

Kimyasal Yüzeysel İşlem ve Epoksi Kaplama Tekniğinin Yapıştırma Bağlantı Dayanımına Etkisi

İclal AVİNÇ AKPINAR^{1*}

¹Erzurum Teknik Üniversitesi, Rektörlük, İş Sağlığı ve Güvenliği Koordinatörlüğü, 25050, Erzurum

¹<https://orcid.org/0000-0001-9994-6733>

*Sorumlu yazar: iclal.akpinar@erzurum.edu.tr

Araştırma Makalesi

Makale Tarihi:

Geliş tarihi: 01.04.2023

Kabul tarihi: 02.07.2023

Online Yayınlanma: 20.12.2023

Anahtar Kelimeler:

Kimyasal dağlama

Yapıştırıcı

Epoksi kaplama

Çekme testi

Mukavemet

ÖZ

Yapıştırma bağlantıları, iki farklı tür malzemenin birleştirilmesine olanak sağlayan bir birleştirme yöntemidir. Bu birleştirme yönteminin dayanımını etkileyen iki önemli faktör vardır. Bu faktörlerden biri yapıştırılacak yüzeyin özellikleri (yüzey pürüzlülüğü ve modifikasyonu) diğeri ise yapıştırıcının mukavemetidir. Bu nedenle yapıştırma bağlantısının dayanımını artırmak için yapıştırıcının yapıştırılan yüzeye tutunma kabiliyetinin artırılması gerekmektedir. Yapıştırılan yüzeylere farklı tür yüzey işlemleri uygulanarak, yapıştırıcının yüzeye tutunma kabiliyeti artırılması amaçlanmıştır. Sunulan çalışmada, kimyasal yüzey işlemi ile yapıştırılan yüzeylerin pürüzleştirilmesi ve pürüzleştirilen yüzeylerde oluşan mikro boşluklara yapıştırıcının daha iyi nüfuz etmesi için epoksi kaplama yöntemi kullanılarak elde edilen yapıştırma bağlantılarının mukavemeti incelenmiştir. Sonuç olarak; kimyasal yüzey işlemi ile alüminyum yüzeylerde oluşan pürüzlülük değeri dağlama süresine bağlı olarak değişmektedir. Buna göre optik mikroskop ile elde edilen pürüzlülük değerleri açısından en ideal NaOH dağlama süresi 30 dakika olduğu görülmüştür. Yüzeyine kimyasal dağlama işlemi uygulanmış yapıştırma bağlantılarının dayanım kapasitesi yaklaşık %18 artmaktadır. Ancak pürüzlülüğünden dolayı yüzeyde oluşan mikro boşluklara yapıştırıcının nüfuz edememesi bağlantı mukavemetinin artışını sınırlamaktadır. Bu nedenle mikro boşluklara yapıştırıcının nüfuz edebilmesi için yüzeye epoksi kaplama yöntemi uygulanmış olup, bunun neticesinde bağlantının kayma dayanımındaki artış oranı yaklaşık %43 düzeyine çıkarılmıştır.

The Effect of Chemical Surface Treatment and Epoxy Coating Technique on Bonding Strength

Research Article

Article History:

Received: 01.04.2023

Accepted: 02.07.2023

Published online: 20.12.2023

Keywords:

Chemical etching

Adhesive

Epoxy coating

Tensile test

Strength

ABSTRACT

Adhesive joints are a bonding method that allows two different types of materials to be joined. There are two important factors that affect the strength of this bonding method. One of these factors is the properties of the surface to be bonded (surface roughness and modification) and the other is the strength of the adhesive. Therefore, in order to increase the strength of the adhesive joint, it is necessary to increase the adhesion ability of the adhesive to the adhered surface. It is aimed to increase the adhesion ability of the adhesive to the surface by applying different types of surface treatments to the adhered surfaces. In the present study, the strength of the adhesive joints obtained by using the epoxy coating method was investigated in order to roughen the bonded surfaces by chemical surface treatment and better penetration of the adhesive into the microvoids formed on the roughened surfaces. In conclusion; The roughness value formed on aluminum surfaces by chemical surface treatment

changes depending on the etching time. Accordingly, in terms of the roughness values obtained with the optical microscope, the ideal NaOH etching time was 30 minutes. The strength capacity of adhesive joints on which chemical etching has been applied increases by approximately 18%. However, the inability of the adhesive to penetrate the micro-voids formed on the surface due to the roughness limits the increase in the bond strength. For this reason, epoxy coating method was applied to the surface in order for the adhesive to penetrate into the micro-voids, and as a result, the rate of increase in the shear strength of the connection was increased to approximately 43%.

To Cite: Avinç Akpınar İ. Kimyasal Yüzey İşlemi ve Epoksi Kaplama Tekniğinin Yapıştırma Bağlantı Dayanımına Etkisi. Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi 2023; 6(Ek Sayı): 438-453.

Giriş

Endüstride birçok yapı, aynı veya farklı nitelikteki malzemelerin birleştirilmesini gerektirmektedir. Bu nedenle yapısal birleştirmede kaynak, perçin gibi birçok geleneksel teknik vardır ve bunların her birinin avantaj ve dezavantajları vardır. Özellikle havacılık alanındaki yapısal birleştirmelerde ise yapıştırıcıyla birleştirmenin avantajlarından dolayı bu yöntem sıklıkla kullanılmaktadır. Yapıştırma bağlantıları; geleneksel bağlantı yöntemlerinde olduğu gibi ergime sonucu kristal yapıda değişikliğe sebep olmaması, gerilme yığılmaları oluşturmaması, ergime sıcaklıkları altında birleşme işleminin gerçekleşmesi ve ayrıca daha düzgün ve temiz yüzeyler elde edilebilmesi açısından önemli avantajlar sunmaktadır (Higgins, 2000; Edwards, 1998; Grant ve ark., 2009).

Havacılık alanında kullanılan yapıştırma bağlantıları çevresel faktörlere maruz kaldığından dolayı, yapıştırıcıların yapıştırılan malzemelerin yüzeyine tutunma kabiliyetlerini azaltmaktadır. Bu durum bağlantının mekanik mukavemetini önemli ölçüde azaltmaktadır. Bağlantı mukavemetindeki bu azalmayı sınırlandırmak ve daha yüksek seviyede bir bağ kuvveti elde edebilmek için, yapıştırılan malzemeye yüzey ön işlemleri uygulanması gereklidir. Yüzey ön işlemleri ile ilgili literatürde yapılan çalışmaların amacı, yüzeyde pürüzlülük oluşturularak yapışma yüzey alanlarının genişletilmesi ve yüzeydeki kirleticilerin ve yapıştırmada olumsuz tabakaların giderilmesi ile bağlantının fiziksel ve kimyasal bağ kuvvetlerinin oluşturulmasını sağlamaktır.

Yapıştırıcıyla birleştirilmiş bağlantılarda bağlantı mukavemetini artırmak için yapılan yüzey ön işlemleri iki farklı yöntem ile yapılmaktadır. Bunlardan ilki mekanik aşındırma (zımparalama ve kumlama yöntemi) ile yapıştırılan yüzeyin pürüzleştirilmesidir. Pürüzlülük, iki yüzey arasında mekanik kilitleme ve bu yüzeyler arasında temas alanının artmasından dolayı yapıştırma bağlantılarının dayanımını etkileyen bir parametredir. Bu konuda literatürde yapılan birçok çalışma bulunmaktadır (Ghumatkar ve ark., 2016; da Silva ve ark., 2009; Paz ve ark., 2016; Safari ve ark., 2022; Rudawska ve ark., 2016). Jianpeng ve ark. (2022) tarafından yapılan bir çalışmada, mekanik yüzey pürüzlülüğü işlem için P80, P180, P320, P600 ve P800 nolu beş farklı zımpara kâğıdı kullanmıştır. Kullanılan bu beş farklı zımpara kâğıdı ile sırasıyla 2,06, 1,19, 0,85, 0,68 ve 0,52 µm yüzey pürüzlülük değerleri elde edilmiş ve bu metalik malzemeler yapıştırıcıyla birleştirilerek tek tesirli bindirme bağlantıları çeki testine tabi tutulmuştur. Yapılan çalışmanın sonuçlarına göre,

