada C ve P gibi elementlerin tane sınırlarında segregasyon olduğu ve bunun da çinko atomlarının ferritik çelik tabanına yayılmasını sınırladığı ileri sürülmektedir (Guttman et al. 1995, Lin and Meshii 1994). Hisamatsu (1989) 470°C 'deki % 0,13 Al içeren bir çinko banyosundan çıkan Ti'lu AAÇ'in, ADDKÇ'e göre 50-70°C daha düşük bir tavlama sıcaklığında alaşımlanacağını belirtmiştir. Inagaki et al. (2000) Ti'lu AAÇ ADDKÇ ile karşılaştırdığında, Ti'lu AAÇ üzerindeki Γ fazı büyümesinin çok daha yüksek olduğunu göstermiştir. Jordan and Marder (1994) ADDKÇ ve Ti'lu AAÇ'ler üzerinde yaptığı alaşımlama çalışmaları sonrasında % 0,15 Al içeren çinko banyosu kullanıldığında dahi Ti'lu AAÇ'in Tip 1'deki iç yapıya dönüşüm hızının ADDKÇ'ten daha yüksek olduğunu görmüştür; yani, banyodaki alüminyum içeriğinin engelleme etkisi Ti'lu AAÇ'de önemli ölçüde düşmektedir. Benzer bir şekilde, % 0,14 Al içeren banyoda kaplanan Ti ve Nb'lu AAÇ'lerde alaşım oluşumunun yine hızlı olduğu görülmüştür (Marder 1991). AAÇ'lerde alaşım reaksiyonlarının daha hızlı bir şekilde gelişmesinin nedeni, mikroalaşım elementleriyle arayüz atomlarından arındırılan tane sınırlarından dolayı alaşımlamaya daha yatkın bir taban malzemesinin ortaya çıkmasıdır (Inagaki et al. 1995).

Derin çekmeye uygun ve yaşlanmayan AAÇ kaliteleri yanında özellikle otomotiv sektöründeki yapısal gövde parçalarında aranan daha yüksek dayanım, P katımlı çeliklerin ortaya çıkmasına neden olmuştur. Fosforun alaşımlama kinetiğini yavaşlatıcı etkisinden dolayı pratikteki tavlama koşullarında alaşım oluşumunun geciktiği tespit edilmiştir (Beranger et al. 1996). Lin et al. (1993) fosforun yüzey segregasyonunun FeZn fazlarının çekirdeklenme kinetiğinin değişmesinde büyük rol oynadığını ileri sürmüştür. Beranger et al. (1996), Hertveldt et al. (2001a) ise yavaşlayan alaşımlama reaktivitesinin tane sınırlarında bulunan fosfordan dolayı çinkonun yavaşlayan tane sınırı yayılmasından kaynaklandığını belirtmiştir.

P yanında Mn ve Si ile alaşımlanmış yüksek mukavemetli çeliklerde de demirle alaşımlama işleminin yavaşladığı ileri sürülmektedir (Hertveldt et al. 2001b). Bu tür elementlerle mukavemeti artırılmış olan çeliklerde tavlama kaplamadaki alaşımlamanın tamamlanması için daha uzun tavlama sürelerine ve daha yüksek tavlama sıcaklıklarına ihtiyaç duyulmaktadır.

AAÇ'de tane sınırlarındaki karbon Ti ve Nb gibi mikroalaşım elementleri ile karbür şeklinde tane içerisine çöktüldüğünden genel olarak bu tip çelikler karbonsuz kabul edilir. Hisamatsu (1989) AAÇ'lerin tane sınırlarının kimyasal doğasının FeZn fazlarının tercihli olarak çekirdeklenmesi ve büyümesine yol açacak şekilde SDÇK işlemi sırasında termodinamik etkinliğinin arttığını ileri sürmüştür. FeZn fazlarının ilk kez taban çeliğin tane sınırlarında çekirdeklendiği ve büyüdüğü düşünülürse ince taneli bir çelik çok daha fazla tane sınırına sahip olacağından daha reaktif olacaktır.

Yapılan araştırmalar Ti'lu AAÇ'lerde tane boyutu azalırken sıcak daldırma sonrasındaki DAT sırasında FeZn reaksiyonlarının hızının da arttığını göstermiştir (Toki et al. 1993, Gutmann 1994, Gutmann et al. 1995). Gutmann et al. (1995) sıcak daldırma sırasında çelik taban üzerinde gelişen Fe₂Al₅ engel tabakasının epitaksiyel olarak oluştuğunu ve bu şekilde Fe₂Al₅ kristallerinin alttaki çelik taneleriyle aynı doğrultuda koloniler oluşturduğunu ileri sürmüştür. Koloniler çelik tane içerisinde kaldıklarında düşük açılı tane sınırları oluşturmakta ve bu yüzden FeZn yayınması bu tip tane sınırlarında normal hızlarda olmaktadır. Ancak, tane sınırları bölgesinde farklı doğrultuya sahip bitişik iki Fe₂Al₅ kolonisi yüksek açılı rastgele bir tane sınırı oluşturmaktadır. Bu tip yüksek açılı tane sınırları tane sınır bölgelerinde fişkırmaya yol açacak şekilde demir ve çinko arasındaki yayınma için bir kısa devre oluşturmaktadır. Bu açıklama ile çelik tabanın tane sınırları dolaylı bir şekilde fişkırmaya reaksiyonu ile ilişkilendirilmektedir.

Jordan and Marder (1997b) çinko banyosuna alüminyum ilavesi olmaması durumunda, ortalama 15 µm ve 85 µm büyüklüklerinde tanelere sahip çelik tabanlarda tane boyutunun FeZn fazlarının büyüme kinetiği üzerinde belirgin bir etkisi olmadığını; oysa % 0,20 Al ilavesi olması durumunda, Fe₂Al₅ engel tabakasının gelişiminden dolayı 15 µm tane boyutuna sahip çelik tabanda 10 s sonra fişkırmaya tipi reaksiyonların gerçekleştiğini, 85 µm tane boyutuna sahip çelik tabanda ise yalnızca birkaç fişkırmaya oluşumu için 1200 s geçmesi gerektiğini tespit etmiştir.

Çelik tabandaki kristal yönelimleri de çeliklerin çinko kaplanması sırasında mikroalaşım davranışını etkilemektedir. Ayrıca Nakamori et al. (1996)'nın belirttiği gibi alaşımlama işleminden sonraki kaplama içerisindeki metallerarası bileşiklerin morfolojisi ve dağılımı da αFe taneleri tarafından etkilenmektedir. AAÇ'ler üzerinde çinko kaplama ve demir ile alaşımlama işlemleri sırasında (001)α, (101)α yönelimleri ve αFe tane sınırları

(111) α yönlenmesinden daha fazla reaktif davranmakta, alaşımlama işlemi sırasında çelik tabandaki (111) α taneleri FeZn metallerarası bileşiklerin büyüme davranışı üzerinde geciktirici bir rol oynamaktadır.

Şekillendirme işlemleri sırasında Ti ve Nb'lu AAC'ler yalnız Ti'lu AAC'lerden daha az tozlaşmaya maruz kalmaktadır. Carles et al. (2000)'e göre, bu durum Ti ve Nb'lu AAC'de yönlenmiş FeZn kristallerinin {111} α Fe taneleri üzerinde düşük hızlarda çekirdeklenmesinin yarattığı daha yüksek arayüzey mukavemetinden kaynaklanmaktadır. Bu durum gevrek Γ fazının etkin yüzey alanını azaltmakta ve DAÇK'nın ve taban/kaplama arayüzeyinin mikro pürüzlülüğünü arttırmaktadır.

BÖLÜM 3

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu bölümde, çalışmalar sırasında kullanılan malzemeler, cihazlar, tavlama çevrimleri, numune hazırlama ve inceleme yöntemleri hakkında bilgi verilmiştir. Tavlama çevrimleri sonrasında ortaya çıkan kaplamaların özelliklerinin belirlenmesi, tozlaşma testi ve tozlaşma performansının tespit edilmesi ayrıntılı bir şekilde açıklanmıştır.

3.1 KULLANILAN MALZEME

Bu çalışmada kullanılan çelik numuneler kimyasal bileşimi birbirinden farklı olan ADDKÇ (A çeliği) ve Ti ve Nb'lu AACÇ (B çeliği) malzemelerden alınmıştır. Yapı sektöründe kullanılmakta olan A çeliği 0,74 mm kalınlığında olup, alt ve üst yüzeyindeki ortalama çinko kaplama ağırlığı 66,44 g/m²'dir. Otomotiv sektöründe kullanılan B çeliği ise 0,64 mm kalınlığında olup, alt ve üst yüzeylerindeki ortalama çinko kaplama ağırlığı 48,14 g/m² dir. Bu çeliklerin kimyasal bileşimi Çizelge 3.1'deki gibidir.

Çizelge 3.1 Deneylerde kullanılan çelik sacların kimyasal bileşimi (% ağı.).

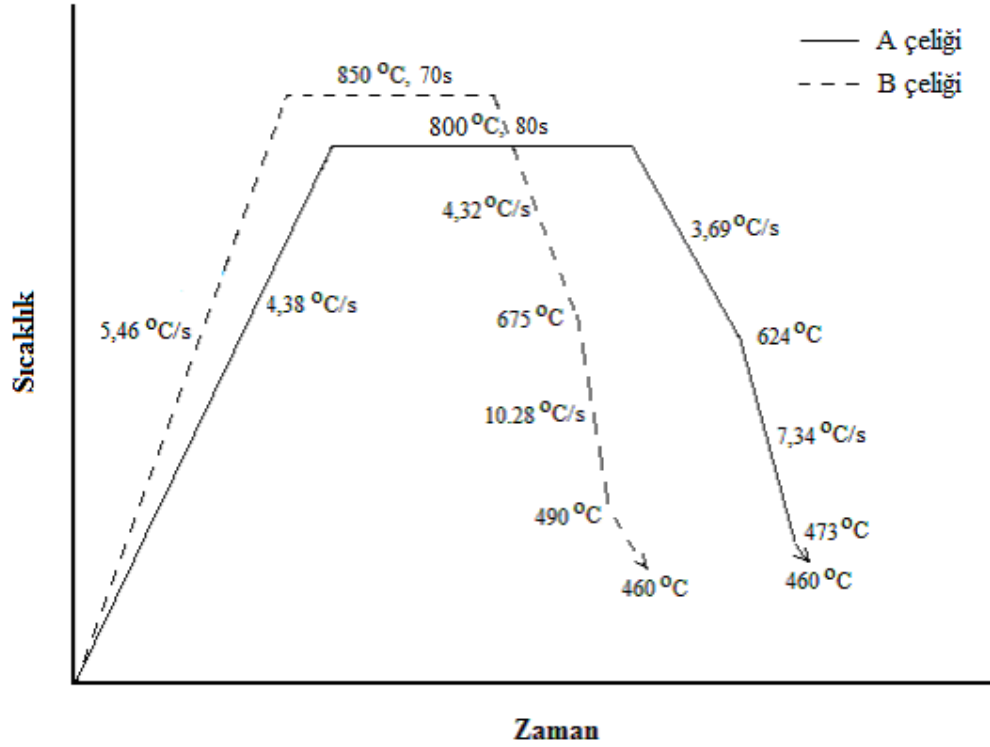
Çelik	C	Mn	Si	S	P	Al	Ti	Nb	N(ppm)
A	0,030	0,140	0,012	0,008	0,006	0,053	-	-	40
B	0,003	0,070	0,006	0,004	0,005	0,032	0,025	0,010	35

Deneysel çalışmalarda kullanılan numuneler, Erdemir Sürekli SDÇK Hattının çıkış kısmında A ve B çelik kalitelerine ait şeritlerin kaynak bölgesine yakın kısımlardan alınmıştır. Bu hatta SÇK'lı şerit tavlama işlemine girerken indüksiyonla ısıtma ünitesi kaynaklı kısımlarda kapandığından buna yakın bölgelerde alaşımlama gerçekleşmemektedir (bu bölgelerden alınan numuneler üzerinde yapılan analizler herhangi bir alaşımlamanın olmadığını doğrulamıştır).

Üzerinden numune alınan şeritler Sürekli SDÇK Hattı girişinde soğuk haddelenmiş durumda olup, çinko kaplama öncesinde hat üzerinde yeniden kristalleşme tavından geçmektedir. A ve B çeliklerinin Sürekli SDÇK Hattındaki yeniden kristalleşme tavı proses koşulları Çizelge 3.2 ve sıvı çinko potasına girmeden önceki işlem parametreleri Şekil 3.1'deki gibidir.

Çizelge 3.2 Deneylerde kullanılan malzemelerin yeniden kristalleşme tavı proses parametreleri.

Çelik	Şerit hızı (m/dk)	Yeniden kristalleşme tavı sıcaklığı (°C)	Tavlama süresi (s)
A	80	800	80
B	80	850	70



Şekil 3.1 A ve B çeliklerinin sıvı çinko potasına girmeden önceki işlem parametreleri.

Çiğlenme noktası -40°C olan ve % 5 hidrojen ve % 95 azot içeren bir atmosferde tavlanan şeritler, yine aynı hattın devamında bulunan 460°C 'deki % 0,10 Al içeren sıvı çinko

banyosuna daldırılarak saf çinko kaplanmakta ve ardından DAT'nın gerçekleştiği indüksiyonla ısıtma ünitesinden geçmektedir.

3.2 DENEYSEL PROSEDÜR

Deneysel olarak gerçekleştirilen tavlama işlemleri Erdemir ARGE Laboratuvarındaki Gleeble 3500 Termal-Mekanik Test ve Simülasyon Cihazında (Şekil 3.2) yapılmıştır. Test cihazındaki ısıtma şekli direkt elektrik dirençli ısıtmadır. Tavlama işlemleri için ısıtma, tavlama ve soğutma adımları önceden cihaza programlanmıştır.



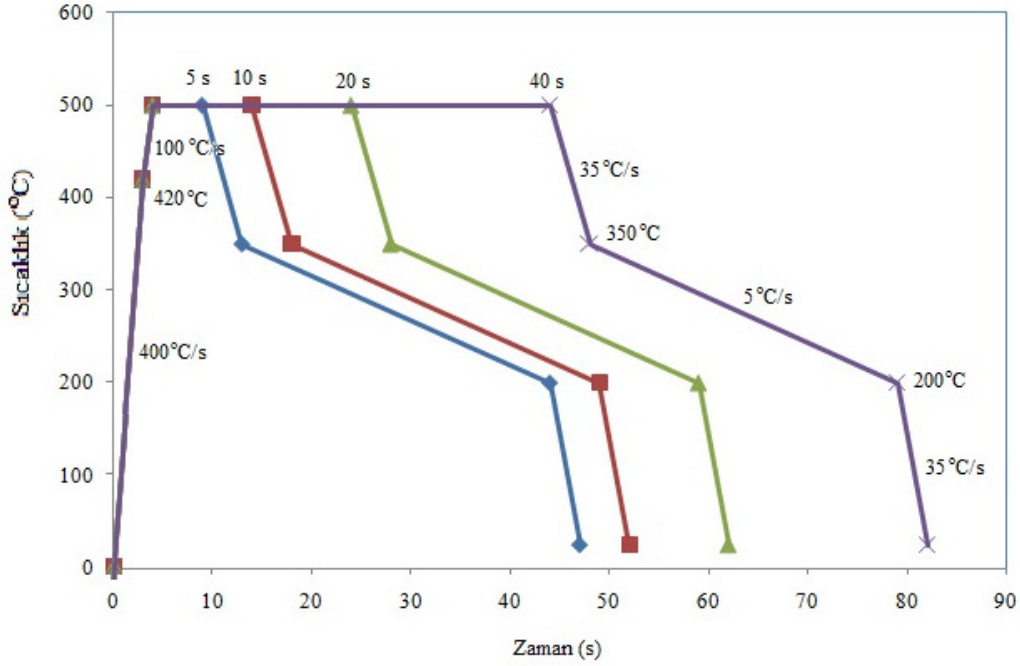
Şekil 3.2 Termal-mekanik test ve simülasyon cihazı.

Farklı tavlama sıcaklıklarının ve tavlama sürelerinin kaplama yapısına etkisini görmek ve endüstriyel proses koşulları dışında ortaya çıkacak özellikleri de tespit etmek amacıyla gerçekleştirilen deneylere ait tavlama çevrimleri Çizelge 3.3'deki gibidir. Örnek olarak, 500°C'de gerçekleştirilen ısıl işlem döngüleri Şekil 3.3'te verilmiştir.

Çizelge 3.3 Deneilerde kullanılan tavlama çevrimleri.

Numune no	Tavlama sıcaklığı (°C)	Tavlama süresi (s)
1	480	5
2	480	10
3	480	20
4	480	40
5	500	5
6	500	10
7	500	20
8	500	40
9	520	5
10	520	10
11	520	20
12	520	40
13	540	5
14	540	10
15	540	20
16	540	40
17	560	5
18	560	10
19	560	20
20	560	40

Simülasyon çalışmalarında kullanılan numunelerin boyutları 30x170 mm olup, numunelerin üzerindeki kaplamalar başlangıçta tamamen katılaşmış çinkodan (η fazı) oluşmaktadır. Oda sıcaklığından belirlenen tavlama sıcaklığına çıkarken herhangi bir dönüşüme meydan vermemek için 420°C (endüstride alaşımlama fırınına girişi sıcaklığı) sıcaklığa kadar ortalama 400°C/s'lik yüksek bir ısıtma hızı kullanılmıştır. Bu sıcaklıktan seçilen tavlama sıcaklığına ortalama 100°C/s'lik bir ısıtma hızıyla çıkılmıştır. Tavlama işlemlerinin ardından numuneler bir hava jeti kullanılarak 350°C'ye kadar ortalama 35°C/s'lik bir hızla, 350°C'den 200°C'ye ortalama 5°C/s'lik bir hızla ve 200°C'den oda sıcaklığına 35°C/s'lik bir hızla soğutulmuştur. Tavlanan numunelerdeki incelemeler numunenin orta kısmında sıcaklık farklılığının +/-3°C olduğu 15x20 mm boyutlarındaki bir alanda yapılmıştır.



Şekil 3.3 500°C'de gerçekleştirilen ısıl işlem döngüleri.

3.3 TEM İNCELEMELERİ

Her bir tavlama döngüsü sonrasında yüzeyde ortaya çıkan morfolojik değişiklikler Erdemir ARGE Laboratuvarındaki Jeol JSM 5600 TEM'de (Şekil 3.4) ikincil elektron modunda gözlenmiştir.

