

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen Al matrisli hibrit kompozit malzemenin farklı çözeltilerdeki korozyon davranışları

Doğan ŞİMŞEK*

Milli Savunma Üniversitesi Kara Astsubay MYO. Oto Tek. Böl., Balıkesir.

Geliş Tarihi (Received Date): 19.09.2021

Kabul Tarihi (Accepted Date): 18.11.2021

Öz

Bu çalışmada, Mekanik Alaşımlama (MA) yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit (*in-situ* Al_4C_3 ve *ex-situ* Al_2O_3) kompozit malzemenin farklı çözeltilerdeki korozyon davranışları incelenmiştir. Alüminyum matrise %2 grafit ve %12 Al_2O_3 ilave edilerek hazırlanan tozlar mekanik alaşımlanmıştır. Mekanik alaşımlanan hibrit kompozit tozlar 750 MPa altında soğuk preslenmiş ve 600 °C sıcaklıkta 120 dk sinterlenmiştir. Üretilen AMK malzemelerin korozyon testleri %3,5 NaCl ve 0,1 M H_2SO_4 çözeltilerinde elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ve potansiyodinamik polarizasyon teknikleri kullanılarak yapılmıştır. Polarizasyon ölçümleri üç elektrot kurulumlu bir korozyon hücresinde (Ag/AgCl referans elektrotu, bir platin plaka ve karşıt elektrot) yapılmıştır. Mikroyapı çalışmalarında matrise ilave edilen Al_2O_3 takviyesinin tane sınırlarında kümelenme eğiliminde olduğu görülmüştür. Ayrıca matrise ilave edilen grafit'in yapıda tamamen çözünmediği iri grafit parçacıkları şekilde kaldığı görülmüştür. XRD sonuçlarında yapıda oluşması beklenen Al_4C_3 fazının oluştuğu belirlenmiştir. Korozyon sonuçlarda hibrit kompozit malzemenin NaCl çözeltisi içerisinde daha düşük potansiyel ve daha düşük akım yoğunluğu elde edilmiştir. Empedans ölçümleri sonucunda H_2SO_4 çözeltisinde daha küçük bir yarım daire çapına sahip Nyquist eğrisi elde edilmiştir. Sonuçlarda NaCl çözeltisi içerisinde korozyon direncinin H_2SO_4 çözeltisinden daha iyi olduğu belirlenmiştir. Korozyon yüzeyi incelemelerinde baskın korozyon mekanizmasının çukurcuk korozyonu olduğu görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Hibrit kompozit, potansiyodinamik polarizasyon, empedans, korozyon.

* Doğan ŞİMŞEK, dsimsek@msu.edu.tr, <https://orcid.org/0000-0002-5509-9314>

Corrosion behaviors in different solutions of hybrid composite produced by mechanical alloying method

Abstract

In this study, was investigated corrosion behavior in different solutions of aluminum matrix hybrid (in-situ Al_4C_3 and ex-situ Al_2O_3) composite material produced by Mechanical Alloying (MA) method. The powders prepared by adding 2% graphite and 12% Al_2O_3 to the aluminum matrix were mechanical alloyed. Mechanically alloyed hybrid composite powders were cold pressed under 750 MPa and sintered at 600 °C for 120 min. Corrosion tests of the produced AMK materials were carried out in 3.5% NaCl and 0.1 M H_2SO_4 solutions using electrochemical impedance spectroscopy (EIS) and potentiodynamic polarization techniques. Polarization measurements were made in a corrosion cell with a three-electrode setup (Ag/AgCl reference electrode, a platinum plate, and counter electrode). In the microstructure studies, it was observed that the Al_2O_3 reinforcement added to the matrix tended to cluster at the grain boundaries. In addition, it was observed that the graphite added to the matrix remained in the form of coarse graphite particles that did not completely dissolve in the structure. In the XRD results, it was observed that the Al_4C_3 phase expected to form in the structure was formed. In the results obtained, it was observed that the hibrit composite material had lower potential and lower current density in the NaCl solution. As a result of impedance measurements, a Nyquist curve with a smaller semicircle diameter was obtained in H_2SO_4 solution. The results showed that corrosion resistance in NaCl solution was better than in H_2SO_4 solution. Pitting corrosion was found to be the dominant corrosion mechanism in the corrosion surface examinations.

Keywords: Hybrid composite, potentiodynamic polarization, impedance, corrosion.