pürüzlülüğün 0,85 μm 'ye kadar artırılması bağlantının kayma dayanımını yaklaşık %57 artırmaktadır. Ancak pürüzlülük değerinin daha fazla artırılması bağlantının dayanımını azalttığı ifade edilmiştir. Spaggiari ve ark. (2013) tarafından yapılan bir çalışmada ise, mekanik yüzey pürüzlülüğü işlem için zımparalama, kumlama ve tırtıklama gibi üç farklı yöntem kullanmıştır. Zımparalama işlemi için P20 nolu zımpara kâğıdı, kumlama işlemi için 125 μm boyutunda alüminyum parçacıkları ve tırtıklama işlemi için ise soğuk plastik deformasyonlara neden olan elmas biçimli bir zımba kullanılmıştır. Üç farklı yöntem ile yüzeyi pürüzleştirilen metal parçaların yüzey pürüzlülük değerleri sırasıyla 1,99, 1,95 ve 3,85 μm olup, yapıştırıcıyla birleştirilen tek tesirli ve çift tesirli bindirme bağlantılarının mekanik dayanımları incelenmiştir. İnceleme sonucunda, zımpara kâğıdı ve kumlamanın en iyi performansı gösterdiği ve özellikle çelik bağlantılar olmak üzere birçok durumda koheziv bir hasar (yapıştırıcı tabakasının içerisinde oluşan hasar) olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca bağlantı mukavemeti açısından yapıştırılan malzemelerin elle zımparalanması kumlama işlemine göre daha iyi sonuç verdiği, ancak kumlama işlemi ile elde edilen bağlantıların daha kararlı ve tekrarlanabilir sonuçlara sahip olduğu anlaşılmaktadır.

Yapıştırılan malzemenin yüzeyini pürüzleştirmek için diğer bir yöntem ise, kimyasal yüzey ön işlemdir. Bu kimyasal yüzey ön işlemi uygulayarak yapıştırma bağlantı dayanımını artırmaya yönelik literatürde birçok çalışma yapılmıştır (van Dam ve ark., 2020; Ines ve ark., 2015; Jianmin ve ark., 2015; Wanru ve Guijun, 2023; Sang ve ark., 2010; Shoshan ve ark., 2017). Yapılan bu çalışmalarda genellikle kimyasal çözeltiler ile alüminyum parçaların yüzeyinden yağları, kirleticileri, oksit tabakasını gidererek ve aynı zamanda yüzeyi pürüzleştirerek bağlantı dayanımını artırılmıştır. Prolongo ve Ureña (2009) tarafından yapılan bir çalışmada, tek tesirli bindirme bağlantı numunelerinin yapıştırılmadan önce dört farklı yüzey ön işlemi uygulanmıştır. Bu yüzey ön işlemleri, a) mekanik aşındırma ve yağ giderme (scotchbrite ile aşındırma ve sonrasında metil etil keton ile silme), b) alkali temizleme (a'daki işlemin ardından 60°C'de 100g/l NaOH çözeltisinde 1 dakika daldırma), c) optimize edilmiş Forest Products Laboratory- FLP işlemi (b'deki işlemin ardından 330ml/l sülfirik asit ve 50g/l potasyum dikromat çözeltisine 60°C'de 15 dakika daldırma) ve d) P2 işlemi (b'deki işlemin ardından 185ml/l sülfirik asit ve 127g/l ferrik sülfat çözeltisinde 65°C'de 8 dakika daldırma) dir. Çalışmanın sonucuna göre, uygulanan ön işlemin etkinliğinin yalnızca alüminyum yapısına bağlı olmadığı, aynı zamanda yapıştırıcının da yapısına bağlı olduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca bir sülfirik asit-ferrik sülfat çözeltisine dayanan serbest krom aşındırma ön işlemi(d), yaygın olarak kullanılan dikromat-sülfirik asit aşındırma işleminden (c) daha yüksek mukavemet değerleri sağladığı ifade edilmiştir. Xintong ve ark. (2020) tarafından yapılan bir çalışmada ise, hem mekanik (zımparalama) hem de kimyasal (asit anotlama) yüzey ön işlemi uygulanan yapıştırma bağlantılarının mukavemetleri incelenmiştir. Çalışmada iki farklı zımpara kâğıdı (P180 ve P1000) ve dört farklı kimyasal ön yüzey işlemi (fosforik asit anotlama-PAA, sülfirik asit anotlama-SAA, kromik asit anotlama-CAA ve oksalik asit anotlama-OAA) uygulanmıştır. Yüzey ön işlemi uygulanmış parçalar üzerinden alınan pürüzlülük değerleri, dört farklı kimyasal ön işlem uygulanmış numunelerde ortalama 0,33 μm iken P180 ve P1000 zımpara ile

elde edilen pürüzlülük değerleri sırasıyla 1,98 ve 0,49 μ m'dir. Çalışmadan elde edilen bağlantıların kayma dayanımları incelendiğinde; dört farklı kimyasal yüzey ön işlemi ile elde edilen bağlantıların dayanımı, pürüzlülüğü yaklaşık altı kat fazla olan P180 zımpara ile elde edilmiş bağlantılara göre yaklaşık %9 ile %30 daha fazladır. Ayrıca kayma mukavemeti sonuçlarından elde edilen diğer bir sonuç ise, PAA ile işlenen yüzeyin 23,1 MPa ile optimum bindirmeli kayma mukavemetine yol açtığını göstermekte olup, PAA ön işlemi diğer anotlama işlemlerinden daha çevre dostu olduğudur. Yapıştırıcıyla birleştirilmiş bağlantılarda kimyasal yüzey ön işlem ile metal yüzeylerin dağlanması bağlantıların mukavemet dayanımı açısından oldukça önemlidir. Kimyasal dağlama ile yapıştırılan malzemelerin yüzeylerin pürüzleştirilmesi bağlantı dayanımı açısından önemlidir. Ancak pürüzlülük değerinin çok fazla olması bağlantı dayanımı negatif yönde etkilemektedir. Bu nedenle kimyasal dağlama işlem süresinin optimize edilmesi ve pürüzlülüğünden dolayı negatif etkinin giderilmesi yapıştırma bağlantılarının dayanımı açısından oldukça önemlidir. Sunulan çalışmada, kimyasal yüzey işlemi ile yapıştırılan yüzeylerin pürüzleştirilmesi ve pürüzleştirilen yüzeylerde oluşan mikro boşluklara yapıştırıcının daha iyi nüfuz etmesi için epoksi kaplama yöntemi kullanılarak elde edilen yapıştırma bağlantılarının mukavemeti incelenmiştir. Deneysel çalışmada yapıştırılan malzeme olarak AA2024-T3 alüminyum, yapıştırıcı olarak çift bileşenli DP460 yapısal yapıştırıcı ve kimyasal yüzey işlemi olarak ise beş farklı sürede NaOH çözeltisinde dağlama işlemi kullanılmıştır.

Materyal ve Metot

Kullanılan Malzemeler

Çalışmada, yapıştırıcı olarak havacılık için uygulaması bulunan ve alüminyum alaşımlarına uygun çift bileşenli DP460 (3M Company, St. Paul, MN, ABD tarafından üretilmiş) yapısal yapıştırıcı kullanılmıştır. Yapıştırılan malzeme olarak ise, havacılık ve otomotiv endüstrilerinde sıklıkla kullanılan AA2024-T3 alüminyum alaşım malzemesi kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan yapıştırıcının ve yapıştırılan malzemenin mekanik özellikleri Tablo 1'de verilmiştir (Bayramoğlu ve ark., 2021). Ayrıca yapıştırılan malzeme AA2024-T3 alüminyum alaşımının kimyasal bileşimi Tablo 2'de verilmiştir (Natália ve ark., 2016). Yüzey temizlemede %99 saflıkta aseton ve %70 saflığa sahip nitrik asit (HNO₃), epoksi yüzey kaplamada %99,8 saflığa sahip metanol (CH₃OH) ve dağlama çözeltisinin hazırlanmasında ise %95,5 saflıkta sodyum hidroksit kullanılmış olup, bu ürünler Sigma Aldrich Türkiye distribütöründen tedarik edilmiştir.

Tablo 1. Çalışmada kullanılan yapıştırılan malzemenin ve yapıştırıcının mekanik özellikleri (Bayramoğlu ve ark., 2021).

