



**TAVLAMA İŞLEMİNİN AZ91 MAGNEZYUM
ALAŞIMI ÜZERİNE KAPLANAN ELEKTRİKSİZ
MgB₂ FİLMİN ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

Merve GÜNEY

**Yüksek Lisans Tezi
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı
Doç. Dr. Ferhat BÜLBÜL**

2017

Her Hakkı Saklıdır

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**TAVLAMA İŞLEMİNİN AZ91 MAGNEZYUM ALAŞIMI
ÜZERİNE KAPLANAN ELEKTRİKSİZ MgB₂ FİLMİN
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

Merve GÜNEY

**MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı**

ERZURUM

2017

Her Hakkı Saklıdır



T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TEZ ONAY FORMU

TAVLAMA İŞLEMİNİN AZ91 MAGNEZYUM ALAŞIMI ÜZERİNE
KAPLANAN ELEKTRİKSİZ MgB₂ FİLMİN ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Doç. Dr. Ferhat BÜLBÜL danışmanlığında, Merve GÜNEY tarafından hazırlanan bu çalışma 27/03/2017 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı – Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak **oybirliği/oyçokluğu (.../...)** ile kabul edilmiştir.

Başkan : Yrd. Doç. Dr. Ruhi YEŞİLDAL

İmza :

Üye : Yrd.Doç.Dr.Hikmet ÇİÇEK

İmza :

Üye : Doç.Dr.Ferhat BÜLBÜL

İmza :

Yukarıdaki sonuç;

Enstitü Yönetim Kurulu 30/03/2017 tarih ve 13/28 nolu kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Cavit KAZAZ
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

TAVLAMA İŞLEMİNİN AZ91 MAGNEZYUM ALAŞIMI ÜZERİNE KAPLANAN ELEKTRİKSİZ MgB₂ FİLMİN ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Merve GÜNEY

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Ferhat BÜLBÜL

AZ91 Mg alaşımı yüksek özgül dayanımı ve dökülebilirlik gibi özelliklerinden dolayı endüstride en fazla üretimi yapılan magnezyum alaşımıdır. Ancak; AZ91 alaşımının sınırlı aşınma ve korozyon direncinden dolayı yüzeyinin kaplanmasına ihtiyaç duyulur. Bu alaşımların özelliklerini iyileştirmek için birçok kaplama işlemi uygulanmaktadır. Elektriksiz kaplama yöntemi, aynı anda birden fazla ve farklı geometrik yapıdaki malzemelerin kaplanabilmesi, elektriksel tertibat gerektirmemesi gibi avantajlarından dolayı tercih edilmektedir.

Bu çalışmada yüzeyi aktifleştirilen AZ91 taban malzemesi üzerine elektriksiz kaplama yöntemiyle 95°C banyo sıcaklığında ve 60 dk süre zarfında MgB₂ kaplama yapıldı. Daha sonra üretilen MgB₂ kaplamalara, 300°C'de ve 60 dk'da tavlama işlemi yapıldı. Kaplama öncesi ve sonrası MgB₂ kaplamaların yapısal özellikleri XRD ve SEM ile, sertlik özellikleri Vickers mikrosertlik cihazı ile, sürtünme özellikleri pin-on-disk aşınma test cihazı ile ıslanabilirlik özellikleri bir temas açısı ölçer ile araştırılmıştır. Bu analizlerin sonucunda, kaplamaların yoğun ve nodüler (yumru) biçimde olduğu gözlemlendi. MgB₂ kaplanmış ve kaplandıktan sonra tavllanmış filmler, (101) yönlenmesi sergilerken, en yüksek sertlik tavllanmış kaplamalarda 500 HV_{0,01} değerinde elde edildi. Ayrıca MgB₂ kaplamaların süperhidrofilik bir yüzeye sahip olduğu anlaşıldı.

2017, 32 sayfa

Anahtar Kelimeler: AZ91, MgB₂, Elektriksiz Kaplama, Tavlama, Islanabilirlik

ABSTRACT

Ms. Thesis

THE EFFECT OF ANNEALING ON THE PROPERTIES OF ELECTROLESS MgB₂ FILM ON DEPOSITED AZ91 MAGNESIUM ALLOY

Merve GÜNEY

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Mechanical Engineering
Construction and Manufacturing Department

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Ferhat BÜLBÜL

Due to its high specific strength and castability, AZ91 Mg alloy is the most produced magnesium alloy in the industry. However, AZ91 alloy is required to coat the surface due to limited wear and corrosion resistance. Many coating processes are applied to improve the properties of these alloys. Electroless coating method is preferred due to its advantages such as the coating of materials having multiple and different geometrical structures at the same time and not to be needed electrical apparatus.

In this study, MgB₂ coating was deposited on the surface activated AZ91 substrate material by electroless plating method at 95°C bath temperature and for 60 min. Then the produced MgB₂ coatings were annealed at 300°C and 60 min. Before and after deposition, the structural properties, the hardness peculiarities, friction properties and wettability of MgB₂ coatings were investigated XRD, SEM, Vickers microhardness indenter, pin-on-disc tribotester and contact angle meter, respectively. As a result of these analyzes, it was observed that the coatings were dense and nodular. The highest hardness was obtained from the annealed coatings at a value of 500 HV_{0.01} while the MgB₂-coated and the annealed films after deposition exhibited (101) orientation. It was also found that the MgB₂ coatings had a superhydrophilic surface.

2017, 32 pages

Keywords: AZ91, MgB₂, Electroless Deposition, Annealing, Wettability

TEŞEKKÜR

Tezimin hazırlanmasında büyük emeđi olan, deneysel alıřmamda, tezin hazırlanma srecinde her zaman desteđini, yardımını esirgemeyen danıřmanım Sayın Do. Dr. Ferhat BLBL'e yardımından ve desteđinden dolayı ok teřekkr ederim.

Tez alıřmamda deneysel srete yardımcı olan Sayın Dr. Somaiyeh JAFARPOUR'e teřekkr ederim. Mikroskopik incelemelerde yardımcı olan Sayın Do. Dr. K. Vefa EZİRMİK'e, ařınma testlerinin yapılmasında yardımını esirgemeyen Sayın Arř. Gr. Seluk AVCİ'ya, temas aısı lmleri iin yaptığı katkılardan dolayı Sayın Dr. Kbra GNEŐ'e, XRD ve SEM analizleri iin Sayın đr. Gr. Adem ERTRK'e teřekkr ederim.

Tez dnemimde manevi desteđiyle yanımda olan Muhammet FİLİZ'e ve eđitim hayatım boyunca her zaman destekleriyle yanımda olan, beni bu gnlere getiren bařta annem Macide GNEY ve babam İsmail GNEY'e, her zaman varlığıyla destek olan ablam Av. Elif Esra GNEY'e ve emeđi geen btn hocalarıma teřekkr ederim.

Merve GNEY

Mart, 2017

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	vii
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	6
2.1. Elektriksiz Kaplama.....	6
2.2. Magnezyum Alaşımları.....	7
2.2.1. Magnezyum alaşımlarının kullanım alanları.....	7
2.2.2. Magnezyum alaşımlarının sınıflandırılması.....	8
2.2.3. AZ91 magnezyum alaşımı.....	9
2.3. MgB ₂ ve Elektriksiz Kaplama ile Üretilme Potansiyeli.....	10
2.4. Hidrofilik (Hydrophilic) ve Hidrofobik (hydrophobic) Yüzeyle.....	11
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	14
3.1. AZ91 Magnezyum Alaşımının Elektriksiz Kaplama Öncesi Hazırlanması.....	14
3.2. Elektriksiz Kaplama İşlemi.....	15
3.3. Elektriksiz MgB ₂ Kaplamalara Uygulanan Tavlama İşlemi.....	18
3.4. Yapılan Karakterizasyonlar.....	19
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA.....	22
4.1. AZ91 Mg Taban Malzemenin Optik Mikroskopta İncelenmesi.....	22
4.2. Taban Malzemenin ve Kaplamaların SEM Analizleri.....	23
4.3. Taban Malzemenin ve Kaplamaların XRD Analizleri.....	24
4.4. Taban Malzemenin ve Kaplamaların Sertlik Ölçümleri.....	26
4.5. AZ91 Taban Malzemenin ve Kaplamaların Aşınma Grafikleri.....	27
4.6. Kaplamaların İslanabilirlik Testleri.....	28
5. SONUÇLAR.....	30
KAYNAKLAR.....	31
ÖZGEÇMİŞ.....	33

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

°C	Santigrat Derece
K	Kelvin
dk	Dakika
g	Gram
mg	Miligram
ml	Mililitre
mm	Milimetre
cm	Santimetre
O	Oksijen
Al	Alüminyum
Mg	Magnezyum
MgB ₂	Magnezyum diborit
°	Derece
%	Yüzde
s	Saniye
Si	Silika
t	Zaman
σ	gerilim
θ	Temas açısı

Kısaltmalar

SEM	Taramalı elektron mikroskopu
XRD	X ışını kırınım ölçer

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. AZ91 alaşımın mikroyapı tane görünüşü	9
Şekil 2.2. Üç yüzey geriliminde ideal bir yüzeyin üzerindeki sıvı damlasının temas açısı	11
Şekil 2.3. Hidrofobik ve hidrofilik yüzeyler	12
Şekil 3.1. CrO ₃ ve HNO ₃ , NaOH, HF çözeltileri	15
Şekil 3.2. Elektriksiz kaplama işleminde kullanılan ekipmanlar	16
Şekil 3.3. Sırasıyla (a) AZ91 taban ve (b) elektriksiz MgB ₂ kaplanmış numune	17
Şekil 3.4. Tavlama işleminde kullanılan fırın	19
Şekil 3.5. Aşınma test cihazı	20
Şekil 4.1. AZ91 taban malzemesinin 500 X oranında büyütülmüş optik mikroskop görüntüsü	22
Şekil 4.2. a) Kaplanmamış mekanik parlatılmış AZ91 Mg alaşımlı taban malzeme, b) MgB ₂ kaplama ve c) tavllanmış MgB ₂ kaplamanın 500X ve 2000X büyütülmüş SEM görüntüleri	23
Şekil 4.3. a) AZ91 taban malzeme, b) tavlammış MgB ₂ kaplama, c) tavllanmış MgB ₂ kaplama	25
Şekil 4.4. AZ91 Mg alaşımı üzerine elektriksiz MgB ₂ kaplanmadan ve tavlannadan sonraki sertlik değişimi	26
Şekil 4.5. AZ91 magnezyum alaşımı taban malzeme	27
Şekil 4.6. AZ91 taban malzeme üzerine kaplanan MgB ₂ (tavlanmamış)	27
Şekil 4.7. AZ91 taban malzeme üzerine kaplanan MgB ₂ (tavlanmış)	28
Şekil 4.8. (a) Taban malzemenin, (b) tavlammış ve (c) tavllanmış MgB ₂ kaplamaların su damlacıklarının görüntüleri	28

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Alaşım elementleri ve kısaltmaları	8
Çizelge 2.2. Mg alaşımları standartları ve bileşimleri (ASTM B 93/B 93M ve ASTM B94)	8
Çizelge 3.1. Banyo çözeltisinin kimyasal bileşimi ve MgB ₂ filmin kaplama koşulları	16



1. GİRİŞ

Magnezyumun; mukavemeti, tokluğu, korozyona olan direnci düşük ve oksijenle kolaylıkla yanması gibi çeşitli sınırlamaları olmasına rağmen; alüminyum ve çinko ilavesiyle AZ91 magnezyum alaşımlarının yüksek özgül mukavemetli, yüksek akma dayanımı, iyi işlenebilirlik, kaynaklanabilirlik, yüksek darbe dayanımı, yüksek geri dönüştürülebilirlik gibi birçok üstün özellik elde edilmiştir. Magnezyum alaşımlarının yüzeyini kaplamak için birkaç teknik kullanılmıştır. Bu metodların bazıları zararlı inorganik veya zehirli elektrotlar içermektedir (Mahallawy *et al.* 2011; Xiaohua *et al.* 2012). Bazıları karmaşık ekipman ve yüksek maliyet gerektirir (Muralidharan *et al.* 1995). Son yıllarda, üstün özellikleri nedeniyle, MgB₂ süper iletken filmlerin üretilmesinde büyük ilgi duyulmuştur (Caton *et al.* 1991; Pezda *et al.* 2009). Sentezi için birçok teknik geliştirilmiştir. Ancak yüksek maliyetlidir (Vijayaragavan *et al.* 2010).