1. Giriş

Alüminyum matrisli kompozitler (AMK'ler) matris ve takviye elemanın iyi kobinasyonu ile yüksek özgül mukavemet, yüksek sertlik, düşük termal genleşme katsayısı, geliştirilmiş tribolojik özellikler ve düşük işlem sıcaklıkları gibi özelliklere sahip mühendislik malzemeleridir. AMK'ler yıllar boyunca araştırmacılar tarafından hızlı bir şekilde geliştirilmiş ve günümüzde de geliştirilmesine yönelik çalışmalar devam etmektedir. AMK'lerin sağladığı bu özellikler mükemmel korozyon direnci ve termal kararlılıkla birleştirildiğinde, AMK'ler otomotiv, havacılık, savunma, elektronik gibi endüstrilerde uygulama ve bileşenlerin tasarımı için mükemmel bir seçim haline getirmektedir [1,2]. AMK'lerde matris malzemesi olan Al ve alaşımları reaktiftir ve korozyon eğimi yüksektir. Ancak Al ve alaşımlarının en önemli avantajlarından bir tanesi de korozyon direncinin yüksek olmasıdır. Reaktif olan bir malzemenin korozyon direncinin yüksek olması şu şekilde açıklanır; Al ve alaşımlarının reaktif olması, bütün koşullarda oksijenle doğrudan oksidasyona yönelik doğal eğilimleri, yüzeylerinde koruyucu bir oksit film tabakası oluşturur. Bu oksit film, Al ve alaşımlarının korozyon direncinin yüksek olmasının nedenidir [3]. AMK'lerde uygun miktarlarda takviye ilave edilmesiyle Al ve alaşımlarına kıyasla mekanik ve tribolojik özelliklerinin arttığı bilinmektedir [4,5]. Ancak matrise ilave edilen ya da matriste oluşturulan ikinci faz partikülleri bu özelliklerini geliştirirken korozyon hassasiyetini de artırmaktadır [6].

Metal matrisli kompozitlerde (MMK) takviye matris ara yüzü, yapıdaki kusurlar, intermetalikler, mekanik olarak hasarlı bölgeler, tane sınırları ve dislokasyonlar gibi fiziksel ve kimyasal heterojenliğin varlığından dolayı korozyon reaksiyonun başlamasına neden olmaktadır [7,8]. AMK'lerin korozyon hassasiyeti genellikle çeşitli ortamlarda ya takviye ve matris arasında galvanik reaksiyonların oluşması ya da ara yüzeyde kusurların ve artık gerilmelerin varlığı nedeniyle artmaktadır [3]. Çukurlaşma özellikle klorür iyonları içeren çözeltilerde yüzey filminin kısmen bozulması ya da tamamen koruyucu olmadığı koşullar altında Al korozyonunun en yaygın biçimidir [3]. Şimşek [6] tarafından yapılan bir çalışmada, yaşlandırma işlemiyle yapıda oluşturulan ikincil faz partikül oranının artmasıyla (yaşlandırma süresinin artırılmasıyla) korozyon oranının arttığını belirtmiştir. Bunun nedeninin ise Al alaşımının yüzeyinde oluşan oksit tabakasının yapıda oluşturulan ikincil faz partikülleri nedeniyle sürekliliğinin bozulmasından kaynaklandığını belirtmiştir. De Salazar vd., [10] yaptıkları bir çalışmada ısıl işlem ile yapıda oluşturulan ikincil faz çökeltileri ve nano alümina takviyesi etrafında çukurcuk korozyonunun geliştiğini belirtmişlerdir. Benzer şekilde %10 Al₂O₃ ilave edilen ve toz metalürjisi ile üretilen kompozit malzemelerin farklı alaşımlama sürelerinin korozyon davranışına etkisinin incelendiği bir çalışmada, artan alaşımlama süresinin korozyon direncini azalttığı belirtilmiştir. Bunun nedeninin artan alaşımlama süresiyle toz boyutunun küçülmesi ve bu nedenle tane sınırlarındaki artış, ayrıca deformasyon sertleşmesinden kaynaklanan sıkıştırılabilirliğin azalması nedeniyle gözenekli yapının oluşmasından kaynaklandığı belirtilmiştir [11]. Bununla birlikte Alaneme ve Olubambi [12] pirinç kabuğu külü (RHA) ve alümina takviyeli Al-Mg-Si matrisli hibrit kompozitlerin korozyon ve aşınma davranışlarını inceledikleri çalışmalarında tek takviyeli Al-Mg-Si/10% Al₂O₃ kompozitin korozyon direncinin, %3,5 NaCl çözeltisindeki hibrit kompozitlerden daha üstün olduğunu ve ağırlıkça % RHA'daki artışla korozyon oranlarının arttığını rapor etmişlerdir. Benzer şekilde Erek vd., [13] in-situ TiAl₃ ex-situ B₄C takviyeli alüminyum matrisli hibrit kompozitlerin korozyon davranışlarını inceledikleri çalışmalarında, hibrit kompozitlerin artan takviye miktarıyla korozyon dirençlerinin azaldığını belirtmişlerdir. Bunun nedeninin matris ve takviye arasında oluşan arayüzeyden kaynaklandığını rapor etmişlerdir.

Yapılan bu çalışmada, otomotiv sektöründe yaygın olarak kullanılan kompozit malzemelerin bir çeşidi olan alüminyum matrisli hibrit kompozitlerin korozyon davranışı üzerine çalışılmıştır. Al matrise %2 grafit ve %12 Al₂O₃ ilave edilerek mekanik alaşımlama yöntemiyle üretilmiştir. Üretilen ex-situ Al₂O₃ ve in-situ Al₄C₃ ile güçlendirilmiş alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin farklı çözeltilerdeki korozyon davranışlarının belirlenmesi hedeflenmiştir.