	AA2024-T3	DP 460
E (MPa)	70410 ^{±615}	1984 ^{±43}
ν	0.33	0.37
σ_t (MPa)	476 \pm 17	38.4 \pm 1.1
ϵ_t (%)	16	4,7

E: Elastisite modülü; ν : Poisson oranı; σ_t : Nihai çeki gerilme; ϵ_t : Nihai çeki şekil değiştirme

Tablo 2. Çalışmada kullanılan AA2024-T3 alüminyum alaşımının kimyasal bileşimi (Natália ve ark., 2016).

Element	Cu	Mg	Mn	Fe	Zn	Si	Ti	Cr	Al
% Ağırlıkça	4,55	1,49	0,45	0,17	0,16	0,10	0,02	≤0,01	Geri Kalan

Yüzey Aşındırma İşlemi

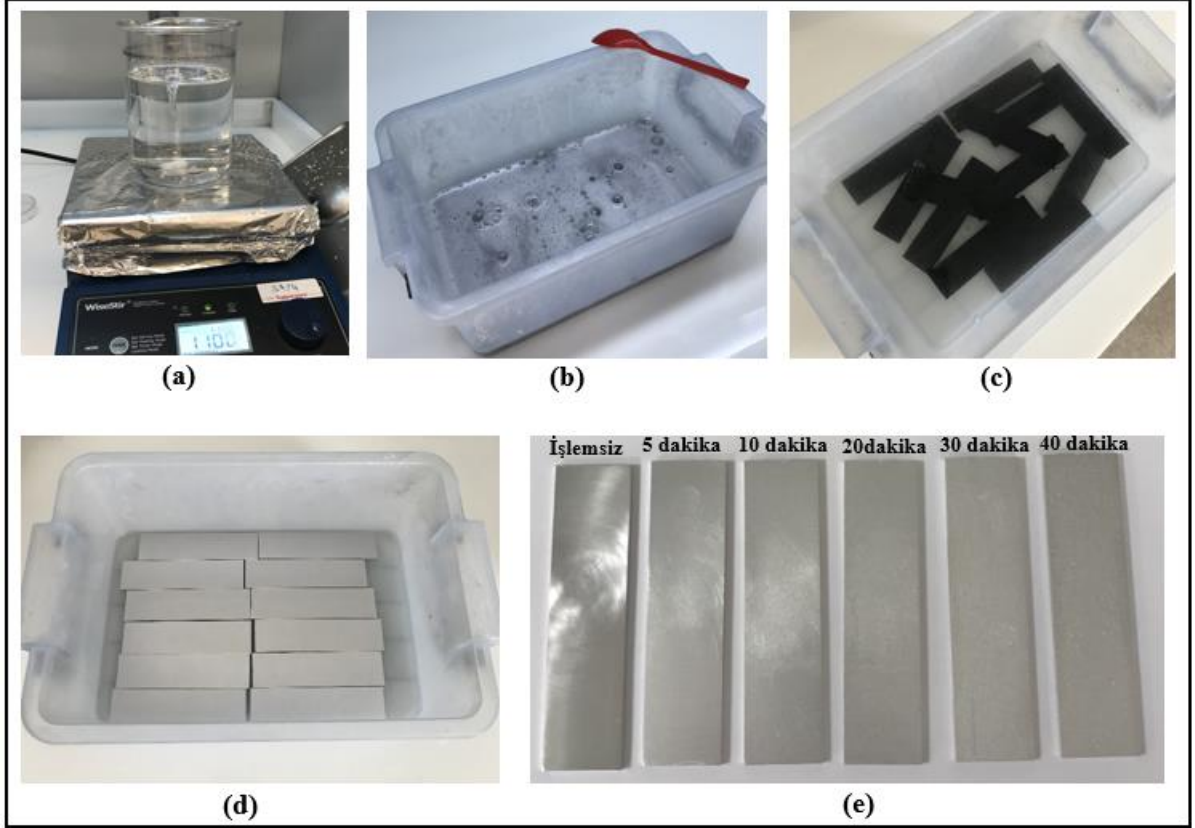
Tek tesirli bindirme bağlantısında kullanılacak 3 mm kalınlığında AA2024-T3 alüminyum levhalar 25x100 mm ebadında kesilmiştir. Kesilen alüminyum parçalar P800 zımpara kâğıdı kullanılarak zımparalama cihazında yüzeyleri minimum seviyede pürüzlülüğe indirgenmiştir (Şekil 1a). Alüminyum parçalara kimyasal yüzey ön işlemleri uygulanmadan önce ilk olarak zımparalama işlemi uygulanmış alüminyum parçaların yüzeyindeki kir, toz ve yağ gibi her türlü kirleniciyi gidermek için ultrasonik titreşim altında asetonla 30 dakika temizlenmiş (Şekil 1b) ve etüvde kurutulmuş alüminyum parçalar kimyasal yüzey ön işleme uygulanmasına hazır hale getirilmiştir (Şekil 1c).



Şekil 1. Alüminyum parçalara uygulanan temel yüzey işlemleri, a) Zımparalama işlemi sonrası, b) ultrasonik titreşim altında asetonla temizleme, c) etüvde kurutma işlemi.

Daha sonra alüminyum parçalara kimyasal yüzey ön işlemleri (yüzey dağlama işlemi) uygulanmıştır. Uygulanan kimyasal yüzey ön işleminin iki amacı bulunmaktadır. Bunlardan ilki, alüminyum parçaların yüzeyindeki oksit tabakasının çıkarılması, ikincisi ise alüminyum parçaların yüzeyinin pürüzlendirilmesidir. Kimyasal yüzey ön işlemleri için sodyum hidroksit peletinden yapılan ağırlıkça %15 NaOH çözeltisi kullanılmıştır. Bunun için boş bir behere 15 gr sodyum hidroksit pelet ve 85 gr saf su ilave edilerek ultrasonik karıştırıcıda 20 dakika karıştırılmıştır (Şekil 2a). Sunulan çalışmada alüminyum parçaların yüzeyinden oksit tabakasını çıkarmak ve pürüzlülük değerini değiştirmek için alüminyum parçalar NaOH çözeltisinde 5, 10, 20, 30 ve 40 dakika bekletilmiştir (Şekil 2b). Daha sonra belirli sürede NaOH çözeltisinde bekletilen alüminyum parçalar saf su ile temizlenmiştir (Şekil 2c). Şekil 2c'de görüldüğü üzere alüminyum parçalar üzerindeki NaOH kalıntısı giderilmesi için, %70 saflığa sahip nitrik asitin (HNO_3) saf su ile 10 dakika seyreltilerek elde edilen ağırlıkça %20 HNO_3 çözeltisinde alüminyum parçalar yaklaşık 2 dakika bekletilmiş ve sonrasında HNO_3 çözeltisi saf su ile

temizlenmiştir (Şekil 2d). Böylece kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış farklı pürüzlülüğe sahip alüminyum parçalar elde edilmiştir (Şekil 2e).



Şekil 2. Alüminyum parçalara uygulanan kimyasal yüzey ön işlemleri, a) ağırlıkça %15 NaOH çözeltisi hazırlanması, b) NaOH çözeltisi ile oksit tabakasını çıkarılması, c) oksit tabakasının çıkarılma sonrası alüminyum parçalar, d) kalıntı NaOH çözeltisi giderilmiş alüminyum parçalar, e) yüzey ön işlemi uygulanmış nihai alüminyum parçalar.

Epoksi Ön Kaplama (EÖK) İşlemi

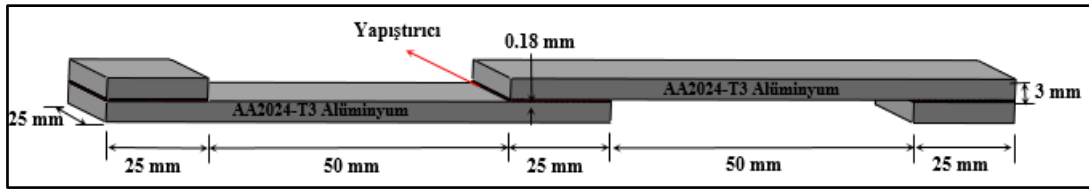
Farklı sürelerde kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış alüminyum parçalarda oluşan mikro boşluklara viskozitesi yüksek olan yapısal yapıştırıcının girmesi için epoksi ön kaplama işlemi uygulanması önemlidir. Bu nedenle ilk olarak epoksi ve hızlandırıcı ile oluşan çift bileşenli yapısal yapıştırıcının epoksi kısmının viskozitesi azaltılarak akışkanlığının artırılması gerekmektedir. Şekil 3'te görüldüğü üzere $\pm 0,0001\%$ hassasiyete sahip elektronik hassas terazi ile boş bir bardağa ağırlıkça %10 epoksi ve ağırlıkça %90 metanol (CH_3OH) ilave edilmiştir. Epoksi ve CH_3OH ultrasonik karıştırıcıda (Q500 Sonicator) 30 kHz frekansta 10 dakika karıştırılarak EÖK çözeltisi hazırlanmıştır (Şekil 3). Daha sonra EÖK çözeltisi, kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış ve herhangi bir işlem uygulanmamış alüminyum parçalara doğrudan ince film yayma tekniği uygulanarak epoksi ön kaplama işlemi tamamlanmıştır (Şekil 3).