Elektriksiz kaplama, taban malzeme yüzeylerine metal kaplamak için kullanılan ve elektrik akımına gerek duyulmayan, genellikle redoks reaksiyonuyla gerçekleştirilen kaplama yöntemidir (Donahue *et al.* 1970; Mallory *et al.* 1990). Elektriksiz kaplama işlemi, taban malzemeler üzerine boyuttan ve geometriden bağımsız malzemeleri kaplamak için kullanılır. Bu kaplama tekniğiyle diğer bazı kaplama yöntemlerine göre taban malzeme boyutu, geometrisi, enerji tüketimi ve maliyet gibi bazı zayıf yanları asgariye indirilmiştir (Vijayaragavan *et al.* 2010). Elektriksiz kaplamada metal iyonları elektrik kullanılmadan bir taban malzeme yüzeyine çöktürülür. Kaplama (çöktürme) reaksiyonu için elektronlar, banyo çözeltisinden tedarik edilir (Nagarajan *et al.* 2008).

Günümüze kadar bu yöntem piyasada, sadece metallerin elementel olarak kaplanmasında kullanılmıştır (Vijayaragavan *et al.* 2010). Farklı tür taban malzemeler üzerinde elektriksiz kaplamayla üretilen MgB₂ filmler, süper iletken filmlerin üretilmesinde bu yöntemin elverişli bir yöntem olduğunu ortaya koymuştur (Donahue *et al.* 1970; Nagarajan *et al.* 2008). Geleneksel elektriksiz kaplama yöntemleriyle süper iletken MgB₂ filmlerinin kaplanması imkânsızdır (Nagarajan *et al.* 2009).

MgB₂ süper iletken filmlerin 39 K'lık oldukça yüksek kritik sıcaklığa, büyük kritik alana, koherenz uzunluğuna, manyetik girme derinliğine ve yüksek kritik akıma sahip olması film bazlı cihazlarda potansiyel uygulamaları ile ilgili araştırmalar arasında yoğun ilgi görmesine sebep olmaktadır (Vijayaragavan *et al.* 2010).

MgB₂ filmlerin üretilmesi için, elektrokimyasal sentez, elektroforesiz esaslı yöntemler, sol-jel, moleküler demetle epitaksi, iyon demetiyle epitaksi ve darbeli lazer gibi çok sayıda yöntem geliştirilmiştir. Bu teknikler, yüksek sıcaklık ve yüksek basınç gerektirmesi, üniform olmayan kaplamalar üretmesi ve yüksek proses maliyeti gibi birçok zayıf yana sahiptir (Vijayaragavan *et al.* 2010).

Son yıllarda MgB₂'in elektriksiz kaplanmasına dair birkaç çalışma yapılmıştır. Khrupa S. Vijayaragavan *et al.* (2010) yaptığı çalışmada Ag, Au ve Si gibi farklı tür taban malzemeler üzerine elektriksiz kaplama yöntemiyle üretilen MgB₂ filmlerin süper iletkenlik özelliklerini araştırmıştır. Elektriksiz kaplama işlemi birçok aşamadan oluşmaktadır. Bunlar; öncü maddenin hazırlanması, taban malzemelerinin aktivasyonu, kaplama ve kaplama sonrası tavlama. Önceden yapılan çalışmalarda, taban malzemelerin yüzey oksidasyonunun MgB₂ filmlerin kalitesini ciddi ölçüde düşürdüğü ileri sürülmüştür (Nagarajan *et al.* 2009). Bu nedenle, proses parametreleri, silisyum taban malzemeleri için özellikle elektrolitik banyonun oksidasyon potansiyelini çok iyi ayarlayacak şekilde seçilmiş ve kaplamanın kalitesini artırmak için redoks (indirgenme-yükseltgenme) potansiyeli kontrol edilmiştir (Vijayaragavan *et al.* 2010).

Gümüş ve altın taban malzemeler üzerine MgB₂'nin elektriksiz kaplanması için yüksek redoks (indirgenme-yükseltgenme) potansiyeli olan anodik bir banyo gereklidir. Bu banyonun içeriği 1,2 g MgB₂ toz, 2,08 g Sodyum Hipofosfit (indirgeyici madde), 0,5 g Sodyum Succinate (kompleks madde), 2,40 g sodyum Asetat (tampon), 8 ml dimetilsülfoksit (oksidasyon engelleyici) gibi kimyasallardan oluşmaktadır. Hesaplamalar, 100 ml'lik bir banyo çözeltisi oluşturacak şekilde yapılmıştır. Banyo sıcaklığı 70-75°C, pH ise 6±0.5'de tutulmuştur. Kaplama işlemi kuru argon atmosferinde gerçekleştirilmiş ve kaplama işleminin ardından MgB₂ filmlerin uygun bir

yapıda kristalleşebilmesi için, kaplama sonrası filmler, argon atmosferinde bulunan sızdırmaz boru tip fırında, 250°C sıcaklıkta 2 saat tavlammıştır (Vijaragavan *et al.* 2010).

MgB₂'nin, Silisyum taban malzeme üzerinde elektriksiz kaplama yöntemi ile büyütülebilmesi için düşük redoks potansiyeline sahip alkalın (bazik) bir kaplama banyosu kullanılmıştır. Bu banyonun içeriği; 1,2 gr MgB₂ toz, 6 gr Sodyum Sitrat (kompleks madde), 4 ml Amonyum Hidroksit (NH₄OH), 2.5 gr Sodyum Hipofosfit (indirgeyici) kimyasallarından oluşmaktadır. Hesaplamalar 100 ml banyo çözeltisi hazırlayacak şekilde yapılmıştır. pH'ı 12±0.5'te tutmak için NH₄OH banyoya eklenmiştir. Sıcaklık 73±3°C'de ve banyoda MgB₂'nin molar konsantrasyonu 0,2 M'te tutulmuştur. Kaplamadan sonra, yine aynı fırında kuru argon atmosferinde 250°C'de 2 saat tavlama yapılmıştır. Bu filmlerde, X ışını kırınım analizinde, MgB₂'nin varlığı teyit edilirken diğer bazı yabancı fazlar da (MgB₄, MgB₁₂) gözlenmiştir. Manyetik ölçümler, bu filmlerin süper iletkenlik geçiş sıcaklığının 39 K değerinde bulk MgB₂'inkine yakın olduğunu göstermiştir. Süper iletkenlik hacimsel oranları, %1-2 arasında değişmiştir. Redoks potansiyelinin kontrol edilmesi, taban malzemenin aktivasyonunu artırarak film kalitesini yükseltmede kilit rol oynayabilir. Vijaragavan *et al.* (2010)'nin çalışmaları farklı türde taban malzemelerin yüzeylerinde üstün kalitede MgB₂ filmler üretmek için elektriksiz kaplama yöntemi kullanılırsa çok ilginç sonuçlar getireceğini vurgulamanın ötesinde, bileşikler üretmede elektriksiz kaplama yöntemini kullanmadan önce, üzerinde durulması gereken daha önemli konular üzerine dikkat çekmiştir.

Nagarajan *et al.* (2008) yaptığı çalışmada, bakır taban malzemeler üzerinde süper iletken MgB₂ ince filmler elektriksiz kaplama yöntemi kullanılarak üretmiştir. Elektriksiz kaplama işlemi yapılırken öncül (presursor) maddenin hazırlanması, taban malzemenin aktifleştirilmesi, çöktürme (kaplama) işlemi ve kaplama sonrası tavlama (Jadhav *et al.* 2003) işlemleri sırasıyla yapılmıştır. Elektriksiz kaplama işleminde, kaplama banyosunda kullanılan kimyasallar ve diğer maddeler şunlardır; Mg'nin oksidasyonunu en aza indirmek için dimetilsülfoksit (DMSO), MgCl₂'yi Mg iyonlarına dönüştürmek için indirgeyici madde olarak sodyum hipofosfit, karıştırıcı ve uyarıcı

(coşturucu) madde olarak sodyum succinate, dengeleyici olarak Sn^{2+} gibi ağır metal kolyonları ve yüksek sıcaklıkta topaklaşma (füzyon) işlemi ile elde edilen toplanmış MgB_2 tozu. Kaplama işlemi, kuru argon atmosferinde yapılmış, kaplama sırasında sıcaklık ve pH titizlikle kontrol edilmiştir. Kaplamadan sonra elde edilen MgB_2 filmler, süper iletken özellik kazanması için sızdırmazlığı sağlanmış boru tipi bir fırın içinde 300°C 'de 90 dakika ısıtılmıştır. Mikro yapı ve süper iletkenlik, x ışını kırınım ölçer (XRD), taramalı elektron mikroskop (SEM) ve sıcaklığa bağlı ölçüm yapan bir magnetometre (manyetik alanın yoğunluğu ölçen cihaz) ile karakterize edilmiştir. Elde edilen filmin sürekli (bütün) bir yapı sergilemesi, elektriksel direnç ölçümleri için ve elektriksiz kaplanması düşünülen uygulamalar için avantaj sağlayacaktır (Nagarajan *et al.* 2008).

Nagarajan *et al.* (2008), oksijensiz ortamda yapılan tavlamanın MgB_2 filmin kalitesini önemli ölçüde iyileştirdiğini not etmişlerdir. Ayrıca film kalitesinin iyileşmesinin süper iletkenliği de iyileştireceği beyan edilmiştir. Bu araştırmacılar, bakır taban malzeme üzerine MgB_2 ince filmleri üretmek için elektriksiz kaplama yönteminin kullanılabilirliği ve bu yöntemle üretilen MgB_2 filmlerin ham (işlenmemiş toz) haline çok yakın değerlerde bir geçiş sıcaklığı sergileyerek süper iletken olabileceğini rapor etmişlerdir. XRD çalışmalarına bağlı olarak elde edilen zayıf şiddetteki süper iletkenlik sinyali, bu filmlerin bazı ikincil fazlar içerdiğini ve öncül malzemelerin hazırlanması sırasında yabancı (safsızlık) madde seviyesi çok azaltılırsa, film özelliklerinin iyileştirebileceği anlaşılmıştır.