3.4 YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜNÜN ÖLÇÜLMESİ

Tavlama işlemine giren SÇK'nın ve tavlama çevrimleri sonrasında elde edilen DAÇK'ların Ra ortalama yüzey pürüzlülüğü Mahr Perthometer M2 cihazı (Şekil 3.5) ile 5 ölçümün ortalaması alınarak bulunmuştur. Ölçümlerde 12,5 mm ölçü uzunluğu ve 0,8 mm filtre kullanılmıştır.



Şekil 3.4 Taramalı elektron mikroskobu.



Şekil 3.5 Yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı.

3.5 METALOGRAFİK NUMUNE HAZIRLAMA VE IŞIK MİKROSKOBU İNCELEMLERİ

Haddeleme doğrultusuna dik yönde çıkarılan metalografi numuneleri epoksi bazlı reçine kullanılarak vakum altında soğuk olarak kalıplanmıştır (Şekil 3.6). Kalıplanan numuneler 120 grit'lik elmas disk üzerinde düzeltilmiş ve sırasıyla 9 μm – 3 μm – 1 μm boyutlarındaki alkol bazlı elmas süspansiyon ve 0,04 μm boyutundaki koloidal silika süspansiyon ile Jean Wirtz parlatma cihazında (Şekil 3.7) parlatılmıştır. Kaplama içerisindeki FeZn fazlarının belirlenebilmesi ve kalınlıklarının ölçülebilmesi için parlatılmış kesit numuneleri Nital 1 ile dağlanmış ve Γ gibi çok ince FeZn fazlarının görülebilmesi için dağlanan kaplama kesitleri

TEM'de 3500 büyütme gibi yüksek büyütmelerde gözlenmiştir. Alınan kesit görüntüleri Erdemir ARGE Laboratuvarındaki Clemeks Görüntü Analiz Yazılımına (Şekil 3.8) yüklenmiş ve bu görüntülerde belirlenen Γ fazı kalınlıkları 7 ayrı noktadan ölçülmüştür.

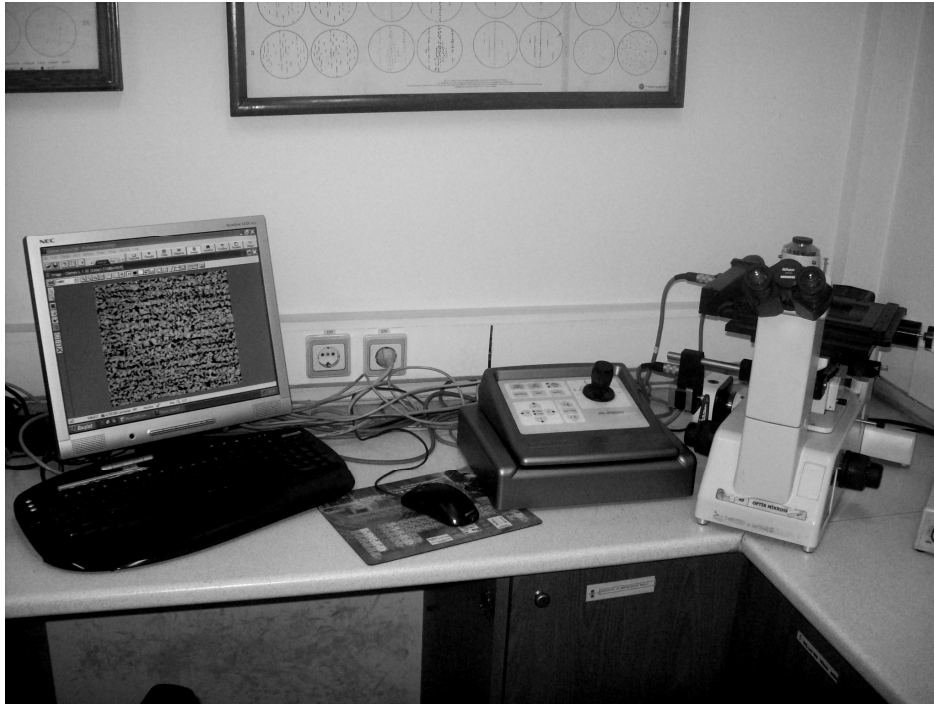
Deneyleerde kullanılan A ve B çeliklerinin ferrit tane sınırlarını ortaya çıkarmak için yeniden parlatılmış kesit numuneleri daha sonra Nital 3 ile dađlanmıřtır. Ortaya çıkan ferrit tanelerinin ortalama boyutu Erdemir ARGE Laboratuvarındaki Nikon Epiphot 200 ışık mikroskobu ve buna bađlı Clemeks Görüntü Analiz Yazılımında (Şekil 3.8) lineer kesme yöntemi kullanılarak ölçülmüřtür.



Şekil 3.6 Vakum altında sođuk kalıplama cihazı.



Şekil 3.7 Parlatma cihazı.



Şekil 3.8 Işık mikroskobu ile bağlantılı görüntü analiz sistemi.

3.6 KAPLAMANIN DEMİR İÇERİĞİNİN BELİRLENMESİ

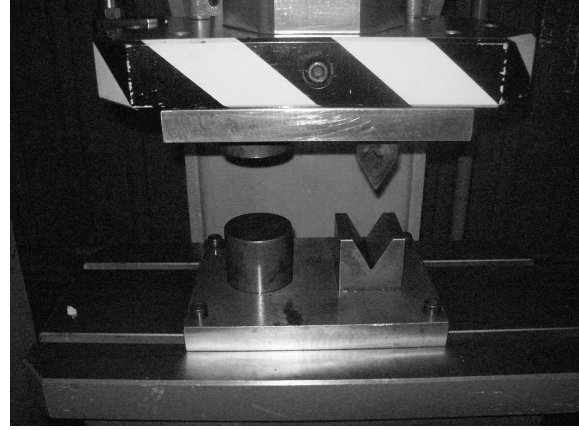
Tavlama çevrimine giren ve çıkan numunelerdeki kaplamanın demir içeriğinin belirlenmesi için 300 ml HCl içerisinde 2,1 g hegzametilentetramin çözündürülerek su ile 2 lt'ye tamamlanan bir solüsyon hazırlanmıştır. Bu solüsyon ile numune üzerindeki 20x30 mm boyutlarındaki bir alandan kaplama tabakası sıyrılmıştır. Solüsyon içerisindeki demir içeriği Spectro Ciros indüktif plazma cihazında (Şekil 3.9) ölçülmüştür.



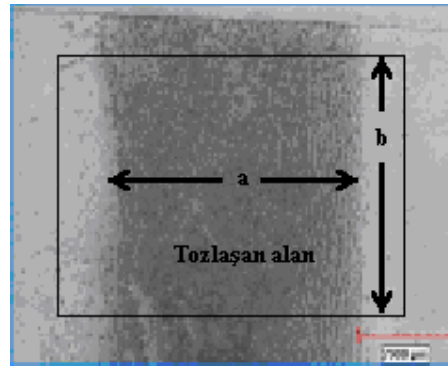
Şekil 3.9 İndüktif plazma cihazı.

3.7 TOZLAŞMA PERFORMANSININ BELİRLENMESİ

Deneylemlerden sonra ortaya çıkan kaplamaların tozlaşma performansı Nippon firmasının tanımladığı 60°V bükme testiyle belirlenmiştir (Nippon Steel Co. 1990). İlk olarak bir preste (Şekil 3.10) 60°V şeklinde bükülen numuneler daha sonra düzeltilmiş ve düzeltilen iç yüzeye scotch tipi bir bant yapıştırılmıştır. Daha sonra sıyrılan bant beyaz bir kağıda yapıştırılarak bant üzerinde kalan kaplamanın genişliği ölçülmüştür (Şekil 3.11). Nippon firmasının tanımlamasına göre, tozlaşma genişliğinin en fazla 5 mm olması gerekmektedir (Nippon Steel Co. 1990). Bant üzerinde kalan kaplamanın genişliğinin hassas bir şekilde belirlenmesinde Şekil 3.8'deki ışık mikroskobu ve buna bağlı görüntü analiz yazılımından yararlanılmıştır.



Şekil 3.10 60°V bükme test cihazı ve bükme-doğrultma kalıpları.



Şekil 3.11 Bant üzerindeki tozlaşan kısmın genişliğinin belirlenmesi ($a=A/b$; burada; a: tozlaşan kısmın genişliği, A: görüntü analiz sistemi ile belirlenen işlem çerçevesindeki tozlaşan alan, b: tozlaşan kısmın uzunluğudur (belirlenen işlem çerçevesinin dik kenarı).

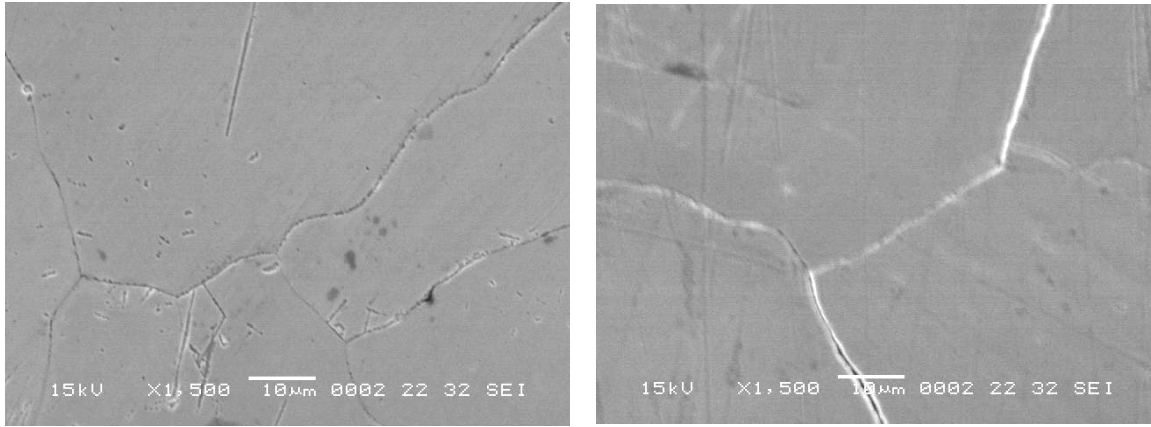
BÖLÜM 4

DENEYSEL SONUÇLAR

Bu bölümde, tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamalara ait özellikler ve tozlaşma test sonuçları sunulmuştur.

4.1 YÜZEY İNCELEMELERİ

Erdemir Sürekli SDÇK Hattının çıkışında kaynak bölgesine yakın kısımlardan alınan SÇK'lı numunelerin TEM görüntüleri oldukça pürüzsüz (A çeliğinde $R_a=0,34 \mu\text{m}$, B çeliğinde çeliğinde $R_a=0,36 \mu\text{m}$), pulsu görünümdeki tipik SDÇK yüzey karakterisitğine sahiptir (Şekil 4.1).



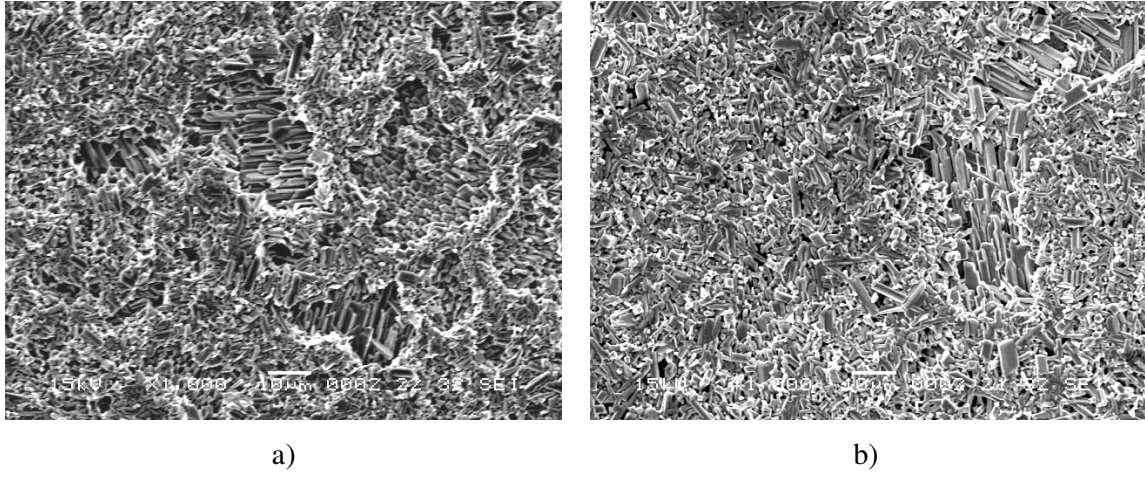
a)

b)

Şekil 4.1 A (a) ve B (b) çeliklerinde tavlama çevrimleri öncesinde SÇK'lı yüzeylerin TEM görüntüsü.

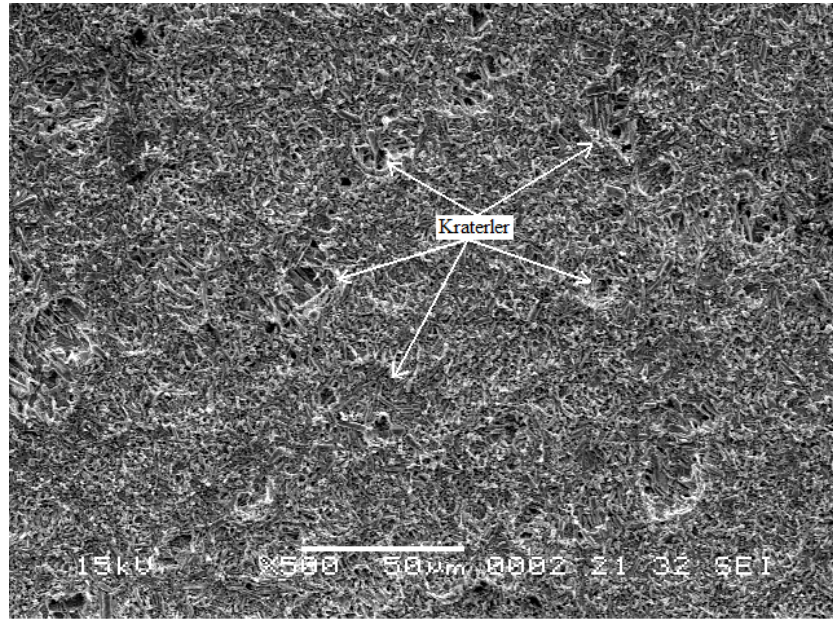
Tavlama işlemleri sonrasında her iki malzemedeki yüzey görünümleri demir ile alaşımlamanın çevrimin ilk anlarından itibaren hızlı bir şekilde geliştiğini ve oluşan FeZn fazlarının yüzeye ulaştığını göstermektedir (Ek Açıklamalar A). 480°C 'de ilk 5 s' de bile her iki çeliğin yüzeyinde alaşımlanmamış bir bölge kalmamıştır (Şekil 4.2). TEM ile gerçekleştirilen yüzey

incelemelerinde gözlenen fazların tanımlanmasında her bir fazın bilinen morfolojik özelliklerinden faydalanılmıştır.



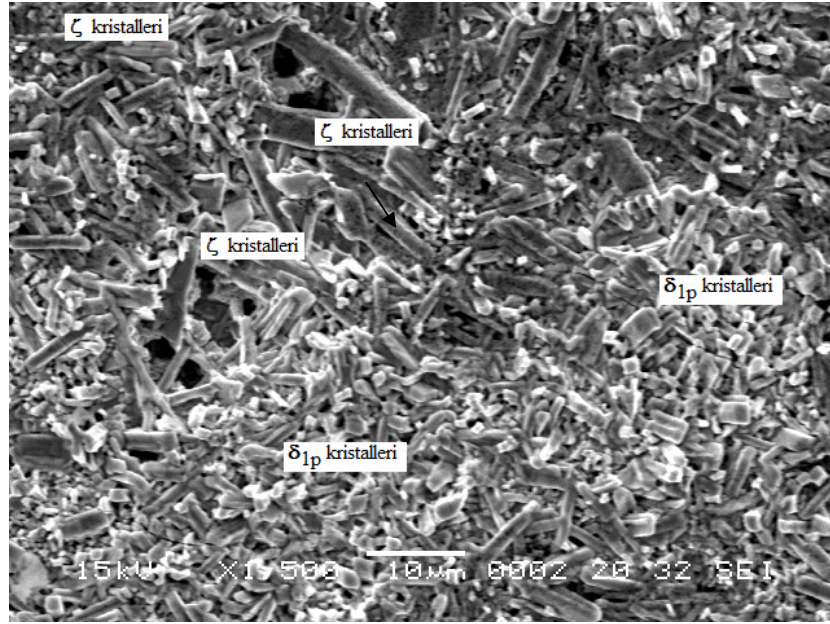
Şekil 4.2 A (a) ve B (b) çeliklerinin 480°C’de 5 s tavlama sonrasında oluşan kaplama yüzeyi.

Tavlama yüzeylerinin TEM görüntüleri düşük sıcaklıklarda daha sık ve belirgin bir şekilde göze çarpan “krater” oluşumlarını ortaya koymaktadır (Ek Açıklamalar A). Farklı boyutlardaki kraterler kaplama yüzeyinde rastgele dağılmaktadır (Şekil 4.3).



Şekil 4.3 B çeliğinde 480°C de 20 s tavlama çevrimi sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen kraterler.

Kraterlerin içerisinde direk tipi görünümündeki ζ kristalleri tek başına yeralırken, dışında direk tipi ζ ve sütunsal görünümdeki δ_{1p} kristallerinin karışımından oluşan bir yapı yer almaktadır (Şekil 4.4). Artan sıcaklık ve zamana bağlı olarak karışımdaki ζ kristallerinin oranı düşmekte ve yüksek sıcaklıklarda yüzeyler yalnızca δ_{1p} kristallerinden oluşmaktadır (Ek Açıklamalar A). δ kristallerinin büyük çoğunluğunu tanelisel δ_{1p} kristalleri oluştururken Şekil 4.5'teki gibi yer yer façeta yüzeyli δ_{1k} kristalleriyle de karşılaşılabilir.

