



**AA7075 ALAŞIMLARI ÜZERİNE BÜYÜTÜLEN PEO
KAPLAMALARIN KOROZYON VE AŞINMA
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI; PROSES
PARAMETRELERİNİN OPTİMİZASYONU**

Fatma SONGUR

Danışman: Prof. Dr. Ersin ARSLAN

Doktora Tezi

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı

2022

(Her hakkı saklıdır.)

T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI

**AA7075 ALAŞIMLARI ÜZERİNE BÜYÜTÜLEN PEO KAPLAMALARIN
KOROZYON VE AŞINMA ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI; PROSES
PARAMETRELERİNİN OPTİMİZASYONU**

(Investigation of Corrosion and Wear Properties of PEO Coatings Grown on AA7075 Alloys;
Optimization of Process Parameters)

DOKTORA TEZİ

Fatma SONGUR

Danışman: Prof. Dr. Ersin ARSLAN

Erzurum
Ağustos, 2022

KABUL VE ONAY TUTANAĞI

Fatma SONGUR tarafından hazırlanan “AA7075 Alaşımları Üzerine Büyütülen PEO Kaplamaların Korozyon ve Aşınma Özelliklerinin Araştırılması; Proses Parametrelerinin Optimizasyonu” başlıklı çalışması 02/08/2022 tarihinde yapılan tez savunma sınavı sonucunda başarılı bulunarak jürimiz tarafından Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Başkanı:	Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL <i>Atatürk Üniversitesi</i>	Aslı Islak İmzalıdır
Danışman:	Prof. Dr. Ersin ARSLAN <i>Aydın Üniversitesi</i>	Aslı Islak İmzalıdır
Jüri Üyesi:	Prof. Dr. Burak DİKİCİ <i>Atatürk Üniversitesi</i>	Aslı Islak İmzalıdır
Jüri Üyesi:	Prof. Dr. Fatih YILDIZ Erzurum Teknik Üniversitesi	Aslı Islak İmzalıdır
Jüri Üyesi:	Doç. Dr. Hikmet ÇİÇEK Erzurum Teknik Üniversitesi	Aslı Islak İmzalıdır

Enstitü Yönetim Kurulunun
....../....../.... tarih ve sayılı
kararı.

Bu tezin Atatürk Üniversitesi Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği'nin ilgili maddelerinde belirtilen şartları yerine getirdiğini onaylarım.

Prof. Dr. Saltuk Buğrahan CEYHUN

Enstitü Müdürü
Aslı Islak İmzalıdır

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

ETİK BİLDİRİM VE İNTİHAL BEYAN FORMU

Doktora Tezi olarak *Prof. Dr. Ersin ARSLAN* danışmanlığında sunulan “AA7075 Alaşımları Üzerine Büyütülen PEO Kaplamaların Korozyon ve Aşınma Özelliklerinin Araştırılması; Proses Parametrelerinin Optimizasyonu” başlıklı çalışmanın tarafımızdan bilimsel etik ilkelere uyularak yazıldığını, yararlanılan eserlerin kaynakçada gösterildiğini, Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından belirlenmiş olan Turnitin Programı benzerlik oranlarının aşılmadığını ve aşağıdaki oranlarda olduğunu beyan ederiz.

Tez Bölümleri	Tezin Benzerlik Oranı (%)	Maksimum Oran (%)
Giriş	5	30
Kuramsal Temeller	13	30
Materyal ve Yöntem	5	35
Araştırma Bulguları ve Tartışma	5	20
Sonuçlar ve Öneriler	0	20
Tezin Geneli	8	25

Not: Yedi kelimeye kadar benzerlikler ile Başlık, Kaynakça, İçindekiler, Teşekkür, Dizin ve Ekler kısımları tarama dışı bırakılabilir. Yukarıdaki azami benzerlik oranları yanında tek bir kaynaktan olan benzerlik oranlarının %5'den büyük olmaması gerekir.

Beyan edilen bilgilerin doğru olduğunu, aksi halde doğacak hukuki sorumlulukları kabul ve beyan ederiz.

Tez Yazarı (Öğrenci)	Tez Danışmanı
Fatma SONGUR	Prof. Dr. Ersin ARSLAN
2.8.2022	2.8.2022
İmza: Aslı Islak İmzalıdır	İmza: Aslı Islak İmzalıdır

* Tez ile ilgili YÖKTEZ’de yayınlamasına ilişkin bir engelleme var ise aşağıdaki alanı doldurunuz.

☐ Tezle ilgili patent başvurusu yapılması / patent alma sürecinin devam etmesi sebebiyle Enstitü Yönetim Kurulunun/....../.... tarih ve sayılı kararı ile teze erişim 2 (iki) yıl süreyle engellenmiştir.

☐ Enstitü Yönetim Kurulunun/....../.... tarih ve sayılı kararı ile teze erişim 6 (altı) ay süreyle engellenmiştir.

TEŞEKKÜR

Doktora tez çalışmamın gelişmesi ve tamamlanmasında deneyim ve yardımlarından faydalandığım danışman hocam Prof. Dr. Ersin ARSLAN'a, değerli hocalarım Prof. Dr. Burak DİKİCİ, Prof. Dr. Mehmet ERTUĞRUL, Prof. Dr. Kadri Vefa EZİRMİK ve Dr. Öğr. Üyesi Mustafa Engin KOCADAĞISTAN'a teşekkür eder saygılarımı sunarım.

Çalışma aşamalarında yanımda olup yardımlarını esirgemeyen değerli arkadaşlarım Ahmet Melik Yılmaz, Şükran KARADENİZ, Arş. Gör. Dr. Taha Çağrı ŞENOCAK, Dr. Öğr. Gör. Taha Alper YILMAZ ve Öğr. Gör. Hasan Feyzi BUDAK'a teşekkürlerimi sunarım.

Tüm hayatım boyunca güven, destek ve anlayışlarını üzerimden hiçbir zaman eksik etmeyen sevgili anneme, babama, tüm ailem ve arkadaşlarıma teşekkürü bir borç bilirim.

Sevgili annem ve babama ithafen...

Fatma SONGUR

ÖZET

DOKTORA TEZİ

AA7075 ALAŞIMLARI ÜZERİNE BÜYÜTÜLEN PEO KAPLAMALARIN KOROZYON VE AŞINMA ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI; PROSES PARAMETRELERİNİN OPTİMİZASYONU

Fatma SONGUR

Danışman: Prof. Dr. Ersin ARSLAN

Amaç: Bu çalışmada, yüksek mukavemetli AA7075 alaşımı üzerine Plazma Elektrolitik Oksidasyon (PEO) yöntemi ile büyütülen kaplamaların korozyon ve aşınma özelliklerinin araştırılması ve PEO prosesinde kullanılan parametrelerin Taguchi deney tasarım yöntemi ile optimize edilmesi amaçlanmıştır.

Yöntem: AA7075 alaşımının yüzeyine korozyon ve aşınma özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla PEO yöntemi kullanılarak oksit kaplamalar büyütülmüştür. Deney esnasında kullanılacak parametre ve seviyeler Taguchi deney tasarım yöntemine göre belirlenmiştir. $L_9(3^4)$ ortogonal dizisi kullanılarak hazırlanan deney tasarımında, kontrol edilebilir proses parametreleri olan akım yoğunluğu, frekans, görev döngüsü ve elektrolit konsantrasyonunun üç farklı seviyesi seçilmiştir. PEO kaplamaların yapısal özellikleri XRD, XPS ve SEM/EDS analizleri ile belirlenmiş ve ayrıca kalınlık, pürüzlülük ve nano-sertlik ölçümleri yapılmıştır. Kaplamaların elektrokimyasal incelemeleri potansiyodinamik tarama (PDS) tekniği ile gerçekleştirilirken, aşınma testlerinde pin-on disk cihazı kullanılmıştır. Ayrıca kaplamaların aşınma profilleri 3D optik profilometre cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Hesaplanan S/N oranlarına göre en iyi korozyon direnci ve aşınma oranı için optimize edilen parametre/seviye kombinasyonlarında doğrulama deneyleri yapılmıştır.

Bulgular: AA7075 alaşımı üzerine büyütülen PEO kaplamaların korozyon direncinin, kalınlık değerindeki artış ve kompaktlığına bağlı olarak iyileştiği görülmüştür. PEO kaplamaların korozyon dirençleri üzerinden yapılan varyans analizine göre etkin parametrelerin sırasıyla frekans, elektrolit konsantrasyonu, akım yoğunluğu ve görev döngüsü olduğu belirlenmiştir. Aşınma oranının ise pürüzlülük değerlerindeki azalmanın yanı sıra, sertlik ve kristal faz oranındaki artışa bağlı olarak azaldığı görülmüştür. PEO kaplamaların aşınma oranı üzerinden yapılan varyans analizine göre etkin parametreler, akım yoğunluğu, frekans, görev döngüsü ve elektrolit konsantrasyonu olarak sıralanmıştır.

Sonuç: PEO prosesinin optimize edilen parametre/seviye kombinasyonlarında büyütülen doğrulama deneylerinde, korozyon direnci için 476 kat, aşınma oranı için ise 14 kat iyileşme elde edilmiştir. Bu sayede AA7075 alaşımının korozyon ve aşınma hasarına maruz kaldığı ortamlarda kullanım ömrünün arttırıldığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: AA7075, Plazma Elektrolitik Oksidasyon, Taguchi, Korozyon, Aşınma.

Ağustos 2022, 137 sayfa

ABSTRACT

DOCTORAL DISSERTATION

INVESTIGATION OF CORROSION AND WEAR PROPERTIES OF PEO COATINGS GROWN ON AA7075 ALLOYS; OPTIMIZATION OF PROCESS PARAMETERS

Fatma SONGUR

Supervisor: Prof. Dr. Ersin ARSLAN

Objective: In this study, it was aimed to investigate the corrosion and wear properties of coatings grown by the Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) method on high-strength AA7075 alloy and to optimize the parameters used in the PEO process with the Taguchi experimental design method.

Method: In order to improve the corrosion and wear properties of AA7075 alloy, oxide coatings were grown on its surfaces by using the PEO method. The parameters and levels to be used during the experiment were determined according to the Taguchi experimental design method. In the experimental design prepared using the $L_9(3^4)$ orthogonal array, three different levels of current density, frequency, duty cycle and electrolyte concentration, which are controllable process parameters, were selected. Structural properties of PEO coatings were determined by XRD, XPS and SEM / EDS analyses, and also thickness, roughness and nano-hardness measurements were performed. The electrochemical investigations of the coatings were carried out by the potentiodynamic scanning (PDS) technique, while a pin-on disc device was used in wear tests. In addition, the wear profiles of the coatings were determined using a 3D optical profilometer device. Confirmation experiments were carried out at optimized parameter/level combinations for the best corrosion resistance and wear rate according to the calculated S/N ratios.

Findings: It was observed that the corrosion resistance of PEO coatings grown on AA7075 alloy improved with the increase in thickness value and compactness. According to the analysis of variance on the corrosion resistance of PEO coatings, it was observed that the effective parameters are respectively frequency, electrolyte concentration, current density and duty cycle. It was also determined that the rate of wear decreased with the increase in the hardness and crystal phase ratio as well as the decrease in the roughness values. According to the analysis of variance on the wear rate of PEO coatings, the effective parameters were sorted as current density, frequency, duty cycle and electrolyte concentration.

Results: In confirmation experiments grown in optimized parameter/level combinations of the PEO process, an improvement of 476 times for corrosion resistance and 14 times for wear rate was achieved. In this way, it was determined that AA7075 alloy service life is increased in environments where it is exposed to corrosion and wear damage.

Keywords: AA7075, Plasma Electrolytic Oxidation, Taguchi, Corrosion, Wear.

August 2022, 137 pages

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY TUTANAĞI.....	i
ETİK BİLDİRİM VE İNTİHAL BEYAN FORMU	ii
TEŞEKKÜR	iii
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
İÇİNDEKİLER.....	vi
TABLolar DİZİNİ.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xiii
GİRİŞ.....	1
KURAMSAL TEMELLER.....	5
Alüminyum ve Alüminyum Alaşımları	5
Alüminyum Alaşımlarının Isıl İşlemi	7
AA7075-T6 Alaşımı	9
AA7075 Alaşımlarının Korozyon Davranışı	10
Çukurcuk korozyonu.....	12
Tanelerarası korozyon.....	13
Kaplama altı korozyonu	14
Galvanik korozyon	14
Gerilimli korozyon çatlaması.....	15
Sürtünme ve Aşınma Teorisi.....	17
Sürtünme	17
Aşınma	20
Adezif aşınma.....	20
Abrazif aşınma	21
Yorulma aşınması.....	22
Korozif aşınma	23
Plazma Elektrolitik Oksidasyon (PEO).....	23
Akım-voltaj karakteristiği	24
Plazma deşarj modelleri	26
PEO prosesinde kaplama büyüme mekanizması.....	29
PEO proses parametreleri.....	30
Akım modu	31

Akım yoğunluğu	32
Darbe (puls) parametreleri	33
İşlem süresi	33
Elektrolit kompozisyonu	34
Taban malzeme	35
Alüminyum alaşımları üzerine büyütülen PEO kaplamaların özellikleri	35
Deney Tasarımı	37
Taguchi metodolojisi.....	37
Ortogonal dizi.....	39
Sinyal-gürültü (S / N) oranı.....	39
Varyans analizi (ANOVA).....	40
MATERYAL VE YÖNTEM	42
Taban Malzeme Seçimi.....	42
Taguchi Deney Tasarımı	43
Plazma Elektrolitik Oksidasyon (PEO) İşlemi.....	44
XRD Analizi	46
XPS Analizi.....	47
SEM-EDS Analizi.....	47
Nano-Sertlik Ölçümleri.....	48
Korozyon Deneyleri	48
Aşınma Deneyleri.....	50
ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	53
Voltaj/Zaman Eğrileri	53
Kaplama Kalınlığı ve Yüzey Pürüzlülüğü	55
XRD Analizleri	57
XPS Analizleri	59
SEM-EDS Analizleri.....	64
Nano-Sertlik Ölçümleri.....	67
Korozyon Deneyleri	69
Taguchi deney tasarımı kullanılarak en iyi korozyon direnci için optimum çalışma şartlarının belirlenmesi.....	76
Korozyon dirençlerinin S/N oranına göre varyans analizi	79
Doğrulama deneyi	80
Aşınma Deneyleri.....	86

Taguchi deney tasarım yöntemi kullanılarak en iyi aşınma oranı için optimum çalışma şartlarının belirlenmesi.....	97
Aşınma oranlarının S/N oranına göre varyans analizi	99
Doğrulama deneyi	100
TARTIŞMA VE SONUÇ.....	106
KAYNAKLAR.....	109
ÖZGEÇMİŞ.....	122



TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 1. Alüminyumun Genel Özellikleri	6
Tablo 2. Alüminyum Alaşımlarına Uygulan Isıl İşlem Türleri	8
Tablo 3. AA7075 Alaşımlarının Mekanik Özellikleri	9
Tablo 4. AA7075 Alaşımının Kimyasal Kompozisyonu	43
Tablo 5. PEO Kaplama Prosesinde Kullanılan Parametre ve Seviyeler	44
Tablo 6. PEO Kaplama Prosesinde Kullanılan $L_9(3^4)$ Ortogonal Dizi Deney Planı	44
Tablo 7. Sürtünme/aşınma Test Parametreleri	50
Tablo 8. PEO Kaplamaların Kırılma ve Maksimum Voltaj Değerleri	54
Tablo 9. PEO Kaplamaların Kalınlık ve Yüzey Pürüzlülüğü Değerleri	56
Tablo 10. PEO İşlemi Süresince Kaplamalara Uygulanan Pozitif ve Negatif Açık Darbe Süreleri	57
Tablo 11. PEO Kaplamaların EDS Analiz Sonuçları	66
Tablo 12. AA7075 Alaşımı ve PEO Kaplamaların Sertlik Değerleri	68
Tablo 13. AA7075 Alaşımı ve PEO Kaplamaların Potansiyodinamik Polarizasyon Eğrilerinden Elde Edilen Korozyon Parametreleri	72
Tablo 14. Korozyon Direnci İçin S/N Oranları	76
Tablo 15. Cevap Faktörü	77
Tablo 16. Korozyon Direnci İçin Varyans Analizi Sonuçları	79
Tablo 17. RK Deneyinin Optimum Parametre Seviye Kombinasyonu	80
Tablo 18. AA7075 Alaşımı ve RK Deneyinin Potansiyodinamik Polarizasyon Eğrilerinden Elde Edilen Korozyon Parametreleri	85
Tablo 19. AA7075 Alaşımı ve PEO Kaplamaların Sürtünme Katsayısı Değerleri	87
Tablo 20. AA7075 Alaşımı, PEO Kaplamalar ve Bilyelerin Aşınma Oranları	94
Tablo 21. Aşınma Oranı İçin S/N Oranları	97
Tablo 22. Cevap Faktörü	97
Tablo 23. Aşınma Oranı İçin Varyans Analizi Sonuçları	99
Tablo 24. RA Deneyinin Optimum Parametre Seviye Kombinasyonu	100
Tablo 25. AA7075 Alaşımı ve RA Deneyinin Sürtünme Katsayıları	104
Tablo 26. AA7075 Alaşımı, RA Deneyi ve Bilyenin Aşınma Oranları	105

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. Alüminyumun pourbaix diyagramı	11
Şekil 2. a) Çukurcuk korozyonu morfolojisi, b) şematik gösterimi	12
Şekil 3. a) Tanelerarası korozyon morfolojisi, b) şematik gösterimi	13
Şekil 4. a) Kaplama altı korozyon morfolojisi, b) oluşum aşamaları	14
Şekil 5. Galvanik korozyon oluşum örneklendirmeleri.....	15
Şekil 6. a) Gerilimli korozyon çatlağı morfolojisi, b-c) şematik gösterimleri	16
Şekil 7. a) yuvarlanma b) kayma hareketi.....	17
Şekil 8. Adezif aşınma modeli	20
Şekil 9. Abrazif aşınma modelleri.....	21
Şekil 10. Yorulma aşınması modeli	22
Şekil 11. Korozif aşınma modeli.....	23
Şekil 12. PEO işleminde kullanılan ekipmanın şematik gösterimi	24
Şekil 13. Plazma elektroliz süreçleri için akım-gerilim diyagramları (a) elektrot yakınında, (b) elektrot yüzeyindeki dielektrik filmde gelişen deşarj olayları	25
Şekil 14. Alaşımın farklı PEO işlem sürelerindeki görünüşü	26
Şekil 15. Alüminyumun oksidasyonu esansında yüzey deşarjının şematik gösterimi a) oksit filmin dielektrik kırılımı modeli, b) gözenekli deşarj modeli, c) glow deşarj elektroliz modeli	28
Şekil 16. Plazma deşarj modellerinin şematik diyagramı	29
Şekil 17. PEO prosesini etkileyen parametreler.....	31
Şekil 18. PEO işleminde kullanılan çeşitli akım modu türleri a) doğru akım, b) alternatif akım, c) tek kutuplu darbeli akım, d) çift kutuplu darbeli akım	31
Şekil 19. Deneysel çalışma akış şeması	42
Şekil 20. Yüzey profilometre cihazı.....	43
Şekil 21. Plazma Elektrolitik Oksidasyon ünitesi	45
Şekil 22. Ultra saf su cihazı.....	45
Şekil 23. X ışını difraktometresi (XRD)	46
Şekil 24. XPS cihazı.....	47
Şekil 25. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDS)	48
Şekil 26. Nano-mekanik test cihazı.....	48
Şekil 27. Potansiyostat/galvanostat cihazı.....	49
Şekil 28. Polarizasyon eğrilerinin belirlenmesi.....	49
Şekil 29. Pin-on-disk aşınma cihazı	50

Şekil 30. 3D optik profilometre cihazı	51
Şekil 31. Optik mikroskop	51
Şekil 32. PEO kaplamaların voltaj/zaman eğrileri	53
Şekil 33. PEO işlemin kullanılan elektrolitlerin pH ve iletkenlik değişimi	55
Şekil 34. PEO kaplamaların kalınlık ve pürüzlülük grafiği	56
Şekil 35. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların XRD grafikleri	58
Şekil 36. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların XPS grafikleri	59
Şekil 37. PEO kaplamaların yüksek çözünürlüklü O 1s spektrumları	60
Şekil 38. PEO kaplamaların yüksek çözünürlüklü Si 2p spektrumları	62
Şekil 39. PEO kaplamaların yüksek çözünürlüklü Al 2p spektrumları.....	63
Şekil 40. PEO kaplamaların yüzey morfolojileri ve EDS grafikleri	64
Şekil 41. PEO kaplamaların ortalama por çapı	65
Şekil 42. Taguchi yöntemi ile büyütülen PEO kaplamaların kesit morfolojileri	67
Şekil 43. PEO kaplamaların nano-sertlik eğrileri.....	68
Şekil 44. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların OCP eğrileri	70
Şekil 45. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların PDS eğrileri	71
Şekil 46. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların korozyon deneyi sonrası yüzey morfolojileri	73
Şekil 47. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların korozyon deneyi sonrası kesit morfolojileri	75
Şekil 48. Korozyon Direnci İçin Performans İstatistiği Sonuçları.....	77
Şekil 49. Parametrelerin korozyon direnci üzerine etkisi	80
Şekil 50. RK deneyinin voltaj/zaman eğrisi.....	81
Şekil 51. RK deneyinin GAXRD grafiği	82
Şekil 52. RK deneyinin yüksek çözünürlüklü O 1s, Si 2p ve Al 2p spektrumları	82
Şekil 53. RK deneyinin a) yüzey morfolojisi, b) kesit morfolojisi ve c) EDS analizi	83
Şekil 54. RK deneyinin yük/yer değişimi eğrisi	84
Şekil 55. RK deneyinin OCP eğrisi.....	85
Şekil 56. AA7075 alaşımı ve RK deneyinin PDS eğrileri	85
Şekil 57. RK deneyinin korozyon testi sonrası a) yüzey morfolojisi, b) kesit morfolojisi	86
Şekil 58. PEO kaplamaların sürtünme katsayısı/süre grafikleri.....	88
Şekil 59. AA7075 alaşımının aşınma testi sonrası a) 3D profil görüntüsü, b) profilin kesit alanı, c yüzey morfolojisi d-e) 50x-100x bilye optik görüntüsü.....	90
Şekil 60. R1, R2 ve R3 deneylerinin aşınma testi sonrası 3D profil görüntüleri, profillerin kesit alanı ve 100x bilye optik görüntüleri.....	91

Şekil 61. R4, R5 ve R6 deneylerinin aşınma testi sonrası 3D profil görüntüleri, profillerin kesit alanı ve 100x bilye optik görüntüleri.....	92
Şekil 62. R7, R8 ve R9 deneylerinin aşınma testi sonrası 3D profil görüntüleri, profillerin kesit alanı ve 100x bilye optik görüntüleri.....	93
Şekil 63. PEO kaplamaların aşınma testi sonrası yüzey morfolojileri	95
Şekil 64. PEO kaplamaların aşınma izinden alınan EDS analizleri	96
Şekil 65. Aşınma oranı için performans istatistiği sonuçları	98
Şekil 66. Parametrelerin aşınma oranı üzerine etkisi	99
Şekil 67. RA deneyinin voltaj/zaman eğrisi.....	100
Şekil 68. RA deneyinin XRD grafiği	101
Şekil 69. RA deneyinin yüksek çözünürlüklü O1s, Si2p ve Al2p spektrumları	101
Şekil 70. RA deneyinin a) yüzey morfolojisi, b) kesit morfolojisi ve c) EDS analizi	102
Şekil 71. RA deneyinin yük/yer değişimi eğrisi	103
Şekil 72. AA7075 alaşımı ve RA deneyinin sürtünme katsayısı/zaman grafikleri	103
Şekil 73. RA deneyinin aşınma testi sonrası a) 3D profil görüntüsü, b) profil kesit alanı, c) yüzey morfolojisi ve d) 100x bilye optik görüntüsü	104

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	: Alfa alümina
$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	: Gama alümina
β_a	: Anodik polarizasyon eğrisinin eğimi
β_c	: Katodik polarizasyon eğrisinin eğimi
μ	: Sürtünme katsayısı
AA7075-T6	: T6 tavında işlem gören alüminyum-çinko-magnezyum alaşımı
AC	: Alternatif akım
ANOVA	: Varyans analizi
CE	: Karşıt elektrot
DC	: Doğru akım
E_{kor}	: Korozyon potansiyeli (Volt)
EDS	: Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi
eV	: Elektron-volt
GAXRD	: Grazing geliş açılı X-ışını fotoelektron spektroskopisi
I_{kor}	: Korozyon akımı (A.cm^{-2})
JCPDS	: Toz Kırınım Standartları Ortak Komitesi
$L_9(3^4)$	: Kesirli faktöryel ortogonal dizi (3 seviye, 4 faktör)
OCP	: Açık devre potansiyeli
PEO	: Plazma Elektrolitik Oksidasyon
PDS	: Potansiyodinamik polarizasyon
R_p	: Polarizasyon direnci
RE	: Referans elektrot
S/N	: Sinyal-gürültü oranı
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
t_{on}^+	: Pozitif açık darbe süresi
t_{on}	: Negatif açık darbe süresi
t_{off}	: Kapalı darbe süresi
XPS	: X-ışını fotoelektron spektroskopisi
XRD	: X-ışını difraktometresi
WE	: Çalışma elektrotu
WC	: Tungsten karbür

GİRİŞ

Son yıllarda malzeme ve enerji tüketiminde meydana gelen artış, kaynakların verimli kullanılması yönünde önemli bir farkındalık oluşturmıştır. Özellikle yüksek yakıt tüketimi ve buna bağlı olarak artan gaz emisyonları, ulaşım sektörünün üzerinde yoğunlaştığı en temel problemler arasındadır. Bu nedenle uzay, havacılık ve otomotiv endüstrilerinde çeliğe kıyasla daha düşük yoğunluklara sahip olan hafif metallerin (özellikle titanyum, alüminyum, magnezyum ve alaşımları) kullanımı gün geçtikçe artan bir önem kazanmıştır (Norgate *et al.* 2007; Ingarao *et al.* 2011). Titanyuma kıyasla daha hafif ve ucuz, magnezyuma kıyasla daha iyi korozyon direnci ve yüksek mukavemete sahip olan alüminyum ve alaşımları, hafifliği, işlenebilirliği, üstün fiziksel ve mekanik özellikleri nedeniyle endüstriyel alanda en fazla kullanılan malzemelerden biridir (Dehnavi *et al.* 2014).

Alüminyum (Al) alaşımları arasında, çelikle kıyaslanabilecek düzeyde mekanik özellikleri geliştirilmiş olan AA7075 alaşımının mühendislik uygulamalarında kullanımı gün geçtikçe artmaktadır (Miller *et al.* 2000). Özellikle düşük ağırlık/yüksek mukavemet davranışının birlikte istendiği uygulamalarda büyük bir kullanım avantajı sağlayan AA7075 alaşımının geniş uygulama alanı iki temel faktörle sınırlıdır. Bunlar, lokal korozyona karşı duyarlılık ve zayıf tribolojik özelliklerdir (Andreatta *et al.* 2004). AA7075 alaşımının çukurcuk, taneler arası ya da kaplama altı korozyonu gibi lokal korozyon türlerine karşı duyarlılığı, içeriğinde bulunan intermetalik ve mukavemet arttırıcı partiküllerin konsantrasyon ve dağılımı ile ilişkilendirilmektedir (Gao *et al.* 1998; Ramgopal and Frankel 2001; Kumar *et al.* 2015 a). Zayıf tribolojik özellikleri ise nispeten düşük sertlik değerine sahip olmasından kaynaklanmaktadır ve bu durum özellikle sert bir yüzeye ihtiyaç duyulan uygulamalarda alaşımın kullanım ömrünü sınırlar (Sabatini *et al.* 2010; Xu *et al.* 2016).

AA7075 alaşımının zayıf korozyon ve aşınma dirençlerinin iyileştirilebilmesi için çeşitli yüzey modifikasyon teknikleri kullanılmaktadır. Bu yöntemler arasında sıklıkla kullanılanlar, sol-jel kaplama (Sheffer *et al.* 2003), iyon implantasyonu (Cristobal *et al.* 2012) dönüşüm kaplamaları (Cruz and Rodil 2020), termal püskürtme (Ngai *et al.* 2018), fiziksel buhar biriktirme (PVD) (Srinath and Prasad 2020; Liu *et al.* 2021), kimyasal buhar biriktirme (CVD) (Kyzioł *et al.* 2014) ve geleneksel anodizasyon (Mutlu *et al.* 2017; Okene *et al.* 2021) teknikleridir. Ancak bu yöntemlerin çoğu alaşımın temel özelliklerini etkilemeden korozyon ve aşınma direncini iyileştirme konusunda başarılı olamamıştır. Örneğin yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen PVD, CVD ve termal sprey yöntemleri ile yapılan çalışmalarda, sıcaklığın

kontrol edilmesindeki zorluklardan dolayı alařımın mukavemet ve sertlik deęerinin azaldığı bildirilmiřtir (Zhao *et al.* 2009; Han *et al.* 2011; Li *et al.* 2011). İyon implantasyonu ile yapılan alıřmalarda ise, kaplamaların ukurcuk potansiyelini arttırmada önemli bir başarı elde edilemedięi belirtilmiřtir. Ek olarak sol-jel kaplamaların zayıf adezyon davranıřı, dönüşüm kaplamalarının ise toksik krom bileřikleri iermesi bu yöntemlerin kullanım alanını sınırlamıřtır (Twite and Bierwagen 1998). Al ve alařımlarının yüzey iyileřtirmesinde en fazla tercih edilen yöntemlerden biri geleneksel anodizasyon teknięidir. evreye zararlı asidik elektrolitler ierisinde gerekleřtirilen anodizasyon iřleminde, doęru akım kaynaęı (DC) kullanılmaktadır. Sabit ve düşük hücre voltajlarında (20-80V) büyütölen kaplamaların zayıf adezyon ve düşük kalınlık deęerlerine sahip olması nedeniyle, korozyona ve özellikle aşınmaya karřı yeterli ve etkili bir korunma saęlanamadığı bildirilmiřtir (Funatani 2000; Walsh *et al.* 2009).

Anodizasyon iřlemine alternatif olarak geliřtirilen Plazma elektrolitik oksidasyon (PEO) yöntemi, Mg, Al, Ti, Zr, Nb, Hf ve Ta gibi eřitli hafif metal ve alařımlarının yüzeyinde sert ve adeziv bir oksit tabakanın elde edildięi nispeten yeni bir yüzey modifikasyon teknięidir (Sowa *et al.* 2013; Stojadinovic *et al.* 2017; Pereira *et al.* 2018; Kaseem and Ko 2019). Öncelikli odak noktası, hafif metal ve alařımlarının korozyon ve aşınma özelliklerinin iyileřtirilmesi olan PEO prosesi, yakın tarihte Keronite (İngiltere), Magoxid-coat (Almanya) ve Microplasmic (ABD) gibi řirketler aracılığı ile endüstriyel uygulamalarda verimli bir řekilde kullanılmaya başlanmıřtır.

Pasifleřme gösteren metallerin kendine özgü kırılma voltajı (400-800 V) üzerinde büyütölen PEO kaplamalar, iřlem gören yüzeyde meydana gelen plazma deřarjlar ile karakterize edilmektedir (Yerokhin *et al.* 1999). Plazma deřarj yoluyla hafif metaller üzerinde seramik katman oluřturma fikri, ilk olarak Markov tarafından önerilmiřtir. Fiziksel, kimyasal, elektrokimyasal ve plazma termo-kimyasal olmak üzere bir dizi reaksiyonun meydana geldięi PEO prosesinde, deřarj olaylarının anlařılması iin geniř aplı arařtırmalar yapılmıřtır (Yerokhin *et al.* 1999; Wang *et al.* 2010; Cheng *et al.* 2014; Clyne and Troughton 2019). Yüzey deřarjlarının yol atığı plazma termokimyasal etkileřimler, metal yüzeyinden hem i hem de dıř yönde büyüyen adeziv bir kaplama oluřumuna yol aar. Genellikle silikat, alüminat, fosfat ve florür esaslı alkali elektrolitler ierisinde büyütölen PEO kaplamaların yapısı, hem alařımın hem de elektrolit ierisindeki elementlerin kompleks oksitlerini ierir (Narayanan *et al.* 2014). Literatürde, Al ve alařımları üzerine büyütölen PEO kaplamaların korozyon ve aşınma direncini inceleyen birok alıřma bulunmaktadır. Elde edilen sonuçlar, kaplamaların mikroyapısı, yüzey morfolojisi ve faz kompozisyonunun birok faktörden eř zamanlı olarak

etkilendiğini göstermektedir. Kaplamaların kalitesi ve nihai performansı, üretilen katmanın fiziksel ve mekanik özelliklerini belirleyen, alaşım kompozisyonu, elektrolit içeriği ve elektriksel parametreler ile kontrol edilmektedir (Khan *et al.* 2014; Vakili-Azghandi *et al.* 2016; Kaseem *et al.* 2017; Agureev *et al.* 2018; Hakimizad *et al.* 2018; Liu and Zeng 2018; Kaseem *et al.* 2021).

Yapılan literatür taramasında, PEO yöntemi kullanılarak yüksek mukavemetli AA7075 alaşımın korozyon ve aşınma direncinin iyileştirilmesine yönelik sınırlı sayıda çalışma bulunduğu belirlenmiştir. Çalışmalarda genellikle proses esnasında kullanılacak elektrolit içeriğine odaklanılmış ve içerikteki değişimin özellikle korozyon direnci üzerindeki etkisi araştırılmıştır (Barati *et al.* 2015; Arunnellaiappan *et al.* 2016; Barati *et al.* 2017; Sieber *et al.* 2018; Rao *et al.* 2020). Hızlı büyümeye yardımcı olması ve kompleks oksit bileşiği elde edilmesi nedeniyle, AA7075 alaşımının PEO işleminde genellikle silikatlı elektrolitler kullanılmaktadır (Pezzato *et al.* 2016; Venugopal *et al.* 2016; Ghafaripoor *et al.* 2018; Cerchier *et al.* 2020; Wang *et al.* 2020 b). Elektriksel parametrelerden biri olan akım modu üzerine yapılan üç ayrı çalışmada ise, iki kutuplu darbe modunda büyütülen kaplamaların tek kutuplu darbe moduna göre daha iyi korozyon ve aşınma direnci sergilediği belirtilmiştir. Araştırmacılar, çift kutuplu darbe modunda büyütülen kaplamaların daha kompakt bir yapıda olduğunu ve bu sonucun hem korozyon hem de aşınma direncini olumlu yönde etkilediğini bildirmiştir (Hakimizad *et al.* 2017; Akbari *et al.* 2018; Hakimizad *et al.* 2018). Bununla birlikte, AA7075 alaşımının PEO işlemi sırasında kullanılan elektrolit konsantrasyonu ve elektriksel parametrelerin, korozyon ve aşınma direnci üzerindeki etkilerine ilişkin sistematik bir çalışma bulunmamaktadır. PEO işleminde, akım yoğunluğu, frekans, görev döngüsü ve elektrolit konsantrasyonu gibi parametreler kaplamaların korozyon ve aşınma özelliklerinde önemli rol bir üstlenir (Shahri *et al.* 2020). Dolayısıyla, bu parametrelerin optimizasyonu, daha iyi kaplama özellikleri elde etmek için oldukça önemli bir adımdır.

Kaplama yapısında istenen özellikler üzerindeki etkin parametrelerin belirlenmesi için deney tasarım yöntemleri kullanılmaktadır. Taguchi yöntemi, ortogonal dizi deney planlarına göre hazırlanan, optimizasyon, süreç karakterizasyonu ve modelleme için mühendislik uygulamalarında yaygın olarak kullanılan istatistiksel bir deney tasarımı yöntemidir. Taguchi, belirli bir prosesin performansı hakkında kapsamlı sonuçlar ve bilgiler sunarak, minimum zaman ve maliyetle kalitenin artırılmasını amaçlar. Elde edilen sonuçlar, sinyal/gürültü oranı (S/N) ve varyans analizi aracılığı ile yorumlanır (Ahmadkhaniha *et al.* 2015; Praveen *et al.* 2016; Sivapragash *et al.* 2018).

Bu çalışmada, AA7075 alaşımları üzerine PEO yöntemi ile büyütülen kaplamaların korozyon ve aşınma dirençlerinin iyileştirilmesi ve etkin olan proses parametrelerinin optimize edilmesi amaçlanmaktadır. Kontrol edilebilir proses parametreleri olan akım yoğunluğu, frekans, görev döngüsü ve elektrolit konsantrasyonunun optimizasyonu için Taguchi deney tasarımı yöntemi kullanılmıştır. $L_9(3^4)$ ortogonal dizi deney planına göre hazırlanan deney tasarımında, üç seviyeli dört parametre incelenmiştir. PEO kaplamaların yapısal özellikleri XRD, XPS ve SEM/EDS analizleri ile belirlenmiş, ayrıca kalınlık, pürüzlülük ve sertlik ölçümleri yapılmıştır. Kaplamaların korozyon dirençleri potansiyodinamik polarizasyon ölçümleri ile incelenirken, aşınma özellikleri pin-on-disk test cihazı ile belirlenmiştir. Aşınma profilinin görüntülenmesi ve aşınma oranlarının belirlenmesi için ise 3D optik profilometre cihazı kullanılmıştır. Son olarak, S/N analiz verilerine göre en iyi korozyon direnci ve aşınma oranı için optimize edilen parametre/seviye kombinasyonlarında doğrulama deneyleri yapılmıştır.

KURAMSAL TEMELLER

Alüminyum ve Alüminyum Alaşımları

Alüminyum, yer kabuğu kütlesinin yaklaşık %8'ini oluşturan ve doğada en fazla bulunan üçüncü elementtir; aynı zamanda yapısal metaller arasında doğada bulunma derecesi olarak birinci sırayı almaktadır. Özellikle silikat ve oksit gibi diğer elementlerle bileşik halinde bulunan alüminyumun ticari üretim sürecine geçişinde gerekli olan cevherden ayırma işlemleri için uzun zaman alan araştırmalar yapılmıştır (Richards 1896). Günümüzde alüminyumun üretimi, birincil ve ikincil üretim teknikleri ile yapılmaktadır ve yalnızca Batı Dünyasında 19 milyon ton birincil alüminyum kullanılmaktadır. Birincil alüminyum üretimi için en yaygın kullanılan teknoloji, alüminyum oksitin (alümina) cevherlerden (boksit kaolinit veya nefelin) ekstraksiyonu ve saflaştırılması olmak üzere iki aşamadan oluşur. Alüminyum, %100 geri dönüşümlü bir metaldir ve geri dönüşümü sonrası sahip olduğu özelliklerde minimum düzeyde kayıp gözlenir. İkincil alüminyum üretimi, hurdadan elde edilen alüminyumdan oluşur ve alüminyumun yeniden ergitilmesi için gereken enerji, birincil alüminyum üretmek için gerekli olanın yalnızca %5'idir. Bu durum ikincil sanayiinin gelişmesinin en önemli nedenidir (Davis 1999).

Alüminyum, sahip olduğu avantajlı özellikleri nedeniyle ulaşım, inşaat, elektrik mühendisliği ve mekanik yapı gibi çeşitli alanlarda mühendislik uygulamalarına sahiptir. Bu avantajlı özelliklerden bazıları;

- ✓ hafifliği (çeliğin neredeyse üçte biri),
- ✓ termal iletkenliği (bakırın termal iletkenliğinin yaklaşık % 60'ı),
- ✓ elektriksel iletkenliği (bakırın elektriksel iletkenliğinin yaklaşık üçte ikisi),
- ✓ yüzey işlemleri için olanak sağlaması,
- ✓ bilinen tüm metal işleme prosesleri ile şekillendirilebilir olması,
- ✓ alaşımlandırma çeşitliliği,
- ✓ geri dönüşümlü olması,
- ✓ ve toksik özellik göstermemesidir (Vargel 2004).

Alüminyumun sahip olduğu özelliklerin listesi Tablo 1'de verilmiştir (George 2010). Ancak bu özellikler büyük ölçüde metalin saflığına bağlı olarak değişim gösterir (Sverdlin 2003).

Tablo 1. Alüminyumun Genel Özellikleri

<i>Özellik</i>	<i>Değer</i>
Atom numarası	13
Atomik ağırlık (g/mol)	26,9815
Valans bağı	3
Kristal yapısı	YMK
Ergime sıcaklığı (°C)	660,2
Kaynama sıcaklığı (°C)	2480
Özgül ısı (0-100°C)(cal/g.°C)	0,219
Termal iletkenlik (0-100°C)(cal/cms.°C)	0,57
Lineer genleşme katsayısı (0-100°C)($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	23,5
Yoğunluk (g/cm ³)	2,6898
Elastisite modülü (GPa)	70
Poisson oranı	0,34

Alüminyum alaşımları döküm ve dövme alaşımlar olmak üzere iki sınıfa ayrılır. Çeşitli kompozisyon, özellik ve kullanım alanları sunan toplam sekiz dövme alüminyum alaşım serisi vardır. Her bir seride bulunan farklı alaşım içeriğinin, mukavemet ve ısıtma işlem tepkisi üzerinde farklı etkileri olduğundan, mekanik davranışlarında da büyük değişkenlikler gözlenmektedir. Dövme alaşımlarında bileşen türlerini belirtmek için dört basamaklı bir sistem kullanılır. Bu isimlendirme, ilk basamağın temel alaşım elementini belirttiği dört sayısal rakamdan oluşur.

AA1xxx serisi alaşımlar: %99 veya daha yüksek saflıktaki alüminyum alaşımlarıdır. Bu seri korozyona karşı mükemmel direnç, yüksek termal ve elektriksel iletkenlikle beraber zayıf mekanik özellikler ile karakterize edilir. Özellikle elektrik ve kimya endüstrisinde kullanılmaktadır (Ghali 2010).

AA2xxx serisi alaşımlar: Temel alaşım elementi bakır olmak üzere, içerisinde başka alaşım elementleri de (özellikle magnezyum) bulunur (Roberge 2000). Bu seri yüksek mukavemete sahiptir ve ısıtma işlem görebilir ancak diğer alüminyum alaşımları kadar iyi bir korozyon direncine sahip değildir. Yüksek mukavemetli olması nedeniyle uçaklarda ve araç gövde panellerinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Nathan 1981).

AA3xxx serisi alaşımlar: Temel alaşım elementi mangandır. Bu seri genellikle ısıtma işlem göremez. Nispeten iyi korozyon direnci ve orta derecede dayanıklılıkla karakterize edilir. İçecek kutuları, kimyasal kaplar ve mimari uygulamalarda tercih edilmektedir (Nathan 1981).

AA4xxx serisi alaşımlar: Silisyumun temel alaşım elementi olduğu alaşımlardır. Alüminyuma eklenen silisyum, ergime noktasını önemli ölçüde düşürerek ortaya çıkan alaşımların kırılgan hale gelmesine neden olur (Bhui and Singh 2017). AA4xxx serisi alaşımlara, ısıtma işlem hem uygulanabilir hem de uygulanmaz. Isıtma işlem uygulanamayan AA4xxx serisi alaşımlarda temel alaşım elementi olarak alüminyum ve silisyum bulunur.

Silisyum başlı başına ısıl işlem görmez. Malzemeye, ısıl işleme yanıt verme ve mukavemetini arttırma olanağı sağlayan kontrollü magnezyum ve/veya bakır ilavelerini içeren 4xxx serisi alaşımlar ise ısıl işlem görebilir. Ayrıca bu alaşım serisi iyi korozyon ve aşınma direncine sahiptir. Yüksek sıcaklığa dayanıklı parçaların imalatında, kaynak elektrodu ve lehim saclarında yaygın olarak kullanılmaktadır (Nathan 1981).

AA5xxx serisi alaşımlar: Magnezyumun temel alaşım elementi olduğu alaşımlardır ve ısıl işlem görmez. Ayrıca krom da bu alaşım içerisinde yaygın olarak kullanılan diğer alaşım elementlerinden biridir. Bu alaşımlar iyi korozyon direnci ve orta derece dayanıklılık ile karakterize edilir. Bununla birlikte, belirli yüklem koşulları altında gerilmeli korozyon çatlağına maruz kalırlar. Özellikle tekne gövdelerinde, gemi iskeleleri ve deniz ortamlarına maruz kalan diğer ürünlerde yaygın olarak kullanılmaktadır (Nathan 1981).

AA6xxx serisi alaşımlar: Magnezyum ve silisyumun temel alaşım elementi olduğu seridir. Alaşımlar, ısıl işlem görmüş ve yaşlanmış durumda iyi süneklik ve 2xxx ve 7xxx serileri kadar olmasa da yüksek mukavemet özellikleri sunar. Ayrıca, kaynak kabiliyeti, işlenebilirlik ve nispeten iyi bir korozyon direncine sahiptir. Mimari ekstrüzyonlarda ve otomotiv sektöründe genel amaçlı yapı elemanı olarak kullanılmaktadır (Voort 2005).

AA7xxx serisi alaşımları: Çinko temel alaşım elementidir. Ayrıca alaşım, bakır, magnezyum ve krom gibi diğer alaşım elementlerini de içerebilir. Çinko ve magnezyumun alüminyum içerisindeki yüksek çözünürlüğü sayesinde yüksek yoğunluklu çökeltiler oluşur; bu da dayanımın yükselmesini sağlar. Isıl işlem gören Al-Zn-Mg-Cu alaşımları en yüksek dayanımlı alüminyum alaşımlarıdır, ancak korozyona karşı dirençli değildir. Bakır içermeyen Al-Zn-Mg alaşımları ise korozyona karşı nispeten daha dayanıklıdır ve kolaylıkla ısıl işleme tabi tutulurlar. 7xxx serisi, uçakların yapısal bileşenlerinde ve yüksek dayanım gerektiren birçok uygulamada kullanılmaktadır (Voort 2005).

AA8xxx serisi alaşımları: Kalay ve bazı lityum bileşimlerini içerebilen çok yönlü kompozisyonları karakterize eden alaşımlardır. İçeriğinde bulunan demir ve nikel elektriksel iletkenlik özelliklerinde önemli bir kayıp vermeden alaşıma dayanım kazandırır. İyi yorulma direnci ve tokluk özelliklerine sahiptir ve havacılık uygulamalarında kullanılmaktadır (George 2010).

Alüminyum Alaşımlarının Isıl İşlemi

Isıl işlem, katı haldeki bir metal veya alaşıma belirli bir mikroyapı ve istenen mekanik özelliklerin (sertlik, tokluk, akma dayanımı, maksimum çekme dayanımı, Young modülü ve yüzde uzama) kazandırılması amacıyla uygulanan ısıtma ve soğutma işlemleridir. Tavlama,

normalleştirme, sertleştirme ve temperleme, mühendislik malzemelerinin mekanik özelliklerini değiştirmek için sıklıkla kullanılan en önemli ısıtım işlemleridir.

Alüminyum alaşımları arasında ısıtım işlem görebilenler, 2xxx, 6xxx ve 7xxx serileridir. Çökelme sertleşmesi göstermeyen diğer alüminyum alaşımlarının ise yalnızca soğuk işlemle özellikleri iyileştirilebilmektedir. Bir alaşımların ısıtım işleme yanıtı vermesi için temel gereksinim, bir veya daha fazla alaşım elementinin azalan sıcaklıkla birlikte katı çözünürlüğünde meydana gelen azalmadır (Rometsch *et al.* 2014). Alüminyum alaşımlarının özelliklerini iyileştiren birçok ısıtım işlem dizisi vardır ve en yaygın kullanılanları Tablo 2’de belirtilmiştir (Bhui and Singh 2017).

Tablo 2. Alüminyum Alaşımlarına Uygulan ısıtım İşlemler Türleri

<i>Isıtım işlem Türü</i>	<i>İşlemler basamakları</i>
T1	Sıcak şekillendirmeden sonra soğutma Doğal yaşlandırma
T2	Sıcak şekillendirmeden sonra soğutma Soğuk şekillendirme Doğal yaşlandırma
T3	Çözeltiye alma Soğuk şekillendirme Doğal yaşlandırma
T4	Çözeltiye alma Doğal yaşlandırma
T5	Sıcak şekillendirmeden sonra soğutma Sunı yaşlandırma
T6	Çözeltiye alma Su verme Doğal yaşlandırma Sunı yaşlandırma
T7	Çözeltiye alma Su verme Doğal yaşlandırma Aşırı yaşlandırma
T8	Çözeltiye alma Soğuk şekillendirme Sunı yaşlandırma
T9	Çözeltiye alma Sunı yaşlandırma Soğuk şekillendirme

Alüminyum ve alaşımlarının sertlik ve mukavemetinin artırılması için uygulanan ısıtım işlemleri genel olarak çökelme işlemi ile sağlanmaktadır. Bu işlemin öncelikli basamağı çözeltiye alma işlemidir. Çözeltiye alma işlemi sayesinde sertleşmeyi sağlayan Mg, Si, Cu ve Zn gibi alaşım elementlerinin katı çözelti içerisinde maksimum miktara ulaşması sağlanır. Katı

çözeltilinin homojen hale gelebilmesi için uygun yüksek sıcaklıklarda (ötektik sıcaklığın 10-15°C altında) yeterince süre (alaşım türü, kesit kalınlığı ve mikroyapıya göre değişim gösterir) bekletilmesi gerekmektedir. Çökeltme sertleşmesinde çözeltiliye alma işleminin ardından su verme işlemi gerçekleştirilir. Bu aşamada amaç, çözeltiliye alma işleminde oluşan katı çözeltiliyi yüksek hızlarda oda sıcaklığına soğutarak yapısını korumaktır. Malzemenin mekanik özelliklerindeki artış buradaki hızlı soğutma işlemi sonucunda gerçekleşir (Archambault *et al.* 1980; Krauss 1991). Çökeltme sertleşmesinin son adımı yaşlandırma değildir. Alaşımın oda sıcaklığında bekletilmesi sonucu katı çözeltili içerisindeki alaşım elementleri çökeler ve malzemenin sertliğinde artış meydana gelir. Bu duruma doğal yaşlandırma adı verilir. Alaşım oda sıcaklığından daha yüksek sıcaklıklarda bekletilirse suni yaşlandırma gerçekleştirilmiş olur ve doğal yaşlandırma ile elde edilemeyecek kadar yüksek sertlik değerlerine ulaşılır. Suni yaşlandırma işlemine, çökeltmenin düşük hızlarda gerçekleştiği ve alaşımın kararlı duruma gelmesinin daha kısa sürelerde sağlanabileceği durumlarda gereksinim duyulmaktadır. Örneğin 2xxx serisinin doğal yaşlandırma şartlarında ulaştığı kararlı durum, 6xxx ve 7xxx serisi alaşımlarda çok daha uzun yıllar almaktadır (Mazzini and Caretti 1991).

AA7075-T6 Alaşımı

7xxx serisi alüminyum alaşımları, temel alaşım elementi olarak çinko ile birlikte bakır ve magnezyum içerir. Isıl işlemle alüminyum için mümkün olan en yüksek mukavemet değerine ulaşılır. T6 temper işlemi, alaşımın 480°C’de çözeltiliye alınması ve oda sıcaklığına soğutulmasının ardından 120°C’de 24 saat bekletilmesini (suni yaşlandırma) ve böylece alaşımda elde edilebilecek en yüksek mukavemeti tanımlar (Andreata *et al.* 2004; Birbilis and Buchheit 2005).

T6 tavında işlem gören AA7075, en yaygın kullanılan AA7xxx serisi alüminyum alaşımlarıdır. Özellikle uçak yapıları, dişliler, şaftlar, füze parçaları, mobil ekipmanlar ve çeşitli savunma teçhizatları da dâhil olmak üzere yüksek mukavemet gerektiren birçok uygulamada büyük ilgi görmektedir (Bhui and Singh 2017). AA7075 alaşımının genel mekanik özellikleri Tablo 3’te gösterilmektedir (Rooy 1990).

Tablo 3. AA7075 Alaşımlarının Mekanik Özellikleri

<i>Temper</i>	<i>Akma mukavemeti (MPa)</i>	<i>Çekme mukavemeti (MPa)</i>	<i>Uzama (%)</i>	<i>Sertlik (RB)</i>	<i>Yorulma Dayanımı (MPa)</i>
T6	503	572	11	187	159

AA7075 alařımında, T6 ısıt iřlemi ile alüminyum için mümkün olan en yüksek mukavemete ulařılırken, alařım ierisinde bulunan intermetaliklerin varlıęı ve mikroyapısal etkileri farklı korozyon formlarına duyarlılıęını da beraberinde getirir (Lourenco *et al.* 2019).

AA7075 alařımlarının mühendislik uygulamasını sınırlayan bir dięer dezavantaj ise düşük sertliktir, bu da yüksek aşınma oranları ve zayıf tribolojik özelliklere sebep olur. Belirtilen dezavantajlar, yüksek korozyon ve aşınma direncinin temel temel gereksinim olduęu uygulamalarda, AA7075 alařımlarını kullanılamaz hale getirir (Abreu *et al.* 2015).

AA7075 Alařımlarının Korozyon Davranıřı

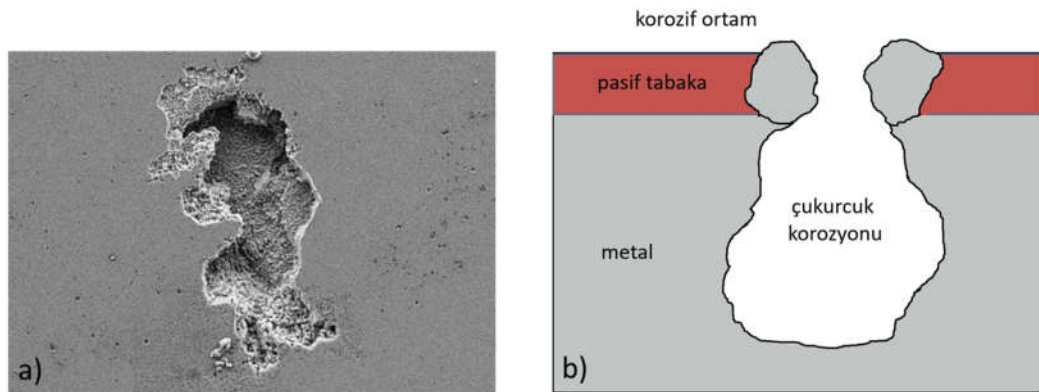
Alüminyum alařımları birkaç farklı yoldan korozyona uğrayabilmektedir. Bu formları tanımak, sorunun çözümünde uygun yolun belirlenmesi için önemli bir adımdır (Burleigh 2003). Bir metal, sulu bir ortama yerleřtirildiğinde, korozyon, baęıřıklık ve pasivasyon bölgesi olmak üzere üç farklı şekilde davranıř gösterebilir. Ortamın asit veya alkali seviyesi, alüminyum alařımlarının korozyon davranıřını önemli ölçüde etkiler (Lucas and Clarke 1993).