Şekil 3. Alüminyum parçalara uygulanan epoksi ön kaplama (EÖK) işlemi basamakları.

Yapıştırma Bağlantıların Üretimi

Sunulan çalışmada, kimyasal yüzey ön işlemi ve epoksi ön kaplama işlemi uygulanmış tek tesirli yapıştırma bağlantıların çeki testi altında kayma dayanımları incelenmiştir. Çalık ve Akpınar (2019) tarafından yapılan bir çalışmada kullanılan tek tesirli bindirme bağlantısının geometrik boyutlar sunulan çalışmada dikkate alınmıştır (Şekil 4). Deneysel çalışmada kullanılan parametreler Tablo 3'te verilmiştir.



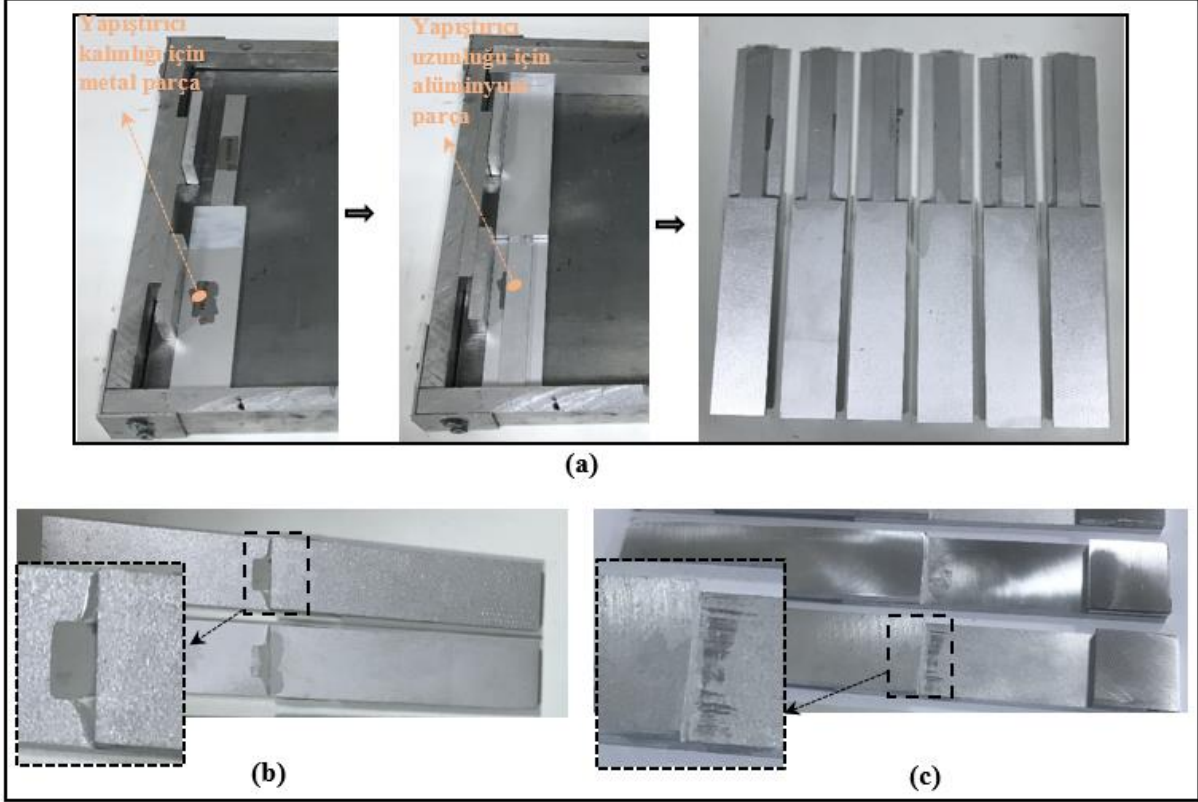
Şekil 4. Tek tesirli bindirme bağlantı geometrisi

Tablo 3. Deneysel Çalışmada Kullanılan Parametreler

Numuneler	İşlem Prosesi+ Kimyasal Ön İşlem	Epoksi Ön Kaplama
TTBB	P800 zımparalama+Aseton	-----
TTBB-5d	P800 zımparalama+5 dak. NaOH	-----
TTBB-10d	P800 zımparalama+10 dak. NaOH	-----
TTBB-20d	P800 zımparalama+20 dak. NaOH	-----
TTBB-30d	P800 zımparalama+30 dak. NaOH	-----
TTBB-40d	P800 zımparalama+40 dak. NaOH	-----
TTBB-E	P800 zımparalama+Aseton	Epoksi kaplama
TTBB-5d-E	P800 zımparalama+5 dak. NaOH	Epoksi kaplama
TTBB-10d-E	P800 zımparalama+10 dak. NaOH	Epoksi kaplama
TTBB-20d-E	P800 zımparalama+20 dak. NaOH	Epoksi kaplama
TTBB-30d-E	P800 zımparalama+30 dak. NaOH	Epoksi kaplama
TTBB-40d-E	P800 zımparalama+40 dak. NaOH	Epoksi kaplama

Yapıştırma bağlantıların üretiminde, bağlantı konumunun korunulması, yapıştırıcı kalınlığı ve bindirme uzunluğunu istenilen ölçüde ayarlanması için Şekil 5a'da gösterilen kalıp kullanılmıştır. Numunelerinin bindirme bölgelerine bir master yardımıyla yapıştırıcı uygulanmış ve yapıştırıcı kalınlığının 0,18 mm olması için metal parçalar numunelerin serbest uçlarına koyulmuştur (Şekil 5a). Numunelerin bindirme uzunluğunun ayarlanması ve numuneler üzerine gelen basınç eşit dağıtılması için numune kalınlığında alüminyum parçalar yerleştirilmiştir (Şekil 5a). Daha sonra DP460 yapısal yapıştırıcının kürleşme şartı olan 70°C'de 120 dakika bekletilmesi için numuneler sıcak prese yerleştirilmiştir. Kürleşme sonrası bağlantı üzerindeki alüminyum ve metal parçalar çıkarılmıştır.

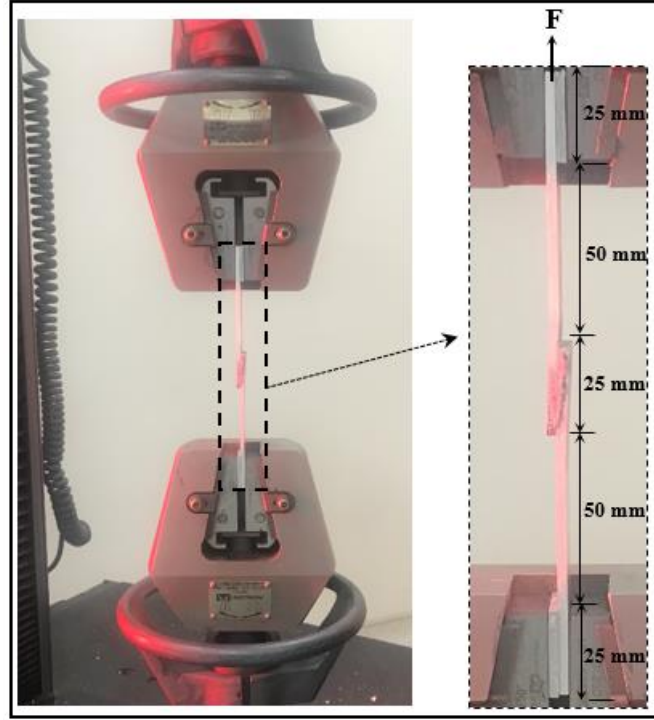
Şekil 5b’de gösterildiği üzere yapıştırma bağlantılarının kürleşmesi esnasında dışarı taşan yapıştırıcı kalıntıları kesici aletler kullanılarak temizlenmiştir (Şekil 5c). Daha sonra yapıştırma bağlantılarının serbest uçlarına 25x25mm boyutlarında ve yapıştırılan malzeme kalınlığında alüminyum parçalar japon yapıştırıcısı ile yapıştırılmıştır (Şekil 5c). Bunun nedeni bağlantı numuneleri çeki test cihazına bağlanırken bağlantı eksantrikliğinin giderilmesidir.