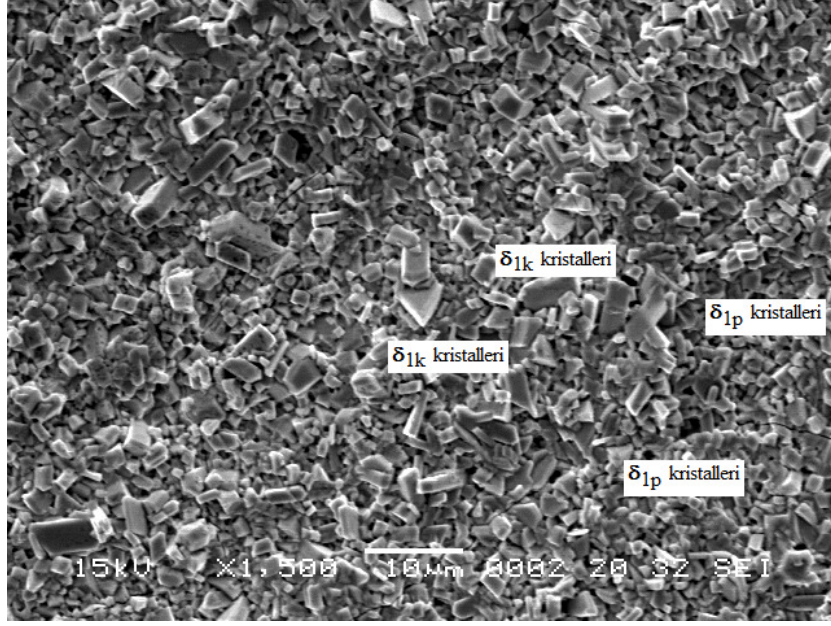


Şekil 4.4 B çeliğinde 480°C de 10 s tavlama çevrimi sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen ζ ve δ_{1p} fazları.

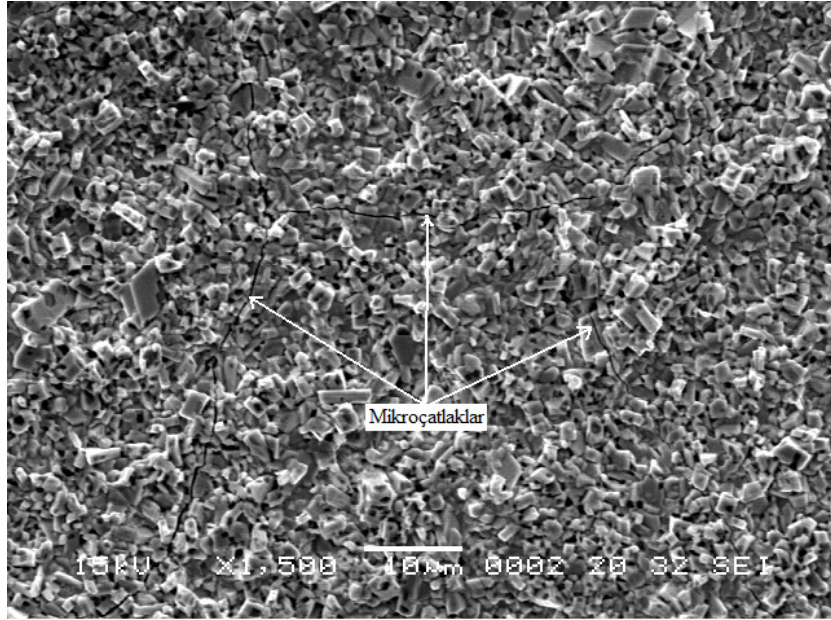
Özellikle yüksek sıcaklıklardaki tavlama işlemleri sonrasında her iki tip çelik üzerindeki kaplamalarda Şekil 4.6'daki gibi mikroçatlakların ortaya çıktığı tespit edilmiştir.

4.2 YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ

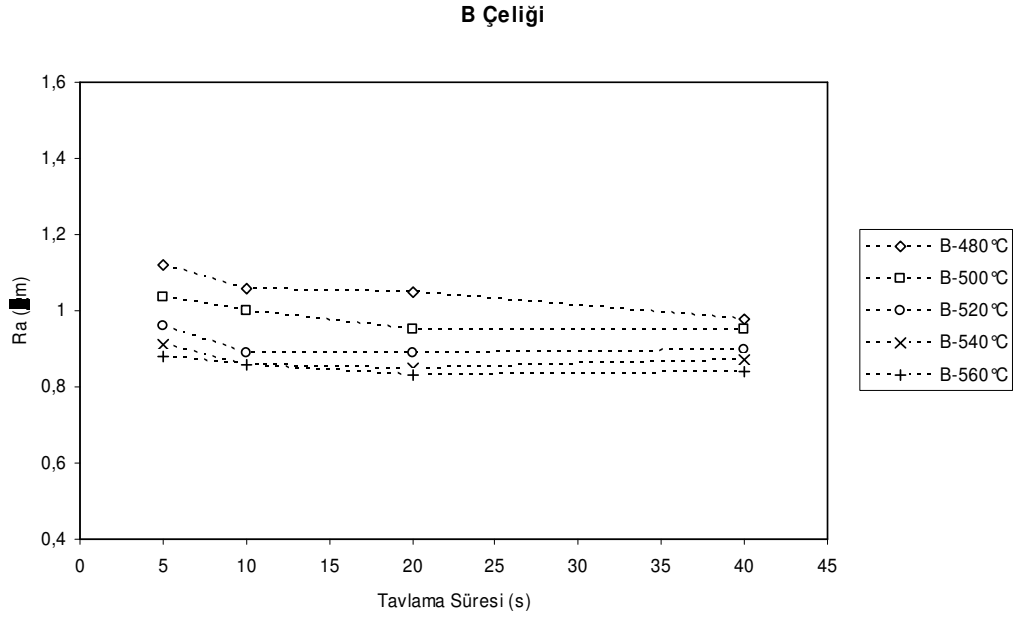
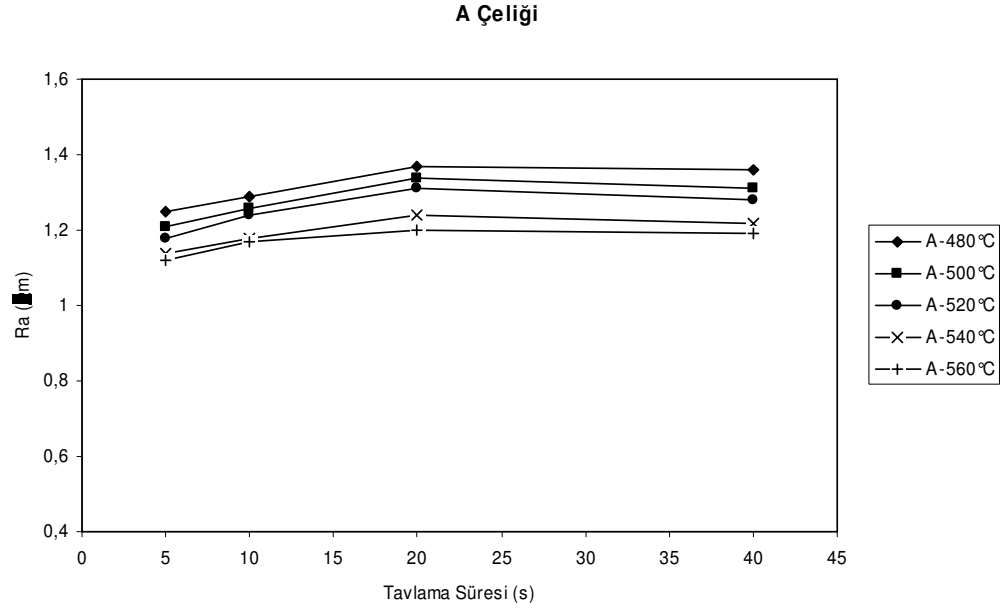
Her iki çeliktde tavlama sıcaklığına bağlı olarak uygulanan tavlama süresi ile kaplamanın Ra yüzey pürüzlülüğünün değişimi Şekil 4.7'deki gibidir.



Şekil 4.5 B çeliğinde 560°C de 5 s tavlama çevrimi sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen δ_{1k} fazı.



Şekil 4.6 B çeliğinde 560°C de 10 s tavlama çevrimi sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen mikroçatlaklar.

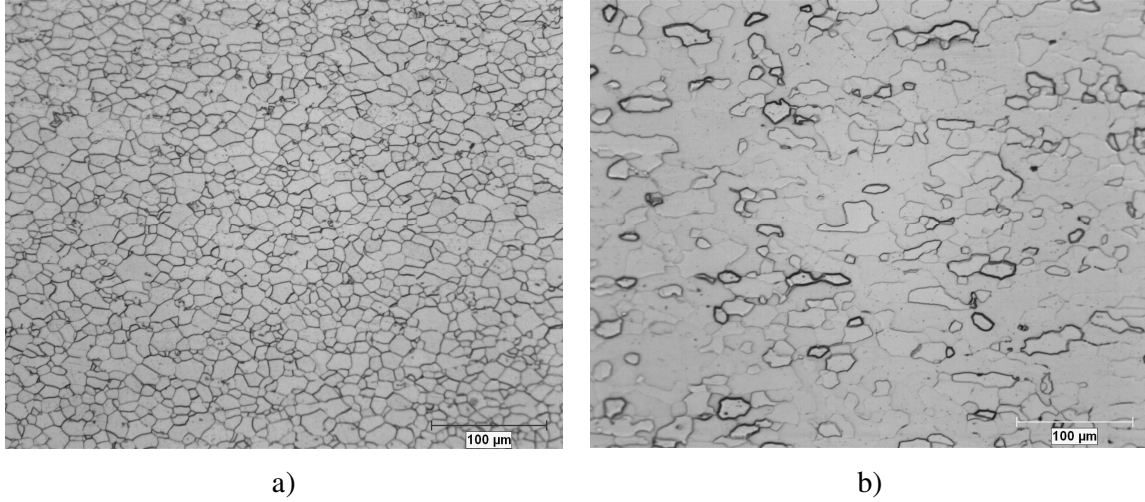


Şekil 4.7 A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların Ra yüzey pürüzlülüğü değerleri.

Uygulanan tavlama işlemlerine bağlı olarak oluşan yüzey pürüzlülüklerinin zamanla değişimi A ve B çeliklerinde farklı davranış sergilemektedir. ADDKÇ’te yüzey pürüzlülüğü 1,12-1,38 µm aralığında bir artış karakteri sergilemektedir. Artış ilk 20 s içerisinde görülmekte, yüzey pürüzlülüğü daha sonra değişmemektedir. Oysa AAC’te değişim 0,82-1,12 µm aralığında olup yüzey pürüzlülüğü zamanla düşmektedir.

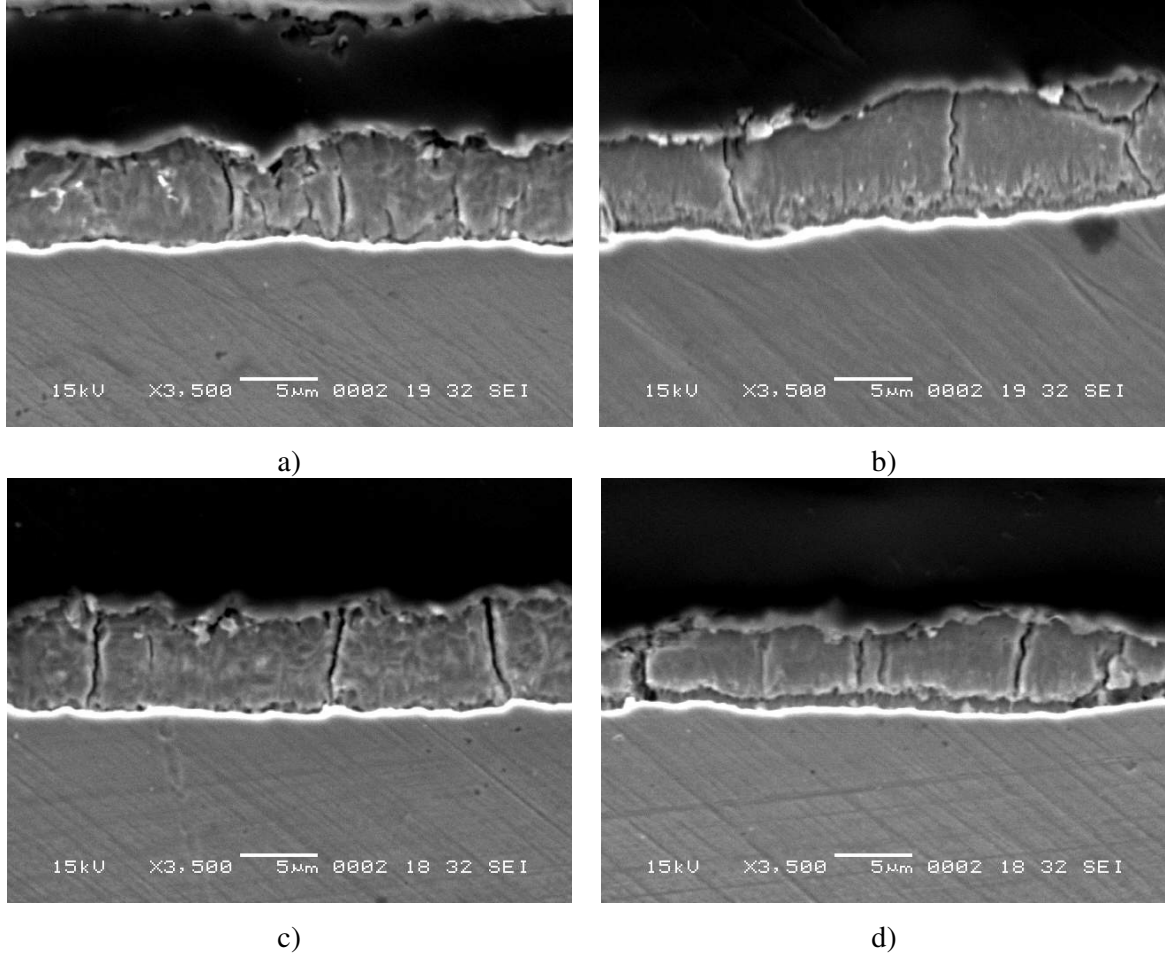
4.3 KESİT İNCELEMELERİ

Alaşımlama işlemine giren A ve B çeliklerinin tane yapıları Şekil 4.8'deki gibi olup, tane sınırı kesme yöntemi ile yapılan ölçümler sonrasında A çeliğinin ortalama tane boyutu 10 μm , B çeliğinin ise 14 μm olarak bulunmuştur. A çeliğinin tane boyutu B çeliğinkinden küçük olduğundan, bunun sonucu A çeliğindeki tane sınırları B çeliğinkinden daha fazladır.



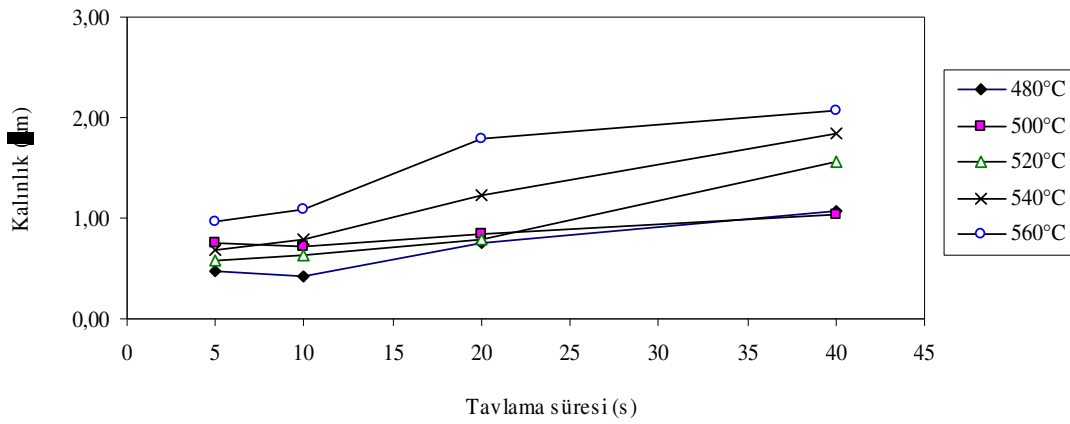
Şekil 4.8 Alaşımlama işlemine giren A (a) ve B (b) çeliklerinin Nital 3 ile dağlama sonrasındaki kesit görüntüleri.

Tavlama işlemleri sonrasında oluşan kaplamaların çok ince ($<10 \mu\text{m}$) olmasından dolayı bunların metalografik yöntemlerle hazırlanmasında güçlüklerle karşılaşmış ve dağlama sonrasında gözlenen kesitlerde Γ fazı (burada görünen Γ fazının Γ_1 fazını da içerdiği düşünülmektedir; çünkü Kato et al. (1998) dağlanmış kesitlerde TEM ile dahi Γ_1 fazının görülemeyeceğini bu konuda GEM'e gereksinim olduğunu belirtmiştir) dışında diğer FeZn fazlarının gelişimi net bir şekilde ayırt edilememiştir (Ek Açıklamalar B). Nital 1 ile dağlandıktan sonra TEM'de gözlenen kesitlerde Γ fazı kalınlığının her iki çelikte de tavlama sıcaklığı ve tavlama süresi ile arttığı görülmektedir (Şekil 4.9 - 4.10).

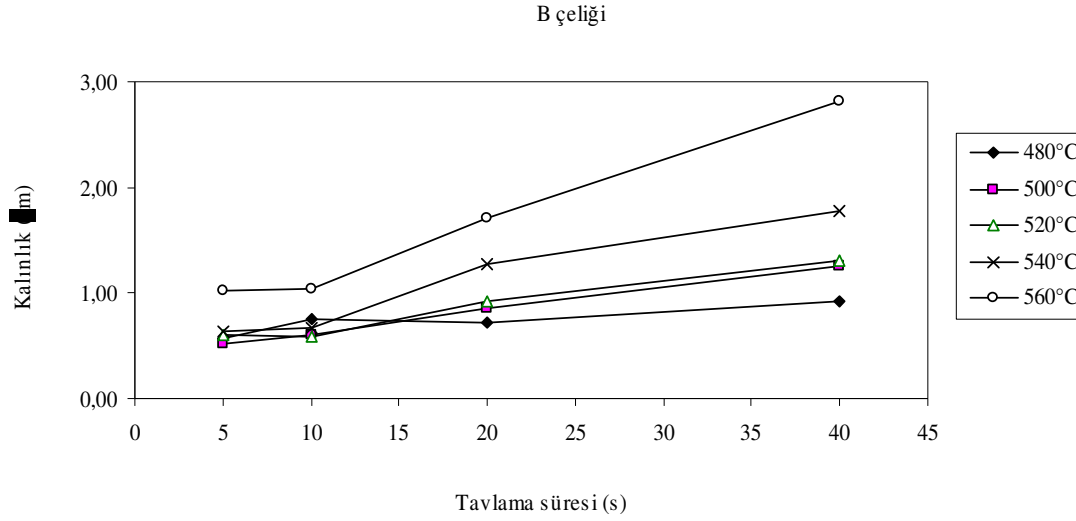


Şekil 4.9 A (a ve b) ve B (c ve d) çeliğinde 500°C de 5 s (a ve c) ve 40 s (b ve d) tavlama çevrimi sonrasında kaplama kesitleri.