Pourbaix diyagramları korozyon mekanizmasını deęerlendirmek için önemli bilgiler sağlamaktadır. Alüminyum alařımları üzerindeki koruyucu oksit filmlerin termodinamik kararlılıęı için gerekli kořullar Pourbaix diyagramı ile ifade edilir. Şekil 1’de gösterilen bu diyagram, alüminyumun termodinamik stabilitesini, potansiyel ve pH’ın bir fonksiyonu olarak göstermektedir (Burleigh 2003). pH (x eksen) asidikten (düşük pH) alkaliye (yüksek pH) doęru deęiřim gösterir. Suyun kararlılık bölgesi “a” ve “b” harfleri ile nitelendirilen kesikli çizgilerle sınırlıdır. “a”, suyun kararlı olmadığı ve hidrojenin H_2 ve OH^- (alkalizasyon) olarak ayrıřtıęı hidrojen çizgisi; “b” ise suyun oksijen (O_2) ve H^+ ya (asitleřtirme) ayrıřtıęı oksijen çizgisidir. Alüminyum, asidik ortamlarda Al^{3+} iyonları, alkali ortamlarda ise AlO_2^- iyonları olarak çözünür (Burleigh 2003). Nötral çözeltilerde (yaklařık 4-8,5 pH aralıęında), hidroksit çözünmez ve bu da alüminyumun yüzeyini pasif hale getirir. Ancak, bu aralıęın sınırları, sıcaklık, alüminyumun yüzeyinde bulunan özel oksit filmin formu ve alüminyum ile çözünebilen kompleksler veya çözünemeyen tuzların oluřturabileceęi maddelerin varlıęı ile bir miktar deęiřebilmektedir (Davis 1999).

matris arasındaki potansiyel fark, AA7075 alaşımlarının korozyonu için temel itici güç oluşturur (Lourenco *et al.* 2019).

Çukurcuk korozyonu

Çukurcuk korozyonu koruyucu filme sahip metallerin çoğunda gözlenebilir, ancak özellikle alüminyum alaşımlarının karakteristiğidir ve Şekil 2’de görüldüğü gibi metalde boşlukların meydana geldiği lokalize bir korozyon şeklidir (Moore *et al.* 2008; Lei *et al.* 2019). Çukurcuk korozyonuna öncelikle korozif ortamla temas halindeki metal yüzeyinin tane yapısındaki değişiklikler neden olmaktadır. Alüminyum alaşımlarında gözlenen çukurcuk korozyonu, intermetalik bileşiklerde başlar (Szkarska-Smialowska 1999). Metal yüzeyinde oluşan çukurcuklar göreceli olarak sığ girintiler veya küçük çaplarda daha derin oyuklar olarak görülebilir. Birçok araştırma agresif bir anyon (Cl^- , Br^- , I^- , ClO_4^- , IO_3^- , NO_3^- , SO_4^{2-}) varlığının, çukurcuk korozyonunun gerçekleşmesi için yeterli bir durum olduğunu göstermektedir (Galvele and Demicheli 1970; Pyun and Lee 1995).



Şekil 2. a) Çukurcuk korozyonu morfolojisi, b) şematik gösterimi

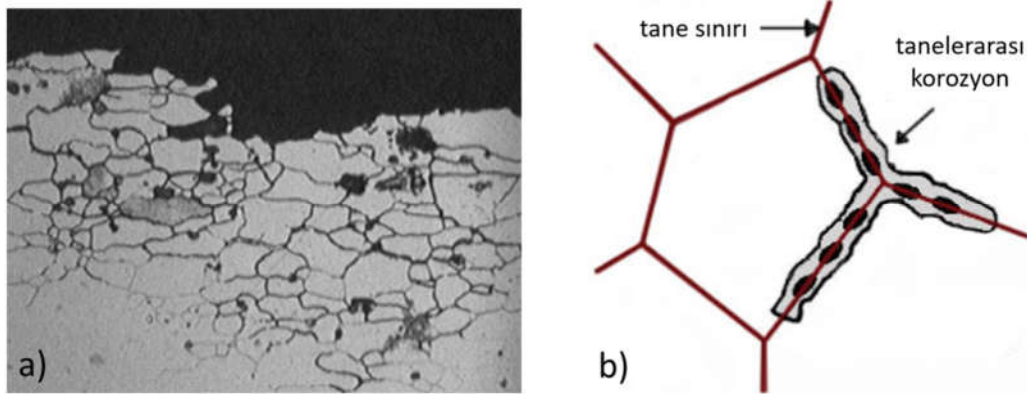
Alüminyumun, Cl^- gibi agresif anyonlara maruz kaldığında hızlı bir şekilde anodik çözünmesinin sebebi, klor iyonlarının, alüminyum ve alaşımlarında oluşan pasif oksit filmlerinin yapısını etkileme kabiliyetidir. Korozyon genellikle pasif filmin lokal parçalanmasıyla başlar (oksitteki zayıf bir noktadan), daha sonra çukurcuk içerisindeki reaksiyonlar pH'ı düşürür ve klorür konsantrasyonu artarak reaksiyon devam eder (Sinyavskii *et al.* 2004). Koruyucu filmler ile kaplanmış alüminyumun katodik reaksiyon için mevcut yüzey alanı, koruyucu filmdeki kusurlarda başlatılan anodik reaksiyon için mevcut olana kıyasla oldukça büyüktür. Sonuç olarak, katodik yüzeyin birim alanındaki akım daha düşüktür ve metal yüzeyin geniş alanları agresif çözelti içindeki katodik reaksiyon hızlandırıcılarına (örneğin oksitleyici ajan) maruz kalır, böylece anodik reaksiyon artar. Çoğu durumda, oksijen, koruyucu oksit filmleri oluşturmak için alüminyum iyonlarıyla birleşir. Bununla birlikte, eğer mevcut oksijen yetersizse veya oluşan korozyon ürünü koruyucu değilse çukurcuk büyür. Büyük

katodik ve küçük anodik alanların kombinasyonu, oksijen tükenmesi, klorid birikimi ve çukurcuktaki çözeltinin asitliği, yoğun ve lokalize olmuş bir korozyon şekli oluşturur (George 2010).

AA7075 alaşımlarının çukurcuk korozyonu mekanizmasını araştıran çok sayıda çalışma bulunmaktadır. Çukurcuk, taneler arası veya kaplama altı korozyonu gibi lokal korozyona yatkınlık, intermetaliklerin ve güçlendirici partiküllerin türü, konsantrasyonu ve dağılımı ile ilgilidir. Çalışmalar incelendiğinde, agresif klorür iyonlarının varlığı ve AA7075 alaşımlarının içeriğinde bulunan intermetaliklerin (özellikle T6 şartlarında oluşan Al_7Cu_2Fe , $(Al,Cu)_6(Fe,Cu)$ fazlar) bu tür korozyonu tetiklediği görülmüştür (Kobotiatis et al. 1995; Kumar et al. 2015 b; Dzakyprasetyo and Anawati 2019; Lourenco et al. 2019).

Tanelerarası korozyon

Tanelerarası korozyon, Şekil 3'te gösterildiği gibi metalik bir malzemede tane sınırları boyunca meydana gelen lokalize bir korozyon türüdür (Hoffmann *et al.* 2004). Alüminyum alaşımları ısıtılma işlemi sırasında, alaşım elementlerini çözen bir sıcaklığa ısıtılır ve metal soğudukça alaşım elementleri diğer bileşikler oluşturmak üzere bir araya gelir (soğutma hızına bağlı olarak genellikle tane sınırlarında meydana gelirler). Tane sınırlarında oluşan bileşiklerin elektrokimyasal davranışı matristen farklıdır (anodik veya katodik davranış sergiler). Elektrolit varlığında korozyon döngüsü tamamlanır ve anodik alan korozyona uğrar. Alüminyum alaşımlarında tanelerarası korozyon, genellikle ikinci faz intermetalik çökeltilerin yoğunlaştığı tane sınırları boyunca lokal hücrelerin oluşmasından kaynaklanır. Taneler mevcut bütünlüklerini korurken, tanelerarası bölgeler korozyona uğramaktadır (Sinyavskii et al. 2004).



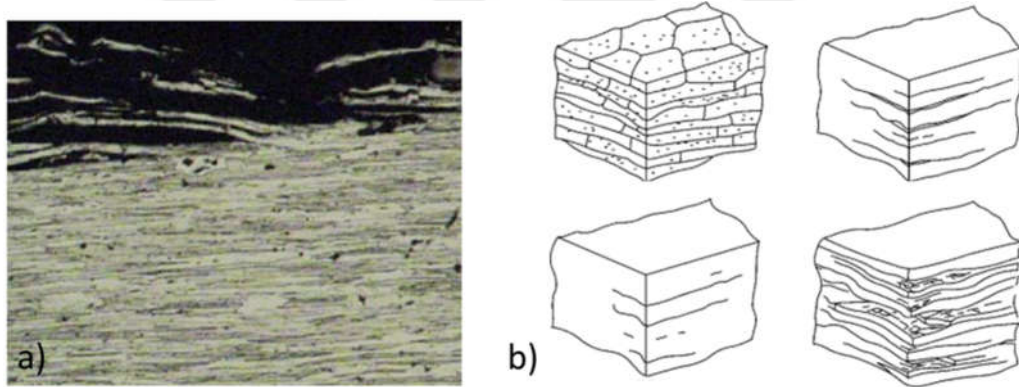
Şekil 3. a) Tanelerarası korozyon morfolojisi, b) şematik gösterimi

AA7075-T6 gibi mukavemet artırma amaçlı çökeltilme işlemi uygulanan alaşımlar tanelerarası korozyona karşı oldukça hassastır ve bu korozyon türü genellikle tane sınırlarında bulunan ikinci faz intermetaliklerin matrise anodik veya katodik olduğu durumlarda meydana gelir. Bazı koşullar altında, tane sınırı bölgeleri daha reaktif olabilir, bu da alaşımın mukavemet

kaybına ve hatta tane sınırlarında parçalanmaya neden olan tanelerarası korozyonuna neden olur (El-Amoush 2011; Zavaleta-Gutierrez et al. 2018). Özellikle ısıtılma sırasında tane sınırları boyunca çökelen nano boyutlu temel güçlendirici intermetalikler ($MgZn_2$) elektrokimyasal olarak matristen daha aktiftirler ve bu nedenle AA7075-T6 alaşımının taneler arası korozyonunda önemli rol oynamaktadırlar (Abreu et al. 2015) .

Kaplama altı korozyonu

Kaplama altı (tabakalaşma) korozyonu yüksek mukavemetli alüminyum alaşımlarında görülen tanelerarası korozyonun başka bir formudur. Genel olarak yönlenmeli mikroyapı, tercihli anodik yol ve spesifik bir korozyon ortamının kombinasyonunda meydana gelir (Bellinger *et al.* 2002; Liu *et al.* 2004). Kaplama altı korozyonu, haddeleme yönünde yüzeye paralel katmanlar halinde ilerler ve katmanlar korozyon ürünlerinin sebep olduğu basınç nedeniyle ayrılır. Şekil 4'te gösterildiği gibi, yüzeyin hemen altındaki tane sınırlarında artan korozyon ürünlerinin basıncı nedeniyle metal yüzeyindeki tanelerin “kaldırılması” ile kendini gösterir ve katmanlı veya yaprak benzeri bir görünüme (exfoliation) yol açar (Lucas and Clarke 1993; Kannan *et al.* 2011; Sankaran and Mishra 2017).



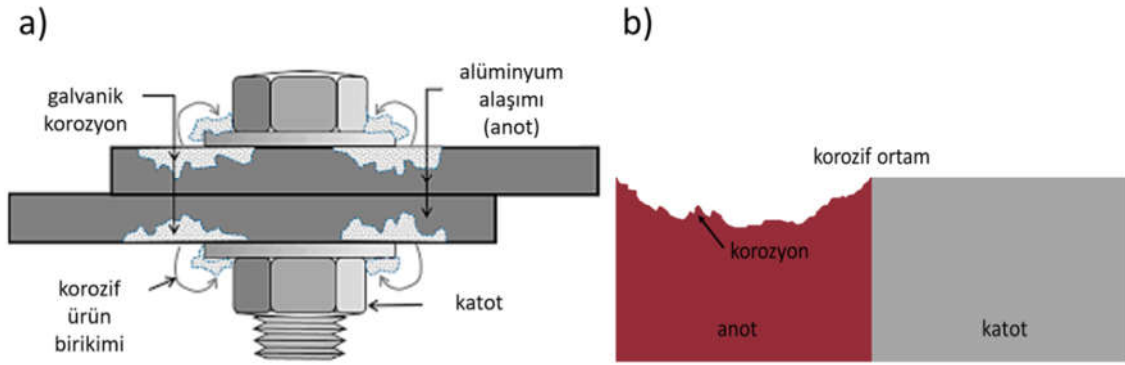
Şekil 4. a) Kaplama altı korozyon morfolojisi, b) oluşum aşamaları

Havacılık sektöründe kullanılan AA7075 serisi alaşımlarda kaplama altı korozyonu ile sıklıkla karşılaşmaktadır. Yapılan çalışmalar tane sınırlarında bulunan nanometre boyutlarındaki çökeltilerin ($MgZn_2$) bu alaşımların tanelerarası ve kaplama altı korozyonunu belirlemede önemli rol üstlendiğini doğrulamaktadır (Marlaud *et al.* 2011; Niu *et al.* 2019).

Galvanik korozyon

Galvanik korozyon, Şekil 5'te görüldüğü gibi, ortak bir elektrolit varlığında elektriksel olarak birbirine bağlanan iki farklı metal, alaşım veya kaplama arasında gerçekleşir (Mrema *et al.* 2019). Aynı elektrolit ortamında bulunan her bir metal diğerinden farklı potansiyele sahiptir, bu durum elektrokimyasal bir korozyon hücresi oluşturur. Galvanik etki ayrıca metal

bileşimindeki farklılıklar nedeniyle ve aynı metal için tane sınırları bölgesindeki değişken bileşim sonucunda da ortaya çıkabilir. Alüminyum alaşımlarının yüzeyindeki dağılım farklılıkları, potansiyeldeki farkın sebep olduğu galvanik bir korozyon hücresi oluşturur (Roberge 2000). Alaşım yüzeyindeki bu potansiyel farkın büyüklüğü anot/katot bölgelerini ve korozyonun meydana gelme hızını belirler. Galvanik korozyonun meydana gelmesi için elektrokimyasal olarak birbirinden farklı iki metal (veya metal bileşiminde farklılık) ve bunlar arasında elektriksel olarak iletken bir yolun bulunması gerekir. Daha negatif (aktif) potansiyele sahip olan metal veya alaşım, hızlı bir şekilde korozyona maruz kalma eğilimindedir. Diğer bir ifade ile aktif metal anodik çözülme ile tüketilirken, daha pozitif (asil) potansiyele sahip olan metal veya alaşım neredeyse hiç etkilenmez. Metal ve alaşımların yüzeyine çeşitli kaplamalar uygulanarak veya katodik reaktif ortamdan uzaklaştırılarak galvanik korozyonun önüne geçilebilmektedir (Roberge 2000).



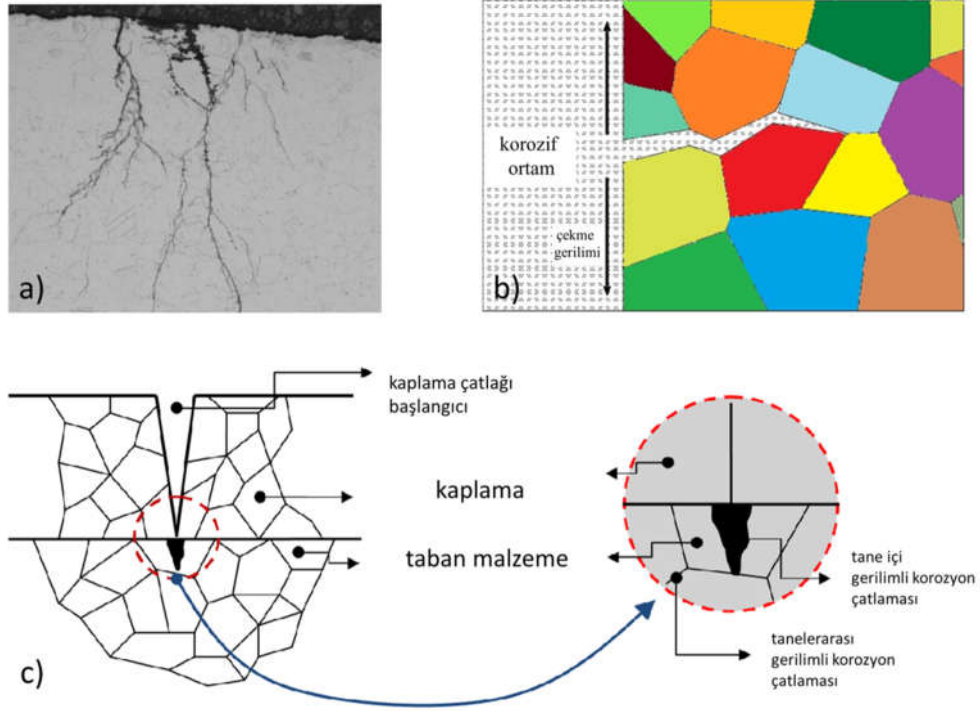
Şekil 5. Galvanik korozyon oluşum örnekleri

Cu içeren AA7xxx alaşımları incelendiğinde, döküm ve ingot homojenizasyonu sırasında oluşan intermetaliklerin (Al_3CuFe_4 ve Al_2CuMg) matris ile galvanik çift oluşumuna neden olduğu görülmüştür. Ayrıca, bu alaşımların korozyona duyarlılığı, sertleşen çökeltilerin türü, büyüklüğü ve hacim fraksiyonunun yanı sıra dağılımı düzenleyen çökeltilme ısı işlemlerinden güçlü bir oranda etkilenmektedir (Abreu et al. 2015). İntermetalikler ve matris arasındaki potansiyel fark, düşük potansiyelli fazın seçici olarak korozyona uğradığı galvanik korozyonu arttırmaktadır (Dzakyprasetyo and Anawati 2019).

Gerilimli korozyon çatlaması

Gerilimli korozyon çatlaması, Şekil 6'da görüldüğü gibi, bir malzemede çekme gerilmesi ve korozif ortamın eşzamanlı etkisi ile kırılğan çatlakların oluşmasıdır (R' imoli 2009; Mohtadi-Bonab 2019). Bahsi geçen gerilme uygulanabilir (dış yük) veya üretim işlemi ya da ısı işlem nedeniyle metalde bulunan artık gerilme olabilir. Çeşitli araştırmalar gerilimli korozyon çatlamasının, alaşım bileşimi, mikroyapısı, gördüğü ısı işlemler ve gerilim

yoğunluğundan güçlü bir oranda etkilendiğini göstermektedir (Popovic and Romhanji 2002; Davo *et al.* 2006; Liu and Frankel 2006). Ağırlıkça %3'ten fazla Mg veya %1-2'den fazla Zn içeren alüminyum alaşımları, katı çözeltinin aşırı doygunluğu ve magnezyum atomlarının tane sınırlarında çökelme eğilimi nedeniyle gerilimli korozyon çatlamasına karşı oldukça hassastır (Davo *et al.* 2006; Silva *et al.* 2013).



Şekil 6. a) Gerilimli korozyon çatlağı morfolojisi, b-c) şematik gösterimleri

Ticari saf alüminyum ve düşük mukavemetli alaşımlar, gerilimli korozyon çatlamasına karşı çok daha fazla dayanıklıdır. Ancak bakır içeren AA2xxx, AA7xxx ve AA8xxx serisi gibi kayda değer miktarda çözünür alaşım elementleri içeren alüminyum alaşımlarının gerilimli korozyon çatlamasına karşı zayıf direnç gösterdiği bildirmiştir (Liu and Frankel 2006). Al-Cu alaşımları (AA2xxx serisi) için gerilimli korozyon çatlaması anodik çözünme mekanizması yoluyla gerçekleşirken, yüksek mukavemetli Al-Zn-Mg(-Cu) alaşımlarında hidrojen gevrekliği ile meydana gelir.

Alüminyum alaşımlarının hidrojen ile gevrekleşmesi, hidrojenin ortamdan (korozyon yoluyla) alaşımın içine girmesi ile gerçekleşir. Bu durum sünekliği ve yük taşıma kapasitesini ciddi şekilde azaltarak alüminyum alaşımlarının akma gerilmesinin altındaki gerilmelerde kırılmasına neden olabilmektedir. Gerilimli korozyon çatlamasında meydana gelen katodik reaksiyonda hidrojen indirgenir ve alaşıma difüze olarak zenginleşir, böylece çatlağın başlaması ve çoğalmasına neden olur. Uygulamada, gerilimli korozyon çatlaması ile temel olarak ısıtıl işlem görmüş, yüksek mukavemetli alaşımlarda karşılaşılmaktadır. Özellikle havacılık endüstrisinde yaygın kullanılan yüksek mukavemetli 7xxx serisi alaşımlarda gözlenen

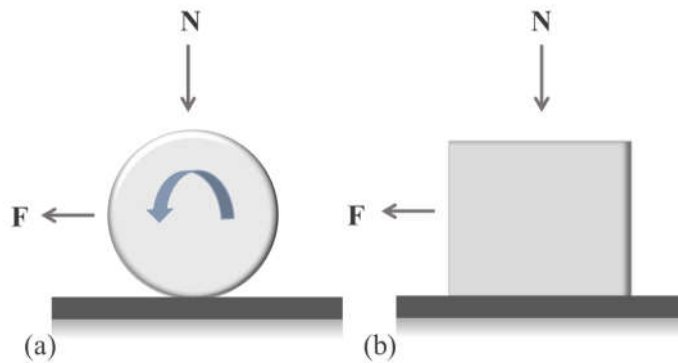
gerilimli korozyon çatlaması ciddi bir sorun teşkil etmektedir. Bu korozyon türüne karşı en duyarlı alaşım AA7075 alaşımlarıdır (Song *et al.* 2004). Tanelerarası korozyon, alüminyum alaşımlarının gerilimli korozyon çatlamasında ve çukurcuk korozyonunda önemli bir rol oynar (Davo *et al.* 2006). Alüminyum alaşımları için koruyucu kaplamaların uygulanması, gerilimli korozyon çatlaması duyarlılığından kaçınmak için yararlı ve önemli bir yöntemdir (Craig 1991).

Sürtünme ve Aşınma Teorisi

Sürtünme

Tüm mekanik sistemler katı bileşenlerin göreceli hareketini içerir. İki yüzey birbiri üzerinde kaydığında veya yuvarlandığında sürtünme ve aşınma meydana gelir. Malzemelerin genellikle tribolojik olarak adlandırılan bu tür etkileşime cevabı, sadece doğasına değil, aynı zamanda aralarındaki temas koşullarına da bağlıdır. Sürtünme ve aşınma kavramları, malzeme özelliğinden ziyade bir sistem yanıtıdır.

Sürtünme, genel olarak bir cismin diğeri üzerinde hareket ederken karşılaştığı direnç olarak tanımlanabilir. Bu geniş tanım, kayma ve yuvarlanma olmak üzere iki önemli bağlı hareket sınıfını kapsar. Kayma ve yuvarlanma sürtünmesi birbirinden farklı olsa da ‘saf’ yuvarlanma hareketi lokal olarak kayma hareketini içermektedir. Hem yuvarlanma hem de kayma hareketinde, Şekil 7’de gösterildiği gibi, üst gövdeyi sabit karşı yüzey üzerinde hareket ettirmek için teğetsel bir “F” kuvveti gereklidir.



Şekil 7. a) yuvarlanma b) kayma hareketi

Sürtünme kuvveti (F) ve normal yük (N) arasındaki oran, sürtünme katsayısı olarak bilinir ve genellikle “ μ ” sembolü ile gösterilir:

$$\mu = \frac{F}{N} \quad (4)$$

Sürtünme kuvvetinin büyüklüğü, düşük yüklü bir rulman için yaklaşık 0,001, vakum ortamında hareket eden iki metal yüzey için 10’den daha büyük olan ve geniş bir aralıkta

değişebilen sürtünme katsayısı değeri ile tanımlanır. Bununla birlikte, bir yağlayıcı olmadan havada kayma hareketi yapan malzemeler için μ değeri, 0.1-1 arasında değişim gösterebilmektedir (Hutchings and Shipway 1992).

Literatürde kabul gören ve Amontons-Vinci-Cloumb tarafından açıklanan gözleme dayalı sürtünme kanunları, maddeler halinde aşağıda ifade edilmiştir:

- 1- Sürtünme kuvveti normal yük (sürtünen yüzeylere dik olan tepki kuvveti) ile doğru orantılıdır.
- 2- Sürtünme kuvveti temas alanından bağımsızdır.
- 3- Statik sürtünme katsayısı, kinetik sürtünme katsayısından yüksektir.
- 4- Kinetik sürtünme, kayma hızından bağımsızdır.
- 5- Sürtünme kuvveti daima harekete zıt yöndedir ve sürtünen yüzeylerin cinsine ve durumuna bağlıdır.

Çoğu metal ve diğer birçok malzeme için geçerli olan ve $F=\mu N$ olarak ifade edilen birinci kanun, düşük elastik modülüne sahip polimerler için geçerlilik arz etmez. İkinci sürtünme yasası, birincisi kadar geniş bir ölçekte araştırılmamış olmasına rağmen çoğu malzeme için geçerli kabul edilmektedir. Üçüncü yasa, kaymayı başlatmak için gereken sürtünme kuvvetinin, sürdürmek için gerekli olandan daha büyük olduğu ve dolayısıyla statik sürtünme katsayısının (μ_s) dinamik (veya kinetik) sürtünme katsayısından (μ_k) daha yüksek bir değer olduğunu ifade etmektedir. Ancak dinamik sürtünme katsayısında, yüksek kayma hızlarında artan hızla birlikte düşüş görülmesine rağmen, kinetik sürtünme katsayısının dördüncü yasada belirtildiği gibi birçok sistem için kayma hızından bağımsız olduğu sonucuna varılmıştır (Al-Bender 2005).

Birbiriyle temas halinde olan iki yüzey mikroskobik olarak hiçbir zaman tamamen düz değildir. Yüksek büyütmelerde en iyi parlatılmış yüzeylerin bile pürüzlere sahip olduğu görülebilir ve iki yüzey temas haline geçtiğinde pürüzlerin uç noktalarında yakın temas meydana gelir. Bu noktalarda lokal ölçekte plastik deformasyon gerçekleşir. Pürüzler arasında meydana gelen soğuk kaynak güçlü bağlantı noktaları oluşturur. Kayma hareketi başladığında bu bağlantı noktaları sürtünme kuvveti tarafından kırılır ve bu durum sürtünmenin adeziv bileşenini oluşturur. Bazı pürüzler yüzey boyunca çizilmeye neden olabilir ve plastik deformasyon oluşur. Ayrıca kayan yüzeyler arasında sıkışan aşınma partikülleri sürtünmenin artmasına katkıda bulunur. Pürüz ve bağlantı noktalarındaki deformasyon oldukça lokalizedir bu nedenle çok kısa sürelerde yüksek sıcaklıklar üretilebilmektedir. Lokal sıcaklık artışının meydana geldiği bu noktalarda hızlı oksidasyon, kalıcı akma veya atom yayınması (interdifüzyon) meydana gelebilir ve bunların tamamı aşınma sürecini etkiler. Sürtünme

kuvvetinin oluşumundaki mekanizmalara bakıldığında, sürtünmenin bir malzeme özelliği olmadığı, ölçüm koşullarına, yüzey pürüzlülüğüne, oksitlerin veya yüzey filmlerin varlığına bağlı olduğu açıkça anlaşılmaktadır (Davis 2001).

Yüksek vakum koşullarında yüzeyleri temizlenmiş metalik malzemelerin sürtünme davranışı incelendiğinde, temas eden metaller arasında güçlü bir adezyon meydana geldiği görülür. Arayüzey boyunca metalik bağlar oluşur ve yüzeyler birbiri üzerinde kaydığında, metal bir gövdeden diğerine aktarılır. Uzay mühendisliği veya ultra yüksek vakum koşullarında çalışmak üzere üretilen kayar bileşenlerin tasarımında katı yağlayıcı ve ince film gibi koruma sağlayacak önlemler alınmaktadır. Hava ortamında (kuru şartlarda) temas halinde olan metaller için ise sürtünme katsayısı değeri çok daha düşüktür. Soy metaller dışındaki diğer tüm metaller hava ortamında belli bir dereceye kadar oksitlenmektedir. Bu oksit filmler kayma davranışının belirlenmesinde kritik bir rol oynar. Bu durumun nedeni oksit-metal yüzeyler arasındaki sürtünmenin çıplak metallere nispeten oldukça düşük olmasıdır. Sistemdeki oksijen basıncında meydana gelen küçük bir artış bile kayma hareketinin kolaylaşmasına izin verir. Hava ile temas sonucu metallerin yüzeyinde oluşan oksit filmin sürtünme katsayısını düşürmesinin nedeni, oksitin düşük kayma mukavemeti sergilemesi ve düşük sünekliliğe sahip olmasından dolayı bağlantı noktalarını sınırlandırmasıdır. Yüzeyler oksit film ile ayrıldığında sürtünme, esas olarak oksitler arasında ölçülmektedir. Ancak yüksek yüklerde yüzey filmleri deforme olabilir ve kırılabilir, böylece metalik temas meydana gelir ve sürtünme artar. Alüminyum ve alaşımlarının yüzeyinde oluşan oksit film sürtünme katsayısını düşürürken, filmin parçalanması sonucu bu değer artabilmektedir.

Seramik malzemeler, yüksek mukavemet ve sertlik özelliklerinden dolayı triboloji alanında özellikle yüzey mühendisliği uygulamalarında en fazla ilgi gören malzeme grubudur. Tribolojik uygulamalarda mühendislik seramikleri ile metaller arasındaki mekanik davranış açısından en önemli farklılık bağ yapılarından dolayı atomlar arası kuvvetin farklı olmasından kaynaklanmaktadır. Hem iyonik hem de kovalent bağ yapısındaki seramik malzemeler oda sıcaklığında sınırlı plastik akış ve buna bağlı olarak metallerden daha düşük süneklilik gösterir. Metallerde pürüz teması sonucu oluşan yüksek plastik gerilmeler, yüksek sıcaklık koşulları dışında seramiklerde meydana gelmez ve temas halindeki seramik malzemeler arasında adeziv kuvvetler olmasına rağmen sürtünme katsayısı yüksek değerlere ulaşmaz.

Polimerlerin sürtünmesi ise, metallerde olduğu deformasyon ve adezyon terimleri ile açıklanabilir. Yüzeyler arasındaki adezyon ortadan kaldırılarak sürtünmenin deformasyon bileşeni izole edilebilir. Bu durum arayüzeyde adezyonu azaltmak için bir yağlayıcı ile

kayganlaştırılmış yüzeylerin birbiri üzerinde hareket etmesi ile sağlanmaktadır (Hutchings and Shipway 1992).

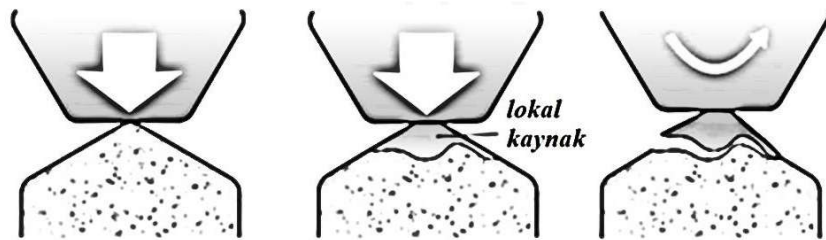
Aşınma

Aşınma, basit bir ifade ile temas halinde ve birbirine göreceli olarak hareket eden yüzeylerden kademeli biçimde malzeme uzaklaştırılması olarak tanımlanmaktadır (Bhushan 2001; Davis 2001). Malzemelerin aşınması, uygulanan basınç, kayma hızı, malzeme özellikleri, ortam ve etkileşim türü gibi çalışma faktörleri tarafından kontrol edilir. Aşınma, genel anlamda malzeme kaybı olarak nitelendirilir. Ancak ağırlık veya hacimde net bir değişiklik olmaksızın belirli bir cisimde meydana gelen malzeme yer değiştirmesine bağlı hasarın da aşınmaya neden olduğuna dikkat edilmelidir. Aşınma, endüstri alanında en yaygın karşılaşılan sorunlardan biridir ve bileşenlerin belirli aralıklarla değiştirilmesine sebebiyet vermektedir (Bhushan 2013).

Günümüze kadar aşınmanın farklı türlerde sınıflandırılması yapılmıştır. Blau, aşınma süreçlerini, kayma, darbe ve yuvarlanma olmak üzere hareket türüne göre sınıflandırırken, Budinski ise, abrazyon, erozyon, adezyon ve yüzey yorulması olmak üzere aşınma süreçlerini dört kategoride incelemiştir (Davis 2001). Aşınma sınıflandırmasına yönelik üçüncü bir yaklaşım, geniş ölçüde kabul gören ve temas halindeki malzemelerin doğasını ve deney koşullarını vurgulayan yaklaşımdır. Burwell ve Strang tarafından önerilen sınıflandırmada aşınma türleri, adeziv aşınma, abrazif aşınma, yorulma aşınması ve korozyon aşınma olmak üzere dört temel gruba ayrılır (Burwell and Strang 2004)

Adezif aşınma

Adezif aşınma, temas halindeki katı yüzeyler arasında malzeme kaybına veya transferine yol açan lokalize bağdan kaynaklanmaktadır ve aşınma mekanizmalarının temelidir. Şekilde 8'de görüldüğü gibi adeziv aşınmada, etkileşen yüzeylerin pürüzleri arasında soğuk kaynak sonucu bağ oluşur (Burwell 1957; Tsujimoto *et al.* 2018).



Şekil 8. Adeziv aşınma modeli

Temas halindeki yüzeyler arasında meydana gelen nispi kayma hareketi, bağlantı noktalarının kopmasına ve malzemenin bir yüzeyden diğerine aktarılmasına neden olur.

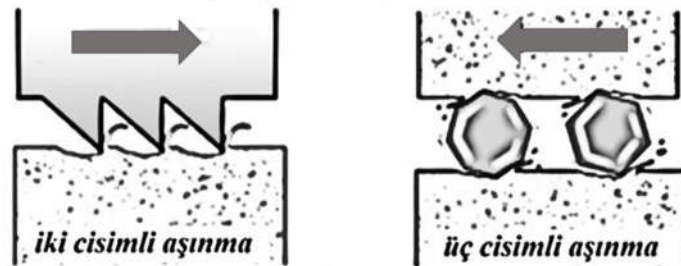
Aktarılan malzeme daha sonraki bir aşamada serbest bir aşınma parçacığı oluşturabilir (Gahr 1987) Archard, elastik ve plastik deformasyonlarına göre çoklu pürüz bağlantılarının mekaniğini analiz ederek temas alanı ile aşınma oranını ilişkilendiren nicel bir ifade önermiştir (Archard 1953).

$$V = K \frac{Lx}{H} \quad (5)$$

Eşitlikte V: aşınan malzemenin hacmi, x: toplam kayma mesafesi, L: uygulanan normal yük, H: aşınan malzemenin sertliği ve K: aşınma sabitidir (1'den küçük). Archard modeli, yüzeylerin pürüzlere sahip olduğu varsayımına dayanır ve kayma hareketi sırasında pürüzlerden parçacık kopması ve bu sayede yüzeyden malzeme kaldırılması esasına dayanır. Malzemenin kaldırılma oranı aşınma sabiti K'ya bağlıdır. Bu modelin temel dezavantajı, bir malzemenin aşınma oranının, aşınma parametrelerindeki farklılıklara (yük, hız, çevre vb.) bağlı olarak değişebilmesidir. Ayrıca, birbiri üzerinde hareket eden yüzeylerde meydana gelen tribokimyasal ve tribomekanik değişikliklerin, adezyon, deformasyon ve sürtünme özelliklerinde önemli değişikliklere neden olabileceği bilinmektedir. Bu nedenle aşınma oranı, mekanik hareket esnasında sürekli olarak değişebilir. Ayrıca, sürtünme yüzeylerinin sertliğindeki değişimin Archard denklemindeki aşınma oranını değiştirdiği de belirtilmiştir (Erdemir 1986).

Abrazif aşınma

Abrazif aşınma, sert bir partikül veya malzemenin, temas halinde olduğu daha yumuşak bir yüzey ile yaptığı nispi hareket sonucu, yumuşak olan malzemenin yüzeyine hasar vermesidir. Pürüzün yüzey üzerindeki kayma şekli, abrazif aşınmanın doğasını ve yoğunluğunu belirler.



Şekil 9. Abrazif aşınma modelleri

Şekil 9'da görüldüğü gibi abrazif aşınmanın iki ve üç cisimli olmak üzere iki temel modu vardır (Tsujiimoto *et al.* 2018). İki cisimli abrazif aşınmada, sert yüzeyin pürüzleri mikro-kesme benzeri bir işlemle yumuşak yüzeyden malzeme kaldırılır. Üç cisimli abrazif aşınma ise,

yüzeylerin aşınmasına neden olan kayan yüzeyler arasında sıkışmış sert partiküllerin etkisini içerir. Partiküller ve temas yüzeyi arasındaki sertlik farkı, yüzey hasarının boyutu ile doğru orantılıdır (Gahr 1987; Hutchings and Shipway 1992).

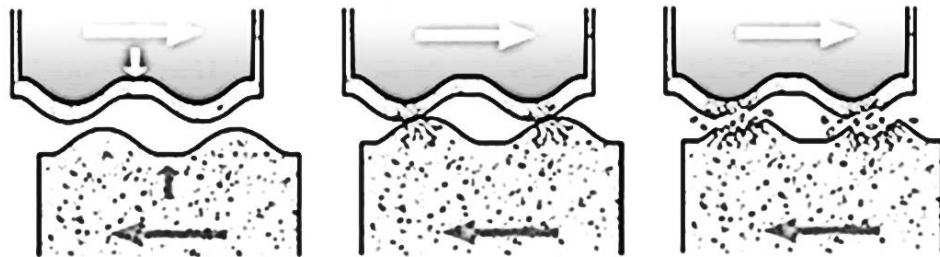
Aralarında önemli ölçüde farklılıklar olmasına rağmen, Rabinowicz tarafından önerilen abrazif aşınma denklemi, Archard ve Holm tarafından türetilen adeziv aşınma denkleminin bir varyasyonunu sunar:

$$V = \tan\theta \frac{Lx}{H} \quad (6)$$

Eşitlikte V : aşınma hacmi, L : uygulanan yük, H : aşınan malzemenin sertliği ve $\tan\theta$: abrazif aşınma katsayısıdır, burada θ abrazif pürüzün eğimidir. Önerilen denklem, sertliğin abrazif aşınma hacmi üzerindeki etkisini ve dolayısıyla yüzey sürtünmesine bağlı mikroyapı değişikliklerinin önemini açıkça göstermektedir (Rabinowicz 2013).

Yorulma aşınması

Yorulma aşınması, temas eden yüzeylerde döngüsel yüklemekten kaynaklanan mikro-çatlakların neden olduğu bir aşınma türü olarak tanımlanır. Şekil 10'da görüldüğü gibi değişken mekanik gerilimler, malzeme yorgunluk sınırını aştığında, yüzeyde veya yüzey altında çatlaklarının oluşmasına ve yayılmasına yol açar (Tsujimoto *et al.* 2018).

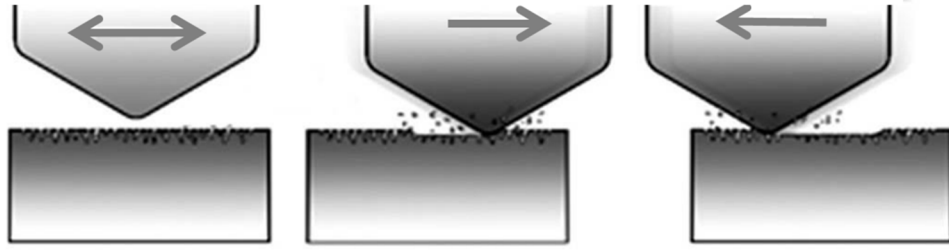


Şekil 10. Yorulma aşınması modeli

Maksimum kayma gerilmesinin oluşum yeri (çatlak başlangıcının ilk karşılaştığı bölge), iki yüzey arasındaki temasın türüne bağlıdır. Saf kayma için yüzeyde en yüksek kesme gerilimi meydana gelirken, yuvarlanma hareketi için maksimum kesme gerilimi yüzeyin altında ortaya çıkar. Gerilim dağılımları, temas arayüzündeki kayma/yuvarlanma koşullarının tipine bağlı olarak farklı yüzey ve yüzey altı konumlarında deformasyon olabileceğini göstermektedir. Kalıcı kayma bantları ve tane arayüzleri gibi gerilim yoğunlaştırıcıları olarak işlev gören yüzey altı özelliklerinin oluşumu, yorulma aşınması oranını arttırabilmektedir (Rabinowicz 1976).

Korozif aşınma

Korozif aşınma, yüzey ve ortam arasındaki kimyasal veya elektrokimyasal reaksiyonların malzeme yüzeyini önemli ölçüde zayıflattığı ve yüzeylerin sürtünmesi sonucu malzeme kaldırılmasına neden olan aşınma türü olarak tanımlanmaktadır (Erdemir 1986). Şekil 11’de görülen oksidasyonel aşınma, korozif aşınmanın en yaygın türlerinden biridir ve oksijen açısından zengin ortamlarda gerçekleşir (Tsujimoto *et al.* 2018).

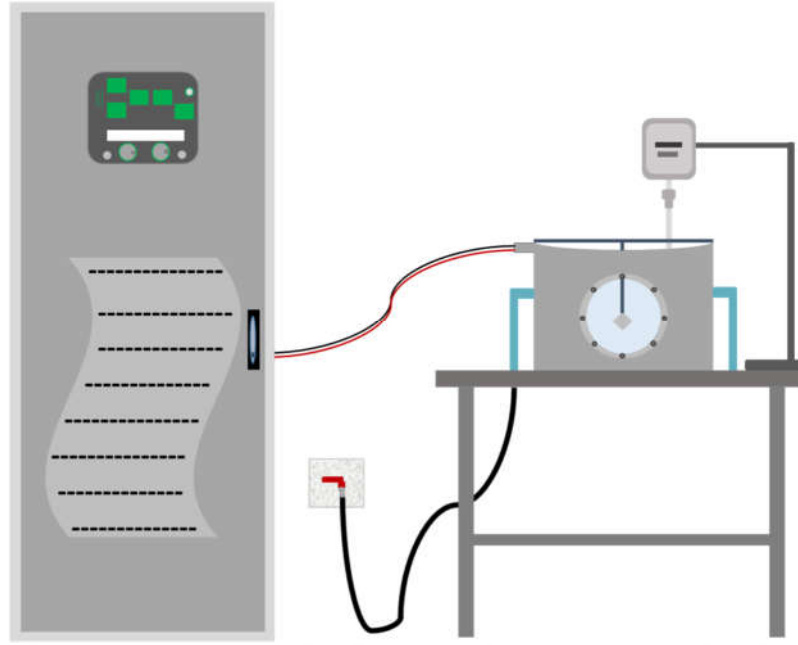


Şekil 11. Korozif aşınma modeli

Birçok durumda, oksidatif aşınma "hafif aşınma" olarak kabul edilir, bunun nedeni oksit filmin katı bir yağlayıcı görevi üstlenmesi ve yüzey altındaki metali adeziv aşınma gibi daha ciddi bir aşınma mekanizmasından korumasıdır. Oksidasyonel aşınma, yüzey oksidasyon oranı, kayan yüzeylerin geometrisi ve oksidatif yüzeyin kaldırılma oranı gibi bazı mekanizmalara bağlıdır. Oksidasyon oranı ise, mikroyapı dâhil olmak üzere birçok faktöre bağlı olarak değişim göstermektedir. Örneğin, tane sınırları ve kayma bantları fazla olan malzemelerde difüzyon ve buna bağlı olarak oksidasyon hızı artar. Ayrıca, yüzeylerin sürtünme ve aşınması sırasında oksit filmin sertliğinde meydana gelebilecek bir değişiklik, oksidin uzaklaştırılma oranını değiştirebilmektedir (Rabinowicz 1976).

Plazma Elektrolitik Oksidasyon (PEO)

Al alaşımlarının reaktif ve düşük sertlikte olması nedeniyle, hem aşınma hem de korozyon direncinin iyileştirilebilmesi için yüzey modifikasyonuna ihtiyaç duyulmaktadır (Walsh *et al.* 2009). Hafif metaller üzerinde fonksiyonel oksit tabakaları oluşturmak için nispeten yeni bir teknik olan Plazma Elektrolitik Oksidasyon (PEO) yöntemi, yüksek voltaj aralığında gerçekleştirilen ve geleneksel anodizasyon ile benzer konfigürasyonda çalışan plazma destekli bir elektrokimyasal yüzey işlemidir. Uygulanan yüksek gerilim, metal yüzeyinde çok sayıda spark ve beraberinde plazma mikro-deşarj oluşumuna neden olur. Sparkların lokal termal etkisi nedeniyle numune yüzeyinde, metal ve elektrolitin kompleks oksit içeriğinden oluşan seramik kaplamalar meydana gelir (Mecuson *et al.* 2005). PEO yöntemi ile büyütülen kaplamalarda, mükemmel adezyon, yüksek dayanım, gelişmiş korozyon ve aşınma direnci elde edilir (Student *et al.* 2012).



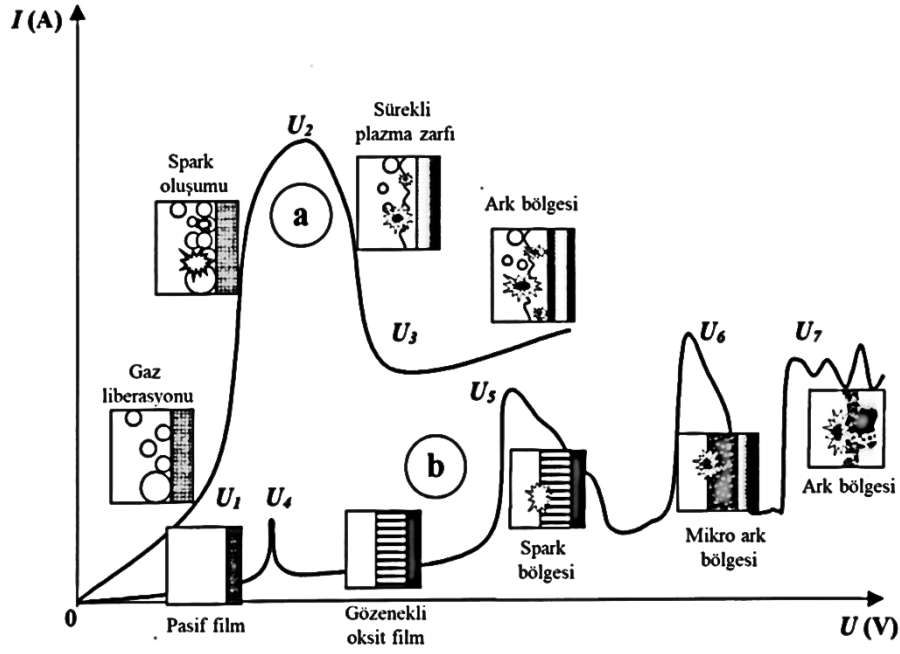
Şekil 12. PEO işleminde kullanılan ekipmanın şematik gösterimi

Şematik olarak Şekil 12’de gösterilen PEO ünitesi, 300-1000 V çıkış gücü sağlayabilen güç kaynağı ve elektrolizörden oluşur. Elektrolizör, genellikle dielektrik taban üzerine yerleştirilmiş akım kaynağı ve kaplama işlemini gözlemlemek için bir pencereye sahip olan topraklanmış çelik çerçeveye sabitlenen su soğutma banyosudur. Ayrıca, elektrolit karıştırıcı, geri dönüşüm ve gaz boşaltma düzenlemeleri ve bazı güvenlik kilitleri de elektrolizöre dâhil edilebilmektedir. Parlatma ve temizleme ön işlemlerinden sonra, numune, güç kaynağı ünitesinin anoduna bağlanır ve elektrolit içeren banyoya daldırılır. Güç kaynağı ünitesinin katodu, paslanmaz çelik karşı elektroda bağlanır. Elektrolit soğutma, karıştırma ve gaz boşaltma sistemleri etkinleştirdikten sonra, kaplama için elektriksel parametreler seçilerek güç kaynağı tarafından numuneye çalışma gerilimi uygulanır (Yerokhin *et al.* 1999).

PEO işlemi sırasında metal-elektrolit arayüzünde meydana gelen çeşitli plazma olayları, mikro-deşarjlar, elektrot yüzeyindeki sıcaklık ve difüzyon, termokimyasal reaksiyonları etkileyerek seramik tabakanın büyümesinde önemli bir rol oynar. Bu nedenle,deşarj özelliklerinin anlaşılması, PEO sürecinin mekanizmalarını ortaya çıkarmada oldukça önemlidir.

Akım-voltaj karakteristiği

PEO sürecindeki elektriksel plazma prosesi ve akım/voltaj karakteristikleri Şekil 13’te gösterilmektedir (Yerokhin *et al.* 1999).



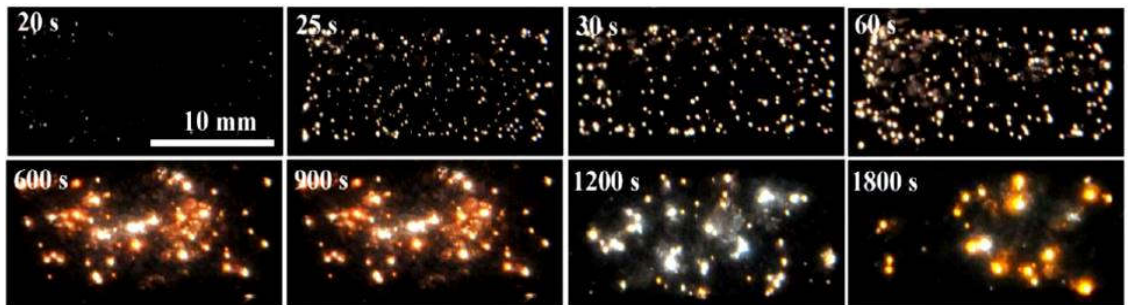
Şekil 13. Plazma elektroliz süreçleri için akım-gerilim diyagramları (a) elektrot yakınında, (b) elektrot yüzeyindeki dielektrik filmde gelişen deşarj olayları

‘a’ grafiği anot veya katot yüzeyinde gaz salınımı olan metal-elektrolit sistemini, ‘b’ grafiği ise oksit film oluşumunun meydana geldiği sistemi temsil eder. Düşük voltajlarda, elektrot işlemlerinin kinetiği, her iki sistem için de Faraday yasalarına uygundur ve hücrenin akım-voltaj karakteristikleri Ohm yasalarına göre değişir. ‘a’ grafiğindeki ‘0-U1’ ve ‘b’ grafiğindeki ‘0-U4’ bölgesinde görüldüğü gibi, voltajda meydana gelen artış akımda orantısız bir artışa sebep olur. Ancak belirli bir kritik voltajın üstünde, sistemin davranışı önemli ölçüde değişim gösterebilir. ‘a’ grafiğinde “U1-U2” bölgesindeki voltaj artışı lüminesansın eşlik ettiği akım salınımına yol açar. Ancak voltajda meydana gelen artış, elektrot yüzeyini çevreleyen gaz halindeki reaksiyon ürünlerinin (O_2 veya H_2) fraksiyonel koruyucu etkisi ile sınırlıdır. Bununla birlikte, elektrodun sıvı ile temas ettiği bölgede, akım yoğunluğu artmaya devam eder ve bu durum ebülasyon olarak adlandırılan ve elektroda temas eden elektrolitin lokal olarak kaynamasına neden olur. Voltaj değeri “U2” noktasına ulaştığında elektrot, düşük elektrik iletkenliğine sahip sürekli bir gaz buharı plazma zarfı ile kaplanır. Hücre üzerindeki voltajın neredeyse tamamı elektrodun elektrolitle yakın olduğu bölge üzerinde etkin hale gelir. Bu bölgedeki elektrik alan şiddeti E , 10^6 - 10^8 V/m arasında bir değere ulaşır ve bu değer buhar zarfı içerisinde iyonizasyon işlemlerinin başlatılması için yeterlidir. İyonizasyon işlemi başlangıçta dağınık gaz kabarcıkları içinde yüksek hızlı bir kıvılcım olarak meydana gelir ve daha sonra buhar zarfı boyunca dağılmış homojen bir ısıltıya dönüşür. “U2-U3” bölgesindeki buhar zarfının hidrodinamik stabilizasyonu nedeniyle, akımda azalma gözlenir ve kritik voltaj olan “U3” noktasının üstünde ışımaya deşarjı, karakteristik düşük frekanslı bir akustik emisyonun eşlik ettiği yoğun arklara dönüşür (Yerokhin *et al.* 1999).

b' grafiğindeki sistemin davranışı 'a' grafiğine nispeten daha karmaşıktır. Öncelikli olarak, metal yüzeyinde başlangıçta var olan pasif film, pratikte malzemenin korozyon potansiyeline karşılık gelen "U4" noktasında çözünmeye başlar. Ardından voltajda düşüşün gözlemlendiği yeniden pasifleşme bölgesi olarak da isimlendirilen "U4-U5" bölgesinde gözenekli bir oksit film büyür. "U5" noktasında oksit filmin elektrik alan kuvveti, darbe veya tünelleme iyonizasyonu nedeniyle filmin kırıldığı kritik bir değere ulaşır. Bu noktada oksit filmin yüzeyi boyunca hızlıca hareket eden küçük parlak sparkların oluştuğu ve zamanla büyüyerek devam ettiği gözlenir. "U6" noktasına ulaşıldığında, darbe iyonizasyon mekanizması termal iyonizasyon işlemlerinin başlamasıyla desteklenir ve ark deşarjların hızının azaldığı ve daha büyük boyutlarda meydana geldiği gözlenir. "U6-U7" bölgesinde negatif yük birikmesi nedeniyle kalınlaşan oksit filmde termal iyonizasyon kısmen bloke edilir ve bu durum, taban malzemenin deşarj-bozunma kısa devresine yol açar. Bu etki, ortaya çıkan ark deşarjlarının, yani 'mikro-ark' olarak adlandırılan mikro-deşarjların nispeten düşük gücünü ve süresini belirler. Oluşan mikro-arklar neticesinde film yavaş yavaş ergimeye başlar ve elektrolit içerisinde bulunan elementlerle alaşımlanır. "U7" noktasının üstünde, film boyunca meydana gelen mikro-deşarjlar metale nüfuz eder ve filmin termal çatlaması gibi yıkıcı etkilere neden olabilecek güçlü arklara dönüşür (Yerokhin *et al.* 1999).