Zhao *et al.* (2008) yaptığı çalışmada AZ31 Mg-alaşımı üzerine organik kaplamalar ve elektriksiz kaplama yöntemlerini kullanarak bakır film kaplamışlardır. Bu çalışmada Elektriksiz kaplama işleminden önce organik kaplama işlemi yapılmıştır. Organik kaplama işleminde, su geçirmez ve ısıya dirençli 8604 organosilikon boya vasıtasıyla ara tabaka tatbiki yapılmıştır. Bu kaplama işleminin yapım aşamaları; numuneleri boyaya daldırma, numuneleri 1 saat 180°C 'de bekletme ve akabinde hemen kaplama işlemidir. Bu safhalardan önce (banyoya daldırmadan) numuneler ön temizleme işlemine tabi tutulmuştur.

Organik kaplamaların kullanılmasının nedeni; metalik nesnelere ve yapıları korozyona karşı korumada en yaygın, basit ve düşük maliyetli yollardan biri olmasıdır. Korozyondan koruyucu organik kaplamalar, taban malzeme ile çevre (atmosfer) arasında bir bariyer görevi yapar. Organik koruyucu tabakalar ayrıca taban malzeme ile kaplanan film arasında bir tabaka görevini üstlenirler. Bundan dolayı magnezyum alaşımlarının elektriksiz kaplanması özel içeriği olan kaplama banyolarıyla sınırlıdır (Zhao *et al.* 2008).

Vijaragavan *et al.*'nin çalışmaları dışında elektriksiz MgB_2 kaplamalar üzerine literatürde herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Yapılan çalışmaların hepsi MgB_2 'nin süperiletkenlik ve diyamanyetik özelliklerinin araştırılmasına yöneliktir. Ayrıca MgB_2 filmlerin elektriksiz kaplama yöntemiyle üretimi literatürdeki en ilk çalışmalardan biri olmuştur. Bu çalışmada AZ91 Magnezyum alaşımı üzerine elektriksiz kaplama yöntemiyle MgB_2 kaplama ve fırında tavlama işlemi yapılarak tavlamanın MgB_2 filmin; kristalografisi, sertlik, sürtünme katsayısı ve ıslanabilirliğe etkisini araştırdık.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Elektriksiz Kaplama

Uygun bir indirgeyici madde ile bir metali elektrik enerjisi kullanmadan, tuz çözeltilisinden aktif bir yüzey üzerine katalitik olarak çöktürmeye elektriksiz kaplama işlemi denir. İndirgeyici madde, metalik iyonların katalitik bir yüzey üzerine kaplanan metale indirgenmesine yardımcı olur. Metal iyon+İndirgeyici madde → katalitik yüzey → metal+oksitlenmiş ürün (Nagarajan *et al.* 2008). Bu yöntem ile delikli parçalar kaplanabildiği gibi, keskin köşeli/kenarlı parçalar da, aynı kalınlıkta kaplanabilmektedir. Son yıllarda, elektriksiz kaplama, birçok üstünlüğünden dolayı dikkatleri üzerine çekmiştir (Domenech *et al.* 2003; Huang *et al.* 2003; Wang *et al.* 2004; Li 2004).

Elektriksiz kaplama yönteminin diğer yöntemlere göre avantajları özetlenirse;

- Aynı anda birden fazla malzemeyi toplu halde kaplanabilir.
- Seramik ve plastik gibi yalıtkan malzemeler de kolayca kaplanabilir.
- Mükemmel üniformlukta ve kalınlıkta kaplamalar yapılabilir (Çabucak parçacık hale geçme kabiliyeti %100).
- Birbiri içerisinde çok iyi çözülebilen kaplamalar sağlanabilir (Bindra *et.al* 1983).
- Elektriksel güç ve elektriksel tertibat elemanı gerektirmez. Bundan dolayı kaplama işleminde enerji maliyeti düşüktür.
- Homojen kimyasal, mekanik ve manyetik özelliklere sahip kaplamalar elde edilir.
- Kaplama banyosunda; çok büyük numuneler üzerinde dahi film üretebilir ve numune-kaplama oranını artırmada kolaylıkla değiştirilebilir. Bu yüzden, elektriksiz kaplama yöntemi özellikle ticari uygulamalar için caziptir (Nagarajan *et al.* 2008).
- Bu kaplama yöntemiyle düzgün geometreli parçalar kaplanabildiği gibi karmaşık şekilli parçaların da kaplanması mümkündür (Nagarajan *et al.* 2008).

2.2. Magnezyum Alařımları

Magnezyum, 1755 yılında İngiltere'de Joseph Black tarafından keřfedilen gümüş beyazlığında bir metaldir. Kimyasal simgesi Mg, atom numarası 12, atom ağırlığı 24,312 olan hafif metallere birisidir. Magnezyum genellikle alařım maddesi olarak yani başka metallere karıřtırılarak kullanılır (Anonim 2017).

Magnezyum alařımları, yaygın olarak kullanılan hafif malzemelerdir. Bunlar; iyi elektromanyetik koruma, iyi elektrik ve termal elektrik iletkenliđi, yüksek bir özgül mukavemet, mükemmel anti şok direnci, mükemmel vibrasyon emme özelliđine sahiptir. Bu nedenle, Mg alařımları ideal bir yapı malzemesi ve 21. Yüzyılın dönem metalleri ve yeřil mühendislik malzemeleri olarak tanınmıştır (Heakal *et al.* 2009).

2.2.1. Magnezyum alařımlarının kullanım alanları

Magnezyum ve alařımları yaklaşık olarak; çeliđin yoğunluđunun dörtte biri, alüminyumun ise üçte ikisi kadardır. Bu özelliđinden dolayı Mg alařımları mikroelektrik, telekomünikasyon, havacılık ve otomobil gibi taşınabilir ağırlığın azaltılması için bir seçenek olarak kullanılır (Rajan Ambat *et al.* 2004).

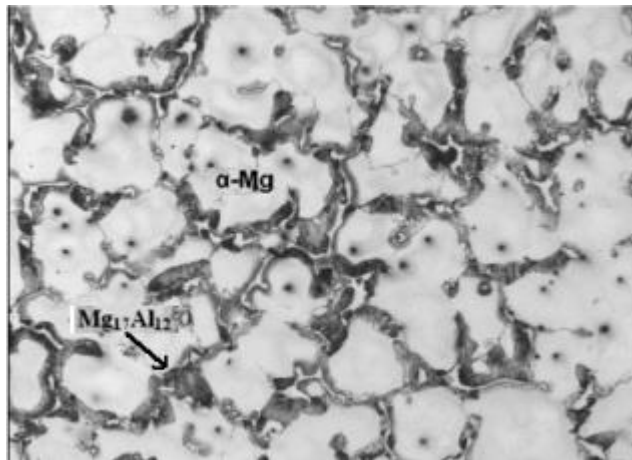
Toz halindeki magnezyum kolayca tutuşur ve parlak bir alevle yanar. Bu özelliđi nedeniyle, elektrikli fotoğraf makinesi flařları çıkmadan önce, Magnezyum yakılarak flařlı fotoğraflarda kullanılırdı. Günümüzde de Mg ve alařımları, fotoğraf makinelerinin gövde ve flař kaplamalarında ve işaret fiřekleri, yangın bombaları başta olmak üzere pirotekni alanında yoğun olarak kullanılır. Ayrıca magnezyum ve alařımlarının diđer kullanım alanları şöyle sıralanabilir; şömine tuđlarının, aydınlatma ampullerinin, renk maddelerinin ve filtrelerin yapımında; döküm demir yapımında ve uranyum başta olmak üzere çeřitli metallere tuzlarından saflařtırılması işleminde; havai fiřeklerin patlarken ortaya çıkardıkları renkleri vermek için çeřitli bileřiklerle kullanılır (Anonim 2017).

Magnezyum döküm alaşımları genel olarak, zirkonyum içeren alaşımlar ve içermeyen alaşımlar olmak üzere ikiye ayrılırlar. Zirkonyum içermeyen magnezyum alaşımları şunlardır; AZ91, AZ88, AZ50, AZ60, AZ63, AM20, AE42, AS21, AS41 ve Mg-Zn-Cu (ZC63, ZCM630) alaşımlarıdır. Zirkonyum içeren magnezyum alaşımları ise şunlardır; Mg-Zn-Zr (ZK51, ZK61) alaşımları, Mg-RE-Zn-Zr (ZE41, EZ33, ZE63, ZE62, ZRE1) alaşımları, Mg-Th (HK31, HK32, ZH62A, HZ32A) alaşımları, Mg- Ag-RE (QE22, QH21) alaşımları ve Mg-Y-(Nd) (WE54, WE43, YEK631) alaşımlarıdır (Kuşdemir 2008).

2.2.3. AZ91 magnezyum alaşımı

AZ91 Mg alaşımı (Mg-%9Al-%1Zn) daha iyi döküm ve mekanik özellikleri nedeniyle diğer Mg alaşımlarına göre daha yaygın olarak kullanılmaktadır (Blawert *et al.* 2004). AZ91 alaşımı otomotiv endüstrisinde kokil kalıp döküm olarak kullanıldığından son yıllarda birçok araştırmada ilgi odağı olmuştur (King 2006).

AZ91 alaşımının mikroyapısı Şekil 2.1'de görülmektedir. Şekil 2.1'de mikroyapı içinde α (Mg) ve $Mg_{17}Al_{12}$ fazından oluşmuş ayrık bir ötektik oluşum görülür. Böylece AZ91'in mikroyapısının α (Mg) ve bir intermetalik faz olan $Mg_{17}Al_{12}$ 'den oluştuğu görülür (Cizek *et al.* 2007).



Şekil 2.1. AZ91 alaşımının mikroyapı tane görünüşü (Cizek *et al.* 2007)

2.3. MgB₂ ve Elektriksiz Kaplama ile Üretim Potansiyeli

2001 yılının başlarında MgB₂'nin 39 K geçiş sıcaklığına sahip olduğu ve süper iletken özellik gösterdiği keşfedilmiştir (Nagamatsu *et al.* 2001). Bilinen en düşük sıcaklık-intermetalik süper iletkeni Nb₃Ge geçiş sıcaklığı $T_c = 23K$ iken MgB₂'nin geçiş sıcaklığının daha büyük olduğu görülmektedir. MgB₂'nin geçiş sıcaklığı diğer süper iletkenlere göre daha yüksek olduğu için sıvı hidrojen, sıvı helyum ile soğutucu, dondurucu sistemlerin içinde çalışan cihazların üretiminde kullanılabilir. MgB₂'nin bir diğer avantajı da diğer süper iletkenlere göre tane sınırları boyunca mükemmel iletkenlik göstermesidir. MgB₂ içeriğindeki magnezyum ve bor doğada bol miktarda bulunur ve metaller çok pahalı değildir. Bu özelliğinden dolayı diğer süper iletkenlere göre MgB₂'in maliyeti daha azdır. Üretimi kolaydır, oransal bileşime sahip bir bileşiktir. Magnezyumun yoğunluğu (1,73 g/cm³) alüminyumun yoğunluğundan (2,70 g/cm³) düşüktür. Böylece hafiflik istenen uygulamalarda avantajlıdır (Nagarajan *et al.* 2009).