A çeliği



Şekil 4.10 A ve B çeliklerinde tavlama sıcaklığı ve tavlama süresine bağlı olarak Γ fazı kalınlığının değişimi.



Şekil 4.10 (devam ediyor).

Şekil 4.9’da Γ tabakası ile çelik taban arasındaki parlak alan, metalografik numune hazırlama sırasında göreceli olarak sert çelik tabandan yumuşak çinko kaplamaya geçişte ortaya çıkan yuvarlanmış köşenin TEM de daha yoğun elektron salgılaması sonucu ortaya çıkmaktadır (TEM’de köşe etkisi).

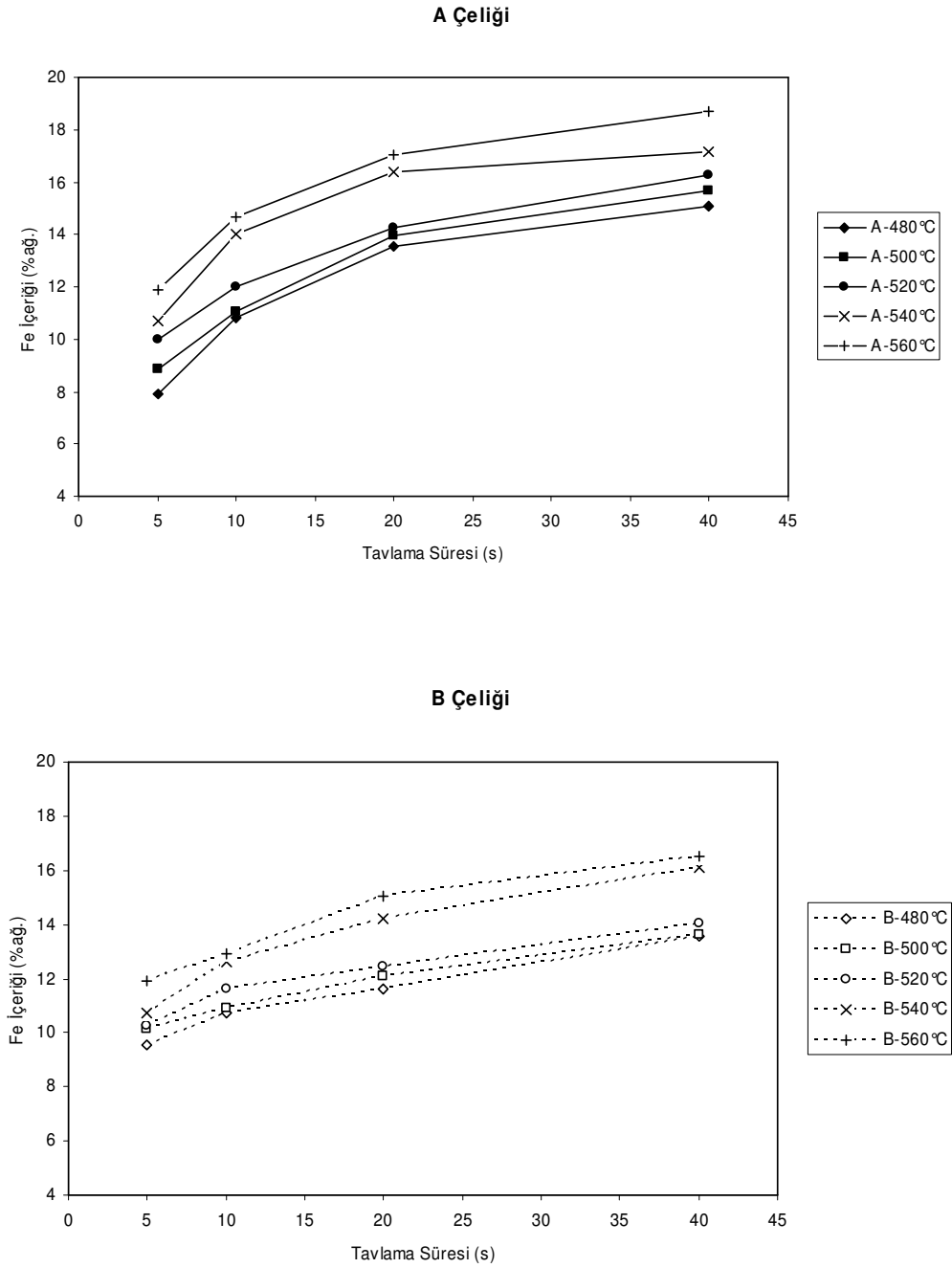
Her iki çeliğin farklı işlem koşullarına ait mikrokeseit görüntülerinde fişkırtma tipinde herhangi bir oluşumla karşılaşılmamıştır.

Ek Açıklamalar B’deki kesitlerin neredeyse tümünde mikroçatlaklar görülmekte ve bunların hemen hemen tümü kaplama yüzeyine çıkmaktadır. Oysa TEM’le yapılan yüzey incelemelerinde mikroçatlak oluşumlarına yalnızca yüksek sıcaklıklarda rastlanmıştır (Şekil 4.6). Bu nedenle mikrokeseitlerde gözlenen mikroçatlakların büyük çoğunluğunun metalografik numune hazırlama (zımparalama ve parlatma) aşamalarında ortaya çıkan gerilimler sonucunda oluştuğu düşünülmektedir. Bu yaklaşım Hong (2005)’un çalışmalarında da benimsenmiştir.

4.4 KAPLAMADAKİ DEMİR İÇERİĞİNİN BELİRLENMESİ

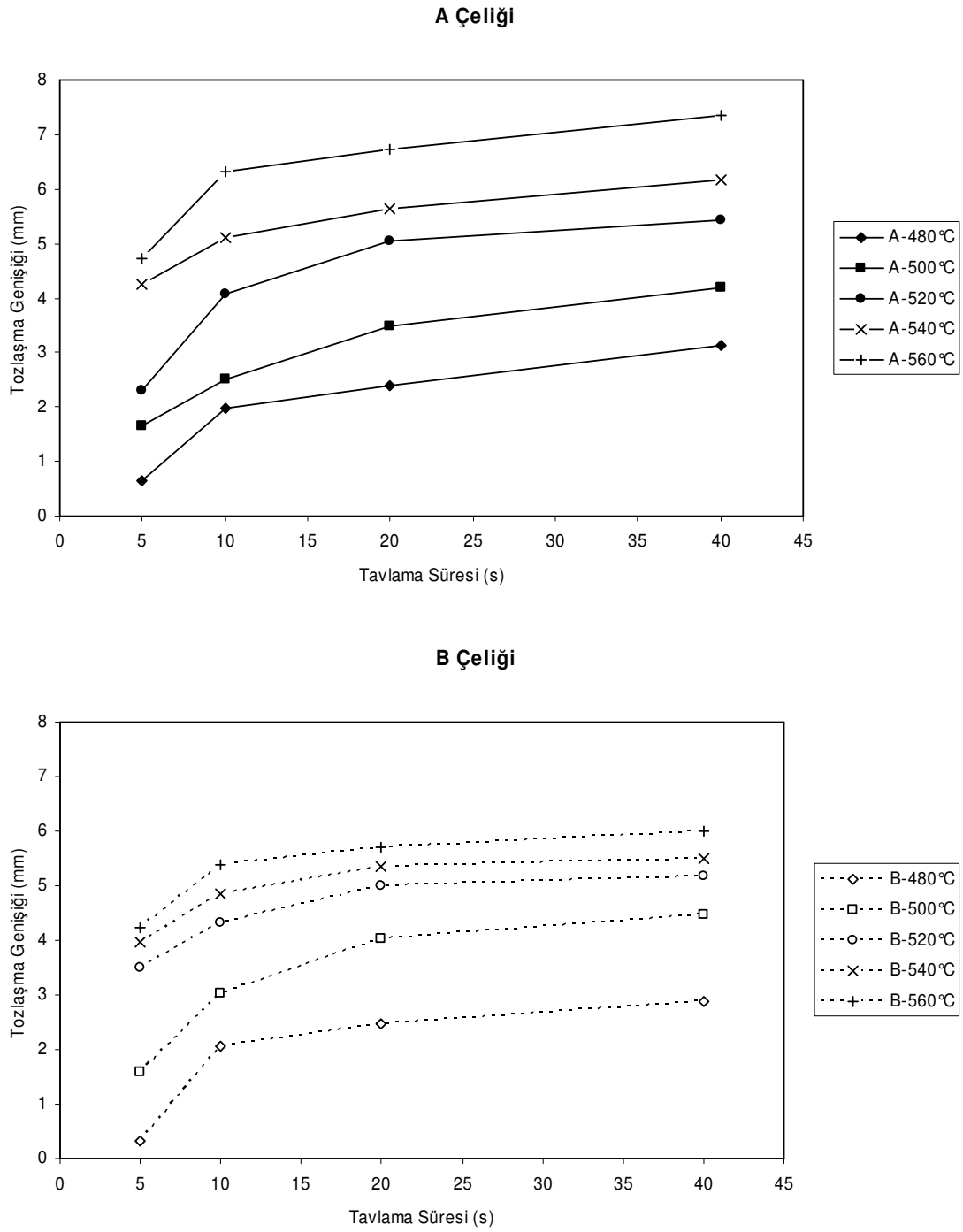
Tavlama işlemine giren A çeliğindeki SÇK içerisindeki demir içeriği % 0,37, B çeliğinde ise % 0,41 olarak bulunmuştur. Şekil 4.11’de görülebileceği gibi farklı tavlama çevrimleri sonrasında oluşan DAÇK’lar içerisindeki demir içerikleri her iki çelikte sıcaklığa bağlı

olarak zamanla parabolik bir şekilde artmaktadır. Her iki çelikte de artış özellikle 540 ve 560°C sıcaklıklarında çok daha belirgindir.



Şekil 4.11 A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların demir içeriği.

4.5 TOZLAŞMA PERFORMANSI



Şekil 4.12 A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların tozlaşma performansı.

60°V bükme testi sonrasında A ve B çeliklerine ait alaşımlı kaplamaların tozlaşma performansının tavlama sıcaklığı ve süresi ile değişimi Şekil 4.12'deki gibidir. Şekil 4.12'de görülebileceği gibi her iki çelikteki alaşımlı kaplamaların tozlaşma genişliği sıcaklık ve zamanla artmaktadır.

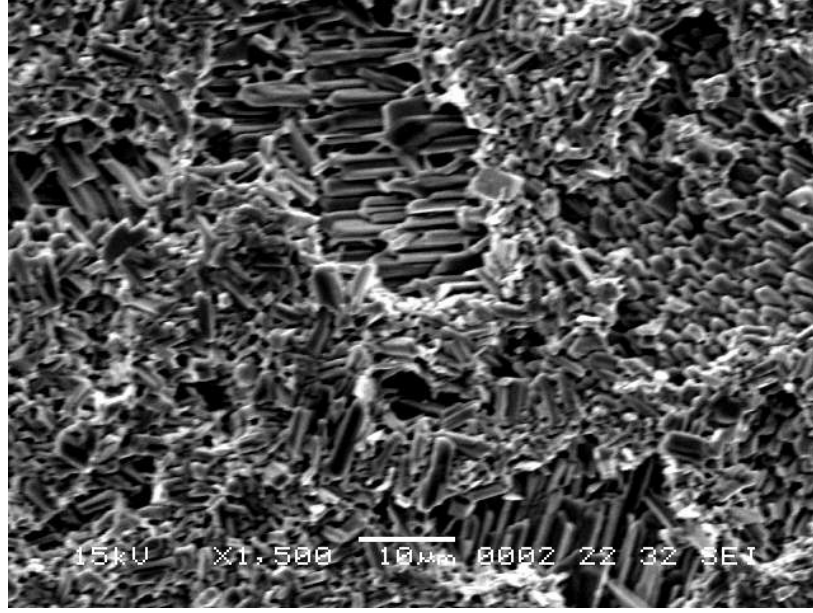
BÖLÜM 5

SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

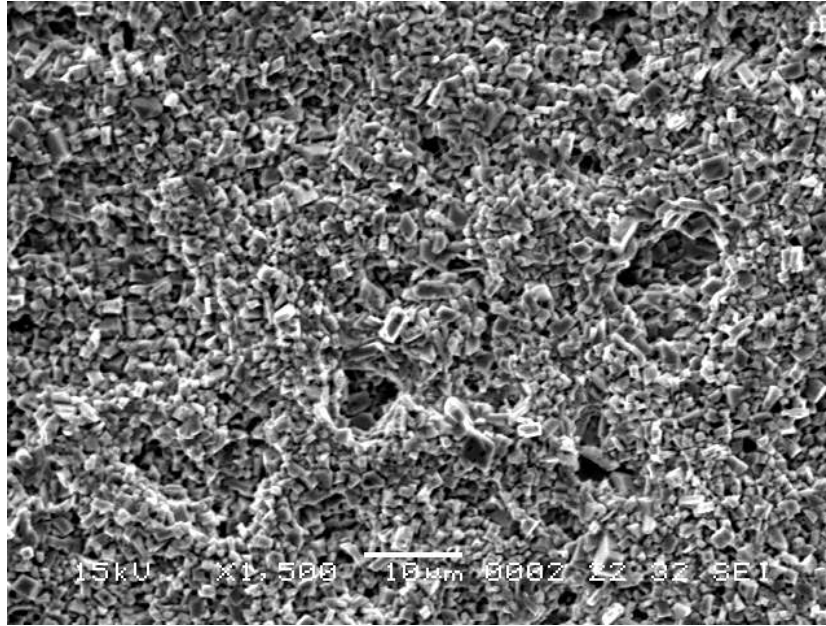
Bu bölümde, Bölüm 4'te verilen deney sonuçları irdelenmekte ve pratik kullanıma yönelik olarak kaplama performansında dikkate alınan tozlaşma direnci ile yüzey pürüzlülüğü ve kaplamanın demir içeriği ilişkilendirilmektedir.

5.1 YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ İLE TOZLAŞMA PERFORMANSININ DEĞİŞİMİ

DAÇK'ların yüzey şekli şekillenebilirlik ve yüzey görünümü gibi nihai özellikler açısından önemlidir. Kaplama yüzeylerinde görülen kraterler kaplama kalınlığında dalgalanma yaratarak yüzey pürüzlülüğünde belirgin değişimlere yol açmaktadır. Bu çalışmada da Ek Açıklamalar A'da görüldüğü gibi özellikle düşük sıcaklıktaki tavlama çevrimleri sonrasında kaplama yüzeyinde değişik boyutlarda rastgele dağılmış krater oluşumları ile karşılaşmıştır. Alüminyum içeriği % 0,10-0,14 arasında olan çinko kaplama banyolarındaki çok düşük alüminyum seviyesinin fışırma olarak bilinen ve kaplama kalınlığında heterojenliklere yol açan aşırı FeZn reaksiyonlarının neden olduğu bilinmektedir (Dionne 2006). Numunelerin alındığı çinko banyosundaki alüminyum içeriği verilen aralığın alt seviyesinde (% 0,10) olmasına rağmen yapılan kesit incelemelerinde fışırma olarak adlandırılan reaksiyonlarla karşılaşmamıştır. Yine kesit incelemelerinde bu tip oluşumların yarattığı kalınlık dalgalanmaları belirgin bir şekilde görülmemekle birlikte, Ek Açıklamalar A'daki yüzey görüntülerinde 500°C'ye kadar olan sıcaklıklarda içlerinde direk tipi ζ kristallerinden oluşan kraterler görülebilmektedir (Şekil 5.1). 500°C'nin üstündeki sıcaklıklarda da benzeri oluşumlar görülmekle birlikte bunların içlerinde ζ kristallerinin varlığı tespit edilememiştir (Şekil 5.2). Bu durum, ζ fazının peritektik dönüşüm sıcaklığının 500°C olduğunu ve bunun üstündeki sıcaklıklarda ζ fazının kaybolduğunu ileri süren Inagaki et al. (1995)'nin açıklamaları ile benzerlik taşımaktadır. Genel olarak, kraterlerin çapı düşük sıcaklık ve tavlama sürelerinde daha büyük olup artan sıcaklık ve tavlama süreleri ile küçülmektedir.



Şekil 5.1 A çeliğinde 480°C' de 5 s tavlama sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen krater oluşumları.



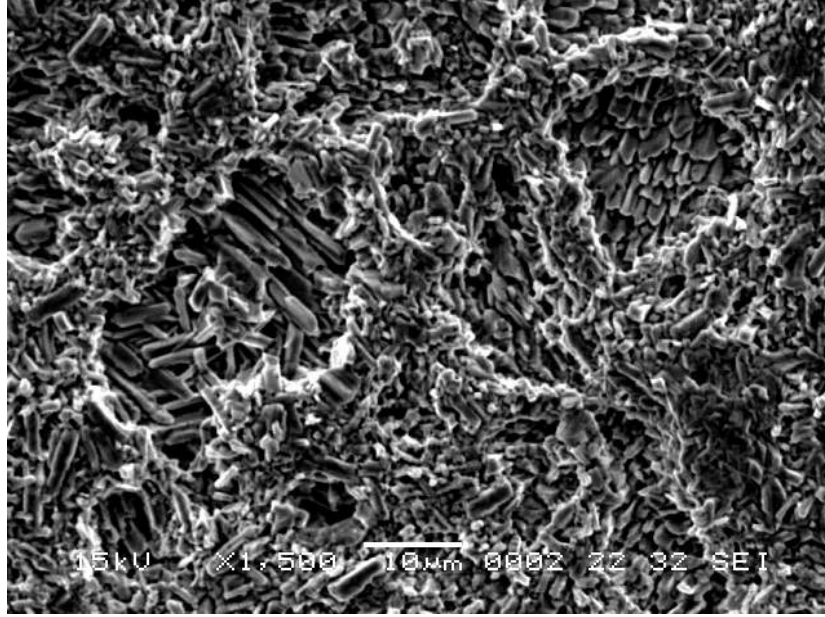
Şekil 5.2 A çeliğinde 520°C' de 5 s tavlama sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen krater oluşumları.