Şekil 5. a) Yapıştırma bağlantı üretim şeması, b) kürleşme sonrası bağlantı, c) artık yapıştırıcının temizlenmesi.

Test Prosedürü

Yapıştırma bağlantılarının çekme testi bilgisayar kontrollü $\pm 0,01\%$ hassasiyete sahip Instron-5982 (USA) üniversal çekme cihazında, 1 mm/dk’lık çekme hızında yapılmıştır. Yapıştırma bağlantılarına uygulanan çekme test prosedürü Şekil 6’da verilmiştir. Ayrıca Tablo 3’te verilen her bir bağlantı konfigürasyonundan üçer adet numune olmak üzere toplamda 36 adet tek tesirli bağlantı numunesinin çeki testi yapılmış olup, bağlantıların ortalama kayma gerilmeleri ve hasar yüzeyleri elde edilmiştir.



Şekil 5. Çekme testinin uygulanması.

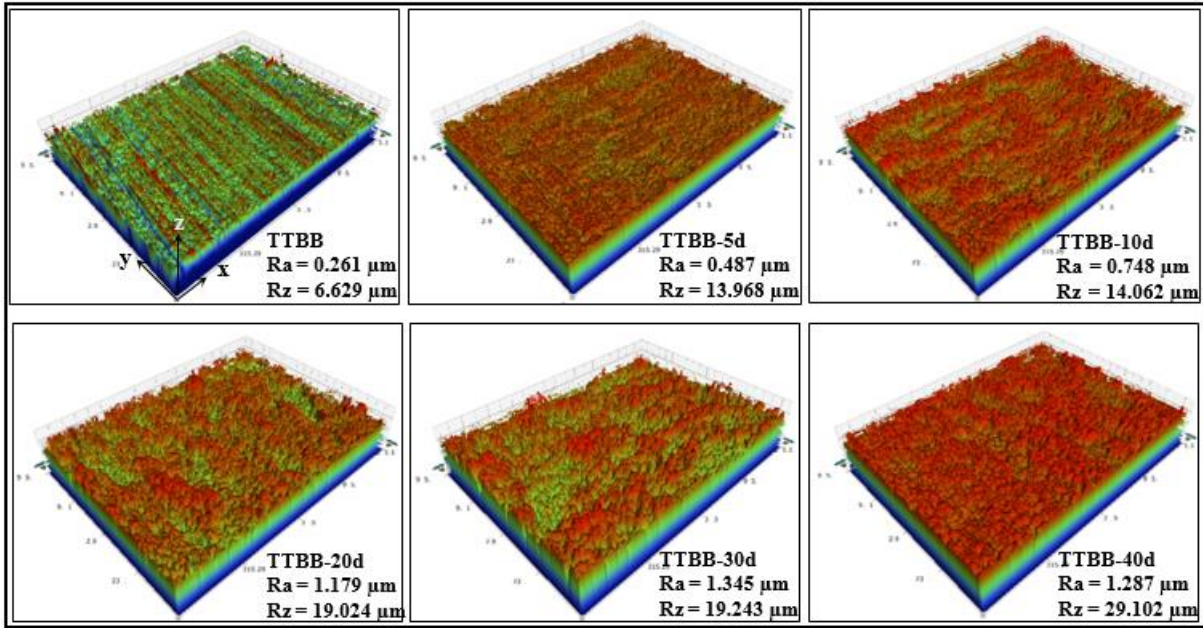
Bulgular ve Tartışma

Yüzey Pürüzlülük Ölçümleri ve Temas Açıları

Kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmamış sadece aseton ile temizlenmiş numuneler ile 5 farklı sürede kimyasal yüzey ön işlem (dağlama işlemi) uygulanmış numunelerin yüzey kalitesi değerlendirmesinin analiz sonuçları Şekil 6'da sunulmuştur. Numunelerden x yönünde 1,2 mm, y yönünde 0,95 mm ve z yönünde ise 0,05 mm boyutunda alınan bu yüzey topografyaları 3D optik profilometre cihazı (Bruker-Contour GT) ile analiz edilerek, diferansiyel endüktans duyarlı bir pürüzlülük dedektörü tarafından sağlanan, ortalama yüzey pürüzlülük değeri (Ra) ve zirveden vadiye aritmetik ortalama (Rz) parametreleri elde edilmiştir.

P800 zımpara kâğıdı ile yüzey işlemi uygulanmış alüminyum parçanın Ra ve Rz yüzey pürüzlülük değerleri sırasıyla 0,261 μ m ve 6,629 μ m olduğu, ancak yüzeye 5 dakikalık bir kimyasal yüzey ön işlemi uygulanması yüzeyin pürüzlülük değerlerini yaklaşık iki katına (0,487 μ m ve 13,968 μ m) çıkarmaktadır.

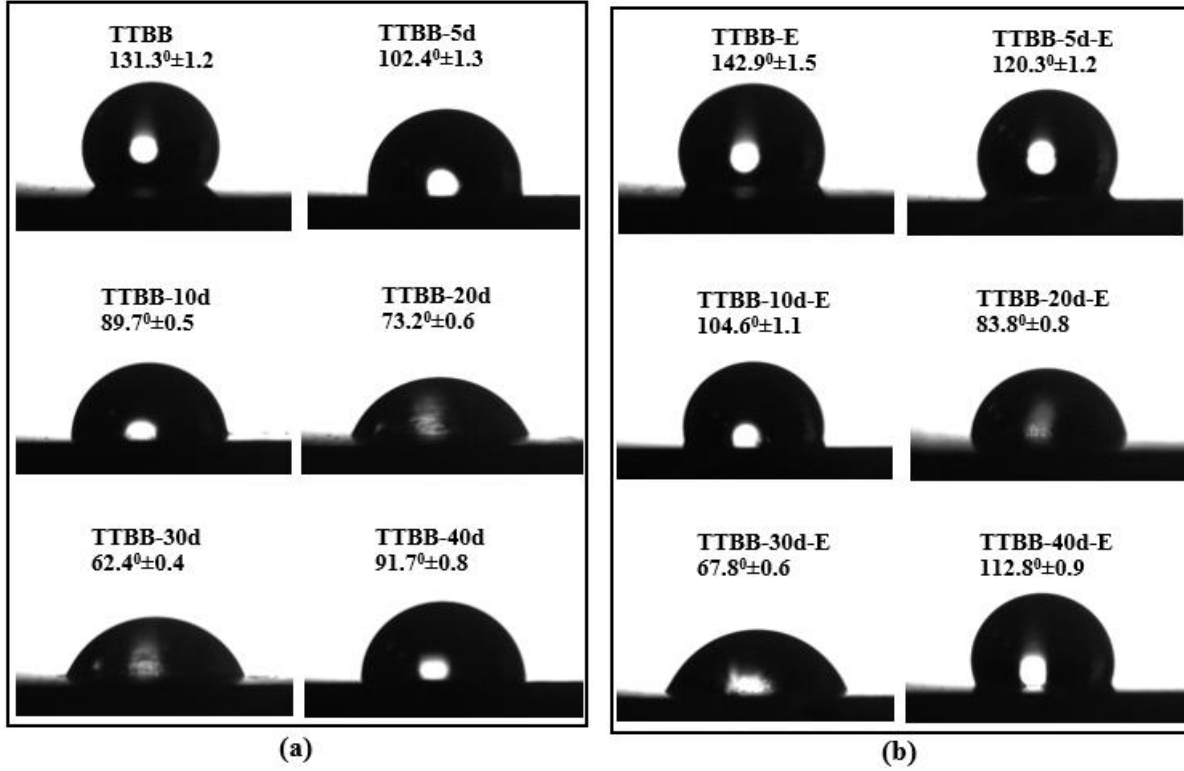
5 dakika kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış bağlantının (TTBB-5d) Ra ortalama yüzey pürüzlülük değeri dikkate alındığında, kimyasal yüzey ön işlem süresi 10, 20, 30 ve 40 dakikaya çıkarıldığında ortalama yüzey pürüzlülük değeri sırasıyla yaklaşık %53, %118, %176 ve %164 oranında artmaktadır. Ayrıca zirveden vadiye aritmetik ortalama değerleri olan Rz incelendiğinde; 5 ve 10 dakika kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış numunelerin değerleri birbirine çok yakınken, kimyasal yüzey ön işlem süreleri 20 ve 30 dakikaya çıkarıldığında Rz değerleri yaklaşık %50 artmaktadır. Ancak kimyasal yüzey ön işlem süresi 40 dakikaya çıkarıldığında Rz değerindeki bu artış yaklaşık %108 olmaktadır.