Plazma deşarj modelleri

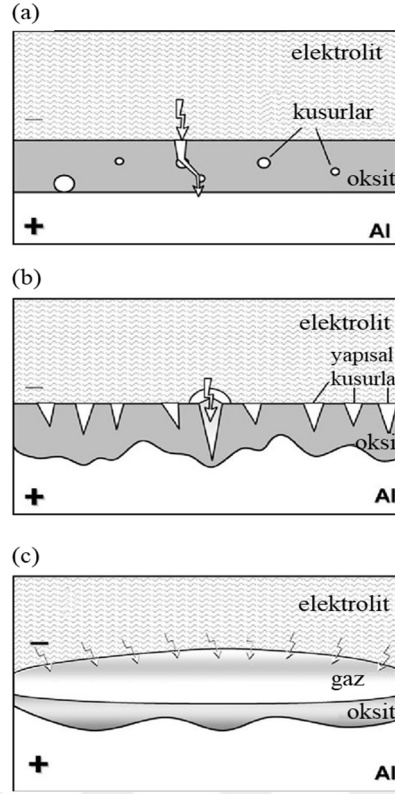
Yüzey deşarjlarının plazma kimyası, elektronlar, su, elektrolit anyonları ve metal elektrotun atom ve iyonları arasındaki reaksiyonları içeren oldukça karmaşık bir yapıya sahiptir. Yüzey deşarjlarının ortaya çıkmasının en önemli sonucu, deşarj kanallarında elektron yığılması sonucu açığa çıkan ısı tarafından indüklenen oksit tabakasının büyümesi esnasında metalurjik işlemlerin gelişmesidir. Bu anlık lokal ısınma, yüzeyde biriken maddelerin ergimesine, elektrolitle teması sonucu soğutulmasına ve yeniden kristalleşmesine yol açar. Sonuç olarak, metal hidroksitin okside ayrışması ve kompleks bileşiklerin oluşumu meydana gelir. Biriktirme işlemlerinin doğrultusu ve yoğunluğu, kaplama kalınlığının bir fonksiyonu olan deşarjların yoğunluğuna ve gücüne bağlıdır (Yerokhin *et al.* 1998; Snizhko *et al.* 2004).



Şekil 14. Alaşımların farklı PEO işlem sürelerindeki görünüşü

Plazma reaksiyonunda anahtar faktör, mikro-deşarjların oluşumudur. PEO sürecini görüntülemek için gerçek zamanlı dijital video kullanarak mikro-deşarjları inceleyen bazı araştırmalar yapılmıştır. Mikro-deşarjların tipik evrimi Şekil 14'te gösterilmektedir (Cheng *et al.* 2012). İlk aşamada, yüzeyde bir miktar lüminesans ile birlikte yoğun gaz oluşumu gözlenir ve numune yüzeyinde mavimsi bir ışıltı (glow) deşarjı başlar. Daha sonra deşarjlar yüzeydeki maksimum elektrik alan şiddetinin etkisi ile küçülmeye başlar ve homojen bir parıltı ile birlikte hareketli ve beyaz renkli mikro-deşarjlara dönüşür. İşlem süresi devam ettikçe mikro-deşarj fenomeninin daha belirgin hale geldiği üçüncü aşamaya ulaşılır. Son aşama ise, PEO işleminin ilerleyen sürecinde sarı renkli, daha yavaş hareket eden ve daha büyük boyutlarda oluşan mikro-deşarjlarla karakterize edilir (Yerokhin *et al.* 2003; Yerokhin *et al.* 2004).

Literatürde, Şekil 15'te ifade edildiği gibi, birçok mikro-deşarj oluşum modeli önerilmektedir (Yerokhin *et al.* 1999; Yerokhin *et al.* 2003). İlk modelde (Şekil 15-a), güçlü bir elektrik alan altında oksit filmin dielektrik kırılmasının bir sonucu olarak mikro-deşarjlar meydana gelir. Kırılma süreci üç temel aşamadan oluşur. İlk aşamada, yükseltilmiş iletkenlik bölgesinde dielektrik stabilite kaybının bir sonucu olarak oksit tabaka içerisinde deşarj kanalı oluşur ve bu bölgede sıcaklık, 10^4 K'e kadar çıkar. Güçlü elektrik alan ($\sim 10^6$ V/m) nedeniyle, elektrolitin anyonik bileşenleri kanal içerisine doğru çekilir. Aynı zamanda, yüksek sıcaklık nedeniyle, alüminyum ve içerisinde bulunan alaşım elementleri taban malzemeden ergiyerek kanala girer. Bu işlemlerin bir sonucu olarak bir plazma kolonu (plazmoid) oluşur. İkinci aşamada, kanalda plazma kimyasal reaksiyonlar gerçekleşir; bu durum kanal içerisindeki basınçta bir artışa yol açar ve plazmoid bu durumu dengelemek için genişler. Aynı zamanda, elektrik alanının varlığı nedeniyle kanalda zıt yüklü iyonların ayrılması meydana gelir. Katyonlar, elektrostatik kuvvetlerle kanaldan elektrolite doğru itilir. Son aşamada ise, deşarj kanalı soğutulur ve reaksiyon ürünleri deşarj kanalı duvarında birikir (Ikonomov *et al.* 1979; Albella *et al.* 1987).



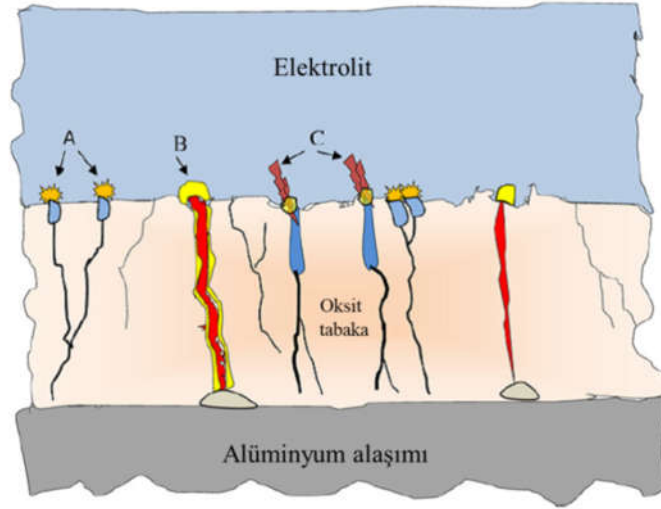
Şekil 15. Alüminyumun oksidasyonu esansında yüzey deşarjının şematik gösterimi a) oksit filmin dielektrik kırılması modeli, b) gözenekli deşarj modeli, c) glow deşarj elektroliz modeli

İkinci model (Şekil 15-b), her bir mikro-deşarjı, oksit filmin mikro-gözeneklerinde oluşan gaz deşarjı olarak kabul eder. Gözenek içerisinde gaz fazı oluşumunun (ve içindeki deşarj başlangıcının) mikro-gözenegün en alt noktasındaki bariyer tabakasının dielektrik kırılmasıyla indüklendiğine inanılmaktadır (Hussein *et al.* 2010 b).

Mikro-deşarj oluşumunun alternatif bir modeli de (Şekil 15-c), kontrollü glow deşarj elektrolizine benzer bir durumla ilişkilendirilmektedir. Elektrolit arayüzünde bir glow deşarj gözlenir ve anodun yüzeyinde ince bir buhar kılıfı oluşur. Buhar kılıfı, oksidasyon işlemi ve deşarjlara eşlik eden gaz kabarcıkları tarafından kontrol edilir. Bu durumda deşarj başlangıcı, büyüyen oksit filmin dielektrik kırılmasından ziyade, elektrolit yüzeyinden (kısmi katot) gaz fazına elektron emisyonu olarak görülür. Ayrıca, anyonların ve su moleküllerinin iyonlaşmasına bağlı olarak, herhangi bir gaz/buhar fazının varlığına bakılmaksızın, güçlü elektrik alanındaki oksit-elektrolit arayüzünde serbest elektronların ortaya çıkabileceği de bilinmektedir. Serbest elektronlar daha sonra su ile reaksiyona girerek gaz halindeki ürünlerin (H₂ ve O₂) oluşumuna neden olur ve böylece stabil bir plazma deşarj ortamının oluşumu için gerekli koşullar sağlanır (Yerokhin *et al.* 2003).

Yukarıda belirtilen modeller dikkate alınarak yapılan başka bir çalışmada, mikro-deşarj olaylarının, mekân, zaman ve elektriksel özelliklere uymadığı belirtilmiş ve kontak glow deşarj elektrolizi ile benzer olarak yeni bir model önerilmiştir. Bu model, oksit-elektrolit arayüzündeki

gaz ortamında serbest elektron üretimi ve glow deşarj başlangıcı olasılığını kabullenir ve bu durumda alttaki oksit tabakasının ısıtılmasına, ergimesine ve soğutulmasına yol açar. Ayrıca, yüzey oksit tabakasında faz geçişlerini başlatmak için gereken süre ve mikro-deşarj akım yoğunluğunun deneysel verilerle iyi uyum içinde olduğunu da öne sürer (Yerokhin *et al.* 2003).



Şekil 16. Plazma deşarj modellerinin şematik diyagramı

Plazma sıcaklığının değişmesi, Şekil 16'da gösterildiği gibi, PEO işleminin farklı aşamalarında farklı deşarj türlerinin meydana gelmesine sebep olur (Hussein *et al.* 2010 a). B tipi deşarjlar, güçlü bir elektrik alan altındaki dielektrik kırılma nedeniyle oksit tabakası boyunca meydana gelir ve metal/ kaplama arayüzündeki plazma reaksiyonlarını temsil eder. B tipi deşarjlar gözenekli bir kaplamanın oluşmasına neden olur ve kaplamanın mikroyapı ve morfolojisini etkiler. C tipi gözenekler nispeten yüzeyin altındaki mikro-gözeneklerdeki deşarjlarla ilişkiliyken, A tipi ise, yüzeye yakın ve oldukça ince gözeneklerle ilişkilidir.

PEO işlem süreci sırasında meydana gelen A, B ve C deşarj türleri farklı zamanlarda farklı roller oynayabilir. İşlem sürecinin başlarında oluşma olasılığı daha yüksek olan B tipi deşarjların yoğunlukları azdır. İşlem süresi devam ettikçe A ve C tipi deşarjların oluşma olasılığı B tipine nispeten daha yüksektir, ancak yoğunlukları B tipinden daha düşüktür (Hussein *et al.* 2010 b).

PEO prosesinde kaplama büyüme mekanizması

PEO yöntemi ile seramik tabakaların büyüme mekanizması, oksit tabakanın kırılması nedeniyle oluşan deşarj kanallarından ergimiş alüminyumun oksitlenerek dışarı atılması ile ilişkilidir. Kanallardan dışarı çıkan ve oksitlenen alüminyum, elektrolitle teması sonucu hızla soğutulur ve katılaşarak kaplama katmanının büyümesine (pankek ve plaka tabaka oluşumu) katkıda bulunur. Alüminyumun anodik oksidasyonu sırasında, alüminyum katyonları kaplama yüzeyine, oksijen anyonları ise metale doğru transfer olur. Ancak, anodik oksit film belirli bir

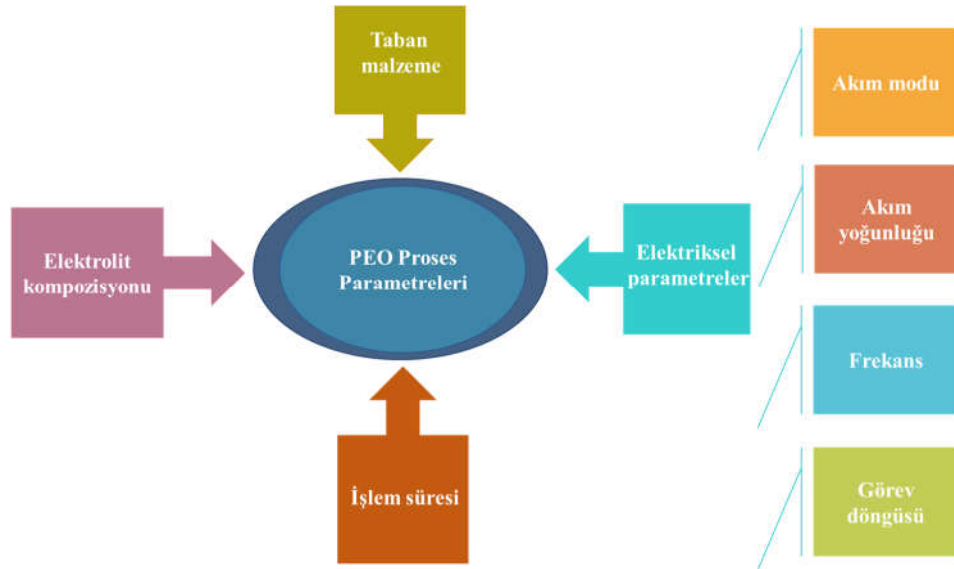
kalınlığa kadar büyüdüğünde oksijen anyonlarının transferi oldukça yavaşlar. PEO işlemi için, hem termal difüzyon hem de iyonların transferi, anodik oksidasyondan farklı olarak kaplama büyümesi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Mikro-ark bölgesindeki anlık yüksek sıcaklık ve basınç, deşarj bölgelerinin yakınındaki oksijen anyonları ve alüminyum katyonları arasındaki difüzyonu büyük ölçüde artırır. Ayrıca, plazma deşarjların meydana getirdiği deşarj kanalları içerisine giren oksijen anyonları 10^6 V/m' lik yüksek elektrik alan nedeniyle taban malzemeye aktarılacak üzere hızlandırılır. Bu nedenle, PEO işleminde, belirli kalınlığa sahip dış tabaka oluşturulduktan sonra, metale oksijen difüzyonu kaplama büyümesinde öncü bir rol oynar ve PEO kaplamaların büyüme oranı, oksijen aktarma hızı ile kontrol edilir (Krishna *et al.* 2003; Sundararajan and Krishna 2003).

Alüminyumun hızlı katılaşması, yarı kararlı γ - Al_2O_3 fazının oluşmasını destekler. Bu nedenle PEO işlemi gören Al ve alaşımlarının yüzey tabakaları kaplama kalınlığına bakılmaksızın γ - Al_2O_3 fazını içerir. Ayrıca, alüminyum oksitinin düşük termal iletkenliği nedeniyle kanalda üretilen ısı kolayca dağıtılamadığından, kaplamanın iç kısımları daha yüksek sıcaklıklara erişir ($1050^\circ C$ - $950^\circ C$). Bu durum γ - Al_2O_3 fazının kararlı ve sert α - Al_2O_3 fazına dönüşmesine neden olur. Dolayısıyla, α - Al_2O_3 oranının kaplama-metal arayüzüne doğru sürekli olarak artması beklenir (Monfort *et al.* 2005).

PEO işleminde, gözlemlenen doğrusal biriktirme kinetikleri Faraday'ın elektroliz yasalarıyla ilişkilidir. PEO sisteminde kaplama oluşumu, metal/kaplama arayüzü ile elektrolitle temas halinde olan kaplama üst yüzeyini birbirine bağlayan deşarj kanalları vasıtasıyla meydana gelmektedir. Kaplama yüzeyinde oluşan sparkların hareketi incelendiğinde, deşarj kanallarının sınırlı bir ömre sahip olduğu ve kaplama işlemi boyunca sürekli olarak açılıp kapandığı belirtilmiştir. PEO işlem sürecinin ilerlemesi sırasında oluşan yeni deşarj kanalları, daha önce oluşan gözenekleri ve çatlakları iyileştirerek kaplamanın iç kısmının yoğun olmasına sebep olur. Kaplamanın yüzeyi temel olarak pankek benzeri görüntüye sahip olduğundan, yüzey pürüzlülüğünde meydana gelen artış, deşarj kanal çapı ile doğrudan ilişkilidir (Tian *et al.* 2002).

PEO proses parametreleri

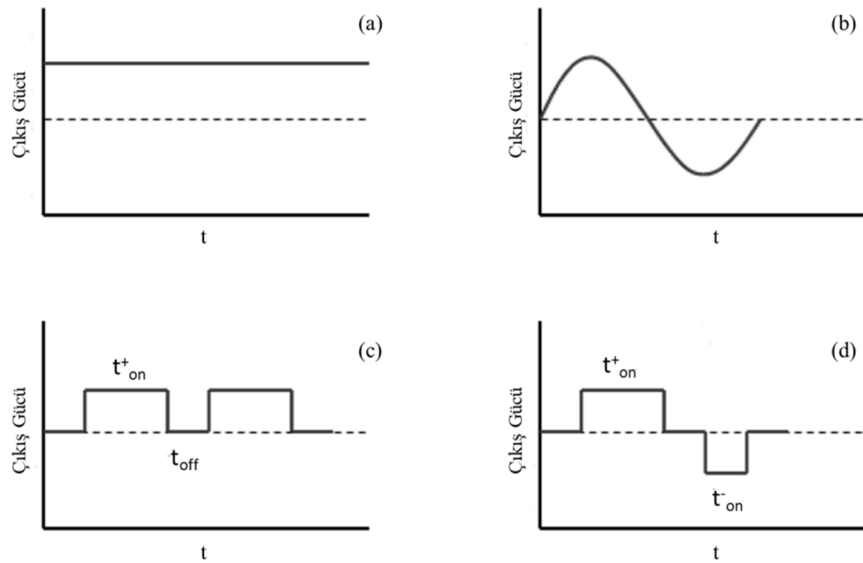
PEO kaplamaların mikroyapı ve morfolojisi Şekil 17'de görüldüğü gibi, elektrolit kompozisyonu, taban malzeme kompozisyonu, kullanılan güç kaynağı türü ve uygulanan elektriksel parametreler gibi birçok faktörden etkilenmektedir.



Şekil 17. PEO prosesini etkileyen parametreler

Akım modu

PEO sisteminde, şematik olarak Şekil 18’de gösterilen farklı akım modları (AC, DC ve darbeli DC) kullanılmaktadır (Jiang and Wang 2010; Dehnavi 2014).



Şekil 18. PEO işleminde kullanılan çeşitli akım modu türleri a) doğru akım, b) alternatif akım, c) tek kutuplu darbeli akım, d) çift kutuplu darbeli akım

Tek kutuplu akım modu sadece pozitif bileşenden oluşurken, çift kutuplu (bipolar) akım modu pozitif ve negatif olmak üzere iki bileşenden oluşmaktadır. Şekil 18-c ve Şekil 18-d’de gösterilen tek ve çift kutuplu darbeli akım modu bileşenleri, t_{on}^+ : pozitif açık darbe süresi, t_{on}^- : negatif açık darbe süresi, t_{off} : kapalı darbe süresini temsil etmektedir. Uygulanan akım modunun türü yüzey deşarj özelliklerine (yoğunluğuna) doğrudan etki etmektedir. Deşarjların yoğunluğu ise, bahsi geçtiği üzere kaplamanın mikroyapısı, kalınlığı, pürüzlülüğü, gözeneklilik derecesi, sertliği ve büyüme oranının belirlenmesinde önemli bir rol oynar (Hussein *et al.* 2013 a).

Doğru akım (DC) modu, deşarj özelliklerinin ayarlanmasındaki zorluk nedeniyle sınırlı kontrol sunduğu için basit şekilli bileşen ve ince kaplamalar için kullanılmaktadır. Ayrıca, DC akım uygulamalarında darbeli bipolar akım uygulamalarına nispeten gözenekliliğin arttığı, kaplama büyüme oranının düştüğü bildirilmiştir (Yerokhin *et al.* 1999; Jiang and Wang 2010).

Alternatif akım (AC) modunun kullanılması elektrodun ek polarizasyonunu ortadan kaldırır ve ark kesintisi yoluyla işlemi kontrol etme olanağını geliştirir. Ayrıca farklı genliklere sahip pozitif ve negatif bileşenli AC modun kullanımı kaplama işleminde ileri düzeyde bir kontrole olanak sunar. Ancak, genel olarak 10 kW'tan düşük olan güç sınırlaması ve akım frekansı bu modun ticari olarak ölçeklendirilmesini kısıtlayan dezavantajlardır (Yerokhin *et al.* 1999).

Darbeli DC akım modunun uygulanması, deşarj süresinin ve darbe formunun kontrol edilmesini sağlar, bu durum da aralıklı deşarjın sebep olduğu enerji tüketimini azaltarak mevcut gücün daha verimli kullanılmasını mümkün kılar (Jiang and Wang 2010).

Alüminyum ve alaşımları üzerine çift kutuplu darbeli akım modu seçilerek büyütülen kaplamaların, diğer akım modlarına kıyasla, kusur oranı azaltılmış, daha homojen ve kompakt yapıda olduğu bildirilmiştir. Ayrıca çift kutuplu darbeli akım modu kullanılarak büyütülen kaplamaların korozyon direncinin diğer akım modlarında büyütülenlere nispeten daha yüksek olduğu da belirtilmiştir. Çift kutuplu darbeli mod kullanılarak üretilen kaplamaların gelişmiş özellikleri, mikroyapıyı önemli ölçüde etkileyen plazma deşarj davranışı ile ilişkilendirilmektedir. Optik emisyon spektroskopisi kullanılarak yapılan inceleme sonucu, bipolar modun, güçlü yoğunluktaki B tipi deşarjlarda azalma ve oluşumlarında gecikmeye yol açtığı sonucuna varılmıştır. B tipi deşarj, farklı deşarj türleri arasında en güçlü olanıdır. Polarite değişikliği nedeniyle B tipi deşarjların azaltılması, bu deşarj olaylarıyla ilişkili zararlı etkileri azaltmaya sebep olur (Hussein *et al.* 2010 b).

Akım yoğunluğu

Akım yoğunluğu, PEO kaplamalarının özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerden biridir ve genellikle proseste 1-30 A/dm² aralığında seçilmektedir. Akım yoğunluğunun değiştirilmesi ile kaplamaların bileşimi, faz içeriği, mikroyapısı, büyüme hızı, fiziksel ve kimyasal özellikleri etkilenebilir. Alüminyum alaşımları için, artan akım yoğunluğunun kaplama büyüme oranını ve α -Al₂O₃'ün nispi içeriğini arttırdığı bildirilmiştir. Bu sonuçlar, uygulanan akım yoğunluğunun kaplamalardaki faz dönüşümleri üzerindeki termal etkisini göstermektedir (Khan *et al.* 2010; Dehnavi *et al.* 2014).

Darbe (puls) parametreleri

Darbeli akım modları için seçilen darbe parametreleri ve oranları, PEO kaplama sürecinin kontrolünde büyük esneklik sağlayacak şekilde ayarlanabilmektedir. Sparkların yoğunluğu her bir darbenin enerjisiyle doğrudan ilişkilidir. Yüksek akım veya voltajlar ve daha uzun t_{on} periyotları kullanıldığında darbe enerjisi artar. Darbe enerjisi:

$$E_p = \int_0^{t_{on}} U_p \cdot I_p \cdot dt \quad (7)$$

olarak tanımlanmaktadır. Eşitlikte U_p : darbe voltajı, I_p : darbe akımı, t_{on} : açık darbe süresidir. Darbe parametrelerinin değiştirilmesi ile deşarj özellikleri ayarlanabilir ve kaplamaların büyüme hızı, mikroyapısı ve faz kompozisyonu istenen şekilde değiştirilebilir. Açık darbe süresinin arttırılmasının, kaplamalardaki element ve fazların farklı dağılımına yol açan $\gamma \rightarrow \alpha$ - Al_2O_3 faz dönüşümünü arttırdığı belirtilmiştir (Dehnavi *et al.* 2013; Dehnavi *et al.* 2014). Darbe süresi ile ilgili bir başka eşitlik;

$$F = \frac{1}{T} = \frac{D}{t} \quad (8)$$

olarak verilmektedir. Burada F: frekans, T: periyot, D: görev döngüsü ve t: darbe süresidir. Eşitliğe göre frekans arttıkça darbe süresi kısaldığından dolayı sağlanan enerjide doğrusal olarak azalır. Buna bağlı olarak kısa süreli ve zayıf deşarjlar oluşur. Gözeneklerin çapı azalırken sayısı artar. Birçok araştırmacı kısa darbe süresi uygulanarak büyütülen kaplamaların kompakt, homojen ve pürüzlülüğünün daha düşük olması ile ilişkilendirerek korozyon direncini olumlu yönde etkilediğini belirtmişlerdir (Babaei *et al.* 2015).

İşlem süresi

PEO kaplamaların büyütülmesinde birkaç dakikadan birkaç saate kadar çeşitli işlem süreleri uygulanmaktadır. İşlem süresinin arttırılması genellikle daha kalın kaplamalar büyütülmesine yol açar ve daha büyük deşarj kanalları üreten yoğun mikro-deşarjlar oluşturur. Aynı zamanda daha büyük gözeneklerin oluşması sebebiyle kaplama yüzey pürüzlülüğünde yükselir. Yapılan bir çalışmada işlem süresi 1 dakikadan 30 dakikaya uzadıkça deşarj kanallarının ortalama boyutunun ve krater çaplarının kademeli olarak arttığı gözlenmiştir. Mikro-deşarjlar, PEO kaplamaların zayıf noktalarının dielektrik parçalanması sonucu oluşur. Ancak kalın kaplamalarda zayıf noktaların sayısı azalır. Akımın kaplamadan geçmesi için daha yüksek bir enerji gerekir ve zayıf noktaların sayısı sınırlı olduğundan, akım oldukça lokalize hareket ederek daha büyük deşarj kanallarının oluşmasına sebep olur (Matykina *et al.* 2007). Yapılan bir başka çalışmada alüminyum üzerine 2-60 dakika arasında farklı işlem sürelerinde büyütülen kaplamaların korozyon performansını araştırılmış ve korozyon davranışının, işlem

süresinin bir fonksiyonu olduğu belirtilerek en iyi korozyon direncine maksimum süreden önce ulaşıldığı gözlenmiştir (Du *et al.* 2013).

Elektrolit kompozisyonu

Elektrolit bileşimi PEO işleminde oldukça önemli bir rol üstlenmektedir. Karmaşık davranışlarla karakterize edilen florür elektrolitleri (KF, NaF gibi), güçlü metal pasivasyonunu destekleyen elektrolitler (borik asitler ve karbonik ve fosforik asitlerin tuzları), inorganik polimerler (silikatlar, alüminatlar, tungstatlar, molibdatlar) ve alkali metallerin fosfatları PEO işleminde kullanılan elektrolitlerin başında gelmektedir. Belirtilen elektrolitler kaplama bileşimine katkıda bulunma açısından dört gruba ayrılır:

- (a) Kaplamaya sadece oksijen dâhil eden çözeltiler;
- (b) Kaplamaya diğer elementleri dâhil eden anyonik bileşenler içeren elektrolitler;
- (c) Kaplamaya diğer elementleri dâhil eden katyonik bileşenler içeren elektrolitler;
- (d) Kaplama bileşimine katkıda bulunan makropartiküllerin kataforetik taşınmasını sağlayan süspansiyonlar.

Sodyum veya potasyum silikatın kolloidal çözeltileri ve silikat esaslı çok bileşenli elektrolitler PEO işlemlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Silikatlı elektrolitler ile birlikte, elektrolit iletkenliğini artırıcı (NaF, NaOH veya KOH), modifiye edici (NaAlO_2 , $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$) ve oksit tabakasını dengeleyici bileşenler ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, Na_2CO_3 , K_2CO_3 ve gliserin) kullanılabilir. Aynı zamanda seçilecek elektrolit, özel kullanım alanına göre, yüksek ergime noktasına sahip kaplamaların üretiminde sert partiküller, gelişmiş sürtünme aşınma dayanımı için kuru yağlayıcılar veya optik özellik ve dekorasyon için renklendirici maddeler de içerebilmektedir (Yerokhin *et al.* 1999).

Uygun bir elektrolit, metal pasivasyonunu teşvik eder ve deşarj olaylarını indükleyerek dielektrik kırılım için gerekli olan ince bir yalıtım filmi oluşturur. Aynı zamanda proseste enerjiyi ileten ortam işlevi görür ve oksidasyon için gerekli oksijeni sağlar. Elektrolitte bulunan bileşenler kaplamaya dâhil olarak özelliklerini etkileyebilir. PEO işleminde kullanılan elektrolit genellikle harici bir ısı değiştirici kullanılarak 20-55°C arasındaki bir sıcaklık aralığında tutulmaktadır. Dielektrik kırılımda gerekli koşulları kolaylaştırmak için, metal pasivasyonunu teşvik eden silikat ve fosfat gibi elektrolit katkı maddeleri, PEO elektrolitlerinin temel bileşenleri olarak sıklıkla kullanılmaktadır. Bu katkı maddeleri kırılma voltajını düşürür ve elektrolit içeriğindeki bileşenlerin kaplamaya dâhil edilmesiyle kaplama büyüme oranını artırır. Literatürde elektrolit bileşiminin, morfoloji, mikroyapı, büyüme hızı, adezyon, sertlik ve tribolojik davranış gibi birçok kaplama özelliğini etkileyebileceği bildirilmiştir (Polat *et al.*

2010; Abbasi *et al.* 2013). PEO elektrolitleri üzerine yapılan çalışmaların birincil odağı, istenen kaplama özelliklerine ulaşmak için kompozisyon ve konsantrasyonun geliştirilmesi ve optimizasyonu olmuştur. Bu nedenle elektrolitin stabilitesi önemli bir araştırma konusudur.

Taban malzeme

Taban malzeme bileşimi PEO kaplamalarının özelliklerini etkileyebilir. Saf metal ve alaşımının benzer koşullar altında işlem gördüğü bir çalışmada, sonuçlar yüzey morfolojilerinin, kaplama kalınlığının ve gözeneklilik seviyesinin alaşım elementlerinden etkilendiğini göstermiştir (Hussein *et al.* 2013 a).

Alüminyum alaşımları üzerine büyütülen PEO kaplamaların özellikleri

PEO kaplamaların doğası olan gözenek oluşumunun, işlem esnasında kaplama içinde sıkışan oksijen evriminden kaynaklandığı düşünülmektedir. PEO kaplamaların nispi düşük sertliği, bu gözenek ve mikro-çatlakların varlığından kaynaklanır. Gözenekliliğin en büyük avantajı, taban malzemenin termal olarak korunması için faydalı olan düşük ısı iletkenlik katsayısına sahip olmasıdır (Curran and Clyne 2006).

Al ve alaşımları üzerine PEO tekniği ile büyütülen kaplamalar üzerine yapılan çalışmalar üç farklı bölgeden oluştuğunu göstermektedir. Düşük sıcaklıklarda meydana gelen ve ağırlıklı olarak amorf fazlardan oluşan gözenekli dış tabaka, yüksek sıcaklık modifikasyonları ile oluşan yoğun iç tabaka ve iç tabakanın altında arayüz bölgesinde oluşan metal alaşım elementlerinin kompleks fazlarının bulunduğu ince tabaka. Bölgelerin boyut ve yapısı, metal bileşimi, elektrolit bileşimi ve proses rejiminden etkilenmektedir (Yerokhin *et al.* 1999).

PEO işleminde çözünmüş alkali silikat çözeltilerinin (örn. $\text{Na}_2\text{SiO}_3\text{-KOH}$) kullanılması sonucu yapıda çoğunlukla $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ile birlikte bazı kompleks Al-Si-O fazları oluşur. Daha sert olan α fazının nispi oranı, akım yoğunluğu yükseltilerek arttırılabilmektedir. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ içeriği bakır içeren alüminyum alaşımları üzerinde oluşturulan kaplamalar için % 60'a kadar ulaşabilirken, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazı ağırlıklı olarak magnezyum içeren alüminyum alaşımları üzerinde oluşturulur (Voevodin *et al.* 1997). Ayrıca silikat içeren alaşımlarda mullit fazının oluştuğu da görülmektedir. Elektrolitteki silikat konsantrasyonunun yükseltilmesinin, silisyumun kaplama yapısına dahil olması ve kompleks Al-Si-O fazlarının oluşması nedeniyle hızlandırılmış kaplama büyümesine yol açtığı görülmektedir. Silikat ilavesi olmayan alkali çözelti içinde büyütülen kaplamaların yüzeyinde, Al ve O ile aktivitelerine göre Cu-Mg gibi bazı alaşım elementlerinin oksitleri oluşur. Elektrolite sodyum silikat eklenmesi, kaplama içine silisyumun nüfuz etmesine ve Cu-Mg konsantrasyonlarında önemli bir azalmaya yol açar. Silikat,

elektrolite ince bir toz halinde eklendiğinde, kaplamadaki Si içeriği önemli ölçüde yükselir (yüzeyde %40-60'a kadar). Çözünmüş alkali silikat çözeltileri kullanıldığında, büyütülen kaplamanın kalınlığı elektrolit bileşimine bağlıdır. Homojen kaplamalar sadece belirli oranda silikat ve alkali kombinasyonlarında üretilebilir. Silikat konsantrasyonunun artırılması, numune kenarlarında oluşan arkların artması nedeniyle kaplama büyümesinin artmasına yol açar. Bu durumun aksine, artan alkalinite, oksit tabakasının lokal çözünmesine ve numune yüzeyi boyunca çukurlaşmaya neden olur. Konsantre silikat çözeltileri içinde büyütülen oksit kaplamaların kalınlığı daha yüksektir. Ancak bununla birlikte dış katmanın toplam kaplama kalınlığına oranı da artmaktadır ve çoğunlukla amorf yapıda oluşur. Yüksek konsantrasyonlu silikat kaplamaların, yüksek gözeneklilik ve nispeten zayıf mekanik özellikler sergileyen köpük benzeri bir yapıya sahip olduğu belirtilmiştir (Yerokhin *et al.* 1998; Yerokhin *et al.* 1999).

PEO yöntemi kullanılarak Al alaşımları üzerine büyütülen kaplamaların aşınma direnci özellikleri temel olarak sertlik değeri ilişkilendirilmektedir. Kaplamaların sertliği, mevcut baskın fazların doğasının yanı sıra bunların oranı, dağılımı ve kaplamadaki mikro-çatlaklar, gözeneklilik ve yoğunluğun bir fonksiyonudur. Kaplama boyunca gözeneklilik varyasyonları ve homojen olmayan sertlik dağılımı dikkate alındığında, aşağıdaki aşınma rejimlerinden bahsedilebilir:

1. Dış katmanda meydana gelen yüksek aşınma oranına, nispeten düşük sertlik ve yüksek gözeneklilik neden olmaktadır.
2. İç katmanın minimum aşınma oranı sergilemesi yüksek sertlik ve düşük gözeneklilik ile ilişkilendirilmektedir.
3. Kaplama-taban malzeme bileşimindeki arayüz bölgesinde bariz bir şekilde artan aşınma oranı, işlem görmemiş alüminyum ortaya çıktıkça sertliğin ve yük desteğinin aniden azalmasından kaynaklanmaktadır.

PEO işlemiyle alüminyum alaşımlarının özellikle agresif ortamlarda uygulama alanlarını sınırlayan düşük korozyon direnci önemli ölçüde iyileştirilebilmektedir. Bu alanda yapılan çalışmalar, yüzeyde bulunan gözenek ve mikro-çatlaklardan dolayı, korozif sıvının iç tabakaya kolaylıkla nüfuz edebildiğini, dolayısıyla iç tabakanın kaplamanın genel korozyon direncine en fazla katkı sağlayan katman olduğunu göstermektedir. Korozyon direncini iyileştirmek için büyük gözenekler ve mikro-çatlaklar içeren kusurlu kaplamaların oluşumunu önlemek, yapılan çalışmaların odağı haline gelmiştir (Hussein *et al.* 2013 b). Galvanik seride daha aktif olan alüminyum gibi hafif metallerin diğer metallerle birleştirilmesi sonucu meydana gelen galvanik korozyon, endüstride büyük bir sorun teşkil etmektedir. Yapılan çalışmalarda PEO kaplamaların, hafif metal alaşımları ve diğer metaller arasında doğrudan teması önleyen

bir tabaka sağlayarak galvanik korozyonu ortadan kaldırmaya yardımcı olduğu belirtilmiştir (Xue *et al.* 2007). Bunların yanı sıra, metaller için hem mekanik hem de korozyon bozulmasının aynı anda meydana geldiği koşullar bulunmaktadır. PEO kaplamalarda ise aşınma, karşı gövdeyle temas eden alanlarda meydana gelirken, korozyon oksit tabakasının gözeneklerinde gerçekleşir (Yerokhin *et al.* 1999).

Deney Tasarımı

Deney tasarımı, yapılan deneyler aracılığı ile toplanan verilere dayanarak bilinmeyen parametreler üzerinde geçerli çıkarımlar yapılmasını sağlayan bilimsel bir yöntemdir. Deney tasarımının kullanılması, araştırmacının çalışmalarını amaçlı ve organize hale getirerek, işin verimliliğini ve elde edilen sonuçların güvenilirliğini önemli ölçüde iyileştirir (Ross 1996). Birden fazla faktör söz konusu olduğunda, faktöriyel deney tasarımı kullanılmaktadır ve bu teknik araştırmacının olası faktör kombinasyonlarını belirlemesine ve istenen sonuçlar için en iyi kombinasyonu seçmesine yardımcı olur. 1920'lerin başında Fisher birçok deneysel tasarım yöntemi geliştirmiştir. Ancak, bu deneysel tasarım yöntemlerinin oldukça karmaşık olmaları ve işlem parametrelerinin sayısı arttıkça daha fazla sayıda deney yapılması zorunluluğu nedeniyle uygulamada kullanımı kolay değildir. Deney tasarımı, ilgili tüm parametrelerin belirli bir aralıkta değiştiği ön deneylere ve sistematik veri sonuçlarına dayanan iyi planlanmış bir dizi deneysel çalışmayı içerir. Tasarlanmış bir deneyi gerçekleştirirken, giriş değişkenlerinde değişiklikler yapılarak çıkış değişkenlerine karşılık gelen farklılıklar gözlenir. Giriş değişkenlerine “faktör”, çıkış değişkenlerine ise “yanıt” adı verilir. Faktörler niteliksel veya niceliksel olabilir. Her faktör deney sırasında birkaç değer alabilmektedir ve faktörün her bir değerine “seviye” adı verilir. Deney tasarımı yaklaşımının en önemli avantajlarından biri, faktör etkilerini karşılaştırarak önemli faktörleri önemsiz olanlardan ayırmayı mümkün kılmasıdır. Ayrıca, değişken faktörler arasındaki etkileşimler de tasarlanan deneylerle incelenebilmektedir. 80'li yıllarda Taguchi, tüm parametreleri az sayıda deneyle incelemek için kısmi faktöriyel deney tasarımı yöntemine özel bir ortogonal dizi ve robust tasarımını dahil eden yeni bir yöntem geliştirmiştir. Bu yöntem, deneylerin tasarımını daha da basitleştiren ve standartlaştıran, faktör etkilerini test etmek için gerekli olan faktör kombinasyonlarının sayısını en aza indiren kuralları içermektedir (Taguchi 1987).

Taguchi metodolojisi

Taguchi metodolojisi, proses parametrelerinin belirlenmesiyle performans özelliklerini optimize ederek, sistem performansının varyasyon kaynaklarına duyarlılığını azaltmayı sağlamaktadır. Bu yöntem, süreç optimizasyonu ve verilen yanıtlar için optimal faktör

kombinasyonlarının tanımlanması için tasarlanmış ve deney yöntemlerinin tasarımında güçlü bir araç haline gelmiştir (Ross 1996). Taguchi ürün ya da sürecin performans karakteristiğini etkileyen faktörleri, kontrol ve gürültü faktörleri olmak üzere ikiye ayırır. Kontrol faktörleri, üretim işlemi sırasında belirtilen seviyelerde ayarlanabilen faktörlerdir. Gürültü faktörleri ise, bir deney sırasında seçilen seviyelerde (veya ayarlarda) sabitlenebilmekle beraber ürünün üretimi veya daha sonraki kullanımı sırasında belirlenemeyen faktörlerdir. Tam faktöriyel bir deney ile ilgili en genel problem, deneyi gerçekleştirmek için gerekli olan deneysel birim sayısının, faktör ve seviye sayısındaki artışla birlikte hızla artmasıdır. Maliyet ve zaman gibi kısıtlamalar nedeniyle çok sayıda deneyin yapılması özellikle mühendislik alanında mümkün olamamaktadır. Deneyler alternatif olarak, tüm işlem kombinasyonlarının sadece bir alt kümesi ile de yapılabilir. İlgili faktöriyel etkiler üzerinde çıkarımların yapılmasına izin veren ve bir dizi işlem kombinasyonu içeren deneysel stratejiye kesirli faktöriyeller denir. Ortogonal diziler, kesirli faktöriyel planların önemli bir sınıfıdır. Taguchi, kesirli faktöriyel deneylerin tasarlanmasına yardımcı olmak için özel bir ortogonal dizi oluşturmuştur. Bir Taguchi deneyinin verilerini analiz etmek için kullanılan teknikler, herhangi bir kesirli faktöriyel tasarım için kullanılan tekniklerle tamamen aynıdır. Taguchi deney tasarımının ilk adımı, değerlendirilmesi gereken parametre sayısını belirlemektir (Ross 1996). Kesirli faktöriyel ortogonal dizinin isimlendirilmesinde;

$$L_a(b^c) \quad (9)$$

ifadesi kullanılır. Burada, L: ortogonal dizi, a: deneysel çalışma sayısı, b: her bir faktör için seviye sayısı, c: faktör sayısını belirtir. Deney tasarımı için uygulama adımları;

1. Planlama (Projede yer alan amaçlar, faktörler vb. değerlendirilmesi)
2. Deney Tasarımı (Faktör ve seviyelerin seçimi)
3. Uygun ortogonal dizinin seçilmesi
4. Deneysel çalışmalar (Deney tasarımı temelinde gerçekleştirilir)
5. Sonuçların analiz edilmesi
6. Doğrulama deneyleri

Taguchi, deneylerde kullanılan parametrelerin bireysel etkilerini incelemek için kontrol faktörlerinin optimum seviyelerini seçmeyi ve ayrıca kontrol ve gürültü faktörleri arasındaki etkileşimi incelemeyi amaçlayan robuts tasarımını kullanmıştır. Robuts tasarımının temel prensibi, varyasyonları ortadan kaldırmadan, nedenlerin etkisini en aza indirerek bir ürünün kalitesini iyileştirmektir. Böylelikle, performans, çeşitli varyasyon nedenlerine karşı asgari düzeyde hassas hale getirilirken, ürün ve süreç tasarımları optimize edilir. Robust tasarımında kullanılan iki önemli araç:

- 1) Birçok tasarım faktörünü (parametreleri) aynı anda incelemek için kullanılan ortogonal dizinler.
- 2) Kaliteyi ölçen sinyal-gürültü oranıdır.

Ortogonal dizi

Taguchi deney tasarımı, deneyin tasarlanmasına yardımcı olmak için Ortogonal diziler kullanır. Ortogonal diziler, çok sayıda deneysel çalışmanın önüne geçmek ve faktörleri optimize etmek için kısa yollar sağlamak amacıyla kesirli faktöriyel deneyler yapılmasını mümkün kılar. Faktöriyel tasarımdan farklı olarak faktör seviyelerini teker teker değiştirmek yerine eş zamanlı olarak değiştirme yaparak deney sayısını azaltır. Ortogonal dizi, proseste dikkate alınan faktör ve düzeylerin sayısı ile belirlenir. Uygun ortogonal seçim deneydeki toplam serbestlik derecesine bağlıdır. Serbestlik derecesi ise, hangi seviyenin daha iyi olduğunu belirlemek için yapılması gereken proses parametreleri arasındaki karşılaştırmaların sayısı olarak tanımlanır (Ross 1996).

Sinyal-gürültü (S / N) oranı

Sinyal-gürültü (S/N) oranı en basit ifade ile ortalamanın standart sapmaya oranı olarak kabul edilmektedir. S/N oranı ile hem ortalama, hem de ortalamanın etrafındaki değişkenlik kontrol edilebilmektedir. İstenen performans yanıtına bağlı olarak üç standart S/N oranı türü vardır:

En düşük en iyi (sistem yanıtını olabildiğince küçültmek için)

$$S/N = -10 \log \left(\frac{1}{n} \sum_{k=1}^n y_i^2 \right) \quad (10)$$

Nominal en iyi (bir hedef etrafındaki değişkenliği azaltmak için)

$$S/N = 10 \log \left(\frac{\bar{y}^2}{s^2} \right) \quad (11)$$

En yüksek en iyi (sistem yanıtını olabildiğince büyütme için)

$$S/N = -10 \log \left(\frac{1}{n} \sum_{k=1}^n \frac{1}{y_i^2} \right) \quad (12)$$

S/N oranını tanımlayan eşitliklerde y_i : performans karakteristiği, i : gözlem değeri, n : 1 denemedeki test sayısı, $\bar{y}$: gözlem değerlerinin ortalaması, S^2 : gözlem değerlerinin varyansdır. S/N oranı büyüdükçe hedef etrafında ürün varyansı küçülmektedir. Her üç durumda da, amaç S/N oranını maksimize etmektir. Taguchi'ye göre, S/N oranlarının maksimize edilmesi, bir yandan sinyali arttırırken, diğer yandan da değişkenliği azaltmaktadır (Ross 1996). İdeal S/N oranının özellikleri şu şekilde sıralanmaktadır:

- 1) S/N oranı, gürültü faktörlerinden kaynaklanan bir sistemin yanıtındaki değişkenliği yansıtır.
- 2) S/N oranı, ortalamanın düzenlenmesinden bağımsızdır.
- 3) Karşılaştırmalı objektif olarak kullanılan S/N oranı göreceli kaliteyi ölçer.

S/N analizinin amacı, sonuçlar içindeki etki faktörlerinin varyasyonlarından en uygun çalışma koşullarını belirlemektir. Ayrıca, laboratuvar deneyleri yoluyla alan kalitesini tahmin etmek için de kullanılmaktadır (Taguchi 1987).

Varyans analizi (ANOVA)

DeneySEL sonuçların analizi için en yaygın kullanılan istatistiksel işlem, Varyans Analizi (ANOVA) dir. ANOVA, ürün tasarımındaki ortogonal dizi sonuçlarını analiz etmek ve kaliteyi etkileyen her bir faktörün varyasyona katkıda bulunma derecesini belirlemek için kullanılır. Taguchi ile yapılan deneyin varyans analizinde aşağıda belirtilen hesaplamalar takip edilir:

$$SS_T = SS_A + SS_B + SS_{AXB} + SS_e \quad (13)$$

$$SS_T = [\sum_{i=1}^N y_i^2] - \frac{T^2}{N} \quad (14)$$

$$SS_A = \left[\sum_{i=1}^{k_A} \left(\frac{A_i^2}{n_{A_i}} \right) \right] - \frac{T^2}{N} \quad (15)$$

$$SS_{AXB} = \left[\sum_{i=1}^c \frac{(AXB)_i^2}{n_{AXB_i}} \right] - \frac{T^2}{N} - SS_A - SS_B \quad (16)$$

Eşitliklerde, SS_T : genel kareler toplamı, SS_A : A faktörünün kareler toplamı, SS_B : B faktörünün kareler toplamı, SS_{AXB} : A ve B faktörünün etkileşimli kareler toplamı, SS_e : hata kareler toplamı, N: toplam gözlem sayısı, y_i : i. gözlem, T: tüm gözlemlerin toplamı, k_A : A faktörünün seviye sayısı, A_i : i seviyesindeki gözlemlerin toplamı, n_{A_i} : i seviyesindeki gözlem sayısı, c: etkileşimli faktörlerin kombinasyon sayısı, $(AXB)_i$: A ve B faktörlerinin i. koşul altındaki veriler toplamını ifade etmektedir.

Varyans hesabının yapılabilmesi için aşağıdaki eşitlikler dikkate alınarak her bir faktörün serbestlik derecesi hesaplanır:

$$f_T = f_A + f_B + f_{AXB} + f_e \quad (17)$$

$$f_A = k_A - 1 \quad (18)$$

$$f_{AXB} = f_A \cdot f_B \quad (19)$$

$$f_T = N - 1 \quad (20)$$

Eşitliklerde, f_T : Deneyin toplam serbestlik derecesi, f_A : A faktörünün serbestlik derecesi, f_B : B faktörünün serbestlik derecesi, f_{AXB} : karşılıklı etkileşimin serbestlik derecesi, f_e : hata serbestlik derecesi, k_A : A faktörünün seviye sayısı, N: deney sayısını belirtir. Bir deneyin toplam serbestlik derecesi ortogonal dizideki deney sayısının 1 eksisidir.

Varyans değeri hesaplanırken varyans analizi tabloları kullanılmaktadır. Her bir faktörün varyansı faktörlerin serbestlik derecesine oranıdır.

$$V_A = \frac{SS_A}{f_A} \quad (21)$$

$$V_e = \frac{SS_e}{f_e} \quad (22)$$

Eşitliklerde V_A : A faktörünün varyansı, V_e : hata faktörünün varyansını belirtir. Varyans değeri hesaplandıktan sonra faktörlerin önem derecelerinin belirlenmesi için F testi yapılır.

$$F_A = \frac{V_A}{V_e} \quad (23)$$

Eşitlikte, F_A : A faktörüne ait F değerini belirtir. ANOVA tamamlandıktan sonra faktörlerin varyasyonu azaltmadaki katkı yüzdesi belirlenir.

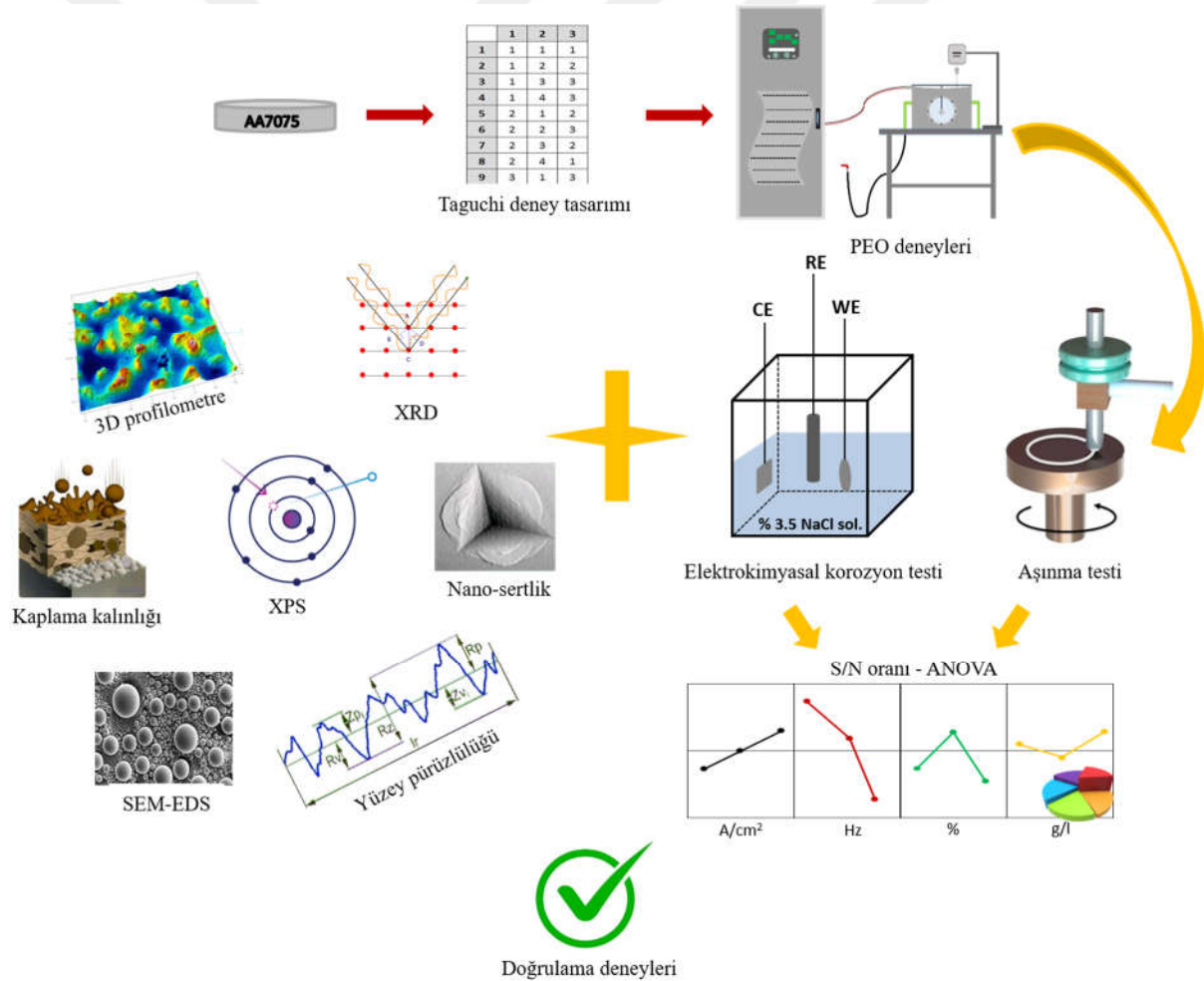
$$SS'_A = SS_A - (V_e) \cdot (V_A) \quad (24)$$

$$P = \frac{SS'_A}{SS_T} \times 100 \quad (25)$$

Eşitliklerde, SS'_A : A faktörünün net kareler toplamı, P: deneye katkı yüzdesini belirtir (Krishnaiah and Shahabudeen 2012).

MATERYAL VE YÖNTEM

AA7075 alaşımlarının aşınma ve korozyon dirençlerinin iyileştirilmesi amacıyla gerçekleştirilen deneysel çalışmaların akış şeması Şekil 19’da gösterilmiştir. Malzeme seçimi ve deney öncesi metalografik hazırlıkların ardından Taguchi deney tasarım yöntemi ile proseste kullanılacak parametreler belirlenmiş ve PEO kaplama deneyleri gerçekleştirilmiştir. PEO kaplamaların mikroyapı karakterizasyonu ve morfolojik özelliklerinin belirlenmesinin yanı sıra kaplama kalınlığı, pürüzlülük ve sertlik ölçümleri yapılmıştır. Daha sonra her bir deney numunesinin ikişer set olmak üzere korozyon ve aşınma testleri gerçekleştirilmiştir. Tüm test ve analizlerin sonuçları incelenerek, en iyi korozyon direnci ve aşınma oranı için optimize edilen parametre/seviye kombinasyonlarında doğrulama deneyleri yapılmıştır.



Şekil 19. Deneysel çalışma akış şeması

Taban Malzeme Seçimi

Deneysel çalışmalarda taban malzeme olarak kimyasal kompozisyonu Tablo 4’te verilen AA7075 alaşımları kullanılmıştır. “*Onat Alüminyum San. Tic. A.Ş*” firmasından temin

edilen alařım, tel erezyon cihazı kullanılarak 25 mm ap ve 4 mm kalınlığında paralara ayrılmıřtır. Kaplama yapılacak yzeyler sırasıyla 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500 ve 2000 numaralı zımparalar ile $R_a \sim 0,15 \mu\text{m}$ przllk deęerine ulařılana kadar parlatılmıřtır. Taban malzeme ve kaplamaların przllk lmleri řekil 20’de gsterilen “*Mahr Perthometer M2*” yzey profilometre cihazı kullanılarak llmřtr.