Farklı kimyasal bileşimdeki A ve B çeliklerinde yüzey pürüzlülüğünün tavlama süresi ile değişimi farklı karakteristikler sergilemektedir (Şekil 4.7). A çeliğinde yüzey pürüzlülüğü her

sıcaklıkta zamanla artarken, B çeliğinde zamanla azalmaktadır. Ancak yüzey pürüzlülükleri her iki çelikte de düşük sıcaklıklarda daha yüksek olup, sıcaklık arttıkça düşmektedir.

Her iki çeliğin yüzey pürüzlülüğündeki değişim şu şekilde açıklanabilir: α Fe katı çözeltilisindeki karbon atomlarının tane sınırlarındaki varlığı çinko yayılımını engellediğinden karbonca zengin A çeliğinin demirle alaşımlanması karbonsuz B çeliğine göre daha yüksek tavlama sıcaklıkları ve daha uzun tavlama süreleri gerektirmektedir (Beranger et al. 1996). Ayrıca, B çeliğinden daha yüksek Mn içeriğine sahip olan A çeliği numunesinin SÇK öncesinde düşük çığlenme noktasına (-39°C) sahip yeniden kristalleşme tav fırınında tavlama sonucunda içerisindeki Mn elementinin yüzeye segregasyonu ve burada oksitlenmeleri ile ortaya çıkan dış oksidasyonun A çeliğinde başlangıçtaki FeZn reaktivitesinin düşmesinde önemli bir rol oynadığı düşünülmektedir. Benzeri durum Ti ve Nb'lu AAÇ ile kıyaslandığında mukavemet arttırmak amacıyla Mn ve Si ilave edilen Ti'lu yüksek mukavemetli düşük alaşımlı çelikte de gözlenmiştir (Hertveldt et al. 2001a). Tavlama süresi arttıkça saf çinko kaplama içerisindeki çinko atomlarının Guttmann et al. (1995)'in önerdiği gibi oksit partikülleri/ Fe_2Al_5 arayüzeyinden geçerek çelik tabana yayıldığı düşünülmektedir.

Yapılan kesit incelemelerinde her iki çelikte de fışkırma tipi oluşumlarla karşılaşılması krater oluşumlarının Jordan and Marder (1998)'in ileri sürdüğü mekanizmadan farklı bir şekilde ortaya çıktığını göstermektedir. Kraterler içerisinde görülen yönlenmiş ζ kristallerinin varlığı (Şekil 5.3) krater oluşumunda Carless et al. (2000)'in ileri sürdüğü epitaksiyel büyüme modelinin etkin olduğunu göstermektedir. Bu modele göre, tercihi $\{111\}$ yönlenmesine sahip α Fe taneleri üzerinde yer alan yönlenmiş ζ kristalleri FeZn yayılımı için kararlı bir engel oluşturmakta, çevresinde ise FeZn fazlarının normal gelişimi devam etmektedir. Benzer mekanizma Nakamori et al. (1996) tarafından $\{111\}$ yönlenmesine sahip α Fe taneleri üzerinde oluşan iç bükey alan (krater) oluşumları ile de ifade edilmiştir. Bu çalışmada pole figür analizi yapılmadığı için her iki çelikte de $\{111\}$ yönlenmesine sahip α Fe tanelerinin yoğunluğu ve bunların krater oluşumları ile ilişkisi net bir şekilde ortaya konamamaktadır.

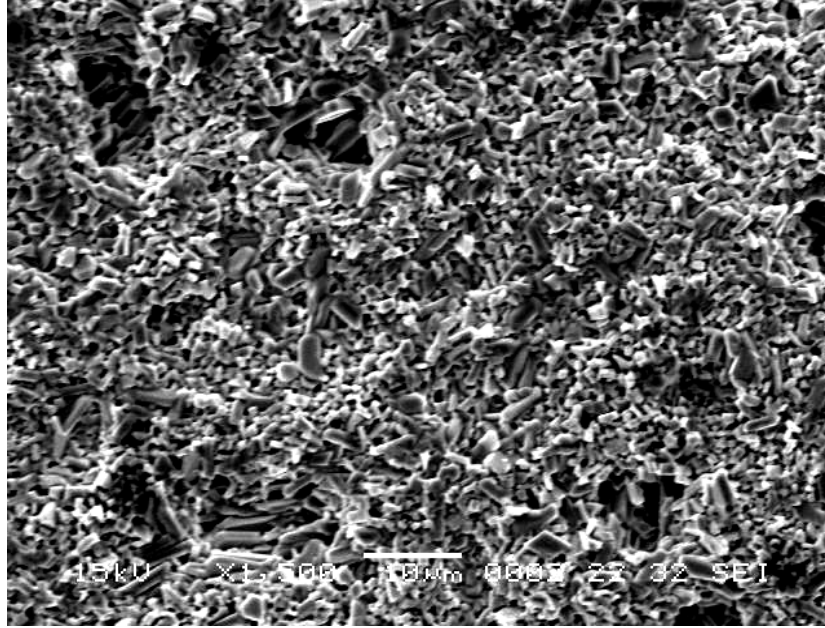


Şekil 5.3 A çeliğinde 480°C’ de 10 s tavlama sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen krater oluşumları.

A çeliğinin zamanla artan yüzey pürüzlülüğü, düşük FeZn reaktivitesi nedeniyle FeZn reaksiyonlarının (aynı zamanda kraterler içerisindeki ζ kristallerinin) geciken oluşumuyla açıklanabilir. Söz konusu durum, yüksek sıcaklıklarda artan alaşımlama hızı nedeniyle yüzeye doğru ilerleyen alaşım tabakalarının yüzeyi kaplaması sonucunda etkisini yitirmektedir (yüzey pürüzlülüğü düşmekte). Yüksek sıcaklıklarda artan yayınma hızının, FeZn fazlarının büyümesi için engel oluşturan aynı yöndeki ζ kristallerinin gelişimini de etkilemesi sonucunda (ζ kristalleri farklı yönlerde büyümekte (Şekil 5.4)) bu tip kristallerden oluşan kraterlerin çapları düşmekte; buna bağlı olarak bu sıcaklıklardaki yüzey pürüzlülüğü göreceli olarak azalmaktadır.

Hisamatsu (1989) Ti’lu AAÇ’in ADDKÇ’e göre 50-70°C daha düşük bir tavlama sıcaklığında alaşımlanacağını belirtmiştir. Jordan and Marder (1994) titanyumlu AAÇ’teki iç yapısal dönüşüm hızının ADDKÇ’ten daha yüksek olduğunu görmüştür. Benzer bir şekilde, Marder (1991)’in çalışmalarında Ti ve Nb’lu AAÇ’lerde alaşım oluşumunun hızlı olduğu görülmüştür. B çeliğinde A çeliğine göre başlangıçtaki daha ince kaplama kalınlığı (daha kısa alaşımlama süresi) ve AAÇ’lerde alaşım reaksiyonlarının içsel olarak daha hızlı bir şekilde gelişmesi nedeniyle krater oluşumları ancak düşük sıcaklıklarda ve ilk anlarda etkin olabilmekte daha sonra hızlı bir şekilde yüzeye doğru ilerleyen alaşım tabakaları nedeniyle

yüzey pürüzlülüğü zamanla azalmaktadır. Burada alaşım tabakasının hızlı bir şekilde ilerlemesine yol açan temel etken Inagaki et al. (1995) ve Chakraborty and Ray (2009)'ın belirttiği gibi Ti ve Nb gibi mikroalaşım elementleriyle arayer atomlarından arındırılan oldukça saf tane sınırlarından dolayı alaşımlamaya daha yatkın bir çelik taban malzemesinin ortaya çıkmasıdır.

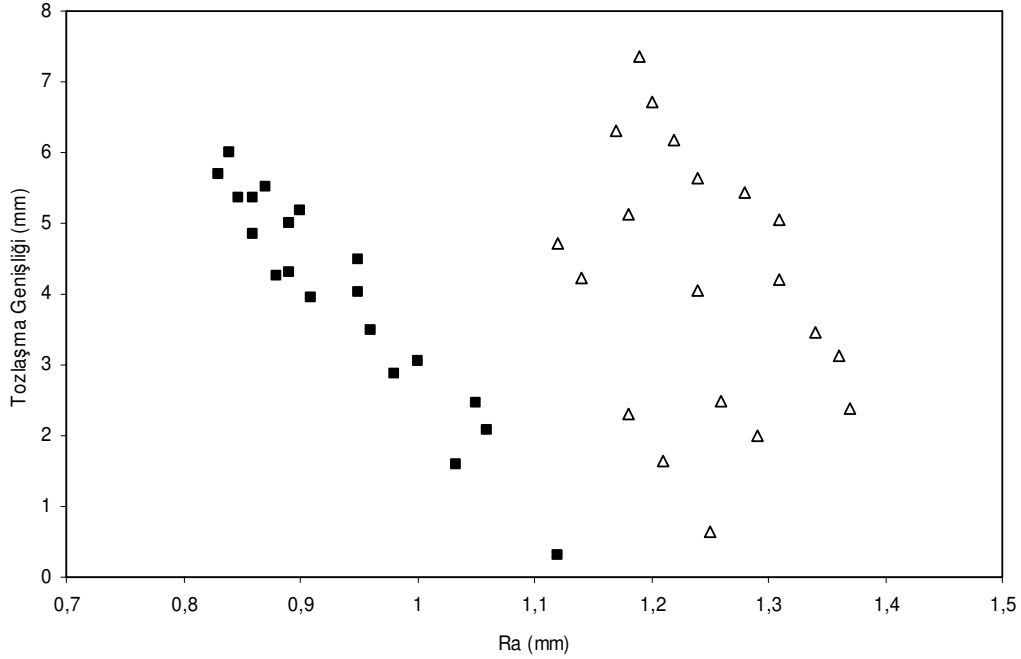


Şekil 5.4 A çeliğinde 500°C' de 5 s tavlama sonrasında kaplama yüzeyinde gözlenen krater oluşumları.

Şekil 4.12'de A ve B çeliklerinde ancak 520°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda tozlaşan tabaka genişliğinin 5 mm'nin üzerinde çıktığı görülmektedir. Bu genişlik Nippon Steel Co. tarafından belirlenen 60°V bükme testi sonrasında otomotiv uygulamaları için izin verilen en yüksek tozlaşma genişliğidir (Nippon Steel Co. 1990). Her iki çelikte de bu duruma ancak 520°C'nin üzerinde Alpas and Inagaki (2000)'nin vurguladığı gibi en yüksek 1 µm kalınlığının üzerine çıkan Γ fazının yol açtığı düşünülmektedir (Şekil 4.10). Her iki çelik karşılaştırıldığında tozlaşma genişliğinin A çeliğinde daha fazla olduğu görülmektedir. A çeliğinin başlangıçtaki saf çinko kaplama kalınlığının daha fazla olmasının bu duruma yol açtığı düşünülmektedir (Suemitsu et al. 1991).

Şekil 5.5'de A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan yüzey pürüzlülükleri ile aynı kaplamaların tozlaşma performansı ilişkilendirilmiştir. Arayer atomsuz

B çeliğinde başlangıçta hızlı gelişen reaksiyonlar sonucunda ilk anlarda görülen krater oluşumlarının yarattığı yüzey pürüzlülüğü ($Ra=1,12 \mu\text{m}$), yüzeye doğru hızlı bir şekilde gelişen alaşım tabakaları ile belirgin bir şekilde düşmektedir ($Ra=0,82 \mu\text{m}$). B çeliğinde tozlaşma genişliği ile Ra yüzey pürüzlülüğü arasında sıkı ilişki mevcuttur ve $0,85 \mu\text{m}$ 'nin altındaki Ra değerlerinde tozlaşma bant genişliği Nippon Steel Co.'nın 60°V bükme testinde belirlediği 5 mm sınırının üzerine çıkmaktadır (Nippon Steel Co. 1990).



Şekil 5.5 A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan yüzey pürüzlülükleri ile kaplamaların tozlaşma performansının değişimi.

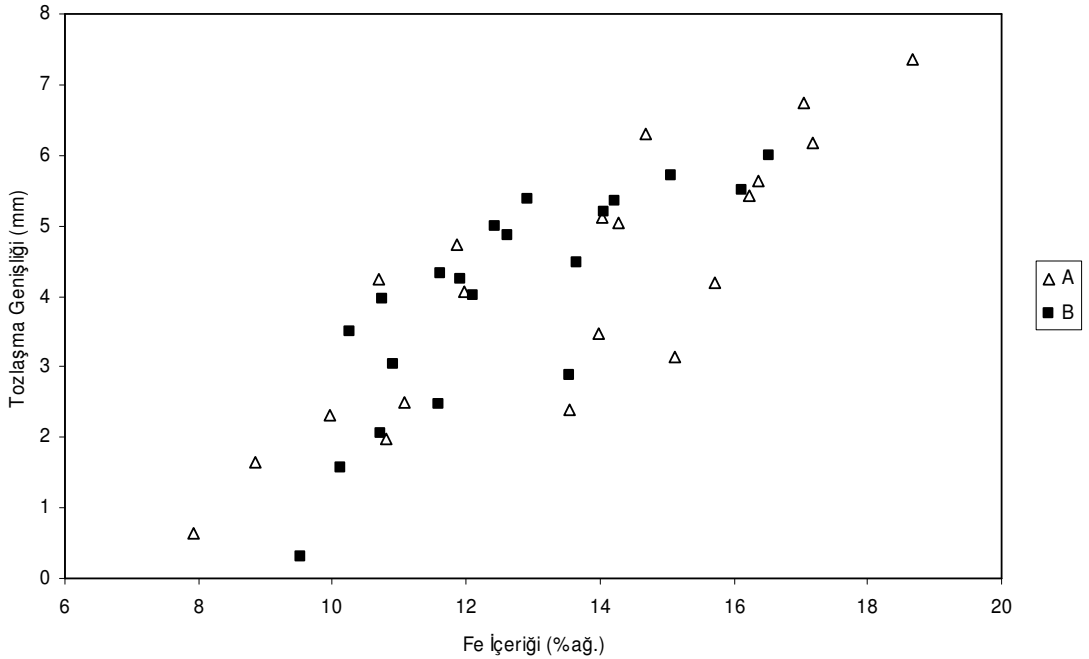
İçerdiği C elementinin yarattığı alaşımlama direnci ve Mn elementinin seçici dış oksidasyon sonucu çelik yüzeyindeki yarattığı dirençten dolayı yavaş gelişen reaksiyonlar, A çeliğinin Ra yüzey pürüzlülüğünde değişim hızı zamanla azalan bir artış ortaya çıkarmıştır ($Ra = 1,12-1,38 \mu\text{m}$). Yavaş ilerleyen FeZn reaksiyonları sonucunda daha uzun süre kaplama yüzeyindeki mevcudiyetini devam ettiren kraterlerin daha yüksek Ra değerlerinde de tozlaşmayı geciktirdiği görülmektedir. Ancak bu ilişki B çeliğindeki gibi sıkı olmayıp daha geniş bir bant aralığında ortaya çıkmaktadır.

Her iki çelikte de kaplama yüzeyindeki yüksek pürüzlülük değerlerinin nedeni olan kraterlerin Hong (2005) tarafından ileri sürüldüğü gibi şekillendirme işlemleri sırasında kaplama/çelik

taban arayüzeyine doğru ilerleyen çatlaklar için bir çapa rolü üstlendiği ve bu nedenle tozlaşmayı geciktirdiği düşünülmektedir.

5.2 DEMİR İÇERİĞİYLE TOZLAŞMA PERFORMANSININ DEĞİŞİMİ

Daha önce bir çok araştırmacı tarafından tespit edildiği ve Şekil 5.6'dan görüldüğü gibi A ve B çeliklerindeki kaplamalar içerisinde de demir içeriği arttıkça tozlaşma miktarı artmaktadır (Suemitsu et al. 1991, Van der Heiden et al. 1993, Kato et al. 1993, Angeli et al. 1993, Kawaguchi and Hirose 1993, Alpas and Inakagi 2000, Campos et al. 2002, Garza and Van Tyne 2007). Nippon Steel Co. (1990) tarafından belirlenen 60°V bükme testi sonrasında izin verilen en yüksek tozlaşma genişliğinin 5 mm olduğu göz önüne alındığında B çeliğinde en yüksek Fe içeriğinin % 12 olabileceği görülmektedir. A çeliğinde ise Fe içeriği % 15 gibi daha yüksek değerlere çıkabilmektedir. Burada, A çeliğinde kaplama yüzeyinde yüksek pürüzlülük değerleri oluşturan kraterlerin 60°V bükme testi sırasında kaplama/çelik taban arayüzeyine doğru ilerleyen çatlaklar için bir çapa rolü üstlendiği düşünülmektedir. Bu şekilde kaplama yüzeyinde mevcut kraterler daha yüksek Fe içeriklerinde dahi tozlaşma oluşumunu geciktirmektedir.



Şekil 5.6 A ve B çeliklerinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında kaplamalar içerisinde oluşan demir içeriği ile kaplamaların tozlaşma performansının değişimi.

5.3 SONUÇLAR VE İLERİYE DÖNÜK ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, endüstriyel demir ile alaşımlama işlemini simüle edecek şekilde oluşturulan tavlama çevrimleri ile ADDKÇ ile AAÇ tabanlar üzerinde oluşturulan DAÇK'lar incelenmiş ve elde edilen verilerle tozlaşma performansı ilişkilendirilmiştir. Elde edilen bulgular aşağıdaki gibi özetlenmiştir:

- 1- ADDKÇ ve AAÇ'lerde düşük sıcaklıklarda belirgin krater oluşumları ile karşılaşmıştır.
- 2- Krater oluşumları her iki çelik kalitesinde de başlangıçtaki yüksek yüzey pürüzlülüğünün nedenidir.
- 3- ADDKÇ'de yüzey pürüzlülüğü zamanla artan bir değişim (hızı zamanla azalmakta) sergilemektedir. Oysa AAÇ'de yüzey pürüzlülüğü görece daha düşük olup, zamanla azalmaktadır.
- 4- AAÇ'de yüzey pürüzlülüğü ile tozlaşma performansı arasında çok sıkı bir ilişki tespit edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğü düştükçe tozlaşma miktarı artmakta olup, bunda artan sıcaklık ve süre ile yüzeye çıkıp yüzeyi tamamen kaplayan δ fazlarının etkili olduğu düşünülmektedir.
- 5- ADDKÇ'te ise yüzey pürüzlülüğü ile tozlaşma genişliği daha geniş bir bant aralığında değişmektedir.
- 6- Her iki çelikte de kaplamalarda gözlenen kraterlerin şekillendirme işlemleri sırasında kaplama/çelik taban arayüzüne doğru ilerleyen çatlaklar için bir çapa rolü üstlendiği düşünülmektedir.
- 7- ADDKÇ ve AAÇ'de demir içeriği ile tozlaşma performansı düşmektedir. ADDKÇ'de krater oluşumları nedeniyle tozlaşma direnci açısından izin verilebilir demir içeriğinin daha yüksek olduğu görülmüştür.