2. Malzeme ve metot

Deneysel çalışmalarda kullanılan alüminyum (%99,5 saflıkta) grafit ve Al₂O₃ Sigma-Aldrich firmasından temin edilmiştir. Matris malzemesi olarak kullanılan <50 µm boyutunda alüminyuma %2 grafit (%hac.) ve %12 oranında ve toz boyutu < 10 µm olan Al₂O₃ (%hac.) takviye edilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin üretim parametreleri Tablo 1'de verilmiştir.

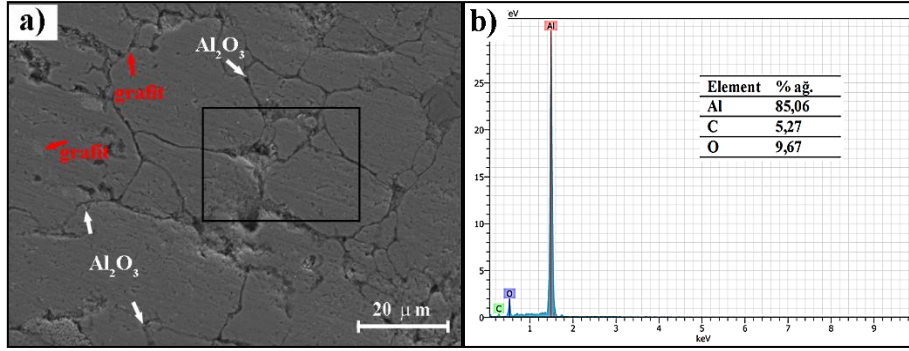
Tablo 1. Üretilen kompozit malzemenin üretim parametreleri

İşlem	Parametre
Alaşımama çalışmaları	
Üretim yöntemi	Mekanik Alaşımama (MA)
Değirmen tipi	Planeter tip
Öğütme hücresi	Paslanmaz çelik
Bilye çapı	10 mm
Bilye toz oranı	10:1
İşlem Kontrol Kimyasalı	Etanol % 1
Alaşımama süresi	60 dk
Ön şekillendirme çalışmaları	
Şekillendirme	Tek eksenli soğuk presleme
Presleme basıncı	750 MPa
Numune ölçüsü	Ø10x7 mm
Sinterleme çalışmaları	
Sinterleme sıcaklığı	600 °C
Sinterleme ortamı	Argon
Sinterleme süresi	120 dk
Soğuma	Fırın ortamında oda sıcaklığı
Metalografi çalışmaları	
Metalografi işlemleri	(400-1200) zımparalama ve 1µm elmas solüsyon parlatma
Dağlayıcı	Keller's (2 ml HF, 3 ml HCl, 20 ml HNO ₃ , 175 ml H ₂ O)
Dağlama süresi	10-15 s
Mikroyapı incelemeleri	SEM+EDS (Carl Zeiss Ultra Plus Gemini Fesem) XRD (Rigaku Ultima IV)

Korozyon testleri potansiyodinamik polarizasyon tekniği ile yapılmıştır. Korozyon testlerinde Iviumstat.XRe marka potansiyostat/galvonostat test cihazı kullanılmıştır. Polarizasyon ölçümleri üç elektrot kurulumlu bir korozyon hücresinde (Ag/AgCl referans elektrotu, bir platin plaka ve karşıt elektrot) yapılmıştır. MA yöntemiyle üretilen AMK %3,5 NaCl ve 0,1 M H₂SO₄ çözeltisinde elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) ve potansiyodinamik polarizasyon teknikleri kullanılmıştır. Elektrokimyasal empedans spektroskopisi açık devre potansiyelinde 0,005–10000 Hz frekans aralığında ve 20 mV genlik uygulanmıştır. Potansiyodinamik polarizasyon ölçümleri ise ± 0,75 V tarama aralığı ve 1 mV/s tarama hızında döngüsel polarizasyon ölçümü yapılmıştır. Korozyon testi sonrası korozyon yüzeyleri taramalı elektron mikroskopu (SEM) incelemeleri yapılmıştır.

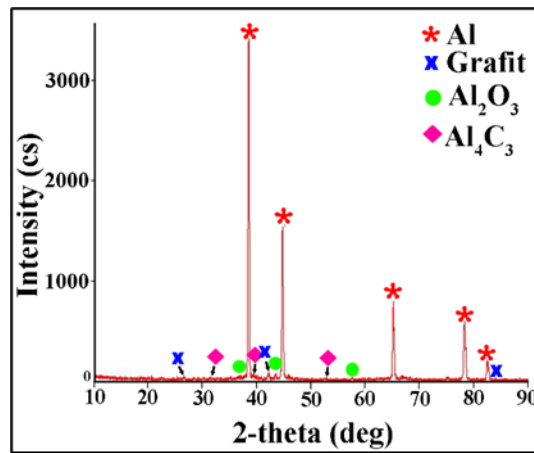
3. Bulgular ve tartışma

Mekanik alaşımama yöntemiyle %2 grafit ve %12 Al₂O₃ ilave edilerek üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozitlerin mikroyapı SEM görüntüsü ve EDS (alan) sonucu Şekil 1'de verilmiştir.