Tablo 4. AA7075 Alařımının Kimyasal Kompozisyonu

<i>Alařım Elementi</i>	<i>Zn</i>	<i>Mg</i>	<i>Cu</i>	<i>Fe</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Cr</i>	<i>Ti</i>	<i>Al</i>
% Aęırlık	5,1-6,1	2,1-2,9	1,2-2,0	0,5	0,4	0,3	0,18-0,28	0,2	Kalan



řekil 20. Yzey profilometre cihazı

Taguchi Deney Tasarımı

Mevcut alıřmada, Taguchi deney tasarım yntemi esas alınarak, PEO sisteminin kontrol edilebilir parametreleri olan “akım yoęunluęu, frekans, grev dngs ve elektrolit konsantrasyonunun”  faklı seviyesinin, kaplamanın korozyon ve ařınma direnci zerine etkileri incelemiřtir.  seviyeli drt faktrn etkilerinin incelenmesi iin gerekleřtirilmesi gereken deney sayısının hesaplanmasında;

$$f_A = 3 - 1 = 2 \quad (26)$$

$$f_B = 3 - 1 = 2 \quad (27)$$

$$f_C = 3 - 1 = 2 \quad (28)$$

$$f_D = 3 - 1 = 2 \quad (29)$$

$$f_T = N - 1 \quad (30)$$

Eşitlikleri kullanılmıştır. Burada f: faktör, A: akım yoğunluğu, B: frekans, C: görev döngüsü, D: elektrolit konsantrasyonu, T: toplam faktör ve N: deney sayısını belirtmektedir. Eşitliklerden “N” değeri 9 olarak hesaplanmış ve ortogonal dizi $L_9(3^4)$ olarak seçilmiştir. Taguchi deney tasarımı yöntemine göre belirlenen ve kaplama prosesinde kullanılan parametre ve seviyelere ait bilgiler Tablo 5’te, $L_9(3^4)$ ortogonal deney dizi planı ise Tablo 6’da verilmiştir.

Tablo 5. PEO Kaplama Prosesinde Kullanılan Parametre ve Seviyeler

		<i>Seviyeler</i>		
	<i>Parametreler</i>	1	2	3
A	Akım yoğunluğu (A/cm^2)	0,1	0,2	0,4
B	Frekans (Hz)	100	500	1000
C	Görev Döngüsü (%)	10	20	40
D	Elektrolit Konsantrasyonu (g/l)	4	8	16

Tablo 6. PEO Kaplama Prosesinde Kullanılan $L_9(3^4)$ Ortogonal Dizi Deney Planı

Deney Kodu	Kontrol Edilebilir Parametre ve Seviyeler			
	<i>Akım Yoğunluğu (A/cm^2)</i>	<i>Frekans (Hz)</i>	<i>Görev Döngüsü (%)</i>	<i>Elektrolit Kompozisyonu (g/l)</i>
R1	1	1	1	1
R2	1	2	2	2
R3	1	3	3	3
R4	2	1	2	3
R5	2	2	3	1
R6	2	3	1	2
R7	3	1	3	2
R8	3	2	1	3
R9	3	3	2	1

Plazma Elektrolitik Oksidasyon (PEO) İşlemi

Mevcut çalışmada, AA7075 alaşımlarının korozyon ve aşınma dirençlerinin iyileştirilmesi amacıyla yüzeylerinde oksit kaplamalar büyütülmesi için “*Faraday Elektronik*” tarafından üretilen ve Şekil 21’de gösterilen PEO sistemi kullanılmıştır. Ayrıca, elektrolit içeriğinde kullanılmak üzere, Şekil 22’de gösterilen “*PURE LAB flex*” ultra saf su cihazından yararlanılmıştır.



Şekil 21. Plazma Elektrolitik Oksidasyon ünitesi



Şekil 22. Ultra saf su cihazı

Kaplama işlemleri aşağıda belirtilen adımlar izlenerek gerçekleştirilmiştir:

- ✓ Kaplamaların büyütülmesi için, içeriğinde 1g/l KOH (potasyum hidroksit) ve Taguchi deney tasarım yöntemine göre belirlenen üç farklı konsantrasyonda Na_2SiO_3 (sodyum metasilikat) bulunan elektrolitler kullanılmıştır. Değişken konsantrasyonlardaki üç farklı elektrolitin pH ve iletkenlik ölçümleri yapılmıştır.
- ✓ PEO işleminde taban malzeme “anot”, paslanmaz çelik elektrolizör ise “katot” olarak seçilmiştir.

- ✓ Kaplama işlemleri, çift kutuplu darbeli mod ve sabit çalışma süresinde (10 dk) yapılmıştır.
- ✓ Homojen dağılımın sağlanması amacıyla elektrolit, işlem sürecince bir karıştırıcı yardımıyla karıştırılmıştır.
- ✓ Elektrolizörün cidarlarından geçirilen soğuk su vasıtasıyla elektrolitin sıcaklığı $<40^{\circ}\text{C}$ 'de tutulmuştur.
- ✓ Her bir deney, sinyal/gürültü (S/N) analizi sonuçlarının güvenilirliğini sağlamak için 2'si korozyon 2'si de aşınma testlerinde kullanılmak üzere 4'er kez tekrar edilmiştir.
- ✓ Kaplama işlemi sonrasında tüm numuneler saf su ve alkolle temizlenip kurutularak aşınma ve korozyon deneyi öncesi desikatörde muhafaza edilmiştir.

XRD Analizi

AA7075 alaşımları üzerine büyütülen PEO kaplamaların yapısal analizleri Şekil 23'te gösterilen "*PANalytical Empyrean*" cihazı ile incelenmiştir.



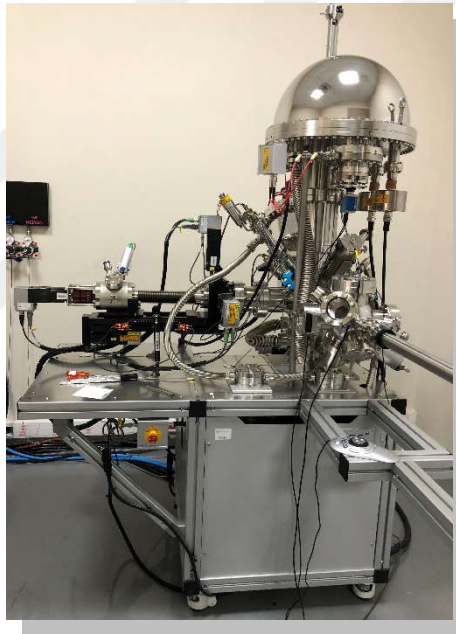
Şekil 23. X ışını difraktometresi (XRD)

Kaplamaların XRD ölçümleri, Cu-K α kaynağından $\lambda=1,54059$ Å dalga boyu, $10-90^{\circ}$ tarama aralığı, $0,02$ derece/sn tarama hızı, $0,1$ tarama adımı ve $1,5^{\circ}$ grazing açısında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen yansıma pikleri "*PANalytical XPert-High Score Plus*" programı kullanılarak belirlenmiş ve mevcut JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) dosyası ile karşılaştırılmıştır.

XPS Analizi

PEO işlemi ile büyütülen kaplamaların XPS analizleri Şekil 24'te gösterilen “*Specs-Flex XPS*” cihazı ile incelenmiştir.

10^{-9} mbar basınçta (UHV) gerçekleştirilen XPS analizlerinde X-ışını kaynağı olarak Al K α (1486,71 eV) monokromatik anot kullanılmıştır. Ayrıca ölçümler geniş tarama ve yüksek çözünürlüklü kısmi tarama olmak üzere iki farklı şekilde uygulanmıştır. Elementel analiz için alınan geniş tarama, 100 eV sabit geçiş enerjisi altında ve 1 eV aralıklarda gerçekleştirilmiştir. Kimyasal bağ ve stokiometrilere belirlenmesinde kullanılan yüksek çözünürlüklü taramalar ise 50 eV geçiş enerjisi ve 0,1 eV aralıklarda kaydedilmiştir. Kısmi taramalarda Al 2p, O 1s ve Si 2p ye karşılık gelen XPS pikleri, bağlanma enerjisi 284,6 eV olan C 1s piki referans alınarak incelenmiştir.



Şekil 24. XPS cihazı

SEM-EDS Analizi

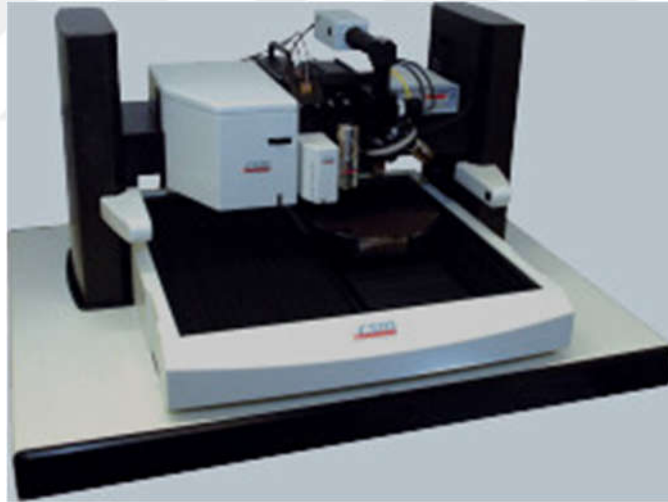
AA7075 alaşımları üzerine büyütülen oksit kaplamaların yüzey morfolojileri, kesit morfolojileri ve elementel analizleri Şekil 25'te gösterilen “*Zeiss Sigma 300*” SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) cihazı kullanılarak incelenmiştir. Ayrıca kaplamaların kalınlık değerleri, kesit morfolojileri üzerinden her bir kaplama için 5'er ölçümün ortalaması alınarak belirlenmiştir.



Şekil 25. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM-EDS)

Nano-Sertlik Ölçümleri

AA7075 alaşımları üzerine PEO yöntemi ile büyütülen kaplamaların nano-sertlik ölçümleri ODTÜ Merlab bünyesinde bulunan ve Şekil 26’da gösterilen “*CSM*” nano-mekanik test cihazı ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 26. Nano-mekanik test cihazı

Kapamaların parlatılmış yan yüzeylerine sabit 20 mN yük uygulanarak Berkovich ucun batma derinliği ölçülmüştür. Her bir kaplama için 5’er kez tekrar edilen ölçümlerin ortalamaları alınmış ve sertlik değerleri Oliver-Pharr metoduna göre hesaplanmıştır (Oliver and Pharr 1992).

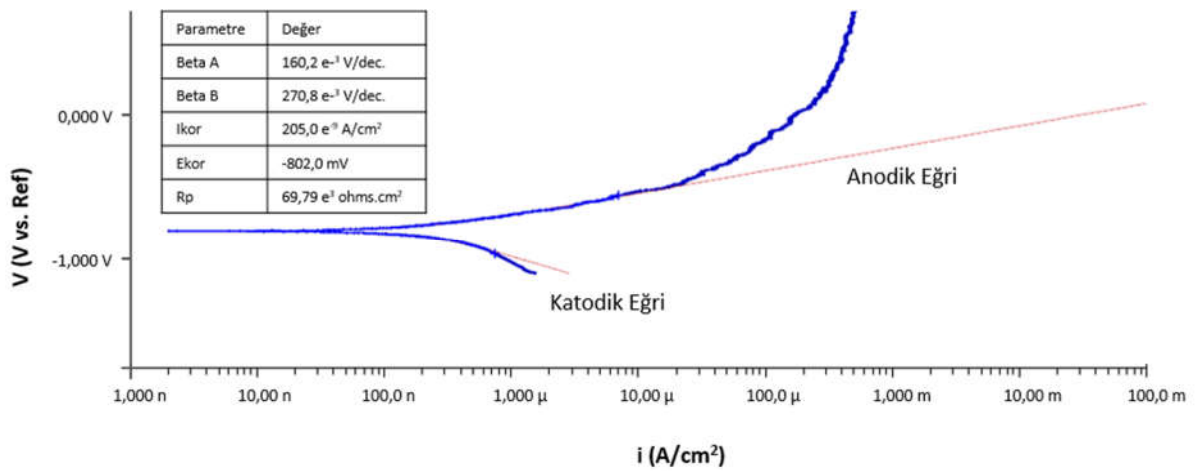
Korozyon Deneyleri

Taguchi deney tasarım yöntemi kullanılarak büyütülen PEO kaplamaların korozyon deneyleri oda sıcaklığında %3,5’lik NaCl çözeltisi içerisinde, Şekil 27’de gösterilen “*Gamry PCI14/750*” potansiyostat/galvanostat cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 27. Potansiyostat/galvanostat cihazı

Polarizasyon ölçümleri Ag/AgCl (RE, referans elektrot), platin tel (CE, karşıt elektrot) ve deney numunesi (WE, çalışma elektrodu) kullanılarak üç elektrot tekniğine göre yapılmıştır. Korozyon testi öncesinde her bir deney numunesinin incelenecek yüzeyler dışında kalan tüm kısımlar soğuk bakalit ile yalıtılmıştır. Deney öncesi numuneler açık devre potansiyeline (OCP) ulaşana kadar elektrolit içerisinde bekletilmiştir. Elektrolitik dengenin sağlanmasının ardından açık devre potansiyeline göre -0.3V katodik potansiyel ile 3V anodik potansiyel aralığında 1mV.sn^{-1} 'lik tarama hızı ile polarizasyon işlemi yapılmıştır. Korozyon testinin ardından tüm numuneler yüzeylerindeki korozyon ürünlerinden arındırılmak amacıyla ultrasonik olarak temizlenmiştir. Korozyon işlemi sonrası, kaplamaların i_{kor} (korozyon akımı yoğunluğu) ve E_{kor} (korozyon potansiyeli) değerleri, polarizasyon eğrileri üzerinde Tafel ekstrapolasyon yöntemine göre belirlenen anodik ve katodik eğrilerin doğrusal kısımlarının kesişiminden hesaplanmıştır. Gamry Echem Analyst yazılımı kullanılarak örnek bir numune için belirlenen anodik ve katodik eğriler ve bu eğrilerden hesaplanan bazı korozyon değerleri Şekil 28’de verilmiştir.



Şekil 28. Polarizasyon eğrilerinin belirlenmesi

Kaplamaların korozyon direnci (R_p) değerleri Eşitlik 31’de verilen “Stern-Geary” denkleminde göre belirlenmiştir. Elde edilen R_p değerleri “*Minitab*” programında

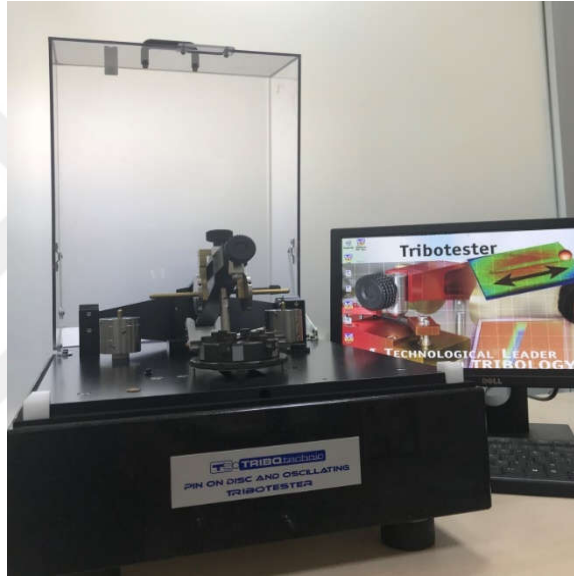
değerlendirilerek, “*en büyük en iyi*” S/N oranına göre optimum çalışma şartları belirlenmiş ve ardından “*RK*” kodu verilen doğrulama deneyi yapılmıştır.

$$R_p = \frac{\beta_a \times \beta_c}{2.303 \times i_{kor} \times (\beta_a + \beta_c)} \quad (31)$$

Eşitlikte R_p : korozyon direnci, β_a : anodik tafel eğrisinin eğimi, β_c : katodik tafel eğrisinin eğimi ve i_{kor} : korozyon akım yoğunluğunu belirtmektedir.

Aşınma Deneyleri

Taguchi deney tasarım yöntemi kullanılarak AA7075 alaşımları üzerine büyütülen PEO kaplamaların aşınma deneyleri Şekil 29’da gösterilen “*TRIBO technic Pin-on-Disc*” cihazı ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 29. Pin-on-disk aşınma cihazı

Kaplamaların aşınma deneylerinde aşındırıcı (pin) olarak tungsten karbür (WC-Grade 10-18 GPa) bilye kullanılmıştır. Kaplamaların sürtünme/aşınma deneylerinde kullanılan test parametreleri Tablo 7’de verilmiştir.

Tablo 7. Sürtünme/aşınma Test Parametreleri

<i>Parametre</i>	<i>Deney Şartları</i>
Uygulanan yük (N)	2
Hız (mms ⁻¹)	100
İz çapı (mm)	8
Ortam	Hava
Sıcaklık (°C)	18-20
İzafi nem (%RH)	45-55
Süre (sn)	1200
Mesafe (m)	120
Bilye çapı (mm)	6

Pin-on-disk cihazı kullanılarak yapılan aşınma deneyleri sonrası elde edilen sürtünme/zaman eğrilerinden kaplamaların sürtünme katsayıları hesaplanmıştır. Aşınma deneyi sonrasında PEO kaplamaların aşınma profilleri ve profilin kesit alanı ETÜ YUTAM bünyesinde bulunan ve Şekil 30’da gösterilen “*Bruker-Contour GT*” 3D optik profilometre cihazı ile belirlenirken, WC bilyenin aşınma izleri ise Şekil 31’de gösterilen “*Nikon Eclipse LV150*” mikroskop ile incelenmiştir.



Şekil 30. 3D optik profilometre cihazı



Şekil 31. Optik mikroskop

Aşınma profilinin iz boyunca aynı kesitte olduğu varsayılarak aşağıda belirtilen eşitliklere göre kaplamaların hacimsel aşınma oranı hesaplanmıştır:

$$V_{A \text{ oranı}} = \frac{V_{\text{kaplama}}}{W \times L} \quad (32)$$

$$V_{\text{kaplama}} = F_{\text{kaplama}} \times \pi \times D \quad (33)$$

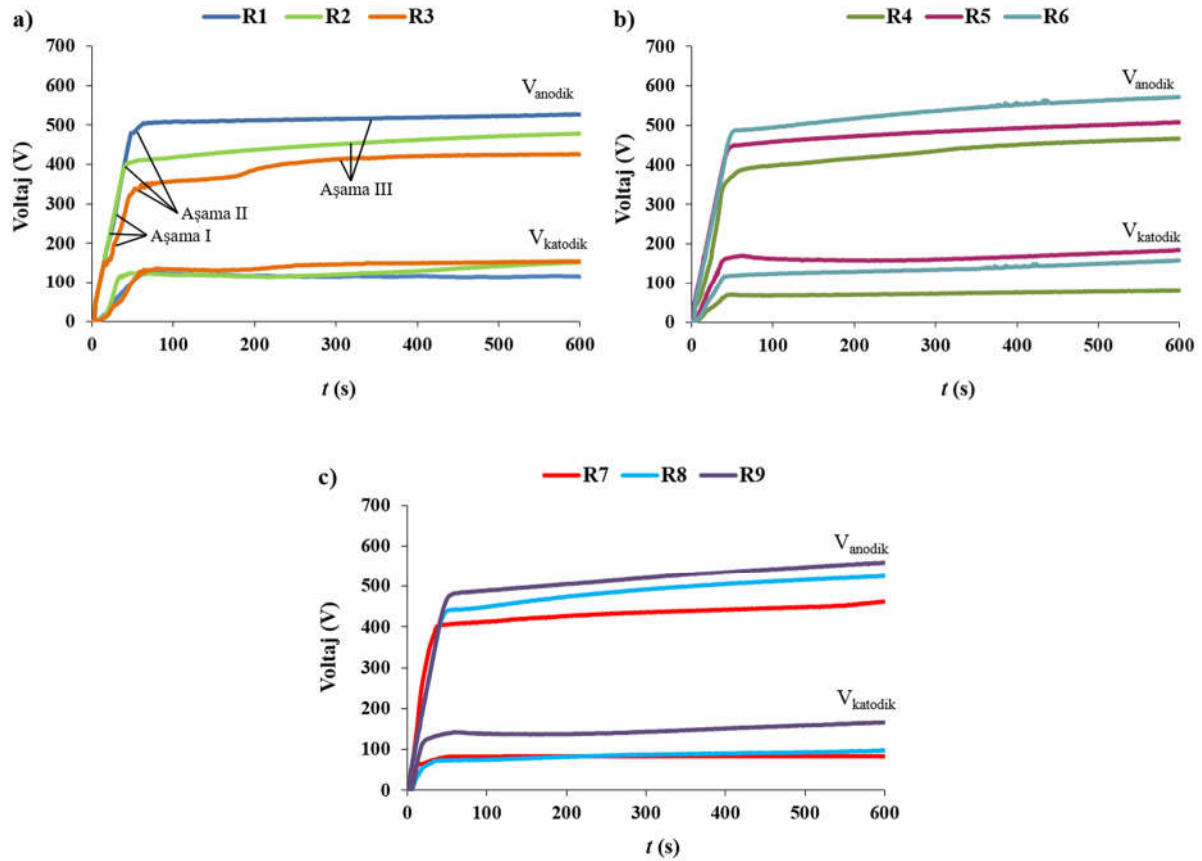
Eşitliklerde, VA oranı: Hacimsel aşınma oranı (mm^3/Nm), Vkaplama: Kaplamanın aşınma hacmi (mm^3), Fkaplama: Profilometre ile alınan aşınma profil kesit alanı (mm^2), πD : Aşınma izinin çevresi (m), W: Uygulanan yük (N), L: Aşınma mesafesini (m) belirtmektedir. Elde edilen VAoranı değerleri “Minitab” programında değerlendirilerek, “en küçük en iyi” S/N oranına göre optimum çalışma şartları belirlenmiş ve ardından “RA” kodu verilen doğrulama deneyi yapılmıştır.



ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

Voltaj/Zaman Eğrileri

Taguchi deney tasarım yöntemine göre belirlenen parametre ve seviyelerde AA7075 alaşımları üzerine büyütülen PEO kaplamaların voltaj/zaman grafikleri Şekil 32’de, kırılma ve maksimum voltaj değerleri Tablo 8’de verilmiştir.



Şekil 32. PEO kaplamaların voltaj/zaman eğrileri

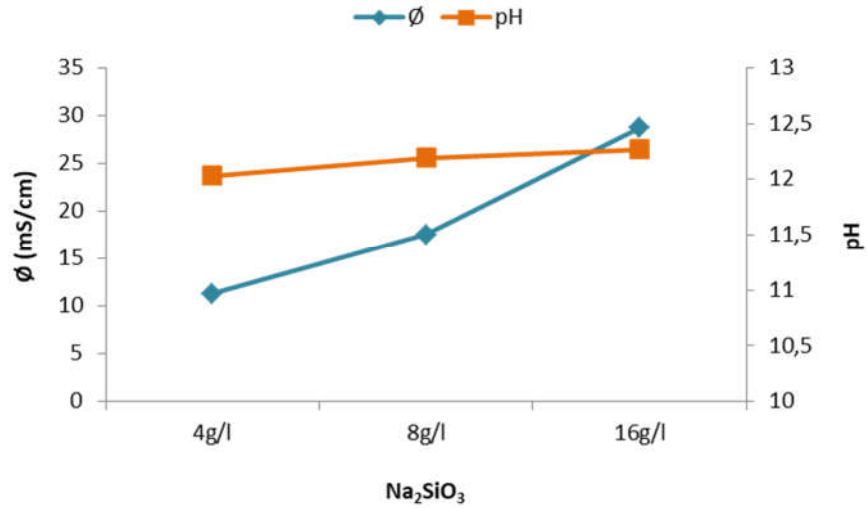
PEO işlemine ait voltaj/zaman eğrilerinde, Şekil 32-a’da ayrıntılı olarak gösterilen üç ardışık aşamanın meydana geldiği görülmüştür. İlk aşamada, metal yüzeyinde pasif oksit film tabakası oluşur ve deşarj olayları henüz başlamadığı için voltaj değerinde işlem süresi ile birlikte hızlı bir artış gözlenir. Voltajda meydana gelen bu ani yükselme oranı tüm süreç boyunca en hızlı olanıdır. İkinci aşamada, oksit filmin dielektrik bozulmasına karşılık gelen kırılma voltajına ulaşılır ve numune yüzeyini eşit şekilde kaplayan beyaz renkli çok sayıda mikro-deşarj meydana gelir. Süreç ilerledikçe popülasyonları azalan mikro-deşarjlar, kaplama yapısında hasara neden olabilen daha güçlü etkiye sahip olur ve üçüncü aşamada görüldüğü üzere voltajdaki artış hızı düşer.

Tablo 8. PEO Kaplamaların Kırılma ve Maksimum Voltaj Değerleri

<i>Deney Kodu</i>	<i>Kırılma voltajı (V)</i>	<i>Maksimum voltaj (V)</i>
R1	480	527
R2	398	479
R3	327	426
R4	353	467
R5	449	509
R6	487	571
R7	405	461
R8	442	525
R9	476	559

Akım yoğunluğunun voltaj/zaman eğrileri üzerindeki etkisi incelendiğinde, seviyedeki artışa bağlı olarak ($R1-R2-R3$ $0,1A/cm^2$, $R4-R5-R6$ $0,15A/cm^2$, $R7-R8-R9$ $0,2A/cm^2$) kırılma voltajı ve maksimum gerilim değerlerinde yükselme gözlenmiştir. Yapılan bir araştırmada önerilen teorik modele göre, akım yoğunluğu ne kadar yüksek olursa mikro-deşarj oluşumu o kadar erken başlar ve uygulanan voltaj değerindeki artış o kadar hızlı hale gelir (Zhang *et al.* 2017). PEO kaplamaların voltaj/zaman eğrilerinin incelendiği birçok çalışmada, akım yoğunluğundaki artışın, kırılma ve maksimum voltaj değerlerini arttırdığı bildirilmiştir (Dehnavi *et al.* 2015; Xiang *et al.* 2016; Zhang *et al.* 2017).

Taguchi deney tasarımına göre seçilen bir diğer parametre, kaplamaların voltaj/zaman eğrilerinde etkin bir rol oynayan görev döngüsüdür. Farklı görev döngülerinde büyütülen kaplamaların voltaj/zaman eğrilerini inceleyen birçok çalışmada, yüksek görev döngülerinde büyütülen kaplamaların kırılma ve maksimum voltaj değerlerinin azaldığı belirtilmiştir (Dehnavi *et al.* 2013; Dehnavi *et al.* 2015; Lee *et al.* 2020). Mevcut tez çalışmasında da, görev döngüsündeki artışın ($R1-R6-R8$ %10, $R2-R4-R9$ %20, $R3-R5-R7$ %40), kaplamaların kırılma ve maksimum voltaj değerlerinde belirgin bir azalmaya neden olduğu tespit edilmiştir. Tablo 8 incelendiğinde en düşük görev döngüsünde büyütülen kaplamaların voltaj değerlerinin diğer kaplamalara nispeten yüksek aralıklarda olduğu görülebilir. Diğer bir kaplama parametresi olan frekanstaki artışın ise ($R1-R4-R7$ 100Hz, $R2-R5-R8$ 500Hz, $R3-R6-R9$ 1000Hz) yapılan araştırmalar ile benzer şekilde, voltaj değişiminde kısmi bir artışa yol açtığı ancak etkin bir rol oynamadığı belirlenmiştir (Dehnavi *et al.* 2015). Kaplamaların kırılma voltajı ve maksimum gerilim değerlerinde aktif rol üstlenen bir diğer parametre elektrolit konsantrasyonudur (Monfort *et al.* 2007). Konsantrasyondaki değişimin, elektrolit pH ve iletkenliği üzerindeki etkisi Şekil 33'te verilmiştir.



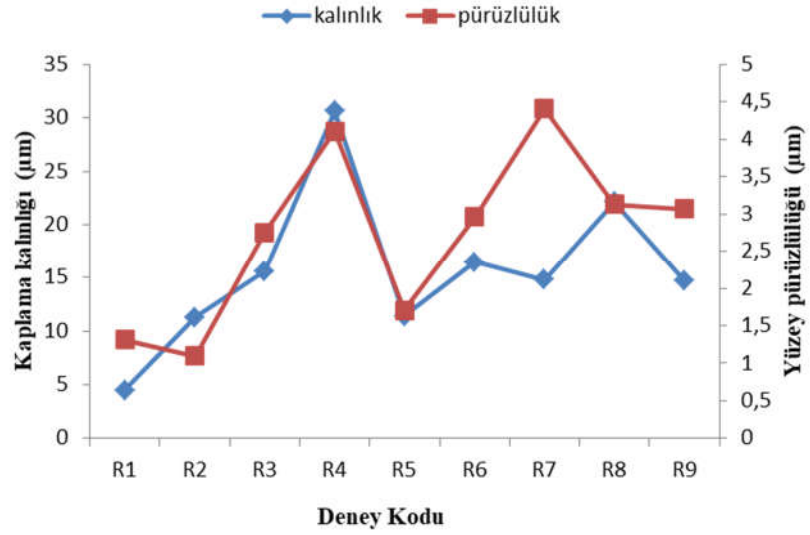
Şekil 33. PEO işlemin kullanılan elektrolitlerin pH ve iletkenlik değişimi

Sabit miktar (1 g/l) KOH ve üç farklı konsantrasyonda (4-8-16 g/l) Na₂SiO₃ içeren elektrolitler kullanılarak büyütülen PEO kaplamaların (R1-R4-R7 4g/l, R2-R5-R8 8g/l, R3-R6-R9 16g/l), elektrolit konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak pH ve iletkenlik değerinin arttığı tespit edilmiştir. Elektrolit iletkenliğinin artması, direncin yükselmesine sebep olur ve bu durum kaplamaların kırılma ve maksimum voltaj değerlerini doğrudan etkiler. Düşük konsantrasyonlu elektrolitler kullanılarak yapılan çalışmalarla benzer şekilde, iletkenliğin azalması nedeniyle deşarjların meydana gelebilmesi için daha yüksek voltaj değerlerine ulaşılmıştır (Khan *et al.* 2010; Sah *et al.* 2011).

PEO kaplamaların kırılma ve maksimum voltaj değerlerinin incelenmesi sonucunda özellikle görev döngüsü ve elektrolit konsantrasyonunun etkin parametreler olduğu belirlenmiştir. Voltaj değerlerindeki değişimin hiyerarşik bir düzene sahip olmamasının sebebi, değişken parametrelerin birbirleriyle olan etkileşimi ile ilişkilendirilmiştir.

Kaplama Kalınlığı ve Yüzey Pürüzlülüğü

Taguchi deney tasarım yönteminde L₉(3⁴) ortogonal deney dizi planı esas alınarak, AA7075 alaşımları üzerine büyütülen PEO kaplamaların kalınlık ve yüzey pürüzlülüğü grafiği Şekil 34’te, elde edilen değerler ise Tablo 9’da verilmiştir. Ayrıca seçilen görev döngüsünün frekans değerine oranı olarak tanımlanan pozitif ve negatif açık darbe süreleri Tablo 10’da listelenmiştir.



Şekil 34. PEO kaplamaların kalınlık ve pürüzlülük grafiği

Tablo 9. PEO Kaplamaların Kalınlık ve Yüzey Pürüzlülüğü Değerleri

Deney Kodu	Kaplama kalınlığı (µm)	Yüzey pürüzlülüğü (µm)
R1	4,48 ± 0,93	1,307 ± 0,2
R2	11,26 ± 2,07	1,098 ± 0,2
R3	15,61 ± 2,27	2,752 ± 0,3
R4	30,64 ± 3,00	4,111 ± 0,3
R5	11,41 ± 1,57	1,702 ± 0,2
R6	16,48 ± 2,48	2,961 ± 0,3
R7	14,76 ± 1,52	4,411 ± 0,3
R8	22,09 ± 3,38	3,131 ± 0,3
R9	14,75 ± 1,76	3,068 ± 0,2

PEO yöntemi kullanılarak alüminyum alaşımları üzerine oksit kaplamalar büyütülmesi ile ilgili yapılan araştırmalarda, kaplama kalınlığının birçok parametreden eş zamanlı olarak etkilendiği belirtilmiştir (Monfort *et al.* 2007; Dehnavi *et al.* 2015; Xiang *et al.* 2016; Zhang *et al.* 2017). Şekil 34 ve Tablo 9 incelendiğinde, konsantre elektrolit (16 g/l Na_2SiO_3) kullanılarak büyütülen kaplamaların kalınlık değerlerinin, aynı akım yoğunluğunda büyütülen diğer kaplamalara nispeten daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca en düşük kaplama kalınlığı değeri, düşük akım yoğunluğu (0,1 A/cm²) ve seyreltik elektrolit (4 g/l Na_2SiO_3) kullanılarak büyütülen R1 deneyinde elde edilmiştir. Dolayısıyla, kaplamaların kalınlık değerinin yükselmesinde, akım yoğunluğu ve elektrolit konsantrasyonundaki artışın önemli iki etken olduğu söylenebilir.

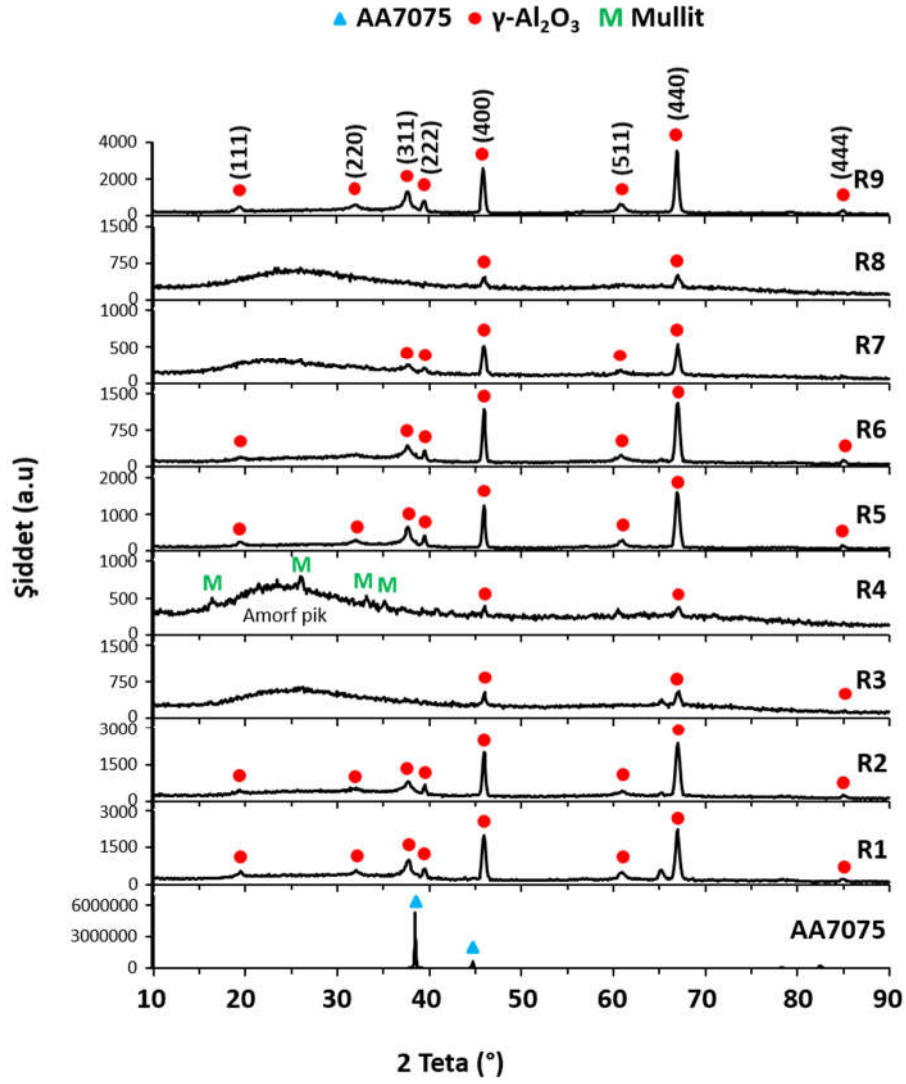
Tablo 10. PEO İşlemi Süresince Kaplamalara Uygulanan Pozitif ve Negatif Açık Darbe Süreleri

<i>Deney Kodu</i>	<i>t_{on}^+: pozitif açık darbe süresi</i> (μs)	<i>t_{on}^-: negatif açık darbe süresi</i> (μs)
R1	1000	1000
R2	400	200
R3	400	100
R4	2000	1000
R5	800	200
R6	100	100
R7	4000	1000
R8	200	200
R9	200	100

PEO kaplamalarda genel olarak, kalınlık ve pürüzlülük değerleri orantılı olarak değişmektedir. Bu durumun nedeni, PEO işlemi gören numunelerde kalınlık değeri arttıkça yüzeydeki oksit tabakanın kırılması ve taban malzeme ile iletimin sağlanması için daha büyük deşarjların oluşma gerekliliğidir. Deşarj boyutlarının artması daha büyük gözenekler oluşturduğundan yüzey pürüzlülüğü de doğru orantılı olarak artmaktadır. Ancak R1 ve R7 şartlarında büyütülen kaplamalar özel olarak incelendiğinde, düşük kalınlığa sahip olmalarına rağmen pürüzlülük değerlerinin arttığı görülmüştür. Bu durum ise darbe süresi ile ilgilidir. Tablo 10’da görüldüğü gibi frekanstaki azalma ve görev döngüsündeki artışla birlikte darbe yoğunluğunda yükselme meydana gelmektedir. Darbe süresindeki artış, oluşan deşarjların yoğunluğunu ve yüzeyde kalma süresini arttırdığından dolayı daha derin gözeneklerin oluşmasına ve pürüzlülüğün artmasına sebep olur (Kharanagh *et al.* 2014; Dehnavi *et al.* 2015). Ayrıca yüksek darbe yoğunluğu ileri konularda daha ayrıntılı olarak ele alınacak olan iyonik göç mekanizmasını tetikleyerek kaplamanın faz yapısını da önemli ölçüde etkilemektedir.

XRD Analizleri

Gözenekli yapıda olan PEO kaplamalardan X-ışınlarının kolaylıkla taban malzemeye nüfuz etmesi ve AA7075 alaşımından gelen güçlü piklerin daha yoğun tespit edilmesi nedeniyle kaplamalara grazing geliş açılı XRD (GAXRD) ölçümleri uygulanmıştır. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların GAXRD ölçümleri Şekil 35’te verilmiştir.



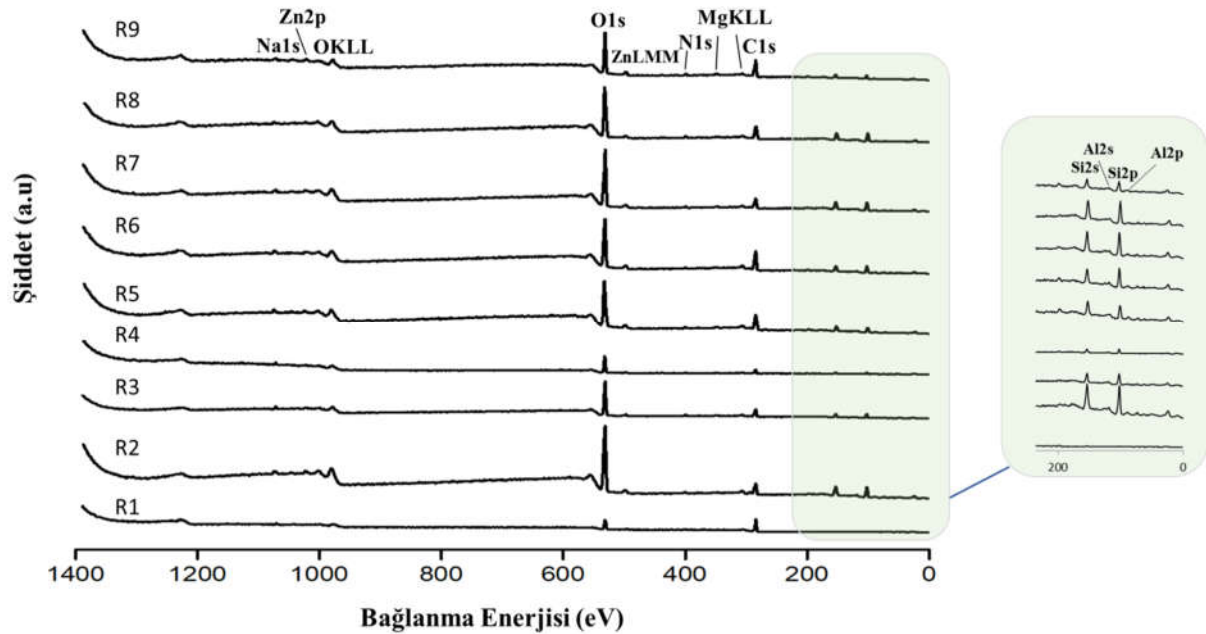
Şekil 35. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların XRD grafikleri

PEO işlem süresince deşarj kanallarından atılan ergimiş alüminyumun elektrolitle teması sonrasında hızlı katılaşması, yarı kararlı γ - Al_2O_3 faz oluşumunu destekler (Cheng *et al.* 2013; Sharma *et al.* 2017). PEO kaplamaların Şekil 35'te gösterilen XRD ölçümleri incelendiğinde, taban malzemeden gelen herhangi bir difraksiyon pikine rastlanmamış ve temel faz olarak γ - Al_2O_3 'ün oluştuğu gözlenmiştir (JCPDS Card #00-029-0063). Özellikle seyreltik elektrolit kullanılan R1, R5 ve R9 deney şartlarında $2\theta=66,7^\circ$ ve $2\theta=45,7^\circ$ de yansıyan γ - Al_2O_3 (400) ve (440) difraksiyon piklerinin şiddetinin arttığı tespit edilmiştir. Şekil 35'te görülebileceği gibi R3, R4 ve R8 deneylerinde, γ - Al_2O_3 fazının yanı sıra amorf fazların ($2\theta=15$ - 35°) varlığı gözlenirken, R4 saptanabilir mullit içermektedir (JCPDS Card #00-015-0776) (Aliramezani *et al.* 2017). Kaplamalarda gözlenen amorf fazların hem alümina hem de silika içeren kimyasal bileşime sahip olması mümkündür. Mullit, farklı Al/Si oranlarına sahip Al, Si ve O atomlarından oluşan katı bir çözüldür ve $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ bileşiği mullitin bir çeşididir (Wang *et al.* 2020 c). Bu fazın oluşma nedeni, elektrolit konsantrasyonunun artmasıyla kaplama

büyümesinde iyonik göç mekanizmasının daha etkin hale gelmesi ve elektrolit içeriğinde bulunan Si atomlarının kaplama yapısına daha fazla dâhil olması ile açıklanmıştır (Wang *et al.* 2009; Sharma *et al.* 2017). Daha önce Tablo 9’da belirtildiği üzere, konsantre elektrolitler kullanılarak büyütülen kaplamaların kalınlık değerleri, hızlı katılaşmadan dolayı daha yüksek aralıklardadır. Yapılan çalışmalarda, yüksek konsantrasyona sahip silikatlı elektrolit kullanılarak büyütülen kaplamalarda amorf faz ve yüksek gözeneklilik oluşumunun mekanik özellikleri zayıflatıldığı bildirilmiştir (Yerokhin *et al.* 1998; Yerokhin *et al.* 1999). Amorf faz oluşumunun tespit edildiği bir diğer deney R7’dir. Burada nominal değerde silikatlı elektrolit (8 g/l Na_2SiO_3) kullanılmasına rağmen seçilen yüksek seviyeli görev döngüsü ve düşük seviyeli frekans, darbe oranının artmasına sebep olmuştur. Elde edilen yüksek darbe oranı deşarjların yüzeyde daha uzun süre kalmasını sağlayarak kaplamanın büyüme hızını arttırmıştır. Hızlı katılaşma, kaplama yapısında çoğunlukla amorf fazların oluşmasına sebep olduğundan dolayı yapı içerisinde kristal SiO_2 fazına karşılık gelen difraksiyon piki oluşmamıştır.

XPS Analizleri

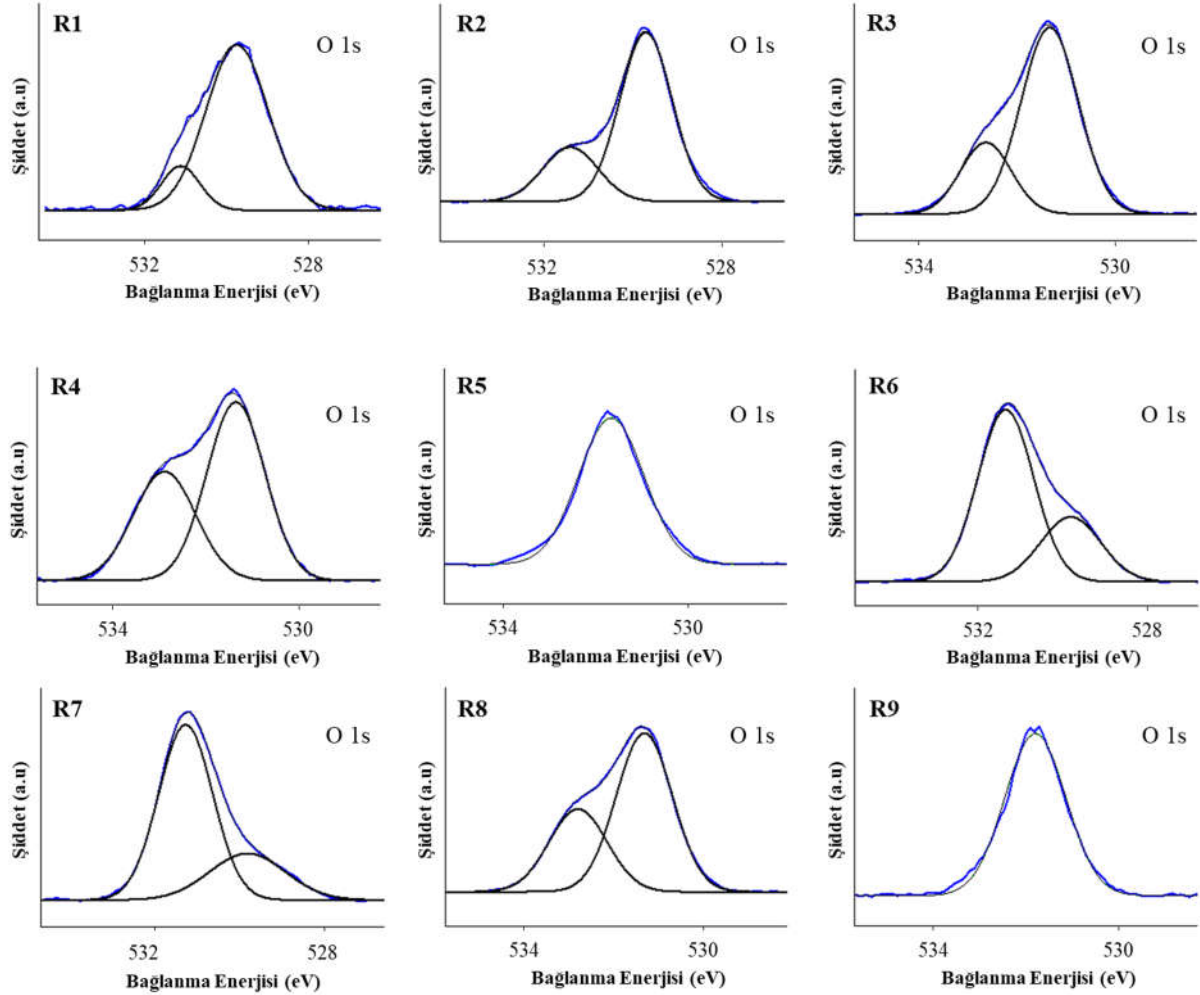
PEO kaplamaların yapısal özelliklerini daha iyi anlamak için (püskürtme yapılmadan) XPS analizleri yapılmıştır ve 9 deneyin genel XPS spektrumları Şekil 36’da gösterilmiştir. Kaplamaların yüzeyinde bulunan elementler temel foto-elektron spektrumlarından belirlenmiştir.



Şekil 36. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların XPS grafikleri

Kaplamaların yüzey katmanı Şekil 36’da görüldüğü gibi O, Si, Al, Na, Mg, Zn ve N atomlarından oluşmaktadır. Tespit edilen C atomu ise ortamdaki kontaminasyona atfedilebilir.

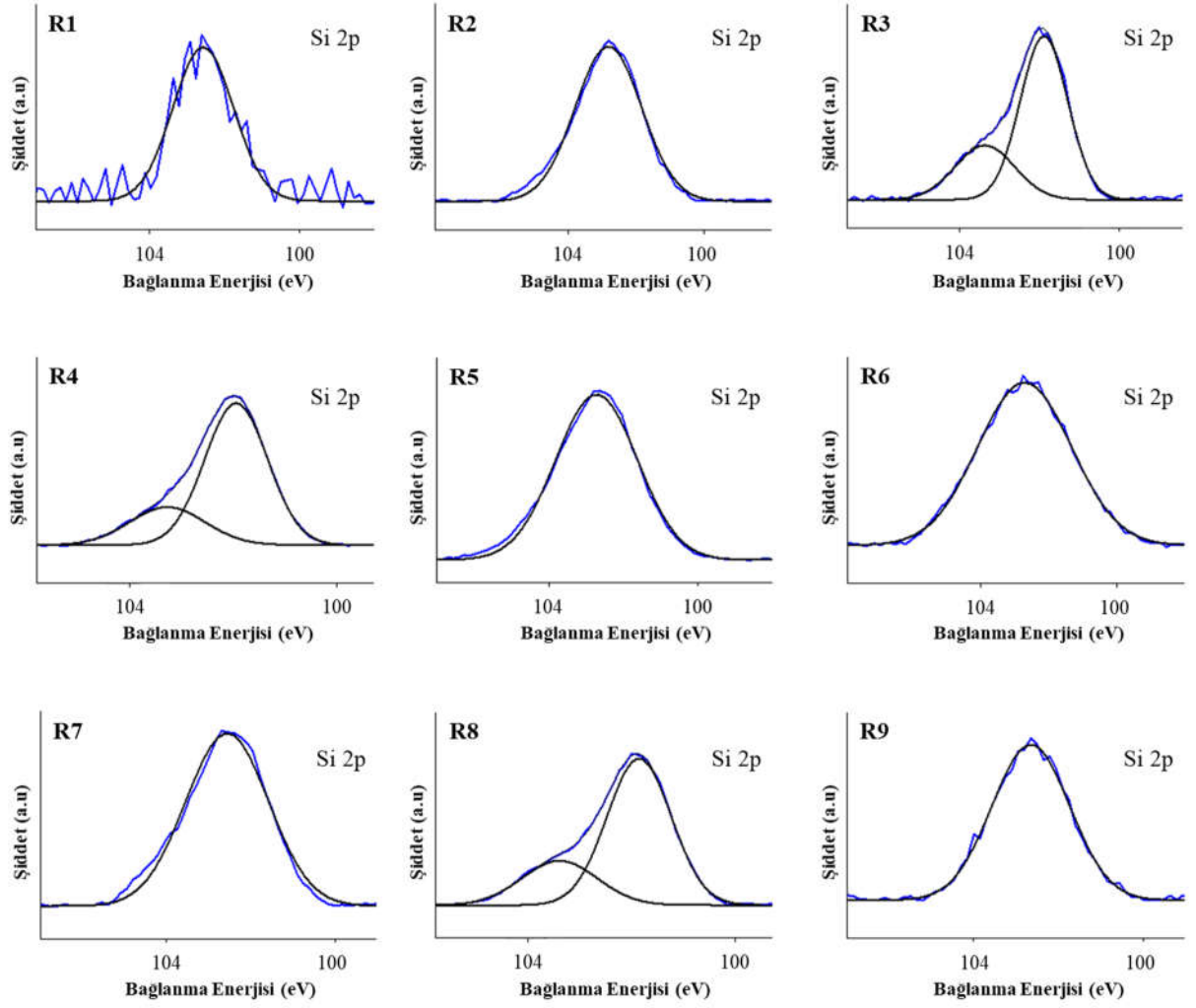
Ayrıca kaplamaların yüzeyinde oluşan kimyasal bağların belirlenmesi amacıyla yüksek çözünürlüklü taramalar yapılmıştır. Taramalar sonucu elde edilen pikler, referans el kitabı, NIST XPS veri tabanı ve mevcut çalışmamıza yakın bilimsel makalelerde bildirilen değerler kullanılarak belirlenmiştir (Moulder 1992; Wannaparhun *et al.* 2002; Naumkin 2012; Pezzato *et al.* 2016; Cerchier *et al.* 2017; Wang *et al.* 2019; An *et al.* 2020; Wang *et al.* 2020 c).