Piyasada metal üzerine süper iletken film üretmek için birçok uygulama vardır. Bunlar; darbeli lazer kaplama, iyon demeti, elektrokimyasal yöntemler, moleküler iyon demeti ve epitaksi üretim yöntemleridir. Fakat bu yöntemler geleneksel vakum kaplama odaları gibi pahalı sistemler gerektirir. Ayrıca bu yöntemler sadece belirli taban malzeme özelliğine sahip malzeme kaplamaya yöneliktir (Nagarajan *et al.* 2008).

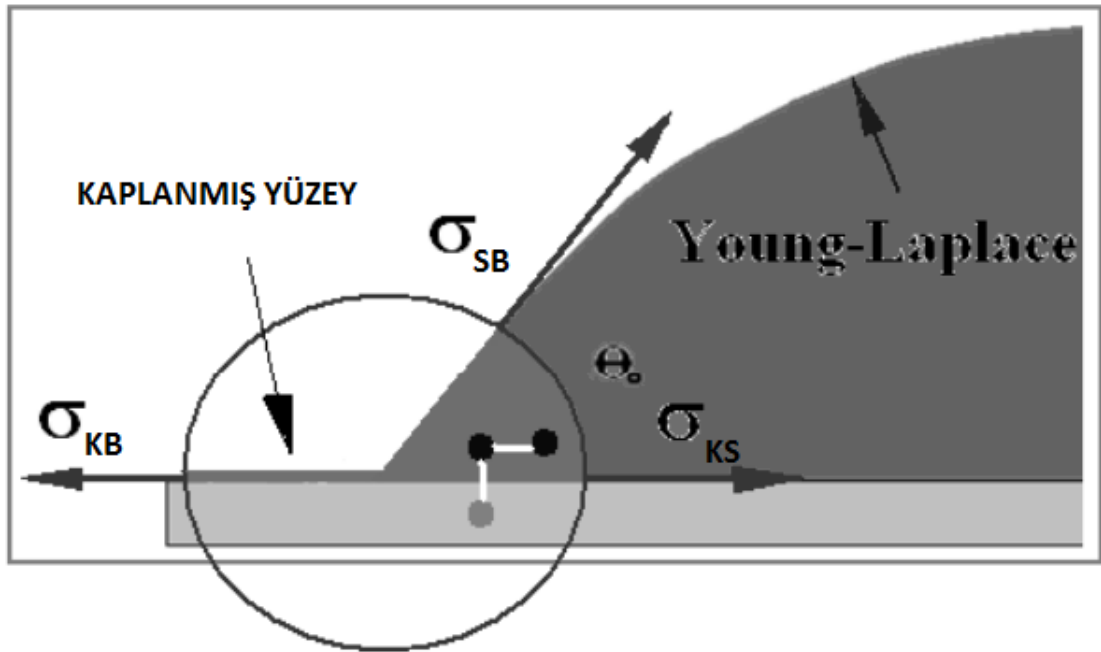
Elektriksiz kaplama yönteminin geleneksel kaplama yöntemlerine, yüksek basınç ve yüksek sıcaklık üretim yöntemlerine göre kullanılan ekipmanların basit ve kaplama işleminde elektrik kullanılmadığı için daha ucuz bir yöntemdir. Elektriksiz kaplama yöntemi geometriden bağımsız çok sayıda malzemenin aynı anda üretilmesine olanak sağladığı için de avantajlı bir üretim yöntemidir. Elektriksiz kaplama yönteminde üretilen MgB₂ film kaplamalar uniform ve yüksek kalitededir (Nagarajan *et al.* 2009). Yalnız MgB₂'nin elektriksiz kaplama yöntemi ile üretimi bu araştırmaya grubunun dışında üretilmemiştir ve üretilen MgB₂ kaplamalarında sadece elektronik özellikleri araştırılmıştır. Bu yüzden bu kaplamaların elektriksiz Ni-B ve Ni-P kaplamalara alternatif olarak üretim potansiyeli bulunmaktadır. Şöyle ki, bu kaplamaların mekanik,

tribolojik ve ıslanabilirlik özellikleri bakımından pozitif sonuçlar vermesi, bu kaplamalar üzerindeki çalışmalara olan ilgiyi daha da artıracaktır.

2.4. Hidrofilik (Hydrophilic) ve Hidrofobik (hydrophobic) Yüzeyler

Yunancada hydro su, philia “arkadaşlık” ve phobos “korku” demektir. Bu nedenle, hidrofilik (hydrophilic) arkadaşlık, suyu seven anlamına gelirken hidrofobik (hydrophobic)’in ise sudan korkan, yani suyu sevmeyen anlamına geldiği görülür. Bu yüzeyler suyun yüzey üzerindeki temas açısına göre adlandırılırlar (Özgür vd 2007).

Thomas Young tarafından, katı yüzey üzerindeki sıvı damlasının temas açısı, damlanın üç ara yüzey gerilimin etkisindeki mekanik dengesiyle tanımlanır (Young 1805). Şekil 2.2’de üç yüzey geriliminde ideal bir yüzeyin üzerindeki sıvı damlasının temas açısı gösterilmiştir.



Şekil 2.2. Üç yüzey geriliminde ideal bir yüzeyin üzerindeki sıvı damlasının temas açısı (Young 1805)

$$\sigma_{KB} - \sigma_{KS} = \sigma_{SB} \cdot \cos \theta$$

Yukardaki denklem Young denklemi olarak adlandırılır. Bu denklemde; σ_{KB} ; katı-buhar, σ_{KS} ; katı-sıvı, σ_{SB} ; sıvı-buhar ara yüzey gerilimlerini ifade ederken, θ temas açısını ifade eder.

Ara yüzeyin spesifik ara yüzey serbest enerjisi ve arayüzeyin eğriliği, bir sıvı damlasının içi ve dışı arasındaki basınç artışına bağlıdır.

$$P_{iç} - P_{dış} - 2.H.\sigma_{SB} = 0$$

Temas açısı 90° 'den büyükse yüzeyi ıslatmıyor, küçükse yüzeyi ıslatıyor demektir. Su damlası yüzeyde damlacık halinde durma eğilimi gösteriyorsa, bu yüzeylere hidrofobik yüzey denir. Tam tersi durumda yani su damlası yüzeyde yayılma eğilimi gösteriyorsa bu yüzeylere de hidrofobik yüzey denir. Su damlalarının yüzeyde yayılma ve damlacık halinde durma eğilimlerini çok fazla gösterdikleri durumlarda süper hidrofobik ve süper hidrofobik yüzey ortaya çıkmaktadır. Su damlasının yüzeyde küresel biçimde durduğu ve yüzeyle yaptığı açının 150° 'den büyük neredeyse 180° 'e yaklaştığı durumlardaki yüzeylere süper hidrofobik yüzey, damlanın yüzeyde tamamen yayıldığı ve yüzeyle yaptığı açının 5° 'den küçük neredeyse 0° 'ye yaklaştığı durumlardaki yüzeylere ise süper hidrofobik yüzey denir (Özgür vd 2007). Hidrofobik ve hidrofobik yüzeyler Şekil 2.3'te gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Hidrofobik ve hidrofobik yüzeyler (Özgür vd 2007)

Katı yüzey üzerindeki temas açısı θ 'nı etkileyen iki önemli etken vardır. Bunlar katının, yüzey pürüzlülüğü ve yüzey enerjisidir. Yüzey atomu, içerisine uygulanan çekme kuvvetinin yarısını hissettiği için yüzeyden kopma eğilimi gösterir ve bu durumda yüzey gerilimi oluşur. Yüzey enerjisi de yüzey geriliminin sonucudur. Yüzey gerilimiyle temas açısı doğru orantılıdır. Yani yüzey gerilimi düştükçe temas açısı da düşer.

Hidrofobik ve hidrofilik özellikler yüzey pürüzlüğünün artmasıyla artar. Hatta yüzey pürüzlülüğünün hiç olmadığı durumda hidrofobik yüzeyin temas açısının 120° 'yi geçmediği görülmüştür. Yüzey pürüzlülüğü havayla su damlası arasında hava sıkışması yaptığı için etkileşme miktarını düşürerek hidrofobik yüzeyin temas açısını artırır (Özgür vd 2007).

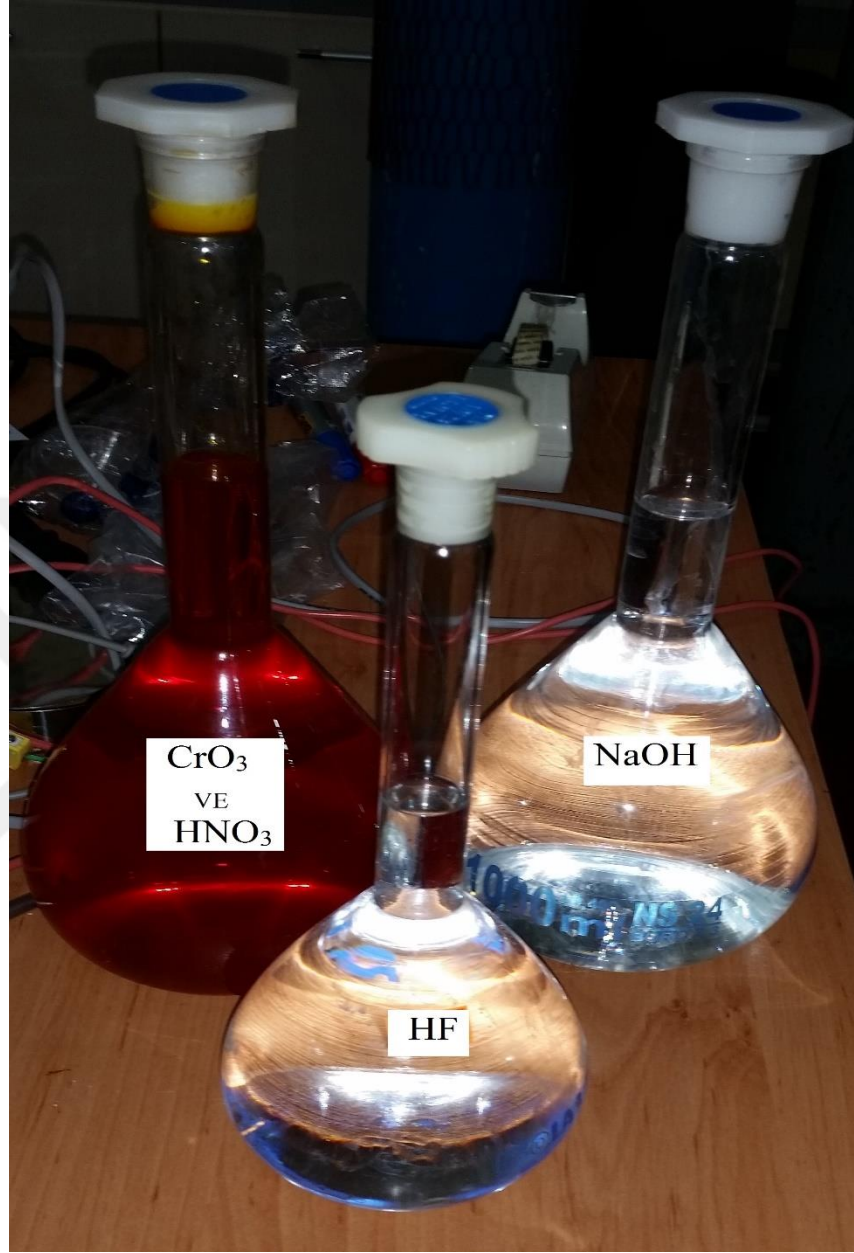
3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. AZ91 Magnezyum Alaşımının Elektriksiz Kaplama Öncesi Hazırlanması

15x2.2 cm boyutlarındaki ağırlıkça (ağr. % Al: 9.09; Zn: 0.88; Mn: 0.45; Si: 0.11; Fe: 0.01; K: 0.01; Mg: 89.45) olan dökme yassı AZ91 Magnezyum Alaşımli silindirik çubuk torna tezgahında kesildi. Numuneler tornada işlendikten sonra 3 mm yükseklikte ve 20 mm çapında silindir şeklinde eşit parçacıklar elde edildi.