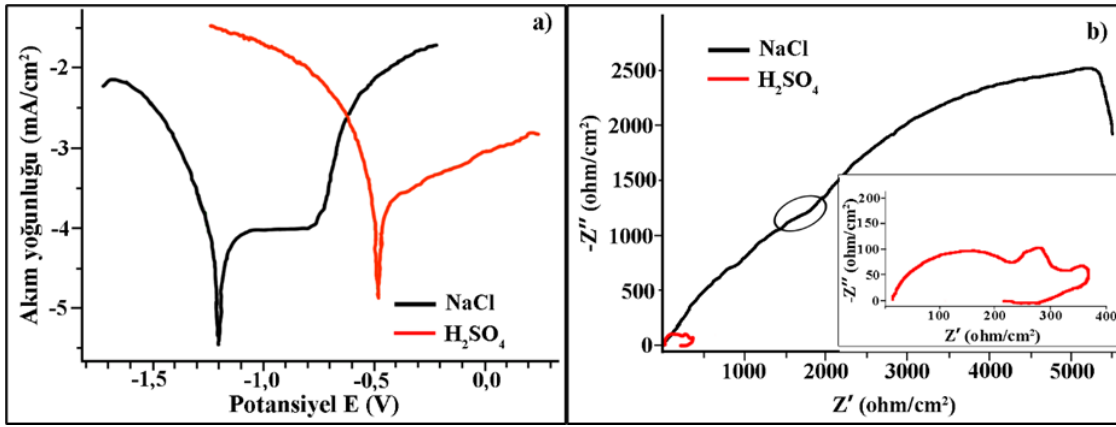
Şekil 1. MA yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin a) SEM görüntüsü ve b) EDS (alan) sonucu

Şekil 1’de verilen MA yöntemiyle üretilen hibrit kompozit malzemenin mikroyapı SEM görüntüsü incelendiğinde, farklı boyutlarda matris (Al) taneleri net olarak görülmektedir. MA yönteminde toz boyutu alaşımlama süresine bağlı değişmektedir. MA’nın ilk aşamalarında kaynaklanma sonucu artan toz boyutu, son aşamada deformasyon sertleşmesi ve kırılma sonucunda azalmaktadır [14]. Şekilde verilen SEM görüntüsünde ise iri tanelerle birlikte daha küçük tanelerinde olduğu görülmektedir. Bunun yanı sıra matrise ilave edilen grafitin yapıda çözünmeden iri grafit parçacığı (açık gri alanlar) şeklinde kaldığı görülmektedir. Daha önce yapılan bir çalışmada, alaşıma ilave edilen grafitin boyutlarının çözünmede etkili olduğu küçük grafit parçacıklarının yapıda tamamen çözünürken, iri grafit parçacıkların ise çözünmeden parçacık şeklinde kaldığı bildirilmiştir [15]. Ayrıca kompozit malzemeye ilave edilen takviyenin (Al_2O_3) tane sınırlarında konumlandığı görülmektedir. Sajjadi vd., [16] yaptıkları çalışmalarında matris içerisinde artan nano Al_2O_3 miktarı ile kümelenme eğiliminin arttığını ve mekanik özelliklerinde ciddi bir azalma olduğunu belirtmişlerdir. Şekil 1.b’de verilen EDS sonucunda bir miktar oksitlenmenin olduğu anlaşılmaktadır. Oluşan bu oksitlenmenin MA sonrasında tozların öğütme/alaşımlama hücresinden alınması ve şekillendirme sırasında oluşabileceği, Şimşek vd. [17] tarafından yapılan bir çalışmada da rapor edilmiştir. %12 Al_2O_3 ve %2 grafit ilave edilerek üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin XRD analizi sonucu Şekil 2’de verilmiştir.



Şekil 2. MA yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin XRD sonucu

Şekil 2’de verilen MA yöntemiyle Al matrise %2Gr ve %12 Al_2O_3 fazı ilave edilerek üretilen hibrit kompozit malzemenin XRD sonucu incelendiğinde, matris malzemesinin (Al) (Kart numarası: 9011602) ve grafit (Kart numarası: 00-056-0159) olduğu görülmektedir. Benzer şekilde matrise ilave edilen grafitin yapıda çözünerek oluşması beklenen Al_4C_3 (Kart numarası: 00-035-0799) fazının da oluştuğu görülmektedir. Ancak XRD sonuçlarında oluşan bu bileşik (Al_4C_3) düşük pik yoğunluğu (pik şiddeti) nedeniyle net olarak görülmektedir. Bu durum iki şekilde açıklanabilir. Birincisi yapıda oluşan bileşiğin nano boyutlarda oluşmasıdır. Bostan vd. [18] tarafından yapılan bir çalışmada, Al-C alaşım sisteminde yapıda nano Al_4C_3 fazının oluştuğu rapor edilmiştir. Ayrıca XRD’nin düşük tarama aralığı bu fazın görülememesinin diğer bir nedeni olarak söylenebilir. Daha önce yapılan bir çalışmada benzer sonuçların elde edildiği bildirilmiştir [19]. MA yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozitlerin farklı çözeltilerde a) potansiyodinamik polarizasyon tafel eğrileri, b) elektrokimyasal empedans spektroskopisi (Nyquist eğrileri) Şekil 3’te verilmiştir.