Şekil 37. PEO kaplamaların yüksek çözünürlüklü O 1s spektrumları

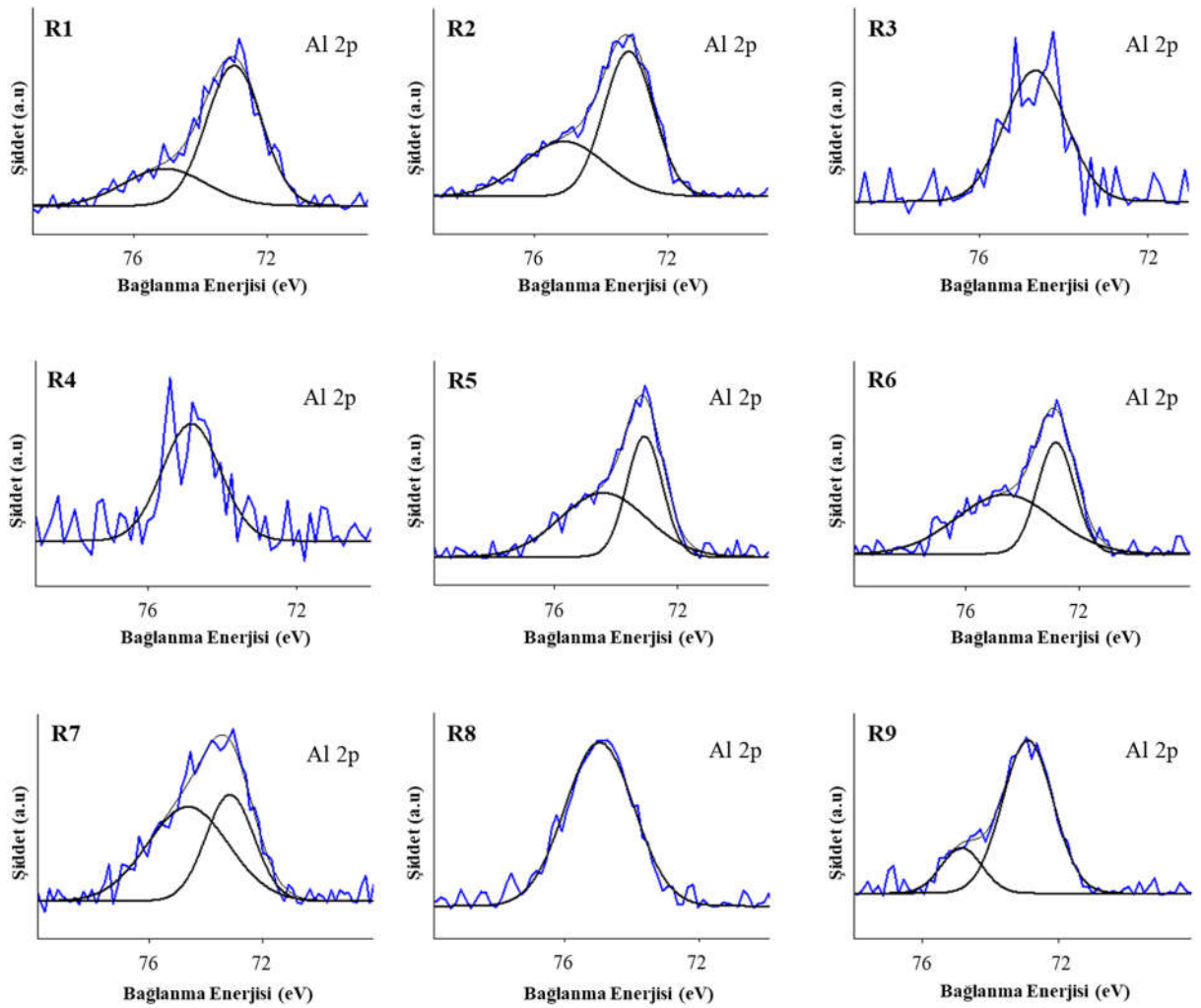
Taguchi tasarım yöntemi ile büyütülen kaplamaların yüksek çözünürlüklü O 1s spektrumları Şekil 37’de gösterilmiştir. Pik ayrıştırma işlemi yapılan oksijen spektrumlarında, metal oksit (Al_2O_3), alüminosilikat ve silikat bileşiklerinin olduğu gözlenmiştir. Düşük konsantrasyonlu elektrolit kullanılan R1 deneyinde 530 eV bağlanma enerjisinde bulunan temel pik, toplam alanın %86’sını oluşturan Al_2O_3 ’e karşılık gelirken, 531,5 eV bağlanma enerjisinde bulunan küçük pik Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiğini temsil etmektedir. R5 ve R9 şartlarında büyütülen kaplamalarda ise 531,5 eV bağlanma enerjisinde bulunan Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiğinden oluşan tek pik gözlenmiştir. Kaplamaların Şekil 35’te gösterilen XRD spektrumlarına bakıldığında da silikat konsantrasyonun düşük değerde olması nedeniyle, Al_2O_3 fazının baskın bir şekilde olduğu görülebilir. Nominal değerde silikatlı elektrolit kullanılarak

büyütülen R2, R6 ve R7 deneylerinin her birinde 530 eV bağlanma enerjisinde bulunan Al_2O_3 ve 531,5 eV bağlanma enerjisinde bulunan Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiğinin olduğu gözlenmiştir. R2 deneyinde oluşan Al_2O_3 , toplam alanın %74'ünü oluştururken, R6 ve R7 deneylerinde sırasıyla toplam alanın %70 ve %73'ünü oluşturan temel pik Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiğini temsil etmektedir. Özellikle R6 ve R7 deneylerinde oluşan alüminosilikat bileşiğinin oranının arttığı tespit edilmiştir. Bu durum, elektrolit içerisindeki silikat oranının artması ile birlikte kaplama yapısına daha fazla dahil olması ve buna ek olarak özellikle R7 deneyi için yüksek darbe süresi ile ilişkilendirilmiştir. Nitekim deneylerin XRD grafiklerinden özellikle R7 şartlarında büyütülen kaplamada yüksek yoğunlukta amorf fazların olduğu gözlenebilir. Son olarak yüksek konsantrasyonlu elektrolitler kullanılarak büyütülen R3, R4 ve R8 deneylerinin yüksek çözünürlüklü O 1s spektrumları incelendiğinde, her bir deneyde Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiği ve sitokiyometrik olmayan silikat bileşiklerine karşılık gelen piklerin olduğu gözlenmiştir. R3, R4 ve R8 deneylerinde sırasıyla toplam alanın %75, %58 ve %66'sını oluşturan ve 531,5 eV bağlanma enerjisinde bulunan temel pikler Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiğine karşılık gelirken, yine sırasıyla 532,6 eV, 532,8 eV ve 532,7 eV bağlanma enerjilerine karşılık gelen küçük pikler sitokiyometrik olmayan silikat bileşiklerini temsil etmektedir. Silikat bileşiklerinin bağlanma enerjilerindeki kaymalar kaplama yapısına daha fazla oksijenin dahil olması ile açıklanabilir (Moulder 1992; Wannaparhun *et al.* 2002). Diğer kaplamalardan farklı olarak spektrumda belirlenen silikat bileşikleri yüksek silikat konsantrasyonu ile ilişkilendirilmiştir. Ayrıca bu deneylerin de XRD spektrumları incelendiğinde silisyumun kaplama yapısına yüksek oranda dâhil olması nedeniyle Al_2O_3 faz oranı önemli ölçüde azalırken alüminosilikat bileşiklerinin oranının arttığı açıkça görülebilir.



Şekil 38. PEO kaplamaların yüksek çözünürlüklü Si 2p spektrumları

Şekil 38’de pik ayrıştırma işlemi yapılan PEO kaplamaların yüksek çözünürlüklü Si 2p spektrumları verilmiştir. Düşük ve nominal değerde silikat içeren elektrolitlerde büyütülen R1, R2, R5, R6, R7 ve R9 deneylerinde 102,7 eV bağlanma enerjisinde bulunan alüminosilikat bileşiğinin oluştuğu görülmüştür. Yüksek konsantrasyonlu elektrolitlerde büyütülen R3, R4 ve R8 deneylerinde ise alüminosilikat bileşiklerinin yanı sıra sitokiyometrik olmayan silikat bileşiklerinin oluştuğu da belirlenmiştir. R3, R4 ve R8 deneylerinde oluşan temel pikler 102,7 eV bağlanma enerjisinde bulunan ve sırasıyla toplam alanın %70, %75 ve %74’ünü oluşturan alüminosilikat bileşiklerine karşılık gelmektedir. Yine sırasıyla 103,6, 103,4 ve 103,7 eV bağlanma enerjisinde bulunan küçük pikler ise sitokiyometrik olmayan silikat bileşiklerini temsil etmektedir. Silikat bileşiklerine ait piklerin bulunduğu bağlanma enerjisi değerindeki kaymalar kaplama yapısına dâhil olan oksijen oranı ile ilişkilidir (Moulder 1992; Wannaparhun *et al.* 2002).

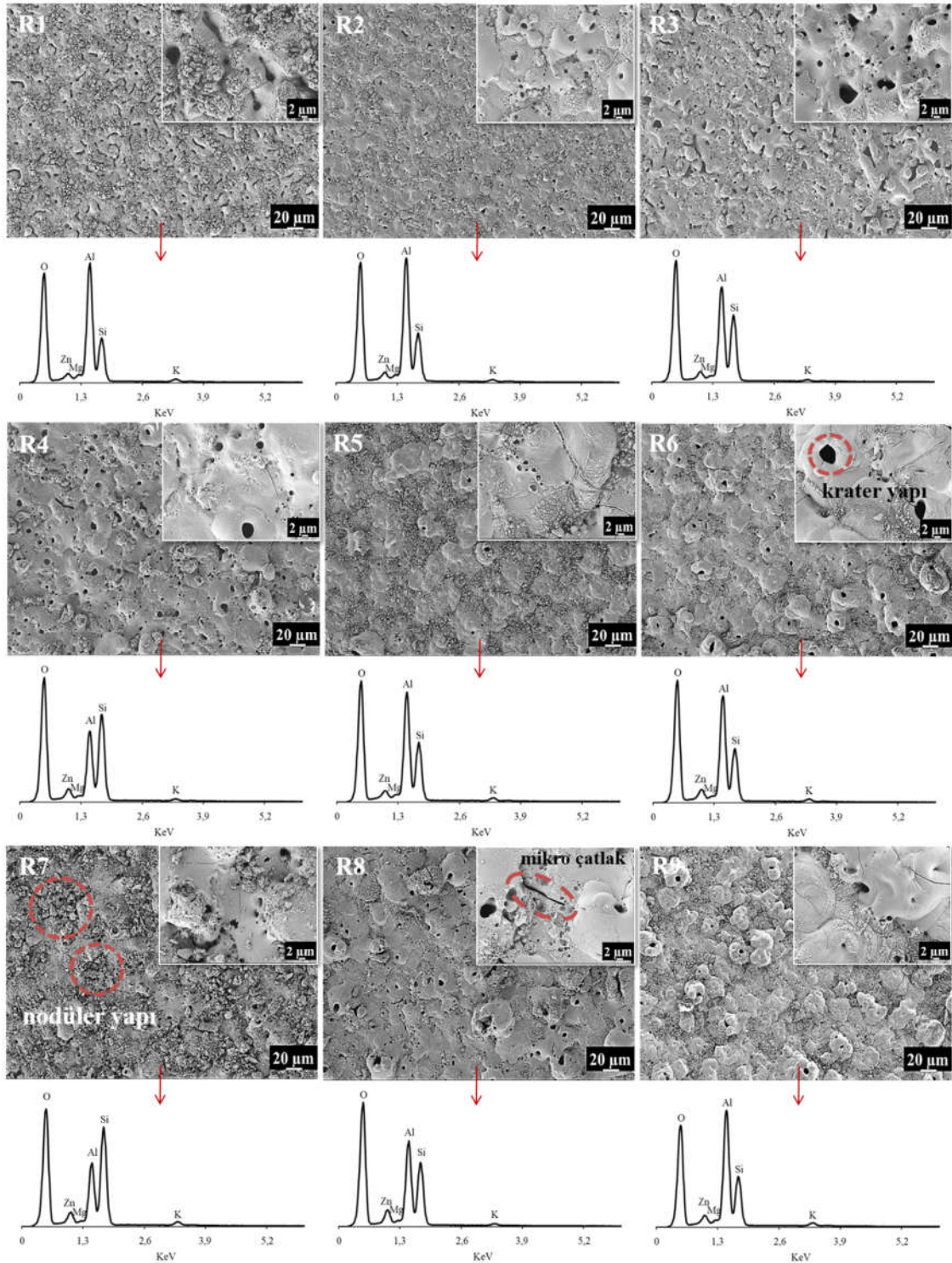


Şekil 39. PEO kaplamaların yüksek çözünürlüklü Al 2p spektrumları

Kaplamaların pik ayrıştırma işlemi yapılmış yüksek çözünürlüklü Al 2p spektrumları Şekil 39’da verilmiştir. R1, R2, R5, R6, R7 ve R9 şartlarında büyütülen kaplamalar incelendiğinde yüksek çözünürlüklü Al 2p spektrumunun Al_2O_3 ve $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{alüminosilikat}$ bileşiği olmak üzere iki bileşenden oluştuğu görülmüştür. Bileşenlerin alan oranları her bir deney için farklılık göstermektedir. R1, R2 ve R9 deneyleri için sırasıyla toplam alanın %72, %61 ve %80’ine karşılık gelen temel pikler, 73 eV bağlanma enerjisinde bulunan Al_2O_3 ile ilişkilendirilirken; R5, R6 ve R7 deneylerinde 74,8 eV bağlanma enerjisinde bulunan ve sırasıyla toplam alanının %57, %59 ve %60’ına karşılık gelen temel pikler $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{alüminosilikat}$ bileşiğini temsil etmektedir. Yüksek konsantrasyonlu elektrolit kullanılarak büyütülen R3, R4 ve R8 deneylerinde ise metal oksiti simgeleyen ve 73 eV bağlanma enerjisinde bulunan pike rastlanmamıştır. Bu durum, daha öncede bahsi geçtiği üzere silisyumun kaplama yapısına daha fazla dâhil olarak alüminosilikat oluşumunu arttırması ile ilişkilendirilmiştir (Wannaparhun *et al.* 2002).

SEM-EDS Analizleri

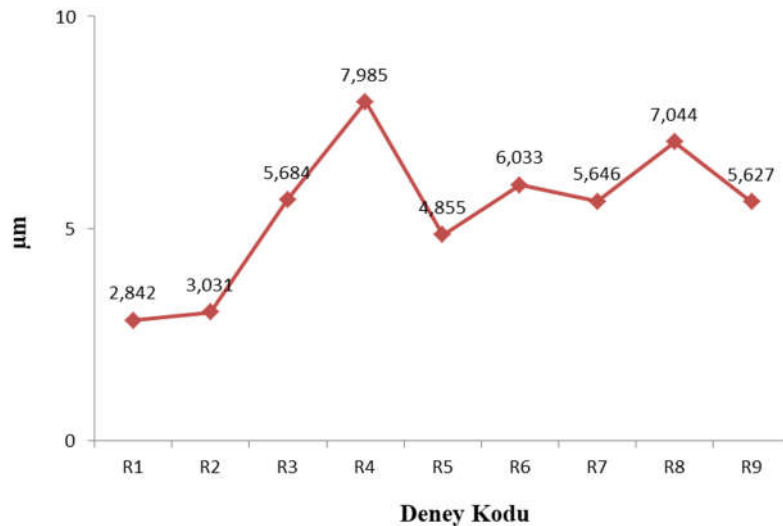
AA7075 alaşımları üzerine, korozyon ve aşınma dirençlerinin iyileştirilmesi amacıyla Taguchi deney tasarım yöntemi kullanılarak büyütülen PEO kaplamaların yüzey morfolojileri ve elementel analiz grafikleri Şekil 40'da, elementel analiz sonuçları Tablo 11'de, ortalama por çapları Şekil 41'de, kesit morfolojileri ise Şekil 42'de gösterilmiştir.



Şekil 40. PEO kaplamaların yüzey morfolojileri ve EDS grafikleri

PEO kaplamaların yüzey morfolojileri Şekil 40'da görüldüğü gibi genel olarak gözenekli ve çatlak ihtiva eden bir yapıda olması nedeniyle oldukça pürüzlüdür. Kaplama yüzeyleri incelendiğinde merkezi bir boşluğa sahip krater yapı, nodüler yapı ve çatlaklar gözlenebilir. Örnek olarak R6 numunesine ait yüksek büyütme SEM görselinde belirtilen krater yapı her bir numunenin yüzey morfolojisi incelendiğinde açıkça görülmektedir. Krater bölgesindeki merkezi boşluk, yüksek sıcaklık ve güçlü elektrik alan nedeniyle kaplama/tabana malzeme ara yüzeyinden ergimiş malzemenin çıkarıldığı bir deşarj kanalıdır. Alüminyum, ergimeden sonra elektrolit ile temas ettiğinde hızla katılaşır. Bu nedenle krater bölgesi alüminyum açısından zengindir. Nodüler yapının ise, alüminyum ve elektrolit içerisindeki silisyumun eş zamanlı olarak birikmesi sonucu oluştuğu bildirilmiş ve örnek olarak R7 numunesinde açıkça belirtilmiştir (Dehnavi et al. 2013).

Kaplama büyümesi, genel olarak deşarj kanallarından dışarı atılan alüminyumun oksitlenerek katılaşmasıyla ilişkilidir. Oluşan kraterlerin boyutu ve kaplamanın yüzey özellikleri, deşarj yoğunluğunun bir yansımasıdır. Belirtilen katılaşma süreci ne kadar hızlı gelişirse yapıdaki çatlak büyümesi de aynı oranda artar. Bunun nedeni, ergimiş alüminyumun elektrolitle reaksiyona girmesi sonrasında hızla alüminaya dönüşmesinin termal şoka sebep olmasıdır (Yaakop 2018). Ayrıca, mikro-deşarj bölgelerinde yüksek basınca sahip olan elektrolit lokal olarak buharlaşmaktadır. Mikro-deşarjların yoğunluğu ne kadar yüksek olursa, sıcaklık ve gerilim değeri de artacağından, mikro-çatlak oluşumuna ve büyümesine aynı oranda destek olur (Tavares et al. 2019). Kaplama yüzeyinde çatlak oluşumu R8 numunesine ait yüksek büyütme SEM görselinde örnek olarak gösterilmiştir. Tüm numunelerin yüzey morfolojileri incelendiğinde gözenek boyutları, dağılımları, nodüler yapı ve çatlak oranının deney parametrelerinin kendi içinde veya birbirleri arasındaki etkileşimlerine bağlı olarak değişim gösterdiği belirlenmiştir.



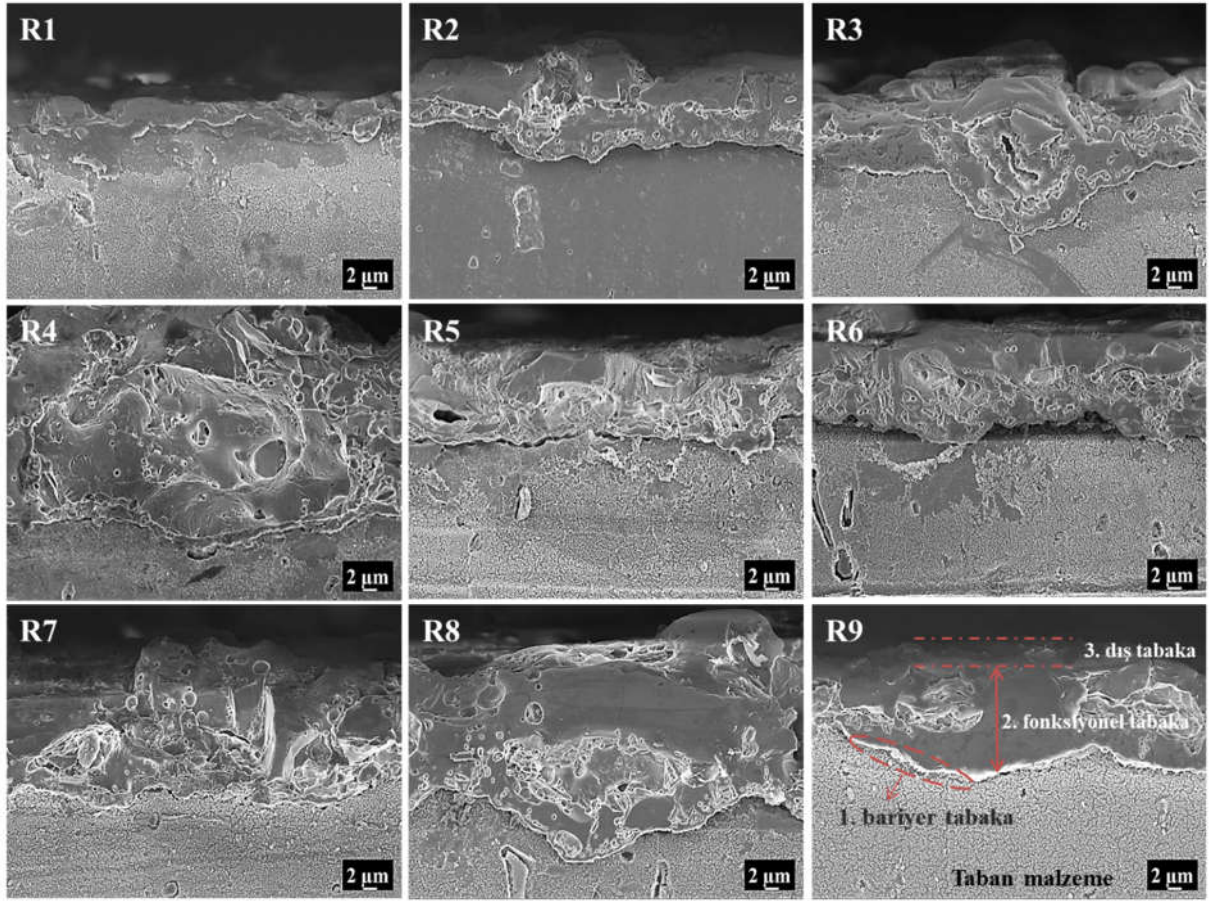
Şekil 41. PEO kaplamaların ortalama por çapı

Şekil 41 incelendiğinde görülebileceği üzere Taguchi deney tasarımına göre büyütülen kaplamalar arasında ortalama por çapı değeri en yüksek olanlar sırasıyla R4 ve R8, en düşük olanlar ise R1 ve R2 şartlarında büyütülen kaplamalardır. Elde edilen sonuçlar kaplama kalınlığı değerleri ile orantılıdır ve burada da etkin parametreler akım yoğunluğu ve elektrolit konsantrasyonudur. Kaplama kalınlığı arttıkça, yüzeyde büyüyen oksit tabakanın kırılması ve taban malzeme ile iletimin sağlanabilmesi amacıyla daha yüksek yoğunluklu deşarjlar oluşmaktadır. Deşarj yoğunluğunu etkileyen bir diğer önemli parametre ise darbe süresidir (Kharanagh *et al.* 2014; Dehnavi *et al.* 2015). Yüksek görev döngüsü ve düşük frekans değerleri, deşarj yoğunluğunun artmasına neden olarak yüzeydeki gözenek boyutlarının ve buna bağlı olarak ortalama por çapı değerlerinin yükselmesine neden olmuştur.

Tablo 11. PEO Kaplamaların EDS Analiz Sonuçları

Deney Kodu	Element (% At.)					
	O	Al	Si	Zn	Mg	K
R1	56,33	27,83	12,08	1,53	1,25	0,99
R2	56,9	26,98	12,41	1,98	1,02	0,72
R3	58,37	21,07	16,74	2,52	0,77	0,53
R4	58,92	25,26	20,97	3,45	0,7	0,69
R5	57,84	23,83	14,67	1,59	0,99	1,07
R6	58,17	23,74	13,58	2,79	0,87	0,86
R7	58,18	13,38	22,98	3,76	0,45	1,25
R8	58,77	19,14	16,09	4,68	0,68	0,64
R9	58,15	25,42	12,93	1,63	0,91	0,96

Tablo 11’de verilen kaplamaların elementel analiz sonuçları incelendiğinde genel olarak oksijenin göz ardı edilebilir farklılıklarla beraber benzer oranlarda olduğu söylenebilir. Oksijenle bağ yapan alüminyum ve silisyum atomlarının yüzde oranları değerlendirildiğinde ise, kaplamalar büyütülürken kullanılan elektrolit içeriğindeki silisyum miktarının oldukça etkili olduğu görülmüştür. Elektrolit içerisindeki silisyum konsantrasyonu arttıkça, yüzeyde büyüyen oksit tabakasında alüminyum ile eş zamanlı olarak kaplama yapısına dahil olan silisyum miktarının arttığı belirlenmiştir. Dolayısıyla yüksek konsantrasyonlu elektrolitler kullanılarak R3, R4 ve R8 şartlarında büyütülen kaplamalarının atomik silisyum oranları daha yüksek değerlerdedir. Bu durum, yüksek oranda amorf faz oluşumunun gözlemlendiği XRD analizleri ile de desteklenmektedir. Bununla birlikte en yüksek silisyum oranı nominal değerde silikatlı elektrolit kullanılarak büyütülen R7 deneyinde elde edilmiştir. Bu sonuç üzerinden yapılan değerlendirmede, kaplamaların XRD analizlerinde de belirtildiği üzere darbe süresinin ve buna bağlı olarak deşarj yoğunluğunun etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

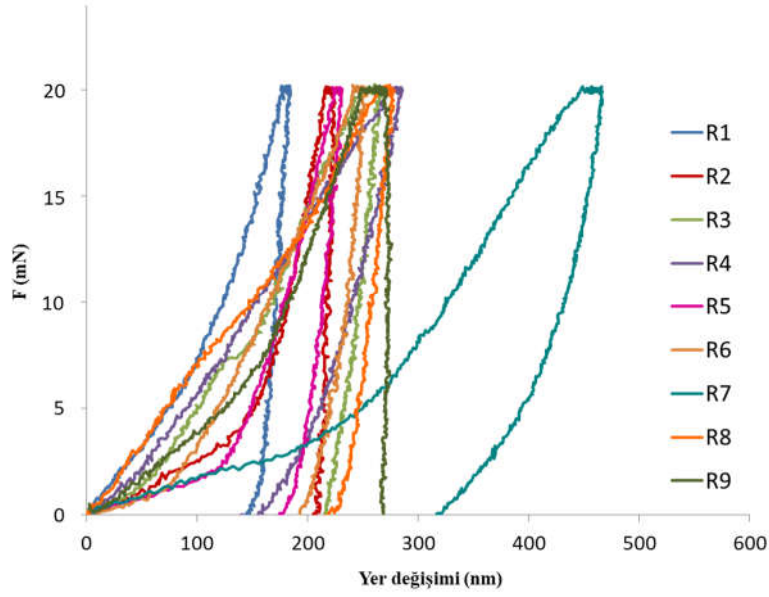


Şekil 42. Taguchi yöntemi ile büyütülen PEO kaplamaların kesit morfolojileri

Kesit morfolojileri Şekil 42’de gösterilen PEO kaplamalar, genel olarak üç farklı bölgeden oluşmaktadır. R9 deneyinde detaylı olarak gösterildiği gibi 1. bölge taban malzeme yüzeyinin hemen üzerinde bulunan ve yüksek adezyonlu ‘bariyer tabaka’ adı verilen ince katmandır ve kaplamanın korozyon özelliklerini etkiler. 2. bölge kaplama kalınlığının %70-80’ini oluşturan ve ‘fonksiyonel tabaka’ adı verilen yoğun iç katmandır. Bu tabaka aynı zamanda kaplamanın tribolojik işlevselliği ve korozyon özelliklerinden sorumludur. Fonksiyonel tabakanın üzerinde bulunan 3. bölge ise gözenekli ‘dış tabaka’ adı verilen zayıf bir katmandır ve kaplamanın tribolojik özelliklerini etkiler (Walsh *et al.* 2009; Darband *et al.* 2017). Kaplamaların kesit morfolojilerinde bir diğer dikkat çeken durum fonksiyonel tabaka içerisinde bulunan kapalı gözenek oluşumlarıdır. Numune ve kaplama yüzeyi ile bağlantısı olmayan bu kapalı gözenekler korozyon ve aşınma direnci için oldukça önemli bir parametredir.

Nano-Sertlik Ölçümleri

Taguchi yöntemine göre büyütülen PEO kaplamaların parlatılmış kesitlerinden alınan sertlik değerleri Berkovich nano-sertlik ölçümleri ile hesaplanmıştır. Sertlik değerlerinin belirlenmesi için sabit 20 mN yüke karşılık elde edilen yer değiştirme değerleri Şekil 43’te ve Oliver-Pharr teorisine göre hesaplanan sertlik değerleri ise Tablo 12’de verilmiştir.



Şekil 43. PEO kaplamaların nano-sertlik eğrileri

Tablo 12. AA7075 Alaşımı ve PEO Kaplamaların Sertlik Değerleri

Deney Kodu	Sertlik Değeri (GPa)
R1	10,3
R2	8,4
R3	7,2
R4	6,5
R5	8,1
R6	7,4
R7	4,1
R8	6,9
R9	7,1
AA7075	1,7*

*Vickers sertlik değerinden dönüştürülmüştür.

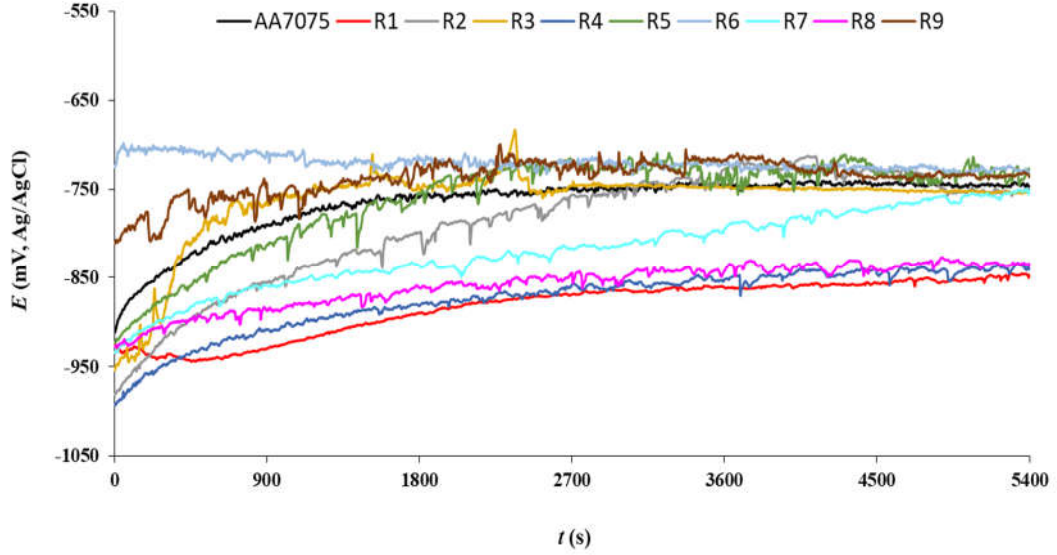
Şekil 43 ve Tablo 12 birlikte incelendiğinde, tüm kaplamaların nano-sertlik değerlerinin AA7075 alaşımından yüksek olduğu görülmektedir. Genel olarak alüminyum alaşımları üzerine büyütülen PEO kaplamaların sertlik değerleri, oksit tabakanın faz bileşimi ve morfolojik özelliklerine göre 6-18 GPa aralığında değişim göstermektedir (Sabatini *et al.* 2010; Wheeler *et al.* 2012). Mevcut tez çalışmasında elde edilen değerler, benzer çalışmalara nispeten daha düşüktür. Bu durumun en önemli nedeni, alüminyum oksitin en kararlı ve en sert fazı olan α - Al_2O_3 'ün yapı içerisinde bulunmamasıdır. α - Al_2O_3 'ün, γ - Al_2O_3 ile karşılaştırıldığında yüksek sertlik değerine sahip olması, güçlü iyonik-kovalent bağdan kaynaklanmaktadır. Bu bağın üçte ikisi iyonik, kalan kısmı kovalenttir (Venugopal *et al.* 2016). Yapılan çalışmalarda bildirilen sonuçlar, AA7075 alaşımlarının PEO kaplamalarında ağırlıklı olarak γ - Al_2O_3 fazı oluştuğu yönündedir (Oh *et al.* 2009; Tillous *et al.* 2009; Arunnellaiappan *et al.* 2015; Cheng *et al.* 2015). AA7075 alaşımlarının PEO kaplamalarında α - Al_2O_3 fazının oluşmamasının en önemli nedeni,

alaşım içerisinde bulunan Mg ve Zn elementlerinin γ - α faz dönüşüm sıcaklığını arttırması olarak belirtilmiştir (Oh *et al.* 2009). Dönüşüm sıcaklığının yükselmesi, α -Al₂O₃ oluşumunda engelleyici rol üstlenerek kaplama faz yapısında baskın şekilde γ -Al₂O₃ oluşmasına sebep olur. Bu duruma ek olarak, silikat esaslı elektrolit içerisinde büyütülen kaplamaların sertlik değerleri, Si atomlarının kaplama yapısına dâhil olarak amorf fazlar oluşturması sebebiyle, alüminat esaslı elektrolitlerde büyütülen kaplamalara göre daha düşük değerlerdedir (Cheng *et al.* 2015).

En yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip olan ve bileşiminde en fazla Si atomu ihtiva eden R7 deneyinde en düşük sertlik değeri elde edilmiştir. Benzer şekilde yüksek yüzey pürüzlülüğü ve yüksek Si oranına sahip olan R8 ve R4 deneylerinin sertlik değerlerinin de düşük olduğu tespit edilmiştir. En yüksek sertlik değerlerine sahip olan, sırasıyla R1, R2 ve R5 deneyleri incelendiğinde ise, diğer kaplamalara nispeten düşük pürüzlülük değerine sahip olmaları ve atomik olarak daha düşük Si içerdikleri belirlenmiştir. Dolayısıyla, benzer çalışmalarda olduğu gibi, AA7075 alaşımları üzerine büyütülen PEO kaplamaların sertlik değerleri üzerinde, alaşımın bileşimi, kaplamanın faz yapısı ve morfolojik özelliklerinin belirleyici rol oynadığını söylemek mümkündür (Haghighat-Shishavan *et al.* 2019).

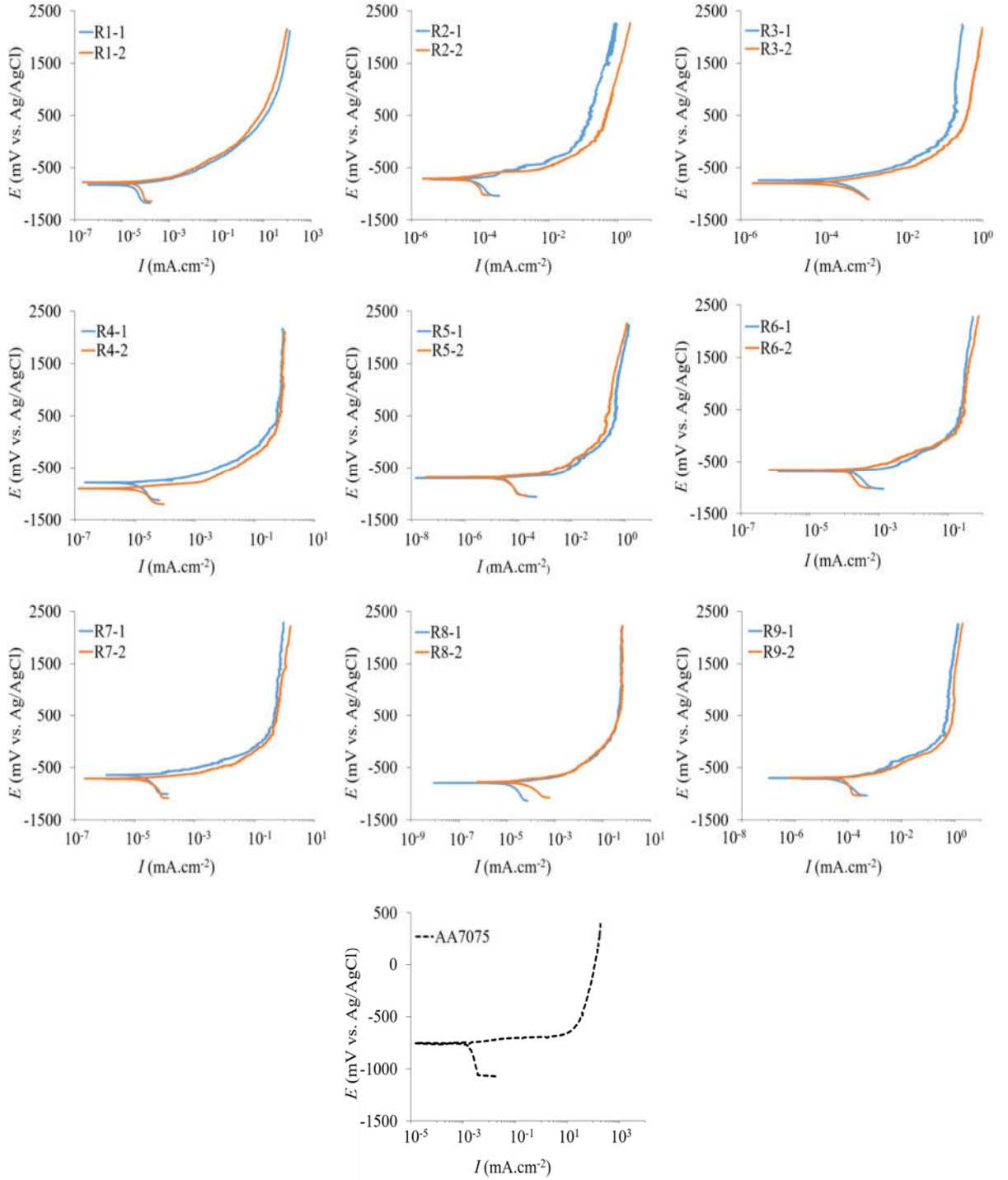
Korozyon Deneyleri

AA7075 alüminyum alaşımı ve Taguchi deney tasarım yöntemine göre büyütülen PEO kaplamaların korozyon deneyleri sonrası elde edilen açık devre potansiyel (OCP) grafikleri Şekil 44'te, potansiyodinamik polarizasyon eğrileri (PDS) ise Şekil 45'te gösterilmiştir. Ayrıca tafel eğrilerinden elde edilen açık devre potansiyeli (E_{OCP}), korozyon potansiyeli (E_{kor}), korozyon akımı (I_{kor}), anodik tafel eğrisinin eğimi (b_a), katodik tafel eğrisinin eğimi (b_c) ve Stern-Geary denkleminde göre hesaplanan korozyon direnci (R_p) değerleri Tablo 13'te belirtilmiştir.



Şekil 44. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların OCP eğrileri

AA7075 alüminyum alaşımı ve PEO kaplamaların %3,5'lük NaCl çözeltisi içerisindeki E_{ocp} değerleri incelendiğinde, hem AA7075 alaşımının hem de kaplamaların potansiyellerinin başlangıça oranla anodik potansiyellere doğru değiştiği görülmektedir. Bu durum alaşım ve kaplamaların yüzeyinde herhangi bir lokalize korozyon başlangıcı olmadığını gösterir. Kaplamalar arasında en düşük potansiyeller birbirine yakın değerler ile R1, R4 ve R8 deneylerinde gözlenirken, diğer kaplamalar ve AA7075 alaşımı daha soy davranış sergilemiştir. Ayrıca OCP eğrilerinden AA7075 alaşımı ve kaplamaların açık devre potansiyel değişimlerinin stabil olduğu görülmüştür. AA7075 alaşımına göre kaplamaların OCP eğrilerinde görülen dalgalanmaların sebebi ise, kaplamaların doğası gereği gözenekli bir yapıya sahip olmaları ile ilişkilendirilmiştir (Venugopal *et al.* 2012 a; Songur *et al.* 2019; Lee *et al.* 2020). Bu durum, kaplama yüzeyi ile gözenekler içerisindeki potansiyellerin farklı olmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 45. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların PDS eğrileri

AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların Şekil 45'te verilen PDS eğrileri makroskopik olarak incelendiğinde, tüm kaplamaların PDS eğrilerinin birbirine oldukça benzer olduğu görülmüştür. Ayrıca, kaplamaların katodik dallarında difüzyon kontrollü korozyon mekanizması gözlenmiştir. Diğer bir ifade ile PDS eğrilerinin katodik bölgelerindeki akım yoğunluğu (korozyon hızını belirler), artan potansiyel ile birlikte bir miktar azalmış veya sabit hale gelmiştir (Songur *et al.* 2022). Bu nedenle korozyon sonuçlarını belirlemek için korozyon akımı değerlerini karşılaştırmak daha belirleyici olabilir (Songur *et al.* 2019). PDS

grafiklerinden kaplamaların korozyon potansiyelleri arasında hiyerarşik bir düzen olmadığını görmek de mümkündür. Bu durumun, PEO kaplama işlemi sırasında oluşan gözenek yapıları ve mikro-çatlak gibi içsel kusurlarda korozyon ürünlerinin birikmesinin bir sonucu olduğu varsayılmaktadır (Gao *et al.* 2014).

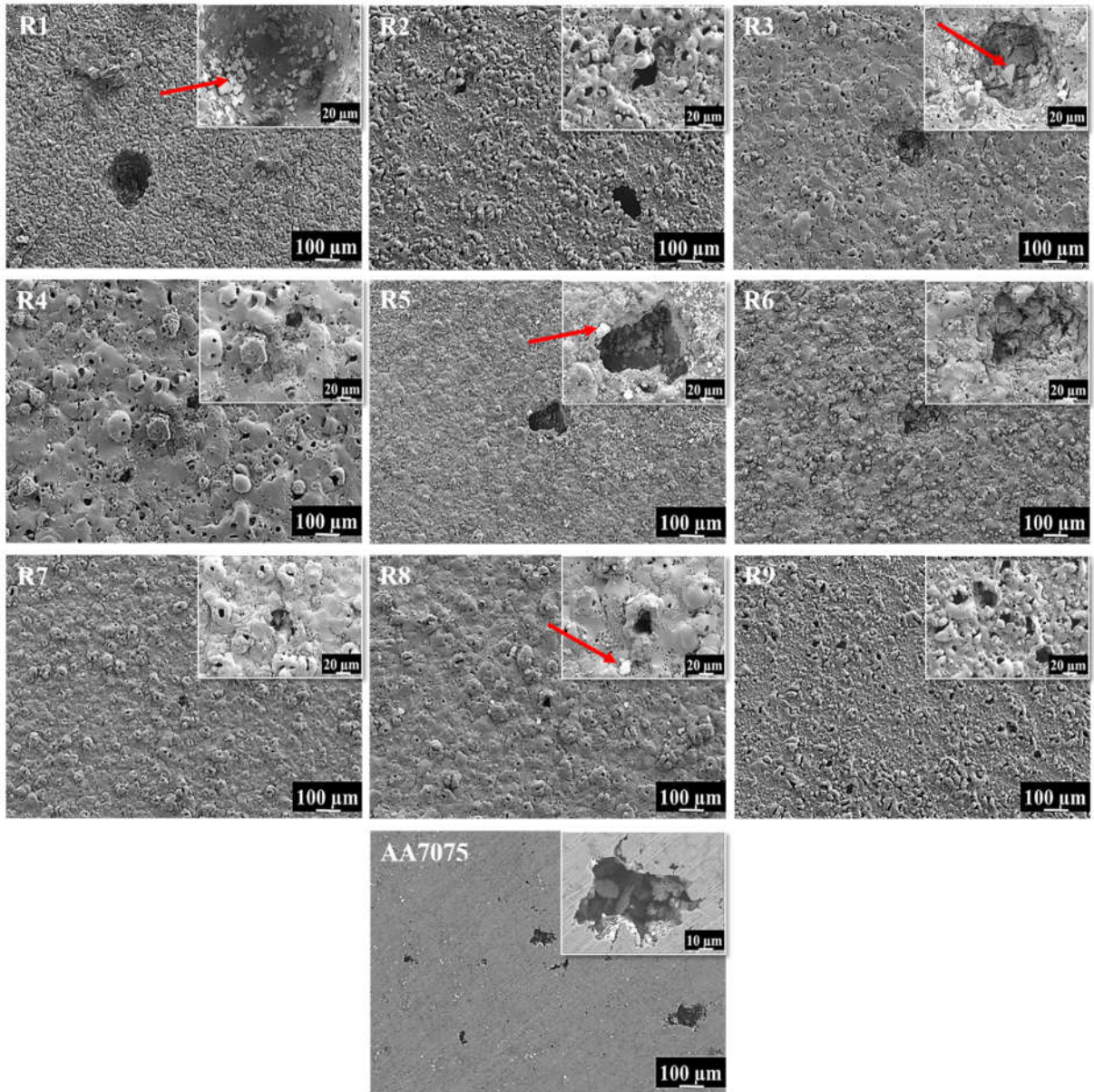
Tablo 13. AA7075 Alaşımı ve PEO Kaplamaların Potansiyodinamik Polarizasyon Eğrilerinden Elde Edilen Korozyon Parametreleri

Deney Kodu	E _{ocp} (mV)		E _{kor} (mV)		β_a (mV/dec.)		β_c (mV/dec.)		i_{kor} ($\times 10^{-9}$ A/cm ²)		R _p ($\times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}^2$)	
	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2
R1	- 879	- 848	- 830	- 777	75,74	59,9	1063	1334	34,5	51,1	890	487
R2	- 745	- 732	- 736	- 676	147,9	70,76	933,7	1570	92,8	71,42	597	411
R3	- 753	- 808	- 729	- 764	135	117,2	514,2	470,9	289,4	271,8	160	149
R4	- 841	- 903	- 799	- 913	75,93	65,38	823,7	679,8	15	17,65	2012	1467
R5	- 741	- 730	- 711	- 687	43,6	52,54	742,3	1101	38,59	44	463	494
R6	- 729	- 720	- 694	- 678	74,05	118,2	773,9	884,8	212,3	128,9	138	351
R7	- 751	- 777	- 661	- 704	80,84	60,85	1137	544,1	29,63	25,62	1106	927
R8	- 837	- 776	- 805	- 755	59,7	54,41	1307	208,3	23,91	21,86	1036	856
R9	- 737	- 732	- 711	- 712	88,26	91,05	455	1589	56,62	91,25	566	409
AA7075	- 773		- 753		21,45		973,1		1854		4,9	

Korozyon parametrelerinin verildiği Tablo 13 incelendiğinde, AA7075 alaşımının i_{kor} ve R_p değerlerinin (1854×10^{-9} A.cm⁻², $4,9 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}^2$) kaplanmış tüm numunelere kıyasla çok daha düşük olduğu ve kaplamaların korozyon dirençlerinin taban malzemeye nispeten 30-410 kat aralığında iyileşme gösterdiği tespit edilmiştir. Bu dikkate değer gelişme, kaplamaların elektrokimyasal davranışının, mikroyapı ve faz bileşimi dâhil olmak üzere çeşitli faktörlerden etkilendiğini göstermektedir. Genel olarak, daha az kusur, daha yüksek kalınlık ve stabil bileşime sahip kompakt bir PEO kaplamanın, uygun bir korozyon koruması sağlamak için faydalı olacağı öngörülmektedir (Barati *et al.* 2017).

Tüm kaplamalarda kullanılan taban malzeme aynı olmasına rağmen elde edilen i_{kor} değerlerinin geniş bir aralıkta farklılık göstermesi, korozyon hızının her kaplama için değişken olduğunu göstermektedir. Bu durum lokalize korozyon mekanizmasının karakteristik özelliğidir ve PEO kaplama morfolojileri genel olarak gözenekli yapıda olmasından dolayı yüzeyde lokalize korozyon türü oluşmaktadır (Arunnelliappan *et al.* 2015; Aliramezani *et al.* 2017; Barati *et al.* 2017; Hakimizad *et al.* 2017; Songur *et al.* 2019; Lee *et al.* 2020).

AA7075 alüminyum alaşımı ve Taguchi deney tasarım yöntemine göre büyütülen PEO kaplamaların korozyon deneyleri sonrası yüzey morfolojileri Şekil 46’da, kesit morfolojileri ise Şekil 47’de verilmiştir.

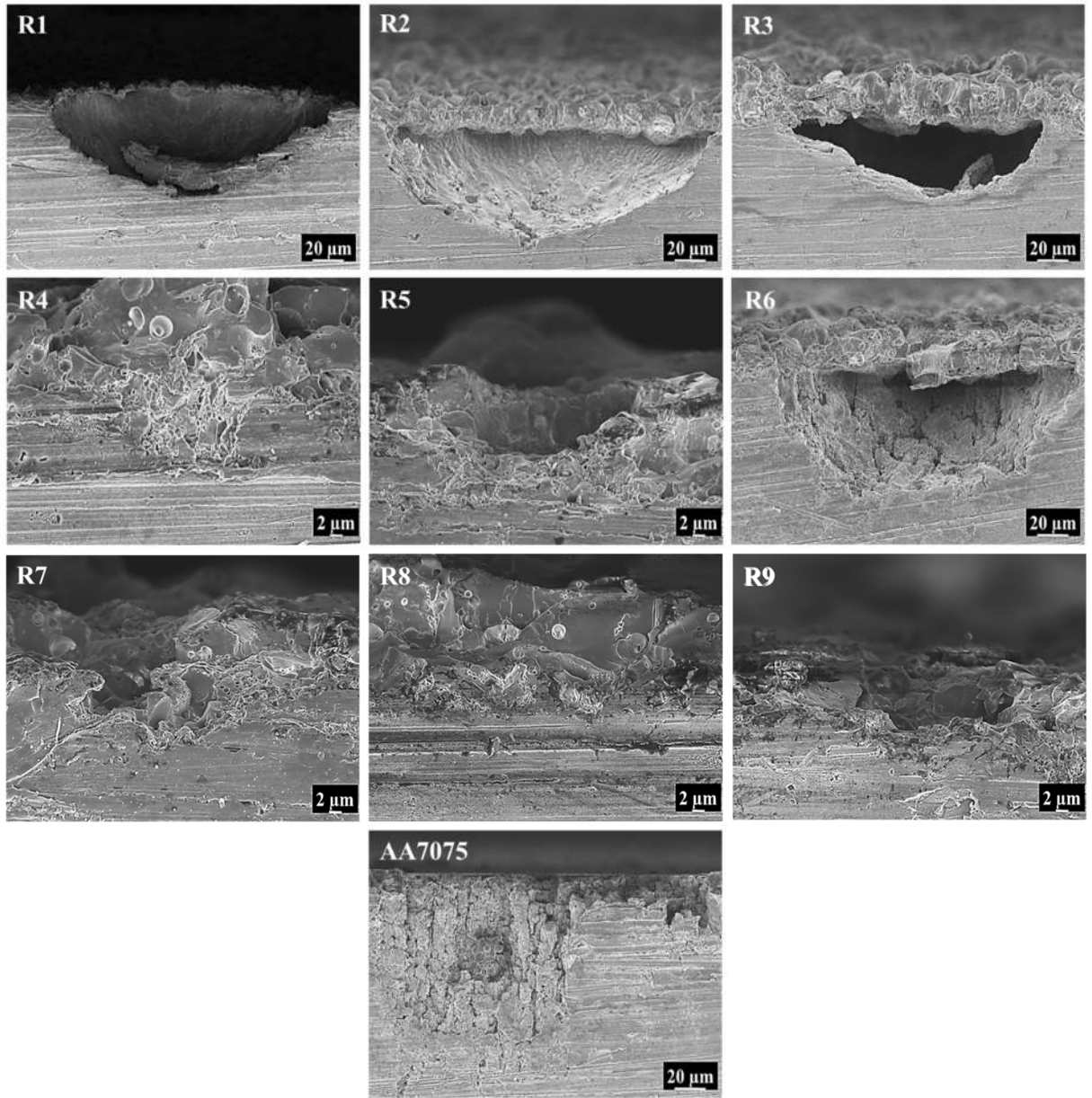


Şekil 46. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların korozyon deneyi sonrası yüzey morfolojileri

AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların korozyon deneyleri sonrası mikroyapısal incelemelerinde lokalize korozyon mekanizmasının olduğu ve yüzey boyunca homojen olmadığı gözlenmiştir. Yüksek korozyon direncine sahip olan R4, R7 ve R8 deneylerinin korozyon testi sonrası yüzey morfolojileri incelendiğinde, mikro-gözeneklerde hafif çözünmelerin meydana geldiği ancak büyük bir değişimin olmadığı gözlenmemiştir. Daha düşük korozyon direncine sahip diğer kaplamalar (R1, R2, R3, R5, R6 ve R9) ise, Şekil 46'da gösterilen derin çukurlar göz önüne alındığında korozyon hasarından daha fazla etkilenmiştir. Korozyona uğrayan mikro gözenek/çukurun kenarında veya iç kısmında kırmızı oklarla gösterilen korozyon ürünlerinin biriktiği tespit edilmiştir. Bu nedenle PEO işlemi gören yüzeylerdeki korozyonun tercihen kaplama tabakasındaki gözenekler ve mikro-çatlaklar gibi lokal tahribatlar ile ilerleyebileceği söylenebilir. Benzer çalışmalarda belirtildiği gibi, anodik

polarizasyon altında, çözültiden mikro-gözeneklere Cl^- iyonlarının girmesi ve alt tabakaya saldırması yüksek kusurlara neden olabilir (Aliramezani *et al.* 2017, Fadaee and Javidi 2014, Hakimizad *et al.* 2017). Bu nedenle, kaplama yapısındaki gözenekliliğin ve kusurların artması elektrolitin alt tabakaya nüfuz etmesini kolaylaştıracağından, kaplamaların korozyon direnci için bir dezavantaj olarak kabul edilir (Barati *et al.* 2017). Kaplamalarda oluşan gözenekler, elektrolitin durgun kaldığı bölgelerdir. Gözenekler içerisindeki Cl^- iyonlarının, yüzeyin diğer bölgelerine göre artması durumunda bu bölgeler oksit filmin çözünürlüğünün ve yüzey iletkenliğinin arttığı tercihli korozyon başlangıç noktaları haline gelir. Polarizasyon artarken mikro-gözeneklerde yeterli oksijenin olmaması, korozyonun artarak devam etmesine sebep olur (Songur *et al.* 2019). Bu nedenle yüksek gözeneklilik ve yapısal kusurlar içeren kaplamalar, Cl^- iyonlarının kolayca yüzeyden iç kısımlara doğru nüfuz ederek kaplama yapısının bozulmasına neden olabilecek aktif bölgeler sunar. Daha az mikro kusur içeren ve daha kompakt yapıya sahip kaplamalar, Cl^- transferini indirgeyerek korozyon direncini arttırabilmektedir. Polarizasyon direnci, bir elektrokimyasal özellik olarak, temelde, mikroyapı, yüzey morfolojisi ve faz kompozisyonundan etkilenir (Barati *et al.* 2017).

Mevcut kaplamalarda, en yüksek korozyon direncinin elde edildiği R4 deneyinde kaplama kalınlığı en yüksek değerdedir. Ancak daha önceki bölümlerde kaplama kalınlığındaki artış ile birlikte yüzey pürüzlülüğünde yükselme meydana geldiği belirtilmişti. Gözeneklilikteki artış korozyon sıvısının taban malzemeye nüfuzunu kolaylaştıracağından dolayı kaplamaların korozyon direnci için dezavantaj olarak kabul edilir. Ancak burada kaplamanın kompakt yapıda olmasının korozyon direnci üzerinde daha önemli bir rol oynadığı sonucuna varılmıştır. Nitekim yapılan bir çalışmada, PEO kaplamaların korozyon direncinden temelde iç kompakt katmanın sorumlu olduğu belirtilmiştir (Venugopal *et al.* 2012 b).