Şekil 6. Kimyasal yüzey ön işlem sonrası alüminyum yüzeylerinin 3D yüzey analizleri.

Zımparalama ile yüzey işlemi uygulanmış numunelerde zımpara izlerinin görüldüğü ancak zımpara kaynaklı oluşan çizgilerin derinliği minimum seviyededir. Ancak kimyasal yüzey ön işlemi ile yüzeyi pürüzleştirilen numunelerin yüzeyi daha homojen olduğu ve yüzeylerdeki girinti ve çıkıntıların yoğun noktasal şekilde olduğu Şekil 6'dan görülmektedir. Ayrıca yapıştırıcıyla birleştirilmiş bağlantılar için gerçekleştirilen farklı sürelerde kimyasal yüzey ön işleminin, numunelerin geometrik yapısının gelişimi üzerinde çok olumlu bir etkisi olmuştur. Pürüzlülük seviyesi arttığından, yapıştırıcının yapıştırılacak yüzeye daha iyi yapışması ve birleştirme mukavemetinin artması sağlanabilir.

Kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış ve uygulanmamış numunelerin ıslanabilirliğini ölçmek için temas açısı cihazı (CAM-101, KSV Instruments, Finland) kullanılmıştır. Şekil 7a, ince zımpara kağıdı kullanılarak yüzey ön işlemi uygulanmış numunelerin (TTBB) ve 5 farklı sürede kimyasal yüzey ön işlem uygulanmış numunelerin (TTBB-5d, TTBB-10d, TTBB-20d, TTBB-30d ve TTBB-40d) temas açılarını göstermektedir. Kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmamış TTBB tipine temas açısı değerine göre, kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış bağlantıların temas açısı değeri azalmaktadır. Alüminyum parçalara 30 dakika kimyasal yüzey ön işlemi uygulanması yüzey temas açısını yaklaşık 68,9 derece azaltmaktadır. Bunun nedeni olarak, düşük yüzey enerjisine sahip olan işlenmemiş yüzey malzemesinden kaynaklandığı ifade edilebilir. Yapıştırıcı (sıvı) ve yapıştırılan malzeme arasındaki yapışma kuvveti, yapıştırılan malzemenin yüzey enerjisinden etkilenmekte olup, bu durum yüksek yüzey enerjisi sahip sıvı molekülleri ve yapıştırılan malzeme arasındaki çekimi daha güçlü yapmaktadır. Sonuç olarak, sıvılar ve yüzeyler arasındaki temas açısının düşük olması, yüzey ıslanabilirliğinin iyileştiği anlamına gelmektedir.



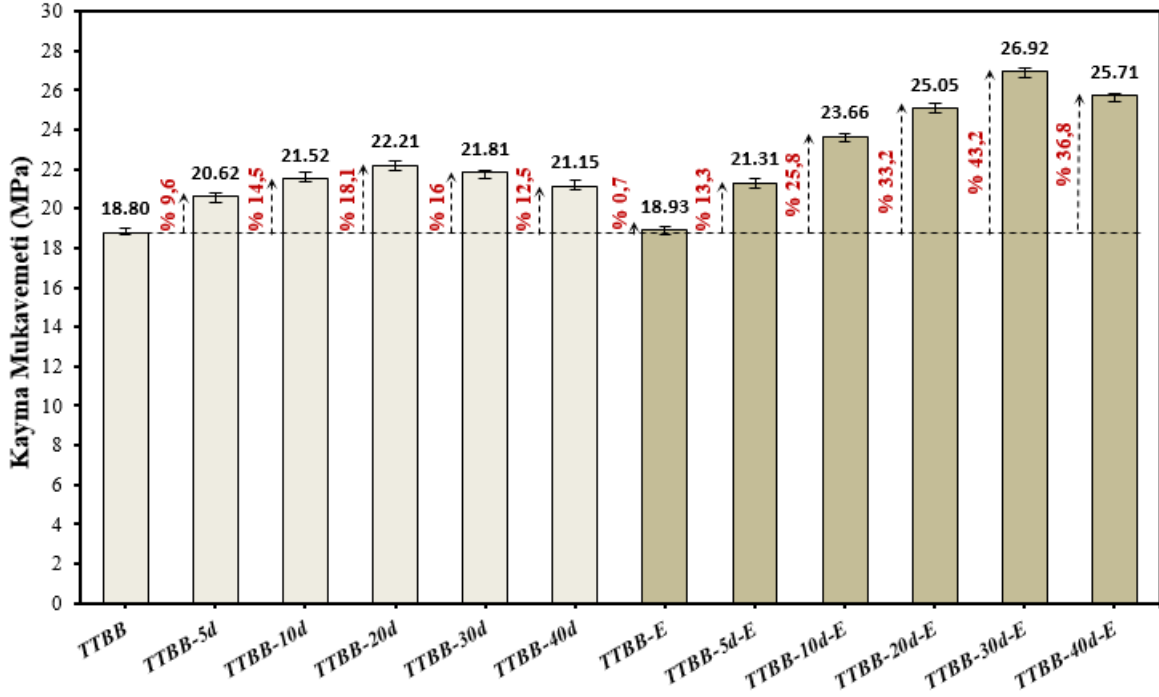
Şekil 7. Kimyasal yüzey ön işlem sonrası alüminyum yüzeylerin temas açıları, a) reçine ön kaplamasız numuneler, b) reçine ön kaplamalı numuneler.

Ayrıca yüzey ön işlemi uygulanmış alüminyum parçaların yüzeyine reçine ön kaplama (RÖK) uygulanması, yüzey temas açısını yaklaşık 5 ile 21 derece artırmaktadır (Şekil 7b). Bu durum gerçekten de alüminyum parçaların yüzeyi üzerinde ince bir reçine tabakası olduğunu göstermektedir. RÖK yapılmış alüminyum yüzeylerin temas açısı testlerinde uygulanan su damlacıkları yerine reçine damlacıkları kullanılsaydı, bu yüzeyler için temas açılarının azalacağı göz ardı edilmemelidir.

Yapıştırıcıyla Birleştirilmiş Bağlantıların Kayma Dayanımları

Yapıştırıcıyla birleştirilmiş TTBB tipleri çeki yüküne maruz bırakılarak elde edilen ortalama hasar yükleri bağlantının yapışma yüzey alanına (25 x 25 mm) bölünerek bağlantıların kayma dayanımları hesap edilmiştir. Şekil 8'de verilen bağlantıların kayma dayanımları incelendiğinde, kimyasal yüzey işlemi uygulanmamış bağlantılara (TTBB) göre, kimyasal yüzey işlemi uygulanarak pürüzlendirilen bağlantıların (TTBB-5d, TTBB-10d, TTBB-20d, TTBB-30d ve TTBB-40d) kayma dayanımları artmaktadır. Bağlantıların kayma dayanımlarındaki bu artış, kimyasal yüzey ön işlem süresine bağlı olarak değişmekte ve yaklaşık %9 ile %18 arasındadır. Burada dikkat edilecek önemli bir nokta, kimyasal yüzey ön işlem süresine bağlı olarak yüzey pürüzlülüklerinin artması ile bağlantının kayma mukavemetlerinin artması doğru orantılıdır. Şöyle ki, yüzey pürüzlülükleri kimyasal yüzey ön işlem süresi 30 dakikaya kadar olan bağlantılarda ortalama pürüzlülük değerleri artarken, süre 40 dakikaya çıkarılınca pürüzlülük değeri azalmaktadır (Şekil 6). Bu durum bağlantılardan elde edilen ortalama kayma mukavemetleri ile benzerdir. Bağlantıların kayma dayanımlarındaki bu artış nedeni, yüzeyde oluşturulan pürüzlülük iki yüzey arasında mekanik kilitlemeyi sağlamakta ve ayrıca yüzey enerjisi ile

birlikte ıslanabilirliğin iyileşmesinden kaynaklanmaktadır. Ancak buradan elde edilen önemli bir sonuç ise, kimyasal yüzey ön işlem süresi belli bir sürenin ötesine geçmesi bağlantının dayanımı açısından negatif bir etki oluşturmakta olup, kimyasal yüzey ön işlem süresinin 30 dakikada optimum sonuç elde edilmesidir.