Şekil 3. MA yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin farklı çözeltilerde a) potansiyodinamik polarizasyon tafel eğrileri, b) elektrokimyasal empedans spektroskopisi (Nyquist eğrileri)

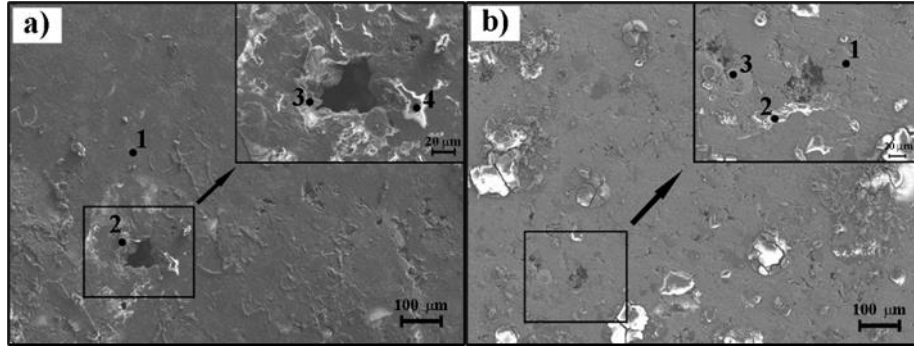
Şekil 3.a’da verilen MA yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin farklı çözeltilerde elde edilen tafel eğrileri incelendiğinde, üretilen hibrit kompozitin NaCl çözeltisinde daha düşük potansiyel değerine sahip olduğu görülmektedir. Benzer şekilde NaCl çözeltisi içerisinde elde edilen akım yoğunluğunun da H_2SO_4 çözeltisinde elde edilen akım yoğunluğundan düşük olduğu anlaşılmaktadır. Üretilen hibrit kompozit malzemenin korozyon direncinin H_2SO_4 çözeltisine göre NaCl çözeltisi içerisinde daha iyi olduğu anlaşılmaktadır. Tafel eğrilerinden elde edilen korozyon akımı belirleyici bir parametredir. Faraday bağıntısına göre akım yoğunluğu korozyon hızının belirlenmesinde kullanılan parametrelerden biridir. Bu bağıntıda korozyon reaksiyonu devam ederken malzeme üzerinden geçen akım miktarıyla, malzemedeki çözünmüş madde miktarı arasında doğru orantı bulunmaktadır. Faraday bağıntısına göre malzemenin korozyonu sırasında akım yoğunluğunun düşük olması malzemenin korozyon direncinin yüksek olmasını göstermektedir. Tablo 2’de verilen tafel eğrilerinden elde edilen korozyon parametrelerinde, NaCl çözeltisinde Ekor değerinin -1,2013 V, Ikor değerinin $-1,61 \times 10^{-2}$ A/cm² olduğu görülmektedir. Ayrıca yüksek potansiyel direnci (R_p 902,2 Ω) ve düşük korozyon oranı (0,1773 mm/y) elde edilmiştir. Benzer şekilde H_2SO_4 çözeltisinde ise Ekor değerinin -0,481 V, Ikor değeri ise $-6,82 \times 10^{-5}$ A/cm² olduğu görülmektedir. Bu çözeltide ise düşük potansiyel direnci (R_p 237,3 Ω) ve yüksek korozyon oranı (0,751 mm/y) elde edilmiştir. Şekilde verilen

tafel eğrilerinde NaCl çözeltisinde anodik dalda akım yoğunluğunun belirli bir zaman aralığında sabit kaldığı ve bu zamanın sonunda ani bir akım yoğunluğu artışının olduğu görülmektedir. Anodik dalın belirli bir bölgedeki sabit hareketi numune yüzeyinde oluşan oksit tabakasını temsil etmektedir. Daha sonra görülen akım yoğunluğundaki ani artış ise numune yüzeyinde oluşan oksit tabakasında hasar oluştuğunu gösterir. Oluşan bu hasar bölgesinde ise korozyon hızı ilerler ve özellikle bu hasar oluşan bölgelerde çukurcuk ve çatlak korozyonu oluşmaktadır [9]. Ayrıca yüzeyde oluşan oksit tabakasının matrise ilave edilen takviye malzemesi ile sürekliliğinin bozulması AMK'lerin korozyon hassasiyetini artırmaktadır [20].