Şekil 47. AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların korozyon deneyi sonrası kesit morfolojileri

Kaplamaların kesit morfolojileri incelendiğinde, R4, R7 ve R8 deneylerinde büyüyen çukurcukların, Tablo 13'te verilen korozyon direnci değerleri ve Şekil 46'da verilen yüzey morfolojileri ile orantılı olarak, diğer deneylere kıyasla oldukça küçük olduğunu görmek mümkündür. Ayrıca tüm kesit morfolojilerinde görüldüğü üzere tercihli bölge olarak gözenek içerisinde başlayan korozyonun, kaplama yüzeyi boyunca değil, kaplama altından devam ettiği belirlenmiştir. Bu nedenle korozyon direncinin iyileştirilebilmesi için kalın ve kompakt yapıda PEO kaplamalar üretmek son derece önemlidir. En iyi korozyon direncinin elde edildiği R4 deneyinin Şekil 47'de gösterilen kesit morfolojisi incelendiğinde, yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip olmasına rağmen oldukça kompakt yapıda olduğunu görmek mümkündür. Bu nedenle, kaplama sürecinde oluşan por ve çatlakların hem taban malzeme yüzeyi hem de

birbirleriyle bağlantılı olmaması ve kaplama içyapısının yoğun olmasının, korozyon direncini olumlu yönde etkilediği sonucuna varılmıştır.

Taguchi deney tasarımı kullanılarak en iyi korozyon direnci için optimum çalışma şartlarının belirlenmesi

Taguchi yöntemine göre $L_9(3^4)$ ortogonal deney dizi planı esas alınarak büyütülen kaplamalarda deneysel verilerin güvenilirliğini sağlamak için dokuz deney ikişer kez tekrar edilmiştir. Korozyon direnci üzerinden kaplama kalitesini ölçmek ve sonuçlar içindeki etki faktörlerinin varyasyonlarından optimum çalışma koşullarını belirlemek için S/N analizi yapılmıştır. S/N analizi kalite özelliklerinin hem ortalamasını hem de varyasyonunu yansıtabilmektedir (Ma *et al.* 2006). Bu çalışmada, korozyon dirençleri karakteristik bir değer olarak ele alınmış ve en üst düzeye çıkarılması amaçlanan korozyon direnci için S/N oranının hesaplanmasında “*en yüksek en iyi*” yöntemi seçilmiştir. Taguchi deney tasarım yöntemine göre büyütülen kaplamaların korozyon dirençlerine karşılık elde edilen S/N oranları Tablo 14’te, parametrelere bağlı cevap faktörleri Tablo 15’te, cevap faktörleri tablosundaki verilere göre çizilen parametrelerin ortalama S/N oranları üzerindeki etkisi ise Şekil 48’de verilmiştir.

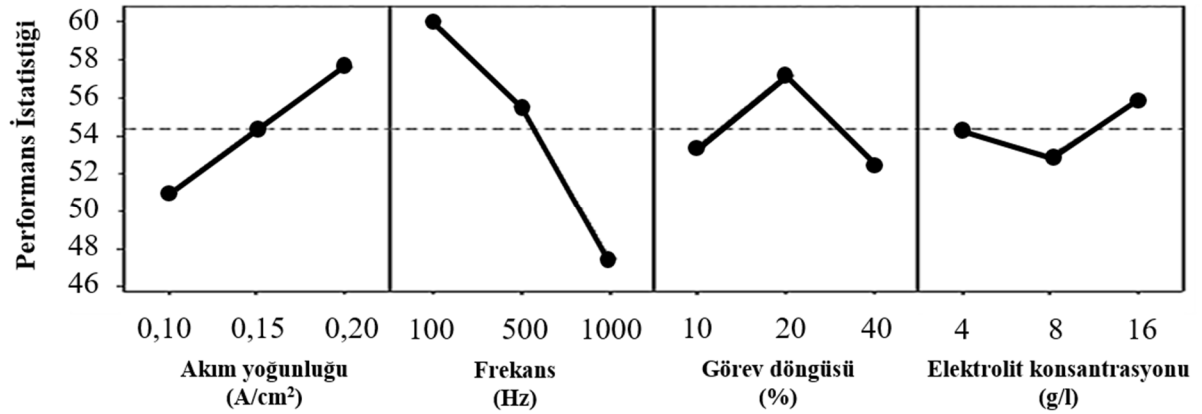
Tablo 14. Korozyon Direnci İçin S/N Oranları

Deney Kodu	Akım Yoğunluğu (A/cm^2)	Frekans (Hz)	Görev Döngüsü (%)	Elektrolit Konsantrasyonu (g/l)	$R_p (\times 10^3 \Omega \cdot cm^2)$		S/N Oranı
					Test 1	Test 2	
R1	0,10	100	10	4	890	487	55,6234
R2	0,10	500	20	8	597	411	53,6023
R3	0,10	1000	40	16	160	149	43,7621
R4	0,15	100	20	16	2012	1467	64,4874
R5	0,15	500	40	4	463	494	53,5840
R6	0,15	1000	10	8	138	351	45,1837
R7	0,20	100	40	8	1106	927	60,0410
R8	0,20	500	10	16	1036	856	59,3997
R9	0,20	1000	20	4	566	409	53,4201

Taguchi yöntemine göre, S/N oranı en yüksek olan parametreler en iyi sonucu vermektedir. Kaplamaların korozyon direncine karşılık elde edilen S/N oranlarının verildiği Tablo 14’e göre, istenen doğrultuda korozyon direncindeki artışa bağlı olarak S/N oranları da yükselmiştir. En yüksek S/N oranı, en iyi korozyon direncine sahip olan R4 deneyinde gözlenirken; en düşük S/N oranı en zayıf korozyon direnci sergileyen R3 şartlarında büyütülen kaplama için elde edilmiştir.

Tablo 15. Cevap Faktörü

Seviye	Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Frekans (Hz)	Görev Döngüsü (%)	Elektrolit Konsantrasyonu (g/l)
1	51,00	60,05	53,40	54,21
2	54,42	55,53	57,17	52,94
3	57,62	47,46	52,46	55,88

**Şekil 48.** Korozyon Direnci İçin Performans İstatistiği Sonuçları

Tablo 15 ve Şekil 48’de verilen PEO prosesinde kullanılan her bir parametrenin etkisi ayrı ayrı incelendiğinde, öncelikli olarak akım yoğunluğu seviyesindeki artışa bağlı olarak S/N oranının daha yüksek değere çıktığı görülmüştür. Dolayısıyla akım yoğunluğundaki artışla beraber daha iyi korozyon direnci elde edilebileceği sonucuna varılmıştır. Daha önceki bölümlerde akım yoğunluğunun artması ile kalınlık ve buna bağlı olarak pürüzlülük değerlerinin yükseldiği tartışılmıştı. Akım yoğunluğundaki artışın korozyon direnci üzerine etkisi çalışmalarda farklı görüşler ile bildirilmiştir (Khaselev *et al.* 2001). Bu görüş ayrılıklarının sebebi, kaplama kalınlığının artmasının pürüzlülük değerinin de yükselmesine yol açması ve yüzeyde oluşan büyük gözeneklerden korozyon sıvısının taban malzemeye daha kolay nüfuz edebilecek olmasıdır. Ancak seçilen diğer parametre ve seviyelerin kontrolü ile fonksiyonel tabakanın kalın ve kompakt yapıda üretilmesi sonucu bu problemin üstesinden gelinebilmektedir. Bu konudaki çalışmalardan elde edilen sonuçların büyük bir çoğunluğu, yüksek akım yoğunluklarında elde edilen kompakt bir kaplamanın korozyon direncini iyileştirdiği yönündedir (Khaselev *et al.* 2001; Ma *et al.* 2006; Ezhilselvi *et al.* 2016; Shahri *et al.* 2020).

S/N oranının frekans üzerindeki tepkisi incelendiğinde ise akım yoğunluğu ile ters orantılı olarak seviye azaldıkça korozyon direncinin iyileştiği görülmüştür. Bu durum da benzer şekilde daha yüksek kalınlık ve daha kompakt mikroyapı ile ilişkilendirilmiştir. Düşük frekanslarda, daha uzun çalışma süresi nedeniyle darbe başına daha yüksek enerji düşmektedir

ve bu durum daha yüksek büyüme oranına ve kaplamanın daha yoğun olmasına yol açar. İç kusurları azaltılmış, yoğun ve kalın bir kaplama, korozyon iyonlarının taban malzemeye ulaşmasında bariyer görevi üstlenir. Literatürde çalışmamıza benzer şekilde düşük frekanslarda iyileştirilmiş korozyon direnci elde edilen birçok çalışma mevcuttur (Ma *et al.* 2006; Arunnellaiappan *et al.* 2015; Lee *et al.* 2016; Shahri *et al.* 2020).

Görev döngüsüne bağlı S/N oranları incelendiğinde, nominal değerde seçilen görev döngüsünde (%20) en yüksek seviyeye ulaşıldığı görülmüştür. Bu durum, yüzey morfolojisi ve kaplamaların kalınlığındaki değişiklikten kaynaklanmaktadır. Yapılan araştırmalarda, görev döngüsünün, kaplama büyüme sürecinde mikro-ark deşarj özelliklerini güçlü bir şekilde etkilediği belirtilmiştir. Daha yüksek görev döngüsünde büyütülen PEO kaplamalar, düşük görev döngüsüne kıyasla yüzeyde daha büyük boyutlu gözenekler ve mikro-çatlaklar içerir. Böylece, yüzey kaplama pürüzlülüğünde artış gözlenir. Genel olarak, görev döngüsündeki artış darbe enerjisini artırır ve yüzeyde veya katmanların derinliklerinde daha az sayı ile beraber daha yoğun mikro-deşarj oluşumuna yol açar. Bu durum da kaplamanın korozyon direncinde azalmaya sebep olur (Babaei *et al.* 2016). Düşük görev döngülerinde ise, daha düşük yoğunluklu mikro-deşarjlar oluşur, bu durum ise kaplama büyüme hızını düşürerek kalınlık değerinde azalmaya sebep olur (Lu *et al.* 2015). Bu nedenle mevcut çalışmada da nominal değerde seçilen görev döngüsüne karşılık elde edilen S/N oranı en yüksek seviyededir. Literatür incelendiğinde çalışmamıza benzer şekilde %20 değerde seçilen görev döngüsünde yapılan çalışmalarda yüksek korozyon direncinin elde edildiği çalışmalar mevcuttur (Arunnellaiappan *et al.* 2015; An *et al.* 2020).

Son olarak elektrolit konsantrasyonunun S/N oranı üzerindeki etkisi incelendiğinde, en yüksek seviyenin en iyi S/N değerini verdiği gözlenmiştir. Konsantre elektrolitin hem voltaj değerlerini hem de kaplama kalınlık ve yoğunluğunu arttırdığı daha önce belirtilmişti. Kalınlığın artması kaplamaların korozyon direncinden sorumlu fonksiyonel tabakanın oranını arttıracığından dolayı oldukça önemli bir faktördür. Yüksek konsantrasyonlu elektrolit içerisinde büyütülen kaplamanın yüksek kalınlıkta olması korozyon sıvısının taban malzemeye ilerlemesinde bariyer görevi üstlenerek korozyon direncinde iyileşmeye sebep olmuştur (Xie *et al.* 2017; Shahri *et al.* 2020).

En iyi korozyon direncinin elde edilmesi amacıyla her parametre için ortalama S/N oranının en yüksek değeri seçilerek optimum çalışma şartları belirlenmiş ve doğrulama deneyi yapılmıştır. Bu bağlamda, AA7075 alaşımının korozyon direncini maksimize etmek için optimum parametre/seviye kombinasyonu; “**akım yoğunluğu 0,2 A/cm², frekans 100 Hz, görev döngüsü %20 ve elektrolit konsantrasyonu 16 g/l**” olarak belirlenmiştir.

Belirlenen optimum parametre ve seviyeler MİNİTAB programına girildikten sonra doğrulama deneyi için öngörülen Rp değeri “ $1735 \times 10^3 \Omega.cm^2$ ” olarak belirlenmiştir.

Korozyon dirençlerinin S/N oranına göre varyans analizi

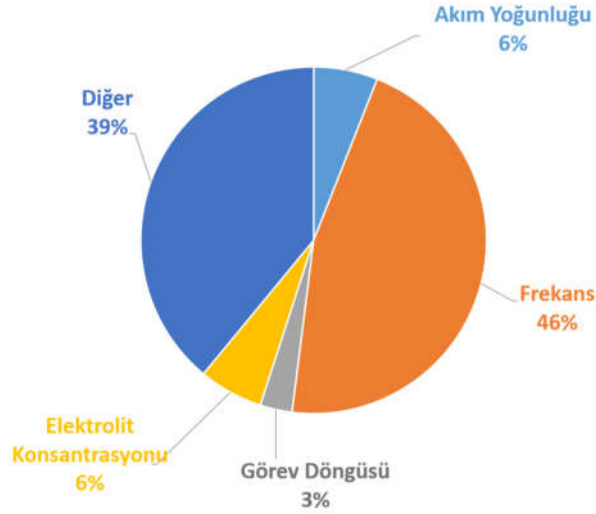
Plazma Elektrolitik Oksidasyon prosesinde parametrelerin korozyon direnci üzerindeki etkisinin değerlendirilmesi için varyans analizi (ANOVA) yapılmıştır. Hem parametrelere bağlı değişim hem de olası hata dikkate alınarak, parametrelerin kaplamalar üzerindeki etki sırası ve kaplamaların korozyon direncine katkısı belirlenmiştir. ANOVA, Tablo 16’da görüleceği üzere, serbestlik derecesi (D), kareler toplamı (SS), kareler ortalaması (MS), terimin yanıtla ilişkili olup olmadığını belirlemek için kullanılan “F” değeri, sıfır hipotezine karşı kanıtları ölçen bir olasılık olan “P” değeri ve parametrelerin etki sırası olan “Rank” değerine göre oluşturulmuştur. P değeri, H_0 hipotezinin reddedilmesine yönelik en küçük anlamlılık düzeyini temsil etmektedir ve hipotez:

H_0 : “Parametrelerin kapasite üzerinde etkisi yoktur” olarak tanımlanmaktadır. H_0 hipotezi $\alpha=0,05$ anlamlılık düzeyinde ve $p<\alpha$ olduğu koşullarda tüm parametrelerin kapasite üzerinde etkisi olduğu sonucunu verir. Bu değerlendirme ile çalışma, %5’lik anlamlılık düzeyinde, yani %95’lik bir güven aralığında gerçekleştirilir (Ma *et al.* 2006). Korozyon direnci için PEO parametrelerine ait P değerlerinin tümü α (0.05) değerinden daha küçüktür. Bu durum parametrelerin istatistiksel önemini doğrulamaktadır ve seçilen her bir parametrenin kaplamaların korozyon direnci üzerinde etkili olduğunu gösterir.

Tablo 16. Korozyon Direnci İçin Varyans Analizi Sonuçları

<i>Parametre</i>	<i>D</i>	<i>SS ($\times 10^6$)</i>	<i>MS ($\times 10^6$)</i>	<i>F</i>	<i>P</i>	<i>Rank</i>
Akım Yoğunluğu (A/cm^2)	2	546912	273456	7,82	0,011	3
Frekans (Hz)	2	2206085	1103043	31,54	0,000	1
Görev Döngüsü (%)	2	432937	216469	6,19	0,020	4
Elektrolit Konsantrasyonu (g/l)	2	571832	285916	8,17	0,009	2
Hata	9	314785	34976			
Toplam	17	4072552				

Deney tasarımında seçilen parametrelerin korozyon direncine katkısı Şekil 49’da gösterilmiştir.



Şekil 49. Parametrelerin korozyon direnci üzerine etkisi

Parametrelerin kaplamanın korozyon direnci üzerine etkisinin gösterildiği Şekil 49 incelendiğinde frekansın katkısının diğer üç parametrenin katkılarının toplamından fazla olduğu görülmektedir. Ayrıca Tablo 16’da görülebileceği gibi parametrelerin korozyon direnci üzerindeki bağıl etkileri de sıralanmıştır. Parametrelerin korozyon direnci üzerindeki etki sırası, frekans, elektrolit konsantrasyonu, akım yoğunluğu ve görev döngüsü olacak şekildedir. Buna ek olarak ANOVA analizinde, yüzde hatanın toplam varyansa katkısı %39 olarak bulunmuştur. Bu değer %50’yi aşması durumunda, bazı önemli parametrelerin gözden kaçırıldığı ve deney tasarımının yeniden yapılması gerektiği unutulmamalıdır (Ma *et al.* 2006). %39 oranında etkiye sahip olan hata faktörü, mevcut çalışmanın deney tasarımında hiçbir önemli parametrenin eksik olmadığını ve bununla beraber değerlendirmeye alınmayan diğer çalışma parametrelerinin ve gürültü faktörlerinin toplamını gösterir.

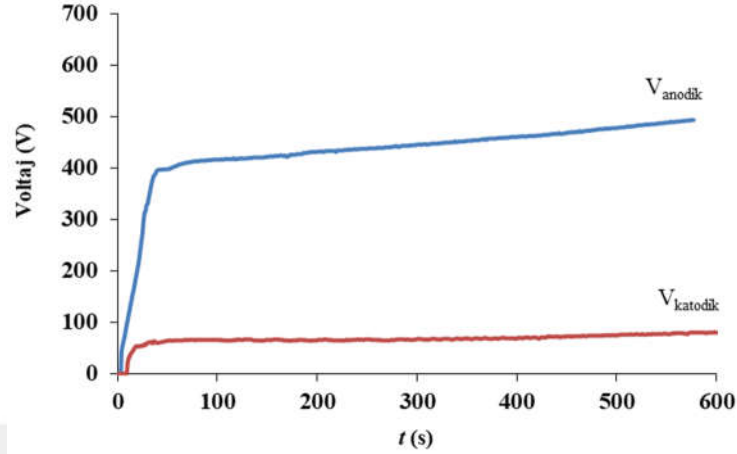
Doğrulama deneyi

AA7075 alaşımlarının korozyon direncinin iyileştirilmesi amacıyla, Taguchi yöntemine göre belirlenen deney parametrelerinin en yüksek S/N değerleri seçilerek optimum çalışma şartları belirlenmiş ve “**RK**” kodu ile tanımlanan doğrulama deneyinin optimum parametre/seviye kombinasyonu Tablo 17’de verilmiştir.

Tablo 17. RK Deneyinin Optimum Parametre Seviye Kombinasyonu

<i>Parametre</i>	<i>Seviye</i>
Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	0,2
Frekans (Hz)	100
Görev Döngüsü (%)	20
Elektrolit Konsantrasyonu (g/l)	16

$L_9(3^4)$ ortogonal deney dizi planına göre büyütülen 9 Taguchi deneyi gibi doğrulama deneyi için de tüm analizler tekrar edilmiştir. RK deneyine ait voltaj/zaman eğrisi Şekil 50’de gösterilmiştir.

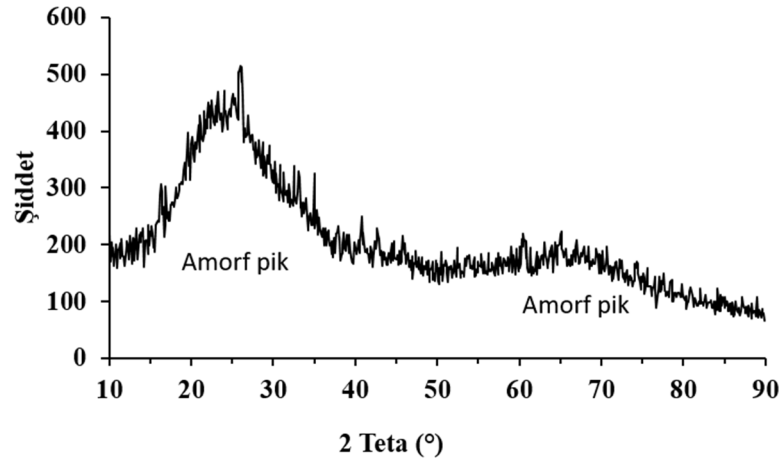


Şekil 50. RK deneyinin voltaj/zaman eğrisi

Konsantre elektrolit içerisinde büyütülen doğrulama deneyinin ph ve iletkenlik değerleri sırasıyla 12,34 ve 31 ms/cm olarak ölçülmüştür. Bu değerler diğer yüksek konsantrasyonlu elektrolitlerde gerçekleştirilen deneylerin sonucuyla benzerdir. Şekil 50’de voltaj/zaman grafiği verilen doğrulama deneyinin kırılma ve maksimum voltaj değerleri ise sırasıyla 393V ve 498V olarak belirlenmiştir. Konsantre elektrolit içerisinde büyütülen diğer deneyler gibi burada da elektrolit iletkenliğin yüksek olması, doğrusal olarak kırılma ve maksimum voltaj değerlerinde azalmaya sebep olmuştur. Bununla birlikte, seçilen yüksek akım yoğunluğu seviyesi, mikrodeşarj oluşumunu erken başlatarak uygulanan voltaj değerinde artışa sebep olmuştur (Monfort *et al.* 2007; Dehnavi *et al.* 2015; Xiang *et al.* 2016; Zhang *et al.* 2017). Bu iki ters etkinin bir araya gelmesi sonucu elde edilen kırılma ve maksimum voltaj değerleri, diğer 9 kaplamaya kıyasla ara seviyelerdedir.

Tüm kaplamalar arasında en yüksek kalınlık değeri ($39,87 \pm 4,6 \mu\text{m}$), yüksek akım yoğunluğu, yüksek elektrolit konsantrasyonu ve düşük frekans değerlerinin kombine seçildiği RK için elde edilmiştir. Daha önce bahsi geçtiği üzere PEO kaplamalarda kalınlık değeri arttıkça yüzeydeki oksit tabakanın kırılması ve taban malzeme ile iletimin sağlanması için daha büyükdeşarjların oluşması gerekmektedir (Kharanagh *et al.* 2014; Dehnavi *et al.* 2015). Ayrıca, kalınlık ve pürüzlülük değerlerinin artması, seçilen yüksek seviyeli darbe süresi (t_{on}^+ : 2000 μs , t_{on} : 1000 μs) ile de ilişkilidir. Bu durum da doğrulama deneyinde gözenekliliğin ve dolayısıyla yüzey pürüzlülüğünün ($4,421 \pm 0,3 \mu\text{m}$) artmasına sebep olmuştur.

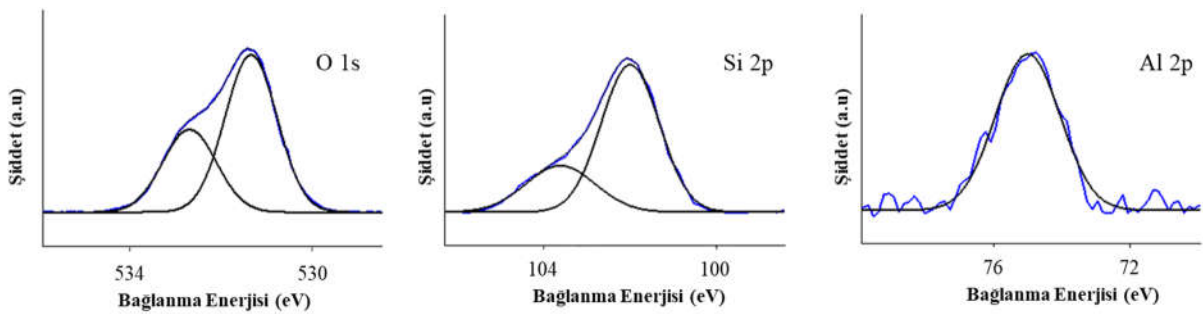
Doğrulama deneyine ait GAXRD ölçümü Şekil 51’de verilmiştir.



Şekil 51. RK deneyinin GAXRD grafiği

En iyi korozyon direncinin elde edilmesi amacı doğrultusunda yapılan doğrulama deneyinin Şekil 51’de görüleceği üzere, kaplama büyüme hızı ve kalınlığa bağlı olarak amorf fazlarından oluştuğu ve kristal faz içermediği tespit edilmiştir. Yapı içerisinde, konsantre elektrolitlerde büyütülen R3, R4 ve R8 deneylerinde olduğu gibi amorf fazlar oluşmuştur. Ayrıca bahsi geçen deneylerde kristal yapıda tayin edilen γ - Al_2O_3 fazının da, doğrulama deneyinde amorf yapıda oluştuğu belirlenmiştir (Cheng *et al.* 2013). Bu durum, yüksek akım yoğunluğu seviyesinin kaplama büyüme hızını daha fazla arttırarak amorf faz oluşumunu desteklemesiyle ilişkilendirilmiştir. Ayrıca, alüminyumun, γ - Al_2O_3 fazından ziyade alüminosilikat yapısına daha fazla oranda katıldığını elde edilen fazların yoğunluk oranlarından görmek mümkündür.

Doğrulama deneyine ait yüksek çözünürlüklü O 1s, Si 2p ve Al 2p spektrumları Şekil 52’de gösterilmiştir.

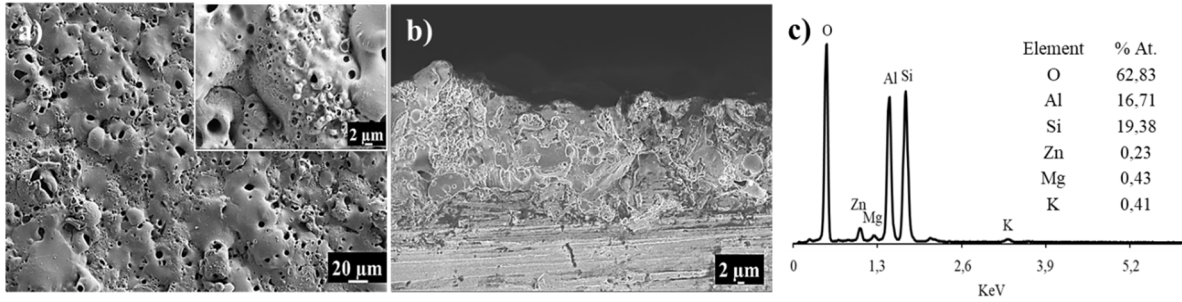


Şekil 52. RK deneyinin yüksek çözünürlüklü O 1s, Si 2p ve Al 2p spektrumları

Pik ayrıştırma işlemi yapılan spektrumlarda, metal oksit (Al_2O_3), alüminosilikat bileşiği ve silikat bileşiklerinin oluştuğu gözlenmiştir. Yüksek çözünürlüklü O 1s spektrumu incelendiğinde, Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiği ve sitokiyometrik olmayan silikat bileşiklerine karşılık gelen piklerin oluştuğu belirlenmiştir. Toplam alanın % 65’ini oluşturan ve 531,5 eV bağlanma enerjisinde bulunan temel pik Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiğine karşılık gelirken, 532,7

eV bağlanma enerjilerine karşılık gelen küçük pik sitokiyometrik olmayan silikat bileşikler ile ilişkilidir. Si 2p spektrumunda oluşan temel pikler 102,7 eV bağlanma enerjisinde bulunan ve toplam alanın %70'ini oluşturan alüminosilikat bileşiklerine karşılık gelirken, 103,7 eV bağlanma enerjisinde bulunan küçük pik sitokiyometrik olmayan silikat bileşikler ile ilişkilidir. Son olarak yüksek çözünürlüklü Al 2p spektrumu incelendiğinde, 74,8 eV bağlanma enerjisinde oluşan Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiklerini simgeleyen temel pik oluşmuştur. XRD analiz sonucunda da belirtildiği üzere 73 eV bağlanma enerjisinde bulunan ve Al_2O_3 fazını temsil eden pikin oluşmamasının sebebi, yüzeyin hızlı katılaşması nedeniyle silisyumun yapıya alüminyum ile eş zamanlı katılması sonucu kaplamanın amorf yapıda büyümesi ile ilişkilendirilmiştir (Wannaparhun *et al.* 2002). Dolayısıyla faz analizinde elde edilen sonuçlarla tutarlı olacak şekilde, hem Si 2p hem de Al 2p spektrumlarından alınan piklerin yüksek çözünürlüklü O 1s spektrumunda doğrulandığı görülmüştür.

Taguchi deney tasarım yöntemi ile optimize edilen doğrulama deneyinin yüzey morfolojisi, kesit morfolojisi ve elementel analiz sonuçları Şekil 53'de verilmiştir.

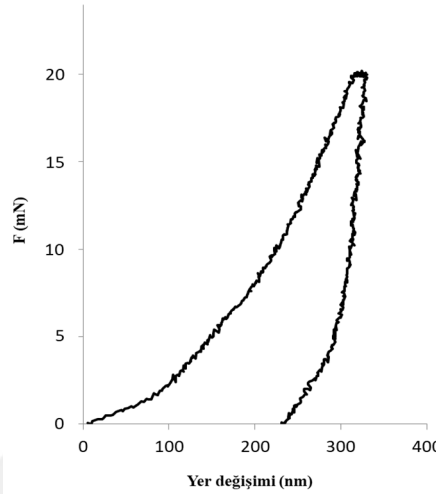


Şekil 53. RK deneyinin a) yüzey morfolojisi, b) kesit morfolojisi ve c) EDS analizi

Doğrulama deneyinin Şekil 53-a'da gösterilen yüzey morfolojisi incelendiğinde, oldukça gözenekli ve homojen bir yapı olduğu görülmektedir. Kaplamanın yüzeyinde, diğer deneylerde olduğu gibi merkezi boşluğa sahip krater yapı, nodüler yapı ve mikro-çatlakların olduğu gözlenmiştir. Doğrulama deneyinin yüzey morfolojisi üzerinden hesaplanan ortalama por çapı değeri ($8,73 \pm 2,6 \mu m$) yüksek kalınlık ve buna bağlı yoğun deşarj oluşumu nedeniyle oldukça yüksektir. En yüksek kalınlık değerinin elde edildiği doğrulama deneyinin Şekil 53-b'de verilen kesit morfolojisinde, artan yüzey pürüzlülüğüne rağmen yoğun bir fonksiyonel tabaka olduğu gözlenmiştir. Fonksiyonel tabaka içerisinde bulunan porların taban malzeme ve yüzey ile bağlantısının bulunmaması, por içerisinde veya porlar arasında herhangi bir sıvı transferinin gerçekleşmeyecek olması açısından oldukça önemlidir (Darband *et al.* 2017). Fonksiyonel tabaka içerisindeki kapalı por oluşumu, yüzeyde oluşan büyük çaplı gözenekler içerisine dolan korozyon sıvısının, taban malzemeye nüfuzunda engel teşkil etmektedir. Doğrulama deneyinin Şekil 53-c'de gösterilen EDS sonuçları incelendiğinde ise diğer dokuz

kaplamaya göre oksijen oranının arttığı ve alüminyum oranının azaldığı görülmüştür. Ayrıca, seçilen yüksek akım yoğunluğu ve yüksek elektrolit konsantrasyonu seviyelerinde büyütülen doğrulama deneyinde, kaplama yapısına dâhil olan Si oranında da artış gözlenmiştir.

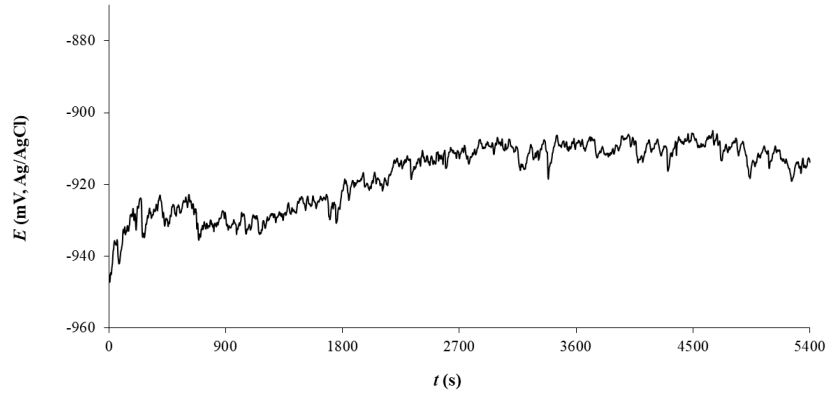
Doğrulama deneyinde 20 mN yüke karşılık elde edilen yer değiştirme eğrisi Şekil 54'te verilmiştir.



Şekil 54. RK deneyinin yük/yer değişimi eğrisi

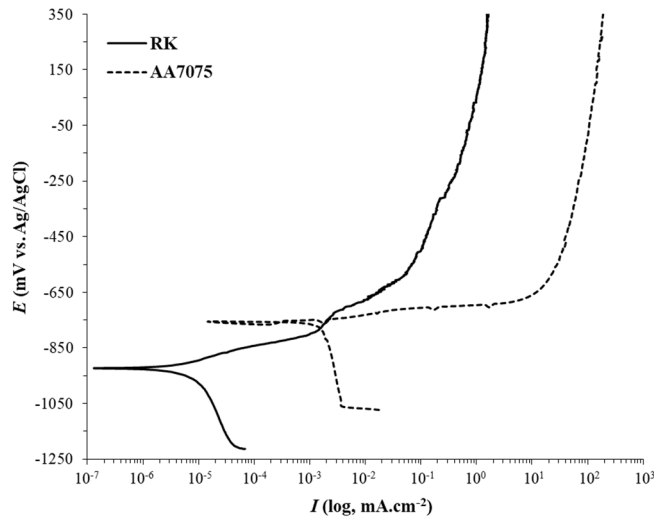
Şekil 54'te gösterilen doğrulama deneyinin yük/yer değişimi eğrisinden elde edilen nano-sertlik değeri 5,7 GPa'dır. Yüksek kalınlık ve pürüzlülük değerlerinin elde edildiği RK deneyinde, oluşan gözenek boyutlarının artması ve yapının tamamen amorf fazlardan oluşması sertlik değerinin düşmesine sebep olmuştur. Taguchi deney tasarımına göre büyütülen 9 kaplama arasında en yüksek yüzey pürüzlülüğü ve en yüksek Si oranına sahip olan R7 deneyinden sonra en düşük nano-sertlik değeri RK deneyi için elde edilmiştir.

Korozyon direncinin iyileştirilmesi amacıyla optimize edilmiş parametre/seviye kombinasyonu ile AA7075 alaşımının üzerine büyütülen PEO kaplamanın OCP grafiği Şekil 55'te, taban malzeme ile karşılaştırmalı PDS eğrileri Şekil 56'da, korozyon deneyi sonrası yüzey ve kesit morfolojileri Şekil 57'de, tafel eğrilerinden elde edilen korozyon parametreleri ise Tablo 18'de verilmiştir.



Şekil 55. RK deneyinin OCP eğrisi

%3,5'luk NaCl çözeltisi içerisinde gerçekleştirilen doğrulama deneyine ait E_{ocp} grafiği incelendiğinde potansiyelin 945 mV değerinden, zamanla daha anodik olan 914 mV değerine doğru değiştiği ve bu değişimin stabil olduğu görülmektedir. Diğer dokuz Taguchi deneyinde olduğu gibi doğrulama deneyine ait E_{ocp} değerlerinde de kaplama yüzeyi ile gözenekler içerisinde oluşan potansiyel farkları nedeniyle yoğun dalgalanmalar meydana gelmiştir.

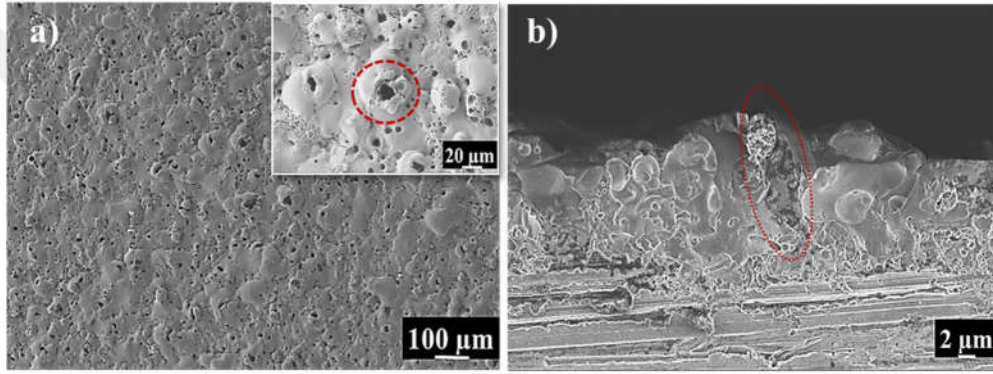


Şekil 56. AA7075 alaşımı ve RK deneyinin PDS eğrileri

Tablo 18. AA7075 Alaşımı ve RK Deneyinin Potansiyodinamik Polarizasyon Eğrilerinden Elde Edilen Korozyon Parametreleri

Deney Kodu	E_{ocp} (mV)	E_{kor} (mV)	β_a (mV/dec.)	β_c (mV/dec.)	$\dot{I}_{kor}$ ($\times 10^{-9}$ A/cm ²)	R_p ($\times 10^3$ Ω .cm ²)
AA7075	- 773,5	- 753	21,45	973,1	1854	4,9
RK	-914,1	-903	54,82	446,2	9,09	2332

Şekil 56’da gösterilen PDS eğrileri incelendiğinde, difüzyon kontrollü korozyon mekanizmasını tanımlayan, katodik bölgede potansiyel artışına bağlı olarak akımın bir miktar azaldığı gözlenmiştir. AA7075 alaşımı ve doğrulama deneyinin korozyon potansiyelleri arasında yapılan değerlendirmede ise diğer PEO deneylerinde olduğu gibi, kaplama işlemi sırasında oluşan gözenek ve içsel kusurlar nedeniyle alaşımın daha soy davranış sergilediği görülmüştür (Venugopal *et al.* 2012 b; Gao *et al.* 2014). Tablo 18’den görülebileceği üzere optimize edilen parametre/seviye kombinasyonunda büyütülen doğrulama deneyinin korozyon direnci AA7075 alaşımından **476** kat daha iyidir. Doğrulama deneyinden elde edilen R_p değeri olan $2332 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}^2$, MİNİTAB programından alınan öngörülen ortalama değer olan $1735 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}^2$ ’den daha yüksek olduğu için analiz sonuçlarının uyumlu ve güvenli olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 57. RK deneyinin korozyon testi sonrası a) yüzey morfolojisi, b) kesit morfolojisi

Şekil 57’de korozyon testi sonrası yüzey ve kesit morfolojileri gösterilen doğrulama deneyinde yüzey boyunca homojen olmayan lokalize korozyon mekanizmasının etkin olduğu görülmüştür. Elektrolitin (NaCl çözeltisi) durgun kalması sonucu tercihli korozyon başlangıcının meydana geldiği gözenekler, yüzey ve kesit görsellerinde kırmızı kesikli oklarla gösterilmiştir. Yüksek korozyon direncine sahip R4, R7 ve R8 deneylerinde olduğu gibi, korozyona uğramış yüzeyden alınan görüntü, mikro-gözenek içinde hafif bir çözünmenin meydana geldiğini göstermektedir. Seçilen parametre/seviye kombinasyonuna bağlı olarak kaplama yüzeyi oldukça büyük gözenekler içermesine rağmen, korozyon direncinden sorumlu fonksiyonel tabakanın kalın ve kompakt yapıda olması, elektrolitin taban malzemeye ulaşmasında bariyer görevi üstlenmiş ve korozyon direncinin artırılmasında önemli bir rol oynamıştır (Venugopal *et al.* 2012 b; Lee *et al.* 2020).

Aşınma Deneyleri

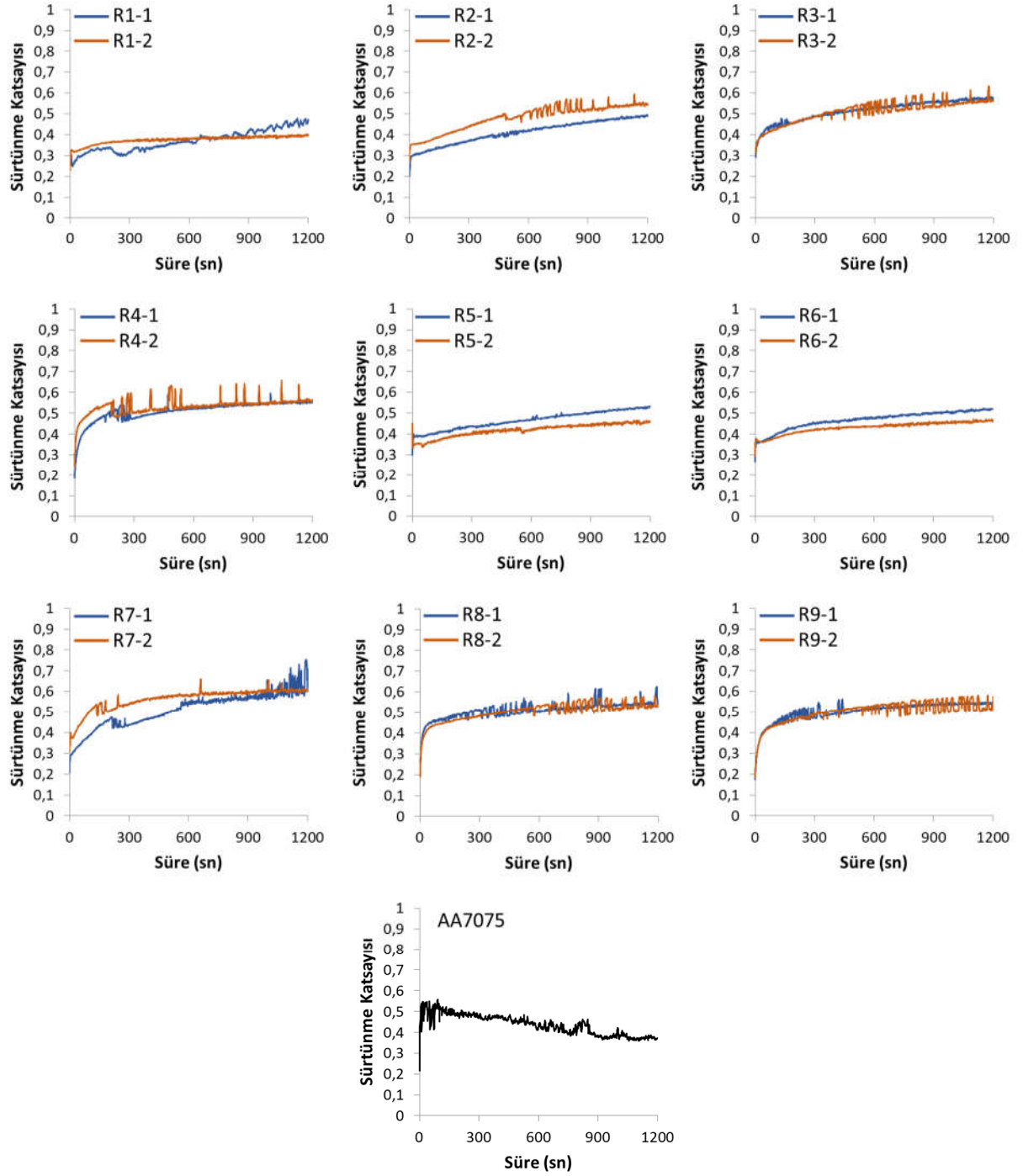
Taguchi deney tasarım yöntemine göre büyütülen PEO kaplamalar ve AA7075 alaşımının aşınma testi sonrası elde edilen sürtünme katsayısı/süre grafikleri Şekil 58’de,

grafikler üzerinden elde edilen sürtünme katsayısının başlangıç, ortalama ve bitiş değerleri ise Tablo 19’da verilmiştir.

Tablo 19. AA7075 Alaşımı ve PEO Kaplamaların Sürtünme Katsayısı Değerleri

Deney Kodu	Test Başlangıcı		Ortalama		Test Bitişi	
	<i>Test-1</i>	<i>Test-2</i>	<i>Test-1</i>	<i>Test-2</i>	<i>Test-1</i>	<i>Test-2</i>
R1	0.318	0.268	0.371	0.375	0.464	0.395
R2	0.214	0.307	0.415	0.480	0.488	0.545
R3	0.308	0.321	0.519	0.515	0.571	0.567
R4	0.207	0.279	0.510	0.533	0.551	0.565
R5	0.313	0.356	0.469	0.418	0.527	0.458
R6	0.307	0.338	0.468	0.431	0.521	0.460
R7	0.232	0.325	0.515	0.566	0.613	0.601
R8	0.247	0.227	0.511	0.504	0.533	0.535
R9	0.195	0.209	0.504	0.501	0.544	0.564
AA7075	0.351		0.436		0.370	

PEO yöntemi kullanılarak yapılan çalışmalarda elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin, kaplamanın oluşum koşulları ve aşınma testi parametrelerine bağlı olarak, 0,1-0,8 gibi geniş bir aralıkta değişim gösterdiği bildirilmiştir (Khorasanian et al. 2011; Cheng et al. 2012).

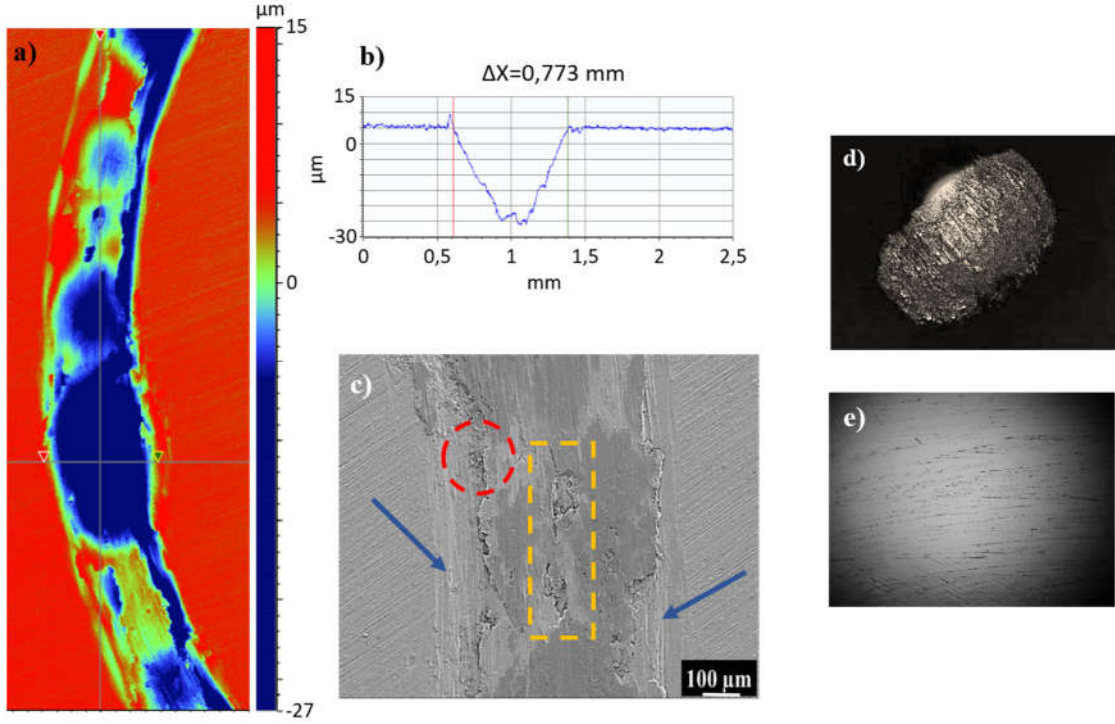


Şekil 58. PEO kaplamaların sürtünme katsayısı/süre grafikleri

Taguchi deney tasarım yöntemine göre büyütülen kaplamaların Şekil 58’de verilen sürtünme katsayıları incelendiğinde, genel olarak AA7075 alaşımına göre daha yüksek değerler elde edildiği görülmüştür. Tüm numuneler arasında yalnızca R1 şartlarında büyütülen kaplamanın, hem diğer deneyler hem de AA7075 alaşımına göre daha düşük sürtünme katsayısına sahip olduğu görülebilir. Ayrıca, Tablo 19’da verilen başlangıç ve bitiş değerleri incelendiğinde, kaplamalara ait sürtünme katsayısının test sırasında sürekli olarak arttığı belirlenmiştir. Sürtünme katsayısı eğrisi üzerinde gözlenen dalgalanmalar ve eğrinin genişlemesi ise, kaplamaların pürüzlü yüzeyi ile ilişkilidir (Aliasghari et al. 2014). Test

boyunca kaplama yüzeyinden kopan aşındırıcı partiküller, bilye ile kaplama ara yüzeyinde üçüncü bir cisim oluşturur. Aşınma yolu üzerinde var olan gözeneklerin içerisine dolan bu partiküller katsayılarda anlık azalma meydana getirir. Bu sayede, kaplamadan ayrılan ve sonrasında başka bir gözenek içerisine yerleşerek preslenen aşındırıcı partiküller sürtünme katsayısı eğrisinde dalgalanmalara sebep olur (Aliasghari et al. 2014; Wang et al. 2017; Rao et al. 2021). Kaplamaların sürtünme katsayılarındaki değişimler, elementel dağılım, yüzey pürüzlülüğü, ortalama por çapı ve faz bileşimi gibi birçok faktörün etkileşimine bağlıdır. Mevcut tez çalışmasında, kaplama içeriğindeki Si oranı, belirtilen faktörler arasında en etkin olanıdır. Aşınma deneyi öncesinde yapılan elementel analizler incelendiğinde yüksek sürtünme katsayısı değerlerine sahip olan kaplamaların (R3, R4, R7, R8) Si oranlarının oldukça yüksek olduğu Tablo 11 incelendiğinde görülebilir. Kaplama yapısına dahil olan Si oranındaki artış, XRD ve XPS analizlerinin sonuçlarında da bahsi geçtiği üzere amorf fazların oluşmasına sebep olmuştur. Nodüler yapıdaki amorf fazların kaplamadan ayrılarak üçüncü bir cisim oluşturması ve dolayısıyla test boyunca bilyenin kaplama üzerinde hareketini zorlaştıran etkisinden dolayı sürtünme katsayıları yükselmiştir. Benzer şekilde özellikle Si oranı düşük olan R1, R5 ve R6 deneylerine ait sürtünme katsayılarının daha düşük aralıklarda olduğunu görmek mümkündür. Sonuçlar incelendiğinde en düşük sürtünme katsayısına sahip deney, belirlenen en düşük ortalama por çapına sahip ve yapısında en az Si oranı içeren R1 deneyinde gözlenmiştir. En yüksek yüzey pürüzlülüğü, en yüksek Si oranı ve en düşük sertlik değerinin gözlemlendiği R7 deneyinde ise en yüksek sürtünme katsayısına ulaşılmıştır.

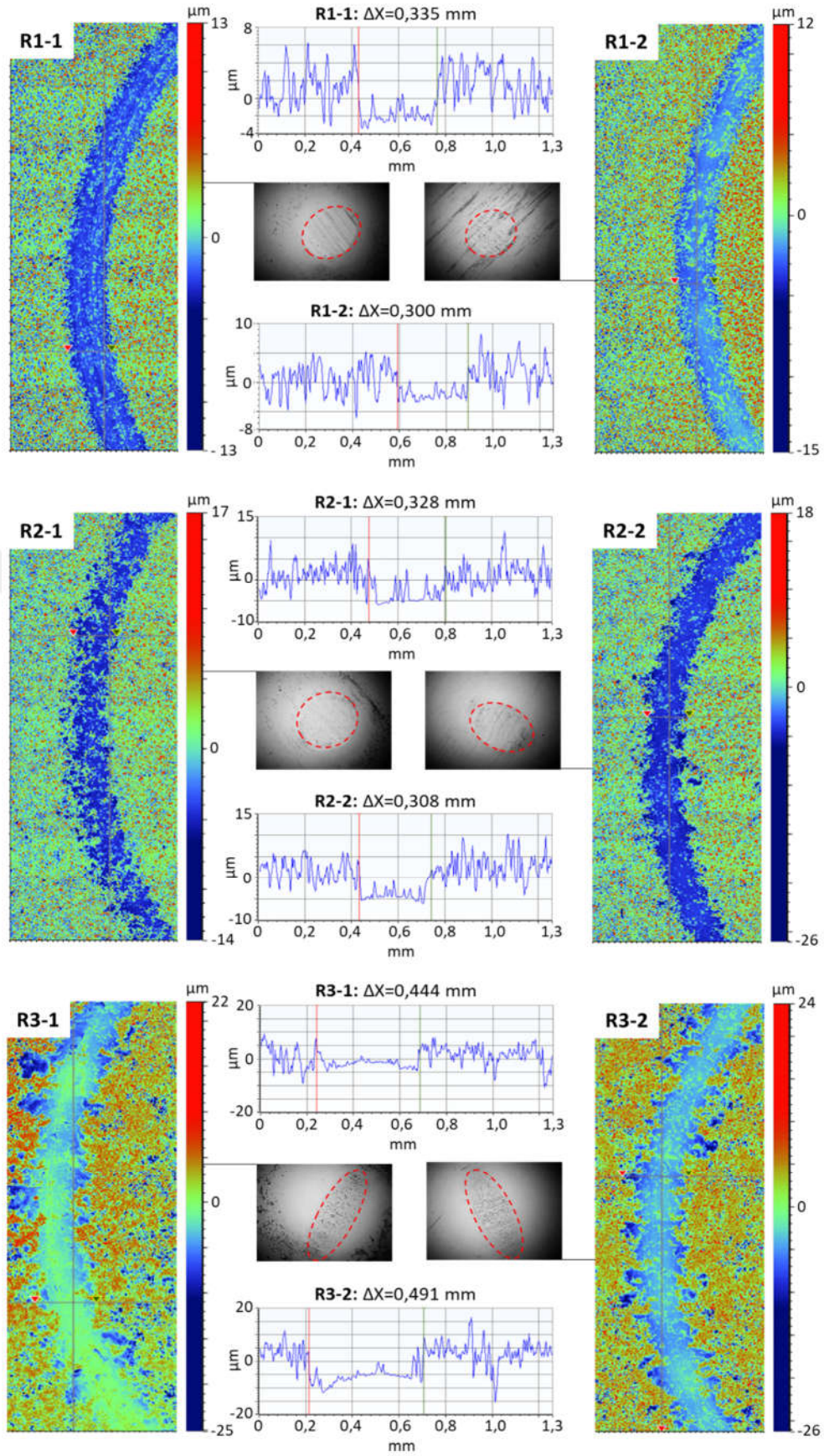
Aşınma testi sonrası AA7075 alaşımının aşınma izinden alınan 3D profili, profilin kesit alanı, yüzey morfolojisi ve deneyde kullanılan bilyenin optik görüntüleri Şekil 59'da verilmiştir.