Tornada kesilen numunelerin yüzeylerini belli bir yüzey pürüzlülüğüne getirmek için sırasıyla; 180, 320, 600, 800, 1000, 1200 mesh'lik SiC zımpara kağıtlarıyla elde zımparalandı. Numuneler saf suyla yıkandı, aseton ile yağdan arındırıldıktan sonra havada kurutuldu. Numunelerin yüzey pürüzlülüğü, TR-200 Yüzey Pürüzlülük Test Cihazıyla $Ra \approx 0,8 \mu\text{m}$ olarak ölçüldü.

Zımparalanan AZ91 alaşımli numunelerin yüzeyindeki çözücü yağlardan, gres yağlarından arındırmak için 10 dakika boyunca 50 g L^{-1} NaOH ve 10 g L^{-1} Na_3PO_4 alkali çözelti içerisine daldırıldı. Yoğun yüzey oksitli ve yağlı tabakayı uzaklaştırmak için 45 sn boyunca numuneler asit karışımı 125 g L^{-1} CrO_3 ve 110 ml L^{-1} HNO_3 ile dağlandı. Ardından 10 dk boyunca Florür aktivasyonu 385 ml L^{-1} HF uygulandı. Dağlama işlemleri ve yüzey oksidasyon işlemleri AZ91 magnezyum alaşımı yüzeyinde mikro çukurlar açarak elektriksiz kaplama işleminde malzeme yüzeyine kaplamanın daha iyi yapışması için yapılmıştır.



Şekil 3.1. CrO_3 ve HNO_3 , NaOH , HF çözeltileri

3.2. Elektriksiz Kaplama İşlemi

Bu çalışmada AZ91 Magnezyum alaşımı üzerine elektriksiz kaplama yöntemiyle MgB_2 kaplamalar üretildi. Elektriksiz kaplama işleminde kullanılan ekipmanlar Şekil 3.2’te gösterilmiştir.

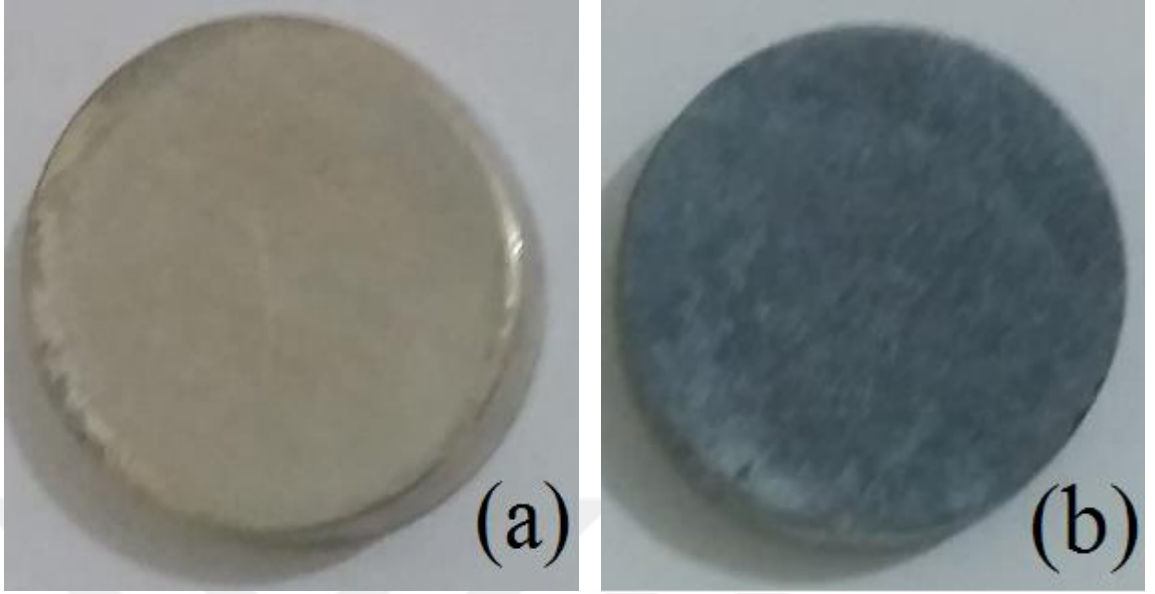


Şekil 3.2. Elektriksiz kaplama işleminde kullanılan ekipmanlar

Elektriksiz kaplama işlemi, 60 dk ve 95°C’de yapılmıştır. Kaplama işleminde kullanılan banyonun içeriği ve kaplama koşulları Çizelge 3.1’de gösterilmiştir. Kaplama banyosu ayarlanabilen hız motoruyla, bir karıştırıcı ile 100 d/dk karıştırma hızıyla karıştırıldı.

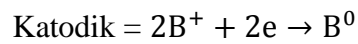
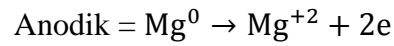
Çizelge 3.1. Banyo çözeltisinin kimyasal bileşimi ve MgB₂ filmin kaplama koşulları

Miktar	Banyo bileşenleri
12 g L ⁻¹	Magnezyum diborit (MgB ₂) nanoparçacık
20.8 g L ⁻¹	Sodyum hipofosfit (NaPO ₂ H ₂)
5 g L ⁻¹	Sodyum süksinat (C ₄ H ₄ Na ₂ O ₄)
24 g L ⁻¹	Sodyum asetat (C ₂ H ₂ NaO ₂)
8 ml	Dimetil sülfoksit (CH ₃) ₂ SO
Koşullar	
pH	6±0.5
Elektriksiz Kaplama Sıcaklığı	95°C
Kaplama ve Tavlama Süresi	60 dk
Tavlama Sıcaklığı	300°C

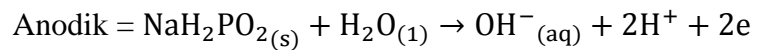


Şekil 3.3. Sırasıyla (a) AZ91 taban ve (b) elektriksiz MgB₂ kaplanmış numune

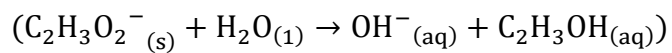
Magnezyum esaslı taban malzeme yüzeyi üzerindeki reaksiyonlar aşağıdaki gibidir. Reaksiyonun yönü Nernst denklemiyle hesaplanabilen elektrot potansiyeline bağlıdır (Yu 2014).



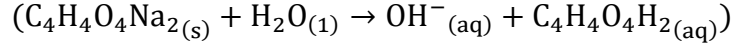
Sodyum hipofosfit (NaH₂PO₂) indirgeyici faktör olarak rol alır ve bor iyonunu azaltmak için elektron sağlar.



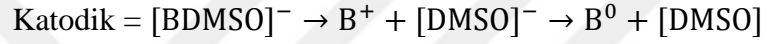
Sodyum asetat tamponu (C₂H₃Na) pH'ı uzun süre muhafaza eder.



Kompleks bir etken olan Sodyum Suksinat ($C_4H_4O_4Na_2$) reaksiyon için serbest elektron miktarını kontrol eder.



Dengeleyici olarak Dimetil Sülfoksit ($(CH_3)_2SO$) katodik reaksiyona yol açan katodik aktif madde çökmesini engelleyerek kaplama banyosunun bozulmasına karşı korumaktadır.



3.3. Elektriksiz MgB_2 Kaplamalara Uygulanan Tavlama İşlemi

AZ91 Magnezyum alaşımı üzerine elektriksiz kaplama yöntemiyle kaplanan MgB_2 'nin kristalleşme davranışını ve sertlik değişimini incelemek için $300^\circ C$ 'de 60 dakika boyunca fırında tavlama işlemi yapıldı. Kullanılan fırın Şekil 3.4'te gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Tavlama işleminde kullanılan fırın

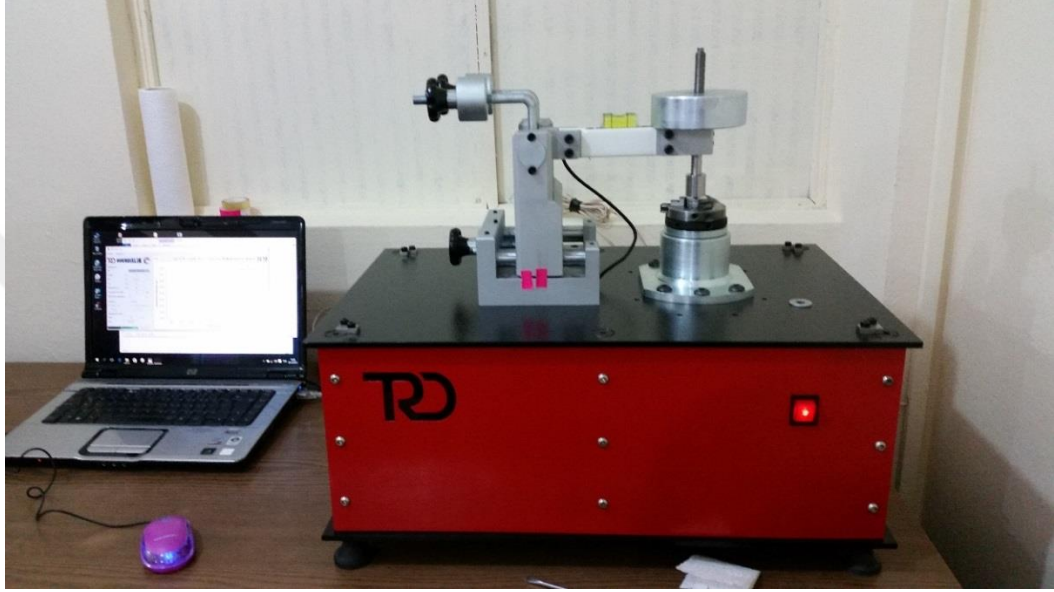
3.4. Yapılan Karakterizasyonlar

Taban malzemenin ve kaplamaların yüzey ve kesit morfolojileri SEM (Taramalı Elektron Mikroskopu) ZEISS EVO40 kullanılarak karakterize edilmiştir.