Tablo 2. Potansiyodinamik polarizasyon tafel eğrileri korozyon verileri

	NaCl	H ₂ SO ₄
E_{kor} (V)	-1,2013	-0,4813
I_{kor} (A/cm²)	-1,61*10 ⁻²	-6,82*10 ⁻⁵
R_p (ohm)	902,2	237,3
K. Oranı (mm/y)	0,1773	0,7519

Şekil 3.b'de verilen MA yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin farklı çözeltilerde elde edilen elektrokimyasal empedans spektroskopisi (EIS) (Nyquist eğrileri) incelendiğinde, iki farklı çözeltide de farklı eğrilerin olduğu görülmektedir. Nyquist eğrilerinde kapasitif luplar korozyon reaksiyonunda yük transferi ve yüzeyde oluşan koruyucu film tabakası ile ilişkilidir. H₂SO₄ çözeltisi ve NaCl çözeltisinde elde edilen Nyquist eğrisi karşılaştırıldığında, H₂SO₄ çözeltisinde daha küçük bir yarım daire çapına sahip olduğu görülmektedir. EIS ölçümlerinden elde edilen kapasitif eğri altında kalan alan korozyon direncinin bir göstergesidir. Geniş alana sahip Nyquist eğrileri yüksek korozyon direncini gösterir [21]. Ayrıca H₂SO₄ çözeltisinde elde edilen eğride düşük frekans aralığında endüktif bir döngü görülmektedir. EIS sonuçlarında düşük frekans aralığında oluşan bu endüktif döngü, yüzeyin kısmen ya da tamamen aktif olduğunu gösterir [22]. Yüzeyin kısmen ya da tamamen aktif olması korozyon direncini azaltmaktadır. NaCl çözeltisinde elde edilen eğri incelendiğinde yüksek frekans aralığında (yaklaşık olarak 1500 ohm karşılık gelen bölgede) küçükte olsa kapasitif bir lupun (işaretleli bölge) oluştuğu görülmektedir. Bu durum yüzeyde oluşan koruyucu oksit tabakasında kısmen hasarın oluştuğu ve oluşan bu hasar bölgesinde korozyon reaksiyonunun gerçekleştiği anlamı taşımaktadır. EIS ölçümlerinde oluşan bu küçük luplar korozyon ürünlerinin numune yüzeyine tutunamaması ve yüzeyden ayrılmasından kaynaklandığı belirtilmiştir [17]. Huanhuan vd. [23] yaptıkları bir çalışmada, EIS sonuçlarında kapanmayan iki lupun oluşmasının nedenini, malzemenin yüzeyinde oluşan anodik koruyucu filmin zarar görmesinden dolayı olduğunu belirtmişlerdir. MA yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin farklı çözeltilerde elde edilen korozyon yüzeyi SEM görüntüleri Şekil 4'te verilmiştir.



Şekil 4. MA yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin farklı çözeltilerde elde edilen korozyon yüzeyi SEM görüntüleri a) NaCl, b) H₂SO₄

Şekil 4’te verilen MA yöntemiyle üretilen alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemenin farklı çözeltilerde elde edilen korozyon yüzeyi SEM görüntüleri incelendiğinde, her iki çözeltide de baskın korozyon mekanizmasının bölgesel çukurcuk korozyonu olduğu anlaşılmaktadır. NaCl çözeltisinde oluşan çukurcuğun H₂SO₄ çözeltisinde elde edilen çukurcuklarla kıyaslandığında daha geniş olduğu anlaşılmaktadır. Ancak H₂SO₄ çözeltisinde elde edilen korozyon yüzeyi SEM görüntüsü incelendiğinde oluşan çukurcukların korozyon yüzeylerinde daha fazla olduğu görülmektedir. Korozyon yüzeyi SEM görüntüleri hem tafel eğrilerinde hem de EIS ölçümlerinde elde edilen sonuçları desteklemektedir. Tafel eğrilerinde elde edilen yüksek akım yoğunluğu ve EIS ölçümlerinden elde edilen Nyquist eğrilerinde H₂SO₄ çözeltisinde korozyon oranının yüksek olduğu anlaşılmaktadır. H₂SO₄ çözeltisinde elde edilen Nyquist eğrisinde düşük frekans hızlarında endüktif döngü elde edilmiştir. Bu endüktif döngü korozyon yüzeyinin kısmen ya da tamamen aktif olduğunu göstermektedir. Tablo 3’te verilen EDS sonuçları bu durumu net bir şekilde açıklamaktadır. NaCl çözeltisinde elde edilen sonuçlarda matris malzemesinin yüzeyinde (1 numaralı konum) alüminyum oksit varlığı EDS sonuçlarından görülürken, H₂SO₄ çözeltisinde ise (1 numaralı konum) yüzeyin çok yüksek miktarda Al olduğunu göstermektedir. Elde edilen EDS sonuçlarından H₂SO₄ çözeltisinde malzemenin yüzeyinde koruyucu oksit tabakasının oluşmadığı/oluşmadığını ve yüzeyin aktif olduğunu göstermektedir.