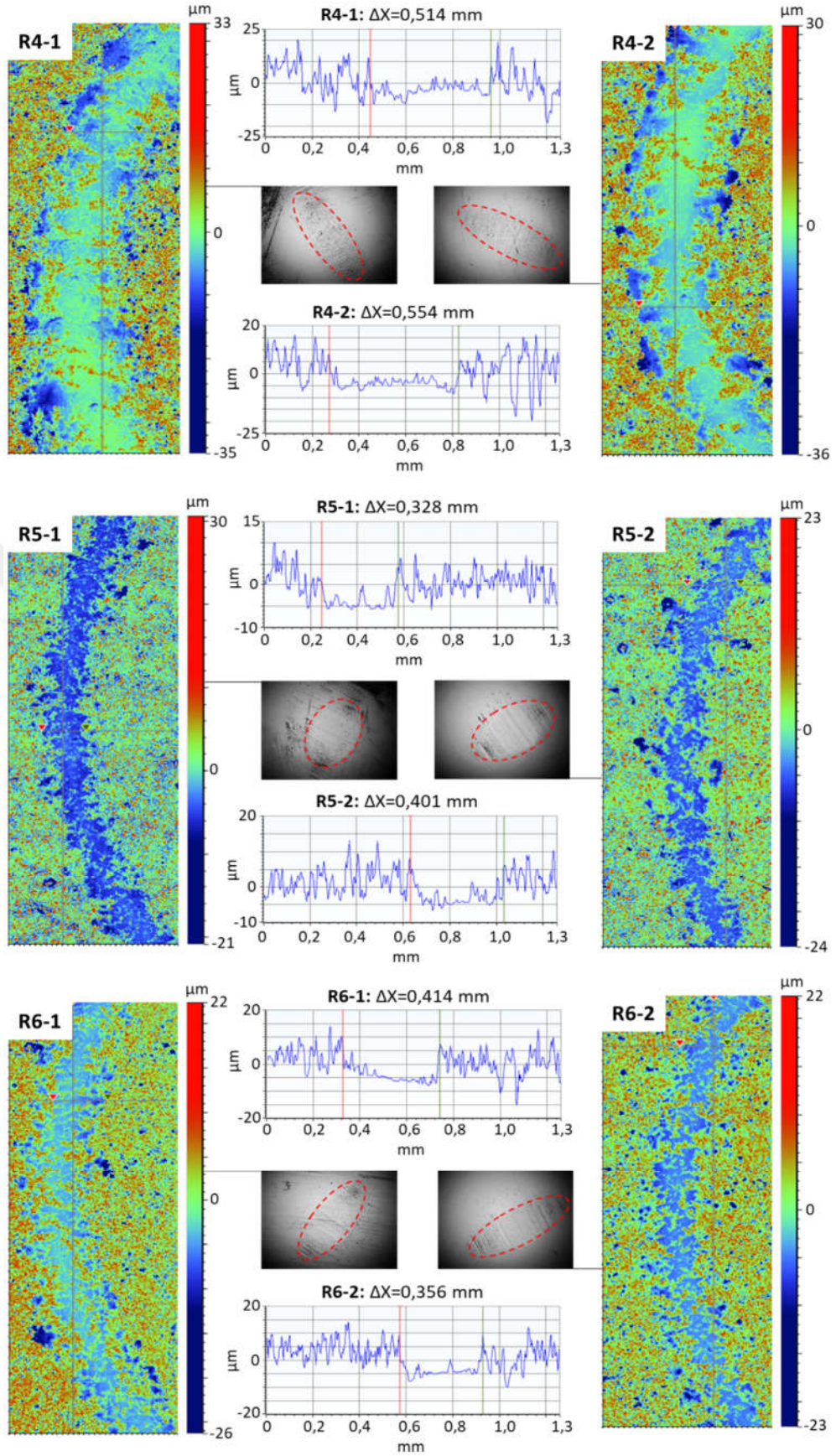
Şekil 59. AA7075 alaşımlarının aşınma testi sonrası a) 3D profil görüntüsü, b) profilin kesit alanı, c) yüzey morfolojisi d-e) 50x-100x bilye optik görüntüsü

AA7075 alaşımlarının sırasıyla Şekil 59-a ve Şekil 59-c'de gösterilen 3D profili ve morfolojik görüntüsü incelediğinde adeziv ve abrazif aşınmanın kombine bir şekilde meydana geldiği görülebilir (Javidi and Fadaee 2013). Tungsten karbür (WC) bilyenin sertlik değerinin AA7075 alaşımından daha yüksek olması nedeniyle, testin ilk aşamasında taban malzemeden bilye yüzeyine malzeme aktarılması sonucu adeziv aşınma meydana gelmiştir. 59-c'de görüldüğü gibi sarı kesikli çizgilerle gösterilen kayma yönüne paralel yığılmış katmanlardan oluşan delaminasyonların oluştuğu belirlenmiştir. Devam eden kayma hareketi ile birlikte aktarılan malzeme test sırasında oksitlenir ve abrazif aşınma mekanizmasında gözlenen üç cisimli parçacık oluşur (Javidi and Fadaee 2013). Meydana gelen üç cisimli partikül izleri kırmızı kesikli çizgilerle, abrazif oyuklar ise mavi oklarla belirtilmiştir. Deney esnasında kullanılan WC bilyenin Şekil 59-d'de gösterilen optik görüntüsü incelendiğinde, taban malzemenin bilye üzerine sıvandığı ve sıvanan malzemede aşınma partiküllerinin oluşturduğu çizgiler görülmektedir. Ayrıca Şekil 59-e'de gösterilen ve yüzeyi sıvanmış malzemeden arındırılan bilyede herhangi bir aşınma izi görülmemiştir.

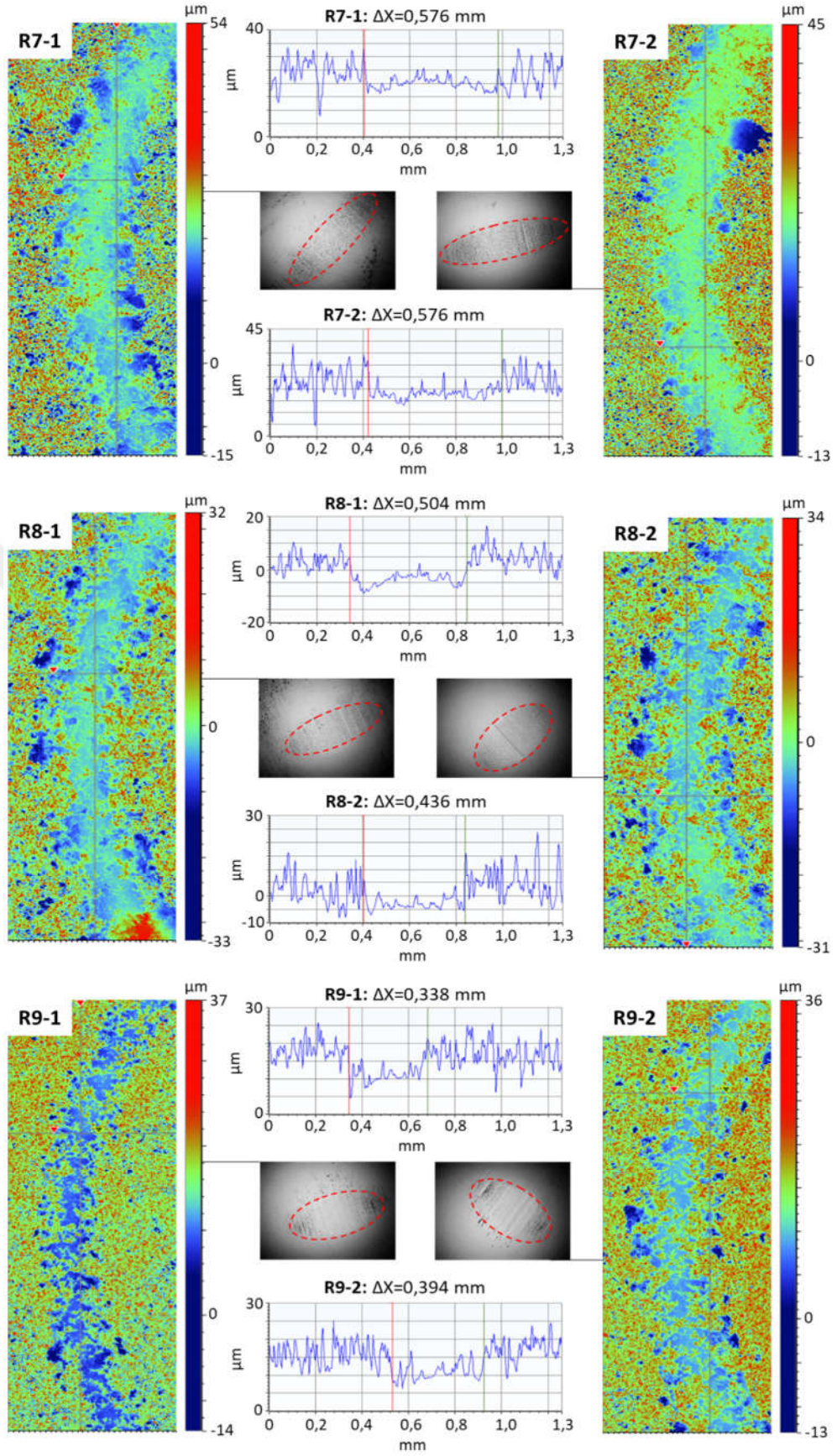
PEO yöntemi ile büyütülen kaplamaların aşınma testi sonrası izlerden alınan 3D profilleri, profillerin kesit alanı ve deneyde kullanılan bilyelerin optik görüntüleri Şekil 60, 61 ve 62'de, taban malzeme, kaplamalar ve bilyelerin hesaplanan aşınma oranları ise Tablo 20'de verilmiştir.



Şekil 60. R1, R2 ve R3 deneylerinin aşınma testi sonrası 3D profil görüntüleri, profillerin kesit alanı ve 100x bilye optik görüntüleri



Şekil 61. R4, R5 ve R6 deneylerinin aşınma testi sonrası 3D profil görüntüleri, profillerin kesit alanı ve 100x bilye optik görüntüleri



Şekil 62. R7, R8 ve R9 deneylerinin aşınma testi sonrası 3D profil görüntüleri, profillerin kesit alanı ve 100x bilye optik görüntüleri

Şekil 60, 61 ve 62’de gösterilen profillerin kesit alanı üzerinden kaplamaların aşınma iz genişliği ve derinlikleri hesaplanmıştır. Yapılan hesaplamaların kaplamaların kalınlık değerleri ile karşılaştırılması sonrasında bilyenin taban malzemeye temas etmediği ve tüm kaplamaların 1200 saniyelik aşınma testi sonrası korunduğu sonucuna varılmıştır. Elde edilen bu sonuç aynı zamanda sürtünme katsayısı grafikleri gözlemlenerek de doğrulanmıştır. Kaplamaların 3D profilleri incelendiğinde aşınan her yüzeyin aşınmayan yüzeylere kıyasla daha düşük pürüzlülükte olduğu belirlenmiştir. Bu durum, bilye ile teması sonucu kaplamadan kopan aşındırıcı partiküllerin yüzeydeki gözenekleri doldurmak üzere yer değiştirmesi ile ilişkilidir. Genel anlamda bilye tarafından kaplama yüzeyi düzleştirilmiş ve kaplama malzemesi yeniden konumlandırılmıştır. Bu durum abrazif aşınma mekanizmasını temsil etmektedir ve bu alanda yapılan çalışmalar PEO kaplamaların abrazif aşınma mekanizması sergilediğini doğrulamaktadır (Javidi and Fadaee 2013; Aliasghari et al. 2014; Hong et al. 2015; Li et al. 2018; Rao et al. 2021). Abrazif aşınmanın genel olarak, test koşullarına, aşındırıcı partiküllerin yapısına ve seçilen bilyeye bağlı olarak üç cisimli yuvarlanma veya iki cisimli oluk açma şeklinde gerçekleşebileceği bildirilmiştir (Sabatini et al. 2010). Mevcut tez çalışmasında, hem kaplamalar hem de bilye yüzeyindeki aşınma izleri, ana mekanizmanın üç cisimli yuvarlanma olduğunu göstermektedir.

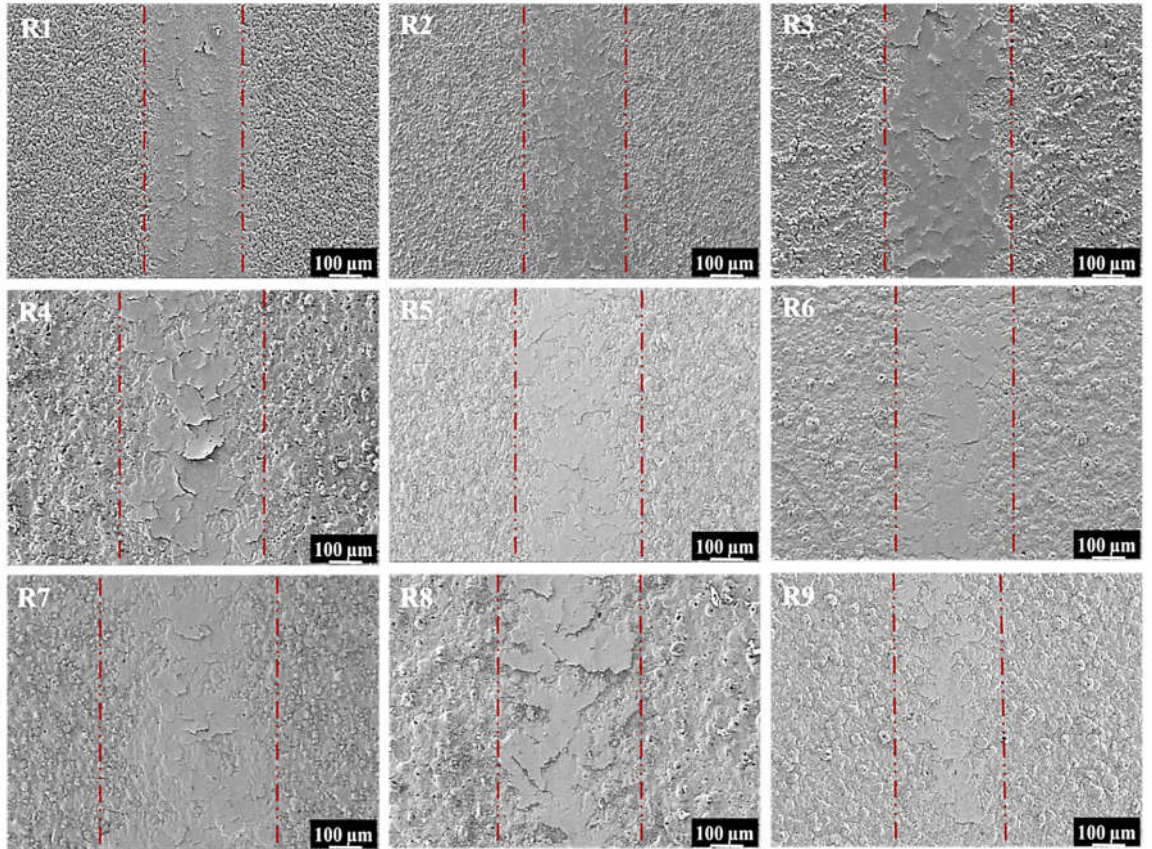
Tablo 20. AA7075 Alaşımı, PEO Kaplamalar ve Bilyelerin Aşınma Oranları

Deney Kodu	Aşınma Oranı ($\times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$)		Bilye Aşınma Oranı ($\times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$)	
	<i>Test-1</i>	<i>Test-2</i>	<i>Test-1</i>	<i>Test-2</i>
R1	1,241	1,058	6,296	3,114
R2	0,996	0,984	9,113	4,821
R3	0,993	1,026	6,296	11,455
R4	1,578	1,762	12,783	17,465
R5	1,272	1,360	4,821	9,113
R6	1,361	1,323	8,086	7,149
R7	8,899	8,702	17,465	17,465
R8	1,180	1,219	14,223	10,234
R9	3,020	2,863	6,296	7,149
AA7075	11,107		-	

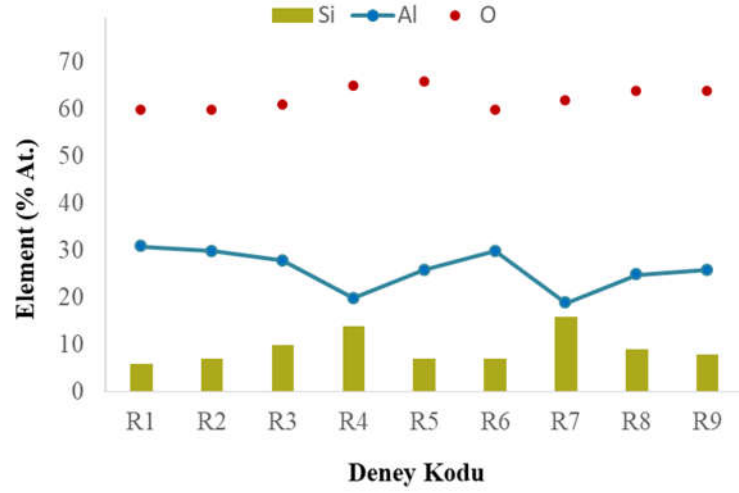
Aşınma oranlarının verildiği Tablo 20 incelendiğinde, PEO kaplamaların pürüzlü bir yüzey ihtiva eden doğasına rağmen tüm koşullarda taban malzemeyi aşınma hasarına karşı koruduğu belirlenmiştir. Kaplamaların aşınma dirençleri özellikle sertlik değerleri ile ilişkilendirilir, bu nedenle sonuçların değerlendirilmesinde faz yapısı, yüzey morfolojisi ve elementel dağılım oldukça önemlidir (Javidi and Fadaee 2013; Xie et al. 2017; Haghighat-Shishavan et al. 2019). En düşük aşınma oranları birbirine yakın değerlerle R1, R2 ve R3 şartlarında büyütülen kaplamalarda elde edilmiştir. Bahsi geçen kaplamalarda elde edilen düşük

yüzey pürüzlülüğü ve yüksek sertlik değeri ile beraber kristal faz oranının yüksek olması beklenen doğrultuda aşınma direncini iyileştirmiştir. En yüksek aşınma oranının elde edildiği R7 deneyinde ise, daha önce elementel analiz sonuçlarında bahsedildiği üzere en yüksek Si oranı elde edilmiştir. Kaplama yapısında bulunan Si oranındaki yükselme, nodüler yapının daha fazla oranda oluşmasını sağlamış ve bunun sonucunda en yüksek pürüzlülük ve en düşük sertlik değerleri elde edilmiştir. R7 deneyinin profil kesit alanı incelendiğinde aşınma izinin hem genişliği hem de derinliğinin tüm numunelerden daha yüksek olduğu görülebilir. Kaplamaların aşınma deneylerinde kullanılan WC bilyelerin optik görüntüleri incelendiğinde ise, genel olarak eliptik şekilde ve üzerinde çeşitli derinliklerde çizikler içeren izlerin oluştuğu görülmüştür. Bu durum abrazif aşınma mekanizmasının gerçekleştiğini doğrular (Wang et al. 2020 a). Ayrıca bilyelerin aşınma oranının hesaplanmasında kullanılan eliptik şeklin uzun çapı, numunelerin aşınma iz genişliği ile doğru orantılıdır ve bilyelerin hesaplanan aşınma oranları kaplamalara nispeten çok daha düşüktür.

PEO kaplamaların aşınma testi sonrası alınan morfolojik görüntüleri Şekil 63'te, aşınma izinden alınan elementel analiz sonuçları ise Şekil 64'te verilmiştir.



Şekil 63. PEO kaplamaların aşınma testi sonrası yüzey morfolojileri



Şekil 64. PEO kaplamaların aşınma izinden alınan EDS analizleri

Kaplamaların aşınma izleri incelendiğinde, özellikle R3, R4, R7 ve R8 deneylerinin yüzey morfolojilerinde daha net olarak görülen tabakalı yapı, Şekil 64’te verilen element analiz sonuçları ile bağlantılı olarak, aşınma yolundaki silisyumca zengin kaplamaya atfedilmiştir (Aliasghari et al. 2014). Burada dikkat edilmesi gereken bir diğer husus, yüksek değerlerde sürtünme katsayıları elde edilen R3, R4, R7 ve R8 deneylerinin 3D profili ve morfolojik görüntülerinde de görüleceği üzere aşınma izinin genişlemiş olmasıdır. Ancak aşınma oranı, izin genişliğinin yanı sıra derinliğe de bağlıdır. Örneğin R8 deneyinde aşınma izi yüksek yüzey pürüzlülüğü nedeniyle oldukça geniştir ancak yüzeye sıvanan aşınma partikülleri izin derinleşmesini engelleyerek aşınma direncine olumlu bir katkıda bulunmuştur. Bu durumun tersi olacak şekilde, R9 deneyinde hesaplanan iz genişliği küçük değerde olsa da fonksiyonel tabakadaki geniş porlar derinliğin artmasına sebep olarak aşınma direncini düşürmüştür. PEO kaplamaların aşınma dirençlerinden temel olarak iç tabaka adı da verilen fonksiyonel katman sorumludur (Haghighat-Shishavan et al. 2019). Seçilen proses parametrelerine bağlı olarak yüksek gözenekliliğe sahip zayıf dış katman kolaylıkla kırılarak hasar görür. Bu nedenle dış katmanda ayrışma işlemi hızlı gerçekleşir. Daha önce bahsi geçtiği üzere, bilye ilk aşamada temasını PEO kaplamanın dış katmanındaki pürüzlerle gerçekleştirir ve dış katmandan kopan oksit partikülleri aşınma izi üzerinde sıvanmış bir görünüm sergiler. Kayma işlemi devam ederken kopan partiküller alt katmanda açığa çıkan yeni porları kademeli olarak doldurur. İç katmanın mukavemet ve kompaktlığına bağlı olarak doldurulan bu porlar aşınma direncini arttırabilir veya parçalanarak yeni çatlak oluşumlarına sebep olabilir (Xie *et al.* 2017; Rao *et al.* 2021).

Tüm numunelerin aşınma oranı sonuçlarının, pürüzlülük, sertlik veya faz oranı gibi tek bir sebebe bağlanması veya bunların oluşumunda etkin olan tek bir parametre ile ilişkilendirilmesi mümkün değildir. Tüm bu etkenlerin birbiri üzerindeki bağıl etkileri

değerlendirilerek seçilen parametre ve seviyelerin optimum düzeyde kombinasyonunun sağlanması gerekmektedir.

Taguchi deney tasarım yöntemi kullanılarak en iyi aşınma oranı için optimum çalışma şartlarının belirlenmesi.

Taguchi yöntemine göre $L_9(3^4)$ ortogonal deney dizi planı esas alınarak büyütülen kaplamaların aşınma test sonuçlarının güvenilirliğinin sağlanması için her bir deney ikişer kez tekrar edilmiştir. Aşınma oranı üzerinden kaplama kalitesini ölçmek ve sonuçlar içindeki etki faktörlerinin varyasyonlarından optimum çalışma koşullarını belirlemek için S/N analizi yapılmıştır. Kaplamaların aşınma dirençlerini iyileştirme doğrultusunda karakteristik bir değer olarak aşınma oranı ele alınmış ve minimize edilmesi istenen aşınma oranı için S/N oranının hesaplanmasında “*en düşük en iyi*” yöntemi seçilmiştir. PEO kaplamaların aşınma oranlarına karşılık elde edilen S/N oranları Tablo 21’de, parametrelere bağlı cevap faktörleri Tablo 22’de, parametrelerin ortalama S/N oranları üzerindeki etkisi ise Şekil 65’te verilmiştir.

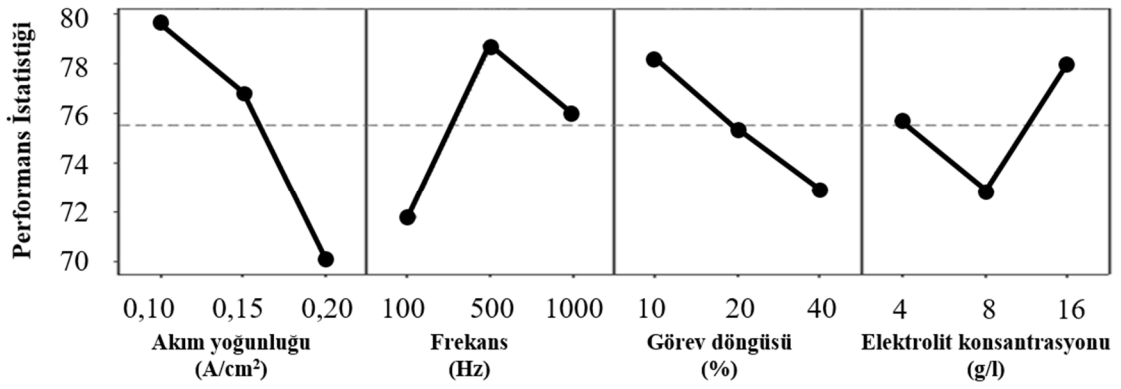
Tablo 21. Aşınma Oranı İçin S/N Oranları

Deney Kodu	Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Frekans (Hz)	Görev Döngüsü (%)	Elektrolit Konsantrasyonu (g/l)	Aşınma Oranı (×10 ⁻⁴ mm ³ /Nm)		S/N Oranı
					Test 1	Test 2	
R1	0,10	100	10	4	1,241	1,058	78,7624
R2	0,10	500	20	8	0,996	0,984	80,0871
R3	0,10	1000	40	16	0,993	1,026	79,9167
R4	0,15	100	20	16	1,578	1,762	75,5325
R5	0,15	500	40	4	1,272	1,360	77,6100
R6	0,15	1000	10	8	1,361	1,323	77,4441
R7	0,20	100	40	8	8,899	8,702	61,1093
R8	0,20	500	10	16	1,180	1,219	78,4188
R9	0,20	1000	20	4	3,020	2,863	70,6255

Kaplamaların aşınma oranlarına karşılık elde edilen S/N oranlarının verildiği Tablo 21’e göre, aşınma oranındaki azalmaya bağlı olarak S/N oranları da yükselmiştir. En yüksek S/N oranı en düşük aşınma oranına sahip olan R2 deneyinde gözlenirken; en düşük S/N oranı en zayıf aşınma direnci sergileyen R7 şartlarında büyütülen kaplama için elde edilmiştir.

Tablo 22. Cevap Faktörü

Seviye	Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	Frekans (Hz)	Görev Döngüsü (%)	Elektrolit Konsantrasyonu (g/l)
1	79,59	71,80	78,21	75,67
2	76,86	78,71	75,42	72,88
3	70,05	76,00	72,88	77,96



Şekil 65. Aşınma oranı için performans istatistiği sonuçları

Tablo 22 ve Şekil 65'te verilen her bir parametrenin etkisi ayrı ayrı incelendiğinde öncelikli olarak akım yoğunluğu seviyesindeki artışa bağlı olarak S/N oranının azaldığı belirlenmiştir. Aşınma oranlarından elde edilen bilgiler doğrultusunda, kalınlığı artan kaplamaların pürüzlülük ve por çapı değerleri de arttığından dolayı daha zayıf direnç sergiledikleri görülmüştür. Dolayısıyla, yüksek akım yoğunluklarında büyütülen kaplamalarda gözlenen hızlı büyüme davranışının, kalınlık artışına sebep olarak aşınma direncini olumsuz yönde etkilediği sonucuna varılmıştır. Kaplamaların korozyon dirençlerinde olduğu gibi aşınma oranlarında da kompaktlık oldukça önemli bir faktördür ve yüksek kalınlıkta olmayan yoğun kaplamalar üretebilmek için düşük akım yoğunluklarının tercih edilmesi, benzer çalışmalarda olduğu gibi, aşınma oranı üzerinde olumlu bir etkiye yol açmıştır (Aliofkhazraei *et al.* 2010; Zhuang *et al.* 2017; Tavares *et al.* 2019).

S/N oranının frekans üzerindeki tepkisi incelendiğinde, en yüksek değer nominal frekans seviyesinde elde edildiği görülmüştür. Yüksek seviyeli frekans değerleri, düşük kalınlık ve yoğun olmayan yapı elde edilmesine sebep olur. Frekansın düşük seviyeleri ise kaplamanın kalınlığını arttırırken bir yandan da yapıda hasarlar oluşturur. Bu nedenle ideal bir seviyenin seçilmesi zorunluluğu ortaya çıkar. Yapılan çalışmalarda, kHz mertebesinde yüksek frekanslarda büyütülen kaplamaların ince ve zayıf yapıda olmasından dolayı aşınma dirençlerinin de azaldığı bildirilmiştir (Aliofkhazraei *et al.* 2010; Li *et al.* 2019).

Akım yoğunluğu ile benzer şekilde görev döngüsündeki artış, S/N oranının azalmasına sebep olmuştur. Daha önce bahsi geçtiği üzere yüksek görev döngüsü ve düşük frekanslar darbe sürelerini arttırarak deşarjların yüzeyde daha uzun süre kalmasına sebep olurken, bir yandan da kaplamanın faz yapısına etki edebilmektedir. Kısa süreli mikro-deşarj oluşumları kaplamanın mikroyapısının daha az çatlak ihtiva etmesine ve daha düşük pürüzlülüğe neden olarak aşınma direncine katkı sağlar (Aliofkhazraei *et al.* 2010; Chang *et al.* 2016; Bahador *et al.* 2021).

Son olarak S/N oranının elektrolit konsantrasyonu üzerindeki tepkisi incelendiğinde, korozyon direncinde olduğu gibi, en yüksek seviyenin en iyi değeri verdiği gözlenmiştir. Belirli

bir seviyeye kadar yüksek konsantrasyonda seçilen elektrolitler kaplamaların daha yoğun büyümesini sağlar. Kompakt yapı, pürüzlü olan yüzeyden kopan aşınma partiküllerinin kesici etkisinin azaltılmasına yardımcı olur (Aliofkhazraei *et al.* 2010).

En düşük aşınma oranının elde edilmesi amacıyla her parametre için ortalama S/N oranının en yüksek değeri seçilerek, optimum çalışma şartları belirlenmiş ve doğrulama deneyi yapılmıştır. Bu bağlamda, AA7075 alaşımının aşınma oranını minimize etmek için optimum parametre/seviye kombinasyonu; “*akım yoğunluğu 0,1 A/cm², frekans 500 Hz, görev döngüsü %10 ve elektrolit konsantrasyonu 16 g/l*” olarak belirlenmiştir.

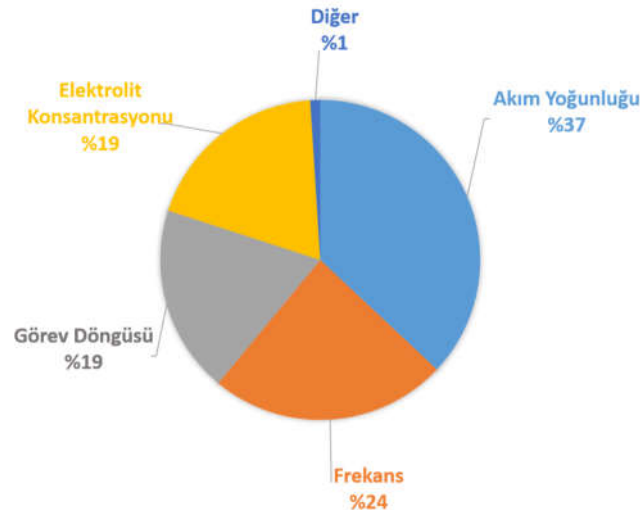
Belirlenen optimum parametre ve seviyeler MİNİTAB programına girildikten sonra doğrulama deneyi için öngörülen aşınma oranı değeri “*2,065×10⁻⁴ mm³/Nm*” olarak belirlenmiştir.

Aşınma oranlarının S/N oranına göre varyans analizi

PEO kaplamalarda seçilen parametrelerin aşınma oranı üzerindeki etki sırası ve aşınma oranına katkısının belirlenmesi için ANOVA yöntemi kullanılmıştır. ANOVA sonuçları Tablo 23’te, seçilen parametrelerin aşınma oranına katkısı ise Şekil 66’da verilmiştir.

Tablo 23. Aşınma Oranı İçin Varyans Analizi Sonuçları

<i>Parametre</i>	<i>D</i>	<i>SS (×10⁻⁸)</i>	<i>MS (×10⁻⁸)</i>	<i>F</i>	<i>P</i>	<i>Rank</i>
Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	2	38,106	19,0528	2402,54	0,000	1
Frekans (Hz)	2	24,238	12,1190	1528,20	0,000	2
Görev Döngüsü (%)	2	19,878	9,9388	1253,27	0,000	3
Elektrolit Konsantrasyonu (g/l)	2	19,495	9,7477	1229,18	0,000	4
Hata	9	0,071	0,0079			
Toplam	17	101,788				



Şekil 66. Parametrelerin aşınma oranı üzerine etkisi

Tablo 23 ve Şekil 66 birlikte incelendiğinde, seçilen parametrelerin aşınma oranı üzerindeki katkı oranları, en yüksekten en düşüğe doğru olacak şekilde, akım yoğunluğu, frekans, görev döngüsü ve elektrolit konsantrasyonu olarak sıralanmıştır. Ayrıca, mevcut çalışma, $p < \alpha$ Ho hipotezine göre %5'lik anlamlılık, yani %95'lik bir güven düzeyinde gerçekleştirilmiştir. ANOVA analizinde, yüzde hatanın toplam varyansa katkısı %1 olarak bulunmuştur. Belirlenen bu düşük değer, mevcut çalışmanın deney tasarımında hiçbir önemli parametrenin eksik olmadığını ve aşınma oranı üzerindeki en etkin parametreler doğrultusunda çalışma planı yapıldığını gösterir. Burada %1'lik oldukça küçük hata payı, gürültü faktörlerine atfedilebilir.

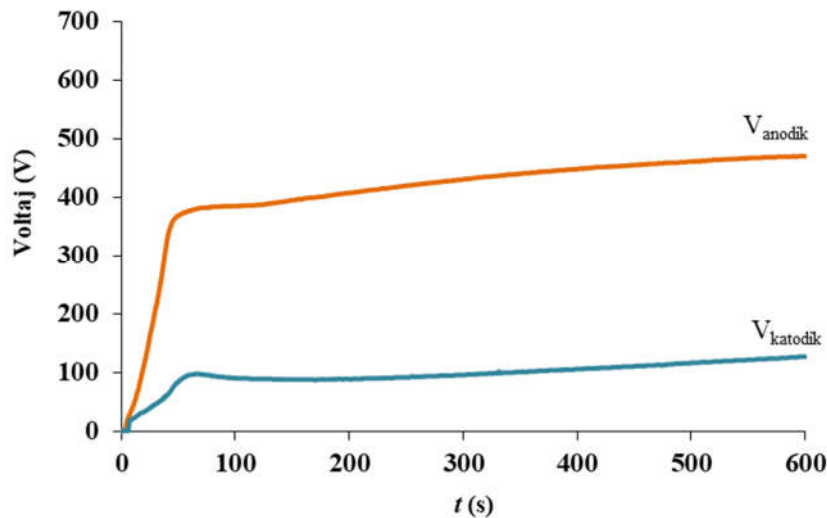
Doğrulama deneyi

AA7075 alaşımlarının aşınma oranının iyileştirilmesi amacıyla, Taguchi yöntemine göre belirlenen deney parametrelerinin en yüksek S/N değerleri seçilerek optimum çalışma şartları belirlenmiş ve “RA” kodu ile tanımlanan doğrulama deneyinin optimum parametre/seviye kombinasyonu Tablo 24’te verilmiştir.

Tablo 24. RA Deneyinin Optimum Parametre Seviye Kombinasyonu

<i>Parametre</i>	<i>Seviye</i>
Akım Yoğunluğu (A/cm ²)	0,1
Frekans (Hz)	500
Görev Döngüsü (%)	10
Elektrolit Konsantrasyonu (g/l)	16

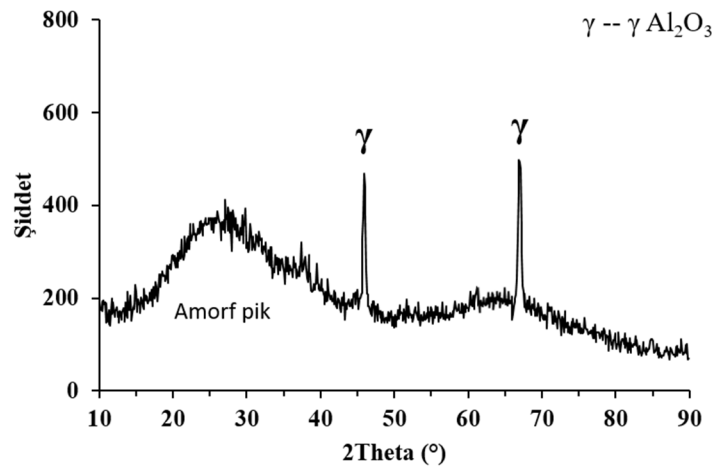
Aşınma oranının iyileştirilmesi amacıyla optimum parametre/seviye kombinasyonunda büyütülen doğrulama deneyi için de diğer deneylerde olduğu gibi tüm analizler tekrar edilmiştir. RA deneyine ait voltaj/zaman eğrisi Şekil 67’de gösterilmiştir.



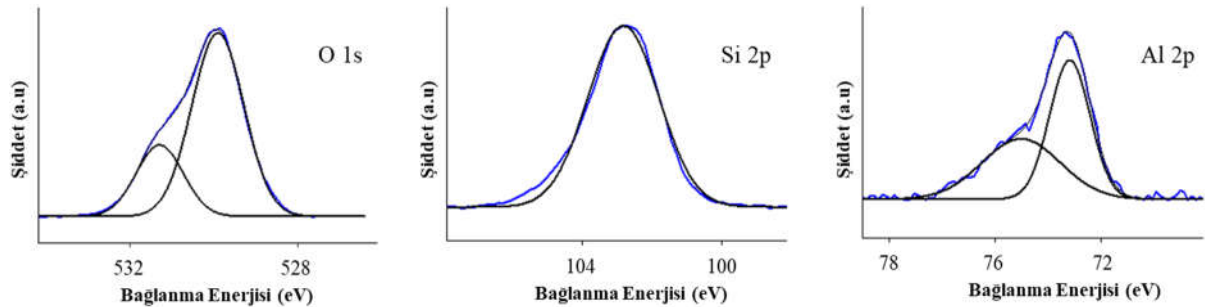
Şekil 67. RA deneyinin voltaj/zaman eğrisi

Voltaj/zaman grafiği Şekil 67’de verilen doğrulama deneyinin kırılma ve maksimum voltaj değerleri sırasıyla 359V ve 470V olarak ölçülmüştür. Konsantre elektrolit kullanılarak büyütülen doğrulama deneyinin ph ve iletkenlik değerleri ise sırasıyla 12,55 ve 30 ms/cm’dir. Yüksek konsantrasyonlu elektrolitlerde büyütülen diğer kaplamalar gibi burada da elektrolit iletkenliğinin yüksek olması, kırılma ve maksimum voltaj değerlerinde azalmaya sebep olmuştur (Sah *et al.* 2011). RA deneyinin kalınlık ($14,52 \pm 3,3 \mu\text{m}$) ve pürüzlülük ($2,196 \pm 0,2 \mu\text{m}$) değerleri yüksek konsantrasyonlu elektrolitlerde büyütülen diğer kaplamalara göre düşük seviyededir. Bu durumun en önemli nedeni, deney şartlarında akım yoğunluğu ve darbe süresinin (t_{on}^+ : 200 μs , t_{on} : 200 μs) düşük seviyede seçilmiş olmasıdır (Zhang *et al.* 2017; Lee *et al.* 2020). Bu sayede orta kalınlıkta ve düşük yüzey pürüzlülüğüne sahip yoğun bir kaplama elde edilmiştir.

En iyi aşınma oranının elde edilmesi amacıyla büyütülen doğrulama deneyine ait XRD grafiği ve yüksek çözünürlüklü O 1s, Si 2p ve Al 2p spektrumları sırasıyla Şekil 68 ve Şekil 69’da gösterilmiştir.



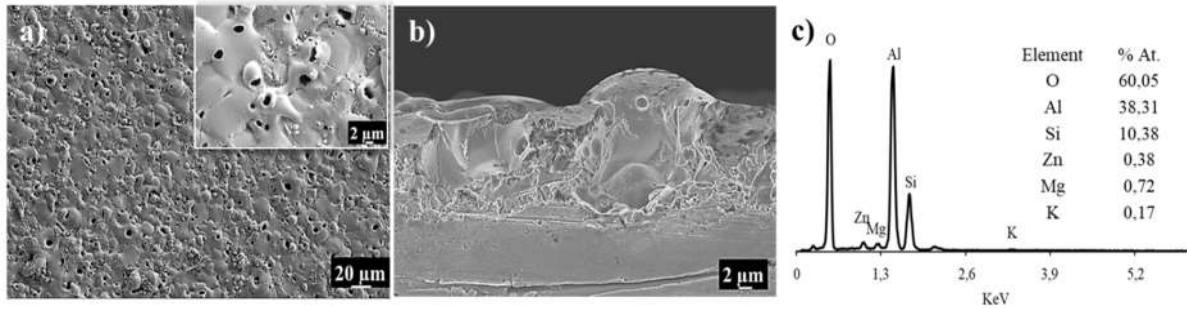
Şekil 68. RA deneyinin XRD grafiği



Şekil 69. RA deneyinin yüksek çözünürlüklü O1s, Si2p ve Al2p spektrumları

Şekil 68’de verilen XRD grafiği incelendiğinde, konsantre elektrolit kullanılan diğer deneylerde olduğu gibi RA deneyi için de, $2\theta=66,7^\circ$ ve $2\theta=45,7^\circ$ ’de yansıyan temel $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

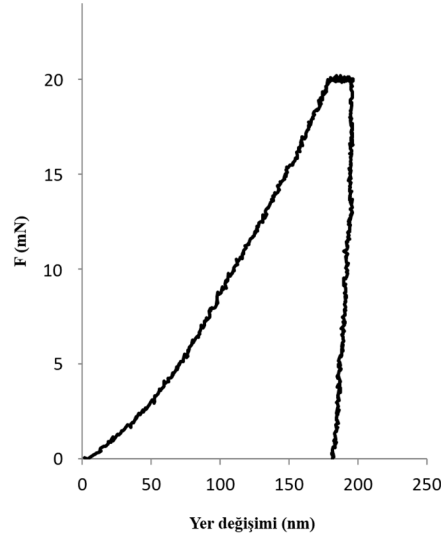
(440) ve (400) pikleri ve $2\Theta=15-35^\circ$ aralığında amorf fazların olduğu gözlenmiştir (Aliramezani *et al.* 2017). Şekil 69’da gösterilen ve pik ayrıştırma işlemi yapılan O 1s spektrumunda, toplam alanın %68’ini oluşturan ve 530 eV bağlanma enerjisinde bulunan Al_2O_3 ve 531,5 eV bağlanma enerjisinde bulunan alüminosilikat bileşiğinin olduğu belirlenmiştir. Si 2p spektrumunda oluşan temel pik ise, 102,7 eV bağlanma enerjisinde bulunan alüminosilikat bileşiğini temsil etmektedir. Son olarak Al 2p spektrumu incelendiğinde, toplam alanın %65’ini oluşturan ve 73 eV bağlanma enerjisinde bulunan temel pik Al_2O_3 ’ü temsil ederken, 74,8 eV bağlanma enerjisinde oluşan küçük pik Al_2O_3 /alüminosilikat bileşiklerine karşılık gelmektedir.



Şekil 70. RA deneyinin a) yüzey morfolojisi, b) kesit morfolojisi ve c) EDS analizi

En iyi aşınma oranı için optimize edilen parametre/seviye kombinasyonunda büyütülen RA deneyinin yüzey morfolojisi, kesit morfolojisi ve elementel analiz sonuçları Şekil 70’te verilmiştir. Doğrulama deneyinin Şekil 70-a’da gösterilen yüzey morfolojisi incelendiğinde diğer kaplamalara nispeten oldukça homojen bir yapı elde edildiği ve mikro-çatlak seviyesinin minimuma indirildiği tespit edilmiştir. Ayrıca hesaplanan ortalama por çapı değeri ($3,84 \pm 1,2 \mu m$), benzer kalınlıkta büyütülen diğer kaplamalara kıyasla daha küçüktür. Bu durum, uygulanan düşük akım yoğunluğu ve düşük darbe süresinin sebep olduğu, yoğunluğu azalan deşarj oluşumu ile ilişkilidir. Şekil 70-b incelendiğinde, kaplamanın fonksiyonel tabakasının oldukça kompakt bir yapıda olduğunu görmek mümkündür. RA deneyinin Şekil 70-c’de gösterilen EDS sonuçlarına göre, tüm deneyler arasında Al ve O oranı en yüksek, Si oranı ise en düşük kaplama elde edilmiştir. Konsantre elektrolit kullanılmasına rağmen seçilen düşük akım yoğunluğu, nominal frekans ve düşük görev döngüsü seviyeleri hızlı büyüme mekanizmasının etkisini azaltarak silisyumun kaplama yapısında bulunma oranının en aza indirgenmesine sebep olmuştur. Bahsi geçen her bir durum kaplamanın aşınma direnci üzerinde oldukça önemli etkilere sahiptir (Darband *et al.* 2017).

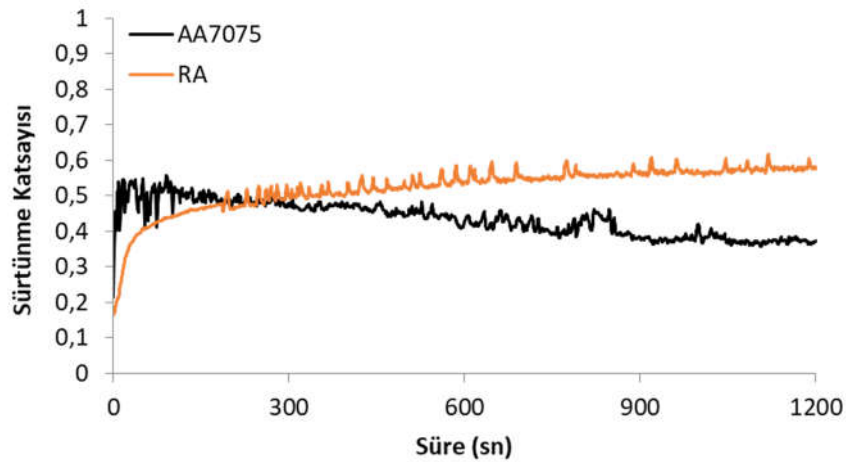
Doğrulama deneyinde 20 mN yüke karşılık elde edilen yer değiştirme eğrisi Şekil 71’de verilmiştir.



řekil 71. RA deneyinin yük/yer deęiřimi eęrisi

řekil 71’te gösterilen doęrulama deneyinin yük/yer deęiřimi eęrisinden elde edilen nano-sertlik deęeri 9,8 GPa’dır. Orta seviyeli kalınlık ve düşük pürüzlülük deęerlerinin elde edildięi RA deneyinde, oluřan gözenek boyutlarının küçülmesi ve Si oranının dięer 9 kaplamaya göre en düşük seviyede olması sebebiyle en yüksek sertlik deęerlerinden birine ulařılmıřtır. Elde edilen sertlik deęerinin, R1 deneyine nispeten daha düşük olması artan kalınlık ve pürüzlülükle iliřkilendirilmiřtir.

Optimize edilen parametre/seviye kombinasyonunda büyütölen doęrulama deneyi ve AA7075 alařımının aşınma testi sonrası karřılařtırmalı sürtünme katsayısı/zaman grafikleri řekil 72’de, katsayıların elde edilen bařlangıç, ortalama ve bitiş deęer deęerleri ise Tablo 25’te verilmiřtir.



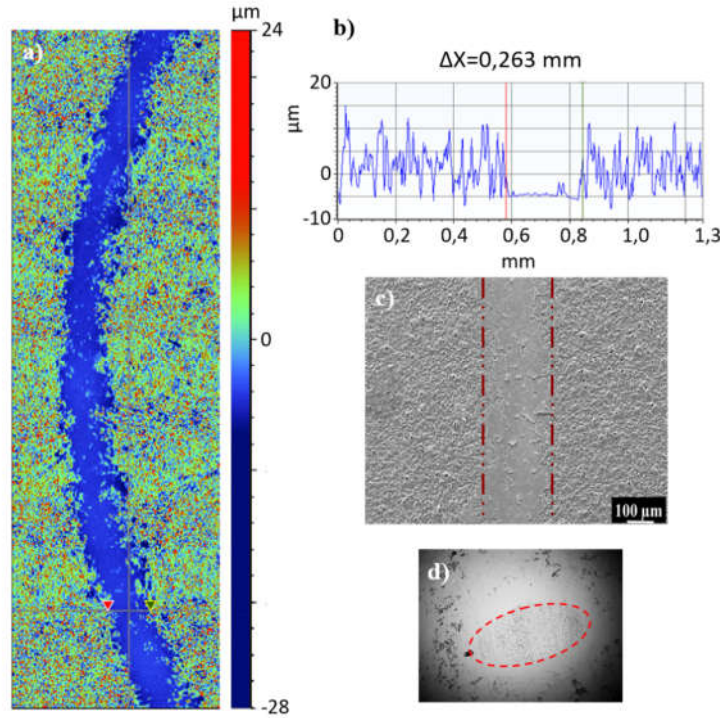
řekil 72. AA7075 alařımı ve RA deneyinin sürtünme katsayısı/zaman grafikleri

Tablo 25. AA7075 Alaşımı ve RA Deneyinin Sürtünme Katsayıları

<i>Deney Kodu</i>	<i>Test Başlangıcı</i>	<i>Ortalama</i>	<i>Test Bitişi</i>
AA7075	0.351	0.436	0.370
RA	0.169	0.526	0.576

Şekil 72 ve Tablo 25 incelendiğinde diğer deneylerde olduğu gibi, doğrulama deneyinin de pürüzlü yapıda olması dolayısıyla ortalama sürtünme katsayısı AA7075 alaşımından yüksek bir değerdedir. Test başlangıcında eğri üzerinden ölçülen sürtünme katsayısı (0,169) küçük bir değer olmasına rağmen, devam eden kayma hareketi ile yüzeyden kopan aşınma partikülleri hem değerlerin yükselmesine hem de eğrinin dalgalanmasına sebep olmuştur (Aliasghari *et al.* 2014). Ayrıca RA deneyine ait sürtünme katsayısı eğrisinin, diğer tüm deneylerle kıyaslandığında daha stabil olduğu görülmüştür. Bu durum, sürtünme katsayısının ortalama ve bitiş değerleri incelendiğinde de açıkça görülebilir.

Doğrulama deneyinin test sonrası aşınma izinden alınan 3D profili, profil kesit alanı, yüzey morfolojisi ve bilyenin optik görüntüsü Şekil 73'te, AA7075 alaşımı ile karşılaştırmalı aşınma oranları ise Tablo 26'da verilmiştir.



Şekil 73. RA deneyinin aşınma testi sonrası a) 3D profil görüntüsü, b) profil kesit alanı, c) yüzey morfolojisi ve d) 100x bilye optik görüntüsü

Tablo 26. AA7075 Alaşımı, RA Deneyi ve Bilyenin Aşınma Oranları

<i>Deney Kodu</i>	<i>Aşınma Oranı</i> ($\times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$)	<i>Bilye Aşınma Oranı</i> ($\times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$)
AA7075	11,107	-
RA	0,822	1,907

Şekil 73-b’de gösterilen profil kesit alanının incelenmesi sonucu, doğrulama deneyinin aşınma iz genişliği ve derinliğinin diğer tüm kaplamalardan küçük olduğu belirlenmiştir. Yine diğer kaplamalarla benzer şekilde abrazif aşınma mekanizmasının görüldüğü doğrulama deneyinde, aşınan yüzeyin pürüzlülüğünün aşınmayan kısımlara göre daha düşük olduğu gözlenmiştir. İz genelinde yüzeyden kopan ve üçüncü cisim olarak adlandırılan aşınma partikülleri bilyenin kayma hareketi ile birlikte kaplamanın fonksiyonel tabakasında bulunan gözeneklerin içerisine dolarak pürüzlülüğü azaltmıştır (Li *et al.* 2018; Rao *et al.* 2021). Ortalama değerde kalınlık, düşük yüzey pürüzlülüğü, en düşük Si oranı ve yüksek sertlik değeri kaplama için elde edilebilecek en iyi aşınma oranını sunmuştur (Aliasghari *et al.* 2014). Ayrıca Tablo 26’dan görülebileceği üzere optimize edilen parametre/seviye kombinasyonunda büyütülen doğrulama deneyinin aşınma oranı, AA7075 alaşımından yaklaşık **14** kat daha iyidir. Doğrulama deneyinden elde edilen aşınma oranı olan $0,822 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, MİNİTAB programından alınan öngörülen ortalama değer olan “ $2,065 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ” den daha düşük bir değer olduğu için analiz sonuçlarının uyumlu ve güvenli olduğu belirlenmiştir.

TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışmada; korozyon ve aşınma özelliklerinin iyileştirilmesi amaçlanan AA7075 alaşımlarının yüzeylerine PEO prosesi kullanılarak oksit kaplamalar büyütülmüştür. Deney esnasında kullanılacak parametre ve seviyeler Taguchi deney tasarım yöntemine göre belirlenmiştir. Kaplamaların korozyon ve aşınma dirençleri üzerinde etkin olan faz yapısı, mikroyapı ve mekanik özellikler detaylı olarak incelenmiş ve hesaplanan S/N oranları üzerinden optimum parametre/seviye kombinasyonları geliştirilmiştir. Çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir:

- PEO işleminde kullanılan elektrolitlerin konsantrasyonundaki artışa bağlı olarak, (4,8,16 g/l Na_2SiO_3) pH ve iletkenlik değerlerinde yükselme gözlenmiştir. Kaplamaların büyütülmesi esnasında ulaşılan kırılma ve maksimum voltaj değerlerinin, akım yoğunluğu ve frekans seviyelerindeki artışa bağlı olarak yükseldiği, görev döngüsü ve elektrolit konsantrasyonu seviyelerindeki artışa bağlı olarak da azaldığı belirlenmiştir. En yüksek kırılma ve maksimum voltaj değerleri R6 deneyinde (487V-571V) gözlenirken, en düşük değerler ise R3 deneyi (327V-426V) için kaydedilmiştir.
- PEO kaplamaların seçilen parametre/seviye kombinasyonlarına göre farklı değerlerde kalınlık ve pürüzlülüğe sahip olduğu belirlenmiştir. En yüksek ve en düşük kaplama kalınlığı değerleri sırasıyla R4 (30,64 μm) ve R1 (4,48 μm) deneyleri için elde edilmiştir. Genel olarak kalınlaşan kaplamalarda daha yoğun deşarjların oluşması sebebiyle pürüzlülük değerlerinin de orantılı olarak arttığı gözlenmiştir. Özellikle akım yoğunluğu ve elektrolit konsantrasyonunun yüksek seviyelerinin, bu yöndeki etkin parametreler olduğu belirlenmiştir. Ayrıca, frekansın düşük, görev döngüsünün ise yüksek seviyelerde seçilmesinin, darbe oranını yükselttiği ve böylece deşarjların yüzeyde uzun süre kalmasına sebep olarak pürüzlülük değerini arttırdığı görülmüştür. Bu doğrultuda pürüzlülük değeri en yüksek olan R7 (4,411 μm), en düşük olan ise R2 (1,098 μm) deneyleridir.
- PEO kaplamaların grazing açılı XRD analizleri incelendiğinde tüm kaplamaların yüzeyinde $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazının olduğu gözlenmiştir. Ayrıca elektrolit konsantrasyonu ve darbe yoğunluğundaki artışa bağlı olarak R3, R4, R7 ve R8 şartlarında büyütülen kaplamaların yapısında amorf fazlarının olduğu tespit edilmiştir.