Kaplamalar XRD (Rigaku Advance Powder X-Ray Diffractometer) kullanılarak 10° ile 100° arasında 2θ ve $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=0,154$ nm) radyasyon ile analiz edildi. (Tarama adımı $0,1^\circ$ için)

Mikrosertlik test cihazı (HV 0,01) kaplamaların sertliğini ölçmek için kullanıldı.

AZ91 Mg taban malzemenin, MgB_2 kaplamanın, MgB_2 kaplanmış ve tavlanmış malzemelerin aşınma dirençlerini ölçmek için aşınma testleri; 2 N yük, 5 mm iç çap, 0,0133 m/s hız, 8 m mesafe, 50 d/dk devir şartlarında ile 180 sn süre ile uygulanmıştır. Aşınma test cihazı Şekil 3.5'te gösterilmiştir.



Şekil 3.5. Aşınma test cihazı

Statik temas açısı ölçümü (CAM – 101 Optik Temas Açısı Analiz Cihazı / KSV Dökümanlar, İrlandiya) kaplama öncesi ve sonrasında temas açısını yakalayıp, analiz etmek için kullanılmıştır. 6 µl saf su damlacığı numune üzerine damlatılmış ve temas açıları açısı ölçer (goniometer) kullanılarak, katı-sıvı arayüzünde Young – Laplace denklemi kullanılarak ölçülmüştür (Young 1805).

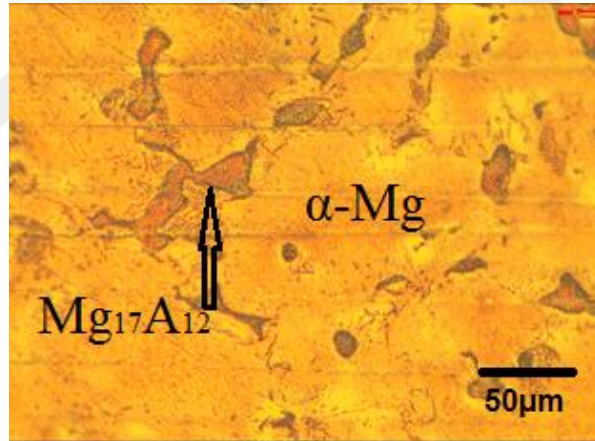


4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

AZ91 Mg Alaşımli taban malzeme üzerine Elektriksiz kaplama yöntemi kullanılarak MgB_2 kaplamalar elde edilmiş ve $300^\circ C$ 'de 60 dakika boyunca termal olarak tavlannmıştır.

4.1. AZ91 Mg Taban Malzemenin Optik Mikroskopta İncelenmesi

Elektriksiz kaplama işleminden önce dađlanmış AZ91 Mg alaşımının mikroyapısı optik mikroskop kullanılarak incelenmiştir. 500 X büyütme oranında alınan dađlanmış AZ91 Mg alaşımının görüntüsü Şekil 4.1'de gösterilmiştir.

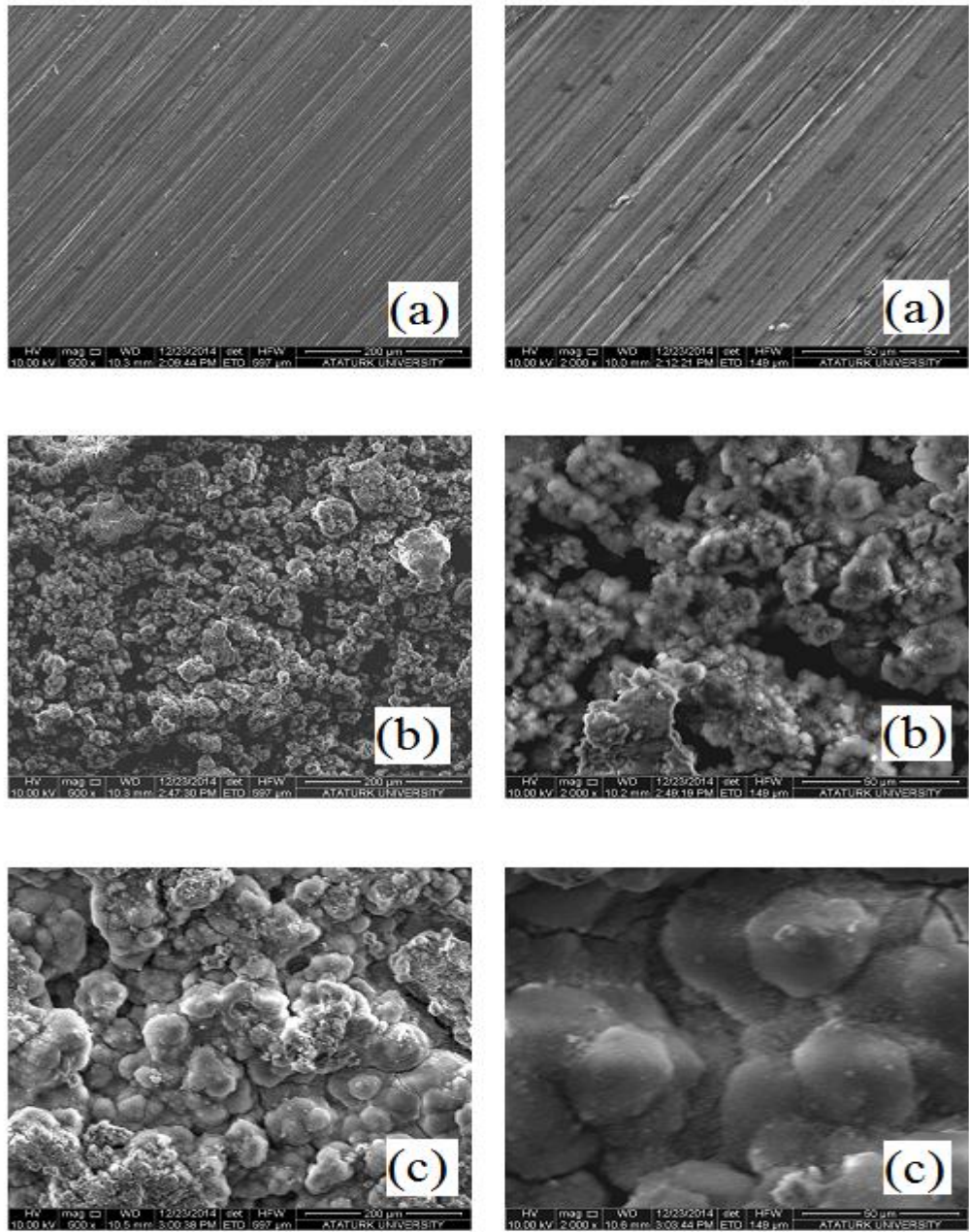


Şekil 4.1. AZ91 taban malzemesinin 500 X oranında büyütölmüş optik mikroskop görüntüsü

Şekil 4.1'de göröldüğü gibi asitle dađlama işleminden sonra büyük alan kaplayan $Mg_{17}Al_{12}$ fazı kararır ve Şekil 4.1'de gösterildiğı gibi, karanlık ve aydınlık bölgeler olarak, dengesiz ötektik $\alpha+\beta$ (intermetalik karışımı $Mg_{17}Al_{12}$) karışımı ile çevrili primer α taneleri ortaya çıkar.

4.2. Taban Malzemenin ve Kaplamaların SEM Analizleri

Şekil 4.2’de yukardan aşağı sırasıyla, mekanik parlatılmış AZ91 Mg alaşım taban malzemeyi, MgB_2 kaplamayı ve tavllanmış MgB_2 kaplamanın 500X ve 2000X büyütmeli SEM görüntülerini göstermektedir.



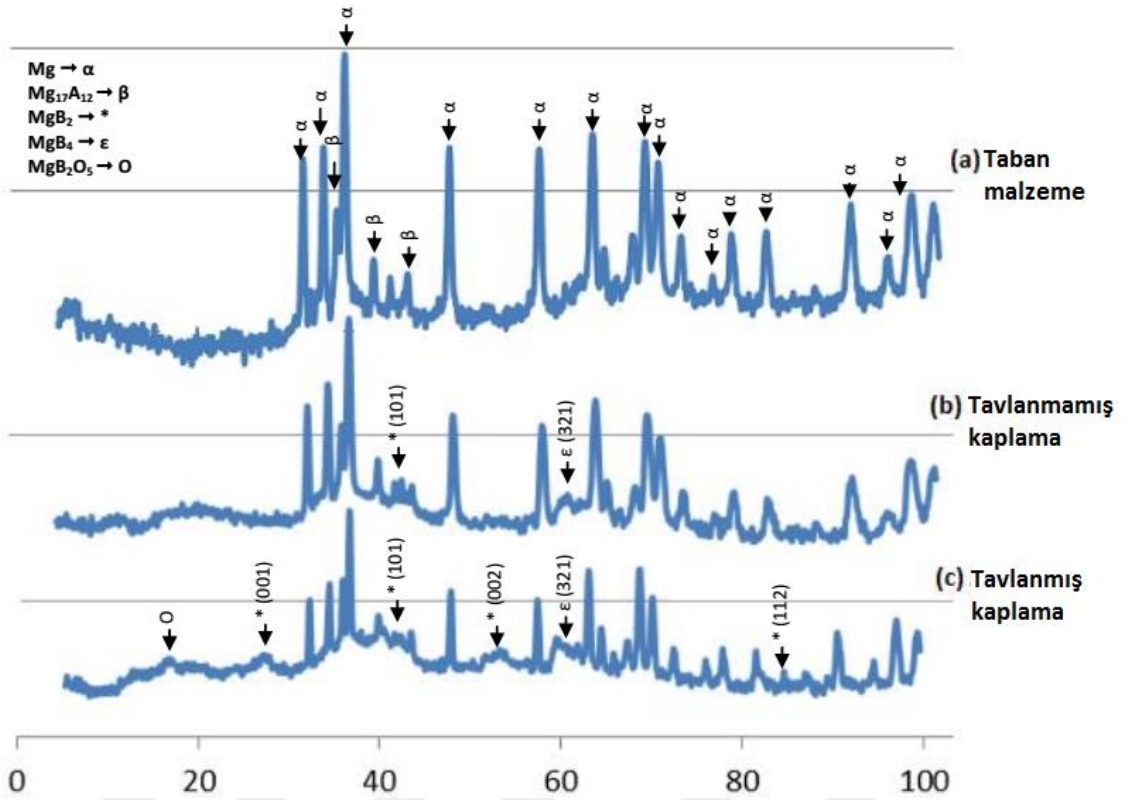
Şekil 4.2. a) Kaplanmamış mekanik parlatılmış AZ91 Mg alaşım taban malzeme, b) MgB_2 kaplama ve c) Tavllanmış MgB_2 kaplamanın 500X ve 2000X büyütülmüş SEM görüntüleri

Şekil 4.2'deki SEM görüntüleri incelendiğinde MgB_2 kaplamaların benzer yüzey morfolojisi davranışı gösterdiği gözlemlendi. Kaplamaların yoğun ve üniform bir yapıya sahip olduğu gözlemlendi. Kaplamalarda tavlama işlemi ile birlikte neredeyse küresel taneciklerin oluştuğu dikkat çekmektedir.