Tablo 3. Üretilen hibrit kompozitlerin korozyon yüzeyi EDS sonuçları

	Konum	1	2	3	4
NaCl çözeltisi	Al	57,47	1,96	35,49	34,59
	C	3,38	0,10	3,77	3,03
	O	38,53	97,73	59,81	62,30
	Cl	0,44	0,00	0,41	0,00
	Na	0,18	0,14	0,52	0,09
H₂SO₄ çözeltisi	Al	94,77	24,18	0,07	
	C	3,26	6,25	99,68	
	O	1,93	64,51	0,21	
	S	0,04	5,06	0,04	

Daha önce yapılan bir çalışmada, alüminyum matrisli hibrit kompozitlerin korozyon testleri sonrasında elde edilen korozyon yüzeylerinde bölgesel korozyonun baskın

korozyon mekanizması olduğunu bildirmişlerdir [24]. MMK'lerde takviye matris ara yüzü, yapıdaki kusurlar, intermetalikler, mekanik olarak hasarlı bölgeler, tane sınırları ve dislokasyonlar gibi fiziksel ve kimyasal heterojenliğin varlığından dolayı korozyon reaksiyonun başlayabileceği yerlerde baskın korozyon mekanizmasının bölgesel korozyon olarak tanımlanmaktadır [7,8]. Şekilde verilen SEM görüntüleri incelendiğinde (özellikle H₂SO₄ çözeltisinde) oluşan çukurcukların başlangıcının tane sınırları üzerinde olduğu anlaşılmaktadır. Bu durum toz metalurjisi yöntemi ile üretilen malzemelerde tam doluluk oranına ulaşamaması nedeniyle yapıdaki gözeneklilik ve tane sınırlarına konumlanan takviye malzemesinden kaynaklanmaktadır. Daha önce yapılan bazı çalışmalarda da benzer sonuçlar elde edilmiştir [6, 24]. Ayrıca yapıda çözünmeyen grafit parçacıklarının etrafında çukurcuk korozyonunun oluştuğu Şimşek [25] tarafından yapılan bir çalışmada belirtilmiştir.

3. Sonuçlar

Mekanik alaşımlama yöntemiyle üretilen Al matrisli grafit ve Al₂O₃ takviyeli hibrit kompozit malzemelerin farklı çözeltilerdeki korozyon davranışlarının incelendiği bu çalışmada, elde edilen sonuçlar aşağıda sıralanmıştır.

Mekanik alaşımlama yöntemiyle üretilen hibrit kompozit malzemenin mikroyapı incelemeleri sonucunda takviye malzemesi tane sınırlarına konumlanmıştır. Ayrıca matrise ilave edilen grafitin tamamen çözünmediği ve grafit parçacıkları şeklinde kaldığı görülmüştür.

Mekanik alaşımlama yöntemiyle üretilen hibrit kompozit malzemenin XRD sonucunda, yapıda in-situ oluşması beklenen Al₄C₃ bileşiğinin oluştuğu görülmüştür.

Mekanik alaşımlama yöntemiyle üretilen hibrit kompozit malzemenin farklı çözeltilerdeki korozyon sonuçlarında, H₂SO₄ çözeltisine kıyasla, NaCl çözeltisinde daha iyi korozyon direncine sahip olduğu görülmüştür. Korozyon mekanizmasının bölgesel çukurcuk korozyonu olduğu anlaşılmıştır. Çukurcuk korozyonunun daha çok tane sınırlarında olduğu görülmüştür.

Kaynaklar

- [1] Alaneme, K.K., Anabaranze, Y.O., ve Oke, S.R., Softening Resistance, Dimensional Stability and Corrosion Behaviour of Alumina and Rice Husk Ash Reinforced Aluminium Matrix Composites, **Subjected to Thermal Cycling. Tribology in Industry**, 37, 2, 204-214 (2015).
- [2] Kala, H., Mer, K.K.S., ve Kumar, S., A review on mechanical and tribological behaviors of stir cast aluminum matrix composites., **Procedia Materials Science**, 6, 1951-1960, (2014).
- [3] McCafferty, E. Sequence of steps in the pitting of aluminum by chloride ions, **Corrosion Science**, 45, 7, 1421-1438, (2003).
- [4] Simsek, D., Simsek, I., ve Ozyurek, D., Relationship between Al₂O₃ content and wear behavior of Al+ 2% graphite matrix composites, **Science and Engineering of Composite Materials**, 27, 1, 177-185, (2019).