Bu çalışma ile elde edilen bulguların, daha sonraki presle şekillendirme işlemlerinde en iyi tozlaşma direnci sağlayacak endüstriyel tavlama çevrimlerinin oluşturulmasına yardımcı olacak şekilde hızlı ve pratik bir veri oluşturacağı düşünülmektedir.

Farklı yüzey pürüzlülüklerinin diğer şekillendirme test yöntemlerindeki (Bilya Düşürme, Çift Olsen, 180°U Bükme, Ters V Bükme, Kupa Çekme, Sıyırarak Çekme) performansının belirlenmesi ileriye yönelik olarak yapılabilecek çalışmalardandır. Bu şekilde özellikle otomotiv sektöründeki kullanımı gittikçe artan AAÇ'lerin DAÇK'larındaki yüzey

pürüzlülüğünün farklı şekillendirme işlemlerindeki davranışı belirlenebilecektir. Ayrıca, bu testler sonrasında endüstride hat çıkışında hızlı bir şekilde ölçülebilecek yüzey pürüzlülüğünün daha sonraki şekillendirme işlemlerindeki tozlaşma performansının öngörülmesinde etkin bir parametre olarak kullanılıp kullanılmayacağı netleşecektir.

KAYNAKLAR

- Alpas T and Inakagi J** (2000) Effect of microstructure on fracture mechanism in galvanized coatings. *ISIJ International*, 40 (2): 172-181.
- Angeli J, Faderl J and Gerdenitsch J** (1993) Identification of zinc-iron phases on galvanized steel sheets. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, ed. A. R. Marder, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 221-240.
- Aubell R, Ghoniem M A and Löhberg K** (1972) 'Linear' time law of corrosive attack of molten zinc upon solid iron. *Metall*, 26 (9): 898-901.
- Beranger G, Henry G and Sanz G** (1996) The Book of Steel. *Lavoisier Publishing with the participation of SOLLAC - Usinor Group*, Paris, France, pp. 995-1026.
- Brisberger R, Bechem W and Leyhe L** (2001) Production variables influencing the quality of galvanized sheet. *MPT International*, 3: 60-70.
- Campos C A, Guerrero-Mata M P, Colas R and Garza R** (2002) Weldability of galvanized interstitial free steel. *ISIJ International*, 42 (8): 876-881.
- Carless S P, Jenkins G A and Randle V** (2000) Influence of substrate topography on formation of FeZn phases and properties of galvanized coatings. *Ironmaking & Steelmaking*, 27 (1): 69-74.
- Chakraborty A and Ray R K** (2009) Influence of microstructure and texture on the formability character of industrially produced galvanized coatings on three interstitial free steels. *Surface and Coatings Technology*, 203: 1756-1764.
- Chattopadhyay A** (2009) Effect of process parameters and coating microstructure on powdering behaviour of galvanized steel sheets. *Ironmaking and Steelmaking*, 36 (2): 141-144.
- Chang S** (1990) Characterization and development of Fe-Zn alloyed coating layer. *Zinc-Based Coating Systems: Metallurgy and Performance*, eds. G. Krauss and D. K. Matlock, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 319-330.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Coffin C and Thompson S W** (1993) Galvannealing of interstitial-free sheet steels strengthened by manganese, silicon, or phosphorous: An initial study. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, ed. A. R. Marder, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 181-195.
- Deits S H and Matlock D K** (1990) Formability of coated sheet steels. *Zinc-Based Coating Systems: Metallurgy and Performance*, eds. G. Krauss and D. K. Matlock, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 297-317.
- Dionne S** (2006) The characterization of continuous hot-dip galvanized and galvannealed steels. *JOM*, March, pp. 32-40.
- Foet J, Iost A and Reimont G** (1993) Mechanical behavior of zinc coating. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, ed. A. R. Marder, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 21-30.
- Garza L G and Van Tyne C J** (2007) Friction and formability of galvannealed interstitial free sheet steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 187-188: 164-168.
- Ghuman A R P and Goldstein J I** (1971) Reaction mechanisms for the coatings formed during hot dipping of iron in 0 to 10 pct Al-Zn baths at 450-700°C. *Met. Trans*, 2: 2903-2914.
- Gould J E and Kimchi M** (1992) Challenges in welding new sheet steel products. *33rd MWSP Conference Proceedings*, ISS-AIME, 29: 41-54.
- Gutmann M** (1994) Diffusive phase transformations in hot dip galvanizing. *Mater. Sci. Forum*, 155-156: 527-548.
- Gutmann M, Lepretre Y, Aubry A, Roch M J, Moreau T, Drillet P, Mataigne J M and Baudin H** (1995) The use and manufacture of zinc and zinc alloy coated sheet steel products into the 21st century. *GALVATECH'95*, ISS-AIME, pp. 295-307.
- Hayes S** (1994) Morphology development of galvannealed coatings based on steel substrate chemistry and processing parameters. *Master Thesis*.
- Hertveldt I, De Cooman B C and Dilewijns J** (1998) Properties of galvannealed coating on TiNb- and Ti-stabilized interstitial free high strength steels. *39th MWSP Conference Proceedings*, ISS-AIME, ISS, 35: 105-113.
- Hertveldt I, Claessens S and De Cooman B C** (2001a) Galvanizing and galvannealing behaviour of B added TiNb IF high strength steel. *Materials Science and Technology*, 17: 1500-1507.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Hertveldt I, Claessens S and De Cooman B C** (2001b) Galvanizing and galvannealing behaviour of P and Mn added TiNb IF high strength steel. *Materials Science and Technology*, 17: 1508-1515.
- Hisamatsu Y** (1989) Science and technology of zinc and zinc alloy coated sheet steel. *GALVATECH '89*, The Iron and Steel Institute of Japan, pp. 3-12.
- Hortsmann D** (1986) Formation and growth of iron-zinc alloy layers. *Proceedings of 14th International Hot-dip Galvanization Conference*, Zinc Development Association, pp. 6-7.
- Hong M H and Saka H** (1997) Transmission electron microscopy of the iron-zinc δ_1 intermetallic phase. *Scripta Materialia*, 36 (12): 1423-1429.
- Hong M H** (2005) Correlation between the microstructure of galvannealed coatings and defoliation during pres forming. *ISIJ International*, 45 (6): 896-902.
- Inagaki J, Sakurai M and Watanabe T** (1995) Alloying reactions in hot dip galvanizing and galvannealing process. *ISIJ International*, 35 (11): 1388-1393.
- Inagaki J, Sakurai M and Yamashita M** (1998) Metallurgical viewpoints for producing IF base galvannealed steel sheets with good pres formability. *Int. symposium on modern LC and ULC sheet steels for cold forming: Processing and properties*, conference book, vol. 1, ed. W Bleck, Dept. of Ferrous Metallurgy RWTH, March 30th - April 1st, pp. 237-248.
- Inagaki J, Sakurai M and Yamashita M** (2000) Metallurgical viewpoints for producing IF base galvannealed steel sheets with good press formability. *IF Steel 2000 Proceedings*, pp. 237-242.
- Irie T** (1990) Development of zinc-based coatings for automotive sheet steel in japan. *Zinc-Based Coating Systems: Metallurgy and Performance*, eds. G. Krauss and D. K. Matlock, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 143-155.
- Jaffrey D, Browne J D and Howard T J** (1980) The cracking of zinc spangles on hot-dipped galvanized steel. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 11 (4): 631-635.
- Jordan C E, Goggins K M and Marder A R** (1992) Kinetics and formability of hot-dip galvanneal coatings. *GALVATECH '92*, Stahl und Eisen, 1992, pp. 137-141.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Jordan C E and Marder A R** (1993) A model for galvanneal morphology development. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, ed. A. R. Marder, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 197-219.
- Jordan C E and Marder A R** (1994) Morphology development in hot-dip galvannealed coatings. *Met. Mater. Trans.*, 1994, 25A (5): 937-947.
- Jordan C E, Goggins K M and Marder A R** (1994) Interfacial layer development in hot-dip galvanneal coatings on interstitial-free (IF) steel. *Met. Trans.*, 25A (10): 2101-2109.
- Jordan C E and Marder A R** (1997a) Fe-Zn phase formation in interstitial-free steels hot-dip galvanized at 450°C, Part 1, 0.00wt%Al-Zn baths. *Journal of Materials Science*, 32: 5593- 5602.
- Jordan C E and Marder A R** (1997b) Effect of substrate grain size on iron-zinc reaction kinetics during hot-dip galvanizing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 28 (12): 2683-2694.
- Jordan C E and Marder A R** (1998) The effect of iron oxide as an inhibitor layer iron-zinc reactions during hot-dip galvanizing. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 29 (2): 479-484.
- Kanamaru T and Nakayama M** (1995) Alloying reaction control in production of galvannealed steel. *Mater Sci Res Int*, 1 (3): 150-156.
- Kato C, Koumura H, Uesugi Y and Mochizuki K** (1993) Influence of phase composition on formability of galvannealed steel sheet. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, ed. A. R. Marder, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 241-249.
- Kato T, Hong M H, Nunome K, Sasaki K, Kuroda K and Saka H** (1998) Cross-sectional TEM observation of multilayer structure of a galvannealed steel. *Thin Solid Films*, 319: 132–139.
- Kawaguchi H and Hirose Y** (1993) Structural control of galvannealed alloy layer by adding Mn to galvanizing bath. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, ed. A. R. Marder, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 153-167.
- Kikaldy J S and Urednicek M** (1973) Mechanism of iron attack inhibition arising from additions of aluminum to liquid zinc(Fe) during galvanizing at 450°C. *Z. Metallkde*, 64: 899-910.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Kirkbride A G** (1987) Master Thesis, University of Witwatersrand, Johannesburg, South, Africa.
- Lee H H and Hiam D** (1989) Corrosion resistance of galvanized steel. *Corrosion*, 45 (10): 852-856.
- Lin C S, Chiou W A and Meshii M** (1993) Effect of phosphorus content in base steel on the formation of alloy layer of hot dip coated steel sheets. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, ed. A. R. Marder, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 31-40.
- Lin C S and Meshii M** (1994) The effect of steel chemistry on the formation of Fe-Zn intermetallic compounds of galvanized-coated steel sheets. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 25 (5): 721-730.
- Massalski T B** (1992) Phase Diagrams. *ASM Metal Handbook*, Vol. 3, ASM, Materials Park, OH, USA, p. 206.
- Mackowiak J and Short N R** (1976) The effect of pressure on the reaction between Fe(S)-Zn(L) at 501 and 554°C. *Corrosion Sci.*, 16: 519-528.
- Mackowiak J and Short N R** (1979) Metallurgy of galvanized coatings. *International Metals Reviews*, review 237 (1): 1-19.
- Marder A R** (1991) *Zinc coating of interstitial-free steel sheet*, International symposium on interstitial-free steel sheet: Proceedings, fabrication and properties. eds. L. E. Collins and D. L. Baragar, *Metallurgical Society of CIM*, pp. 157-174.
- Marder A R** (2000) The metallurgy of zinc-coated steel. *Progress in Materials Science*, 45: 191-271.
- Mitsubishi Heavy Industries Ltd.** (1998) Introduction of Mitsubishi continuous galvanizing line & continuous annealing line for Ereğli Iron and Steel Works Inc., Technical Presentation, Mitsubishi Heavy Industries Ltd..
- Nakamori T, Adachi Y, Arai A and Shibuya A** (1995) Coating adhesion and interface structure of galvanized steel. *ISIJ International*, 35 (12): 1494-1501.
- Nakamori T, Adachi Y, Toki T and Shibuya A** (1996) Effect of microstructure of base steel on Fe-Zn alloy growth during galvanizing of an interstitial free steel. *ISIJ International*, 36 (2): 179-186.
- Nippon Steel Co.** (1990) Powdering Test. Technical knowledge for Ereğli Iron and Steel Works Inc..

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Olefjord I, Leijon W and Jelvestam U** (1980) Selective surface oxidation during annealing of steel sheets in H₂/N₂. *Appl. Surface Sci.*, 6: 241-255.
- Porter F C** (1991) Zinc Handbook: Properties, Processing and Use in Design. *Marcel Dekker Inc.*, New York, USA, pp. 253-268.
- Porter F C** (1994) Corrosion Resistance of Zinc and Zinc Alloys. ed. Schwietzer P.A., *Marcel Dekker Inc.*, New York, USA, pp. 121-159.
- Rangarajan V, Giallourakis N M, Matlock D K and Krauss G** (1989) The effect of texture and microstructure on deformation of zinc coatings. *J. Mater Shap Technol*, 6: 217-227.
- Rangarajan V, Jagannathan V and Raghavan K S** (1996) Influence of strain state on powdering of galvanized sheet steel. *SAE Trans.: J. Mater. Manuf.*, 105: 68-75.
- Rangarajan V** (1997) Galvanneal powdering in drawbeads. *SAE Trans.: J. Mater. Manuf.*, 106: 182-192.
- Sakae F, Hiroshi K and Chiaki K** (2004) Assessment and application technologies for automotive materials (perforation)-techniques for corrosion resistance and perforation feedback for automotive steel materials. *JFE Technical Report*, 4: 9-16.
- Sakiyama T** (1990) *Elektrode* tip life of hot-dip galvanized steel. *CAMP-ISIJ*, 3 (5): 1508-1509.
- Schnedler P E** (1971) Alloying improves paintability of zinc coatings, *Metal Progress*, 99: 80-82.
- Sheir L L, Jarman R A and Burstein G T** (2000) Corrosion, vol. 2: Corrosion Control, *Butterworth-Heinemann*, Oxford, 13:41-13:53.
- Shi M F, Smith G, Moore M and Meuleman D J** (1990) Galvanized coating optimized for coating adhesion through dies. *Zinc-Based Coating Systems: Metallurgy and Performance*, eds. G. Krauss and D. K. Matlock, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 387-398.
- Stadlbauer A, Rubenzucker F, Zeman K, Fuhrmann E, Faderl J and Schönberger L** (1995) A new galvannealing process controller. *GALVATECH '95*, Iron and Steel Society, 1995, pp. 81-90.
- Suemitsu Y, Nakayama M, Numakura Y, Kanamaru T and Hayashi H** (1991) United States Patent, Patent Number 5,049,453.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

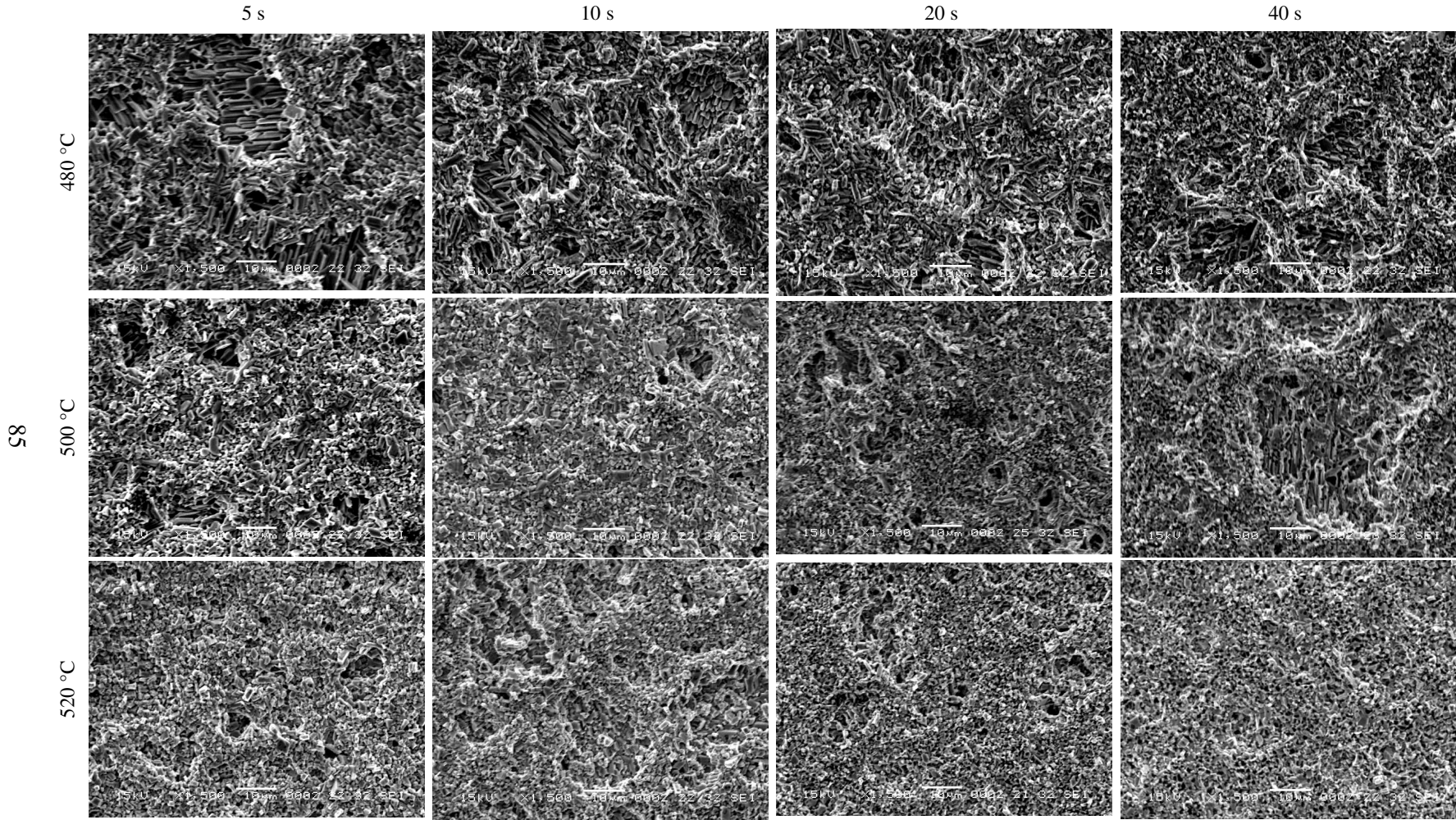
- Sugiyama M, Shigesato G and Ikematsu Y** (2005) Pinpoint Microstructure Characterization Technique by Transmission Electron Microscopy. *Nippon Steel Technical Report*, 91: 7-12.
- Takechi H** (1992) Recent Developments in the Metallurgical Technology of Continuous Annealing for Cold-Rolled and Surface-Coated Sheet Steels, Developments in the Annealing of Sheet Steels. eds. R. Pradhan and I. Gupta, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 3-23.
- Tang N Y** (1998) Thermodynamics and kinetics of alloy formation in galvanized coatings. *Zinc-Based Coating Systems: Production and Performance*, ed. F. E. Goodwin, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 3-11.
- Toki T, Oshima K, Nakamori T, Saito Y, Tsuda T and Hobo Y** (1993) Effect of P content in ultra-low carbon Ti stabilized steel on the rate of Fe-Zn alloy formation through ferrite grain boundary diffusion during hot-dip galvanizing. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, ed. A. R. Marder, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 169-180.
- Townsend H E** (1994) ASM Handbook, vol. 5: Surface Engineering, ed. F. Reidenbach, ASM, pp. 339-348.
- Uraki M, Terada M, Yamaguchi M and Nomura S** (1988) CAMP-ISIJ, 1: 651-662.
- Van der Heiden A, Burghardt A J C, Van Koesveld W, Van Peristein E B and Spanjers M G J** (1993) Galvanneal microstructure and anti-powdering process windows. *The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel*, ed. A. R. Marder, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 251-263.
- Van Koesveld W, Lamberigts M, Van der Heiden A and Bordignon L** (1995) Coating microstructure assessment and control for advanced product properties of galvannealed IF steels. *GALVATECH'95*, Chicago, IL, USA, pp. 343-355.
- Warnecke W** (1990) Modern hot dip coated sheet steel - processing, coating characteristics and fabricating properties. *Zinc-Based Coating Systems: Metallurgy and Performance*, ed. G. Krauss, D. K. Matlock, TMS, Warrendale, PA, USA, pp. 3-17.
- Zhong W, Ng H F and Ichikawa M** (1998) Effect of coating characteristics on powdering performance of galvanneal coatings, *GALVATECH'98*, ISIJ, Tokyo, Japan, pp. 603-607.