Şekil 4.2.a'da AZ91 taban malzeme üzerinde, zımpara kağıdıyla yapılan mekanik parlatma sonucunda oluşan çizgiler görülmektedir. Şekil 4.2.b'de MgB_2 kaplamalar nodüler (yumru şeklinde) olup bazı bölgelerde daha büyük yumrular gözlenmektedir. Şekil 4.2.c'de tavllanmış MgB_2 kaplamaların tanecik boyutunun arttığı, kaplamanın yüzey morfolojisinin nodüler yapıdan daha düzgün ve küresel tanecikli bir yapıya dönüştüğü ve tanelerin birleştiği (birbirleriyle bağlandığı) gözlenmiştir.

4.3. Taban Malzemenin ve Kaplamaların XRD Analizleri

AZ91 taban malzemenin, MgB_2 kaplamanın ve tavllanmış MgB_2 kaplamanın XRD analizleri Şekil 4.3'te görülmektedir.

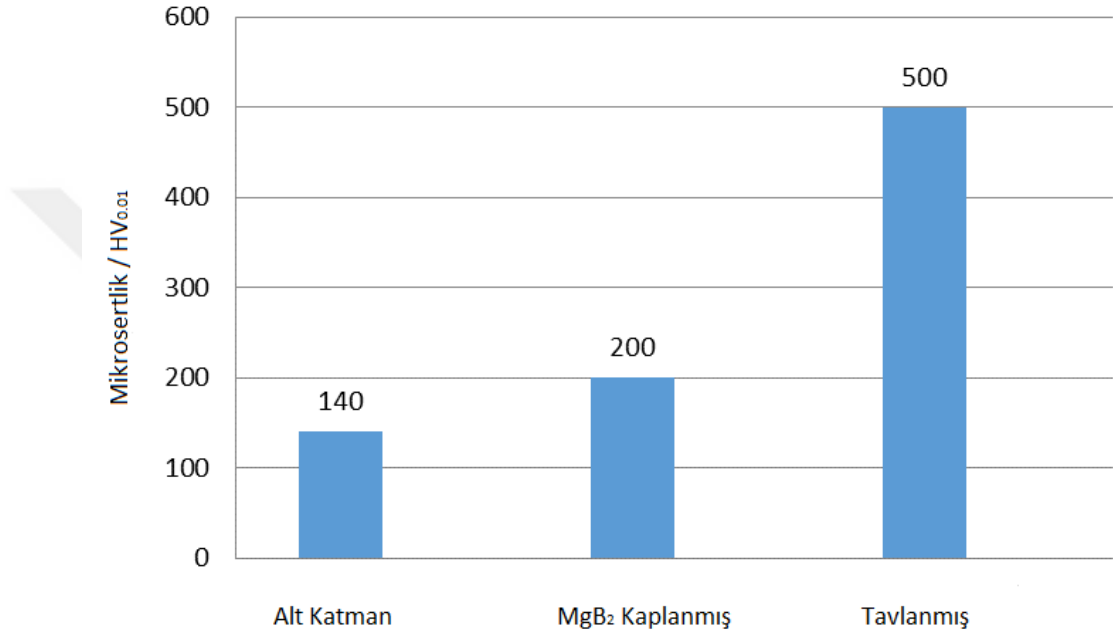


Şekil 4.3. a) AZ91 taban malzeme, b) tavlanmamış MgB₂ kaplama, c) tavlanmış MgB₂ kaplama

Şekil 4.3.a.'da AZ91 taban malzemenin XRD spektrumu incelendiğinde α -Mg ve β (Mg₁₇Al₁₂) fazından oluşan iki fazlı kristal yapı görülmektedir. Şekil 4.3.b'deki XRD spektrumu incelendiğinde, MgB₂ kaplama sonucunda, AZ91 Mg alaşımlı taban malzemeden gelen kırınım yoğunluğu azalmıştır. Yaklaşık 42° kırınım açısıyla ve (101) düzleminde zayıf MgB₂ piki elde edilmiştir. Ayrıca yaklaşık 61° kırınım açısında MgB₄'nin ortorombik (321) fazı ortaya çıkmıştır. Tavlama işleminden sonra, sırasıyla yaklaşık 28,52 ve 81° kırınım açılarında, zayıf (001), (002) ve (112) üç pik gözlenmiş olup, hegzagonal MgB₂ ve MgB₄ pikleri daha öne çıkmıştır (Şekil 4.3.c). Fakat öte yandan, tavlama prosesi kum atmosferde yapılmasına rağmen, yaklaşık 18°'de MgB₂O₅ oksidasyon ürününün oluştuğu, dolayısıyla kaplanmış MgB₂ numunesinin kısmen oksitlendiği anlaşılmıştır.

4.4. Taban Malzemenin ve Kaplamaların Sertlik Ölçümleri

AZ91 taban malzemenin, tavllanmış ve tavlansınmış MgB₂ kaplı filmlerin yüzeylerinin sertlik ölçüm değeri Şekil 4.4'te gösterilmiştir.

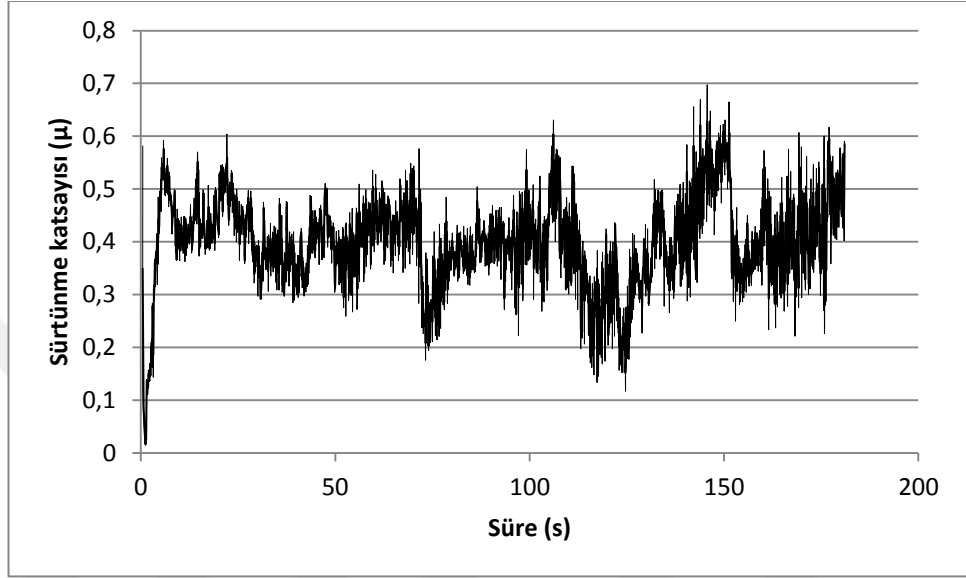


Şekil 4.4. AZ91 Mg alaşımı üzerine elektriksiz MgB₂ kaplanmadan ve tavlansınmadan sonraki sertlik değeri

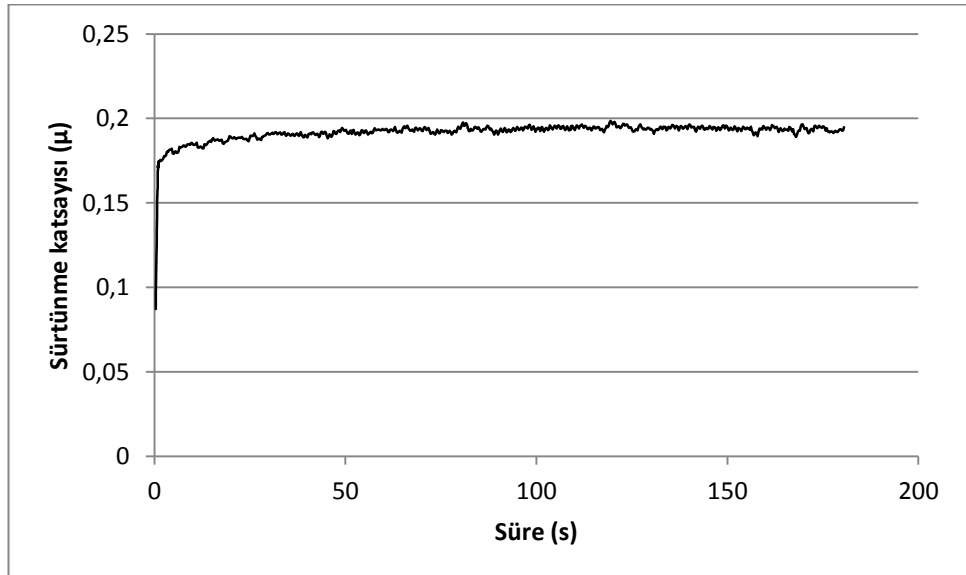
Şekil 4.4'te görüldüğü gibi, AZ91 taban malzemenin sertlik değeri 140 HV_{0.01} iken, kaplama işleminden sonra bu değeri artmış ve 200 HV_{0.01} değerine ulaşmıştır. Tavlama işleminden sonra malzemenin sertlik değeri 500 HV_{0.01} değerine yükselmiştir. Böylece, kaplamanın ve tavlamanın AZ91 taban malzemenin sertliğini artırdığı görülmektedir. Kaplama sertliğinin yüksek olması Magnezyum ve Bor ile birlikte oluşan arayer katı çözümleri ve arayer bileşimine bağlanmıştır. Tavlansınmadan sonra sertlikteki artış ise, tavlamanın kristalleşmeyi destekleyerek oluşturduğu MgB₂ (101), (002) ve MgB₄ (321) kristalin fazların gelişimine ve kısmi oksidasyonla oluşan oksit ürünlerine atfedilmiştir.

4.5. AZ91 Taban Malzemenin ve Kaplamaların Aşınma Grafikleri

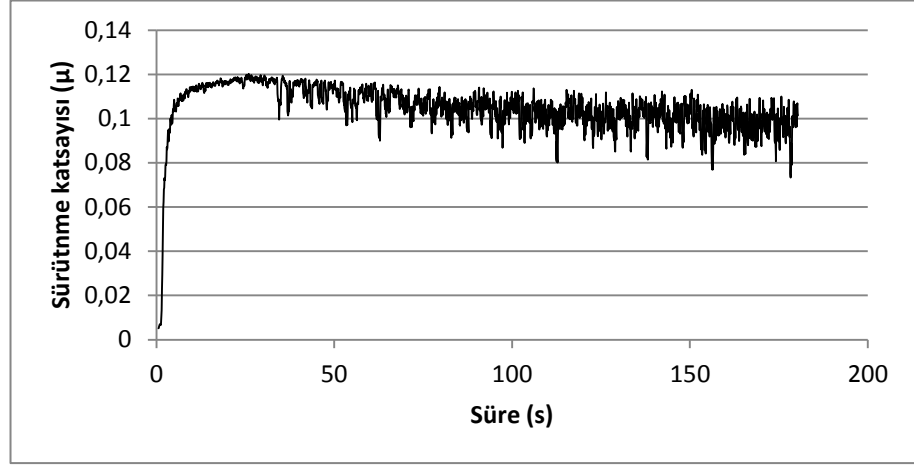
Aşınma testi sonuçları Şekil 4.5, 4.6, 4.7’de gösterilmiştir.