- Yüksek çözünürlüklü O 1s, Si 2p ve Al 2p spektrumları incelenen PEO kaplamaların yüzeyinde, metal oksit (Al_2O_3) ve alüminosilikat bileşiklerinin olduğu gözlenmiştir. Ayrıca konsantre elektrolitler içerisinde büyütülen deneylerde sitokiyometrik olmayan silikat bileşiklerinin de olduğu tespit edilmiştir.
- AA7075 alaşımları üzerine büyütülen PEO kaplamaların yüzey morfolojilerinin genel olarak gözenekli bir yapıda olduğu görülmüştür. Kaplamaların, seçilen parametre/seviye kombinasyonuna bağlı olarak farklı oranlarda krater yapı, nodüler yapı ve mikro-çatlaklar içerdiği belirlenmiştir. Hızlı katılma beraberinde daha fazla mikro-çatlak oluşumunu tetiklerken, elektrolit konsantrasyonunun yükselmesi nodüler yapının artmasına sebep olmuştur. Alınan elementel analiz sonuçlarına göre elektrolit konsantrasyonu ve darbe sürelerindeki artışla doğru orantılı olacak şekilde kaplama bünyesinde bulunan Si oranının arttığı gözlenmiştir. Bu doğrultuda kaplamaların O oranlarının birbirine yakın değerlerde olduğu belirlenmiş, en yüksek Al oranı R1 deneyi (%27,83), en yüksek Si oranı ise R7 deneyinde (%22,98) elde edilmiştir. Yan kesitleri incelenen PEO kaplamaların bariyer, fonksiyonel ve dış tabaka olmak üzere üç katmandan olduğu görülmüştür.
- PEO işlemi gören alüminyum alaşımlarının sertliğinin iyileştirilmesinde en önemli katkıya sahip olan kararlı $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ fazının yapı içerisinde oluşmadığı görülmüştür. Buna rağmen seçilen parametre/seviye kombinasyonuna bağlı olarak 4-10 GPa aralığında değişen yüksek nano-sertlik değerleri elde edilmiştir. Sonuçların değişken olmasındaki etken faktörlerin kaplamaların yapısında bulunan amorf faz miktarı ve porozite oranı olduğu belirlenmiştir. Sırasıyla en yüksek ve en düşük sertlik değerleri R1 (10,3 GPa) ve R7 (4,1 GPa) deneyleri için elde edilmiştir.
- Yapılan korozyon deneyleri sonrasında, AA7075 alaşımı ve PEO kaplamaların yüzeyinde lokalize korozyon mekanizmasının hakim olduğu gözlenmiştir. Yüksek gözeneklilik ve yapısal kusurlar içeren kaplamalarda korozyon hızı artmıştır. Bununla birlikte kalın ve yoğun yapıda büyütülen fonksiyonel tabakanın, kaplamaların korozyon direncinin iyileştirilmesinde en önemli faktör olduğu belirlenmiştir. Bu doğrultuda en yüksek korozyon direnci R4 ($2012 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}^2$), en düşük korozyon direnci ise R3 ($149 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}^2$) deneyleri için elde edilmiştir.
- Kaplamaların korozyon dirençleri üzerinden yapılan varyans analizine göre en etkin parametrelerin sırasıyla frekans, elektrolit konsantrasyonu, akım yoğunluğu ve görev döngüsü olduğu belirlenmiştir.

- En iyi korozyon direncinin elde edilmesi amacıyla optimize edilen parametre ve seviyelerde büyütülen doğrulama deneyi (RK) için tüm kaplamalardan daha yüksek bir kalınlık değerine (39,87 μm) ulaşılmıştır. Kalınlıkla beraber artan pürüzlülük değeri (4,42 μm) ve yapının amorf fazlardan oluşması nedeniyle ortalama bir sertlik değeri (5,7 GPa) elde edilmiştir. RK deneyi için tüm kaplamalar arasında en iyi korozyon direncine ($2332 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}^2$) ulaşılmıştır.
- PEO yöntemi ile büyütülen tüm kaplamaların AA7075 alaşımından daha iyi aşınma direncine sahip olduğu gözlenmiştir. PEO kaplamaların sürtünme katsayıları genel olarak pürüzlü yapılarından dolayı AA7075 alaşımından daha yüksek değerlerde bulunmuş ve eğrilerde dalgalanmalar tespit edilmiştir. Taban malzemede adeziv ve abrazif aşınma mekanizmasının kombinasyonu gözlenirken, kaplamalarda yalnızca abrazif mekanizma meydana gelmiştir. Büyütülen kaplamalar arasında, pürüzlülük ve Si oranı düşük, sertlik değeri ise yüksek olanların aşınma oranında iyileşme görülmüştür. Sırasıyla en yüksek ve en düşük aşınma oranları R7 ($8,889 \times 10^{-4} \text{mm}^3/\text{Nm}$) ve R2 ($0,984 \times 10^{-4} \text{mm}^3/\text{Nm}$) deneyleri için elde edilmiştir.
- Kaplamaların aşınma oranları üzerinden yapılan varyans analizine göre en etkin parametrelerin sırasıyla akım yoğunluğu, frekans, görev döngüsü ve elektrolit konsantrasyonu olduğu belirlenmiştir.
- En düşük aşınma oranının elde edilmesi amacıyla optimize edilen parametre ve seviyelerde büyütülen doğrulama deneyinde (RA), ortalamanın altında kalınlık (14,52 μm) ve pürüzlülük (2,196 μm) değerleri elde edilmiştir. Kaplama yapısında kristal $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ve amorf fazlarının olduğu tespit edilmiştir. Yapılan EDS analizi sonucu en düşük Si oranı (%10,38) RA deneyi için elde edilmiştir. Düşük Si oranı ve pürüzlülük değeri, kaplamanın sertliğini arttırmış (9,8 GPa) ve tüm kaplamalar arasında en iyi aşınma oranı ($0,822 \times 10^{-4} \text{mm}^3/\text{Nm}$) elde edilmiştir.

Mevcut tez çalışması, AA7075 alaşımının havacılık, uzay ve otomotiv gibi endüstriyel uygulamalarda kullanım alanını kısıtlayan korozyon ve aşınma direncinin hem iyileştirilmesi hem de kullanılacak proses parametrelerinin optimize edilmiş olması açısından oldukça kapsamlı ve sistematik bir araştırma olmuştur. Bundan sonra gerçekleştirilecek çalışmalara katkı sağlaması açısından, optimize edilen parametre ve seviyelere göre AA7075 alaşımları üzerine büyütülecek PEO kaplamaların tribokorozyon testleri yapılarak, korozyon ve aşınma hasarının sinerjik etkisi değerlendirilebilir.

KAYNAKLAR

- Abbasi, S., Golestani-Fard, F., Mirhosseini, S.M.M., Ziaee, A. and Mehrjoo, M., 2013. Effect of electrolyte concentration on microstructure and properties of micro arc oxidized hydroxyapatite/titania nanostructured composite. *Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications*, 33(5), 2555-2561.
- Abreu, C.M., Cristobal, M.J., Figueroa, R. and Pena, G., 2015. Wear and corrosion performance of two different tempers (t6 and t73) of aa7075 aluminium alloy after nitrogen implantation. *Applied Surface Science*, 327, 51-61.
- Agureev, L., Savushkina, S., Ashmarin, A., Borisov, A., Apelfeld, A., Anikin, K., Tkachenko, N., Gerasimov, M., Shcherbakov, A., Ignatenko, V. and Bogdashkina, N., 2018. Study of plasma electrolytic oxidation coatings on aluminum composites. *Metals*, 8(6).
- Ahmadkhaniha, D., Sohi, M.H., Zarei-Hanzaki, A., Bayazid, S.M. and Saba, M., 2015. Taguchi optimization of process parameters in friction stir processing of pure mg. *Journal of Magnesium and Alloys*, 3(2), 168-172.
- Akbari, E., Di Franco, F., Ceraolo, P., Raeissi, K., Santamaria, M. and Hakimizad, A., 2018. Electrochemically-induced tio₂ incorporation for enhancing corrosion and tribocorrosion resistance of peo coating on 7075 al alloy. *Corrosion Science*, 143, 314-328.
- Al-Bender, F., 2005. On the definition and laws of friction. *World Tribology Congress III*, Washington.
- Albella, J.M., Montero, I. and Martinezduart, J.M., 1987. A theory of avalanche breakdown during anodic-oxidation. *Electrochimica Acta*, 32(2), 255-258.
- Aliasghari, S., Skeldon, P. and Thompson, G.E., 2014. Plasma electrolytic oxidation of titanium in a phosphate/silicate electrolyte and tribological performance of the coatings. *Applied Surface Science*, 316, 463-476.
- Aliofkhazraei, M., Rouhaghdam, A.S. and Shahrabi, T., 2010. Abrasive wear behaviour of si₃n₄/tio₂ nanocomposite coatings fabricated by plasma electrolytic oxidation. *Surface & Coatings Technology*, 205, S41-S46.
- Aliramezani, R., Raeissi, K., Santamaria, M. and Hakimizad, A., 2017. Characterization and properties of peo coatings on 7075 al alloy grown in alkaline silicate electrolyte containing kmno₄ additive. *Surface & Coatings Technology*, 329, 250-261.
- An, L.Y., Ma, Y., Yan, X.X., Wang, S. and Wang, Z.Y., 2020. Effects of electrical parameters and their interactions on plasma electrolytic oxidation coatings on aluminum substrates. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 30(4), 883-895.
- Andreatta, F., Terryn, H. and de Wit, J.H.W., 2004. Corrosion behaviour of different tempers of aa7075 aluminium alloy. *Electrochimica Acta*, 49(17-18), 2851-2862.
- Archambault, P., Chevrier, J.C., Beck, G. and Bouvaist, J., 1980. A contribution to the optimization of the 7075-heat treatment. *Materials Science and Engineering*, 43(1), 1-6.
- Archard, J.F., 1953. Contact and rubbing of flat surfaces. *Journal of Applied Physics*, 24, 981-988.

- Arunnelliappan, T., Babu, N.K., Krishna, L.R. and Rameshbabu, N., 2015. Influence of frequency and duty cycle on microstructure of plasma electrolytic oxidized aa7075 and the correlation to its corrosion behavior. *Surface & Coatings Technology*, 280, 136-147.
- Arunnelliappan, T., Krishna, L.R., Anoop, S., Rani, R.U. and Rameshbabu, N., 2016. Fabrication of multifunctional black peo coatings on aa7075 for spacecraft applications. *Surface & Coatings Technology*, 307, 735-746.
- Babaei, M., Dehghanian, C., Taheri, P. and Babaei, M., 2016. Effect of duty cycle and electrolyte additive on photocatalytic performance of tio₂-zro₂ composite layers prepared on cp ti by micro arc oxidation method. *Surface & Coatings Technology*, 307, 554-564.
- Babaei, M., Dehghanian, C. and Vanaki, M., 2015. Effect of additive on electrochemical corrosion properties of plasma electrolytic oxidation coatings formed on cp ti under different processing frequency. *Applied Surface Science*, 357, 712-720.
- Bahador, R., Hosseinabadi, N. and Yaghtin, A., 2021. Effect of power duty cycle on plasma electrolytic oxidation of a356-nb₂o₅ metal matrix composites. *Journal of Materials Engineering and Performance*.
- Barati, N., Meletis, E.I., Fard, F.G., Yerokhin, A., Rastegari, S. and Faghihi-Sani, M.A., 2015. Al₂O₃-zro₂ nanostructured coatings using dc plasma electrolytic oxidation to improve tribological properties of al substrates. *Applied Surface Science*, 356, 927-934.
- Barati, N., Yerokhin, A., Golestanifard, F., Rastegari, S. and Meletis, E.I., 2017. Alumina-zirconia coatings produced by plasma electrolytic oxidation on al alloy for corrosion resistance improvement. *Journal of Alloys and Compounds*, 724, 435-442.
- Bellinger, N.C., Komorowski, J.P., Liao, M., Carmody, D., Foland, T. and Peeler, a.D., 2002. Preliminary study into the effect of exfoliation corrosion on aircraft structural integrity. 6th Joint FAA/DoD/NASA Aging Aircraft Conference, California.
- Bhui, A.S. and Singh, G., 2017. Study of mechanical properties of al 7075 alloy after heat treatment. MS Thesis, Department of Mechanical Engineering, Gurdaspur.
- Bhushan, B., 2001. Modern tribology handbook volume one principles of tribology. CRC Press LLC, 1728 p, USA.
- Bhushan, B., 2013. Introduction to tribology 2nd edition. John Wiley and Sons, 738 p, USA.
- Birbilis, N. and Buchheit, R.G., 2005. Electrochemical characteristics of intermetallic phases in aluminum alloys - an experimental survey and discussion. *Journal of the Electrochemical Society*, 152(4), B140-B151.
- Burleigh, T.D., 2003. Alloy production and materials manufacturing. Handbook of aluminium, . G.E. Totten and D.S. Mackenzie. Marcel Dekker Inc., USA, 421-463.
- Burwell, J.T., 1957. Survey of possible wear mechanisms. *Wear*, 1, 119-141.
- Burwell, J.T. and Strang, C.D., 2004. On the empirical law of adhesive wear. *Journal of Applied Physics*, 23, 18-28.
- Cerchier, P., Pezzato, L., Brunelli, K., Dolcet, P., Bartolozzi, A., Bertani, R. and Dabala, M., 2017. Antibacterial effect of peo coating with silver on aa7075. *Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications*, 75, 554-564.
- Cerchier, P., Pezzato, L., Gennari, C., Moschin, E., Moro, I. and Dabala, M., 2020. Peo coating containing copper: A promising anticorrosive and antifouling coating for seawater application of aa 7075. *Surface & Coatings Technology*, 393.

- Chang, F.C., Wang, C.J., Lee, J.W. and Lou, B.S., 2016. Microstructure and mechanical properties evaluation of molybdenum disulfide-titania nanocomposite coatings grown by plasma electrolytic oxidation. *Surface & Coatings Technology*, 303, 68-77.
- Cheng, Y.L., Cao, J.H., Mao, M.K., Peng, Z.M., Skeldon, P. and Thompson, G.E., 2015. High growth rate, wear resistant coatings on an al-cu-li alloy by plasma electrolytic oxidation in concentrated aluminate electrolytes. *Surface & Coatings Technology*, 269, 74-82.
- Cheng, Y.L., Mao, M.K., Cao, J.H. and Peng, Z.M., 2014. Plasma electrolytic oxidation of an al-cu-li alloy in alkaline aluminate electrolytes: A competition between growth and dissolution for the initial ultra-thin films. *Electrochimica Acta*, 138, 417-429.
- Cheng, Y.L., Wu, F., Dong, J.L., Wu, X.Q., Xue, Z.G., Matykina, E., Skeldon, P. and Thompson, G.E., 2012. Comparison of plasma electrolytic oxidation of zirconium alloy in silicate- and aluminate-based electrolytes and wear properties of the resulting coatings. *Electrochimica Acta*, 85, 25-32.
- Cheng, Y.L., Xue, Z.G., Wang, Q., Wu, X.Q., Matykina, E., Skeldon, P. and Thompson, G.E., 2013. New findings on properties of plasma electrolytic oxidation coatings from study of an al-cu-li alloy. *Electrochimica Acta*, 107, 358-378.
- Clyne, T.W. and Troughton, S.C., 2019. A review of recent work on discharge characteristics during plasma electrolytic oxidation of various metals. *International Materials Reviews*, 64(3), 127-162.
- Craig, B.D., 1991. *Fundamental aspects of corrosion films in corrosion science*. Springer Science Business Media, 191 p, New York.
- Cristobal, M.J., Figueroa, R., Mera, L. and Pena, G., 2012. Tribological behaviour of aluminium alloy aa7075 after ion implantation. *Surface & Coatings Technology*, 209, 124-130.
- Cruz, M. and Rodil, S.E., 2020. Improving the corrosion resistance of aluminum alloy (aa7075) using amorphous chromium oxide coatings. *Materials Letters*, 278.
- Curran, J.A. and Clyne, T.W., 2006. Porosity in plasma electrolytic oxide coatings. *Acta Materialia*, 54(7), 1985-1993.
- Darband, G.B., Aliofkhazraei, M., Hamghalam, P. and Valizade, N., 2017. Plasma electrolytic oxidation of magnesium and its alloys: Mechanism, properties and applications. *Journal of Magnesium and Alloys*, 5(1), 74-132.
- Davis, J.R., 1999. *Corrosion of aluminum and aluminum alloys*. ASM International, 313 p, USA.
- Davis, J.R., 2001. *Surface engineering for corrosion and wear resistance*. ASM International, 257 p, USA.
- Davo, B., Conde, A. and de Damborenea, J., 2006. Stress corrosion cracking of b13, a new high strength aluminium lithium alloy. *Corrosion Science*, 48(12), 4113-4126.
- Dehnavi, V., 2014. *Surface modification of aluminum alloys by plasma electrolytic oxidation* Doctoral Thesis, Chemical and Biochemical Engineering, Canada
- Dehnavi, V., Liu, X.Y., Luan, B.L., Shoesmith, D.W. and Rohani, S., 2014. Phase transformation in plasma electrolytic oxidation coatings on 6061 aluminum alloy. *Surface & Coatings Technology*, 251, 106-114.
- Dehnavi, V., Luan, B.L., Liu, X.Y., Shoesmith, D.W. and Rohani, S., 2015. Correlation between plasma electrolytic oxidation treatment stages and coating microstructure on aluminum under unipolar pulsed dc mode. *Surface & Coatings Technology*, 269, 91-99.

- Dehnavi, V., Luan, B.L., Shoesmith, D.W., Liu, X.Y. and Rohani, S., 2013. Effect of duty cycle and applied current frequency on plasma electrolytic oxidation (peo) coating growth behavior. *Surface & Coatings Technology*, 226, 100-107.
- Du, K.Q., Guo, X.H., Guo, Q.Z., Wang, F.H. and Tian, Y., 2013. \ a monolayer peo coating on 2024 al alloy by transient self-feedback control mode. *Materials Letters*, 91, 45-49.
- Dzakyprasetyo, R.Q. and Anawati, A., 2019. Corrosion behaviour of aluminum alloy aa7075-t651. *International Seminar on Metallurgy and Materials*, 541.
- El-Amoush, A.S., 2011. Intergranular corrosion behavior of the 7075-t6 aluminum alloy under different annealing conditions. *Materials Chemistry and Physics*, 126(3), 607-613.
- Erdemir, A., 1986. A study of surface metallurgical characteristics of titanium nitrogen coated bearing steels. Doctoral Thesis, Georgia Institute of Technology, USA.
- Ezhilselvi, V., Nithin, J., Balaraju, J.N. and Subramanian, S., 2016. The influence of current density on the morphology and corrosion properties of mao coatings on az31b magnesium alloy. *Surface & Coatings Technology*, 288, 221-229.
- Fadaee, H. and Javidi, M., 2014. Investigation on the corrosion behaviour and microstructure of 2024-T3 Al alloy treated via plasma electrolytic oxidation. *J. Alloys Compd.*, 604, 36-42.
- Funatani, K., 2000. Emerging technology in surface modification of light metals. *Surface & Coatings Technology*, 133, 264-272.
- Gahr, K.-H.Z., 1987. *Microstructure and wear of materials*. Elsevier Science Publishing Company Inc., 565 p, New York.
- Galvele, J.R. and Demicheli, S.M., 1970. Mechanism of intergranular corrosion of al-cu alloys. *Corrosion Science*, 10(11), 795-+.
- Gao, M., Feng, C.R. and Wei, R.P., 1998. An analytical electron microscopy study of constituent particles in commercial 7075-t6 and 2024-t3 alloys. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 29(4), 1145-1151.
- Gao, Y.H., Yerokhin, A., Parfenov, E. and Matthews, A., 2014. Application of voltage pulse transient analysis during plasma electrolytic oxidation for assessment of characteristics and corrosion behaviour of ca- and p-containing coatings on magnesium. *Electrochimica Acta*, 149, 218-230.
- George, F., 2010. Chromium-free conversion coating of aluminium-copper alloys. Doctoral Thesis, School of Materials, Manchester.
- Ghafariipoor, M., Raeissi, K., Santamaria, M. and Hakimizad, A., 2018. The corrosion and tribocorrosion resistance of peo composite coatings containing alpha-al₂O₃ particles on 7075 al alloy. *Surface & Coatings Technology*, 349, 470-479.
- Ghali, E., 2010. *Corrosion resistance of aluminum and magnesium alloys understanding, performance and testing*. John Wiley & Sons, Inc., 719 p, Canada.
- Haghighat-Shishavan, B., Azari-Khosrowshahi, R., Haghighat-Shishavan, S., Nazarian-Samani, M. and Parvini-Ahmadi, N., 2019. Improving wear and corrosion properties of alumina coating on aa7075 aluminum by plasma electrolytic oxidation: Effects of graphite absorption. *Applied Surface Science*, 481, 108-119.
- Hakimizad, A., Raeissi, K., Golozar, M.A., Lu, X.P., Blawert, C. and Zheludkevich, M.L., 2017. The effect of pulse waveforms on surface morphology, composition and corrosion behavior of al₂O₃ and al₂O₃/tio₂ nano-composite peo coatings on 7075 aluminum alloy. *Surface & Coatings Technology*, 324, 208-221.

- Hakimizad, A., Raeissi, K., Santamaria, M. and Asghari, M., 2018. Effects of pulse current mode on plasma electrolytic oxidation of 7075 al in Na_2WO_4 containing solution: From unipolar to soft-sparking regime. *Electrochimica Acta*, 284, 618-629.
- Han, N.M., Zhang, X.M., Liu, S.D., He, D.G. and Zhang, R., 2011. Effect of solution treatment on the strength and fracture toughness of aluminum alloy 7050. *Journal of Alloys and Compounds*, 509(10), 4138-4145.
- Hoffmann, J., Sathish, S., Shell, E.B., Fassbender, S. and Meyendorf, N., 2004. Acoustic imaging techniques for characterization of corrosion, corrosion protective coatings, and surface cracks. *Nondestructive Materials Characterization*, Ed: Norbert G. H. Meyendorf, Peter B. Nagy, Stanislav I. Rokhlin, Springer, 294-322.
- Hong, L., Wang, D., Bian, G.D., Wang, L.L. and Hu, S.G., 2015. Self-lubricating peo coating on an al alloy produced by vacuum impregnation post-treatment. *Acta Metallurgica Sinica-English Letters*, 28(8), 965-974.
- Hussein, R.O., Nie, X. and Northwood, D.O., 2010 a. Influence of process parameters on electrolytic plasma discharging behaviour and aluminum oxide coating microstructure. *Surface & Coatings Technology*, 205(6), 1659-1667.
- Hussein, R.O., Nie, X., Northwood, D.O., Yerokhin, A. and Matthews, A., 2010 b. Spectroscopic study of electrolytic plasma and discharging behaviour during the plasma electrolytic oxidation (peo) process. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 43(10).
- Hussein, R.O., Northwood, D.O. and Nie, X., 2013 a. The effect of processing parameters and substrate composition on the corrosion resistance of plasma electrolytic oxidation (peo) coated magnesium alloys. *Surface & Coatings Technology*, 237, 357-368.
- Hussein, R.O., Northwood, D.O., Su, J.F. and Nie, X., 2013 b. A study of the interactive effects of hybrid current modes on the tribological properties of a peo (plasma electrolytic oxidation) coated am60b mg-alloy. *Surface & Coatings Technology*, 215, 421-430.
- Hutchings, I. and Shipway, P., 1992. *Tribology: Friction and wear of engineering materials* second edition. Elsevier Ltd., 388 p, Oxford.
- Ikonopisov, S., Girginov, A. and Machkova, M., 1979. Electrical breaking down of barrier anodic films during their formation. *Electrochimica Acta*, 24(4), 451-456.
- Ingarao, G., Di Lorenzo, R. and Micari, F., 2011. Sustainability issues in sheet metal forming processes: An overview. *Journal of Cleaner Production*, 19(4), 337-347.
- Javidi, M. and Fadaee, H., 2013. Plasma electrolytic oxidation of 2024-t3 aluminum alloy and investigation on microstructure and wear behavior. *Applied Surface Science*, 286, 212-219.
- Jiang, B.L. and Wang, Y.M., 2010. Plasma electrolytic oxidation treatment of aluminium and titanium alloys. *Surface Engineering of Light Alloys: Aluminium, Magnesium and Titanium Alloys*, 110-154.
- Kannan, M.B., Srinivasan, P.B. and Raja, V.S., 2011. Stress corrosion cracking (scc) of aluminium alloys. *Stress Corrosion Cracking: Theory and Practice*, 307-340.
- Kaseem, M., Choi, K. and Ko, Y.G., 2017. A highly compact coating responsible for enhancing corrosion properties of al-mg-si alloy. *Materials Letters*, 196, 316-319.
- Kaseem, M., Fatimah, S., Nasrah, N. and Ko, Y., G., 2021. Recent progress in surface modification of metals coated by plasma electrolytic oxidation: Principle, structure, and performance. *Progress in Materials Science*, 117, 100735.

- Kaseem, M. and Ko, Y.G., 2019. Effect of starch on the corrosion behavior of al-mg-si alloy processed by micro arc oxidation from an ecofriendly electrolyte system. *Bioelectrochemistry*, 128, 133-139.
- Khan, R.H.U., Yerokhin, A., Li, X., Dong, H. and Matthews, A., 2010. Surface characterisation of dc plasma electrolytic oxidation treated 6082 aluminium alloy effect of current density and electrolyte concentration. *Surface & Coatings Technology*, 205(6), 1679-1688.
- Khan, R.H.U., Yerokhin, A.L., Li, X., Dong, H. and Matthews, A., 2014. Influence of current density and electrolyte concentration on dc peo titania coatings. *Surface Engineering*, 30(2), 102-108.
- Kharanagh, V.J., Sani, M.A.F. and Rafizadeh, E., 2014. Effect of current frequency on coating properties formed on aluminised steel by plasma electrolytic oxidation. *Surface Engineering*, 30(3), 224-228.
- Khaselev, O., Weiss, D. and Yahalom, J., 2001. Structure and composition of anodic films formed on binary mg-al alloys in koh-aluminate solutions under continuous sparking. *Corrosion Science*, 43(7), 1295-1307.
- Khorasanian, M., Dehghan, A., Shariat, M.H., Bahrololoom, M.E. and Javadpour, S., 2011. Microstructure and wear resistance of oxide coatings on ti-6al-4v produced by plasma electrolytic oxidation in an inexpensive electrolyte. *Surface & Coatings Technology*, 206(6), 1495-1502.
- Kobotiatlis, L., Tsikrikas, C. and Koutsoukos, P.G., 1995. Enhanced pitting corrosion-resistance of aluminum-alloy-7075 in the presence of oxalate anions. *Corrosion*, 51(1), 19-29.
- Krauss, G., 1991. *Asm handbook: Volume 4: Heat treating*. ASM International, 1012 p, USA.
- Krishna, L.R., Somaraju, K.R.C. and Sundararajan, G., 2003. The tribological performance of ultra-hard ceramic composite coatings obtained through microarc oxidation. *Surface & Coatings Technology*, 163, 484-490.
- Krishnaiah, K. and Shahabudeen, P., 2012. *Applied design of experiments and taguchi methods*. PHI Learning Private Limited, 371 p, New Delhi.
- Kumar, P.V., Reddy, G.M. and Rao, K.S., 2015 a. Microstructure and pitting corrosion of armor grade aa7075 aluminum alloy friction stir weld nugget zone - effect of post weld heat treatment and addition of boron carbide. *Defence Technology*, 11(2), 166-173.
- Kumar, P.V., Reddy, G.M. and Rao, K.S., 2015 b. Microstructure, mechanical and corrosion behavior of high strength aa7075 aluminium alloy friction stir welds - effect of post weld heat treatment. *Defence Technology*, 11(4), 362-369.
- Kyziol, K., Kluska, S., Janus, M., Sroda, M., Jastrzebski, W. and Kaczmarek, L., 2014. Chemical composition and selected mechanical properties of al-zn alloy modified in plasma conditions by rf cvd. *Applied Surface Science*, 311, 33-39.
- Lee, J.H., Jung, K.H. and Kim, S.J., 2020. Characterization of ceramic oxide coatings prepared by plasma electrolytic oxidation using pulsed direct current with different duty ratio and frequency. *Applied Surface Science*, 516.
- Lee, J.H., Lee, S.J. and Kim, S.J., 2016. Influence of applied frequency on microstructural and electrochemical characteristics of ceramic coating produced on al-mg alloy by pulsed plasma electrolytic oxidation. *Acta Physica Polonica A*, 129(4), 753-758.
- Lei, X.W., Saatchi, A., Ghanbari, E., Dang, R.Z., Li, W.Z., Wang, N. and Macdonald, D.D., 2019. Studies on pitting corrosion of al-cu-li alloys part i: Effect of li addition by microstructural, electrochemical, in-situ, and pit depth analysis. *Materials*, 12(10).

- Li, C.G., Zhang, Q.S., Wang, F.F., Deng, P.R., Lu, Q.H., Zhang, Y.F., Li, S., Ma, P., Li, W.G. and Wang, Y., 2019. Microstructure and wear behaviors of wc-ni coatings fabricated by laser cladding under high frequency micro-vibration. *Applied Surface Science*, 485, 513-519.
- Li, G.Y., Mao, Y.F., Li, Z.J., Wang, L.L. and DaCosta, H., 2018. Tribological and corrosion properties of coatings produced by plasma electrolytic oxidation on the za27 alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27(5), 2298-2305.
- Li, X.B., Zu, G.Y., Ding, M.M., Mu, Y.L. and Wang, P., 2011. Interfacial microstructure and mechanical properties of cu/al clad sheet fabricated by asymmetrical roll bonding and annealing. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 529, 485-491.
- Liu, J.B., Xiong, J., Zhou, L., Guo, Z.X., Wen, H.T., You, Q.B., Li, X.R., Liu, J. and Zhao, W., 2021. Properties of tin-al₂o₃-ticn-tin, tialn, and dlc-coated ti(c,n)-based cermets and their wear behaviors during dry cutting of 7075 aluminum alloys. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 18(3), 792-802.
- Liu, S.F. and Zeng, J.M., 2018. Effects of negative voltage on microstructure and corrosion resistance of red mud plasma electrolytic oxidation coatings. *Surface & Coatings Technology*, 352, 15-25.
- Liu, T.Y., Robinson, J.S. and McCarthy, M.A., 2004. The influence of hot deformation on the exfoliation corrosion behaviour of aluminium alloy 2025. *Journal of Materials Processing Technology*, 153, 185-192.
- Liu, X.D. and Frankel, G.S., 2006. Effects of compressive stress on localized corrosion in aa2024-t3. *Corrosion Science*, 48(10), 3309-3329.
- Lourenco, J.C., Robin, A.L.M., Faria, M.I.S.T., Prisco, L.P., Puccini, M.C. and de Oliveira, L.D., 2019. Corrosion behavior of aa7075-t73 aluminum alloy during machining of aeronautical components. *Materials Research-Ibero-American Journal of Materials*, 22(4).
- Lu, S.F., Lou, B.S., Yang, Y.C., Wu, P.S., Chung, R.J. and Lee, J.W., 2015. Effects of duty cycle and electrolyte concentration on the microstructure and biocompatibility of plasma electrolytic oxidation treatment on zirconium metal. *Thin Solid Films*, 596, 87-93.
- Lucas, K.A. and Clarke, H., 1993. Corrosion of aluminium-based metal matrix composites. *Research Studies Ltd.*, 152 p, Somerset.
- Ma, Y., Nie, X., Northwood, D.O. and Hu, H., 2006. Systematic study of the electrolytic plasma oxidation process on a mg alloy for corrosion protection. *Thin Solid Films*, 494(1-2), 296-301.
- Ma, Y.Y., Hu, H., Northwood, D. and Nie, X.Y., 2006. Optimization of the electrolytic plasma oxidation processes for corrosion protection of magnesium alloy am50 using the taguchi method. *Journal of Materials Processing Technology*, 182(1-3), 58-64.
- Marlaud, T., Malki, B., Henon, C., Deschamps, A. and Baroux, B., 2011. Relationship between alloy composition, microstructure and exfoliation corrosion in al-zn-mg-cu alloys. *Corrosion Science*, 53(10), 3139-3149.
- Matykina, E., Berkani, A., Skeldon, P. and Thompson, G.E., 2007. Real-time imaging of coating growth during plasma electrolytic oxidation of titanium. *Electrochimica Acta*, 53(4), 1987-1994.

- Mazzini, S.G. and Caretti, J.C., 1991. Effect of deformation at elevated-temperature before age-hardening on the mechanical-properties of 2024 commercial aluminum-alloy. *Scripta Metallurgica Et Materialia*, 25(8), 1987-1990.
- Mecuson, F., Czerwicz, I., Belmonte, T., Dujardin, L., Viola, A. and Henrion, G., 2005. Diagnostics of an electrolytic microarc process for aluminium alloy oxidation. *Surface & Coatings Technology*, 200(1-4), 804-808.
- Miller, W.S., Zhuang, L., Bottema, J., Wittebrood, A., De Smet, P., Haszler, A. and Vieregge, A., 2000. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 280(1), 37-49.
- Mohtadi-Bonab, M.A., 2019. Effects of different parameters on initiation and propagation of stress corrosion cracks in pipeline steels: A review. *Metals*, 9(5).
- Monfort, F., Berkani, A., Matykina, E., Skeldon, P., Thompson, G.E., Habazaki, H. and Shimizu, K., 2005. A tracer study of oxide growth during spark anodizing of aluminum. *Journal of the Electrochemical Society*, 152(6), C382-C387.
- Monfort, F., Berkani, A., Matykina, E., Skeldon, P., Thompson, G.E., Habazaki, H. and Shimizu, K., 2007. Development of anodic coatings on aluminium under sparking conditions in silicate electrolyte. *Corrosion Science*, 49(2), 672-693.
- Moore, K.L., Sykes, J.M. and Grant, P.S., 2008. An electrochemical study of repassivation of aluminium alloys with sem examination of the pit interiors using resin replicas. *Corrosion Science*, 50(11), 3233-3240.
- Moulder, J.F.S., W. F. Sobol, P. E. Bomben, K. D. Chastain, J, 1992. Handbook of x-ray photoelectron spectroscopy: A reference book of standard spectra for identification and interpretation of xps data. Perkin-Elmer Corporation, 260 p, USA.
- Mrema, E., Itoh, Y. and Kaneko, A., 2019. Galvanic corrosion of aluminium alloy members of bridge guiderails under severe atmospheric exposure conditions. *Corrosion Engineering Science and Technology*, 54(2), 163-173.
- Mutlu, R.N., Mert, B.D., Ates, S., Gunduz, S. and Yazici, B., 2017. Enhanced corrosion resistance and surface characterization of anodized 7075 al. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, 53(4), 733-742.
- Narayanan, T.S.N.S., Park, I.S. and Lee, M.H., 2014. Strategies to improve the corrosion resistance of microarc oxidation (mao) coated magnesium alloys for degradable implants: Prospects and challenges. *Progress in Materials Science*, 60, 1-71.
- Nathan, C.C., 1981. Corrosion inhibitors. Bertz Laboratories Inc., 260 p, Philadelphia.
- Naumkin, A.V.K.-V., A. Gaarenstroom, S. W. and Powell, C. J. , 2012. Nist x-ray photoelectron spectroscopy database. USA, <https://srdata.nist.gov/xps/Default.aspx> (14.12.2020).
- Ngai, S., Ngai, T., Vogel, F., Story, W., Thompson, G.B. and Brewer, L.N., 2018. Saltwater corrosion behavior of cold sprayed aa7075 aluminum alloy coatings. *Corrosion Science*, 130, 231-240.
- Niu, P.L., Li, W.Y., Li, N., Xu, Y.X. and Chen, D.L., 2019. Exfoliation corrosion of friction stir welded dissimilar 2024-to-7075 aluminum alloys. *Materials Characterization*, 147, 93-100.
- Norgate, T.E., Jahanshahi, S. and Rankin, W.J., 2007. Assessing the environmental impact of metal production processes. *Journal of Cleaner Production*, 15(8-9), 838-848.

- Oh, Y.J., Mun, J.I. and Kim, J.H., 2009. Effects of alloying elements on microstructure and protective properties of Al_2O_3 coatings formed on aluminum alloy substrates by plasma electrolysis. *Surface & Coatings Technology*, 204(1-2), 141-148.
- Okene, S.U., Abdullahi, M. and Gana, A., 2021. Corrosion improvement of aa7075 through precipitation hardness and anodization. *Materials Today-Proceedings*, 38, 729-736.
- Oliver, W.C. and Pharr, G.M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6), 1564-1583.
- Pereira, B.L., da Luz, A.R., Lepienski, C.M., Mazzaro, I. and Kuromoto, N.K., 2018. Niobium treated by plasma electrolytic oxidation with calcium and phosphorus electrolytes. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 77, 347-352.
- Pezzato, L., Brunelli, K. and Dabala, M., 2016. Corrosion properties of plasma electrolytic oxidation coated aa7075 treated using an electrolyte containing lanthanum-salts. *Surface and Interface Analysis*, 48(8), 729-738.
- Polat, A., Makaraci, M. and Usta, M., 2010. Influence of sodium silicate concentration on structural and tribological properties of microarc oxidation coatings on 2017a aluminum alloy substrate. *Journal of Alloys and Compounds*, 504(2), 519-526.
- Popovic, M. and Romhanji, E., 2002. Stress corrosion cracking susceptibility of al-mg alloy sheet with high mg content. *Journal of Materials Processing Technology*, 125, 275-280.
- Praveen, A.S., Sarangan, J., Suresh, S. and Channabasappa, B.H., 2016. Optimization and erosion wear response of nicsib/wc-co hvof coating using taguchi method. *Ceramics International*, 42(1), 1094-1104.
- Pyun, S.I. and Lee, E.J., 1995. Effect of halide ion and applied potential on repassivation behavior of al-1wt.Percent-si-0.5wt.Percent-cu alloy. *Electrochimica Acta*, 40(12), 1963-1970.
- R'imoli, J.a.J., 2009. A computational model for intergranular stress corrosion cracking. Doctoral Thesis, California Institute of Technology, California.
- Rabinowicz, E., 1976. *Wear. Materials Science and Engineering*, 25, 23-28.
- Rabinowicz, E., 2013. *Friction and wear of materials*, 2nd edition. Mechanical Engineering Design, 336 p, USA.
- Ramgopal, T. and Frankel, G.S., 2001. Role of alloying additions on the dissolution kinetics of aluminum binary alloys using artificial crevice electrodes. *Corrosion*, 57(8), 702-711.
- Rao, Y., Wang, Q., Chen, J. and Ramachandran, C.S., 2021. Abrasion, sliding wear, corrosion, and cavitation erosion characteristics of a duplex coating formed on az31 mg alloy by sequential application of cold spray and plasma electrolytic oxidation techniques. *Materials Today Communications*, 26, 101978.
- Rao, Y.Q., Wang, Q., Oka, D. and Ramachandran, C.S., 2020. On the peo treatment of cold sprayed 7075 aluminum alloy and its effects on mechanical, corrosion and dry sliding wear performances thereof. *Surface & Coatings Technology*, 383.
- Richards, J.W., 1896. *Aluminium: Its history, occurrence, properties, metallurgy and applications, including its alloys*. Henry Carey Baird & CO, 666 p, Philadelphia.
- Roberge, P.R., 2000. *Handbook of corrosion engineering*. McGraw-Hill, Inc., 1129 p, New York.

- Rometsch, P.A., Zhang, Y. and Knight, S., 2014. Heat treatment of 7xxx series aluminium alloys-some recent developments. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 24(7), 2003-2017.
- Rooy, E.L., 1990. Introduction to aluminum and aluminum alloys. *Metals Handbook Vol 2- Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. ASM International 10th Ed., USA, 17-196.
- Ross, P.J., 1996. Taguchi techniques for quality engineering: Loss function, orthogonal experiments, parameter and tolerance design, 2nd edition. McGraw-Hill, 329 p, New York.
- Sabatini, G., Ceschini, L., Martini, C., Williams, J.A. and Hutchings, I.M., 2010. Improving sliding and abrasive wear behaviour of cast a356 and wrought aa7075 aluminium alloys by plasma electrolytic oxidation. *Materials & Design*, 31(2), 816-828.
- Sah, S.P., Tatsuno, Y., Aoki, Y. and Habazaki, H., 2011. Dielectric breakdown and healing of anodic oxide films on aluminium under single pulse anodizing. *Corrosion Science*, 53(5), 1838-1844.
- Sankaran, K.K. and Mishra, R.S., 2017. *Metallurgy and design of alloys with hierarchical microstructures*. Elsevier, 483 p, USA.
- Shahri, Z., Allahkaram, S.R., Soltani, R. and Jafari, H., 2020. Optimization of plasma electrolyte oxidation process parameters for corrosion resistance of mg alloy. *Journal of Magnesium and Alloys*, 8(2), 431-440.
- Sharma, A., Jang, Y.J. and Jung, J., 2017. Effect of koh to na2sio3 ratio on microstructure and hardness of plasma electrolytic oxidation coatings on aa 6061 alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 26(10), 5032-5042.
- Sheffer, M., Groysman, A. and Mandler, D., 2003. Electrodeposition of sol-gel films on al for corrosion protection. *Corrosion Science*, 45(12), 2893-2904.
- Sieber, M., Simchen, F., Morgenstern, R., Scharf, I. and Lampke, T., 2018. Plasma electrolytic oxidation of high-strength aluminium alloys-substrate effect on wear and corrosion performance. *Metals*, 8(5).
- Silva, G., Rivolta, B., Gerosa, R. and Derudi, U., 2013. Study of the scc behavior of 7075 aluminum alloy after one-step aging at 163 a degrees c. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 22(1), 210-214.
- Sinyavskii, V.S., Ulanova, V.V. and Kalinin, V.D., 2004. On the mechanism of intergranular corrosion of aluminum alloys. *Protection of Metals*, 40(5), 481-490.
- Sivapragash, M., Kumaradhas, P., Vettivel, S.C. and Retnam, B.S.J., 2018. Optimization of pvd process parameter for coating az91d magnesium alloy by taguchi grey approach. *Journal of Magnesium and Alloys*, 6(2), 171-179.
- Snizhko, L.O., Yerokhin, A.L., Pilkington, A., Gurevina, N.L., Misnyankin, D.O., Leyland, A. and Matthews, A., 2004. Anodic processes in plasma electrolytic oxidation of aluminium in alkaline solutions. *Electrochimica Acta*, 49(13), 2085-2095.
- Song, R.G., Dietzel, W., Zhang, B.J., Liu, W.J., Tseng, M.K. and Atrens, A., 2004. Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of an al-zn-mg-cu alloy. *Acta Materialia*, 52(16), 4727-4743.
- Songur, F., Arslan, E., Dikici, B., 2022. Taguchi optimization of PEO process parameters for corrosion protection of AA7075 alloy. *Surface & Coatings Technology*, 434, 128202.

- Songur, F., Dikici, B., Niinomi, M. and Arslan, E., 2019. The plasma electrolytic oxidation (peo) coatings to enhance in-vitro corrosion resistance of ti-29nb-13ta-4.6zr alloys: The combined effect of duty cycle and the deposition frequency. *Surface & Coatings Technology*, 374, 345-354.
- Sowa, M., Kazek-Kesik, A., Socha, R.P., Dercz, G., Michalska, J. and Simka, W., 2013. Modification of tantalum surface via plasma electrolytic oxidation in silicate solutions. *Electrochimica Acta*, 114, 627-636.
- Srinath, M.K. and Prasad, M.S.G., 2020. Wear and corrosion resistance of titanium carbonitride coated al-7075 produced through pvd. *Bulletin of Materials Science*, 43(1).
- Stojadinovic, S., Tadic, N. and Vasilic, R., 2017. Plasma electrolytic oxidation of hafnium. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 69, 153-157.
- Student, M.M., Dovhunya, V.M., Klapyk, M.D., Posuvailo, V.M., Shmyrko, V.V. and Kytsya, A.P., 2012. Tribological properties of combined metal-oxide-ceramic layers on light alloys. *Materials Science*, 48(2), 180-190.
- Sundararajan, G. and Krishna, L.R., 2003. Mechanisms underlying the formation of thick alumina coatings through the mao coating technology. *Surface & Coatings Technology*, 167(2-3), 269-277.
- Sverdlin, A., 2003. Alloy production and materials manufacturing. *Handbook of aluminium: physical metallurgy and processes*, George E. Totten and D. Scott MacKenzie. Marcel Dekker, USA, 33-79.
- Szklarska-Smialowska, Z., 1999. Pitting corrosion of aluminum. *Corrosion Science*, 41, 1743-1767.
- Taguchi, G.a.K., S., 1987. Taguchi methods orthogonal arrays and linear graphs: Tools for quality engineering. American Supplier Institute, 350 p, Dearborn, Michigan.
- Tavares, M.D., Vitoriano, J.D., da Silva, R.C.L., Franco, A.R., de Souza, G.B., da Costa, J.A.P. and Alves, C., 2019. Effect of duty cycle and treatment time on electrolytic plasma oxidation of commercially pure al samples. *Journal of Materials Research and Technology-Jmr&T*, 8(2), 2141-2147.
- Tian, J., Luo, Z.Z., Qi, S.K. and Sun, X.J., 2002. Structure and antiwear behavior of micro-arc oxidized coatings on aluminum alloy. *Surface & Coatings Technology*, 154(1), 1-7.
- Tillous, K., Toll-Duchanoy, T., Bauer-Grosse, E., Hericher, L. and Geandier, G., 2009. Microstructure and phase composition of microarc oxidation surface layers formed on aluminium and its alloys 2214-t6 and 7050-t74. *Surface & Coatings Technology*, 203(19), 2969-2973.
- Tsujimoto, A., Barkmeier, W.W., Fischer, N.G., Nojiri, K., Nagura, Y., Takamizawa, T., Latta, M.A. and Miazaki, M., 2018. Wear of resin composites: Current insights into underlying mechanisms, evaluation methods and influential factors. *Japanese Dental Science Review*, 54(2), 76-87.
- Twite, R.L. and Bierwagen, G.P., 1998. Review of alternatives to chromate for corrosion protection of aluminum aerospace alloys. *Progress in Organic Coatings*, 33(2), 91-100.
- Vakili-Azghandi, M., Fattah-alhosseini, A. and Keshavarz, M.K., 2016. Effects of al₂o₃ nanoparticles on corrosion performance of plasma electrolytic oxidation coatings formed on 6061 aluminum alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 25(12), 5302-5313.
- Vargel, C., 2004. *Corrosion of aluminium*. Elsevier Science, 700 p, Amsterdam.

- Venugopal, A., Panda, R., Manwatkar, S., Sreekumar, K., Krishna, L.R. and Ganesh, I., 2012 a. Effect of microstructure on the localized corrosion and stress corrosion behaviours of plasma-electrolytic-oxidation-treated aa7075 aluminum alloy forging in 3.5 wt. % nacl solution. *International Journal of Corrosion*, 2012, 1-8.
- Venugopal, A., Panda, R., Manwatkar, S., Sreekumar, K., Krishna, L.R. and Sundararajan, G., 2012 b. Effect of micro arc oxidation treatment on localized corrosion behaviour of aa7075 aluminum alloy in 3.5% nacl solution. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22(3), 700-710.
- Venugopal, A., Srinath, J., Krishna, L.R., Narayanan, P.R., Sharma, S.C. and Venkitakrishnan, P.V., 2016. Corrosion and nanomechanical behaviors of plasma electrolytic oxidation coated aa7020-t6 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 660, 39-46.
- Voevodin, A.A., Walck, S.D. and Zabinski, J.S., 1997. Architecture of multilayer nanocomposite coatings with super-hard diamond-like carbon layers for wear protection at high contact loads. *Wear*, 203, 516-527.
- Voort, G.V.d., 2005. Atlas of aluminum microstructures. *Analytical Characterization of Aluminum, Steel, and Superalloys*, D. Scott MacKenzie and George E. Totten. CRC Press, Taylor & Francis Group, Florida, 55-58.
- Walsh, F.C., Low, C.T.J., Wood, R.J.K., Stevens, K.T., Archer, J., Poeton, A.R. and Ryder, A., 2009. Plasma electrolytic oxidation (peo) for production of anodised coatings on lightweight metal (al, mg, ti) alloys. *Transactions of the Institute of Metal Finishing*, 87(3), 122-135.
- Wang, D.D., Liu, X.T., Wu, Y.K., Han, H.P., Yang, Z., Su, Y., Zhang, X.Z., Wu, G.R. and Shen, D.J., 2019. Evolution process of the plasma electrolytic oxidation (peo) coating formed on aluminum in an alkaline sodium hexametaphosphate ((NaPO_3)(6)) electrolyte. *Journal of Alloys and Compounds*, 798, 129-143.
- Wang, K., Koo, B.H., Lee, C.G., Kim, Y.J., Lee, S.H. and Byon, E., 2009. Effects of electrolytes variation on formation of oxide layers of 6061 al alloys by plasma electrolytic oxidation. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 19(4), 866-870.
- Wang, L., Chen, L., Yan, Z.C. and Fu, W., 2010. Optical emission spectroscopy studies of discharge mechanism and plasma characteristics during plasma electrolytic oxidation of magnesium in different electrolytes. *Surface & Coatings Technology*, 205(6), 1651-1658.
- Wang, Q., Ramachandran, C.S., Smith, G.M. and Sampath, S., 2017. Sliding wear behavior of air plasma sprayed Al_2O_3 coatings sealed with aluminum phosphate. *Tribology International*, 116, 431-439.
- Wang, Q.J., Hou, T.L., Wang, W., Zhang, G.L., Gao, Y. and Wang, K.S., 2020 a. Tribological properties of black phosphorus nanosheets as oil-based lubricant additives for titanium alloy-steel contacts. *Royal Society Open Science*, 7(9).
- Wang, S.N., Gu, Y.H., Geng, Y.L., Liang, J., Zhao, J. and Kang, J., 2020 b. Investigating local corrosion behavior and mechanism of mao coated 7075 aluminum alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 826.
- Wang, S.X., Liu, X.H., Yin, X.L. and Du, N., 2020 c. Influence of electrolyte components on the microstructure and growth mechanism of plasma electrolytic oxidation coatings on 1060 aluminum alloy. *Surface & Coatings Technology*, 381.

- Wannaparhun, S., Seal, S. and Desai, V., 2002. Surface chemistry of nextel-720, alumina and nextel-720 alumina ceramic matrix composite (cmc) using xps-a tool for nano-spectroscopy. *Applied Surface Science*, 185(3-4), 183-196.
- Wheeler, J.M., Curran, J.A. and Shrestha, S., 2012. Microstructure and multi-scale mechanical behavior of hard anodized and plasma electrolytic oxidation (peo) coatings on aluminum alloy 5052. *Surface & Coatings Technology*, 207, 480-488.
- Xiang, N., Song, R.G., Zhuang, J.J., Song, R.X., Lu, X.Y. and Su, X.P., 2016. Effects of current density on microstructure and properties of plasma electrolytic oxidation ceramic coatings formed on 6063 aluminum alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 26(3), 806-813.
- Xie, H.J., Cheng, Y.L., Li, S.X., Cao, J.H. and Cao, L., 2017. Wear and corrosion resistant coatings on surface of cast a356 aluminum alloy by plasma electrolytic oxidation in moderately concentrated aluminate electrolytes. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 27(2), 336-351.
- Xu, J.K., Qiu, R.X., Xia, K., Zhang, L.S., Xu, L.N. and Yu, H.D., 2016. The surface tribological properties of 7075 aluminum alloy by hs-wedm. 2016 Ieee International Conference on Mechatronics and Automation, 1321-1326.
- Xue, W.B., Wang, C., Tialn, H. and Lai, Y.C., 2007. Corrosion behaviors and galvanic studies of microarc oxidation films on al-zn-mg-cu alloy. *Surface & Coatings Technology*, 201(21), 8695-8701.
- Yaakop, N., 2018. Plasma electrolytic oxidation of aluminium for power electronics applications. Doctoral Thesis, School of Materials, Manchester.
- Yerokhin, A.L., Lyubimov, V.V. and Ashitkov, R.V., 1998. Phase formation in ceramic coatings during plasma electrolytic oxidation of aluminium alloys. *Ceramics International*, 24(1), 1-6.
- Yerokhin, A.L., Nie, X., Leyland, A., Matthews, A. and Dowey, S.J., 1999. Plasma electrolysis for surface engineering. *Surface & Coatings Technology*, 122(2-3), 73-93.
- Yerokhin, A.L., Snizhko, L.O., Gurevina, N.L., Leyland, A., Pilkington, A. and Matthews, A., 2004. Spatial characteristics of discharge phenomena in plasma electrolytic oxidation of aluminium alloy. *Surface & Coatings Technology*, 177, 779-783.
- Yerokhin, L., Snizhko, L.O., Gurevina, N.L., Leyland, A., Pilkington, A. and Matthews, A., 2003. Discharge characterization in plasma electrolytic oxidation of aluminium. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 36(17), 2110-2120.
- Zavaleta-Gutierrez, N.E., Polo-Briceno, E.R., Nique-Gutierrez, N.D. and De Cicco, H., 2018. Effect of heat treatment on the mechanical strength, intergranular and exfoliation corrosion of 7075 aluminum alloy. *Materia-Rio De Janeiro*, 23(2).
- Zhang, Y., Wu, Y.K., Chen, D., Wang, R.Q., Li, D.L., Guo, C.H., Jiang, G.R., Shen, D.J., Yu, S.X. and Nash, P., 2017. Micro-structures and growth mechanisms of plasma electrolytic oxidation coatings on aluminium at different current densities. *Surface & Coatings Technology*, 321, 236-246.
- Zhao, Y.X., Irving, P.E. and Cini, A., 2009. Hardness environments around fatigued scratches in clad and unclad 2024 t351 aluminium alloy. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 500(1-2), 16-24.
- Zhuang, J.J., Song, R.G., Xiang, N., Xiong, Y. and Hu, Q., 2017. Effect of current density on microstructure and properties of peo ceramic coatings on magnesium alloy. *Surface Engineering*, 33(10), 744-752.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler	
Adı Soyadı:	Fatma SONGUR
Eğitim	
Lise:	Erzincan Milli Piyango Anadolu Lisesi
Lisans:	Marmara Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü (2010)
Yüksek lisans:	Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Nano Bilim ve Nano Mühendisliği Anabilim Dalı, Nanomalzeme Bilim Dalı (2015)
Doktora:	Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Malzeme Bilim Dalı (2022)
Yabancı Dil Bilgisi	
İngilizce:	İyi
Tezden Üretilmiş Yayınlar	
Songur, F. , Arslan, E., Dikici, B., 2022. Taguchi optimization of PEO process parameters for corrosion protection of AA7075 alloy. <i>Surface & Coatings Technology</i> , 434, 128202, Doi: https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128202	