EK AÇIKLAMALAR A

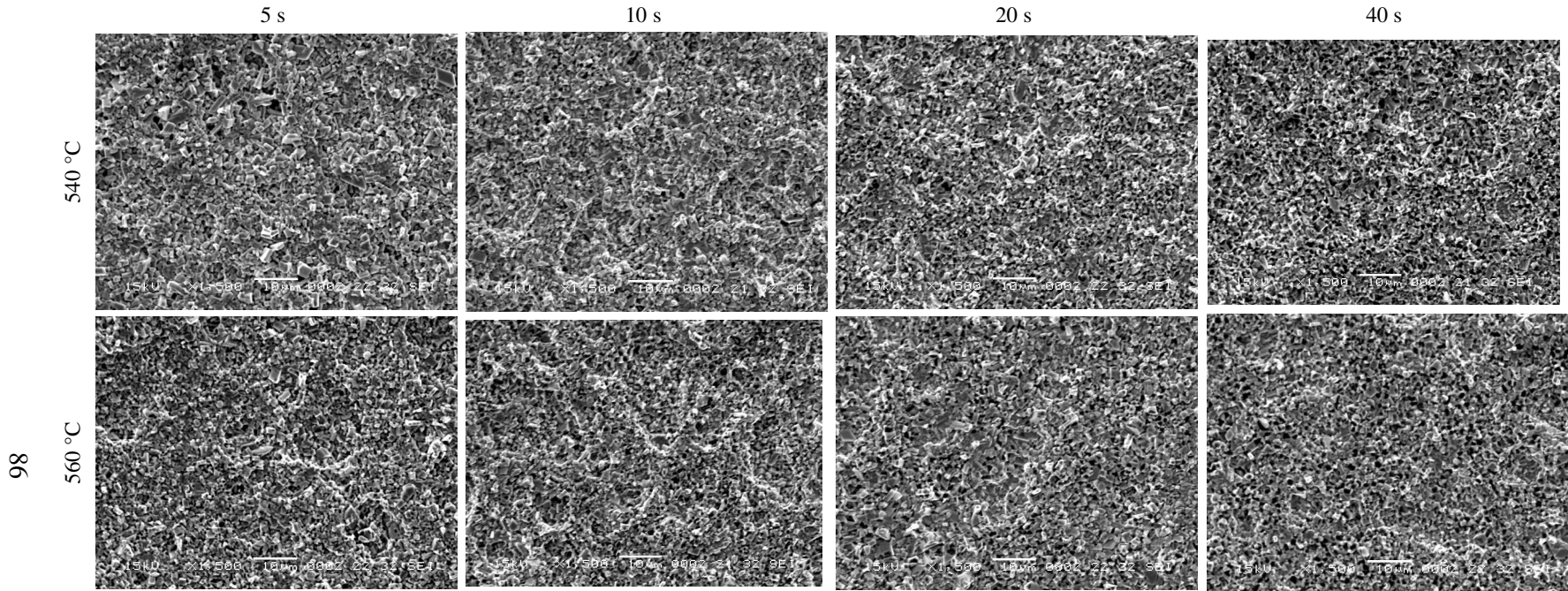
**TAVLAMA ÇEVİRİMLERİ SONRASINDA A VE B ÇELİKLERİNDE OLUŞAN
KAPLAMA YÜZEYLERİ**

TAVLAMA EVİRİMLERİ SONRASINDA A VE B ELİKLERİNDE OLUŞAN KAPLAMA YÜZEYLERİ

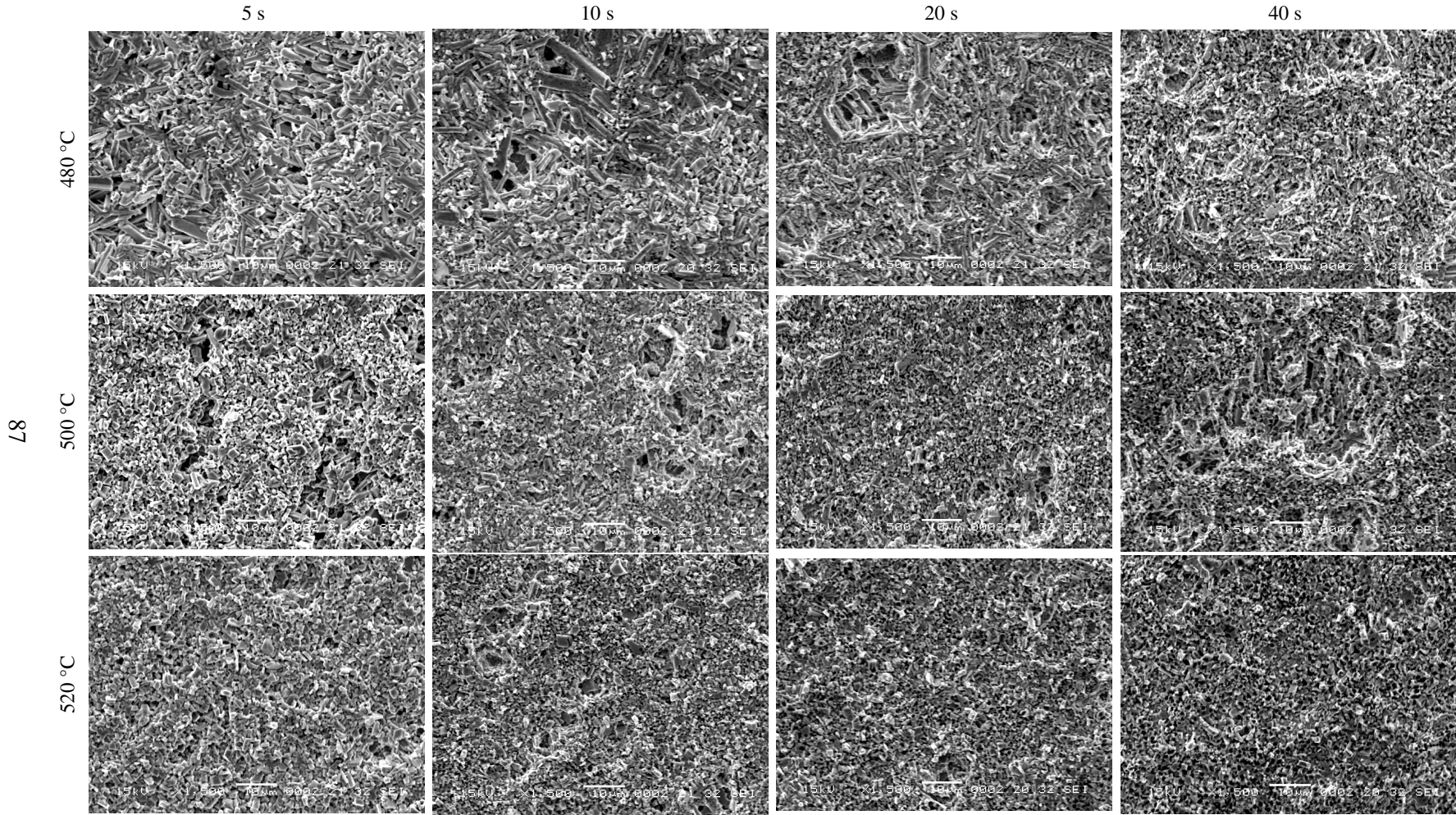
A ve B eliđi üzerindeki SK'ların belirlenen tavlama evrimleri sonrasında aldıđı grnmler TEM'de 1500 bytme grntlenmiřtir. Her iki elikte de dřk sıcaklıklarda daha belirgin olmak zere ilk anlarda belirgin krater oluřumları gzlenmektedir.



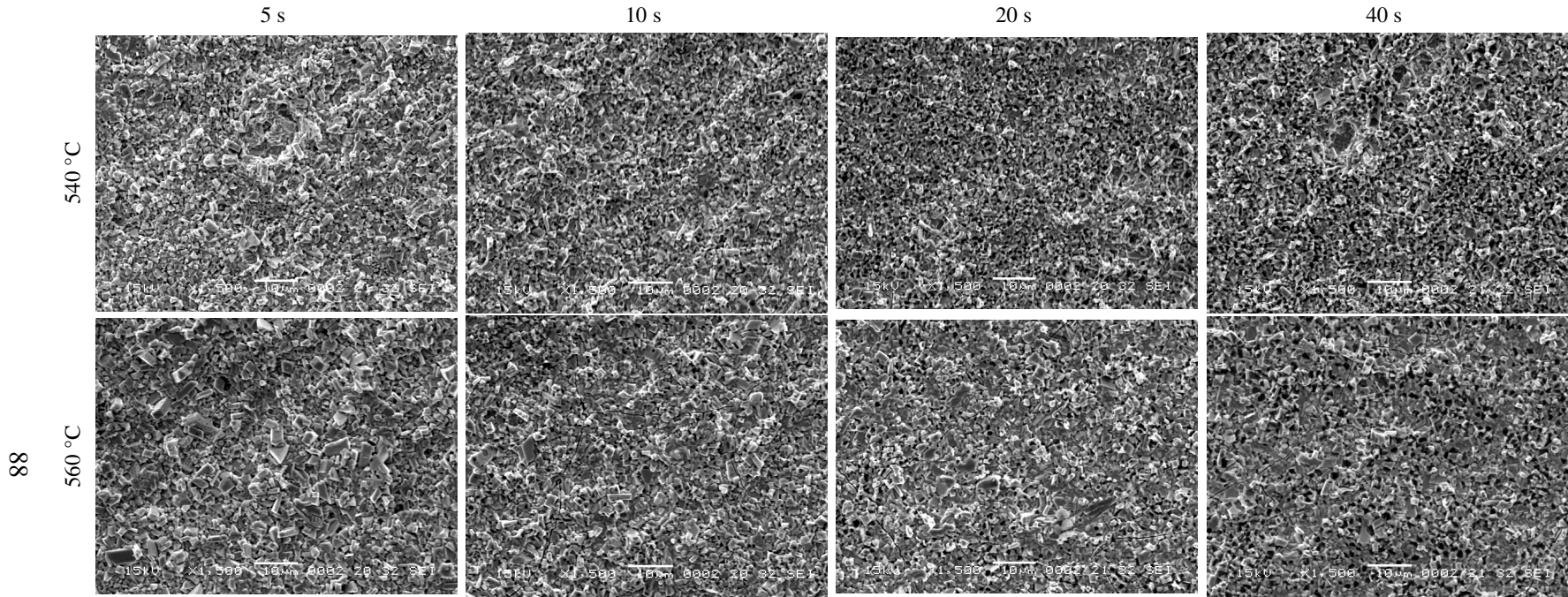
Şekil A.1 A çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların TEM yüzey görüntüleri (1500x).



Şekil A.1 (devam ediyor).



Şekil A.2 B çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların TEM yüzey görüntüleri (1500x).



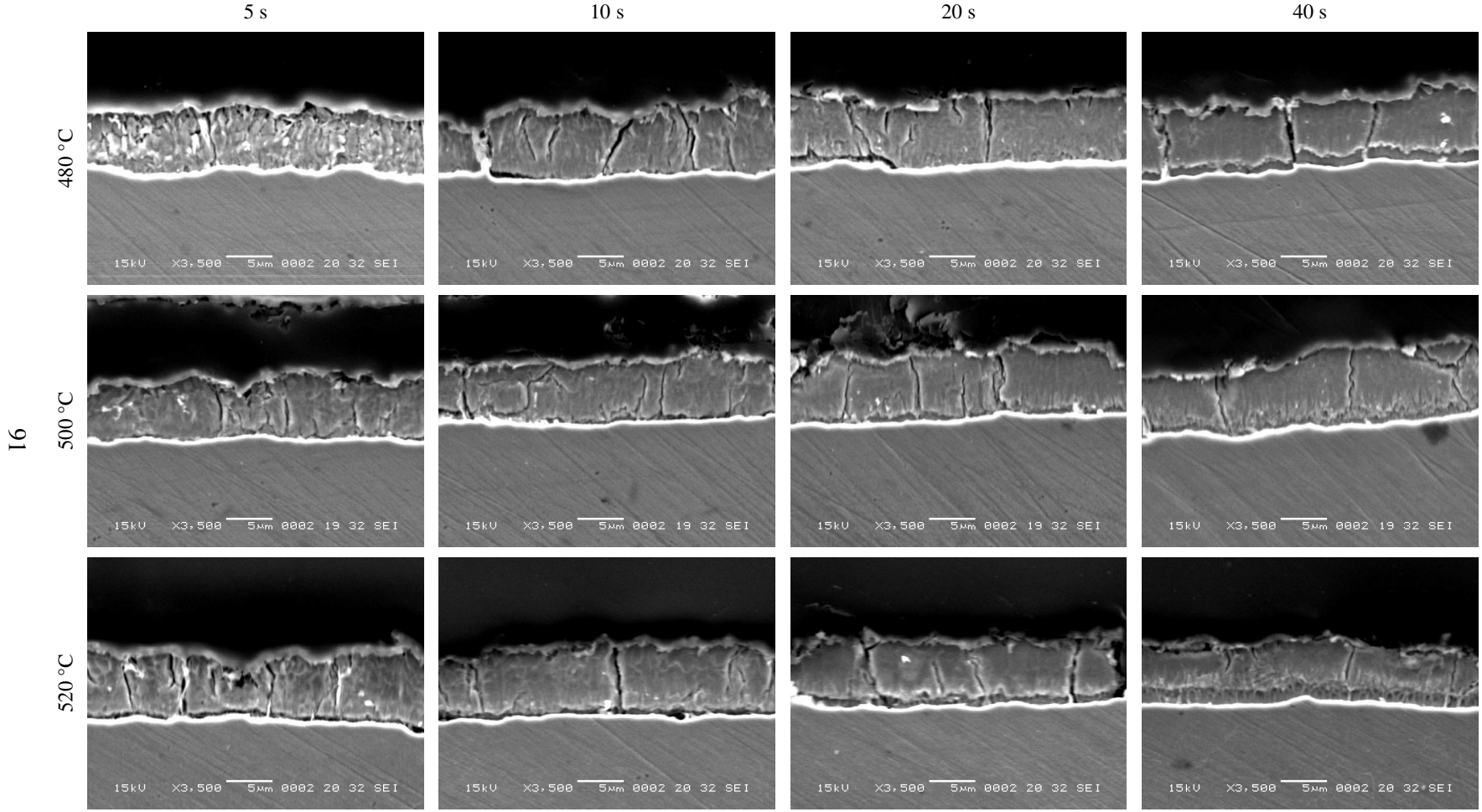
Şekil A.2 (devam ediyor).