- [5] Al-Salihi, H.A., Mahmood, A.A., ve Alalkawi, H.J., Mechanical and wear behavior of AA7075 aluminum matrix composites reinforced by Al₂O₃ nanoparticles, **Nanocomposites**, 5, 3, 67-73, (2019).
- [6] Şimşek, I. Investigation of the effect of second phase precipitates on the corrosion and electrical conductivity of 7075 aluminum alloys, **Anti-Corrosion Methods and Materials**, 66, 5, 683-688, (2019).
- [7] Dolata, A.J., Dyzia, M., ve Walke, W. Influence of particles type and shape on the corrosion resistance of aluminium hybrid composites, **In Solid State Phenomena**, 191, 81-87, (2012).
- [8] Alaneme, K.K. Corrosion behaviour of heat-treated Al-6063/SiCp composites immersed in 5 wt% NaCl solution, **Leonardo Journal of Science**, 18, 18, 55-64, (2011).
- [9] Bobic, B., Mitrovic, S., Babic, M., ve Bobic, I. Corrosion of metal-matrix composites with aluminium alloy substrate, **Tribology in Industry**, 32, 1, 3, (2010).
- [10] De Salazar, J.M.G., Urena, A., Manzanedo, S., ve Barrena, M. I., Corrosion behaviour of AA6061 and AA7005 reinforced with Al₂O₃ particles in aerated 3.5% chloride solutions: potentiodynamic measurements and microstructure evaluation, **Corrosion Science**, 41, 3, 529-545, (1998).
- [11] Karacif, K., Karabulut, H., ve Çıtak, R., Al₂O₃ Takviyeli alüminyum esaslı kompozit malzemelerde mekanik alaşımlama süresinin korozyon davranışına etkilerinin incelenmesi, **International Journal of Engineering Research and Development**, 11, 2, 576-583, (2019).
- [12] Alaneme, K. K., ve Olubambi, P. A., Corrosion and wear behaviour of rice husk ash—Alumina reinforced Al–Mg–Si alloy matrix hybrid composites. **Journal of Materials Research and Technology**, 2, 2, 188-194, (2013).
- [13] Erek, H. B., Özyürek, D., ve Asan, A., Corrosion behaviour and electrical conductivity of reinforced TiAl₃ and B₄C hybrid aluminium composites. **Acta Physica Polonica A**, 131, 156-158, (2017).
- [14] Özyürek, D., ve Tekeli, S., An investigation on wear resistance of SiCp-reinforced aluminium composites produced by mechanical alloying method, **Science and Engineering of Composite Materials**, 17,1, 31-38, (2010).
- [15] Chu, H. S., Liu, K. S., ve Yeh, J. W., Damping behavior of in situ Al–(graphite, Al₄C₃) composites produced by reciprocating extrusion, **Journal of Materials Research**, 16, 5, 1372-1380, (2001).
- [16] Sajjadi, S.A., Parizi, M.T., Ezatpour, H.R., ve Sedghi, A., Fabrication of A356 composite reinforced with micro and nano Al₂O₃ particles by a developed compocasting method and study of its properties, **Journal of Alloys and Compounds**, 511, 1, 226-231, (2012).
- [17] Şimşek, İ., Şimşek, D., ve Özyürek, D., B₄C Takviyeli alüminyum matris kompozitlerin farklı çözeltilerdeki korozyon davranışları, **Journal of Boron**, 5, 1, 23-28, (2019).
- [18] Bostan, B., Özdemir, A. T., ve Kalkanlı, A., Microstructure characteristics in Al-C system after mechanical alloying and high temperature treatment, **Powder Metallurgy**, 47, 1, 37-42, (2004).
- [19] Şimşek, İ., Şimşek, D., ve Özyürek, D., The effect of different sliding speeds on wear behavior of ZrO₂ reinforcement aluminium matrix composite materials, **International Advanced Researches and Engineering Journal**, 4, 1, 1-7, (2020).

- [20] Dobrzański, L. A., Włodarczyk, A., ve Adamiak, M., Structure, properties and corrosion resistance of PM composite materials based on EN AW-2124 aluminum alloy reinforced with the Al₂O₃ ceramic particles, **Journal of Materials Processing Technology**, 162, 27-32, (2005).
- [21] Katkar, V.A., Gunasekaran, G., Rao, A.G., ve Koli, P.M., Effect of the reinforced boron carbide particulate content of AA6061 alloy on formation of the passive film in seawater, **Corrosion Science**, 53, 9, 2700-2712, (2011).
- [22] Li, L.F., Daerden, M., Caenen, P., ve Celis, J.P., Electrochemical behavior of hot-rolled 304 stainless steel during chemical pickling in HCl-based electrolytes, **Journal of the Electrochemical Society**, 153, 5, B145-B150, (2006).
- [23] Huanhuan, S., Hui, W., ve Fanling, M., Study of corrosion protection of the composite films on A356 aluminum alloy, **Journal of Rare Earths**, 29, 10, 991-996, (2011).
- [24] Alaneme, K.K., Olubambi, P.A., Afolabi, A.S., ve Bodurin, M.O., Corrosion and tribological studies of bamboo leaf ash and alumina reinforced Al-Mg-Si alloy matrix hybrid composites in chloride medium, **International Journal of Electrochemical Science**, 9, 10, 5663-5674, (2014).
- [25] Şimşek, İ. Investigation of Corrosion Behaviors of Al-B₄C-reinforced Composite Materials in Different Antifreeze Solutions, **Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces**, 57, 3, 565-569, (2021).