Şekil 8. Kimyasal yüzey ön işlem uygulanmış yapıştırma bağlantılarının kayma mukavemetleri.

Diğer taraftan, kimyasal yüzey ön işlem uygulanmamış bağlantıların (TTBB) yüzeyine epoksi ön kaplama (EÖK) yapılması (TTBB-E) bağlantının kayma dayanımını önemli derecede etkilememektedir (Şekil 8). Çünkü bu bağlantılarda yüzey pürüzlülüğü minimum seviyededir. Ancak kimyasal yüzey ön işlem ile bağlantıların yüzey pürüzlülükleri artırılması ve bağlantıların yüzeyi yapıştırılmadan önce EÖK ile kaplanması bağlantının kayma dayanımlarını önemli ölçüde artırmaktadır. Şöyle ki, Şekil 8’de verilen grafik göz önüne alındığında, temel bağlantı tipine göre (TTBB) 30 dakika kimyasal yüzey ön işlem uygulanmış bağlantıların yüzeyine EÖK uygulanması bağlantının kayma dayanımını yaklaşık %43 artırmaktadır. Ayrıca farklı sürelerde kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış bağlantıların kayma dayanımına göre, yüzeyi EÖK ile kaplanan bağlantıların kayma dayanımları yaklaşık %3 ile %23 arasında artmıştır (Şekil 8). Buradaki artış miktarının değişmesi yüzey pürüzlülüğü daha fazla olan bağlantılarda, EÖK uygulanmasının etkisi daha belirgin olmalıdır. Yüzeyle EÖK uygulanması ile bağlantının kayma dayanımının artmasının nedeni, farklı sürelerde kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış alüminyum parçalarda pürüzlülüğünden dolayı oluşan mikro boşluklara viskozitesi yüksek olan yapısal yapıştırıcının girememesi bağlantının dayanımını sınırlamaktadır. Ancak yapıştırılmadan önce yüzeylere viskozitesi azaltılmış epoksinin kaplanması bu

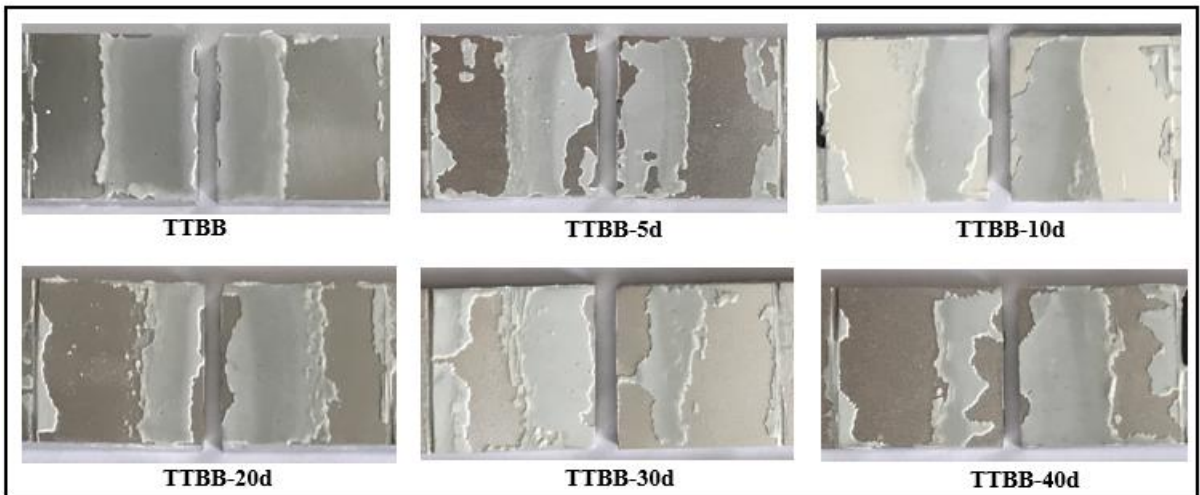
mikro boşlukları doldurmakta olup, yapıştırıcı ile yapıştırılan malzeme arasındaki yapışma kuvveti artırmaktadır.

Yapıştırıcıyla Birleştirilmiş Bağlantıların Hasar Yüzeyleri

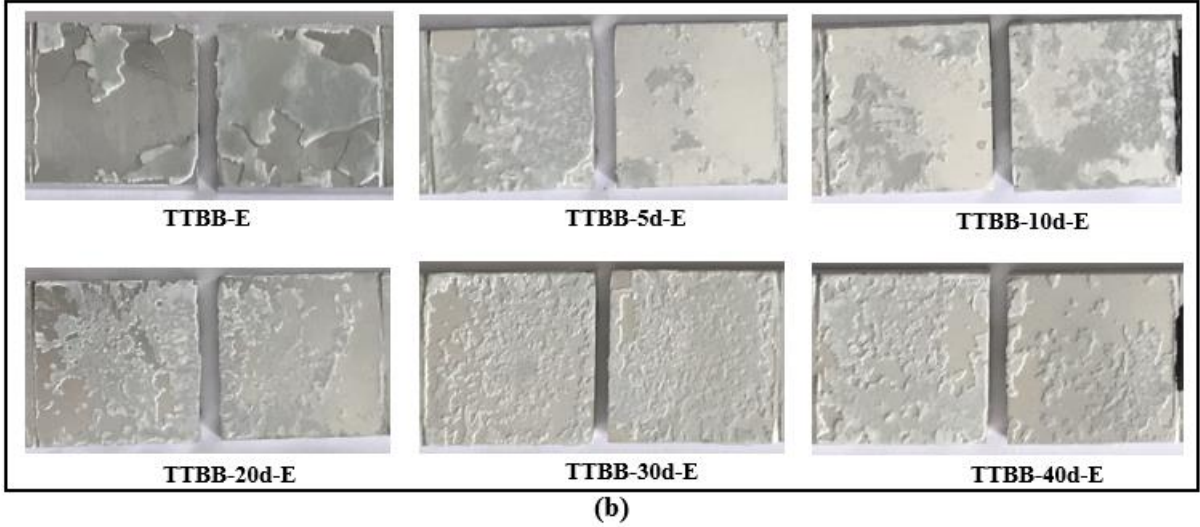
Yapıştırma bağlantılarının veya yapıştırıcının mekanik özelliklerinin daha iyi anlaşılabilmesi için, hasar tiplerinin bilinmesi gerekir (Akpınar ve Avinç Akpınar, 2023). Yapıştırılan malzemenin metal olması durumunda oluşan hasar tipleri ISO 10365 (ISO 10365, 1992) standardında tanımlanmıştır. Bu standarda göre yapıştırma bağlantılarında genel olarak adezyon, kohezyon ve karışık (adezyon-kohezyon) tip hasar modlarıyla karşılaşılır.

Şekil 9a'da verilen bağlantıların hasar yüzeyleri incelendiğinde, kimyasal yüzey ön işlem uygulanmamış bağlantılarda (TTBB) adezyon hasar (yapıştırıcı ile yapıştırılan metal malzeme ara yüzeyinde gözle görülen ayrılmanın olduğu hasar) oluşurken, kimyasal yüzey ön işlem uygulanmış bağlantılarda karışık hasar moduna dönüşmektedir. Ayrıca kimyasal yüzey ön işlem süresinin artmasıyla karışık hasar modu daha da belirginleşmektedir. Bunun nedeni kimyasal yüzey ön işlem uygulanan bağlantılarda oluşan yüzey pürüzlülüğünün etkisidir. Hasar modunun adezyon hasardan karışık hasar moduna dönüşmesi bağlantının dayanımını artırdığı bilinmektedir.