EK AÇIKLAMALAR B

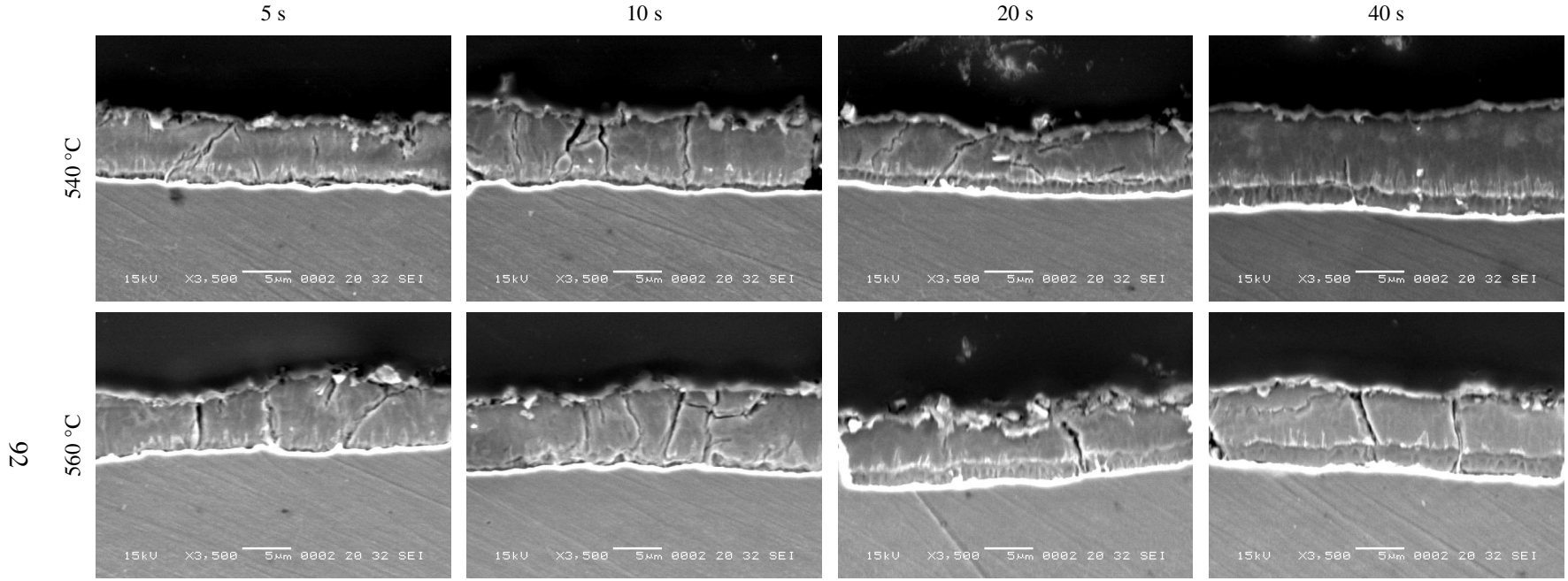
**TAVLAMA ÇEVİRİMLERİ SONRASINDA A VE B ÇELİKLERİNDE OLUŞAN
KAPLAMALARIN KESİTLERİ**

TAVLAMA ÇEVİRİMLERİ SONRASINDA A VE B ÇELİKLERİNDE OLUŞAN KAPLAMALARIN KESİTLERİ

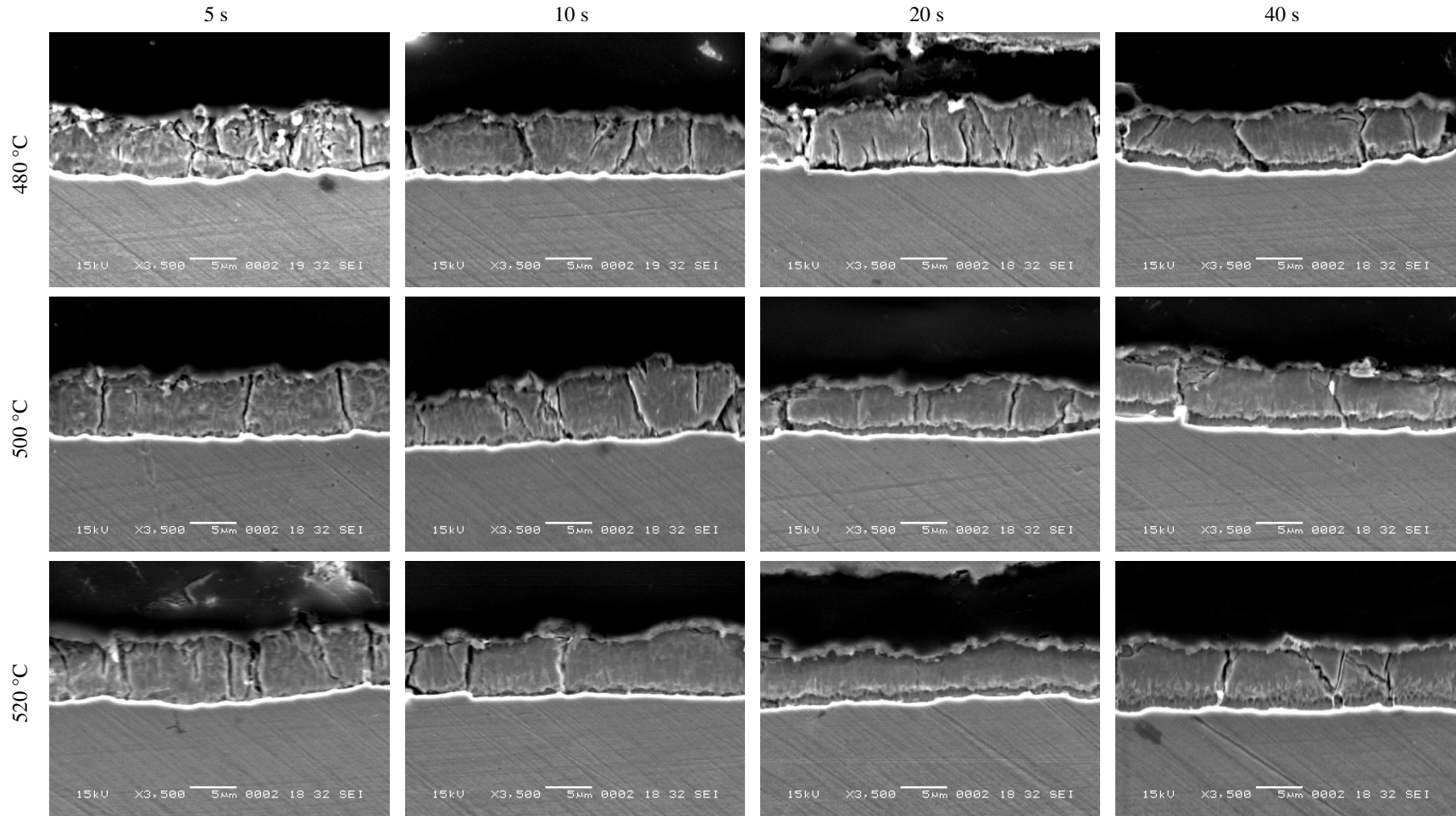
A ve B çeliği üzerindeki SÇK'ların belirlenen tavlama çevrimleri sonrasında kesitlerindeki değişimler TEM'de 3500 büyütmede ile görüntülenmiştir. Her iki çelikte de diğer fazlar ayırt edilememekle birlikte Γ fazının artan sıcaklık ve süre ile belirgin bir şekilde kalınlaştığı görülmektedir.



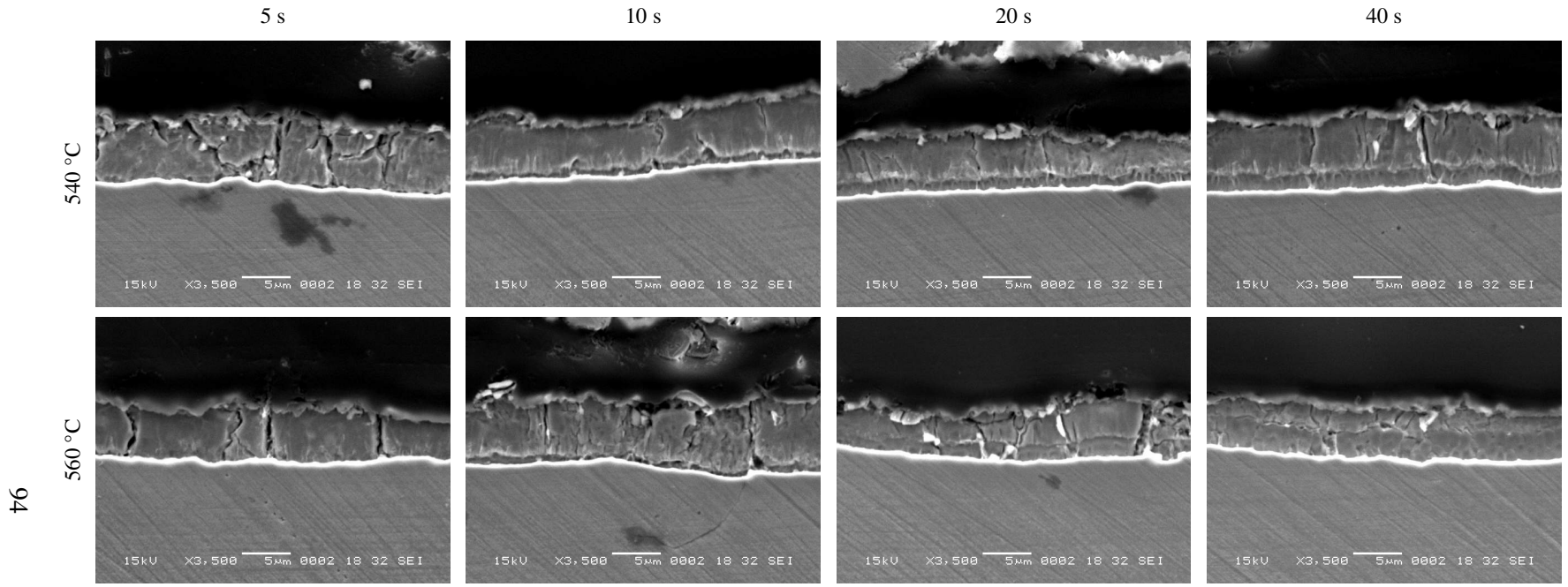
Şekil B.1 A çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların TEM kesit görüntüleri (3500x).



Şekil B.1 (devam ediyor).



Şekil B.2 B çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların TEM kesit görüntüleri (3500x).



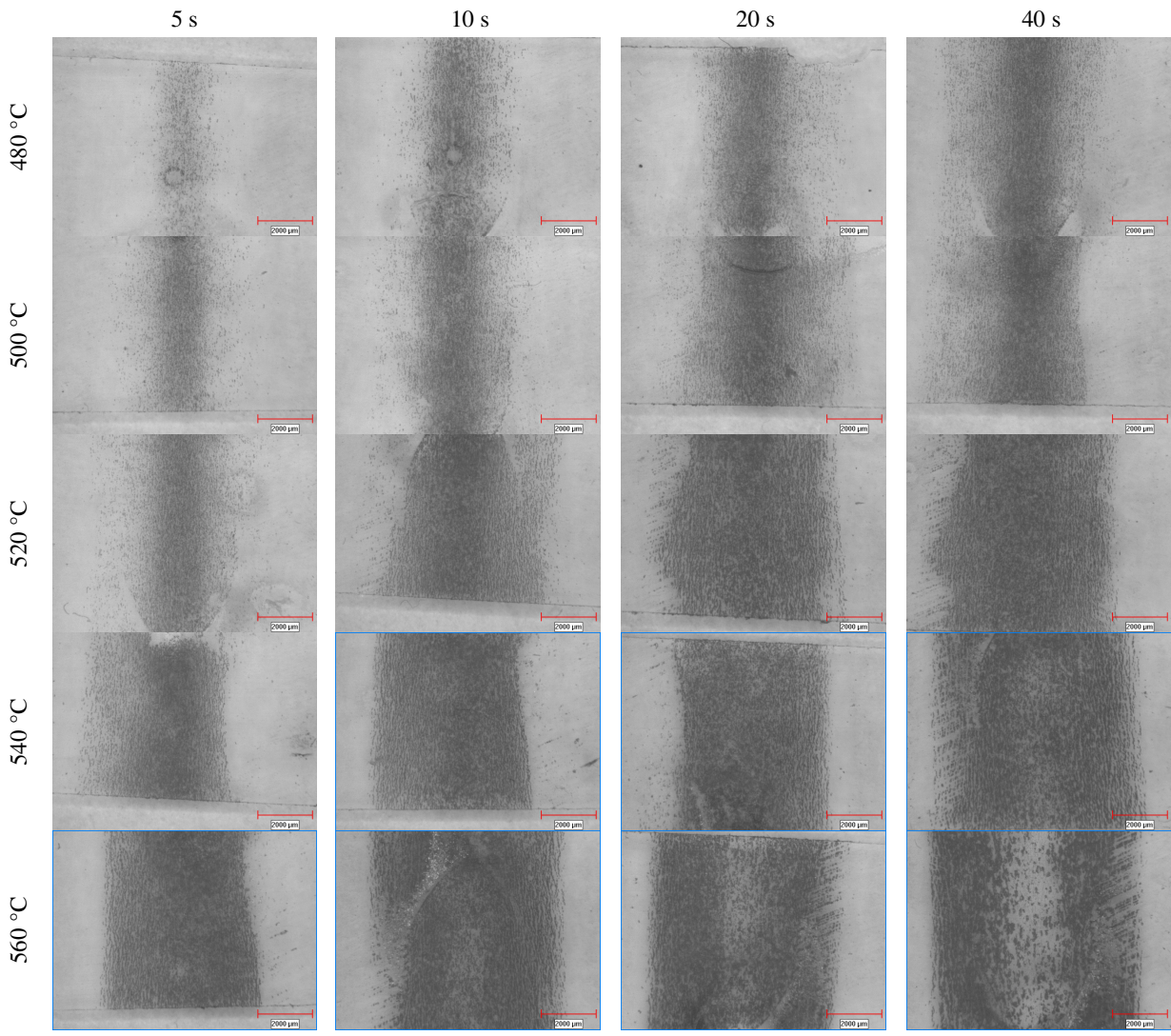
Şekil B.2 (devam ediyor).

EK AÇIKLAMALAR C

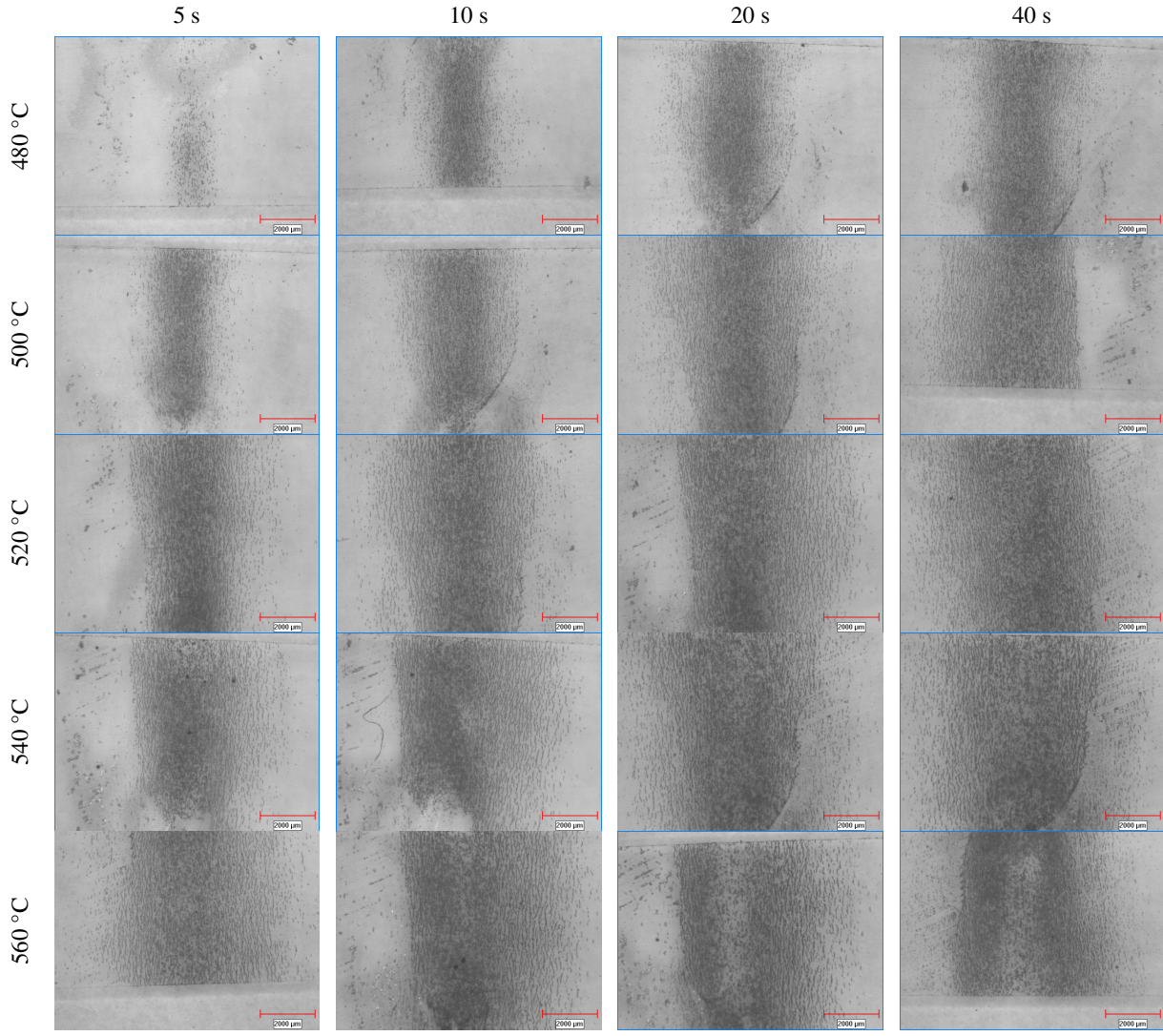
TAVLAMA ÇEVİRİMLERİ SONRASINDA A VE B ÇELİKLERİNDE OLUŞAN KAPLAMALARIN TOZLAŞMA PERFORMANSI

TAVLAMA ÇEVİRİMLERİ SONRASINDA A VE B ÇELİKLERİNDE OLUŞAN KAPLAMALARIN TOZLAŞMA PERFORMANSI

A ve B çeliği üzerindeki SÇK'ların belirlenen tavlama çevrimleri sonrasındaki tozlaşma performansı 60°V bükme testi ile belirlenmiştir. Testler sonrasında artan sıcaklık ve süre ile kaplamaların tozlaşma performansının düştüğü gözlenmiştir.



Şekil C.1 A çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların tozlaşma performansı.



Şekil C.2 B çeliğinde uygulanan tavlama çevrimleri sonrasında oluşan kaplamaların tozlaşma performansı.

ÖZGEÇMİŞ

Candan ŞEN ELKOCA 1981’de Ereğli–Zonguldak’da doğdu; ilk ve orta öğrenimini aynı ilçede tamamladı; Ereğli Lisesi’nden 1998 yılında mezun olduktan sonra 1999 yılında Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’ne girdi. “Çift Ana Dal Programı” dahilinde 2001 yılında yine aynı üniversitenin Mühendislik Fakültesi Endüstri Mühendisliği Bölümü’ne başladı. 2003 yılında Metalurji Mühendisliği Bölümü’nden (bölüm ikincisi olarak), 2004 yılında Endüstri Mühendisliği Bölümü’nden mezun oldu. 2004–2005 yılları arasında MMZ Onur Boru Profil Üretim AŞ.’de Üretim Planlama Mühendisi, 2007-2009 yılları arasında Ereğli Gemi İnşa Sanayi ve Tic. AŞ.’de Kalite Sistem Belgelendirme Mühendisi olarak çalıştı; halen 2008 yılında girdiği ZKÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda yüksek lisans programını sürdürmektedir.

ADRES BİLGİLERİ

Adres : Müftü Mh.
Göztepe Lojmanları G-30
Ereğli 67300 ZONGULDAK

Tel : 0 (372) 329 4930

E-posta : candansen@gmail.com

Candan ŞEN ELKOCA