Şekil 4.5. AZ91 magnezyum alaşımı taban malzeme



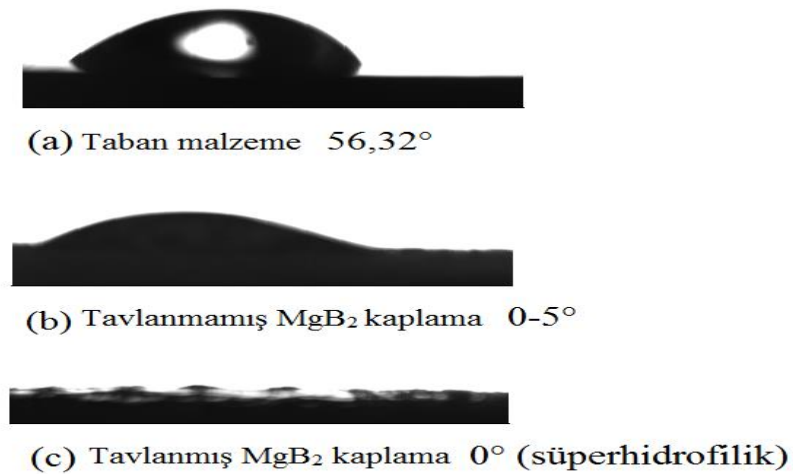
Şekil 4.6. AZ91 taban malzeme üzerine kaplanan MgB₂ (tavlanmamış)



Şekil 4.7. AZ91 taban malzeme üzerine kaplanan MgB₂ (tavlanmış)

Şekil 4.5, 4.6 ve 4.7 incelendiğinde, AZ91 Mg alaşımından yaklaşık 0,5 değerinde kararsız bir sürtünme katsayısı elde edilirken, MgB₂ kaplamadan yaklaşık 0,2 tavlanmış MgB₂'den ise yaklaşık 0,11 değerinde kararlı sürtünme değerleri elde edilmiştir. Tavlanmış MgB₂'deki sürtünme karakteristiğinin tavlanmamışınkine göre kararsız bir yapı sergilemesi, oluşan mikrokristalin MgB₂ fazlarından kaynaklanabilir. Zira bu fazlar sert olduğu için kayma hareketine engelleyici bir bariyer görevi yapmış olabilir.

4.6. Kaplamaların Islanabilirlik Testleri



Şekil 4.8. (a) Taban malzemenin, (b) tavlanmamış ve (c) tavlanmış MgB₂ kaplamaların su damlacıklarının görüntüleri

Şekil 4.8’de taban malzemenin, tavllanmış ve tavlansmamış MgB₂ kaplamaların üzerindeki su damlacıklarının görüntülerini göstermektedir. Şekil 4.8’e göre; kaplanmamış AZ91 Mg alaşımlı taban malzemenin hidrofilik ($56,32^{\circ} < 90^{\circ}$) yüzeye, MgB₂ kaplanmış ve tavllanmış MgB₂ kaplamanın ise süperhidrofilik ($< 5^{\circ}$) yüzeylere sahip olduğu gözlemlenmiştir. Tavlamanın temas açısına etkisinin çok fazla olmadığı anlaşılmaktadır.



5. SONUÇLAR

- Elektriksiz kaplama prosesi, AZ91 Mg alaşımı üzerinde yoğun ve üniform MgB₂ kaplamanın üretilmesine imkan sağlamıştır.
- Tavlama işlemi, MgB₂ kaplamalarda tanecik boyutunda artmaya ve kaplama yüzey morfolojisinde nodüler yapıdan küresel taneciklerin birbirleriyle bağlanmasına sebep olmuştur.
- 300°C'de yapılan tavlama işlemi ile tercihli (101) MgB₂ yapısı ortaya çıkarken, az da olsa oksitlenme izleri de gözlemlendi.
- Üretilen MgB₂ yapısı AZ91 Mg alaşımı taban malzeme yüzeyinde sertlikte yaklaşık 1,5 katlık bir artış sağlarken, tavlama işlemi ile bu artış 3,5 katın üzerinde olmuştur.
- AZ91 Mg alaşımı üzerine yapılan MgB₂ kaplama tavlınmamış halde, sürtünmede yaklaşık 2,5 kat bir azalma sağlarken değerinde, tavlınmış halde sürtünme katsayısında yaklaşık 5 katlık bir düşüşüne sebep olmuştur.
- MgB₂ kaplama yapısı, tavlınmamış ve tavlınmış halde AZ91 Mg alaşımı yüzeyinde süperhidrofilik yüzeyler ortaya koymuştur.

KAYNAKLAR

- Anonim, 2017. <http://tr.wikipedia.org/wiki/Magnezyum>
- Ambat, R., Zhou, W., 2004. Electroless nickel-plating on AZ91D magnesium alloy: effect of substrate microstructure and plating parameters. *Surface and Coating technology*, 179, 124-134.
- Bestetti, M., Forno, A.D., 2011. Electroless and Electrochemical Deposition of Metallic Coating on Magnesium Alloys Critical Literature Review. Politecnico di Milano Dipartimento di Chimica, Metateriali e Ingegneria Chimica 'G.Natta' Via Mancinelli, 7, 20131.
- Bindra, P., Tweedie, J., 1983. Mechanisms of electroless metal plating. I Application of the mixed potential theory. *J. Electrochem, Soc.* 130 (11), 12.
- Blawert, C., Hort, N., Kainer, K.U., 2004. Automotive applications of magnesium and its alloys. *Trans. Indian Inst. Met.*, vol. 57, 397-408.
- Caton, P.D., 1991. Magnesium-an old metarial with new applications. *Mater.Des.*, 12-16.
- Cizek, L., Hanus, A., Sozanska, M., Tanski, T., Pawlica, L., 2007. Structure Characteristics of Magnesium Alloys With Admixture of Aluminium, Silicon and Zirconium. *Acta Metallurgica Slovaca*, 13, 531-538.
- Domenech, S.C., Lima, J.E., Drago, V., Lima, J.C., 2003. *Appl.Surf.Sci.*, 220, 238.
- Donahue, F.M., Yu, C.U., 1970. *Electrochim. Acta*, 15, 237.
- Heakal, F.E.T., Fekry, A.M., Fatayerji, M.Z., 2009. Influence of halides on the dissolution and passivation behavior of AZ91D magnesium alloy in aqueous solutions [J]. *Electrochimica Acta*, 54(5), 1545-1557.
- Huang, T.C., Wei, M.C., Ing, H., 2003. *Sep. Purif. Technol.*, 32, 239-244.
- Jadhav, A.B., Pawar, S.H., 2003. Electrochemical synthesis of superconducting magnesium diborite films: A novel potential technique. *Superconductor Science and Technology*, 16, 752-759.
- King, J.F, 2006. *Technology of Magnesium and Magnesium Alloys. Magnesium Technology*, 219-225.
- Kuşdemir, H., 2008. AZ91 Magnezyum Alaşımının Korozyon Davranışları Üzerine İlave Alaşım Elementlerinin Etkisi. *Bilim Uzmanlığı Tezi*, Karabük Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Karabük, Türkiye.
- Li, N., 2004. *Electroless Plating Utility Technology*. T.Z. Mi, China.
- Mahallawy, E., N.A., Shoeib, M.A., Abouelenain, M.H., 2011. AZ91 magnesium alloys: anodizing of using environmental friendly electrolytes. *J. Surf. Eng. Mater. Adv. Technol.*, 1, 62-72.
- Mallory, G.O., Hadju, J.B., 1990. *Electroless Plating: fundamentals and applications*. Orlando, Fla., American Electroplaters and Surface Finishers Society, Chapter, 9, 511.
- Muralidharan, G., Wilson, D.F., Walker, L.R., Santella, M.L., Holcomb, D.E., 1995. *Cladding Alloys for Fluoride Salt Compatibility*. ORNL/TM-2011/95, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TN.
- Nagamatsu, J., Nakagawa, N., Muranaka, T., Zenitani, Y., Akimitsu, J., 2001. Superconductivity at 39 K in magnesium diboride. *Nature*, 410 (6824), 63-64.

- Nagarajan, V.R., Kharel, P.R., Putatunda, S.K., Lawes, G., 2008. Synthesis and characterization of superconducting lead films by electroless plating on metallic and non-metallic substrates. *Materials Science and Engineering B*, 151, 191-194.
- Nagarajan, V.R., Putapunga, S.K., Kharel, P., Lawes, G., 2009. Synthesis of superconducting thin films of magnesium diboride by electroless plating. *Metaterials and Manufacturing Processes*, 24, 633-636.
- Özgür, H., Gemici, Z., Bayındır, M., 2007. Akıllı Nanoyüzeyler. *Bilim ve Teknik*, 52-56.
- Pezda, J., 2009. Registration of melting and crystallization process of $\text{MCMgLi}_8\text{Ca}_5$ alloy with use of ATND method. *Arch. Foundry Eng.*, 9, 2-8.
- Sakata, Y., 1987. Electroless nickel plating directly on magnesium alloy die casting [C], The Proceeding of the 74th AESF. Annual Technical Conference. Orlando, AESF.
- Vijaragavan, K.S., Putatunga, S.K., Dixit, A., Lawes, G., 2010. Electroless deposition of superconducting MgB_2 films on various substrates. *Thin Solid Films*, 519, 658-661.
- Wang, W.C., Hvara, R., Kang, E.T., Neoh, K.G., 2004. *Polym. Eng. Sci.*, 44, 362.
- Wu, L., Zhao, J., Xie, Y., Yang, Z., 2010. Progress of electroplating and electroless plating on magnesium alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 20, 630-637.
- Xiaohua, T., Chen, L., Shen, J., Zhang, Y., Miao, C., Wu, J., 2012. Effect of sucrose on anodized film formed on AZ31B magnesium alloy in environmental-friendly electrolyte. *Int. J. Electrochem. Sci.*, 7, 9573-9579.
- Young, T., 1805. An Essay on the Cohesion of Fluids. *Philos. Trans. R. Soc. Lond.*, 95, 65-87.
- Yu, Y., 2014. Electroless deposition of copper and copper-manganese alloy for application in interconnect metallization. M.Sc. thesis, Case Western Reserve University, Chapter, Ohio, USA, 5, 47-48.
- Zhao, H., Huang, Z., Cui, J., 2008. A novel method of electroless plating on AZ31 magnesium alloy sheet. *Journal of Materials Processing Technology*, 203, 310-314.

ÖZGEÇMİŞ

12.04.1988 tarihinde Erzurum'da doğdu. İlk ve ortaöğretimini Erzurum'da tamamladı. Atatürk Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümünden 2006'da mezun oldu. Avrasya Üniversitesi'nde araştırma görevliliği yaptı. Şuan Atatürk Üniversitesi'nde yüksek lisans yapmaktadır.