Ancak kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış alüminyum parçaların yüzeyi EÖK ile kaplanması bağlantılarda oluşan hasar modunu kohezyon hasar (yapıştırma bağlantısında yapıştırıcı tabakasında gözle görülen hasarın olduğu kopma olayı) moduna dönüştürmektedir (Şekil 9b). Yapıştırma bağlantılarında oluşan hasar modunun kohezyon olması bağlantı dayanımı açısından olumlu bir etkiye sahiptir. Bu durum göz önüne alındığında, TTBB-30d-E bağlantı tiplerinde hasar modu pür kohezyon hasar modu oluşması ve bu bağlantının mukavemeti diğer bağlantı tiplerine göre maksimum seviyede olması sunulan çalışmanın uyumluluğu açısından oldukça önemlidir (Şekil 9b).



(a)



Şekil 9. TTBB tiplerinden elde edilen hasar yüzeyleri, a) kimyasal yüzey ön işlem uygulanmış bağlantılar, b) kimyasal yüzey ön işlem ve EÖK uygulanmış bağlantılar.

Sonuç

Havacılık alanında kullanılan yapıştırma bağlantılarının mukavemetini artırmak için, yapıştırılan malzemelere kimyasal yüzey işlemi uygulanması son zamanlarda uygulanan bir yöntemdir. Ancak kimyasal yüzey işleminin süresi ve bu süre ile oluşturulan yüzey pürüzlülük değişiminin bağlantı dayanımına etkisinin incelenmesi önemlidir. Bu nedenle yapıştırılan AA2024-T3 alüminyum parçalar yapıştırılmadan önce yüzeylerine farklı sürelerde kimyasal yüzey ön işlemi (dağlama) başarıyla uygulanmıştır. Bu yöntem ile mikro boşluklara sahip pürüzlü oksit tabakası oluşturulmuştur. Daha sonra mikro gözenekli alüminyum parçalar epoksi ön kaplama (EÖK) çözeltisi ile kaplanmıştır. Böylece iki farklı malzeme arasında daha güçlü bir bağ oluşturularak bağlantı dayanımı yaklaşık %43 arttırılmıştır.

Kimyasal yüzey ön işlemi uygulama süresi bağlantı dayanımı açısından oldukça önemlidir. Bu işlemin belirli bir süreye kadar uygulanması bağlantı dayanımı artırırken, bu sürenin aşırı olması bağlantı dayanımını azaltmaktadır. Beş farklı sürede kimyasal yüzey ön işlemi uygulanmış olup, en ideal sürenin 30 dakika olduğu sonucuna varılmıştır. Ayrıca kimyasal yüzey ön işlemi ile oluşturulan mikro boşluklar bağlantı dayanımını belirli bir seviyeye kadar arttırmaktadır. Ancak bu mikro boşluklar epoksi ön kaplama çözeltisi ile kaplanması, yapıştırıcı ile yapıştırılan metal malzeme arasındaki yapışma kuvvetini artırmakta ve bu durum bağlantının mukavemetini yaklaşık %23 kadar daha arttırmaktadır. Sunulan çalışmada yapılan yüzey pürüzlülük, temas açısı ve hasar modu analizleri, bağlantılardan elde edilen mukavemet artışlarıyla oldukça uyumlu olduğu görülmüştür.

Teşekkür

DeneySEL çalışma Erzurum Teknik Üniversitesi Yüksek Teknoloji Merkezi (YUTAM)'nde yürütülmüş olup, kurum yöneticilerine teşekkür ederim.

Çıkar Çatışması Beyanı

Makale yazarı herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan eder.

Araştırmacıların Katkı Oranı Beyan Özeti

Yazar makaleye %100 oranında katkı sağlamış olduğunu beyan eder.

Kaynakça

- Akpınar S., Avinç Akpınar İ. Influence of carbon and glass fiber reinforced composite adhesive on the strength of adhesively bonded joints. *Materials Testing* 2023; 65(5): 802-814
- Bayramoglu S., Akpınar S., Çalık A. Numerical analysis of elasto-plastic adhesively single step lap joints with cohesive zone models and its experimental verification. *Journal of Mechanical Science and Technology* 2021; 35(2): 641-649.
- Çalık A., Akpınar S. Effect of extensometer usage on obtaining the force-displacement curve of the adhesively single lap joint. *European Mechanical Science* 2019; 3(4): 142-146.
- da Silva LFM., Carbas RJC., Critchlow GW., Figueiredo MAV., Brown K. Effect of material, geometry, surface treatment and environment on the shear strength of single lap joints. *International Journal of Adhesion & Adhesives* 2009; 29: 621–632.
- Edwards KL. A brief insight into the selection and use of engineering adhesives for preliminary joint design. *Materials and Design* 1998; 19: 121-123.
- Ghumatkar A., Budhe S., Sekhar R., Banea MD, De Barros S. Influence of adherend surface roughness on the adhesive bond strength. *Latin American Journal of Solids and Structures* 2016; 13: 2356–2370.
- Grant LDR., Adams RD., da Silva LFM. Experimental and numerical analysis of single-lap joints for the automotive industry. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 2009; 29(4): 405-413.
- Higgins A. Adhesive bonding of aircraft structures. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 2000; 20(5): 367-376.
- Ines J., Sandra S., Markus W., Gerald P., Martin F., Wolfgang K. Chemical functionalization of composite surfaces for improved structural bonded repairs. *Composites: Part B* 2015; 69: 296–303.
- ISO 10365. Adhesives-designation of main failure patterns. 1992(E).
- Jianmin S., Helge P., Elisabeth S., Klaus D. Chemical pretreatment and adhesive bonding properties of high-pressure die cast aluminum alloy: AlSi10MnMg. *International Journal of Adhesion Adhesives* 2015; 61: 112–121.
- Jianpeng L., Wei W., Yong Y., Hong H., Zhigang X., Congchang X., Luoxing L. Influence of raw material surface roughening on the lap shearing strength and failure behavior of adhesively bonded aluminum joints. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 2022; 122: 327–342.

- Natália MA., Seyed MG., Jorge F.dos S., Leonardo BC., Sergio TAF. Friction spot joining of aluminum alloy 2024-T3 and carbon-fiber-reinforced poly (phenylene sulfide) laminate with additional PPS film interlayer: Microstructure, mechanical strength and failure mechanisms. *Composites Part B: Engineering* 2016; 94: 197-208.
- Paz E., Narbón JJ., Abenojar J., Cledera M., del Real JC. Influence of acrylic adhesive viscosity and surface roughness on the properties of adhesive joint. *The Journal of Adhesion* 2016; 92: 877–891.
- Prolongo SG., Ureña A. Effect of surface pre-treatment on the adhesive strength of epoxy–aluminium joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 2009; 29: 23-31.
- Rudawska A., Danczak I., Müller M., Valasek P. The effect of sandblasting on surface properties for adhesion. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 2016; 70: 176–790.
- Safari A., Farahani M., Ghabezi P. Experimental study on the influences of different surface treatment processes and adhesive type on the aluminum adhesive-bonded joint strength. *Mechanics Based Design of Structures and Machines* 2022; 50: 2400–2413.
- Sang YP., Won JC., Heung SC., Hyuk K., Sang HK. Recent trends in surface treatment technologies for airframe adhesive bonding processing: a review (1995–2008). *The Journal of Adhesion* 2010; 86: 192–221.
- Shoshan TA., John MMK., Visweswara CG., Rajan A., Herman T., Johannes MCM. Interface strength and degradation of adhesively bonded porous aluminum oxides. *Npj Materials Degradation* 2017; 1: 8.
- Spaggiari A., Dragoni E. Effect of mechanical surface treatment on the static strength of adhesive lap joints. *The Journal of Adhesion* 2013; 89: 677-696.
- van Dam JPB., Abrahami ST., Yilmaz A., Gonzalez-Garcia Y., Terry H., Mol JMC. Effect of surface roughness and chemistry on the adhesion and durability of a steel-epoxy adhesive interface. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 2020; 96: 102450.
- Wanru W., Guijun X. Effects of steel surface treatment with silanized carbon nanotubes on the bonding properties between steel and epoxy adhesive. *The Journal of Adhesion* 2023; 99: 297–319.
- Xintong W., Lihua Z., Xing Z., Xun W., Tengfei C. Effects of surface pre-treatment and adhesive quantity on interface characteristics of fiber metal laminates. *Composite Interfaces* 2020; 27: 829–843.